جامعة الموصل
كلية التربية للعلوم الصرفة

تحضير وتشخيص مركبات حلقية غير متجانسة لمشتقات3- نايترو فثاليمايد ودراسة فعاليتها البايولوجية

رائد حسين عبد الله حسن الحمداني

رسالة ماجستير

الكيمياء

بإشراف
الأستاذ المساعد
الدكتورة أنوار عبد الغني فتحي

١٤٤٦هـ ٢٠٢٤م

الملخص

تضمنت الرسالة خمس مسارات لتحضير عدد من المركبات الحلقية غير المتجانسة المشتقة من 4- نايترو انهيدريد الفثاليك وكما يلي :

المسار الاول :

تضمن هذا المسار تحضير المركب 3 – نيترو انهيدريد الفثاليك من 3 – نيترو حامض الفثاليك وتم مفاعلة الناتج مع بارا- فنيلين ثنائي الامين؛ للحصول على المركب 3 – نيترو- N (4 – امينو فنيل) فثاليمايد الذي تمت مفاعلته مع معوضات الالديهايدات والكيتونات الاروماتية من اجل الحصول على قواعد شيف (3-7)، أخذت قواعد شيف المحضرة ومفاعلتها مع انهيدريد الماليك و 3 – نيترو انهيدريد الفثاليك لتحضير مشتقات 1 ، 3 – اوكسازبين 4 ، 7 – ثنائي دايون (8-17) كذلك أجري تفاعل قواعد شيف المحضرة مع ازيد الصوديوم للحصول على مشتقات 1 ، 5 – ثنائي الاريل تترازول (18-22).

المسار الثاني :

في هذا المسار أُخذَ المركب 3 – نيترو-N (4 – امينو فنيل) فثاليمايد ومفاعلته مع نتريت الصوديوم وحامض الهيدروكلوريك المخفف عند درجة الصفر المئوي لغرض تحضير أملاح الدايازونيوم التي بتفاعلها مع معوضات الامين او السالسالديهايد تم الحصول على مركبات الازو . تم تحضير قواعد شيف (29-30) لمركبين من مركبات الازو كما توضّحها المخططات المرفقة في الرسالة، وبعد تحضير قواعد شيف تم مفاعلتها مع انهيدريد الماليك والحصول على مشتقات 1 ، 3- اوكسازبين -4 ، 7- ثنائي دايون (31-32) ، وعند تفاعلها مع ازيد الصوديوم تم الحصول على مشتقات 1 ، 5 – ثنائي الاريل تترازول (33 - 34).

المسار الثالث :

حُضّر المركب 3 – نيترو – N (4- كاربوكسي فنيل) فثاليمايد بتفاعل 3 – نيترو انهيدريد الفثاليك مع بارا امينو حامض البنزويك ، وحُضّر الاستر لهذا المركب بتفاعله مع الايثانول المطلق . كما حُضّر الهيدرازيد بتفاعل الاستر المحضر مع الهيدرازين المائي (37) . عند إجراء التفاعل بين الهيدرازيد المحضر وانهيدريد الماليك تم الحصول على المركب (38)، وعند تفاعله مع انهيدريد الفثاليك و 3 – نيترو انهيدريد الفثاليك حُضّر المركبان (39-40)، كذلك تمت مفاعلة الهيدرازيد مع اسيتال اسيتون وتم الحصول على المركب (41) .

المسار الرابع :

في هذا المسار حُضّر مشتق امينو ثايادايازول من تفاعل 3 – نيترو – N (4 – كاربوكسي فنيل) فثاليمايد مع الثايوسميكاربازيد وبوجود $POCl_3$ ، ثم أجري التفاعل بين مشتق امينو ثايادايازول مع الالديهايدات والكيتونات الاروماتية، ومن خلال التفاعل تم الحصول على قواعد شيف (43-48) التي تمت حولقتها مع أزيد الصوديوم؛ للحصول على مشتقات 1 ، 5 – ثنائي الاريل تترازول لمشتقات الثايادايازول (49-54).

المسار الخامس :

تضمن هذا المسار تحضير الجالكونات من تفاعل 3 – نيترو انهيدريد الفثاليك مع بارا امينو اسيتوفينون، ومن ثم مفاعلة الناتج مع الالديهايدات والكيتونات الاروماتية لغرض الحصول على الجالكونات (56–60) . بعد ذلك أخذت الجالكونات المحضرة مع تحضير مركبات حلقية غير متجانسة عن طريق الغلق الحلقي الناتج من خلال تفاعل الجالكونات مع اليوريا وتحضير المركبات 4 ، 6 – ثنائي اريل بيريميدين –2– (1–H) – اون (61–65)، وتفاعلها مع الثايويوريا لتحضير مركبات 6 ، 4– ثنائي اريل بيريميدين –2– (1–H) – اون (66–70)، كذلك تم مفاعلة الجالكونات مع ملح هيدروكسيل امين، ومن خلالها تم الحصول على المركبات 3، 5 – ثنائي اريل ايزواوكسازولين (71–75).

تم تشخيص المركبات الحلقية غير المتجانسة لمشتقات الفثاليماید بالطرق الفيزيائية والطيفية طيف الاشعة تحت الحمراء وطيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون لبعض المركبات وتم متابعة سير التفاعلات باستخدام كروما توغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC) ومن ثم دراسة الفعالية البايولوجية للمركبات (9 ، 20 ،25 ،33، 38، 39، 50، 51، 52، 54) نوعين من البكتريا (Staphylococcus aureus ، E. coli)

Abstract

The first path:

This process included the preparation of the compound 3-nitro-phthalic anhydride from 3-nitro phthalic acid, and the product was reacted with para-phenylenediamine to obtain the compound 3-nitro-N(4-aminophenyl)phthalimide, which was reacted with substituted aromatic aldehydes and ketones in order to obtain According to Schiff's baces (7-3). The prepared Schiff bases were taken and reacted with maleic anhydride and 3-nitro phthalic anhydride to prepare derivatives of 1,3-oxazpine 4,7-dione (17-8). Also, the reaction of the prepared Schiff bases with sodium azide was carried out to obtain 1,5-derivatives. Diaryltetrazole 0 22 – 18).

The second path:

In this path, the compound 3-nitro-N (4-aminophenyl) phthalimide was taken and reacted with sodium nitrite and diluted hydrochloric acid at 0°C for the purpose of preparing diazonium salts, when, they reacting with amine substitutes or salsaldehyde, azo compounds were obtained. Schiff bases (30-29) were prepared for two azo compounds as shown in the diagrams attached to the letter. After preparing the Schiff bases, they were reacted with maleic anhydride to obtaine derivatives of 1,3-oxazepine-4,7-dione (32-31), When we reacted the Schiff's baces with sodium azide, 1,5-diaryltetrazole derivatives were obtained (34-33).

The third path:

The compound 3-nitro-N(4-carboxyphenyl) phthalimide was prepared by reacting 3-nitro-phthalic anhydride with para-amino benzoic acid. The ester of this compound was prepared by reacting it with absolute ethanol. Hydrazide was prepared by reacting the prepared ester with aqueous hydrazine (37). When the reaction was carried out between the prepared hydrazide and maleic anhydride, the compound (38) was obtained, and when it was reacted with phthalic anhydride and 3-nitro phthalic anhydride, the two compounds (40-39) were prepared. The hydrazide was also reacted with acetyl acetone and the compound (41) was obtained.

The fourth path:

In this path, an aminothiadiazole derivative was prepared from the reaction of 3-nitro-N(4-carboxyphenyl) phthalimide with thiosmicarbazide in the presence of POCl3. Then the reaction was carried out between the aminothiadiazole derivative with aromatic aldehydes and ketones, and through the reaction, Schiff bases were obtained (43-48). These compoundes were cyclized by reaction with sodium azide to obtain 1,5-diaryltetrazole s for thiadiazole derivatives (49-54).

The fifth path:

This path included preparing chalcones from the reaction of 3-nitrophthalic anhydride with para-amino acetophenone and then reacting the product with aldehydes and aromatic ketones for the purpose of obtaining chalcones (60-56). After that, the prepared chalcones were taken and heterocyclic compounds were prepared by ring closure resulting from the reaction of the chalcones with urea and the preparation of the compounds 4, 6-diaryl pyrimidine-2-(-H1)-on (65-61), and their reaction with thiourea to prepare Compounds 6, 4-diaryl pyrimidine-2-(1-H)-on (70-66). The chalcones were also reacted with a hydroxylamine salt, through which the compounds 3, 5-diaryl isooxazoline (75-71) were obtained.

University of Mosul

College of Education

for Pure Science

Synthesis and Characterization of Heterocyclic Compounds of 3-Nitrophthalimide derivatives and studying their biological activity

Rayid Hussein Abdullah Hassan Al-Hamdany

M.Sc. Thesis

Chemistry

Supervised By

Assistant Prof.

Dr. Anwar Abdul Ghani Fathi

2024 A.D. 1446 A.H.