P- ISSN 1991-8941 E-ISSN 2706-6703
2013,(7), (1) :127-134

(JUAPS) مجلة جامعة الانبار للعلوم الصرفة

Open Access

تحضير وتشخيص بعض معقدات الحديد الثلاثي لحامض الهيدروكساميك .

اسماعيل خليل الخطيب* سلمان علي احمد** صداع عبد عبد الله***

* –جامعة الانبار - كلية العلوم

** جامعة النهرين -كلية العلوم

*** -جامعة الانبار - كلية التربية للبنات

معلومات البحث:

تاريخ التسليم: 2011/6/4
تاريخ القبول: 2012/4/12
تاريخ النشر: 30/ 11 /2013

DOI: 10.37652/juaps.2013.82759

الكلمات المفتاحية:

تحضير،
تشخيص،
حامض الهيدروكساميك،
استر ثنائي ايثايل سكسنيت.

الخلاصة:

يتضمن البحث تحضير وتشخيص لمركبات حامض الهيدروكساميك المشتقة من استر ثنائي ايثايل سكسنيت (Diethyl Succinate) التي تعد ليكاندات انتقائية ثنائية السن لعنصر الحديد. حيث تم تحضير ودراسة مركبات حامض الهايدركساميك كما في تحضير معقد ثلاثي (4- اوكسو -4- ايثوكسي بيوتان هايدروكساميت حديديك (III)) وذلك بتفاعل مركبات حوامض الهيدروكساميك مع كلوريد الحديديك وفي وسط قاعدي. وتم تعيين الاوزان الجزيئية ودرجة الانصهار للمركبات المحضرة وتشخيصها بالطرق الطيفية اضافة الى تعيين نسبة الاتحاد العنصري بين مشتقات حامض الهايدروكساميك وايون الحديد الثلاثي Fe^{3+}باستخدام طريقة النسبة المولية. حيث وجد ان نسبة الاتحاد العنصري بين الفلز والليكاند هي (1:3) (فلز : ليكاند).

المقدمة:

يعتبر حامض الهيدروكساميك ومشتقات النايتروجين المعوضة من المركبات العضوية التي تستخدم كليكاندات ثنائية السن ولها قابلية التأصر مع الحديد الثلاثي(Fe^{3+}) والنحاس الثنائي (Cu^{2+}) لتعطي معقدات ملونة يمكن استخدامها في التحليل اللوني، لتقدير ايون الفلز وحامض الهيدروكساميك[1،2]. وعلى الرغم من اهمية خواص حامض الهايدروكساميك الا انه يعد واحداً من اقل المركبات التي وصفت خواصها والتي تشكل صعوبة في تحديد التركيب الصحيح لحامض الهيدروكساميك وذلك لانه يتكون بثلاثة أشكال متماثلة في التراكيب الكيمياوية (tautomeric forms)[3،4]. يلعب حامض الهيدروكساميك دورا مهما في امتصاص الحديد أثناء العمليات الايضية[5].

كما أن التراكيب والمواد المصنعة لحوامض الهيدروكساميك أظهرت بأنها مواد مضادة لمرض الملاريا و الفطريات و البكتيرية المرضيه[6]، اضافة الى ان حامض الهيدروكساميك ومشتقاته ذو فوائد مهمة للانسان منها : منع تكوين الحصى في الكلية والمجاري البولية[7]،تثبيط التكوين الحيوي لـ DNA[8]،معالجة فقر الدم،و إزالة الالمنيوم[6،9].كما ويمكن أن يستخدم عدد من المركبات المحضرة صناعيا لحوامض الهيدروكساميك كمبيدات للحشرات والطحالب المؤذية لنمو النباتات وكذلك العمل على زيادة خصوبة التربة[10]، وحماية النباتات من البرد [11]. تعد مركبات حوامض الهيدروكساميك ليكاندات مخلبية ثنائية السن (O, O–Bidenate Ligand)ذات شحنة سالبة واحدة ويفقد الحامض بروتون مجموعة الهيدروكسيل حيث يرتبط كل ليكاند مع الأيون الفلزي (M) عن طريق اوكسجين مجموعة الكاربونيل العائدة لحامض الهيدروكساميك في الليكاند وبذلك تحل ثلاث جزيئات من حامض الهيدروكساميك محل كل الجزيئات المرتبطة مع الايون

* Corresponding author at: University of Anbar / College of Science;

E-mail address:

الفلزي وبذلك تحتل هذه الليكاندات الثلاثة ستة مواقع تناسقية حول الايون الفلزي الثلاثي الشحنة الموجبة والتي تتعادل مع الشحنات السالبة العائدة لثلاثة جزيئات من حامض الهيدروكساميك لتعطي معقداً متعادلا سداسي التناسق، وبذلك يمكن أن نتوقع الصيغة التركيبية لمعقدات فلز الحديد مع مركبات حوامض الهيدروكساميك حيث تتكون ثلاثة حلقات خماسية مستقرة [12] . يعتبر مركبا الفريتين والهيموسيدرين من المواد الاساسية لخزن الحديد في الانسان والحيوانات العليا، والفريتين مادة بلورية قابلة للذوبان في الماء تتألف من بروتين دائري (حلقي) قطره الداخلي يساوي75 انكستروم وبقطر خارجي 120 انكستروم [12]. اما الهيموسايدرين فيحتوي على كميات أكبر من هيدروكسيد الحديد الا أن تركيبته متنوعة وصعبة التحديد بالمقارنة مع الفريتين. أما الترانسفرين فهو بروتين يرتبط بشدة مع أيون الحديد وينقله من الفريتين إلى كريات الدم الحمر والعكس بالعكس. وينتقل الحديد بين الفريتين والترانسفيرين بشكل أيون الحديدوز [13]. إلا أن عملية الأكسدة والاختزال غير واضحة في الكائنات المجهرية حيث يتم نقل الحديد بوساطة مادة أساس تسمى الفريكروم، والفريوكساميناتويتكون الفريوكروم من ثلاثة احماض هايدروكساميك والتي فيها تقع مجاميع الهايدروكساميك الثلاث على ثلاثة مواقع جانبية من السلسلة وعلى شكل حلقات سداسية الببتيد. في حين تمتلك الفريوكساميناتثلاثة مجاميع هيدروكساميك من السلسلة الببتيدية التي قد تكون حلقية أو غير حلقية [12]. وبالنظر لأهمية تأصر الحديد الثلاثي مع حامض الهايدروكساميك وتطبيقاته البايولوجية المتعددة فقد تم تحضير معقدات لحوامض الهيدروكساميك مع أيون الحديديك بالاعتماد على ثنائي اثيل سكسنات كمادة أولية. مع إجراء دراسات طيفية لتشخيص وتعيين هذه المركبات.

المواد وطرائق العمل:

المواد الكيمياوية :

تم استخدام الستر(ثنائي اثيل سكسنيت) (99%BDH) وايثانول مطلق (99%BDH) . وهيدروكسيل أمين هيدروكلورايد (97%GPR) (99%BDH) خلات الصوديوم (99%BDH) بروميد المثيل (99%BDH) بروميد الأثيل (99%BDH) كلوريد الحديديك 99%BDH)[14].

الأجهزة المستخدمة : مطياف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية و مطياف الأشعة تحت الحمراء (FT-IR مبخر دوار (Rotary evaporator).

تحضير المركب : 4-OXO-4- ethoxy butane hydroxamic acid

أذيب 7.4غم من الاستر (ثنائي اثيل سكسنيت) في50 مل من الايثانول المطلق واضيفت 6.95غم من الهيدروكسيل امين هيدروكلورايد. اضيفت 5 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم (6N). في دورق كروي مربوط بمكثف عاكس، وسخن المزيج الى الغليان ولمدة (30 دقيقة) وترك المزيج يبرد. أجريت عملية تركيز للمحلول وذلك بتبخير المذيب باستخدام المبخر الدوار(Rotary evaporator). بعدها جمع الناتج المترسب. ثم. جمع الناتج الذي اعيدت بلورته. جفف وعينت درجة الانصهار[28,15,7] وبالطريقة نفسها حضرت المركبات(2-11) المبينة بالجدول (1).

تحضير المعقد : Tri(4-oxo-4-ethoxybutanehydroxamate)Iron (III).

تم تحضير المعقد ثلاثي (4- اوكسو -4- ايثوكسي بيوتان هايدروكساميت حديديك (III).(-3-)

Tri (4-oxo -4- ethoxybutane hydroxamate) Iron (III). [$Fe(RCONHO)_3$]بنسبة 1:3

(فلز : ليكاند) وذلك باضافة 2.4غم (0.3 مول) من المركب (4- اوكسو -4- ايثوكسي بيوتان حامض الهيدروكساميك) في 50 مل من الايثانول المطلق الى 0.81غم (0.1 مول) من كلوريد الحديديك (III) المذاب في 25 مل من المحلول المنظم عند pH = 10 وحرك المحلول ذو اللون الاصفر فلوحظ ظهور راسب احمرغامق تم ترشيح الراسب ومن ثم تم غسل الراسب بالايثانول المطلق وترك ليجف[14,15,16]. وبالطريقة نفسها حضرت المعقدات2 الى 11 والمبينة في الجدول (1).تم تعيين الوزن الجزيئي النسبي لمعقدات الحديديك بقياس الارتفاع في درجة الغليان بأستخدام جهاز كوتريل [17].

تم تقدير نسبة أيون الحديديك في المعقدات المحضرة باستخدام:

أ- طريقة النسبة المولية (Mole-Ratio Method) : حيث تم مزج $5*10^{-4}$مولاري من كلوريد الحديديك مع الليكاندات التي تم تحضيرها سابقا[18]وبعشرة تراكيز وهي:

1- 4-Oxo-4- ethoxy butane hydroxamic acid 2- 2-Methyl-4-oxo-4- ethoxy butane hydroxamic acid
3- 2 -Ethyl-4-oxo-4- ethoxy butane hydroxamic acid
4- 2-Phenyl-4-oxo-4- ethoxy butane hydroxamic acid
5- Cinnamo hydroxamic acid

قيست الامتصاصية عند الطول الموجي (480 nm) انوميتر باستخدام مطياف الأشعة المرئية وفوق البنفسجية. تم حساب نسبة مكونات المعقد من العلاقة بين الامتصاصية و الكسر المولي لليكاند[19,20]

ب – تقدير نسبة أيون الحديديك في المعقد الصلب لغرض حساب نسبة أيون الحديديك في المعقد الصلب المحضر يجب قياس الامتصاصية عند الطول الموجي (480) نانوميتر لمحاليل مركبات الحديد المحضرة و باستخدام جهاز مطياف الأشعة المرئية وفوق البنفسجية [20]

النتائج والمناقشة:

يبين الجدول 2 الخواص الفيزياوية للمركبات المحضرة حيث تزداد قيم الكتل الجزيئيه النسبيه للمعقدات من المعقد رقم 1 وحتى المعقد رقم 10وهذا التسلسل ينطبق ودرجة انصهار هذه المركبات، في حين ان المركب رقم 11 يشذ عن هذا الترتيب. كما ويشير الجدول الى ان اللون السائد لهذه المعقدات هو اللون الغامق. عند مقارنة أطياف الأشعة فوق البنفسجية لمعقدات الأيون الفلزي (Fe^{3+}) مع مركبات حوامض الهايدروكساميك المحضرة في الإيثانول المطلق، تبين ان هناك ازاحة حمراء أي امتصاص نحو طول موجي أعلى مما عليه في حوامض الهيدروكساميك الحرة وكذلك ظهور قيم امتصاص جديدة مما يؤيد حصول ارتباط بين حامض الهيدروكساميك والأيون الفلزي عند تكون المعقدات الفلزية[28].إن هذه المعقدات التي تم تحضيرها أعطت ثلاث حزم رئيسه في المنطقة فوق البنفسجية، الأولى ضعيفة جداً تنتج من انتقال الشحنة وهي ضمن المدى 203 الى 275 نانومتر والثانية تنتج من الانتقال الألكتروني($\pi\rightarrow\pi^*$) وهي ضمن المدى310 الى 340 نانومتر والثالثة هي أيضاً انتقال الكتروني ($n\rightarrow\pi$) وهي ضمن المدى 350الى 375 نانومتر. وكذلك أظهر طيف الاشعة فوق البنفسجية والمرئية حزمة امتصاص في المنطقة المرئية ضمن المدى 430 الى 640 نانوميتر[29,30] (الجدول3).أظهرت مطيافية الأشعة تحت الحمراء لمعقدات حوامض الهايدروكساميك مع أيون الحديديك حزمة امتصاص لمجموعة (N-H) للحلقة الخماسية عند (3400-3450) سم-1 وحزمة امتصاص مجموعة الكاربونيل الاسترية عند (1710-1750) سم-1. وحزمة امتصاص مجموعة الكاربونيل للحامض التي تكون ضمن الحلقة

الخماسية المتكونة عند (1610–1690) سم–1. وحزمة امتصاص مجموعة(C–H) الاليفاتية عند (2850– 2990) سم–1، وحزمة (M–O) الاليفاتية عند (400–500) سم–1 (الجدول4).

ومن خلال بيانات مواقع الحزم التي تعود لليكاندات الحرة (حوامض الهيدروكساميك) ومعقداتها مع أيون الحديد الثلاثي نلاحظ أن الحزم في أطياف المعقدات عانت من تغيرات في الموقع والشدة والشكل ويعزى سبب الإزاحة الحمراء لهذه الحزم خاصة لمجموعة الكاربونيل للحامض لعملية التناسق الحاصل بين الأيون الفلزي وذرة الأوكسجين لمجموعة الكاربونيل الحامضية من المزدوج الالكتروني الحر[32,31]. استخدمت طريقة النسبة المولية لتقدير نسبة الاتحاد العنصري في المعقدات بين الفلز والليكاند، ففي هذه الطريقة يبقى تركيز احد المكونات (الفلز) ثابتاً ويتغير تركيز الليكاند ليعطي سلسلة من نسب $[L]/[M^{+3}]$ وبعد قياس الامتصاصية لكل المحاليل. تم رسم بياني للامتصاص بوصفه دالة للنسبة بين مولات الليكاند الى مول من أيون الفلز وكما هو متوقع فانه يكون خطاً مستقيماً من نقطة الأصل الى النقطة التي تكون عندها موجودة كميات متكافئة من المكونات. وبعد ذلك يصبح الخط البياني أفقياً لأن المكونات كافة قد استهلكت. لذلك تم الحصول على خطين مستقيمين. ونقطة تقاطع امتداديهما تشير الى نسبة الاتحاد العنصري أو نسبه الجمع في الأيون المعقد وكما مبين في الجداول (5–9). ومن العلاقة بين الامتصاصية والنسبة بين مولات الليكاند إلى مولات الفلز فإن النسبة في الأيون المعقد هي (1:3) ليكاند : فلز. ومن قيم الامتصاصية لأيون الحديديك القياسي التي تم الحصول عليها من الدراسة الطيفية باستخدام مطياف الاشعة المرئية وفوق البنفسجية (U.V – Vis) عند الطول الموجي (480) نانوميتير، وجد أن نسبة عنصر الحديد في المعقدات الصلبه المحضره وأن القيم النظريه والعمليه مبينه في الجدول(10). حيث يرتبط كل ليكاند مع الأيون الفلزي Fe^{3+} عن طريق اوكسجين مجموعة الهايدروكسيل وكذلك عن طريق أوكسجين مجموعة الكاربونيل العائدة لحامض الهيدروكساميك في الليكاند، وبذلك تحل ثلاث جزيئات من حامض الهيدروكساميك محل كل الجزيئات المرتبطة مع الأيون الفلزي وبذلك تحتل هذه الليكاندات الثلاثة ستة مواقع تناسقية حول الأيون الفلزي الثلاثي الشحنة الموجبة التي تتعادل والشحنات السالبة العائدة لثلاث جزيئات من حامض الهيدروكساميك لتعطي معقداً متعادلاً، سداسي التناسق وبذلك يمكن أن نتوقع الصيغة التركيبية لمعقدات فلز الحديديك مع مركبات حوامض الهيدروكساميك حيث تتكون ثلاث حلقات خماسية مستقرة.[22,21] تزداد استقرارية المعقدات بالتناسق مع ليكاندات متعددة السن لتعطي بنيات حلقية حيث تكون الذرة الفلزية جزءاً منها، وتعرف هذه العملية بالكيليتية Chelation[24,23]. حيث تتمكن الليكاندات من إشغال مواقع تناسقية أكثر حول الذرة الفلزية ليزداد استقرارها بدرجة كبيرة كما في حوامض الهيدروكساميك التي هي ثلاث جزيئات مكونة ثلاث حلقات خماسية مستقرة، وتمتاز الحلقات الخماسية باستقرارية اعلى من الحلقات الاخرى السداسية والسباعية[25]. وتعود زيادة استقرارية المعقد لسببين : الاول هو لزيادة انتروبي التفاعل والسبب الثاني أن التغير في الانثالبي يزداد سالبية، حيث ان المعقدات الحاوية على ليكاندات كيليتية ثنائية السن ذات استقرارية ثرموديناميكية أكثر من تلك المعقدات الحاوية على ليكاندات أحادية السن[27,26].

الاستنتاجات:

1- تمتاز مركبات حامض الهيدروكساميك المحضره كونها ليكاندات ثنائية السن مع بعض أيونات العناصر الانتقالية مثل الحديديك حيث تكون حلقة خماسية مستقرة وهي التي يكون الأيون الفلزي فيها جزءاً من هذه الحلقة الخماسية.

2- اذا كانت المجاميع المعوضة على الكاربون (β,α) الفا وبيتا لمركب ثنائي ايثايل سكسنيت مجاميع ساحبة للالكترونات فإن المعقدات المتكونة مع الحديد الثلاثي اكثر استقراراً.

3- اذا كانت المجاميع المعوضة على كاربون الفا مجاميع دافعه للالكترونات فأنها تقلل من سرعة تأين الحامض لانها تعمل على اضعاف الشحنة الموجبة لكاربون مجموعة الكاربونيل.

4- اذا كانت المجاميع المعوضة على كاربون الفا مجاميع ساحبة للالكترونات فإنها تزيد من سرعة تأين الحامض لانها تعمل على زيادة الشحنة الموجبة لكاربون مجموعة الكاربونيل

المصادر:

1-Crumbliss, A.L., "Handbook of Microbial Iron Chelate"; Ed. G. Winkelmann, CRC Press, New York, (1991).

2- Sonya, A.K.; Michael, N.; Brent, A.K.; J.Am. chem. Soc., 119 (33), 7645. (1997).

3- Manisha, A.A., Jeena, H., Rama, P., J. Phys. Org. Chem. 12, 103, (1999).

4- Shigeke, H., Yushin, N., J. Chem. Soc. Perkin Trans. I, (1996).

5- Jemal ,A.,Siegel , Ward mE., Hao,Y.,Thun,M., Cancer statistics,CA; ACancer Journal For Clinicians ,vol.59, pp. 225-249,(2009).

6- Biljana, N., Kujundzie, N.; Sankovic, K., Acta. Chem. Slov. 49, 525, (2002).

7- Haron ,M,J., Maiati,T.,Nor, A.I., Anuar,K., and Wan, Y.m., BioResources,4(4),p: 1305-1318. (2009).

8-Laresn, K.I., Sjoberg, B.M., Thelander, L., "Symposium on Chemistry and Biology of Hydroxamic acids", Dayton, May 21, P83. (1982).

9- O'Sullivan, P., Clennon, J.D., Farkas, E., Kiss, T.; J. coord. Chem. 38, 271, (1 996).

10-Waid, L.S., Paul, E.A., Mclaren, A.D., "In Hydroxamic Acids in Soil systems, Soil Biochemistry". Eds, Marcel Bekker : New York, P65 (1975).

11- Grozinger, C.M., Schreiber, S.L., J. Chem. Biol. 9, 3, (2002).

12- Cotton, F. A.; Wilkinson.; "basic an inorg-ic chemistry". P400. (1973).

13- Chittari, P.; Jadhav, V. R.; Ganesh, K. N.; Rajapa, S.; J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1, 1319, (1998) .

14-Systematic Indentification of Organic Compounds", 6th. ed. John Wiley, New York. P.281. (1979).

15- Manisha, A. A.; Jeena, H.; Rama, P.; J. Phys. Org. Chem. 12, 103, (1999).

16- James, A. M.; Drichard, F. E.; "Practical Physical Chemistry". P(89 – 117), (1986).

17- Vogel, A. I.; "A Text book of Practical Organic Chemistry", 3th ed; 784, (1972).

18- Al-Khateeb, I.,S. Ali and S. Abed(Under puplication).

19-Marczenko, Z.; "Seperation and Spectrophotometric Detrmination of elements", Cole Publishing Company.California,590,(1985).

20-Nakamato,K.;"Infrared and Raman Spectro of Inorganic and CoordinationCompond ", Part B,5th ediotion,(1997).

21- Konada, M., Shinoda, H.; Kobashi, k., Hase, J., Nagohara, S.J., Pharmacobio – Dyn. 6, 61, (1983).

22- Ghosh, K. K.; Roy, S.; Indian J. Chem. Sect. B36, 1089, (1997) .

23- Komiyama. M.; Takeda, N.; Takahashi, Y.; J. Chem. Soc., Perkin Trans.2, 269, (1995).

24- Novak, M.; Lin, J., J. Am. Chem. Soc. 111, (1302 – 1308), (1996).

25- Omara,H,M., Hassan ,K,F.,Kandil, S,A., Saleh, Z,A.; Radiochimica Acat,vol,97,pp, 467-471, (2009).

26- Poul, M.; Pende, R.; Frensenius J. Anal. Chem. 342, 193, (1992).

27- Turi, L.; Dannenberg, J. J. Rama, J.; Ventura, O. N.; J. Phys, Chem. 96, 370, (1986).

28- Kandil,L, ; Scholten,B.,Saleh,A., Youssef, M.A., JournalofRadioanalyticalandioanalyticalandNuclearChemistry ,vol.274,no.1,pp.45-52,(2007).

29- Ghosc,B.N, ; Synth.React.Inorg Met.Org.Chem., 16 (10), 1383, (1986).

30-Pal,S.,Ramachandhran V., Pal, V., Prabhakar, S., Tewari, P, K., Suderanan, M., Journalof Macromolecular Science, vol.43,no.4-5,pp. 735-747, (2006).

31-Hossam,M,A.; Chromatography Research International Volume 2011,Article ID 638090m6 pages doic :10 ,406(2011).

32- Allan, I. R.; Smith, W. E.; Renton, A.; Thermo-Chem. Acta. 161, 111, (1990).

الجدول (1)معقدات الحديد الثلاثي لحامض الهايدروكسلميك

Comp. no.	Name
1	Tri (4- oxo -4- ethoxybutane hydroxamate) Iron (III)
2	Tri (2- methyl 4- oxo -4- ethoxybutane hydroxamate) Iron (III)
3	Tri (2,3- di methyl 4- oxo -4- ethoxybutane hydroxamate) Iron (III)
4	Tri (2,2,3- tri methyl 4- oxo -4- ethoxybutane hydroxamate) Iron (III)
5	Tri (2- ethyl 4- oxo -4- ethoxybutane hydroxamate) Iron (III)
6	Tri (2,3- di ethyl 4- oxo -4- ethoxybutane hydroxamate) Iron (III)
7	Tri (2,2,3- tri ethyl 4- oxo -4- ethoxybutane hydroxamate) Iron (III)
8	Tri (2- phenyl 4- oxo -4- ethoxybutane hydroxamate) Iron (III)
9	Tri (2,3- di phenyl 4- oxo -4- ethoxybutane hydroxamate) Iron (III)
10	Tri (2,2,3- tri phenyl 4- oxo -4- ethoxybutane hydroxamate) Iron (III)
11	Tri (Cinnamo hydroxamate Iron (III)

الجدول (2) بعض الخواص الفيزيائية لمعقدات الحديد الثلاثي لحامض الهايدروكساميك

Comp. no.	Mol. Formula	MW gm/mol	m.p C°	Color
1	$(C_6H_{10}O_4N)_3Fe$	535.346	243-245	Red-violet
2	$(C_7H_{12}O_4N)_3Fe$	577.991	249-253	Red-violet
3	$(C_8H_{14}O_4N)_3Fe$	620.03	264-267	Red-violet
4	$(C_9H_{16}O_4N)_3Fe$	661.828	271-275	Red-violet
5	$(C_8H_{14}O_4N)_3Fe$	619.82	278-282	Red-violet
6	$(C_{10}H_{18}O_4N)_3Fe$	703.847	284-288	Red-violet
7	$(C_{12}H_{22}O_4N)_3Fe$	787.878	291-295	blue-red
8	$(C_{12}H_{14}O_4N)_3Fe$	764.70	297-300	blue-red
9	$(C_{18}H_{18}O_4N)_3Fe$	993.630	> 300°	blue-red
10	$(C_{24}H_{22}O_4N)_3Fe$	1220.65	> 300°	blue-red
11	$(C_9H_8O_2N)_3Fe$	542.857	226-229	blue-red

الجدول (3): بيانات طيف الأشعة فوق البنفسجية (U.V) للمعقدات في مذيب الايثانول المطلق.

Compound No.	λ, nm
1	216 , , , 434
2	231 , 254 , , 435
3	240 , 260 , 370 , 435
4	240 , 260 , 370 , 444
5	251 , 313 , 371 , 452
6	248 , 259 , 339 , 487 ,
7	244 , 269 , 370 , 467 , 658
8	255 , 300 , 370 , 467 , 640
9	272 , 300 , 373 , 467 , 640
10	277 , 277 , 372 , 467 , 640
11	259 , 259 , 334 , 497 ,

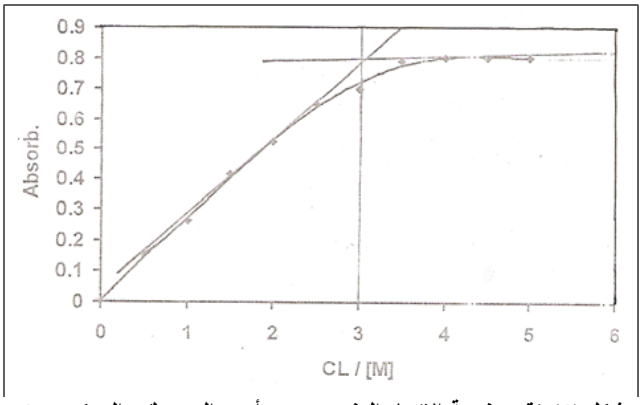
الجدول (4): بيانات طيف الاشعة تحت الحمراء (IR) للمعقدات بوحدة cm-1

Compound No.	$\nu(OH+NH)\ cm^{-1}$	$\nu(C-H)\ cm^{-1}$	Vester $(C=O)cm^{-1}$	acid $\nu(C=O)cm^{-1}$	$\nu(C-N)\ cm^{-1}$
1	3423	2925	1745	1649	420
2	3442	2885	1740	1649	424

3	3430	2890	1742	1650	430
4	3445	2910	1745	1655	425
5	3410	2927	1748	1652	460
6	3410	2920	1750	1655	437
7	3406	2972	1742	1645	434
8	3417	2927	1743	1660	462
9	3410	2930	1735	1640	450
10	3415	2925	1740	1650	450
11	3421	2910	---	1630	445

جدول (5) تقدير نسبة الاتحاد العنصري بين أيون الحديديك والمركب 4- oxo-4- ethoxy butane hydroxamic acid باستخدام طريقة النسبة المولية

No.	$[Fe^{+3}]mol$	$[L]mol$	$[L]/[Fe^{+3}]$	Absorbance
1.	0.00004	0.00002	0.5	0.145
2.	0.00004	0.00004	1	0.274
3.	0.00004	0.00006	1.5	0.416
4.	0.00004	0.00008	2	0.540
5.	0.00004	0.0001	2.5	0.645
6.	0.00004	0.00012	3	0.705
7.	0.00004	0.00014	3.5	0.751
8.	0.00004	0.00016	4	0.781
9.	0.00004	0.00018	4.5	0.801
10.	0.00004	0.0002	5	0.801



شكل (1) تقدير نسبة الاتحاد العنصري بين أيون الحديديك والمركب 4- oxo-4- ethoxy butane hydroxamic acid باستخدام طريقة النسبة المولية

جدول (6) تقدير نسبة الاتحاد العنصري بين أيون الحديديك والمركب 2- methyl-4-oxo-4- ethoxy butane hydroxamic acid باستخدام طريقة النسبة المولية

No.	$[Fe^{+3}]mol$	$[L]mol$	$[L]/[Fe^{+3}]$	Absorbance
1.	0.00004	0.00002	0.5	0.156
2.	0.00004	0.00004	1	0.264
3.	0.00004	0.00006	1.5	0.422
4.	0.00004	0.00008	2	0.553
5.	0.00004	0.0001	2.5	0.651
6.	0.00004	0.00012	3	0.712
7.	0.00004	0.00014	3.5	0.765
8.	0.00004	0.00016	4	0.783
9.	0.00004	0.00018	4.5	0.821
10.	0.00004	0.0002	5	0.821

جدول (7) تقدير نسبة الاتحاد العنصري بين أيون الحديديك والمركب 2- ethyl-4-oxo-4- ethoxy butane hydroxamic acid باستخدام طريقة النسبة المولية

No.	$[Fe^{+3}]mol$	$[L]mol$	$[L]/[Fe^{+3}]$	Absorbance
1.	0.00004	0.00002	0.5	0.155
2.	0.00004	0.00004	1	0.234
3.	0.00004	0.00006	1.5	0.422
4.	0.00004	0.00008	2	0.551
5.	0.00004	0.0001	2.5	0.655
6.	0.00004	0.00012	3	0.715
7.	0.00004	0.00014	3.5	0.755
8.	0.00004	0.00016	4	0.784
9.	0.00004	0.00018	4.5	0.811
10.	0.00004	0.0002	5	0.811

جدول (8) تقدير نسبة الاتحاد العنصري بين أيون الحديديك والمركب 2- phenyl-4-oxo-4- ethoxy butane hydroxamic acid باستخدام طريقة النسبة المولية

No.	$[Fe^{+3}]mol$	$[L]mol$	$[L]/[Fe^{+3}]$	Absorbance
1.	0.00004	0.00002	0.5	0.150
2.	0.00004	0.00004	1	0.267
3.	0.00004	0.00006	1.5	0.423
4.	0.00004	0.00008	2	0.565
5.	0.00004	0.0001	2.5	0.643
6.	0.00004	0.00012	3	0.731
7.	0.00004	0.00014	3.5	0.782
8.	0.00004	0.00016	4	0.793
9.	0.00004	0.00018	4.5	0.831
10.	0.00004	0.0002	5	0.831

جدول (9) تقدير نسبة الاتحاد العنصري بين أيون الحديديك والمركب Cinnamo hydroxamic acid باستخدام طريقة النسبة المولية

No.	$[Fe^{+3}]mol$	$[L]mol$	$[L]/[Fe^{+3}]$	Absorbance
1.	0.00004	0.00002	0.5	0.135
2.	0.00004	0.00004	1	0.269
3.	0.00004	0.00006	1.5	0.422
4.	0.00004	0.00008	2	0.541
5.	0.00004	0.0001	2.5	0.655
6.	0.00004	0.00012	3	0.712
7.	0.00004	0.00014	3.5	0.753
8.	0.00004	0.00016	4	0.83
9.	0.00004	0.00018	4.5	0.813
10.	0.00004	0.0002	5	0.813

جدول (10) النسبة المئوية النظرية والعملية المحسوبة في المعقدات الصلبة المحضرة

Complex No.	Absorbance	Fe^{+3}% نظريا	Fe^{+}% عمليا
1-	0.724	10.422	10.2
2-	0.655	9.664	9.6
3-	0.642	9.009	9.0
4-	0.601	8.438	8.4
5-	0.645	9.009	9.0
6-	0.560	7.934	7.8
7-	0.501	7.088	7.0
8-	0.565	7.311	7.2
9-	0.410	5.630	5.6
10-	0.250	4.578	4.4
11-	0.715	10.306	10.2

P- ISSN 1991-8941 E-ISSN 2706-6703 (*JUAPS*) مجلة جامعة الانبار للعلوم الصرفة Open Access
2013,(7), (1) :127-134

SYNTHESIS AND IDENTIFICATION FOR SOME FERRIC COMPLEXES OF HYDROXAMIC ACID.

ISMAEEL KH. AL-KATEEB SALMAN A. AHMED SADAA A. ABDULLAH

ABSTRACT

The aim of this research is to prepare and identification of the hydroxamic acid derivatives of diethyl succinate which are considered as selective ligands of the Iron (III). The synthesis of hydroxamic acid derivatives was performed as described in the preparation of the complex of ferric ion(Fe3+) with hydroxamic acid compound and other compounds through the interaction of hydroxamic acid compound with ferric chloride FeCl3 in the presence of basic medium. Identification of the prepared compounds through determination of molecular weights and melting points as will as I.R and U.V spectroscopic absorption..Also, determination stoichiometric ratio between the derivatives of hydroxamic acids compounds and ferric ion(Fe3+) by using the mole – ratio method showed that the ratio between metal and ligand is (1:3) (metal : ligand).