جامعة الموصل
كلية العلوم

تحضير وتشخيص عدد من معقدات العناصر الأنتقالية وغيرالأنتقالية مع الليكندات الحاوية على الكبريت والنايتروجين

أحمد عبد المحسن أحمد الدباغ

رسالة ماجستير
في الكيمياء اللاعضوية

بإشراف
أ.د. نبيل هادي بطرس أيشوع

1431هـ 2010م

الخلاصة

تتضمن الرسالة تحضير وتشخيص ستة وثلاثين معقدا جديدا تحتوي على القصدير(VI) والسلينيوم(VI) وكذلك عدد من العناصر الأنتقالية (Cu(II), Ni(II),Co(II)) تم تحضير المركبات الأولية من خلال تفاعل الإضافة المؤكسدة لفلزي القصدير والسلينيوم مع الليكاندات المحضرة (بس-2-أمينو أيثان ثنائي الكبريتيد , بس-2-بنزميدازول ثنائي الكبريتيد, بس-2-بنزوثايوزول ثنائي الكبريتيد) وبنسبة مولية (2:1) على التوالي حيث كانت المركبات المحضرة تمتلك الصيغ العامة : $[Sn(SR)_4]$ و $[Se(SR)_4]$ حيث R=2-أمينو أيثان , بنزميدازول , بنزوثايوزول.

كذلك تم تحضير معقدات ثلاثية النوى تمتلك الصيغة العامة $[SnM_2(SR)_4Cl_4]$ و $[SeM_2(SR)_4Cl_4]$ (عندما M = (Cu(II), Ni(II),Co(II))) من خلال تفاعل المركبات الأولية مع أملاح العناصر الانتقالية ($CuCl_2.2H_2O$,$NiCl_2.6H_2O$,$CoCl_2.6H_2O$) بنسبة مولية (2:1) على التوالي.

كذلك تم تحضير المعقدات ذوات الصيغ العامة $[M'M_2(SR)_8]$ وذلك من مفاعلة المعقدات الثلاثية النوى مع محلول يحتوي على كميات متكافئة من هيدروكسيد البوتاسيوم و (2-ميركبتوبنزميدازول أو 2-ميركبتوبنزوثايوزول) و بنسبة مولية (2:1) .كما وتم تحضير نواتج الإضافة للمعقدات ثلاثية النوى ذوات الصيغ العامة $[M'Cu_2(SR)_4(PPh_3)_4Cl_4]$ و $[M'M_2(SR)_4(en)_2Cl_4]$ من خلال مفاعلة بعض المعقدات ثلاثية النوى مع ثلاثي فنيل فوسفين (PPh_3) أو أثلين ثنائي أمين (en) بنسبة مولية (2:1) أو (1:1) لكل ايون فلزي عندما M' =Sn(VI),Se(VI) , M = (Cu(II), Ni(II), Co(II)) R= بنزميدازول , بنزوثايوزول.

كما وتم تشخيص أغلب المعقدات ونواتج الأضافة بواسطة الطيف الذري والأشعة تحت الحمراء والأشعة فوق البنفسجية/المرئية والتوصيلية الكهربائية والقياسات المغناطيسية وكما تم تشخيص قسم من المعقدات بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي(^{1}H ,^{13}C- NMR) والتحليل الدقيق للعناصر (C.H.N.S) .

أظهرت نتائج قياسات التوصيلية المولارية بأن جميع المعقدات ومركبات الأضافة كانت غير موصلة في مذيب(DMSO). وكذلك أظهرت نتائج الطيف الألكتروني والقياسات المغناطيسية أن قسماً من المعقدات تمتلك بنية رباعية السطوح والقسم الأخر يمتلك بنية ثمانية السطوح . كما وأظهرت قياسات أطياف الرنين النووي المغناطيسي(^{1}H ,^{13}C- NMR) مواقع البروتونات لليكاندات المرتبطة بالأيونات الفلزية وكذلك مواقع ذرات الكاربون المرتبطة بالليكاند اذ تبين من الأزاحات والتكامل تأييد البنية التركيبية للمعقدات وكذلك فأن قياسات التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N.S) أثبتت البنيات التركيبية لقسم من المعقدات .

University of Mosul
College of Science

Synthesis and Characterization of some Transition and Non Transition Metals Complexes with sulfur and nitrogen containing ligands

Ahmed Abd Al Mohsen Aldabak

M.Sc. / Thesis
in Inorganic Chemistry

Supervised by
Prof. Dr. Nabeel Hadi Buttrus

2010A.D **1431A.H**

ABSTRACT

This thesis involves the preparation and characterization of (36) new complexes containing Sn(IV) and Se(IV) and some transition metals ($CoCl_2.6H_2O$, $NiCl_2.6H_2O$,$CuCl_2.2H_2O$) . The starting compounds were prepared through oxidative addition reaction of tin and selenium with the prepared ligands ,(bis-2-aminoethanedisulfide,bisbenzimidazoledisulfide, bisbenzothiozole disulfide) in (1:2) molar ratio , the prepared compounds having the general formulas: $[Sn(SR)_4]$and$[Se(SR)_4]$ where R= 2-amino ethane , benzimidazole, benzothiozol .

Trinuclear complexes having general formulas, $[SnM_2(SR)_4Cl_4]$ and $[SeM_2(SR)_4Cl_4]$ were prepared through the reaction of transition metal salts such as :($CoCl_2.6H_2O$, $NiCl_2.6H_2O$,$CuCl_2.2H_2O$) with the prepared compounds in (1:2) molar ratio where M=Co(II), Ni(II), Cu(II). also complexes of general formula $[M'M_2(SR)_8]$ were prepared from the reaction of some trinuclear complexes with a solution containing equi molar amount of potassium hydroxide and (2-Mercaptobenzimidazole or 2-Mercaptobenzothiozole) in (1:2) molar ratio, (where M'=Sn(IV),Se(IV) M=Co(II),Ni(II),Cu(II)).

Adducts of trinuclear complexes having general formula $[M'Cu_2(SR)_4(PPh_3)_4Cl_4]and[M'M_2(SR)_4(en)_2Cl_4]$ were prepared with through the reaction of some trinuclear complexes with triphenyl phosphene (PPh_3) or ethylenediamine (en) in (1:2) or (1:1) molar ratio for each metal . where M'=Sn(IV),Se(IV),M=Co(II), Ni(II), Cu(II), R= Benzothiozole or Benzimidazole

The prepared complexes and adducts were characterized by spectral measurements (I.R , U.V/Visible) atomic absorption magnetic and conductivity measurements and some complexes were characterized by nuclear magnetic resonance (^1H ,^{13}C- NMR) and elements analysis (C.H.N.S).

Conductivity measurements indicates that all of the complexes are non-electrolytic in dimethylslfoxide, Where as the electronic spectra and magnetic measurements indicates that, some of the complexes containing tetrahedral geometry while the others have octahedral geometry. Elemental analysis of some complexes is consistent with the suggested formula of the complexes. ^1H ,^{13}C- NMR indicates the position of ligands protons and their integration also the position of carbon atoms of the attached ligands give another proof for the structure of the complexes .