

DOI: <http://dx.doi.org/10.21123/bsj.2017.14.1.0039>

تحضير بعض معقدات الليكاندات المختلطة (2-هيدروكسي بنزليدين) -4- امينو أنتيبايرين و 10، 1- فينانثرولين ودراسة تأثيرها في البكتريا

ميسون مزهر عبدالحسن**

اسراء حمود ابراهيم*

محاسن فيصل الياس*

*قسم الكيمياء ، كلية العلوم للبنات، جامعة بغداد، بغداد، العراق.

** دائرة البيئة والمياه، وزارة العلوم والتكنولوجيا، بغداد، العراق.

استلام البحث 2016/ 1/17

قبول النشر 2016/ 5/4



This work is licensed under a [Creative Commons Attribution-Non Commercial-No Derivatives 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/)

الخلاصة :

تم تحضير معقدات جديدة لليكاند [(2- هيدروكسي بنزليدين) -4- امينو انتيبايرين] مع بعض ايونات العناصر الانتقالية، الفناديوم الرباعي والكروم الثلاثي والحديد الثلاثي والكوبلت الثنائي بوجود الليكاند المشارك (1، 10، فينانثرولين) في وسط كحولي . شخضت المركبات المحضرة بوساطة تقنيات الاشعة تحت الحمراء و الاشعة فوق البنفسجية -المرئية وقياس الحساسية المغناطيسية و التوصيلية الكهربائية و التحليل الدقيق للعناصر وكذلك تقنية الامتصاص الذري لتعيين نسبة الفلز في المعقد . اقترح الشكل الهندسي للمعقدات المحضرة فمعقد الفناديوم (IV) هرم مربع القاعده وشكل ثماني السطوح لمعقدات كل من الكروم (III) والحديد(III) والكوبلت (II) درست الفعاليه الاحيائيه لليكاندات والمعقدات المحضرة على ثلاثة انواع من البكتيريا المرضية *Staphylococcus aureus* و *E.schriachia coli* و *Pseudomonas aerogenuosa* باستعمال تقنية الانتشار على سطح الاكار بوصفها مضادات للبكتريا. لوحظ ان بعض المعقدات تمتلك فعالية جيدة بوصفها مضادات للبكتريا المستعملة.

الكلمات المفتاحية: ليكاندات مختلطة، [(2- هيدروكسي بنزليدين) -4- امينو انتيبايرين]، (1،10) - فينانثرولين، قاعده شف، فعالية بايولوجية

المقدمة :

قواعد شيف مع الايونات الفلزية [7] . ان المركبات الحاوية على مجموعة الازوميثين لها خواص قاعدية بسبب وجود المزدوج الالكتروني المنفرد على ذرة النتروجين فضلا عن الاصرة المزدوجة لمجموعة الازوميثين ، أما قاعدية مجموعة (C=N) فهي غير كافية لتكوين معقدات مستقرة مع ايونات الفلزات من خلال تكوين حلقات كيليتيه خماسية او سداسية [8] . تؤدي المعقدات الفلزية لقواعد شيف بوجود الليكاندات المشاركة دورا اساسيا في تطور الكيمياء التناسقية، وبدأ الاهتمام في مجال كيمياء المعقدات الحاوية على مزيج من الليكاندات بسبب دورها البارز في العمليات الفسيولوجية [9] والحيوية [10] لأن جزءا كبيرا من الكيمياء التناسقية تحتوي على مزيج من الليكاندات الحاوية على ذرات الاوكسجين والنتروجين والكبريت مع العناصر الفلزية وبحالات تاكسدية مختلفه [11] .

تمتلك قواعد شيف فعالية احيائية واسعة النطاق تعزى الى تكوينها مخلبيات مستقرة مع الايونات المعدنية الموجوده في الخلية [1] وذلك لاحتواء المركبات على مجموعة الازوميثان (C=N) [2-4] التي تعمل بوصفها مراكز فعالة مع الايونات المعدنية لتكون المركبات التناسقية فضلا عن ذلك فان لقواعد شيف ومعقداتها تطبيقات صناعية وبايولوجية متعددة [5،6]. ان خواص واستقرارية قواعد شيف لها صلته وثيقه جدا بمركبات الكاربونيل التي تكون قواعد شيف لاحتواء هذه المركبات على بعض المعوضات سواء كانت اليفاتية او اروماتية. كما تصنف قواعد شيف المعوضة استنادا الى عدد المواقع المانحة للمزدوجات الالكترونيه فيها والتي تتمثل بذرات النتروجين لمجموعة الازوميثين والاكسجين لمجاميع الكاربونيل والهيدروكسيل والكبريت لمجموعة الثايوكاربونيل او الثايول والتي يتم من خلالها تناسق

Point Apparatus والتوصيلية المولارية تم قياسها بتركيز (0.001) مولاري في مذيب الايثانول المطلق باستعمال جهاز Philips PW -Digital Meter of Conductivity ، التحليل الدقيق للعناصر تم فحصه بواسطة جهاز (EA-101.mth) ، تم تعيين نسبة الفلز في المعقد بواسطة تقنية الامتصاص الذري اللهبى باستعمال جهاز Shimadzu Atomic Absorption (680 Flame Spectrophotometer)

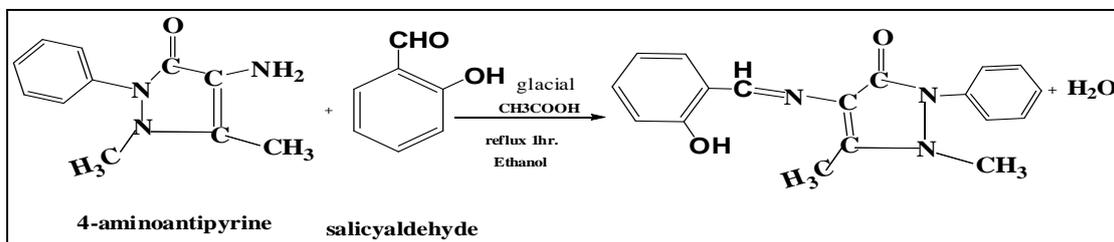
ب- تحضير الليكاند (2- هيدروكسي بنزليدين)-4-امينوانتيايرين (L)

بحسب ماورد في المخطط رقم (1) ، تم تحضير الليكاند (L) بحسب ماورد في الادبيات [12] من اذابة (0.2 غم ، 0.98 ملي مول) 4-امينوانتيايرين في (15مل) من الايثانول المطلق ، ثم اضيف اليه (0.12 غم ، 0.98 ملي مول) من السلسلديهايد، بعد ذلك اضيف الى المزيج ثلاث قطرات من حامض الخليك الثلجي ، ثم سخن المزيج وتم التصعيد الحراري بدرجة 70 °م لمدة ساعة ، برد ورشح المحلول وكان الراسب المتكون يرتقالي اللون تمت اعادة بلورته بواسطة الايثانول المطلق وجفف الراسب بدرجة 50 °م. يوضح الجدول (1) الخواص الفيزيائية لليكاند المحضر .

طريقة العمل:-

أ- المواد الكيميائيه والاجهزه المستعملة في التشخيص

جهازت المواد الكيميائية المستعملة [VOSO₄.H₂O) و (Cr(NO₃).6H₂O) و (Fe(NO₃)₃.9H₂O) و (Co(NO₃)₂.6H₂O) و (1,10-phenanthroline) و (4- aminoantipyrine) و (salicdehyde) و (absolute Ethanol) و (glacialacetic acid) من شركات BDH و FLUKA وبنقاوه عالية . سُجّلت اطياف الاشعة تحت الحمراء لليكاندات ومعقداتها المحضرة ضمن المدى (200-4000) سم⁻¹ بالاستعمال قرص CsI ، جهاز IR-Prestige - Single Beam Path Laser ، 21 ، وباستخدام قرص KBr ضمن المدى (400-4000) cm⁻¹ ، جهاز Shimadzu Infrared Spectrophoto Meter (FT-IR)- 8300 سُجّلت الاطياف فوق البنفسجية - المرئية للمركبات ضمن المدى (200-1100) نانوميتر باستعمال جهاز UV-1650 PC Shimadzu ، عينت الحساسية المغناطيسية للمعقدات المحضرة بدرجة حرارة الغرفة باستعمال جهاز من نوع Balance Magnetic Suceptibility Model MSB-MKT ، قيست درجات الانصهار لكل من الليكاندات ومعقداتها المحضرة باستعمال جهاز Stuart Melting



مخطط (1) يوضح تحضير قاعدة شف (2- هيدروكسي بنزليدين)-4-امينوانتيايرين (L)

لمدة (2-4) ساعة لجميع المحاليل ، رشح الراسب الملون وغسل عدة مرات باستعمال الايثانول المطلق وجفف بالمجفف بدرجة 60 °م. يبين جدول (1) بعض الخواص التحليلية والفيزيائية للمعقدات المحضرة .

د- الفعالية الحيوية :

درست الفعالية الحيوية لليكاندين والمعقدات على ثلاثة انواع من البكتيريا *E. schriachia coli* ، *Staphylococcus aureus* و *Pseudomonas aerogenuosa* باستعمال تقانه الانتشار على سطح الوسط الزراعي بوصفها مضادات للبكتيريا [13] . حضرت المركبات مباشرة بعد اذابتها بمذيب الايثانول بتركيز 1000مكغم/مل تم حضن المركبات بدرجة 37 م° لمدة يوم واحد وتم قياس النتائج ومعالجتها بقياس قطر منطقة التثبيط .

ج- تحضير المعقدات الفلزية :

تمت اذابة (0.6غم ، 2 ملي مول) من الليكاند الحر (L) في الايثانول المطلق واضيف اليه (1.96غم ، 2 ملي مول) من الليكاند المشارك 1،10 - فينانثرولين (L) المذاب في الايثانول المطلق ، ثم اضيف الى المزيج 2 ملي مول من (0.36 غم VOSO₄. H₂O) وايضا تمت اذابة (0.3 غم ، 1 ملي مول) من الليكاند الحر (L) في الايثانول المطلق واضيف اليه (0.98 غم ، 1 ملي مول) من الليكاند المشارك 1،10 - فينانثرولين (L) المذاب في الايثانول المطلق، ثم اضيف الى المزيج 1ملي مول من الاملاح الفلزية (0.28 غم ، Cr (NO₃)₃.6H₂O) و (0.34 غم Fe (NO₃)₃.9H₂O) و (0.29 غم Co (NO₃)₂.6H₂O) مع التحريك المستمر واجري التصعيد الحراري العكسي

النتائج والمناقشة :

مطابقة تقريبا للنتائج النظرية والجدول (1) يبين الاوزان الجزيئية للمركبات مع قيم التحليل الدقيق للعنصر (C.H.N) وتعيين نسبة الفلز، تم قياس التوصيلية المولارية للمعدتات بدرجة حرارة المختبر وبتركيز (0.001 مولاري) بعد اذابتها بالايثانول وقد وجد ان جميع هذه المعدتات اليكتروليتيية .

تم تحضير عدة مركبات من الليكاندات المختلطة وتم تشخيص هذه المركبات بالطرائق الطيفية ، وتم تحليل المركبات بطريقة التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N) وكذلك تم تعيين نسبة الفلز في المعدتات بطريقة الامتصاص الذري اللهي فكانت النتائج العملية

جدول (1) بعض الخواص التحليلية والفيزيائية لليكاندات ومعدتاتها

| المركبات | الاوزان الجزيئية | اللون | درجة الانصهار | نسبة المنتج % | التحليل الدقيق للعنصر العملي (النظري) | | | نسبة الفلز بالمعدت العملي (النظري) % |
|----------|------------------|------------|---------------|---------------|---------------------------------------|----------------|------------------|--------------------------------------|
| | | | | | C% | H% | %N | |
| L | 307 | برتقالي | 240 | 72 | - | - | - | - |
| L | 198 | عديم اللون | 102 | - | - | - | - | - |
| VL L | 1256 | زيتوني | 180 | 65 | 57.77 (57.32) | 4.92 (5.09) | 11.37 (11.14) | 9.99 (10.68) |
| CrLL | 734 | بني فاتح | 210 d. | 84 | 49.80 (49.04) | 3.81 (4.35) | 12.97 (13.35) | 7.22 (7.08) |
| FeLL | 690 | بني | 290 d. | 57 | 53.10 (52.17) | 4.09 (4.63) | 11.84 (12.12) | 8.05 (8.11) |
| CoLL | 679 | بني محمر | 150 | 76 | 53.29 (53.01) | 3.85 (4.71) | 12.11 (12.37) | 9.01 (8.68) |

d. = درجة التفكك

طيف الاشعة تحت الحمراء :-

اوكسجين مجموعة الكاربونيل في التناسق [18]. ومن خلال دراسة طيف المعدتات وجد انه قد تم فقدان بروتون مجموعة الفينول ومشاركة ذرة اوكسجين مجموعة الفينول بالتناسق مع جميع الايونات الفلزية المركزية [19]. وعند تكوين المعدتات لوحظ ازاحة الحزمة (1296) سم⁻¹ نحو الترددات الواطئة بمقدار (27 و 27 و 86 و 70) سم⁻¹ لمعدتات الفناديوم، الكروم، الحديد والكوبلت على التوالي، هذه الازاحة الحمراء تشير الى مشاركة ذرة اوكسجين مجموعة الفينول في التناسق مع الايونات الفلزية [20]. ازيحت حزمة مجموعة الازوميثين (C=N) في الليكاند الحر (L) نحو الترددات العالية بمقدار (34 و 34 و 29 و 36) سم⁻¹ لمعدتات الفناديوم (VI) والكروم (III) والحديد (III) والكوبلت (II) على التوالي، وهذه الازاحة تبين مشاركة ذرة نتروجين مجموعة الامين في التناسق مع الايونات الفلزية [21] ومما يعزز هذا التناسق عن طريق ذرتي الاوكسجين والنتروجين هو ظهور حزم ضعيفة الشدة عند المدى (424-499) سم⁻¹ و (557-599) سم⁻¹ وتعزى الى التردد الامتطاطي للاصرة (M-O) و (M-N) على التوالي. كما لوحظ ازاحة جميع حزم طيف الليكاند الحر المشارك L² نحو الترددات الواطئة بمقدار [(62 و 95) (47 و 41) (54 و 70) (49 و 41)] لمجموعة (C=C و C=N) لمعدتات الفناديوم، الكروم و الحديد والكوبلت على التوالي، مما يدل على مشاركة ذرتي النتروجين بالتناسق مع الايونات الفلزية و يعزز هذا التناسق ظهور حزم ضعيفة الشدة عند المدى (260-275) سم⁻¹ والتي

طيف الليكاند (L) [(2- هيدروكسي بنزليدين) -4- أمينوانتيايدين] والليكاند المشارك (L) [10، 1- فينانثرولين] ومعدتاتهم مع بعض الايونات الفلزية. يبين الجدول (2) قيم وتشخيص بعض حزم الامتصاص الرئيسية التابعة لليكاندين L و L² ومعدتاتهم الفلزية حيث يحتوي الليكاند (L) على مجاميع اساسية وتشمل مجموعة الازوميثين والمجموعة الفينولية ومجموعة الكاربونيل. تم تشخيص حزم الامتصاص لهذه المجاميع في الليكاند الحر مع تتبع التغير الحاصل لهذه الحزم من حيث الموقع والشدة والشكل عند تاصره مع الايونات الفلزية. حيث اظهر طيف الاشعة تحت الحمراء لليكاند (L) حزم امتصاص عند (3417) سم⁻¹ و (1591) سم⁻¹ و (1296) سم⁻¹ والتي تعود الى التردد الامتطاطي لمجموعة الفينول (OH) و مجموعة الازوميثين (C=N) ومجموعة (C-O) على التوالي [14]. كما ظهرت حزمة امتصاص عند الموقع (1654) سم⁻¹ وتعزى هذه الحزمة الى تردد مجموعة الكاربونيل (C=O) [15]. اظهر طيف الاشعة تحت الحمراء لليكاند المشارك (L) [10، 1- فينانثرولين] حزمة عريضة عند التردد (3383) سم⁻¹ التي تعزى الى وجود الماء في الليكاند [16]، وظهرت حزم عند الترددات (1647 و 1616) سم⁻¹ تعود الى التردد الامتطاطي لمجموعتي (C=C و C=N) [17]. عند تناسق المعدتات لوحظ تغير طيف في الموقع والشدة لحزمة مجموعة الكاربونيل وهذا يشير الى عدم مشاركة ذرة

التردد الاتساعي لمجموعة (OH) ν والتي تشير الى ظهور جزيئات الماء في جميع المعقدات خارج كرة التناسق .

تعزى الى اصرة $M-N_{Phen}$ للمعقدات المحضره [18]. وقد لوحظ ظهور حزم بنحو (3449-3400) cm^{-1} في طيف المعقدات الفلزية وتعزى الى

جدول (2) بعض مواقع الامتصاص الرئيسية لطيف الاشعة تحت الحمراء لليكاند ين L، E ومعقداتها (سم⁻¹)

| Comp. | $\nu(OH)$ | $\nu(C=N)$ | ν (C=N+C=C) | $\nu(C=O)$ | ν (C-O) asy. | ν (C-O) sym. | $\nu(M-N)$ | $\nu(M-O)$ | $\nu(M-N)$ Phen | Other bands |
|--------|-----------|------------|--------------------|------------|---------------------|---------------------|------------|------------|--------------------|-------------------------------------------------------------------|
| L | 3417 | 1591 | - | 1654 | 1296 | 1022 | - | - | - | |
| E | 3383 | - | 1616,1647 | - | - | - | - | - | - | |
| V L E | 3400 | 1627 | 1521,1585 | 1649 | 1226 | 1020 | 599 | 424 | 265 | $\nu H_2O=3442$ $\nu O=979$ $SO_4=1429,$ $1346,1126$ |
| Cr L E | 3390 | 1620 | 1575,1600 | 1653 | 1210 | 1015 | 557 | 437 | 260 | $\nu H_2O=3435$ $\delta OH=877$ $NO_3=1384,$ $1268,1035$ |
| Fe L E | 3425 | 1625 | 1546,1593 | 1654 | 1269 | 1025 | 596 | 437 | 270 | $\nu H_2O=3449$ $\delta OH=933$ $NO_3=1419,$ $1296,1076$ |
| Co L E | 3321 | 1625 | 1575,1598 | 1654 | 1269 | 1015 | 596 | 499 | 275 | $\nu H_2O=3400$ $\delta OH=885$ $NO_3=1384,$ $1305,1139$ |

وقد وجد ان المعقد اليكتروليتي ، وكذلك تم قياس الحساسية المغناطيسية وكانت بمقدار 1.71 بورمغنتون وهي مقاربه لقيم معقدات الفناديوم الهرمية [24] ومن خلال النتائج فان الشكل المقترح لمعقد الفناديوم هو هرم مربع القاعدة (Square pyramid)

Cr L E : اظهر طيف معقد الكروم ذو اللون البني الفاتح حزم امتصاص في المنطقة 950 نانوميتر (24390) cm^{-1} و 600 نانوميتر (1666) cm^{-1} و 410 نانوميتر (24390) cm^{-1} وبعد مقارنتها بالادبيات [25] وجد ان حزم الامتصاص تعزى الى الانتقالات الالكترونيه $4A_2g \rightarrow 4T_1g$ و $4A_2g \rightarrow 4T_2g$ و $4A_2g \rightarrow 4T_1g(P)$ على التوالي والجدول (3) يبين قيم معاملات المجال الليكاندي β, Dq, B^{-} ، ونشير التوصيلية المولارية للمعقد بانه اليكتروليتي وكذلك وجد ان قيمة العزم المغناطيسي للمعقد هي 3.12 بورمغنتون وهي مقاربه لقيم معقدات الكروم ثنائي السطوح [26]. من خلال النتائج السابقة فالشكل المقترح للمعقد هو ثنائي السطوح (octahedral).

Fe L E : ظهر في الطيف الالكتروني لمعقد الحديد المحضر ذي اللون البني المحمر اربع حزم امتصاص عند الموقع 965 نانوميتر (10362) cm^{-1} و 500 نانوميتر (20000) cm^{-1} و 480 نانوميتر (20833) cm^{-1} وبعد مقارنتها بالادبيات [27]، تعود هذه الامتصاصات الى الانتقالات الالكترونية $6A_1g \rightarrow 4T_1g$ و $6A_1g \rightarrow 4T_2g$ و $6A_1g \rightarrow 4Eg$ على التوالي، أما حزمة الامتصاص عند الموقع 390 نانوميتر

اطياف الاشعه فوق البنفسجية – المرئية

تمتاز معظم العناصر الانتقالية بأنها ملونة والوانها تختلف باختلاف املاحها وطبيعة ليكانداتها التي تشير الى تكوين المعقد وهذه الالوان تمتلك حزم امتصاص مميزة تختلف في مواقعها وشدهتها [22]. ومن خلال دراسة اطياف الاشعة المرئية وفوق البنفسجية لليكاندات الحره ومعقداتها ، ظهرت في طيف الليكاند L حزم امتصاص عند الموقع 380 نانوميتر (26315) cm^{-1} وحزمة امتصاص عند 330 نانوميتر (28571) cm^{-1} حيث تعزى هذه الامتصاصات الى الانتقالات الالكترونية من

($n \rightarrow \pi^*$) لمجموعة الازوميثين و($\pi \rightarrow \pi^*$) لمجموعة (C=C) على التوالي [23].

اظهر الطيف الالكتروني لليكاند المشارك (L) (1,10 - فينانثرولين) حزم امتصاص قوية المنطقه فوق البنفسجية عند الموقع 323nm (30959) cm^{-1} و 309 nm (32362) cm^{-1} والتي تعزى الى الانتقالات الالكترونية من ($n \rightarrow \pi^*$) لمجموعة الازوميثين (C=N) و($\pi \rightarrow \pi^*$) لمجموعة (C=C) على التوالي [23].

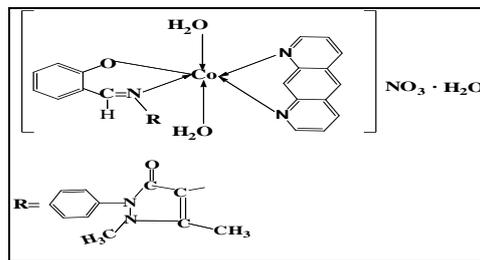
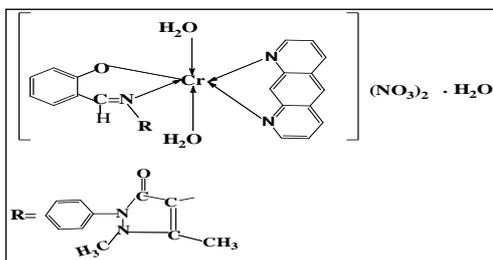
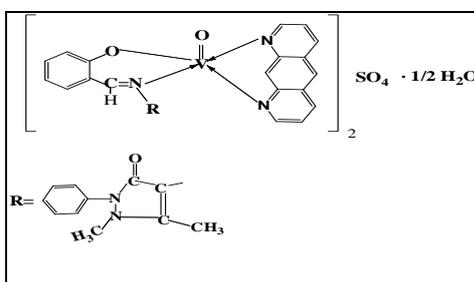
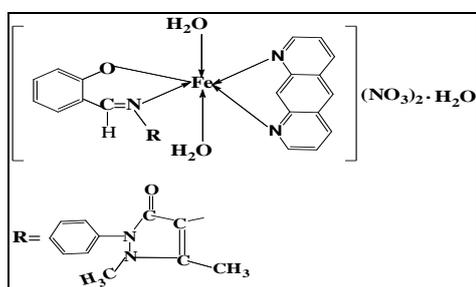
V L E : ظهرت في طيف معقد الفناديوم ذي اللون الزيتوني حزم امتصاص عند الموقع 600 نانوميتر (16666) cm^{-1} و 420 نانوميتر (23809) cm^{-1} والتي تعزى الى الانتقالات الالكترونية $2B_2 \rightarrow 2B_1$ و $2B_2 \rightarrow 2A_1$ على التوالي [24] ، كما ظهرت ثلاث حزم امتصاص عند الموقع 385 نانوميتر (26315) cm^{-1} و 360 نانوميتر (27777) cm^{-1} و (320) نانوميتر (31250) cm^{-1} والتي تعود الى حزم انتقال الشحنة (C.T) ، تم قياس التوصيلية الكهربائية للمعقد

(25641) سم⁻¹ فتعزى الى حزمة انتقال الشحنة (C.T). وقد تم قياس التوصيليه المولاريه والحساسيه المغناطيسيه للمعقد وكان المعقد الاليكترووليتي (البارا مغناطيسيه) بمقدار 5.63 بورمغنتون ، ان قيم معاملات المجال الليكائدي B⁻, Dq, Dq/B⁻, 10Dq, β, تم حسابها كما في الجدول (3) حيث تشير النتائج السابقة الى ان الشكل المقترح لمعقد الحديد المحضر هو ثماني السطوح (octahedral).

لقد اظهر الطيف الاليكتروني لمعقد الكوبلت ذي اللون البني حزمتي امتصاص عند الموقع 990 نانوميتر (10101) سم⁻¹ واخرى عند 410 نانوميتر (24390) سم⁻¹ وتعزى هذه الامتصاصات الى الانتقالات الاليكترونية

من خلال هذه النتائج فضلا عن النتائج الطيفية والتحليلية فان الاشكال المقترحة للمعقدات المحضرة موضحة في الشكل رقم (1).

Co L L²: لقد اظهر الطيف الاليكتروني لمعقد الكوبلت ذي اللون البني حزمتي امتصاص عند الموقع 990 نانوميتر (10101) سم⁻¹ واخرى عند 410 نانوميتر (24390) سم⁻¹ وتعزى هذه الامتصاصات الى الانتقالات الاليكترونية



شكل (1): يوضح الاشكال المقترحة للمعقدات المحضرة

جدول (3) مواقع وتشخيص حزم الامتصاص الاليكتروني وقيم معاملات المجال الليكائدي والتوصيلية الكهربائية (μscm^{-1}) والحساسيه المغناطيسية (BM)

| رمز المركب | حزم الانتقال cm^{-1} | تشخيص الانتقال | Dq | 10 Dq | B ⁰ | B ¹ | B | 15B ⁻ | الحساسيه المغناطيسيه | التوصيليه المولاريه | الشكل المقترح |
|------------------|-------------------------------|------------------------------------------|------|-------|----------------|----------------|-------|------------------|----------------------|---------------------|---------------|
| L | 30959 | $n \rightarrow \pi^*$ | | | | | | | | | |
| | 32362 | $\pi \rightarrow \pi^*$ | | | | | | | | | |
| | 26315 | $n \rightarrow \pi^*$ | | | | | | | | | |
| VLL ⁻ | 28571 | $\pi \rightarrow \pi^*$ | | | | | | | | | |
| | 16666 | ${}^2B_2 \rightarrow {}^2B_1$ | | | | | | | | | |
| Cr L L | 23809 | ${}^2B_2 \rightarrow {}^2A_1$ | | | | | | | | | |
| | 26315 | C.T | | | | | | | 1.71 | 60 | Sq.Py |
| | 27777 | C.T | | | | | | | | | |
| | 31250 | C.T | | | | | | | | | |
| Fe L L | 10526 | ${}^4A_2g \rightarrow {}^4T_2g$ | 1052 | 10520 | 918 | 631 | 0.688 | 9478 | 3.12 | 42 | distorted Oh |
| | 16666 | ${}^4A_2g \rightarrow {}^4T_1g$ | | | | | | | | | |
| | 24390 | ${}^4A_2g \rightarrow {}^4T_1g(p)$ | | | | | | | | | |
| Co L L | 10362 | ${}^6A_1g \rightarrow {}^4T_1g$ | 1036 | 10360 | 1300 | 649 | 0.50 | 9747 | 5.63 | 43 | distorted Oh |
| | 20000 | ${}^6A_1g \rightarrow {}^4T_2g$ | | | | | | | | | |
| | 20833 | ${}^6A_1g \rightarrow {}^4A_1g + {}^4Eg$ | | | | | | | | | |
| | 25641 | C.T | | | | | | | | | |
| (Cal.) | 10101 | ${}^4T_1g \rightarrow {}^4T_2g$ | 1051 | 10510 | 1030 | 876 | 0.90 | 13140 | 4.72 | 40 | distorted Oh |
| | 21008 | ${}^4T_1g \rightarrow {}^4A_2g$ | | | | | | | | | |
| | 24390 | ${}^4T_1g \rightarrow {}^4T_2g(p)$ | | | | | | | | | |

للمركبات المحضرة اظهر بان بعض هذه المعقدات تمتلك فعالية مضادة ضد البكتريا المستعملة .

المصادر:

- [1] Jarad, A. J. 2012. Synthesis and Characterization of New Azo Dye Complexes with Selected Metal Ions. J. of Al-Nahrain Uni., 15S(4):74-81.
- [2] Seitz, M.; Kaiser, A.; Stempfhuber, S.; Zabel M. and Reiser O. 2004. Helical , Nonracemic in inorganic hybrid polymers of cadmium halides with pentadentate Bis (oxazoline) ligands. P. Am. Chem. Soc. 126(37): 11426 .
- [3] Alias, Mahasin, F. and Stephan, B. A. 2014. Comparative Study of Microwave Assisted and Coaveational Synthesis of Mixed Ligand Complexes With Co(II), Ni(II),Cu(II) and Cu(II). J. Baghdad for S.11(3):1556
- [4] Karipcin, F. and Kabalcilar, E. 2007. Spectroscopic and Thermal Studies on Solid Complexes of 4-(2-pyridylazo)-resorcinol with Some Transition Metals .Acta.Chim.Slov,54(6):242-247.
- [5] Datt, N. K. and Chakder, N.C.; 2003. Complexes of cobalt (II) with some thiocarbazine derivatives. J. Nucl. Chem.;33(2):310.
- [6] Rajeeva, B.; Srinivasulu, N.; Sharama, R. and Gautam, N. 2009. Synthesis and Antimicrobial activity of some new 2-substituted benzothiazole Derivatives ”;E-J. of Chem.6(3):775-779.
- [7] Shibuya, Y.; Nabari K.; Kondo, M.; Yasue S.; Maeda, K.; Uchida, F. and Kawaguchi H. 2008. The copper (II) complex with two didentate Schiff ligand the unige rearrangement that proceed under alcohol vaper in the solid state to contract Noninclusion structure. Chem. Lett. 37(1):78.
- [8] Raman, N.; Thalamuthu, S.; Dhavedhuraja, J.; Neelakandan, M.

الفعالية البايولوجية :

يظهر الجدول (4) نتائج الفعالية للمركبات المدروسة ضد البكتريا المستعملة ويمكن منها استنتاج عدد من النقاط فقد لوحظ ان معقدات كل من الكروم والكوبلت لم تظهر اية قابلية على تثبيط نمو البكتيريا هذه *E.schriachia coli. arureus*, و *Pseudomonas aerogenuosa* المدروسة. بينما اظهرت جميع المعقدات الفلزية فعالية مختلفة اتجاه تثبيط النمو لنوع معين واحد او اكثر مما يعكس تأثير ادخال بعض الفلزات على زيادة الفعالية للبيكاندات المدروسة ضمن نطاق التأثير المتدروب للفعالية بين الفلز والليكاند. ان درجة التثبيط تعتمد على علاقة درجة القطبية للمركب ومقدار التساهمية للاواصر بين الفلز والليكاندات مع الفته الدهنية نجد ان المركب الذي تكون قطبيته واطنة والصفة التساهمية في اواصره عالية تكون الفته الدهنيه اعلى من الفته المائيه [29] ، وكذلك تعتمد على الشكل الهندسي للمعقد ونوع الايون المرافق ونوع الفلز وشحنته وحجمه فضلا عن الشحنة الكلية الموجودة على المعقد وطبيعة الذرات المانحة في الليكاندات ونوع الكلابيه.

جدول (4) : فعالية المركبات المحضرة بوصفها مضادات البكتريا (تركيز 1000 ميكروغرام / مليلتر)

| Comp. Bactr. | <i>E.schriachia coli.</i> | <i>Staphylococcus aureus</i> | <i>Pseudomonas aerogenuosa</i> |
|--------------|---------------------------|------------------------------|--------------------------------|
| L | + | ++ | +++ |
| L- | ++ | + | + |
| VLL- | + | + | ++ |
| CoLL- | - | + | ++ |
| FeLL- | ++ | + | ++ |
| CoLL- | + | ++ | - |

(-) لا يوجد تثبيط

(+) التثبيط بقطر (4-10) ملم

(++) التثبيط بقطر (11-20) ملم

(+++) التثبيط بقطر < 20 ملم

الاستنتاجات:

حضر الليكاند 2-هيدروكسي بنزليدين -4-امينوانتيايرين بالطريقة التقليدية وقد وجد ان الليكاند المحضر يسلك سلوكا ثنائي السن من خلال ذرتي (O,N) ووجود الليكاند المشارك 1,10-phenanthroline الثنائي السن تم تحضير معقدات من الايونات الفلزية الفناديوم الرباعي، الكروم الثلاثي، الحديد الثلاثي و الكوبلت الثنائي. من خلال الدراسات الطيفية للاشعة تحت الحمراء والاشعة فوق البنفسجية المرئية وجد ان الاشكال المقترحة للمعقدات هي مربع مستوي للفناديوم الرباعي والشكل ثنائي السطوح للكروم والحديد الثلاثي التكافؤ والكوبلت ثنائي التكافؤ، وقد وجد من خلال قياس التوصيلية المولارية للمعقدات انها ذات طبيعة ايونية و اشارت نتائج الحساسية المغناطيسية الى ان هذه المعقدات تمتلك الصفة بارا مغناطيسيه. ان تقييم الفعالية البايولوجية ضد انواع منتخبة من البكتريا

- [15] Kantouri, M. L.; Papadopoulos, C. D.; Quiros, M. and Hatzidimitriou, A. G. 2007. Preparation, Physical Characterization and Antimicrobial Evaluation of Co(II), Ni(II) and Fe(III) Complexes of heterocyclic Schiff bases. *Polyhedron*, 26(6):1292-1302.
- [16] Yousif, E.; Adil, H. and Farina, Y. 2010. Synthesis and characterization of some Metal Ions with 2-amino Acetate Benzothiazole, *J. Appl. Sci. Res.* 6(7): 879–882.
- [17] Ingle, R.G. and Magar, D.D. (2011). "Heterocyclic Chemistry of Benzimidazoles and Potential Activities of Derivatives" *Int. J. Drug Res. Tech.*, Vol. 1 (1), 26-32.
- [18] Erdem, E.; Kilin, carslan, E. Y. and Kabay, R. 2009. Physico- Chemical Characterization and Biological Screening of Metal Compounds with Cyanex 301, *J. Bangladesh Acad. Sci.* 34(2): 153-161.
- [19] Gupta, S. K. & Pancholi, S.S. 2011. Synthesis and Evaluation of Antitubercular Activity of Some ThioBenzimidazolyl Derivatives, *Der-pharma Chem.* 3(1), 274-279.
- [20] Hassainye, A. F. and Khidr, M. A. 2010. Coordination behavior and biological activity studies of transition metal complexes. *J. Appl. Sci. Res.* 3(2):109-118.
- [21] Usharani, M.; Akila, E. and Rajaral, R.; 2012. Synthesis and Spectral Investigation of Binuclear Schiff Metal Complex. *Indian Acad. Sci (Chem. Sci)* 100 (1) : 21-26.
- [22] Ahmed, U.; Mohammed, M.R. and Yoon, B.H. 2007. Synthesis and Physico- Chemical and Spectroscopic Investigation of Sodium dihydro bis (1,2,3-benzotriazolyl) borate ligand and its transition metal complexes, *Turk J. Chem. M.* 31:179.
- [23] Shayma, A.; Shaker, H. A. and Mohammedana Abbas, A.S. 2010. Preparation Physico – Chemical and N. and Sharmilla B. 2008. DNA cleavage and antimicrobial activity studies on transition metal (II) complexes of 4- aminoantipyrine derivatives. *J. Chilian Chem.Soc.*, 40(2):116.
- [9] Rajavelm R. and Senthil, M. 2008. Synthesis, characterization, redox, catalytic and antibacterial activities of binuclear Ruthenium (III) Schiff base containing triphenyl phosphine as co-ligand. *J. Chem. Soc.* 5(3):620.
- [10] Ajaily, M. M.; Maihub, A.A.; Ben-Gweirif, S. F.; Belazi, A. M. and El-Zweay, R. S. 2007. Mixed Ligand Complexes of Transition Metal Chelates of 1-nitro-2- naphthol and 8- Hydroxyquinoline with picoline acid and quinaldine acid. *Orient. J. Chem.*, 23(1):97-104 .
- [11] Kantouri, M. L.; Papadopoulos, C. D.; Quiros, M. and Hatzidimitriou, A. G. 2007. Synthesis and characterization of complexes of zinc(II), cadmium(II), platinum(II) and palladium(II) with potassium 3-dithiocarboxy -3-aza-5- amino-pentanoate, *Jord. J. Chem.* 26(6) :1292-1302.
- [12] Patel, N.; Yadav, P.; Cheuhan, J. S.; Chauhan, D. and Jain, A. 2011. 2-Amino-N (7-Substituted Benzol [d]2yl) benzamide: Synthesis and characterization of novel Antibacterial compounds. *Der. Pharmacia. Lett.* 3(1):208-213 .
- [13] Petra, D.; Tatjano, Z. and Boriset, P. 2005. Synthesis and structure – activity relationships of potent antitumor active quinoline and naphthyridine derivatives. *J. Inorg. Bio. Chemistry.* 99(2):432- 422 .
- [14] Enaam, M. R.; Maysoon, A. S. and Sarab, M.S. 2014. Synthesis Characterization, and Stability Study of V(IV), Rh(III), Pd(II) Cd(II) and Hg(II) Complexes with Pyrazol Derivative. *J. Baghdad for Sci.* 11(3):1592.

- acetohydrazide with 3- formyl-2-hydroxy quinoline and 3-formyl-2-mercapto quinoline. J. Chem. pharm.Res.4(1): 851-865
- [27] Jasim, Z. U. 2011. Synthesis, characterization of new Mn(II), Co(II), Ni(II) and Cu(II) complexes with [a-methyl-N-(3- methylidene indol)-2- amino anthraquinone] ligand. Colle. Basic. Edu. Res. J.,10(4):210-219.
- [28] Fayad, N. K.; AL Noor, T. H. and Ghanim, F. H. 2012. Synthesis, characterization and antimicrobial activity of mixed ligand complexes of some metals with 1- nitroso-2-naphthol and phenyl alanine, Chem. Mater. Res.2(5).147.
- [29] Sultana, N. and Arayne, M. S. 2007. The use of conductivity measurements in organic solvent for the characterization of coordination compound. Pakistan J. Pharma Sci. 20(4):305-310
- Spectroscopic Investigation of Thiaacetazone and Quinalizarin Complexes with Mn(II), Fe(II), Co(II), Ni(II), Cu(II) Zn(II) Cd(II) and Pd(II). J.of Basic and Applied Sciences,4(10): 5178-5183.
- [24] Mohammed, G. G.; Omer, M. M. and Hindy, A.M. 2006. Metal complexes of Schiff base: Preparation, Characterization and biological activity. Turk. J. Chem. 30:361-382.
- [25] Mishra, A.P. and Jain, R. 2012. Microwave assisted synthesis, spectroscopic, Thermal and antimicrobial studies of some transition metal complexes of Schiff base ligands containing thiazol moiety. Jord.J. Chem. 7(1):9-21.
- [26] Nath, P. and Dhumwad, S. D. 2012. Synthesis, characterization and Antimicrobial studies of Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II) complexes derived from a Schiff base of 2-[(4-methyl-2-oxo-chromen-7- yl]

Synthesis of Some Mixed ligands Complexes of (2-hydroxy benzaldine)-4-amino Antipyrine and 1,10-phenanthroline and Studying their antibacterial activity

*Mahasin F. Alias**

*Israa H. Ibraheem**

*Maysoon M. A bdul Hassan***

*Department of Chemistry, College of Science for Women, University of Baghdad, Baghdad Iraq

**Environment and Water Directorate, Ministry of Science and Technology, Baghdad, Iraq

Received 17/1/2016

Accepted 4/5/2016

Abstract:

Complexes from the ligand (2-hydroxy benzaldine)-4-aminoantipyrine with some transition metal ions V(IV), Cr(III), Fe(III) and Co(II) were prepared in the presence of the co-ligand 1,10-phenanthroline in alcoholic medium. These compounds were characterized by the available techniques: FT-IR, UV-Visible, magnetic susceptibility, Flame atomic absorption technique as well as elemental analysis and conductivity measurements. From these spectral studies, a square pyramidal structure proposed for V(IV) complex and an octahedral geometry for Cr(III), Fe(III) and Co(II) complexes. The biological activity of the ligands and their complexes were evaluated by a agar plate diffusion technique against three human pathogenic bacterial strains: *Pseudomonas aerogenuosa*, *E. schriachia coli*. and *Staphlococcus aureus*. Some of the complexes were found to have a good antibacterial activity against these pathogens.

Key words: Mixed ligand [(2-hydroxybenzaldine)-4-aminoantipyrine], 1,10-phenanthroline, Schiff base, biological activity.