

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكرارين و دراسة فعاليتها البيولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم

## تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من السكرارين و دراسة فعاليتها البيولوجية

عفراء صابر شهاب\* ، جودت حلمي عبدالواحد\*\* و جنان حسن كريم

\* جامعة تكريت - كلية العلوم - قسم الكيمياء

\*\* الكلية التقنية- كركوك

### الخلاصة

حُضرت سلسلة من معقدات العناصر الانتقالية الجديدة لكل من المنغنيز (II)، الحديد (II)، الكوبلت (II)، النيكل (II) والنحاس (II) مع ليكاندات قواعد مانخ (J1، J2) والمُحضرة من السكرارين والفورمالديهايد مع 4-نايترو انيلين (J1) أو 4-برومو انيلين (J2)، حيث شُخصت هذه المعقدات بواسطة الطرق الفيزيائية (التحليل الدقيق للعناصر، الحساسية المغناطيسية والتوصيلية المولارية) والطرق الطيفية (أطياف الأشعة تحت الحمراء، أطياف الفوق البنفسجية-المرئية والرنين النووي المغناطيسي للبروتون). أظهرت النتائج أن المعقدات ذات الصيغة  $[M(L)Cl_2(H_2O)]$  حيث أن  $M = \text{منغنيز (II)}$ ، الحديد (II)، الكوبلت (II)، النيكل (II) والنحاس (II) بأنها معقدات ذات شكل رباعي السطوح ما عدا معقدات النحاس كانت ذات شكل مربع مستوي، ثم دراسة الفعالية البيولوجية للليكاندات والمعقدات المحضرة على نمو البكتريا ( *Staphylococcus aureus* ) حيث أظهرت المعقدات قدرة تثبيطية عالية مقارنة بالليكاندات حيث لم تكن لها قدرة تثبيطية تجاه البكتريا المدروسة.

الكلمات المفتاحية: قواعد مانخ، معقدات العناصر الانتقالية، الفعالية البيولوجية.

## Synthesis and Characterization of Some Metal Complexes with Mannich Bases Derived from Saccharin and Study their Biological Activity

Afraa Saber Shehab\* , Jawdat Helmy Abdul Wahid\*\* and Jenan Hassan Karee

\* University of Tikrit - College of science - Department of Chemistry

\*\* The Technical College -Kirkuk

Received 18 May 2016 ; Accepted 18 September 2016

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكرارين و دراسة فعاليتها البايولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم

### Abstract

A new series of transition metal complexes of Mn (II), Fe(II), Co(II), Ni(II) and Cu(II) have been synthesized from Mannich bases of ligands (J1) and (J2) that derived from saccharin and formaldehyde with 4-nitro aniline(J1) and 4-bromo aniline (J2).All the complexes are characterized by physical methods ( C.H.N.S micro analysis and molar conductivity) and spectral methods (IR, UV-Visible and  $H^1$ -NMR). The results shows that the complexes of the  $[M(L)Cl_2(H_2O)]$  where M= Mn(II), Fe(II), Co(II), Ni(II) and Cu(II) are tetrahedral structure except copper complexes have a square planer geometry. The biological activity of these complexes are studied with (Staphylococcus aureus) that gives a good activity while the ligands absent any activity.

**Key words:** Mannich bases, transition metal complexes, biological activity.

### المقدمة

تُعد تفاعلات مانخ أحد التفاعلات المهمة جداً في الكيمياء العضوية وعلى نحو إستثنائي في تكوين بيتا-أمينو كاربونيل (  $\beta$ -amino carbonyl) [2,1]، لذلك فإن الالكلة الامينية للمركبات الأروماتية تكون فعالة بايولوجياً ويرجع السبب لمجموعة الأمين التي بإمكانها التحول الى هينات متباينة وبالتالي تأدية وظائف متنوعة [3]. وتعود أهمية تفاعل مانخ لوجود ذرة النيتروجين التي تظهر فعالية بايولوجية [4,5]. تحضر مركبات قواعد مانخ من عملية الالكلة للأمينات والتي تتألف من عملية تكثيف المادة الاساس (R-H) التي تمتلك على الاقل ذرة هايدروجين فعالة واحدة سواء كانت عملية الالكلة تشمل (الكيتونات، الفينول، أو المركبات غير المتجانسة الحاوية على مجاميع امين... الخ) مع الفورمالدهايد او اي الديهايد آخر مع أمين أولي أو ثانوي أو بوجود الأمونيا [6,7]. أن لقواعد مانخ فوائد بمختلف المجالات التطبيقية المتباينة [8,1]، و أن وجود ذرة النتروجين المرتبطة بجانب ذرة اخرى أضاف العديد من الصفات ذات الأهمية البايولوجية والدوائية للمادة الأساس [10,9]. أن الميزة الأساسية لتفاعل مانخ هو أستبدال لذرة الهيدروجين الحامضية بمجموعة أمينو- مثل أو أية مجاميع معوضة لمجموعة المثيل لتصنع وتنتج مركبات وسطية ذات أهمية كبيرة لمختلف الصناعات والمستحضرات الدوائية [5]، ومركبات بيتا-أمينو كاربونيل ( $\beta$ -amino carbonyl) وكذلك البيبتيدات، النيوكليوتيدات، المضادات الحيوية والقلويدات [11-14]. تظهر الليكاندات المحتوية على ذرة نيتروجين قابلية كبيرة للتناسق مع ذرة الفلز وبأوساط متعادلة او قاعدية وذلك بسبب أمتلاك ذرة النيتروجين مزدوج الكهروني منفرد يمكن أن تشارك به وتهبه لذرة أخرى، وتظهر أهمية هذه المعقدات في تطبيقها كمواد دوائية وذات فعالية بايولوجية عالية تجاه العديد من الفطريات والبكتريا ومن المميزات لهذه المركبات المحتوية على ذرة نيتروجين قابلة للتناسق

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكرارين و دراسة فعاليتها البايولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم

هو قدرتها على التناسق مع فلزات انتقالية وفلزات غير انتقالية متعددة مما يضيف لها ميزة جيدة في إمكانية تطبيقها في نواحي مختلفة بالإضافة الى أنها تعطي تركيبات هندسية مختلفة اذا ما أستعملت بنسب مولية مختلفة ونستطيع القول هناك تركيبات كثيرة للمعقدات المحضرة مع قواعد مانخ فهي تظهر سداسية التناسق وبتركيب ثماني السطوح وتكون رباعية التناسق وبهيئة رباعي السطوح والمربع المستوي بالإضافة الى الأشكال الأخرى [15] وبسبب هذه الميزات فقد أندفع العديد من الباحثين الى دراسة التناسق لهذه المركبات وكذلك دراسة بعض خواصها الدوائية فقد هدف الباحثين الى دراسة خواص هذه المعقدات كمواد مضادة للبكتريا واعطت هذه المعقدات قدرة عالية على تثبيط البكتريا وتمت مقارنة النتائج مع مركبات دوائية مضادة للبكتريا شائعة الاستعمال [14]، كما استخدم بعض معقدات قواعد مانخ كمركبات دوائية تسلك كمهدئات ومانعات للألم [16].

### الجزء العملي

#### المواد الكيميائية المستعملة:

استخدمت المواد المخبرية التالية في تحضير مركبات ومعقدات قواعد مانخ و بنقاوة عالية جدا و إن مصدر هذه المواد هي كالتالي: سكارينات الصوديوم المجهزة من شركة HIMEDIA، حامض الهيدروكلوريك المركز من شركة Thomas baker، 4-نايترو انلين من شركة BDH، 4-برومو انلين من شركة HIMEDIA اما كلوريدات العناصر الفلزية المستعملة فتم تجهيزها من شركة BDH.

#### الاجهزة المستخدمة :

مطيافية الأشعة تحت الحمراء FT-IR 8400(Perkin Elmer) باستخدام KBr بالنسبة للبيكاندات و بمدى  $4000-400$  اما المعقدات فاستخدم CsI و بمدى  $4000-200$  cm<sup>-1</sup>، مطياف الرنين النووي المغناطيسي <sup>1</sup>H-NMR باستخدام جهاز من نوع Bruker 2003 Ultra Shield 3000MHz.<sup>1</sup>H-NMR، الامتصاص الذري اللهي من نوع (Atomic absorption spectrophotometry (Aurora)) لتقدير العناصر ويستخدم الجهاز لهب من الأستيلين والهواء ، جهاز قياس التوصيلية الكهربائية (INOLAB Cond-7110) (Conductivity Meter) ،جهاز التحليل الدقيق للعناصر من نوع Euro Vector EA 3000A Italy ، جهاز مطيافية الأشعة فوق البنفسجية-المرئية (UV-Vis-

Spectrophotometer

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكرارين و دراسة فعاليتها البايولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم

طرق التحضير

تحضير الليكاند N-(4-نايترو فنييل أمينو) ميثل (J1) :

أضيف الى محلول السكرارين (0.025 مول، 4.5 غم) المذاب في الايثانول المطلق (40 مل) بارا نايترو أنيلين (0.25 مول، 3.4 غم) المذاب في الايثانول المطلق (20 مل) حرك مع التسخين الهادئ لمدة 15 دقيقة ثم أضيف الفورمالديهايد (2مل) بشكل قطرات تدريجيا مع التحريك المستمر بدرجة حرارة الغرفة لمدة (6 ساعات) ثم أضيف له مجروش الثلج ، بعدها ترك (12 ساعة) بالتبريد لإتمام عملية الترسيب، رشح الراسب و غسل عدة مرات بالماء المقطر ثم بالايثانول وجفف ثم أعيدت بلورته بالايثانول.

تحضير الليكاند N-(4-برومو فنييل أمينو) ميثل سكارين (J2) :

أضيف الى محلول السكرارين (0.025 مول، 4.5 غم) المذاب في الايثانول المطلق (40 مل) محلول بارا برومو أنيلين (0.025 مول، 3.45 غم) المذاب في الايثانول المطلق (20 مل) حرك مع التسخين لمدة (15 دقيقة) دقيقة ثم أضيف (2 مل) من الفورمالديهايد بشكل قطرات تدريجيا مع التحريك المستمر ثم وضع في حمام ثلجي لمدة (10 ساعات) ثم ترك (12 ساعة) بالتبريد لإتمام عملية الترسيب ، يرشح الراسب و غسل عدة مرات بالماء المقطر ثم بالايثانول وجفف ثم أعيدت بلورته بالايثانول.

تحضير المعقدات من نوع  $[M(L1)Cl_2(H_2O)]$  :

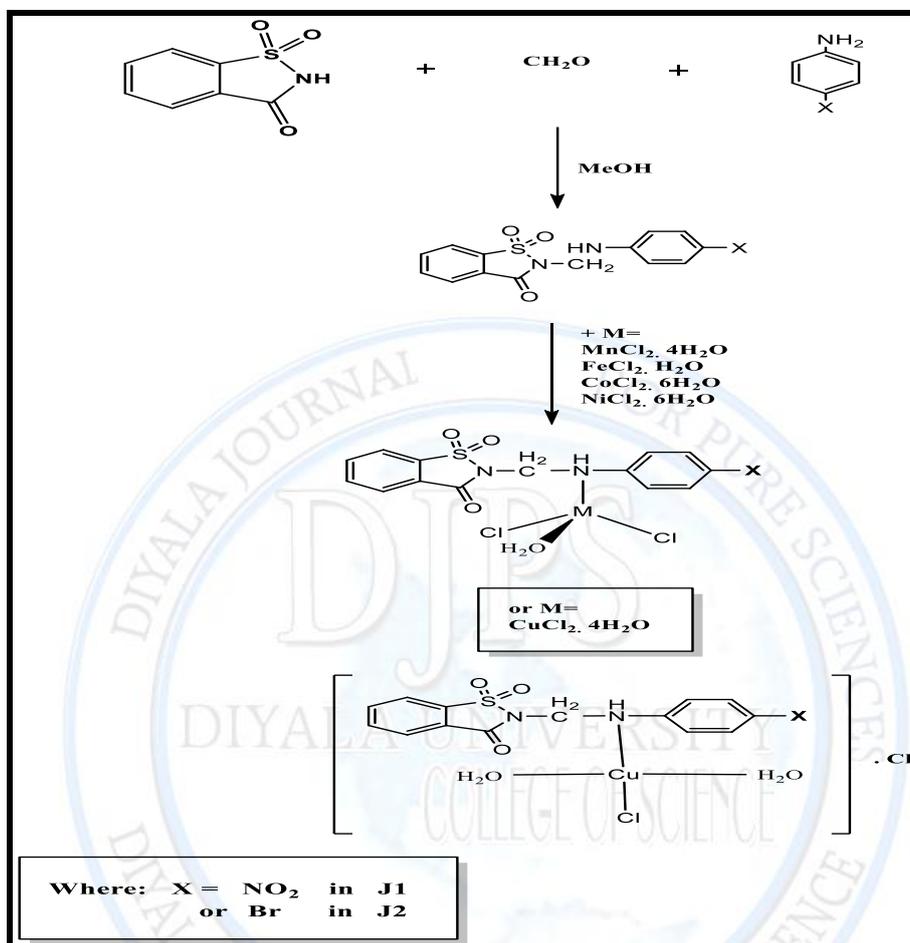
تم تحضير المعقدات بنسبة (1:1) بين الفلز والليكاند حيث تم إضافة المحلول الساخن من الليكاند (J1) (0.001 مول) المذاب في الايثانول المطلق (30مل) الى محلول الملح الفلزي (0.001 مول) المذاب في الماء المقطر (10مل) وحرك المزيج في حمام مائي لمدة (2 ساعة) ثم صعد لمدة (2 ساعة) و ترك (12 ساعة) بالتبريد لإتمام عملية الترسيب رشح و غسل بمزيج من الماء المقطر والايثانول وجفف ثم أعيدت بلورته بالايثانول المطلق.

تحضير المعقدات من نوع  $[M(L2)Cl_2(H_2O)]$  :

أضيف محلول ساخن من الليكاند (J2) (0.001 مول) المذاب في مزيج من الايثانول والميثانول بنسبة (1:3) الى محلول الملح الفلزي (0.001 مول) المذاب في الماء المقطر (10مل) حيث لوحظ تكون الراسب مباشرة وحرك المزيج لمدة ساعة في حمام مائي ثم رشح الراسب و غسل بمزيج من الماء المقطر والايثانول و جفف ثم أعيدت بلورته بالايثانول المطلق.

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مشتقة من  
السكرارين و دراسة فعاليتها البيولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم



مخطط (1) : تحضير الليكنادات والمعقدات.

### النتائج والمناقشات

التشخيص الطيفي (IR، H<sup>1</sup>-NMR) لليكنادات والمعقدات المُحضرة :

شُخصت هذه المركبات بطيف الاشعة تحت الحمراء IR وطيف الرنين النووي المغناطيسي H<sup>1</sup>-NMR ، حيث أعطى المركب (J1) حزمًا عند التردد (3410) سم<sup>-1</sup> تعزى الى مط مجموعة (N-H) وحزمة عند التردد (1733) سم<sup>-1</sup> تعزى الى مجموعة (C=O) الأمايدية وحزم أخرى عند الترددات (1172، 1320) سم<sup>-1</sup> تعود الى مجموعة (SO<sub>2</sub>) المثلثات وغير متماثل على التوالي وهي المجموعة المميزة للسكرارين، كما موضح في الشكل (1) المذكور لاحقاً.

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكريين و دراسة فعاليتها البايولوجية

عفرأ صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم

كما أظهر طيف الأشعة تحت الحمراء IR للمركب (J2) حزمة مط مجموعة (N-H) عند التردد (3434) سم<sup>-1</sup> وحزمة عند التردد (1730) سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة (C=O) وحزمتان عند الترددات (1182،1332) سم<sup>-1</sup> تعود الى (SO<sub>2</sub>) المتماثلة وغير متماثلة على التوالي، كما هو مبين في الشكل (2).

كما تم تشخيص هذه المعقدات من خلال طيف الأشعة تحت الحمراء IR حيث أعطى حزمًا عند التردد (399-438) سم<sup>-1</sup> تعزى الى مجموعة (M-N) وأن ظهور هذه الحزمة في المعقدات دلالة على حصول تناسق مع الفلز عن طريق ذرة النتروجين (N) لمجموعة الأمين ومما يؤكد ذلك هو ملاحظة ازاحة قيم حزمة (NH<sub>2</sub>) في المعقدات باتجاه الترددات الواطنة مما هي عليه في الليكنيدات مع بقاء قيم (C=O) و (SO<sub>2</sub>) ثابتة بين المعقدات والليكنيدات هذا يؤكد حدوث التناسق من المجموعة (NH<sub>2</sub>) فقط ، بالإضافة الى ظهور حزمة عند الترددات (310-418) سم<sup>-1</sup> تعزى ذرة الاوكسجين في جزيئة الماء المرتبطة بالفلز (M-O) والجدول (1) يوضح ذلك.

جدول (1) : قيم الترددات لبعض الحزم التي ظهرت في طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقدات المحضرة.

No.	Molecular formula	ν (N-H)	ν (CH <sub>2</sub> )	ν (C=O)	ν (SO <sub>2</sub> )		ν (M-N)	ν (M-O)	ν (M-Cl)	ν (NO <sub>2</sub> )		ν (C-Br)
					Sym.	Asy.				Sym.	Asy.	
					J1	C <sub>14</sub> H <sub>11</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S				3410	2925	
J3	[Mn(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	3356	2922	1733	1182	1335	421	408	309	1500	1867	-
J4	[Fe(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	3362	2922	1736	1194	1338	428	389	277	1507	1873	-
J5	[Co(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	3350	2922	1733	1185	1335	424	310	235	1510	1880	-
J6	[Ni(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	3350	2928	1733	1182	1335	424	384	279	1549	1876	-
J7	[Cu(J1)Cl(H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].Cl	3349	2930	1733	1183	1339	422	360	256	1518	1870	-
J2	C <sub>14</sub> H <sub>11</sub> BrN <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S	3434	2958	1730	1182	1332	-	-	-	-	-	752
J8	[Mn(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	3361	2899	1731	1160	1322	399	340	243	-	-	752
J9	[Fe(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	3362	2892	1730	1152	1320	400	353	274	-	-	753
J10	[Co(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	3368	2970	1733	1179	1332	421	325	245	-	-	749
J11	[Ni(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	3368	2976	1733	1146	1329	438	336	260	-	-	760
J12	[Cu(J2)Cl(H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].Cl	3371	2980	1731	1159	1327	409	398	282	-	-	757

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكرارين و دراسة فعاليتها البايولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم

قياس طيف الرنين النووي المغناطيسي:

أظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي  $H^1$ -NMR لمركب (J1) إشارة أحادية تكافؤ بروتون واحد عند ( $\delta = 6.4\text{ppm}$ ) تعود الى مجموعة (N-H) و إشارة عند تكافؤ بروتونين ( $\delta = 4.3\text{ppm}$ ) تعود الى مجموعة  $CH_2$  وظهرت إشارة عند ( $\delta = 7.3\text{ppm}$ ) تقابل ثلاثة بروتونات تعود الى (3H) لمجموعة الفينيل وإشارة عند ( $\delta = 8.7\text{ppm}$ ) تقابل 4(H) والتي تعود لحلقة الفينيل في السكرارين كما هو موضَّح بالشكل (3).

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب (J2) فقد أعطى إشارة أحادية وبتكامل مساوي لبروتون واحد تقريبا تعود لمجموعة (N-H) عند ( $\delta = 6.47\text{ppm}$ )، وظهرت حزمة أحادية تكافؤ بروتونين عند ( $\delta = 4.76\text{PPM}$ ) تعود الى مجموعة  $CH_2$ ، وإشارة عند ( $\delta = 7.3\text{ppm}$ ) تكافؤ (3H) العائدة لمجموعة الفينيل وإشارة ( $\delta = 8.2\text{ppm}$ ) تكافؤ (4H) العائدة لحلقة الفينيل في السكرارين، وكما هو مبين في الشكل (4).

حزم الماء في الطيف تعود الى الماء الموجود في  $d^6$ -DMSO وهي بتكامل يقابل جزيئة ماء واحدة وذلك ملاحظ من خلال التكامل، وهذا يثبت عدم تناسق الماء مع المعقدات المحضرة كما لوحظ ذلك أيضا في طيف الاشعة تحت الحمراء .

الامتصاص الذري :

تم تقدير المنغنيز (II) و الحديد (II) والكوبلت (II) والنيكل (II) والنحاس (II) للمعقدات المحضرة بعد هضمها بحامض النتريك المركز، وتم الحصول على النتائج المبينة في الجدول (2)، حيث تم التعرف على نسب تلك العناصر والتي يمكن الاعتماد عليها مع بعض القياسات الأخرى لاقتراح الصيغ التركيبية للمعقدات المحضرة وكما موضح في الجدول رقم 2.

التحليل الدقيق للعناصر :

تم تقدير نسب العناصر الأربعة النيتروجين والكربون والهيدروجين والكبريت باستخدام قياس التحليل الدقيق للعناصر وكانت النتائج مطابقة للصيغ الجزيئية المقترحة وهذا ما يؤكد صحة هذه التراكيب وكما في الجدول رقم 2.

جدول (2) : بعض الخواص الفيزيائية والتحليل الدقيق للعناصر للبيكندات ومعقداتها المحضرة.

No.	Molecular formula	Color	Yield %	M.P °C	Element & Metal analyses calc. (found)%				
					C	H	N	S	M
J1	$C_{14}H_{11}N_3O_5S$	Yellow	82	212-215	59.59 (59.92)	4.67 (4.70)	9.27 (5.58)	10.60 (10.93)	—
J2	$C_{14}H_{11}BrN_2O_3S$	Gray	88	142-144	55.26 (55.32)	3.97 (4.06)	9.21 (9.67)	10.53 (10.76)	—
J3	$[Mn(J1)Cl_2(H_2O)]$	Deep yellow	66	147-149	35.24 (35.98)	2.75 (3.09)	8.81 (8.67)	6.72 (7.13)	11.57 (12.00)
J4	$[Fe(J1)Cl_2(H_2O)]$	Light yellow	68	210-213	35.17	2.74	8.74	6.71	11.68

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكرارين و دراسة فعاليتها البايولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم

					(34.88)	(2.99)	(8.70)	(6.76)	(12.02)
J5	[Co(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	Yellow	70	132-134	34.95 (34.93)	2.72 (2.82)	8.73 (8.74)	6.66 (6.59)	12.25 (12.70)
J6	[Ni(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	Green	69	125-127	34.96 (35.31)	2.72 (3.03)	8.74 (8.65)	6.67 (6.73)	12.20 (12.45)
J7	[Cu(J1)Cl(H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].Cl	Light green	57	153-157	33.38 (33.33)	3.00 (2.98)	8.34 (8.51)	6.63 (7.10)	12.61 (12.73)
J8	[Mn(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	Peru	80	197-200	–	–	–	–	–
J9	[Fe(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	Brown	66	206-208	–	–	–	–	–
J10	[Co(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	Dark green	74	218-220	32.65 (32.72)	2.54 (2.96)	5.44 (6.20)	6.22 (5.97)	11.44 (11.74)
J11	[Ni(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	Light green	66	248-150	–	–	–	–	–
J12	[Cu(J2)Cl(H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].Cl	Deep green	78	257-260	31.27 (31.54)	2.81 (2.41)	5.21 (5.29)	5.96 (5.79)	11.82 (11.43)

#### التوصيلية الكهربائية المولارية :

في بحثنا هذا قيست التوصيلية الكهربائية للمعقدات المحضرة في محلول ثنائي مثيل السلفوكسيد (DMSO) بتركيز  $(10^{-3}$  مولاري)، بحيث يكون المحلول في حالة توازن حراري عند درجة حرارة (25) و قد لوحظ ومن خلال القيم التي تعتبر اقل من قيم المعقدات الايونية الموصلة، ان المعقدات المحضرة ليست اليكترولينية (غير موصلة) فيما عدا معقدات النحاس اظهرت سلوك مخالف لبقية المعقدات حيث أنها كانت موصلة وبنسبة فلز: ليكند (1:1) وبقيم (56 و 44) سم<sup>2</sup>. اوم<sup>-1</sup> مول<sup>-1</sup>، كما موضح في الجدول (3).

جدول (3): قيم التوصيلية الكهربائية المولارية (سم<sup>2</sup>. اوم<sup>-1</sup> مول<sup>-1</sup>) للمعقدات المحضرة.

Comp.	Complexes	$\Lambda$ (ohm <sup>-1</sup> .cm <sup>-1</sup> .mol <sup>-1</sup> )	Comp.	Complexes	$\Lambda$ (ohm <sup>-1</sup> .cm <sup>-1</sup> .mol <sup>-1</sup> )
J3	[Mn(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	0.40	J8	[Mn(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	11.80
J4	[Fe(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	2.00	J9	[Fe(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	12.09
J5	[Co(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	2.40	J10	[Co(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	10.01
J6	[Ni(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	1.98	J11	[Ni(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	15.49
J7	[Cu(J1)Cl(H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].Cl	56.30	J12	[Cu(J2)Cl(H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].Cl	44.36

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكريين و دراسة فعاليتها البيولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم

#### الأطياف الالكترونية :

من خلال قيم العدد الموجي التي تم الحصول عليه بمطيافية الاشعة فوق البنفسجية\_ المرئية تم التعرف على قيم الانتقالات الالكترونية التي تمتلكها المعقدات المحضرة وان هذه القيم تتفق مع الانتقالات التي تمتلكها المعقدات المحضرة وكما في الجدول رقم 4.

جدول (4) : يوضح انتقالات طيف الاشعة فوق البنفسجية-المرئية لليكاندات والمعقدات المحضرة

Comp.	Ligands and Complexes	Wave No. (cm <sup>-1</sup> )	Absorbance	Transition Type
J1	C <sub>14</sub> H <sub>11</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S	37878	1.82	n- π*
		39370	2.23	π-π*
J2	C <sub>14</sub> H <sub>11</sub> BrN <sub>2</sub> O <sub>3</sub> S	29069	1.81	n- π*
		39370	2.23	π-π*
J4	[Fe(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	36176	2.21	C.T
		35210	2.3	C.T
		10825	0.03	d-d
J5	[Co(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	32467	1.91	C.T
		29410	1.8	C.T
		14100	0.03	<sup>4</sup> A <sub>2</sub> (F) → <sup>4</sup> T <sub>1</sub> (p)
		13300	0.03	<sup>4</sup> A <sub>2</sub> (F) → <sup>4</sup> T <sub>1</sub> (p)
J6	[Ni(J1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	12175	0.04	<sup>3</sup> T <sub>1</sub> (F) → <sup>3</sup> T <sub>1</sub> (p)
J7	[Cu(J1)Cl(H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].C I	33620	1.69	C.T
		32800	1.75	C.T
		18460	0.04	<sup>2</sup> E <sub>g1</sub> → <sup>2</sup> T <sub>2g</sub>
J9	[Fe(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	33002	1.74	C.T
		28877	1.81	C.T
		10301	0.05	d-d
J10	[Co(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	33615	1.42	C.T
		14321	0.03	<sup>4</sup> A <sub>2</sub> (F) → <sup>4</sup> T <sub>1</sub> (p)
		12976	0.04	<sup>4</sup> A <sub>2</sub> (F) → <sup>4</sup> T <sub>1</sub> (p)
J11	[Ni(J2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	33017	1.26	C.T
		11493	0.05	<sup>3</sup> T <sub>1</sub> (F) → <sup>3</sup> T <sub>1</sub> (p)
J12	[Cu(J2)Cl(H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].C I	33000	1.43	C.T
		28401	1.29	C.T
		19931	1.00	d-d

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكرارين و دراسة فعاليتها البايولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم

### القياسات المغناطيسية :

إن القياسات المغناطيسية تعطي معلومات عن المركب من ناحية الترتيب الإلكتروني والحالة التأكسدية لذرات  
الفلزات الانتقالية فتعيين عدد الإلكترونات المنفردة لأيون الفلز يدلنا فيما اذا كانت حالة المعقد المدروس ذات برم عالٍ أو  
واطئ. من خلال قيم العزم المغناطيسي المؤثر المحسوب عمليا تم التأكد من صحة التركيب الهندسي المقترح حيث تتفق هذه  
القيم مع قيم المعقدات رباعية السطوح لجميع المعقدات المحتوية فلز مركزي فيما عدا معقدات النحاس التي كانت بتركيب  
المربع المستوي وكما في الجدول رقم 5.

جدول (5): يبين نتائج القياسات الحاسوبية و  $\mu_{\text{eff}}$  للمعقدات المحضرة.

Comp.	$\chi_g \times 10^{-6}$ c. g. s. u	$\chi_M \times 10^{-6}$ c. g. s. u	Diamagnetic correction $\times 10^{-6}$ c. g. s. u	$X_A \times 10^{-6}$ c. g. s. u	$\mu_{\text{eff}}$ B.M.
J3	32.66	15585.25	220.9	15806.16	6.09
J4	24.85	11882.76	220.9	12103.633	5.33
J5	13.92	6700.15	220.9	6921.050	4.03
J6	7.51	3612.64	220.9	3833.54	3.00
J7	2.21	1114.27	200.8	1335.17	1.77
J8	29.26	14957.72	226.11	15183.83	5.97
J9	26.68	13659.80	226.11	13886.00	5.71
J10	17.05	8784.89	226.11	9011.97	4.60
J11	6.47	3333.30	226.11	3559.40	2.89
J12	1.68	905.87	206.01	1131.98	1.63

### أختبارات الفعالية البايولوجية :

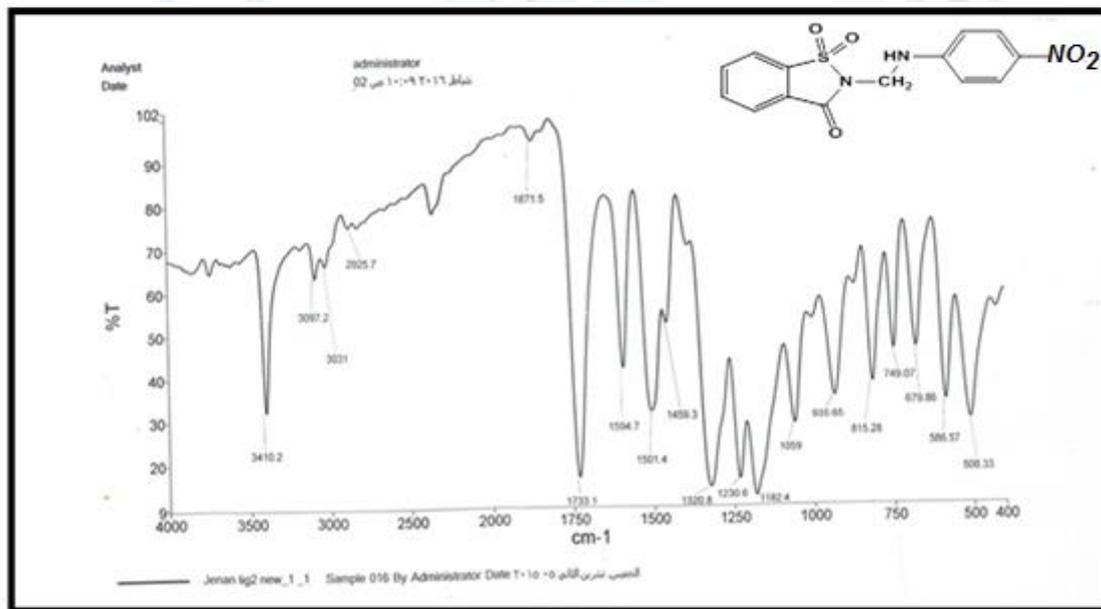
في هذا البحث تم دراسة الفعالية التثبيطية لمعقدات أملاح عدد من الفلزات الانتقالية العائدة للسلسلة الاولى وتشمل  
المنغيز (II)، الحديد (II)، الكوبلت (II)، النيكل (II) والنحاس (II) مع ليكاندات قواعد مانخ المذابة في DMSO وبتركيز  
 $1 \mu\text{M}$  على نمو البكتريا (*Staphylococcus aureus*) في وسط زرعي solid agar ومن النتائج المتحصل عليها  
والمبينة في الجدول (6) أظهرت المعقدات قدرة تثبيطية عالية مقارنة مع القدرة التثبيطية لليكاندات المحضرة والتي كانت  
معدومة تقريبا.

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكرارين و دراسة فعاليتها البيولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم

الجدول (6) : قيم الفعالية التثبيطية للمركبات المحضرة ضد *Staphylococcus aureus*.

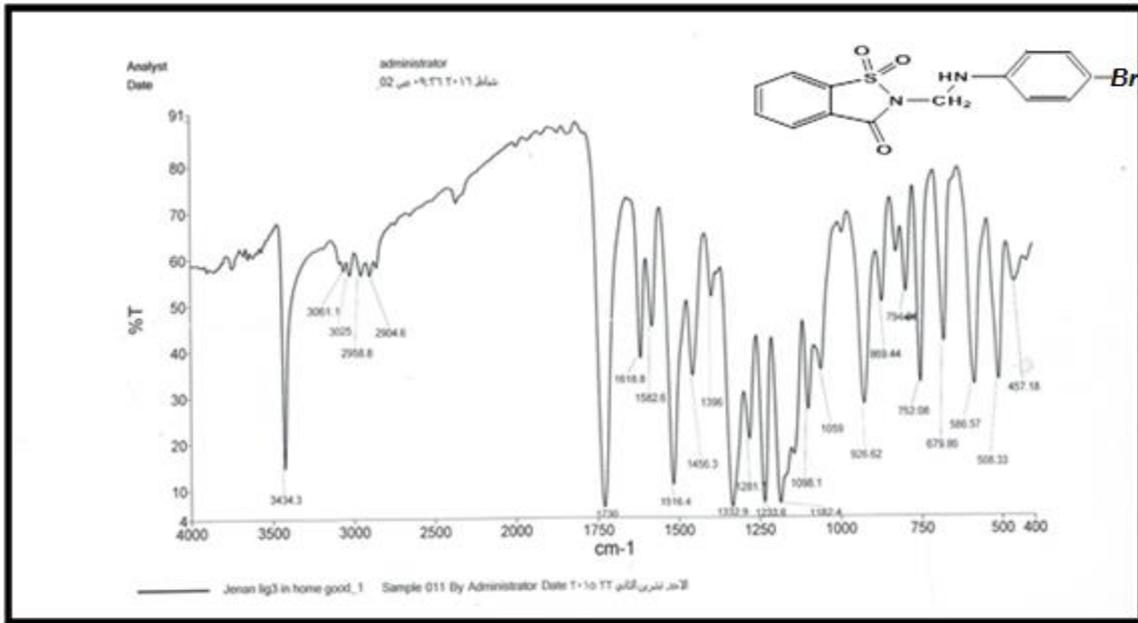
Comp.	Compound	Distance(mm)	Comp.	Compound	Distance(mm)
	DMSO	----		DMSO	----
J1	L1= C <sub>14</sub> H <sub>11</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S	5	J2	L2=C <sub>14</sub> H <sub>11</sub> BrN <sub>2</sub> O <sub>3</sub> S	0
J3	[Mn(L1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	7	J8	[Mn(L2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	14.5
J4	[Fe(L1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	16.5**	J9	[Fe(L2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	16
J5	[Co(L1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	12	J10	[Co(L2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	18**
J6	[Ni(L1)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	9	J11	[Ni(L2)Cl <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	9
J7	[Cu(L1)Cl(H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].Cl	16.5**	J12	[Cu(L2)Cl(H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].Cl	3



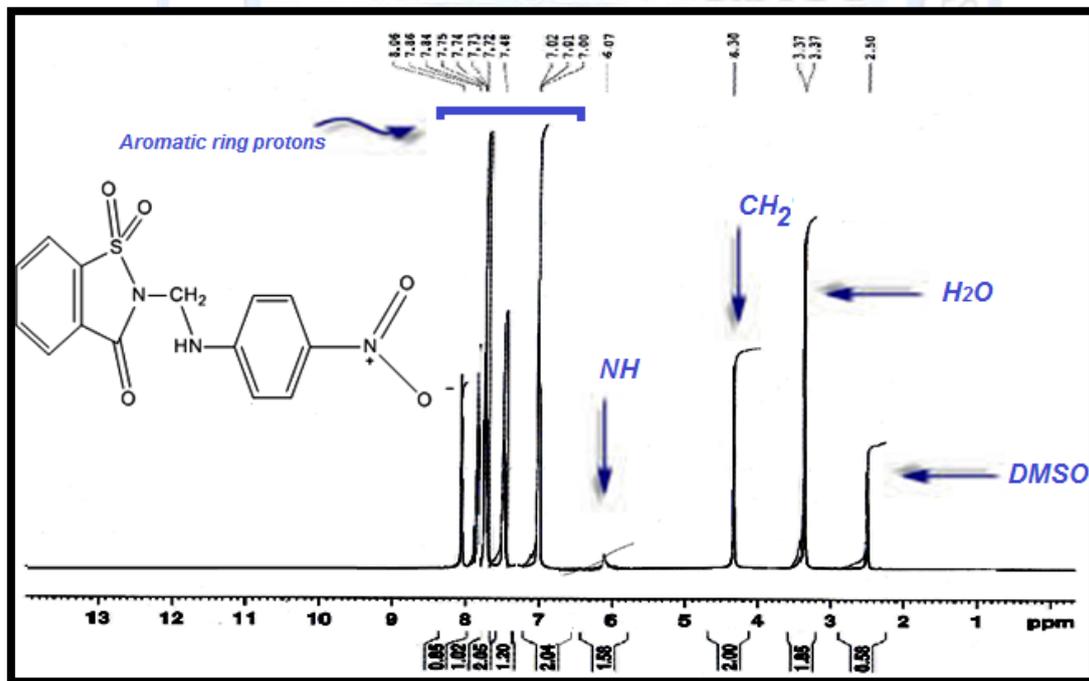
الشكل (1) : طيف الاشعة تحت الحمراء [J2].

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من السكرين و دراسة فعاليتها البيولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم



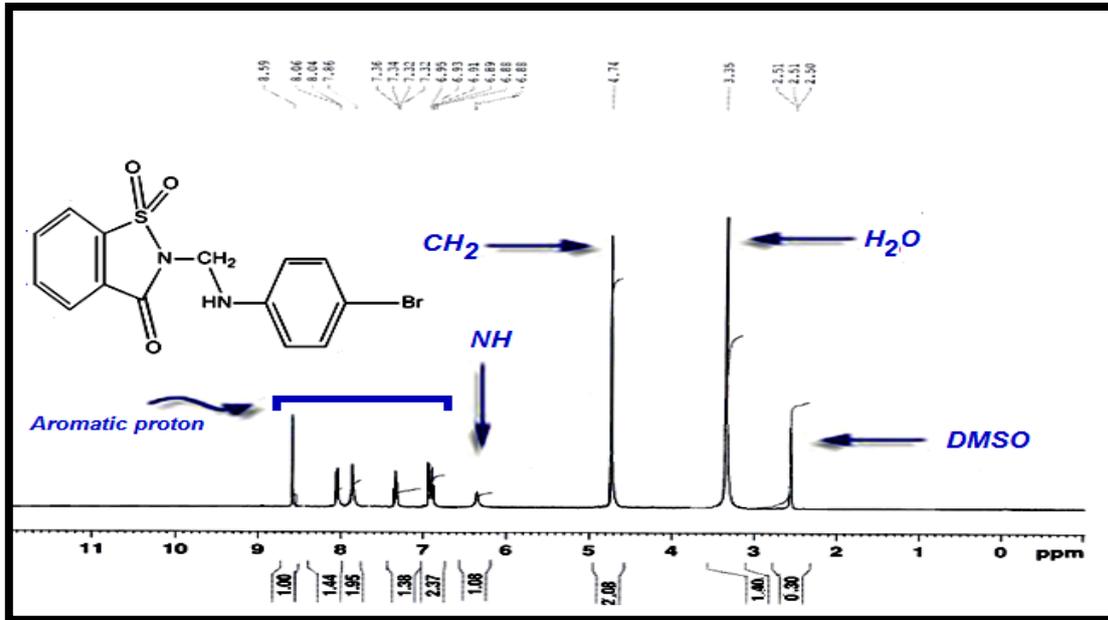
الشكل (2) : طيف الاشعة تحت الحمراء لليكند (J2).



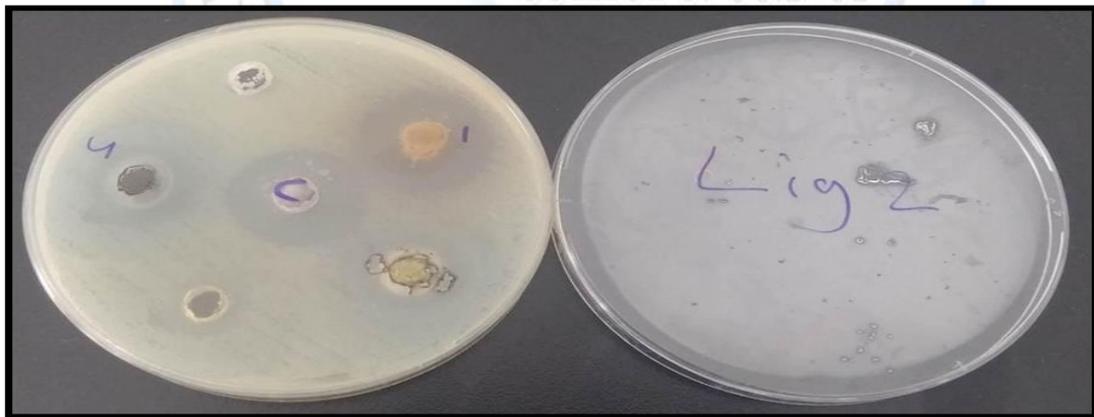
الشكل (3) : طيف الرنين النووي المغناطيسي لليكند (J1).

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكرارين و دراسة فعاليتها البيولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم



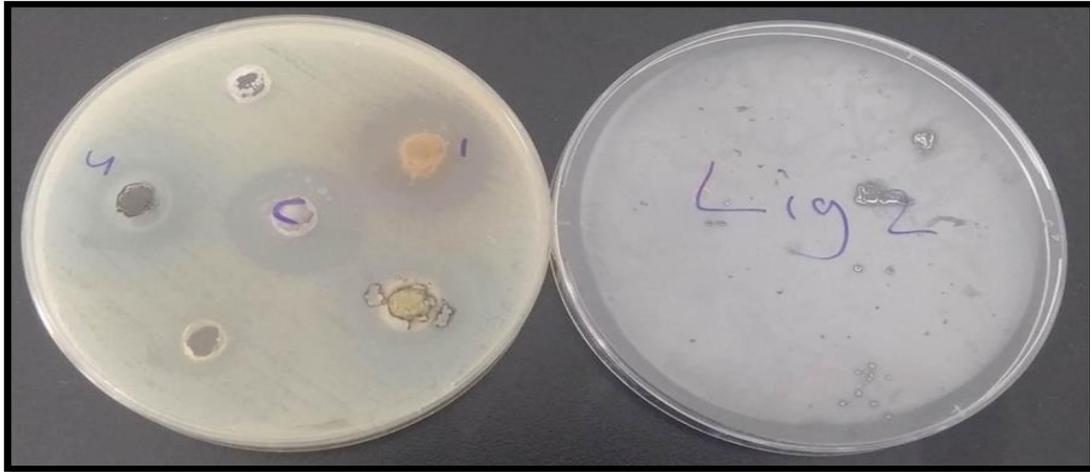
الشكل (4) : طيف الرنين النووي المغناطيسي للبيكند (J2).



الشكل (5) : الفعالية التثبيطية للبيكند (J1) و معقداته ضد بكتيريا Staphylococcus aureus.

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكرين و دراسة فعاليتها البيولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم



الشكل (6) : الفعالية التثبيطية لليكاند (J2) ومعقداته ضد بكتيريا *Staphylococcus aureus*.

### References

1. H. Leqin, Q. Shenjun, C. Tao, S. Yuzhuang and Z. Jiquan, *Int. J. Mol. Sci.*, 15, pp.8656-8666, (2014).
2. T. B. Shah, A. Gupte, M. R. Patel, V. S. Chaudhari, H. Patel and V. C. Patel, *Indian Journal of Chemistry*, vol. 49B, pp.578-586, (2010).
3. C. Ki-Whan, A. Yoon Soo, S. T. Kwang, P. Tae Ho and A. Jeong Soo, *Bull. Korean Chem. Soc.*, vol. 20, No. 8, pp.973-976, (1999).
4. B. Suman, S. Neha, K. Anu, K. Sunil and S. Vipin, *International Journal of Medicinal Chemistry*, Volume 2014, Article ID 191072, 15 pages, (2014).
5. A. M. Rehab Al-Hassani and K. S. Eiman, *Asian Journal of Biochemical and Pharmaceutical Research*, 1, vol. 3, (2013).
6. A. M. Isloor et al., *European Journal of Medicinal Chemistry*, 44, pp.3784-3787, (2009).
7. M. Tramon, *synthesis*, 12, pp.703, (1973).

تحضير و تشخيص عدد من معقدات الفلزات الانتقالية مع قواعد مانخ المشتقة من  
السكرين و دراسة فعاليتها البيولوجية

عفراء صابر شهاب ، جودت حلمي عبدالواحد و جنان حسن كريم

8. R.S.Varma, *J. Hetro cyclic Chem.*, 12, pp.159, (2002).
9. R.Augusto, Q.Diego, Jaime Ríos-Motia<sup>1</sup>, E. Václav and D.Dušek, Rivera et al. *Chemistry Central Journal*, 7:100, (2013).
10. F.Yun, Y.Yingli, Z.Sufeng, Y.Yanbin, L.Sha-oshan and L.Changzh, *International Journal of Oncology*, 45, pp. 2092-2100, (2014).
11. M.Sivakami, B.Natarajan and M.Vijayachandrasekar, *Chemical Science Transitions*, 3(3), pp.1110-1114, (2014).
12. H.Y.Haiffaa, *Joul. Raf. Sci.*, vol. 20, no.4, pp 52- 57, (2009).
13. J.H.Burckhalter and L.I.Robert, *J.Org.Chem.*, 26,(10), pp. 4078-4083, (1961).
14. M.Suad Al-Araji and A.A.Rana, *J. Baghdad for Sci.*, vol.9, no.1, (2012).
15. J.Sheela, G.Puribil and P.Anju, *J. Chil. Chem. Soc.*, 57, no.3, (2012).
16. C. Otilia, T. Ramona, P.Ingo and M.Gerd, *Z.Naturforsch*, 57 b, pp.1454-1460, (2002).
17. M. K.S.Sangathan and N.Jawaharlal, *Bureau of Indian Standerds BIS*, (1996).
18. B.Singl, S. Mahagan, H.N.Sheikh, M.Sharm and B.L.Calsotra, *Monatsh Chem.*, vol. 143, pp.91-99, (2012).
19. M.M.Rag, L.M.Rag, T.B.Shah and P.M.Patal , *J. Therm Anan Calorem*, vol.101, pp.1003-1009, (2010).
20. C.M.J.Al-Jebori, A.J.Abdulghani and A.J.Al-Kharawi, *TRANSION METAL CHEM.*, vol.33, pp.925-930, (2008).