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

التحضير والنشاط المضاد للميكروبات والدراسات الحرارية لقاعدة شف الجديدة المشتقة من 4-بيريدين كربوكسالدهيد مع بعض الايونات الفلزية وتشويبها بالمواد النانوية

كميلة ياسين خلف[1]، شيماء احمد حسن[2]*، ديانا عبد الكريم الرفاعي[1]
1- قسم الكيمياء، كلية التربية، جامعة سامراء، سامراء، العراق
2- كلية التحسس النائي والجيوفيزياء، جامعة الكرخ للعلوم، بغداد، العراق.

This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License
https://doi.org/10.54153/sjpas.2025.v7i2.929

معلومات البحث:
تاريخ الاستلام: 2025/04/01
تاريخ التعديل: 2025/04/30
تاريخ القبــول: 2025/05/28
تاريخ الـنشر: 2025/06/30

الكلمات المفتاحية:
قواعد شف، 4-بيريدين كربوكسالدهيد ، المتراكبات النانوية

معلومات المؤلف:
الايميل:
dr.shaimaa_altaee@kus.edu.iq

الخلاصة:

تم تحضير معقدات ثماني السطوح جديدة من (L1) N-(pyridin-2-yl)-1-(pyridin-4-yl)methanimine المشتق من Pyridinecar boxaldehyde-4 و Aminopyridine-2) مع الأيونات المعدنية التالية Mn (II)، Co (II)، Ni (II)، Cd (II)، و Hg (II) في الإيثانول. تم تشخيص الليكاند المحضر ومعقداته بواسطة بـ ^{1}H NMR، FT-IR، ^{13}C NMR، UV.Vis، محتوى الكلوريد، الامتصاص الذري، قياسات الحساسية المغناطيسية، التحليل الدقيق للعناصر، التحليل الحراري، التوصيل المولي، التحليل الطيفي الكتلي ، حيود الاشعة السينية X-Ray ، قياسات الابعاد النانوية في المجهر الالكتروني الماسح (SEM) والتي استخدمت لتشخيص المتراكبات النانوية. بعد تقييم خصائص المركبات المضادة للبكتيريا والفطريات ضد نوعين مختلفين من البكتيريا (البكتيريا إيجابية الجرام (G+) المكورات العنقودية الذهبية، والبكتيريا سالبة الجرام (G-) الإشريكية القولونية ونوع واحد من الفطريات (المبيضات البيضاء)، تم التوصل إلى النتائج التي اشارت إلى أن النشاط المضاد للميكروبات للمعقدات يتفوق على الليكاند الحر. اما الفعالية الحيوية للمتراكبات النانوية فأشارت الى ان المعقدات المحضرة تمتلك قدرة على تثبيط نمو البكتيريا المستعملة الموجبة والسالبة لصبغة كرام وفطر الكانديدا بنسب متباينة وان الفعالية الحيوية للمتراكبات المحضرة اكثر قدرة تثبيطيه وذلك لأنها تتمتع بخصائص نانوية متمثلة بزيادة المساحة السطحية المعرضة للتفاعل وصغر حجمها مما يجعلها اكثر فعالية من المعقدات وكذلك الليكاند .

المقدمة:

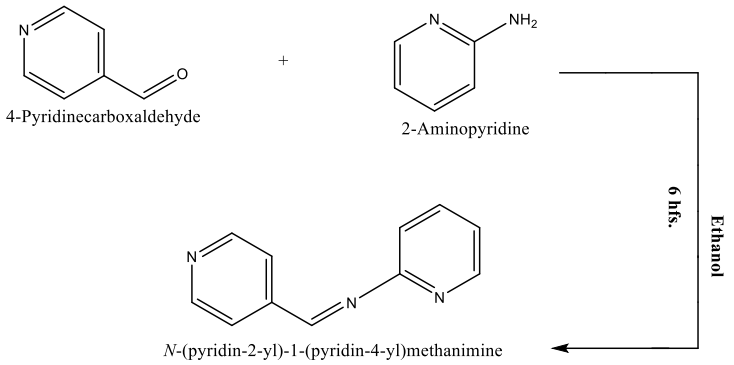
قواعد شف هي المركبات التي لها الصيغة العامة R-HC = N-R حيث R هي مجموعة الألكيل أو الأريل، ان التركيب العام لقواعد شف تأتي عن طريق تفاعل بين الأمينات والألدهايدات أو الكيتونات في وسط حامضي او قاعدي [1]. إن قواعد شف التي تأتي من الألدهيدات (الأليفاتية) ليست مستقرة لأنها تخضع للبلمرة الحرة بينما قواعد شف التي تأتي من الالديهايدات الاروماتية لا تعاني من مثل هذه الأنواع من العيوب بسبب بنيتها [2]. ان الجزء المهم في هذا النوع من المركبات هو وجود اصرة الازوميثين [3]. تستخدم هذه المركبات في التخليق غير العضوي لتحضير مركبات متناسقة مع بعض العناصر المعدنية التي تجد تطبيقات واسعة في مجالات مختلفة [4]. أظهرت المركبات المتناسقة (المعقدات) العديد من الإمكانات البيولوجية مثل نشاط مضاد للفطريات، ومضاد للالتهابات، ومضاد للبكتيريا، ومضاد للبلازموديات، ومضاد للأكسدة، ونشاط مضاد للاكتئاب، ومضاد للسرطان [5-8]. نظرًا لأن 4-بيريدين كربوكسالدهيد ومعقداته المعدنية المحضرة لها نطاق واسع من الخصائص البيولوجية، فهي تعتبر من الروابط المفضلة في الكيمياء الطبية [9] حيث تم اكتشاف أن له نشاطًا مضادًا للبكتيريا (مثل الكلبسيلة الرئوية والإشريكية القولونية والمكورات العنقودية الذهبية) والفطريات (الرشاشيات النيجيرية والبنسيلليوم sp. والمبيضات البيضاء) [11,10]. ان المتراكبات النانوية تلك المجموعة من المواد الهندسيّة التّي يتم انتاجها عن طرّق اضافة نسب وزنّية او حجمّية معّينة من مادة او اكثر (المواد الداعمة Reinforcement Materials) للمادة الأساس (مادة القالب Matrix) ، بحّيثُ يتم دمج

وخلط المواد الداعمة مع مادة القالب بشكل جُيد مما يضمن الحصول على متراكب متجانس تتوزع بداخلها جسُيمات المواد الداعمة توزيعا مثالًيا ، ويشترط فَي اختًيار المواد الداعمة ان تتمتع بالحُياد الكامل بحيث لا تتفاعل مع بعضها البعض او مع المادة الأساس لتحتفظ بهويتها الفردية داخل مادة القالب، ويتبلور الهدف من انتاج المواد المتراكبة في اضافة خواص معينة لمادة القالب او اضافة صفات لم تكن متصلة بها [12] .

الجزء العملي :

اولا : تحضير قواعد شف (L_1) :

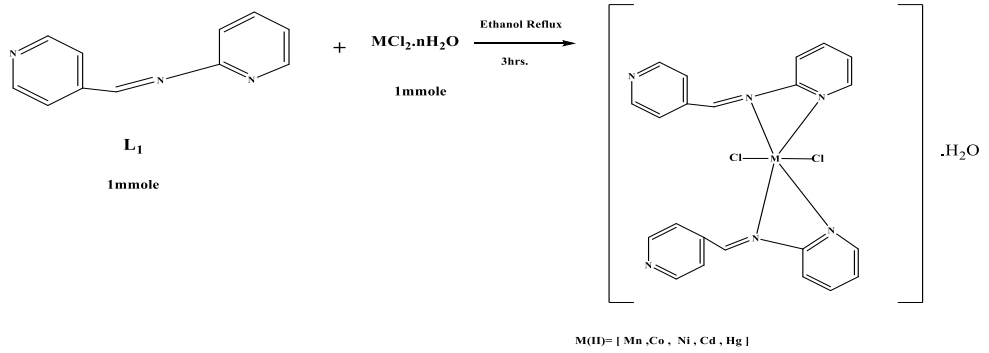
تم إذابة عينة موزونة من 4-بيريدين كربوكسالدهيد (0.11 غم، 1 ملي مول) في الإيثانول (15 مل) مع التحريك عند درجة حرارة (72 درجة مئوية). تمت إضافة المحلول إلى الى محلول مكون من اذابة 2- امينو بردين (0.09غم، 1 ملي مول) في (15 مل) إيثانول. بعد الإضافة، تم يترك الخليط لعملية التصعيد العكسي الخليط لمدة (6 ساعات) وتكون راسب أبيض، ثم تم ترشيح الراسب وغسله باستخدام الإيثانول النقي [13]، ثم إعادة بلورته للحصول على ناتج نقي بنسبة 85%. بدرجة انصهار: 233-235 درجة مئوية، ووزن جزيئي: 183.21 جم/مول ($C_{11}H_9N_3$). المخطط (1) .



المخطط (1) : مسار تحضير ليكاند قاعدة شف.

ثانياً : تحضير المعقدات :

تم إذابة عينة موزونة من الأملاح المعدنية [Mn, Co, Ni, Cd, Hg] (0.196، 0.236، 0.236، 0.135، 0.270 غم، 1 ملي مول) في الإيثانول (10 مل) ثم إضافتها إلى محلول الليكاند (0.183 غم ،1 ملي مول) في (15 مل) من الإيثانول. بعد الإضافة تم ترك الخليط لعملية التصعيد العكسي لمدة (3 ساعات) عند درجة حرارة (72 درجة مئوية) [14]. تم تكونت رواسب ملونة، تم ترشيحها، وغسلها باستخدام محلول الإيثانول، ثم إعادة بلورتها للحصول على ناتج نقي. يوضح الجدول (1) بعض الخواص الفيزيائية للمركبات المحضرة المخطط (2).



المخطط (2) : مسار تحضير المعقدات الحاوية على قاعدة شف الجديدة.

الجدول 1 : بعض الخصائص الفيزيائية، التوصيلية المولية، والقابلية المغناطيسية للمعقدات.

S. No	Empirical formula	M.Wt g/mol.	Elemental microanalysis, (Calc. %)					Λm ($S.cm^2.mol e^{-1}$)	μeff (B.M)
			C	H	N	Metal	Cl		
1	$[MnC_{22}H_{20}N_6OCl_2]$	509	51.34 (51.78)	3.72 (3.95)	16.19 (16.47)	10.49 (10.77)	13.66 (13.89)	6.54	5.56
2	$[CoC_{22}H_{20}N_6OCl_2]$	513	51.12 (51.38)	3.66 (3.92)	16. 10 (16. 34)	11.23 (11.46)	13.64 (13.79)	16.80	4.86

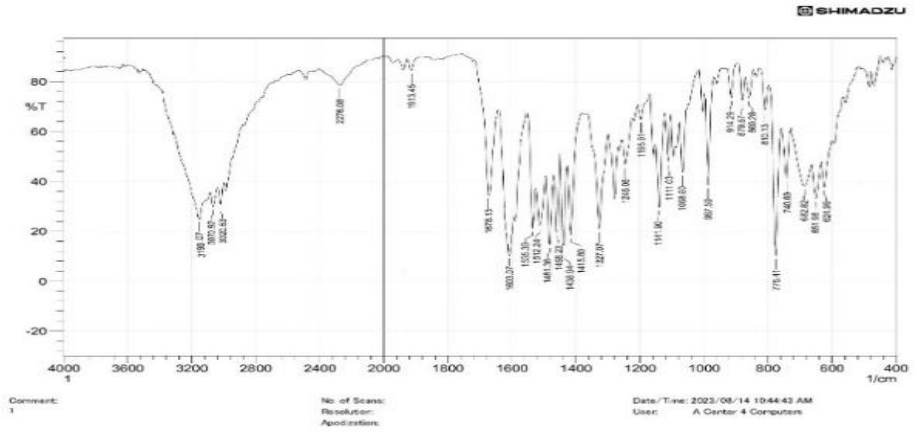
3	$[NiC_{22}H_{20}N_6OCl_2]$	514	51.22 (51.41)	3.71 (3.92)	16.10 (16.35)	11.19 (11.42)	13.53 (13.79)	24.20	2.83
4	$[CdC_{22}H_{20}N_6OCl_2]$	566	46.18 (46.54)	3.35 (3.55)	14.59 (14.80)	19.57 (19.80)	12.21 (12.49)	4.61	-
5	$[HgC_{22}H_{20}N_6OCl_2]$	655	39.88 (40.28)	2.89 (3.07)	12.69 (12.81)	30.22 (30.58)	(10.58) (10.81)	1.73	-

النتائج والمناقشة

تشخيص ليكاند قاعدة شف

طيف الاشعة تحت الحمراء

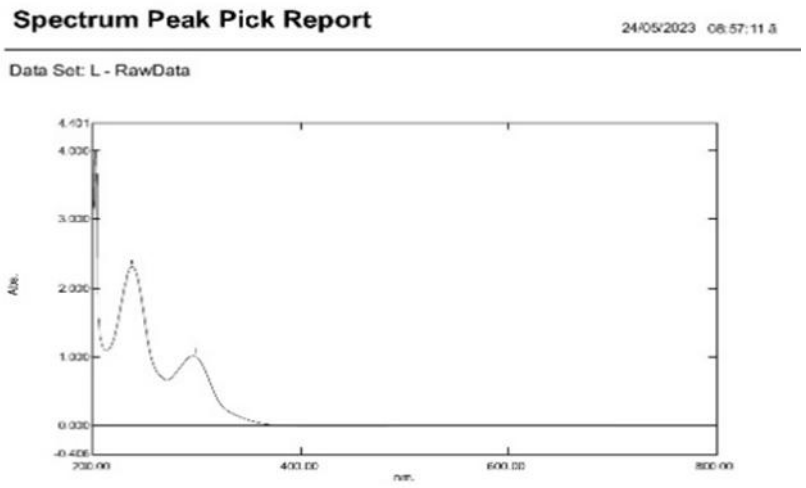
ظهر طيف FT-IR لليكاند (L_1) شكل (1) عند (1678 سم$^{-1}$) يشير إلى تردد مط الإيمين υ(C=N) [15]، بينما يعود المدى في (1603) إلى υ (C=N) حلقة [16] . يظهر في الطيف عند (3070 سم-1) يشير إلى υ (C-H) العطرية، بينما عند (1246) سم$^{-1}$ قد يعود إلى υ(C-N) .



الشكل (1) : طيف الاشعة تحت الحمراء لليكاند المحضر

الطيف الإلكتروني

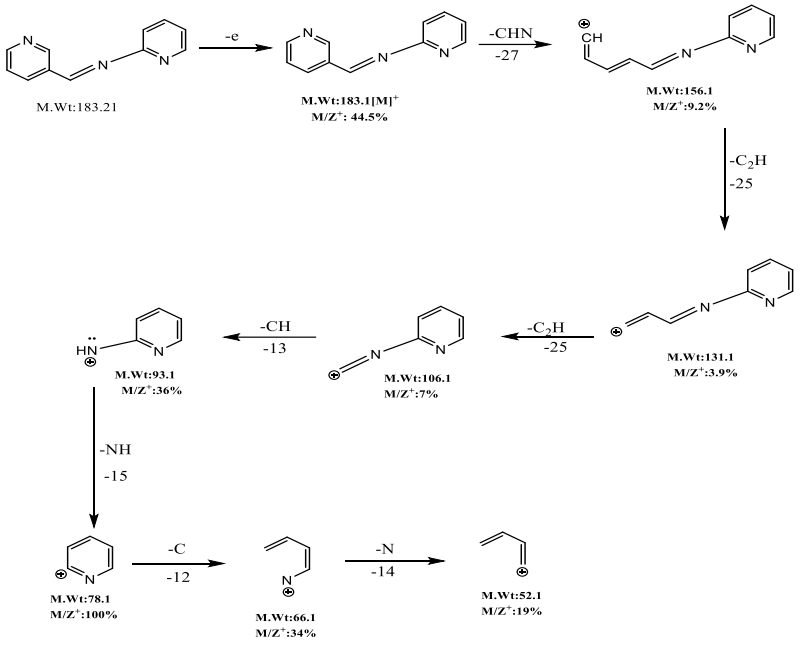
أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية المرئية لليكاند الشكل (2) أن هناك قمتين لهما امتصاص عالي، الأولى عند (238) نانومتر (42016) سم$^{-1}$ ناتجة عن الانتقال الإلكتروني $\pi \rightarrow \pi^*$ [17]، وظهرت القمة الأخرى عند (296) نانومتر (33783) سم $^{-1}$ نتج عن الانتقال الإلكتروني $\pi \rightarrow \pi^*$ [18].



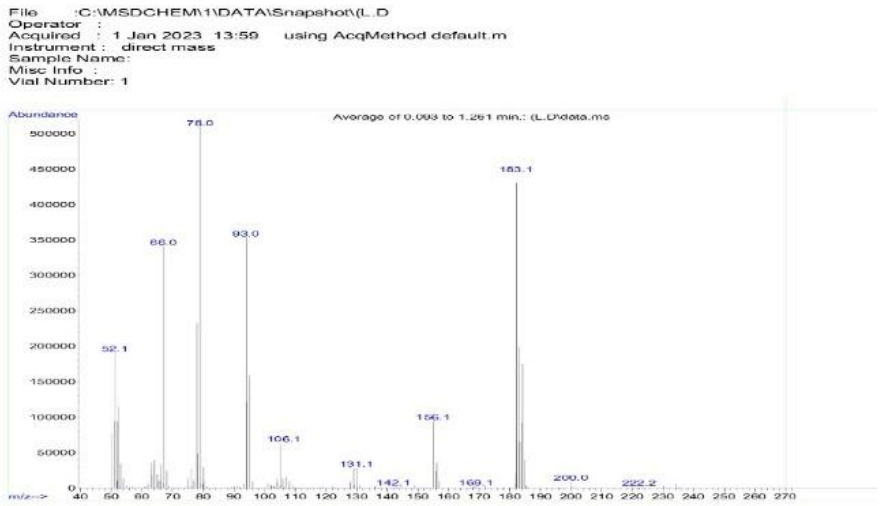
الشكل(2) : طيف الاشعة فوق البنفسجية – المرئية لليكاند المحضر

طيف الكتلة

يبين الشكل (3) الطيف الكتلي للمركب (L_1) حيث يحتوي على عدة قمم عدة قمم أهمها عند (M) 183.21 = m/z+ لانه ظهر فيها الأيون الجزيئي لـ ($C_{11}H_{10}N_3$) (L_1)؛ والتي ظهرت عند =183.10. يوضح المخطط (3) التجزئة الكلية المقترحة لـ Ligand (L_1) [19].



مخطط (3) : الميكانيكية المقترحة لتجزئة كتلة الليكاند المحضر



الشكل (3) : طيف الكتلة لليكاند المحضر

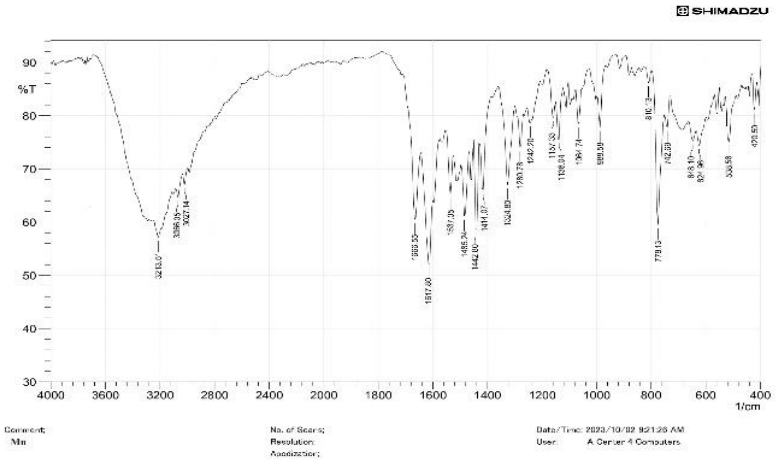
تشخيص المعقدات

أطياف الأشعة تحت الحمراء

أظهر تردد مط مجموعة الآزوميثين (C=N) في الليكاند في (1678سم$^{-1}$) قد ازيح الى تردد اوطأ مما هو عليه بالليكاند الحر عند المدى (1662-1670) مما يعني حدوث تناسق بين ذرة النيتروجين في مجموعة الآزوميثين مع أيونات المعدن. بينما أظهر تردد التمدد (C=N pyridine) في الليكاند عند (1603cm^{-1}) قد ازيح الى تردد اعلى من تردد الليكاند الحر عند المدى (1612-1630)، مما يعني حدوث التناسق بين ذرة النيتروجين في الحلقة مع المعدن. الأيونات [20]. ظهرت حزم جديدة في منطقة التردد المنخفض عند المدى (501-518) سم$^{-1}$ لم تظهر في طيف اللكاند الحر ، تشير هذه الترددات إلى (M-N) [21]. توضح بيانات الأشعة تحت الحمراء للمركبات المحضرة المدرجة في الجدول (2)، الشكل (4) طيف FT-IR لمركب Mn.

الجدول 2 : قيم طيف الاشعة تحت الحمراء لليكاند والمعقدات المحضرة

NO	Compounds	υ(C–H) Arom.	υ(C=N) Iminic	υ(C=N Inplane	υ(C=C) Arom.	υ(M–N)
	$[L_1]$	3221 (m)	1678 (m)	1603 (s)	1535 (s)	-
1	$[Mn(L_1)_2Cl_2].H_2O$	3213 (m)	1666 (m)	1617 (s)	1537 (w)	538 (s)
2	$[Co(L_1)_2Cl_2].H_2O$	3309 (w)	1626 (w)	1612 (m)	1570 (s)	525 (s)
3	$[Ni(L_1)_2Cl_2].H_2O$	3306 (s)	1663 (s)	1621 (s)	1539 (w)	(520) (m)
4	$[Cd(L_1)_2Cl_2].H_2O$	3217 (m)	1668 (w)	1613 (s)	1535 (w)	524 (s)
5	$[Hg(L_1)_2Cl_2].H_2O$	3217 (w)	1670 (w)	1613 (m)	1585 (w)	519 (s)



الشكل (4) : طيف الاشعة تحت الحمراء لمعقد $[Mn(L_1)_2Cl_2] . H_2O$.

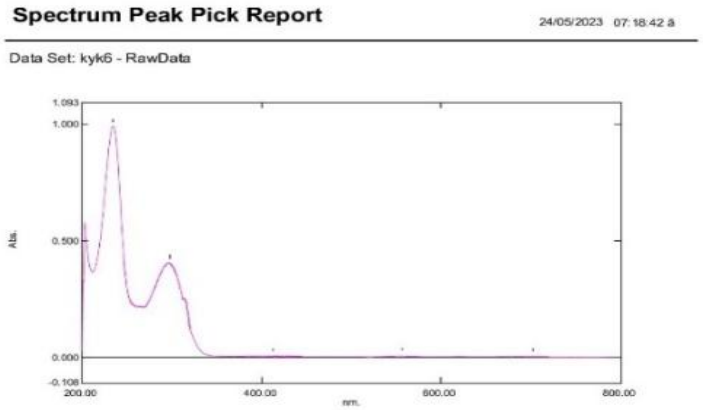
الأطياف الإلكترونية

أظهرت أطياف الانتقال فوق البنفسجي المرئي لجميع المعقدات الشكل الهندسي ثماني السطوح مع الأيون المعدني [22]، تمتلك معقدات الكادميوم والزئبق مدارات فرعية d كاملة، لذلك لا تظهر هذه المعقدات أي انتقال إلكتروني من النوع (d - d)، [23]. تم إدراج بيانات الطيف الإلكتروني للمعقدات في الجدول (3)، ويوضح الشكل (5) طيف الأشعة فوق البنفسجية المرئية لـ . $[Mn(L_1)_2Cl_2] H_2O$.

الجدول 3 : طيف الاشعة فوق البنفسجية – المرئية لليكاند والمعقدات المحضرة

Compounds	λ(nm)	ύ(cm^{-1})	ϵ_{max} $molar^{-1}.cm^{-1}$	Transition Assignment	Suggested Structure
$[L_1]$	238 296	42016 33783	2321 1016	$\pi \rightarrow \pi *$ $\pi \rightarrow \pi *$	————

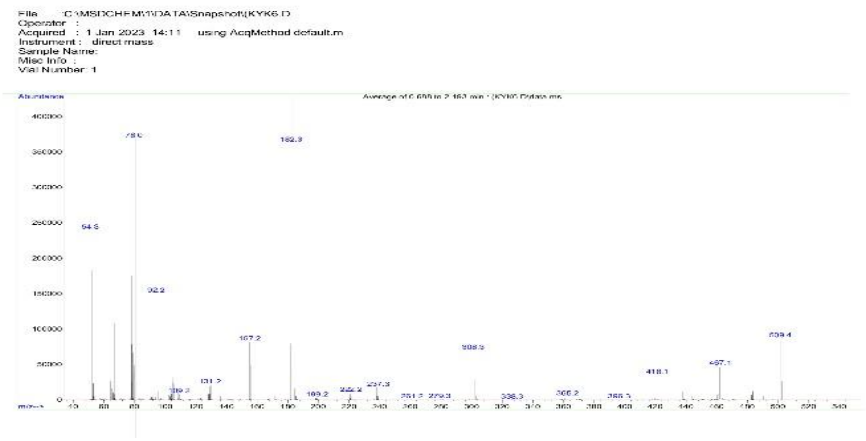
	235	42553	1805	L.F	
	297	33670	993	L.F	
$[Mn(L_1)_2Cl_2].H_2O$	366	27322	1211	MLC.T	Octahedral
	463	21598	7	$^6A_1g \rightarrow {}^4T_2g$	
	571	17513	4	$^6A_1g \rightarrow {}^4T_1g$	
	691	14471	6	$^6A_1g \rightarrow {}^4Eg$	
	236	42372	1862	L.F	
	298	33557	530	L.F	
$[Co(L_1)_2Cl_2].H_2O$	361	27701	1210	MLC.T	Octahedral
	605	16528	95	$^4T_1g_{(F)} \rightarrow {}^4T_1g$	
	671	14903	45	$^4T_1g_{(F)} \rightarrow {}^4A_2g$	
	746	13404	19	$^4T_1g_{(F)} \rightarrow {}^4T_2g$	
	235	42553	2719	L.F	
	297	33670	2579	L.F	
$[Ni(L_1)_2Cl_2].H_2O$	368	27173	1665	MLC.T	Octahedral
	511	19569	72	$^3A_2g_{(F)} \rightarrow {}^3T_1g$	
	762	13123	41	$^3A_2g_{(F)} \rightarrow {}^3T_1g$	
	799	12515	11	$^3A_2g_{(F)} \rightarrow {}^3T_2g$	
	239	41841	1168	L.F	
$[Cd(L_1)_2Cl_2].H_2O$	297	33670	1001	L.F	Octahedral
	364	27100	1120	MLC.T	
	237	42194	2058	L.F	
$[Hg(L_1)_2Cl_2].H_2O$	297	33670	1192	L.F	Octahedral
	367	27247	1222	MLC.T	



الشكل (5) : طيف الاشعة فوق البنفسجية المرئية للمعقد المحضر .$[Mn(L_1)_2Cl_2].H_2O$

طيف الكتلة للمعقد المحضر $[Mn(L_1)_2Cl_2].H_2O$.

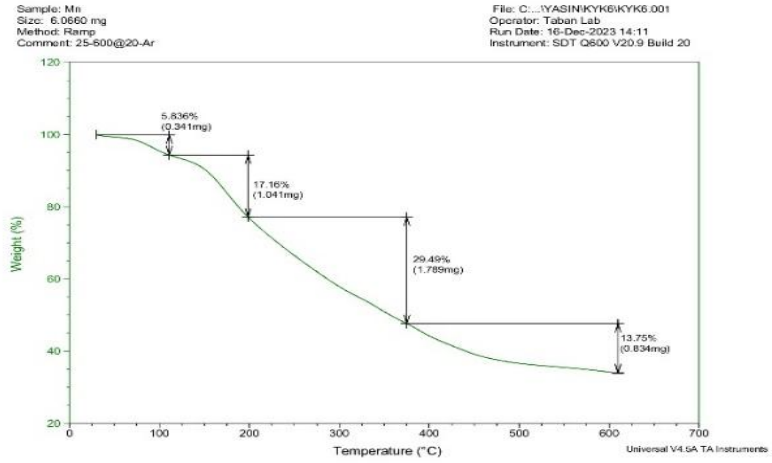
في الشكل (6) يتم ملاحظة ذروة الأيون الجزيئي لـ $[Mn(L_1)_2Cl_2]H_2O$ ذات الوزن الجزيئي M.Wt= 509.2 لـ $MnC_{22}H_{20}N_6OCl_2$؛ و الذي يظهر عند = 509.1 [24] .



الشكل (6) : طيف الكتلة للمعقد $[Mn(L_1)_2Cl_2].\ H_2O$

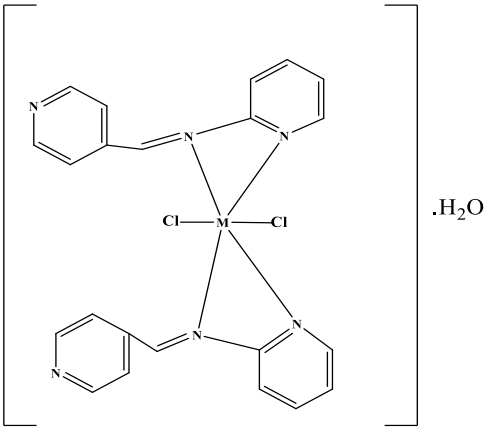
التحليل الحراري الوزني للمعقد المحضر $[Mn(L_1)_2Cl_2].\ H_2O$

الشكل الحراري لمعقد المنغنيز شكل (7) الذي لوحظ عند المدى (80-115 درجة مئوية) يشير إلى فقدان جزء (H_2O, C det. = obs.0.341mg, 5.836%, calc.0.430mg). الخطوة الثانية لتحلل المركب عند (115-200 درجة مئوية) تتعلق بفقد جزء (CN, C_2HCl) (obs. = obs.1.041, 17.16%, calc.1.101). الخطوة الثالثة لتحلل المركب عند (115-375 درجة مئوية) تتعلق بفقد القطعة (N_2, C_3H_2, C_6H_5Cl) (obs.1.789, 29.49% calc.1.932). الخطوة الرابعة لتحلل المركب عند (375-600 درجة مئوية) تتعلق بفقد جزء (NH_3، C_2N_2H)، (obs.0.8 13.75٪، calc.0.890) [25,17]. الشكل (11) يوضح الرسم الحراري لمركب المنغنيز.



الشكل (7) : طيف التحليل الحراري الوزني لمعقد $[Mn(L_1)_2Cl_2].\ H_2O$

من خلال معطيات التحاليل الطيفية تبين ان الشكل المقترح للمعقدات المحضرة هو ثماني السطوح وكما موضح في الشكل ادناه .



M(II)= [Mn ,Co , Ni , Cd , Hg]

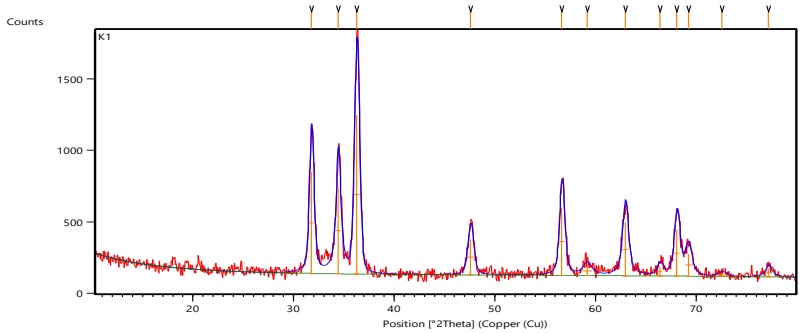
الشكل (8) : الشكل الهندسي المقترح للمعقدات المحضرة ذات الصيغة $[Mn(L_1)_2Cl_2].H_2O$.

تشخيص المتراكبات النانوية بواسطة حيود الاشعة السينية

فحص المتراكب (ZnO + Hg) وتم تسميته اختصاراً بالمتراكب K1 أظهر قمم رئيسية عند القيم 31.790, 34.444, 36.291, 47.585, 56.653, 59.150, 62.941, 68.076 وكما في الشكل (9) والتي تشير الى حدوث انعكاسات عند المستويات البلورية وشبه البلورية. مؤشرات ميلر البلورية (Miller index) ويمكن تعريفها بأنها مجموعة مكونة من ثلاثة أرقام تصف مكان واتجاه المستوى في البلورة ولها استخدامات في علم البلورات من أجل التعريف بالمستويات المختلفة التي تتوزع فيها الذرات أو الأيونات في البلورة. كما تستخدم تلك المؤشرات في البحوث المتعلقة بتعيين البناء البلوري للمعادن والأملاح بواسطة حيود الأشعة السينية وحيود الإلكترونات وحيود النيوترونات كانت , 200,211,220,311,321,400, 511,530. كما أوضحت النتائج ان أكبر قيمة عند القمة 47.585 كما مبين بالجدول (4) .

الجدول 4 : نتائج تشخيص حيود الاشعة السينية للمتراكبات النانوية

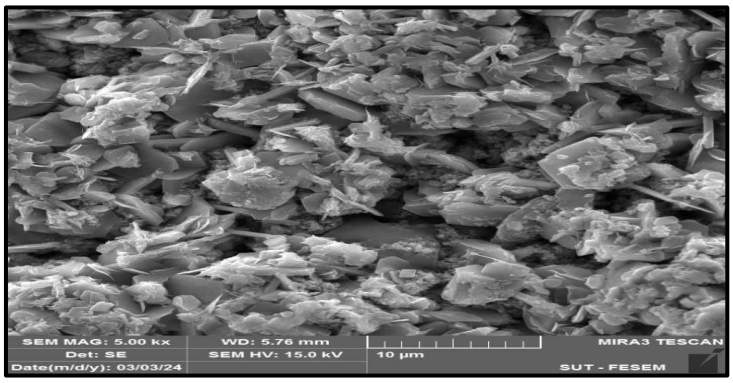
Comp. No.	d-spacing [nm]	Pos. [°2Th.]	Rel. Int. [%]	FWHM [°2Th.]	Crystallites size (D nm)
K1	2.81252	31.791	63.60	0.53	16.2064
Hg +ZnO	2.60168	34.444	54.07	0.53	16.2088
	2.47340	36.291	100.00	0.608	13.6451
	1.90941	47.585	22.41	0.67	12.6482
	1.62344	56.652	42.60	0.5	14.6623
	1.47547	62.94	33.49	0.65	13.2334
	1.37612	68.079	29.23	0.63	12.9882
K2	3.68186	24.15	6.63	0.75	11.9826
Fe +ZnO	3.43195	25.94	11.83	0.43	19.3633
	3.23322	27.566	46.23	0.44	19.5454
	2.69828	33.175	20.38	0.74	12.2146
	1.84089	49.47	29.62	0.70	13.1546
K3	17.935	0.229	100.00	0.229	35.4124
Zn +ZnO	19.249	0.38	74.25	0.38	21.0895
	33.712	0.33	30.01	0.33	26.6591
	36.29	0.57	9.56	0.57	14.6652
	40.84	0.54	8.04	0.54	16.2533
	53.89	0.74	8.33	0.74	12.4225



الشكل (9) : فحص حيود الاشعة للمتراكب K1

تحليل المتراكبات النانوية بواسطة الطيف الالكتروني الماسح

تم استخدام فحص FeSEM لتحليل المتراكبات من حيث أظهرت الفحوصات لصور المورفولوجيا وجود طبقات نانوية متجمعة ومتراصة تراوحت سمك حواف هذه الطبقات للمتراكب K1 nm 39.43 ، وللمتراكب K2 nm 103.73 ، وللمتراكب K3 nm 52.57.



الشكل (10) : المتراكب النانوي K1.

الشكل (11) : المتراكب النانوي K1.

الفعالة الحيوية لليكاند والمعقدات المحضرة

اختبار مضادات الميكروبات للمركبات المحضرة (الليكاند والمعقدات) باستخدام طريقة انتشار الأجار [26] جدول (5). تم تقييم المركبات المحضرة ضد المبيضات البيضاء، البكتيريا سالبة الجرام (*Escherichia coli*)، والبكتيريا إيجابية الجرام (*Staphylococcus aureus*). في طريقة انتشار الأجار، يتم ذلك من خلال مساعدة حفار معدني معقم على الحفر في الوسط الذي لا يقل مركزه عن 6 مم. في الآبار المعنية، يوصى بالتركيز (100 ميكرولتر) لعينة الاختبار 1 ملغ/مل في DMSO. عند 37 درجة مئوية لمدة 24 ساعة، يتم تحضين اللوحات على الفور. عن طريق قياس قطر مناطق التثبيط (مم) يتم تقييم النشاط. لا يوجد نشاط بيولوجي لـ DMSO ضد السلالات البكتيرية التي تعتمد على دراسات منفصلة أجريت على محاليل DMSO وحدها [27]. أظهرت المركبات المحضرة نشاطًا مضادًا للميكروبات مختلفًا ضد الكائنات الحية الدقيقة اعتمادًا على البيانات التي تم الحصول عليها. اعتمادا على البيانات التي تم الحصول عليها تبين أن المعقدات أكثر نشاطا ضد مضادات الميكروبات من المركب الحر مما يعني أن تكوين المعقدات يحسن تثبيط مضادات الميكروبات. قد يكون هذا مرتبطًا بتأثير عملية إزالة معدن ثقيل التي تسمح بمشاركة الشحنة الموجبة لأيون المعدن في المعقدات بواسطة الذرات الموجودة في الروابط المانحة. سيؤدي ذلك إلى توزيع

الإلكترون π على الحلقة المخلبية مما يزيد من الطابع المحبة للدهون لنظام المخلب المعدني [28]، لذلك كانت بعض الآراء كما يلي:

أ- تبين البيانات التي تم الحصول عليها أن الليكاند لا يظهر أي نشاط ضد المبيضات البيضاء.

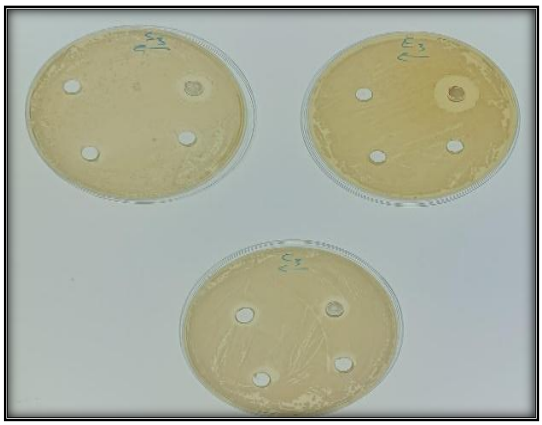
ب- يظهر معقد الزئبق نشاطًا مضادًا للميكروبات أعلى من المعقدات الأخرى ان ظهور معقد الزئبق له فعالية بايولوجية عالية قد يعود السبب الى وزن جزيئي عالي أو l وله تكوين إلكتروني مثل نظام (d^{10}) [29] ، ويعتمد النشاط المضاد للميكروبات للمركبات المختلفة ضد الكائنات الحية المختلفة على [30]:

أ- يعتمد على عدم نفاذية الخلية الميكروبية.

ب- اختلاف الريبوسوم في الخلايا الميكروبية.

الجدول 5 : نتائج الفعالية الحيوية لليكاند والمعقدات المحضرة

compound	Concentration MIC and diameter of inhibition					
	S. aureus		*E. coli*		*C. albicans*	
	MIC	diameter of inhibition	MIC	diameter of inhibition	MIC	diameter of inhibition
$[L_1]$	50%	11	100%	13	n.a.	n.a.
$[Mn(L_1)_2Cl_2].H_2O$	100%	18	100%	15	75%	10
$[Co(L_1)_2Cl_2].H_2O$	100%	14	100%	18	75%	11
$[Ni(L_1)_2Cl_2].H_2O$	100%	12	100%	19	100%	12
$[Cd(L_1)_2Cl_2].H_2O$	100%	19	100%	16	5%	11
$[Hg(L_1)_2Cl_2].H_2O$	%100	22	%100	21	%100	25



الشكل (12) : يبين قطر التثبيط للمعقد $[Mn(L_1)_2Cl_2].H_2O$

الفعالية الحيوية للمتراكبات النانوية

بينت النتائج ان الفعالية الحيوية للمتراكبات المحضرة اكثر قدرة تثبيطية من المعقدات وذلك لأنها تتمتع بخصائص نانوية متمثلة بزيادة المساحة السطحية المعرضة للتفاعل وصغر حجمها مما يجعلها اكثر فعالية من المعقدات وكذلك الليكاند .

الجدول 6 : معدل قطر التثبيط بالملمتر بعد حقنها بعد (24) ساعة عند (37مْ) للمعقدات المحضرة بعد ربطها بأوكسيد الزنك وتكوين المتراكبات النانوية

No.	Nano Com.	*E.Scher*	*Starohyl*	*Cand.*
1	$[Fe(L_1)_2Cl_2].H_2O$	22.9	24	22.7
2	$[Zn(L_1)_2Cl_2].H_2O$	17.5	4.6	3.9
3	$[Hg(L_1)_2Cl_2].H_2O$	25.7	23.2	24

الاستنتاجات:

تتصرف قاعدة شف [L_1] كمركب ثنائي السن من تناسق ذرتي نيتروجين من الإيمين (C=N) في رابطة قاعدة شف و(C=N) في الحلقة المستوية مع الأيونات المعدنية المركزية: (Mn(II)، Co(II)، Ni(II)، Cd (II) و Hg(II)) الصيغة الجزيئية العامة للمعقدات المحضرة: $[M(L)_2Cl_2].H_2O$. التركيب المقترح لجميع المعقدات المحضرة هو ثماني السطوح. اما تشخيص المتراكبات النانوية بواسطة حيود الاشعة السينية و فحص FeSEM لتحليل المتراكبات فقد أظهرت الفحوصات لصور المورفولوجيا وجود طبقات نانوية متجمعة ومتراصة في المتراكبات المحضرة بينت نتائج الفعالية الحيوية أن المعقدات المحضرة لها فعالية تثبيطية أعلى ضد البكتيريا والفطريات مما يجعل من الممكن استخدامها كأدوية ، اما الفعالية الحيوية للمتراكبات المحضرة اكثر قدرة تثبيطية من المعقدات وذلك لأنها تتمتع بخصائص نانوية متمثلة بزيادة المساحة السطحية المعرضة للتفاعل وصغر حجمها مما يجعلها اكثر فعالية من المعقدات وكذلك الليكاند .

References

1- Senjani HK, Joshi HD. Synthesis and characterization of diversely substituted pyrimidine-3-carboxamide and their antimicrobial evaluation. World Scientific News. 2020(150):39-77.

2- Dhineshkumar E, Uma D. Novel Synthesis, spectral, characterization of 4, 5-diphenyl-1-((tetrahydrofuran-2-yl) methyl)-2-(3, 4, 5-trichlorophenyl)-1H-imidazole and its applications of molecular docking, anticancer activity. World News of Natural Sciences. 2020;30(2).

3- Santos, F.L, *et al.*, Chromogenic and fluorogenic chemosensors and reagents for anions. Santos-Figueroa LE, Moragues ME, Climent E, Agostini A, Martínez-Máñez R, Sancenón F. Chromogenic and fluorogenic chemosensors and reagents for anions. A comprehensive review of the years 2010–2011. Chemical society reviews. 2013;42(8):3489-613.

4- Sharma D, Revanasiddappa HD, Jayalakshmi B. DNA binding, BSA interaction and in-vitro antimicrobial studies of Cu (II), Co (III), Ni (II) and VO (IV) complexes with a new Schiff base. Egyptian Journal of Basic and Applied Sciences. 2020 Jan 1;7(1):323-41.

5- Ogbonda-Chukwu E, Abayeh OJ, Achugasim O, Eruteya OC. Synthesis and antimicrobial studies of structurally-related Schiff bases and their metal complexes. World Scientific News. 2021;160:16-36.

6- Hassan, S. A., Lateef, S. M., & Majeed, I. Y. (2018). Structural, Spectral and Thermal Studies of New Bidentate Schiff Base Ligand Type (NN) Derived from Mebendazol and 2-Aminobenzothaizol and its Metal Complexes and Evaluation of their Biological Activity. *Journal of Global Pharma Technology*, *10*(07).

7- Jaafar WA, Fayyadh BM, AL-Musawi DK, Sarhan BM. Structural, characterization and biological activity of new ligand N-(pyrimidin-2-yl carbamothioyl) acetamide and its complexes with (VO (II), Mn (II), Cu (II), Zn (II), Cd (II) and Hg (II). Egyptian Journal of Chemistry. 2022 Dec 1;65(131):1527-31.

8- Yola ML, Özaltın N. Electrochemical studies on the interaction of an antibacterial drug nitrofurantoin with DNA. Journal of electroanalytical chemistry. 2011 Apr 1;653(1-2):56-60.

9- A. Crespi, V.M.S. ‘ anchez, D. Vega, A.L. Perez, C.D. Brondino, Y.G. Linck, P. Hodgkinson, E. Rodr´ıguez-Castellon´, J.M. Lazaro-Mart ‘ınez, Paramagnetic solid-state NMR assignment and novel chemical conversion of the aldehyde group to dihydrogen ortho ester and hemiacetal moieties in copper(II) and cobalt(II)-pyridinecarboxaldehyde complexes, RSC Adv. 11 (2021) 20216–20231.

10- Abd Alkareem, T., Hassan, S., & Abdalhadi, S. (2023). Breast cancer: symptoms, causes, and treatment by metal complexes: a review. *Advanced Journal of Chemistry-Section B: Natural Products and Medical Chemistry*, *5*(4), 306-319.

11- Celik S, Yurdakul S, Erdem B. New silver (I) complex as antibiotic candidate: Synthesis, spectral characterization, DFT, QTAIM and antibacterial investigations and docking properties. Journal of Molecular Structure. 2022 Aug 5;1261:132902.

12- Raju G S R, Dariya B, Mungamuri S K, Chalikonda G, Kang S M, Khan I N, Han Y K. Nanomaterials Multifunctional Behavior for Enlightened Cancer Therapeutics. *Seminars in cancer biology*.2021; 69:178-189. Academic Press.

13- Salloom HK, Lateef SM, Hassan SA. Structural, Spectral and Thermal Studies of Novel Tridentate Schiff Base Ligand Type (NOO) as Donor Atoms Derived from Nalidixic Acid and 4-

Aminoantipyrine and Metal Complexes and Evaluation of their Biological Activity. Journal of Global Pharma Technology. 2020 Feb;12(2):26-36.https://orcid.org/0000-0001-5635-9889 .
14- Hassan SA. Synthesis and characterization of mixed ligand complexes from curcumin and new schiff base derived from isatin for some metallic ions and evaluation biological activities. Research Journal of Pharmacy and Technology. 2022;15(4):1537-42.https://orcid.org/0000-0001-5635-9889.
15- Ali FM, Jaafar WA. Structural, Characterization, Biological Activity And Thermal Study Of New Complexes [Ni Ii, Hg Ii And La Iii] From Mixed Ligands (Curcumin And Azo Compounds) Type N3o2. Nve0-Natural Volatiles & Essential Oils Journal| NVEO. 2021:4747-58.
16- Hassan SA, Lateef SM. Synthesis, structural, thermal and biological studies for new Schiff base derived from Isoniazid and it's complexes with metal ions. Egyptian Journal of Chemistry. 2021 Jul 1;64(7):3235-43.
17- Hassan SA, Lateef SM, Majeed IY. Structural, Spectral and Thermal studies of new bidentate Schiff base ligand type (NO) derived from Mebendazol and 4-Aminoantipyrine and it's metal complexes and evaluation of their biological activity. Research Journal of Pharmacy and Technology. 2020;13(6):3001-6. https://orcid.org/0000-0001-5635-9889 .
18- El-Tabl AS, Mohamed Abd El-Waheed M, Wahba MA, Abou El-Fadl AE. Synthesis, characterization, and anticancer activity of new metal complexes derived from 2-hydroxy-3-(hydroxyimino)-4-oxopentan-2-ylidene) benzohydrazide. Bioinorganic chemistry and applications. 2015 Jun 25;2015.
19- Helmi AM, Mukti AT, Soegianto A, Mahardika K, Mastuti I, Effendi MH, Plumeriastuti H. A review of Salmonella sp. in tilapia fish (Oreochromis niloticus): public health importance. Sys Rev Pharm. 2020;11(10):819-26.
20- Endale AT, Desalegn T. Synthesis, characterization and antibacterial activity of copper (ii) and cobalt (ii) vanillin-aniline schiff base complexes. Synthesis. 2018;10(2).
21- Alwan TB, Jebur MH, Hassan SA. Thermodynamic Studies Of Cu (II) complex of new bidentate Schiff base ligand type (NO) derived from Mebendazol. Egyptian Journal of Chemistry. 2023 Jan 1;66(1):563-72.https://orcid.org/0000-0001-5635-9889.
22- Hassan SA, Hassan WF. Structural and Spectral studies of new mixed Ligand complexes for 2-Amino-4-nitrophenol with some Metallic ions and Evaluation their Biological Activities. Research Journal of Pharmacy and Technology.2022;15(8):3634-40.https://orcid.org/0000-0001-5635-9889 .
23- Kaya İ, Kolcu F, Arıcı GT, Çölekoğlu E. Poly (azomethine) s anchored by cresol and pyrrole units: Synthesis, characterization and spectroscopy studies. Macromolecular Research. 2019 Feb;27:164-74.
24- Al-Kareem, A., Ahmed, T., Hassan, S. A., & Abdalhadi, S. M. (2024). Polycystic Ovary Syndrome: pathogenesis, management, and treatment with metals and organic compounds. *Cellular, Molecular and Biomedical Reports*, *4*(1), 54-64.
25- Alwan TB, Rajab MA, Hassan SA. The effect of nanoparticle and fiber reinforcement on composites used in some applications of internal combustion engine parts. Egyptian Journal of Chemistry. 2022 Dec 1;65(132):411-6. https://orcid.org/0000-0001-5635-9889
26- Choudhary MI, Thomsen WJ. Bioassay techniques for drug development. CRC Press; 2001 Oct 4.
27- Alkayar, Z. T., Ismail, A. A., Al-Ani, N. M. J., Alekseevna, F. A., Saeed, A. M., Al-Amir, H. M. N., ... & Ala, M. O. A. (2023). Reverse Phase Liquid Chromatography for Cetrimide Determination in Pure and Pharmaceutical Preparations. *Research Journal of Pharmacy and Technology*, *16*(12), 5581-5585.
28- Shaimaa A. Hassan, Ghufran S. Jaber, Aws Kh. Ibrahim, Vanilla’s Chemistry; Open Access Journal of Pharmaceutical Research. 2024;8(4): 000324.
29- Raman N, Dhaveethu Raja J, Sakthivel A. Synthesis, spectral characterization of Schiff base transition metal complexes: DNA cleavage and antimicrobial activity studies. Journal of Chemical sciences. 2007 Jul;119:303-10. http://dx.doi.org/10.1007/s12039-007-0041-5.
30- Ramesh R, Maheswaran S. Synthesis, spectra, dioxygen affinity and antifungal activity of Ru (III) Schiff base complexes. Journal of inorganic biochemistry. 2003 Sep 1;96(4):457-62.

IRAQI Academic Scientific Journals

Samarra Journal of Pure and Applied Science

SJPAS

www.sjpas.com

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

Preparation, antimicrobial activity and thermal studies of new Schiff base derived from 4-pyridine carboxaldehyde with some metal ions and doping with nanomaterials

Kameela Yaseen Khalaf [1], Shaimaa Ahmad Hassan[2*], Diana Abdlkareem Al-Rifaie[3]

[1]Department of Chemistry, College of Education, university of Samarra, Samarra, Iraq.
[2]College of Remote Sensing and Geophysics, Al Karkh University of Science, Baghdad, Iraq.

Article Information

Received: 01/04/2025
Revised: 30/04/2025
Accepted: 28/05/2025
Published: 30/06/2025

Keywords:

Schiff bases, 4-pyridinecarboxaldehyde, nanocomposites

Corresponding Author

E-mail:
dr.shaimaa_altaee@kus.edu.iq

Abstract

New octahedral complexes of (L_1)N-(pyridin-2-yl)-1-(pyridin-4-yl)methanimine derived from (4-Pyridinecar boxaldehyde and 2-Aminopyridine) with the following metal ions Mn(II), Co(II), Ni(II), Cd(II), and Hg(II) were synthesized in ethanol. The ligand and its complexes are characterized by 1H NMR, FT-IR, 13C NMR, UV.Vis, chloride content, atomic absorption, magnetic susceptibility measurements, elemental microanalysis, thermal analysis, molar conductivity, mass spectroscopy, X-ray diffraction, dimensional measurements. Nanoparticles in the scanning electron microscope (SEM), which was used to characterize nanocomposites. After evaluating the antibacterial and antifungal properties of the compounds against two different types of bacteria (Gram-positive (G+) bacteria Staphylococcus aureus and Gram-negative (G-) bacteria Escherichia coli and one type of fungus (Candida albicans), the results indicated that the antibacterial activity The antimicrobial activity of the complexes is superior to that of the free compound. As for the biological activity of the nanocomposites, it indicates that the prepared complexes have the ability to inhibit the growth of Gram-positive and negative bacteria and Candida fungi in varying proportions, and that the biological activity of the prepared compounds has a greater inhibitory ability because they have nanoscale properties represented by an increase in the exposed surface area. Due to its interaction and small size, which makes it more effective than complexes and ligands.