

## تحضير ودراسة عدد من معقدات الفلزات ثنائية التكافؤ مع الليكند 2-هيدروكسي حامض الفثاليك

صبا ممتاز صالح العسلي احسان عبدالغني مصطفى

قسم الكيمياء / كلية العلوم / جامعة الموصل

p-ISSN: 1608-9391  
e-ISSN: 2664-2786

### Article information

Received: 14/9/2022  
Revised: 25/ 11/ 2022  
Accepted: 2/12/2022

DOI: 10.33899/rjs.2023.180289

### corresponding author:

صبا ممتاز صالح العسلي

[sabaalasalli@uomosul.edu.iq](mailto:sabaalasalli@uomosul.edu.iq)

### المخلص

يتضمن البحث تحضير ودراسة واحد وعشرون من المعقدات الجديدة لبعض العناصر الانتقالية مثل Cu(II), Ni(II), Co (II) وبعض العناصر غير الانتقالية Zn(II), Cd(II) مع ليكاند الاميد 2-هيدروكسي حامض الفثاليك (L1 و 2-hydroxy phthalic acid) المشتق من تكثيف فثالك انهدرايد مع 2-امينو فينول.

تمت دراسة وتشخيص هذه المعقدات المحضرة باستخدام الطرائق الفيزيائية الاتية:

التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N) والتوصيلية المولارية الكهربائية والحساسية المغناطيسية وطيف الاشعة تحت الحمراء والطيف الالكتروني. وقد تم تحضير المعقدات في المحيط القاعدي والمتعادل كما تم تحضير معقدات ثنائية النوى من مفاعلة المعقدات المحضرة مع هاليدات الكوبلت (II) والنيكل (II) والنحاس (II).

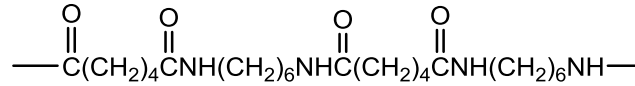
لقد بينت النتائج ان طريقة ارتباط الفلزات مع الليكند تعتمد على نقاط اساسية عديدة منها المحيط المستخدم في التفاعل وكذلك نوع الفلز ونوع المجاميع المعوضة كمجموعة الكربوكسيل (COO) و OH- الفينولية ومجموعة NH<sub>2</sub>.

**الكلمات الدالة:** 2-هيدروكسي حامض الفثاليك، فثالك انهدرايد، الاميدات، فلزات ثنائية التكافؤ.

### المقدمة

ان للاميدات دور مهم في المجالين الصناعي والحياتي حيث وجدت استخداما في كلا المجالين مثلاً: في تكوين البوليمرات تم استخدام البولي أميدات والبولي استرات في صناعة الخيوط الصناعية التي تعرف صناعياً بالنايلون، وتستخدم هذه الخيوط الصناعية في صناعة النسيج والاطارات والسجاد ..... الخ، كما ان اللدائن (البلاستيكات) تتكون من البولي أميدات، التي تستخدم بشكل واسع في صناعة الانابيب المختلفة الاستخدامات اضافة الى استخدامها كعوازل تحيط بالأسلاك المعدنية (Radwan and Elazab, 2019; Michael *et al.*, 2008).

يوضح الشكل الاتي تركيب جزيئة الخيوط الصناعية او ما يعرف بالنايلون:



الشكل 1: التركيب الجزيئي لجزيئة النايلون.

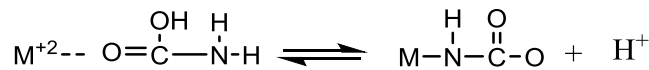
اما من الناحية الحياتية فان المركب المعروف بـ "Nicotinamide" او "Nicacinamide" هو أحد اجزاء فيتامين B (فيتامين B<sub>3</sub>) وهو جزء مهم لا غنى عنه في الغذاء، حيث ان نقصه يؤدي الى الاصابة بالأمراض الجلدية (Sutton *et al.*, 2009).

كما حظيت طريقة ارتباط ايونات الفلزات بمجاميع الاميدات باهتمام متزايد خلال العقود الثلاثة الاخيرة وذلك لان العديد من تفاعلات الاميدات مع الايونات الفلزية تشكل نماذج مبسطة لأنظمة الفلزات مع البيبتيدات والانزيمات المعقدة جداً (Elias,1983; Natarajan and Ramasubbu, 2014; Yongpo *et al.*, 2016).

لقد اوضحت العديد من الدراسات (Krattiger *et al.*,1982) ان الاميدات المتعادلة (التي لا تفقد بروتوناً) تتحد مع الايونات الفلزية عن طريق اوكسجين الاميد، بينما يتم اتحاد الفلزات مع مجموعة الاميد عن طريق النيتروجين وذلك بعد فقدان بروتون النيتروجين من مجموعة الاميد وبذلك تسلك مركبات الاميدات بشكل ليكنندات سالبة.

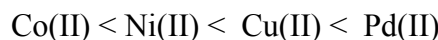
في عام 1956 (Datta and Rabin,1956) لوحظ تأثير الايون الفلزي في عملية فقدان بروتون مجموعة الاميد في

انظمة البيبتيدات وفقاً للمعادلة الاتية:



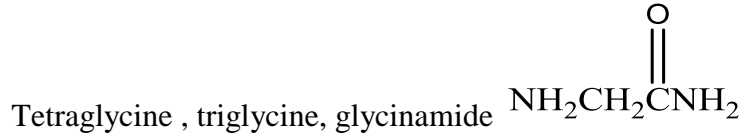
الشكل 2: الفوتومترية في انظمة البيبتيدات.

حيث اجريت العديد من الدراسات (Walker and Nakon,1977) على نوعية الفلزات المؤثرة في عملية فقدان الاميد للبروتون وقد تبين من هذه الدراسات ان فلزات Pd(II), Cu(II), Ni(II) و Co(II) هي التي تتمكن من التأثير على مجموعة الاميد وجعلها تفقد البروتون، كذلك وضع تسلسل الفلزات المؤثرة بشكل متزايد من حيث قوة تأثيرها على النحو الاتي:

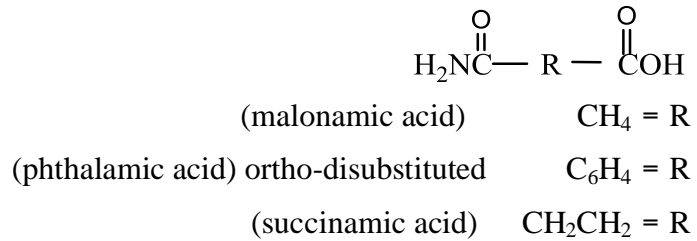


كما لوحظ ان الفلزات الثلاثة (Ni(II), Cu(II), Pd(II)) تحت الاميد على فقدان البروتون عند دالة حامضية  $\text{pH} \geq 7$ .

وبهذا الاتجاه قام الباحث (Martin *et al.*,1960) ومساعدوه بتحضير ودراسة مجموعة من معقدات النيكل (II) مع ليكنندات البيبتيدات مثل:



وكانت دراسته دليل على ان النيكل ثنائي التكافؤ يحفز فقدان بروتون الاميدات في الوسط المتعادل بينما يفقد بروتون الاميد عند pH=9 في غياب النيكل (II) علماً ان النيكل (II) يرتبط مع الليكندات اعلاه عن طريق النيتروجين الفاقد للبروتون. وفي عام 1998 قام الباحثان Angus و Jackson (Angus and Jackson,1998) بدراسة الاحماض الاميدية (amidic acids) كما في الشكل (3):



### الشكل 3: التركيب الجزيئي للحوامض الامينية

والحاوية على مجموعة الاميد اضافة الى المجموعة الكاربوكسيلية حيث ان امكانية الاتصال مع فلز الكوبلت (III) لخماسي امين الكوبلت (III) يمكن ان تتم من خلال اميد الاوكسجين او النيتروجين او من خلال مجموعة الكاربوكسيل، وكذلك امكانية اعادة ترتيب الارتباط عند دالات حامضية (pH) مختلفة لتكوين ايزومرات ليس فقط عن طريق تبديل اميد N- باميد O- بل كذلك بإعادة ترتيب الارتباط من اميد N- الى المجموعة الكاربوكسيلية. في بحثنا هذا تم تحضير وتشخيص الليكند 2- هيدروكسي حامض الفثالك ومعقداته وتبين ان عملية فقدان بروتون الاميد يعتمد ليس فقط على نوع ايون الفلز بل كذلك على المعوضات الموجودة في الاميدات المستخدمة كليكندات اضافة الى الدالة الحامضية لمحيط التفاعل.

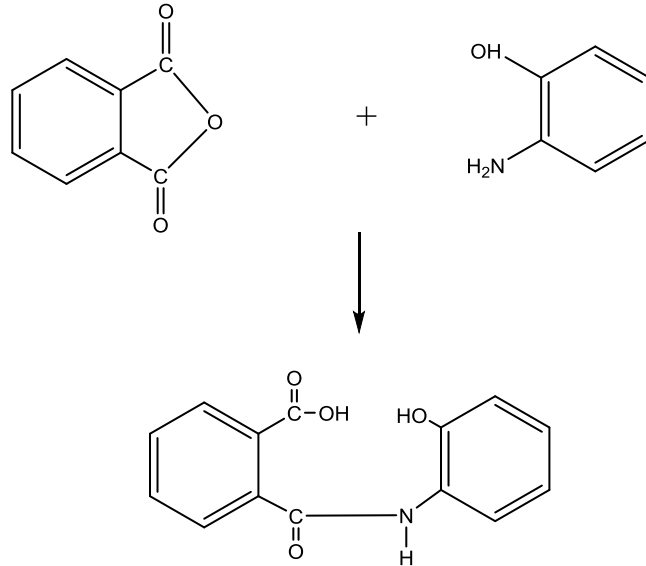
### الجزء العملي

#### - تحضير الليكند 2- هيدروكسي حامض الفثالك:

تم تحضير هذا الليكند من مفاعلة كميات متكافئة من phthalic anhydride (3.7 غم، 0.025 مول) و 2-amino phenol (2.72 غم، 0.025 مول) في (50 سم<sup>3</sup>) من الايثانول حيث تجري عملية تصعيد حراري مع مراعات وضع الدورق الحاوي على محلول التفاعل بتلامس مباشر مع مصدر التسخين لمدة ساعتين وعند التبريد الى درجة 5°م تقريباً (باستخدام حمام ثلجي) يتكون راسب بني يرشح ويغسل بالايثانول المبرد ويترك ليجف.

فيما يلي الخواص الفيزيائية لليكند المحضر:

| الصيغة الوضعية | النسبة المئوية                                 | درجة الانصهار | اللون | C.H.N                 |
|----------------|--|---------------|-------|-----------------------|
| L              | $\text{C}_{14}\text{H}_{11}\text{O}_4\text{N}$ | 89            | 200°c | بنّي                  |
|                |  |               |       | (المحسوبة نظرياً)     |
|                |  |               |       | 65.45 4.32 5.51       |
|                |  |               |       | (65.37) (4.28) (5.45) |



الشكل 4: معادلة تحضير الليكاند  $C_{14}H_{11}O_4N$ .

#### - تحضير المعقدات:

تم تحضير المعقدات في الوسط القاعدي من نوع  $[M(L)(H_2O)_n]$ ، حيث  $n = 1$  أو  $2$  و تحضير معقدات في الوسط المتعادل من النوع  $[MLX]$ ،  $[M(L)_2]$ ،  $[M(L)_2M'Cl_2]$

#### - المعقدات المحضرة في الوسط القاعدي:

حضرت هذه المعقدات من تفاعل هاليدات الفلزات  $Co(II)$  و  $Ni(II)$  و  $Cu(II)$  و  $Zn(II)$  و  $Cd(II)$

#### - تحضير المعقد رقم (1) $[CoL(H_2O)](1)$

(2-hydroxy phthalanilic acid) aquo cobalt(II)

يذاب (0.237غم، 0.001 مول) من كلوريد الكوبلت سداسي الماء  $CoCl_2 \cdot 6H_2O$  في (15سم<sup>3</sup>) من الايثانول ويضاف مع التحريك، الى (0.257غم، 0.001 مول) من الليكاند (L) المذاب في (15سم<sup>3</sup>) من الايثانول، يضاف الى المزيج الناتج قطرة قطرة من محلول كحولي لهيدروكسيد البوتاسيوم (0.5M) مع استمرار التحريك وبدرجة حرارة المختبر الى ان يتم الترسيب عند دالة حامضية pH مساوية لـ (7-8)، يترك الراسب لمدة ساعة واحدة، بعدها يرشح ويغسل بالايثانول ثم بالايثر ويجفف تحت التفريغ. وباستخدام الطريقة اعلاه تم تحضير المعقدات من 2-5 (الجدول 1).

#### - المعقدات المحضرة في الوسط المتعادل:

تحضير المعقد رقم 6  $[Co(L)Cl]$

يذاب (0.237غم، 0.001 مول) من كلوريد الكوبلت سداسي الماء  $CoCl_2 \cdot 6H_2O$  في (10سم<sup>3</sup>) من الايثانول، ويضاف الى (0.257غم، 0.001 مول) من الليكاند المذاب في (15سم<sup>3</sup>) من الايثانول ثم تجرى عملية التصعيد الحراري لمدة ساعة ونصف، يبرد المزيج، يلاحظ ترسب المعقد، يرشح ويغسل بالايثانول المبرد ومن ثم بالايثر مرات عديدة ويجفف تحت التفريغ. وبالطريقة نفسها تم تحضير المعقدات من 7-10 (الجدول 1).

وبالطريقة نفسها المذكورة في الفقرة السابقة تم تحضير المعقدات من 11-15 ولكن بنسبة (2:1) (L:M)

تحضير معقدات ثنائية النوى من النوع  $M(L)_2 \cdot M'Cl_2$

$M' = Cu(II)$  and  $Ni(II)$  and  $Co(II)$ ;  $M = Cd(II)$  and  $Zn(II)$

تم تحضير عدد من هذه المعقدات من تفاعل كلوريدات Cu(II) و Ni(II) و Co(II) غير المائية حيث تم تجفيف المعقدات المائية بواسطة الفرن الكهربائي) مع المعقدات  $[M(L)_2]$  حيث:  $M=Cd(II), Zn(II)$  المحضران في الوسط المتعادل وبالطريقة الاتية:

#### - تحضير المعقد رقم 16 $[Zn(L)_2CoCl_2]$

يذاب (0.0259غم، 0.0002مول) من كلوريد الكوبلت  $CoCl_2$  في (10سم<sup>3</sup>) من الميثانول ويضاف اليه المعقد: bis(2- hydroxy phthalic acid)zinc(II) (0.115غم، 0.0002 مول) المذاب في (15سم<sup>3</sup>) من الكلوروفورم ويحرك بدرجة حرارة الغرفة لمدة (6-7) ساعات حيث يلاحظ ترسب المعقد الذي يرشح ويغسل بالايثر ثم يجفف تحت التفريغ. وينفس الطريقة السابقة تم تحضير المعقدات من 17-21(الجدول 1).

#### تحليل المعقدات:

تمت عملية تحليل العناصر على مرحلتين:

**المرحلة الاولى:** تضمنت تقدير النيكل للمعقد رقم 2 بالطريقة الوزنية وكما يأتي:

هضم المعقد: تم هضم المعقد بإضافة 10-5سم<sup>3</sup> من حامض النتريك المركز الى 0.1 غم من المعقد في بيكر سعة 250سم<sup>3</sup> ثم يوضع في حمام رملي ساخن حتى تنتهي العملية بتصاعد ابخرة بيضاء (Vogel, 1967).

صيغة المعقد  $[Ni(L)(H_2O)_2]$

القيمة العملية للنيكل (النظرية) % (16.78)15.40

#### المرحلة الثانية: التحليل الدقيق للعناصر Elemental Analysis

لقد تم التحليل الدقيق للعناصر (C,H,N) للمعقدات المحضرة (فضلاً عن الليكندات) باستخدام جهاز تحليل العناصر

الدقيق (Elemental Analyzer Model 1106) والمجهز من شركة Carlo Erba Stramentazion الايطالية.

#### الجدول 1: يحوي على اهم الصفات الفيزيائية ونتائج التحليل الدقيق للمعقدات المحضرة

| رقم المعقد | الصيغة الوضعية للمعقد | اللون       | درجة التفتك<br>م° | النسبة المئوية للنتائج | القيم العملية (المحسوبة نظرياً) |                |                |
|------------|-----------------------|-------------|-------------------|------------------------|---------------------------------|----------------|----------------|
|            |                       |             |                   |                        | C%                              | H%             | N%             |
| 1          | $[CoL(H_2O)]$         | بني فاتح    | 280               | 82.8                   | 51.79<br>(50.60)                | 3.00<br>(3.31) | 4.21<br>(4.22) |
| 2          | $[NiL(H_2O)_2]$       | بني         | 250               | 78                     | 50.00<br>(49.03)                | 3.58<br>(3.72) | 3.99<br>(4.00) |
| 3          | $[CuL(H_2O)_2]$       | اسود        | 220               | 84.6                   | 49.58<br>(49.91)                | 3.03<br>(3.27) | 4.09<br>(4.16) |
| 4          | $[ZnL(H_2O)]$         | بني محمر    | 260               | 75                     | 50.47<br>(49.63)                | 3.03<br>(3.25) | 4.29<br>(4.14) |
| 5          | $[CdL(H_2O)]$         | بني غامق    | 238               | 74.1                   | 44.33<br>(43.58)                | 2.69<br>(2.85) | 3.60<br>(3.63) |
| 6          | $[CoLCl]$             | ماروني فاتح | 278               | 63.4                   | 48.29<br>(47.96)                | 3.02<br>(2.85) | 3.71<br>(3.99) |
| 7          | $[NiLCl]$             | بني فاتح    | 210               | 70.4                   | 48.29<br>(47.98)                | 3.04<br>(2.86) | 4.08<br>(3.99) |
| 8          | $[CuLCl]$             | بني         | 170*              | 49.8                   | 46.8<br>(47.30)                 | 3.08<br>(2.82) | 3.66<br>(3.94) |
| 9          | $[ZnLCl]$             | عنابي       | 235               | 83.9                   | 46.98<br>(47.1)                 | 3.11<br>(2.80) | 3.61<br>(3.92) |

|    |   |             |      |       |                  |                |                |
|----|---|-------------|------|-------|------------------|----------------|----------------|
| 10 | [CdLBr]                                 | رصاصي       | 300  | 83.37 | 42.00<br>(41.67) | 2.55<br>(2.48) | 3.29<br>(3.47) |
| 11 | [Co(L) <sub>2</sub> ]                   | بني غامق    | 215* | 80.8  | 59.21<br>(59.05) | 3.35<br>(3.16) | 4.74<br>(4.92) |
| 12 | [Ni(L) <sub>2</sub> ]                   | ترابي       | 220  | 73.5  | 59.33<br>(59.08) | 3.30<br>(3.17) | 4.69<br>(4.92) |
| 13 | [Cu(L) <sub>2</sub> ]                   | بني         | 210  | 82.1  | 59.01<br>(59.54) | 3.30<br>(3.14) | 4.65<br>(4.88) |
| 14 | [Zn(L) <sub>2</sub> ]                   | ماروني فاتح | 170* | 76.7  | 59.00<br>(58.43) | 3.27<br>(3.13) | 4.66<br>(4.87) |
| 15 | [Cd(L) <sub>2</sub> ]                   | ماروني      | 300  | 70.5  | 54.37<br>(54.02) | 3.06<br>(2.89) | 4.33<br>(4.50) |
| 16 | [Zn(L) <sub>2</sub> CoCl <sub>2</sub> ] | ماروني غامق | 265  | 79.6  | 4.62<br>(4.77)   | 2.43<br>(2.56) | 3.99<br>(3.97) |
| 17 | [Zn(L) <sub>2</sub> NiCl <sub>2</sub> ] | عنابي       | 158* | 71.75 | 47.37<br>(47.70) | 2.18<br>(2.56) | 3.61<br>(3.98) |
| 18 | [Zn(L) <sub>2</sub> CuCl <sub>2</sub> ] | بني         | 285  | 87.9  | 47.9<br>(47.4)   | 2.47<br>(2.54) | 3.83<br>(3.95) |
| 19 | [Cd(L) <sub>2</sub> CoCl <sub>2</sub> ] | بني محمر    | 230  | 88.36 | 44.35<br>(44.70) | 2.01<br>(2.39) | 3.29<br>(3.72) |
| 20 | [Cd(L) <sub>2</sub> NiCl <sub>2</sub> ] | بني         | 205  | 89.4  | 43.98<br>(44.68) | 2.12<br>(2.39) | 3.18<br>(3.72) |
| 21 | [Cd(L) <sub>2</sub> CuCl <sub>2</sub> ] | بني غامق    | 220  | 78.9  | 44.15<br>(44.50) | 1.99<br>(2.38) | 3.52<br>(3.71) |

\*درجة الانصهار

### القياسات الفيزيائية Physical Measurements

قيست التوصيلية الكهربائية المولارية للمعقدات المحضرة باستخدام جهاز قياس التوصيلية

Conductivity metal Model PCM3-JENWAY وقد اجريت القياسات باستخدام سيانيد الميثيل (CH<sub>3</sub>CN)

كمذيب عند تركيز (10<sup>-3</sup>) ودرجة حرارة 25 ° م. فضلاً عن ذلك قيست الحساسية المغناطيسية للمعقدات المحضرة عند درجة حرارة 25 ° م وباستخدام طريقة فرادي (Faraday Method)، وباستخدام جهاز من نوع (Bruker B.M.6).

قيست الاطياف الالكترونية للمعقدات المحضرة عند درجة حرارة الغرفة باستخدام مذيب سيانيد الميثيل وباستعمال خلايا

الكوارتز التي قطرها (1 سم) ضمن المدى (200-1100) nm باستخدام جهاز Shimadzu U.V.-Vis Recording U.V.-

160 Spectro photometer كما تم تسجيل اطياف الاشعة تحت الحمراء للمعقدات المحضرة فضلاً عن اطياف الليكنادات

باستخدام جهاز Perkin Elmer 580 B Infrared Spectrophotometer في المنطقة المحصورة بين (200-4000) سم<sup>-1</sup>

بدلالة العدد الموجي.

### النتائج والمناقشة

#### - التوصيلية الكهربائية المولارية:

قيست التوصيلية الكهربائية للمعقدات المحضرة عند تركيز (10<sup>-3</sup>M) في محلول سيانيد الميثيل بعد السماح للمحلول ان

يكون في حالة توازن حراري عند درجة حرارة 25 ° م لجميع المعقدات. لقد تبين من نتائج قياسات التوصيلية الكهربائية المولارية

انها تتفق مع الصيغ التركيبية المتوقعة للمعقدات، ويلاحظ في (الجدول 2) ان القيم التوصيلية لجميع المعقدات المحضرة تقع ضمن مدى المعقدات المتعادلة غير الالكتروليتيّة، غير موصلة او ضعيفة التوصيلية في المحلول.

الجدول 2: قيم التوصيلية الكهربائية في درجة حرارة 25 ° م وتركيز ( $10^{-3}M$ ) للمعقدات المحضرة

| رقم المعقد | $\Lambda_{M(CH_3CN)} 10^{-3} \text{ cm}^2 \cdot \text{ohm}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$ | رقم المعقد | $\Lambda_{M(CH_3CN)} 10^{-3} \text{ cm}^2 \cdot \text{ohm}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$ | رقم المعقد | $\Lambda_{M(CH_3CN)} 10^{-3} \text{ cm}^2 \cdot \text{ohm}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$ |
|------------|--|------------|--|------------|--|
| 1          | 21.5   | 8          | 22.7   | 15         | 12.3   |
| 2          | 7.0  | 9          | 14.1   | 16         | 24.6   |
| 3          | 11.1   | 10         | 20.5   | 17         | 19.9   |
| 4          | 11.2   | 11         | 12.0   | 18         | 20.6   |
| 5          | 29.0   | 12         | 20.1   | 19         | 13.4   |
| 6          | 22.4   | 13         | 14.9   | 20         | 17.1   |
| 7          | 10.3   | 14         | 15.6   | 21         | 18.5   |

#### - اطياف الاشعة تحت الحمراء:

في طيف الاشعة تحت الحمراء تظهر الاميدات الثانوية ثلاثة حزم هي: حزمة الاميد (I): حيث يساهم مط الاصرة  $\nu(C=O)$  بشكل كبير جداً في هذه الحزمة وحزمة الاميد (II): تتمثل بشكل اساسي بمط الاصرة  $\nu(C-N)$  مع مساهمة ضئيلة من  $\delta(N-H)$ . وحزمة الاميد (III) ويمكن تمثيلها ب  $\delta(N-H)$  مع مساهمة ضئيلة من  $\nu(C-N)$ . فعند ارتباط الفلز بمجموعة (N-H) بدون فقدان بروتون فان حزمة الاميد (I) ترتفع وحزمة الاميد (II) تنخفض، كما تنخفض حزمة الاميد (III)، اما عند ارتباط الفلز بمجموعة الاميد عن طريق نتروجين الاميد الفاقد للبروتون فان حزمة الاميد (I) تنخفض كذلك فان الاميد (III) و (II) ينخفضان بشكل ملحوظ. (Kabanos and Tsangarts,1984)

في بحثنا هذا لوحظ ظهور حزمة الاميد (I) في الليكند المحضر عند المنطقة  $\nu_s$  (1642) سم<sup>-1</sup> وحزمة الاميد (II) عند المنطقة (1555) سم<sup>-1</sup> وحزمة الاميد (III) عند المنطقة (1244) سم<sup>-1</sup>. وعند تكوين المعقدات وجد ان ارتباط الفلز مع مجموعة الاميد تم عن طريق مجموعة (C=O) او مجموعة (N-H) او عن طريق نتروجين الاميد الفاقد للبروتون وكما يلي: المعقد (5) المتناسق عن طريق C=O بينما المعقدات المتناسقة عن طريق (N-H) (1, 4, 6,7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15) المعقدان (2، 3) متناسقان عن طريق نتروجين الاميد الفاقد للبروتون (N<sup>-</sup>) كما موضح في (الجدول 3 و4 و5).

ظهرت حزمة انحناء مجموعة (O-H) لليكند عند 1310 سم<sup>-1</sup> ومن خلال تكوين المعقدات فقد تم فقدان بروتون مجموعة (O-H) مما ادى الى اختفاء هذه الحزمة من اطياف الاشعة تحت الحمراء للمعقدات المحضرة وبذلك يؤكد ارتباط الليكند عن طريق (C-O) الفينولية الفاقدة للبروتون.

ان اهتزازات مط الاصرة (C-O) الفينولية ظهرت في الليكند عند 1289 وفي المعقدات المحضرة ازيح التردد الامتصاصي لمجموعة (C-O) نحو قيم اعلى (1334-1296) سم<sup>-1</sup>. ان الازاحة نحو التردد الاعلى يشير الى ارتباط الليكند مع الفلزات المركزية في المعقدات المحضرة عن طريق (C-O) الفينولية.

اما بالنسبة الى معقدات الاضافة فعند مقارنة التردد الامتصاصي لمجموعة (C-O) الفينولية في المعقدات Cd, Zn المحضرة من الليكند مع التردد الامتصاصي لـ (C-O) نفسها في مركبات الاضافة لوحظ ان التردد ازيح نحو ترددات اعلى وهذا يعد دليلاً على تكوين معقدات ثنائية النوى باستخدام الاوكسجين الفينولية كجسور رابطة بين نواتي الفلزين.

اما اهتزاز مط مجموعة (COO<sup>-</sup>) عندما يكون التناسق تماثلياً لمجموعة الكاربوكسيل تتحرف حزمها الامتصاص التماثلي واللاتماثلي معاً نحو الترددات الواطئة مقارنة بما هو عليه في حالة الايون الحر، وعند ارتباط الكاربوكسيل بشكل احادي السن تتحرف هاتان الحزمتان نحو التردد العالي والواطي على التوالي (Raman et al.,2013 ; Nabeel et al., 2013)

وفي بحثنا هذا ظهرت حزمة الامتصاص التماثلية في الليكند المحضر عند 1404 سم<sup>-1</sup>، وحزمة الامتصاص اللاتماثلية عند 1704 سم<sup>-1</sup>، وعند الارتباط مع ايونات الفلزات ازاحت حزمة الامتصاص التماثلي في بعض المعقدات الى تردد اعلى او بقيت كما هي (1474-1438) سم<sup>-1</sup> بينما ازاحت حزمة الامتصاص اللاتماثلي في هذه المعقدات الى منطقة اوطأ (1670-1640) سم<sup>-1</sup> كما في (الجدول 3) ، مما يدل على ارتباط الكاربوكسيل بشكل احادي السن بعد فقدان البروتون، حيث ان الفرق بين الامتصاص التماثلي واللاتماثلي ( $\Delta v_s = v_{AS} - v_s$ ) بحدود (204-186) يضاف الى ذلك اختفاء حزمة انحناء الاصرة (O-H) في طيف المعقدات التي ظهرت في (1310) سم<sup>-1</sup> في طيف الليكند مما يؤيد ارتباط الكاربوكسيل بعد فقدان البروتون. (Kavitha et al., 2012)

كذلك لوحظ في بعض المعقدات المحضرة في الوسط القاعدي (3,2) وبعض المعقدات المحضرة في الوسط المتعادل (3,2) وبعض المعقدات المحضرة في الوسط القاعدي (11,13-15) وجود حزمة عند (1741-1710) سم<sup>-1</sup> مما يدل على عدم فقدان بروتون مجموعة الكاربوكسيل وعدم تناسقها مع الفلزات وانما تكون مشغولة بتكوين تآصر هيدروجيني.

كما لوحظ انخفاض قيمة المط الاهتزازي لهذه المجموعة (COOH)  $\nu$  في بعض المعقدات مع عدم فقدان بروتونها مما يدل على اشتراكها بالتناسق مع الفلزات بشكل مجموعة متعادلة وذلك في المعقدات (6-10,12).

ظهرت حزمة مط الاصرة (M-O-M) في مركبات الاضافة في الموقع (790-752) مما يدل على وجود مركبات ثنائية النوى يرتبط فيها ايونا الفلز بوساطة ذرتي اوكسجين جسريه، وهذا يتفق مع ما نشر من بحوث في هذا المجال (Mahjoub et al., 2020; Ali et al., 1973; Fujita et al., 1956).

ظهرت حزمة امتصاص الاصرة (M-O) في المدى (475-250) سم<sup>-1</sup> حيث ان ظهور حزم ضمن هذا المدى وعدم وجودها في الليكندات يعد مؤشراً على حصول تناسق الفلز مع الليكند عن طريق ذرة الاوكسجين وهذا يتفق مع ما ذكره (Nakamoto, 1997(a)).

كما ظهرت حزمة امتصاص الاصرة (M-N) في المنطقة (445-315) سم<sup>-1</sup> وكانت متداخلة مع  $\nu(M-O)$  في بعض المعقدات واعتمد على عدد الحزم التي ظهرت في تحديد وجود كلا الامتصاصين. وهذه القيم تتفق مع ما ذكره (Nakamoto, 1997(b)) في هذا المجال مؤكداً اتصال الفلز مع ذرة نتروجين الاميد. وقد لوحظ ثبوت هذه القيم في مركبات الاضافة ايضاً كما موضح في (الجدول 5).

لوحظت حزمة امتصاص الاصرة (M-Cl) (M=Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn(II)) في المعقدات (9-6) وكذلك في مركبات الاضافة (21-16) عند (309-290) سم<sup>-1</sup> اما حزمة Cd-Br فقد ظهرت عند 262 سم<sup>-1</sup> (Nakamoto, 1997(c)) كما موضح (بالجدول 5 و 6). اخيراً فان اهتزاز مط الاصرة M-OH<sub>2</sub> تتضمن حزم التآرجح (rocking) والتمايل (wagging) في المعقدات المائية ولقد اقترحت اولاً من قبل (Fujita et al., 1956) وجماعته اما (Gamo, 1961) فقد حدد الحزم عند (880-650) سم<sup>-1</sup> للأملاح اللاعضوية لشكل التآرجح للماء المتناسق. ووضح كل من (Castro et al., 1991; Cornilsen and Nakamoto, 1974) ان موقع التآرجح والتمايل للمعقدات المائية للنكل تظهر بحدود (755,645) سم<sup>-1</sup> على التوالي كما ان مط (M-O) تظهر بحدود (405) سم<sup>-1</sup> (Nakamoto, 1997(d)) كما موضح (بالجدول 7).

الجدول 3: اهتزازات مط المجاميع  $\nu(COO)$ ,  $\delta(N-H)$ ,  $\nu(C-N)$ ,  $\nu(C=O)$  cm<sup>-1</sup> للمعقدات المحضرة في الوسط القاعدي

| رقم المعقد | Amide(I)<br>$\nu(C=O)$ | Amide (II)<br>$\nu(C-N)$ | Amide (III)<br>$\delta(N-H)$ | $\nu_s(COO)$ | $\nu_{as}(COO)$ | $\Delta$ | $\nu COOH$ |
|------------|------------------------|--------------------------|------------------------------|--------------|-----------------|----------|------------|
| 1          | 1662(w)                | 1533(m)                  | 1236(w)                      | 1474(s)      | 1670(w)         | 96       | -          |
| 2          | 1603(s)                | 1433(s)                  | 1204(m)                      | -            | -               |          | 1737(m)    |
| 3          | 1585(s)                | 1432(s)                  | 1180(s)                      | -            | -               |          | 1703(w)    |
| 4          | 1656(s)                | 1485(m)                  | 1230(w)                      | 1453(m)      | 1640(w)         | 86       | -          |
| 5          | 1634(w)                | 1566(m)                  | 1272(w)                      | 1438(s)      | 1642(w)         | 04       | -          |



الجدول 4: اهتزاز مط المجاميع  $\nu(\text{COO})$ ,  $\delta(\text{N-H})$ ,  $\nu(\text{C-N})$ ,  $\nu(\text{C=O})\text{cm}^{-1}$  للمعقدات المحضرة في الوسط المتعادل

| رقم المعقد | Amide(I)<br>$\nu(\text{C=O})$ | Amide (II)<br>$\nu(\text{C-N})$ | Amide (III)<br>$\delta(\text{N-H})$ | $\nu_s(\text{COO})$ |
|------------|-------------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|---------------------|
| 6          | 1673(w)                       | 1480(s)                         | 1228(m)                             | 1692(m)             |
| 7          | 1650(s)                       | 1510(m)                         | 1216(w)                             | 1693(m)             |
| 8          | 1664(s)                       | 1502(m)                         | 1222(m)                             | 1692(m)             |
| 9          | 1677(s)                       | 1520(m)                         | 1236(w)                             | 1694(m)             |
| 10         | 1678(vs)                      | 1522(s)                         | 1236(m)                             | 1695(m)             |
| 11         | 1656(s)                       | 1495(s)                         | 1215(w)                             | 1722(msh)           |
| 12         | 1670(s)                       | 1515(s)                         | 1236(m)                             | 1695(m)             |
| 13         | 1662(s)                       | 1502(s)                         | 1220(m)                             | 1726(msh)           |
| 14         | 1650(s)                       | 1485(s)                         | 1216(w)                             | 1734(m)             |
| 15         | 1656(vs)                      | 1494(s)                         | 1222(w)                             | 1712(msh)           |

الجدول 5: اهتزاز مط مجاميع  $\nu(\text{M-Cl,Br})$ ,  $\nu(\text{M-O})$ ,  $\nu(\text{M-N})$ ,  $\nu_s(\text{NH}_2)$ ,  $\beta(\text{NH}_2)$ ,  $\nu(\text{C-O})\text{cm}^{-1}$  للمركبات المحضرة

| رقم المعقد | $\nu(\text{C-O})$ | $\nu(\text{M-N})$ | $\nu(\text{M-O})$ | $\nu(\text{M-Cl,Br})$ |
|------------|-------------------|-------------------|-------------------|-----------------------|
| 1          | 1306(m)           | 415(w)            | 431(w)            | -                     |
| 2          | 1302(m)           | 394(m)            | 454(vw)           | -                     |
| 3          | 1334(s)           | 421(m)            | 448(w)            | -                     |
| 4          | 1316(m)           | 441(w)            | 450(w)            | -                     |
| 5          | 1296(w)           | 332(m)            | 246(m)            | -                     |
| 6          | 1312(m)           | 421(w)            | 448(w)            | 312(w)                |
| 7          | 1305(w)           | 435(vw)           | 457(w)            | 306(w)                |
| 8          | 1297(s)           | 441(w)            | 470(m)            | 292(m)                |
| 9          | 1303(m)           | 424(vw)           | 457(w)            | 304(w)                |
| 10         | 1306(m)           | 388(m)            | 323(w)            | 262(w)                |
| 11         | 1324(m)           | 415(w)            | 443(w)            | -                     |
| 12         | 1300(m)           | 432(w)            | 460(w)            | -                     |
| 13         | 1312(s)           | 430(m)            | 463(m)            | -                     |
| 14         | 1312(m)           | 418(m)            | 475(m)            | -                     |
| 15         | 1300(m)           | 329(m)            | 298(m)            | -                     |

الجدول 6: اهتزاز مط المجاميع  $\nu(\text{M-O-M}^-)$ ,  $\nu(\text{M}^-\text{-Cl})$ ,  $\nu(\text{M}^-\text{-O})$ ,  $\nu(\text{C-O})\text{cm}^{-1}$  بالإضافة

| رقم المعقد | $\nu(\text{C-O})$ | $\nu(\text{M}^-\text{-O})$ | $\nu(\text{M}^-\text{-Cl})$ | $\nu(\text{M-O-M})$ |
|------------|-------------------|----------------------------|-----------------------------|---------------------|
| 16         | 1300(m)           | 460(w)                     | 298(w)                      | 782(w)              |
| 17         | 1305(m)           | 441(w)                     | 290(w)                      | 752(w)              |
| 18         | 1303(m)           | 421(m)                     | 299(w)                      | 760(m)              |
| 19         | 1278(m)           | 448(m)                     | 293(w)                      | 790(vw)             |
| 20         | 1292(m)           | 448(m)                     | 298(w)                      | 774(w)              |
| 21         | 1293(m)           | 464(m)                     | 309(w)                      | 783(w)              |

M=Zn(II), Cd(II)

M<sup>-</sup>= C0(II), Ni(II), Cu(II)

الجدول 7: اهتزاز التمايل والتأرجح ومط مجموعة  $\text{H}_2\text{O}$   $\text{cm}^{-1}$ 

| رقم المعقد | Rocking ( $\text{H}_2\text{O}$ )<br>Pr ( $\text{H}_2\text{O}$ ) | Wagging ( $\text{H}_2\text{O}$ )<br>Pw ( $\text{H}_2\text{O}$ ) | v(M-OH <sub>2</sub> ) |
|------------|---|---|-----------------------|
| 1          | 882(m)  | 650(m)  | 405(w)                |
| 2          | 868(m)  | 645(m)  | 433(s)                |
| 3          | 880(m)  | 640(m)  | 429(m)                |
| 4          | 866(m)  | 630(m)  | 425(w)                |
| 5          | 844(m)  | 646(m)  | 410(m)                |

s=strong, m=medium, w=weak, b=broad, v=very, sh=sharp,  $\nu_s$ =symmetric stretching,  $\nu_{as}$ =antisymmetric stretching

## القياسات المغناطيسية والاطياف الالكترونية

قيست الحساسية المغناطيسية للمعقدات المحضرة عند درجة حرارة 25°م ووجد ان العزم المغناطيسي لمعقد الكوبلت (I) ومعقد الكوبلت مع الخارصين (II) (16) والكوبلت (II) مع الكاديوم (II) (19) قيماً هي (5.08, 4.35, 4.80) B.M. على التوالي وهذه القيم على الأرجح تعود لشكل رباعي السطوح حول الكوبلت (1,16,14) (Rakhi and Shelly, 2011; Al-Mukhtar *et al.*,2017) وهذا يتفق مع الاطياف الالكترونية حيث اعطت هذه المعقدات حزمة الى عدة حزم في المنطقة (16920-10001). ان ظهور أكثر من حزمة في طيف هذه المعقدات قد يشير الى التشوه الحاصل في بنية رباعي السطوح، كما ان المعقد (11) الذي اعطى قيمة  $\mu_{\text{eff}} = 1.77 \text{ MB}$  في الحالة الصلبة اظهر أطيافاً تعود الى ترتيب رباعي السطوح في الحالة السائلة (Buttrus *et al.*, 2010).

مركبات النيكل (II) (2, 7,12) اعطت قيم العزم المغناطيسية (2.83, 3.50, 2.70) على التوالي تعود الى بنية ثمانية السطوح (Seleem *et al.*, 2011)

معقد النيكل (II) مع الخارصين (II) (17) والنيكل (II) مع الكاديوم (II) (20) اعطيا عزمًا مغناطيسياً مساوياً الى معقد النيكل (II) مع الخارصين (II) (4.35, 3.97 B.M) على التوالي وهذه قد تعود لشكل رباعي السطوح حول النيكل (II) (Alnuaimy, 2022).

كما تم قياس الطيف الالكتروني لهذه المعقدات وظهرت حزمة ( $\nu_3$ ) بحدود (27700-20121) سم<sup>-1</sup> وحزمة امتصاص اخرى بحدود (17660-17332) سم<sup>-1</sup> تابعة الى ( $\nu_2$ ) اما قيمة ( $\nu_1$ ) فقد ظهرت في قسم من المعقدات وقسم اخر استخدمت قيم كل من ( $\nu_2$ ) و ( $\nu_3$ ) لحساب قيمتها، وقد ظهرت قيمة الحزمة الاخيرة التي تعود الى الانتقال  ${}^3\text{A}_2\text{g}(\text{F}) \rightarrow {}^3\text{T}_2\text{g}(\text{F})$  في المنطقة (12614-8148) سم<sup>-1</sup>. ان مواقع حزم امتصاص ( $\nu_3, \nu_2, \nu_1$ ) لمعقدات النيكل (II) المذكورة انفاً متفقة مع معقدات النيكل (II) سداسية التناسق ثمانية السطوح. (Omar and Al-Daher, 2019; Kawakib and Ihsan, 2022) اما بالنسبة الى مركبات الاضافة فان معقد النيكل (II) مع الخارصين (17) اظهر حزمتين، الاولى (15980) سم<sup>-1</sup>، والثانية (20080) سم<sup>-1</sup> هاتان القيمتان تشيران الى ترتيب رباعي السطوح حول النيكل (II) او ان الحزمة الاولى تشير الى ترتيب رباعي السطوح، بينما تشير الحزمة الثانية الى التشوه في هذا الترتيب تجاه المربع المستوي. معقد النيكل (II) مع الكاديوم (II) (20) اظهر حزمتين عند (24038-20080). (Lutfullah *et al.*,2007) وهذه الحزمة تشير الى بنية رباعي السطوح للنيكل (II).

اعطت المعقدات التي تحتوي على النحاس (II) وكذلك مركبات الاضافة (8, 13, 18, 21) قيماً تراوحت بين (-2.18, 1.81MB) وهذه القيم تعود الى وجود الكترولون فردي واحد في ايون النحاس (II) (Kulkarni *et al.*,2012; Mostafa,2011) بينما المعقد 3 اعطى عزم مغناطيسي 1.19MB هذه القيمة منخفضة كثيراً عن تلك المساوية لعزم البرم (1.70) ويمكن ان تعزى الى وجود التداخل المضاد للفيرومغناطيسية وبذلك ترجح وجود مركبات ثنائية النوى. (Manoussakis and Bolo,1985) وهذا يتفق ايضاً مع قياسات الاطياف الالكترونية حيث اعطى المعقدان (13,3) حزمة الى عدة حزم في المنطقة (25000-21000) سم<sup>-1</sup> وبما انه لم تظهر اية حزمة في المنطقة (20000-10000) سم<sup>-1</sup> اذن يتوقع ان يكون شكل هذه المعقدات رباعي السطوح

(Dorawamy and Bhattacharya, 1977, Alasalli,2012) اما بالنسبة الى مركبات الاضافة فان معقد النحاس (II) مع الخارصين (II) (18) اعطى حزمتين (11614, 20161) سم<sup>-1</sup> وهذه الحزم ترجح وجود تشوه في شكل رباعي السطوح حول النحاس (II). اما معقد النحاس(II) مع الكاديوم (II) (21) اعطى حزمة عند (22935) سم<sup>-1</sup>. ان ظهور حزمة في هذه المنطقة من الطيف يؤيد ترتيب رباعي السطوح حول ايون النحاس(II) .

الجدول 8: القياسات المغناطيسية والطيف الالكتروني لمعقدات الكوبلت (II)

| رقم المعقد | $\mu_{\text{eff}} \cdot \text{B.M.}$ | الاطياف الالكترونية (سم <sup>-1</sup> )  |
|------------|--------------------------------------|--|
| 1          | 5.08                                 | 10001, 24331, 31056                      |
| 6          | 4.55                                 | 14859, 16920, 20080, 21506, 23148, 32468 |
| 11         | 1.77                                 | 15898, 16807, 20121, 23256, 32154        |
| 16         | 4.35                                 | 15060, 16835, 20040, 21459               |
| 19         | 4.80                                 | 15128, 16835, 20080, 21505, 32894        |

الجدول 9: الطيف الالكتروني لمعقدات النيكل (II)

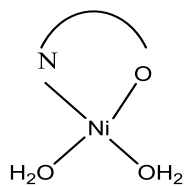
| رقم المعقد | $\mu_{\text{eff}} \cdot \text{B.M.}$ | الاطياف الالكترونية (سم <sup>-1</sup> ) |
|------------|--------------------------------------|---|
| 2          | 2.83                                 | 8148*, 17332, 21505, 23041, 32051       |
| 7          | 3.50                                 | 20121, 23041, 32258                     |
| 12         | 2.70                                 | 12614, 17660*, 20120, 27700, 30487      |
| 17         | 3.97                                 | 8708*, 15980, 20080, 32145              |
| 20         | 4.35                                 | 20080, 24038, 32362                     |

\* القيم المشتقة نظرياً

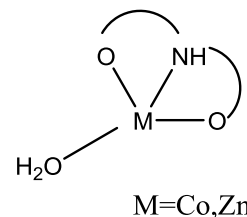
الجدول 10: الطيف الالكتروني لمعقدات النحاس (II)

| رقم المعقد | $\mu_{\text{eff}} \cdot \text{B.M.}$ | الاطياف الالكترونية (سم <sup>-1</sup> ) |
|------------|--------------------------------------|---|
| 3          | 1.19                                 | 23529, 28169                            |
| 8          | 2.18                                 | 11507, 23095, 25773, 28986              |
| 13         | 2.14                                 | 20080, 21505, 22883, 31447              |
| 18         | 2.17                                 | 11614, 20161, 30959                     |
| 21         | 1.81                                 | 22935, 31645                            |

استناداً لما تقدم يمكن اقتراح الصيغ التركيبية الاتية للمركبات المحضرة على النحو التالي:

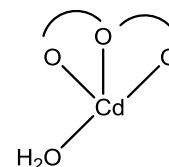
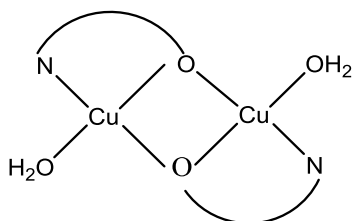


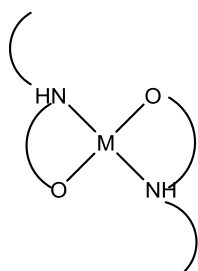
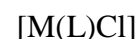
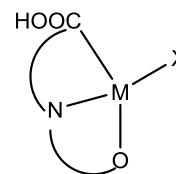
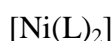
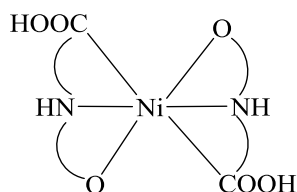
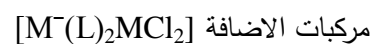
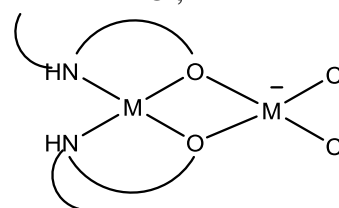
المعقد  $[\text{Ni}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_2]$



M=Co,Zn

المعقدان  $[\text{Zn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})]$  و  $[\text{Co}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})]$



حيث  $M = Co, Ni, Cu, Zn, Cd$ حيث  $M = Co, Ni, Cu, Zn, Cd$  $X = Cl, Br$  $M = Zn(II), Cd(II)$  $M^- = Co(II), Ni(II), Cu(II)$ 

## المصادر

- Al- Mukhtar, S.E.; Alkatib, H.F.; Alnuaimy, L.A. (2017). Preparation and Characterization of some transition metal complexes with Crotyl xanthate ligand and their adducts with Nitrogen bases. *Raf. J. Sci.*, **26**(1), 49-55.
- Alasalli.S. (2012). Synthesis and characterization of some new complexes of Co (II), Ni (II), Cu (II), Zn (II), Cd (II), Hg (II) with 2,3 and 3,4-di-(2'-thiophenoyloxy) aniline. *J. Edu. and Sci.*, **25**(4), 60-69.
- Ali, M.A.; Livingstone, S.E.; Philips, D.J. (1973). Metal chelates of dithiocarbazic.VI. Antiferromagnetic and ferromagnetic interaction in some copper (II) complexes of salicyldehyde and acetylacetone Schiff bases derived from s-methyldithiocarbazate. *Inorg. Chim. Acta.*, **7**, 179-186.
- Alnuaimy, L.A. (2022). Preparation and characterization of some transition metal complexes with di-2-Quinolinone dibenzylidene ligand and their adducts with 1,10-Phenanthroline. *Raf. J. Sci.* **31**(1), 62-76.
- Angus, P.M.; Jackson, W.G. (1998). Synthesis and rearrangements of the Pentaamine cobalt (III) linkage isomers of some amidic acids. *Inorg. Chim. Acta.*, **268**(1), 85-91.
- Buttrus, N.H.; Al-Smaan, S.H.; Saba, M.A. (2010). Mono-, Di- and tri-nuclear complexes of Co (II), Ni (II), Cu (II) and Zn (II) with 1,4-bis (sodium thioglycolate) butane. *Intern. J. Chem.*, **20**(1), 37-42.
- Castro, I.; Sletten, J.; Faus, J.; Julve, M.; Journaux, Y.; Lloret, F.; Alvarez, S. (1991). Exchange interaction through a Croconato Bridge: Synthesis, crystal structure, and magnetic properties of ( $\mu$ -Croconato) bis[ $\{bis(2\text{-pyridylcarbonyl})\text{ amido}\}$  copper (II)]. *Inorg. Chem.*, **31**, 1889-1894.
- Cornilsen, B.C.; Nakamoto, K. (1974). Imidazole Complexes with Co (II), Ni (II), Cu (II) and Zn (II). *J. Inorg. and Chem.*, **36**, 2471-2467.

- Datta, S.P.; Rabin, B.R. (1956). The chelation of metal ion by dipeptides and related substances. *Trans. Farad. Soc.*, **52**, 1123.
- Doraraswamy, U.; Bhattacharya. (1977). Studies on mixed ligand complexes containing  $\beta$ -dicarbonyls: Part II- Complexes of Cu (II) and Ni (II). *Indian. J. Chem.*, **15A**, 324-326.
- Elias, L.R. (1983). "Macromolecules". 2<sup>nd</sup> ed. Plenum Press, New York.
- Fujita, J.; Nakamoto, K.; Kobayashi, M. (1956). Infrared spectra of metallic complexes II. The absorption bands of coordinated water in aquo complexes. *J. Amer. Chem. Soc.*, **78**, 3963.
- Gamo, I. (1961). Infrared spectra of water of crystallization in some inorganic chlorides and sulfate. *Bull. Chem. Soc.*, **34**, 760, 1430.
- Kabanos, T. A.; Tsangaris, J. M. (1984). Deprotonated and non- deprotonated complexes of N-(2-aminophenyl) Pyridine-2-Carboxamide and N-(3-Aminophenyl) Pyridine-2-Carboxamide with Co (II), Ni (II), Cu (II) and Pd (II). *J. Coord. Chem.*, **13**, 89-103.
- Kavitha, T.; Kulandaisamy, A.; Thillaiarasu, P. (2012). Synthesis characterization redox and biological screening study of Copper (II), Nickel (II), Zinc (II) and Vanadium (IV) complexes derived from 1-phenyl-2-3-dimethyl 4-imino-(2-hydroxybenzylidene)-Pyrozol-5-(a-imino)-indole-3-propionic acid. *Int. J. Chem. Tech. Res.*, **4**(4), 1571-1581.
- Kawakib, A.M.; Ihsan, A.M. (2022). Preparation and investigation of some substituted thiazole complexes with divalent and trivalent metals. *Raf. J. Sci.*, **31**(1), 9-20.
- Krattiger, V.S.; Scheller, KH.; Sinn, E.; Martin, R.B. (1982). Comparison of complexes with anionic and neutral amide groups crystal and molecular structures of Bis N-(2-pyridyl) acetamide complexes of Pd (II), Ni (II) and Zn (II). *Inorg. Chim. Acta.*, **60**, 45-52.
- Kulkarni, P.A.; Habib, S.I.; Saraf, V.D.; Deshpand, M.M. (2012). Synthesis, spectral analysis and antimicrobial activity of some new transition metal complexes derived from 2,4-dihydroxy acetophenones. *Res. J. Pharm. Biog. Chem. Sci.*, **3**, 107-113.
- Lappert, M.F.; Protchenko, A.V.; Power, Ph.P.; Seeber, A.L. (2008). Metal amide chemistry. *Inter. Sci.*, 370.
- Lutfullah, N.; Umar, A.; Rahman, M.M.; Khan, M.M.; Hhan, Y. (2007). Synthesis and physico-chemical and spectroscopic investigations of sodium dihydrobis (1,2,3-benzotriazolyl) borate ligand and its transition metal complex bong. *Turk. J. Chem.*, **31**, 179-189.
- Mahjoub, S.I.M.; Alabdali, A.J.; Shaalan, N.D. (2020). Synthesis of binuclear complexes of Cu (II), Ni (II) and Cr (III) metal ions derived from di-imine compound as abterminal binding site ligand. *Al-Nahr. J. Sci.*, **23**(4), 19-28.
- Manoussakis, G. E.; Bolos, C.A. (1985). Synthesis and characterization of a series of new mixed ligand complexes of manganese (III), iron (III), nickel (II), copper (II) and zinc (II) with Schiff Bases of N, N-diethylamino-dithiocarbamate as ligands. *Inorg. Chim. Acta, Bioinorg. Chem.*, **108**, 215.
- Martin, R.B.; Chamberlin, M.; Edsall, J.T. (1960). The Association of Nickel (II) Ion with Peptides, *J. Amer. Chem. Soc.*, **82**, 494.
- Mckeen, L.W. (2012). "Film Properties of Plastics and Elastomers" 3<sup>rd</sup> ed., pp. 157-188.
- Michael, F.; Lappert, A.V.; Protchenko, P.P.; Alexandra, L.S.; John, W.; Sons, H. (2008). Metal amide chemistry. *Inter. Sci.*, ISBN: 9780470721841, 370.
- Mostafa, M. (2011). Metal chelates of hydrazine ligand chelating tendencies of 2- Carboxyethyl hydrazo acetoacetanilide (2-Cphaaa) Ligand. *Res. J. Chem. Sci.*, ISSN, 2231, 606X.
- Nabeel, H.B.; Saba, M.A.; Farah, T.S. (2013). Gold (III) complexes with thiolactate and bis-(1,4-sodiumthiolactate) butane ligands. *J. Chem. Eng.*, **6**, 199-208.
- Nakamoto, K. (1997). "Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds". 5<sup>th</sup> ed., Wiley-Interscience Publication, New York. (a)65; (b) 38; (c) 185; (d) 55.
- Natrarajan, R.; Ramasubbu, R. (2014). Bis-amide transition metal complexes: Isomerism and DNA interaction study. *Spectro Chim. Acta. A: Mol. Biomol.*, **120**, 428-436.

- Omer, D.A.; Al-Daher, A.G.M. (2019). Syntheses and characterization, and antibacterial activity evaluation of new Co (II), Ni (II), Cu (II) and Zn (II) complexes with Tridentate hydrazine. *Raf. J. Sci.*, **28**(1), 41-50.
- Radwan, M.; Elazab, H. (2019). "Polymer Chemistry-An Introduction". Lambert Academic, 978-613-9-44532-5.
- Rakhi, C.; Shelly, S. (2011). Spectral and pharmacological study of Cu (II), Ni (II) and Co (II) coordination complexes. *Res. J. Chem. Sci.*, **1**(5), 87-90.
- Raman, N.; Jeyamurugan, R.; Sudharsan, S.; Karuppasamy, K.; Miltu, L. (2013). Metal based pharmacologically active agents: Synthesis, structural elucidation, DNA. Interaction, Vitro antimicrobial and invitro cytotoxic screening of Copper (II) and Zinc (II) Complexes derived from Amino Acid Based Pyrazolone derivatives. *Arab. J. Chem.*, **6**(2), 235-247.
- Seleem, H.S.; Mostafa, M.; Stefan, S.L.; Abdel-Aziz, E. (2011). Structural diversity of 3d complexes of an isatinic quinolyl hydrazine. *Res. J. Chem. Sci.*, **1**(5), 67-72.
- Sutton, R.; Rockett, B.; Swindells, P.G. (2009). "Chemistry for the Life Sciences". 2<sup>nd</sup> ed. 166 p.
- Vogel, A.I. (1967). "A Text Book of Quantitative Inorganic Chemistry". 3<sup>rd</sup> ed. Wiley.
- Walker, J.K.; Nakon, R. (1977). Cobalt (II) induced amine deprotonation in aqueous solution in aqueous solution in the near basic pH range. *J. Amer. Chem. Soc.*, **99**, 8359.
- Yongpo, Y.; Chunxin, Lu.; Hailong, W.; Xiaoming, L. (2016). Amide bond cleavage initiated by coordination with transition metal ions and tend by an auxiliary ligand. *Dalton Tran.*, Doi: 45,10289,1-3.

---

## Preparation and Study of a Number of Divalent Metal Complexes with the Ligand 2-Hydroxyphthalic Acid

Saba M. AlAsalli

Ihsan A. Mustafa

Department of Chemistry/ College of Science/ University of Mosul

### ABSTRACT

The research includes preparation and study of twenty-one new complexes for some transition elements such as Co (II), Ni (II), Cu (II) and some non-transition elements Zn (II), Cd (II) with the amide ligand 2-hydroxy phthalic acid (L1) derived from the condensation of phthalic anhydride with 2-aminophenol.

These prepared complexes were studied and characterized using the following physical and spectral methods:

Micro elemental analysis of the elements (C, H, N), molar electrical conductivity, magnetic susceptibility, infrared and electronic spectrum. The complexes were prepared in the base and neutral medium, and the binuclear complexes were prepared by reacting the prepared complexes with the halides of Cobalt (II), Nickel (II) and Copper (II).

The results showed that the method of bonding metals with the ligand depends on several basic points, including the environment used in the reaction, as well as the type of metal and the type of substituted groups such as the carboxyl group (COO), OH-phenolic and -NH<sub>2</sub> group.

**Keywords:** 2-hydroxy phthalic acid, phthalic anhydride, amides, divalent metals.