تحضير وتشخيص ودراسة الفعالية الحيوية لبعض معقدات العناصر الانتقالية وغير الانتقالية مع (أيون ليكاند -4- اماید ثنائي ثايو كارباميت N- (5- مثيل ازاوكسازول - 3 - يل) بنزين سلفون أماید)

أحمد ثابت نعمان
قسم الكيمياء/ كلية التربية للعلوم الصرفة (ابن الهيثم)/جامعة بغداد
سالم صلاح عبدالرزاق
قسم الكيمياء/ كلية العلوم / جامعة تكريت
استلم في:26/حزيران/2016، قبل في:4/كانون الأول/2016

الخلاصة

تضمن هذا البحث تحضير وتشخيص الليكاند الجديد [KL] : - **K** [4-{N-(5-methylisoxazol-3-yl) sulfamyl} phenyl carbamodithioate] المحضر من تفاعل سلفاميثوكسازول مع ثنائي كبريتيد الكاربون بوجود هيدروكسيد البوتاسيوم تحت التصعيد الارجاعي (لمدة اربع ساعات) وبإستعمال الميثانول كمذيب لينتج الليكاند المذكور انفاً تم تشخيص الليكاند المحضر باستعمال طيف الاشعة تحت الحمراء ، طيف الاشعة فوق البنفسجية - المرئية ، طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون اوللكاربون 13 ، طيف الكتلة ، قياس الموصلية المولارية ودرجة الانصهار. حضرت معقدات الليكاند [KL] مع عدد من ايونات العناصر الانتقالية وغير الانتقالية ثنائية التكافؤ [Mn^{+2} , Co^{+2} , Ni^{+2} , Cu^{+2} , Cd^{+2} , Zn^{+2} and Pd^{+2}] شُخصت جميع المعقدات المحضرة بالطرائق الطيفية (طيف الأشعة تحت الحمراء، طيف الاشعة فوق البنفسجية – المرئية) قياس محتوى الكلور ودرجة الانصهار فضلا عن التوصيلية المولارية والحساسية المغناطيسية . وجد ان الشكل الهندسي لجميع المعقدات المحضرة هو شكل رباعي السطوح ، بأستثناء معقد البلاديوم كان مربعا مستويا . دُرست الفعالية الحيوية لليكاند المحضر وبعض معقداته ضد نوعين من البكتريا المرضية المؤكد تشخيصها وهي سالبة لصبغة الكرام *"Escherichia Coli"* والموجبة لصبغة الكرام *"Staphylococcus aureus"* ومن خلال هذه الدراسة وجد أن المعقدات المحضرة تمتلك فعالية تثبيطية أعلى من الليكاند المحضر .

الكلمات المفتاحية : سلفاميثوكسازول ، رباعي السطوح، ثنائي كبريتيد الكاربون، الفعالية الحيوية ، ثنائي ثايو كارباميت .

المقدمة

السلفونااميدات هي مركبات كيميائية تستعمل في مجال الطب لمعالجة الاصابات الميكروبية التي تصيب الانسان ومن الاصناف المهمة للسلفونااميدات هو السلفاميثوكسازول[1]. ويعرف السلفاميثوكسازول بأنه مركب عضوي يكون على شكل مسحوق ابيض اللون مائل الى الاصفرار عديم الرائحة يتأثر بالضوء والحرارة والعوامل المؤكسدة القوية[2-3]. اما مركب ثنائي كبريتيد الكاربون الذي اكتشف من قبل العالم W.A.Lampadins في عام 1796 الذي يحضر من خلال تمرير بخار الكبريت على الفحم او الكوكا الحار الاحمركما في المعادلة

$$C + 2S\ (vapours) \longrightarrow CS_2 - 19.0 \rightarrow k.\ cals$$

كما ويحضر بطريقة اخرى تسمى طريقة Zahn's ومن اهم فوائده إذابة الكبريت واليود والفسفور الابيض والبروم والراتنج وكذلك يستعمل كمبيد للحشرات فضلا عن أهميته في صناعة الحرير الصناعي وccl_2 [4]. إن المركبات الحاوية على ذرة الكبريت تكون واسعة الانتشار ومركباتها بيّنة التناسق مع ايونات الفلزات الانتقالية لتعطي معقدات لها أهمية كبيرة في الكيمياء اللاعضوية والعضوية الفلزية وهذه الاهمية ناشئة عن خواصها المغناطيسية والكهربائية[5]تعتبر ليكاندات ثنائي الثايوكارباميت من الاصناف المهمة للمركبات العضوية التي تؤدي دوراً مهماً في الكيمياء اللاعضوية والعضوية[6] . تمتاز هذه الليكاندات بقدراتها على تكوين مركبات مستقرة مع العديد من الفلزات الانتقالية في عدة حالات اكسدة ومن ثم استعمالها في مدى واسع في الكيمياء اللاعضوية[7]. أما تحضير ليكاندات ثنائي الثايوكاربميت فيتم عن طريق مفاعلة ثنائي كبريتيد الكاربون مع أمين ثانوي بوجود قاعدة قوية مثل هيدروكسيد الصوديوم [8] كما في المعادلة

$$R2NH + NaOH + CS2 \longrightarrow R2NCS2Na + H2O$$

اما معقدات الثنائي ثايو كاربميت استعملت بمدى واسع في مجال الطب كتخليق الادوية المضادة للفطريات كذلك استعملت في المجال الزراعي كمبيدات للاعشاب الضارة والادغال والحشرات [9] وبالنظر لاهميتها اهتم الباحثون بتحضيرها اذ قام K.Venugopal وجماعته [10] بتحضير الليكاند 3-amino-9-ethyl Carbazole[AECZDTC]dithocarbamate ومعقداته مع النحاس (II) والروثنيوم(II) وكانت بنسبة (1:2) (ليكاند :فلز) بالاستناد الى قياسات FT-IR و ^{1}HNMR وUV-Vis بالاضافة الى قياس التوصيلية المولارية والفعالية الحيوية. إن الهدف من هذا البحث هو تحضير ليكاند جديد [KL] حاوي على مجموعة (KCS_2)مشتق من السلفا مع ثنائي كبريتيد الكاربون وكذالك تحضير معقدات جديدة لليكاند [KL] لبعض ايونات العناصر الانتقالية وغير الانتقالية ثنائية التكافؤ [Mn^{+2}, Co^{+2}, Ni^{+2}, Cu^{+2}, Cd^{+2}, Zn^{+2} and Pd^{+2}] من خلال التفاعل المباشر لاملاح كلوريدآت العناصر المنتقاة بالدراسة مع محلول الليكاند [KL] .

الجزء العملي

المواد المستعملة : أستعملت في هذه الدراسة المـواد الكيميائيــة والمذيبات المجهزة من الشركات العالمية والتي تميزت بنقاوتها العالية تتراوح بين %(98-99) .

الأجهزة المستعملة

تم تشخيص الليكاند ومعقداته المحضرة باستعمال عدة تقنيات طيفية ، إذ قيست درجات الانصهار باستعمال جهاز نوع (Stuart automatic melting point|SMP40|) ، وسجل طيف الاشعة تحت الحمراء باستعمال جهاز نوع (Shimadzu (8300) (FT-IR) Spectrophotometer) ضمن المدى cm^{-1} (4000– 400) و تم قياس طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{1}H,^{13}C-NMR باستعمال جهاز نوع (Ultra shield 300 MHZ ,Burker,Switzerland) باستعمال مذيب DMSO-d^6 وسجلت الازاحة الكيميائية بوحدات ppm(s) ، وقيست التوصيلية المولارية بجهاز (Philips pw-Digital). وسجل الطيف الالكتروني بجهاز (Shimadzu UV- 160- Spectrophotometer) ضمن المدى nm(200-1100) وقيس محتوى الكلور بجهاز (/ Metrohm 686-Titro Processor-665.Dosimat Swiss) ، وسجل طيف الامتصاص الذري بجهاز نوع (Emission Spectrophotometer Shimadzu (A-A680) F.A.A) اما طيف الكتلة فقد قيس باستعمال الجهاز(Shimadzu GCMSQPA 1000 spectrometer) ، كما وقيست الحساسية المغناطيسية باستعمال الجهاز(Brucker B.M6) ، وايضا أُجري التحليل الدقيق للعناصر C.H.N. باستعمال الجهاز (Perkin Elmer 2400 /USA).

تحضير الليكاند

اضيف ثنائي كبريتيد الكاربون (0.23 مل) وبشكل تدريجي مع التحريك المستمر الى محلول السلفاميثوكسازول (0.00395 مول،1غرام) المذاب في الايثانول(15 مل) كانت الدالة الحامضية(PH) تساوي (4) تلت هذه العملية عملية اضافة هيدروكسيد البوتاسيوم المذاب في الايثانول (15 مل) (0.00395مول , 0.2212 غرام) صعد المزيج لمدة اربع ساعات تم الحصول على راسب ابيض اللون بوزن (1.2342 غرام) وبنسبة %(85) ذات درجة أنصهار (105-107)°C.التركيب الكيميائي لليكاند موضح في الشكل (1) والخواص الفيزيائية له مدونة في الجدول (1) .

تحضير المعقدات

تم تحضير المعقدات الكليتية الصلبة اعتمادا على الظروف الفضلى التي تم التوصل اليها إذ كانت النسبة المولية (1:2) (الليكاند:فلز) لجميع المعقدات المحضرة أذ تم تحضير المعقد [$Mn(L)_2$] بأضافة محلول الليكاند (0.0006 مول،0.244 غرام) المذاب في الايثانول المطلق بصورة تدريجية مع التحريك المستمر إلى (0.000331 مول، 0.06569غرام) من كلوريد المنغنيز(II) المائي المذاب في الايثانول المطلق إذ تغير اللون لحظة المزج الى بني محمر بعد ذلك صعد المزيج لمدة ثلاثة ساعات وترك ليجف واعيدت بلورته بعدها تم حساب النسبة المئوية(73%) ودرجة الانصهار له C^0 (254-258) ، وبنفس الطريقة التي تم بها تحضير المعقد [$Mn(L)_2$] تم اعتمادها لتحضير المعقدات

[Co(L)$_2$](1),[Ni(L$_2$](2),[Cu(L)$_2$](3),[Zn(L)$_2$](4) , [Cd(L)$_2$](5) and [Pd(L)$_2$](6)

وباستخدام (0.0006 مول، 0.244غرام) من الليكاند وكميات الاملاح المستخدمة كما مذكور في جدول(2) والتركيب الكيميائي للمعقدات المحضرة موضحة في الشكل (2) والخواص الفيزيائية لها مدونة في الجدول (3) .

النتائج والمناقشة

طيف الاشعة تحت الحمراء (IR) وطيف الرنين النووي المغناطيسي (NMR)

شُخّص الليكاند [KL] بدراسة طيف الأشعة تحت الحمراء ومقارنته بأطياف الأشعة تحت الحمراء للمواد الأولية المستعملة في تحضيره. لوحظ ظهور حزمة امتصاص عند التردد $3224)cm^{-1}$ تعود الى [11] υ (C–NH). كما ظهرت حزمة امتصاص بتردد $3307)cm^{-1}$ تعود الى التذبذب الامتطاطي الى الأصرة υ (S-NH). واظهر الطيف حزمتي امتصاص عند cm^{-1} (1165،1302) تعود الى التذبذب الامتطاطي المتناظر وغير المتناظر للأصرة [12] υ(S=O).كما اظهر طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقدات المحضرة حزم امتصاص بحدود $1625–1622)cm^{-1}$ تعود الى الاصرة υ(C=N) لم يحصل بها تغير عما كانت عليه في طيف الليكاند الحر [KL]، وهذا دليل على عدم تناسق الايونات الفلزية مع الليكاند [KL] عن طريق ذرة النتروجين لمجموعة υ(C=N) [13] ، في حين حصل تغير واضح لتردد الحزمتان υ(C=S) للمط المتناظر وغير المتناظر كما موضح في الجدول (4) وهذا يدل على حصول التناسق من خلالهما، ومما يعزز هذا الارتباط هو ظهور حزم الامتصاص الضعيفة الشدة التي تعزى الى الاصرة υ(M–S) في المعقدات التي نظهرتحا (400) [14] . تم تدوين مواقع الحزم المميزة لليكاند المحضر والمعقدات المحضرة في الجدول (4) . درس طيف ^{1}H-NMR, ^{13}C لليكاند المحضر [KL] في مذيب $DMSO\text{-}d^6$، وأظهرالطيف إشارات مفردة تعود الى البروتونات وذرات والكاربون والنتائج مبينة في الجدول (5,6) .

طيف الكتلة

تم قياس طيف الكتلة لليكاند المحضر [KL] والموضح في الشكل (3)، تظهر قمة واضحة للايون الجزيئي (M^+=368.03) بشدة نسبية 10 % والذي يتوافق مع الصيغة المقترحة لليكاند المحضر ($C_{11}H_{10}KN_3O_3S_3$) .

الطيف الالكتروني والتوصيلية المولارية

اظهر الطيف الالكتروني لليكاند [KL] الموضح في الشكل (4) والجدول (7) حزمتي امتصاص الاولى عند (268)nm (37313 cm^{-1}) (ε_{max}=973$M^{-1}.cm^{-1}$) والثانية عند (330)nm (30303cm^{-1})(ε_{max}=1920$M^{-1}.cm^{-1}$) اعزيت هذه الحزم الى الانتقالات الالكترونية ($\pi\rightarrow\pi^*$) و ($n\rightarrow\pi^*$) على التوالي[15]. كما اظهرت الطيف الالكتروني للمعقدات المحضرة حزم الامتصاص الموضحة قيمها موضحة في الجدول(7)والشكل (5) لمعقد الكوبالت. سجلت التوصيلية المولارية للمعقدات المحضرة بتركيز 10^{-3}عند Λ_m $S.cm^2$ $molar^{-1}$ (1.4-3.1) باستعمال مذيب ثنائي مثيل سلفوكسيد (DMSO) ودرجة حرارة المختبر ومن هذه القيمة وجد ان جميع المعقدات المحضرة هي غير الكتروليتية وتم اقتراح الشكل الهندسي (رباعي السطوح) لجميع المعقدات المحضرة بأشتثناءمعقد البلاديوم كان الشكل الهندسي المتقرح له هو مربع مستوي وكما هو موضح في الشكل (2) .

قياسات الفعالية الحيوية

تمتاز معقدات الثنائي ثايو كاربميت بتأثيراتها البايولوجية [16-17] واستخدامها في العديد من البحوث الطبية،لذلك تم دراسة تأثير الليكاند والمعقدات المحضرة في هذا البحث على نوعين من البكتريا المرضية، واستخدم ثنائي مثيل سلفوكسيد (DMSO) كمذيب في هذهِ الدراسة، وقمنا بإجراء نموذج سيطرة (Control) للمذيب ودراسة تأثيرهُ على نمو البكتريا في نفس الظروف لتجنب تداخلات المذيب حيث تم زرع العينات على وسط Neutrient agar عند التركيز($1x\ 10^5$) مولاري لمدة 24 hours بدرجة $37\ c^0$ كما توضح الصور **(1a)** ، **(2a)** ، **(3b)** ، **(4b)** والجدول (8) يبين نتائج قدرة المركبات المحضرة على تثبيط نمو البكتريا ويتبين من النتائج بان الليكاند والمعقدات فعالة ولها القابلية على تثبيط نمو البكتريا باستثناء المعقد (5) له تثبيط اقل على البكتريا (*Escherichia coli*) والشكل(6) يوضح الفعالية التثبيطية لليكاند ولبعض المعقدات المحضرة.

المصادر

1-Goodman and Gilman,S. (2014) manual of pharmacology and Therapeutics883-889,.

2-British Pharmacopeia (2005) , The Requirements of the European Pharmacopoeia. 5thEd , CD – Rom.

3-British Pharmacopeia (2001) , The Requirements of the. European Pharmacopoeia 3rd Ed, CD – Rom.

4- MADAN ,R.D. (2011) in Satya Prakash's (MODERN INORGANIC CHEMISTRY) 981,982,983.

5- Chen, W.; Hwang, L.; Chen, W.; Organomet, J. Chem., 689(2004)2192.

6- Hogarth, G. transition metal dithiocarbamate,J,Inrog.Chem.,53,72-73,(2005).

7- Nabipour, H.Int.J.Nano.Dim,1(3),225-232,(2011).

8- Pauling, L. (1960) "The Nature of the Chemical Bond". 3rd Ed, Cornell University Press, Ithaca, N. Y..

9-Didarul, A.;Mohammad, N.and Rahman K.M.L. (2006) "Synthesis and Characterization of Dioxo-molybdenum(VI) complexes of Dithiocarbamates",J .Science .33(3).377-362.

10-k.Venugopal,k. Ramesh babu and J. Seeramulu, (2015) Pharmacy and pharmaceutical Sciences , chem. , 7(1) , 252-260.

11-Jain ,B.;Malik, S.; Sharma, N. and Sharma, DR.S. (2013) "Synthesis, Characterization and Antibacterial Studies of Co(II) and Fe(II) Complexes with Sulfamethoxazole Schiff Base",Asian Journal of Biochemical and Pharmaceutical Research,3,152-158 .

12- kindeel, A.S.;Dawood, I.J. and Aziz, M.R, (2013) . J. Baghdad for Sci., 10(2), 396.

13- Telia, A.C. and Obaleye , J.A (2010) J. Chem., 2(1),11-26,

14- Halli, M.B.; Patil, V.B.; Sumathi; R.B. and Mallikarjun, K. (2012) Synthesis, characterization and biological activity of mixed ligand metal (II) complexes derived from benzofuran-2-carbohydrazide schiff base and malonyldihydrazide", Dev Pharma Chemica,4(6), 2360-2367.

15-Anuradha,K. and Rajarel,R.,(2011),Internatiol Journal of Pharmacy & Technology, 2,2217.

16-Y.Qian ,G.Y.Ma,Y .Ynag, K. Chng, Q-Z. Zheng, W-J. Mao, L. Shi, J. Zhao and H-L.Zhu, (2010) Bioorganic and Medicinal. Chem, 18,4310-4316,.

17- Venugopal, K. and Sreemulu, J.; Iors, J. (2014) Journal of Applied. Chem, Issue12ver, 24-31.

جدول (1): بعض الخواص الفيزيائية لليكاند [KL]

Compound	Empirical formula	M.wt	Yield %	M.P °C	Color
[KL]	$C_{11}H_{10}KN_3O_3S_3$	367.51	85	(105-107)	اصفر فاتح

M.P= melting point

جدول (2): كميات الاملاح والليكاند المستخدمة في تحضير المعقدات مع النسبة المئوية للناتج

المعقدات	كمية الملح		كمية الليكاند		نسبة الناتج%
	عدد المولات	الوزن بالغرام	عدد المولات	الوزن بالغرام	
$[Mn(L)_2]$	0.000331	0.06569	0.0006	0.244	73
$[Co(L)_2]$	0.000331	0.0789	0.0006	0.244	**65**
$[Ni(L)_2]$	0.000331	0.0788	0.0006	0.244	**73**
$[Cu(L)_2]$	0.000331	0.0565	0.0006	0.244	**68**
$[Zn(L)_2]$	0.000331	0.0452	0.0006	0.244	**75**
$[Cd(L)_2]$	0.000331	0.1276	0.0006	0.244	**80**
$[Pd(L)_2]$	0.000331	0.0588	0.0006	0.244	**75**

جدول (3) :الخواص الفيزيائية وقياس طيف الامتصاص الذري للمعقدات وقياس نسبة الفلز لمعقدات الليكاند [KL]

No.	Formula	Color	M.P °C(d*)	Yield%	% Found/(calc)				% M Found/(calc)
					C	H	N	S	
L	[KL]	عسلي	(105-110)	85	53.26 (53.61)	3.63 (3.94)	15.71 (15.63)	17.37 (17.89)	—
1	$[Mn(L)_2]$	بني محمر	(254-258)	73	35.61 (35.87)	2.42 (2.63)	10.47 (10.46)	11.42 (11.97)	–
2	$[Co(L)_2]$	ازرق فاتح	(228-231)	65	30.87 (31.25)	2.57 (2.62)	9.35 (9.11)	10.36 (10.43)	6.34 (6.95)
3	$[Ni(L)_2]$	بني	(279-283)	73	34.30 (33.97)	2.78 (2.14)	9.88 (9.90)	11.47 (11.34)	6.12 (6.93)
4	$[Cu(L)_2]$	بني محمر	(125-130)	68	29.43 (29.37)	1.29 (1.85)	8.47 (8.56)	9.30 (9.80)	6.85 (7.46)
5	$[Zn(L)_2]$	بني غامق	(150-155)	75	33.96 (33.97)	2.07 (2.14)	9.32 (9.90)	11.52 (11.34)	–
6	$[Cd(L)_2]$	رصاصي غامق	(241-246)	80	29.40 (29.37)	1.75 (1.85)	9.06 (8.56)	9.93 (9.80)	–
7	$[Pd(L)_2]$	وردي	(268-272)	75	38.34 (38.34)	3.37 (3.22)	9.41 (9.94)	11.38 (11.37)	–

d*= decomposition temp. , M.P =Melting point; Calc =Calculated

جدول (4): حزم الامتصاص الرئيسية لأطياف الاشعة تحت الحمراء لليكاند والمعقدات المحضرة بوحدة cm^{-1}

Compound	υ(S-NH)	υ(C-NH)	υ(C =N)	υ_{as}(C=S) υ_{s}(C=S)	υ_{as}(S=O) υ_{s}(S=O)
Ligand [KL]	3307	3224	1622	1595 1093	1302 1165
$[Mn(L)_2]$	3381	3227	1622	1477 1082	1307 1167
$[Co(L)_2]$	3373	3226	1623	1481 1083	1309 1165
$[Ni(L)_2]$	3369	3223	1623	1477 1080	1309 1169
$[Cu(L)_2]$	3367	3223	1624	1473 1085	1309 1164
$[Zn(L)_2]$	3377	3225	1624	1478 1080	1307 1161
$[Cd(L)_2]$	3377	3226	1625	1473 1082	1302 1163
$[Pd(L)_2]$	3357	3228	1622	1489 1077	1489 1167

جدول (5): قيم طيف ^{1}H-NMR لليكاند [KL] في مذيب DMSO-d^{6}

Compound	Functional groups	δ (ppm)
[KL]	C_{13}-NH group	(3.99) (1H, s)
	S-NH group	(11.04) (1H, s)
	Ar-H (C_8,C_{12})	(7.60) (1H, m)
	Ar-H (C_9,C_{11})	(6.45) (1H, m)
	C_4 for CH group	(6.09) (1H, s)
	C_6 for CH_3 groups	(2.36) (3H, m)

s =single, m=multiple

جدول (6) :قيم طيف ^{13}C-NMR لليكاند[KL] في مذيب DMSO-d^{6}

Compound	Functional groups	δ (ppm)
[KL]	C_5 for C-O group	170.6
	C_3 for C=N group	154.8
	C_{10} for aromatic ring	145.7
	C_{13} for CH group	134.6
	C_8 ,C_{12} for aromatic ring	130.4
	C_7 for aromatic ring	129.9
	C_{11} ,C_9 for aromatic ring	122.7
	C_4 for CH group	96.9
	DMSO solvent	40.8
	C6 for CH3 groups	13.6

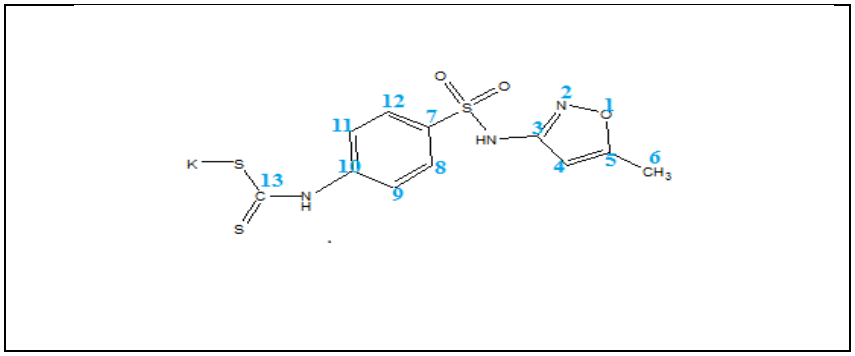
الجدول (7) معطيات طيف الاشعة فوق البنفسجية – المرئية لمعقدات الليكاند [KL]

No.	Compound	μ_{eff} (B.M.)	Wave number		ε_{max} molar^{-1} cm^{-1}	Assignment	Suggested structure
			Nm	cm^{-1}			
1	$[Mn(L)_2]$	5.53	268	37313	1483	L.F	Td
			350	28571	1709	L.F	
			445	22471	975	C.T	
			791	12642	392	$^6A_1 \rightarrow {}^4A_{1\ (G)}$	
2	$[Co(L)_2]$	3.97	269	37174	915	L.F	Td
				27700	1921	L.F	
			361	25641	1604	C.T	
			390				
			455	21978	1240		
			614	16286	368	$^4A_2 \rightarrow {}^4T_2$ (F)	
			679	14727	601	$^4A_2 \rightarrow {}^4T_1$ (F)	
3	$[Ni(L)_2]$	2.33	268	37313	1884	L.F	Td
			351	28490	1909	L.F	
			382	26178	1899	C.T	
			452	22123	1244		
			794	12594	162	$^3T_1 \rightarrow {}^3T_2$ (F)	
4	$[Cu(L)_2]$	5.53	268	37313	1325	L.F	Td
			361	27700	1940	L.F	
			402	24875	1615	C.T	
			895	11173	297	$^2T_2 \rightarrow {}^2E$	
5	$[Zn(L)_2]$	_	268	37313	1506	L.F	Td
			360	27777	1892	L.F	
			388	25773	1462	C.T	
6	$[Cd(L)_2]$	_	267	37453	1890	L.F	Td
			345	28985	518	L.F	
			369	27100	501	C.T	
7	$[Pd(L)_2]$	_	268	37313	1506	L.F	Sq
			360	27777	1892	L.F	
			388	25773	1462	L.F	
			447	22371	1914	C.T	
			801	12422	189	$^1A_1g \rightarrow {}^1B_1g$	

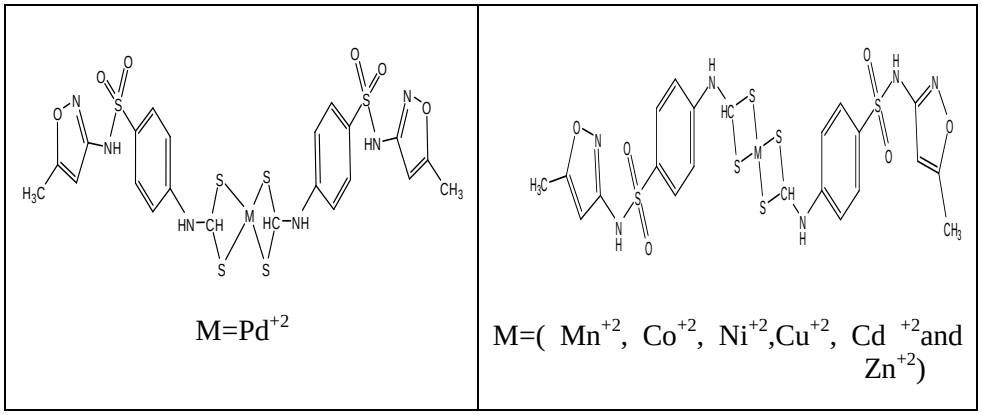
الجدول (8) الفعالية التثبيطية لليكاند والمعقدات المحضرة المقاسة بالملي متر (mm) ضد أجناس مختلفة من البكتريا ومقارنتها بالمضادات الحيوية:

Sample No.	compound	بكتريا (*E. coli*)	بكتريا (*Staph*)
1	[KL]	10	10
2	$[Pd(L)_2]$	15	11
3	$[Co(L)_2]$	11	20
4	$[Cd(L)_2]$	11	25
5	$[Ni(L)_2]$	5	19
6	DMSO	---	---

Control (DMSO) : (– – –) No inhibition Zone



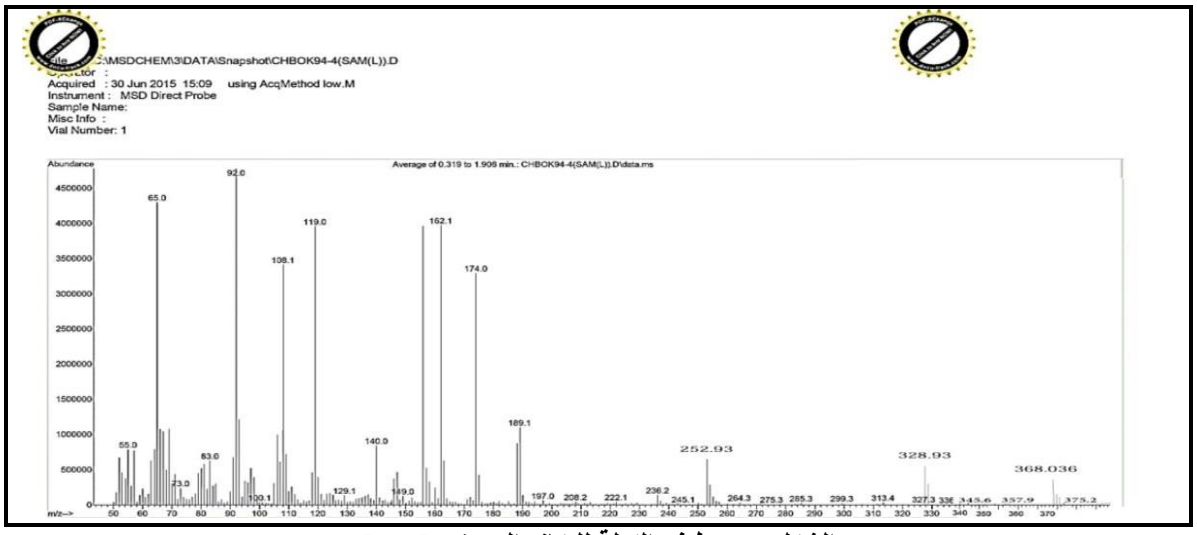
الشكل (1): يبين التركيب الكيميائي لليكاند المحضر [KL]



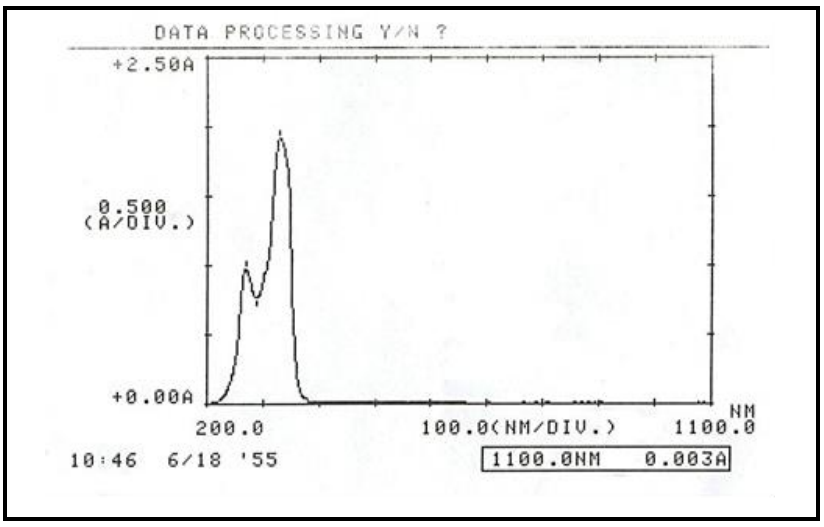
M=Pd^{+2}

M=(Mn^{+2}, Co^{+2}, Ni^{+2},Cu^{+2}, $Cd^{+2}$and Zn^{+2})

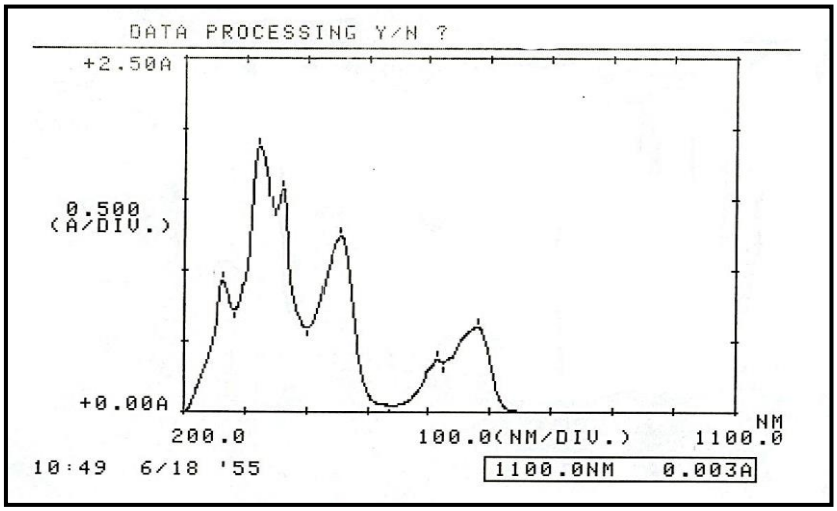
الشكل (2): يبين التركيب الكيميائي للمعقدات المحضرة



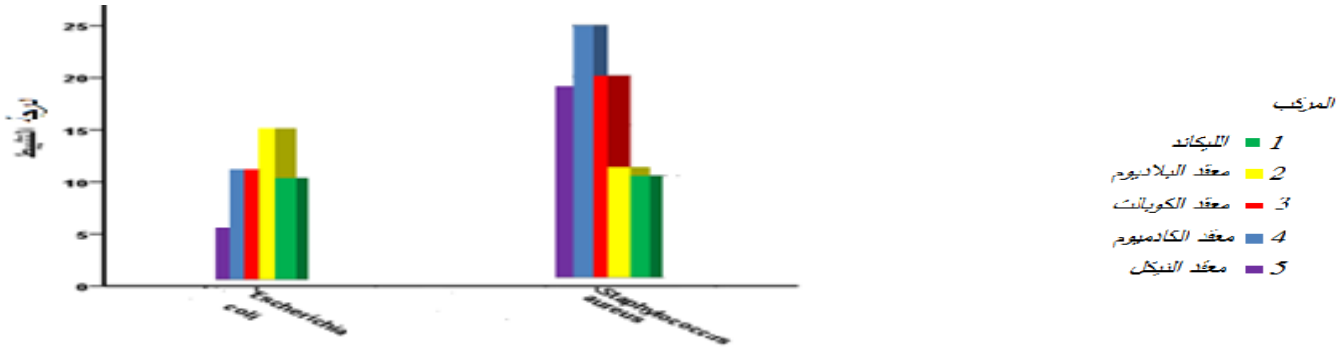
الشكل (3): طيف الكتلة لليكاند المحضر [KL]



الشكل (4): الطيف الالكتروني لليكاند [KL]

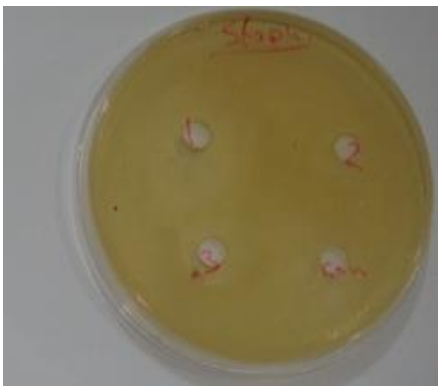


الشكل (5) :الطيف الالكتروني لمعقد الكوبالت Co(II) المحضر



الشكل (7)الفعالية التثبيطية (لليكاند ولبعض المعقدات المحضرة):

والصور الاتية توضح الفعالية التثبيطية (لليكاند ولبعض المعقدات المحضرة):



الصورة(1a) توضح التأثير التثبيطي لليكاند (1) التثبيطي والمعقدات (2 و3)

الصورة(2a) توضح التأثير للمعقدات(4 و5)

الصورة(3b) توضح التأثير التثبيطي لليكاند (1) والمعقدات (2 و 3)

الصورة(4b) توضح التأثير التثبيطي للمعقدات(4 و5)

Synthesis,Charaterization and Biological Activity Studies of Some Transtion and Non transition Metalcomplexes with(4 – Dithiocarbamato-N-(5- methylisoxazole-3-yle)-ion-ligand)

Ahmed Thabit Numan
Dept.of Chemistry/College of Education for Pure Sciences (Ibn Al-Haitham), University of Baghdad
Salim Salah Abd ulrazzaq
Dept. of Chemistry/College of Science/University of Tikrit

Received in:27/June/2016,Accepted in:4/February/2016

Abstract

This work involves the preparation of the ligand [KL] :-
K[4-(N-(5-methylisoxazol-3-yl) sulfamyl) phenylcarbamodithioate] from the reaction of sulfamethoxazole with Carbon disulfide in the presence of potassium hydroxide under reflux (4 hours) using methanol as asolvent. The prepared ligand was characterized using FT-IR, UV-Vis, ^{1}H,^{13}C–NMR spectroscopy, molar conductivity and melting point, Complexes for the above ligand [KL] with some bivalent transition and non-transition metals (Mn^{+2}, Co^{+2} , Ni^{+2} , Cu^{+2} , Cd^{+2} , Zn^{+2}, Cd^{+2} and Pd^{+2}) were prepared. All prepared complexes were characterized by spectrophotometric methods such as FT-IR , UV-Vis, atomic absorbition ,magnetic sysceptibility, in addition chloride content , melting point and molar conductivity. All prepared complexes were found to have tetrahedral geometry except the (pd) complex was square planer. Biological activity for the ligand and some of its complexes were studied against two species of characterized *Staphylococcus aureus"" and bacteria Escherichia Coil.*

Keywords: Sulfamethoxazole , tetrahedral , carbon di sulfale , biological activity, Dithiocarbamat.