



## تحضير وتشخيص عدد من معقدات ثنائية النوى المتجانسة لبعض العناصر الانتقالية وغير الانتقالية مع ليكاند مشتق من 1-كلورو-2-2-كلوروايثوكسي )

مظهر يونس محمد  
سلوى عبدالستار جبار  
قادر عبدالله شناك

قسم الكيمياء /كلية التربية للبنات / جامعة تكريت

استلم البحث في : 29 تشرين الاول 2013, قبل البحث في : 26 كانون الاول 2013

### الخلاصة

يتضمن البحث تحضير وتشخيص ليكاند جديد من قواعد شف رباعية السن ذي الصيغة (H<sub>4</sub>L<sub>1</sub>) ومعقداتها ثنائية النواه مع مجموعه من ايونات العناصر الانتقالية فضلا عن الكاديوم ذي الصيغة العامة [M<sub>2</sub>(L<sup>1</sup>)CL<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>] M<sup>+2</sup>=[Mn<sup>+2</sup>,CO<sup>+2</sup>,Ni<sup>+2</sup>,Cu<sup>+2</sup> and Cd<sup>+2</sup>] شخص الليكند ومعقداته المحضرة بواسطة اطيف الاشعة تحت الحمراء (FT-IR) , والاشعة فوق البنفسجية – المرئية (UV-Visible) طيف الرنين النووي لليكند المحضر [H<sub>4</sub>L<sub>1</sub>] , التحليل الكمي الدقيق للعناصر (C.H.N) لبعض منها , درجات الانصهار , التوصيليه المولاريه للمعقدات المحضرة , وقياسات الحساسية المغناطيسية.

الكلمات المفتاحية: 2 ثنائي(كلورواثيل)ايثر, 3 امينو فينول-قواعد شف رباعية السن,ثنائية النواة

## المقدمة

### - قواعد شف

ان قواعد شف من الليكاندات لها اهمية بارزة في الكيمياء التناسقية اذ تستعمل في تحضير عدد كبير من المعقدات باتحادها مع العناصر أو الايونات الفلزية وذلك بسبب قدرتها على التناسق [1] ، أطلق مصطلح قواعد شف على المركبات التي تحتوي على المجموعة الفعالة (C=N) [2] ، ويعد العالم شف (Schiff) اول من حضر الايمين سنة (1864) من تفاعل التكتيف البسيط (Condensation reaction) بين الالديهيدات أو الكيتونات ( الاليفاتية أو الاروماتية ) مع الأيمينات الأولية المختلفة أو الحوامض الامينية ، اذ يحدث التفاعل عن طريق حالة وسطية غير مستقرة تتحول الى الناتج الذي يعرف بالاييمين وهي ناتج ارتباط ذرة الكربون بأصرة مزدوجة مع ذرة النتروجين [3] .

### - استعمالات قواعد شف ومعقداتها الفلزية

أستعمل هذا النوع من المركبات في مجالات الكيمياء والصناعة والطب وذلك لاحتوائها على مجموعة الايمين ذات التأثير الواضح في النشاط الأنزيمي للأنظمة الحيوية . لذا حضر عدد كبير منها ودراسة فعاليتها البيولوجية اذ تتميز قواعد شف ومعقداتها بامتلاكها فعالية بايولوجية، واسعه النطاق مما دعا العلماء والباحثين الى تحضير ودراسة هذه المركبات بشكل واسع فلقد حضر (Chohan) وجماعته [4] ، عدد من قواعد شف ثلاثية السن و وجد أن للمعقدات المحضرة دوراً بايولوجياً مهماً اذ درست فعالية هذه المعقدات ضد عدد من أنواع البكتريا المعروفة وهي Escherichia coli و Staphylococcus aureus و Pseudomonas aeruginosa .

وقد وجد ان لمعقدات قواعد شف فعالية ضد السرطان [5] . وحضرت [6] عددا من المعقدات مع قواعد شف المحتوية واتضح ان لها فعالية حيوية وكفاية ضد بكتيريا E.coli .

## الاجهزة المستخدمة

### 1. الميزان الكهربائي

ضبطت الأوزان المطلوبة من المواد المستعملة في تحضير المركبات بواسطة الميزان الكهربائي الحساس ذي المراتب العشرية الأربعة من نوع . [ BL 2105 Sartorius ( Germany) ]

### 2. جهاز قياس درجات الانصهار

قيست درجات الانصهار للمركبات المحضرة باستخدام جهاز قياس درجة الانصهار الكهرو حراري من نوع.

### 3. مسخن كهربائي

أستخدم في إجراء التفاعلات جهاز مسخن كهربائي من نوع.

[IKA RH Basic2 (Korea)]

### 4. جهاز قياس أطيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية

## (UV- Visible) Spectrophotometer

سجلت أطيف الأشعة فوق البنفسجية- المرئية لمحاليل المركبات قيد الدراسة (الليكاندات ومعقداتها الفلزية) في مذيب ثنائي مثيل سلفوكسايد (DMSO) باستخدام خليه من الكوارتز بمسار ضوئي (1سم) في المدى (200-1100) nm وبتركيز (10<sup>-3</sup>) مولاري.

[UV-Visible Spectrophotometer- CECIL- CE1021

### 5.جهاز قياس الأشعة تحت الحمراء

سجلت أطيف الأشعة تحت الحمراء لليكاندات ومعقداتها الفلزية بتحضير نماذج على شكل أقراص بروميد البوتاسيوم (KBr) بدلالة العدد الموجي باستخدام الجهاز.

[FTIR-8400S Shimadzu (Japan)]

**6. جهاز قياس التوصيلية الكهربائية المولارية**

قيست التوصيلية الكهربائية المولارية لمحاليل المعقدات المحضرة في مذيب ثنائي مثيل سلفوكسايد (DMSO) وبتركيز ( $10^{-3}$ ) عند درجة حرارة المختبر باستخدام جهاز

 **$^1\text{H-NMR}$  Spectrophotometer****7. مطياف الرنين النووي المغناطيسي**

[Digital conductivity Meter-WT-720-inoLab (Germany)] قيس الرنين النووي المغناطيسي للبيكاندات المحضرة في هذه الدراسة باستخدام مذيب  $\text{DMSO-d}^6$  وباستخدام جهاز Bruker 300 MHz في جامعة اليرموك / المملكة الاردنية الهاشمية وقد تم استخدام (TMS) tetra methyl saline كمرجعاً قياسياً .

**8 - جهاز قياس الحساسية المغناطيسية**

قيست الحساسية المغناطيسية للمعقدات المحضرة الصلبة باستخدام جهاز من نوع [Magnetic Susceptibility Balance, Bruker B.M6] تم القياس في جامعة الموصل كلية العلوم .

**Magnetic Susceptibility Balance****Elemental Analysis (C.H.N)****9- جهاز التحليل الكمي الدقيق للعناصر**

عينت نسب العناصر الكربون، الهيدروجين والنيتروجين (C.H.N) للبيكاندات وبعض من معقداتها الفلزية باستخدام الجهاز جامعة ال البيت عمان .

**Synthesis of Ligand [ $\text{H}_4\text{L}^1$ ] تحضير الليكاند [ $\text{H}_4\text{L}^1$ ]****3.3-(2,2 –oxybis(ethane-2,1-diyl)bis(oxy)dianiline**

في دورق دائري القعر سعة (100 مل) وضع (2.2 g , 2 mmol) من 3-امينوفينول (3-amino phenol) المذاب في (10) مل من الميثانول ثم اضيف إلى المحلول مع التحريك المستمر (0.94g , 2 mmol) من KOH الكحولي بعد ذلك اضيف إلى المزيج وبشكل بطيء (1.2 ml , 1 mmole) من di (2-dichloroethyl)ether ثم ترك المزيج للتصعيد العكسي مدة خمس ساعات و لوحظ تكون راسباً قهوائي اللون رشح الراسب و غسل بالايثانول البارد (5 ml) ثم بثنائي اثيل اثير (5 ml) وترك ليحف ليغطي راسباً قهوائي (88 %) وكانت درجة الانصهار ( $109-113^\circ\text{C}$ ) .

**تحضير المعقدات synthesis of complexes تحضير المعقدات ( $\text{H}_4\text{L}^1$ )****تحضير المعقد [ $\text{Mn}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$ ]**

وضع في دورق دائري سعة (100) ml مزود بمكثف عاكس , مزيج مكون من (0.07 g , 1mmole) من الليكاند ( $\text{H}_4\text{L}^1$ ) مذاب (5) ml من الاسيتون اضيف الى الدورق تدريجياً مع التحريك المستمر (0.1g , 2mmol) من كلوريد المنغنيز ( $\text{MnCl}_2.4\text{H}_2\text{O}$ ) المذاب (5 ml) من الماء المقطر . ترك المزيج للتصعيد العكسي مدة ثلاث ساعات اذ تكون راسباً بني غامقاً ترك المزيج للتبريد، رشح الراسب ثم غسل بالايثانول البارد (3 ml) ، بعدها جفف ليغطي راسباً بني غامقاً من المعقد المطلوب وبنسبة (78%) ودرجة الانصهار ( $126-129^\circ\text{C}$ ) .

**تحضير المعقد [ $\text{Co}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$ ]**

حضر المعقد [ $\text{Co}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$ ] باستخدام الطريقة السابقة نفسها المستخدمة في تحضير المعقد [ $\text{Mn}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$ ] والواردة في الفقرة (1-1-6-2) عدا استخدام (0.12g, 2mmol) من كلوريد الكوبلت ( $\text{CoCl}_2.6\text{H}_2\text{O}$ ) اذ تكون راسباً بنفسجياً وبنسبة (67%) ودرجة الانصهار ( $140-144^\circ\text{C}$ ) .

**تحضير المعقد [ $\text{Ni}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$ ]**

حضر المعقد [ $\text{Ni}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$ ] باستخدام الطريقة السابقة نفسها المستخدمة في تحضير المعقد [ $\text{Mn}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$ ] والواردة في الفقرة (1-1-6-2) عدا استخدام (0.12g , 2mmol) من كلوريد النيكل ( $\text{NiCl}_2.6\text{H}_2\text{O}$ ) اذ تكون راسباً اخضر فاتحاً وبنسبة (71%) ودرجة الانصهار (350 dec) .

**تحضير المعقد  $[\text{Cu}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2]$** 

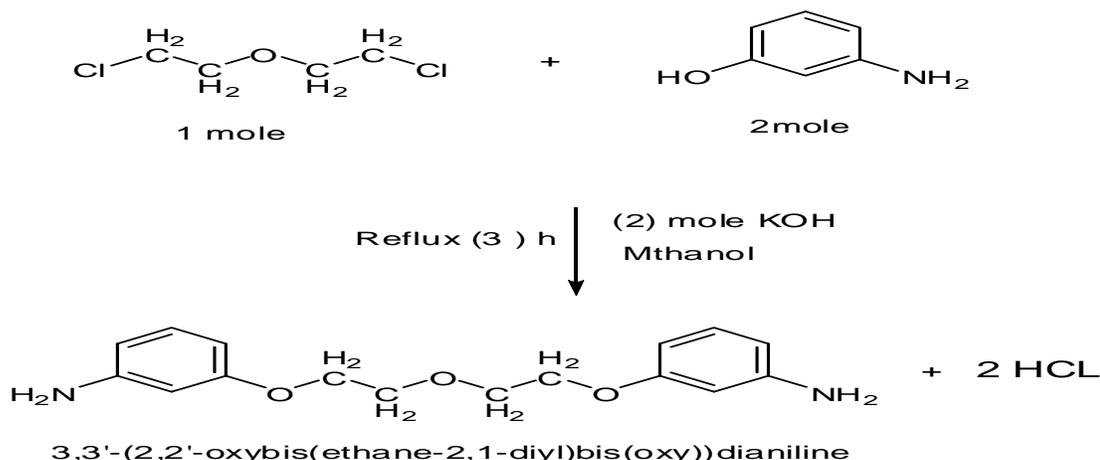
حضر المعقد  $[\text{Cu}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  باستخدام الطريقة السابقة نفسها المستخدمة في تحضير معقد  $[\text{Mn}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  الواردة في الفقرة (1-1-6-2) فقرة عدا استعمال (0.08g , 2mmol) من كلوريد النحاس  $(\text{CuCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$  اذ تكون راسباً زيتونياً وبنسبة (50%) ودرجة الانصهار ( $130 - 135^\circ\text{C}$ ).

**تحضير المعقد  $[\text{Cd}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2]$** 

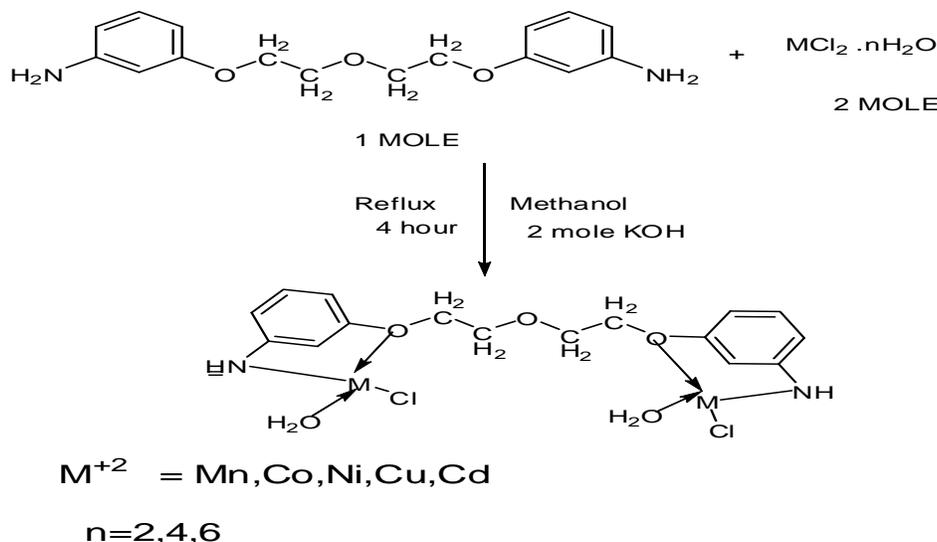
حضر المعقد  $[\text{Cd}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  باستخدام الطريقة السابقة نفسها المستخدمة في تحضير معقد  $[\text{Mn}_2\text{L}^1\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  الواردة في الفقرة (1-1-6-2) عدا استعمال (0.1g , 2mmol) من كلوريد الكاديوم  $(\text{CdCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$  حيث تكون راسباً ابيضاً وبنسبة (65%) ودرجة الانصهار ( $350^\circ\text{C}$ ).

**النتائج والمناقشة****تحضير وتشخيص الليكاند المحضر و معقداته****Synthesis of  $[\text{H}_4\text{L}^1]$  3,3-(2,2-oxy bis (ethane-2,1-diyl)bis(oxy) dianiline****تشخيص الليكاند  $[\text{H}_4\text{L}^1]$** 

حضر الليكاند  $(\text{H}_4\text{L}^1)$  من تفاعل (2 مول) من 3-امينو فينول مع (1 مول) من ثنائي كلوروثنائي اثيل ايثر مع (2 مول) من هيدروكسيد البوتاسيوم ووجود الميثانول وسطاً للتفاعل مع تسخين المزيج مدة ثلاث ساعات وكما مبين في المخطط أدناه .

**مخطط: خطوات تحضير الليكاند  $[\text{H}_4\text{L}^1]$** **Synthesis of  $[\text{H}_4\text{L}^1]$  Complexes****تشخيص معقدات الليكاند  $[\text{H}_4\text{L}^1]$** 

حضرت المعقدات من خلال مفاعلة الليكاند  $(\text{H}_4\text{L}^1)$  مع ايونات الفلزات (المنغنيز والكوبلت والنيكل والنحاس والكاديوم) الثنائية التكافؤ باستعمال الميثانول وسطاً للتفاعل ووجود هيدروكسيد البوتاسيوم قاعدة وكما مبين في المخطط أدناه.



### مخطط: خطوات تحضير معقدات الليكاند [H<sub>4</sub>L<sup>1</sup>]

#### طيف الأشعة تحت الحمراء لليكاند [H<sub>4</sub>L<sup>1</sup>]

شخص الليكاند [H<sub>4</sub>L<sup>1</sup>] عن طريق طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR) له ومقارنته باطياف (FT-IR) للمواد الأولية اظهر طيف الأشعة تحت الحمراء لليكاند شكل (1) الحزم المميزة التالية حزمة امتصاص عريضة عند العدد الموجي (3385) سم<sup>-1</sup> تعود لمط الاصرة (OH) ν الفينولية المرتبطة في حلقة الفينيل مقارنة بطيف الأشعة تحت الحمراء لليكاند (L<sup>1</sup>) وحزمة مميزة عند العدد الموجي (1614 سم<sup>-1</sup>) تعود الى مط الاصرة الامينية (C=N) ν دلالة على اختفاء الحزمة المميزة لمجموعة الكربونيل الالديهيدية [7]. ان ظهور هذه الحزمة واختفاء حزمة (C=O) ν كذلك اختفاء الحزمتين اللتين تعودان ν<sub>as</sub> (N-H) في المواد الأولية في تحضير الليكاند , دليل على تكوين قاعدة شف (Schiff bases) كذلك ظهور حزم عند الاعداد (1041) سم<sup>-1</sup> و (1114) سم<sup>-1</sup> التي تعود الى مط الاصرة (C-O-C) [7].

#### أطيف الرنين النووي المغناطيسي لليكاند المحضر [H<sub>4</sub>L<sub>1</sub>]

#### طيف <sup>1</sup>H-NMR لليكاند [H<sub>4</sub>L<sup>1</sup>]

بعد طيف الرنين النووي المغناطيسي واحدا من أهم الطرائق المتاحة للمختصين في موضوع الكيمياء العضوية اذ تقدم هذه الطريقة معلومات عن البنية الجزيئية للمركبات العضوية وبالتالي التوصل الى تركيب المواد وتقدم الطريقة معلومات عن البنية الجزيئية من خلال فحص الخواص المغناطيسية لذرات معينة داخل الجزيئات [8].

اظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون <sup>1</sup>H-NMR لليكاند [H<sub>4</sub>L<sup>1</sup>] شكل (2) ازاحة كيميائية عند (H) ppm, 4 δ=3.4 تعود الى بروتونات مجموعة الميثيلين (CH<sub>2</sub>). كما اظهر الطيف ازاحة كيميائية عند (H) ppm, 4 δ=4.8 تعود الى بروتونات مجموعة الميثيلين اخرى كما اظهر ازاحة بروتونات مجموعة الميثيلين عند اخر بروتونات مجموعة الايثان المجاورة الى ذرتي ناتروجين اما الاشارة عند (H) ppm, 4 δ=8.55 فتعود الى بروتونات مجموعة الامين.

#### طيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية لليكاند [H<sub>4</sub>L<sup>1</sup>]

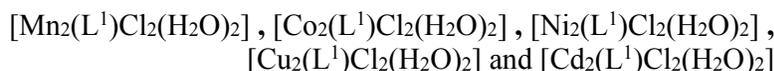
اظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية لليكاند المحضرة (H<sub>4</sub>L<sup>1</sup>) شكل (3), (قمتي امتصاص الأولى عند الطول الموجي (228) نانوميتر (43859) سم<sup>-1</sup> ε<sub>max</sub>=2049 مولاري<sup>-1</sup> سم<sup>-1</sup>) ناتجة من الانتقال الالكتروني (π → π\*) . اما القمة الثانية عند الطول الموجي (285) نانوميتر (35078) سم<sup>-1</sup> ε<sub>max</sub>=899 مولاري<sup>-1</sup> سم<sup>-1</sup> فتعود الى الانتقال الالكتروني (n → π\*) .

تحضير وتشخيص معقدات الليكاند  $[H_4L_1]$ أطياف الأشعة تحت الحمراء لمعقدات الليكاند  $[H_4L_1]$ 

عند مقارنة طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقدات مع طيف الليكاند الحر، لوحظ انزياح بعض الحزم واختفاء بعضها مع ظهور حزم أخرى دلالة على حصول التناسق بين الليكاند والفلز. أظهرت أطياف الأشعة تحت الحمراء للمعقدات المحضرة

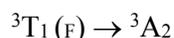
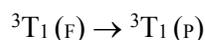


$[Cu_2(L^1)Cl_2(H_2O)_2]$  and  $[Cd_2(L^1)Cl_2(H_2O)_2]$  حزم امتصاص عند الأعداد الموجية (3425,3334,3280,3215) سم<sup>-1</sup> و (3550,3371,3263,3226) سم<sup>-1</sup> و (3425,3334,3280,3215) سم<sup>-1</sup> و (3342,3356,3345.3256) سم<sup>-1</sup> و (3373,3311,3255,3149) سم<sup>-1</sup> انزياحاً نحو تردد (أوطى) لحزمة الامتصاص العائدة لمجموعة (N-H)  $\nu_{as}$  مقارنة مع طيف الليكاند الحر فضلاً عن تغير مط الأصرة (C-O -C)  $\nu$  ويعود ذلك الى تناسق ذرة الأوكسجين مع الأيون الفلزي، التي ظهرت عند العدد الموجي (1018 - 1088) سم<sup>-1</sup>. كذلك ظهور قمم جديدة عند العدد الموجي (590-518) سم<sup>-1</sup> و (434-486) سم<sup>-1</sup> والعائدة لمط الأصرة (M- (M-N) (O) على التوالي [9].

أطياف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية لمعقدات الليكاند  $[H_4L_1]$ 

أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية للمعقد  $[Mn_2(L^1)Cl_2(H_2O)_2]$  ثلاث قمم امتصاص الأولى عند الطول الموجي (233) نانوميتر (42918) سم<sup>-1</sup> ( $\epsilon_{max} = 2374$  مولاري<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>) تعود إلى المجال الليكاندي وقد أزيحت إلى طول موجي أطول مقارنة بموقعها في الطيف الإلكتروني لليكاند الحر وهذا دلالة على حصول التناسق بين الليكاند والفلز أما القمة الثانية عند الطول الموجي (275) نانوميتر (36363) سم<sup>-1</sup> ( $\epsilon_{max} = 2220$  مولاري<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>) تعود إلى طيف نقل الشحنة القمة الثالثة عند الطول الموجي (768) ( $\epsilon_{max} = 19$  مولاري<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>) فانها تعود إلى الانتقال الإلكتروني (d-d) نوع (→  $^4E_g, ^4A_{1g}, ^6A_1$ ). ان هذه النتائج تتفق مع الدراسات الطيفية الواردة لمعقدات المنغنيز (II) رباعية السطوح [10]. أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية للمعقد  $[Co_2(L^1)Cl_2(H_2O)_2]$  ثلاث قمم امتصاص الأولى عند الطول الموجي (233) نانوميتر (42918) سم<sup>-1</sup> ( $\epsilon_{max} = 2403$  مولاري<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>) تعود إلى الانتقال الإلكتروني لليكاند أما القمة الثانية عند الطول الموجي (284) نانوميتر (35211) سم<sup>-1</sup> ( $\epsilon_{max} = 1349$  مولاري<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>) فتعزى إلى طيف نقل الشحنة أما القمة الثالثة عند الطول الموجي (780) نانوميتر (12820) سم<sup>-1</sup> ( $\epsilon_{max} = 11$  مولاري<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>) فتعزى إلى الانتقال الإلكتروني (d-d) نوع  $^4T_1(P) \rightarrow ^4A_2(F)$  متفقة مع الأطياف الإلكترونية لمعقدات الكوبلت (II) رباعية السطوح المشوهه [10.11].

كما أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية للمعقد  $[Ni_2(L^1)Cl_2(H_2O)_2]$  أربع قمم امتصاص الأولى عند الطول الموجي (235) نانوميتر (42553) سم<sup>-1</sup> ( $\epsilon_{max} = 2424$  مولاري<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>) فتعود انتقالات الليكاند أما الثانية عند الطول الموجي (270) نانوميتر (37037) سم<sup>-1</sup> ( $\epsilon_{max} = 2360$  مولاري<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>) وتعود إلى طيف نقل الشحنة أما القمتان عند الأطوال الموجية (777 و 815) نانوميتر (12269 و 12870) سم<sup>-1</sup> ( $\epsilon_{max} = 16$  و 12 مولاري<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>) فتعودان إلى طيف الانتقالات الإلكترونية [12].



أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية للمعقد  $[Cu_2(L^1)Cl_2(H_2O)_2]$  شكل (3-18) ثلاث قمم امتصاص الأولى عند الطول الموجي (232) نانوميتر (43103) سم<sup>-1</sup> ( $\epsilon_{max} = 2409$  مولاري<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>) تعود إلى انتقالات الليكاند أما الثانية عند الطول الموجي (345) نانوميتر (28985) سم<sup>-1</sup> ( $\epsilon_{max} = 1107$  مولاري<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>) تعود إلى طيف انتقال الشحنة. أما قمة الامتصاص الثالثة عند الطول الموجي (803) نانوميتر (12435) سم<sup>-1</sup> ( $\epsilon_{max} = 41$  مولاري<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>) فتعزى إلى الانتقال الإلكتروني (d-d) نوع  $^2E_g \rightarrow ^2B_2$  وهذه نتيجة طبيعة تأثير جان - تيلر التي تتفق مع الدراسات الطيفية السابقة لمعقدات النحاس (II) رباعية السطوح المشوهه [13].

اظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية لمعقد  $[Cd_2(L^1)Cl_2(H_2O)_2]$  ثلاث قمم امتصاص الاولى والثانية عند الاطول الموجية (235 و 277) نانوميتر ( $\epsilon_{max} = 2387$  و  $2139$  مولاري<sup>-1</sup>سم<sup>-1</sup>) فتعود الى المجال الليكائدي اما القمة الثالثة عند الطول الموجي (323) نانوميتر ( $\epsilon_{max} = 580$  مولاري<sup>-1</sup>سم<sup>-1</sup>) فتعود الى طيف نقل الشحنة. والملاحظ في الطيف الالكتروني لمعقد الكادميوم (II) عدم ظهور قمة امتصاص في منطقة الطيف المرئي لان ايون الكادميوم (II) نظام ( $d^{10}$ ). ان هذه النتيجة تتفق مع الدراسات الطيفية لمعقدات الكادميوم رباعية التناسق ذي الشكل الرباعي السطوح وقد ادرجت النتائج في الجدول [14].

### القياسات المغناطيسية

اظهر معقد الكوبلت (II) مع الليكاند ( $H_4L^1$ ) عزمًا مغناطيسياً مقداره (4.97), [15] BM. وقد اظهر معقد النيكل (II) مع الليكاند ( $H_4L^1$ ) عزمًا مغناطيسياً مقداره (3.44) BM وبهذا فهو ضمن مدى معقدات النيكل (II) رباعية السطوح عالية البرم [16]. أما بالنسبة الى معقد النحاس (II) فظهر عزمًا مغناطيسياً مقداره (2.75) BM لذلك فهو بارامغناطيسي وذلك لوجود الكترون واحد كما هو متوقع لايون النحاس وهذا يقع ضمن مدى رباعية السطوح (II) [16].

### المصادر

1. Wilkinson, G.A.; Gillard, R.D. and Cleverty, J. A, (1987). "Comprehensive coordination chemistry", 2Ed., Pergamon Press, Oxford, England., 716, , 717, 733, 735.
2. Naught Mc A.Dand Wilkinson"Compendium of Chemical Terminology"<sup>2ed</sup>(1997)-776 .
3. Patai S,(1979) "The Chemistry Of Carbon-Nitrogen Double Bond",John Wiley and Sons, Inc.,New York.
4. Z. H. Chohan, M. A. Farooq and M. S. Iqbal, "Metal-Based Drugs"., 7, 133-139 (2000).
5. Arif, M., Qurashi, M. M. R. and Shad, M. A. 2001, metal-based antibacterial agents. Synthesis, characterization, and in vitro biological evaluation of cefixime driven Schiff bases and their complexes with Zn(II), (Cu(II), Ni(II) and Co(II), J. Coord. Chem. 64(11), 1914-1930.
6. Shaimaa R. Bakir, (2007) MSc. Thesis, University of Baghdad.
- 7- Ryles. A P, Smith K. (1980). "Essential Organic Chemistry" Willy Inerscience Publication John Wiley and Sons.
8. Çiftçi H., Ölçücü A. and Çiftçi T. (2007), National J. Chem. & Tech. Sci., 2, 105-108.
9. Nakamoto K., (1997). "Infrared and Raman Spectra of Inorganic Coordination Compounds", 5th Ed., Part B, John Wiley & Sons, New York, pp. 87, 154, 173, 187.
10. R. K. Agarwal, S. Prasad and N. Gahlot, Turk. J. Chem., 28, 415, (2004).
11. بسام ابراهيم العسود، "التحليل الآلي"، دار ناشرين وموزعون، ط 1، عمان، ص 122 (2011).
- 12- Lever A.B. P., (1984) "Inorganic Electronic Spectroscopy", 2<sup>nd</sup> Ed., New York.
13. Orgel, L. 1966. "An introduction to transition metal Chemistry" 2<sup>nd</sup> ed, Wiley, New York.
14. Jasim Sh.S and Falih H. Mosa, 2013, synthesis and characterization of [2-(carboxy methylen-amino)-phenyl imino]acetic acid (L) and its some metal complexes, J of Baghdad for science, 10(3) September.
15. Kettle, S.F. 1975 "Coordination Compounds", Thomas Nelson and Sons, London, p. 165.
16. Skoog, D.A. and Donald, M. 1974, Fundamentals of Analytical Chemistry Altoit London Edition.

جدول رقم ( 1 ) : الخصائص الفيزيائية لليكاندات المحضرة ومعداتها.

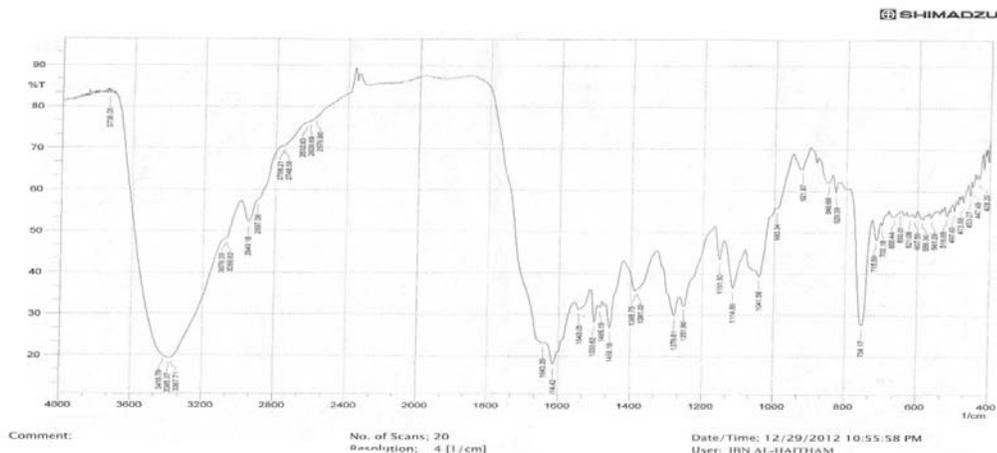
المركبات	m.p °C	M.wt	Color	Metal Chloride	(Found %) , (Cala %)			
					C	H	N	Metal
[H <sub>4</sub> L <sup>1</sup> ]	109- 112	288.3 4	قهواني	.....				
[Mn <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) ] <sub>2</sub>	126	791.4 8	بني غامق	7.23 (6.33)				13.01 (13.88)
[Co <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) ] <sub>2</sub>	140	799.4 7	بنفسجي	8.96 (8.12)	49.23 (49.01)	5.83 (4.68)	6.75 (6.32)	14.74 (15.45)
[Ni <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) ] <sub>2</sub>	350	798.9 9	اخضر فاتح	8.87 (9.34)	49.26 (48.45)	5.84 (4.67)	6.76 (6.04)	(13.54) 14.69
[Cu <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) ] <sub>2</sub>	130		زيتوني	13.63 (11.5)				24.14 (24.42)
[Cd <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) ] <sub>2</sub>	350	906.4 3	ابيض	7.82 (6.66)				25.78 (24.82)

جدول (2): قياسات الاطياف الالكترونية والاشكال الفراغية المقترحة للمعقدات المعنية بالدراسة

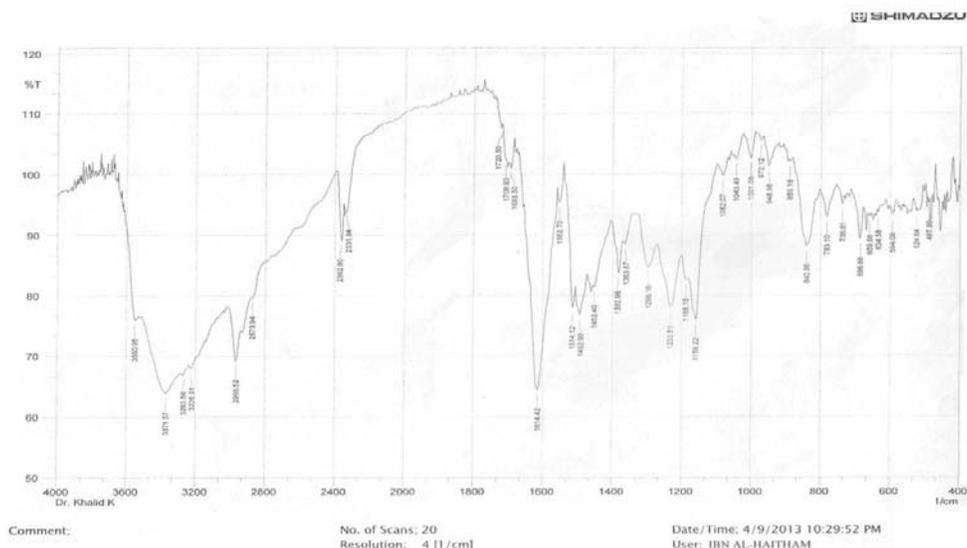
Complex	$\lambda$ (nm)	$\nu$ (cm <sup>-1</sup> )	Assignment	Proposed structure
[Mn <sub>2</sub> (L <sup>1</sup> )Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	233	42918	L.F	Td
	275	36363	C.T	
	768	2220	E <sub>g</sub> → <sup>6</sup> A <sub>1g</sub> , <sup>4</sup> A <sub>1g</sub>	
[Co <sub>2</sub> (L <sup>1</sup> )Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	233	42918	L.F	Td
	284	35211	C.T	
	780	12620	<sup>4</sup> A <sub>2</sub> (F) → <sup>4</sup> T <sub>1</sub> (P)	
[Ni <sub>2</sub> (L <sup>1</sup> )Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	235	42553	L,F	Td
	270	37037	C,T	
	777	12870	<sup>3</sup> T <sub>1</sub> (F) → <sup>3</sup> T <sub>1</sub> (P)	
	815	12269	<sup>3</sup> T <sub>1</sub> (F) → <sup>3</sup> A <sub>2</sub>	
[Cu <sub>2</sub> (L <sup>1</sup> )Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	232	43103	L.F	Td
	345	28985	C.T.	
	803	12435	<sup>2</sup> E → <sup>2</sup> B <sub>2</sub>	
[Cd <sub>2</sub> (L <sup>1</sup> )Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	235	25000	L,F	Td
	277	19762	L.F	
	323	12543	C.T	

جدول رقم(3): قيم  $\chi_g$  الحساسية الغرامية وقيم  $\chi_A$  الحساسية الذرية و  $\mu_{\text{eff}}$  العزم المغناطيسي

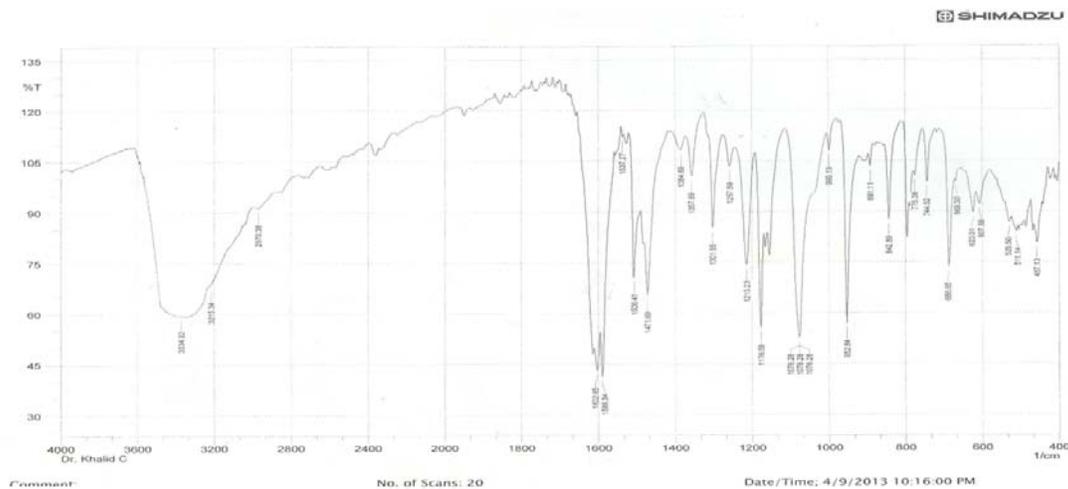
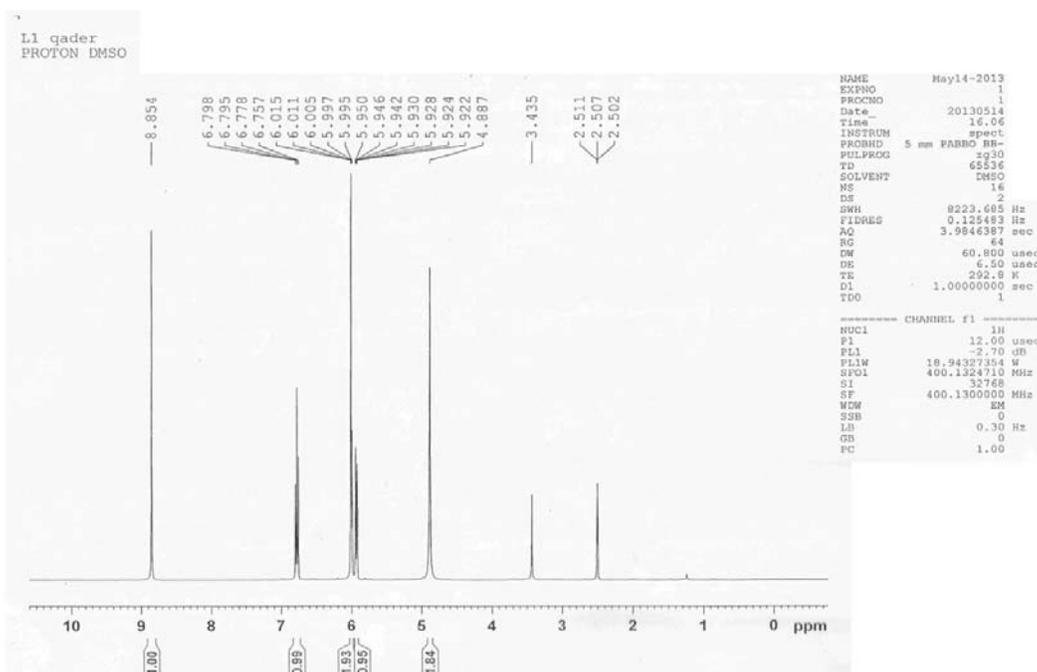
المعقدات	الحساسية الغرامية $X_g \times 10^{-6}$ C .g . s . u	الحساسية المولارية $X_M \times 10^{-6}$ C .g . s . u	معامل تصحيح الدايامغناطيسية $D \times 10^{-6}$ C .g . s . u	الحساسية الذرية $X_A \times 10^{-6}$ C .g . s . u	العزم المغناطيسي $\mu_{\text{eff}}$ (B.M)
[Mn <sub>2</sub> (L <sup>1</sup> )Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	20.52	14191.49	187.62	14379.11	2.85
[Co <sub>2</sub> (L <sup>1</sup> )Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	4.605	3353.95	211.33	3563.68	2.92
[Ni <sub>2</sub> (L <sup>1</sup> ) Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	3.7344	2622.22	191.46	2813.68	2.92
[Cu <sub>2</sub> (L <sup>1</sup> ) Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	14.62	10192.32	187.62	10379.94	4.97

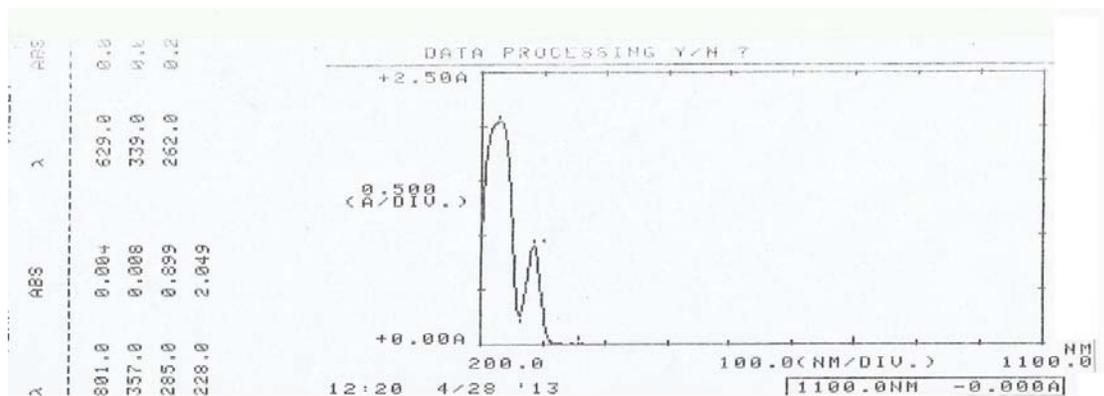


شكل رقم (1) : طيف الاشعه تحت الحمراء لليكاند (H<sub>4</sub>L<sup>1</sup>)



شكل رقم (2) : طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقد [Co<sub>2</sub>(L<sup>1</sup>)Cl<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>]

شكل رقم (3): طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقد  $[\text{Ni}_2(\text{L}^1)\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ شكل رقم (4): طيف  $^1\text{H-NMR}$  للليكاند  $[\text{H}_4\text{L}^1]$



شكل رقم (5) : طيف الأشعة فوق البنفسجية-المرئية لمحلول الليكاند  $[H_4L^1]$

## جدول رقم (1-3): ذوبانية الليكائد المحضر ومعقداته في مذبات مختلفه

Compound	DMF	DMSO	MeOH	H <sub>2</sub> O	CCl <sub>4</sub>	Ethanol	Aceton	Ether
[H <sub>4</sub> L <sup>1</sup> ]	+	+	-	-	-	+	+	-
[Mn <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	÷	+	+	-	-	÷	+	-
[Co <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	+	+	+	-	-	+	+	-
[Ni <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	+	+	+	-	-	+	+	-
[Cu <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	+	+	+	-	-	÷	+	-
[Cd <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	+	+	+	-	÷	+	+	-
Compound	DMF	DMSO	MeOH	H <sub>2</sub> O	CCl <sub>4</sub>	Ethanol	Aceton	Ether
[H <sub>4</sub> L <sup>1</sup> ]	+	+	-	-	-	+	+	-
[Mn <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	÷	+	+	-	-	÷	+	-
[Co <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	+	+	+	-	-	+	+	-
[Ni <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	+	+	+	-	-	+	+	-
[Cu <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	+	+	+	-	-	÷	+	-
[Cd <sub>2</sub> L <sup>1</sup> Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	+	+	+	-	÷	+	+	-

÷ = ذائب

- = غير ذائب

+ = ذائب

# From Amine , Synthesis and Characterization of New Some Transition and Non-Transition Elements Metal Dinuclear Complexes Derived Schiff Base ligand 1-Chloro – 2- ( 2- chloroethoxy) Ethan

Modhir Y. Mahammed  
Salwa A. Jabbar  
Kader A. Shanak

Dept. of Chemistry/ College of Education for women/University of Tikrit

Received in: 29 October 2013, Accepted in: 26 December 2013

## Abstract

This research of the thesis includes the preparation and identification of two new tetradentate Schiff's base ligand .

( $H_4L^1$ ) and then binuclear complexes with a group of transition metal ions in addition to cadmium with the general formula.



The prepared complexes and ligands were identified by infrared (FT-IR) spectroscopy, Ultra violet-visible (UV-visible) spectroscopy and  $^1H$ -NMR spectroscopy of the prepared ligand, also microanalysis (C.H.N) of some of the prepared compounds has been carried out and the melting points, the molar conductivity and magnetic susceptibility

**Key Words :** Schiff base, 3-amino phenol, 2-di(dichloro ethyl) ether, Dinuclear, tetradentate