جامعة الموصل
كلية العلوم

تحضير مشتقات جديدة للازيتدينون من معوضات 5- بايرازولون

رسالة تقدم بها

بسام فيصل سلو

إلى

مجلس كلية العلوم - جامعة الموصل

وهي جزء من متطلبات نيل شهادة الماجستير في الكيمياء

بإشراف

الأستاذ الدكتور

عدنان عثمان عمر

1435هـ 2015 م

الملخص

تتضمن الرسالة تحضير عدد من مركبات الازيتيدينون باستخدام مادة 3-مثيل -1-فنيل -5-بايرازولون كمادة أولية.

وقد شملت الدراسة ثلاثة محاور أساسية أولها تحضير 3-مثيل -1- فنيل -5- باريازولون(A1) من مفاعلة اثيل اسيتواستيت النقي مع الفنيل هيدرازين النقي الذي حول الى المركب 6-امينو-3-مثيل-4,1-ثنائي فنيل- 4,1- ثنائي هايدروبايرانو [c-3,2] بايرازول -5- كاربونتريل (A2) وذلك بمفاعلة المركب A1 مع البنزالديهايد و المالونونتريل وقد عد المركب A2 المادة الأولية الثانية في هذه الرسالة إذا استخدمت هذه المادة لتحضير المركبات (A3-A12) من خلال تفاعلها مع الكواشف المختلفة ضمن سلسلة من التفاعلات الاتية: -

1- التفاعل مع الثايو يوريا بوجود ايثوكسيد الصوديوم وحامض الهيدروكلوريك لينتج المركب 5-امينو-9,8,4- ثلاثي هايدرو-3- مثيل-4,1- ثنائي فنيل - بايرازولو ['3',2,3,4] بايرانو [d-5,6] بيريميدين -7- ثايون (A3)

2- التفاعل مع الفورماميد لينتج 5- امينو- 9,4- ثنائي هايدرو-3- مثيل -4,1- ثنائي فنيل بايرازولو ["3,3,2,4بايرانو [d - 6,5] بيريميدين (A4)

3- التفاعل مع كلورو اثيل استيت بوجود كاربونات البوتاسيوم لينتج اثيل 5-امينو-3- مثيل - 4,1- ثنائي فنيل -4,7- ثنائي هايدرو-H1 بايرولو [5,6:'2,'3] بايرانو [c-2,3] بايرازولو-6- كاربوكسليت (A5)

4- التفاعل مع كلورو حامض الخليك لينتج 5-امينو -3- مثيل -4,1- ثنائي هايدرو-H1 - بايرولو[6,5:'2,'3] بايرانو[c -3,2] بايرازولو-6- حامض الكاربوكسسيل (A6)

5- التفاعل مع المالونتريل بوجود ثلاثي اثيل امين لينتج 7,5 – ثنائي امينو–6– سيانو – 9,4 – ثنائي هايدرو–3– مثيل 1,4– ثنائي فنيل – بارازولو[3,'4,'2,3] بارانو[6,5–c] بردين (A7)

6- التفاعل مع الهيدرازين المائي 99% وبوجود الببردين لينتج 3– امينو – 7, 4, 1– ثلاثي هايدرو –5 – مثيل –7, 4 – ثنائي فنيل – بايرازولو [3, 2, 4 ’ , 3’] بايرانو [6 ,5–c] بايرازول (A8)

7- التفاعل مع اورثو فينلين ثنائي امين وبوجود الببردين لينتج 5–(H1 – بنزو [d] ايميدازول – 2– yl) – 3– مثيل–1 ,4– ثنائي فنيل –1 ,4– ثنائي هايدروبايرانو [2 ,3–c] بايرازول– 6– امين (A9)

8- التفاعل مع اورثو امينو فينول وبوجود الببردين لينتج 5–(بنزو [d]اوكسازول –2– yl) –3– مثيل –4,1– ثنائي فنيل–4,1– ثنائي هايدروبايرانو [3,2–c] بايرازول –6– امين (A10)

9- التفاعل مع اورثو امينو ثايو فينول وبوجود الببردين لينتج 5–(بنزو [d] ثايازول –2– yl) – 3– مثيل –4,1– ثنائي فنيل–4,1– ثنائي هايدروبايرانو [3,2–c] بايرازول –6– امين (A11)

10- التفاعل مع حامض الكبريتيك المركز لينتج 6–امينو –3– مثيل –4,1– ثنائي فنيل –4,1– ثنائي هايدروبايرانو [3,2–c] بايرازول –5– كاربوكس امايد (A12)

اما المحور الثاني يتضمن تحضير عدد من قواعد شيف وذلك من خلال مفاعلة المركبات (A2-A12) الحاوية على مجموعة الامين مع البنزالديهايدات المعوضة الأتية (2,4–ثنائيكلوروبنزالديهايد,3–نايتروبنزالديهايد,3–هيدروكسيبنزالديهايد) لتكوين المركبات ((A2-A12(1.2.3).

اما المحور الثالث في هذا البحث يتضمن تحضير عدد من مركبات الازيتيدينون وذلك بمفاعلة المركبات الحاوية على قواعد شيف ((A2–A12(1.2.3) مع كلورو استيل كلورايد وبوجود ثلاثي اثيل امين لتكوين المركبات ((A2-A12(11.22.33).

تم تشخيص المركبات المحضرة باستخدام بعض الصفات الفيزيائية مثل .m.p فضلا" عن القياسات الطيفية المتوفرة مثل طيف الاشعة تحت الحمراء والاشعة فوق البنفسجية.

University of Mosul
College of Education

Synthesis of anovel azetidinon derivatives of substituted 5-pyrazolone

A Thesis Submitted

By

Bassam faesal

To

The Council of the College of Science
University of Mosul

In Partial Fulfillment of the Requirements
For the M.Sc. Degree
In
Chemistry

Prof. Dr. Adnan Othman Omar

2015 A.D. 1435 A.H.

Abstract

This Thesis is concernerd with the synthesis of some newazetidinonecompoundsusing 3-methyl-1-phenyl-5-pyrazolone.

The study in this thesis, involves three main route.

The first route involves the preparation of 3-methyl-1-phenyl-5-pyrazolone (A1)by reaction of pure ethyl acetoacetate with pure phenyl hydrazine.

This Compound was converted to the6-Amino-3-methyl-1, 4 diphenyl-1, 4 dihydropyrano [2, 3-b] pyrazole-5-carbonitrile(A2) via the reaction (A1) with malononitrile and benz aldehydes.

This6-Amino-3-methyl-1, 4 diphenyl-1, 4 dihydropyrano [2, 3-b] pyrazole-5-carbonitrile (A2) was considered the Second Synthon in this thesis.

This 6-Amino-3-methyl-1, 4 diphenyl-1, 4 dihydropyrano [2, 3-b] pyrazole-5-carbonitrile (A2) was used to synthesize the compound (A2-A12) via its reaction with the following reagents:-

1- **Reaction with thiourea in the of sodium ethoxide and hydrochloric acid to producce (A3) Compound.**
2- **Reaction with formamide to producce (A4) Compound.**
3- **Reaction with chloro ethyl acetate in the of Potassium carbonate to producce (A5) Compound.**
4- **Reaction with chloroacetic acid to producce (A6) Compound.**
5- **Reaction with malononitryl in the of tri ethylamine to producce (A7) Compound.**
6- **Reactionwith hydrazine hydrate 99% presenceof a catalytic amount of piperidine to producce (A8) Compound.**
7- **Reaction with o-phenylenediamine in the of piperidine of a catalytic amount to producce (A9) Compound.**

8- **Reaction with o-aminophenol in the of piperidine of a catalytic amount to producce (A10) Compound.**
9- **Reaction with o-aminothiophenol in the of of a catalytic amount of piperidine to producce (A11) Compound.**
10- **Reaction with conc. cold sulfuric acid to producce (A12) Compound.**

The Second route in this thesis involves preparation of some Schiff base through reaction(A2-A12) Compounds which containing in amine group with substituted benzaldehyd (2, 4-di chloro benzaldehyd, 3-nitro benzaldehyd, 3-hydroxe benzaldehyd) to producce (A2-12) (1.2.3) compounds.

The third route in this thesis involves preparation of some azetidinone through reduction of the Schiff base (A2-12) (1.2.3) compound with chloro acetyl chlorid in the of tri ethylamine to producce (A2-12) (11.22.33) compound.

All the synthesized compounds are identified on the basis of the physical properties and the available spectroscopic methods such as the FT-IR and UV. Spectroscopy in addition to the systemic identification of the functional groups.