



جامعة الموصل
كلية التربية للعلوم الصرفة

تحضير وتشخيص بعض معقدات العناصر الانتقالية لقواعد شيف
ودراسها بتقنية حيود الأشعة السينية للمسحوق

هالة شريف حيدر

رسالة ماجستير

الكيمياء

بإشراف

الأستاذ

الدكتورة عامرة جهاد احمد الشاهين

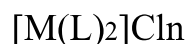
المخلص

تتضمن الرسالة تحضير اربع ليكاندات من نوع قواعد شيف مشتقة من 4-امينوانتي بايرين والسلسلديهايد وسيميكاربازايد (L1) و 4-امينوانتي بايرين وبنزوين وسيميكاربازايد (L2) و 4-امينوانتي بايرين وبنزالديهايد وحمض انثرانليك (L3) و 4-امينوانتي بايرين مع 4-ميثوكسي بنزالديهايد والانلين (L4) ، وقد استعملت هذه الليكاندات الاربعة في تحضير إثنان وثلاثون معقدا جديدا للكروم (III) والمنغنيز (II) والحديد (II) والحديد (III) بنسبة مولية (1:1) و(2:1) (فلز:ليكاند). تم تشخيص المعقدات المحضرة باستعمال تقنيات مختلفة فيزيائية وكيميائية وطيفية منها طيف الاشعة تحت الحمراء والاطياف الالكترونية والتوصيلية المولارية والتحليل الدقيق للعناصر والصفات المغناطيسية للمعقدات وكذلك تقنية حيود الاشعة السينية للمسحوق . دلت اطياف الاشعة تحت الحمراء لليكاندات ، ان (L1 و L2) يسلكان بشكل ليكاند رباعي السن يتناسقان من خلال ذرات (N, N, O, O) مكونا معقدات ثمانية السطوح بنسبة (1:1) في حين كونا معقدات رباعية السطوح بنسبة (2:1) ، اما الليكاند (L3) تتاسق بشكل ثلاثي السن من خلال ذرات (N, O, O) مع الذرات الفلزية بنسبة (1:1) و (2:1) لاعطاء معقدات ثمانية السطوح ، اما بالنسبة لليكاند (L4) تتاسق بشكل ثنائي السن من خلال ذرتي النتروجين (N , N) مع الذرات الفلزية بنسبة (1:1) مكونا معقدات ثمانية السطوح ، ومعقدات رباعية السطوح بنسبة (2:1)، اما نتائج قياسات تقنية حيود الاشعة السينية للمسحوق اعطت لآباس من المعلومات البلورية ومجموعة النقطة ومعاملات ملر ، وحدة الخلية من حيث المحاور والزوايا اتضح من الدراسات الفيزيوكيميائية المذكورة اعلاه ان لهذه المعقدات بنية ثمانية السطوح ورباعية السطوح وان لهذه المعقدات الصيغ التالية:-



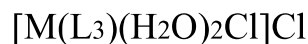
M= Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe (III)

n=2 or 3 , L=(L1,L2) , (1:1) بنسبة مولية

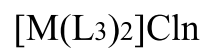


M= Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe (III)

n=2 or 3 , L=(L1,L2) , (2:1) بنسبة مولية

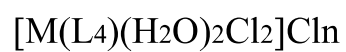


M= Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe (III) بنسبة مولية (1:1) , n=1 or 2



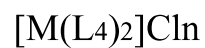
M= Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe (III) (2:1) بنسبة مولية

n= 2 or 3



M= Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe (III) (1:1) بنسبة مولية

n=0 or 1

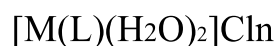


M= Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe (III) (2:1) بنسبة مولية

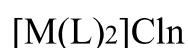
n=2 or 3

Abstract

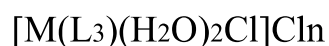
This thesis deals with preparation of four Schiff base ligands, obtained by the reaction of 4-amino antipyrine(4-AAP) with Saliyaldehyde and Semicarbazide (L₁), Or the reaction of 4 - amino antipyrine with benzoin and semicarbazide (L₂), Or 4- amino antipyrine with benzaldehyde and Anthranilic acid (L₃), or 4- amino antipyrine with 4 – methoxy benzaldehyde and Aniline (L₄). These ligands were used to prepare thirty two complexes of Cr (III), Mn (II), Fe(II), Fe(III) in molar ratio 1:1 and 1:2 (Metal : Ligand). The prepared complexes have been characterized by a variety of chemical and physical techniques, including electronic spectra, IR spectra, magnetic susceptibility, elemental analysis and powder x-ray diffraction. Infrared absorption spectra of the free ligands and their complexes showed that the ligands L₁ and L₂ act as tetradentate ligand and were coordinated to metal ions through (N,N,O,O) atoms to give octahedral geometry in molar ratio 1:1 and tetrahedral geometry in molar ratio 1:2 respectively, while L₃ acts as tridentate ligand was coordinated to metal ions through (N,N,O), and probably give octahedral geometry in molar ratio 1:1 and in molar ratio 1:2. On other hands, the ligand L₄ acts as bidentate was coordinated to metal ions through nitrogen atoms giving octahedral and tetrahedral geometry in molar 1:1 and 1: 2 respectively. The study of powder x-Ray diffraction crystal graphy, for some complexes gave some useful crystal graphy information, including type of system, pion group, unit – cell information axes and angles. From all the above measurements, it was indicated that, the complexes have either octahedral and tetrahedral Structures and, they have been found to have general formulas :-



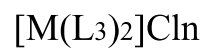
M= Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe (III)
n=2 or 3, L=(L₁,L₂) mole ratio (1:1)



M= Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe (III)
n=2 or 3, L=(L₁,L₂) mole ratio (1:2)

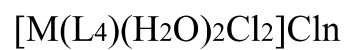


M= Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe (III) mole ratio (1:1), n = 1 or 2



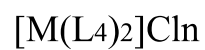
M= Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe (III) mole ratio (2:1)

n=2 or 3



M= Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe (III) mole ratio (1:1)

n=0 or 1



M= Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe (III) mole ratio (2:1)

n=2 or 3

University of Mosul
College of Education
For Pure Sciences



**Synthesis and Characterization of Some Transition
Metal Schiff Bases Complexes and Their Study By
Powder X-Ray Diffraction Technique**

Hala Shareef Haydar

M.Sc. Thesis

Chemistry

Supervised By

Professor

Dr. Amira Jihad Ahmad Al-Shaheen

2019 A.D

1440 A.H