مجلة الدراسات التربوية والعلمية - كلية التربية - الجامعة العراقية
العدد الخامس والعشرون - المجلد الثالث عشر - علوم الكيمياء - آب 2025 م
doi.org/10.52866/esj.2023.13.25.01

تحضير وتشخيص وتقييم الفعالية المضادة للأكسدة للاوكسازبين وبعض قواعد شف

أحمد يعقوب يوسف ، ملاذ خلف رشيد

مستخلص:

تضمن البحث تحضير بعض قواعد شف المشتقة من المركب 2- Aminoterephthalic acid وكذلك حضرت بعض مركبات الأوكسازبين من خلال تفاعل قواعد شف المحضرة مسبقاً مع بعض الانهدريدات وباستخدام الايثانول كمذيب وتم تقييم المركبات المحضرة بفعالية التضاد التأكسدي بطريقة القوه الاختزالية اذ اظهرت المركبات فعالية عالية مقارنة بالمضاد القياسي المستخدم (Gallic acid) وشخصت المركبات المحضرة بالطرق الطيفية (GC-MS 1H-NMR, FT-IR) وقد اثبتت الفحوصات صحة المركبات المحضرة.

الكلمات المفتاحية : المركبات الحلقية غير المتجانسة ، قواعد شف ، أوكسازبين .

Preparation, characterization and evaluation of the antioxidant activity of Oxazepine and some Schiff bases compounds

Ahmed Yaqoub Yousf 1 , Malath Khalaf Rasheed 2

University of Samarra, College of Education, Department of Chemistry, Samarra, Iraq.

Email: ahmed.yaqub@uosamarra.edu.iq

Abstract :

The research involved the synthesis of several Schiff bases derived from 2-aminoterephthalic acid, as well as the preparation of some Oxazepine compounds through the reaction of the previously synthesized Schiff bases with certain anhydrides using ethanol as a solvent. The synthesized compounds were evaluated for their antioxidant activity using the reducing power method, where they demonstrated high activity compared to the standard antioxidant used (Gallic acid). The structures of the synthesized compounds were characterized using spectroscopic techniques (FT-IR, ^{1}H-NMR, GC-MS), and the results confirmed the successful synthesis of the target compounds.

Keywords: Heterocyclic compounds , Schiff bases, Oxazepine.

المقدمة

قواعد شف هي مركبات عضوية حاوية على مجموعة الأزوميثين (-CH=N-) وتتكون بعملية تكاثف بسيط للإلديهايدات او الكيتونات مع الأمينات الأولية الأليفاتية و الأروماتية ، وقد سميت بهذا الاسم نسبة الى العالم شيف الذي حضرها اول مرة عام (1864)[1] . اذ يمكنها أن تكون بمثابة مواد وسيطة لتحضير الأحماض الأمينية أو كمركبات وسطية لتحضير مركبات عضوية أخرى. وان لهذه المركبات أنشطة (فعالية) بيولوجية مختلفة. وقد يمكن تحضير قواعد شف باستخدام تقنيات مختلفة مثل عملية التصعيد وإشعاع الميكروويف وظروف الموجات فوق الصوتية[2-4] . اذ تعد المركبات التي تحتوي على مجموعة الازوميثين انها تمتلك خواص قاعدية بسبب وجود مزدوج الكتروني منفرد على ذرة النيتروجين[5] اذ تحتوي قواعد شف على مجموعه كبيرة من التطبيقات في صناعة الادوية والصناعة الكيميائية [6] .

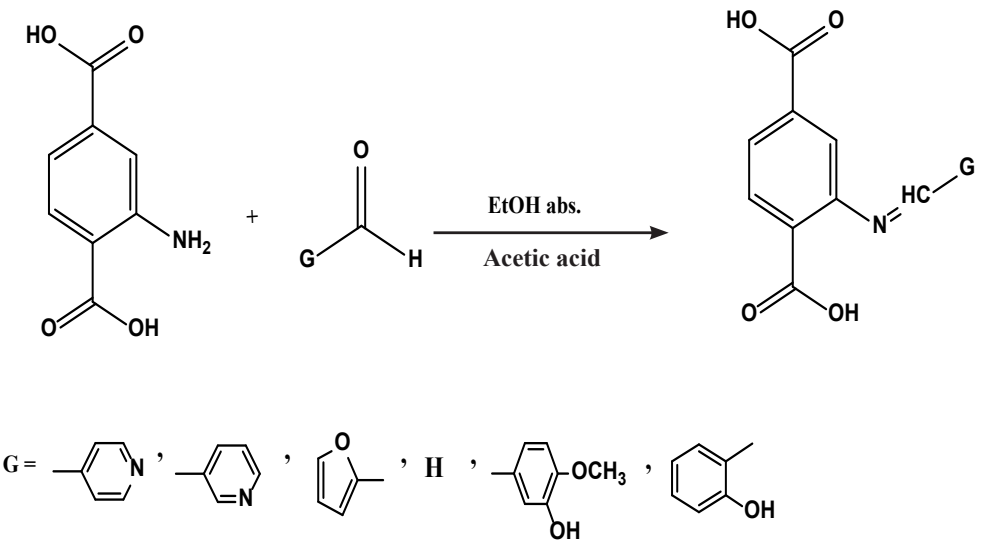
والأوكسازبين مركب حلقي غير متجانس يحتوي على خمس ذرات كربون وذرة أكسجين واحدة وذرة نيتروجين واحدة، هناك تطبيقات دوائية واسعة جدًا للمركبات العضوية غير المتجانسة التي تحتوي على النيتروجين في تركيبها ومن بينها مشتقات الأوكسازبين،[7] هناك ثلاثة أيزومرات لمركبات الأوكسازبين هي: (1، 2)، (1، 3) و (1، 4) يعتمد هذا الترقيم على موقع الأكسجين وذرات النيتروجين في الحلقة السباعية ان زيادة حجم الحلقة يجعلها غير مستوية عند مقارنتها بحلقة البنزين . لان الحلقة تأخذ شكل القارب في التوزيع الفراغي وذلك لكي يقل الشد على الحلقة حتى يكون الشكل اكثر استقرارا . ودائما ما يتم تصنيفها على انها بيتا- لاكتام ، اللبنات الاساسية لتحضير المركبات البيولوجية الاساسية [8].

الجزء العملي Experimental part

تحضير قواعد شف (AY_6-AY_{11})

تم تحضير المركبات بأخذ كميات متساوية (Mole 0.005/1gram) من 2--Aminotrephthal-ic acid مع كل من الالدهايدات المختلفة عدا الفورمالدهايد تمت مضاعفته حتى اكتملت نسبته (الساليسيليك الدهايد، الفانلين، 4-بيريدين كاربوكسلديهايد، 3- بريدين كاربوكسلديهايد، الفورفورال) مع 20 ml من الايثانول المطلق كمذيب . ثم يضاف الى الالدهايد بضع قطرات من حامض الخليك الثلجي في دوق دائري سعه 100 ml ثم يضاف الية المذيب وبعدها يضاف الية الامين ثم يتم التصعيد للمزيج لمدة 6-4 ساعات او حتى يتم تغير لون المحلول . وبعدها يسكب المحلول في بيكر ويترك حتى يبرد . وبعدها يرشح الراسب المتكون ويغسل بالإيثانول ثم يجفف . وتعاد بلورته بالإيثانول. والجدول الاتي يوضح الخصائص الفيزيائية ونسب المنتوج للمركبات المحضرة[9]

المخطط (1) يوضح المعادلة العامة لتحضير قواعد شف من (AY_1-AY_6)

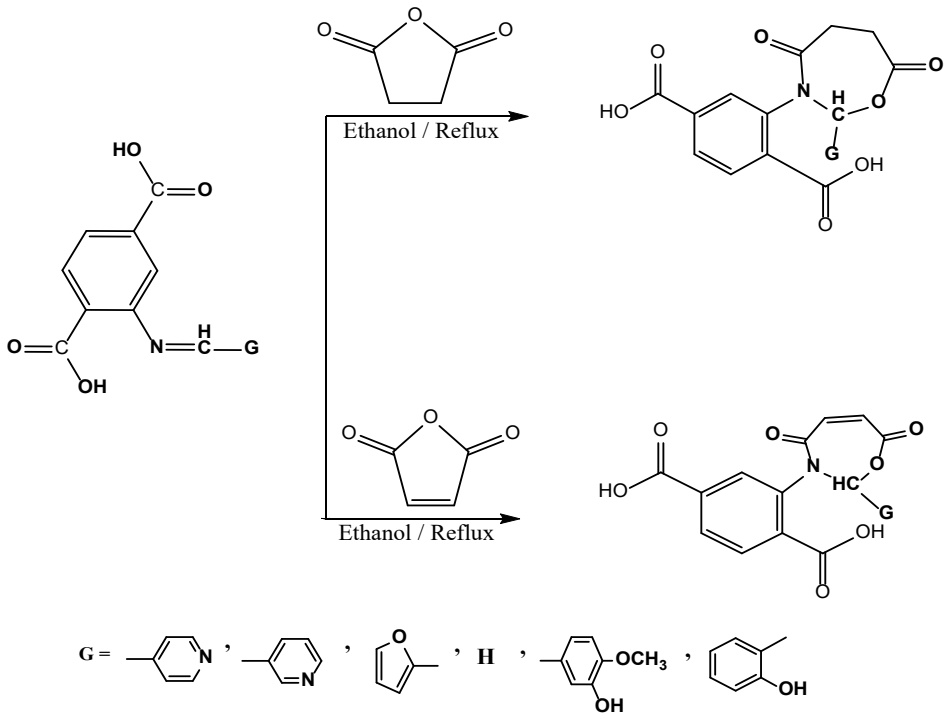


الجدول (1) يوضح بعض الخصائص الفيزيائية ونسب المنتوج للمركبات المحضرة من (AY_1-AY_6)

Comp.No.	Molecular Formula	Molecular Weight	Color	M.P ^{0}C	Yield %
AY_1	$C_{14}H_{10}N2O_4$	270.24	Pale yellow	266-267	86
AY_2	$C_{14}H_{10}N2O_4$	270.24	Linen	303-305	81
AY_3	$C_{13}H_9NO_5$	259.22	Maroon	301-303	78
AY_4	$C_9H_7NO_4$	193.16	Brown	285-286	78
AY_5	$C_{16}H_{13}NO_6$	315.28	yellow	302-304	83
AY_6	$C_{15}H_{11}NO_5$	285.26	Dark yellow	285-286	87

2-3-4- تحضير مركبات الاوكسازبين من (AY_{12}-AY_{23})

أُذيبت مولات متساوية (0.001 مول) من أحد قواعد شف المحضرة سابقاً (AY_{12}-AY_{23}) في 10 مل من البنزين الجاف مع كل من (انهدريد السكسنيك، انهدريد الماليك) المذابة في نفس المذيب ثم صعد المزيج مدة (2-4) ساعة ، وبعدها سكب المحلول في بيكر ، وترك ليبرد ، ورشح الراسب المتكون ، وغسل بالماء والايثانول ثم جفف ، وتمت إعادة بلورته بالإيثانول والمخطط (2-4) يوضح معادلة التحضير، والجدول (2-4) يبين بعض الخصائص الفيزيائية ، ونسب المنتوج للمركبات المحضرة . [10-12]



المخطط (2) يوضح المعادلة العامة لتحضير الاوكسازبينات من (AY7-AY18)

الجدول (2) يوضح بعض الخصائص الفيزيائية للمركبات المحضرة من (AY_7-AY_{18})

Comp. No.	Molecular Formula	Molecular Weight	Color	M.P ^{0}C	Yield %
AY_7	$C_{18}H_{12}N_2O_7$	368.30	Pale Yellow	272-274	80
AY_8	$C_{18}H_{12}N_2O_7$	368.30	Light Yellow	317-319	79
AY_9	$C_{17}H_{11}NO_8$	357.27	Maroon	277-279	81
AY_{10}	$C_{13}H_9NO_7$	291.22	Beige	195-197	78
AY_{11}	$C_{20}H_{15}NO_9$	413.34	Yellow	270-272	71
AT_{12}	$C_{19}H_{13}NO_8$	383.31	Bronze	278-280	96
AY_{13}	$C_{18}H_{14}N_2O_7$	370.32	Yellow	294-296	78
AY_{14}	$C_{18}H_{14}N_2O_7$	370.32	Light Yellow	243-245	82
AY_{15}	$C_{17}H_{13}NO_8$	359.06	Maroon	305-307	91
AY_{16}	$C_{13}H_{11}NO_7$	293.23	Brown	198-200	78
AY_{17}	$C_{20}H_{117}NO_9$	413.35	Yellow	221-223	79
AY_{18}	$C_{19}H_{15}NO_8$	385.33	Light Bronze	258-287	80

تقدير فعالية المضادة للأكسدة للمركبات المحضرة خارج الجسم:

تم تقدير فعالية المركبات المحضرة (خارج جسم الكائن الحي) باستعمال الطرق الآتية: طريقة القوة الاختزالية Reducing Power method [13].

مبدأ التفاعل

قَدَّرت القوة الاختزالية للمركبات المحضرة بالاعتماد على طريقة (Oyaizu) إذ تتفاعل المادة الحاوية على الصفة الاختزالية مع (بوتاسيوم سيانيد الحديدوز Fe^{+2}) محولة اياه الى (بوتاسيوم سيانيد الحديديك Fe^{+3}) باستعمال كلوريد الحديديك الذي يتحول إلى كلوريد الحديدوز، وإن الزيادة في الامتصاصية بزيادة التركيز دل على أن المادة تمتلك قوة اختزالية.

المحاليل المستعملة:

المحلول القياسي الخزين Stock Standard Solution

حُضر بتركيز (250مايكروغرام/ سم^3) وذلك من اذابة (25ملغم) من حامض الاسكوربيك (Ascorbic acid) في (75سم^3) ماء خالي من الأيونات ثم مزَجْ المحلول جيداً وفي حالة عدم الذوبان بصورة تامة يوضع في جهاز الامواج فوق الصوتية لمدة (10 دقائق) بدرجة حرارة (35م°) بعد الذوبان كُمل الحجم الى (100سم^3) باستعمال الماء الخالي من الأيونات. وحضرت محاليل بتراكيز مختلفة من المحلول الخزين (125 و 62.5 و 31.25 و 15.625) مايكروغرام/ سم^3 .

تحضير العينة

1. المحلول الخزين للعينة:-حُضر بتركيز (250مايكروغرام/ سم^3) وذلك بإذابة (25ملغم) من المستخلص في كمية مناسبة من المذيب ثم كُمل الحجم الى (100سم^3) بثنائي مثيل السلفوكسايد.

2. حضرت محاليل بتراكيز مختلفة من المحلول الخزين للمركبات المحضرة وحضرت محاليل بتراكيز مختلفة من المحلول الخزين ذائبة بالالايثانول (125 و 62.5 و 31.25 و 15.625) مايكروغرام/ سم^3.

3. محلول الفوسفات المنظم (0.2 مولاري) Phosphate Buffer Solution pH6.6: محلول (1%pottasuim ferrocyanide): حُضر بإذابة (1غم) في (20سم^3) من الماء المقطر ثم كُمل الحجم الى (100سم^3) بالماء المقطر.

4. محلول (10٪ حامض الخليك ثلاثي الكلور)

5. محلول (Ferric chloride 0.1%): حُضر بالماء المقطر يتم تحضير المحلول انياً.

طريقة العمل

1. أُخذ (1سم^3)من العينة او القياسي وتمت اضافة (2.5 سم^3) من محلول الفوسفات المنظم ثم مزج الانابيب جيداً بجهاز الهزاز (Vortex).

2. تم اضافة (2.5سم^3) من محلول (1%potta-suim ferrocyanide).

3. حضنت الانابيب بدرجة (50م°) لمدة عشرين دقيقة ثم بردت الانابيب بدرجة حرارة الغرفة.

4. تم اضافة (2.5سم^3) من محلول (10٪ حامض الخليك ثلاثي الكلور) ثم فصلت بجهاز الطرد المركزي بسرعة (3000دورة/ دقيقة) لمدة 10 دقائق.

5. أُخذ (2.5سم^3) من الطبقة العلوية ومزج مع (2.5سم^3) من المذيب المستخدم و(0.5سم^3) من محلول (Ferric chloride 0.1%).

6. قيست الامتصاصية عند 700 نانومترمقابل محلول الكفئ الأول الذي يمثل المذيب المستخدم.

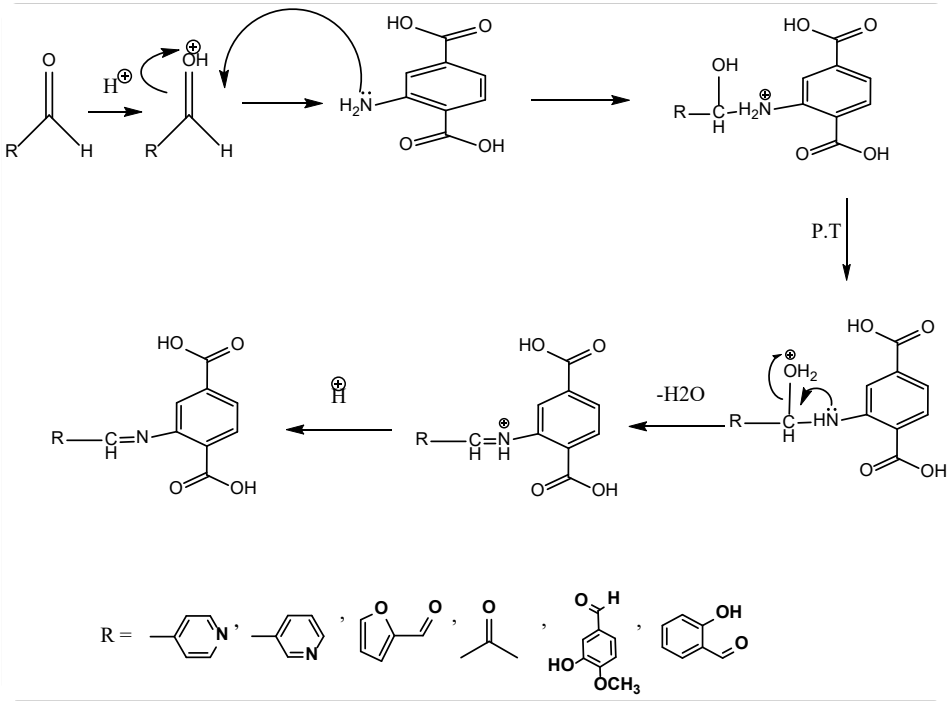
7. حُضر الكفء الثاني بنفس طريقة العمل السابقة ماعدا العينة تستبدل بالمذيب المستخدم.

النتائج والمناقشة

Results and discussion

مركبات قواعد شف المحضرة من Aminoterephthalic acid-2

حضرت قواعد شف (AY_6-AY_{11}) من تفاعل الالدهايدات المختلفة (4-بيريدين كاربوكسلديهايد، 3- بريدين كاربوكسلديهايد الفورفورال، الفورمالدهايد، الفانلين، الساليسيليك الدهايد) مع 2-Aminoterephthalic acid بالتصعيد وبوجود قطرتين من حامض الخليك الجليدي والايثانول كمذيب كما موضح في الميكانيكية الاتية [14].



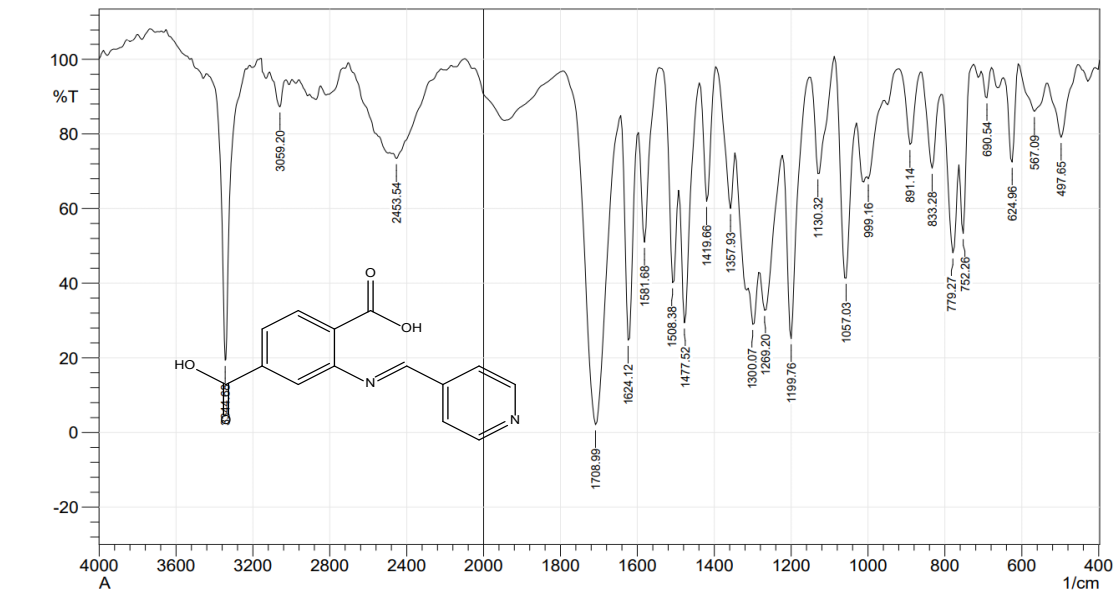
المخطط (3) يوضح الميكانيكية المقترحة لتحضير المركبات (AY_6-AY_{11})

اطياف الاشعة تحت الحمراء لمركبات قواعد شف المحضرة (AY_6-AY_{11})

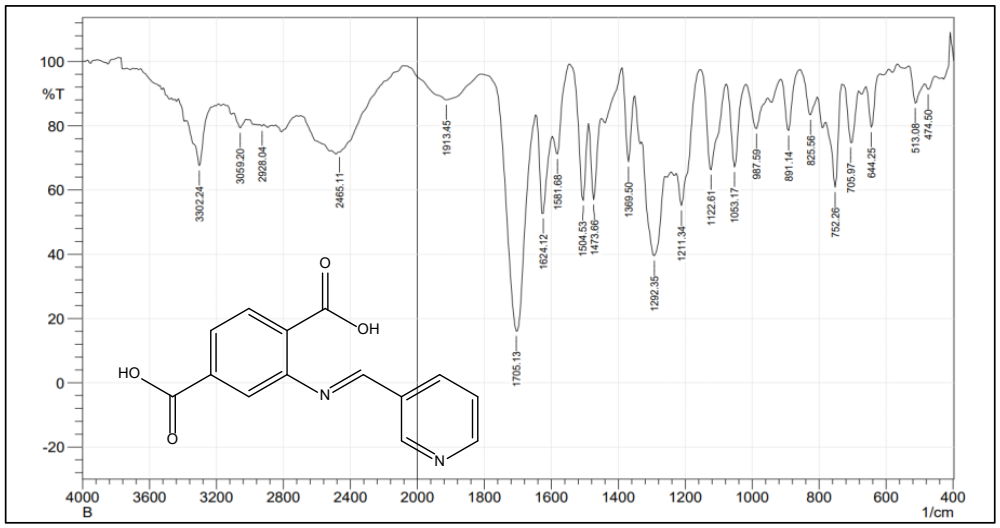
اظهرت دراسة طيف الاشعة تحت الحمراء (IR) لمركبات قواعد شف المحضرة () لوحظ اختفاء حزمة مط مجموعة الكاربونيل (C=O) العائدة الى مشتقات البنزلدهايد، بالمقابل ظهرت حزمة امتصاص متوسطة الشدة عند (1685-1616) سم$^{-1}$ تعود لمجموعة (C=N) للازوميثين، بالإضافة الى ذلك سجلت حزم امتصاص ناتجة عن امتدادات الروابط (C=C) في الحلقات الأروماتية عند المديين (1477-1519) سم$^{-1}$ ، اضافة لحزمة امتصاص عند المدى (3019-3074) تعود لمط اصرة (C-H) الأروماتية ، مع ظهور حزم امتصاص عند المدى (3302-3502) سم$^{-1}$ تعود لمط اصرة (O-H) وكما مبين في الجدول الاتي الذي يبين نتائج امتصاص الاشعة تحت الحمراء (سم$^{-1}$) حيث كانت القيم مقاربة لما موجود في الادبيات [15-16].

الجدول (3) يوضح نتائج امتصاص طيف الاشعة تحت الحمراء (IR) للمركبات المحضرة (AY_6-AY_{11})

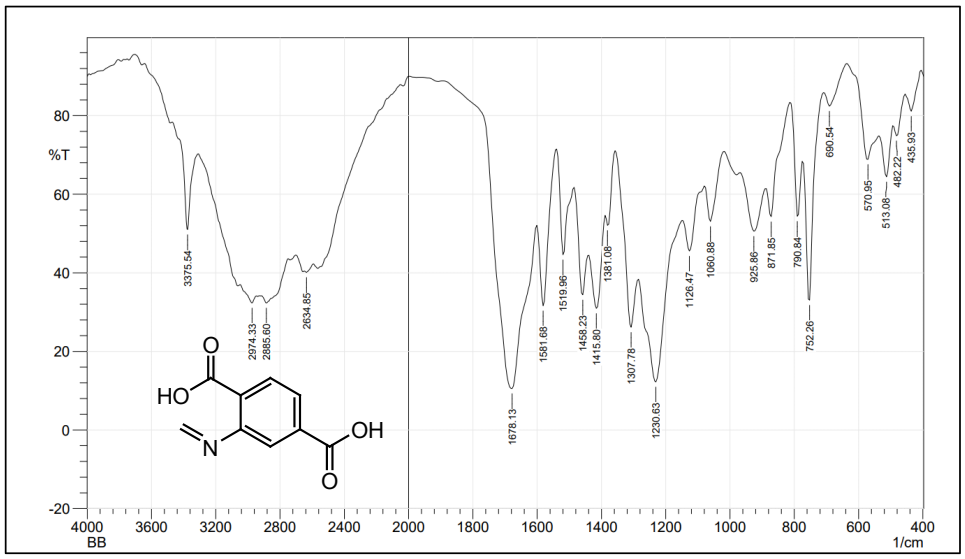
Characteristic bands of FT-IR Spectra υ (cm^{-1})					
Comp No.	OH	C-H Arom.	C=O	C=C Arom	C=N
AY_1	3344	3059	1708	1508 1477	1624
AY_2	3302	3059	1705	1504 1473	1624
AY_3	3355	3055	1689	1567 1470	1627
AY_4	3375	3019	1678	1519 1458	1678
AY_5	3441	3074	1685	1512 1465	1685
AY_6	3502	3055	1693	1523 1477	1616



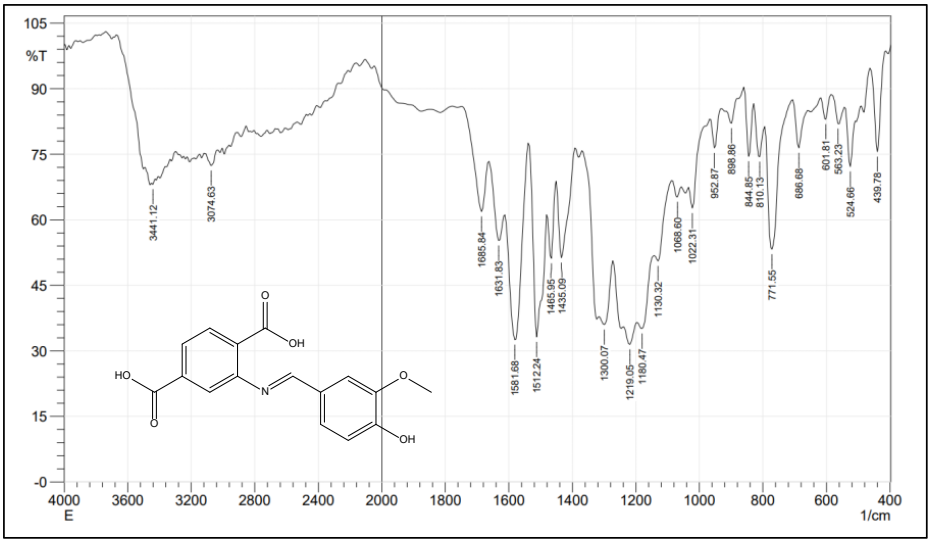
الشكل (1) طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب (AY_1)



الشكل (2)
طيف الأشعة
تحت الحمراء
للمركب
(AY_2)



الشكل (3)
طيف الأشعة
تحت الحمراء
للمركب
(AY4)

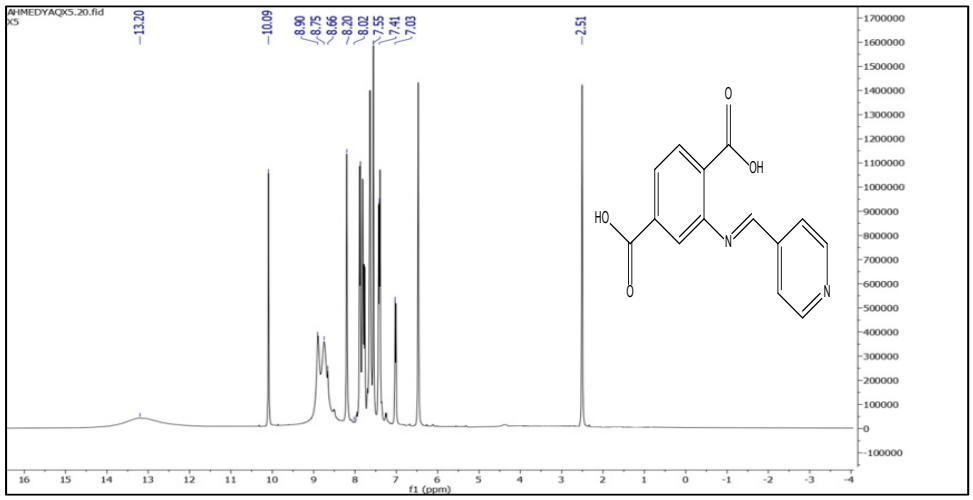


الشكل (4)
طيف الأشعة
تحت الحمراء
للمركب
(AY5)

طيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H.NMR) لبعض مركبات قواعد شف المحضرة

المركب (AY_1)

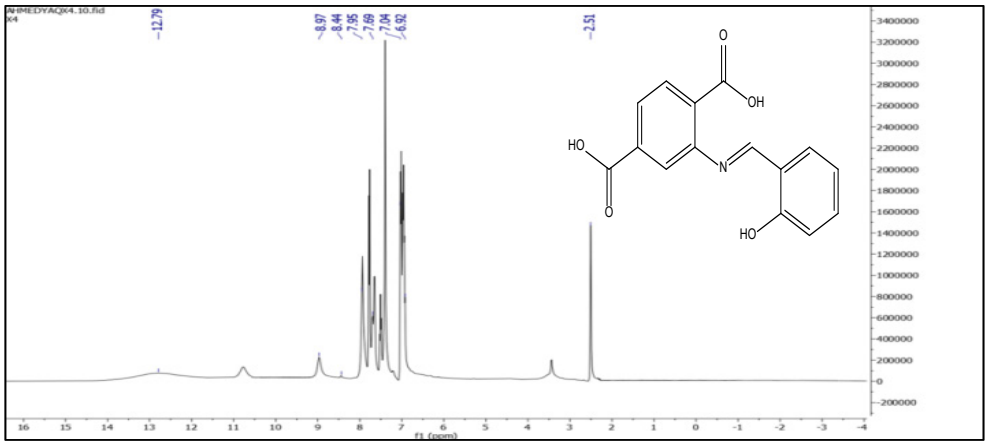
أظهر طيف ^{1}H.NMR للمركب (AY1) إشارة عند الموقع (δ13.20 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة (OH) ، وإشارة احادية عند (δ10.09ppm) تعود إلى بروتون (C=N)، وإشارة ثنائية عند (δ8.90ppm) تعود إلى بروتون (C=N) داخل حلقة البريديين، وإشارات عند (δ8.75-8.20ppm) تعود إلى بروتون حلقة البنزين ، وأظهر أيضا إشارات ما بين (δ7.55- 7.03 ppm) تعود إلى بروتونات الحلقة الأروماتية ، أما الإشارة عند الموقع (δ2.51 ppm) فتعود إلى بروتونات المذيب المستعمل (DMSO)، [15-16]



الشكل (5) طيف الرنين النووي المغناطيسي (1H.NMR) للمركب (AY_1)

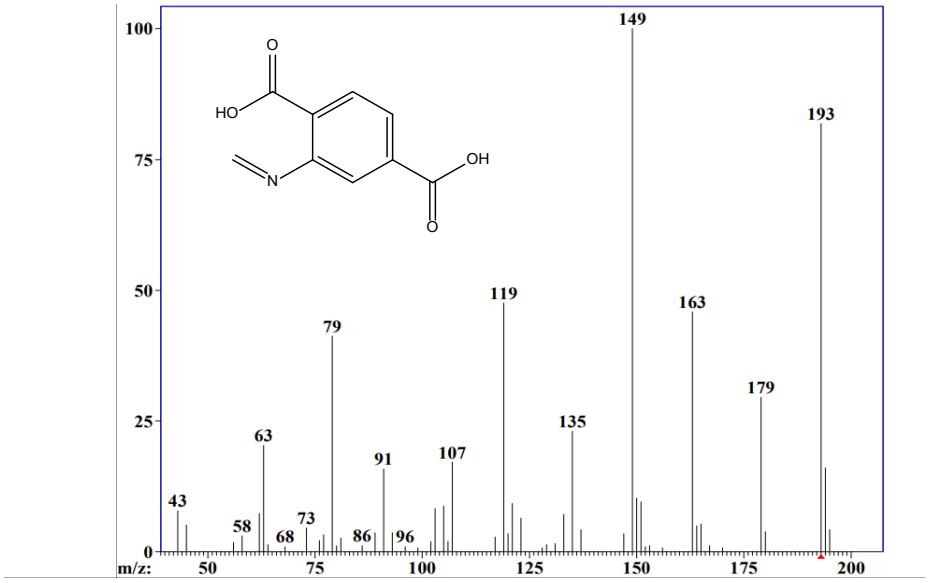
المركب (AY_6)

أظهر طيف ^{1}H.NMR للمركب (AY6) إشارة احادية عند (δ8.97 ppm) تعود إلى بروتون (C=N)، وإشارات عند (δ8.44-6.92ppm) تعود إلى بروتون حلقة البنزين، وأظهر أيضا إشارات ما بين (δ7.569- 7.04 ppm) تعود إلى بروتونات الحلقة الأروماتية، أما الإشارة عند الموقع (δ2.51 ppm) فتعود إلى بروتونات المذيب المستعمل (DMSO)، والإشارة عند الموقع (δ12.79 ppm) فتعود إلى بروتونات مجموعتي (OH) المرتبطة بالأمين الاولي [15-16].

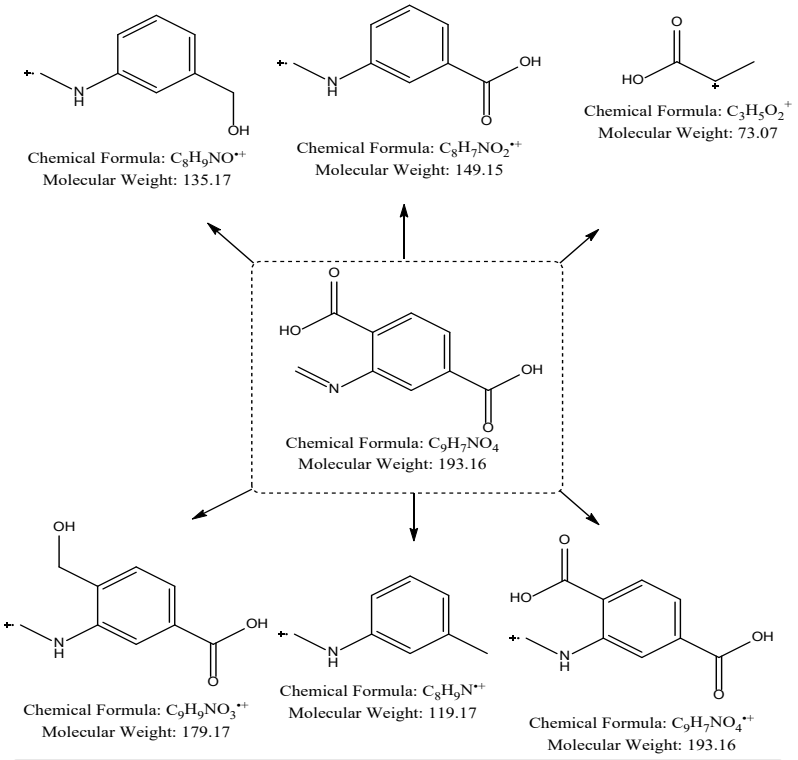


الشكل (6) طيف الرنين النووي المغناطيسي (1H.NMR) للمركب (AY_6)

وكذلك تم تسجيل طيف الكتلة للمركب (AY_9) إذ بينت النتائج ظهور القمة الأساس مختلفة عن قيمة الوزن الجزيئي، إذ ظهرت إشارة رئيسة عند (m 149/z) وبوفرة نسبية (100٪) وظهرت إشارة قمة الوزن الجزيئي عند (m 193/z) وبوفرة نسبية (82٪) والصيغة الجزيئية للمركب ($C_9H_7NO_4$)[17-19] وظهرت ذروات أخرى مبينة بالشكل (3-17) الذي يبين مسالك المركب (AY_9) والمخطط (3-8) يوضح نمط التشظي للمركب (AY_4).



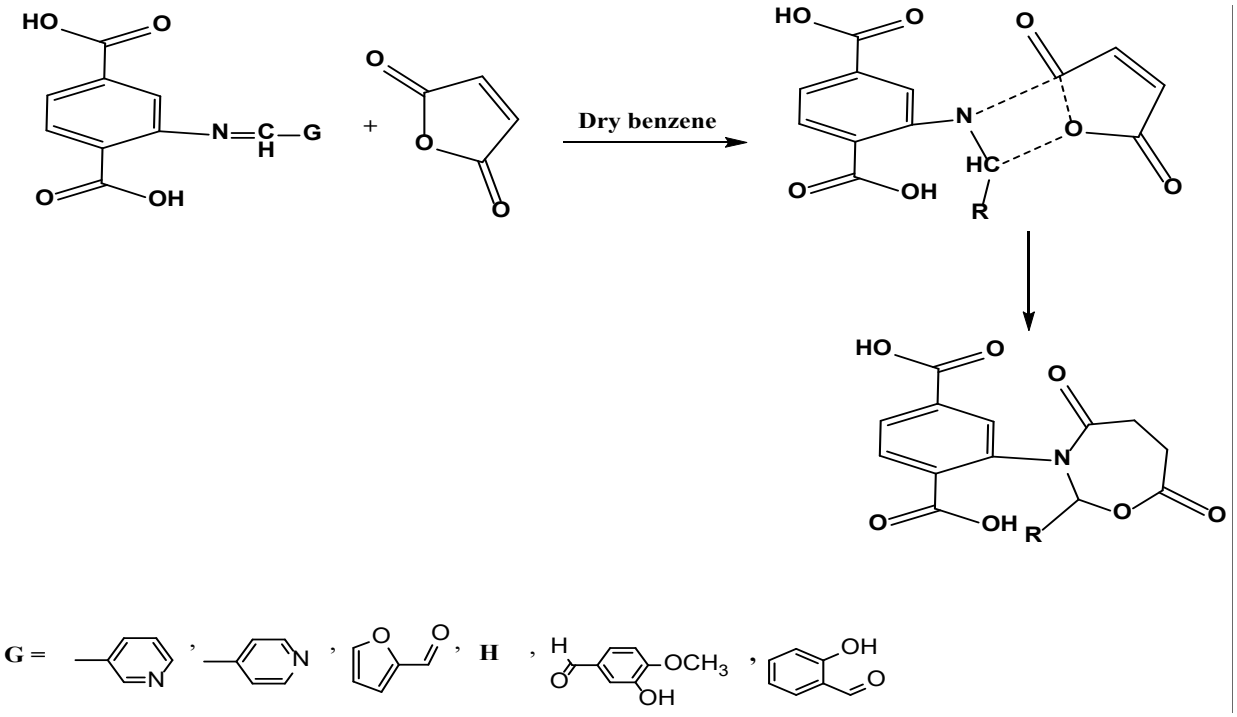
الشكل (7)
طيف الكتلة
للمركب
(AY_4)



المخطط (4) يوضح نمط التشظي للمركب (4)

مركبات الأوكسازبين المحضرة من قواعد شف (AY7-AY18)

حضرت مركبات الأوكسازبين من تفاعل قواعد شف المحضرة مسبقا مع كل من انهدريد (الماليك والسكسنيك) حسب الميكانيكية المقترحة [20].



المخطط (5) يوضح ميكانيكية تحضير مركبات الأوكسازبين المحضرة (AY_7-AY_{18})

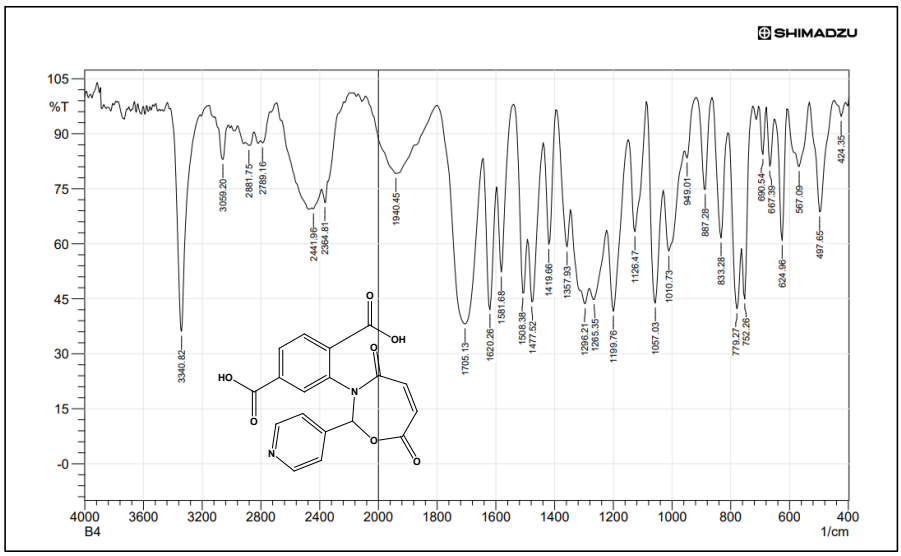
اطياف الاشعة تحت الحمراء لمركبات الأوكسازبين المحضرة من قواعد شف

عند دراسة طيف الأشعة تحت الحمراء للمركبات المحضرة [AY_7-AY_{18}] فقد لوحظ ظهور حزمتين قويتين عند التردد (1685 1755-cm^{-1}) و(1616 1635-cm^{-1}) تعودان إلى مط أصرة الكاربونيل (C=O) وظهور حزمة متوسطة الشده عند المدى (1234 1296-cm^{-1}) تعزى إلى مط الآصرة (C-O), وظهور حزم أخرى عند المدى (1057 -1219 cm^{-1}) تعزى إلى مط الآصرة (C-N)، وحافظت بقية الحزم على مدياتها الطبيعية على طول مشتقات السلسلة وكما في بالجدول (4)، وظهور حزم امتصاص عند المدى (3005 -3070 cm^{-1}) تعود لمط آصرة (C-H) الأروماتية ، فضلاً عن ظهور حزمتين عند المدى (1496 1593-cm^{-1}) و (1423 1554-cm^{-1}) تعودان إلى اهتزاز الآصرة (C=C) الأروماتية، وكانت هذه الحزم مقاربة لما موجود بالأدبيات[15-16].

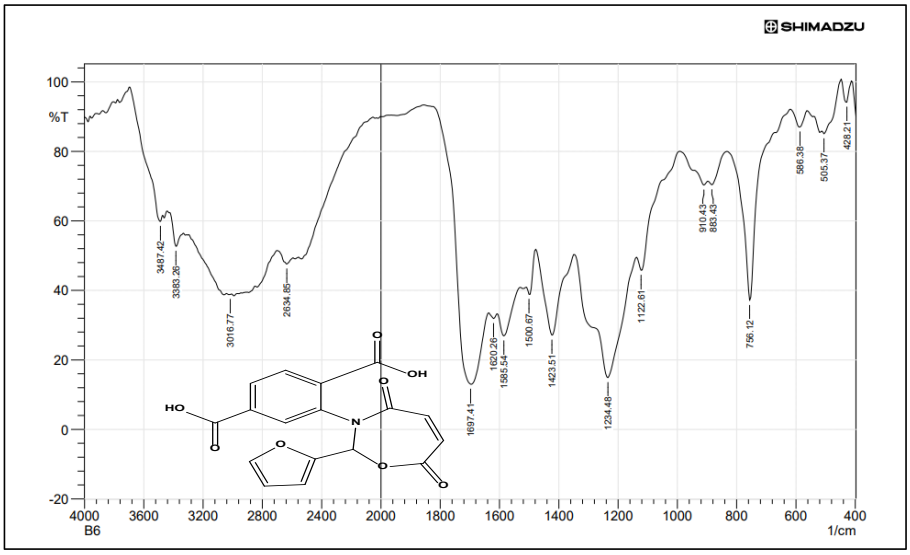
الجد ول (4) يوضح نتائج امتصاص طيف الاشعة تحت الحمراء (IR) لمركبات الأوكسازبين المحضرة (AY_7-AY_{18}).

Characteristic bands of FT-IR Spectra υ (cm^{-1})						
Comp. No.	OH	C-H Arom	C=O Ester Amid	C=C Arom	C-O	C-N
AY_7	3340	3059	1705 1620	1508 1477	1296	1199
AY_8	3399	3066	1685 1624	1589 1554	1234	1122
AY_9	3487	3016	1697 1620	1585 1500	1234	1122
AY_{10}	3375	3023	1685 1635	1577 1535	1265	1172
AY_{11}	3506	3005	1693 1620	1585 1516	1280	1219
AY_{12}	3502	3059	1689 1616	1496 1423	1238	1057
AY_{13}	3344	3059	1708 1620	1581 1504	1273	1199
AY_{14}	3340	3066	1755 1627	1581 1516	1296	1122
AY_{15}	3479	3070	1693 1620	1581 1535	1234	1199
AY_{16}	3375	3032	1693 1620	1577 1535	1257	1199
AY_{17}	3518	3059	1693 1627	1593 1516	1280	1126
AY_{18}	3502	3056	1689 1616	1593 1554	1234	1122

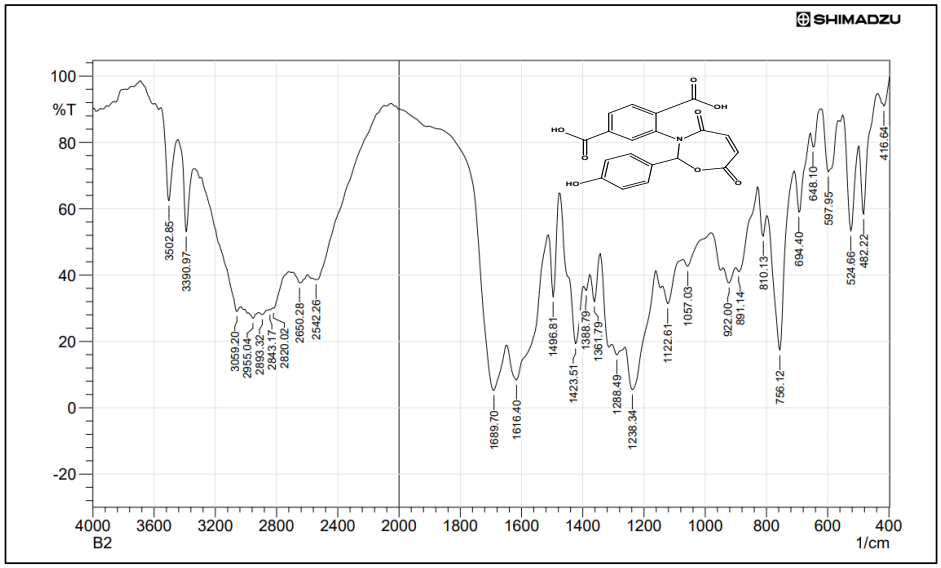
الشكل (8) طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) للمركب (AY_7)

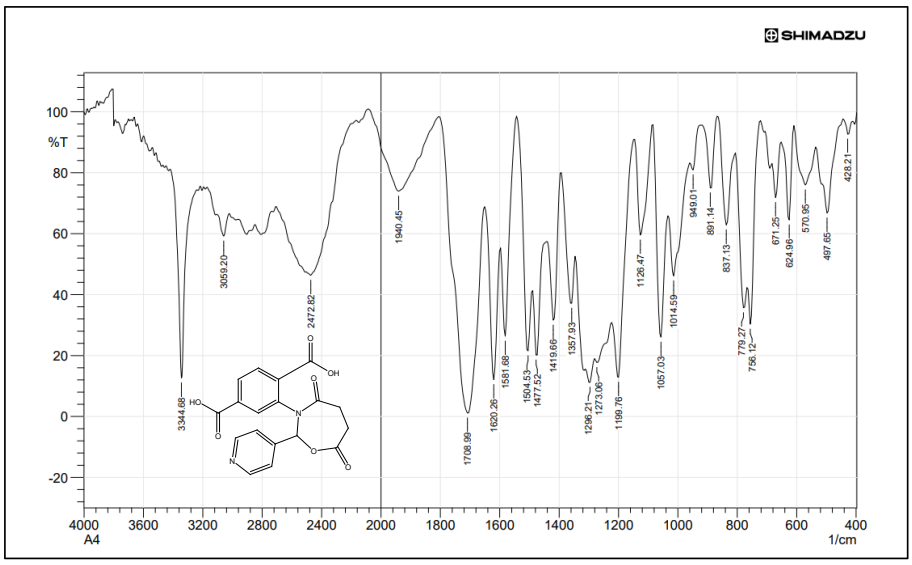


الشكل (9) طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) للمركب (AY9)

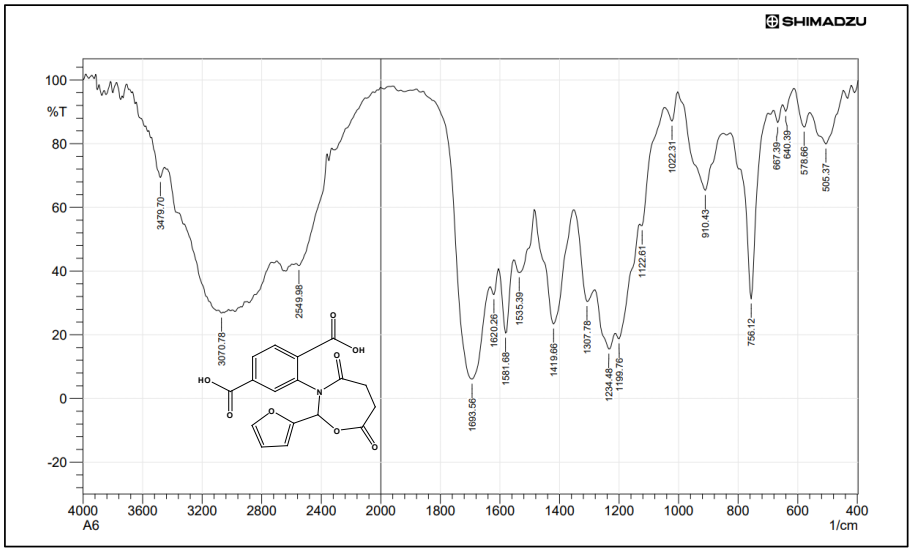


الشكل (10) طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) للمركب (AY12)

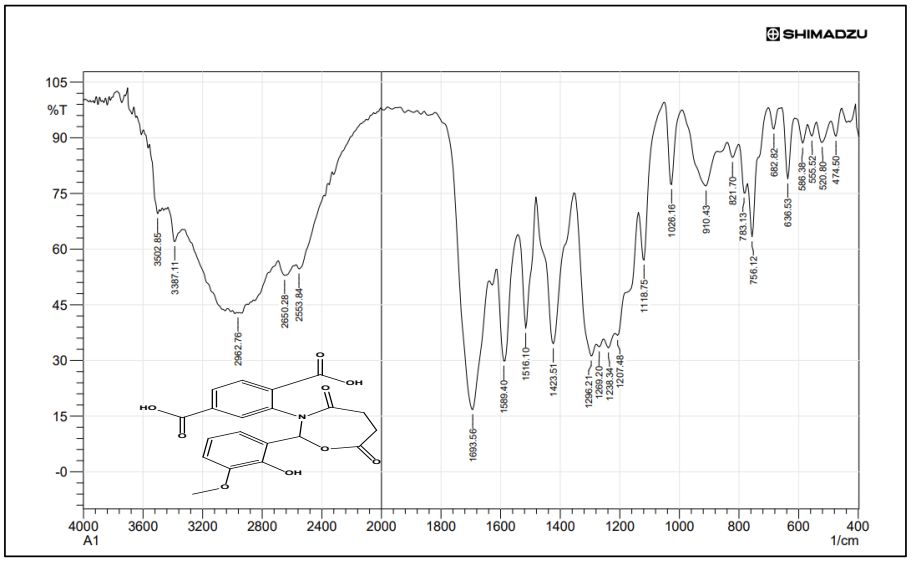




الشكل (11)
طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) للمركب (AY13)



الشكل (12)
طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) للمركب (AY15)

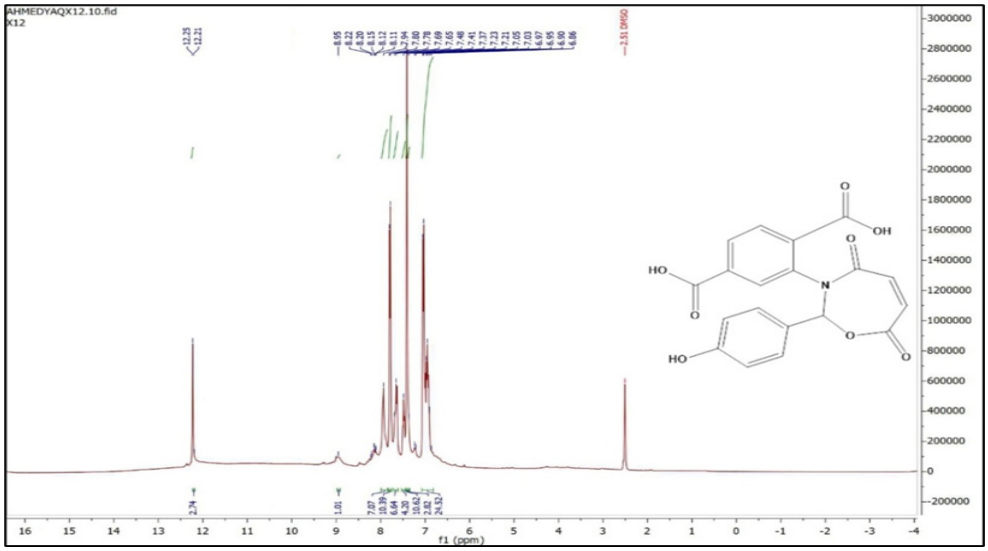


الشكل (13)
طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) للمركب (AY17)

3-4-2 طيف الرنين النووي المغناطيسي (1H.NMR) لبعض مركبات الأوكسازبين المحضرة

- **المركب (AY12)**

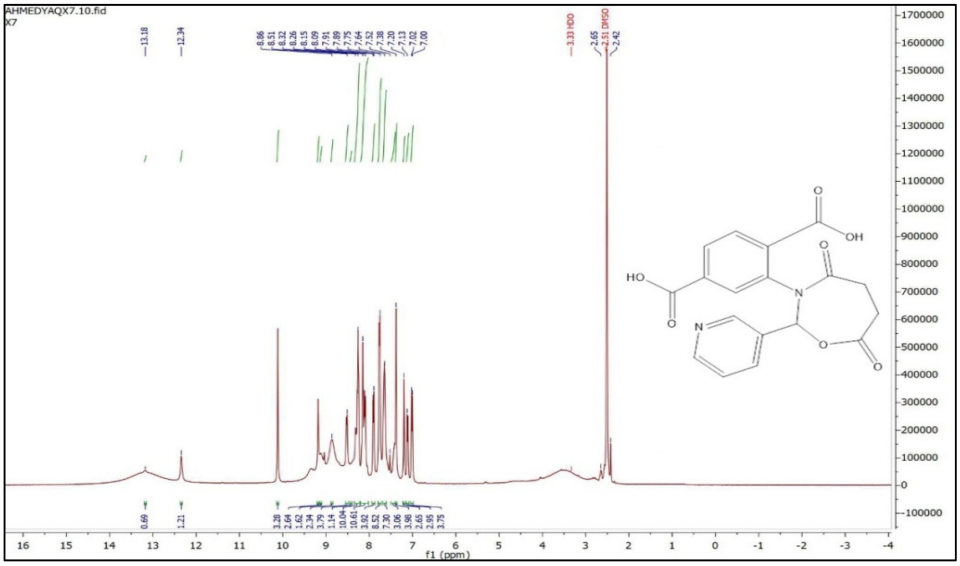
بدراسة طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}H-NMR) للمركب (AY_{12}) لوحظ أن الإشارتين الظاهرة عند (δ 6.95 , 6.86 ppm) تعود إلى مجموعة (CH=CH) الأليفاتية الحلقية، بينما الإشارة الظاهرة عند (δ 7.94 ppm) تعود إلى مجموعة (O–CH–N)، والإشارات الظاهرة بين (δ 6.90 - 8.22 ppm) تعود إلى الحلقتين الأروماتيتين ، والإشارة الظاهرة عند الموقع (δ 8.95ppm) تعود إلى مجموعة (OH)، أما الإشارتين الظاهرة عند (12.25 ppm , δ 12.21) تعود إلى مجموعتي (OH) الكربوكسيلية، أما الإشارة الظاهرة عند (δ2.51 ppm) تعود إلى بروتونات المذيب المستعمل (DMSO) [15-16].



الشكل (13) طيف الرنين النووي المغناطيسي (1H.NMR) للمركب (AY_{12})

- **المركب (AY14)**

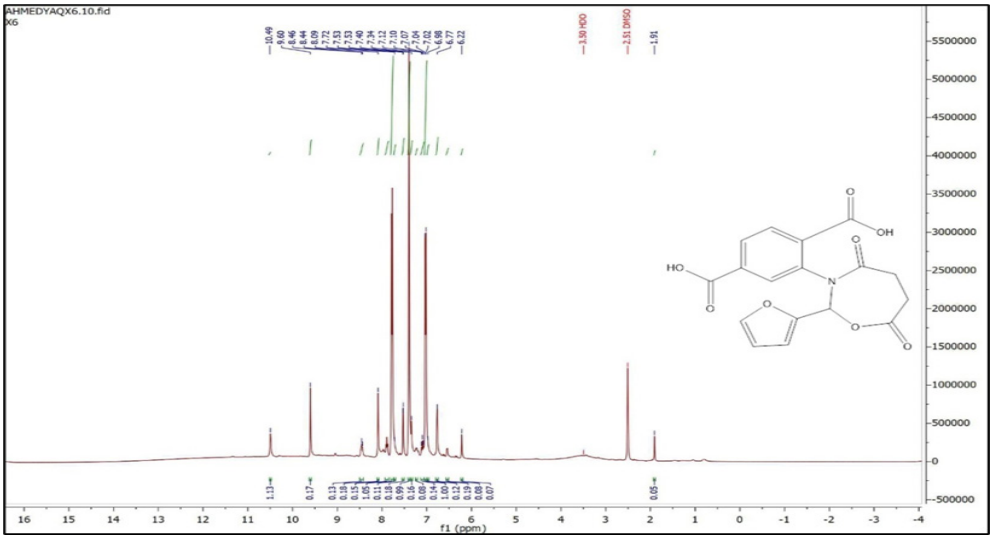
بدراسة طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}H-NMR) للمركب (AY_{19}) ، لوحظ ظهور اشارتين (δ ppm 12.34 , 13.18) والإشارات الظاهرة بين (δ 7.00 - 8.86 ppm) تعود إلى الحلقتين الأروماتيتين، كما أن الإشارة الظاهرة عند (δ 8.15 ppm) تعود إلى مجموعة (O–CH–N)، ولوحظ أن الإشارتين الظاهرة عند (δ 2.65 , 2.42 ppm) تعود إلى مجموعة (CH_2–CH_2) الأليفاتية الحلقية ، أما الإشارة الظاهرة عند (δ2.51 ppm) تعود إلى بروتونات المذيب المستعمل (DMSO)[161-5].



الشكل (14)
طيف الرنين النووي المغناطيسي (1H.NMR) للمركب (AY_{14})

● **المركب (AY15)**

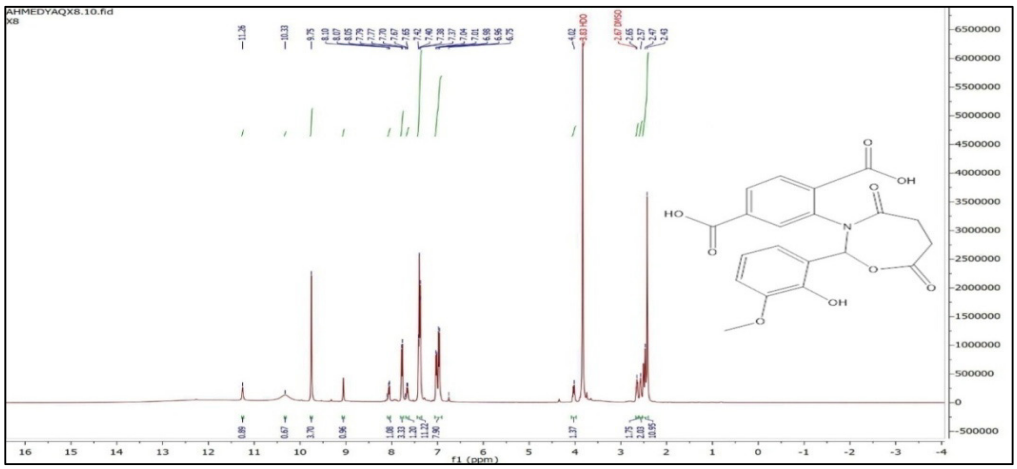
بدراسة طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}H-NMR) للمركب (AY15) لوحظ اشارات ما بين (δ8.46-8.24 ppm) تعود الى بروتونات حلقة البنزين، وكذلك نلاحظ ظهور اشارة تعود إلى بروتونات (C-N-O) المرتبطة بالحلقة السباعية عند (δ8.76 ppm)، واشارة عند (δ7.77 ppm) تعود إلى بروتون (C-O) في الحلقة الخماسية، اما الاشارات عند (δ7.39-6.54 ppm) العائدة الى بروتونات الحلقة الخماسية، اما الاشارات عند (δ6.42-6.22 ppm) فتعود الى بروتونات الحلقة السباعية ، واما الاشارة عند (δ2.51 ppm) تعود الى بروتونات المذيب المستعمل (DMSO)، واما الاشارة عند (δ10.49 ppm) فتعود الى بروتونات مجموعة (OH) [15-16].



الشكل (15)
طيف الرنين النووي المغناطيسي (1H.NMR) للمركب (AY_{17})

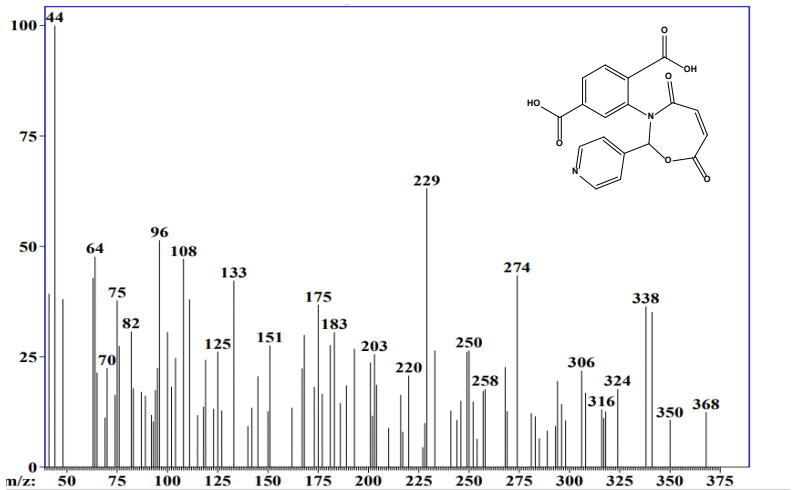
● **المركب (AY17)**

بدراسة طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}H-NMR) للمركب لوحظ أن الإشارات الظاهرة بين (δ 2.43 - 2.65 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة (CH_2–CH_2) الأليفاتية الحلقية، أما الإشارة الظاهرة عند (δ 4.02 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة (CH_3) العائدة للفانيلين، والإشارات الظاهرة بين (δ 6.75 - 8.10 ppm) تعود إلى بروتونات الحلقتين الأروماتيتين ، كما أن الإشارة الظاهرة عند (δ 7.79 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة (O–CH–N) ، بينما الإشارة الظاهرة عند (δ 9.75 ppm) تعود إلى مجموعة (OH)، والإشارتين الظاهرة عند (δ 10.33 , 11.26 ppm) تعود إلى مجموعتي (OH) الكاربوكسيلية، أما الإشارة الظاهرة عند (δ2.51 ppm) تعود إلى بروتونات المذيب المستعمل (DMSO) [15-16].

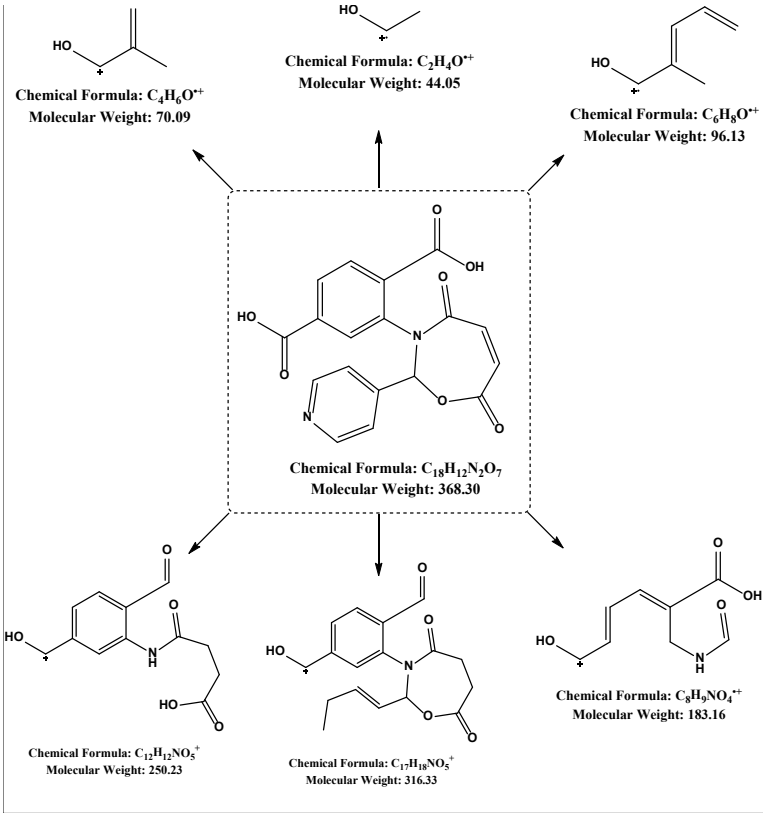


الشكل (16) طيف الرنين النووي المغناطيسي (1H.NMR) للمركب (AY17)

وكذلك تم تسجيل طيف الكتلة للمركب (AY_7) إذ بينت النتائج ظهور القمة الأساس مختلفة عن قيمة الوزن الجزيئي، إذ ظهرت إشارة رئيسة عند (44m/z) وبوفرة نسبية (100٪) وظهرت إشارة قمة الوزن الجزيئي عند (m 193/z) وبوفرة نسبية (15٪) والصيغة الجزيئية للمركب ($C_{18}H_{12}N_2O_7$) [17-19] وظهرت ذروات أخرى مبينة بالشكل () الذي يبين مسالك المركب (AY_1) والمخطط (3-9) يوضح نمط التشظي للمركب (AY_7).



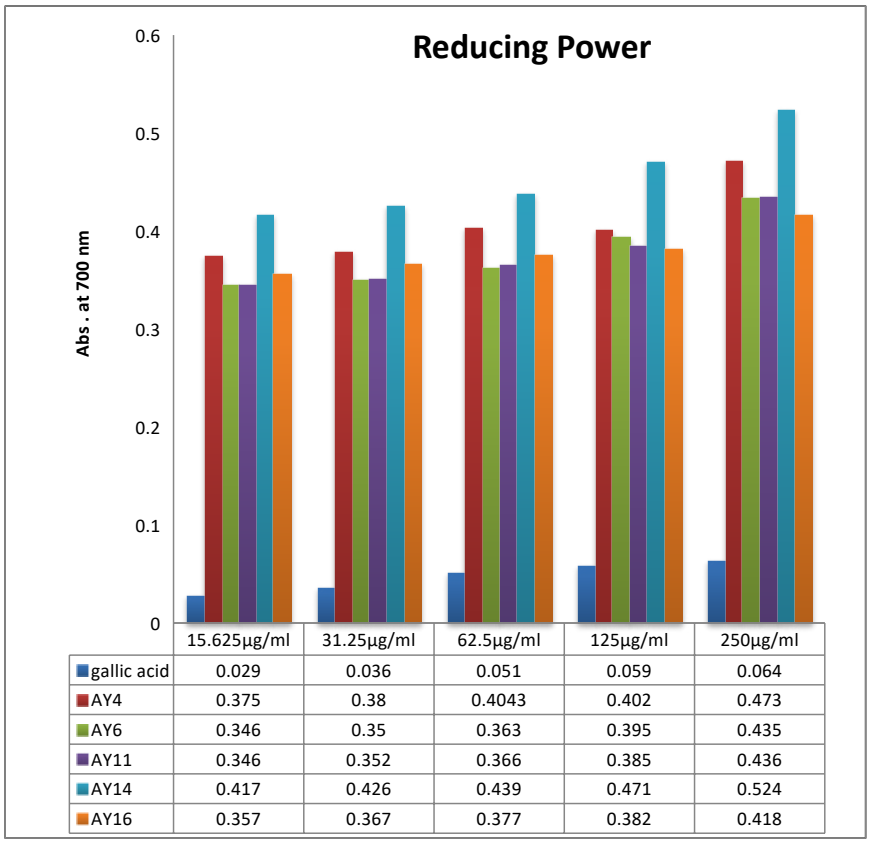
الشكل (17) طيف الكتلة للمركب (AY_7)



المخطط (6) نمط التشظي للمركب (AY7)

تقدير فعالية التضاد للأكسدة للمركبات المحضرة خارج الجسم

تم تقدير فعالية المركبات المحضرة (خارج جسم الكائن الحي) باستعمال طريقة القوة الاختزالية Re-ducing Power method إذ اظهر المركبان (AY4-AY6) قيم امتصاص عالية عند التراكيز (250,125,62.5/ml µg)؛ وذلك بسبب تثبيت الجذور الحرة عند تفاعل مجموعة الامين (C=N-H) مع الأنواع النشطة مثل جذر الهيدروكسيل مما تعمل على زيادة استقرار المركبات. وكذلك أظهرت المركبات (AY11-AY114-AY16) قيم امتصاص عالية عند تركيز (µg 250/ml) واظهر المركب (AY14) اعلى امتصاص عند تركيز (µg 250/ml) ، وذلك بسبب وجود الأزواج الإلكترونية غير الرابطة على ذرات الاوكسجين أو النيتروجين والتي يمكن أن تتفاعل مع (Fe^{+3}) مما يمنع هذه الأيونات من إنتاج الجذور الهيدروكسيلية والجدول (5) الاتي يوضح فعالية التضاد التأكسدي لبعض المركبات المحضرة.



	15.625µg/ml	31.25µg/ml	62.5µg/ml	125µg/ml	250µg/ml
gallic acid	0.029	0.036	0.051	0.059	0.064
AY4	0.375	0.38	0.4043	0.402	0.473
AY6	0.346	0.35	0.363	0.395	0.435
AY11	0.346	0.352	0.366	0.385	0.436
AY14	0.417	0.426	0.439	0.471	0.524
AY16	0.357	0.367	0.377	0.382	0.418

الجدول (5) فعالية التضاد التأكسدي لبعض المركبات المحضرة

References

1. Ejiah FN, Rofiu MO, Oloba-Whenu OA, Fasina TM. Schiff bases as analytical tools: synthesis, chemo-sensor, and computational studies of 2-aminophenol Schiff bases. Materials Advances. 2023:4(10):2308-21

2. Brodowska K, Lodyga-Chruscinska E. Schiff bases—interesting range of applications in various fields of science. ChemInform. 2015 Mar:46(11)

3. Raczuk E, Dmochowska B, Samaszko-Fiertek J, Madaj J. Different Schiff bases—structure, importance and classification. Molecules. 2022 Jan 25:27(3):787

4. Wilkinson, R.D. and Mccleverly J.A., "Comprehensive Coordination Chemistry", 1st. Ed., Pergamon Press, Oxford, England, (1987), Vol. II: 715-735

5. Cieślik W, Grelska J, Kupka T, Alemán J, Musioł R, Pawlus S, Nowok A, Makieieva N, Jurkiewicz K.(2022) Simple Rules for Complex Near-Glass-Transition Phenomena in Medium-Sized Schiff Bases

6. Ishizaki, Masahiko., Katou, Shiyouzou. Preparation of schiff base.1985.

7. Chavan AA, Pai NR. Synthesis and biological activity of N substituted-3-chloro-2-azetidinones. Molecules. 2007 Nov 12:12(11):2467-77

8. B.K. Ishwar, S.K. Mishra, P.J. Jainey, C.S. Shastry, Antimicrobial studies of synthesized azetidinone derivatives from sulfamethoxazole moiety, J. Chem.Pharm. Res. 3 (2011) 114–118

9. Abo-Bakr AM, Taha MM, Mekhael AM, Mohamed MA. New Cyclic Imides and Quinazolin-2, 4-diones Based on 1, 2, 3, 6-Tetrahydrophthalic anhydride: Synthesis, Semiempirical Study and in vitro Evaluation. Egyptian Journal of Chemistry. 2023 Feb 1:66(2):243-

10. Odularu AT. Ease to Challenges in Achieving Successful Synthesized Schiff Base, Chirality, and Application as Antibacterial Agent. BioMed Research International. 2023 Feb 22:2023.

11. Saleh MM, Juma FH. Synthesis, Characterization, And Study Of Biological Activity Of Oxazepine Compounds Derived From 1, 3, 4-Oxadiazole. Central Asian Journal of Medical and Natural Science. 2024 Jan 17;5(1):224-32.

12. Mohammed HJ, Magtoof MS. Synthesis and Characterization of the 1, 3-Oxazepine Derivatives. Central Asian Journal of Medical and Natural Science. 2023 Oct 31;4(5):1035-44.

13. Oyaizu M. Studies on products of browning reaction antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucosamine. The Japanese journal of nutrition and dietetics. 1986;44(6):307-15.

14. Subasi NT. Overview of Schiff Bases. InSchiff Base in Organic, Inorganic and Physical Chemistry 2022 Oct 19.

15. Brown WH, Iverson BL, Anslyn E, Foote CS. Organic chemistry. Cengage Learning: 2022 Mar 14.

16. Bruice, P.Y. (2017) . Organci chemistry (8th ed., Global ed.) . pearson .

17. Cooks, R.G.; Ouyang, Z.; Takats, Z.; Wiseman, J.M.; Ambient mass spectrometry. Science. 2006 ;17;311(5767):1566-70.

18. Edmond de Hoffmann, Vincent Stroobant, Mass Spectrometry Principles and Applications 3ed John Wiley & Sons Ltd 2007.

19. Kathuria L, Samuelson Ag. Ruthenium N-Heterocyclic Carbene Complexes For Chemoselective Reduction Of Imines And Reductive Amination Of Aldehydes And Ketones. European Journal Of Inorganic Chemistry. 2020 Jun 30;2020(24):2372-9.

20. Nief OA, Salman HN, Ahamed LS. Synthesis, characterization, biological activity studies of schiff bases and 1, 3-oxazipene derived from 1, 1-bis (4-aminophenyl)-4-phenyl cyclohexane. Iraqi Journal of Science. 2017:1998-2011.