



Preparation and Identification of Cr(III), Fe(II), Fe(III), Mn(II) and Hg(II) Complexes with 4-[N-(Salicylaldehyde) imino] Antipyrinyl Semicarbazide Ligand (L₁)

Hala Shareef Haydar

Amerah Jihad Al-Shaheen

Department of Chemistry / College of Education of Pure Science

University of Mosul, Mosul, IRAQ-

Themyth.myth@yahoo.com

amiraalshaheen@uomosul.edu.org

DOI: [10.33899/edusj.2019.162969](https://doi.org/10.33899/edusj.2019.162969)

Received
12 / 12 / 2018

Accepted
27 / 02 / 2019

Abstract

Complexes of the new ligand 4[N-(Salicylaldehyde) imino] antipyrinyl semicarbazide ligand (L₁) with the metal ions Cr (III), Fe(II), Fe(III), Mn(II) and Hg(II) have been synthesized and characterized on the basis of physicochemical investigations included infrared and electronic spectroscopy, magnetic moment measurement, molar conductance and elemental analysis. The above studies Infrared spectral data suggest that the ligand L₁ behaves as tetradentate ligand and was coordinated through (N, N, O, O) donor atoms sequence towards the metal ions, and it gives an octahedral complexes in molar ratio 1:1 Metal: Ligand. While it behaves as bidentate towards the metal ions in molar ratio 1:2 (M:L) resulting in four coordinated complexes. On the basis of the above physicochemical data, an octahedral and four coordinated geometries were assigned for the complexes.

Key words:- new Schiff base ligand, semicarbazide complexes 4 –amino antipyrine complexes.

تحضير وتشخيص معقدات الكروم (III) والحديد (II) والحديد (III) والمنغنيز (II) والزنك (II) مع الليكاند (L1) [4-N] (سلسلهيهايد) ايمينو] انتي بايرنيل - سيميكا ربازايد

عامرة جيهاد الشاهين

هالة شريف حيدر

قسم الكيمياء / كلية التربية للعلوم الصرفة

جامعة الموصل ، الموصل ، العراق

amiraalshaheen@uomosul.edu.org

Themyth.myth@yahoo.com

DOI: [10.33899/edusj.2019.162969](https://doi.org/10.33899/edusj.2019.162969)

القبول

الاستلام

2019 / 02 / 27

2018 / 12 / 12

الخلاصة

حضرت معقدات الليكاند الجديد 4-N- (سلسلهيهايد) ايمينو] - انتي بايرنيل - سيميكا ربازايد (L₁) مع ايونات الكروم (III) والحديد (II) و (III) و Mn(II) و Hg(II) بنسبة (1:1) و (2:1) (فلز : ليكاند). وشخصت المعقدات المحضرة باستعمال تقنيات كيميائية وفيزيائية وطيفية مختلفة مثل اطياف الاشعة تحت الحمراء والاطياف الالكترونية والتوصيلية المولارية والعزم المغناطيسي والتحليل الدقيق للعناصر وبينت الدراسات اعلاه ومن ضمنها الاشعة تحت الحمراء بان الليكاند L₁ يسلك سلوك ليكاند رباعي السن يتناسق مع الايون الفلزي من خلال ذرات (O, O, N, N) على التعاقب في حالة المعقدات المحضرة بنسبة (1:1) (فلز : ليكاند) أما بالنسبة للمعقدات المحضرة بنسبة (2:1) يتناسق L₁ من خلال ذرتي N فقط ، واتضح من الدراسات الفيزيوكيميائية المذكورة اعلاه ان لهذه المعقدات بنية ثمانية السطوح ورباعية التناسق.

الكلمات الدالة:- ليكاند قاعدة شيف جديد ، معقدات 4- امينونتي بايرنيل - معقدات سيميكا ربازايد.

المقدمة : (Introduction)

يعتبر المركب 4- أمينونتي بايرنيل (4AAP) من المركبات الحلقية غير المتجانسة التي تدخل في تركيب معظم الفيتامينات مثل فيتامين C ومجموعة B التي لها حلقات تحتوي على النيتروجين والاكسجين، لذا لاقت ليكاندات 4 - aminoantipyrine (4AAP) اهتماما كبيرا في السنوات الاخيرة من الناحيتين الكيميائية والبايولوجية [1].

ولقد تبين من الدراسات التي اجريت على معقداتها ان لها تطبيقات اخرى صناعية في تحضير البوليمرات ومرافقات انزيمية ومنظمات نمو للنباتات ومبيدات حشرية وللدندان [2,3] واستعملت كثيرا في صناعات العقاقير والادوية كذلك استعملت كمضاد للفطريات والفيروسات بالإضافة الى البكتريا والاورام وتعد مضادات للعديد من السرطانات [4-6] وقد ازدادت تطبيقات قواعد شيف المحضرة حديثا مع 4AAP في الوقت الحاضر نظرا لامتلاكها المجموعة الفعالة C=N الازوميتلين لما لها من تطبيقات كثيرة فهي تمتلك خاصية نقل الاوكسجين اذ تكون مركبات كليتيبة مع العناصر الانتقالية وغير الانتقالية وذلك لاحتوائها على ذرات مانحة مثل الاوكسجين والنيتروجين بالإضافة الى امتلاكها مجاميع واهبة اخرى مثل الكبريت التي يمكنها ان تسلك سلوك الليكاندات متعددة السن متجانسة او غير متجانسة [8]. لذا ارتأينا تحضير مشتقات جديدة للمركب (4AAP) مع الديهايدات

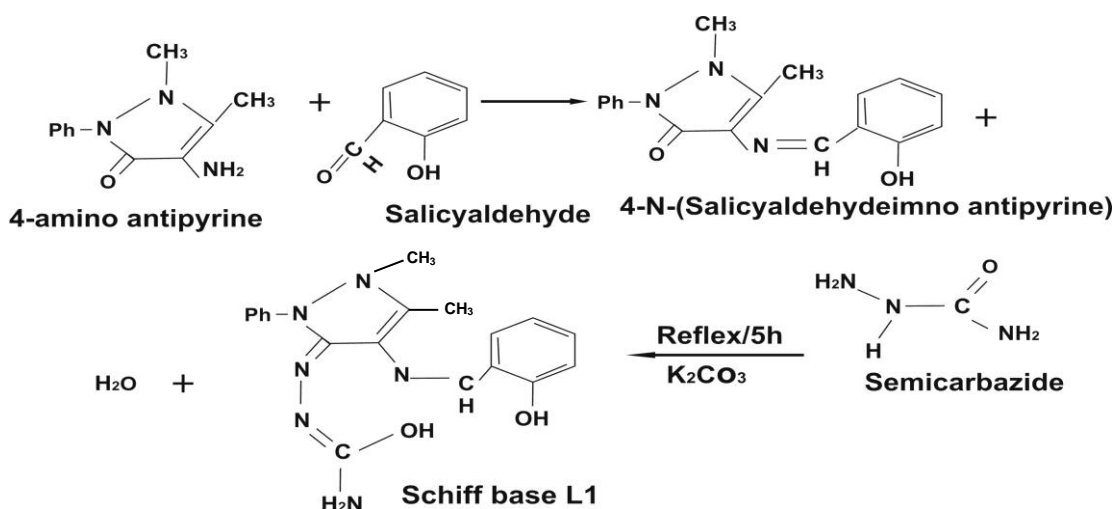
وامينات اولية ومن ثم استعملت كليكاندات في تحضير معقدات لها مع العناصر الايونية Cr (III), Fe(II), Fe(III), Mn(II), Hg(II) بنسبة مولية (1:1) و (2:1) (فلز : ليكاند) وشخصت بعدة تقنيات كيميائية - فيزيائية ووجد بان لها بنيات ثمانية السطوح ورباعية السطوح ولها تطبيقات عملية عديدة نأمل في المستقبل القريب دراستها بصورة مستفيضة.

المواد وطرائق العمل:

أ- المواد الكيميائية: جميع المواد الكيميائية المستخدمة في الدراسة مجهزة من شركة BDH ، Sigma - Aldrich. Fluka واستخدمت كما هي بدون تنقية.

طرائق العمل

1) تحضير الليكاند (L₁) 4(N-[salicylaldehyde imino]antipyrinyl semicarbazide) استخدمت الطريقة المتبعة في الادبيات^[9] اذيب (0.03, 6.09) من 4-امينونتي بايرين في (30ml) من الايثانول ثم اضيف اليه (0.03 mol, 3.66) من السلسلديهايد مع التحريك لمدة (3 ساعات) ثم رشح الراسب المتكون وتمت بلورته بالايثانول ثم اضيف الى المزيج (2.73ml, 0.03mol) سيميكاربازيد المذاب في (25ml) من الايثانول، ثم صعد المزيج حراريا في دورق دائري سعته (500مل) لمدة (5 ساعات) بوجود كربونات البوتاسيوم اللامائية (4.14gm, 0.03 mol) ثم رشح المزيج للتخلص من كربونات البوتاسيوم غير متفاعلة، وبخر المحلول الى (4/1) حجمه الاصلي ثم رشح الراسب المتكون وتمت بلورته بالايثانول وجفف وتم حساب النسبة المئوية للنتاج المتكون وتم تشخيصه حسب المعادلة التالية:-



اللون : اصفر

النسبة المئوية : 73 %

درجة الانصهار : (230) م

الصيغة الكيميائية : C₁₉H₂₀N₆O₂

C%	H%	N%
62.63	5.49	23.07 نظري
(63.01)	(5.70)	(22.98) عملي

2. تحضير المعقدات (preparation of the complexes)

تحضير المعقدات^[10] بنسبة (1:1 او 2:1) (فلز : ليكاند) يضاف (0.01 مول، 3.64 غم) او (0.02 مول، 7.28 غم) من الليكاند المذاب في 20 مل من الايثانول الى 0.01 مول من الملح الفلزي [CrCl₃، 2.66 غم،] او [FeCl₂، 1.98 غم،] او [FeCl₃، 1.62 غم،] او [MnCl₂، 1.97 غم،] او [HgCl₂، 2.71 غم] المذاب في اقل كمية من الماء المقطر او الايثانول تدريجيا مع التحريك المستمر ويصعد المزيج حراريا لمدة (1/2 - 2) ساعة ثم يبرد ويتم تشخيصه ويرشح الرايب المتكون ويغسل بالاثير وتعاد بلورته بالايثانول ثم يوزن وتحسب درجة انصهاره. كما في الجدول رقم (1)

الجدول (1): يبين بعض الخواص الفيزيائية واوزان الاملاح الفلزية المحضرة منها المعقدات والنسب المولية لها:

رقم المعقد	المح الفلزي	وزن الملح الفلزي غم	صيغة المعقد المقترح	درجة الانصهار او التفكك C° d	اللون	النسبة المولية فلز : ليكاند
1	CrCl ₃ .6H ₂ O	2.66	[Cr(L ₁)(H ₂ O) ₂]Cl ₃	158	بني محمر	1:1
2	FeCl ₂ .4H ₂ O	1.98	[Fe(L ₁)(H ₂ O) ₂]Cl ₂	172	بني	1:1
3	FeCl ₃	1.62	[Fe(L ₁)(H ₂ O) ₂]Cl ₃	178	بني غامق	1:1
4	MnCl ₂ .4H ₂ O	1.97	[Mn(L ₁)(H ₂ O) ₂] Cl ₂	169	أصفر	1:1
5	HgCl ₂	2.71	[Hg(L ₁)(H ₂ O) ₂] Cl ₂	165	أبيض	1:1
6	CrCl ₃ .6H ₂ O	2.66	[Cr(L ₁) ₂] Cl ₃	186	أصفر	2:1
7	FeCl ₂ .4H ₂ O	1.98	[Fe(L ₁) ₂] Cl ₂	196	أسود	2:1
8	FeCl ₃	1.62	[Fe(L ₁) ₂]Cl ₃	170	زيتوني	2:1
9	MnCl ₂ .4H ₂ O	1.97	[Mn(L ₁) ₂]Cl ₂	191	بني فاتح	2:1
10	HgCl ₂	2.71	[Hg(L ₁) ₂ (H ₂ O) ₂]Cl ₂	198	بني	2:1

القياسات التحليلية والفيزيائية

تم قياس التحليل الدقيق للعناصر CHN لليكاند المحضر وكذلك للمعقدات باستعمال جهاز التحليل الدقيق للعناصر من نوع EuroE A 3000 / Italy بجامعة بغداد/ كلية التربية للعلوم الصرفة/ ابن الهيثم وكذلك قيست درجات الانصهار او التفكك للمعقدات في قسم الكيمياء/ كلية التربية للعلوم الصرفة/ جامعة الموصل باستعمال جهاز Melting point Apparatus موديل SMP30 والمصنع من قبل شركة Bibby Scientific Limited سنة 2003 كذلك قيست التوصيلية الكهربائية للمعقدات المحضرة باستعمال جهاز التوصيلية الكهربائية ومن نوع (Constorc 832) وباستعمال مذيب ثنائي مثيل فورماميد بتركيز (10⁻³M) مولاري وعند درجة حرارة (25) م°.

اما لقياسات المغناطيسية للمعقدات فقد استعمل جهاز (Magnetic Susceptibility (MSB)

Balance في كلية التربية للعلوم الصرفة/ قسم الكيمياء/ جامعة الموصل. وتطبيق العلاقة الاتية الخاصة بهذا الجهاز ثم الحصول على الحساسية الغرامية (Xg) للمعقد وكما مبين ادناه:-

$$Xg = (L/M) \times C \times 10^{-9} (R - R^0)$$

حيث C معامل التصحيح (Calibration) = l ، L = طول الانبوبة للجهاز ، R^0 = قراءة الجهاز للانبوبة فارغة ، R = القياس للنموذج والانبوبة ، m = وزن العينة.

اما الاطياف الاشعة تحت الحمراء سجلت لليكاند ومعقداته في كلية الصيدلة/ جامعة الموصل باستعمال جهاز Bruker Alpha FTIR – ATR. Germany في المنطقة المحصورة ما بين (4000 - 400) سم⁻¹ بدلالة العدد الموجي وعلى شكل اقراص KBr تم تقدير كمية الفلز في المعقدات باستعمال جهاز طيف الامتصاص الذري من نوع (AAAnalyst 400 – Perkin Elmor) في هيئة التعليم التقني/ المعهد الطبي/ الموصل.

وسجلت الاطياف الالكترونية للمعقدات للاشعة فوق البنفسجية والمرئية بجهاز (U.V) في كلية التربية للعلوم الصرفة/ قسم الكيمياء/ جامعة الموصل في درجة حرارة الغرفة وباستعمال جهاز Shamadzu . U.V. – visible1800 spectro photometer وباستعمال مذيب ثنائي مثيل فورماميد وقد تم القياس باستعمال خلايا كوارتز التي قطرها (1) سم في المدى (1100 – 200) nm.

النتائج والمناقشة

ان جميع المعقدات الناتجة مواد صلبة ملونة مستقرة في الهواء ولها القابلية على الذوبان في مذيب DMF .

ولقد بينت القياسات التوصيلية الكهربائية المولارية في مذيب DMF بان جميع المعقدات تسلك سلوك المركبات غير المتعادلة فهي الكتروليتية^[11] بنسبة 1:2 و 1:3 وكما موضح في الجدول رقم (2).

الجدول (2): يوضح التوصيلية الكهربائية والتحليل الدقيق للعناصر (CHN) وتحليل العناصر M% للمعقدات المحضرة

رقم المعقد	صيغة المعقد المقترح	التوصيلية سم ² .اوم ⁻¹ .مول ⁻¹ $\Lambda_{m \text{ in (DMF)}}$	النسبة المئوية للعناصر نظريا، عمليا			
			C%	H%	N%	M%
1	[Cr(L ₁)(H ₂ O) ₂]Cl ₃	186	40.82	3.58	15.04	9.31
			(40.92)	(3.88)	(14.11)	(9.62)
2	[Fe(L ₁)(H ₂ O) ₂]Cl ₂	102	43.26	3.79	15.93	10.62
			(44.26)	(4.00)	(16.07)	(10.42)
3	[Fe(L ₁)(H ₂ O) ₂]Cl ₃	174	40.53	3.55	14.93	9.95
			(40.61)	(3.65)	(14.81)	(10.00)
4	[Mn(L ₁)(H ₂ O) ₂]Cl ₂	125	43.34	3.80	15.96	10.45
			(43.78)	(3.99)	(16.07)	(10.37)
5	[Hg(L ₁)(H ₂ O) ₂]Cl ₂	132	41.37	3.62	15.24	14.51
			(41.53)	(3.71)	(15.42)	(14.82)
6	[Cr(L ₁) ₂]Cl ₃	153	51.43	4.51	18.95	5.86
			(51.96)	(4.72)	(19.22)	(6.01)
7	[Fe(L ₁) ₂]Cl ₂	125	53.33	4.67	19.64	6.56
			(53.77)	(4.81)	(20.09)	(6.70)
8	[Fe(L ₁) ₂]Cl ₃	167	51.20	4.49	18.86	6.28
			51.63	4.87	(19.00)	(5.86)
9	[Mn(L ₁) ₂]Cl ₂	142	53.39	40.73	19.88	6.43
			53.44	4.90	20.22	6.70
10	[Hg(L ₁) ₂ (H ₂ O) ₂]Cl ₂	137	49.83	4.37	18.36	8.74
			(53.00)	(4.71)	(20.05)	(9.97)

لوحظ من خلال قياسات الأشعة تحت الحمراء لليكاند L_1 ان التردد الامتطاطي لمجموعة الازوميثاين لليكاند تظهر عند التردد 1583 cm^{-1} وعند تناسق هذا الليكاند مع الايونات الفلزية لوحظ ازاحة لهذه القيمة نحو تردد اوطأ مما يدل على تناسق هذه المجموعة من خلال ذرة N مع الفلز وتعود إزاحتها نحو تردد اوطأ بسبب الضعف الذي يحدث في خاصية الاصرة المزدوجة لمجموعة (C=N) وهذا يتفق مع ما نشر في الادبيات والبحوث^[12]. كذلك لوحظ ظهور حزمة عريضة واسعة في المنطقة الواقعة بين $(3200 - 3300)\text{cm}^{-1}$ تعود للتردد الامتطاطي لمجموعة الهيدروكسيل الفينولية في هذه الليكاند ويعود المدى الواسع لهذه الحزمة الى وجود الاواصر الهيدروجينية^[12].

يؤكد هذا التناسق ظهور التردد الامتطاطي لمجموعة (C-O) في الليكاند في المنطقة $(1260)\text{cm}^{-1}$ اما في حالة المعقدات فانها تتزاح نحو ترددات اوطأ في المنطقة المحصورة^[13] $(1227-1012)\text{cm}^{-1}$ ، بينما تظهر حزم التآرجح (Rocking) في المعقدات المائية عند $(896-805)\text{ cm}^{-1}$ للماء المتناسق، كذلك اوضح عدد من الباحثين^[14] ان وجود ماء التبلور يشخص بظهور حزمة عريضة وضعيفة أو متوسطة الشدة، في المنطقة $(3396)\text{ cm}^{-1}$ للماء المتناسق . وكذلك لوحظ ظهور حزم جديدة تعود الى تردد الامتطاطي للاصرة M-N و M-O في منطقة التردد الواطئ من طيف الأشعة تحت الحمراء للمركبات المعقدة اذ ظهرت الحزم M-N و M-O $(476-415)\text{cm}^{-1}$ و $(576- 535)\text{cm}^{-1}$ على التوالي من طيف المعقدات المحضرة ويؤكد ارتباط ايونات الفلزات مع قاعدة شيف عن طريق ذرة النيتروجين والاكسجين^[15] كذلك أظهر طيف الأشعة تحت الحمراء لليكاند حزمة امتطاط تعود لمجموعة NH_2 عند cm^{-1} $(2921-3143)$ ^[12] ولم يطرأ عليها أي تغيير مكانها في حالة المعقدات مما يدل على عدم اشتراكها بالتناسق في الوقت نفسه لم تراج الحزمة التي تعود الى آصرة N-N الموجودة بتركيب الحلقة العائدة 4- أمينانتي بايرين في طيف المعقدات حيث بقيت في الموقع 1024سم^{-1} يؤكد عدم حدوث تناسق الفلز مع ذرة N العائدة للآصرة N-N^[15]. ومن جهة اخرى أظهرت جميع المعقدات والليكاند حزم اخرى تعود C-H وايضا تعود C-C ولم تتأثر في المعقدات^[16].

اما المعقدات الحاوية على الكلوريد بشكل ابوني خارج الكرة التناسقية اظهرت حزمة في المنطقة $(600- 570)\text{ سم}^{-1}$ ^[12] كما موضح في الجدول(3).

الجدول (3): الحزم المهمة في طيف الأشعة تحت الحمراء لمعقدات الليكاند (L_1) المحضرة

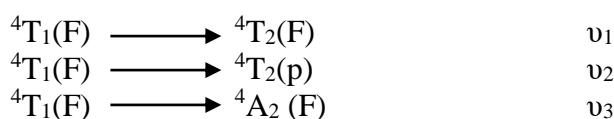
No.	Y C=N	$\nu \text{ NH}_2$	$\nu \text{ C-O}$	$\nu \text{ O - H}$ or $\nu \text{ ph - Oh}$	$\nu \text{ M - N}$	$\nu \text{ M - O}$	$\nu \text{ OH}_2$	$\nu \text{ Cl}$ ionic
1	1521	2921-3132	1199	3000-3449	476	538	3396,855	575
2	1535	2921-3137	1204	3000-3278	444	550	3396,855	570
3	1545	2926-3134	1061	3000-3457	424	535	3218,838	580
4	1580	2919- 3137	1120	3000-3484	415	542	3275,852	600
5	1580	2913-3141	1120	3000-3482	418	576	3141,855	600
6	1565	2917-3138	1021	3000-3482	468	541	3138,892	585
7	1575	2426-3134	1204	3000-3480	463	533	3137,854	590
8	1580	2913-3141	1012	3000-3476	450	530	3032,840	600
9	1560	2919-3137	1122	3000-3480	468	582	3137,854	577
10	1573	2933-3124	1227	3000-3487	471	541	3231,896	588

في دراستنا هذه قيست الاطياف الالكترونية للمعقدات المحضرة باستخدام ثنائي مثيل فورماميد (DMF) عند تركيز 10 M^{-3} فقد اظهر الطيف الالكتروني لمعقدات الكروم (III)^[17-19] ذو الرقم (1) ثنائي السطوح ثلاث حزم طيفية والتي تعود الى الانتقالات الاتية بالاضافة الى طيف نقل الشحنة من ايون الكروم الى الليكاند عند 37037 cm^{-1} :-



الحزمة الاخيرة قريبة او متداخلة مع حزمة انتقال الشحنة التي تحتاج الى طاقة عالية ، وهذه الحزم تقع ضمن مدى معقدات الكروم الثمانية السطوح حسب ما ورد في الادبيات^[18].

اما الطيف الالكتروني لمعقد الكروم (III) الرباعي السطوح تظهر ثلاث حزم طيفية تعود الى الانتقالات الاتية:-



الطيف الالكتروني لمعقد الكروم (III) ذو الرقم (6) الرباعي السطوح اظهر حزمة واحدة تعود للانتقال ν_3 عند 27000 cm^{-1} اما الحزمتان اللتان تعودان الى ν_1 و ν_2 لم يظهران بوضوح لكونهما يقعان في منطقة IR القريبة.

الطيف الالكتروني لمعقد الحديد (II)^[20,21] ذي الرقم (2) ثنائي السطوح عالي البرم اعطى حزمة امتصاص واحدة عند 10638 cm^{-1} تعود الى الانتقال ${}^5\text{T}_{2g} \longrightarrow {}^5\text{E}_g$ وهذا يتفق مع ما نشر في الادبيات^[22].

اما الطيف الالكتروني لمعقدات الحديد (II) رباعي السطوح ذي الرقم (7) اعطى حزمة واحدة فقط تعود الى الانتقال ${}^5\text{E} \longrightarrow {}^5\text{T}_2$ عند 11235 cm^{-1} تتوافق مع بنية رباعي السطوح^[22].

أما الطيف الالكتروني لمعقد الحديد (III) ذي الرقم (3) ثنائي السطوح عالي البرم المحضر اعطى حزمة امتصاص واحدة عند 11682 cm^{-1} وهي تعود الى الانتقال ${}^5\text{T}_{2g} \longrightarrow {}^5\text{E}_g$ وهذا يتفق مع اطياف معقدات الحديد (III) ثمانية السطوح عالية البرم^[23]. وبالنسبة لمعقد الحديد (III) ذي الرقم (8) رباعي السطوح اظهرت حزما على التوالي:



أما بالنسبة لمعقد المنغنيز (II) ذي الرقم (4) ثنائي السطوح فقد اظهر الطيف الالكتروني لمعقدات L_1 اربع حزم تعود الى الانتقالات:-



اما معقد المنغنيز (II) ذي الرقم (9) رباعي السطوح لايتوقع ان تظهر انتقالات d---d في المنطقة المرئية لانها محظورة برميا واوريبتاليا (قاعدة لابورتا)^[24] ولوحظ ظهور امتصاصات لهذا المعقد بحدود

cm^{-1} (37593 - 32679) والتي تعود هذه الامتصاصات الى حزمة انتقال الشحنة بين الفلز والليكاند . (M \longrightarrow L)

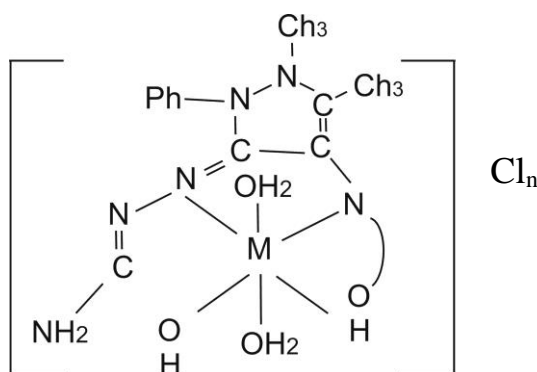
اما طيف معقدي الزنك (II) لايعطي انتقالات d---d وذلك لانها تمتلك d^{10} في غلاف تكافئها الخارجي لكنها اعطت قيم امتصاص عند cm^{-1} (17391 و 16000) لكل من معقدي 5 و 10 وهي تعود الى انتقالات الشحنة بين الفلز والليكاند (M \longrightarrow L) , قيم الشحنة بين الفلز والليكاند, والقياسات المغناطيسية, والتوصيلية المولارية, اثبتت ان المعقدان دايا مغناطيسية وغير موصلان بالاعتماد على هذه النتائج ونتائج طيف IR التي اثبتت ارتباط الفلز من ستة جهات لذلك اقترحت الصيغة التركيبية الثمانية السطوح كما موضح في الاستنتاج.

اما القياسات المغناطيسية فلوخط ان العزم المغناطيسي لمعقدات الكروم (III) ثماني السطوح له قيمة 3.30 B.M وهي مقاربة للقيمة النظرية (3.83 B.M) مما يدل على ان المعقد عالي البرم ($T_2g^3 eg^6$). اما بالنسبة للمعقد رقم (6) الكروم (III) رباعي السطوح فاعطى قيمة عزم B.M (3.95) اكبر من عزم البرم لوجود المساهمة الاوربيتالية^[24] وهذا يتفق مع معقدات الكروم (III) رباعي السطوح عالي البرم . اما المعقدان (3 , 2) الحديد (II) و (III) وجد ان العزم المغناطيسي لهما B.M (5.24 , 5.20) على التوالي وقد اظهرا خواصا سداسية التناسق ثماني السطوح^[25 , 26] .

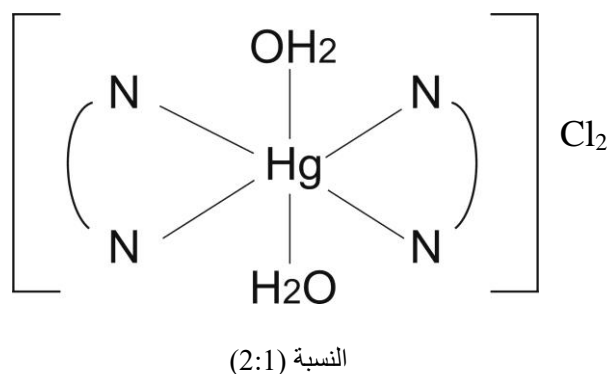
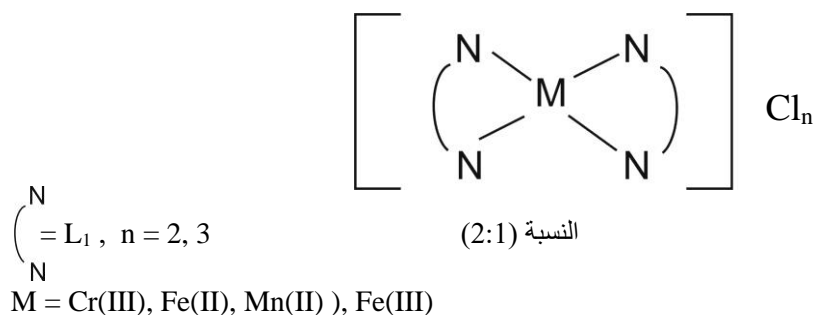
اما المعقدان رقم (8 , 7) الحديد (II) و (III) وجد ان العزم B.M (5.54 , 4.49) اظهرا خواص بارامغناطيسية رباعية التناسق ذات شكل رباعي السطوح^[27] .

اما المعقد رقم (4) المنغنيز (II) فاعطى قيمة عزم B.M (1.48) وهذا يشير الى ان ذرة المنغنيز سداسية التناسق ذات شكل ثماني السطوح واطى البرم^[28]، اما المعقد رقم (9) اعطى قيمة عزم B.M (4.50) مما يدل على كون ذرة المنغنيز ذات شكل رباعي السطوح عالي البرم.

ونتيجة للدراسات الفيزيائية والكيميائية والطيفية والتحليل الدقيق للعناصر يمكن التوصل الى ان الليكاند L_1 يسلك سلوك ليكاند رباعي السن يتناسق مع الايون الفلزي من خلال ذرات (O, O, N, N) في حالة المعقدات المحضرة بنسبة (1:1) (فلز: ليكاند) ليعطي معقدات ثمانية السطوح اما بالنسبة للمعقدات المحضرة بنسبة (2:1) اذ يتناسق L_1 من خلال ذرتي N فقط ليعطي معقدات ذوات بنية ثمانية السطوح ورباعية التناسق.



$N \curvearrowright OH$ = Salicylaldehyde (النسبة 1:1)
n = 2 or 3 , M = Cr (III), Fe(II), Fe(III), Mn(II), Hg(II)



المصادر

ايميل الباحث: themyth.myth@yahoo.com

- 1) N. Rahman, J.D. Raja and A. Sakthivel, "Synthesis Spectral Characterization of Schiff Base Transition Metal Complexes: DNA Cleavage and Antimicrobial Activity Studies", J. Chem. Sci. 119,4,PP .303-310(2007).
- 2) N. Rahman and S. Sobha, "Transition Metal Based" Biologically Active Agents 11,India IISN 0975-6299 (2012).
- 3) V. Parkash and M. Padmaja, "Preparation, Characterization and Antibacterial Studies of Chelates of 4-Aminoantipyrine Derived from 4-Aminoantipyrine and 5-Nitrosalicyladehyde", Int. J. Current. R., 4, Issue, 69-45(2011).
- 4) B. Anupama, M. padaja And C. Gyana Kumari, "Synthesis Characterization, Biological Activity and DNA Binding Studies of Metal Complexes with 4-Aminontipyrine Schiff Base Ligand" J. Ind. G (1), 0973-4945(2012).
- 5) Chira Varadarajra, G. Tamilselvan, IVMV Enoch and Paulraj Mosae Selvakumar, "Phenol Sensing Studies by 4-Aminoantipyrine Method", International J., ISSN 2474-7616,vo1.5 . Issue2(2018).
- 6) Kuvinary Kumar, K Sunand, K. Ashwini, P. Suresh Kumar, S. Vishnu, Alivelu Samala, Sjerra "Synthesis, Characterization and Antibacterial Studies 4-Aminoantipyrine Schiff bases", J., vol.2, No. 1(2017).
- 7) (Internet) (html), Web Heterocyclic.Com. Inorganic Chemistry(2012).
- 8) Y. K. Vaghasiya, R. Nair, M. Soni, SH. Baluja and S. Chada, "Synthesis, Structural Determination and Antibacterial Activity of Complexes Derived from Vanillin and 4-Aminoantipyrine", J. Serb. Chem. Soc.,12,991-998(2004).

- 9) A. Yili and B. Pingwi and C. Fangshili, "4-Aminoantipyrine Derivatives; X-ray Structure Determination; IR Spectroscopy; DF Calculation; Electronic Structure Properties", J. China, 58A,33, 1422-3161(2013).
- 10) K. Rasasekar, Ramachandramoorthy and T. Balasubramariyan, "Synthesis Spectral Characterization and Crystal Structure of [Cd(4-AAP) 2(NO₂)₂] (4-AAP-4-Aminoantipyrine) J. Ind. Res", J. Chem. Sci. 2231-606(2013) .
- 11) R. D. Feltham and R. G. Hayter, "The Electrolyte Type of Ionized Complexes", J. Chem. Soc., 13,4587(1964) .
- 12) Priti Deshmkh, Padeep Kumar Soni, Amit Kankoriya Ahand K. Halve, Renu Dixit "4-Amino Antipyrine: Asigntpicant Tool for The Synthesis of Biologically Active Schiff Bases and Method Complexes", I.H. J. Pharma Sci, Rev. Res, 34(1), P.162-170(2015).
- 13) I. J. Sallomi and A. J. AL-Shaheen, "Compexes of Cobalt(II),. Nickel (II) and Copper (II) With Ortho and Para Phenylene Diamine Derivatives", Polyhedron, 17,9,1429(1998) .
- 14) I. Gamo, "Infrared Spectra of Water of Crystallization in Some Inorganic Chlorides and Sulfate", Bull. Chem. Soc., 34,760,1430(1961).
- 15) S. Prakash and G.D. Tuli and S.K. Basu and R.P. Madan , "Analysis of Inorganic Chemistry", Schaud and Co. Ltd., (India), Vol.2, PP.287, 318, 405-406(2012).
- 16) M. S. Suresh, and V. Prakash, "Preparation, Characterization and Antibacterial Studies of Chelates of Schiff Bases Derived From 4-Aminoantipyrine Vanillin and o-Phenylene Diamine", Int. J. Current. R., 3, Issue, 268-75(2011).
- 17) Tueja H.D. and Mush K.H., India . J. of Chem. Vol.27 A(5), P.451(1988).
- 18) Wasey, Buusa R.K., F.K. Kamil and Schandra, Transition Met. Chem., Vol.8, P.341-342(1983).
- 19) Sharma S., Chowdhary V. and Parihar M. India. J. of Chem, Vol28, P. 809-811(1984).
- 20) M. Zentkova, J. Kovac, A. Zentko, A Hudak and A. Kosturika; IEEE Tranactions on Magenatic; 30(2), 1120-1121(1994).
- 21) V. S. Jevtovic, L.S. Jovanovic, V.M. Leovac and L.J. Bjelica; J. Serb.Chem. Soc.; 68(12), 3(2003).
- 22) T.M. Duan; "Modern Coordination Chemistry"; J. Lewis and R.G. Wilkins ed. Interscience, New York,(1960).
- 23) M. Zentkova, J. Kovac, A. Zentko, A. Hudak and A. Kosturika; IEEE Transactions on Magnetic; 30(2), 1120-1121(1994).
- 24) A.B.P. Lever, "Inorganic Electronic Spectroscopy", Elsevier Amsterdam, London,(1968).
- 25) L. H. Little, G.W. Poling and J. Leja, "Infrared Spectra of Xanthate Compounds", Can. J. Chem., 39,745, Chem. Abstr.56,1074(1961).
- 26) R.R.S. Reddy, M. Fayazuddin, G.S. Reddy, S.L. Geddy, P.S. Roa, B.J. Reddy and F.N. Garcia, "Tetrahedral Site of Fe(III) and Cu(III) in Renierite" Cryst. Res., Technol., 39(3), 240-244(2004).
- 27) C.A. Tsipis and G.E. Manoussakis, "Synthesis and Spectral Study of New Iodobis (Dialky/dithiocarbamate)Complexes of Avsenic, Antimony And Bismuth" Inovg. Chem. Acta,18,35-45(1976).
- 28) M. M. El-Ajaily, F. A. Abdlseed and Ben Gweirif, "Preparation, Characterization and Antibacterial Activity of Some Metalion Complexes", E.J. Chem., 4(4), 461-466(2007).