سورة العلق الآية (٥)

Cairo University

Synthesis and Characterization of Lanthanum, Neodymium and Erbium Complexes with Schiff Bases Derived from Benzopyran-4-one

ATHESIS SUBMITTED

TO

FACULTY OF SCIENCE

CAIRO UNIVERSITY

BY

NORA SAEED MORSY ABDEL-KADER

B. Sc. (Hons.) 2002, M. Sc. 2006

FOR

THE DEGREE OF DOCTOR OF PHILOSOPHY

IN

INORGANIC CHEMISTRY

2009

جامعة القاهرة

تحضير وتوصيف متراكبات اللانثانم والنيوديميوم والإربيوم مع قواعد شيف

مشتقه من بنزوبيران-٤-أون

رسالة مقدمة

إلي

كلية العلوم-جامعة القاهرة

من

نـــوره سعيد مرسي عبد القادر

بكالوريوس العلوم (جيد جدا مع مرتبة الشرف) جامعة القاهرة (٢٠٠٢)

ماجستير العلوم (كيمياء غير عضوية) جامعة القاهرة (٢٠٠٦)

للحصول علي

درجة دكتوراه الفلسفة في العلوم

(الكيمياء غير العضوية)

٢٠٠٩

APPROVAL SHEET FOR SUBMISSION

Title of the Ph. D. Thesis:

Synthesis and characterization of lanthanum, neodymium and erbium complexes with Schiff bases derived from benzopyran-4-one

Name of candidate: **Nora Saeed Morsy Abdel-Kader**

This thesis has been approved for submission by the supervisor:

Prof. Dr. **Aida Lotfy El-Ansary**
Professor of Inorganic Chemistry
Chemistry Department, Faculty of Science, Cairo University.

Signature:

Prof. Dr. Mohamed Mohamed Shokry

Chairman of Chemistry Department-
Faculty of Science-Cairo University.

ABSTRACT

Name**: Nora Saeed Morsy Abdel-Kader**

Title of thesis:

Synthesis and characterization of lanthanum, neodymium and erbium complexes with Schiff bases derived from benzopyran-4-one

Degree: (**Ph. D.**) Faculty of Science, Cairo University, 2009.

This work has been carried out to characterize the structure of metal complexes of $La(NO_3)_3.6H_2O$, $Nd(NO_3)_3.6H_2O$ and $Er(NO_3)_3.6H_2O$ with Schiff bases derived from condensation of ethylenediamine (I), trimethylenediamine (II), o-phenylenediamine (III), p-phenylenediamine (IV) and 2-aminopyridine (V) with 6-formyl-7-hydroxy-5-methoxy-2-methylbenzopyran-4-one (a) and 5,7-dihydroxy-6-formyl-2-methylbenzopyran-4-one (b) by using different techniques such as elemental analyses, spectral measurements (IR, ^{1}H-NMR, UV-Vis), thermal analysis and conductometric measurements. Ternary complexes of La(III), Nd(III), Er(III) ions with Schiff bases (IVa and Va) and 8-hydroxyquinoline were prepared to increase the ligating properties of Schiff bases IVa and Va. Different techniques (mentioned above) are applied to identify the molecular structure of these complexes. The fluorescence properties of the prepared Schiff bases and their complexes with Nd(III) and Er(III) ions in dimethylformamide (DMF) were investigated. Under the excitation of UV-Vis light, the complexes exhibit characteristic fluorescence of erbium and neodymium ions only but lanthanum complexes are non fluorescent. The Schiff bases were assayed by the disc diffusion method for antibacterial activity against *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*. Among the compounds tested, IIa and Va exhibited good antibacterial activity, almost equal to that of Tetracycline used as standard. The antifungal activity of the compounds was also evaluated against the fungi *Aspergillus flavus* and *Candida albicans* and Amphotericin B was used as standard. The Schiff bases had antifungal activity very close to that of the standard are IIa, Va and Vb.

Key words: Schiff bases, lanthanides, benzopyran-4-one, ethylenediamine, trimethylenediamine, o-phenylenediamine, p-phenylenediamine, 2-aminopyridine, mixed ligand complexes, IR, ^{1}H-NMR, thermal analysis, fluorescence and antimicrobial activity.

Supervisor:

Prof. Dr. Mohamed Mohamed Shokry

Chairman of Chemistry Department-

Faculty of Science–Cairo University.

Dedication

To My Lovely Parents

ACKNOWLEDGEMENT

Thanks and gratitude is due to Almighty God for giving me life, hope, unlimited and continuous blessing on me and helped me in concluding this work.

I would like to express my thanks, appreciation and gratitude to **Prof. Dr. Aida Lotfy El-Ansary**; Professor of Inorganic Chemistry, Department of Chemistry, Faculty of Science, Cairo University for suggesting the problem of this work, her keen enthusiasm, sincere guidance, morale help and support, valuable suggestions and unrelenting efforts throughout each stage of this work. I would like also to express my deepest grateful to **Prof. Dr. Yousry Moustafa Issa**, Professor of Analytical Chemistry, Department of Chemistry, Faculty of Science, Cairo University for his interest, kind advice and continuous encouragement throughout the present work.

I would like to acknowledge **Dr. Tareq Youssef**, Head of the Laser Application in Metrology, Photochemistry and Agriculture (LAMPA) Department, NILES, Cairo University for the facilities he furnished through the fluorescence measurements.

Finally, many thanks are due to **my family** especially **my father** for his continuous encouragement, compassion and the great assistance during this thesis.

مستخلص

الاسم: **نوره سعيد مرسي عبد القادر**

عنوان الرسالة:
تحضير وتوصيف متراكيات اللانثانم والنيوديميوم و الإربيوم مع قواعد شيف مشتقه من بنزوبيران-٤-أون

الدرجة: **دكتوراه الفلسفة في العلوم**

ملخص البحث:

في الدراسة الحالية تم تحضير قواعد شيف عن طريق تكاثف إثيلين ثنائي أمين (I) وثلاثي ميثلين ثنائي أمين (II) و١و٢-فينيلين ثنائي أمين (III) و١و٤-فينيلين ثنائي أمين (IV) و٢-أمينو بيريدين (V) مع ٦-فورميل-٧-هيدروكسي-٥-ميثوكسي-٢-ميثيل بنزوبيران-٤-أون (a) و٥و٧-ثنائي هيدروكسي-٦-فورميل-٢-ميثيل بنزوبيران-٤-أون (b).تم توصيف قواعد شيف الجديدة (III-V) بواسطة طرق التحليل الكيميائية والطيفية مثل طيف الأشعة المرئية وفوق البنفسجية وتحت الحمراء والرنين النووي المغناطيسي ودراسة أطياف الكتلة. تم تعيين ثابت تأين قواعد شيف عن طريق أطياف الامتصاص الإلكتروني. تم أختبار فاعلية كل قواعد شيف المحضرة كمضادات لبعض انواع الكتريا وبعض أنواع الفطريات. تم فصل متراكبات قواعد شيف المحضرة في الحالة الصلبة مع أملاح نترات اللانثانم والنيوديميوم و الأربيوم. لم يتم تحضير متراكبات IVa وVa مباشرة لذلك تم تحضير المتراكبات التناسقيه المختلطة لهاتين القاعدتين مع مركب ٨-هيدروكسي كوينولين. تم توصيف المتراكبات المحضرة باستخدام التقنيات التالية: التحليل العنصري والتحاليل الطيفية وفيها يستخدم طيف الأشعة المرئية وفوق البنفسجية وتحت الحمراء والرنين النووي المغناطيسي والتحليل الحراري وتعيين نسب تكوين المتراكبات المحضرة في المحلول باستخدام المعايرة التوصيلية الكهربية. تم أيضاً دراسة طيف الانبعاث الفلورسيني لقواعد شيف المحضرة ومتراكباتها. بينت الدراسة أن متراكبات اللانثانم ليس لها أنبعاث فلورسيني. وقد تبين زيادة الأنبعاث الفلورسيني لهذه القواعد نتيجة تكون متراكبات النيوديميوم والأربيوم. . تم اقتراح الصيغة الجزيئية للمتراكبات المحضرة بناء علي ما تم التوصل إليه من الدراسات السابقة.

الكلمات الدالة **:** قواعد شيف وبنزوبيران-٤-أون وإثيلين ثنائي أمين وثلاثي ميثلين ثنائي أمين و١و٢-فينيلين ثنائي أمين و١و٤-فينيلين ثنائي أمين و٢-أمينو بيريدين والمتراكبات التناسقيه المختلطة والأشعة تحت الحمراء و الرنين النووي المغناطيسي و التحليل الحراري و الأنبعاث الفلورسيني والفاعلية ضد الميكروبات

توقيع الأستاذ المشرف:

١- أ.د عايدة لطفي الأنصاري

أ.د. محمد محمد شكري

رئيس مجلس قسم الكيمياء
كلية العلوم - جامعة القاهرة

CONTENTS

LIST OF TABLES AND FIGURES

List of Tables:

List of Figures: