



جامعة الموصل

كلية التربية للعلوم الصرفة

تحضير وتشخيص معقدات مختلطة الليكاند لبعض قواعد شف مع  
ايونات فلزية ثنائية التكافؤ وتقييم فعاليتها الحيوية

موسى مهدي صالح خضير البدراني

رسالة ماجستير

الكيمياء

بإشراف

الاستاذ المساعد

الدكتورة فادية جلال أحمد

٢٠٢٦ م

١٤٤٨ هـ

## الملخص

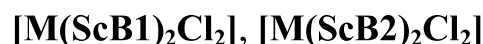
تضمنت الرسالة تحضير ليكندان من قواعد شف ومعداتها الثلاثون؛ إذ حضر الليكند الأول من مفاعلة O-Tolodine مع 2-hydroxybenzaldehyd أمّا بالنسبة لليكند الثاني فحُضِر من مفاعلة O-Tolodine مع 2,5-Dihydroxyacetophenone ، والمدرجة أدناه:

(ScB1)= 2,2'-(((3,3'-dimethyl-[1,1'-biphenyl]-4,4'-diyl)bis(azanelylidene)) bis(methaneylidene))diphenol

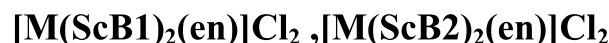
(ScB2)= 2,2'-(((3,3'-dimethyl-[1,1'-biphenyl]-4,4'-diyl)bis(azanelylidene)) bis(ethan-1-yl-1-ylidene))bis(benzene-1,4-diol)

استخدمت هذه الليكندات لتحضير ثلاثة أصناف من المعقدات الفلزية:

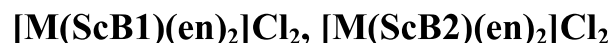
1- معقدات أحاديّة النواة وبنسبة (1:2) (M:ScB1)، (M:ScB2): حُضِرَت من مفاعلة كل من الليكند الأول أو الليكند الثاني مع أملاح الفلزات (  $MnCl_2 \cdot 4H_2O$  ,  $FeCl_2 \cdot 4H_2O$  ,  $CoCl_2 \cdot 6H_2O$  ,  $CuCl_2 \cdot 2H_2O$  ,  $ZnCl_2$  ) والمعقدات الناتجة كانت بالصيغ التالية :



2- معقدات أحاديّة النواة وبنسبة (1:2:1) (M:ScB1:en)، (M:ScB2:en) هذا النوع حضر من مفاعلة الليكند الأول أو الليكند الثاني فضلاً عن (en) مع أملاح الفلزات ( $MnCl_2 \cdot 4H_2O$  ,  $FeCl_2 \cdot 4H_2O$  ,  $CoCl_2 \cdot 6H_2O$  ,  $CuCl_2 \cdot 2H_2O$  ,  $ZnCl_2$ ) وكانت الصيغ بالشكل الآتي :



3- معقدات أحاديّة النواة بنسبة (1:1:2) (M:ScB1:en) (M:ScB2:en)؛ إذ حُضِرَت بمفاعلة كل من الليكند الأول أو الليكند الثاني مع (en) كليكند ثاني مع الأملاح الفلزية ( $MnCl_2 \cdot 4H_2O$  ,  $FeCl_2 \cdot 4H_2O$  ,  $CoCl_2 \cdot 6H_2O$  ,  $CuCl_2 \cdot 2H_2O$  ,  $ZnCl_2$ ) والمعقدات الناتجة كانت بالصيغ الآتية :



وشُجِّصَت الليكندات المحضرة ومعقداتها باستخدام طرائق فيزيائية وكيميائية متعددة منها التوصيلية المولارية، الحساسية المغناطيسية، الأطياف الإلكترونية، طيف الأشعة تحت الحمراء (FT.IR)، الأشعة فوق البنفسجية والمرئية (Uv/vis)، طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^{13}\text{C}$ ,  $^1\text{H}$ -NMR)، طيف الكتلة، التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N)، الامتصاص الذري، فضلاً عن التحليل الحراري الوزني (TGA) والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) ودرجة الانصهار.

أظهرت القياسات أن الليكندين (ScB2, ScB1) يتناسقان بشكل ثنائي السن عن طريق إحدى ذرتي النيتروجين لمجموعة الأزوميثين وذرة الأوكسجين لمجموعة الهيدروكسيل، ويتناسق Ethelenediamin بشكل ليكند ثنائي السن كليتي عن طريق ذرتي النيتروجين.

وأظهرت قياسات التوصيلية الكهربائية المولارية للمعقدات المحضرة ان المعقدات ذات الصيغ  $[\text{M}(\text{ScB1})_2\text{Cl}_2]$ ,  $[\text{M}(\text{ScB2})_2\text{Cl}_2]$  غير الكتروليتية أمّا المعقدات ذات الصيغ  $[\text{M}(\text{ScB1})_2(\text{en})]\text{Cl}_2$ ,  $[\text{M}(\text{ScB2})_2(\text{en})]\text{Cl}_2$ ,  $[\text{M}(\text{ScB1})(\text{en})_2]\text{Cl}_2$ ,  $[\text{M}(\text{ScB2})(\text{en})_2]\text{Cl}_2$  فكانت موصلة بنسبة (1:2)، دلت القياسات المغناطيسية على أنّ جميع المعقدات تمتلك خصائص بارامغناطيسية باستثناء معقدات الخارصين؛ إذ كانت ديامغناطيسية، تشير النتائج الى ان الشكل الهندسي المقترح للمعقدات هو ثماني السطوح.

فضلاً عن ذلك قيسَت الفعاليّة البيولوجية لليكندات والمعقدات المحضرة ضد نوعين من البكتريا هما الاشريكية القولونية (*Escherichia coli*) السالبة لصبغة كرام والمكورات العنقودية الذهبية (*Staphyococcus aureuse*) موجبة لصبغة كرام وقد أختير هذان النوعان من البكتريا نظرا لأهميتهما في المجال الطبي، أعطى المعقد الثامن والعشرون أعلى فعالية (20 mm) ومناطق التثبيط تراوحت (10-20 mm) للـ (*Escherichia coli*) أمّا بالنسبة للـ (*Staphyococcus Aureuse*) فقد أظهر المعقد الثلاثون أعلى فعالية (19mm) ومناطق التثبيط تراوحت (9-19 mm) وهي قيم مقاربة لتلك التي اظهرتها المضادات القياسية المستخدمة (Gentamicin, Ciprofloxacin) وأكّدت النتائج أن أغلب المعقدات الفلزية المحضرة تمتلك نشاط تثبيطي جيد تجاه البكتريا المدروسة بينما لم تظهر الليكندات أي نشاط تثبيطي تجاه البكتريا المستخدمة.

## Abstract

The thesis involved the synthesis of two Schiff base ligands and their thirty metal complexes. The first ligand was prepared from the reaction of O-tolodine with 2-hydroxybenzaldehyde, whereas the second ligand was synthesized from the reaction of O-tolodine with 2,5-dihydroxyacetophenone. The chemical names of the ligands are as follows:

(ScB1)=2,2'-(((3,3'-dimethyl-[1,1'-biphenyl]-4,4'diyl)bis(azaneylylidene))bis(methaneylylidene))diphenol

(ScB2)=2,2'-(((3,3'-dimethyl-[1,1'-biphenyl]-4,4'-diyl)bis(azaneylylidene))bis(ethan-1-yl-1-ylidene))bis(benzene-1,4-diol)

These ligands were used to prepare three classes of metal complexes:

1-Mononuclear complexes with a (1:2) ratio (M:ScB1) and (M:ScB2):

They were synthesized by reacting either the first or the second ligand with metal salts ( $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , and  $\text{ZnCl}_2$ ). The resulting complexes had the general formulas:

$[\text{M}(\text{ScB1})_2(\text{Cl})_2]$  and  $[\text{M}(\text{ScB2})_2(\text{Cl})_2]$ .

2-Mononuclear complexes with a (1:2:1) ratio (M:ScB1:en) and (M:ScB2:en): This type was prepared by reacting the ligands with the same metal salts ( $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , and  $\text{ZnCl}_2$ ), in the presence of ethylenediamine (en), giving complexes of the formulas:

$[\text{M}(\text{ScB1})_2(\text{en})]\text{Cl}_2$  and  $[\text{M}(\text{ScB2})_2(\text{en})]\text{Cl}_2$ .

3-Mononuclear complexes with a (1:1:2) ratio (M:ScB1:en) and (M:ScB2:en): These were synthesized by reacting the ligands with the metal salts ( $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , and  $\text{ZnCl}_2$ ), and ethylenediamine to yield complexes of the formulas:

$[\text{M}(\text{ScB1})(\text{en})_2]\text{Cl}_2$  and  $[\text{M}(\text{ScB2})(\text{en})_2]\text{Cl}_2$ .

The synthesized ligands and their complexes were characterized using various physical and chemical techniques, including molar conductivity

measurements, magnetic susceptibility, electronic spectroscopy (Uv-Visible), fourier-transform infrared spectroscopy (FT-IR) nuclear magnetic resonance spectroscopy ( $^1\text{H}$ - and  $^{13}\text{C}$ -NMR), mass spectrometry, elemental microanalysis (C.H.N), atomic absorption spectroscopy, thermogravimetric analysis (TGA), scanning electron microscopy (SEM), and melting point determination.

The measurements showed that the two ligands (ScB1 and ScB2) coordinate as bidentate ligands through one of the azomethine nitrogen atoms and the oxygen atom of the hydroxyl group, while ethylenediamine coordinates as a bidentate chelating ligand through its two nitrogen atoms

The molar electrical conductivity measurements of the prepared complexes showed that the complexes with the formulas  $[\text{M}(\text{ScB1})_2\text{Cl}_2]$  and  $[\text{M}(\text{ScB2})_2\text{Cl}_2]$  are non-electrolytic, whereas complexes of the formulas  $[\text{M}(\text{ScB1})_2(\text{en})]\text{Cl}_2$ ,  $[\text{M}(\text{ScB2})_2(\text{en})]\text{Cl}_2$ ,  $[\text{M}(\text{ScB1})(\text{en})_2]\text{Cl}_2$ , and  $[\text{M}(\text{ScB2})(\text{en})_2]\text{Cl}_2$  behave as 1:2 electrolytes. Magnetic measurements revealed that all complexes exhibit paramagnetic behavior, except zinc complexes which were diamagnetic,. The results indicate that the proposed geometry of the complexes is octahedral.

In addition, the biological activity of the synthesized ligands and complexes was evaluated against two bacterial strains: *Escherichia coli* (Gram-negative) and *Staphylococcus aureus* (Gram-positive), due to their medical importance. The twenty-eighth complex showed the highest activity against *E. coli* (20 mm), with inhibition zones ranging from (10–20 mm). For *S. aureus*, the thirtieth complex exhibited the highest activity (19 mm), with inhibition zones ranging from (9–19 mm). and they are values comparable to those exhibited by the standard antibiotics used (Gentamicin and Ciprofloxacin) The results confirmed that most of the prepared metal complexes have good inhibitory activity against the studied bacteria, while the ligands showed no inhibitory activity against the used bacteria.

# تحضير وتشخيص معقدات مختلطة الليكاند لبعض قواعد شيف مع أيونات فلزية ثنائية التكافؤ وتقييم فعاليتها الحيوية

الباحث: موسى مهدي صالح خضير

المشرف : فادية جلال احمد

الناشر : جامعة الموصل

| HIGHLIGHTS                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | GRAPHICAL ABSTRACT                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <ul style="list-style-type: none"> <li>• تحضير وتوصيف ليغاندين من قواعد ومعقداتها مع الفلزات الانتقالية باستخدام تقنيات فيزيائية-كيميائية متنوعة.</li> <li>• دراسة سلوك التناسق والهندسة الفراغية للمعقدات الفلزية المحضرة باستخدام الطرق التحليلية المختلفة.</li> <li>• تقييم الفعالية الحيوية للليغاندات ومعقداتها الفلزية ضد البكتيريا موجبة الغرام وسالبة الغرام، ومقارنتها بالمضادات الحيوية القياسية المرجعية.</li> </ul> |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |
| <p>الكلمات المفتاحية:</p> <p>قواعد شيف<br/>العناصر الانتقالية<br/>الفعالية البيولوجية<br/>المجهر الإلكتروني<br/>الماسح<br/>التحليل الحراري الوزني</p> <p><i>Staphyococcus aureuse</i><br/><i>Escherichia coli</i></p>                                                                                                                                                                                                           | <p><b>الخلاصة</b></p> <p>تضمنت الرسالة تحضير ليكندين من قواعد شيف ومعقداتها الفلزية، إذ حُضِر الليكاند الأول من مفاعلة 2-هيدروكسي بنزالدهيد مع الأورثو-توليدين-0 (Tolidine)، بينما حُضِر الليكاند الثاني من مفاعلة 5,2-ثنائي هيدروكسي أسيتوفينون مع الأورثو- توليدين. وتم تحضير معقدات التناسق من خلال تفاعل قواعد شيف والقواعد النيتروجينية مع كلوريدات الفلزات الثنائية لكل من المنغنيز والحديد والكوبلت والنحاس والزنك باستخدام الإيثانول كمذيب. وشُخِّصت الليكاندات المحضرة ومعقداتها باستخدام طرائق فيزيائية وكيميائية متعددة منها التوصيلية المولارية، الحساسية المغناطيسية، الأطياف الإلكترونية، طيف الأشعة تحت الحمراء (FT-IR)، الأشعة فوق البنفسجية والمرئية (UV/vis)، طيف الرنين النووي المغناطيسي (<math>^{13}\text{C}</math>, <math>^1\text{H}</math>-NMR)، طيف الكتلة، التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N)، الامتصاص الذري، فضلاً عن التحليل الحراري الوزني (TGA) والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) ودرجة الانصهار. أظهرت القياسات أن الليكاندين (ScB2, ScB1) يتناسقان بشكل ثنائي السن عن طريق إحدى ذرتي النيتروجين لمجموعة الأروميين وذرة الأوكسجين لمجموعة الهيدروكسيل، ويتناسق Ethelenediamin بشكل ليكاند ثنائي السن كليتي عن طريق ذرتي النيتروجين. وأظهرت قياسات التوصيلية الكهربائية المولارية للمعقدات المحضرة ان المعقدات ذات الصيغ <math>[\text{M}(\text{ScB2})_2\text{Cl}_2]</math>, <math>[\text{M}(\text{ScB1})_2\text{Cl}_2]</math> غير الكتروليتية أما المعقدات ذات الصيغ <math>[\text{M}(\text{ScB2})(\text{en})_2]\text{Cl}_2</math>, <math>[\text{M}(\text{ScB1})(\text{en})_2]\text{Cl}_2</math>, <math>[\text{M}(\text{ScB2})(\text{en})_2]\text{Cl}_2</math>, <math>[\text{M}(\text{ScB1})_2(\text{en})]\text{Cl}_2</math> فكانت موصلة بنسبة (1:2)، دلت القياسات المغناطيسية على أنَّ جميع المعقدات تمتلك خصائص بارامغناطيسية باستثناء معقدات الخارصين؛ إذ كانت دايا مغناطيسية، تشير النتائج الى ان الشكل الهندسي المقترح للمعقدات هو ثماني السطوح. فضلاً عن ذلك قُيِّمت الفعالية البيولوجية لليكاندات والمعقدات المحضرة ضد نوعين من البكتيريا هما (<i>Escherichia coli</i>) و (<i>Staphyococcus aureuse</i>)، ومناطق التثبيط تراوحت (10-20 mm) للـ (<i>Escherichia coli</i>) أما بالنسبة للـ (<i>Staphyococcus Aureuse</i>) مناطق التثبيط تراوحت (9-19 mm) وهي قيم مقارنة لتلك التي اظهرتها المضادات القياسية المستخدمة (Gentamicin, Ciprofloxacin) وأكدت النتائج أن أغلب المعقدات الفلزية المحضرة تمتلك نشاط تثبيطي جيد تجاه البكتيريا المدروسة بينما لم تظهر الليكاندات أي نشاط تثبيطي تجاه البكتيريا المستخدمة.</p> |

<https://uomosul.edu.iq/libcentral>

E-Mail : [central\\_library@uomosul.edu.iq](mailto:central_library@uomosul.edu.iq)

University of Mosul  
College of Education  
For pure Sciences



# Synthesis and characterization of Mixed-Ligand Complexes of some Schiff Bases with Divalent Metal Ions and evaluation of Their Biological Activity

Musa Mahdi Saleh Khudair Al-Badrani

M.Sc. Thesis  
Chemistry

Supervised by

Assist. Prof.

Dr. Fadia Jalal Ahmed Al-Mawla

2026 A.D.

1448 A.H.