

تحضير وتشخيص والفعالية الحيوية لبعض من مُعقدات الحديد (II) الجديدة الحاوية على مزيج من الليكندات (بنزل أزيين والسميكاربازون) ودراسة تأثير الليزر عليها

زهور فتحي داود*

ميسون عبدالرزاق شاهين*

استلام البحث 20، كانون الاول، 2012
قبول النشر 5، ايار، 2014

الخلاصة:

حُضرت (بالطريقة التقليدية وبالميكروويف) عدد من المُعقدات الجديدة للحديد (II) مع مزيج من الليكندات التي تشمل بنزل أزيين-BA والسميكاربازون {بنزل سميكاربازون-BSCH أو بنزل بس (سميكاربازون)-BBSCH₂ أو ساليسالديهايد سميكاربازون-SSCH₂ أو بنزوين سميكاربازون-B'SCH₂}. شُخصت المُعقدات الناتجة باستخدام التحليل العنصري باستخدام جهاز طيف الإمتصاص الذري وحساب الوزن الجزيئي النسبي وقياس التوصيلية الكهربائية ومُعامل الإنكسار وقياس الحساسية المغناطيسية وأطياف الأشعة تحت الحمراء والإلكترونية. وأُستنتج أن الليكندات تُعطي مُعقدات أيونية موجبة (مُوصلة كهربائياً) أو مُعادلة (غير مُوصلة) ذات صيغة عامة $[Fe(SCH_i)(BA)Cl_m]Cl_{2-m}$ في الوسط المُتعادل أو الحامضي {حيث $SCH_i = BSCH$ أو $BBSCH_2$ أو $SSCH_2$ أو $B'SCH_2$ و $i=1$ أو 2 و $m=1$ أو 2 } إذ تسلك فيها الليكندات بشكل ليكندات مُعادلة. ولقد أثبتت الدراسة أن المُعقدات تكون سداسية التناسق ذات أشكال ثمانية السطوح أحادية النواة. وُدس تأثير أشعة الليزر النوع المرئي على الليكندات والمُعقدات الصلبة لمدد زمنية تتراوح من 1-3 ساعة، فلو حظ أن جميع ليكندات السميكاربازون تتأثر بشكل طفيف يكاد يُهمل من خلال نتائج درجات الإنصهار أو التفكك، أما ليكند الأزيين فلم يتأثر بهذا النوع من الإشعاع أي أنه مُستقر. في حين لوحظ أن مُعظم المُعقدات قد تأثرت بهذا النوع من الإشعاع من خلال قياس درجة التفكك أو الإنصهار لها مما يدل على تكوّن بوليمرات أما المُعقدات الأخرى فقد لوحظ تأثير طفيف عليها مما يدل على تكسر أو اصرها الهيدروجينية فقط. كذلك دُرست الفعالية الحيوية لليكندات والمُعقدات على عدد من البكتريا المرضية *Pseudomonas auruginosa* و *Staphylococcus aureus* و *Escherichia coli* و *Streptococcus faecalis* و *Proteus mirabilis* و *Enterobacter aerogenes* باستخدام تقانة الإنتشار على سطح الأكار، لوحظ أن جميع الأملاح والليكندات والمُعقدات تمتلك فعالية عالية جداً بوصفها مُضادات لجميع أنواع البكتريا مما يُرجح إمكانية استخدامها كمُضادات حيوية. كما أُختبرت فعالية الليكندات والمُعقدات على مسحات مأخوذة من اللوزتين الملتهبتين لمرضى ذكور وإناث أعمارهم {1-13} سنة {فلو حظ أنها مُختبرياً كفاءة جداً في علاج التهاب اللوزتين.

الكلمات المفتاحية: مُعقدات الحديد (II)، ليكند الأزيين، ليكندات السميكاربازون، مزيج من الليكندات، أشعة الليزر، الفعالية الحيوية، مرض التهاب اللوزتين.

المقدمة:

المنح، فضلاً عن تطبيقاتها الحيوية المهمة [8-11]. ركز الباحثون جُل اهتمامهم في مجال كيمياء المُعقدات الحاوية على مزيج من الليكندات بسبب دورها المهم في العمليات الفيزيولوجية والحيوية، وعليه فإن جزءاً كبيراً من الكيمياء التناسقية تحتوي على مزيج من الليكندات [12-16]. ونظراً لأهمية الموضوع، حضرت داود وجماعتها العديد من المُعقدات مع مزيج من الليكندات وشُخصت باستخدام تقانات كيميائية وفيزيائية مختلفة [17,18]. أُستخدمت تقانة المايكروويف في مجال تحضير المركبات الكيميائية بوصفها مصدراً مميّزاً للحرارة، فأثبتت كفاءتها في مجالات التحضير الخالية من المذيب (الحالة الصلبة)

يرجع استخدام الحديد في صناعة الأدوات إلى عصور قديمة فأستخدم في التطبيقات الهندسية، وكما دة واقية من الإشعاعات المؤذية وفي صناعات عديدة وكحفظات وفي البستنة وكُمبيد للطحالب وفي مُعالجة مرض فقر الدم (الأنيميا). كما يدخل عنصر الحديد في تركيب الهيموكلوبين [1]. تُعد الأزيينات صنفاً مهماً من المركبات العضوية وتُستخدم في مجال الكيمياء التحليلية وكأصباغ وحفظات ومُوصلات كهربائية ومُتسّسات ضوئية في الخلايا الشمسية، فضلاً عن دورها الحيوي المهم، وهي تكوّن مُعقدات كيلينية مهمة [2-7]. لقد حظيت دراسة وتحضير ليكندات السميكاربازونات باهتمام بالغ لقدرتها على العمل كليكندات مُتعددة

المايكروويف ودراسة تأثير هذه المعقدات بتسليط أشعة ليزرية عليها.

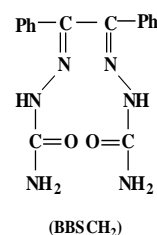
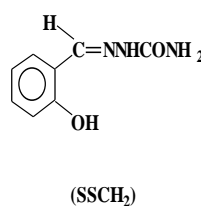
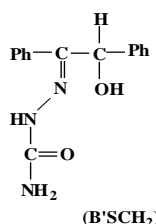
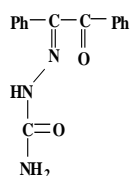
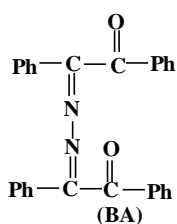
2- تقييم فعالية الليكندات والمعقدات مضادة للبكتريا ومقارنتها مع المادة القياسية (الأميسلين). تم تقييم فعالية الليكندات والمعقدات على مرضى مصابين بالتهاب اللوزتين، بأخذ مسحات من اللوزتين ومعالجتها بالمعقدات المحضرة مخبرياً ومقارنتها مع مضادات حيوية لمعالجة هذا المرض.

الجزء العملي

المواد الكيميائية المستخدمة

جهزت المواد الأولية والمذيبات المستخدمة من قبل شركة BDH و Fluka و Merck

تحضير الليكندات بالطريقة التقليدية والمايكرووية حضرت الليكندات في أدناه بنزل سميكاربازون BSCH وبنزل بس (سميكاربازون) BBSCH₂ وساليسالديهايد سميكاربازون SSCH₂ وبنزوين سميكاربازون B'SCH₂ باستخدام طريقة التصعيد الحراري [2] كذلك بطريقة التسخين بفرن المايكروويف. و حضرت الليكند بنزل أزين-BA بطريقة تقليدية [2] وبالتسخين بفرن المايكروويف.



تحضير المعقدات بطريقة المايكروويف

يُمزج 0.25 غم ($10^{-3} \times 1.2563$ مول) من كلوريد الحديدوز و (0.5231 غم، $10^{-3} \times 1.2563$ مول) من ليكند بنزل أزين و ($10^{-3} \times 1.2563$ مول) من أحد ليكندات السميكاربازون {0.03358 غم بنزل سميكاربازون أو 0.4074 غم بنزل بس (سميكاربازون) أو 0.2251 غم ساليسالديهايد سميكاربازون أو 0.3383 غم بنزوين سميكاربازون}. يُسحق المزيج جيداً في بيكر بايركس ويُوضع في فرن المايكروويف ولمدة زمنية 25-30 ثانية يُجمع الناتج ويُغسل بتنائي أثيل إيثر ويُجفف {أنظر الجدول (1)}.

تحضير المعقدات بالطريقة التقليدية:

يُداب 0.25 غم ($10^{-3} \times 1.2563$ مول) من كلوريد الحديدوز في 5 مل ماء مقطر ويُضاف إلى مزيج مُكوّن من (0.5231 غم، $10^{-3} \times 1.2563$ مول) من ليكند بنزل أزين ومن أحد ليكندات السميكاربازون {0.03358 غم بنزل سميكاربازون أو 0.4074 غم بنزل بس (سميكاربازون) أو 0.2251 غم ساليسالديهايد سميكاربازون أو 0.3383 غم بنزوين سميكاربازون} المُذابه بأقل كمية مُمكنة من الإيثانول والماء المقطر مع التسخين قليلاً إلى أن يتم الحصول على محلول رائق. يُصعد المزيج حرارياً لمدة ثلاث ساعات، يُركّز المزيج بعدها إلى نصف حجمه بالتبخير ثم يُبرّد بحمام فينكون الراسب، يُرشح ويُغسل بتنائي أثيل إيثر ويُجفف الراسب عند 100 م {أنظر الجدول (1)}.

جدول (1) الظروف العمليّة والصيغ المتوقّعة للمُعقّات المُحضّرة

ت	الصيغة الكيميائية للملح	وزن BSCH (غم)	وزن BBSCH ₂ (غم)	وزن SSCH ₂ (غم)	وزن B'SCH ₂ (غم) ²	وزن BA (غم)	الدالة الحامضية	زمن التشيع (ثانية)	نسبة الناتج	الصيغ المتوقّعة للمُعقّات
1	FeCl ₂ .4H ₂ O	0.03358	-	-	-	0.5231	6 - 3	-	30.89	[Fe(BA)(BSCH)Cl ₂]
2	FeCl ₂ .4H ₂ O	0.03358	-	-	-	0.5231	-	30	99.92	[Fe(BA)(BSCH)Cl ₂]
3	FeCl ₂ .4H ₂ O	-	0.4074	-	-	0.5231	6 - 4	-	35.68	[Fe(BA)(BBSCH ₂)Cl ₂]
4	FeCl ₂ .4H ₂ O	-	0.4074	-	-	0.5231	-	25	82.55	[Fe(BA)(BBSCH ₂)Cl ₂]
5	FeCl ₂ .4H ₂ O	-	-	0.2251	-	0.5231	6 - 4	-	18.79	[Fe(BA)(SSCH ₂)Cl ₂]
6	FeCl ₂ .4H ₂ O	-	-	0.2251	-	0.5231	-	30	96.14	[Fe(BA)(SSCH ₂)Cl ₂]
7	FeCl ₂ .4H ₂ O	-	-	-	0.3383	0.5231	6 - 4	-	35.83	[Fe(BA)(B'SCH ₂)Cl]Cl
8	FeCl ₂ .4H ₂ O	-	-	-	0.3383	0.5231	-	30	97.21	[Fe(BA)(B'SCH ₂)Cl]Cl

المُشعّة) والتوصيلية الكهربائيّة (للمُعقّات المُشعّة). دُرست الفعاليّة لليكندات وللمُعقّات على عدد من البكتريا المرضيّة (*Staphylococcus aureus* و *Escherichia coli* و *Pseudomonas auruginosa* و *Streptococcus faecalis* و *Proteus mirabilis* و *Enterobacter aerogenes*) باستخدام تقانة الانتشار على سطح الأكار كمضادات للبكتريا [26]، غُزلت جميع البكتريا وشُخصت باستخدام طرائق قياسية [27, 28] قبل استخدامها من قبل قسم علوم الحياة/كلية التربية للعلوم الصرفة/جامعة الموصل. نمت البكتريا في وسط أكار الدم (Blood agar) وعمرها 24 ساعة ثم نُقلت إلى وسط المرق المُغذي (Nutrient agar) وحُضن الوسط بدرجة 37 م مُدّة 18-24 ساعة، تمّ تخفيف العالق الجرثومي بالمحلول الملحي الفسيولوجي (Normal Saline) وذلك بالمقارنة مع انبوب السيطرة القياسي (عيّنة السيطرة) الذي يُعادل (10⁸ خلية/سم³) ثم نُشر 0.1 مل من العالق الجرثومي المُخفف على أطباق الأكار المُغذي الاعتيادي وحُضنت الأطباق في الحاضنة مُدّة 30 دقيقة لكي يحصل التشرّب في وسط الأكار المُغذي. عُقمت أقراص من ورق الترشيح قطرها 6 ملم عند 150 م لمُدّة ساعة، ثم غُمرت بـ 1 مل يحوي على المواد قيد الدراسة (كلّ مادة على حدا) ثم وُضعت على سطح الأكار المُتشرّب في أعلاه (Seeded Nutrient agar) وحُضنت عند 37 م لمدة 24 ساعة، وقيست بعد ذلك المنطقة التي يحصل عندها التثبيط (Inhibition zone)، لحساب أقل تركيز للتثبيط (MIC) وأخذت تراكيز مُختلفة من كلّ مادة قيد الدراسة (200, 100, 50, 25, 12.5, 6.25 مايكروغرام/مل). وأُستخدمت هذه التراكيز مع بكتريا *Staphylococcus aureus* و *Escherichia coli* في حين أُستخدم التركيز 200 و 6.25 في دراسة التأثير على البكتريا الأخرى، ثمّ سُجّل أعلى تخفيف الذي يُثبّط نمو البكتريا أو يُبيدها وذلك من خلال قياس قطر منطقة التثبيط [27, 28] مقارنة مع الأمبسيلين، أُجريت التجربة بواقع 3 مُتكررات لكلّ قياس.

القياسات التحليليّة والفعالية الحيوية والأجهزة المُستخدمة

عُيّنَت كميّة الحديد [24] باستخدام جهاز طيف الإمتصاص الذريّ من نوع Pye-Unicam SPG Atomic Absorption Spectrophotometer. قيس الوزن الجزيئي النسبي لجميع الليكندات ومُعقّاتها بطريقتي الانخفاض بدرجة الإنجماد [25]. قيست درجات الإنصهار أو التفكك لجميع الليكندات ومُعقّاتها المُحضّرة بجهاز قياس درجة الإنصهار-Richert Heizbank jung من نوع WME. قيست التوصيلية الكهربائيّة لمحاليل المُعقّات باستخدام جهاز التوصيل الكهربائي-Multiline F/SET-2WTW Wissenschaft Technische LF-42 و weiheim Werstattem 82362 باستخدام مُذيب ثنائي مثيل فورماميد وبتركيز 10⁻³ مولاري وبدرجة حرارة 25 م. قيس مُعامل الإنكسار للمذيب و للمُعقّات المُذابة فيه بتركيز 10⁻³ مولاري باستخدام جهاز نوع Atago Illumination, Atago Co-LTD, Japan [25]. قيست العزوم المغناطيسية للمُعقّات عند درجة حرارة 25 م باستخدام طريقة فرادي بجهاز من نوع (Bruker B.M6). سُجّلت الأطياف الإلكترونيّة لليكندات ومُعقّاتها وذلك باستخدام جهاز Shimadzu UV-1650 PC UV-Vis. Spectrophotometer وقد تمّ استخدام ثنائي مثيل فورماميد وثنائي مثيل سلفوكسيد بوصفهما مُذيباً وبتركيز 10⁻³ مولاري وباستخدام خلايا الكوارتز ذات مسار 1 سم في المدى 200-1100 نانومتر وفي درجة حرارة 25 م. سُجّلت قياسات طيف الأشعّة تحت الحمراء لليكندات ومُعقّاتها بجهاز نوع FTIR-Bruker Type Tensor 27 في المنطقة المحصورة بين 400-4000 سم⁻¹، إذ عُملت على شكل أقراص بمادّة بروميد البوتاسيوم. شُعبت الليكندات والمُعقّات المُحضّرة الصلبة بإشعاع ليزري من نوع الليزر المرئي ذو قدرة 50 ملي واط وطول موجي 532 نانومتر ولمدد زمنيّة مُختلفة تتراوح بين نصف ساعة إلى ثلاث ساعات، إذ بعد مرور كلّ نصف ساعة من التشيع قيست درجة الإنصهار أو التفكك (لليكندات والمُعقّات

النتائج والمناقشة:

إنَّ المُعَقَّدَات الناتجة مواد صلبة ومُلَوَّنة ومُسْتَقَرَّة. وتبيِّن من قياسات الموصليَّة الكهربائيَّة أنَّ المُعَقَّدَات 1-6 تكون مُتعادلة أي تكون غير إلكترونيَّة (غير مُوصَّلة) أما المعقدتين 7 و8 فموصليتين بنسبة 1:1 وذوي شحنة موجبة واحدة [29]، كما وُجد أنَّ جميعها يتفكَّك بفعل الحرارة، وأظهرت القياسات المغناطيسية للمُعَقَّدَات (1-4) أنَّها ديامغناطيسية والمُعَقَّدَات (5-8) أظهرت قيمةً تراوحت بين 4.460120538- 5.252993589 بورمغناطون ممَّا يُرَجَّح كون ذرَّة الحديد سُداسيَّة التناسق ذات شكل ثُماني السطوح واطيء أو عالي البرم على التوالي [30]. كانت النتائج التي تمَّ الحصول عليها مُتلائمة مع الصيغ المُتوقَّعة للمُعَقَّدَات المُحضَّرة.

جُمعت (103) مسحة من المرضى المُصابين من منطقة اللوزتين ابتداءً من شهر شباط 2011 وحتى نهاية شهر تموز 2011. أُستعملت المسحات القطنية المُعقَّمة الجاهزة المغمورة في الوسط الناقل (Transport media) وهو (Normal Saline) لنقل العينات إلى المُختبر خلال مُدَّة لا تتعدَّى ثلاث ساعات، تراوحت أعمار المرضى من 1-13 سنة من كلا الجنسين أُخذين بنظر الإعتبار عدم إستعمال المُضادَّات الحيويَّة من قبل المرضى لمُدَّة ثلاثة أيَّام على الأقل، وبعد نقل العينات إلى مُختبرات علوم الحياة للبحوث تمَّ زرعها في أطباق من الأكار وبنوعين هما: Nutrient agar و Blood agar وبعدها تمَّ إتباع طريقة الفعاليَّة نفسها [27,28].

جدول (2): النتائج التحليلية وعدد من الخصائص الفيزيائية للمُعَقَّدَات المُحضَّرة

ت	اللون	درجة التفكك (°)	Λ_M	% للفلز نظري (عملي)	ΔT (°)	الوزن الجزيئي نظري (عملي)	معامل الإنكسار $\times 10^{-4}$	μ_{eff} (B.M)
1	كموني	162	23.520	6.9136 (6.7992)	-1.2	810.000 (810.604)	1.430550	دايامغناطيسي
2	كموني	162	23.520	6.9136 (6.5142)	-1.2	810.000 (810.604)	1.431475	دايامغناطيسي
3	بيج	192	10.920	6.4591 (6.7910)	0.4	867.000 (866.668)	1.435570	دايامغناطيسي
4	بيج	190	19.800	6.4591 (6.5142)	0.4	867.000 (866.668)	1.439545	دايامغناطيسي
5	أخضر	180	18.048	7.7562 (7.4217)	2.5	722.000 (719.500)	1.433560	5.129026569
6	أخضر	178	18.048	7.7562 (7.7833)	2.5	722.000 (719.500)	1.435480	5.252993589
7	بني	150	90.160	6.8965 (7.4217)	-1.2	812.000 (810.604)	1.458670	4.812189067
8	بني	150	95.000	7.7562 (7.7886)	-1.2	812.000 (810.604)	1.455475	4.460120538

$$M\Lambda = \text{التوصيلية المولارية (أوم}^{-1}\text{سم}^{-2}\text{مول}^{-1}\text{)}, \Delta T = \text{الفرق في درجات الإنجماد}$$

الإستقرار Eg قابليَّة عالية لتأثير يان تيلر فإن أيون الحديد(II) يُظهر قابليَّة عالية لتأثير يان تيلر وتكون مُعَقَّدَات ذات شكل ثُماني السطوح مُشوَّه [1] إنَّ بعض مُعَقَّدَات الحديد(II) (1-4) لم تُظهر حزمة في المنطقة المرئيَّة من الطيف ممَّا يُعزِّز كون أنَّ هذه المُعَقَّدَات واطئة البرم لذا لا يحدث فيها إنتقال d-d وعليه فلا تُظهر حزمة في المنطقة المرئيَّة [31]. وظهرت حزمة انتقال الشحنة في المنطقة 46082.95-17152.66 سم⁻¹ كما تمَّ حساب طاقة استقرار المجال البلوري (C.F.S.E).

أعطى الطيف الإلكتروني للبيكندات حزمات في المنطقة فوق البنفسجية تُعزِّيان إلى الإنتقالين $n \leftarrow \pi^*$ و $\pi \leftarrow \pi^*$ ، وعند تناسقها مع الحديد(II) يُلاحظ إزاحتها نحو تردد أوطأ ممَّا يُعزِّز تناسقها مع الأيون الفلزي. أعطت المُعَقَّدَات المُحضَّرة أطيف d-d فضلاً عن أطيف إنتقال الشحنة. أظهرت الأطيف الإلكترونيَّة للمُعَقَّدَات (5-8) {الجدول(3)} حزمة امتصاص عريضة واحدة في المنطقة 17152.66-17271.16 سم⁻¹ تعود إلى الإنتقال ${}^5T_{2g} \leftarrow {}^5E_g$ ونظراً إلى أنَّ لحالة

الجدول (3): الأطيف الإلكترونيَّة للبيكندات ومُعَقَّدَاتها

C.F.S.E	إنتقال الشحنة (سم ⁻¹)	المنطقة المرئيَّة إنتقالات d-d (سم ⁻¹)	منطقة الأشعة فوق البنفسجية		البيكندات ورقم المُعَقَّد
			$\pi \rightarrow \pi$	$n \rightarrow \pi$	
-	-	-	39682.54	30487.80	BA
-	-	-	39840.64	32154.39	BSCH, BSCH _(M)
-	-	-	39447.73	31347.96	BBSCH ₂ , BBSCH _{2(M)}
-	-	-	35587.19	31250.00	SSCH ₂ , SSCH _{2(M)}
-	-	-	35587.19	31746.03	B SCH ₂ , B SCH _{2(M)}
-	43290.04	-	34246.57	20.29588	1
-	43290.04	-	33112.58	27700.83	2
-	45045.05	-	37593.98	26315.79	3
-	46082.95	-	37593.98	26315.79	4
6862.77	40733.20	17156.91	30487.80	26178.01	5
6908.46	40000.00	17271.16	30487.80	26455.03	6
6861.06	44345.90	17152.66	38022.81	25220.68	7
6861.06	44345.90	17152.66	38314.18	25706.94	8

في أطيف المعقدات مما يدل على عدم تناسقها. لوحظ ظهور حزمة واسعة في الموقع 3450.50 - 3475.34 سم⁻¹ في طيف الأشعة تحت الحمراء للكيند B'SCH₂ تُعزى إلى ν_{OH} [32] ويعود المدى الواسع إلى وجود الأصرة الهيدروجينية وكذلك نظراً لوجود العديد من المجاميع الأخرى التي تظهر في الموقع نفسه لذا من الصعوبة ملاحظة الإزاحة والتأكد من التناسق. تعود الحزمة التي ظهرت في الموقع 1330.37 سم⁻¹ إلى δ_{OH} ولوحظ بقائها في الموقع نفسه مما يدل على عدم اشتراكها في التناسق. كما أعطى طيف الأشعة تحت الحمراء للكيند B'SCH₂ حزمة عند 1024.25 - 1028.65 سم⁻¹ تعود إلى ν_{C-O} ولوحظ بقائها في الموقع نفسه مما يدل على عدم تناسقها [32]. لوحظ ظهور حزمة واسعة في الموقع 3493.55 سم⁻¹ تعود إلى طيف الأشعة تحت الحمراء للكيند SSCH₂ تُعزى إلى ν_{OH} ويعود المدى الواسع إلى وجود الأصرة الهيدروجينية ووجود مجاميع أخرى في الموقع نفسه، فمن الصعوبة ملاحظة الإزاحة والتأكد من التناسق. ظهرت حزمة في الموقع 1335.50 سم⁻¹ تعود إلى δ_{OH} ولوحظ بقائها في الموقع نفسه مما يدل على عدم تناسقها مع الأيون الفلزي. كذلك ظهرت حزمة أخرى عند 1032.24 - 1049.81 سم⁻¹ تعود إلى ν_{C-O} ولوحظ بقائها في المعقدات مما يدل على عدم تناسقها [32]. لوحظت $\nu_{C=O}$ في طيف الكيند BSCH عند 1710 سم⁻¹ وعند التناسق لوحظ بقائها في الموقع نفسه في المعقدات (1 و 2) مما يدل على عدم تناسق هذه المجموعة مع الأيون الفلزي [32]. يظهر التردد الإمتطاطي لأصرة M-Cl عند 200 - 280 سم⁻¹ [32]، ولما كان مدى الجهاز المستعمل 400 - 4000 سم⁻¹ لذا لا يمكن ملاحظة الارتباط في أطيف المعقدات (1-6). لقد أظهر مُعقد الحديدوز (7 و 8) تردداً إمتطاطياً عند 564.96 - 570.00 سم⁻¹ تعود إلى الأصرة الأيونية بين الكلور والفلز [32] فأقترح أن هناك نوعين من الارتباط للكلور بشكل أيوني وبشكل تناسقي وهذا ما جاء مطابقاً لما تم الحصول عليه من قياسات التوصيل الكهربائي. لوحظت حزم عند مواقع ترددية واطئة في طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقدات إذ ظهرت حزم عند 411.73 - 479.82 سم⁻¹ و 478.85 - 642.64 سم⁻¹ تعود إلى ν_{M-O} و ν_{M-N} على التوالي، إن ظهور هذه الحزم يُعزى تكون المعقدات قيد الدرس [32]

يظهر التردد الإمتطاطي لمجموعة الأروميثين للكيند الأزين (الجدول 4) في المنطقة 1593.95 سم⁻¹ وعند تناسق هذا الكيند مع الأيون الفلزي لوحظ ظهور حزمتين إحداهما بقيت في الموقع نفسه والحزمة الأخرى ظهرت عند تردد أوطاً دلالة على تناسق ذرة نتروجين واحدة فقط. إن هذه الإزاحة تُوضح قلة خاصية الأصرة المُزدوجة في مجموعة الأروميثين [32]. ظهر التردد الإمتطاطي لمجموعة N-N عند 938.13 سم⁻¹ ولوحظ عند التناسق أنها تُزاح نحو تردد أعلى مما يُعزى إلى تناسق نتروجين مجموعة الأروميثين مع الأيون الفلزي [32]. أعطى طيف الأشعة تحت الحمراء للكيند BA حزمة عند 1677.62 سم⁻¹ تُعزى إلى $\nu_{C=O}$ ولوحظ أنها تُزاح نحو تردد أوطاً بسبب تناسق ذرة الأوكسجين الكاربونيلية مع الأيون الفلزي [32]. لوحظ $\nu_{C=N}$ للكيندات السميكاربازونات (جدول 4) يظهر بحدود 1580.88 - 1671.30 سم⁻¹، وعند التناسق حدثت إزاحة نحو تردد أوطاً مما يدل على ارتباط هذه المجموعة مع الأيون الفلزي وهذه الإزاحة تُوضح قلة خاصية الأصرة المُزدوجة في مجموعة الأروميثين [32]. ظهرت أصرة الأمايد الناشئة من هيئة التردد الإمتطاطي للكاربونيل عند الموقع 1664.22 - 1696.08 سم⁻¹ للكيندات ويُعزى التردد الواطئ نسبياً لهذه الحزمة عن تلك الملاحظة في مُركبات الأمايد [32] إلى الأصرة الهيدروجينية بين مجموعة الكيتون ومجموعة OH في الكيندات. لقد ظهرت هذه الحزمة في أطيف المعقدات عند ترددات أوطاً وذلك بسبب تناسق ذرة الأوكسجين الكاربونيلية مع الأيون الفلزي [32]. لوحظ ν_{NH} في أطيف الكيندات عند 3200.07 - 3302.34 سم⁻¹ وعند تكون المعقدات يصبح الحال أكثر تعقيداً بسبب العديد من العوامل [32] منها تأثير الأصرة الهيدروجينية (يحدث عادة إنكسار بالأصرة الهيدروجينية عند التناسق مما يُسبب إزاحة ν_{NH} نحو تردد أعلى) وتأثير التناسق الذي يُسبب إزاحة الحزم إلى تردد أوطاً كذلك وجود العديد من المجاميع التي تظهر في نفس الموقع (OH و NH₂)، ومهما يكن ففي حالة المعقدات تظهر حزمة NH في الموقع نفسه تقريباً، ومن المؤكد عدم وجود التناسق بين ذرة نتروجين الأمايد مع الأيون الفلزي مما يُعزى الشكل الكيتوني في الكيندات. أعطى طيف الكيندات حزمة عند 1450.00 سم⁻¹ تعود إلى δ_{NH_2} للكيندات الحرة [32] ولوحظت هذه الحزمة في الموقع نفسه

الجدول (4) عدد من الحزم المهمة في طيف الأشعة تحت الحمراء لليكنيدات والمُعقدات (سم⁻¹)

ν _{M-O}	ν _{M-N}	سميكاربازون					أزايين			الليكنيدات ورقم المُعقد
		ν _{OH}	ν _{C-O (al. or}	ν _{NH, NH2}	ν _{C=O}	ν _{C=N}	ν _{C=O}	ν _{N=N}	ν _{C=N}	
-	-	-	-	3295.64	1677.48	1660.40	-	-	-	BSCH
-	-	-	-	3295.82	1664.22	1660.00	-	-	-	BSCH*
-	-	-	-	3200.07	1699.83	1671.26	-	-	-	BBSCH ₂
-	-	-	-	3200.58	1692.12	1671.30	-	-	-	BBSCH ₂ *
-	-	3493.55	1032.24	3279.51	1696.08	1590.40	-	-	-	SSCH ₂
-	-	3493.55	1049.81	3278.24	1691.55	1580.88	-	-	-	SSCH ₂ *
-	-	3457.34	1028.65	3302.34	1686.12	1585.66	-	-	-	B'SCH ₂
-	-	3450.50	1024.25	3299.71	1680.91	1589.04	-	-	-	B'SCH ₂ *
-	-	-	-	-	-	-	1677.52	938.13	1593.95	BA
503.30; 525.68	424.20; 479.17	-	-	3295.16	1659.62	1550.00	1595.24	1000.00	1562.18	1
505.00; 525.84	422.66; 467.39	-	-	3295.82	1579.20	1530.00	1594.24	998.62	1550.00	2
505.16; 525.58	425.52; 470.92	-	-	3200.00	1663.54	1564.32	1594.31	998.62	1526.94	3
504.95; 525.67	423.89; 479.82	-	-	3200.00	1661.14	1566.08	1594.01	999.03	1529.05	4
478.85; 561.07	411.73; 457.88	3493.55	1025.52	3279.00	1659.20	1544.23	1595.55	1000.00	1571.82	5
566.84; 642.64	420.00; 459.43	3493.55	1023.15	3279.00	1659.28	1545.93	1594.60	998.48	1578.67	6
500.00; 524.71	423.67; 473.50	3455.50	1026.24	3302.00	1658.42	1550.00	1595.22	1000.13	1563.51	7
510.00; 550.00	419.19; 478.70	3450.00	1024.11	3302.84	1658.90	1550.00	1593.93	998.67	1578.34	8

شُغعت الليكنيدات الصلبة بإشعاع ليزري من نوع الليزر المرئي ذو قدرة 50 ملي واط وطول موجي 532 نانومتر ولمدد زمنية مختلفه تتراوح بين نصف ساعة إلى ثلاث ساعات {الجدول (5)}، فلو حظ أن جميع ليكنيدات السميكرابازونات

المُحضرة تتأثر بشكل طفيف وربما يعزى ذلك إلى تكسر الأواصر الهيدروجينية فقط من خلال قياسنا لدرجة الإنصهار أو التفكك. أما ليكند الأزايين فلو حظ أنه لا يتأثر بهذا النوع من الإشعاع [33].

الجدول (5) : نتائج تشيع الليكنيدات بأشعة الليزر

طرائق تقليدية		طريقة المايكرويف		طرائق تقليدية		طريقة المايكرويف		طرائق تقليدية		زمن التشيع (ساعة)
درجة الانصهار م°	المركب	درجة الانصهار م°	المركب	درجة الانصهار م°	المركب	درجة الانصهار م°	المركب	درجة الانصهار م°	المركب	
170	BA	250	BBSCH ₂	250	BBSCH ₂	242	BSCH	240	BSCH	0
170		196		252		236		230		0.5
170		190		220		220		210		1
170		180		228		228		212		1.5
172		170		236		236		220		2
170		180		220		228		220		2.5
170		170		230		230		224		3
170		170		230		230		224		3
253	B'SCH ₂	254	B'SCH ₂	264	SSCH ₂	264	SSCH ₂	264	SSCH ₂	0
260		244		250		260		260		0.5
268		240		258		250		250		1
268		242		250		256		256		1.5
268		228		250		250		250		2
250		240		250		252		252		2.5
250		240		260		260		238		3
250		240		260		260		238		3

تُكسّر الأواصر الهيدروجينية للمعدن 1 و 2 أما بقيّة المُعدّات فقد حدث لها تغيير ربّما يُعزى إلى تكوّن دايمر كما مُوضّح في الجدول (6)، بيّن ذلك أنّ هذه المُعدّات يُمكن إستخدامها في المجالات التي يَنمُ إحتياجها فيها [34].

شُغّعت المُعدّات الصلبة بنفس الإشعاع الليزري أعلاه ولوحظ أنّ مُعظمها قد تَأثّر بهذا النوع من الإشعاع وذلك من خلال قياس درجة التفتك لها ممّا يدل على تحوّلها أمّا التوصيلية الكهربائيّة فلم تتأثّر مما يُرَجّح عدم تغيير العدد التأكسدي للأيون الفلزي أي أنّ أيون الحديد بقي + 2 وقد يُعزى هذا إلى

الجدول (6) : نتائج تشييع المُعدّات بأشعة الليزر

رقم المعدن	زمن التشييع (ساعة)	طرائق تقليدية		طريقة المايكروويف		طرائق تقليدية		طريقة المايكروويف	
		درجة التفتك Λ_M	رقم المعدن	درجة التفتك Λ_M	رقم المعدن	درجة التفتك Λ_M	رقم المعدن	درجة التفتك Λ_M	رقم المعدن
1	0	162	23.520	192	10.920	162	23.520	192	10.920
	0.5	180	32.660	220	1.240	180	32.660	220	1.240
	1	188	31.270	210	1.300	188	31.270	210	1.300
	1.5	198	29.690	204	1.338	198	29.690	204	1.338
	2	164	35.850	220	1.240	164	35.850	220	1.240
	2.5	184	31.950	210	1.300	184	31.950	210	1.300
	3	164	35.850	230	1.186	164	35.850	230	1.186
	5	180	18.048	150	90.160	178	18.048	150	90.160
5	0	180	18.048	176	91.806	268	1.683	176	91.806
	0.5	268	1.683	214	89.532	226	1.996	214	89.532
	1	226	1.996	204	90.049	246	1.834	204	90.049
	1.5	246	1.834	218	89.339	194	2.325	218	89.339
	2	194	2.325	220	89.245	198	2.278	220	89.245
	2.5	198	2.278	194	95.242	208	2.169	194	95.242
	3	208	2.169	150	95.000	178	18.048	150	95.000
	5	180	18.048	176	91.806	268	1.683	176	91.806

Λ_M = التوصيلية الكهربائية (أوم⁻¹مول⁻¹سم⁻¹)

aureus ونظراً لكون المُركّبات تمتلك كفاءة عالية للتنشيط لذا فقد أخذ أعلى وأوطأ تركيز من المُركّبات (200 و 6.25 مايكروغرام/مل)، إذ أخذت الناحية الإقتصادية بنظر الاعتبار، وأجري الإختبار على بقيّة الأنواع من البكتريا أعلاه ولوحظ أنّها تمتلك كفاءة عالية أيضاً [27,26]. أي أنّ هذه المُركّبات التي يُعتقد أنّها ترتبط مع مجاميع SH لخلايا جدار البكتريا تعمل بشكل أقوى من ذرات النتروجين المانحة، ويجب أن تمتلك أقل تركيز مُثبّط (MIC) والتي جاءت مُتّفقة مع ما نُشر للعديد من الباحثين [27,26] وكما مُوضّح في الجدولين (7، 8) والشكل (1)، إذ لوحظ أنّ أقل تركيز مُثبّط هو 6.25 مايكروغرام/مل.

الفعاليّة مُضادة البكتريا

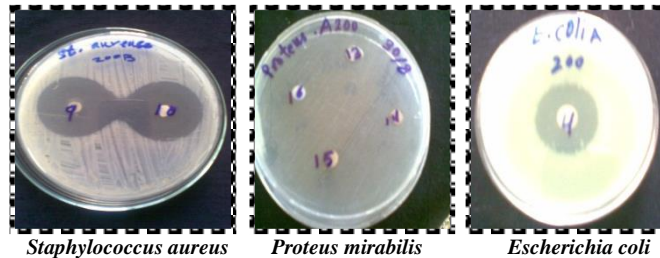
أظهرت نتائج الفعاليّة الحيويّة للبيكندات وللمُعدّات على عدد من البكتريا المرضيّة *Escherichia coli* و *Staphylococcus aureus* و *Pseudomonas auruginosa* و *Streptococcus faecalis* و *Proteus mirabilis* و *Enterobacter aerogenes* أنّ جميعها تمتلك كفاءة عالية في تثبيط جميع البكتريا أعلاه وإبادتها تماماً عند إستخدام تراكيز مُختلفة من المُركّبات أعلاه (200 و 100 و 50 و 25 و 6.25 مايكروغرام/مل) [27,26]. لقد أُجريت الإختبارات بكافّة التراكيز على بكتريا *Escherichia coli* و *Staphylococcus*

الجدول (7) الفعاليّة المُضادة لبكتريا *Escherichia coli* و *Staphylococcus aureus* تراكيز تشبيطية (مايكروغرام/مل) من البيكندات والمُعدّات

<i>Staphylococcus aureus</i>						<i>Escherichia coli</i>					البيكندات ورقم المعدن
التركيز (مايكروغرام/مل)						التركيز (مايكروغرام/مل)					
6.25	12.5	25	50	100	200	12.5	25	50	100	200	
21	25	30	30	35	34	39	42	42	36	26	BSCH
15	30	32	30	30	31	42	33	32	40	29	BSCH _(M)
18	33	34	32	35	32	39	38	34	40	30	BBSCH ₂
18	32	31	36	24	35	38	42	41	35	29	BBSCH _{2(M)}
20	22	35	34	36	37	33	36	43	36	32	SSCH ₂
19	22	33	40	25	32	36	31	40	33	29	SSCH _{2(M)}
16	21	36	39	38	37	35	40	37	40	34	B'SCH ₂
16	21	36	36	26	30	31	30	37	35	35	B'SCH _{2(M)}
18	34	35	23	38	35	35	36	43	35	30	BA
40	26	36	32	35	20	29	32	34	39	42	1
35	30	30	35	34	22	40	34	33	29	26	2
33	32	30	34	36	20	28	38	38	29	33	3
30	28	30	39	38	21	37	34	35	36	30	4
38	25	30	37	35	26	28	30	36	27	34	5
35	30	33	35	27	24	37	34	35	36	30	6
36	33	32	32	35	30	31	32	40	28	30	7
31	34	35	37	33	28	40	32	35	35	20	8

الجدول (8) التثبيط لأنواع أخرى من البكتيريا للبيكنات والمُعقدات عند أعلى تركيز وأوطأ تركيز

<i>Pseudomonas auruginosa</i>		<i>Enterobacter aerogenes</i>		<i>Proteus mirabilis</i>		<i>Streptococcus faecali</i>		البيكنات ورقم المعقد
التركيز (مايكروغرام/مل)		التركيز (مايكروغرام/مل)		التركيز (مايكروغرام/مل)		التركيز (مايكروغرام/مل)		
6.25	200	6.25	200	6.25	200	6.25	200	
25	35	36	22	35	40	35	39	BSCH
35	33	34	35	34	28	34	36	BSCH(M)
34	30	36	21	30	30	32	37	BBSCH ₂
30	32	34	32	20	30	34	38	BBSCH ₂ (M)
25	23	35	25	42	36	31	35	SSCH ₂
30	34	35	30	35	35	34	40	SSCH ₂ (M)
25	23	35	27	36	34	38	35	B'SCH ₂
30	30	35	35	25	40	34	35	B'SCH ₂ (M)
33	32	35	22	34	36	30	35	BA
25	26	30	20	20	29	28	22	1
30	33	35	35	38	32	35	35	2
28	30	24	21	28	30	33	34	3
30	31	35	35	37	30	35	30	4
33	30	30	29	22	29	32	36	5
25	39	31	35	32	30	35	38	6
37	29	34	30	32	38	30	35	7
30	35	37	38	30	37	35	30	8



Staphylococcus aureus

Proteus mirabilis

Escherichia coli

الشكل (1) التثبيط للبكتيريا *Staphylococcus aureus* و *Proteus mirabilis* و *Escherichia coli* باستخدام تراكيز مختلفة من بعض المركبات قيد الدرس (الوسط الزرعي Nutrient agar)

معالجة الذكور والإناث (مختبرياً) بأعمار مختلفة تتراوح من 4-11 سنة إناث ومن 1-12 سنة ذكور بشكل كفوء جداً عند استخدام تركيز واطىء جداً مما يدل على الكفاءة العالية التي تمتلكها هذه المركبات في القضاء على المرض تماماً. كما بينت النتائج أن نسبة المعالجة لبعض المركبات تزيد عن 100% مقارنة مع المضاد الحيوي (الأمبسلين).

كذلك أختبرت فعالية البيكنات والمُعقدات مختبرياً على مسحات أخذت من مرضى التهاب اللوزتين من مجموعة من الإناث و الذكور كما موضّح في الجداول (9-13) والشكل (2). يتضح أنه عند أخذ تراكيز مختلفة 6.25-200 مايكروغرام/مل من البيكنات والمُعقدات وتطبيقها على مسحات قليلة من مرضى إناث وذكور مصابين بالتهاب اللوزتين (الجدولين 9 و10) يتضح أن هذه المركبات يمكنها

الجدول (9): نتائج معالجة مسحات من لوزتي إناث أعمارهن (4-11 سنة) وبتراكيز مختلفة للبيكنات والمُعقدات

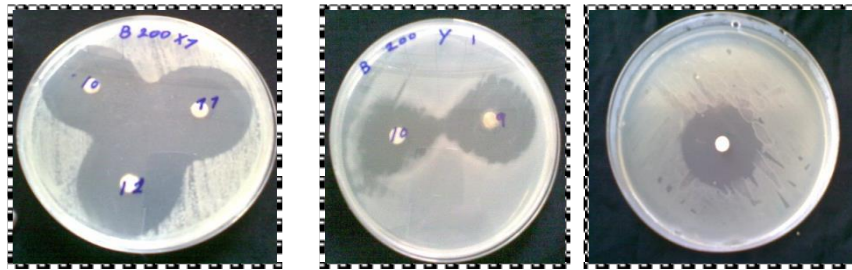
التركيز (مايكروغرام/مل)			التركيز (مايكروغرام/مل)			التركيز (مايكروغرام/مل)			التركيز (مايكروغرام/مل)			التركيز (مايكروغرام/مل)			البيكنات ورقم المعقد			
RSD	SD	x	RSD	SD	x	RSD	SD	x	RSD	SD	x	RSD	SD	x				
4.54	0.59	14.8	8.54	2.17	25.4	7.95	2.52	31.7	7.95	2.36	29.7	8.51	2.75	32.3	9.3	2.75	29.7	BSCH
4.54	0.89	19.6	5.39	1.64	30.4	5.55	1.76	31.7	5.60	1.53	27.3	7.27	2.18	30.0	4.24	1.26	29.7	BSCH(M)
8.49	1.80	21.2	2.34	0.68	29.0	5.29	1.80	34.0	5.07	1.32	26.0	1.89	0.58	30.7	8.80	2.57	29.3	BBSCH ₂
4.85	0.95	19.6	2.24	0.68	30.4	9.14	2.65	29	7.50	1.80	24.0	6.16	1.89	30.7	2.37	0.68	28.7	BBSCH ₂ (M)
5.16	0.97	18.8	6.82	1.46	21.4	3.67	1.04	28.3	4.02	2.52	26.7	9.45	3.12	33.0	7.31	2.12	29	SSCH ₂
6.14	1.29	21.0	2.48	0.58	23.4	5.06	1.35	26.7	7.14	2.00	28.0	13.77	4.27	31.0	9.18	2.65	27	SSCH ₂ (M)
5.19	1.09	21.0	6.88	1.39	20.2	9.38	3.00	32.0	15.50	4.04	25.7	13.50	3.82	28.3	5.14	1.61	31.3	B'SCH ₂
8.57	1.56	18.2	4.74	1.26	26.6	0.98	0.29	29.7	10.86	3.04	28.0	4.55	1.32	29.0	15.29	4.54	29.7	B'SCH ₂ (M)
3.92	0.62	15.8	2.58	0.66	25.6	16.67	5.00	30.0	11.77	3.33	28.3	8.79	2.75	31.3	11.76	3.21	27.3	BA
8.97	2.36	26.3	7.65	1.89	24.7	8.33	1.89	22.7	3.78	0.87	23.0	9.82	3.21	32.7	11.11	3.19	28.7	1
4.46	1.16	26.0	4.15	1.12	27.0	6.79	1.63	24.0	13.24	3.88	29.3	8.97	2.78	31.0	6.14	1.78	29	2
8.48	2.29	27.0	6.03	1.61	26.7	7.89	1.76	22.3	2.89	0.76	26.3	9.21	3.04	33.0	7.33	2.25	30.7	3
2.46	0.65	26.4	2.06	0.65	31.6	4.12	1.06	25.8	7.58	2.25	29.7	15.16	4.20	27.7	6.80	2.02	29.7	4
8.22	2.08	25.3	1.01	0.29	28.7	6.64	1.44	21.7	13.22	3.04	23.0	15.23	4.37	28.7	11.94	3.02	25.3	5
4.63	1.11	24.0	2.30	0.68	29.6	8.50	2.26	26.6	9.00	2.40	26.7	17.03	4.65	27.3	4.01	1.15	28.7	6
6.25	1.50	24.0	10.84	2.57	23.7	11.98	2.84	23.7	8.71	2.29	26.3	12.94	3.79	29.3	3.99	1.17	29.3	7
4.08	1.15	28.2	5.69	1.65	29.0	6.48	1.75	27.0	13.5	3.82	28.3	7.63	2.29	30.0	8.42	2.50	29.7	8

X=الوسط الحسابي لـ 3 أو 5 قراءات، SD=standard deviation، RSD=relative standard deviation

الجدول (10): نتائج معالجة مسحات مأخوذة من لوزتي الذكور أعمارهم (1-12 سنة) وبتركيز مختلفة للكينات والمُعقدات

التركيز (مايكروغرام/مل) 6.15			التركيز (مايكروغرام/مل) 12.5			التركيز (مايكروغرام/مل) 25			التركيز (مايكروغرام/مل) 50			التركيز (مايكروغرام/مل) 100			التركيز (مايكروغرام/مل) 200			الليكنات ورقم المعقد
RSD	SD	x	RSD	SD	x	RSD	SD	x	RSD	SD	x	RSD	SD	x	RSD	SD	x	
3.37	0.67	19.9	4.19	1.02	23.9	2.19	0.63	28.8	7.96	1.79	22.5	7.39	1.87	25.3	7.72	2.41	31.2	BSCH
2.19	0.44	22.4	2.60	0.66	25.4	7.86	2.06	26.2	8.07	1.80	22.3	6.93	1.87	27.0	4.43	1.40	31.6	BSCH(M)
3.07	0.75	24.4	2.86	0.77	26.9	7.33	2.33	31.8	8.94	1.95	21.8	7.27	1.78	24.5	4.30	1.28	29.8	BBSCH ₂
1.64	0.37	22.6	1.82	0.46	25.3	7.62	1.92	25.2	7.24	1.65	22.8	3.64	1.11	30.5	7.86	2.36	30.0	BBSCH ₂ (M)
2.50	0.55	22.0	3.28	0.82	25.0	4.60	1.37	29.8	8.26	2.19	26.5	8.24	2.39	29.0	8.05	2.64	32.8	SSCH ₂
2.29	0.48	21.0	1.94	0.58	26.8	2.52	0.73	29.0	6.84	1.80	26.3	2.44	0.74	30.3	5.81	1.73	29	SSCH ₂ (M)
2.96	0.71	24.0	2.11	0.64	30.3	4.55	1.50	33.0	6.43	1.69	26.3	7.03	2.04	29.0	4.02	1.27	31.6	B'SCH ₂
3.13	0.56	17.9	3.53	0.83	23.5	9.65	2.53	26.2	6.52	1.65	25.3	3.97	1.19	30.0	5.57	1.66	29.8	B'SCH ₂ (M)
3.28	0.65	19.8	3.73	1.03	27.6	6.69	2.26	33.8	7.59	1.73	22.8	3.75	1.10	29.3	4.27	1.41	33.0	BA
8.02	2.39	29.8	4.32	0.95	22.0	8.90	2.52	28.3	8.81	2.00	22.7	3.13	0.99	30.0	3.26	1.04	31.6	1
4.69	1.19	25.4	6.43	1.35	23.8	3.17	0.88	27.8	7.64	1.68	22.0	3.75	1.04	27.7	4.39	1.37	31.2	2
6.31	1.66	26.3	9.40	2.04	21.7	3.30	0.00	30.0	8.31	2.02	24.3	8.96	2.24	25.0	9.70	3.25	33.5	3
4.35	1.10	25.3	2.73	0.81	29.7	6.01	1.70	28.3	6.73	2.12	31.5	8.51	2.11	24.8	7.70	2.06	26.7	4
7.74	2.50	32.2	8.16	1.82	22.3	3.50	1.04	29.7	9.43	1.82	19.3	9.56	2.58	27.0	2.18	0.64	29.4	5
2.43	0.74	30.4	3.82	1.10	28.8	6.91	2.12	30.7	8.36	1.88	22.5	2.38	0.67	28.2	7.13	1.18	25.4	6
2.95	0.84	28.5	1.88	0.59	31.3	8.13	2.60	32.0	6.84	1.88	27.5	2.25	0.72	32.0	7.70	1.67	21.7	7
2.07	0.67	32.3	7.46	1.79	24.0	7.25	1.69	23.3	6.22	1.68	27.0	4.31	1.25	29.0	1.39	0.42	30.3	8

X = الوسط الحسابي لـ 5 قراءات، SD = standard deviation = RSD relative standard deviation



الشكل (2): معالجة مرض التهاب اللوزتين بالمركبات المحضرة

الجدول (12): نتائج معالجة مسحات مأخوذة من لوزتي الذكور أعمارهم (1-12 سنة) وبأقل تركيزين للكينات والمُعقدات

التركيز (مايكروغرام/مل) 6.15			التركيز (مايكروغرام/مل) 12.5			الليكنات ورقم المعقد
RSD	SD	x	RSD	SD	x	
0.40	0.08	21.1	0.31	0.07	23.6	BSCH
0.30	0.07	23.5	0.23	0.06	25.8	BBSCH ₂
0.34	0.08	23.0	0.30	0.08	25.3	SSCH ₂
0.39	0.09	22.7	0.32	0.08	24.4	B'SCH ₂
0.40	0.10	23.8	0.27	0.07	25.7	BA
0.24	0.07	29.1	0.25	0.07	28.2	2
0.11	0.03	28.6	0.29	0.08	28.3	4
0.11	0.03	29.5	0.21	0.06	29.3	6
0.23	0.07	29.0	0.09	0.03	29.2	8

X = الوسط الحسابي لـ 72 قراءة، SD = standard deviation = RSD relative standard deviation

لقد بيّنت النتائج أنّ نسبة المعالجة متميزة مقارنة مع المضاد الحيوي الأمبسلين مما يدلّ على أنّ بعض هذه المركبات قيد الدرس تمتلك كفاءة أكبر من الأمبسلين مختبرياً. ولأجل مقارنة الفعالية هذه مع الملح الأولي فقد تمّ تطبيق ملح الحديد (II) قيد الدرس على عدد من المسحات (عدد 7) من المرضى الذكور والإناث ف لوحظ أنها أيضاً كفاءة في علاج مرض التهاب اللوزتين كما مُثبت في الجدول (13).

بيّنت النتائج (الجدولين 9 و 10) أنّ نسبة المعالجة لبعض المركبات تزيد عن 100% مقارنة مع المضاد الحيوي الأمبسلين. ونظراً لكون حتى التراكيز القليلة كفاءة جداً في إبادة المرض وللاقتصاد في استخدام أقل كمية ممكنة من المواد الكيميائية للعلاج وذات كفاءة أعلى فقد تمّ تطبيق جميع الليكنات ومُعظم المُعقدات (لم تؤخذ جميعها لتشابه التركيب الكيميائي) على التراكيز الواطنة فقط وهي 12.5 و 6.25 على 18 مسحة من الإناث و 72 مسحة من الذكور (الجدول 11-14) و لوحظ أنّها كفاءة جداً في علاج كافة المسحات ذكوراً وإناً مختبرياً.

الجدول (11): نتائج المعالجة لمسحات مأخوذة من لوزتي الإناث أعمارهم (1.5-13 سنة) وبأقل تركيزين للكينات والمُعقدات المحضرة

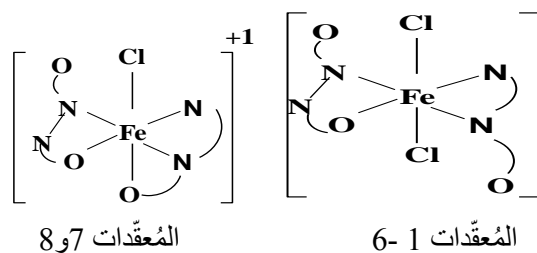
التركيز (مايكروغرام/مل) 6.15			التركيز (مايكروغرام/مل) 12.5			الليكنات ورقم المعقد
RSD	SD	x	RSD	SD	x	
2.36	0.43	18.1	1.91	0.39	20.3	BSCH
1.95	0.41	21.3	1.36	0.35	25.7	BBSCH ₂
1.92	0.37	19.3	1.61	0.37	23.0	SSCH ₂
2.25	0.45	20.1	1.47	0.33	22.6	B'SCH ₂
2.30	0.42	18.2	1.53	0.38	25.1	BA
0.92	0.27	29.2	1.11	0.33	29.9	2
0.98	0.28	28.9	1.32	0.39	29.6	4
1.00	0.29	29.2	1.20	0.35	29.0	6
1.14	0.30	25.9	1.16	0.32	27.6	8

X = الوسط الحسابي لـ 18 قراءة، SD = standard deviation = RSD relative standard deviation

4 - يتناسق الليكند B'SCH₂ مع أيون Fe²⁺ بشكل ثلاثي السن كيليتي، أو ثنائي السن كيليتي مُتبادل الشحنة.

5 - يتناسق الليكند BA مع أيون Fe²⁺ بشكل ليكند ثنائي السن كيليتي مُتبادل الشحنة.

6 - تكون المُعقدات الناتجة متعادلة أو أيونية موجبة ذات صيغ عامة [Fe(BA)(SCH_i)Cl₂] أو [Fe(BA)(SCH_i)Cl]Cl. يكون الأيون الفلزي في جميع المُعقدات الناتجة سداسي التناسق إذ يأخذ شكل ثماني السطوح وتنتج مُعقدات أحادية النواة كما مُبين في أدناه:



7- إستناداً الى النتائج التي تم الحصول عليها من درجة الإنصهار أو التفكك بعد تشيع الليكندات بأشعة الليزر لوحظ أن ليكندات السميكاربازونات تتأثر تأثيراً بسيطاً ربما يُعزى إلى تكسر الأواصر الهيدروجينية أما ليكند الأزين فلم يتأثر. كذلك لوحظ بعد تشيع المُعقدات بأشعة الليزر ومن خلال قياس درجة الإنصهار أو التفكك والتوصيلية الكهربائية أن بعضها يتأثر بشكل طفيف يُعزى إلى تكسر الأواصر الهيدروجينية في حين بعضها الآخر تتأثر بالإشعاع ويُعزى ذلك إلى تكوّن بوليمرات.

8- أظهرت نتائج الفعالية مُضادة البكتريا لكوريد الحديد(II) والليكندات وللمُعقدات أن جميعها تكون فعالة جداً في تثبيط البكتريا المُستخدمة (*Escherichia coli* و *Staphylococcus aureus* و *Pseudomonas auruginosa* و *Streptococcus faecalis* و *Proteus mirabilis* و *Enterobacter aerogenes*). كما لوحظ أنه عند استخدام التراكيز الضئيلة جداً من المُركبات قيد الدرس كانت كفاءة جداً في تثبيط كافة أنواع البكتريا.

9- أظهرت جميع الليكندات والمُعقدات وملح كلوريد الحديد(II) فعالية مُتميزة على مسحات أخذت من اللوزتين المُلتهبتين ذكوراً وإناً فلو حظ أن مُعالجة المرض مُختبرياً كان كفاءةً جداً لكلا الجنسين حيث كانت نسبة الإستجابة للمسحات مُختبرياً أعلى من 100% أحياناً أي استطاعت جميع المواد علاج المرض نهائياً حتى باستخدام تراكيز ضئيلة جداً (6.25 مايكروغرام/مل) من المُركبات قيد الدرس.

جدول (13): نتائج معالجة اللوزتين إناث وذكور بأعمار مختلفة وبتركيزين مختلفين للمُحلول الأولي

FeCl ₂ .4H ₂ O		العمر	رقم العينة
6.25	200		
36	34	1.5	3*
35	35	4	4*
37	32	1.5	18
34	34	7	7
36	33	8	20
35	31	6	10

إن كفاءة الإختبار المايكروبيولوجي يُمثل قابليته على إعطاء التشخيص الصحيح للمرض أو الظروف المرضية والتي يُمكن أن يُعبر عنها بقياس الحساسية والتي تُحسب من العلاقة أدناه:

العدد الكلي للنتائج الإيجابية

$$\frac{\text{العدد الكلي للنتائج الإيجابية}}{\text{العدد الكلي للمرضى المُصابين}} = \text{الحساسية}$$

حيث أنه كلما كانت حساسية الإختبار أكبر كلما كان عدد النتائج السلبية الوهمية أقل [35]. لقد أظهرت كافة المواد (الملح والليكندات والمُعقدات) حساسية عالية لأن كفاءة المواد كلها كانت 100% مما يُرجح إمكانية استخدام جميع المُركبات في علاج هذا المرض الذي إن أهمل يؤدي إلى أضرار بليغة لكون اللوزتين هي أول جهاز دفاعي للإنسان.

الإستنتاجات

يُمكن التعبير عن تكوّن المُعقدات المُحضرة بالطريقة التقليدية وبطريقة المايكرووف بالمعادلة الكيميائية الآتية:



حيث SCH₃=الليكند BSCH₂ أو BBSCH₂، i=1 أو 2، m=1 أو 2. أثبتت النتائج أن النسبة المولية للتفاعل هي 1:1:1 (فلز: ليكند السميكاربازون: ليكند الأزين).

إستناداً إلى الإعتبارات السابقة والدراسات التحليلية والطيفية والخصائص الكيميائية والفيزيائية وتأثير أشعة الليزر ودراسة الفعالية مُضادة البكتريا فضلاً عن التطبيق الطبي للألاح والليكندات والمُعقدات يُمكن إستنتاج ما يأتي:

1- يتناسق الليكند BSCH₂ مع أيون Fe²⁺ بشكل ليكند مُتبادل الشحنة ثلاثي السن كيليتي أو ثنائي السن كيليتي .

2 - يتناسق الليكند BBSCH₂ مع أيون Fe²⁺ بشكل ليكند مُتبادل الشحنة ثلاثي السن كيليتي أو ثنائي السن كيليتي .

3 - يتناسق الليكند SSCH₂ مع أيون Fe²⁺ بشكل ليكند مُتبادل الشحنة ثلاثي أو ثنائي السن كيليتي.

/thiosemicarbazones against C6 glioma cells, *Eur. J. Med. Chem.*; 40(10): 1052-1055.

10. Choudhary A., Sharma R., Nagar M., Mohsin M., and Meena H. 2011. Synthesis, characterization and antioxidant activity of some transition metal complexes with terpenoid derivatives, *J. Chil. Chem. Soc.*, 56(4): 911-917

11. Pandeya S.N., Raja A.S. and Stables J.P. 2002. Synthesis of isatin semicarbazones as novel anticonvulsants - role of hydrogen bonding, *J. Pharm. Pharmaceut. Sci.*, 5(3): 266-271.

12. Anjaneyulu Y., Swamy R.Y. and Rao R.P. 1984. Characterization and antimicrobial activity studies of the mixed ligand complexes of Cu(II) with 8-hydroxyquinoline and salicylic acid, *Indian Acad. Sci. (Chem. Sci.)*. 93(2): 131-138.

13. Ajaily M.M., Maihub A.A., Ben-Gweirif S.F., Belazi A.M. and El-Zweay R.S. 2007. Characterization and antibacterial activity of Mn(II), Fe(III), Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II) mixed ligand complexes, *Orient. J. Chem.* 23(1): 97-104.

14. Sebli C.P., Howson S.E., Clarkson G.J. and Scott P. 2010. fac-Specific syntheses of homochiral $[Fe(NN)_3]^{2+}$ complexes (NN=pyridine keto-hydrazone), origins of the stereoselectivity. *Dalton Transactions*, 39(18), 4447-4454.

15. Şahin Ç.A., Tokgöz I. and Bektaş S. 2010. Preconcentration and determination of iron and copper in spice samples by cloud point extraction and flow injection flame atomic absorption spectrometry. *J. Hazardous Mater.*, 181 (1-3), 359-365 .

16. V.T. Yilmaz, E. Senel and C. Kazak; 2007. One dimensional pyrazine bridged M(II). Sacchhar.nato coordination polymers: synthesis, charaterzation ,crystal structures and thermal studies.*Polyhedron*; 26: 3199-3204 .

17. Dawood Z.F., Al-moula F.J.A. 2010. New mixed ligand complexes of

المصادر:

1. Wilkinson G., Gillard R.D. and McCleverty J.A. 1987. *Comprehensive Coordination Chemistry*, Pergamon Press, Oxford, England, 4, pp. 218-219.
2. Vogel A.I. 1964. *Textbook of Practical Organic Chemistry*, Longman Green, London, 3rd. ed., p. 344.
3. Chaloner-Gill B., Ealer W.B., Mumbauer P.D. and Roberts J.E. 1991. Direct evidence of a bipolaron charge carrier in conducting polyazines by ^{13}C and ^{15}N solid state NMR., *J. Am. Chem. Soc.* 113(18): 6831-6834.
4. Kalyanasundaram K. 1997. Use of azine dye as a photosensitizer in solar cell: Different reductants-safranin., *Int. J. Energy Res.*, 21(14): 1345-1350.
5. Revanasiddappa M., Suresh T., khasim S., Reghavendra S.C., Basavaraja C. and Angadi S.D. 2008. Transition metal complexes of 1,4(2'-hydroxyphenyl-1-yl)di-iminoazine: synthesis, characterization and antimicrobial studies, *E-J. Chem.* 5(2): 395-403.
6. Sunatsuki Y., Maruyama H., Fujita K., Suzuki T., Kojima M. and Matsumoto N. 2009. Mononuclear bis(tridentate)-type and dinuclear triple helicate iron(II) complexes contain-ing 2-ethyl- 5-methylimidazole -4-carbaldehyde azine, *Bulletin Chem. Soc., Japan*, 82(12): 1497-1505.
7. Sunatsuki Y, Kawamoto R, Fujita K, Maruyama H, Suzuki T, Ishida H, Kojima M, Iijima S, Matsumoto N. 2009. Structures and spin states of bis(tridentate)-type mononuclear and triple helicate di-nuclear iron(II) complexes of imidazole-4-carbaldehyde azine, *Inorg Chem.* 48 (18): 8784-8795.
8. Valko L., Hurta F., Valko M., Slama J. and Košťuriak A. 2001. Binuclear iron Fe(II) 3-semicarbazone-2,3-dioxoindole complexes as potential organic ferromagnets, *Act. Phys. Slov.*, 51(5): 281-287.
9. Patole J., Padhye S., Moodbidri M.S. and Shirsat N. 2005. Antiproliferative activities of iron and platinum conjugates of salicylaldehyde semi-

27. Collins C.H., Lyne P.M. and Grange J.M. 1989. Microbiological Methods, Butterworths, London, 6th.ed. pp.1-409
28. Bauer W., Kirby W.A., Sherris J.L. and Turk M. 1989. Antibiotic susceptibility testing by a standardized single disc method, Am. J. Clin. Pathol. 45: 493-496.
29. Geary W.J. 1971. Use of conductivity measurements inorganic solvents for the characterization of coordination compounds, Coord. Chem. Rev., 7: 81-87.
30. Zentkova M., Kovac J., Zentko A., Kosturiak A and Hudak A. 1994. Magnetic properties of Fe, Co, Ni complexes of 3-semicarbazone isatine and 3-oxime isatine complexes. IEEE Transact. Mag., 30(2): 1120-1121.
31. Sutton D. 1968. Electronic Spectra of Transition metal Complexes, McGraw-Hill Publishing Co., London, pp.11-149.
32. Nakamoto K. 1976. Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compound, John Wiley and Sons, New York, 3rd.ed., pp. 166-322.
33. Bartkowiak G., Bogdanowicz K. and Schoeder G. 2010. Faculty of Chem. Adam Mickiewicz Univ., Poznan, Poland, 2nd Conf. of Polish Mass Spectroscopy.
34. Binil P.S., Anoop M.R., Mary Y.S., Varghese H.T., Panicker C. Y., Suma S. and Kumar M.R.S. 2011. FT-IR, FT-Raman and Computational Study of Ethyl Methyl Ketone Semicarbazone. Int. J. Ind. Chem., 2(1): 1-11.
35. Jawetz E., Melnick J.L. and Adelberg E.A. 1987. Review of Medical Microbiology, Middle East ed., Appleton & Lange, Liblavi du Liban, 17th ed., 71-73, 136.
- Co(II) & Ni(II) containing isatinazine and semicarbazone. Nat. J. Chem., 38, 349-360.
18. Dawood Z.F. and Al-Bustani R.R. 2011. Preparation and study of laser effect on the new Mn⁺² complexes containing mixed ligand, The Fourth Sci. Conf. Coll. Educ./Samarra- Iraq: 62-79.
19. Grundas S. 2011. Advances in Induction and Microwave Heating of Mineral and Organic Material; In Tech. Pub., Chap. 17.
20. Tolba A. 1997. Laser Technology and its Application; Publications of the Islamic Educational, Scientific and Cultural Organization, ISESCO, pp. 1417.
21. Panda S. and Sankar S. and Nayak. S.S. 2009. Inclusion complex of acridone & its semicarbazone derivatives with β -cyclodextrin: A thermodynamic, spectral & antimicrobial study. Asian J. Res. Chem., 2(4): 539-543.
22. Rodríguez-Argüelles M.C, Mosquera-Vázquez S., Sanmartín-Matalobos J., García-Deibe A.M., Pelizzi C., Zani F. 2010. Evaluation of the antimicrobial activity of some chloro complexes of imidazole-2-carbaldehyde semicarbazone: X-ray crystal structure of *cis*-NiCl₂(H₂L) (H₂O). Polyhedron, 29(2): 864-870.
23. Vandepitte J., Verhaegen J., Engbaek K., Rohner P., Piot P. and Heuck C.C. 2003. Basic Laboratory Procedures in Clinical Bacteriology; World Health Organization, Geneva, 2nd ed., pp.15, 110
24. Vogel A.I. 1978. Textbook of Quantitative Inorganic Analysis, Longman Green, London 3rd ed, 344
25. Daniels J.W. 1962. Experimental Physical Chemistry, Mc Graw-Hill, 6th.ed., pp. 81.
26. Atlas R.M. 1995. Principle of Microbiology; Mosby-year Book. Inc., pp. 76-77.

Preparation, Characterization & Biological activity for Some Iron(II) Complexes Containing Mixed Ligands (Benzilazine & Semicarbazone) & Study of Laser Effect on Them

Zuhoor Fathi Dawood*

Mayson Abed Al-Razak Shaheen *

* Mosul University/ Education College/ Chemistry Department

Abstract:

The research included preparation of new iron(II) complexes with mixed ligands including benzilazine(BA) and semicarbazone ligands {benzilsemicarbazone- BSCH or benzilbis(semicarba-zone)- BBSCH₂ or salicylaldehydesemicarbazone- SSCH₂ or benzoinsemicarbazone- B'SCH₂}.by classical and microwave methods.

The resulted complexes have been characterized using chemical and physical methods. The study suggested that the above ligands form ionic complexes having formulae $[Fe(SCH_i)(BA)(Cl)_m](Cl)_{2-m}$ {where SCH, BSCH, BBSCH₂, SSCH₂ or B'SCH₂ ligands; m=1 or 2}. Hexacoordinated mononuclear complexes have been investigated by this study and having octahedral geometries. The effect of laser ray type visible region have been studied on solid ligands and complexes for 1-3 hours, all the semicarbazone ligands have been affected slightly which can be neglected through the results of decomposition or melting points, while azine ligand does not affected by this kind of ray, i.e. stable ligand. Whereas, a noticeable effect have been observed on the most complexes through the results of decomposition or melting points which suggest the change in their structures, meanwhile the other complexes affected slightly by this kind of radiation which suggests the breaking of the hydrogen bond only. The activity of all the salt, ligands and complexes have been evaluated by agar plate diffusion techniques against human pathogenic bacterial strains: *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas auruginosa*, *Streptococcus faecalis*, *Proteus mirabilis* and *Entero-bacter aerogenes*. All the ligands and complexes were found to have antibacterial activity against all the bacteria in vivo. The activity of all the ligands and complexes have been evaluated on Tonsillitis from males and females. They show very good activity against this pathogen.