جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة الموصل/كليةالعلوم
قسم الكيمياء

تحضير وتشخيص مركبات عضوية حلقية غير متجانسة جديدة مشتقة من الكاربازول

مها محمد توفيق الشكرجي

رسالة ماجستير

علوم الكيمياء/ الكيمياء العضوية

إشراف

الأستاذ الدكتور سالم جاسم محمد صالح

1444هـ 2023 م

الخلاصة

تضمنت الرسالة تحضير عدد من المركبات العضوية مفتوحة السلسلة والمركبات الحلقية غير المتجانسة المشتقة من الكاربازول بوصفهُ مادة أساسية وبوساطة التفاعل مع مواد وكواشف كيميائية مختلفة وكما مبين في المسارات الاتية:

تضمن المسار الأول تحضير أسيتوهيدرازيد الكاربازول(M3) عن طريق تحضير خلات أثيل الكاربازول (M2) ومن ثم مفاعلته مع الهيدرازين المائي كما تم تحضير مركبات الهيدرازونات (M4a-d) و (M5a-d) بناءاً على تفاعل الهيدرازيد(M3) مع بعض معوضات البنزالديهايد والاسيتوفينون على التوالي.

بينما إشتمل المسار الثاني على تحضير مركبات الأوكسادايازولين (M6a-d) و (M7a-d) بناءاً على تصعيد الهيدرازونات (M4a-d) و (M5a-d) مع أنهيدريد حامض الخليك.

أما المسار الثالث فقد تضمن تحضير أسيتيل أسيتوهيدرازيد الكاربازول (M8) من خلال مفاعلة الهيدرازيد (M3) مع أنهيدريد حامض الخليك وكذلك تحضير المركب (M9) من تفاعل الهيدرازيد (M3) مع ثايوسيانيت البوتاسيوم . كذلك عند تفاعل المركب (M9) مع هيدروكسيد البوتاسيوم أعطى مشتق الترايازول (M10) بينما عند تفاعله مع حامض الكبريتيك المركز فقد أعطى مركب الثاياديازول(M11). بينما عند تفاعل الهيدرازيد (M3) مع معوضات البنزالديهايد بوجود حامض الخليك الثلجي وخلات الأمونيوم فقد أعطى معوضات الترايازول(M12a-c).

بينما تضمن المسار الرابع تفاعل أسيتوهيدرازيد الكاربازول (M3) مع هيدروكسيد البوتاسيوم وثنائي كبريتيد الكاربون بوساطة التحريك المستمر لتحضير الملح (M13)، بينما عند تصعيد الهيدرازيد (M3) مع هيدروكسيد البوتاسيوم وثنائي كبريتيد الكاربون بوجود الايثانول المطلق بوصفه مذيبا أعطى مركب الأوكسادايازول−2− ثايول (M14)، الذي عند تفاعله مع الهيدرازين المائي فقد أعطى مركب 4− أمينو ترايازول (M15).

وتضمن المسار الخامس تفاعل مركب الكاربازول (M1) مع كلورواستيل كلوريد بوجود كاربونات البوتاسيوم والاسيتون الجاف بوصفه مذيبا ليعطي مركب الكلوروإيثانون (M16)، الذي عند تفاعله مع الهيدرازين المائي تم الحصول على الهيدرازيد (M17). والذي تم إستغلاله لتحضير الهيدرازونات (M18a-e) و (M19a-d) بتفاعله مع عدد من معوضات البنزالديهايد والاسيتوفينون في الإيثانول

بوصفه مذيبا.ومن ثم تفاعل هذه الهيدرازونات (M18a-e) و(M19a-d) مع أنهيدريد الخليك لتعطي مركبات الأوكسادايازين (M20a-e) و (M21a-d).

بينما تضمن المحور الأخير تحضير بعض معوضات الكاربينولات. عن طريق تفاعل الكاربازول مع بعض معوضات البنزالديهايد أو معوضات الاسيتوفينون.

شخصت المركبات المحضرة بوساطة الطرائق الطيفية مثل طيف الأشعة تحت الحمراء (FT-IR) ومطياف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H-NMR) و (^{13}C-NMR) ، إضافة الى تشخيص الصفات الفيزيائية من درجات الإنصهار واللون وبعض الكشوفات الكيميائية الروتينية.

ABSTRACT

The thesis included the preparation of a number of organic and heterocyclic compounds derived from carbazole as a basic substance and mediated by interaction with different chemical substances and reagents, as shown in the following paths:

The first track included the preparation of carbazole acetohydrazide (M3) by preparing ethyl carbazole acetate (M2) and then reacting it with aqueous hydrazine. Hydrazones (M4a-d and M5a-d) were also prepared through the reaction of hydrazide (M3) with some substituted. benzaldehyde and acetophenone, respectively.

While the second path included the preparation of oxadiazoles (M6a-d) and (M7a-d) through reflux of hydrazones (M4a-d) and (M5a-d) with acetic acid anhydride.

The third path included the preparation of acetyl-acetohydrazide carbazole (M8) through the reaction of hydrazide (M3) with acetic acid anhydride, as well as the preparation of compound (M9) from the reaction of hydrazide ((M3) with ammonium thiocyanate. While when hydrazide (M3) reacted with substituted benzaldehyde in the presence of glacial acetic acid and ammonium acetate, it gave triazole derivatives (M12a-c).

While the fourth pathway included the interaction of carbazole acetohydrazide (M3) with potassium hydroxide and carbon disulfide by continuous stirring to prepare the salt (M13), While the hydrazide (M3) was refluxed with potassium hydroxide and carbon disulfide in the presence of absolute ethanol as a solvent, it gave oxadiazole-2-thiol (M14), which, upon its reaction with aqueous hydrazine, gave 4-aminotriazole (M15).

The fifth path included the reaction of carbazole compound (M1) with chloroacetyl chloride in the presence of potassium carbonate and dry acetone as a solvent to give the chloroethanone (M16), which when reacted with aqueous hydrazine, it afforded the hydrazide analogue (M17) Which was exploited to

prepare hydrazones (M18a-e) and (M19a-d) by reacting with a number of substituted benzaldehyde and acetophenone using ethanol as a solvent.Then these hydrazones reacted with aceticanhydride to prepare oxadiazines compound (M20a-e) and (M21a-d).

As for the sixth path, it included the preparation of oxadiazines (M20a-e) and (M21a-d) through the reaction of hydrazones (M18a-e) and (M19a-d), respectively, with acetic anhydride.

Finally, substituted carbinols (M22a-d) (M23a-d) were synthesized from the reaction of the starting carbazole (M1) with some substituted benzaldehyde and acetophenones respectively. All these new compounds were identified by infrared spectroscopy ((FT-IR) and nuclear magnetic resonance spectroscopy (^{1}H-NMR) and (^{13}C-NMR), as well as the physical properties of melting points,colour and some classical chemical detections.

The Republic of Iraq
Ministry of Higher Education
and Scientific Research
University of Mosul/ College of Science
Department of Chemistry

Synthesis and Characterization of New Organic Heterocyclic Compounds Derived from Carbazole

Maha Mohammed Tawfiq Al-Shakarchi

M.Sc. Thesis

Chemistry Science/ Organic Chemistry

Supervised by

Prof.Dr.Salim Jasim Mohammed Salih

2023 A.D **1444 A.H**