وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة الموصل
كلية العلوم

تشييد والتشخيص الطيفي لعدد من الحلقات الخماسية والسداسية غير المتجانسة

رسالة تقدم بها الطالب

أيمن ياسين شرف مصطفى الزيباري

إلى

مجلس كلية العلوم في جامعة الموصل
وهي جزء من متطلبات نيل شهادة الماجستير

في

علوم الكيمياء / عضوية

بإشراف

الأستاذ المساعد الدكتورة
شيماء خزعل يونس العزاوي

1438هـ 2017م

ألخلاصة

تم في البحث تحضير وإستخدام مادة الثايوكاربوهيدرازايد (1) كمادة أولية أساسية في تحضير عدد من المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسداسية الحلقة متعددة النيتروجين التي تم دراسة وإثبات تراكيبها من خلال الثوابت ألفيزيائية والخواص الطيفية لها المتمثلة بطيفية الأشعة فوق البنفسجية و الأشعة تحت الحمراء وكذلك أستخدم طيف ألرنين ألنووي ألمغناطيسي ($^{13}C,^{1}H$-NMR) لإثبات تراكيب بعض المركبات ألمحضرة.

تضمن البحث ثلاثة محاور :-

المحور الأول:-

1- تحضير مشتقات البايرازولين (13-8)

تضمن تحضير مركبات البايرازولين سلسلة من الخطوات مبتدئة بتحضير المادة الأساس الثايوكاربوهيدرزايد(1) من تفاعل الهيدرازين مع ثنائي كبريتيد الكاربون الذي حول إلى مشتق الهيدرازون (4-2) من مفاعلته مع مجموعة من الكيتونات الأروماتية والذي أدخل فيما بعد تفاعل غلق ضمني بإستخدام ثلاثي كلوريد ألحديديك ليعطي مركبات 2-هيدرازينو-4,3,1-ثايادايازول (5-7) ثم فوعلت المركبات الأخيرة مع مجموعة من الجالكونات التي حضرت من الأدبيات المنشورة كمادة مكملة للتحضير لإعطاء مركبات البايرازولين (13-8)

المحور الثاني:-

تضمن المحور الثاني تحضير تسلسل لمجموعة من المركبات الحلقية غير المتجانسة خماسية الحلقة حيث حضر أولا معوضات N-أمينو-4,2,1-ترايازول-3-ثايون (17-14) [من تفاعل الثايوكاربوهيدرزايد مع مجموعة من الحوامض الكاربوكسيلية] الذي عدّ مادة أولية جيدة لتحضير مجموعة من قواعد شيف المتمثلة بالمركبات (27-18) [من خلال تفاعله مع مجموعة من الألديهايدات ألمختارة] , وقد تم اختيار المركبين (22 و 26) كنموذج لتحضير معوضات الثايازول (28-27) بإستخدام حامض الثايوكلايكوليك.

المحور الثالث:-

هذا المحور إشتمل على مرحلتين :

* المرحلة الأولى: تحضير مجموعة من مركبات 6-أريل-5,4,2,1-رباعي هيدرو تيترازين-3-ثايون (33-29) من خلال مفاعلته مع مجموعة من الألديهايدات الأروماتية بوجود حامض ألخليك الثلجي

* المرحلة الثانية: إدخال المركبات (29–33) تفاعل أكسدة من خلال مفاعلته مع بيروكسيد الهيدروجين(4%) لتحويلها إلى المركبات 6–أريل–5,4,2,1–تيترازين–3–ثايون (38–34).

Ministry of Higher Education
and Scientific Research
University of Research
Colleg of Science

Synthesis and Spectral Characterization of Some Heterocyclic Five and Six Memberd Ring

M.Sc. Thesis Submitted By

Aemn Yassean Sharaf Mustafa AL-Zebari

To

To Council of Science University of Mosul In Patial

Fulfillment of the Requirements for the Degree of Master's degree

In

Chemistry / Organic Chemistry

Supervised by

Assist. Prof. Dr. Shaymaa Khazaal Younis AL-Azawi

2017 A.D **1438 A**

ABSTRACT

In this research thiocarbohydrazide (1) was prepared and used as precursor in synthesis of many different heterocyclic compound multi nitrogenous five and six member ring. The structure of these compound was studied and spectroscopic methods like infrared (FT-IR) and ultra violet (UV) sprctroscopy, while the nueclear magnatic resonance (^{13}C,^{1}H-NMR) was used to prove the structure of some samples.

This research involving three main lines:-

1-First Line:-

Synthesis of pyrazoline derivatives (8-13)

This line involving many series step to prepare pyrazoline compound starting from thiocarbohydrazide (1) [via the reaction of hydrazine hydrate (80%) with carbone disulfide], which then converted to hydrazone derivatives (2-4) [by reaction aromatic ketones] and by using hydruse firrec tri chloride these hydrazones (2-4) will undergo intra cyclization reaction to give 2-hydrazino-1,3,4-thiadiazole compound (5-7). Finaly, compounds (5-7)was reacted with some chalcons which prepared according to the literatures as a completed preparing compound (8-13).

2-The Second Line:-

This Line involving the synthesis of a series of heterocyclic compound five member ring. Firstly, a drevatives of N-amino-1,2,4-triazole-3-thione (14-17) wasprepared [by reaction between thiocarbohydrazide and different carboxylic acids] , this compounds (14-17) used as good precursor to prepared some Schiff bases represented by compounds (18-27) [via reaction with different aromatic aldehydes] . Finally , compounds (22&26) was used as a sample to prepare thiazole derivatives (28-29) in presence of thioglyolic acid.

3-The third Line:-

This line including two main stages:

*The first stage:- Synthesis of 1,2,4,5-tetrahydro tetrazine-3-thione-6-aryl (29-33) , Via reaction with some aromatic aldehydes in presence of glacial acetic acid.

*The second stage:- synthesis of 1,2,4,5-tetrazine-3-thione-6-aryl (34-38) by using hydrogen peroxide as oxidizing agent (4%)