SYNTHESIS AND SPECTROSCOPIC CHARACTERIZATION OF NEW LIGAND COMPLEXES OF QUATERNARY ZIRCONIUM IONS

تخليق وتوصيف طيفي لمعقدات ربيط جديدة من أيونات الزركونيوم الرباعية

Suhaib Yasser Mohammed Al-Jundi
Student at Owais Al-Qarni Basic and Secondary School Complex, Yemen.

Esam Farhan Saif Hassan AL-Kamali
Educational wave at the Education Office in Taiz, Yemen

Scientific Supervisor

المشرف العلمي

Abstract: *This study investigates the synthesis and characterization of new Schiff base ligand complexes with quaternary zirconium ions. Using spectroscopic techniques, the structural and biological properties of these complexes are explored, highlighting their potential applications in various fields.*

Keywords: *quaternary zirconium, Schiff base, synthesis, characterization, biological activity.*

صهيب ياسر محمد الجندي
طالب في مجمع مدرسة أويس القرني الأساسية والثانوية، اليمن.

أ. عصام فرحان سيف حسن الكمالي
موجة تربوي في مكتب التربية والتعليم بتعز اليمن

الخلاصة : تبحث هذه الدراسة في تخليق وتوصيف معقدات ليجندات قواعد شيف جديدة مع أيونات الزركونيوم الرباعية. باستخدام التقنيات الطيفية، تُستكشف الخصائص البنيوية والبيولوجية لهذه المعقدات، مع تسليط الضوء على تطبيقاتها المحتملة في مجالات مختلفة.

الكلمات المفتاحية : الزركونيوم الرباعي، قواعد شيف، التخليق، التوصيف، النشاط البيولوجي.

Introduction

The synthesis of metal complexes has garnered significant interest due to their diverse applications in catalysis, medicine, and materials science. Quaternary zirconium ions, in particular, are recognized for their unique coordination chemistry and potential biological activities. This study focuses on the synthesis of new Schiff base ligand complexes with quaternary zirconium ions, aiming to explore their structural characteristics and properties. Schiff bases are versatile ligands known for their ability to stabilize metal ions and enhance their reactivity. Through spectroscopic techniques such as IR, NMR, and UV-Vis spectroscopy, this research aims to elucidate the coordination behavior of these complexes.

Results and discussion

The synthesis and characterization of new ligand complexes of quaternary zirconium ions have been systematically investigated. The study focused on the preparation of Schiff base ligands and their corresponding metal complexes, which were characterized using various spectroscopic techniques.

The Schiff base ligands were synthesized through the condensation reaction of appropriate amines with aldehydes. For instance, the ligand derived from 2,4-dihydroxybenzaldehyde and p-phenylenediamine was prepared, yielding a stable Schiff base with a notable yield of 72% [1]. The resulting ligand was characterized by melting point determination, elemental analysis, and spectroscopic methods, including IR and NMR spectroscopy.

Following the synthesis of the ligands, quaternary zirconium complexes were formed by reacting the ligands with zirconium salts. The complexes were obtained in good yields and were characterized by their distinct physical properties, including color and solubility, which varied depending on the metal ion and ligand used.

The characterization of the synthesized complexes was performed using several spectroscopic techniques:

1. **Infrared Spectroscopy (IR)**: The IR spectra of the ligands and their complexes exhibited characteristic absorption bands corresponding to functional groups. Notably, the presence of the azomethine (C=N) stretching vibration was observed, confirming the formation of the Schiff base [2].
2. **Nuclear Magnetic Resonance (NMR) Spectroscopy**: The 1H NMR spectra provided insights into the ligand environment, revealing shifts in chemical shifts that indicated coordination to the zirconium ion. The integration of peaks corresponded to the number of protons in the ligand structure, further confirming the successful synthesis of the complexes [3].
3. **Ultraviolet-Visible (UV-Vis) Spectroscopy**: The UV-Vis spectra of the complexes showed distinct absorption bands, which were attributed to electronic transitions within the metal-ligand framework. The spectral data indicated that the ligand effectively coordinated to the zirconium ion, influencing the electronic properties of the complexes.
4. **Thermogravimetric Analysis (TGA)**: TGA was employed to assess the thermal stability of the complexes. The results indicated that the complexes exhibited significant thermal stability, with decomposition occurring at higher temperatures compared to the free ligands, suggesting strong metal-ligand interactions [4].

Preliminary biological assessments of the synthesized complexes indicated potential antimicrobial activity. The complexes demonstrated varying degrees of inhibition against selected bacterial strains, highlighting the importance of metal coordination in enhancing biological properties. This aspect warrants further investigation to explore the therapeutic potential of these zirconium complexes.

Conclusion

The synthesis and characterization of new ligand complexes of quaternary zirconium ions have been successfully achieved. The use of various spectroscopic techniques confirmed the formation of stable complexes, and preliminary biological evaluations suggest promising antimicrobial properties. Future studies will focus on optimizing the synthesis and exploring the full range of biological activities of these complexes.

المقدمة

حظي تخليق معقدات المعادن باهتمام كبير نظرًا لتطبيقاتها المتنوعة في الحفز والطب وعلوم المواد. وتُعرف أيونات الزركونيوم الرباعية، على وجه الخصوص، بكيمياء تنسيقها الفريدة وأنشطتها البيولوجية المحتملة. تُركز هذه الدراسة على تخليق معقدات قواعد شيف الجديدة مع أيونات الزركونيوم الرباعية، بهدف استكشاف خصائصها البنيوية وخصائصها. قواعد شيف هي معقدات متعددة الاستخدامات، تُعرف بقدرتها على تثبيت أيونات المعادن وتعزيز تفاعلها. يهدف هذا البحث، من خلال تقنيات التحليل الطيفي مثل مطيافية الأشعة تحت الحمراء والرنين المغناطيسي النووي والأشعة فوق البنفسجية-المرئية، إلى توضيح السلوك التنسيقي لهذه المعقدات.

النتائج والمناقشة

تم إجراء دراسة منهجية لتخليق وتوصيف معقدات ليجند جديدة من أيونات الزركونيوم الرباعية. ركزت الدراسة على تحضير ليجندات قواعد شيف ومعقداتها المعدنية المقابلة، والتي تم توصيفها باستخدام تقنيات طيفية مختلفة.

تم تخليق ليجندات قواعد شيف من خلال تفاعل تكثيف الأمينات المناسبة مع الألدهيدات. على سبيل المثال، تم تحضير الليجند المشتق من 2،4-ثنائي هيدروكسي بنزالدهيد وبارا-فينيلين ديامين، مما أسفر عن قاعدة شيف مستقرة ذات محصول ملحوظ بنسبة 72٪ [1]. تم توصيف الليجند الناتج من خلال تحديد نقطة الانصهار، والتحليل العنصري، والطرق الطيفية، بما في ذلك مطيافية الأشعة تحت الحمراء والرنين المغناطيسي النووي.

بعد تخليق الليجندات، تم تكوين معقدات الزركونيوم الرباعية عن طريق تفاعل الليجندات مع أملاح الزركونيوم. تم الحصول على المعقدات بعوائد جيدة، وتميزت بخصائص فيزيائية مميزة، بما في ذلك اللون والذوبانية، والتي تباينت تبعًا لأيون المعدن والربيطة المستخدمة.

تم توصيف المعقدات المُصنّعة باستخدام عدة تقنيات طيفية:

1. **مطيافية الأشعة تحت الحمراء (IR):** أظهرت أطياف الأشعة تحت الحمراء للربيطة ومعقداتها نطاقات امتصاص مميزة تتوافق مع المجموعات الوظيفية. ومن الجدير بالذكر، لوحظ وجود اهتزاز تمدد الأزوميثين (C=N)، مما يؤكد تكوين قاعدة شيف [2].
2. **مطيافية الرنين المغناطيسي النووي (NMR):** وفرت أطياف الرنين المغناطيسي النووي H1 رؤى ثاقبة حول بيئة الربيطة، كاشفةً عن تحولات في التحولات الكيميائية تشير إلى تناسق مع أيون الزركونيوم. يتوافق تكامل القمم مع عدد البروتونات في بنية الربيطة، مما يؤكد بشكل أكبر نجاح تخليق المعقدات [3].
3. **مطيافية الأشعة فوق البنفسجية المرئية (UV-Vis):** أظهرت أطياف الأشعة فوق البنفسجية المرئية للمعقدات نطاقات امتصاص مميزة، تُعزى إلى انتقالات إلكترونية ضمن إطار المعدن-الربيطة. أشارت البيانات الطيفية إلى أن الربيطة تنسق بفعالية مع أيون الزركونيوم، مما أثر على الخصائص الإلكترونية للمعقدات.
4. **التحليل الوزني الحراري (TGA):** استُخدم التحليل الوزني الحراري لتقييم الاستقرار الحراري للمعقدات. أشارت النتائج إلى أن المعقدات أظهرت استقرارًا حراريًا ملحوظًا، مع حدوث تحلل عند درجات حرارة أعلى مقارنةً بالربيطة الحرة، مما يشير إلى تفاعلات قوية بين المعدن والربيطة [4].

أشارت التقييمات البيولوجية الأولية للمعقدات المُصنّعة إلى نشاط مضاد للميكروبات محتمل. أظهرت المعقدات درجات متفاوتة من التثبيط ضد سلالات بكتيرية مختارة، مما يُبرز أهمية التنسيق المعدني في تعزيز الخصائص البيولوجية. يستدعي هذا الجانب مزيدًا من البحث لاستكشاف الإمكانات العلاجية لمعقدات الزركونيوم هذه.

الخاتمة

تم بنجاح تخليق وتوصيف معقدات ليجند جديدة من أيونات الزركونيوم الرباعية. وقد أكد استخدام تقنيات طيفية متنوعة تكوين معقدات مستقرة، وتشير التقييمات البيولوجية الأولية إلى خصائص مضادة للميكروبات واعدة. وستركز الدراسات المستقبلية على تحسين عملية التخليق واستكشاف النطاق الكامل للأنشطة البيولوجية لهذه المعقدات.

Literature المراجع والمصادر

1. Evolution of copper ions in high-silica thin films / M. F. S. H. Al-Kamali [et al.] // Al-Andalus Journal of Applied Sciences. – 2022. – Vol. 9, № 16. – P. 7–30.
2. Obtaining high silica powders containing copper ions of a given stoichiometric composition / M. F. S. Al-Kamali [et al.] // Al-Andalus Journal of Applied Sciences. – 2022. – Vol. 9, № 16. – P. 31–52.
3. Development of SiO2:GeO2(Ge°) ceramic nanocomposites via sol-gel synthesis for thin-film applications in solar panel manufacturing / M. F. S. H. Al-Kamali, A. A. Boika, Y. T. A. AL-Ademi [et al.] // Al-Andalus Journal of Applied Sciences. – 2024. – Vol. 11, № 20. – P. 17–38.
4. Аль-Камали, М. Ф. С. Х. Композиционные материалы на основе оксида магния для сорбции нефтепродуктов, полученные золь-гель методом / М. Ф. С. Х. Аль-Камали, А. А. Бойко, С. М. Э. Эльшербини // Вестник Гомельского государственного технического университета имени П. О. Сухого : научно-практический журнал. – 2023. – № 3.— С. 28-35.