

## تحضير وتشخيص بعض مشتقات الثايوكاربوهيدرازيدو المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية سدس باعية

آيه إبراهيم علي الشام<sup>1</sup>، غزوان حسن عبد الوهاب الصميدعي<sup>2</sup>، علي طه علي السامرائي<sup>1</sup>

<sup>1</sup> قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة تكريت، تكريت، العراق

<sup>2</sup> قسم الكيمياء، كلية التربية، جامعة تكريت، تكريت، العراق

### الملخص

تضمن هذا البحث تحضير وتشخيص عدد من المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية، السداسية و سلا باعية . حيث حضرت هذه المركبات من مشتقات الهيدرازون للثايوكاربوهيدرازيد (4,3,2) وذلك من خلال مفاعل الثايوكاربوهيدرازيد (1) مع مركبات الكاربونيل (الألديهيدات، الكيتونات)، ومن ثم مفاعل الهيدرازون الناتج مع ازيد الصوديوم او حامض الأثرانليك او الحوامض اللامائية الحلقية والحصول على مركبات التترازولات (5) والكوينازولات (6) والأوكسازين (7)(8) على التوالي . شُخصت المركبات المحضرة (1-8) بواسطة مطيافية الأشعة تحت الحمراء IR، ومطيافية الرنين النووي المغناطيسي  $^1\text{H}\{^{13}\text{C}\}$  N.M.R،  $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$  N.M.R.

**الكلمات المفتاحية:** الثايوكاربوهيدرازيد، المركبات الحلقية غير المتجانسة، أوكسازين، كوينازولين، تترازول.

### المقدمة:

استعملت المواد الكيميائية المجهزة من الشركات Aldrich, BDH, Fluka, Merck, Thomas.

#### الأجهزة المستخدمة:

تم تشخيص المركبات المحضرة باستخدام الاجهزة الطيفية الآتية:

1. مطيافية الأشعة تحت الحمراء باستعمال جهاز FTIR-4400s مجهز من شركة SHIMADZU على شكل أقراص KBr.
2. مطيافية الرنين النووي المغناطيسي للبروتون والكاربون في جامعة ال-بييت في الاردن باستعمال جهاز Bruker AC-300F 300MHz.

#### طرق التحضير:

#### \* تحضير الثايوكاربوهيدرازيد (1) (TCH)

أضيف 5ml من ثنائي كبريتيد الكاربون بصورة تدريجية إلى 20ml من الهيدرازين المائي (90%) مع التبريد والتحرك المستمر لمدة 10 دقائق ثم صُعد مزيج التفاعل لمدة 30 دقيقة ثم بُرد المزيج باستخدام حمام ثلجي حيث تكون راسب أصفر شح الراسب المتكون وغُسل عدة مرات بالإيثانول وثنائي أنيل حيث تحول لون الراسب إلى الأبيض جُمع الراسب وأعيدت بلورته باستخدام الماء المُمطر . درجة الانصهار  $170\text{ }^\circ\text{C}$  والنسبة المئوية = 66% [15].

#### \* تحضير مشتقات الهيدرازون للثايوكاربوهيدرازيد (2,3,4)

مُزج  $0.02\text{ mol}$  ( $1.06\text{ gm}$ ) من الثايوكاربوهيدرازيد مع  $0.01\text{ mol}$  من الألديهيدات أو الكيتون الأروماتي (البنزالديهيد، 4-كروينزالديهيد، الاسيتوفينون) في بيكر زجاجي مقاوم للحرارة (من نوع بايركس)، ثم وُضع المزيج في فرن الموجات الدقيقة (الميكروويف) مع التحريك بمحرك زجاجي لمدة 4-10 دقيقة إلى أن تتغير طبيعة مزيج التفاعل من حيث القوام واللون، ثم جمع الراسب وأعيدت بلورته بالميثانول

بُعد الثايوكاربوهيدرازيد من مشتقات الهيدرازيل مُستخدم بصورة واسعة في تحضير المركبات الحلقية غير المتجانسة [1]. اكتسبت هذه المادة أهمية بالغة في المجال البيولوجي إذ تعتبر من المواد الفعالة بايولوجياً لاسيما وانها من مُضادات مرض السل [2,3]، والمُستخدمة في تحضير العقاقير المُضادة للفيروسات [4,5]، و لمكروبات [6]. ولقد ازدادت الحاجة إلى تحضير مركبات حلقية غير متجانسة نتيجة لتعدد تطبيقاتها في المجالات المختلفة والتي أحدثت نقلة نوعية خاصة في علم الكيمياء الصيدلانية [7]. كما إن كيمياء الطب استخدمت الأزولات كمركبات ذات أهمية واسعة على صعيد الفعالية البيولوجية ضد أصناف من الجراثيم، واستخدامها في العديد من الأدوية من بينها Ravaconazole [8,9]، واستخدامها في التطعيم ضد مرض الایدز (نقص المناعة المُكتسب) [10]. كما أمكن من استخدام المركب Amoxapine كعقار طبي ضد مرض الكآبة، كما إنه علاج للقلق النفسي، وانفصام الشخصية [11]. كما تستخدم مركبات الكوينازولين لمعالجة أمراض المفاصل والتي من بينها مرض النقرس [12]. بالإضافة إلى مركبات التترازول ومن بينها المركب 2-((5-benzyl-6-(1H-tetrazol-1-yl)methyl)-hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-3,4,5-triol الذي أظهر فعالية جيدة تجاه مرض نقص السكر بالدم وذلك من خلال ارتباط التترازول بالسكر من خلال ذرة النتروجين [13]. واستخدام العديد من المركبات الحلقية غير المتجانسة في معالجة الأمراض السرطانية إذ استخدم كل من Vorozole, Letrozole & Anastrozole لمعالجة السرطان بالرغم من كونها مركبات غير استرويدية [14].

#### الجزء العملي:

المواد الكيميائية المستخدمة :

بالماء المقطر ، أعيدت بلورة الناتج بالإيثانول المطلق ثم جفف الراسب بدرجة حرارة  $50^{\circ}\text{C}$  . وكانت النسبة المئوية = 54.7 % ودرجة الانصهار  $220^{\circ}\text{C}$  ، وذو لون أخضر غامق [18].

\* تحضير 3,1-ثنائي(4,7-ثنائي أوكسو-3,1-أوكسازين-3-يل) ثايوريا (2H,4H,7H)

أذيب (0.0025mol, 0.705gm) من الهيدرازون المناسب (2) في 4ml من الإيثانول المطلق وأضيف إلى (0.005mol, 0.49gm) من حامض أماليك اللامائي لم ذاب في 4ml من الإيثانول المطلق ، ثم صعد المزيج لمدة 5\*7 دقائق على المزيج حتى يبرد ، ثم رشح الراسب ، أعيدت بلورة الناتج بالبيوتانول جفف بدرجة حرارة  $50^{\circ}\text{C}$  . وكانت النسبة المئوية = 54 % ودرجة الانصهار  $192^{\circ}\text{C}$  ، وذو لون كريمي [19].

\* تحضير 3,1-ثنائي(3-مethyl-5,1-ثنائي أوكسو-3-فنيل بنزو[e][3,1]أوكسازين-4-يل) ثايوريا (8)

أذيب (0.0025mol, 0.775gm) من الهيدرازون المناسب (4) في 4ml من الإيثانول المطلق وأضيف إلى (0.005mol, 0.74gm) من حامض الفثاليك اللامائي لم ذاب في 5ml من الإيثانول المطلق ، صعد المزيج لمدة 7 دقائق على المزيج حتى يبرد ، ثم رشح الراسب ، أعيدت بلورة الناتج بالإيثانول المطلق وجفف بدرجة حرارة  $50^{\circ}\text{C}$  . وكانت النسبة المئوية = 49.5 % ودرجة الانصهار  $190^{\circ}\text{C}$  ، وذو لون كريمي [19].

النتائج والمناقشة:

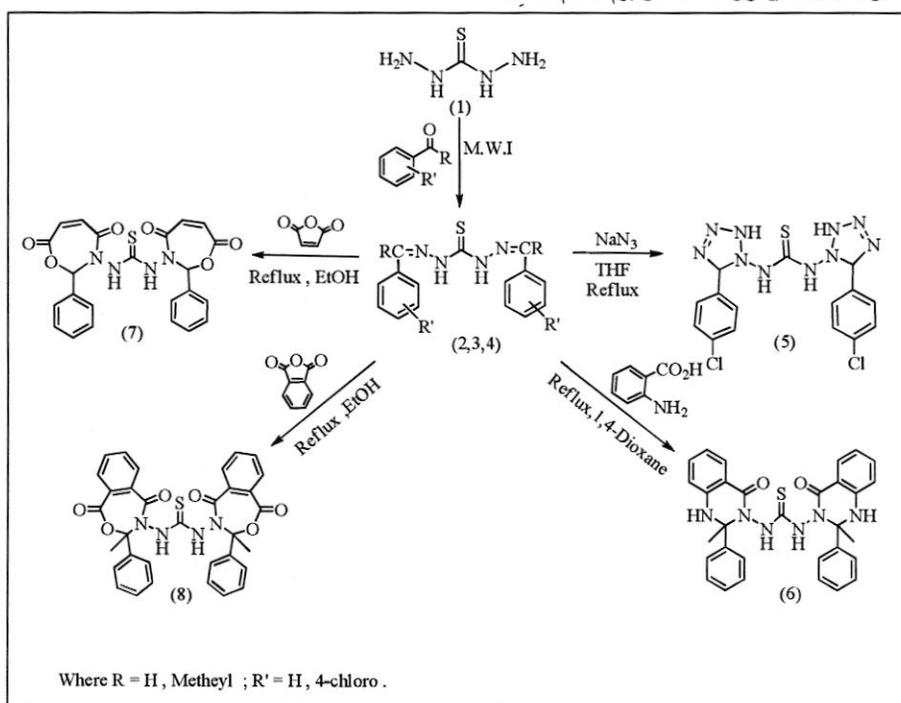
فكانت النسب المئوية للنواتج ودرجات الانصهار والألوان كالاتي : للمركب (2) درجة الانصهار  $184^{\circ}\text{C}$  ، ونسبة الناتج = 60.5 % ، وذو لون أصفر ، والمركب (3) درجة الانصهار  $208^{\circ}\text{C}$  ، ونسبة الناتج = 98 % ، وذو لون برتقالي فاتح ، والمركب (4) درجة الانصهار  $199^{\circ}\text{C}$  ، ونسبة الناتج = 77 % وذو لون أخضر مصفر [16].

\* تحضير 3,1-ثنائي (5-4-كلوروفنيل)-5,2-ثنائي هيدرو-1H-تترازول-1-يل) ثايوريا (5)

أذيب (0.001mol, 0.35gm) من الهيدرازون المناسب (3) في 4ml من رباعي هيدروفوران (THF) وأضيف إلى (0.002mol, 0.13gm) من أزيد الصوديوم المذاب في 5ml من رباعي هيدروفوران (THF) صعد المزيج لمدة 6-8 ساعة ترك المزيج حتى يبرد ، ثم رشح الراسب بالماء المقطر ، أعيدت بلورة الناتج بالإيثانول ، تجفف بدرجة حرارة  $50^{\circ}\text{C}$  . وكانت النسبة المئوية = 55 % ودرجة الانصهار  $176^{\circ}\text{C}$  ، وذو لون أخضر مصفر [17].

\* تحضير 3,1-ثنائي (2-مethyl-4-أوكسو-2-فنيل)-2,1-ثنائي هيدروكوبنازولين-3-يل) ثايوريا (6)

أذيب (0.0015mol, 0.465 gm) من الهيدرازون المناسب (4) في 10ml من (4,1-دايوكسان) وأضيف إلى (0.003mol, 0.411gm) من حامض الأثرانليك المذاب في 5ml من (4,1-دايوكسان) ثم صعد المزيج لمدة 16-4 دقائق على المزيج حتى يبرد ، ثم رشح الراسب وغسل بمحلول 10% مبيكارونات الصوديوم ، ثم غسل



العائد لمجموعة (-C=C-) الاروماتية وفق التردد ( $1593\text{cm}^{-1}$ ) ،  
وحزمة (C-H) الاروماتية عند التردد ( $3168\text{cm}^{-1}$ ) ، وحزمة (C-  
Cl) عند التردد ( $821\text{cm}^{-1}$ ) كما في الشكل (5) . كما تم تشخيص  
المركب بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون إذ اظهر  
الطيف اشارة احادية  $\delta\text{H}^1 = 3.723\text{ppm}$  العائدة لبروتونات (a) ،  
كما اظهر الطيف اشارة ثنائية عند الموقع  $\delta\text{H}^1 = 7.66\text{ppm}$  العائدة  
لبروتونات الحلقة (b). كما اظهر الطيف اشارة عند الموقع  
 $\delta\text{H}^1 = 8.045\text{ppm}$  العائدة لبروتونات (c). كما اظهر الطيف اشارة  
احادية عند الموقع  $\delta\text{H}^1 = 10.125\text{ppm}$  العائدة لبروتونات (d,e) كما  
هو موضح في الشكل (6).

\* تشخيص المركب 3,1-ثنائي (2-مثيل-4-أوكسو-2-فنيل)-  
2,1-ثنائي هيدروكوبينازولين 3-(H4) - (يل ثايورييا (6)  
تم تحضير هذا المركب من خلال عملية التصعيد الحراري لمزيج  
من الهيدرازون (4) وحمض الأثرانليك المذابة في 4,1-دايوكسان  
وينسب مولية مكافئة .

شخص المركب الناتج من خلال بعض الخصائص الفيزيائية كاللون  
ودرجة الانصهار وباستخدام طيف الأشعة تحت الحمراء الذي اظهر  
حزم الامتصاص المتمثلة (N-H) والتي ظهرت على شكل حزمة  
ضعيفة الشدة ضمن التردد ( $3153\text{cm}^{-1}$ ) . كما اظهر الطيف حزمة  
(C=O) التي ظهرت بشكل حزمة قوية الشدة عند التردد ( $1618\text{cm}^{-1}$ )  
( $^1$ ) ، وحزمة تردد المط العائد لمجموعة (-C=C-) الاروماتية وفق  
التردد ( $1579\text{cm}^{-1}$ ) ، وحزمة (C-H) الاروماتية عند التردد  
( $3039\text{cm}^{-1}$ ) كما في الشكل (7) . كما تم التشخيص بواسطة طيف  
الرنين النووي المغناطيسي للبروتون إذ اظهر الطيف اشارة احادية عند  
الموقع  $\delta\text{H}^1 = 3.360\text{ppm}$  العائدة لبروتونات (a). كما اظهر  
الطيف اشارة ثنائية عند الموقع  $\delta\text{H}^1 = 6.973\text{ppm}$  والتي تعود  
لبروتونات (b-d) كما اظهر الطيف اشارة ثلاثية عند الموقع  
 $\delta\text{H}^1 = 7.409\text{ppm}$  العائدة لبروتونات (e,f) . كما اظهر الطيف  
اشارة ثنائية عند الموقع  $\delta\text{H}^1 = 7.689\text{ppm}$  العائدة لبروتونات  
(g,h). كما اظهر الطيف اشارة احادية عند الموقع  
 $\delta\text{H}^1 = 10.258\text{ppm}$  عائدة لبروتونات (i,j) كما هو موضح في  
الشكل (8).

\* تشخيص المركب 3,1-ثنائي (7,4)- ثنائي أوكسو-3,1-  
أوكسازين-3-(2H,4H,7H)-يل ثايورييا (7)  
تم تحضير هذا المركب من خلال عملية التصعيد الحراري لكل من  
الهيدرازون (2) وحمض المالك اللامائي المذابة في الإيثانول المطلق  
وينسب مولية مكافئة .

شخص المركب الناتج من خلال بعض الخصائص الفيزيائية كاللون  
ودرجة الانصهار وباستخدام طيف الأشعة تحت الحمراء الذي اظهر  
حزم الامتصاص الأساسية المتمثلة ( $\text{C=O}$ )<sub>lactone</sub> عند التردد  
( $1710\text{cm}^{-1}$ ) [21]. كما اظهر الطيف حزمة ( $\text{C=O}$ )<sub>lactam</sub> والتي  
ظهرت عند التردد ( $1677\text{cm}^{-1}$ ) [28] ، وحزمة تردد المط العائد

### \* تشخيص الثايوكاربوهيدرازيد (1)

تم تحضير الثايوكاربوهيدرازيد بواسطة التصعيد الحراري لمزيج من  
ثنائي كبريتيد الكربون والهيدرازين المائي (80%) لمدة 30min . إذ  
تم الحصول على راسب أبيض وينسب (66%) .  
تم تشخيص المركب للتأكد منه ومن نقاوته من خلال قياس درجة  
الانصهار والتي بلغت  $70^\circ\text{C}$  والتي كانت مطابقة لمهو منشور في  
الأدبيات [15] . كما تم تشخيصه باستخدام مطيافية الأشعة تحت  
الحمراء ، إذ اظهر الطيف حزمة عند ( $1139\text{cm}^{-1}$ ) العائدة لمط  
مجموعة (C=S) ، بالإضافة إلى الحزمتين التي ظهرت عند  
( $3205,3174\text{cm}^{-1}$ ) العائدة للمط المتناظر وغير المتناظر وعلى  
التوالي لمجموعة ( $\text{NH}_2$ ) ، كذلك اظهر الطيف حزمة عند  
( $1643\text{cm}^{-1}$ ) العائدة لانحناء مجموعة ( $\text{NH}_2$ ) كما موضح في  
الشكل (1) .

### \* تشخيص مشتقات الهيدرازون للثايوكاربوهيدرازيد (2,3,4)

تم تحضير عدد من الهيدرازونات وذلك من خلال مفاعلة مادة  
الثايوكاربوهيدرازيد مع الألديهيدات والكتونوات الأروماتية وينسب  
مولية مكافئة بواسطة الصهر في فرن الموجات الدقيقة (المايكرويف)

وقد شخصت المركبات الناتجة من خلال بعض الخصائص الفيزيائية  
كاللون ودرجة الانصهار وباستخدام مطيافية الأشعة تحت الحمراء ، إذ  
اظهر الطيف اختفاء حزم الامتصاص للمط المتناظر وغير المتناظر  
لمجموعة ( $\text{NH}_2$ ) للثايوكاربوهيدرازيد التي ظهرت عند  
( $3205,3174\text{cm}^{-1}$ ) على التوالي ، بالإضافة إلى اختفاء حزمة  
الامتصاص الإمتطاطية لمجموعة الكربونيل (C=O) (البزالديهيد،  
4-كوروبنزالديهيد، الاسيتوفينون) تظهر عند ( $1700\text{cm}^{-1}$ ) .  
بالإضافة إلى ظهور حزمة أساسية لمجموعة الإيمين وهي حزمة (-  
C=N) على شكل حزمة واحدة قوية الشدة وفق الترددات الآتية  
للمركبات الثلاثة المحضرة وعلى التوالي ( $1541,1591,1612\text{cm}^{-1}$ )  
[20] ، بالإضافة إلى ظهور الحزم الآتية والمتمثلة بحزمة تردد المط  
العائد لمجموعة (-C=C-) الاروماتية وفق الترددات  
( $1490,1541,1519\text{cm}^{-1}$ ) ، وحزمة تردد المط الالفاتية العائدة  
للمركب (4) عند التردد ( $2981\text{cm}^{-1}$ ) ، وحزمة (C-Cl) عند التردد  
( $819\text{cm}^{-1}$ ) للمركب (3) ، وكما موضح في الأشكال (2,3,4).

\* تشخيص المركب 3,1-ثنائي (5-4-كلوروفنيل)-5,2-ثنائي  
هيدرو-1H-تترازول-1-يل ثايورييا (5)

تم تحضير هذا المركب من خلال عملية التصعيد الحراري لمزيج من  
الهيدرازون (3) وازيد الصوديوم المذابة في باعي هيدروفيوراروينسب  
مولية مكافئة .

شخص المركب الناتج من خلال بعض الخصائص الفيزيائية كاللون  
ودرجة الانصهار وباستخدام طيف الأشعة تحت الحمراء الذي اظهر  
حزم الامتصاص المتمثلة بحزمة ( $\text{N=N}$ ) والتي ظهرت بشكل  
حزمة متوسطة الشدة عند التردد ( $1523\text{cm}^{-1}$ ) ، وحزمة تردد المط

حزم الامتصاص المتمثلة بحزمة  $(C=O)_{lacton}$  والتي ظهرت عند التردد  $(1735cm^{-1})$  [21]. كما اظهر الطيف حزمة الامتصاص  $(C=O)_{lactam}$  والتي ظهرت عند التردد  $(1614 cm^{-1})$  [21] ، وحزمة تردد المط الالفاتية عند التردد  $(2792cm^{-1})$  ، وحزمة تردد المط العائد لمجموعة  $(-C=C-)$  الاروماتية وفق التردد  $(1560cm^{-1})$  ، وحزمة  $(C-H)$  الاروماتية عند التردد  $(3141cm^{-1})$  كما في الشكل (12). كما تم تشخيص المركب المحضر بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون الذي أظهر اشارة احادية عند الموقع  $\delta H^1 = 3.074ppm$  والتي تعود لبروتونات (a). كما اظهر الطيف اشارة ثنائية عند الموقع  $\delta H^1 = 8.074ppm$  والتي تعود لبروتونات (b-e). كما اظهر الطيف اشارتان ثنائيتان عند المواقع  $8.521ppm$  و  $\delta H^1 = 8.764ppm$  عائدة لبروتونات (f,g,h). كما أظهر الطيف اشارة أحادية عند الموقع  $\delta H^1 = 10.082ppm$  العائدة لبروتوني (i) كما هو موضح في الشكل (13).

بالإضافة الى استخدام طيف الرنين النووي المغناطيسي للكربون والذي اظهر اشارة عند الموقع  $\delta C^{13} = 18.529ppm$  عائدة لذرة كربون (a). كما اظهر الطيف اشارة عند الموقع  $\delta C^{13} = 116.155ppm$  عائدة لذرة كربون (b). كما اظهر الطيف اشارة عند الموقع  $\delta C^{13} = 119.444ppm$  و  $\delta C^{13} = 119.875ppm$  عائدة لذرات كربون (c,d). كما اظهر الطيف اشارة عند الموقع  $\delta C^{13} = 123.813ppm$  العائدة لذرة كربون (e). كما اظهر الطيف اشارة عند الموقع  $\delta C^{13} = 129.318ppm$  العائدة لذرة كربون (f). كما اظهر الطيف اشارة عند الموقع  $\delta C^{13} = 130.368ppm$  العائدة لذرة كربون (g). كما اظهر الطيف ثلاث اشارات عند المواقع  $\delta C^{13} = 131.256ppm$  و  $\delta C^{13} = 135.351ppm$  و  $\delta C^{13} = 140.972ppm$  العائدة لذرات كربون (h,i,j). كما اظهر الطيف اشارتان عند المواقع  $\delta C^{13} = 165.094ppm$  و  $\delta C^{13} = 174.322ppm$  التي تعود لذرات كربون (k,l). كما اظهر الطيف اشارة عند الموقع  $\delta C^{13} = 177.989ppm$  العائدة لذرة كربون (m) كما هو موضح في الشكل (14).

لمجموعة  $(-C=C-)$  الاروماتية وفق التردد  $(1595cm^{-1})$  ، وحزمة  $(C-H)$  الاروماتية عند التردد  $(3159cm^{-1})$  كما في الشكل (9). كما تم التشخيص بواسطة مطيافية الرنين النووي المغناطيسي للبروتون الذي أظهر إشارتان ثنائيتان (doublet doublets) عند المواقع  $\delta H^1 = 6.634ppm$  و  $\delta H^1 = 7.023ppm$  والتي أعزيت الى بروتونات (a,b). كما اظهر الطيف اشارة احادية عند الموقع  $\delta H^1 = 7.430ppm$  عائدة لبروتونات (c,d). كذلك اظهر الطيف اشارة احادية عند الموقع  $\delta H^1 = 7.753ppm$  والتي تعود لبروتوني (f). إشارة أحادية عند الموقع  $\delta H^1 = 10.661ppm$  والتي تشير الى بروتوني (g) كما هو موضح في الشكل (10).

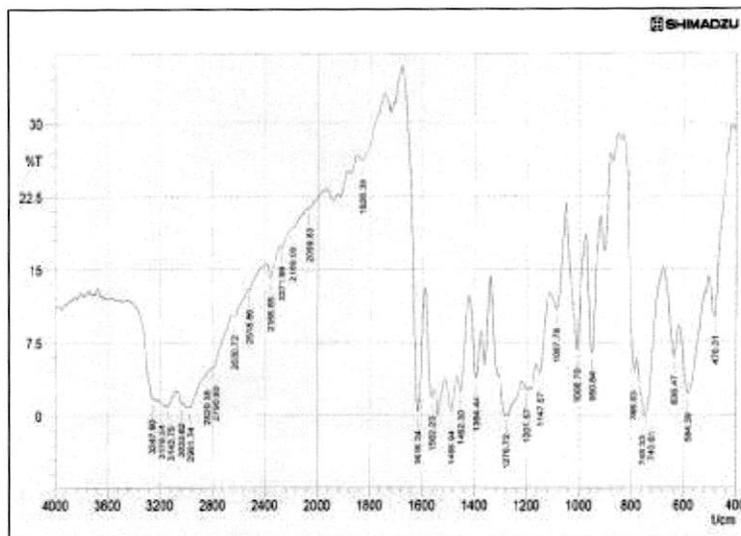
كما أظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للكربون إشارة عند الموقع  $\delta C^{13} = 126.673ppm$  والتي تشير إلى ذرة الكربون (a). كما اظهر الطيف اشارة عند الموقع  $\delta C^{13} = 127.309ppm$  التابعة لذرة كربون (b). كذلك اظهر الطيف ثلاث اشارات عند المواقع  $\delta C^{13} = 127.986ppm$  و  $\delta C^{13} = 129.162ppm$  و  $\delta C^{13} = 130.503ppm$  والتي تشير إلى ذرات الكربون (c,d,e). بالإضافة إلى ظهور إشارة عند الموقع  $\delta C^{13} = 131.594ppm$  والتي تعود إلى ذرة الكربون (f). كما أظهر الطيف اشارة عند الموقع  $\delta C^{13} = 134.393ppm$  العائدة لذرة كربون (g). كما اظهر الطيف اشارة عند المواقع  $\delta C^{13} = 162.723ppm$  و  $\delta C^{13} = 166.661ppm$  والتي تعود إلى ذرات الكربون (h,i). كما ظهر في الطيف اشارة تعود لمجموعة الثايون (j) عند الموقع  $\delta C^{13} = 178.802ppm$  كما هو موضح في الشكل (11).

\* تشخيص المركب 3,1-ثنائي(3-مثيل-5,1-ثنائي اوكسو-3-فنييل بنزو[e][3,1]اوكسازين-4-(1H,3H,5H)- (يل) ثايوريا (8)

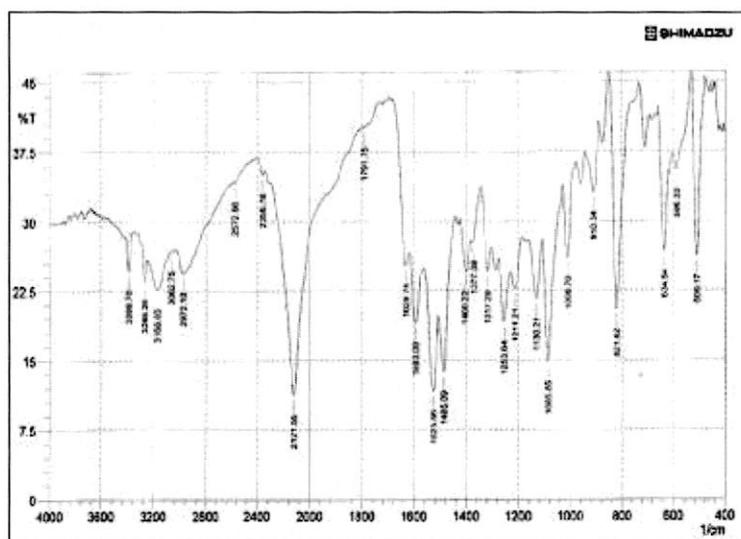
تم تحضير هذا المركب من خلال عملية التصعيد الحراري لمزيج من الهيدرازونات وحامض الفثاليك اللامائي المذابة في الإيثانول المطلق وينسب مولية مكافئة .

شخص المركب الناتج من خلال بعض الخصائص الفيزيائية كاللون ودرجة الانصهار وباستخدام طيف الأشعة تحت الحمراء الذي اظهر

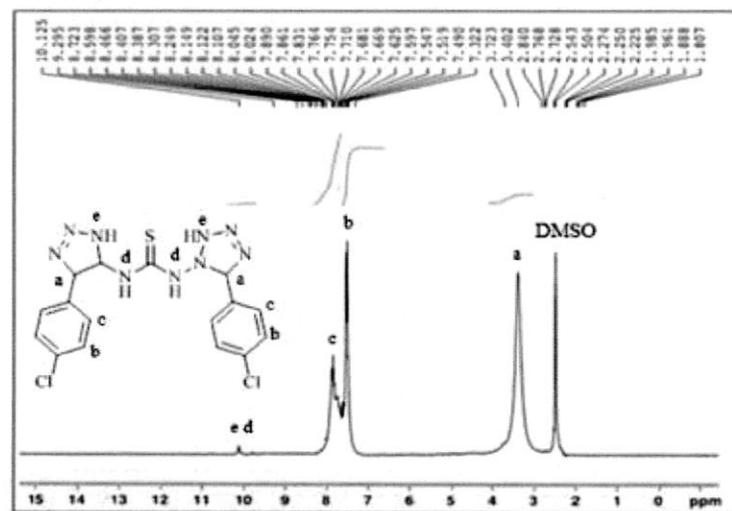




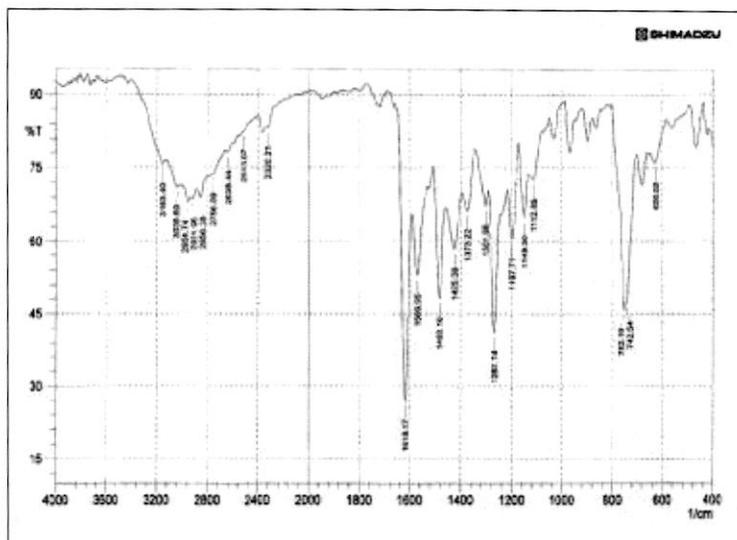
الشكل (4) : يمثل طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (4)



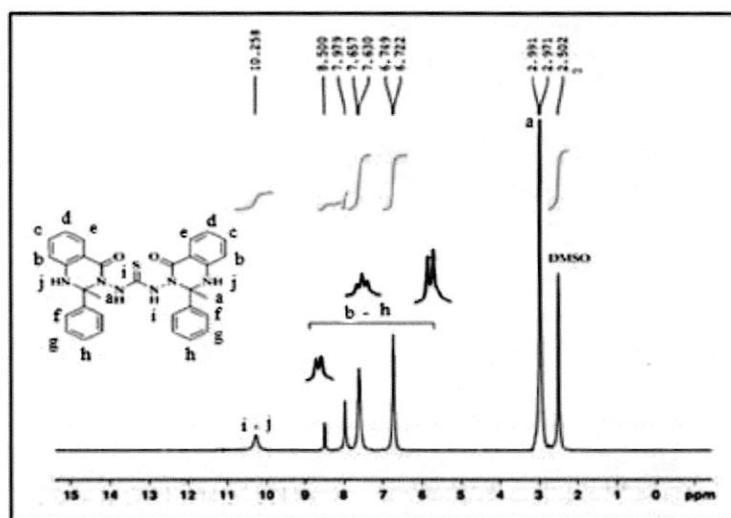
الشكل (5) : يمثل طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (5)



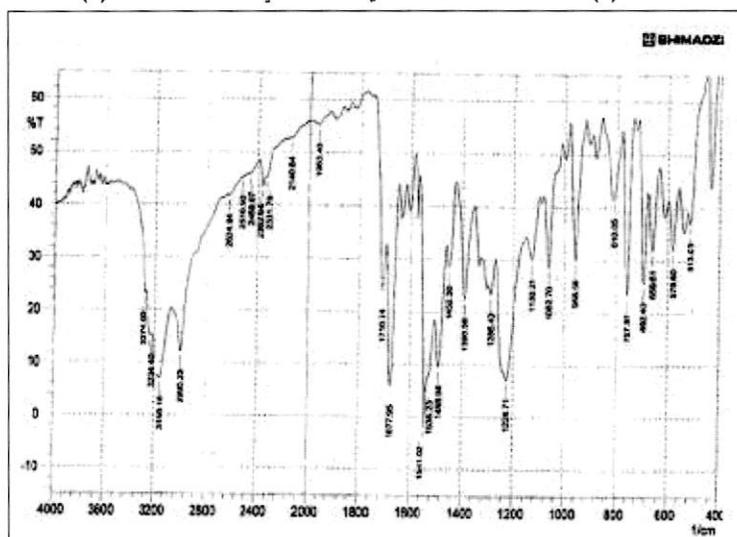
الشكل (6) : يمثل طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون للمركب (5)



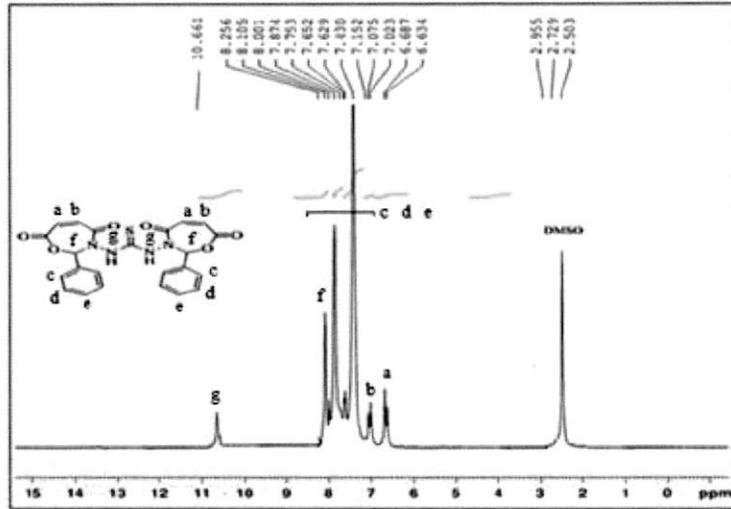
الشكل (7) : يمثل طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (6)



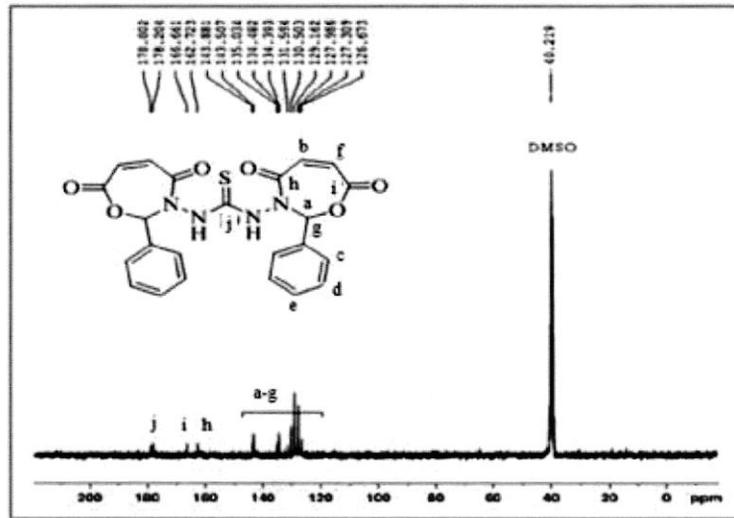
الشكل (8) : يمثل طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون للمركب (6)



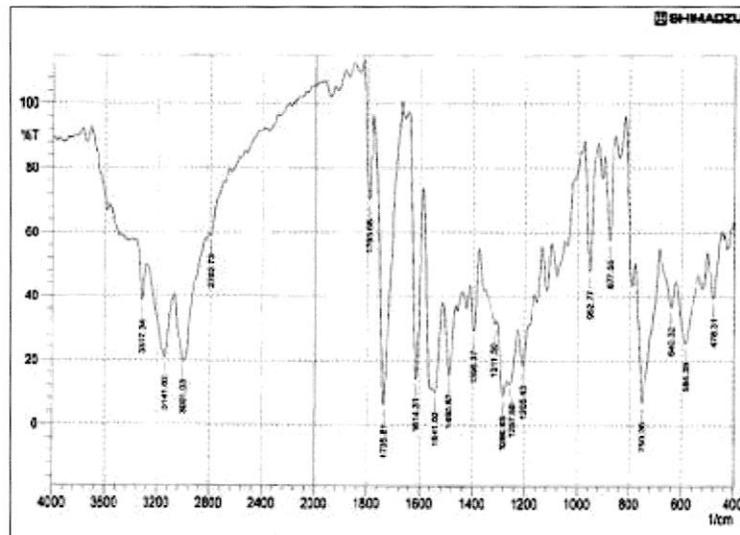
الشكل (9) : يمثل طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (7)



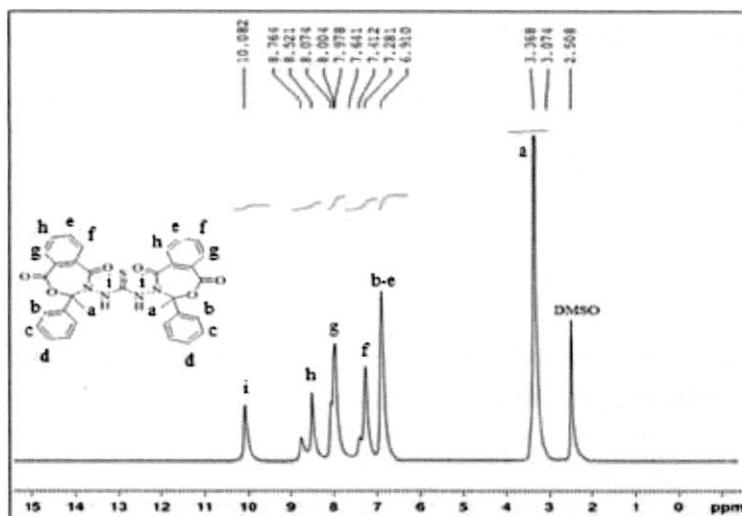
الشكل (10) : يمثل طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون للمركب (7)



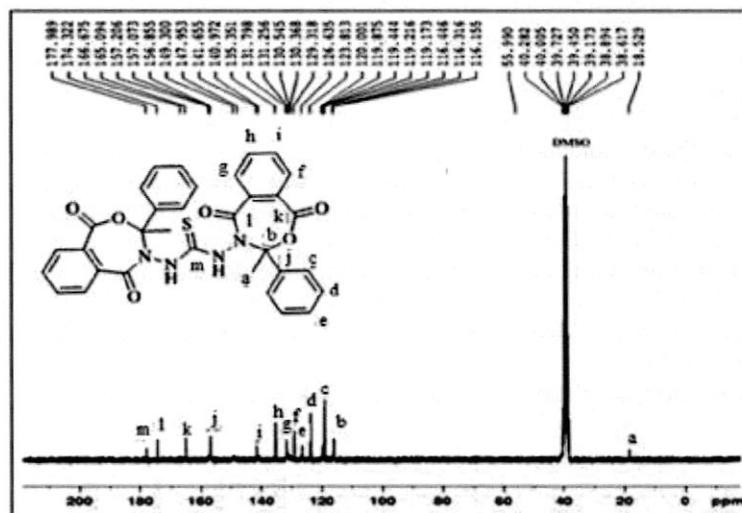
الشكل (11) : يمثل طيف الرنين النووي المغناطيسي للكربون للمركب (7)



الشكل (12) : يمثل طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (8)



الشكل (13) : يمثل طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون للمركب (8)



الشكل (14) : يمثل طيف الرنين النووي المغناطيسي للكربون للمركب (8)

## المصادر:

- 1- N. P. Buu-Hoi , T. B. Loc , N. D. Xuong , *Bull . Soc . Chirn (France)*. (1955) 694. *Chem . Abstr* .50 (1956) 8375a .
- 2- R. Donovick , F. Pansy , G. Stryker , J. Bernstein , *J. Bacteriol* . 59 (1950) 667.
- 3- K. H. Popat , D. H. Purohit , P. T. Chovatia , H. S. Joshi, *J. Indian . Chem . Soc* . 82 (2005) 940 .
- 4- P. Genova , T.Varadinova , A.I. Matesanz , D. Marinova , P. Souza , *Toxicol . Appl . Pharmacol* . 197 ( 2004) 107 .
- 5- T.A. Blumenkopf, J.A. Harrington ,C.S. Koble, D.D. Bankston , R.W. Morrison , E.C. Bigham , V.L. Styles , T. Spector , *J.Med.Chem* . 35 (1992) 2306 .
- 6-A. A. Abu- Hussen , A. A. A. Emara, *J. Coord . Chem* . 57 (2004) 973 .
- 7- D. E. Chavez, D. A. Parrish, *J. Heterocycl. Chem.* 46 (2009) 88-90 .
- 8- S. D. Schiller, H. B. Fung, A. Maraviros, *Clin. Ther.* 29 (2008) 182-186.
- 9- M. Ashok , B. S. Holla , B. Poojary , *Eur . J. Med . Chem* . 42 (2007) 1095-1101 .
- 10- M. Ghannoum , L. B. Rice , *Clin. Microbial . Rev* . 12 (1999) 501-517.
- 11- J. D. Moody , D. Zhang , T. M. Heize & C. E. Ceruiglia, *Applied and Environmental microbiology* . 66 (8) (2000) 3646-3649 .
- 12- R. V. Coombs , R. P. Danna , M. Denzer , G. E. Hardtmann , B. Huegi , G. Koletar , J. Koletar , H. Ott , J. W. Perrine , E. J. Takesue & J. H. Trapold , *J. Med. Chem* . 16 (1973) 1237-1245 .
- 13- Y. L. Gao , G. L. Zhao , W. Lin , H. Shao , Y. L. Wang , W. R. Xu , L. D. Tang & J. W. Wang , *Ind. J. Chem* . 49B (2010) 1499-1508 .
- 14- M. Clemons , R. E. Coleman , S. Verma, *Cancer Treat . Rev* . 30 (2004) 325-332 .
- 15- L. F. Andreith & P. S. Kipper , *J. Org. Chem.* 29 (1954) 86.
- 16- A. A. Talloh, *M.Sc. Thesis* , University of Tikrit . IRAQ. (2011).

- 17- M. A. Al-Nemi, **Ph.D. Thesis**, University of Baghdad . IRAQ . (2010).  
 18- I. K. Jassim, M. J. Mahmoud & I. Y. Majeed, **K. J. Pharm. Sci.** 2 (2011).  
 19- K. I. Jassiam , I. Y. Majeed , G. H. Al-Somaidaie , **J. Pharm . Sci.** 5(2) (2009) .  
 20- V. A. Terent'Ve , A. E. Lipkin & R. A. Bakulin, **J. Phys. Chem.** 45(7) (1971) 946.  
 21- R. M. Silverstein , "**Spectrometric Identification of Organic Compounds "** , 7<sup>th</sup> ed . (1998) .

## Synthesis and characterization of some derivatives from thiocarbohydrazide and heterocyclic Compound five - seven member

Aya I.A.AL-Shame<sup>1</sup>, Gazwan H.A.AL-Sumaidaie<sup>2</sup>, Ali.T.A.AL-Samaraie<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Department of Chemistry, Collage of Science , University of Tikrit , Tikrit , Iraq

<sup>2</sup> Department of Chemistry , Collage of Education , University of Tikrit , Tikrit , Iraq

### Abstract

This research includes the preparation and characterization of a number of heterocyclic compounds of the following types:

- . Penta-heterocyclic rings.
- . Hexa-heterocyclic rings.
- . Seven-heterocyclic rings.

Where she attended these compounds article Thiocarbohydrazide (1), through conversion of Thiocarbohydrazide to hydrazones (2,3,4) of reaction with compound carbonyl (benzaldehyde, 4-chlorobenzaldehyde, acetophenone) and then reactance hydrazones with sodium azide to prepare compounds tetrazole (5), or with Anthranilic acid (2- amino benzoic acid ) for preparation of compounds quinazoline (6), or reaction with anhydrous acid (maleic anhydride, phthalic anhydride) for the purpose of preparing Oxazepine (7) (8).

Characterization of the synthesized compounds were established by infrared spectra, and NMR spectra <sup>1</sup>H{<sup>13</sup>C}N.M.R & <sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}N.M.R .

**Key Words:** Thiocarbohydrazide, Heterocyclic, Oxazepine, Quinazoline, Tetrazole.