

# اصناع معدقات جديدة باستخدام مشتقات دير فينيل

## بيريدين هيدرازون

نسرین دمیان\*، أ.د. محمد مضر الخضر\*\*، د. خالد الزبر\*\*\*

### الملخص

حضرت معدقات معدنية لكل من أيونات النحاس، الزنك والنيكل بتفاعل كلوريدات المعادن اللامائية ( $\text{CuCl}_2$  ،  $\text{ZnCl}_2$  ،  $\text{NiCl}_2$ ) مع المرتبطة:

### **4-nitro-N'-(phenyl(pyridin-2-yl)methylene)benzohydrazide**

المحضرة من تفاعل 2-بنزويل بيريدين مع 4-نترو فينيل هيدرازيد.

أثبتت بنى جميع المركبات المحضرة من خلال المعطيات الطيفية لأجهزة التحليل التالية:

UV-VIS

الكلمات المفتاحية: هيدرازون، بيريدين ، أسس شيف.

\* طالبة ماجستير: قسم الكيمياء-كلية العلوم-جامعة حمص-حمص-سوريا.

\*\*) أستاذ الكيمياء اللاعضوية: قسم الكيمياء-كلية العلوم-جامعة حمص-حمص-سوريا.

\*\*) دكتور كيمياء عضوية: قسم الكيمياء-كلية العلوم-جامعة الفرات-دير الزور-سوريا.

# Synthesis of new complexes using Diphenyl pyridine hydrazone derivatives

N.Dumyan\*, M.M.Al-Khoder\*\*, K.Al-Zobar\*\*\*

## Abstract

Metallic complexes for Copper , Zinc and Nickel ions were prepared by reacting anhydrous metal chlorides : (CuCl<sub>2</sub> , ZnCl<sub>2</sub> , NiCl<sub>2</sub> ) with the ligand 4-nitro-N'-(phenyl(pyridin-2-yl)methylene)benzohydrazide .

The structures of all prepared compounds were confirmed through spectroscopic data from the following analytical devices: FT-IR, UV-VIS

Key words: hydrazine, pyridine, Schiff base.

\*)Master student: Department of Chemistry-Faculty of Science –Homs university-Homs-Syria.

\*\*) Professor of Inorganic Chemistry: Department of Chemistry-Faculty of Science –Homs university-Homs-Syria.

\*\*\*) Professor of Organic Chemistry: Department of Chemistry-Faculty of Science- Al-Fourat university- Dir-Alzour- Syria.

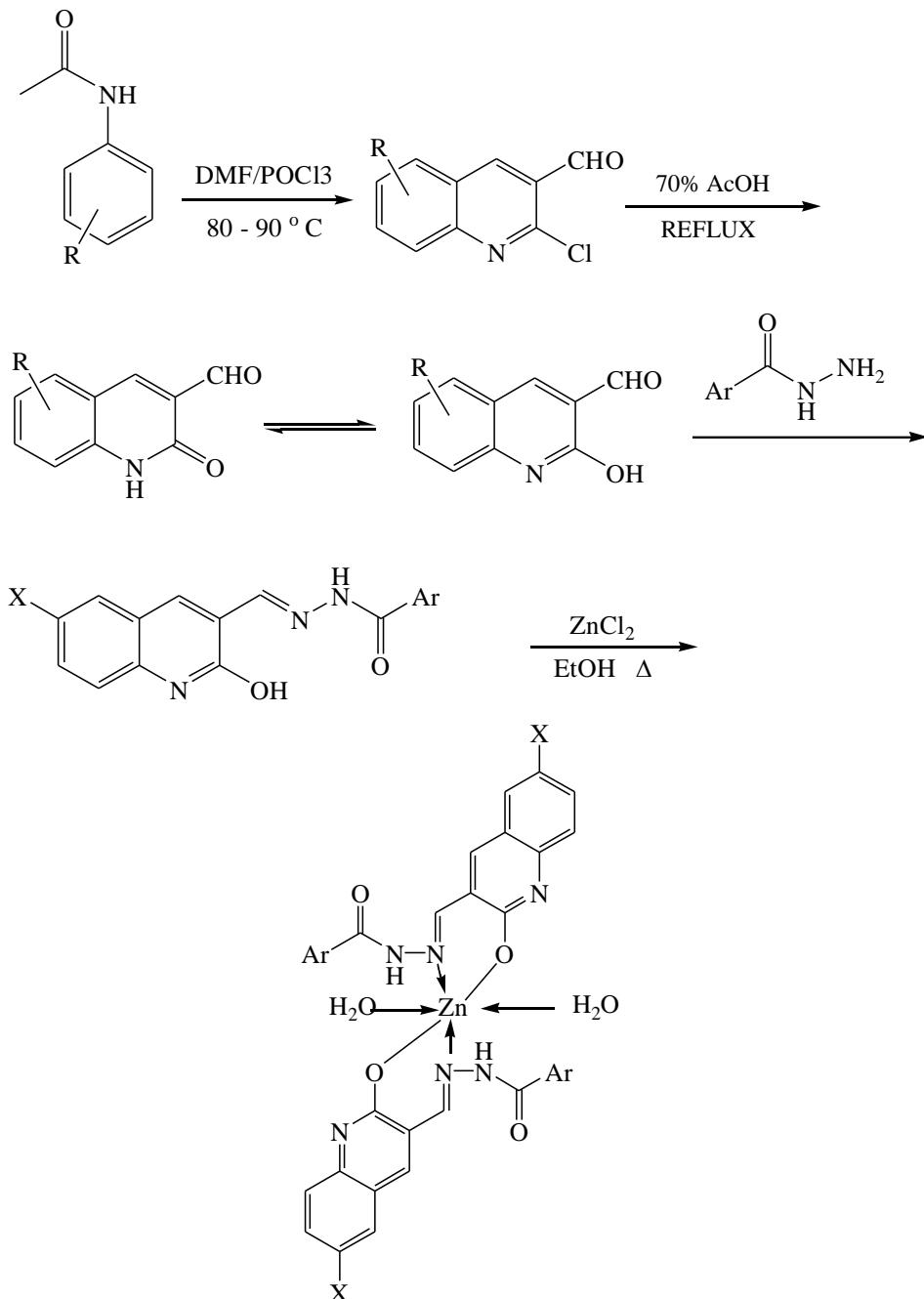
### المقدمة:

لاقت المعدنات المعدنية اهتماماً كبيراً من قبل الباحثين وذلك لكثرة وتنوع أصنافها ولما لها من تطبيقات هامة في مجالات عدة مثل الصناعة حيث تلعب دور مقاومات للتأكل [1] وفي صناعة الأصبغة [2] وفي المجال الطبي لا سيما تشخيص الأمراض [3] ومعالجة الأورام السرطانية [4] وذات فعالية بيولوجية [5] وفي مجال البيئة دخلت في المركبات العاملة في معالجة تصحر التربة الزراعية [6].

تنتمي الهيدرازونات إلى الأزوميثينات وتتصف بالمجموعة ( $C=N-N$ ) وتتميز عن المركبات الأخرى في هذه الفئة بوجود ذرتين النتروجين المرتبطتين مع بعضهما البعض [7].

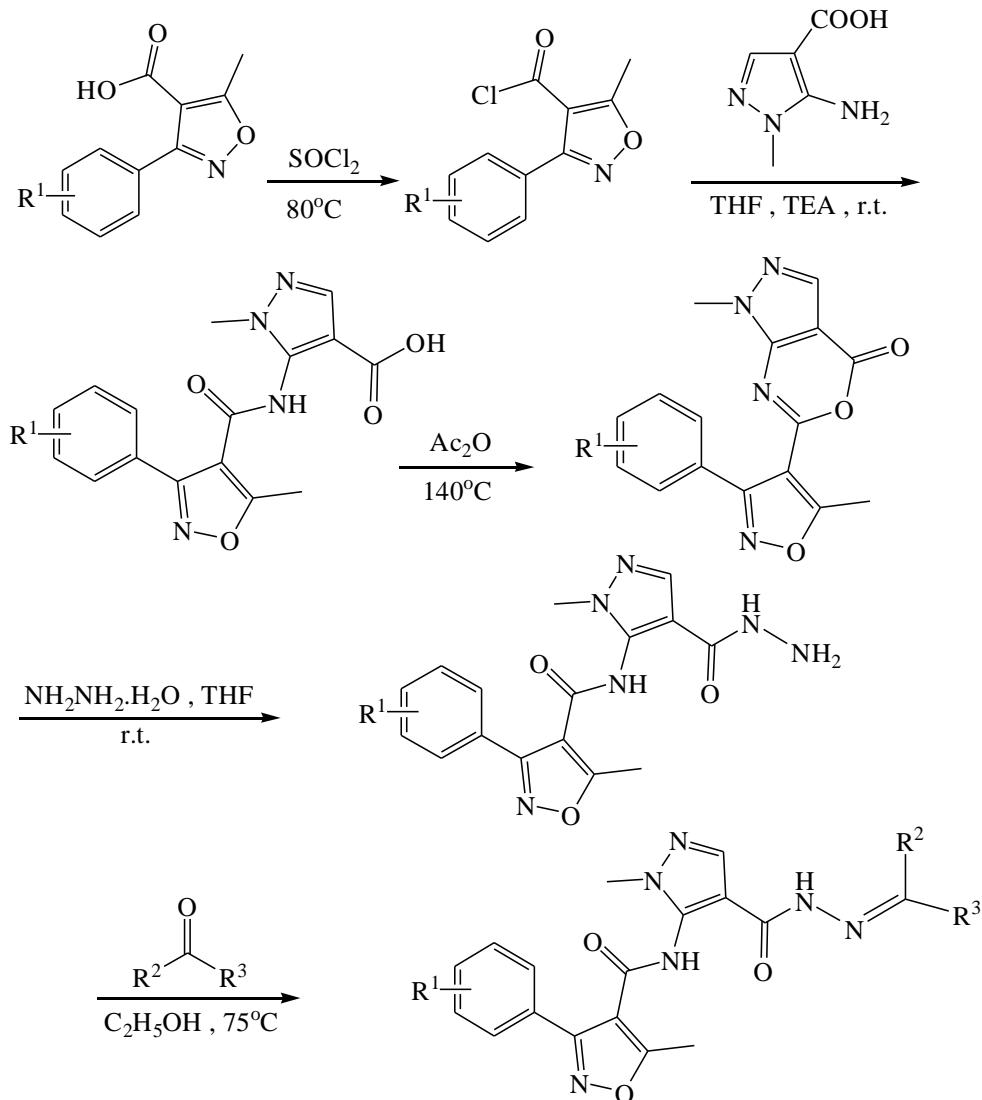
وتحل الهيدرازونات أهمية كبيرة في مجالات عدة أهمها التفاعلات العضوية حيث تدخل كمركيبات حفظية في تفاعل اختزال Wolff-Kishner reduction للحصول على الألكانات ، و أيضاً تفاعليّ Shapiro reaction و Bamford-Stevens reaction لتشكيل مركبات الفينيل [8] وتستخدم في الكيمياء التحليلية لتحديد وفصيل المركبات الحاوية على زمرة الكربونيل [9] بالإضافة لاستخدامها كعوامل تحليلية لتحديد العديد من الشوارد المعدنية [10][11] كما تدخل في صناعة البلاستيك وكمواد مثبتة للبوليمرات ومحرضة للبلمرة ومضادة للأكسدة وتلعب دوراً كمواد مبيدة للقوارض والحشرات والأعشاب [9][2] كما تعمل كمواد مسكنة ومضادة للاختلاج والاكتئاب والالتهاب وموسّعات وعائية وعوامل مضادة لمرض السكري [13][12].

ونظراً لأهمية الهيدرازونات قام M. C. Mandewale وفريقه في عام 2016 باصطناع مرتبطة هيدرازونية وتعقدها مع Zn(II) باستخدام الإيتانول ك محل وبدرجة حرارة  $60^{\circ}C$  لمدة 2 ساعـة وبيـنت الـدرـاسـة أنـ لها فـاعـلـيـة جـيـدة ضدـ مـرـضـ السـلـ وقدـ تمـ الـاصـطـنـاعـ وـفقـ المـخـطـطـ التالي: [14]



الشكل -1- مخطط اصطناع مرتبطة هيدرازونية وتعقيدها مع الزنك

في عام 2018 قام Z. Yang وفريقه باصطناع سلسلة من المشتقات الهيدرازونية والتي تملك فعالية ضد فيروس فسيفساء التبغ (TMV) وذلك وفق المخطط التالي: [15]

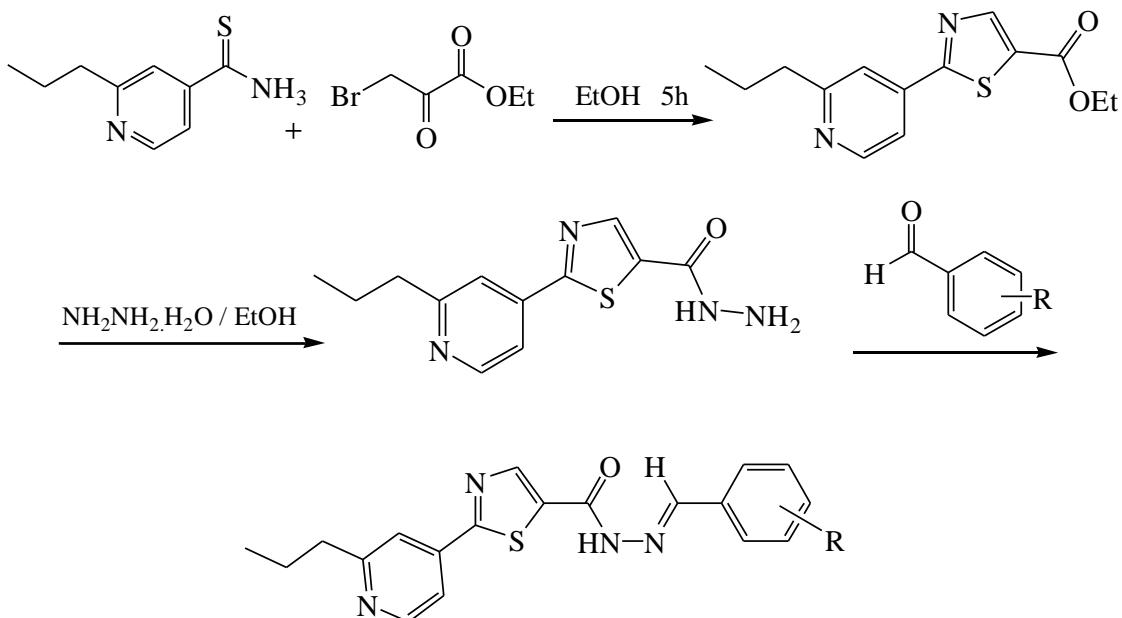


الشكل -2- مخطط اصطناع سلسلة من المشتقات الهيدرازونية

## اصطناع معدات جديدة باستخدام مشتقات دي فينيل بيريدين هيدرازون

---

في عام 2019 قام M. B. Muluk وفريقه باصطناع مجموعة من المشتقات الهيدرازينة والتي تملك فعالية ضد الخلايا السرطانية والميكروبات وفق المخطط التالي: [16]



الشكل -3- مخطط اصطناع مجموعة من المشتقات الهيدرازونة

### هدف البحث:

- اصطناع المرتبطة L1 بالاعتماد على الطريقة المرجعية [17]

### **4-nitro-N'-(phenyl(pyridin-2-yl)methylene)benzohydrazide**

- اصطناع المعدات العضوية المعدنية للمرتبطة مع كلوريدات المعادن اللامائة

Cu (II), Zn (II), Ni (II)

- التأكد من بنية المرتبطة ودراسة بنية المعدات المحضرة من خلال المطيافية المتاحة

الأجهزة المستخدمة:

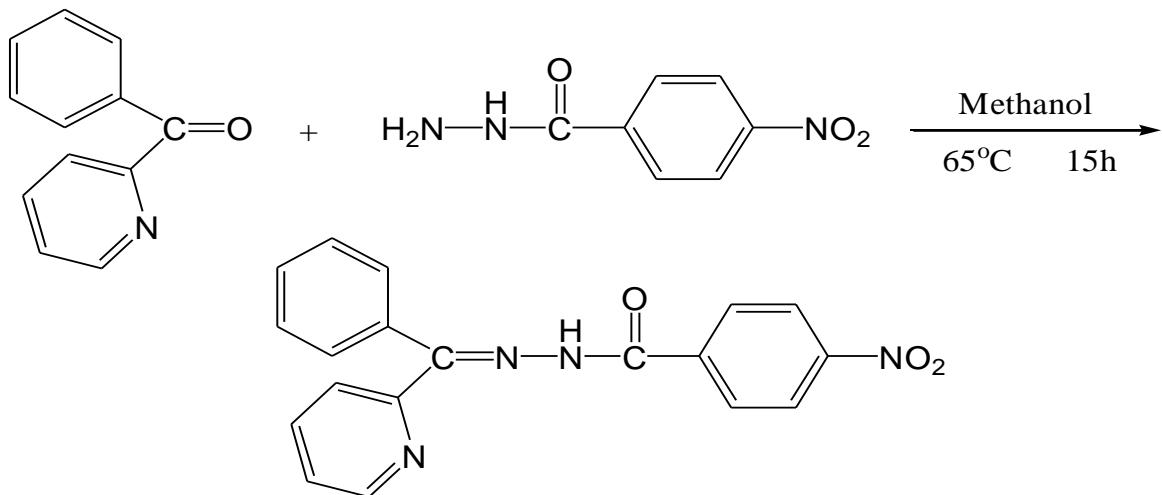
- جهاز طيف ماتحت الأحمر IR نموذج (FT-IR-410) من شركة Jasco اليابانية (جامعة حمص).
- جهاز مطيافية الأشعة فوق البنفسجية والمرئية (UV-Vis) من شركة Jasco اليابانية (جامعة حمص).
- جهاز قياس الناقلية الكهربائية (جامعة حمص).
- ميزان تحليلي بدقة تصل إلى 0.0001 gr.
- مجفف لتجفيف العينات من انتاج شركة memmert.
- مرمدة لحرق العينات وهي من النوع (Carbolite) يصل مجالها حتى الدرجة 1100°C.
- سخان مزود بمحرك مغناطيسي.

المواد المستخدمة:

- بارا نترو بنز هيدرازيد ( $C_7H_7N_3O_3$ ) من إنتاج شركة Sigma Aldrich (نقاوة 98% .98%)
- 2-بنزويل بيريدين ( $C_{12}H_9NO$ ) من إنتاج شركة Sigma Aldrich (نقاوة 99%).
- كلوريد النحاس ( $CuCl_2$ ) من إنتاج شركة Sigma Aldrich (نقاوة 99%).
- كلوريد الزنك ( $ZnCl_2$ ) من إنتاج شركة Sigma Aldrich (نقاوة 99%).
- كلوريد النيكل ( $NiCl_2$ ) من إنتاج شركة Sigma Aldrich (نقاوة 99%).
- مذيبات نقاوة مطلقة ( ميثانول، دي ميثيل فورم أميد DMF ) من إنتاج شركتي Merck و BDH الألمانيتين.

القسم العلمي:

تحضير المرتبطة:

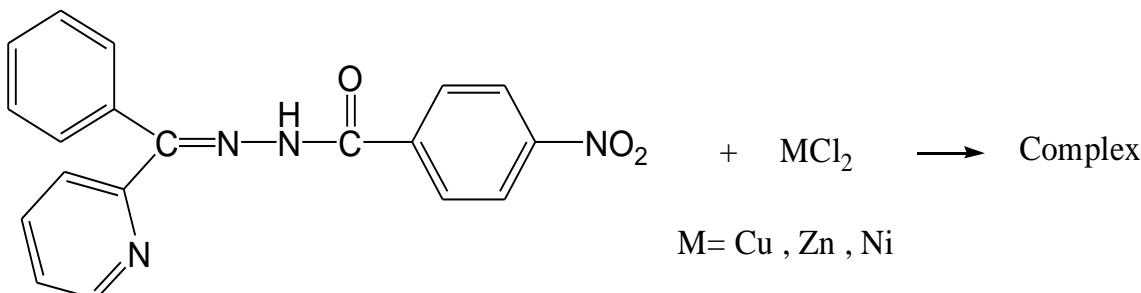


وضع في حوجة مصنفة ثنائية الفتحة سعة 50ml مجهزة بمحرك مغناطيسي ومبرد عكوس (1mmol – 0.181gr) من بارا نترو بنزهيدرازيد في 30ml من الميتانول وترك حتى تمام الانحلال بدرجة حرارة 65°C ثم أضيف (1mmol – 0.183gr) من 2-بنزويل بيريدين المذاب في 20ml من الميتانول ثم أضيف عدة نقاط من حمض الخل الثلجي وترك المزيج لمدة 15 ساعة فتشكل راسب أصفر فاتح فصل بالترشيح على الساخن و أعيدت بلورته بالميتانول.

وكان وزن الراسب 0.2378gr وبلغ المردود 68.72% وكانت درجة الانصهار 228-230°C.

تحضير المعدات المعدنية المرتبطة:

حضرت المعدات المعدنية للمرتبطة وفق المعادلة العامة التالية:



1- تحضير معقد النحاس:

وضع في حوجلة مصنفة ثنائية الفتحة سعة 50ml مجهزة بمحرك مغناطيسي ومبرد عكوس (0.1mmol – 0.03463gr) من المرتبطة في 20ml من دي ميتيل فورم أميد DMF وترك حتى تمام الانحلال بدرجة حرارة 153°C ثم أضيف (0.1mmol – 0.0134gr) من كلوريدي النحاس اللامائي  $\text{CuCl}_2$  المذاب في 10ml من DMF وترك المزيج لمدة 24 ساعة كاملة غير متواصلة عند درجة الحرارة السابقة نفسها ثم فرغ التفاعل على زجاجة ساعة وترك بدرجة حرارة الغرفة حتى جفاف محل فتشكل راسب أحضر زيتى وزنه 0.0392gr بمردد 81.66% ودرجة انصهاره  $> 300^\circ\text{C}$ .

2- تحضير معقد الزنك:

وضع في حوجلة مصنفة ثنائية الفتحة سعة 50ml مجهزة بمحرك مغناطيسي ومبرد عكوس (0.1mmol – 0.0346gr) من المرتبطة في 20ml من دي ميتيل فورم أميد DMF وترك حتى تمام الانحلال بدرجة حرارة 153°C ثم أضيف (0.1mmol – 0.0136gr) من كلوريدي الزنك اللامائي  $\text{ZnCl}_2$  المذاب في 10ml من DMF وترك المزيج لمدة 24 ساعة كاملة غير متواصلة عند درجة الحرارة السابقة نفسها ثم فرغ التفاعل على زجاجة ساعة وترك بدرجة حرارة الغرفة حتى جفاف محل فتشكل راسب برتقالي وزنه 0.0385gr بمردد 79.87% تفكك عند الدرجة  $210^\circ\text{C}$ .

3- تحضير معقد النيكل:

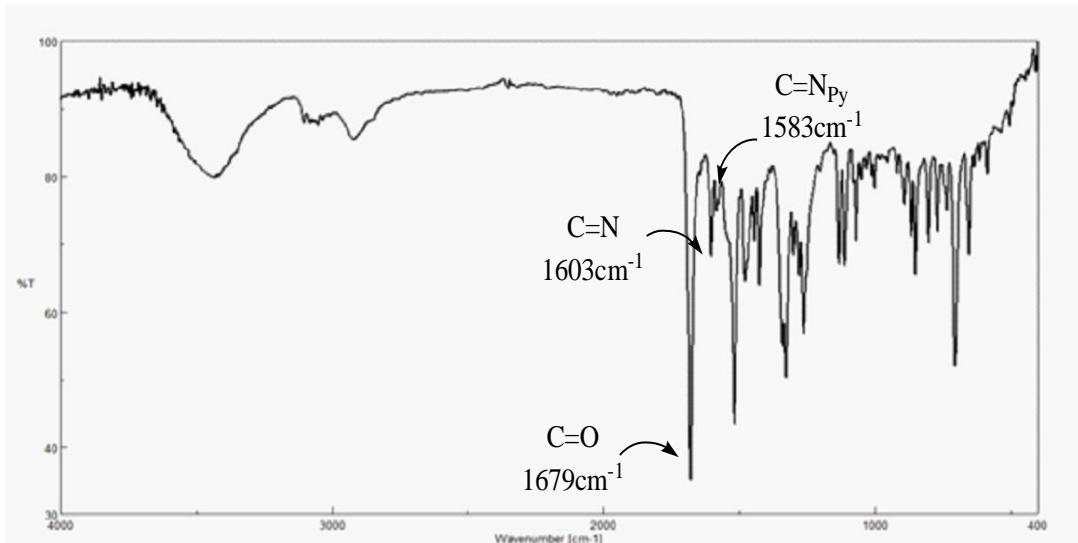
وضع في حوجلة مصنفة ثنائية الفتحة سعة 50ml مجهزة بمحرك مغناطيسي ومبرد عكوس (0.1mmol – 0.0346gr) من المرتبطة في 20ml من دي ميتيل فورم أميد DMF وترك حتى تمام الانحلال بدرجة حرارة 153°C ثم أضيف (0.1mmol – 0.0129gr) من كلوريدي النيكل اللامائي  $\text{NiCl}_2$  المذاب في 10ml من DMF وترك المزيج لمدة 24 ساعة كاملة غير متواصلة عند درجة الحرارة السابقة نفسها ثم فرغ التفاعل على زجاجة ساعة وترك بدرجة حرارة الغرفة حتى جفاف محل فتشكل راسب قرميدي وزنه 0.0372gr بمردد 78.31% تفكك عند الدرجة  $235^\circ\text{C}$ .

النتائج والمناقشة:

المرتبطة:

1- FT-IR مطيافية:

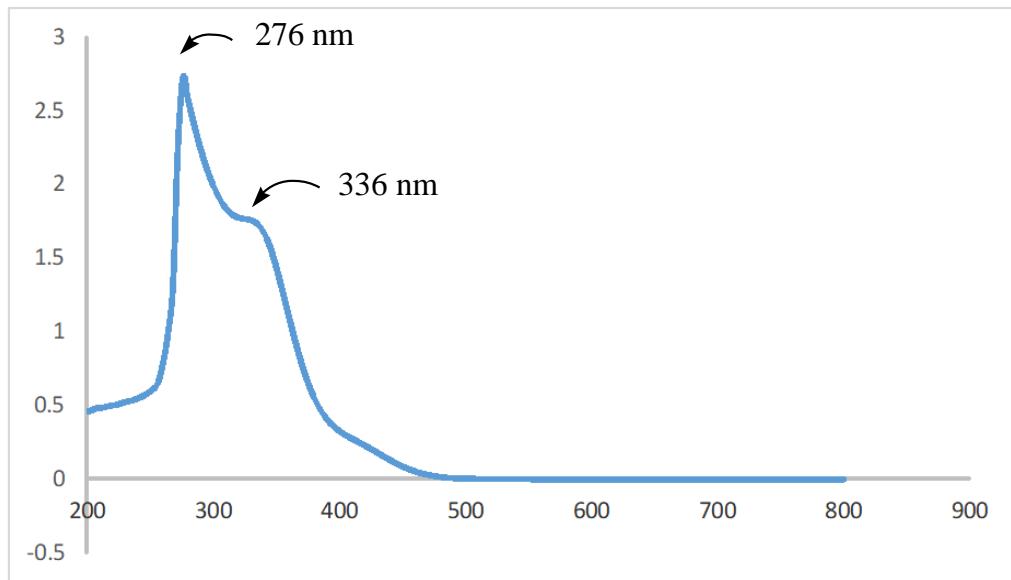
يلاحظ من طيف المرتبطة اختفاء عصابات الامتصاص العائدة إلى  $\text{NH}_2$  في بارا نترو بنزهيدرازيد وارتفاع عصابة الامتصاص العائدة للكربونيل في 2-بنزويل بيريدين وظهور عصابة امتصاص جديدة عند  $\nu=1603\text{cm}^{-1}$  عائدة لامتطاط الرابطة  $\text{C}=\text{N}-$ . كما يلاحظ انزياح عصابة الامتصاص العائدة لامتطاط الرابطة  $\text{C}=\text{O}$  من العدد الموجي  $\nu=1645\text{cm}^{-1}$  في 4-نترو بنزهيدرازيد إلى العدد الموجي  $\nu=1679\text{cm}^{-1}$  في المرتبطة وانزياح عصابة الامتصاص العائدة لامتطاط الرابطة  $\text{C}=\text{N}-$  بيريدين من العدد الموجي  $\nu=1578\text{cm}^{-1}$  في 2-بنزويل بيريدين إلى العدد الموجي  $\nu=1583\text{cm}^{-1}$  في المرتبطة وهذا يدل على تشكيل المرتبطة المطلوبة.



الشكل -4- طيف الأشعة تحت الحمراء للمرتبطة L1

## 2- طيف UV-VIS:

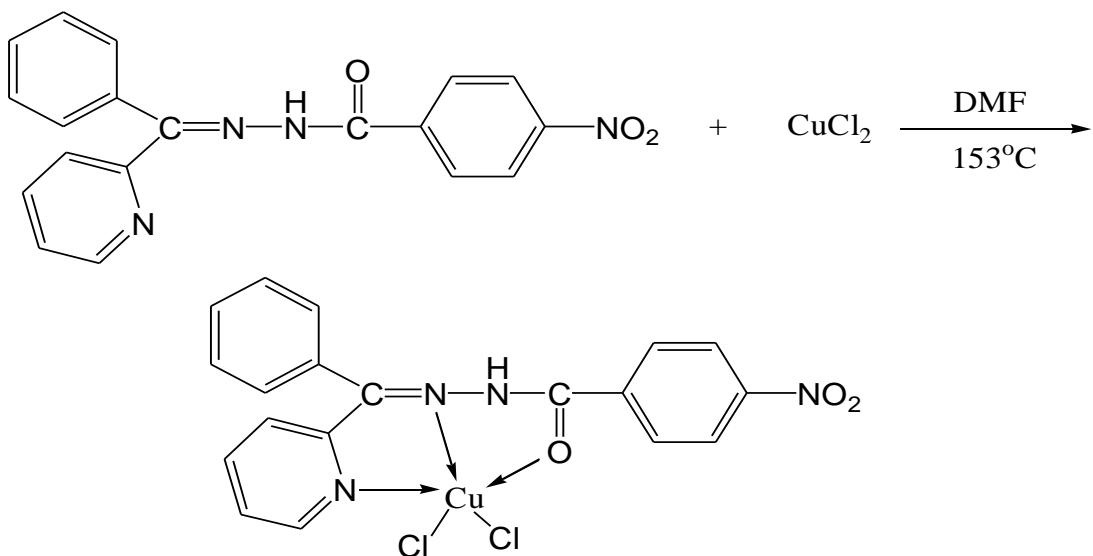
سجل طيف UV-VIS للمرتبطة في محلول من DMF بتركيز ( $10^{-5}\text{M}$ ) في خلية من الكوارتز عرضها (10mm) بدرجة حرارة الغرفة. من الشكل -5- يلاحظ في طيف UV-Vis وجود قمتين عند العدد الموجي (336nm) و(276nm) حيث تعبر القمة الأولى  $\lambda_{\text{max}}=276\text{nm}$  عن الانتقالات الإلكترونية  $\pi \rightarrow \pi^*$  نتيجة احتواء المرتبطة على الروابط  $\text{C}=\text{C}-$  للجمل العطرية في المركب . وكذلك القمة الثانية  $\lambda_{\text{max}}=336\text{nm}$  تعبر عن الانتقالات الإلكترونية  $n \rightarrow \pi^*$  نتيجة وجود أزواج إلكتروني حرة في ذرة الأزوت والأوكسجين في المرتبطة.



الشكل -5- طيف الأشعة فوق البنفسجية- المرئية للمرتبطة L1

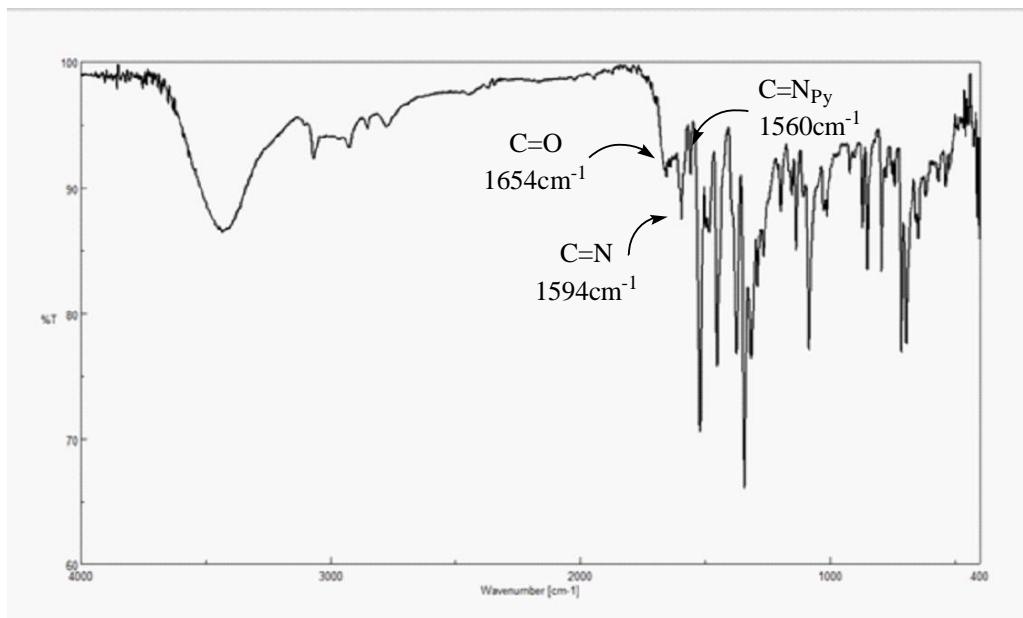
المعقدات المعدنية للمرتبطة :

- معقد النحاس :



طيف الأشعة ما تحت الحمراء FT-IR :

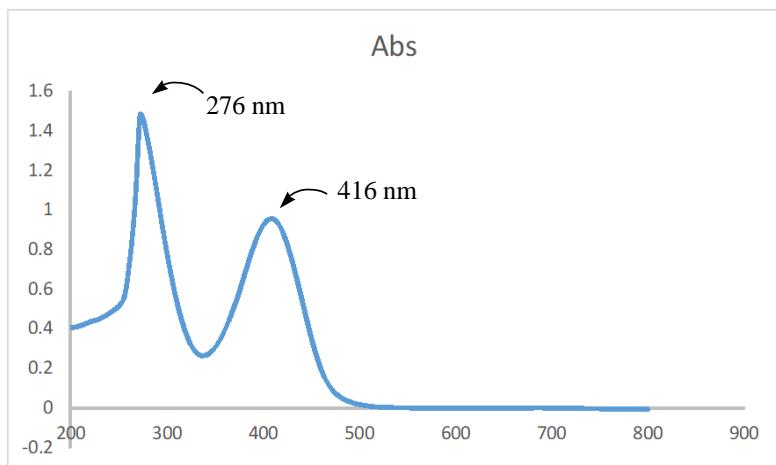
عند مقارنة طيف ما تحت الأحمر FT-IR للمعقد مع طيف FT-IR المرتبطة نشاهد في الشكل - 6- انزياح عصابة الامتطاط للزمرة الكربونيلية ( $C=O$ ) من ( $1679\text{ cm}^{-1}$ ) في المرتبطة إلى ( $1654\text{ cm}^{-1}$ ) في المعقد ونشاهد انزياح في عصابة الامتطاط للزمرة ( $C=N$ ) من ( $1583\text{ cm}^{-1}$ ) في المرتبطة إلى ( $1560\text{ cm}^{-1}$ ) في المعقد وانزياح عصابة الامتطاط للزمرة ( $C=N_{\text{Schiff}}$ ) من ( $1603\text{ cm}^{-1}$ ) في المرتبطة إلى ( $1594\text{ cm}^{-1}$ ) في المعقد وهذا يشير إلى منح الزوج الإلكتروني على ذرت الأزوت وذرة الأوكسجين إلى المعدن أثناء تشكيل المعقد .



الشكل - 6- طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقد  $[\text{Cu}(\text{L1})\text{Cl}_2]$

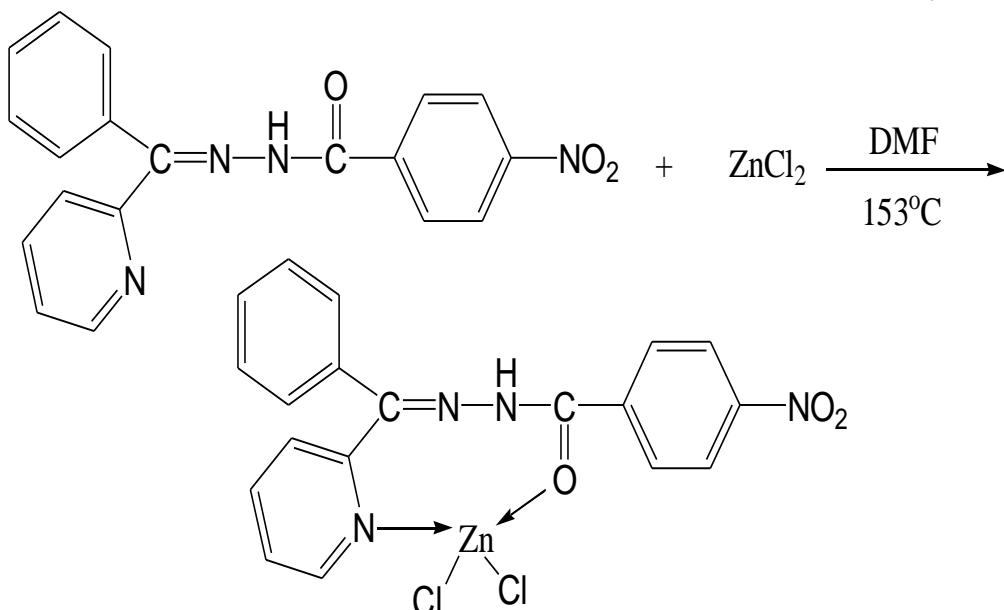
طيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية (UV-Vis) :

سجل طيف UV-Vis للمعقد في محلول من دي ميثل فورم أميد بتر كيز ( $M = 10^5$ ) في خلية من الكوارتز عرضها (10mm) . من الشكل - 7- يلاحظ وجود القمة (276nm) الناتجة عن الانتقالات الإلكترونية  $\pi \rightarrow \pi^*$  لوجود روابط ثنائية ( $C=C$ ) في الحلقات العطرية و ( $N=O$ ) في  $\text{NO}_2$  وانزياح القمة العائدة للانتقالات الإلكترونية  $n \rightarrow \pi^*$  من  $\lambda_{\text{max}}=336\text{nm}$  إلى  $\lambda_{\text{max}}=416\text{nm}$



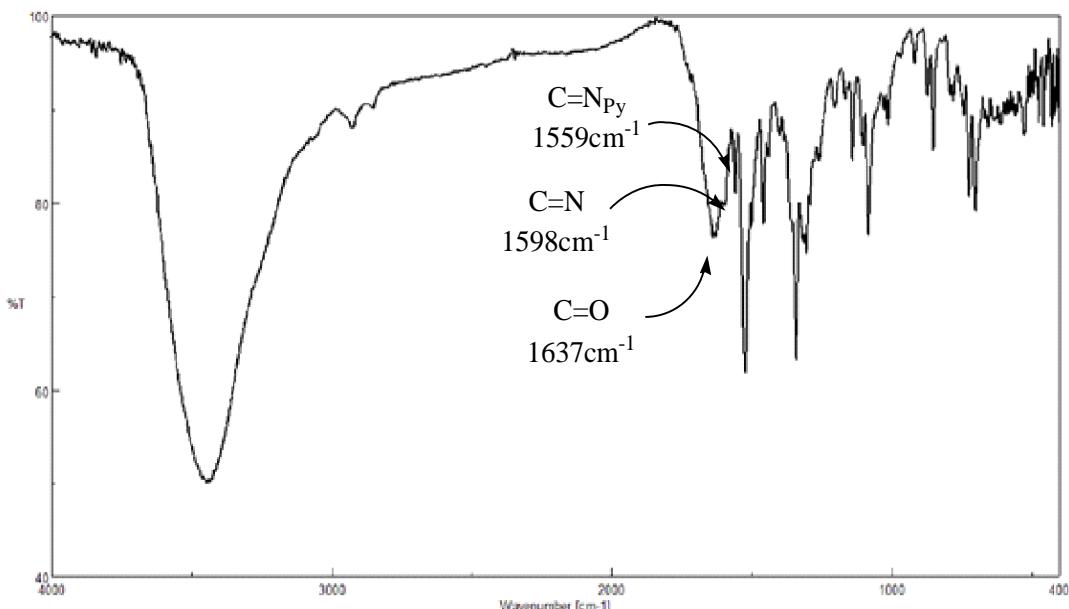
الشكل - 7- طيف الأشعة فوق البنفسجية- المرئية للمعقد  $[\text{Cu}(\text{L1})\text{Cl}_2]$

- معقد الزنك : 2



: طيف الأشعة ما تحت الحمراء FT-IR

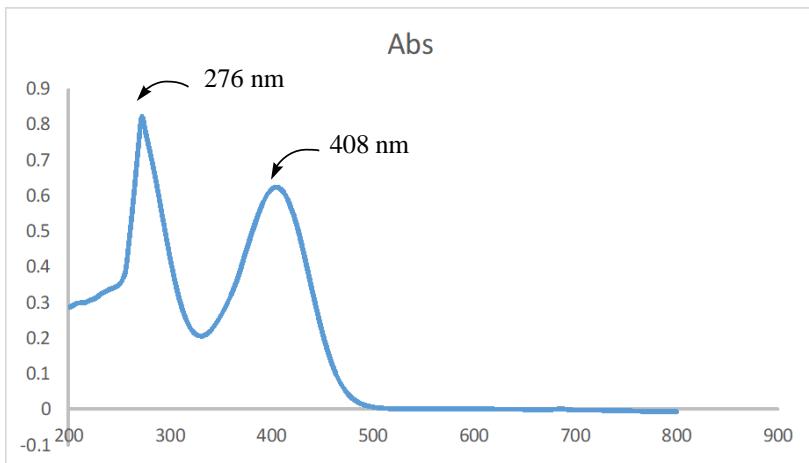
عند مقارنة طيف ما تحت الأحمر FT-IR للمعقد مع طيف FT-IR للمرتبطة نشاهد في الشكل - 8 انزياح عصابة الامتطاط للزمرة الكربونيلية ( $C=O$ ) من ( $1679\text{ cm}^{-1}$ ) في المرتبطة إلى ( $1637\text{ cm}^{-1}$ ) في المعقد ونشاهد انزياح في عصابة الامتطاط للزمرة ( $C=N_{PY}$ ) من ( $1583\text{ cm}^{-1}$ ) في المرتبطة إلى ( $1559\text{ cm}^{-1}$ ) في المعقد وعدم انزياح عصابة الامتطاط للزمرة ( $C=N_{Schiff}$ ) بشكل ملحوظ وهذا يدل على منح الزوج الإلكتروني على ذرة الآروت وذرة الأوكسجين إلى المعدن أثناء تشكيل المعقد.



الشكل - 8- طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Zn(L1)Cl_2]$

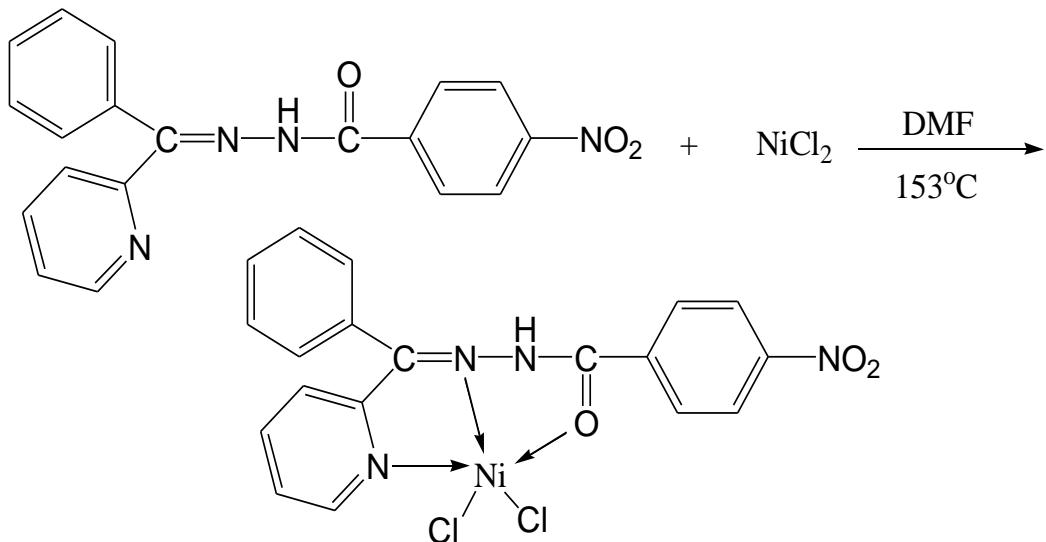
طيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية (UV-Vis) :

سجل طيف UV-Vis للمعقد في محلول من دي ميتيل فورم أميد بتركيز ( $M = 10^{-5}$ ) في خلية من الكوارتز عرضها (10mm) . من الشكل - 9- يلاحظ وجود القمة (276nm) الناتجة عن الانقلالات الإلكترونية  $\pi \rightarrow \pi^*$  لوجود روابط ثنائية ( $C=C$ ) في الحلقات العطرية و ( $N=O$ ) في  $NO_2$  وانزياح القمة العائدة للانقلالات الإلكترونية  $n \rightarrow \pi^*$  من  $\lambda_{max}=336nm$  إلى  $\lambda_{max}=408nm$



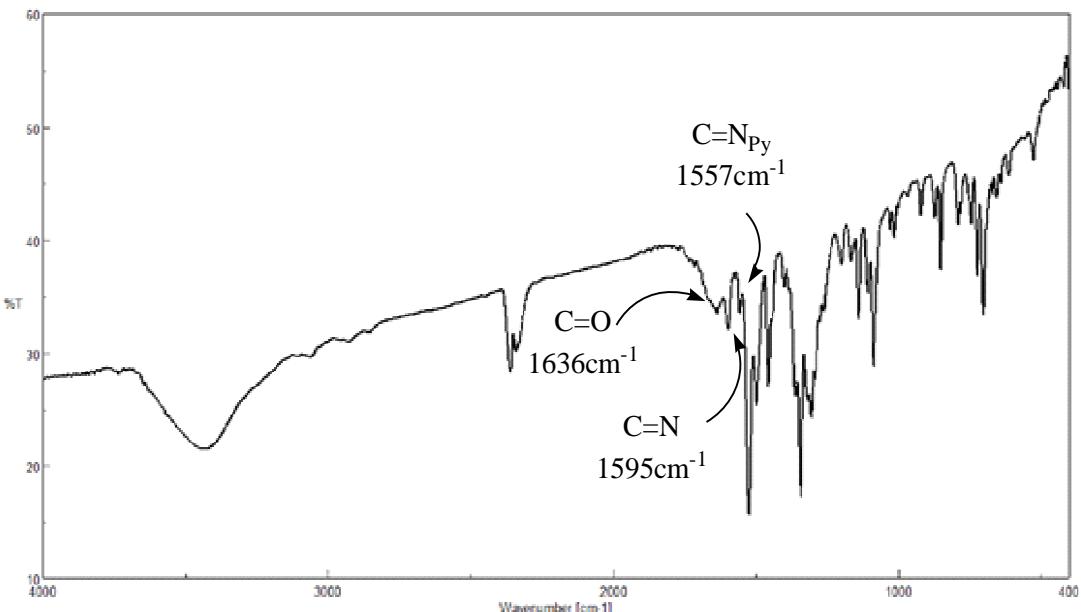
الشكل - 9- طيف الأشعة فوق البنفسجية- المرئية للمعقد  $[Zn(L1)Cl_2]$

- معقد النيكل :



طيف الأشعة ما تحت الحمراء FT-IR

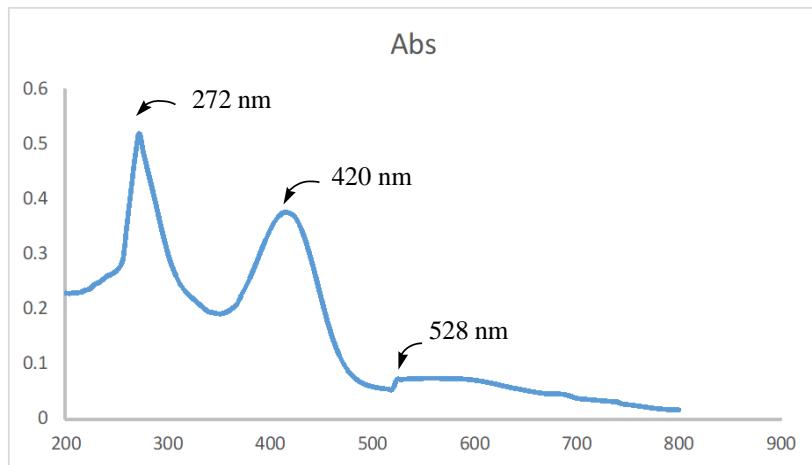
عند مقارنة طيف ما تحت الأحمر FT-IR للمعقد مع طيف FT-IR للمرتبطة نشاهد في الشكل - 10 انزياح عصابة الامتطاط للزمرة الكربونيلية ( $\text{C}=\text{O}$ ) من ( $1679 \text{ cm}^{-1}$ ) في المرتبطة إلى ( $1636 \text{ cm}^{-1}$ ) في المعقد ونشاهد انزياح في عصابة الامتطاط للزمرة ( $\text{C}=\text{N}_{\text{Py}}$ ) من ( $1583 \text{ cm}^{-1}$ ) في المرتبطة إلى ( $1557 \text{ cm}^{-1}$ ) في المعقد وانزياح عصابة الامتطاط للزمرة ( $\text{C}=\text{N}_{\text{Schiff}}$ ) من ( $1603 \text{ cm}^{-1}$ ) في المرتبطة إلى ( $1595 \text{ cm}^{-1}$ ) في المعقد وهذا يدل على منح الزوج الإلكتروني على ذرتى الأزوت وذرة الأوكسجين إلى المعدن أثناء تشكيل المعقد .



الشكل-10- طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقد  $[\text{Ni}(\text{L1})\text{Cl}_2]$

طيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية (UV-Vis) :

سجل طيف UV-Vis للمعقد في محلول من دي ميتيل فورم أميد بتركيز ( $M = 10^{-5} \times 1$ ) في خلية من الكوارتز عرضها (10mm) . من الشكل -11- يلاحظ وجود القمة (272nm) الناتجة عن الانتقالات الإلكترونية  $\pi \rightarrow \pi^*$  لوجود روابط ثنائية ( $\text{C}=\text{C}$ ) في الحلقات العطرية و ( $\text{N}=\text{O}$ ) في  $\text{NO}_2$  وانزياح القمة العائدة للانتقالات الإلكترونية  $\pi \rightarrow \pi^*$  من  $n \rightarrow \pi^*$  إلى  $\lambda_{\text{max}} = 336\text{nm}$  وظهور قمة عند  $\lambda_{\text{max}} = 528\text{nm}$  عائدة لانتقالات d-d .



الشكل -11- طيف الأشعة فوق البنفسجية- المرئية للمعقد  $[Ni(L1)Cl_2]$

الجدول-1- أهم القمم المميزة في مطيافية UV-Vis للمرتبطة المحضرة ومعقداتها المعدنية

Compounds	$\pi \rightarrow \pi^*$	$n \rightarrow \pi^*$	d-d
L1	276	332	--
$[Cu(L1)Cl_2]$	276	416	--
$[Zn(L1)Cl_2]$	276	408	--
$[Ni(L1)Cl_2]$	272	420	528

الجدول -2- أهم عصابات الامتصاص في مطيافية الأشعة ما تحت الحمراء للمرتبطة و معقداتها المعدنية.

Compounds	$\nu(C=O)$	$\nu(C=N_{Py})$	$\nu(C=N_{Schiff})$	$\nu(C=C)$
L1	1679	1583	1603	1517
$[Cu(L1)Cl_2]$	1654	1560	1594	1521
$[Zn(L1)Cl_2]$	1637	1559	1598	1522
$[Ni(L1)Cl_2]$	1636	1557	1595	1523

الجدول -3. الخصائص الفيزيائية المرتبطة ومعقداتها المعدنية .

المركب	الكتلة المولية (g.mol <sup>-1</sup> )	اللون	درجة الانصهار/ التفكك (°C)	النقاقة الكهربائية المولية (Ω <sup>-1</sup> .cm <sup>2</sup> .mol <sup>-1</sup> )	المردود(%)
L1	C <sub>19</sub> H <sub>14</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (346.344)	أصفر فاتح	(228- 230)	--	68.72
[Cu(L1)Cl <sub>2</sub> ]	C <sub>19</sub> H <sub>14</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> Cl <sub>2</sub> Cu (480.796)	أخضر زيتي	>300	16	81.66
[Zn(L1)Cl <sub>2</sub> ]	C <sub>19</sub> H <sub>14</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> Cl <sub>2</sub> Zn (482.630)	برتقالي	تفكك (210)	15.6	79.87
[Ni(L1)Cl <sub>2</sub> ]	C <sub>19</sub> H <sub>14</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> Cl <sub>2</sub> Ni (475.944)	قرمدي	تفكك (235)	28.5	78.31

### تحديد المحتوى المعدني لمعقدات المرتبطة:

نظراً لعدم وجود تجهيزات التحليل العنصري الكمي لجأنا إلى طريقة الترميد في تعين المحتوى المعدني لمعقدات وذلك في درجة حرارة 800°C نورد فيما يلي نتائج التحليل:

أخذ 0.0354g من معقد النحاس وأضيف إليه 1.5ml من حمض الأوزوت المركز ثم تم الترميد حتى الدرجة 800°C ولمدة ساعة ونصف فتشكل لدينا أكسيد النحاس CuO وكان وزنه 0.0062g

كل 79.5454g من CuO تحتوي على 63.546g من Cu

كل 0.0062g من CuO تحتوي على X من Cu

$$X = 0.0049 \text{ g}$$

النسبة العملية للنحاس في المعقد :

$$Cu\% = \frac{0.0049}{0.0354} \times 100 = 13.84\%$$

$[Cu(L1)Cl_2]$	—————>	Cu
480.796		63.546
0.0354		Y
$Y=0.0046g$		

النسبة النظرية للنحاس في المعقد

$$Cu\% = \frac{0.0046}{0.0354} \times 100 = 12.99\%$$

جدول -4- مقارنة بين النسبة العملية والنسبة النظرية للمعقادات المحضرة

المعقد	النسبة النظرية %	النسبة العملية %
$[Cu(L1)Cl_2]$	12.99	13.84
$[Zn(L1)Cl_2]$	13.54	12.5
$[Ni(L1)Cl_2]$	12.12	11.11

نلاحظ من المعطيات أن نسبة المعدن العملية المحسوبة في الترميد متقاربة مع نسبة المعدن النظرية أي أن نسبة الارتباط (1:1).

#### الكشف عن أيونات الكلور خارج كرة التساند:

حضر محلول من نترات الفضة بتركيز  $0.001M$  في الإيثanol ، كما حضرت محليل للمعقادات السابقة بنفس التركيز و عند إضافة عدة قطرات من محلول نترات الفضة إلى محلول المعقادات لم نلاحظ تشكيل عكر أو راسب وهذا دليل على أن المعقد لا يحوي على أيونات الكلور خارج كرة التساند .

#### الكشف عن أيونات الكلور داخل كرة التساند:

أخذ  $0.01g$  من كل من المعقادات المحضرة وتم التهضيم بواسطة حمض الأزوت المركز و بعد إضافة عدة قطرات من محلول نترات الفضة السابق لاحظنا تشكيل عكر أبيض وهذا دليل على وجود أيونات الكلور داخل كرة التساند .

قياس ناقلية المعقدات المحضررة:

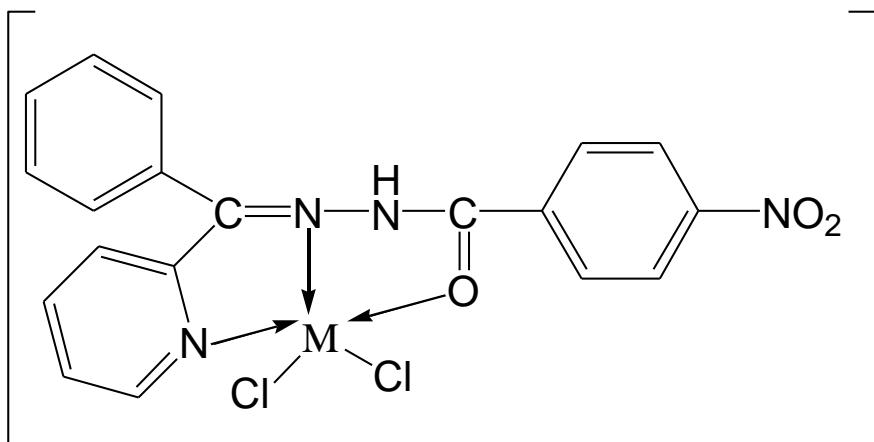
يوضح الجدول التالي قيم الناقلية للمعقدات في 10ml من مذيب DMF بتركيز 0.001M

جدول -5- قيم الناقلية الكهربائية المولية لمعقدات المرتبطة

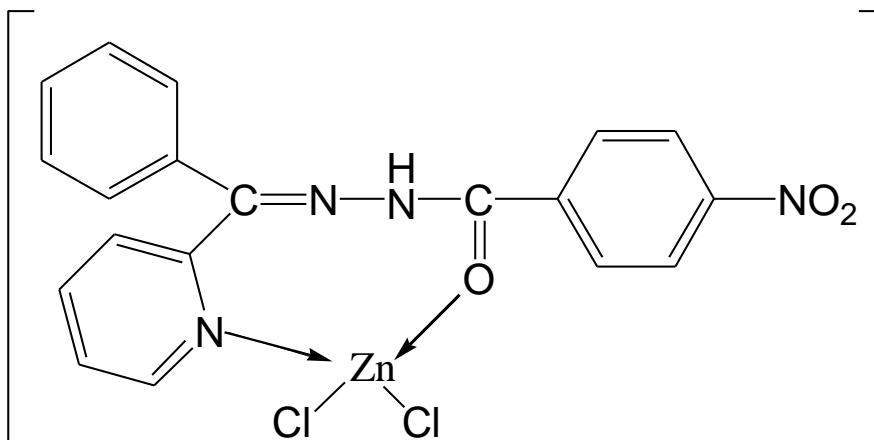
المعقد	الناقلية الكهربائية المولية ( $\Omega^{-1} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$ )
[Cu(L1)Cl <sub>2</sub> ]	16
[Zn(L1)Cl <sub>2</sub> ]	15.6
[Ni(L1)Cl <sub>2</sub> ]	28.5

تدل قيم الناقلية في الجدول السابق على أن المعقدات غير كهربائية.

مما سبق يمكن أن نستنتج أن معقدات النحاس والنikel خماسية التساند في حين معقد الزنك رباعي التساند.



$M = Cu, Ni$



النتائج:

- 1 تم تحضير المعقدات المعدنية المرتبطة من معادن النحاس والزنك والنيكل.
- 2 أثبتت بنى المعقدات المحضرة بالاعتماد على مطيافيقات FT-IR و UV-VIS ومن خلال الناقلة الكهربائية المولية والترميد والكشف عن الكلور.
- 3 تبين أن المعقدات غير كهربائية وأن معقدي النحاس والنيكل خماسي التساند في حين أن معقد الزنك رباعي التساند.

المراجع:

- [1] F. Rahman, A. Chakraborty, and T. Das, “Spectrophotometric Determination of Arsenic in Water Samples by Thiophene-2-Carboxaldehyde Thiosemicarbazone Impregnated with Alumina,” 2015.
- [2] Beffa F, Back G. Metal- complex Dyes for Wool and Nylon—1930 to date. Review of progress in coloration and related topics. 1984 Jun;14(1):33-42.
- [3] G. G. Mohamed and M. M. Omar, “Metal Complexes of Schiff Bases : Preparation , Characterization , and Biological Activity,” vol. 30, pp. 361–382, 2006.
- [4] D. Sunil, A. M. Isloor, and K. S. R. Pai, “In vivo anticancer and histopathology studies of Schiff bases on Ehrlich ascitic carcinoma cells,” *Arab. J. Chem.*, vol. 6, no. 1, pp. 25–33, 2013.
- [5] Govindasami T, Pandey A, Palanivelu N, Pandey A. Synthesis, characterization and antibacterial activity of biologically important vanillin related hydrazone derivatives. International journal of organic chemistry. 2011 Sep 28;1(03):71.
- [6] T. N. Chhowala and K. R. Desai, “Synthesis of Cu ( II ) and Ni ( II ) Azo Complex Dyes , their Application on Silk Fabrics and Screening for Antibacterial Activity,” vol. 4, no. 2, pp. 901–905, 2015.
- [7] Singh RB, Jain P, Singh RP. Hydrazones as analytical reagents: a review. *Talanta*. 1982 Feb 1;29(2):77-84.

- [8]. G. Uppal, S. Bala, S. Kamboj M. Saini , Therapeutic Review Exploring Antimicrobial Potential of Hydrazones as Promising Lead Der Pharma Chemica, 2011, 3(1) ,250-251.
- [9]. N. P. Belskaya,W. Dehaen, V. A. Bakuleva, Synthesis and properties of hydrazones bearing amide, thioamide and amidine functions , ARKIVOC, 2010 (i) 275-277.
- [10]. A Brief review on Hydrazones as analytical reagents , 4-12.
- [11]. L. N. SUVARAPU1, Y. K. SEO1, S. O. BAEK1, V. R. AMMIREDDY, Review on Analytical and Biological applications of Hydrazones and their Metal Complexes , E-Journal of Chemistry , 2012, 9(3), 1291- 1296.
- [12]. S. Rollas , \$. G. Küçükgüzel , Biological Activities of Hydrazone Derivatives , Molecules 2007, 12, 1910-1939.
- [13]. B. Narasimhan ,P. Kumar, D.Sharma, Biological activities of hydrazide derivatives in the new millennium , Acta Pharmaceutica Sciencia , 52, 2010 , 177-178 .
- [14] Mandewale MC, Thorat B, Nivid Y, Jadhav R, Nagarsekar A, Yamgar R. Synthesis, structural studies and antituberculosis evaluation of new hydrazone derivatives of quinoline and their Zn (II) complexes. Journal of Saudi Chemical Society. 2018 Feb 1;22(2):218-28.
- [15] Yang Z, Li P, Gan X. Novel Pyrazole-Hydrazone derivatives containing an isoxazole moiety: design, synthesis, and antiviral activity. Molecules. 2018 Jul;23(7):1798.
- [16] Muluk MB, Ubale AS, Dhumal ST, Rehman NN, Dixit PP, Kharat KK, Choudhari PB, Haval KP. Synthesis, anticancer and antimicrobial evaluation of new pyridyl and thiazolyl clubbed hydrazone scaffolds. Synthetic Communications. 2020 Jan 17;50(2):243-55.
- [17] Despaigne AA, Da Silva JG, do Carmo AC, Piro OE, Castellano EE, Beraldo H. Structural studies on zinc (II) complexes with 2-

benzoylpyridine-derived hydrazones. *Inorganica Chimica Acta*. 2009 May 15;362(7):2117-22.