

2019

## Electro-organic synthesis of Schiff-bases and Azo-Schiff bases by electrochemical reduction of the nitro group group in different media

Siba Naseef

*College of Science, Al-Baath University*

Deep Bakair

*College of Science, Al-Baath University*

Rushdi Mador

*College of Science, Al-Baath University*

Follow this and additional works at: [https://digitalcommons.aaru.edu.jo/huj\\_nas](https://digitalcommons.aaru.edu.jo/huj_nas)

 Part of the [Organic Chemistry Commons](#), and the [Other Chemistry Commons](#)

---

### Recommended Citation

Naseef, Siba; Bakair, Deep; and Mador, Rushdi (2019) "Electro-organic synthesis of Schiff-bases and Azo-Schiff bases by electrochemical reduction of the nitro group group in different media," *Hadhramout University Journal of Natural & Applied Sciences*: Vol. 16 : Iss. 1 , Article 7.

Available at: [https://digitalcommons.aaru.edu.jo/huj\\_nas/vol16/iss1/7](https://digitalcommons.aaru.edu.jo/huj_nas/vol16/iss1/7)

This Article is brought to you for free and open access by Arab Journals Platform. It has been accepted for inclusion in Hadhramout University Journal of Natural & Applied Sciences by an authorized editor. The journal is hosted on [Digital Commons](#), an Elsevier platform. For more information, please contact [rakan@aar.edu.jo](mailto:rakan@aar.edu.jo), [marah@aar.edu.jo](mailto:marah@aar.edu.jo), [u.murad@aar.edu.jo](mailto:u.murad@aar.edu.jo).

## الاصطناع العضوي الكهربائي لأساس شيف و آزو شيف عن طريق الاختزال الكهركيميائي لمجموعة النترو في أوساط مختلفة

صبا ناصيف\* ديب باكير\*\*

رشدي مدور\*\*

### الملخص

تم في هذا البحث اصطناع المشتق الأميني لأساس شيف انطلاقاً من بارانترو الأنيلين وميتوكسي البنزألدهيد باستخدام خلية التحليل الكهربائي حيث أُجري الاختزال الكهركيميائي لزمرة النترو ومن ثم تكاثف الأمين مع ميتوكسي بنزألدهيد الذي حُفز كهربائياً في وعاءٍ واحد حاوٍ على كلوريد البوتاسيوم ككهرليت داعم ومزيج من الميثانول والماء كمحل، على مسرى من الزنك كمهبط ومسرى من الفحم كأنود وتطبيق كمون 20V حيث تم التفاعل على مرحلتين: المرحلة الأولى تتضمن الاختزال الكهركيميائي لزمرة النترو والحصول على الأمين والمرحلة الثانية تضمنت تفاعل التكاثف لتشكيل أساس شيف.

كما تم اصطناع آزو شيف انطلاقاً من بارانترو الأنيلين وميتوكسي البنزألدهيد باستخدام خلية التحليل الكهربائي حيث أُجري الاختزال الكهركيميائي لبارانترو الأنيلين على مسرى من الزنك كمهبط في وسط من هيدروكسيد الصوديوم ككهرليت داعم، وتطبيق كمون 9.5V، وتم تفاعل تكاثف شيف وتفاعل التزاوج الكهربائي في آن واحد، في كلتا الحالتين روقب سير التفاعل بصفاتح T.L.C واستغرق زمن ثلاث ساعات للحصول على ناتج نقي بمرود عالٍ 98% تم توصيفه باستخدام المطيافيات المختلفة.

الكلمات المفتاحية: الاصطناع الكهربائي - بارانترو الأنيلين - مهبط من الزنك - خلية التحليل الكهربائي - الاختزال الكهركيميائي - آزو شيف.

### المقدمة:

من سطح المسرى الذي يُعد عنصراً محايداً [19]. وكان أول من وضع فكرة الاصطناع العضوي الكهربائي هو العالم فاراداي وذلك عندما حصل على الايتان وثنائي أكسيد الكربون بالتحليل الكهربائي لأملاح الخلات باستخدام مسرى البلاتين [6] ، وتطور الأمر عندما حضر هيبير وبانتقائية عالية فينيل هيدروكسيل أمين والأنيلين من الاختزال الكهركيميائي لنترو البنزن حيث درس تأثير كمونات مختلفة في المركبات المتشكلة وتعلقت طبيعة الناتج بطبيعة الكمون المطبق على المسرى [24] ، وبعدها تتالى استخدام الطرائق الكهركيميائية

زاد الاهتمام في السنوات الأخيرة بالعضوية الكهركيميائية ليس فقط لتطور الأجهزة الخاصة بها أو لفهم التفاعلات الكهركيميائية ولكن أيضاً لما قدمته للاصطناع العضوي فهي طرائق نظيفة لتوليد الإلكترونات لا نحتاج فيها لإضافة الحفازات كما في الطرائق التقليدية التي قد ينجم عنها مركبات ثانوية، بينما نتجنب ذلك في الطرائق الكهركيميائية لأن معظم المركبات الوسطية تتشكل بالقرب

\* قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة البعث.

\*\* قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة البعث. تاريخ استلام البحث

2018/4/2 وتاريخ قبوله 2018/11/26

العضوية لجأ الكيميائيون إلى استخدام الطرائق الكهركيميائية من خلال إرجاع مجموعة النترو التي دُرس سلوكها الكهركيميائي بالطريقة الفولتومترية الحلقية في العديد من الأبحاث [12,13] وتبين أنه يتم إرجاعها في الأوساط الحمضية إلى الأمين الموافق [15] ، أما في الأوساط القلوية يتم الحصول على الأزو باستخدام مسارٍ مختلفة مثل مسرى من الستانلس ستيل أو مسرى من النحاس [23,3] **أهمية البحث وأهدافه:**

تتطلب الطرائق التقليدية المعتمدة في اصطناع أسس شيف العديد من المراحل التي تستغرق زمناً طويلاً لذا اهتم البحث باستخدام الطرائق الكهربية في عملية الاصطناع والتي تُعد من الطرائق النظيفة والصديقة للبيئة، حيث تم في البحث اصطناع المشتق الأميني لأساس شيف في وسط معتدل ، واصطناع آزوشيف بالطريقة الكهربية في وسط قلوي انطلاقاً من بارانترو الأنيلين وميتوكسي البنزالدهيد بالاعتماد على الاختزال الكهركيميائي لمجموعة النترو الموجودة في بارانترو الأنيلين والتي تحتوي أيضاً على أمين أولي قادر على الدخول في تفاعل شيف نكون بذلك اختصرنا الكثير من الوقت والكلفة التي تتطلبها الطرائق التقليدية في اصطناع مركبات ذات أهمية بيولوجية وصناعية.

#### 1- الأجهزة والمواد المستخدمة:

- جهاز طيف الطنين النووي المغناطيسي بروتوني وكربوني نموذج 400MHz من شركة Bruker السويسرية.
- جهاز طيف الامتصاص الضوئي ما تحت الأحمر نموذج FT-IR-4100 من شركة Jasco اليابانية.
- مغذية التيار المستمر (DC power).
- مبخر دوارني نموذج 4.91 من شركة

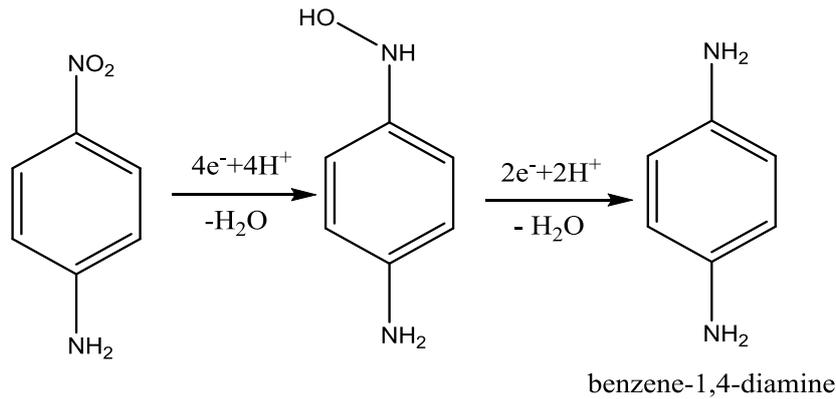
في الاصطناع العضوي حيث أُجريت أكسدة الحموض الدسمة كهريائياً ونزع جزيئة CO<sub>2</sub> وفق اصطناع كولب الكهربي [7] ، واهتم البحث باصطناع أسس شيف الحاوية على (CH=N) والمجموعة (NH<sub>2</sub>) في حلقة عطرية واحدة باستخدام طريقة كهربية، حيث تُعد أسس شيف من أهم المركبات العضوية [1] ، وتم اصطناعها أول مرة من قبل هيجو شيف عام (1864) [20]، وهي تنتج من تكاثف أمين أولي مع مركبات كربونيلية والصيغة الشائعة لهذه المركبات (R-CH=NR<sub>1</sub>) والتي تُسمى بالأمين.

أظهرت أسس شيف فعالية حيوية واسعة منها مضادة للجراثيم- مضادة للفظور- مضادة للملاريا [18] ، حيث تعود فعاليتها الحيوية إلى وجود مجموعة الإيمين، كما أظهرت أسس شيف أهمية واسعة في التطبيقات الصناعية [14] ، وتم اصطناع العديد من مركبات أسس شيف باستخدام الطرائق العضوية التقليدية حيث يجري التفاعل بالتقطير المرتد للمركبات الكربونيلية والأمينات الأولية في المذيبات العضوية وقد يستغرق التفاعل لينتهي عدة ساعات [5,11,10] وحُلّت هذه المشكلة باستخدام الطريقة الكهربية- وتم الاستفادة من أسس شيف المصنعة في تحضير معقدات عضوية معدنية ودراسة سلوكها الكهركيميائي لاحتوائها على المجموعة الوظيفية C=N [25,9] ، كما أثرت أسس شيف تأثير مانع تآكل فعال للسبائك المعدنية في الأوساط الحمضية [2] ولمركبات الأزو أهمية كبيرة فهي تُستخدم كصبغ وفي مستحضرات التجميل [8] ، بالإضافة إلى أهميتها التحليلية فهي تُستخدم كمشعرات [4] يتم عادةً اصطناع أزو شيف من خلال ديازة الأمينات بالأحماض المعدنية عند درجات حرارة منخفضة تقريباً صفر درجة مئوية [17,26] وللصعوبة في اصطناع مركبات الأزو

تأثير مهبط، ومسرى من الفحم (مصعد) في خلية غير مقسمة وزودت الخلية بمغذية التيار المستمر حيث تم تطبيق كمون 20V على العينة الأولى وكمون 9.5V على العينة الثانية.

#### 4- النتائج والمناقشة:

• العينة الأولى:  
أجري تفاعل التحليل الكهربائي للعينة الأولى بتطبيق كمون 20V مع التحريك بالمغناطيس تقريباً لمدة ثلاث ساعات وبدرجة حرارة الغرفة، وتم مراقبة سير التفاعل بصفائح (T.L.C) الطبقة الرقيقة وكان الطور الجارف المناسب (خلات الايتيل مع الهكسان العادي) بنسبة (1:1)، وبعد التأكد من نقاوة المركب المتشكل تم تبخير المذيب والحصول على مركب بني محمر اللون بمرود 98% وغسل الناتج بقليل من الميثانول. تتم آلية التفاعل على مرحلتين تتضمن المرحلة الأولى الاختزال الكهركيميائي لمجموعة النترو بستة إلكترونات على مرحلتين والحصول على ثنائي أمين البنزن وفق الآلية الآتية:



وفي المرحلة الثانية يتكاثف الأمين الأولي مع المجموعة الوظيفية الألدهيدية وفق المخطط الآتي:

Normschiff الألمانية.

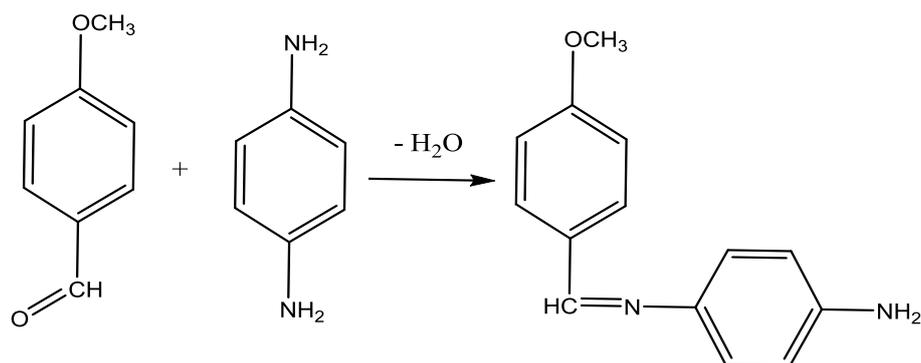
• صفائح كرماتوغرافيا الطبقة الرقيقة من الألمنيوم مطلية بالسليكا جل 60F<sub>254</sub> قياس 20 X 20 من شركة Merck الألمانية.

2- المواد الكيميائية المستخدمة:

بارا نترو الأنيلين، بارا ميتوكسي البنزالدهيد، ميثانول، خلالات الإيتيل، الهكسان العادي، هيدروكسيد الصوديوم، كلور البوتاسيوم، جميع المواد المستخدمة عالية النقاوة من إنتاج شركة: SIGMA ALDRICH & BDH, MERCK &

3- القسم التجريبي (طريقة العمل):

حضرت عينتان من بارا نترو الأنيلين بتركيز 0.01M تم حله في 50 ml ميثانول، وأضيف إليه بارا ميتوكسي البنزالدهيد بتركيز 0.01M، أضيف للعينة الأولى 0.2M من كلوريد البوتاسيوم، وأضيف إلى العينة الثانية محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.025M حيث كانت الإضافة ببطء وبسلاسة على جدار البيشر حتى إتمام المذيبول إلى 100 ml ومن ثم زود الوعاء بمسرى من الزنك (4 x 4 cm<sup>2</sup>) يؤثر

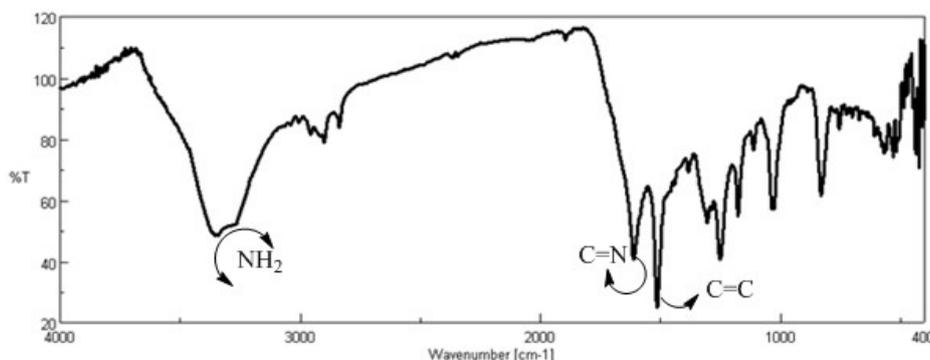


$$AE = \frac{\text{الوزن الجزيئي المنتج النهائي}}{\text{مجموع الوزن الجزيئي للمواد المتفاعلة}} \times 100$$

وبحساب اقتصاد الذرة للاصطناع المدروس يساوي 80.71% أي أن اقتصاد الذرة عالٍ وهذا يشير إلى أن كل الذرات من مواد البدء متحدة لتشكيل المركب المطلوب.

وأثبتت هوية المركب المطلوب باستخدام مطيافية الأشعة ماتحت الأحمر:

وكنتيجة لتوازن الكتلة في التفاعل المدروس تم حساب مفهوم اقتصاد الذرة (Atom Economy) (AE) الذي حُدد أول مرة من قبل تورست عام 1991 وهو يُعبر عن قدرة العمليات الكيميائية على دمج أكبر عدد ممكن من ذرات المواد الداخلة في التفاعل لتشكيل المركب النهائي دون حدوث أي ضياع في الذرات من خلال مركبات ثانوية غير مرغوب بها وهو أهم أساسيات الكيمياء الخضراء [16] ويعطى بالعلاقة الآتية:



الشكل 1: طيف ماتحت الأحمر للمشتق الأمينى لأساس شيف

يؤكد ظهور الزمرة الوظيفية C=N والذالة على تشكل أساس شيف ويبين الجدول الآتي أهم الامتصاصات الموجودة في الطيف (الشكل 1).

جدول يبين أهم الامتصاصات:

إن اختفاء الامتصاص العائد للمجموعة الألدهيدية وظهور امتصاص عند القيمة  $1600.63 \text{ cm}^{-1}$

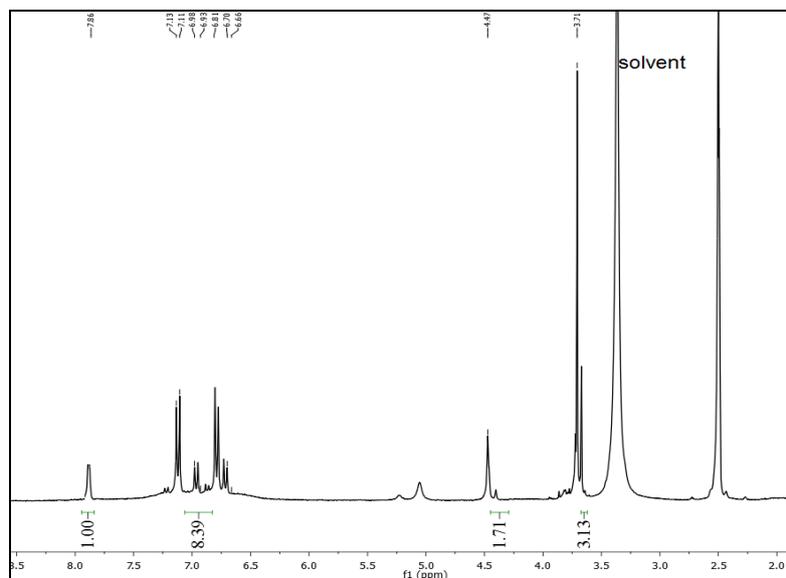
جدول 1 : أهم الامتصاصات اللازمة لتفسير أساس شيف في مطيافية ماتحت الأحمر

الامتصاص الموافق	المجموعة الوظيفية
3353.6- 3342.03 $\text{cm}^{-1}$	-NH <sub>2</sub>
1600.63 $\text{cm}^{-1}$	C=N
1509.99 $\text{cm}^{-1}$	عطرية C=C

وإشارة عند 3,70 ppm عائدة لثلاثة بروتونات مجموعة الميثوكسي وإشارة 4.46 ppm عائدة لبروتونات NH<sub>2</sub>، وظهور إشارة عند 7.85ppm عائدة لبروتون الإيمين -H-C=N- .  
وجميع هذه القيم تتطابق مع دراسة مرجعية. [21]

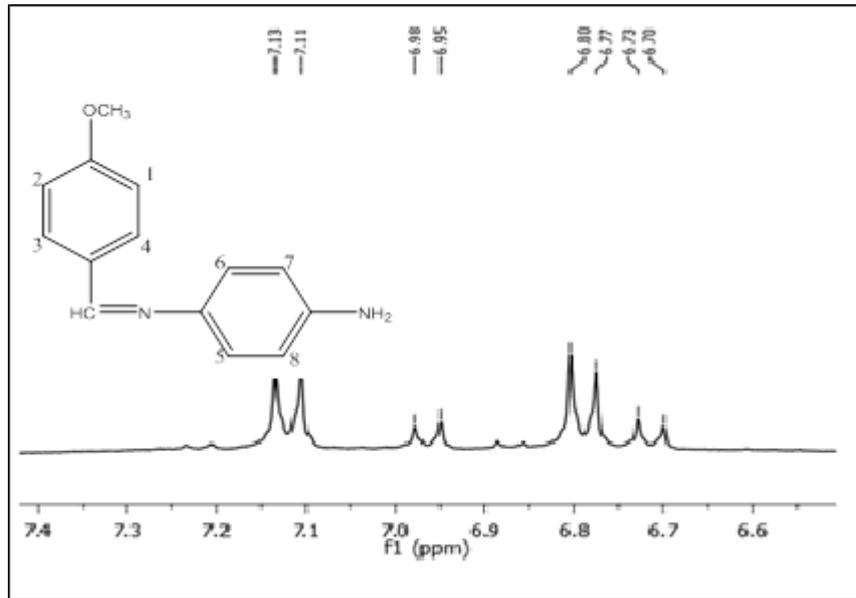
كما أثبتت هوية المركب المطلوب بمطيافية H-NMR:

تم إجراء الطيف النووي البروتوني للمشتق الأميني لأساس شيف باستخدام دي ميثيل سلفوكسيد المديتر (dmsO-d<sub>6</sub>) ويوضح الطيف ظهور إشارتين للمذيب



الشكل 2: الطيف H-NMR للمشتق الأميني لأساس شيف

ويُوضح الشكل (3) توسيع المنطقة الممتدة في المجال العطري



الشكل 3: توسيع المنطقة الممتدة في المجال العطري للمشتق الأميني لأساس شيف

ويُظهر الشكل وجود أربع مجموعات ثنائية موضحة قيم انزياحاتها في الجدول الآتي:

جدول 2 : تفسير أهم الانزياحات البروتونية لأساس شيف المطلوب في الطيف البروتوني

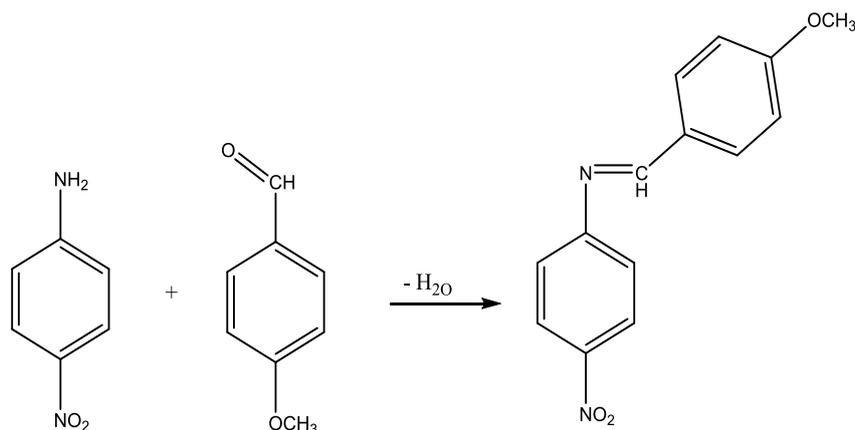
الانزياح الكيميائي الموافق $\delta$ ppm	رقم ذرة البروتون
6.71 ppm-d	البروتونين 1,2
6.61 ppm-d	البروتونين 7,8
6.94ppm-d	البروتونين 5,6
7.15ppm-d	البروتونين 3,4

للناتج المتشكل تم تبخير المذيبول والحصول على منتج بني اللون بمرودود 95% وغسل الناتج بقليل من الميثانول.

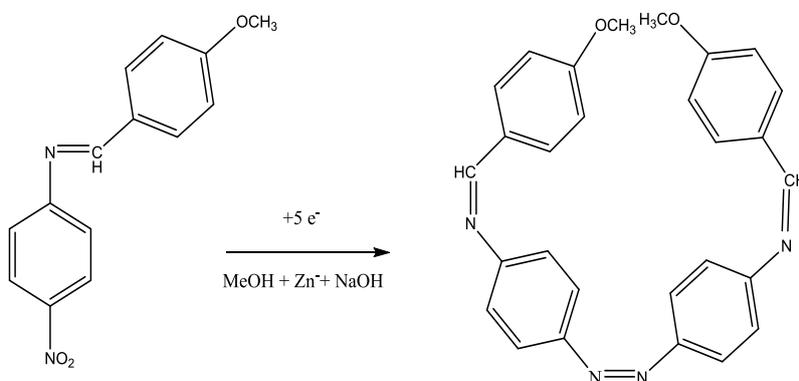
وتتضمن آلية التفاعل خطوتين ، الخطوة الأولى تتضمن تكاثف الأمين الأولي مع المجموعة الوظيفية الألدهيدية وفق الآتي:

• العينة الثانية

أجري تفاعل التحليل الكهربائي للعينة الثانية بتطبيق كمون 9.5V مع التحريك بالمغناطيس تقريباً لمدة ثلاث ساعات وبدرجة حرارة الغرفة، وتم مراقبة سير التفاعل بصفائح (T.L.C) الطبقة الرقيقة وكانت طور جارف المناسبة (خلات الاينيل مع الهكسان العادي) بنسبة (4:6) ، وبعد التأكد من وجود بقعة وحيدة

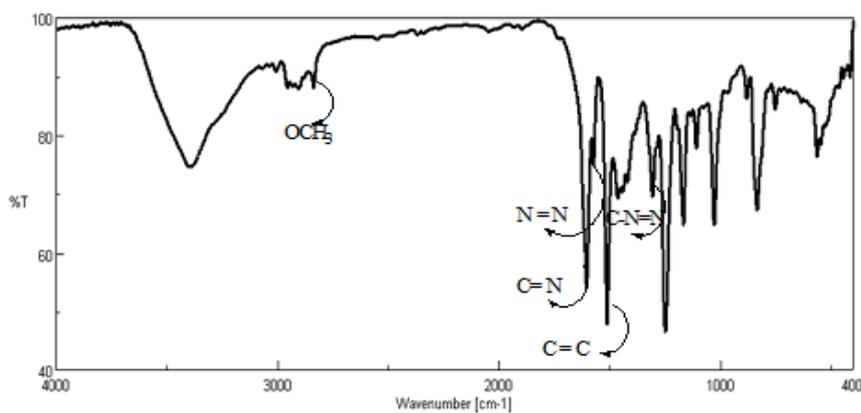


الخطوة الثانية تتضمن تفاعل التزواج وتشكيل الأزو كهربائياً:



النتيجة مع فقدان لثلاث جزيئات ماء من مواد البدء. وأثبتت هوية المركب المطلوب باستخدام مطيافية الأشعة ماتحت الأحمر:

وبحساب اقتصاد الذرة للاصطناع المدروس وجد أنه يساوي 89,966% أي أن اقتصاد الذرة عالٍ وهذا يشير إلى أن كل الذرات من مواد البدء متحدة لتشكيل



الشكل 4 : طيف ما تحت الأحمر لآزو شيف

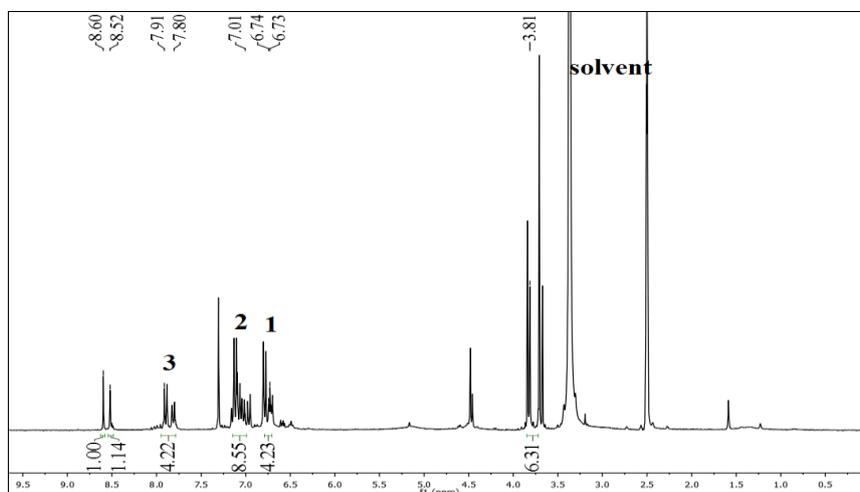
من الطيف نلاحظ اختفاء أي أثر للزمرة الألدهيدية وظهر امتصاص عائد لزمرة الآزو والجدول الآتي

جدول 3: أهم الامتصاصات اللازمة لتفسير آزو شيف في مطيافية ماتحت الأحمر

الامتصاص الموافق	المجموعة الوظيفية
3067.23 $\text{cm}^{-1}$	C-H عطرية
2837 $\text{cm}^{-1}$	O-CH <sub>3</sub>
1604.48 $\text{cm}^{-1}$	C=N
1573.63 $\text{cm}^{-1}$	N=N
1511.92 $\text{cm}^{-1}$	C=C عطرية
1306 $\text{cm}^{-1}$	C-N

كذب في أثناء إجراء التفاعل، وظهر إشارة عند 3,74 ppm عائدة لست بروتونات مجموعة الميتوكسي.

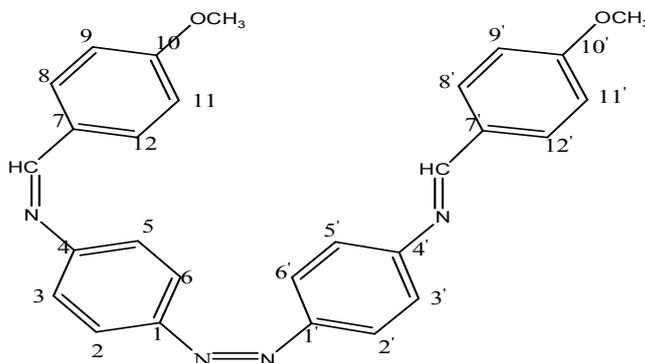
وتم إجراء الطيف النووي البروتوني للنتاج آزو شيف باستخدام دي ميتيل سلفوكسيد المديتر (dmsO-d<sub>6</sub>) ويوضح الطيف ظهور إشارتين للذب وإشارة عند 4.482 ppm عائدة لجزيئات الماء التي استخدمت



الشكل 4: طيف H-NMR1 للنتاج آزو شيف

عائدة لبروتون واحد للمجموعة الإيمينية الأمر الذي أثبت وجود المركب بالشكل مفروق بالنسبة للمجموعة الإيمينية. وجميع هذه القيم تتطابق مع الدراسة المرجعية [22].

وبملاحظة المنطقة الممتدة بين 6-9 ppm نلاحظ ظهور تداخل الإشارات العائدة للبروتونات العطرية والجدول الآتي يوضح الانزياح الكيميائي للبروتونات العطرية، كما نلاحظ وجود إشارة أحادية عند 8.61ppm وإشارة أحادية عند 8.54 ppm كل منها



[(1E)-(4-methoxyphenyl)methylene] {4-[(Z)-(4-[(1Z)-(4-methoxyphenyl)methylene]amino)phenyl]diazanyl}phenyl} amine

جدول يوضح انزياحات الكيمائية للبروتونات في المجال العطري

جدول 4: تفسير أهم الانزياحات البروتونية لأزو شيف المطلوب في الطيف البروتوني

رقم المجموعة	رقم ذرة الكربون الحاملة للبروتون وقيمة الانزياح
1	(11,11' d 6.73ppm) (9,9' d 6.83 ppm)
2	تداخل الإشارات (3,3',5,5' d 7.32ppm) (8,12 d 7.12ppm , 8',12' d 7.22ppm)
3	(6,6' d 7.84ppm) (2,2' d 7.92ppm)

#### الاستنتاجات:

- طرائق الاصطناع الكهرعضوي طرائق نظيفة صديقة للبيئة تُحقق اقتصاد ذرة عالٍ.
- الاصطناع الكهرعضوي للمشتق الأمينى لأساس شيف من خلال الاختزال الكهركيميائي لمجموعة النيترو، وتكاثف الأمين مع الألكهيد بوعاء واحد.

- استخدام الطرائق الكهريائية في الاصطناع العضوي يُسهم في إنجاز بعض الاصطناعات خلال زمن قصير على خلاف الطرائق التقليدية.

## References:

- 1- Arulmurugan, S., Kavitha, H. P., & Venkatraman, B. R. (2010). Biological activities of Schiff base and its complexes: a review. *Rasayan J Chem*, 3(3), 385-410.
- 2- Asan, A., Kabasakaloglu, M., Işıklan, M., & Kılıç, Z. (2005). Corrosion inhibition of brass in presence of terdentate ligands in chloride solution. *Corrosion Science*, 47(6), 1534-1544.
- 3- Balae, I., (2014), Eco-Friendly Reduction of 2,5-Dichloronitrobenzene Using Electrochemical and Microbial Techniques, *Asian Resonance*, pp.22-24.
- 4- Cardona, M. A., & Magri, D. C. (2014). Synthesis and spectrophotometric studies of water-soluble amino [bis (ethanesulfonate)] azobenzene pH indicators. *Tetrahedron Letters*, 55(33), 4559-4563.
- 5- Cross, E. D., Shehzad, U. A., Lloy, S. M., Brown, A. R., Mercer, T. D., Foster, D. R., ... & Bierenstiel, M. (2011). Synthesis and Characterization of Donor-Functionalized N, S-Compounds Containing the ortho - Aminothiophenol Motif . *Synthesis* , 2011(02) , 303-315.
- 6- Faraday, M., *Philos. Trans. R. Soc. London*, (1834), 124, 77.
- 7- Frontana-Uribe, B. A., Little, R. D., Ibanez, J. G., Palma, A., & Vasquez-Medrano, R. (2010). Organic electrosynthesis: a promising green methodology in organic chemistry. *Green Chemistry*, 12(12), 2099-2119.
- 8- Hamon, F., Djedaini-Pilard, F., Barbot, F., & Len, C. (2009). Azobenzenes—synthesis and carbohydrate applications. *Tetrahedron*, 65(49), 10105-10123.
- 9- Ispir, E. (2009). The synthesis, characterization, electrochemical character, catalytic and antimicrobial activity of novel, azo-containing Schiff bases and their metal complexes. *Dyes and Pigments*, 82(1), 13-19.
- 10- Jarrahpour, A., & Zarei, M. (2007). Synthesis of novel N-(4-ethoxyphenyl) azetidins and their oxidative N-deprotection by ceric ammonium nitrate. *Molecules*, 12(10), 2364-2379.
- 11- Jarrahpour, A., & Zarei, M. (2007). Synthesis of novel N-(4-ethoxyphenyl) azetidins and their oxidative N-deprotection by ceric ammonium nitrate. *Molecules*, 12(10), 2364-2379.
- 12- Jiang, P., Zhou, J., Zhang, A., & Zhong, Y. (2010). Electrochemical degradation of p-nitrophenol with different processes. *J. Environ. Sci*, 22(4), 500-506.
- 13- Khodari , M., Rabie , M., Fahmy, M., (2012), Voltammetric Quantification of the Pollutants NitroCompounds Using Glassy Carbon Electrode, *International Journal of Science and Research*, pp. 2319-7064.
- 14- Li, Y., Yang, Z. S., Zhang, H., Cao, B. J., Wang, F. D., Zhang, Y., ... & Wu, B. A. (2003). Artemisinin derivatives bearing Mannich base group: synthesis and antimalarial activity. *Bioorganic & medicinal chemistry* , 11(20) , 4363-4368.
- 15- Li, Y. P., Cao, H. B., Liu, C. M., & Zhang, Y. (2007). Electrochemical reduction of nitrobenzene at carbon nanotube electrode. *Journal of hazardous materials*, 148(1-2), 158-163.
- 16- Li, C. J., & Trost, B. M. (2008). Green chemistry for chemical synthesis. *Proceedings of the National Academy of Sciences*.
- 17- Park, J., & Koh, J. (2009). The synthesis and spectral properties of an encapsulated aminoazobenzene dye. *Dyes and Pigments*, 82(3), 347-352.
- 18- Przybylski, P., Huczynski, A., Pyta, K., Brzezinski, B., & Bartl, F. (2009). Biological properties of Schiff bases and azo derivatives of phenols. *Current Organic Chemistry*, 13(2), 124-148.
- 19- Speiser, B., *Encyclopedia of Electrochemistry Volume 8*, Wiley-VCH, (2004).
- 20- Schiff, H. (1864). Mittheilungen aus dem Universitätslaboratorium in Pisa: eine neue Reihe organischer Basen. *Justus Liebigs Annalen der Chemie*, 131(1), 118-119.
- 21- Shreekanta, S. A., Venkatesh, T.V., and Naik, P., Parameswara Murugendrapa .N, Bulk Electro organic Synthesis of Schiff Bases and Their Electrical Behaviour, *Journal of Applied Chemistry*, Volume 3, PP 31-35.
- 22- Shreekanta, S. A., Venkatesh, T.V. and Naik, P., Parameswara, *Electrosynthesis, Electrochemical behaviour, Antibacterial and Antifungal Activity of Novel azo Schiff's Bases*, Volume 4, pp 91-95.
- 23- Sharma, S., Kumari, M., & Sharma, D. K. (2009). Electroreduction of 4-nitrobenzaldehyde in basic medium at Different Electrodes. *Nature and Science*, 7(3), 84-98.
- 24- Volke, J., Liska, F., *Electrochemistry in Organic Synthesis*, Springer-Verlag, Germany, (1994), pp. 1-2.
- 25- Yagmur, S., Yilmaz, S., Saglikoglu, G., (2013). Synthesis, spectroscopic studies and electrochemical properties of Schiff bases derived from 2-hydroxy aldehydes and phenazo pyridine hydrochloride. *Journal of the Serbian Chemical Society*, 78(6), pp.795-804.
- 26- Yildiz, E., & Boztepe, H. (2002). Synthesis of novel acidic mono azo dyes and an investigation of their use in the textile industry. *Turkish Journal of Chemistry*, 26(6), 897-904.

## **Electro-organic synthesis of Schiff-bases and Azo-Schiff bases by electrochemical reduction of the nitro group in different media**

**Siba Naseef**

**Deep Bakair**

**Rushdi Mador**

### **Abstract**

In this research synthesized amino is derivative of Schiff-bases by using electrolysis cell. Electrochemical reduction of para-nitroaniline and electrocatalysed condensation have been carried out at zinc electrode and anode from coal in the presence of potassium chloride as supporting electrolyte in water/methanol solution, and in the application of 20V voltage, where interaction is in two stages: the first stage involves the electrochemical reduction of nitro group and get the amino and the second phase also, azo Schiff was synthesized between para-nitroaniline and metoxybenzaldehyde by electrolysis method, which was supplied with a zinc electrode as cathode to perform electrochemical reduction in the medium of methanol and sodium hydroxide and in the application of 9.5V voltage, the reaction was carried out in two phases. The first stage included condensation to form the Schiff bases, the second stage included electrical coupling, in both cases the reaction monitoring by TLC plates was found that the time needed to complete the reaction was three hours and with a high yield of 98%. The identity of the product was confirmed by available spectroscopic techniques.

**Key words:** Electro-organic synthesis, para-nitroaniline, zinc cathode, electrolysis cell, electrochemical reduction, Azo-Schiff.