IRAQI Academic Scientific Journals
Samarra Journal of Pure and Applied Science
SJPAS
مجلة سامراء للعلوم البحتة والتطبيقية
www.sjpas.com
p ISSN: 2663-7405
e ISSN: 2789-6838

تحضير وتشخيص طيفي وفعالية حيوية لليكاند قاعدة شف المشتق من 5-أمينو-2-فينيل-4,2-ثنائي هيدرو-3هيدروجين -بيرازول-3-ون ومعقداته الفلزية

علي عزيز حمزة [1*]، أ.م.د ايناس جاسم وحيد [2] ، أ.م.د مها صالح حسين [3]
1- المديرية العامة لتربية بابل، تربية المسيب، العراق
2- قسم الكيمياء، كلية التربية ابن الهيثم، جامعة بغداد، العراق
3- قسم الكيمياء، كلية التربية، جامعة سامراء، العراق

This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License
https://doi.org/10.54153/sjpas.2025.v7i1.848

معلومات البحث:
تأريخ الاستلام: 2024/03/21
تأريخ التعديل: 2024/04/20
تأريخ القبـــول: 2024/05/30
تأريخ الـنشر: 2025/03/30

الكلمات المفتاحية:
قاعدة شف، معقدات فلزية، فعالية حيوية، تشخيص طيفي و بايرازول

معلومات المؤلف

الايميل:
ali_hamza@uosamarra.edu.iq
الموبايل:07811485038

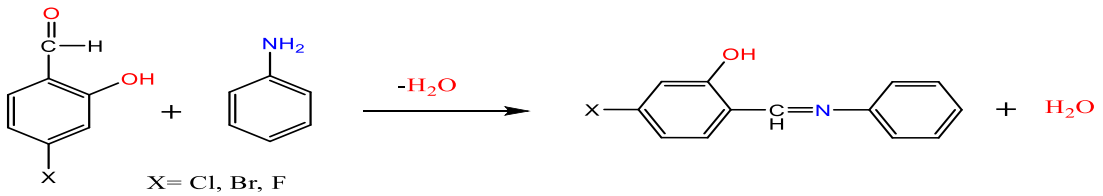
الخلاصة:

حضرت ثمانية معقدات جديدة ذات الصيغة العامة$[M(L)_2(H_2O)_2]$ الناتجة من تفاعل ليكاند قاعدة شف الجديد [(اي)-5-((2-هيدروكسي بنزايلدين) امينو)-2- فنيل-2,4- ثنائي هايدرو-3هيدروجين-بايرازول-3-ون] (L) مع الأيونات الفلزية [المنغنيز, الكادميوم, الخارصين, النحاس, النيكل, الكوبلت, الزئبق الثنائية التكافؤ والبلاتين الرباعي التكافؤ]. تم اشتقاق هذا الليكاند من تفاعل الأمين (5-أمينو-2-فينيل-4,2-ثنائي هيدرو-3هيدروجين -بيرازول-3-ون) مع السلسلديهايد والذي يرتبط مع الأيونات الفلزية عن طريق ذرتي النتروجين مجموعة الايزوميثين وأوكسجين مجموعة الهيدروكسيد لحلقة البايرازولين. تم تشخيص المركبات باستخدام مطيافية طيف الاشعة (IR)وطيف (N.M.R)وطيف الاشعة فوق البنفسجية ومن نتائج القياسات تم اقتراح الشكل الهندسي الثماني السطوح للمعقدات المحضرة. تم اختبار القدرة التثبيطية للمركبات المحضرة ضد نوعين من البكتيريا المختارة المكورات العنقودية الذهبية والاشريكية القولونية وفطر المبيضة، حيث أظهرت النتائج أنّ قدرة المعقدات الفلزية على تثبيط أعلى من الليكاند.

المقدمة:

قواعد شف **:**هي المركبات العضوية التي تحوي مجموعة الأزوميثين (C= N-) والتي تم تحضيرها لأول مرة عام 1864 من قبل العالم شف بعملية عن طريق تكثيف مجموعة الكاربونيل والأمينات الأولية حيث إنّ الأمين الأحادي الألكيل ($R–NH_2$)أو الأمين ألاحادي الأريل ($Ar–NH_2$) يضاف إلى الكاربون مجموعة الكاربونيل للألديهايد أو الكيتون ويتكون مركب وسطي(Carbinolamine) بعدها فقدان جزيئة ماء ليتكون N–substituted imine التي تمثل قاعدة شف كناتج نهائي ولها العديد من التسميات منها الإيمينات (Imines) وكذلك عندما تشتق من الكيتون تسمى الكيتمينات (Ketimines)وعندما تشتق من الألديهايد تسمى الإلدمينات (Aldimines) [1-4]. تمثل المركبات الحلقية غير المتجانسة فئة مهمة من الجزيئات النشطة بيولوجيا. علاوة على ذلك، تحتوي العديد من المركبات الحلقية غير المتجانسة والمركبات النشطة بيولوجيًا على حلقة غير متجانسة مكونة من خمسة أعضاء من النيتروجين والكبريت والأكسجين. اكتسبت مركبات البيرازول أهمية متعددة كمواد دوائية في صناعة الأدوية لأهميتها البيولوجية. البيرازول عبارة عن حلقة لبنية خماسية الأعضاء، تحتوي في بنيتها على مجموعتين من النيتروجين ومجموعة كيتونية واحدة. يعد الـ5-أمينو-2-فينيل-4,2-ثنائي هيدرو-3هيدروجين -

بيرازول-3-ون من أكثر الفئات السائدة وله أهمية في صناعة الأدوية بسبب نشاطه الحيوي. ثبت أنّ المركبات التي تحتوي على نواة البيرازول تمتلك أنشطة بيولوجية عالية مثل الأنشطة المهدئة، ومرخيات العضلات، والمخدر النفسي، ومضادات الاختلاج، وخافضة للضغط، ومضادة للاكتئاب. تعتبر مشتقات البيرازول فئة مهمة من المركبات الخافضة للحرارة والمسكنة. يتم استخدام بعض البيرازول المستبدل ومشتقاته كعوامل مضادة للأورام، ومضادة للجراثيم، ومضادة للفطريات، ومضادة للفيروسات، ومضادة للطفيليات، ومضادة للسل، ومبيدات حشرية [5-7]. السلسلديهايد هو مقدمة رئيسية لمجموعة متنوعة من العوامل المخلبية، حيث قام الباحث *(Kuddushi et al)* [8] بتحضير قاعدة شف بالطريقة الاعتيادية من تفاعل الأنيلين مع معوضات السلسلديهايد , المخطط 1:



المخطط 1 : تحضير قاعدة شف من الانلين مع السلسلديهايد

وتم تحضيرها بالطريقة نفسها من قبل الباحث *(Ibrahim et al)* **[9]** من تفاعل معوضات الأنيلين مع سلسلديهايد , المخطط 2 :

المخطط 2 : تحضير قاعدة شف من الانلين مع السلسلديهايد.

تمتلك قاعدة شيف ومعقداتها النحاسية خصائص رائعة كمحفزات في الأنظمة البيولوجية المختلفة، والبوليمرات، والأصباغ، والفعاليات المضادة للميكروبات و للفطريات و المضادة للفيروسات والمبيدات الحشرية، والأنشطة المضادة للأورام والأنشطة السامة للخلايا، ومنظم نمو النبات، والنشاط الأنزيمي والمجالات الصيدلانية. تمت دراسة تنوع قاعدة شيف ومعقداتها على نطاق واسع. العديد من الأنظمة *النموذجية*[10]، وبالتالي،

يهدف هذا البحث

: إلى تحضير ودراسة النشاط الحيوي لقاعدة شف الجديدة

L^1 *=]*(اي)-5-((2-هيدروكسي بنزايلدين) امينو)-2-فنيل-2,4-ثنائي هايدرو-3هيدروجين-بايرازول-3-ون*[* .

ومعقداته الفلزية [المنغنيز,الكوبلت ,النيكل ,النحاس, الخارصين, الكادميوم الزئبق, الثنائية التكافؤ والبلاتين الرباعي التكافؤ] مع اقتراح الشكل الهندسي الهندسي ثماني السطوح لمعقدات المحضرة.

المواد والاجهزة المستخدمة:

تم تجهيز المذيبات والمواد الكيميائية من شركات رصينة وبدون أي عملية تنقية.

تم قياس أطياف الأشعة (IR)للمركبات المحضرة في مختبراللاعضوية البحثي قسم الكيمياء - كلية التربية - جامعة سامراء باستخدام جهاز (Fourier Transform Infrared spectrophotometer) (FT-IR-8400S) الياباني وحضرت النماذج للمركبات الصلبة على هيئة أقراص (KBr) وبمدى ($400- 4000cm^{-1}$).

تم قياس أطياف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H-NMR,^{13}C-NMR) في مختبرات قسم الكيمياء- كلية التربية للعلوم الصرفة- جامعة البصرة باستخدام جهاز Bruker Unity Spectrometer 400 MHZ والمجهز من شركة Bruker الألمانية باستخدام رباعي مثيل سيلان (TMS) مرجعاً داخلياً وكذلك استخدام ثنائي مثيل سلفوكسايد (DMSO-d6) كمذيب.

3- تم استخدام جهاز UV- Vis (FTIR-8400S) المجهز من شركة SHIMADZU اليابانية وقيست الاطياف في المنطقة المحصورة بين (200- 1100 nm) في مختبر قسم الكيمياء اللاعضوية (المتقدم)-كلية التربية –جامعة سامراء.

تم استخدام جهاز التعقيم المؤصدة Autoclave المجهز من شركة Labtech الكورية في مختبر تحليل الفعالية الحيوية – شركة ادوية سامراء (SDI).

تم التصعيد بـ HotplateStirrer المجهز من شركة JlabTECH (DAIHAN LABTECHCO.LTD) الكورية في مختبر قسم الكيمياء(المتقدم)- كلية التربية – جامعة سامراء.

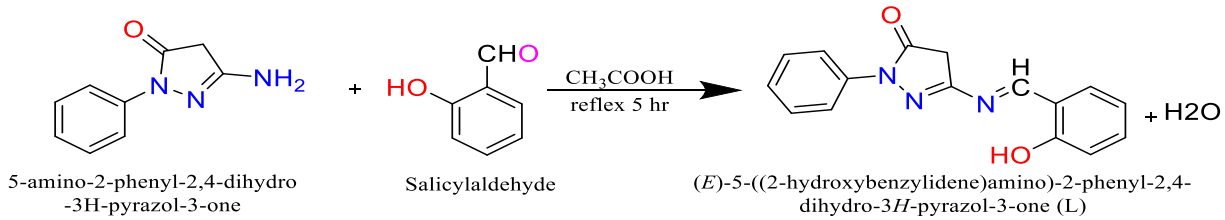
تم قياس التوصيلية بجهاز EMCLAB الألماني في مختبر قسم الكيمياء اللاعضوية (المتقدم)- كلية التربية – جامعة سامراء

تم استخدام الحاضنة Incubator للمركبات التي تم تحضيرها والمجهز من شركة Termaks الألمانية للنشاط البايولوجي و LMS لنشاط البايلوجي للفطر لبكتريا في مختبر تحليل الفعالية الحيوية – شركة ادوية سامراء (SDI).
تم قياس الحساسية المغناطيسية للمعقدات المحضرة في درجة حرارة المختبر باستخدام جهاز(TheMagnetic Ssuceptibility Balance-Auto) إنكليزي المنشأ في مختبرات قسم الكيمياء/كلية العلوم/جامعة النهرين.

تحضير الليكاند والمعقدات:

الخطوة الاولى - تحضير الليكاند

أذيب (0.057mol, 10g) من (5-amino-2phenyl-2,4 dihydo-3H-pyrazol-3-one) بني اللون في (100m1) من الايثانول المطلق ويتم التحريك والتسخين وبمحرك مغناطيسي لمدة (20 دقيقة) لضمان الاذابة التامة ، وفي دورق التقطير وضع (0.057mol,6ml) من (Salicyladhyde) ثم نضيف (6 قطرات) بصورة تدريجية من حامض الخليك الثلجي ويحرك بمحرك مغناطيسي لمدة (5 دقائق) ثم يضاف الية الأمين المذاب من (5-amino-2phenyl-2,4 dihydo-3H-pyrazol-3-one) على شكل قطرات وبشكل تدريجي مع التحرك المستمر ويكون التصعيد لمدة 5 ساعات بدرجة حرارة (70^0C) ويتابع الناتج بتقنية TLC بعد انتهاء التصعيد يتم اضافة الناتج في جريش الثلج ونلاحظ تكون راسب برتقالي غامق ثم نرشح ،نجفف [11] ويتم وزن الناتج (14.36g) و النسبة المئوية لمنتوج (90%), مخطط 2.



المخطط 3 :تحضيرليكاند قاعدة شف (L)

الخطوة الثانية: تحضير المعقدات الصلبة [12].

1- تحضير معقد النيكل Ni (II) بنسبة مولية 2:1

حُضر معقد النيكل بنسبة مولية (2:1) (فلز:ليكاند) وذلك باذابة (0.2g ,0.0007mol) من الليكاند L=($C_{16}H_{13}N_3O_2$) , مذاب في (15ml) ايثانول مع التسخين القليل لإتمام عملية الإذابة بوجود الوسط القاعدي (NaOH)، أضيف إليها وبشكل تدريجي مع التحريك المستمر(0.084g ,0.00035mol من [$NiCl_2.6H_2O$] الاخضر اللون المذاب في (10ml) أيثانول. ترك المزيج لعملية التصعيد العكسي مدة (4 ساعات) وبدرجة حرارة (70^0C). وحصل تغير في لون المحلول الى البني الغامق ثم برد المزيج ورشح وتم الحصول على راسب يحوي على بلورات زيتونية غسلت بالماء المقطر ثم جففت وكان الناتج بوزن (0.21g) فكانت نسبة المعقد الناتج (86%) .

2- تحضير معقدات الليكاند [$C_{16}H_{13}N_3O_2$] مع الأيونات الفلزية

Mn (II), Co (II) ,Cu (II) ,Zn (II), Cd (II), Pt (IV), Hg (II)

حضرت المعقدات بطريقة مشابهة لتحضير معقد النيكل المذكور اعلاه وبالكميات نفسها من الليكاند (L) ويبين الجدول(1) الخواص الفيزيائية للأملاح الفلزية المستخدمة في تحضير المعقدات الفلزية [13].

الجدول 1 :الخواص الفيزيائية للأملاح الفلزية المستخدمة

Metal salt	M.wt (g/mol)	Color	Weight (g)
$MnCl_2.4H_2O$	197.90	Rosy	0.07
$CoCl_2$	129.84	Purple	0.045
$NiCl_2.6H_2o$	237.69	Green	0.084
$CuCl_2.2H_2O$	170.5	Blue	0.06
$ZnCl_2$	136.28	White	0.047
$CdCl_2.H_2o$	201.33	White	0.07
K_2PtCl_6	486	Yellow	0.17
$HgCl_2$	271.3	White	0.1

الخطوة الثالثة اختبار الفعالية الحيوية: [14]

1- تحضير الوسط الزرعي اكار مولر- هنتون المستخدم في تنمية البكتريا

حضر الوسط الزرعي اكار Nutrient-Agar بإذابة 42g منه في 1.50L من الماء منزوع الأيونات، بالتسخين والتحريك بواسطة المحرك المغناطيسي، عقم بجهاز المؤصدة Autoclave تحت درجة حرارة ^{o}C 121 لمدة 15 دقيقة وضغط par 1.8 ولمدة 15 دقيقة اخرى، ثم ترك يبرد بدرجة حرارة الغرفة .

2- اختيار العزلات البكتيرية

أُختبر نوعان من العزلات البكتيرية، تم الحصول عليها من مختبر تحليل الفعالية البايلوجية - شركة أدوية سامراء(*SDI*) واحدة موجبة لصبغة كرام وهي البكتريا الكروية العنقودية الذهبية *Staphylococcus aureus* والثانية سالبة لصبغة كرام وهي *Escherichia Coli* ونوع من الفطر *Candida* مفحوصة ومشخصة بالاعتماد على منظومة الدواء العالمية.

3- تحضير الطعم البكتيري

نقلت مستعمرات من العزلات البكتيرية النقية لنوعين من البكتريا الموجبة والسالبة لصبغة كرام والفطر من أطباق الوسط الصلب بواسطة الناقل (اللوب) المعقم بالحرارة إلى أنابيب اختبار تحتوي كل واحدة على *(ClucosePawder (5ml* مذاب بالماء المقطر وحضنت أنبوبة الاختبار بدرجة حرارة 37 سيليزية ولمدة 15-22 ساعة. ومن ثم خففت باستعمال الملح الفسلجي حتى تصل العكرة إلى حدّ تشابه العكرة القياسي للحصول على عدد تقريبي للخلايا بمقدار *($1.5*10^8$)* خلية/مل .

4- تحضير محاليل المركبات الكيميائية

تم تحضير المحاليل الكيميائية لمركبات المحضرة وذلك باستعمال مذيب *[DMSO]* لكل مركب محضر بثلاثة تراكيز وهي *(15,10,5 mg/µl)* .

5- تلقيح الوسط الزرعي

لقح وسط أكار نترينت باستعمال الناقل (اللوب) المعقم بعد إدخاله في الأنابيب الحاوية على النمو البكتيري المخفف وإزالة اللقاح الزائد ثم يمزج مع الوسط الزرعي ويرج لتوزيع اللقاح بصورة متجانسة ثم يصب بالإطباق ويترك لمدة (10-15) دقيقة لامتصاص المزروع وجفاف الوسط. ثم عمل حفر في الاطباق بطريقة *Cylinder metric method* بواسطة الثاقب *Cork borer* إذ تم وضع *40 µl* من المركبات المحضرة وبثلاث تراكيز *(15,10,5 mg/µl)*، وبعد ذلك تم وضع الاطباق في الحاضنة عند درجة حرارة 37 درجة مئوية ولمدة 24 ساعة وتم قياس قطر مناطق التثبيط في الاطباق حيث ان زيادة التثبيط يعني زيادة في الفعالية الحيوية للمركبات التي تم تحضيرها.

النتائج والمناقشة:

إن أهم خصائص المعقدات الفلزية المحضرة هي الاستقرار الحراري وتركيب المواد الصلبة الملونة. قابلة للذوبان في (DMSO) و (DMF)و(Ethanol) كمذيبات. لجميع المعقدات المحضرة بيانات عملية ونظرية لقياسات الامتصاص الذري والتحليل الدقيق للعناصر متقاربة والموضحة في الجدول 2.

الجدول 2 :التحليل الدقيق للعناصر(C.H.N.) الصفات الفيزيائية ونسبة المنتوج لليكاندات ومعقدات الفلزية المحضرة

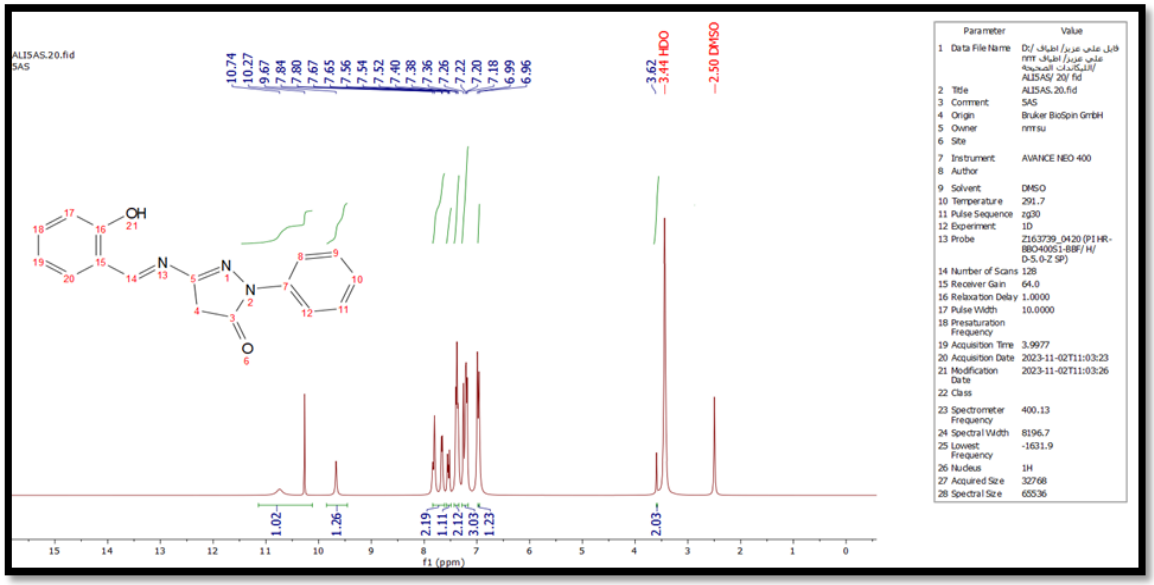
Complexes	Color	M.wt(g/mol) & Molecular formula	M.P. °C	Yield%	Found (cal)%		
					C	H	N
L	Dark Orangw	279.3 $C_{16}H_{13}N_3O_2$	140- 142	%90	68.81 (68.77)	4.69 (4.52)	15.05 (15.02)
$[Mn(L)_2(H_2O)_2]$	Black	647.55 $C_{32}H_{28}\ MnN_6O_6$	223-225	%82	59.35 (59.32)	4.36 (4.27)	12.98 (12.89)
$[Co(L)_2(H_2O)_2]$	Olive	651.55 $C_{32}H_{28}CoN_6O_6$	200-202	%81	58.99 (58.78)	4.33 (4.21)	12.90 (12.87)
$[Ni(L)_2(H_2O)_2]$	Olive	651.31 $C_{32}H_{28}N_6NiO_6$	185-186	89%	59.01 (48.88)	4.33 (4.25)	12.90 (12.84)
$[Cu(L)_2(H_2O)_2]$	Black	656.16 $C_{32}H_{28}CuN_6O_6$	164-166	%85	58.58 (58.44)	4.30 (4.28)	12.81 (12.70)
$[Zn(L)_2(H_2O)_2]$	Yellow	658 $C_{32}H_{28}ZnN_6O_6$	195-197	85%	58.41 (58.33)	4.29 (4.15)	12.77 (12.70)
$[Cd(L)_2(H_2O)_2]$	Yellow	705.02 $C_{32}H_{28}CdN_6O_6$	170-172	85%	54.52 (54.35)	4.00 (3.98)	11.92 (11.87)
$[Pt(L)_2(H_2O)_2]$	Wood	787.70 $C_{32}H_{28}PtN_6O_6$	225-227	93%	48.79 (48.56)	3.58 (3.49)	10.67 (10.59)

$[Hg(L)_2(H_2O)_2]$	Tortilla	793.20 $C_{32}H_{28}HgN_6O_6$	175-177	86%	48.46 (48.39)	3.56 (3.35)	10.60 (10.55)

طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون والكاربون ^{13}C, ^{1}H-NMR spectroscopy

1- طيف بروتون الرنين النووي المغناطيسي لليكاند ^{1}H-NMR spectroscopy of the ligand (L)

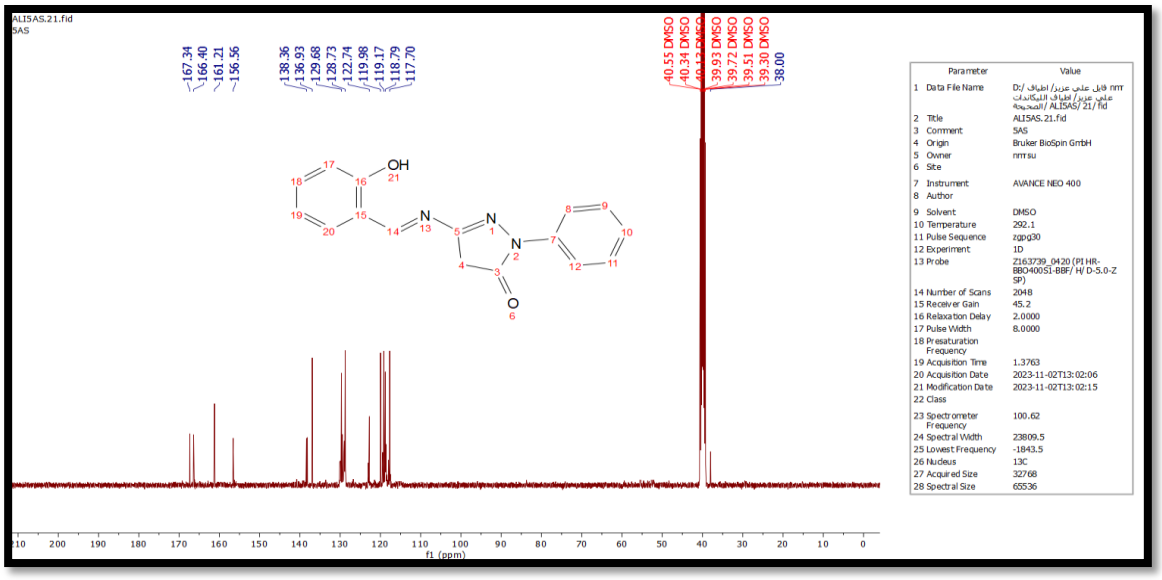
أعطى طيف بروتون الرنين المغناطيسي ^{1}H-N.M.R لليكاند (L) الإشارات المتوقعة واختفاء إشارة مجموعة الأمين $-NH_2$- حيث ظهرت إشارة مجموعة المثيلين $C\underline{H}_2$ لحلقة البايرازول عند 3.62 ppm وظهرت بروتونات مجموعتي الفنيل إشارات متعددة عند المدى (7.84-6.96)ppm وظهرت إشارة بروتون مجموعة الآزوميثين $C\underline{H}$=N عند 9.67ppm واشارة مجموعة OH- الفينولية عند 10.27ppm .[15]، الشكل1.



الشكل 1 :طيف بروتون الرنين المغناطيسي (^{1}H-NMR) لليكاند L

2- طيف كاربون الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C-NMR لليكاند ^{13}C-NMR spectroscopy of the ligand (L)

أعطى طيف كاربون الرنين المغناطيسي ^{13}C-NMR لليكاند (L) قيد الدراسة اربعة عشر اشارة حيث ظهرت إشارة كاربون مجموعة المثيلين $C\underline{H}_2$ لحلقة البايرازول عند 38.00ppm واشارات ذرات كاربون مجموعتي الفنيل عند المدى (138.36-117.70) ppm وظهرت كاربون الفنيل المتصلة بمجموعة OH- الفينولية عند 156.56ppm وكاربون $C\underline{=}N$ لحلقة البايرازول عند 161.21ppmو اشارتين عند (167.34,166.40) ppm والعائدتين لكاربون كل من مجموعة الآزوميثين $C\underline{H}$=N والكاربونيل C=O لحلقة البايرازول علي التوالي , الشكل 2.



الشكل 2: طيف الكاربون الرنين المغناطيسي (^{13}C-NMR) لليكاند L

أطياف الأشعة تحت الحمراء للمركبات المحضرة Infrared Spectra

1. **منطقة الطيف المحصورة بين 1700- 4000 سم$^{-1}$ [16].**

أظهر طيف الأشعة تحت الحمراء لليكند (L) والموضح بالشكل 3 حزمة امتصاص واسعة ومتوسطة الشدة عند التردد 3336 سم$^{-1}$ تعزى إلى الاهتزازات الأمتطاطية للآصرة (O-H) لمجموعة الهيدروكسيل في الليكاند بينما نلاحض اختفاء هذة الحزمة في المعقدات دلالة على حصول التناسق وكذلك ظهرت حزم عند الموقع (3460-3433cm^{-1}) تعود لامتطاط (H_2O) لجزيئات الماء المتناسقة وكذلك اظهر طيف الليكاند حزمة امتصاص ضعيفة عند 2885,3074 سم$^{-1}$ تعزى الى الاهتزازات الأمتطاطية للآصرة (C-H) الاورماتية والالفاتية على التوالي لحلقة البايروزول وتظهر هذه الحزم في نفس موقع أطياف المعقدات الفلزية تقريباً حيث لم تعانِي هذه الحزمة أيةِ تغيرات في الموقع والشدة مما قد يشير الى عدم ارتباط الآيون الفلزي وذلك لعدم تأثرهما بعملية التناسق كونها بعيدة عن موقع التناسق [17].

2. منطقة الطيف المحصورة بين 400- 1700 سم$^{-1}$

تعتبر هذه المنطقة مهمة جداً في طيف الأشعة تحت الحمراء عند تفسير المعقدات الفلزية كونها تضم معظم حزم الامتصاص العائدة للمجاميع الفعالة في كل من أطياف الليكاند ومعقداته على حد سواء ومنها مجاميع (N=N) و (C=N) و وغيرها من المجاميع الفعالة الاخرى مضافاً الى ذلك الاهتزازات العائدة للآصرة (فلز-نتروجين) و(فلز-أوكسجين) [18].

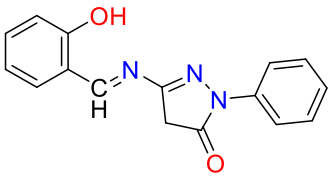
أظهر طيف مجموعة البايروزول غير المتجانسة حزمة امتصاص متوسطة عند التردد 1616 سم$^{-1}$ تعود الى التردد الأمتطاطي للآصرة (C=N) الالفاتية غير المشبعة لمجموعة آلازومثين وقد أوضحت أطياف المعقدات الفلزية تغير ملحوظاً في الموقع والشدة لهذه الحزمة حيث تزاح الى ترددات أقل تكون في المدى (1593) سم$^{-1}$ لطيف المعقدات الفلزية، ويعزى سبب هذا الاختلاف الى مشاركة المزدوج الإلكتروني لذرة النيتروجين(N) لمجموعة الايزوميثين الالفاتية لحلقة البايروزول التناسق مع الأيونات الفلزية قيد الدراسة.

أظهر طيف الليكاند الحر حزمة امتصاص متوسطة الشدة عند التردد 1635 سم$^{-1}$ تعود إلى الاهتزازات الامتطاطية لمجموعة الايزوميثين (C=N) الاورماتية لم تعاني هذه المنطقة من تغيرات في أطياف المعقدات الفلزية قيد الدراسة من حيث شكل وشدة ومواقع الحزم فيها عملية التناسق مع أيونات العناصر الفلزية،[18] كما أظهرت أطياف المعقدات الفلزية في الشكل 3) ترددات لحزم جديدة لم تظهر في طيف الليكاند الحر وهي حزمة التارجح الموقع (906 cm^{-1}) وحزمة التمايل عند الموقع(840 cm^{-1}) تقريبا العائدة للماء وترددات (439-513) سم$^{-1}$ حيث تعود هذه الحزم إلى الترددات الأمتطاطية للأواصر فلز- أوكسجين (M-O) و فلز- نتروجين (M-N) على التوالي لذلك فأن طيف الأشعة تحت الحمراء يشير الى كون الليكاند (L) يسلك كليكاند ثنائي السن خلال عملية التناسق عن طريق ذرة الأوكسجين لمجموعة الهيدروكسيل الفينولية وذرة النتروجين لمجموعة الازوميثين الالفاتية لحلقة البايروزول ليعطي حلقتين خماسيتين كيلتية تؤدي الى زيادة استقرارية المعقدات الفلزية التناسقية المتكونة [20,19]، الجدول 3

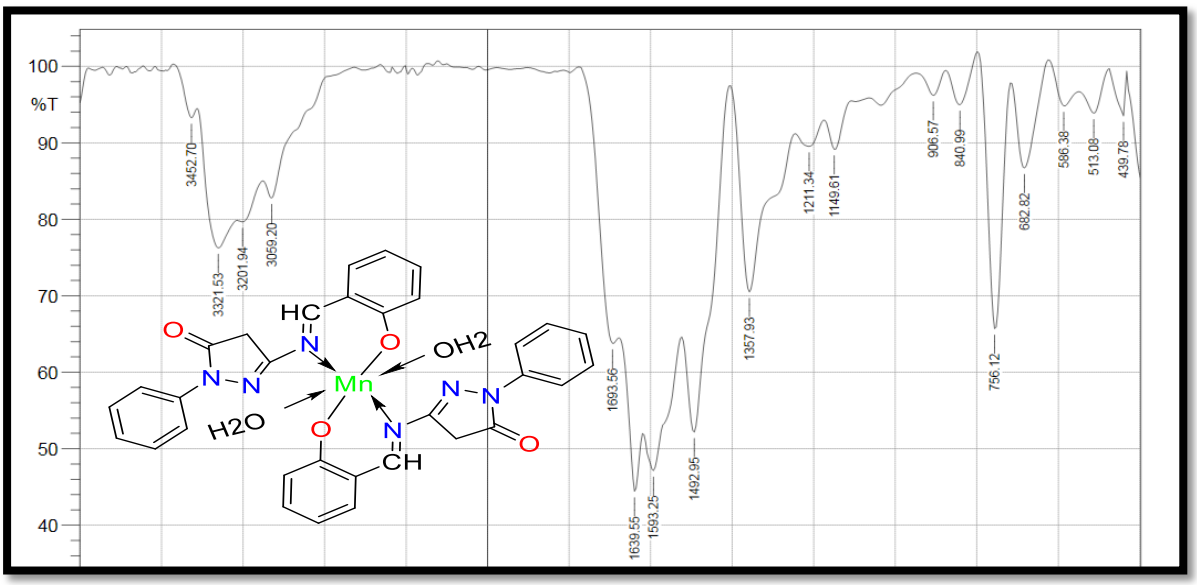
الجدول 3 :يوضح حزم الاشعة تحت الحمراء لليكاندات ومعقداتها الفلزية المحضرة (cm-^{1})

Compound	(O-H)hydroxyl br (O-H) - (H2O)	(C-H) Ar, Al w	(C=O) s	(C=N) Ar, Al s	(O-H_2) Coord	(M-N) w	(M-O) w
L	3336 -	3074 Ar 2885 Al	1697	1635Ar 1612 Al	-	-	-
$[Mn(L)_2(H_2O)_2]$	-	3059 Ar	1693	1639Ar	906	513	439

	3452	2939 Al		1593 Al	840		
$[Co(L)_2(H_2O)_2]$	- 3464	3070 Ar 2982 Al	1689	1635 Ar 1589 Al	910 825	501	439
$[Ni(L)_2(H_2O)_2]$	- 3460	3074 Ar 2955 Al	1681	1631 Ar 1589 Al	906 848	509	432
$[Cu(L)_2(H_2O)_2]$	- 3452	3113 Ar 2974 Al	1681	1624 Ar 1585 Al	910 840	516	447
$[Zn(L)_2(H_2O)_2]$	- 3437	3070 Ar 2985 Al	1685	1624 Ar 1585 Al	914 837	513	432
$[Cd(L)_2(H_2O)_2]$	- 3433	3066 Ar 2901 Al	1693	1620 Ar 1593 Al	910 852	505	451
$[Pt(L)_2(H_2O)_2]$	- 3433	3066 Ar 2985 Al	1689	1631 Ar 1593 Al	933 852	513	435
$[Hg(L)_2(H_2O)_2]$	- 3433	3066 Ar 2989 Al	1985	1631 Ar 1585 Al	910 843	524	443



الشكل3 : طيف الأشعة تحت الحمراء لليكند (L)



الشكل 4 :طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقد $[Mn\ (L1)_2\ (H_2O)_2]$

أطياف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية للمركبات المحضرة [21] . **Ultraviolet Spectra**

في دراستنا هذه قيست الأطياف الألكترونية للمعقدات المحضرة بإستخدام الايثانول المطلق ضمن مدى nm (-1100 200) وبتركيز (10^{-5}) مولاري. وقد أعطت المعقدات المحضرة أطياف d-d والبعض الآخر أعطى أطياف انتقال الشحنة فقط.

نتيجة للدراسة الواسعة لأطياف d-d فان أطياف الامتصاص المرئية معروفة لعدد كبير جداً من المعقدات وتعد قياسات أطياف الامتصاص الألكترونية جزءاً ضرورياً في عملية تشخيص ودراسة بنية المعقدات الجديدة . حيث أظهر الطيف الإلكتروني لليكاند المحضر (L) قمتين الأولى بحدود 210 نانومتر (47619) سم$^{-1}$ تابعة للانتقال الإلكتروني $\pi \rightarrow \pi^*$ لحلقة البايروزول ، اما القمة الثانية بحدود 265 نانومتر (37735) سم$^{-1}$ تابعة الانتقال الالكتروني $n \rightarrow \pi^*$ نتيجة وجود مجموعة تحتوي على اصرة مزدوجة بالإضافة الى وجود ذرة غير متجانسة تحمل زوج من الإلكترونات مثل (-C=N=) في حلقة البايروزول بالإضافة الى انتقال الشحنة الالكتروني بين الجزيئات من حلقة الفنيل الى حلقة البايروزول ومن خلال مجموعة الازو (-N=N-) حيث أظهرت هذه الحزمة حدوث إزاحة حمراء بسبب التآصر بين الليكاند والأيون الفلزي ، وعند مقارنة طيف الليكاند (L) الموضح بالشكل5 مع أطياف محاليل مزج الليكاند مع الأيونات الفلزية Co(II) و Zn(II) و Cd(II) فقد أظهرت هذه المحاليل حدوث تغير لوني–طيفي وصاحبه حدوث إزاحة حمراء

أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية–المرئية لمعقد **$[Mn(L)_2(H_2O)_2]$** سداسية التناسق ذات التركيب ثماني السطوح عالية البرم والذي لها الترتيب الألكتروني $t_2g^3\ eg^2$ قمتا امتصاص كانت عند 433 نانومتر (23094) سم$^{-1}$ و360 نانومتر (27777)سم$^{-1}$ تعود الى الانتقالات الإلكترونية $^6A_1g \rightarrow {}^4T_2g_{(G)}$ و $^6A_1g \rightarrow {}^4T_2g_{(D)}$ وانتقال عند 335نانومتر (29850) سم$^{-1}$ يعود الى طيف نقل الشحنة C.T. و265,209 نانومتر (37736,47845) سم$^{-1}$ وانتقالات الليكاند (Intra ligand) على التوالي [22].

كما أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية–المرئية لمعقد **$[Co(L)_2(H_2O)_2]$** المحضر سداسية التناسق ذات التركيب ثماني السطوح عالي البرم والذي لها الترتيب الألكتروني $t_2g^4\ eg^2$ والحالة المستقرة (^5T_2g) وقد أعطى حزمة امتصاص عند 1020نانومتر ($9803cm^{-1}$) تعود إلى الإنتقال $^4T_1g(F) \rightarrow {}^4T_2g(F)$ وحزمة أمتصاص في المنطقة 626 نانومتر ($15974cm^{-1}$) تعود الى الانتقال$^4T_1g(F) \rightarrow {}^4A_2g(F)$, أما الحزمة التي ظهرت في المنطقة545 نانومتر ($18248cm^{-1}$) تعود الى الانتقال $^4T_1g(F) \rightarrow {}^4T_1g(p)$و265,209 نانومتر (37736,47847) سم$^{-1}$ انتقالات الليكاند (Intra ligand) على التوالي[23].

أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية لمعقد **$[Ni(L)_2(H_2O)_2]$** ثلاث قمم امتصاص عند 1069 نانومتر (9354) سم$^{-1}$ و 758 نانومتر (13192)سم$^{-1}$ و 505 نانومتر (19801)سم$^{-1}$ تعود الى الانتقالات الإلكترونية $^3A_2g \rightarrow {}^3T_2g_{(F)}$ و $^3A_2g \rightarrow {}^3T_1g_{(F)}$ و$^3A_2g \rightarrow {}^3T_1g_{(p)}$ على التوالي و263,210 نانومتر (38023,47619)سم$^{-1}$ انتقالات الليكاند (Intra ligand) على التوالي [24].

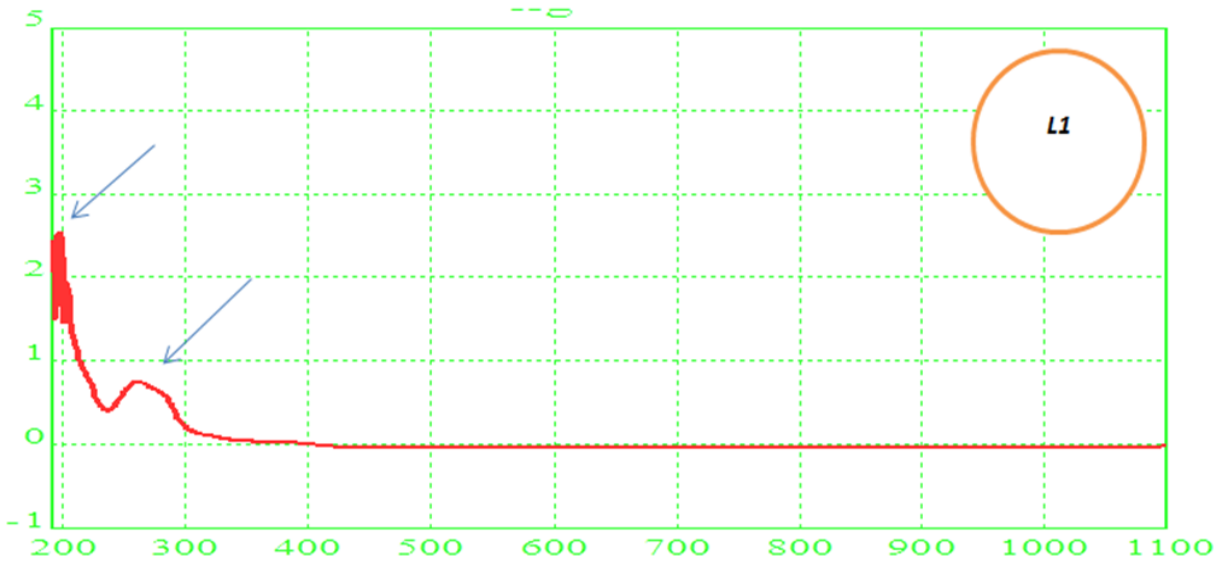
أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية لمعقد **$[Cu(L)_2(H_2O)_2]$**[36,37] قمتا امتصاص عند 633 نانومتر (15797)سم$^{-1}$ و534 نانومتر (18726) سم$^{-1}$ وقمة 400 عند نانومتر (25000)سم$^{-1}$ تعود الى طيف نقل الشحنة C.T الانتقالات الإلكترونية$^2B_2g \rightarrow {}^2Eg, {}^2B_1g \rightarrow {}^2B_1g$ على التوالي و263,209 نانومتر (38023,47847) سم$^{-1}$ انتقالات الليكاند (Intra ligand) على التوالي.

اظهرت أطياف انتقال الشحنة(C.T) لمعقد **$[Zn(L)_2(H_2O)_2]$** حزمة امتصاص في المنطقة,400 نانومتر (cm^{-1} 25000) و265,213 نانومتر (37736,46948)سم$^{-1}$ انتقالات الليكاند (Intra ligand) على التوالي

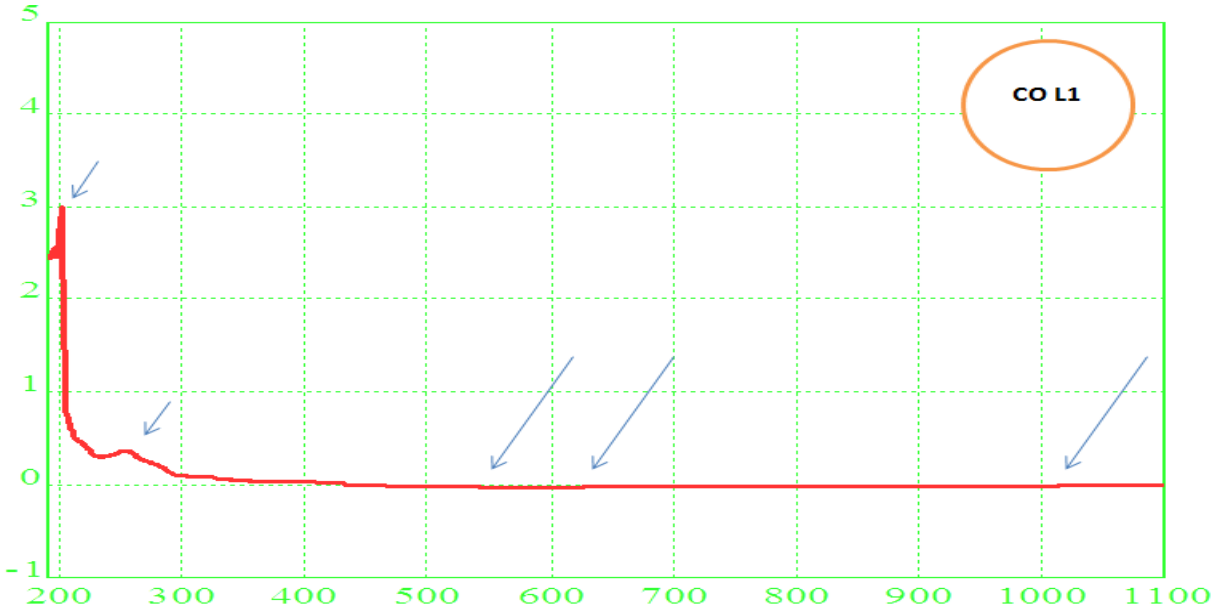
اظهرت أطياف انتقال الشحنة(C.T) معقد **$[Cd(L)_2(H_2O)_2]$** في الشكل 6 حزمة امتصاص في المنطقة,400 نانومتر(cm^{-1} 25000) 264,21 و نانومتر (37878,46170)سم$^{-1}$ انتقالات الليكاند (Intra ligand) على التوالي كما أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية لمعقد **$[Pt(L)_2(H_2O)_2]$** قمتا امتصاص الأولى عند الطول الموجي عند الطول الموجي 703 نانومتر (14224) سم$^{-1}$، والثانية عند الطول الموجي 451 نانومتر (22172) سم$^{-1}$، وقمة عند الطول الموجي 407 نانومتر (24570) سم$^{-1}$ تعود الى طيف نقل الشحنة C.T الانتقالات الألكترونية المسموحة برمياً $^1A_1g \rightarrow {}^3T_2g_{(F)}$ و $^1A_1g \rightarrow {}^3T_1g_{(F)}$ و260, ,209 نانومتر (38462 ,47847)سم$^{-1}$ تعود الى انتقالات الليكاند (Intra ligand) على التوالي [25].

واخيرًا اظهرت أطياف انتقال الشحنة(C.T) لمعقد **$[Hg(L)_2(H_2O)_2]$** حزمة امتصاص في المنطقة 395نانومتر (32258)سم$^{-1}$و213, 265 نانومتر (46948, 37736)سم$^{-1}$ انتقالات الليكاند (Intra ligand) على التوالي, الجدول 4 .

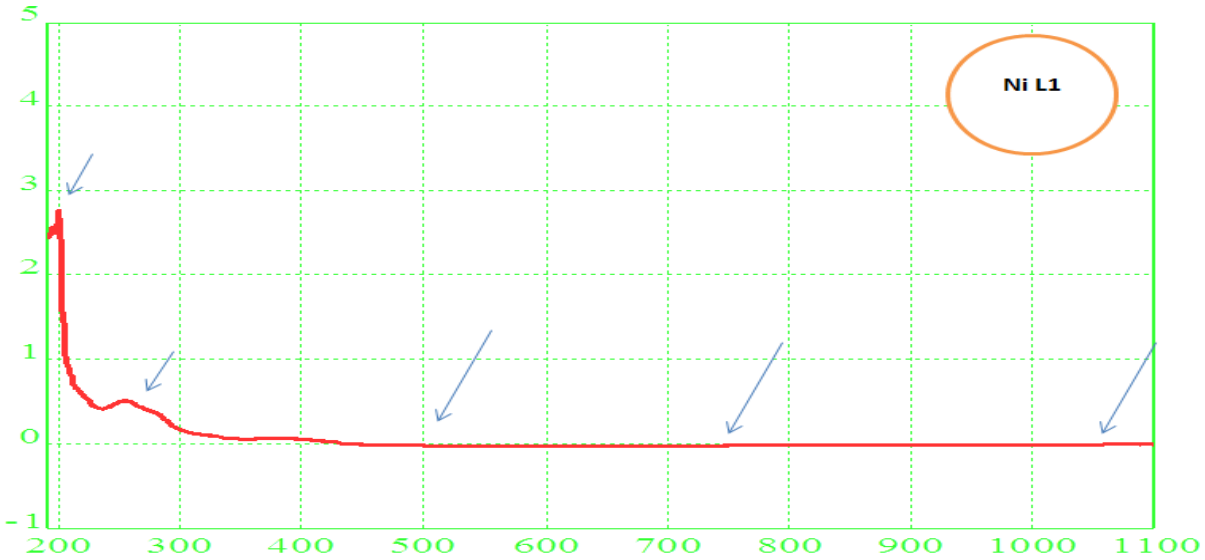
قيست التوصيلية المولارية للمعقدات المحضرة عند تركيز (10^{-3}) مولاري في مذيب (DMSO) عند درجة حرارة (25^0C) وكانت نتائج الموصلية لجميع المعقدات المحضرة منخفضة جدا أقل من (20) مما يشير الى كون هذه المعقدات غير الالكتروليتية وكما هو مشار اليه في الجدول (4) وهذا يتفق مع الصيغ التركيبية المقترحة للمعقدات. كما اظهرت المعقدات الفلزية عزوم مغناطيسية تتراوح بين (1.77-5.81) والموضحة في الجدول 2.



الشكل 5 : طيف الأشعة فوق البنفسجية–المرئية لليكاند(L)



الشكل 6 : طيف الأشعة فوق البنفسجية-المرئية للمعقد $[Co(L^1)_2(H_2O)_2]$



الشكل7: طيف الأشعة فوق البنفسجية–المرئية للمعقد $[Ni(L^1)_2(H_2O)_2]$

الجدول 4 :الأطياف الألكترونية (UV-Vis) للمعقدات المحضرة باستخدام مذيب الايثانول

Complexes	λ_{max} (nm)	Absorption Bands (cm^{-1})	A	Transitions	$\Lambda(ohm^{-1}.cm^2.mol^{-1})$ DMSO	Meff B.M.
L	212 265	47170 37736	2.5 0.8	$\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$	-------	------
$[Mn(L)_2(H_2O)_2]$	209 265 335 433 360	47845 37736 29850 23094 27777	2.7 0.25 0.179 0.09 0.06	I.L I.L C.T $^6A_1g \rightarrow {}^4T_2g(G)$ $^6A_1g \rightarrow {}^4T_2g(D)$	2.5	5.81
$[Co(L)_2(H_2O)_2]$	209 265 1020 626 545	47847 37736 9803 15974 18248	2.95 0.55 0.21 0.09 0.06	I.L I.L $^4T_1g \rightarrow {}^4T_2g(F)$ $^4T_1g \rightarrow {}^4A_2g(F)$ $^4T_1g \rightarrow {}^4T_1g(P)$	1.1	5.22
$[Ni(L)_2(H_2O)_2]$	210 263 1069 758 505	47619 38023 9354 13192 19801	2.8 0.7 0.175 0.097 0.086	I.L I.L $^3A_2g \rightarrow {}^3T_2g(F)$ $^3A_2g \rightarrow {}^3T_1g(F)$ $^3A_2g \rightarrow {}^3T_1g(P)$	2.1	3.18
$[Cu(L)_2(H_2O)_2]$	209 263 404 633 534	47847 38023 24752 15797 18726	2.85 0.45 0.22 0.096 0.076	I.L I.L C.T $^2B_1g \rightarrow {}^2B_2g$ $^2B_1g \rightarrow {}^2Eg$	2.1	1.77
$[Zn(L)_2(H_2O)_2]$	213 265 400	46948 37736 25000	2.9 0.35 0.11	I.L I.L C.T	5.7	------
$[Cd(L)_2(H_2O)_2]$	212 264 400	47170 3788 25000	3.2 0.3 0.1	I.L I.L C.T	2.4	------
$[Pt(L)_2(H_2O)_2]$	209 260 407 703 451	47847 38462 24570 14224 22172	2.85 0.25 0.21 0.07 0.06	I.L I.L C.T $^1A_1g \rightarrow {}^3T_2g(F)$ $^1A_1g \rightarrow {}^3T_1g(F)$	3.1	------

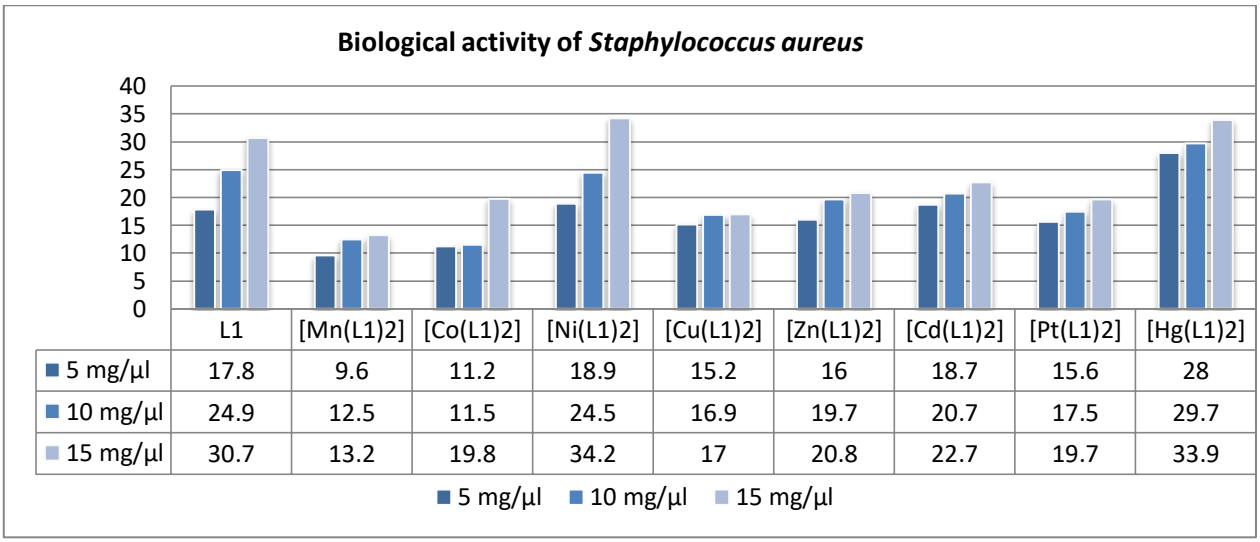
	213	46948	2.9	I.L		
$[Hg(L)_2(H_2O)_2]$	265	37736	0.45	I.L	4.1	------
	395	25316	0.43	C.T		

الفعالية الحيوية للمركبات المحضرة: [26-28]

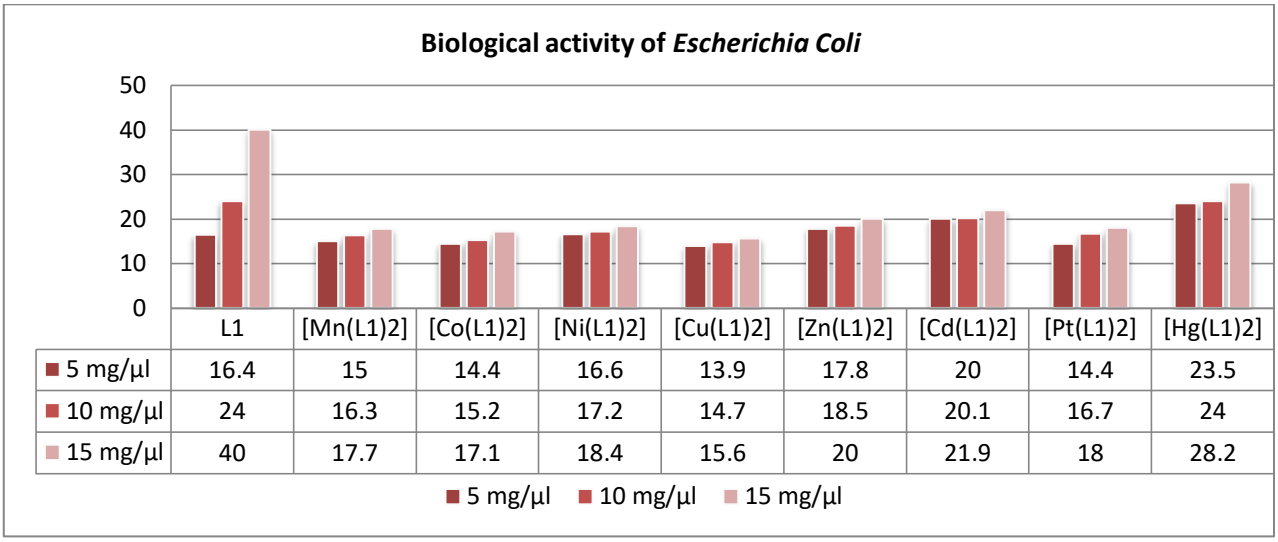
تم تقييم الفعالية الحيوية للمركبات المحضرة على نوعين من البكتيريا السالبة والموجبة لصبغة كرام وهي المكورات العنقودية الذهبية *Staphylococcus aureus* والعصيات القولونية *Escherichia Coli* ونوع من الفطر Candida باستعمال مذيب (DMSO) الذي يعطي فعالية مقدارها صفر, حيث أظهرت هذه المركبات فعالية حيوية ضد هذه الأنواع من البكتريا، حيث اظهرت المركبات المحضرة قابلية تثبيط اعلى في بعض المركبات من المضادات المستخدمة (Neomycin) (Nystatin) والمبينة في الجدول (5) والاشكال(7-8-9)

الجدول 5: الفعالية الحيوية للمركبات المحضرة اتجاه البكتيريا والفطريات المختارة

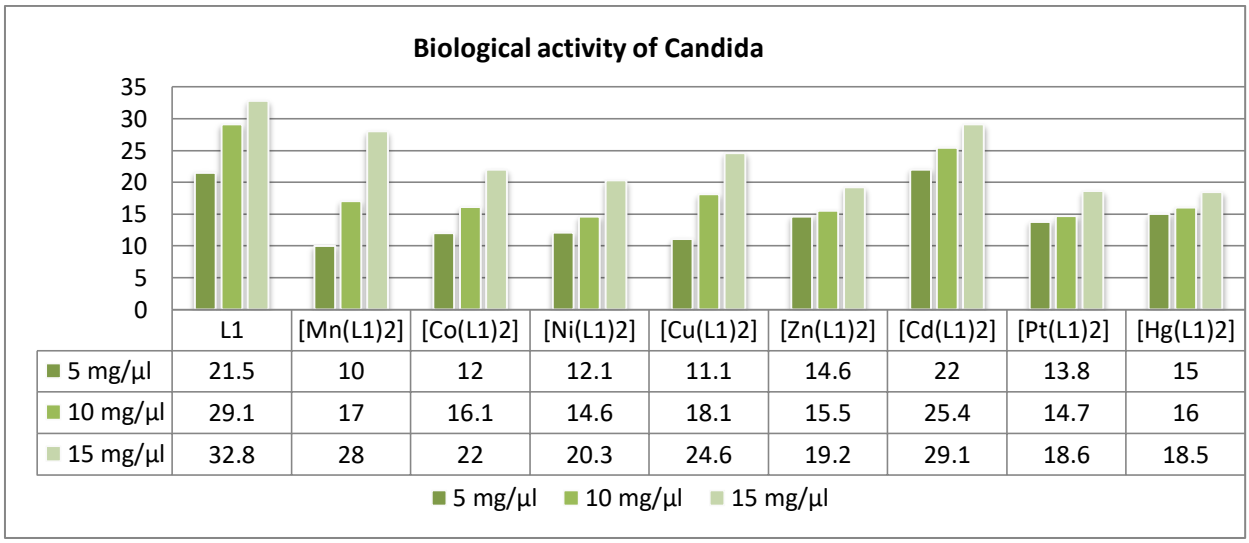
Compounds	*Staphylococcus aureus*			*Escherichia Coli*			*Candida*		
	5 mg/µl	**10 mg/µl**	**15 mg/µl**	**5 mg/µl**	**10 mg/µl**	**15 mg/µl**	**5 mg/µl**	**10 mg/µl**	**15 mg/µl**
L	17.8	24.9	30.7	16.4	24	40	21.5	29.1	32.8
$[Mn(L)_2(H_2O)_2]$	9.6	12.5	13.2	15	16.3	17.7	10	17	28
$[Co(L)_2(H_2O)_2]$	11.2	11.5	19.8	14.4	15.2	17.1	12	16.1	22
$[Ni(L)_2(H_2O)_2]$	18.9	24.5	34.2	16.6	17.2	18.4	12.1	14.6	20.3
$[Cu(L)_2(H_2O)_2]$	15.2	16.9	17	13.9	14.7	15.6	11.1	18.1	24.6
$[Zn(L)_2(H_2O)_2]$	16	19.7	20.8	17.8	18.5	20	14.6	15.5	19.2
$[Cd(L)_2(H_2O)_2]$	18.7	20.7	22.7	20	20.1	21.9	22	25.4	29.1
$[Pt(L)_2(H_2O)_2]$	15.6	17.5	19.7	14.4	16.7	18	13.8	14.7	18.6
$[Hg(L)_2(H_2O)_2]$	28	29.7	33.9	23.5	24	28.2	15	16	18.5



الشكل 7 :قيم الفعالية التثبيطية لبعض المركبات ومعقداتها الفلزية المحضرة المضادة لبكتريا *Staphylococcus aureus*

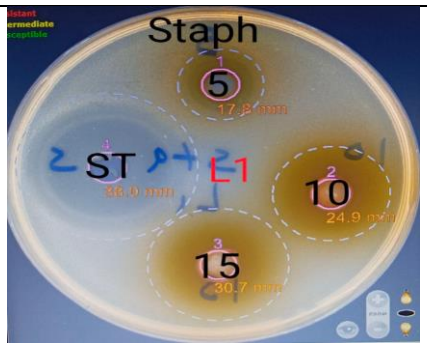
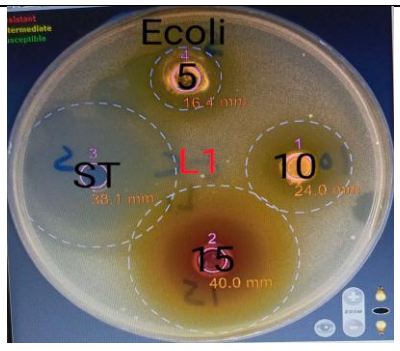
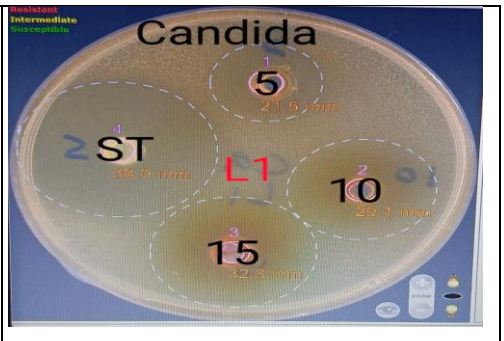


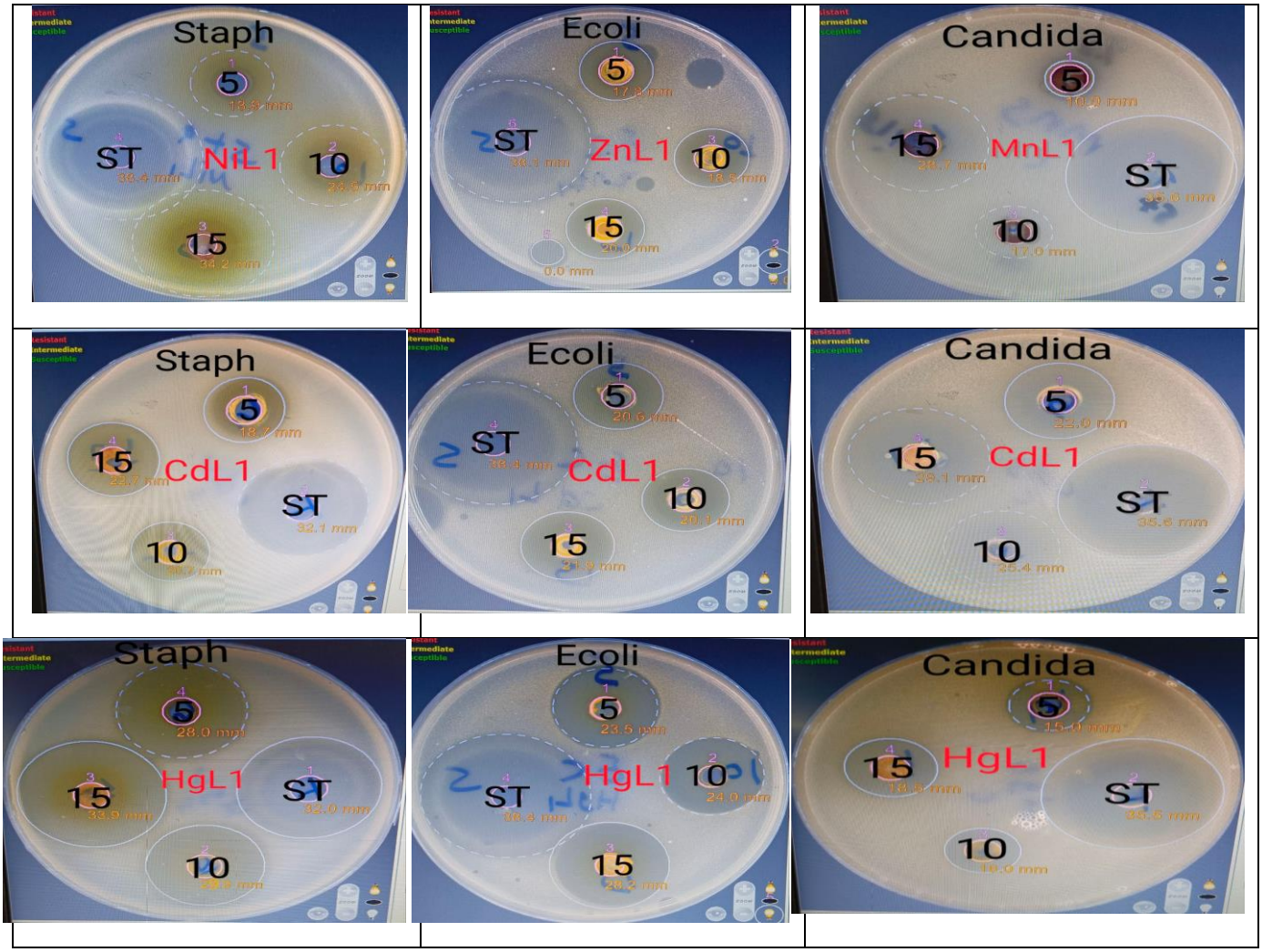
الشكل 8 :قيم الفعالية التثبيطية لبعض المركبات ومعقداتها الفلزية المحضرة المضادة لبكتريا *Escherichia Coli*



الشكل 9 :قيم الفعالية التثبيطية لبعض المركبات ومعقداتها الفلزية المحضرة المضادة لفطر *Candida*

الجدول 6 : يبين صور الفعالية البايولوجية المضادة للبكتيريا للمركبات ومعقداتها الفلزية المحضرة في نمو البكتيريا *Staphylococcus aureu, Escherichia, Coli* والفطر *Candida*



الاستنتاجات

تم تحضير ليكاند قاعدة شف جديد (L) من مفاعلة الامين (5-أمينو-2-فينيل-4,2-ثنائي هيدرو-3هيدروجين - بيرازول-3-ون) مع السالسلديهايد وبنقاوة عالية وبنسبة منتوج جيدة. تم تحضير ثمانية معقدات جديدة من مفاعلة الليكاند (L) مع املاح الفلزات الثنائية والرباعية (Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Cd, Pt, Hg). تم تشخيص المركبات المحضرة بعدة طرق طيفية تم التوصل من خلالها الى اقتراح الشكل الهندسي ثماني السطوح للمعقدات المحضرة. كما اظهرت الفعالية الحيوية للمركبات المحضرة تثبيط عالي حتى في التراكيز المنخفضة مما يظهر اهميتها في المجالات العلاجية والدوائية.

Reference

1. ALMÁŠI, Miroslav; VILKOVÁ, Mária; BEDNARČÍK, Jozef. Synthesis, characterization and spectral properties of novel azo-azomethine-tetracarboxylic Schiff base ligand and its Co (II), Ni (II), Cu (II) and Pd (II) complexes. Inorganica Chimica Acta, 2021, 515: 120064.

2. DALIA, S. Afrin, et al. A short review on chemistry of schiff base metal complexes and their catalytic application. Int. J. Chem. Stud, 2018, 6.3: 2859-2867.

3. PATIL, Meghshyam K.; MASAND, Vijay H.; MALDHURE, Atish K. Schiff base metal complexes precursor for metal oxide nanomaterials: a review. Current Nanoscience, 2021, 17.4: 634-645.

4. PAUL, Tuly, et al. Schiff base metal complexes: Synthesis, characterization, thermal analysis and antibacterial activity. Asian Journal of Research in Chemistry, 2020, 13.4: 265-274.

5. YOON, Sanghyun, et al. Dyeing of Polyester with 4-Fluorosulfonylphenylazo-5-pyrazolone Disperse Dyes and Application of Environment-Friendly Aftertreatment for Their High Color Fastness. Materials, 2019, 12.24: 4209.

6. STEFANIAK, Jakub, et al. Chemical instability and promiscuity of arylmethylidenepyrazolinone-based MDMX inhibitors. ACS Chemical Biology, 2018, 13.10: 2849-2854.

7. Mei, Z., Zhi-fu, X., Run-tao, Z., Da-kai, C., Min, G., Shi-chao, C., Yang-ming, Z., Xin-wen, Z., Yan-yan, Y., Jia, L., Fa-jun, N., Jing-ya, L., Novel substituted pyrazolone derivatives as AMP-activated protein kinase activators to inhibit lipid synthesis and reduce lipid accumulation in ob/ob mice, Acta Pharmacol. Sin. , 39(10), 1622–1632,2018.

8. KUDDUSHI, Mohammad Muzammil Y., et al. Synthesis and characterization of Schiff base aniline with 5-bromo-2-hydroxyl benzaldehyde and their metal complexes. International Journal of Recent Scientific Research, 2018, 9.4: 26026-26030.

9. IBRAHIM, D.; MOHAMMEM, H.; LASEMA, H. Synthesis and Characterization New Schiff Base Derivatives and Their Complexes with Zn (II) and Ni (II). Journal of Applied Chemistry, 2019, 12.8: 24-34.

10. OULMIDI, Afaf, et al. New Bis-Pyrazole-Bis-Acetate Based Coordination Complexes: Influence of Counter-Anions and Metal Ions on the Supramolecular Structures. Sustainability, 2020, 13.1: 288.

11. MÜLLER, Lars, et al. Versatile Coordination Behavior of the Asymmetric Bis (3-mesityl-pyrazol-1-yl)(5-mesitylpyrazol-1-yl) Hydroborate Ligand towards Late 3 d M2+ Ions. European Journal of Inorganic Chemistry, 2021, 2021.1: 71-85.

12. COTTON, F. Albert; WILKINSON, Geoffrey; GAUS, Paul L. Basic inorganic chemistry. John Wiley & Sons, 1995.

13. SALIH, Ban D., et al. Biological activity and laser efficacy of new Co (II), Ni (II), Cu (II), Mn (II) and Zn (II) complexes with phthalic anhydride. Materials Today: Proceedings, 2021, 43: 869-874.

14. TSUKADA, Kento, et al. Synthetic biology based construction of biological activity-related library of fungal decalin-containing diterpenoid pyrones. Nature communications, 2020, 11.1: 1830.

15. AL-ADILEE, Khalid J.; FANFON, Dunya Yo. Preparation, spectral identification and analytical studies of some transition metal complexes with new thiazolylazo ligand and their biological activity study. Journal of Chemistry and Chemical Engineering, 2012, 6.11: 1016.

16. HERMI, Sabrine, et al. The Coordination Behavior of Two New Complexes,[(C7H10NO2) CdCl3] n (I) and [(C7H9NO2) CuCl2](II), Based on 2, 6-Dimethanolpyridine; Elaboration of the Structure and Hirshfeld Surface, Optical, Spectroscopic and Thermal Analysis. Materials, 2022, 15.5: 1624.

17. FENG, Shan-Shan, et al. Construction of novel hexanuclear Co (II) and dinuclear Ni (II) bis (salamo)-type complexes. Applied Organometallic Chemistry, 2022, 36.2: e6501.
18. PRASAD, AS Arun; RAO, KV Bhaskara. Aerobic biodegradation of Azo dye by Bacillus cohnii MTCC 3616; an obligately alkaliphilic bacterium and toxicity evaluation of metabolites by different bioassay systems. Applied microbiology and biotechnology, 2013, 97: 7469-7481.

19. OUNI, Sabri, et al. High impact of thiol capped ZnS nanocrystals on the degradation of single and binary aqueous solutions of industrial azo dyes under sunlight. Journal of Environmental Chemical Engineering, 2021, 9.5: 105915.

20. AL-ADILEE, Khalid; KYHOIESH, Hussein AK. Preparation and identification of some metal complexes with new heterocyclic azo dye ligand 2-[2−-(1-Hydroxy-4-Chloro phenyl) azo]-imidazole and their spectral and thermal studies. Journal of Molecular Structure, 2017, 1137: 160-178.

21. HUSSAIN, Shahzad; HASANAIN, S. K. Chemical pressure induced red shift in band gap and dd transition energies in Sr doped BiFeO3. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 688: 1151-1156.

22. GUDASI, Kalagouda B., et al. Synthesis and spectral studies of Cu (II), Ni (II), Co (II), Mn (II), Zn (II) and Cd (II) complexes of a new macroacyclic ligand N, N'-bis (2-benzothiazolyl)-2, 6-pyridinedicarboxamide. Journal of the Serbian Chemical Society, 2006, 71.5: 529-542.

23. OSAMA'A, A. Y. Synthesis, characterization and bioactivity evaluation of zinc (II) and cadmium (II) complexes with some non-steroidal anti-inflammatory drug ligands. Samarra Journal of Pure and Applied Science, 2022, 4.4.

24. UNDERHILL, A. E.; BILLING, D. E. Calculations of the racah parameter B for nickel (II) and cobalt (II) compounds. Nature, 1966, 210.5038: 834-835.

25. DARAVATH, Sreenu, et al. Design, synthesis, spectral characterization, DNA interaction and biological activity studies of copper (II), cobalt (II) and nickel (II) complexes of 6-amino benzothiazole derivatives. Journal of Molecular Structure, 2017, 1144: 147-158.

26. MOHAMED, Shifaa Ayoob; HUSSEIN, Maha Saleh; AL-BADRANY, Khalid A. Synthesis and characterization of pyrazolines and oxazapine derivatives using chalcones as precursor and evaluation of their biological activity. Samarra Journal of Pure and Applied Science, 2022, 4.4.

27. DARAVATH, Sreenu, et al. Synthesis, structural characterization, antioxidant, antimicrobial, DNA incision evaluation and binding investigation studies on copper (II) and cobalt (II) complexes of benzothiazole cored Schiff bases. Journal of Coordination Chemistry, 2019, 72.12: 1973-1993.

28. NOZHA, S. G., et al. Polymer complexes. LXXIV. Synthesis, characterization and antimicrobial activity studies of polymer complexes of some transition metals with bis-bidentate Schiff base. Journal of Molecular Structure, 2021, 1227: 129525.

IRAQI Academic Scientific Journals

Samarra Journal of Pure and Applied Science

SJPAS

www.sjpas.com

p ISSN: 2663-7405
e ISSN: 2789-6838

Synthesis, Spectral Characterization and Biological Activity of Schiff Base ligand Derived from 5-amino-2-phenyl-2,4-dihydro-3H-Pyrazol-3-one and its Metal Complexes

Ali A. Hamza[1*], Enass J. Waheed[2] and Maha Salih Hussein[3]

1- Babil Directorate of Education - Al-Musayyib Education.
2- Department of Chemistry, College of Education for Pure Sciences, Ibn -Al-Haitham, University of Baghdad, Baghdad, Iraq.
3- Department of Chemistry, College of Education, University of Samarra, Samarra, Iraq.

Article Information

Received: 21/03/2024
Revised: 20/04/2024
Accepted: 30/05/2024
Published: 30/03/2025

Keywords:

Schiff Base, Metal Complexes, Biological Activity, Spectral Characterization, and Pyrazolo

Corresponding Author

E-mail: ali_hamza@uosamarra.edu.iq
Mobile:07811485038

Abstract

Eight new complexes with the general formula $[M(L)_2(H_2O)_2]$ were prepared resulting from the reaction of the new Schiff base ligand [(E)-5-((2-hydroxybenzylidene)amino)-2-phenyl-2,4-dihydro-3H-pyrazol-3-one(L)] with metal ions [manganese, cadmium, zinc, copper, nickel, cobalt, Mercury Bivalent and tetravalent platinum. This ligand was derived from the reaction of the amine (5-amino-2-phenyl-2,4-dihydro-3H-pyrazol-3-one) with Salicylaldehyde, which is linked to the metal ions via two atoms. The nitrogen is the isomethene group, and the oxygen is the hydroxide group of the pyrazoline ring. The prepared compounds were characterized using infrared spectroscopy, nuclear magnetic resonance spectroscopy, and ultraviolet spectroscopy, and from the results of the measurements, the octahedral geometric of the prepared complexes were proposed. The inhibitory ability of the prepared compounds was tested against two types of selected bacteria: *Staphylococcus aureus, Escherichia coli,* and *Candida fungi*, which showed that the ability of the metal complexes to inhibit is higher than the ligand.