

# تحضير وتشخيص بعض معقدات النيكل الثنائي والنحاس الثنائي مع كاربوكسي مثيل كاييتوسان

منير كاظم محسن<sup>1</sup>، مروان أحمد جاسم<sup>2\*</sup>، أحمد عبدالحسن أحمد<sup>3</sup>

<sup>1</sup> دائرة بحوث المواد، وزارة التعليم العالي والبحث العلمي والعلوم والتكنولوجيا، بغداد، العراق.  
<sup>2\*</sup> قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة كركوك، كركوك، العراق.

\*الباحث المسؤول: marwanjassim90@gmail.com

## معلومات البحث

تاريخ الاستلام: 15 كانون الأول 2021

تاريخ القبول: 10 آذار 2022

تاريخ النشر: 30 حزيران 2022

## الملخص

تضمن البحث تحضير اثنين من معقدات *O*-كاربوكسي مثيل كاييتوسان (CMCs) مع كل من النحاس الثنائي Cu(II) والنيكل الثنائي Ni(II). حيث شخّصت المعقدات الناتجة باستخدام تقنية الأشعة تحت الحمراء (FT-IR) والاطياف الالكترونية والتوصيلية المولارية وبينت النتائج ان المعقدات اتخذت شكل مربع مستوي لمعقد النحاس الثنائي و رباعي السطوح لمعقد النيكل الثنائي.

## الكلمات الدالة:

الكاربوكسي مثيل كاييتوسان؛ معقدات الكاربوكسي مثيل كاييتوسان؛ التوصيلية المولارية؛ الفعالية الضوئية.

## DOI:

<http://doi.org/10.32894/kujss.2022.174508>

أيونات النحاس (II) و النيكل (II) والخاصين (II) والرصاص (II) على التوالي.

وقد استخدم الباحثون كل من الكاييتوسان والكاربوكسي مثيل كاييتوسان كقالب لاقتناس الأكاسيد الفلزية ذات الحجم النانوي [8]، حيث تم تحضير عدد من المواد ذات الحجم النانوي مع البوليمرات البيولوجية الطبيعية لدراسة خواصها من حيث مقاومة البكتيريا وكذلك فعاليتها في توصيل الدواء [11]. وقد تمكن الباحث Hu وجماعته [12] من تحضير متراكب السليلوز/كاييتوسان ذو مجموعة الامين الفعالة للارتباط بمجموعة الدواء. كما حضر Emadi وجماعته [13] من تحضير متراكب  $Ag_2O$ -carboxymethyl chitosan-methyl cellulose ومقارنة كفاءته في تحميل وتحرير الدواء (Curcumin) مع تحرير الدواء لوحده، كما قام الباحث باقتراح ميكانيكية لعملية توصيل الدواء.

تضمنت معظم الدراسات عن الكاربوكسي مثيل كاييتوسان ومشتقاته تحضير وتشخيص قواعد شيف ومن ثم تحضير معقدات العناصر الانتقالية لها ودراسة الفعالية البيولوجية لهذه القواعد ضد تثبيط أنواع من البكتيريا. نظراً لكونها مشتقة من بوليمر طبيعي بالدرجة الأساس. حيث تضمنت دراسة قام بها Lal وجماعته [14] تحضير وتشخيص عدد من قواعد شف من خلال مفاعلة المركب (*O*-Carboxymehtyl chitosan) مع الفانيلين ومن ثم تحضير المعقدات بمفاعلة الناتج مع أملاح الحديد والخاصين والنحاس والنيكل. حيث وضحت الدراسة أن المعقدات المدروسة كان لها تأثير ايجابي في تثبيط أنواع من البكتيريا وخاصة تلك المحضرة من أملاح الخاصين والنيكل الثنائية.

تقترح بعض الدراسات بأن التناسق بين جزيئة الكاربوكسي مثيل كاييتوسان وأيونات النحاس (II) يكون عن طريق ذرة النتروجين لمجموعة الأمين مكونة معقد منفرد لا يحتوي على أي أوامر سواء كانت بينية أو ضمنية

## 1. المقدمة:

يعد مركب *O*-الكاربوكسي مثيل كاييتوسان (*O*-CMC) من الناحية الكيميائية أحد مشتقات الايثر الأمفوبروتية التي تكون بدورها مشتقة من الكاييتوسان، حيث تحتوي جزيئة الكاربوكسي مثيل كاييتوسان على مجاميع الهيدروكسيل (-OH) و الكاربوكسيل (-COOH) والأمين (-NH<sub>2</sub>). يمتلك مركب الكاربوكسي مثيل كاييتوسان خصائص عديدة منها توافقيته البيولوجية مع أنسجة الكائنات الحية وفعاليتها البيولوجية تجاه العديد من أنواع البكتيريا [4]-[1] وتم استخدامه في عدة تطبيقات منها امتصاص وسحب الملوثات على الرغم من كونه باهض الثمن وكفاءته ليست عالية، لذلك قام الباحثون بتحضير متراكبات له بدلاً من استخدامه لوحده في سحب العناصر الملوثة للمياه [5-7].

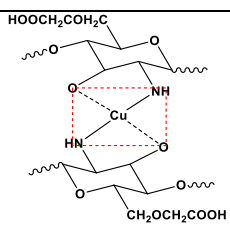
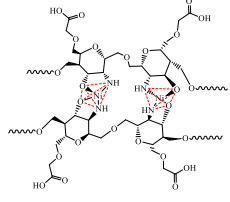
من جانب آخر، درس باحثون إمكانية تكوين المعقدات المخيلية للكاربوكسي مثيل كاييتوسان مع أيون الخاصين، و تبين أن تكوين المعقدات يعتمد على عدة عوامل منها (زمن تفاعل تكوين المعقد و درجة الحرارة و تركيز كل من الأيون والليكاند). واتضح من خلال هذه الدراسة بأن الزمن المثالي للتفاعل يتراوح بين ساعة واحدة الى ثلاث ساعات ونصف. وأن أفضل النتائج التي تم الحصول عليها عند استخدام تراكيز قليلة من أيون الخاصين (أقل من 0.01M) [8]. وركزت دراسات أخرى على كفاءة فصل الأيونات الفلزية للعناصر الثقيلة من المياه الصناعية باستخدام مركب الكاربوكسي مثيل كاييتوسان، حيث درس Edward وجماعته [9] فصل مزيج من العناصر الثقيلة مثل الحديد والنحاس والنيكل والرصاص من المياه الحاوية على هذه العناصر التي تعد من الملوثات الصناعية. حيث تم في هذه الدراسة السيطرة على الدالة الحامضية والحصول على كفاءة استرجاع لهذه الأيونات بلغت 100% و 100% و 95% و 98% لكل من

## 2.1 المواد الكيميائية المستخدمة:

استعملت المواد والمذيبات الكيميائية المجهزة من الشركات التالية، حيث تم استخدامها كما هي وبدون اجراء عمليات تنقية اضافية عليها.

من كلوريد الفلز [Cu(II), Ni(II)] والمذاب في الميثانول (15mL) تدريجياً وبيطيء الى المزيج المحضر مسبقاً مع التحريك المستمر. ثم تم تعديل الدالة الحامضية الى (pH = 6) عن طريق اضافة (0.1 M) من NaOH. ترك المزيج مع التحريك المستمر لمدة 24 ساعة بدرجة حرارة 40 °C. تم بعدها سكب المزيج في كمية من الاسيتون (50 - 100 mL) وتكون راسب، تم جمع الراسب عن طريق الترشيح بورقة ترشيح وغسل الراسب بواسطة الايثانول لعدة مرات ثم جفف باستخدام فرن التجفيف تحت الضغط المخلخل. جدول 2 ادناه يمثل الخصائص الفيزيائية للمعقدات الناتجة.

جدول 2 : الخصائص الفيزيائية للمعقدات المحضرة.

Chemical Structure	Reaction time (hrs.)	Product weight (g)	Yield %	Color	m.p. (°C)
	24	0.1273	78%	رصاصي غامق	228-231
	24	0.1326	75%	أخضر	232-234

## 2.4 تحضير نماذج المعقدات للقياس بالأشعة فوق

### البنفسجية [21]:

قيست أطوال الأشعة فوق البنفسجية والمرئية لمحاليل كل من معقد الكاربوكسي مثيل كابتوسان مع فلز النحاس [Cu(CMCS)<sub>2</sub>] ومعقد الكاربوكسي مثيل كابتوسان مع فلز النيكل [Ni(CMCS)<sub>2</sub>]. حيث حضرت تراكيز (0.50 x 10<sup>-3</sup>M) و (0.61 x 10<sup>-3</sup>M) لكل من [Cu(CMCS)<sub>2</sub>] و [Ni(CMCS)<sub>2</sub>] على التوالي عن طريق إذابة (5 mg) من كل معقد في (6 mL) من ثنائي مثيل سلفوكسيد (Dimethylsulfoxide DMSO) وباستخدام خلية من الكوارتز ذات عرض (1cm) حيث تم اجراء القياس في المدى (200-800 nm).

## 3. النتائج والمناقشة:

### 3.1 أطوال الأشعة تحت الحمراء لمعقدات العناصر الانتقالية

#### المحضرة:

أظهرت أطوال الأشعة تحت الحمراء لمعقدات العناصر الانتقالية المحضرة حزم امتصاص مميزة وخاصة لارتباط الكاربوكسي مثيل كابتوسان مع الفلز في المعقدات (CMCS-Cu) و (CMCS-Ni). حيث أظهرت المركبات حزم امتصاص في المنطقة (566 cm<sup>-1</sup>) لارتباط

[15, 16]. فيما بينت دراسات أخرى أن ارتباط هذه الأيونات قد يكون عن طريق التشابك الكيميائي أو التطعيم (grafting) أو حتى عن طريق الامتزاج الفيزيائي بواسطة [17]-[19].

## 2. طريقة العمل:

### جدول 1 : يوضح بيانات المواد الكيميائية المستخدمة.

No.	Chemicals	Chemical formula	M.wt g/mol	Supplier	Purity
1	Acetone	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	85.08	Scharlau	95%
2	Sodium Hydroxide	NaOH	39.99	Merck	98%
3	Ethanol Absolute Glacial	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O	46.07	Scharlau	99.90%
4	Acetic Acid	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	60.05	Scharlau	98%
5	Methanol	CH <sub>4</sub> O	32.03	Sigma-Aldrich	99%
6	Copper Chloride	CuCl <sub>2</sub>	134.45	Sigma-Aldrich	98%
7	Nickel Chloride	NiCl <sub>2</sub>	129.59	Sigma-Aldrich	98%

## 2.2 الأجهزة المستخدمة:

### 2.2.1 جهاز الأشعة تحت الحمراء (FT-IR):

تم تسجيل أطوال الأشعة تحت الحمراء لجميع المركبات العضوية المحضرة باستخدام جهاز الأشعة تحت الحمراء (FT-IR Infrared spectrophotometer IR100) والموجود في مختبرات قسم الكيمياء- كلية العلوم-جامعة كركوك بالإضافة الى جهاز FT-IR Shimadzu 8400S والموجود في دائرة بحوث المواد- وزارة العلوم والتكنولوجيا/بغداد. حيث تم سحق العينة مع مادة بروميد البوتاسيوم (KBr).

### 2.2.2 جهاز مطيافية الأشعة فوق البنفسجية (UV-Visible):

تم تسجيل أطوال الأشعة فوق البنفسجية للمعقدات باستخدام جهاز الأشعة فوق البنفسجية (T92+ UV Spectrophotometer PG INSTRUMENTS) والموجود في مختبرات قسم الكيمياء- كلية العلوم- جامعة كركوك. حيث تمت اذابة النماذج باستخدام ثنائي مثيل السلفوكسيد (Dimethylsulfoxide DMSO) وخليّة من الكوارتز ذات عرض (1 cm).

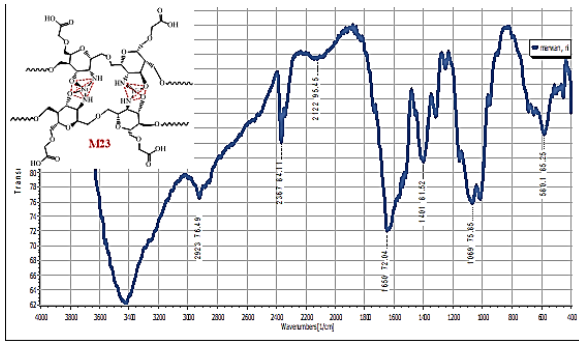
### 2.2.3 جهاز التوصيلية المولارية (Molar Conductivity):

تم قياس التوصيلية المولارية لمحاليل معقدات الكاربوكسي مثيل كابتوسان مع كل من النحاس والنيكل باستخدام جهاز قياس التوصيلية من نوع Conductivity TDS Temperature Meter Exttech EC150 والموجود في مختبرات قسم الكيمياء- كلية العلوم-جامعة كركوك.

### 2.3 طريقة تحضير المعقدات: [20]

تم تحضير المعقدات باتتبع الخطوات في أدناه:

تم تحضير محلول مخفف من حامض الخليك بتركيز 1% (مع قياس الدالة الحامضية له)، وتم أخذ (10 mL) من المحلول المحضر. ثم بعد ذلك تمت إضافة (0.2 g، 0.00091 mol) من O-كاربوكسي مثيل كابتوسان تدريجياً مع التحريك الى محلول حامض الخليك المحضر مسبقاً لحين الذوبان التام للكاربوكسي مثيل كابتوسان. تبعها إضافة (0.00045 mol)

شكل 2 : طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب  $[Ni(CMCS)_2]$ .

### 3.2 التوصيلية المولارية للمعقدات المحضرة: [24]

تم إجراء قياس التوصيلية المولارية لمحاليل المعقدات الفلزية لكل من معقد الكربوكسي مثيل كابتوسان مع فلز النحاس  $[Cu(CMCS)_2]$  ومعقد الكربوكسي مثيل كابتوسان مع فلز النيكل  $[Ni(CMCS)_2]$ . حيث استخدمت تراكيز  $(0.55 \times 10^{-3} M)$  و  $(0.61 \times 10^{-3} M)$  لكل من  $[Cu(CMCS)_2]$  و  $[Ni(CMCS)_2]$  على التوالي عن طريق إذابة (5 mg) من كل معقد في (2 mL) من ثنائي مثيل سلفوكسيد (Dimethylsulfoxide DMSO). وكانت النتائج كما موضحة في الجدول 4 في أدناه. ويتضح من الجدول بأن المعقدات  $[Cu(CMCS)_2]$  و  $[Ni(CMCS)_2]$  هي معقدات غير الكتروليتية [25,26].

جدول 4: نتائج التوصيلية المولارية للمعقدات المحضرة.

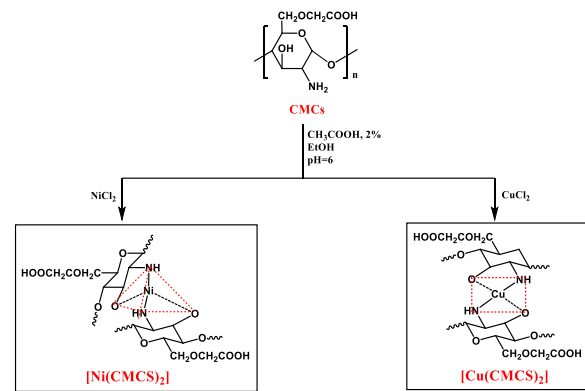
Expected Complex Formula	Color	Conductivity ( $\Omega^{-1} \cdot cm^2 \cdot mol^{-1}$ ) DMSO	Theoretical Elemental Analysis %				
			M	C	H	N	O
$[Cu(L)_2]$	Brown	18.849	11.34	47.52	7.25	5.04	28.77
$[Ni(L)_2]$	Green	10.868	10.56	47.93	7.31	5.08	29.02

### 3.3 أطياف الأشعة فوق البنفسجية للمعقدات المحضرة:

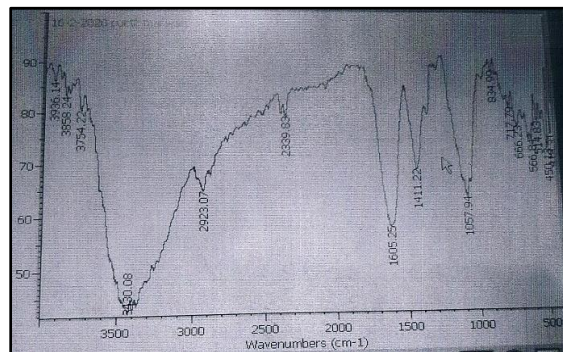
أثبتت الدراسات أن معظم معقدات العناصر الانتقالية تكون ذات ألوان مميزة<sup>27</sup>. وتعود معظم أنواع الانتقالات لهذه المعقدات إلى المنطقة فوق البنفسجية أو المرئية اللطيف الكهرومغناطيسي. وتشمل الانتقالات الإلكترونية لطيف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية ثلاث حزم لامتناص الليكاند<sup>28</sup> وهي:

- 1- حزم انتقالات من نوع  $(n \rightarrow \pi^*)$ : يحدث هذا النوع من الانتقالات في أنواع من الجزيئات التي تكون حاوية على زوج إلكتروني منفرد ولكن ذراتها تكون مشتركة في التأصّر. ومن الأمثلة على هذه الجزيئات مركبات مجموعة الكربونيل (الكيتون والألديهيد).
- 2- حزم انتقالات من نوع  $(\pi \rightarrow \pi^*)$ : ويحدث هذا النوع من الانتقالات في الجزيئات الحاوية على أوامر مزدوجة أو ثلاثية ولا تحتوي على أزواج إلكترونية غير مشاركة. ومن الأمثلة على هذه الجزيئات مركبات الداينينات والأوليفينات.
- 3- حزم انتقالات من نوع  $(\delta \rightarrow \delta^*)$ : ويحدث هذا النوع من الانتقالات في جزيئات المركبات التي تكون خالية من ذرات (O, S, N) غير المتجانسة. ويحتاج هذا النوع من الانتقالات إلى طاقات عالية لكي يحدث. ومن الأمثلة على هذه الجزيئات مركبات الألكانات [29].

النحاس مع *O*-الكربوكسي مثيل كابتوسان (CMCS-Cu) و  $580 \text{ cm}^{-1}$ ، لارتباط النيكل مع *O*-الكربوكسي مثيل كابتوسان (CMCS-Ni)، وهذا الارتباط يعود بالتحديد إلى أصرة N-Cu أما ارتباط O-Cu فيظهر في المنطقة أقل من  $400 \text{ cm}^{-1}$  في الطيف. أما بقية حزم الامتصاص فقد ظهرت في طيف الأشعة تحت الحمراء على النحو التالي: حزمة مط مجموعة الهيدروكسيل (-O-H) في المنطقة  $(3430 \text{ cm}^{-1})$  و  $(3424 \text{ cm}^{-1})$  للمعقدات أعلاه على التوالي. حزمة مط مجموعة الأليفاتية في المنطقة  $(2922 \text{ cm}^{-1})$  و  $(2923 \text{ cm}^{-1})$  على التوالي. حزمة انحناء مجموعة الأمين (-N-H) في المنطقة  $(1649 \text{ cm}^{-1})$  و  $(1605 \text{ cm}^{-1})$  على التوالي. حزمة مط مجموعة (-C-O-C-) الجسرية في المنطقة  $(1069 \text{ cm}^{-1})$  و  $(1057 \text{ cm}^{-1})$  على التوالي. وحزمة المط المتناظر لمجموعة  $(COO^-)$  في المنطقة  $(1411 \text{ cm}^{-1})$  و  $(1401 \text{ cm}^{-1})$  على التوالي. وحزم المط غير المتناظر لمجموعة  $(COO^-)$  في المنطقة  $(1591 \text{ cm}^{-1})$  بالنسبة لمعدد النيكل ولم تظهر هذه الحزمة في معدد النحاس مع *O*-الكربوكسي مثيل كابتوسان (CMCS-Cu) بسبب تداخلها مع حزمة الانحناء لمجموعة الأمين [22] وكما هو في شكل 1 وفي شكل 2.



المخطط 1: يوضح خطوات تحضير المعقدات المحضرة.

شكل 1: طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب  $[Cu(CMCS)_2]$ .

**التوصيات:**

يوصي الباحثون بإجراء المزيد من الدراسات لتأكيد نوع التناسق في ارتباط مركب *O*-كاربوكسي مثيل كابتوسان مع أيونات أخرى من عناصر الفلزات الانتقالية مثل الكوبلت (II) والحديد (II) وغيرها من الأيونات.

التمويل: لا يوجد.

بيان توفر البيانات: جميع البيانات الداعمة لنتائج الدراسة المقدمة يمكن طلبها من المؤلف المسؤول.

**اقرارات:**

تضارب المصالح: يقر المؤلفون أنه ليس لديهم تضارب في المصالح.

الموافقة الأخلاقية: لم يتم نشر المخطوط أو تقديمها لمجلة أخرى، كما أنها ليس قيد المراجعة.

**المصادر**

- [1] S. Zhu, M.A. Khan, F.Wang, Z. Bano, and M. Xia. Rapid removal of toxic metals  $cu^{2+}$  and  $pb^{2+}$  by aminotrimethylene phosphonic acid intercalated layered double hydroxide: a combined experimental and dft study. *Chemical Engineering Journal*, 392:123711, 2019.
- [2] S. Kalliola, E. Repo, V. Srivastava, J.P. Heiskanen, J.A.Sirvio, H. Liimatainen, and M. Sillanpaa. The ph sensitive properties of carboxymethyl chitosan nanoparticles cross-linked with calcium ions. *Colloids Surf. B Biointerfaces*, 153:229–236, 2017.
- [3] A. Zahir, Z. Aslam, M.S. Kamal, W. Ahmad, A. Abbas, and R.A. Shawabkeh. Development of novel cross-linked chitosan for the removal of anionic congo red dye. *Journal of Molecular Liquids*, 244:211–218, 2017.
- [4] A. Khawar, Z. Aslam, S. Javed, and A. Abbas. Pb(ii) biosorption using dap/edtmodified biopolymer (chitosan). *Chemical Engineering Communications*, 205(11):555–1567, 2018.
- [5] H. Zhang, A.Omer, Z. Hu, L.-Y. Yang, C. Ji, and X. Ouyang. Fabrication of magnetic bentonite/ carboxymethyl chitosan/sodium alginate hydrogel beads for cu (ii) adsorption. *International journal of biological macromolecules*, 135:490–500, 2019.
- [6] X.X. Liang, X.-K. Ouyang, S. Wang, L.-Y. Yang, F. Huang, C. Ji, and X. Chen. Efficient adsorption of pb(ii) from aqueous solutions using aminopropyltriethoxy silane modified magnetic attapulgite@ chitosan ( $aptsfe_3o_4/apts@cs$ ) composite hydrogel beads. *International journal of biological macromolecules*, 137:741–750, 2019.
- [7] J. Ma, Y. Lei, M.A. Khan, F.Wang, Y. Chu, W. Lei, M. Xia, and S. Zhu. Adsorption properties, kinetics

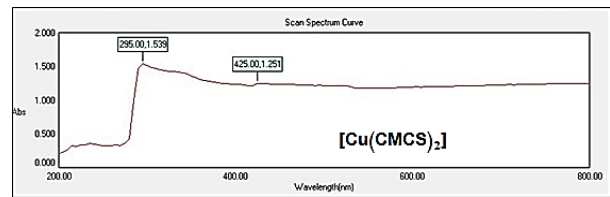
تم إجراء قياس طيف الأشعة فوق البنفسجية لمعقد الكاربوكسي مثيل كابتوسان مع فلز النحاس  $[Cu(CMCS)_2]$  ومعقد الكاربوكسي مثيل كابتوسان مع فلز النيكل  $[Ni(CMCS)_2]$  وكما يلي:

**1- معقد الكاربوكسي مثيل كابتوسان مع فلز النحاس  $[Cu(CMCS)_2]$** 

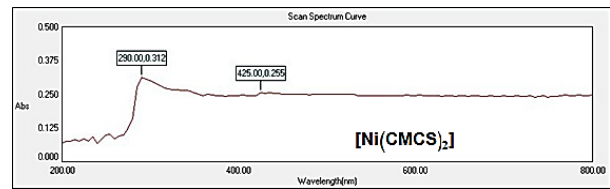
تم إجراء قياس طيف الأشعة فوق البنفسجية للمعقد  $[Cu(CMCS)_2]$  وبتركيز  $(0.50 \times 10^{-3})$ ، حيث أظهر قيمة للامتصاصية (1.5) وأظهر طولاً موجياً مقابل الامتصاص (295 nm). وتعزى هذه الحزمة إلى الانتقال  $(\pi \rightarrow \pi^*)$ . حيث يتوقع أن يظهر المعقد  $[Cu(CMCS)_2]$  بشكل مربع مستوي. حيث بلغت قيمة أعلى قمة امتصاص لهذا المعقد  $(\lambda_{max} = 295 \text{ nm})$ .

**2- معقد الكاربوكسي مثيل كابتوسان مع فلز النيكل  $[Ni(CMCS)_2]$** 

تم إجراء قياس طيف الأشعة فوق البنفسجية للمعقد  $[Ni(CMCS)_2]$  وبتركيز  $(0.61 \times 10^{-3})$ ، حيث أظهر قيمة للامتصاصية (0.31) وأظهر طولاً موجياً مقابل الامتصاص (290 nm). وتعزى هذه الحزمة إلى الانتقال  $(\pi \rightarrow \pi^*)$ . ويتوقع أن يظهر المعقد  $[Ni(CMCS)_2]$  بشكل رباعي السطوح. حيث بلغت قيمة أعلى قمة امتصاص لهذا المعقد  $(\lambda_{max} = 290 \text{ nm})$ . و كما في شكل 3 و شكل 4 في أدناه.



شكل 3: طيف الأشعة فوق البنفسجية UV-visible للمعقد  $[Cu(CMCS)_2]$ .



شكل 4: طيف الأشعة فوق البنفسجية UV-visible للمعقد  $[Ni(CMCS)_2]$ .

يلاحظ من الأشكال أعلاه بأن معقد الكاربوكسي مثيل كابتوسان مع فلز النحاس  $[Cu(CMCS)_2]$  قد أظهر قمة امتصاص عند طول موجي أعلى من تلك التي أظهرها معقد الكاربوكسي مثيل كابتوسان مع فلز النيكل  $[Ni(CMCS)_2]$ ، وقد يعزى ذلك إلى الآلية التي يرتبط بها الفلز مع الليكاند (CMCS) والشكل الهندسي الناتج من تفاعل الليكاند مع الفلز، حيث يكون الشكل في معقد النحاس  $[Cu(CMCS)_2]$  مربع مستوي أما معقد النيكل  $[Ni(CMCS)_2]$  فيكون شكله رباعي السطوح.

- [15] A. Domard. Synthesis, characterization, and biological activity of derivatives. *International Journal of Biological Macromolecules*, 9:98, 1987.
- [16] L. Dambies, C. Guimon, S. Yiacoumi, and E. Guibal. *Colloid surf. Physicochemical and Engineering Aspects*, 177:203, 2001.
- [17] S.T. Lee, F.L. Mi, Y.J. Shen, and S.S. Shyu. Equilibrium and kinetic studies of copper (ii) ion uptake by chitosan tripolyphosphate chelating resin. *Polymer*, 42:1879–1892, 2001.
- [18] C.A. Rodrigues, M.C.M. Laranjeira, V.T. F´avere, and E. Stadler. Interaction of cu (ii) on n-(2-pyridylmethyl) and n-(4-pyridylmethyl). *Polymer*, 39:5121–5126, 1998.
- [19] K. Inoue, K. Yoshizuka, K. Ohto, and Anal. Chim. Adsorptive separation of some metal ions by complexing agent types of chemically modified chitosan. *Analytica Chimica*, 388:209, 1999.
- [20] D. Tzaneva, A. Simitchiev, N. Petkova, V. Nenov, A. Stoyanova, and P. Denev. Synthesis of carboxymethyl chitosan and its rheological behaviour in pharmaceutical and cosmetic emulsions. *Nucl. Instrum. and Meth. in Phys. Res. B*, 7(10):70–8, 2017.
- [21] T. Baran, A. Mentese, and H. Arslan. Synthesis and characterization of water soluble o-carboxymethyl chitosan schiff bases and cu (ii) complexes. *International journal of biological macromolecules*, 72:94–103, 2015.
- [22] C. Gaglieri, F. J. Caires and D. J. P. da Silva, R. Bertholdo, and R. A. Mendes. Preparation and characterization of ni-chitosan complex and its catalytic activity in biodiesel production. *Transition Metal Chemistry*, 17033:360, 2016.
- [23] G. Ahmed. Preparation and characterization of some complexes of transitional and non-transitional elements of schiff base derived from vanillin and evaluation of their anti-corrosion efficiency. Master's thesis, Kirkuk university, 2019.
- [24] M. M. Islam, M. I. H. Mondal, and F. Ahmed. Study on prawn shell waste into chitosan and its derivatives as value added products for cellulosic fibres. thermodynamics of tetracycline on carboxymethyl-chitosan reformed montmorillonite. *International journal of biological macromolecules*, 124:557–567, 2019.
- [8] D. N. S. Hon and L. G. Tang. Chelation of chitosan derivatives with zinc ions. i. o, n-carboxymethyl chitosan. *Journal of applied polymer science*, 77(10):2246–2253, 2000.
- [9] E. Kavitha, R. Kedia, N. Babaria, S. Prabhakar, and M. P. Rajesh. Optimization of process using carboxymethyl chitosan for the removal of mixed heavy metals from aqueous streams. *International journal of biological macromolecules*, 149:404–416, 2020.
- [10] Arash Yunessnia lehi, H. Shagholani, M. Ghorbani, A. Nikpay, and M. Soltani. Chitosan nanocapsule-mounted cellulose nanofibrils as nanoships for smart drug delivery systems and treatment of avian trichomoniasis. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 95:290–299, 2019.
- [11] A.A. Aamna Shah, M.A. Ashames, G.M. Buabeid, and Synthesis. in vitro characterization and antibacterial efficacy of moxifloxacin-loaded chitosan-pullulan-silver nano composite films. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 55:101366, 2020.
- [12] Hu Dalin, H.R. Jiang, N. Wang, and X. Ouyang. Adsorption of diclofenac sodium on bilayer amino functionalized cellulose nanocrystals/chitosan composite. *Journal of hazardous materials*, 369:83–493, 2019.
- [13] A. Emadi, A. Feizbakhsh, and A. Niazi. Synthesis and characterization of carboxymethyl chitosan–methyl cellulose containing drug loaded ag 2 o–fe 3 o 4 nanocomposites as a drug delivery system. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, pages 1–13, 2020.
- [14] S. Lal, S. Arora, S. Rani, P. Kumar, P. Dabas, and J. Malik. Synthesis and characterization of water-soluble chitosan derivatives: spectral, thermal and biological studies. *Journal of Macromolecular Science*, 57(12):791–799, 2020.

Research Journal of Textile and Apparel, 8:9–14, 2017.

[25] W. J. Moore. Physical Chemistry. McGraw Hill India, 5<sup>th</sup> edition, 1973.

[26] G. I. Saleh, H. Mohammed, and Z. M. Mustafea. Synthesis, characterization, anti-bacterial activity study of vanillin schiff base complexes. Kirkuk University Journal Scientific Studies, 16(4):13–20, 2021.

[27] I. J. Sallomi and A. J. shaheen. complexes of zirconium (iv) with some benzoin derivatives. Mu'tah Lil-Buhooth Wa Al-Dirasat, 10:93, 1995.

[28] Z. X. T. Z. Xiao-Ping, W. U. Ding-Ming, Z. Q. Z. C. ShuMei, and Y. Y. Q. L. Can-Zhong. Synthesis, structures and characterizations of two new vanadium(v) complexes:  $[\text{VO}_2(\text{C}_{14}\text{H}_9\text{N}_2\text{O}_3\text{Br})]$  and  $[\text{VO}(\text{C}_{14}\text{H}_9\text{N}_2\text{O}_3\text{Br})(\text{OCH}_3)]$ . Jiegou Huaxue, 21(6):276–281, 2002.

[29] S. T. Ha, L. K. Ong, Y. F. Win, T. M. Koh, and G. Y. Yeap. Synthesis of new schiff base: 4-[(pyridin-3-ylmethylene)- amino] phenyldodecanoate. Molbank, 3:M582, 2008.

# Synthesis and Characterization of Some Ni(II) and Cu(II) Complexes with Carboxymethyl Chitosan

Moneer Khadhm Mohsen<sup>1</sup>, Marwan Ahmed Jasim<sup>2\*</sup>, Ahmed Abdul-Hassan Ahmed<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Material Research Directory, Ministry of Higher Education and Scientific Research and Sciences and Technology, Baghdad, Iraq.

<sup>2\*,3</sup>Department of Chemistry, College of Science, Kirkuk University, Kirkuk, Iraq.

\*Corresponding Author: marwanjassim90@gmail.com

## **Article Information:**

### **History:**

Received: 15 December 2021

Accepted: 10 March 2022

Published: 30 June 2022

### **Keywords:**

Carboxymethyl Chitosan;  
Carboxymethyl Chitosan Complexes;  
Molar Conductivity; Optical Activity.

### **DOI:**

<http://doi.org/10.32894/kujss.2022.174508>

## **Abstract**

This research concerns the synthesis of two *O*-carboxymethyl chitosan (*O*-CMCs) complexes with Cu(II) and Ni(II). The synthesized complexes were characterized using (FT-IR), UV-visible, and molar conductivity. It is proposed that [Cu(CMCs)<sub>2</sub>] possess a square planar structure. Whereas [Ni(CMCS)<sub>2</sub>] supposing that the structure of this complexes is tetrahedral.

**Funding:** None.

**Data Availability Statement:** All of the data supporting the findings of the presented study are available from corresponding author on request.

## **Declarations:**

**Conflict of interest:** The authors declare that they have no conflict of interest.

**Ethical approval:** The manuscript has not been published or submitted to another journal, nor is it under review.