



جامعة الموصل
كلية العلوم

تحضير وتشخيص عدد من معقدات قواعد شيف المشتقة
من 4- أمينو أنتي بايرين مع الاحماض الامينية ودراسة بعضها
بالأشعة السينية للمسحوق وتقييم فعاليتها البكتيرية

فاطمة علي عيادة الوكاع

رسالة ماجستير في

علوم الكيمياء / الكيمياء اللاعضوية

بإشراف

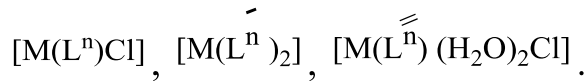
الأستاذ المساعد الدكتورة

صهباة علي احمد السبعواوي

المخلص

تتضمن الرسالة تحضير وتشخيص اثنين وثلاثين معقداً جديداً من أملاح الفلزات الانتقالية الكوبلت(II)، النيكل(II)، النحاس(II)، وغير الانتقالية الكادميوم(II)، مع ثمانية ليكاندات من قواعد شيف المحضرة بمرحلتين مشتقة من 4-Amino antipyrine، ومركبات بنزالديهيدات معوضة (4-methoxybenzaldehyde)، (3-bromobenzaldehyde)، (2,4-dichlorobenzaldehyde) ومركب diketone بنزيل (Benzil)، وقواعد شيف الناتجة تكاثفت مع أملاح بعض الأحماض الأمينية منها غير الأساسية كالحامض الأميني سيرين (Serine) وكلايسين (Glycine)، والحامض الأميني الأساسي فالين (Valine)، والمعقدات حضرت بنسب مولية [1:1] (فلز: ليكاند) و [2:1] (فلز: ليكاند)، شُخصت الليكاندات والمعقدات المحضرة بالقياسات الطيفية للأشعة تحت الحمراء (IR)، والأطياف الالكترونية (U.V-Vis) والتحليل الدقيق للعناصر (C.H.N)، وأطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ($^1\text{H.NMR}$) لجميع الليكاندات، كما شُخصت المعقدات المحضرة بالحساسية المغناطيسية والتوصيلية الكهربائية المولارية وكذلك شُخصت بعض المعقدات باستعمال تقانات تحليل المحتوى الفلزي بطريقة الامتصاص الذري، وحيود الأشعة السينية للمسحوق، واستنادا إلى تلك الدراسات أُقترحت للمعقدات المحضرة الصيغ العامة التالية:

اذ أن :



$$n = 1,2,3,6, \quad \tilde{n} = 4, 7, \quad \overset{\sim\sim}{n} = 5$$

$$\text{L} = 1,2,3,4,5,6,7,8 .$$

$$\text{M} = \text{Co (II)}, \text{Ni (II)}, \text{Cu (II)}, \text{and Cd (II)} .$$

$$\text{L}^1 = \text{K}_4\text{-AdClB-Ser}, \quad \text{L}^2 = \text{K}_4\text{-AdClB-Val}, \quad \text{L}^3 = \text{K}_4\text{-AMetB-Val}$$

$$\text{L}^4 = \text{K}_4\text{-AMetB-Gly}, \quad \text{L}^5 = \text{K}_4\text{-AM-BrB-Gly}, \quad \text{L}^6 = \text{K}_4\text{-AM-BrB-Ser}$$

$$\text{L}^7 = \text{K}_4\text{-ABin-Gly}, \quad \text{L}^8 = \text{K}_4\text{-ABin-Ser}$$

فضلاً عن فحص بعض المعقدات المحضرة بقياس التحاليل الحرارية (T.G)، وإجراء

حسابات نظرية حول الاستقرار لجميع الليكاندات ومعقداتها.

واستنتج من خلال الدراسات الطيفية للأشعة (IR) أن الليكاندات المحضرة ($\text{L}^1, \text{L}^2, \text{L}^3, \text{L}^6, \text{L}^8$)

تكون بشكل ليكاندات ثلاثية السن (N_2O) وتتناسق مع الذرة المركزية من خلال ذرتي النتروجين

العائدة لمجموعة الأزوميثان في الليكاندات وذرة الاوكسجين لمجموعة الكربوكسيل للحامض

الأميني على التوالي، وبنسبة مولية (1:1) (فلز: ليكاند) وأشارت قيم التوصيلية الكهربائية الى كون تلك المعقدات غير موصلة وتمتلك ترتيب رباعي السطوح .

أما الليكاند (L^5) كان بشكل ليكاند ثلاثي السن (N_2O) وتتناسق مع الذرة المركزية من خلال ذرتي النتروجين العائدة لمجموعة الأزوميثان في الليكاندات وذرة الاوكسجين لمجموعة الكربوكسيل للحامض الأميني على التوالي، وبنسبة مولية (1:1) (فلز: ليكاند) وأشارت قيم التوصيلية الكهربائية الى كون تلك المعقدات غير موصلة وتمتلك ترتيب ثمانية السطوح.

أما الليكاندان (L^4 , L^7) كانت بشكل ليكاندات ثلاثية السن (N_2O) وتتناسق مع الذرة المركزية من خلال ذرتي النتروجين العائدة لمجموعة الأزوميثان في الليكاندات وذرة الاوكسجين لمجموعة الكربوكسيل للحامض الأميني على التوالي، وبنسبة مولية (2:1) (فلز: ليكاند) وأشارت قيم التوصيلية الكهربائية الى كون تلك المعقدات غير موصلة وتمتلك ترتيب ثمانية السطوح.

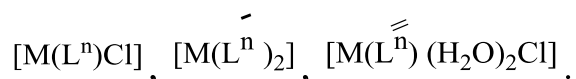
وفي النهاية تمت دراسة بعض جوانب التأثير البيولوجي في نمو أجناس بكتيرية مرضية ، أذ طُبقتُ الفعالية البكتيرية لليكاندات المحضرة ولبعض معقداتها على نوع من البكتريا: الموجبة لصبغة كرام وهي (*Staphylococcus aureus*)، وثلاث انواع من البكتيريا السالبة لصبغة كرام، وهي: (*Escherichiacoli* , *Pseudomonas aeruginosa* and *Klebsiella pneumoni*)

وباستخدام طريقة الحفر بالأكار وقد وجد إن لهذه المركبات فعالية متفاوتة القوة في تثبيط النمو للبكتيريا المدروسة .

ABSTRACT

The research in this Thesis involves synthesis and characterization of thirty-two new Schiff base complexes of a number transition metal ions Co(II), Ni(II), Cu(II), and non-transition metal ion Cd(II). Eight Ligands derived from 4-amino antipyrine with (4-methoxybenzaldehyde, 2,4-dichlorobenzaldehyde, 3-bromobenzaldehyde) and (Benzil) diKetone and the Product reactance, Condensation with Salt nonessential amino acid (Serine, Glycine) and essential amino acid (Valine). Complexes have been prepared in mole ratio [1:1] [1:2] (metal: ligand), were characterized by a variety of chemical and physical techniques, such as infrared (IR), electronic spectra (U.V-Vis), elemental analysis (C.H.N), magnetic susceptibility, molar conductivity measurements, and (¹H.NMR) spectra, besides the complexes were characterized by the metal contents atomic absorption and X-Ray Diffraction of the Powder.

The general formula of this complexes :-



$$n = 1, 2, 3, 6 \quad \overset{\cdot}{n} = 4, 7 \quad \overset{\cdot\cdot}{n} = 5$$

$$L = 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8$$

$$M = Co(II), Ni(II), Cu(II), \text{ and } Cd(II)$$

$$L^1 = K_4\text{-AdClB-Ser}, \quad L^2 = K_4\text{-AdClB-Val}, \quad L^3 = K_4\text{-AMetB-Val}$$

$$L^4 = K_4\text{-AMetB-Gly}, \quad L^5 = K_4\text{-AM-BrB-Gly}, \quad L^6 = K_4\text{-AM-BrB-Ser}$$

$$L^7 = K_4\text{-ABin-Gly}, \quad L^8 = K_4\text{-ABin-Ser}$$

As well as study some of the prepared complexes were studying Thermal analyzes (T.G), and theoretical Calculations.

On the basis of the above different physicochemical investigation and infrared spectral data reported that the complexes of the ligands (L₁, L₂, L₃, L₄, L₅, L₆, L₇, L₈) act as neutral tridentate ligands in metal complexes they coordinated with the metal

ions through, (N_2O) atoms, two nitrogen atoms of azomethine group and oxygen atom of carboxylic group for amino acid, mole ratio [1:1] (metal: ligand).

On the other hand, the ligands (L_1, L_2, L_3, L_6, L_8) act as neutral Tridentate ligands in metal complexes and they coordinated with the metal ions through (N_2O) two nitrogen atoms in the azomethine group and oxygen atom in the carboxylic group of amino acid, and mole ratio [1:1] (metal: ligand), and those complexes indicated that the Tetra coordinate complexes have a Tetrahedral structure.

Ligand (L_5) acts as a neutral Tridentate ligand in metal complexes and is coordinated with the metal ions through (N_2O) two nitrogen atoms in the azomethine group and oxygen atom in the carboxylic group of amino acid, and mole ratio [1:1] (metal: ligand), and its complexes indicated that the hexa coordinate complexes have an octahedral structure.

Ligands (L_4, L_7) act as neutral tridentate ligands in metal complexes they coordinated with the metal ions through (N_2O) two nitrogen atoms in the azomethine group and oxygen atom in the carboxylic group of amino acid, and mole ratio [1:2] (metal: ligand) and those Complexes indicated that the hexa coordinate complexes have an octahedral structure.

In finally The complexes and ligands have been screened for their antibacterial activities against two classes of human pathogenic; bacteria Gram positive eg: (*Staphylococcus aureus*) and bacteria Gram negative including (*Pseudomonas aeruginosa, Klebsiella pneumoniae, and Escherichia coli*), by using agar well diffusion methods. Finally it was found that these compounds show different activity of inhibition on the growth of the bacteria.

University of Mosul
College of Science



**Synthesis and Characterization of a number
Schiff Base Complexes Derived from 4-Amino
Antipyrine With Amino acids and Study Some
of them With X-ray Powder diffraction and
Evaluate Their Bacterial Activity**

Fatima Ali ayadaa al - wagaa

M.Sc . Thesis in

Chemistry/ Inorganic Chemistry

Supervised by

Assist .Prof .Dr.

Sahbaa Ali Ahmed Al- Sabaawi

2021 A.D.

1442 A.H.