

تحضير، تشخيص وتقييم الفعالية الحيوية لمعدّات الخارصين (II)، الكادميوم (II)، الزئبق (II) الحاوية على مشتقات البنزايמידازول المحضرة من تفاعل من المركب 4-مثيل-O- فنيل ثنائي الأمين مع حامض الكلوتاريك

ميامي حسين علي، جامعة سامراء- قسم الكيمياء- كلية التربية- جامعة سامراء - العراق

Email : miami.hu.ali@uosamarra.edu.iq ; Mobile +9647735889730

ORCID : <https://orcid.org/0000-0001-7801-3619>

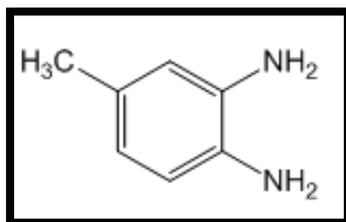
ايمان عبد الواحد عثمان، جامعة سامراء- قسم الكيمياء - كلية التربية- جامعة سامراء - العراق
Received: 13/5/2022 Accepted: 5/7/2022 Published: August 2022

الخلاصة

تم تحضير وتشخيص ودراسة الفعالية البيولوجية لمعدّات الخارصين (II) والكادميوم (II) والزنك (II) والحاوية على ليكاندات محضرة ، اذ تم تحضير الليكاند الاول L1 المشتق من تفاعل 1mmol من المركب 4-مثيل-O- فنيل ثنائي الأمين مع 1mmol من حامض الكلوتاريك وكذلك تحضير المعدّات ذات الصيغة $[M(L1)_2]$ مع الايونات الفلزّية الثنائية الزنك ، الكادميوم ، الزئبق وبنسبة (1:2). تم التوصل إلى الاشكال الهندسية لليكاندات والمعدّات المحضرة عن طريق التحليل الدقيق للعناصر ، وطيف الاشعة تحت الحمراء ، طيف الاشعة فوق البنفسجية- المرئية ، طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ، وطيف الكتلة وبينت النتائج ان جميع المعدّات المحضرة أعطت شكلاً هندسياً رباعي السطوح . تم دراسة الفعالية البكتيرية لليكاندات والمعدّات المحضرة باستخدام نوعين من البكتيريا *E.coli* و *Bacillus species* اذ أثبتت قدرة اغلبها على تثبيط البكتريا المنتخبة.
الكلمات الدلالية: مثيل اورثوفنيلين ثنائي الأمين ، حامض الكلوتاريك

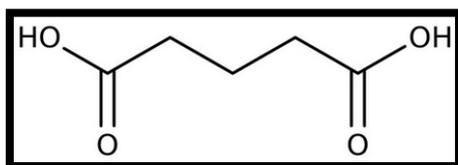
المقدمة

مثيل اورثوفنيلين ثنائي الأمين هو مركب مائل إلى اللون البني الارجواني ذو بلورات صلبة وله الصيغة الجزيئية $(C_7H_{10}N_2)$ وله الكتلة المولية $122.17g/mol$ ⁽¹⁾ ان هذا المركب مادة سامة عند استنشاقه أو عند ابتلاعه وهو مادة مهيجة للجلد والعين , ويذوب في الماء والكحول والايثر , وعند تسخينه إلى درجات حرارة عالية يتسبب في انبعاث اكاسيد سامة من النيتروجين وهو مركب يستخدم في صناعة الاصباغ , وإن درجة انصهاره هي $89.5^{\circ}C$ ودرجة غليانه هي $265^{\circ}C$ ⁽¹⁾. والشكل (1) يوضح تركيب 4-methyl-O-Phenylenediamine:



الشكل 1 : تركيب 4-methyl-O-Phenylenediamine

حامض الكلوتاريك Glutaric acid هو مركب عضوي ذو الصيغة $C_5H_8O_4$ أو $C_3H_6(COOH)_2$ وزنه الجزيئي 132.12 g/mol وينصهر عند درجة حرارة 95 – 98 م° وهو قابل للذوبان في الماء بنسبة ضئيلة في درجة حرارة الغرفة ويمكن تحضيره من تفاعل مركب البيوتيرولاكتون مع سيانيد البوتاسيوم لإعطاء مزيج البوتاسيوم الكربوكسيلي النتريلي الذي يتحلل بالماء إلى حامض ثنائي بدلاً من ذلك (2) والشكل (2) يوضح تركيب حامض الكلوتاريك



الشكل 2: الصيغة التركيبية لحامض الكلوتاريك

المواد وطرق العمل

الأجهزة الطيفية والفيزيائية والحيوية المستعملة

استعملت الأجهزة الآتية في القياسات الطيفية والفيزيائية والحيوية لليكاندات والمعقدات المحضرة

وهي:

Melting Point جهاز درجة الانصهار

قيست درجة الانصهار باستعمال جهاز قياس درجة الانصهار Melting Point Digital Advanced SMP30 المجهز من شركة Stuart-United Kingdom ، في جامعة سامراء/ كلية التربية/ مختبرات قسم الكيمياء.

مطيافية الأشعة تحت الحمراء (FT – IR)

Infrared Spectrophotometry

سُجّلت أطيف الأشعة تحت الحمراء لليكاندات ومعقداتها المحضرة باستعمال جهاز Shimadzu FTIR 8300 series ضمن المدى $4000-400\text{ cm}^{-1}$ باستعمال اقراص بروميد البوتاسيوم (KBr) في مختبرات كلية التربية-قسم الكيمياء / جامعة سامراء.

مطيافية الرنين النووي المغناطيسي للبروتون $^1\text{H-NMR}$

Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectrometry

تم تسجيل أطيف $^1\text{H-NMR}$ لليكاندات وبعض المعقدات المذابة في $(\text{DMSO}-d^6)$ باستخدام جهاز من نوع Bruker 300 MHz باستخدام نموذج قياسي هو رباعي ميثيل السيليكون (TMS) تم تسجيل العينات في (A.F.C.S = هيئة الطاقة الذرية) في دمشق - سوريا.
أطيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية

UV-Visible Spectrophotometry

تم فحص أطيف UV-Vis للمعقدات باستخدام UV-Vis. مقياس الطيف الضوئي ، UV-1800 شيمادزو بواسطة خلية كوارتز 1.0 سم من الطول الموجي (190-1000 نانومتر). تم اذابة جميع المعقدات في الإيثانول. أجريت القياسات في مختبرات وزارة العلوم والتكنولوجيا ، بغداد ، العراق.

التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N.S) Micro elemental analysis

تم إجراء تحليل الكربون والهيدروجين والنيتروجين والمركبات في (A.F.C.S هيئة الطاقة الذرية) في دمشق - سوريا.

التوصيلية المولارية Molar Conductivity

تم الحصول على قياسات التوصيلية باستخدام مقياس التوصيل WTW عند 25 درجة مئوية بتركيز $10^{-3} \times M1$. تم إذابة جميع المعقدات في DMSO وتم تنفيذ القياسات في قسم الكيمياء بكلية العلوم للبنات جامعة بغداد .

جهاز قياس الامتصاص الذري

تم قياس المحتوى المعدني باستخدام جهاز الامتصاص الذري بواسطة مقياس طيف انبعاث اللهب Shimadzu A.A 620. أجريت القياسات في مختبرات وزارة العلوم والتكنولوجيا ، بغداد ، العراق. تم استخدام المحاليل القياسية لكلوريدات المعادن للمعايرة ، تم هضم وزن محدد للمركبات الصلبة بمزيج (5 مل) من HNO_3 المركز وحامض النيركلوريك ، اذ تكرر هذا عدة مرات حتى تحللت جميع المواد العضوية تمامًا. تم تبخير خليط التفاعل حتى التجفيف. بعد التبريد ، تمت إذابة الملح المتبقي في ماء منزوع الأيونات.

قياس محتوى الكلور

تم تحديد محتوى الكلور في المعقدات المحضرة باستخدام جهاز 665-titroprocessor-686 dosimat metrohm swiss, أجريت القياسات في مختبرات وزارة العلوم والتكنولوجيا ، بغداد ، العراق.

مطيافية الكتلة LC-Mass Spectrometry

تم تسجيل أطياف الكتلة LC-MS QP50A بواسطة جهاز مطياف شيمادزو (E170Ev) ، في هيئة الطاقة الذرية (A.F.C.S) في دمشق – سوريا

الميزان الكهربائي Electrical Balance

ضبطت الأوزان المطلوبة من الليكاند وأملاح الايونات الفلزية والمواد الأخرى المستعملة بالميزان الكهربائي الحساس ذي المراتب العشرية الأربع نوع RADWAG WAGI ELEKTRONICZNE موديل AS220-X في مختبرات كلية العلوم التطبيقية / جامعة سامراء.

المسخن والمحرك المغناطيسي

Hotplate and magnetic stirrer

استعمل جهاز المسخن الكهربائي والمحرك المغناطيسي من نوع HP-3000-Lapb Competitions المجهد من قسم الكيمياء / كلية التربية - جامعة سامراء.

جهاز التعقيم (الموصدة) Autoclave

تم تعقيم الوسط الزراعي بجهاز الموصدة تحت درجة حرارة $121^{\circ}C$ وضغط 1.5 bar في مختبرات الشركة العامة للصناعات الدوائية سامراء والمجهد من قبل شركة Germany .

الحاضنة

استعملت لوضع الاطباق الحاوية على المركبات والبكتيريا وبدرجة حرارة $37^{\circ}C$ في مختبرات الشركة العامة للصناعات الدوائية سامراء والمجهد من قبل شركة Germany .

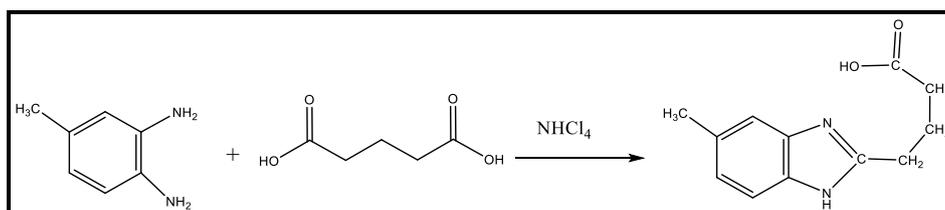
جهاز Zone reader

استخدم لقياس اقطار مناطق تثبيط النمو الميكروبي والمجهد من قبل شركة Germany في مختبرات الشركة العامة للصناعات الدوائية سامراء.

تحضير الليكاندات

اولا : تحضير الليكاند L1 (الشكل 3)

في دورق دائري اذيب (0.132g /1mmol) من حامض الكلوتاريك في (10 ml) من الايثانول المطلق مع التحريك المستمر لدقائق عديدة ، اضيف (0.122g/1mmol) من المركب 4-methyl-O-Phenylenediamine المذاب في (10 ml) من الايثانول المطلق بشكل تدريجي وبعد ذلك اُضيف إلى المزيج كلوريد الامونيوم بشكل تدريجي وصُعد مزيج التفاعل عكسيا في حمام مائي لساعتين, وبعد التأكد من انتهاء وقت التفاعل بُرد مزيج التفاعل وتم الحصول على راسب ابيض , رُشح وتم غسله واعادة بلورته بالايثانول وتم تجفيفه فكانت النسبة المئوية (85%)^(3,4).



الشكل 3: معادلة تحضير الليكاند

ثانيا : تحضير المعقدات [M(L1)₂]

تم تحضير جميع المعقدات بنفس تحضير معقد الزنك وذلك من اضافة (0.172 g /1mmol) لكل من كلوريد الزنك المائي وكلوريد الكاديوم وكلوريد الزنك كلا على حده و المذابة في 10 ml من الكحول الايثيلي إلى (0.0.436 g,2mmole) من الليكاند L₁ المذاب في 10ml من الكحول الايثيلي بصورة تدريجية مع التحريك المستمر ترك المزيج في عملية التصعيد العكسي لساعتين وبدرجة حرارة 60 °C رشح المحلول وهو ساخن للحصول على الراسب وغسل بالايثانول واعادة بلورته ثم جفف ووزن فكانت النسبة المئوية 80% وكما مبين في الجدول (1) الاملاح الفلزية المستعملة في تحضير المعقدات والصيغ الجزيئية ودرجة انصهارها والوان المعقدات المحضرة والنسبة المئوية⁽⁵⁾.

جدول 1: الخواص الفيزيائية للمعقدات المحضرة

المعقدات المحضرة ذات الصيغة الكيميائية [M(L ₁)] بنسبة (1:1)					
No.	Metal salt	Complexes	M.P°C	Color	Yield %
1	ZnCl ₂ .2H ₂ O	[ZnL ₁]	261-263	light pink	80
2	CdCl ₂	[CdL ₁]	181-184	light pink	78
3	HgCl ₂	[HgL ₁]	287-291	light pink	85

طيف الاشعة تحت الحمراء لليكاند (L1)

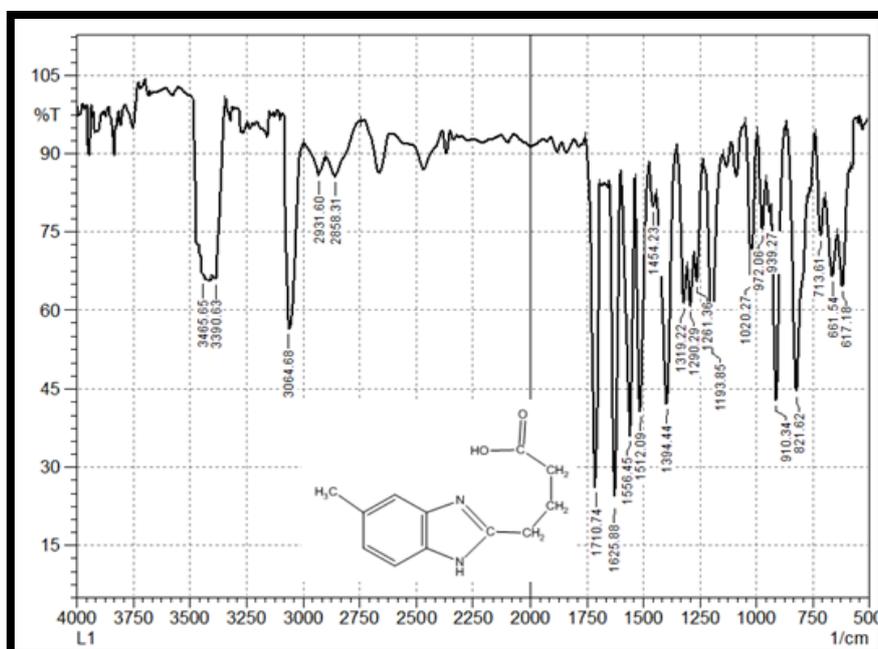
يلاحظ من الجدول 2 والشكل (4) لطيف الاشعة تحت الحمراء لليكاند المحضر الاول (L1) اختفاء مجاميع وظهور مجاميع جديدة وكذلك ظهور ازاحات مختلفة عند مقارنة طيف الليكاند المحضر مع اطيف الاشعة تحت الحمراء للمواد المتفاعلة ، تبين من الطيف اختفاء قمم NH₂ وظهور قمة عريضة ذات شدة متوسطة تحتوي على ترددتين الاول عند 3465cm⁻¹ لمجموعتي OH الامتطاطية ، اما التردد

الامتطاطي الثاني فيعود الى مجموعة NH الامايدية عند التردد 3390cm^{-1} (6) اما التردد الانحنائي لها فظهر بقمة حادة قوية الشدة عند التردد 1556cm^{-1} ، بالنسبة للتردد 1625cm^{-1} فيعود الى مجموعة $\text{C}=\text{N}$ لحلقة البنزاميدازول ، كذلك ظهرت مجموعة $\text{C}=\text{O}$ عند التردد 1710cm^{-1} (7) ، وظهرت حزمة CH الالفاتية عند التردد 2931cm^{-1} أما 3064cm^{-1} (8,9) .

التحليل الدقيق للعناصر وقياس محتوى الكلور والامتصاص الذري للبيكاندات والمعقدات المحضرة شخضت المعقدات المحضرة بواسطة التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N), وقياس نسبة الفلز باستعمال تقنية الامتصاص الذري (Atomic Absorption) للزنك (II) والكاديوم (II) والزنابق (II), وتم قياس محتوى الكلور, و بينت النتائج ان تقارب القيم العملية المستحصلة مع القيم النظرية المحسوبة تدعم صحة الصيغ المقترحة للمركبات الناتجة وبالتالي صحة تكوين المعقدات المحضرة, كما موضح في الجدول (3)

جدول 2: قيم ترددات الاشعة تحت الحمراء لليكاندات المحضرة مقاسة ب cm^{-1}

Ligands	OHv	NH ₂ v sy-asy	NHv Amide	NHδ Amide	v C=O	v C=N	CHv Ar.	CHv aliph
4-methyl-o-phenyl-diamine	----	3405-3377	----	1627	----	----	3004	2987
Glutaric acid	3351	----	----	----	1744	----	----	2983
L1	3465	----	3390	1556	1710	1625	3064	2931



الشكل 4 : طيف الاشعة تحت الحمراء لليكاند المحضر L1

الجدول 3: التحليل الدقيق للعناصر وقياس محتوى الكلور والامتصاص الذري

Com.	M. Wt	C	H	N	M	Cl
L1		66.34	6.38	12.92	-	
C ₁₂ H ₁₄ N ₂ O ₂	218	66.40	6.47	12.84	-	
L1+Zn (2:1)		57.22	5.15	11.17	15.74	Nil
C ₂₄ H ₂₆ N ₄ O ₄ Zn	500	57.67	5.24	11.21	12.80	
L1+Cd (2:1)		52.11	4.69	10.31	20.35	Nil
C ₂₄ H ₂₆ CdN ₄ O ₄	547	52.71	4.79	10.24	20.55	
L1+Hg (2:1)		45.29	4.09	8.87	31.41	Nil
C ₂₄ H ₂₆ HgN ₄ O ₄	635	45.39	4.13	8.82	31.58	

* القيم باللون الاسود هي القيم العملية * القيم باللون الاحمر هي القيم النظرية

التوصيلية المولارية للمعقدات المحضرة

تم قياس التوصيلية المولارية للمعقدات المحضرة عند تركيز (10⁻³ مولاري) في مذيب ثنائي مثيل سلفوكسايد (DMSO) عند درجة حرارة المختبر لمعرفة الصيغ الأيونية للمعقدات كما هو موضح في الجدول (4).

اختبار الذوبانية

تم اختبار ذوبانية المعقدات المحضرة في مذيبات مختلفة قطبية وغير قطبية كما هو موضح في الجدول (5) إذ يبين اختلاف ذوبانية المعقدات في المذيبات المختلفة.

طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقدات المحضرة

طيف المعقدات المحضرة [M(L1)₂]

شخصت المعقدات المحضرة عن طريق متابعة أطراف الأشعة تحت الحمراء لها ومقارنتها مع أطراف IR لليكاند L₁، لوحظ عن طريق المقارنة انزياح بعض الحزم وظهور حزم جديدة مع تغير في شكل وشدة حزم أخرى وما في الجدول (6) والشكل (5) الذي يوضح طيف احد المعقدات المحضرة .

الطيف الإلكتروني لليكاند L1 والمعقدات [ML1]

أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية-المرئية لليكاند المحضر (L1) كما في الشكل (6) قمتي امتصاص احدهما عالية الشدة عند طول موجي (270) 37037.0cm⁻¹ وناوميتتر فنتاجة عن الانتقال الإلكتروني (π→π*) واخرى واطئة الشدة عند الطول الموجي (237) نانوميتتر 32573.2 cm⁻¹ فنتاجة عن الانتقال الإلكتروني (π→π*)، اما القمة الأخيرة عالية الشدة عند طول موجي (307) نانوميتتر cm⁻¹ 42194.0¹ فنتاجة عن الانتقال الإلكتروني (π→π*) (10).

بين الشكل (7) طيف الأشعة فوق البنفسجية-المرئية للمعقد المحضر [Cd(L1)₂] قمتي امتصاص عالية الشدة عند طول موجي (310) نانوميتتر 32258.0cm⁻¹ فنتاجة عن الانتقال الإلكتروني (π→π*) والاخرى عند الطول الموجي (336) نانوميتتر 29761.9cm⁻¹ فنتاجة عن الانتقال الإلكتروني (n→π*) . اما بالنسبة للقمة التي ظهرت عند (437) نانوميتتر 22883.2cm⁻¹ فتعود الى طيف انتقال الشحنة C.T (M→L) (11-12).

أما بالنسبة الى طيف المعقد [Hg(L1)₂] فقد بين قمتي امتصاص احدهما عالية الشدة عند طول موجي (245) 40816.3cm⁻¹ فنتاجة عن الانتقال الإلكتروني (π→π*) واخرى عالية الشدة

عند الطول الموجي (226) نانوميتر 44247.7 cm^{-1} فنتيجة عن الانتقال الإلكتروني ($\pi \rightarrow \pi^*$)، اما القمة الأخرى عالية الشدة عند طول موجي (285) نانوميتر 35087.7 cm^{-1} فنتيجة عن الانتقال الإلكتروني ($\pi \rightarrow \pi^*$) ، اما بالنسبة للقمة متوسطة الشدة التي ظهرت عند (416) نانوميتر 24038.4 cm^{-1} فتعود الى طيف انتقال الشحنة C.T ($M \rightarrow L$) والشكل (9) يبين الطيف الإلكتروني للمعقد $[\text{Hg}(\text{L}1)_2]^{12}$.⁽¹³⁾ أما الجدول (7) يوضح معطيات الطيف الإلكتروني لليكاندات وبعض المعقدات المحضرة⁽¹³⁾.

الجدول 4: قيم التوصيلية الكهربائية المولارية للمعقدات المحضرة

Comp. No.	Complexes	Λ_m ($\text{Ohm}^{-1} \text{ Cm}^2 \text{ mole}^{-1}$) DMSO	Λ_m
1	$[\text{Zn}(\text{L}1)_2]$	9	Non electrolyte
2	$[\text{Cd}(\text{L}1)_2]$	13	Non electrolyte
3	$[\text{Hg}(\text{L}1)_2]$	18	Non electrolyte

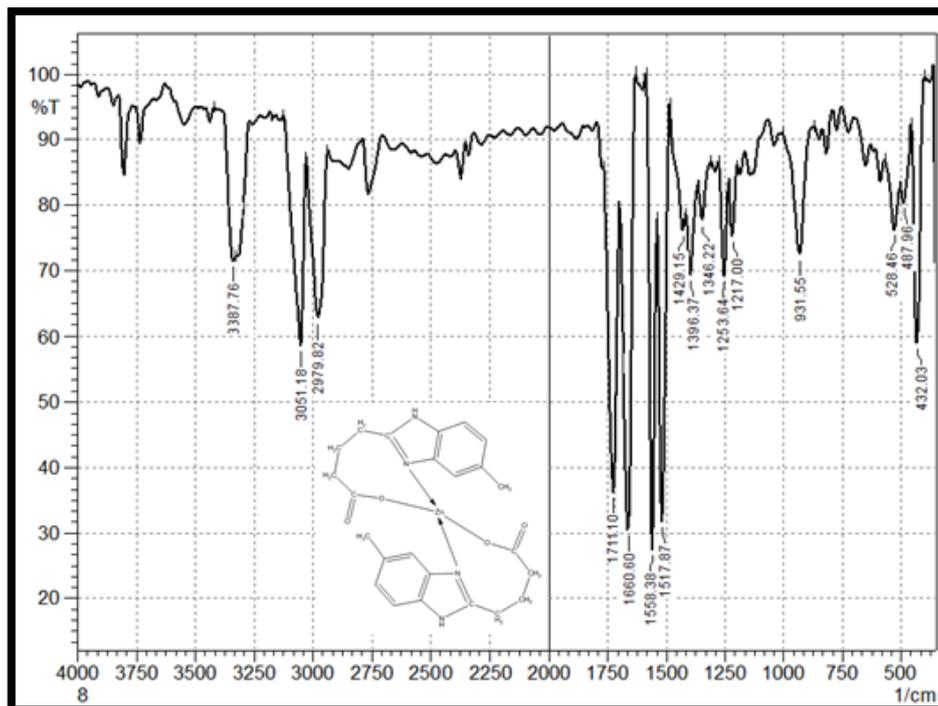
الجدول 5: يبين ذوبانية المعقدات المحضرة في مذيبات مختلفة

Complexes	MeOH	EtOH	H ₂ O	C ₆ H ₆	C ₄ H ₁₀ CO	CHCl ₃	DMF	DMSO
$[\text{Zn}(\text{L}1)_2]$	+	+	-	÷	-	÷	+	+
$[\text{Cd}(\text{L}1)_2]$	+	+	-	-	-	÷	+	+
$[\text{Hg}(\text{L}1)_2]$	+	+	-	÷	-	÷	+	+

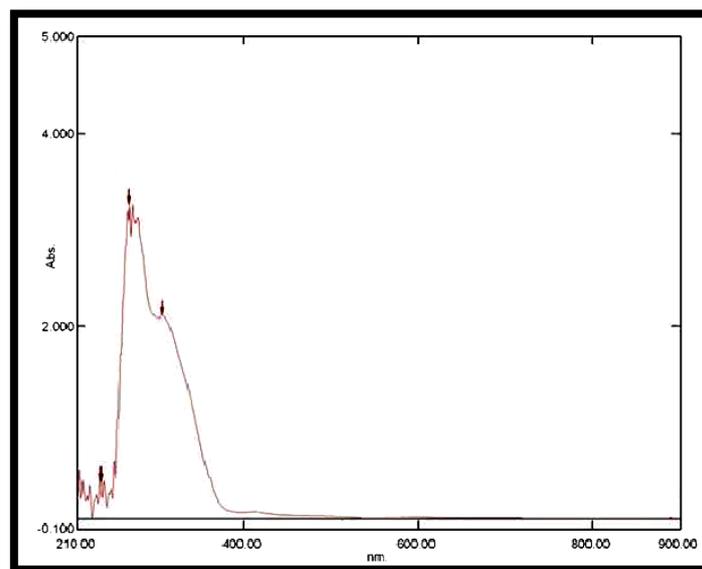
Where (+) =soluble , (-) =insoluble , (÷) =sparingly

الجدول 6: معطيات طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقدات المحضرة $[\text{M}(\text{L}1)_2]$

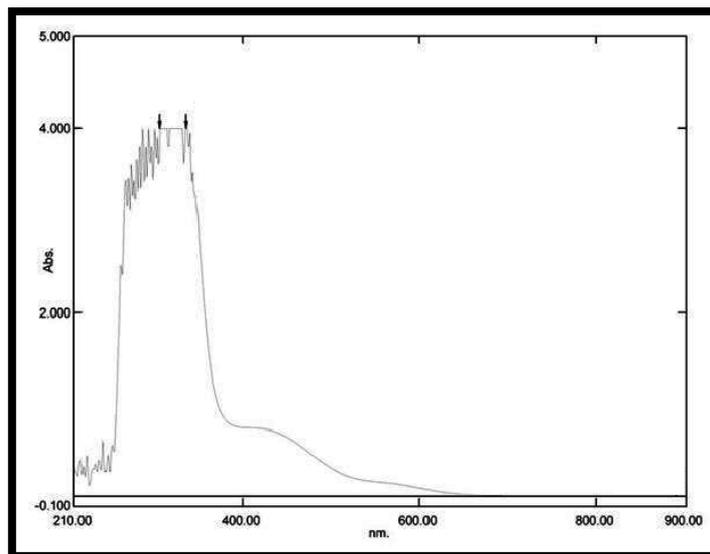
Com.	OHv	vNH Amide	$\delta\text{C}=\text{N}$	C=O Acid	CH v Ar	CH v Aliph	δNH Amide	M-N	M-O
L1	3465	3390	1625	1710	3064	2931	1556	----	----
$[\text{ZnL}1]$	----	3387	1660	1711	3051	2979	1558	487	432
$[\text{CdL}1]$	----	3388	1662	1714	3041	2948	1560	487	433
$[\text{HgL}1]$	----	3392	1672	1716	3055	2979	1560	518	466



الشكل 5: طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد المحضر [Zn(L1)₂]



الشكل 6: طيف الاشعة فوق البنفسجية - المرئية للليكاند (L1)



الشكل 7: طيف الاشعة فوق البنفسجية - المرئية للمعقد $[Cd(L1)_2]$

طيف الرنين النووي المغناطيسي لبروتونات الليكاندات وبعض المعقدات المحضرة

أولاً : طيف الرنين النووي المغناطيسي لبروتونات الليكاند (L1)

اظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ^1H-NMR لليكاند المحضر (L1) والمقاس في مذيب $DMSO-d_6^{(16-14)}$ والمبين في الشكل (8) الآتي :

- , 6H منفردة 1-Ar-CH₃ = (3.396 ppm)
- , 4H ثلاثية 2-CH₂ = (3.199 – 3.307 ppm)
- , 4H متعددة 3-CH₂ = (2.940 – 3.383 ppm)
- , 4H ثلاثية 4-CH₂ = (1.800 – 2.123 ppm)
- , 2H منفردة 5-OH = (11.097 ppm)
- , 2H منفردة 6-NH-C= (3.39 ppm)
- , 2H منفردة 7-CH aromatic = (7.008 – 7.112 ppm)
- , 2H مزدوجة 8-CH aromatic = (7.236 – 7.757 ppm)
- , 2H مزدوجة 9-CH aromatic = (7.805 – 7.908 ppm)

ثانياً : طيف الرنين النووي المغناطيسي لبروتونات المعقد $[Hg(L1)_2]$

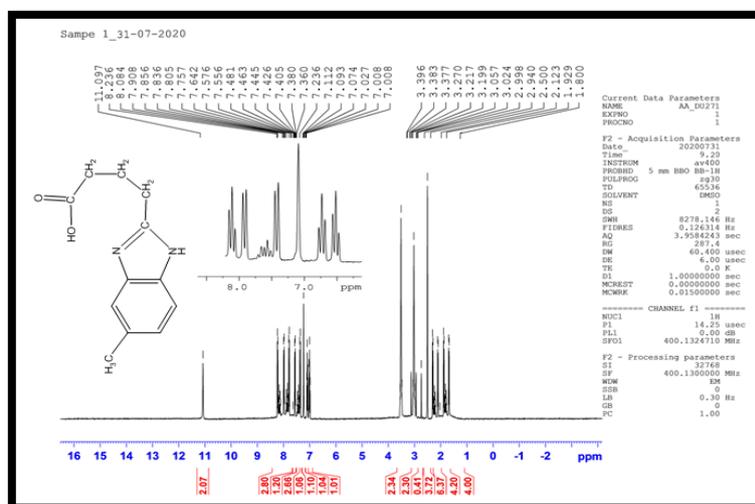
اظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ^1H-NMR للمعقد المحضر والمقاس في مذيب $DMSO-d_6^{(16-14)}$ والمبين في الشكل (11) الآتي :

- , 6H منفردة 1-Ar-CH₃ = (3.392 ppm)
- , 4H ثلاثية 2-CH₂ = (3.199 – 3.307 ppm)
- , 4H متعددة 3-CH₂ = (2.920 – 3.357 ppm)
- , 4H ثلاثية 4-CH₂ = (1.824 – 2.143 ppm)

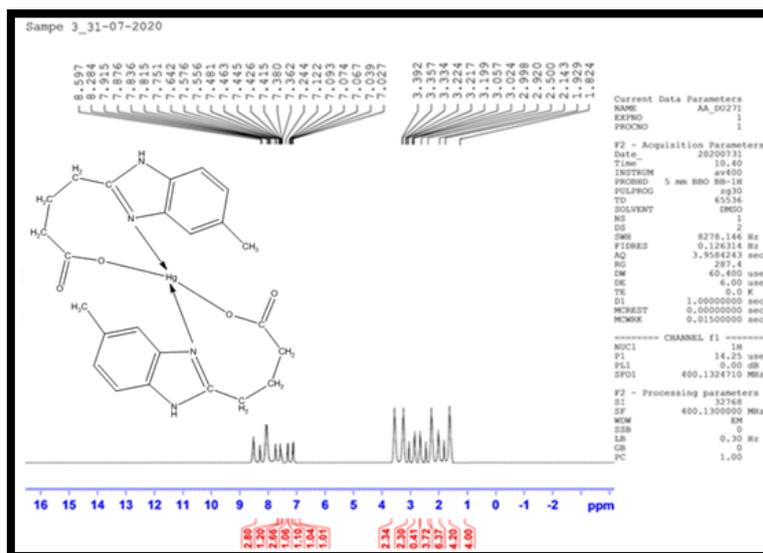
, 2H منفردة 6- NH-C = (3.392 ppm)
, 2H منفردة 7- CH aromatic = (7.027 – 7.122 ppm)
, 2H مزدوجة 8- CH aromatic = (7.244 – 7.556 ppm)
, 2H مزدوجة 9- CH aromatic = (7.576 – 7.915 ppm)

الجدول 7: معطيات طيف الاشعة فوق البنفسجية-المرئية للمركبات المحضرة

L+Com.	ABS	λ (nm)	ν (cm ⁻¹)	ϵ_{\max} L.mol ⁻¹ .cm ⁻¹	Assignments
L1	2.114	307	32573.2	2114	$\pi \rightarrow \pi^*$
	3.263	270	37037.0	3263	$\pi \rightarrow \pi^*$
	0.399	237	42194.0	399	$\pi \rightarrow \pi^*$
Cd(L1) ₂ 1:2	4.000	310	32258.0	4000	$\pi \rightarrow \pi^*$
	4.000	336	29761.9	4000	$n \rightarrow \pi^*$
	0.865	437	22883.2	865	C.T
Hg(L1) ₂ 1:2	2.206	226	44247.7	2206	$\pi \rightarrow \pi^*$
	3.901	245	40816.3	3901	$\pi \rightarrow \pi^*$
	4.007	285	35087.7	4007	$\pi \rightarrow \pi^*$
	1.059	416	24038.4	1059	C.T



الشكل 8: طيف الرنين النووي المغناطيسي لبروتونات الليكاند L1



الشكل 9: طيف الرنين النووي المغناطيسي لبروتونات المعقد $[Hg(L1)_2]$

تبين عن طريق قياسات طيف الاشعة تحت الحمراء ، والطيف الالكتروني ، طيف الرنين النووي المغناطيسي ، وطيف الكتلة ، والقياسات الفيزيائية ، وقياس التحليل الدقيق للعناصر وقياسات الامتصاص الذري وقياس محتوى الكلور ان الشكل الهندسي لليكاندات والمعقدات المحضرة تبينت عن طريق الآتي :

الفعالية الحيوية لليكاندات والمعقدات المحضرة ضد بكتيريا *Bacillus pimlico* الليكاند L1 ومعقداته $[M(L1)_2]$ المحضرة

يوضح الجدول (8) الفعالية البكتيرية للمعقدات المحضرة ضد بكتيريا *Bacillus pimlico* بالمقارنة مع المحلول القياسي اذ تبين عن طريق ملاحظة نتائج المعقدات في كل من (A,B,C) ان اعلى تثبيط ظهر في المعقد $[Hg(L1)_2]$ بالمقارنة مع نتائج المعقدين الآخرين والليكاند L1 وكذلك لوحظ انه اعلى تثبيط من المحلول القياسي

الجدول 8: الفعالية الحيوية لليكاند L1 ومعقداته المحضرة $[M(L1)_2]$ ضد بكتيريا

Bacillus pimlico

N.	Complexes	A	B	C
----	St	19.9	18.5	17.9
----	L1	12.4	11.6	11.1
12	$[Zn(L1)_2]$	13.4	13.5	13.2
16	$[Cd(L1)_2]$	15.7	16.0	15.9
2	$[Hg(L1)_2]$	20.0	20.1	21.0

A,B,C = تراكيز الليكاند والمعقدات محضرة بـ 1 ملغم من كل تركيز في 1 مل ماء مقطر

الليكاند L1 ومعقداته المحضرة [M(L1)₂]

يوضح الجدول (9) الفعالية البكتيرية للمعقدات المحضرة ضد بكتيريا *E. coli* بالمقارنة مع المحلول القياسي اذ تبين عن طريق ملاحظة نتائج المعقدات في كل من (A,B,C) ان اعلى تثبيط ظهر في المعقد [Hg(L1)₂] بالمقارنة مع نتائج المعقدين الآخرين والليكاند L1 وكذلك لوحظ انه اعلى تثبيط من المحلول القياسي وان فعالية المحلول القياسي هي صفر في التراكيز الثلاث المكررة.

الجدول 9: الفعالية الحيوية لليكاند L1 ومعقداته المحضرة [M(L1)₂] ضد بكتيريا *E. coli*

N.	Complexes	A	B	C
----	St	0.00	0.00	0.00
----	L1	13.1	12.9	13.0
12	[ZnL1]	0.00	0.00	0.00
16	[CdL1]	13.3	13.0	12.9
2	[HgL1]	20.0	20.1	21.3

A,B,C = تراكيز الليكاند والمعقدات محضرة بـ 1 ملغم من كل تركيز في 1 مل ماء مقطر

الاستنتاجات

- 1- سهولة تحضير الليكاند (L1) من خلال تفاعل الحوامض الكربوكسيلية (الكلواريك) مع 4-مethyl-O- فنيل ثنائي الامين .
- 2- اتسمت هذه المعقدات بأنها صلبة ولا تتأثر بالرطوبة والهواء والضوء علاوة على درجات انصهارها العالية مما يشير إلى استقراريتها العالية .
- 3- بينت أطياف الأشعة فوق البنفسجية- المرئية لمعقدات الليكاندات المحضرة اختلافاً في قمم الامتصاص مما قد يشير إلى إمكانية استعمالها في التقدير الطيفي للعناصر المدروسة. أما أطياف الأشعة تحت الحمراء للمعقدات فقد عانت من تغيرات في بعض الحزم فيما اختفت في البعض الآخر عند مقارنتها بأطياف الليكاندات الثلاث المحضرة.
- 4- تبين من خلال قياسات الأشعة تحت الحمراء وطيف الأشعة فوق البنفسجية المرئية ، وطيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون وطيف الكتلة ، والتحليل الدقيق للعناصر ان الليكاندات الثلاث المحضرة تسلك كليكاندات ثنائية السن مع جميع الأيونات الفلزية المستخدمة .
- 5- إن للمعقدات المحضرة فعالية ضد البكتيريا المستخدمة وتدرج قيمة التثبيط من العالية إلى المتوسطة.

المصادر

- 1- Haynes WM, William M. CRC Handbook of Chemistry and Physics. CRC Press, 2016; 97th ed: PP. 5–89.
- 2- Sun M, Ricker K, Osborne G, Schmitz R. Diaminotoluenes (DATs). Diaminotoluene (mixed) are chemicals listed as causing cancer. Reproductive and Cancer Hazard Assessment Branch Office of Environmental Health Hazard Assessment California Environmental Protection Agency, 2015.
- 3- Demitars GC, Russ CR, Salmon TF, Weber JH, Weiss GS. Inorganic Chemistry, Englewood Cliffs, 1972; PP:279-282.
- 4- Zhang Z, Zheng D, Wan Y, Zhang G, Bi J, Liu Q, Liu T, Shi L. Selective Cleavage of Inert Aryl C–N Bonds in N-Aryl Amides, *Org J Chem*, 2018;83:1369–1376.
- 5- Ma B, Xie H, Li J, Zhan H, Lin K, Liu W. *Molec J Cat. A: Chemical*, 2016; 420:290 – 293.
- 6- Kaiser D, Maulide N. Making the least reactive electrophile the first in class: domino electrophilic activation of amides. *J Org Chem*, 2016; 81:4421–4428.
- 7- Hasan HA, Yousif EI, Al-Jeboori MJ. Metal-assisted assembly of dinuclear metal(II) dithiocarbamate Schiff-base macrocyclic complexes: Synthesis and biological studies, *Global J Inorg Chem*, 2012;3(10):1-7.
- 8- Hasan HA, Yousif EI, Al -Jeboori MJ. *Global J Inorg Chem*. 2012;3:1-7.
- 9- Kathiresan A, Srinivasan K, Brinda S, Nethaji M, Govindarajan S, *Transit Met Chem*. 2012; 37:393-397.
- 10- Srinivasan K, Kathiresan A, Govindarajan S, Aughey JT, Harrison WTA, *Coord J Chem*. 2015; 67:857-869.
- 11- Chen ST, Guo WM, Zhang TL, *Coord J. Chem*. 2016; 69:2610-2619.
- 12- Silverstein RM, Bassler GC, Morrill TC. Spectroscopic identification of organic compounds. 4th Ed, John Wiley and Sons, NJ. USA.1981; PP:112-132.
- 13- Blumich, B. Essential NMR. Springer Berlin Heidelberg New York, Printed in Germany, 2005; PP:203-215.
- 14- Socrates G. Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies Tables and Charts, Wiley, 2004.

Synthesis, Characterization and Evaluation of Biological Activity of Complexes of Zinc (II), Cadmium (II), Mercury (II) Containing Benzimidazole Derivatives Prepared From the Reaction of 4-methyl-O-phenyldiamine with Glutaric Acid.

Miami Hussein Ali^{1*}, and Eman Abdul Wahid Othman²

¹University of Samarra , College of Education ,Department of Chemistry.
Email : miami.hu.ali@uosamarra.edu.iq ; Mobile +9647735889730.

²University of Samarra ,College of Education ,Department of Chemistry.

Abstract:

The biological activity of zinc (II), cadmium (II) and mercury (II) complexes was synthesized, diagnosed and studied, containing the prepared ligands. The first ligand L1 was prepared from the reaction of 1 mmol of 4-methyl-O-phenyldiamine with 1 mmol of glutaric acid. As well as preparing complexes of formula $[M(L1)_2]$ with binary metal ions zinc, cadmium, mercury in a ratio of (1:2). The geometric shapes of the prepared ligands and complexes were reached by careful analysis of the elements, the infrared spectrum, the ultraviolet-visible spectrum, the proton nuclear magnetic resonance spectrum, and the mass spectrum. The results showed that all the prepared complexes gave a tetrahedral geometric shape. The bacterial activity of the ligands and complexes prepared using two types of bacteria, E.coli and Bacillus subtilis, was studied, and most of them proved the ability of most of them to inhibit the selected bacteria.

Keywords: Methyl orthophenylene diamine, Glutaric acid