

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنيل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة من المركب
(4- (انديكان-3-يل) فنيل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

كلية التربية الاساسية - الشرجات - جامعة تكريت

الخلاصة

من خلال المركب الاساس 3- انديكان بنزين ميثان امين والذي يعتبر الخطوة الاولى في عملية التحضير والذي يمكن الحصول عليه من خلال استخلاص مزيج من الكيل بنزين مستقيم السلسلة باستخدام طريقة التقطير التجزيئي شخص بعد الاستخلاص باستخدام الطرق الطيفية. بعدها تمت معاملة المركب 3- انديكان بنزين (Lab₁₁) بتفاعلة اولاً مع الكلوروميثان لتكوين [A] ومن ثم مع كلوريد الامونيوم لتحضير المركب الاساس الحاوي على مجموعة امين طرفية [A₁] والتي استخدم في تحضير عدد من مركبات قواعد شف الجديدة والتي تحمل الارقام [A₂-A₇] من تفاعل 3- انديكان بنزين امين مع عدد من الالديهيدات المناسبة وباستخدام الايثانول كمذيب. بعد ذلك يمكن تحضير عدد من المركبات العضوية باستخدام قواعد شف [A₂-A₇] المحضرة في الخطوة الاولى والتي تحتوي على مجموعة الايزوميثين في تحضير عدد من المركبات العضوية الحلقية الغير متجانسة ذات الغلق الحلقي الخماسي والتي تحمل الارقام [A₈-A₁₃]. وكذلك من مركبات قواعد يمكن تحضير عدد من المركبات العضوية الغير متجانسة ذات الغلق الحلقي السباعي والتي تحمل الارقام [A₁₄-A₁₉]. شخصت جميع المركبات المحضرة في هذا البحث باستخدام مطيافية الاشعة تحت الحمراء (IR) وبعضها بتقنية طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (¹H-NMR).

الكلمات المفتاحية: (4- (انديكان-3-يل) فنيل ميثان امين، قواعد شف، الثيازول، الاوكسازيبينات.

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنيل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

Synthesis and Identification of Some Five and Seven-membered heterocyclic Derivatives From (4-(Undecan -3-yl)Phenyl) methanamine

Hamid Mohammed Saleh Al-Jubori

hamid_mohammed21@yahoo.com

College basic Shirqat - Education - Tikrit University

Received 10 October 2016

Accepted 19 January 2017

Abstract

Through the 3-Undecane benzene methanamine group of compounds were prepared . this compound is considered the first step in the preparation process. It was obtained by extracting a mixture of Linear alkyl benzene in its interaction first with the chloromethane[A] thin with ammonium chloride to prepare the basic compound[A₁] which contains a group amen in them process a number of the some new Schiff's bases compounds were used and they the numbers (A₂-A₇).Through the interaction between 3-Undecane benzene methane with a number of the suitable aldehydes and ethanol as a solvent .After this a number of organic compounds were prepared through using the new of prepared Schiff's bases at the first step which contains the isomers group in preparing number of heterocyclic compounds labeled (A₈-A₁₃) and hepta heterocyclic compounds labeled (A₁₄-A₁₉) was prepared from Schiff's bases (A₂-A₇), prepared at a the first step which contains isomethene group. All the Synthesis compounds in the study were diagnosed by using (IR) and some others by using (¹H-NMR).

Key word : (4-(Undecan -3-yl)Phenyl) methanamine, Schiff's bases, oxazepien, thiazolidin

المقدمة

يعتبر البنزين مستقيم السلسلة (Lab11) (undecane-3-ylbenzene) المادة الاساسية في عملية التحضير العضوية بعد فصله من بين عدد من انواع البنزين مستقيم السلسلة والسبب يعود الى نسبة الاعلى بحوالي (37%) من مجموع النسبة الكلية للمزيج وان الفرق في درجة الغليان ساعد في عملية استخلاصه باستخدام طريقة التقطير التجزيئي لمكونات البنزين مستقيم السلسلة⁽¹⁾. ويوجد العديد من انواع البنزين مستقيم السلسلة والذي ينتج في الشركة العربية للبتروكيماويات في بيجي حيث يحتوي على البارافينات مستقيمة السلسلة. حيث امكن استخدام المادة الاساسية في تحضير عدد من المركبات العضوية منها قواعد شف و الحلقات الغير المتجانسة. إن قواعد شف امكن تحضيرها من تفاعل مشتقات الامينات مع الالديهيدات الاروماتية^(2,3). حيث قام عدد من الباحثين⁽⁴⁾ بتحضير عدد من مركبات قواعد شف الفينولية من تكثيف 2-هيدروكسي بنزليدهايد مع مختلف الامينات وتمت دراستها بشكل معمق^(5,6) ولوحظ ان قواعد شف المحضرة كانت لها تطبيقات واسعة خصوصاً منها في الأنظمة البايولوجية^(7,8). حضر (Wang) وجماعته⁽⁹⁾ عدد من قواعد شف باستخدام الالديهيدات الفينولية وغير الفينولية. إن المركبات الحلقية غير المتجانسة تمتلك تراكيب حلقية حاوية على ذره واحده او اكثر غير ذرات الكربون واهم هذه الذرات الغير متجانسة هي النتروجين والاكسجين والكبريت⁽¹⁰⁾.

ان المركبات الحلقية الغير متجانسة اومشتقاتها لها دوراً اساسياً بالحياة في المجالين الصيدلاني والصناعي ولذلك فان نسبة عالية من البحوث العلمية المقدمة في الكيمياء العضوية ركزت اهتمامها في مجال تحضير الحلقات الغير المتجانسة⁽¹⁰⁾. تعتبر مركبات الثيازولدينون من احد مشتقات الثيازولدين وهي من المجاميع المهمة في المركبات الحلقية غير المتجانسة والتي تحتوي على الكبريت والنتروجين وعند احتوائها على مجموعة كاربونيل في الموقع 4-تدعى ثيازولدين-4-أون وتظهر هذه الأنظمة استقرارية أكثر من الثايوفين فهي ثابتة تجاه الحامض في درجات الحرارة المعتدلة^(11,12). اهتم الباحثون بتحضير الثيازولدينات إذ استخدم حامض الثايوكلايكولك لعملية الحصول على حلقة الثيازولدين⁽¹³⁾ وتم تحضير معوضات الثيازولدينون من تفاعل قواعد شف المشتقة من 2-أمينو بنزو ثيازول وحامض الثايوكلايكولك بوجود ثنائي كلوريد الخارصين وباستخدام (DMF) مذيباً⁽¹⁴⁾ وتظهر هذه الأنظمة استقرارية أكثر من الثايوفين فهي ثابتة تجاه الحوامض في درجات الحرارة المعتدلة⁽¹⁵⁾. أن الاوكسازيبينات ذات اهمية كبيرة من الناحية الكيميائية والناحية الطبية، لذلك امكن تحضير مشتقات حلقة 3,1 - اوكسازيبين ان مركبات الاوكسازيبين هي مركبات غير مشعبة سباعية الحلقة غير المتجانسة حيث تحتوي على خمسة ذرات كربون وذرة أكسجين واحدة وذرة نتروجين واحدة⁽¹⁶⁾.

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنيل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

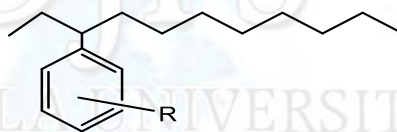
الجزء العملي

طريقة تحضير المركب [A] . 1-(chloromethyl)-4-(undecan-3-yl)benzene

حضر من تفاعل (0.86g,0.01mol) من ثنائي كلورو ميثان مع (3.31g,0.01mol) من 3- انديكان بنزين بوجود كلوريد الألومنيوم اللامائي ($AlCl_3$) بعد ذلك صعد المزيج لمدة اربع ساعات مع التحريك المستمر برد المزيج ثم رشح وجفف فتكون راسب ابيض اللون واستخدمت تقنية TLC لمعرفة نقاوة المركب المحضر يلاحظ جدول (1) .

طريقة تحضير المركب [A1] (4-(undecan-3-yl)phenyl)methanamine

في دورق دائري وضع (6.64g,0.01mol) من كلوريد الامونيوم مع (3.31g,0.01mol) من 3-انديكان بنزين مع (0.56g,0.01mol) من (KOH) في (20ml) من الماء المقطر وصعد المزيج على حمام زيتي لمدة 5 ساعة برد المزيج ثم جفف ورشح فتكونت مادة بيضاء اللون . الجدول (1) يمثل بعض الخواص الفيزيائية للمركبات (A,A1).

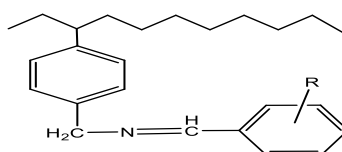


جدول (1): بعض الخواص الفيزيائية للمركبات المحضرة (A,A1).

NO	R	Molecular Formula	M.P °C	Yield	Color
A	-CHCl ₂	C ₁₈ H ₂₈ Cl ₂	151-153	%46	White
A1	CH ₂ NH ₂	C ₁₈ H ₃₁ N	167-169	68%	White

طريقة تحضير مركبات قواعد شف Benzylamino (4-(undecane-3-yl) sub. benzylidene derivatives

في دورق دائري مناسب مزج (0.001mol,0.02g) من المركب (4-(Undecan -3-yl)Phenyl) methanamine مع (0.001mol) مجموعة من مشتقات البنزالديهايد [A2-A7] المناسبة باستخدام الايثانول كمذيب بعدها صعد المزيج لمدة (6) ساعات على مصدر حراري مع التحريك ، جمع الناتج وأعيدت بلورته من الايثانول واستخدمت طريقة ال TLC لمعرفة نقاوة المركبات المحضرة (17).



تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنيل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

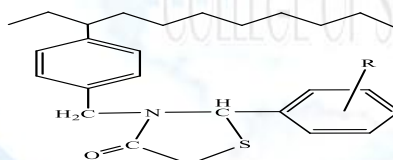
جدول (2) : بعض الخواص الفيزيائية للمركبات المحضرة [A2-A7].

NO	R	Molecular Formula	M.P °C	Yield	Color
A2	4-NH ₂	C ₂₅ H ₃₆ N ₂	191 - 193	60%	White
A3	4-N(CH ₃) ₂	C ₂₇ H ₄₀ N ₂	189- 191	68%	Brown
A4	2-NO ₂	C ₂₅ H ₃₄ N ₂ O ₂	190-192	52%	White
A5	4-NO ₂	C ₂₅ H ₃₄ N ₂ O ₂	196-198	56%	Brown
A6	4-OCH ₃	C ₂₆ H ₃₇ NO	170-172	51%	Brown
A7	2-OH, 4-OCH ₃	C ₂₆ H ₃₇ NO ₂	165-167	58%	White

طريقة تحضير مركبات الثيازوليديتون. N-benzyl (4-(undecane-3-yl) Sub.benzylid-4-one derivatives.

مزج (0.001 مول، 0.6 مل) من حامض الثايوكلايكولك مع (0.001 مول) من مركبات قواعد شف [A2-A7] المناسبة والمذابة في (10) مل من المذيب المناسب 4,1- الداوكسان مع (0.001g) من كلوريد الخارصين اللامائي وصعد المزيج لمدة (16) ساعة. برد المحلول واضيف الى جريش تلج بعدها رشح الراسب وأعيدت بلورته من الايثانول . [A8-A13]⁽¹⁸⁾.

جدول (3) : بعض الصفات الفيزيائية للمركبات المحضرة [A8-A13].



NO	R	Molecular Formula	M.P °C	Yield	Color
A8	4-NH ₂	C ₂₇ H ₃₈ N ₂ SO	192-194	54%	Brown
A9	4-N(CH ₃) ₂	C ₂₉ H ₄₂ N ₂ SO	229-231	67%	White
A10	2-NO ₂	C ₂₇ H ₃₆ N ₂ SO ₃	241-243	58%	White
A11	4-NO ₂	C ₂₇ H ₃₆ N ₂ SO ₃	249-251	61%	White
A12	4-OCH ₃	C ₂₈ H ₃₉ SNO ₂	195-197	49%	Brown
A13	2-OH 4-OCH ₃	C ₂₈ H ₃₉ SNO ₃	201-203	63%	White

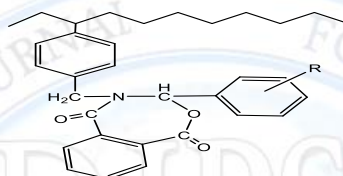
تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) بنيل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

طريقة تحضير مركبات 2-[sub. phenyl)-N-benzyl (4-(undecane-3-yl) benzo-1,3-oxazepine-1,5-dione

مزج (0.14g, 0.001mol) من فثاليل انهيديرايد مع (0.001mol) من مركبات قواعد شف [A14-A19] المناسبة باستخدام الايثانول كمذيب بعدها صعد المزيج لمدة (10) ساعات على مصدر حراري مع التحريك. يرد المحلول واذيف الى جريش من التلج بعدها رشح الرايب وأعيدت بلورته (19).



جدول (4): بعض الصفات الفيزيائية للمركبات المحضرة [A14-A19].

NO	R	Molecular Formula	M.P °C	Yield	Color
A14	4-NH ₂	C ₃₃ H ₄₀ N ₂ O ₃	176-178	72%	Brown
A15	4-N(CH ₃) ₂	C ₃₅ H ₄₄ N ₂ O ₃	181-183	64%	White
A16	2-NO ₂	C ₃₃ H ₃₈ N ₂ O ₅	213-215	59%	Brown
A17	4-NO ₂	C ₃₃ H ₃₈ N ₂ O ₅	234-236	53%	Brown
A18	4-OCH ₃	C ₃₄ H ₄₁ N ₁ O ₄	192-194	47%	White
A19	2-OH 4-OCH ₃	C ₃₄ H ₄₁ N ₁ O ₅	187-189	56%	White

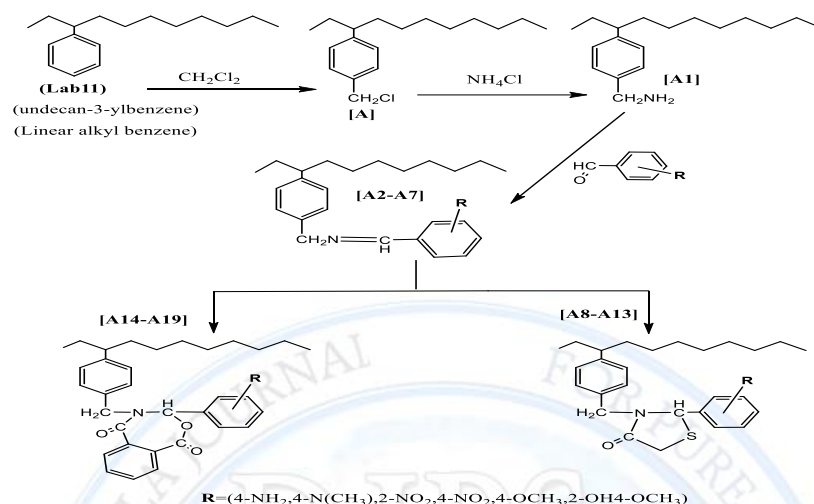
النتائج والمناقشة

من خلال استخدام المادة الاساسية في عملية التحضير والتي تم استخلاصها من مزيج من الكيل بنزين مستقيم السلسلة حيث تمت مقارنة المادة التي تم استخلاصها مع المادة الاساسية القياسية الموجودة لدى الشركة العربية للبتروكيماويات بيجي وبعد التأكد من صحة المادة المستخلصة من بين المزيج فقد تم اختيار (undecan-3-ylbenzene) الكيل بنزين مستقيم السلسلة (Lab11) في مسار التحضيرات العضوية

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنيل ميثان امين

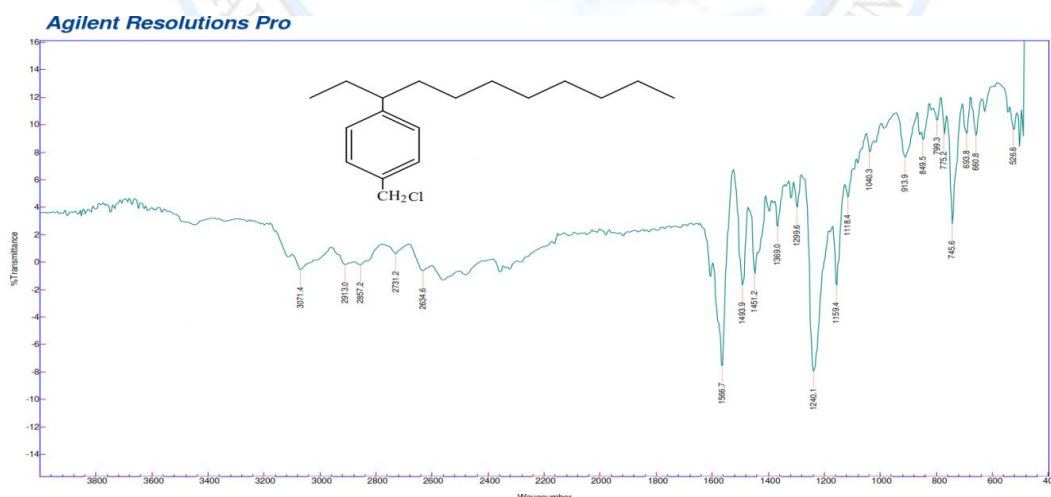
حامد محمد صالح الجبوري



المخطط (1): يوضح عملية تحضير المركبات من (A-19).

مناقشة طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) للمركب [A].

أظهرت أطيف الأشعة تحت الحمراء للمركب [A] حزم امتصاص للمجاميع عند (3071) سم⁻¹ تعود لمجموعة Ar- (H) الأورماتية ، وحزمة امتصاص عند المدى (2913-2857) سم⁻¹ تعود إلى (CH) الأليفاتية ، و حزمة امتصاص عند (1566) سم⁻¹ تعود إلى مجموعة (C=C). يلاحظ الشكل (1)



الشكل (1) طيف الأشعة تحت الحمراء IR للمركب [A].

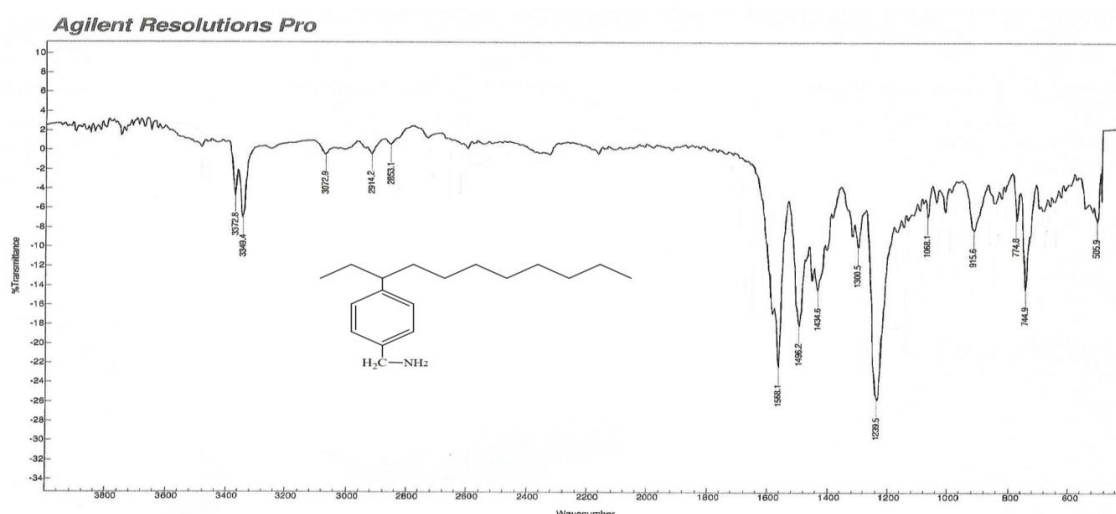
تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنييل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

مناقشة طيف الاشعة تحت الحمراء (IR) للمركب [A1]

اظهرت اطياف الاشعة تحت الحمراء للمركب [A1] حزم امتصاص للمجاميع عند (3372-3349) سم⁻¹ تعود لمجموعة (NH₂) وحزم امتصاص عند (3072) سم⁻¹ تعود لمجموعة (Ar-H) الاورماتية ، وحزمة امتصاص عند المدى (2914) سم⁻¹ تعود الى (CH) الالفاتية ، و حزمة امتصاص عند (1568) سم⁻¹ تعود الى مجموعة (C=C). يلاحظ الشكل (2).



الشكل (2) طيف الاشعة تحت الحمراء IR للمركب [A1].

مناقشة اطياف الاشعة تحت الحمراء (IR) للمركبات المحضرة من [A2-A7].

ان قيم امتصاص (NH₂، C=O) قد اختلفت من الطيف وهذا دليل على تكون الشف و الجدول (5) يبين قيم حزم طيف الاشعة تحت الحمراء (IR) والاشكال (3,4).

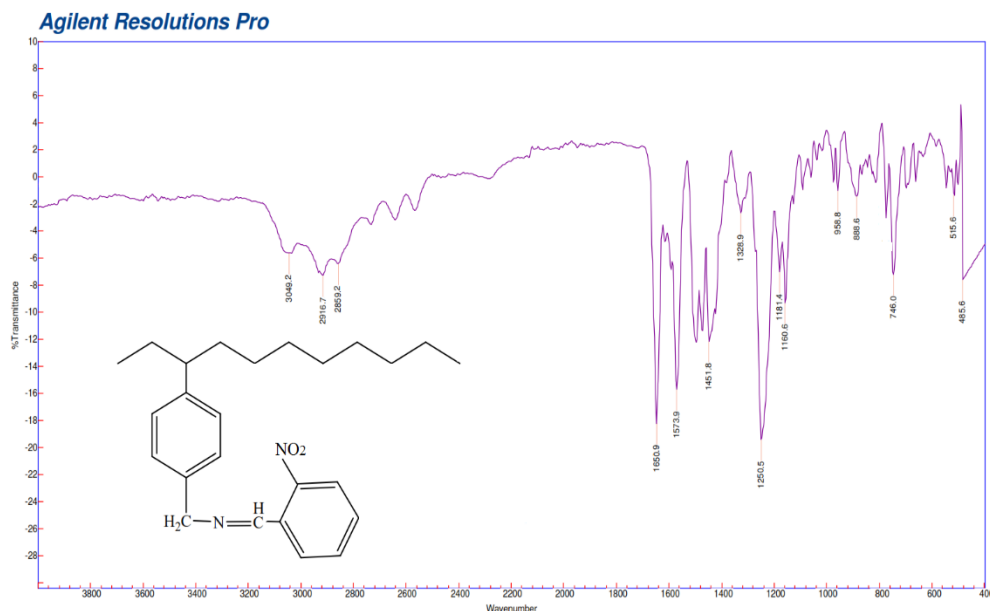
جدول(5): قيم اطياف الاشعة تحت الحمراء (IR) للمركبات المحضرة [A2-A7]

NO	IR v (cm ⁻¹)					
	OH	N-H	Ar -H	C-H	C=N	C=C
A2	-----	3382, 3347	3082	2914	1664	1565
A3	----	-----	3019	2958	1651	1594
A4	----	-----	3049	2916	1650	1573
A5	----	-----	3091	2944	1653	1590
A6	-----	-----	3022	2937	1648	1578
A7	3513	-----	3037	2914	1655	1557

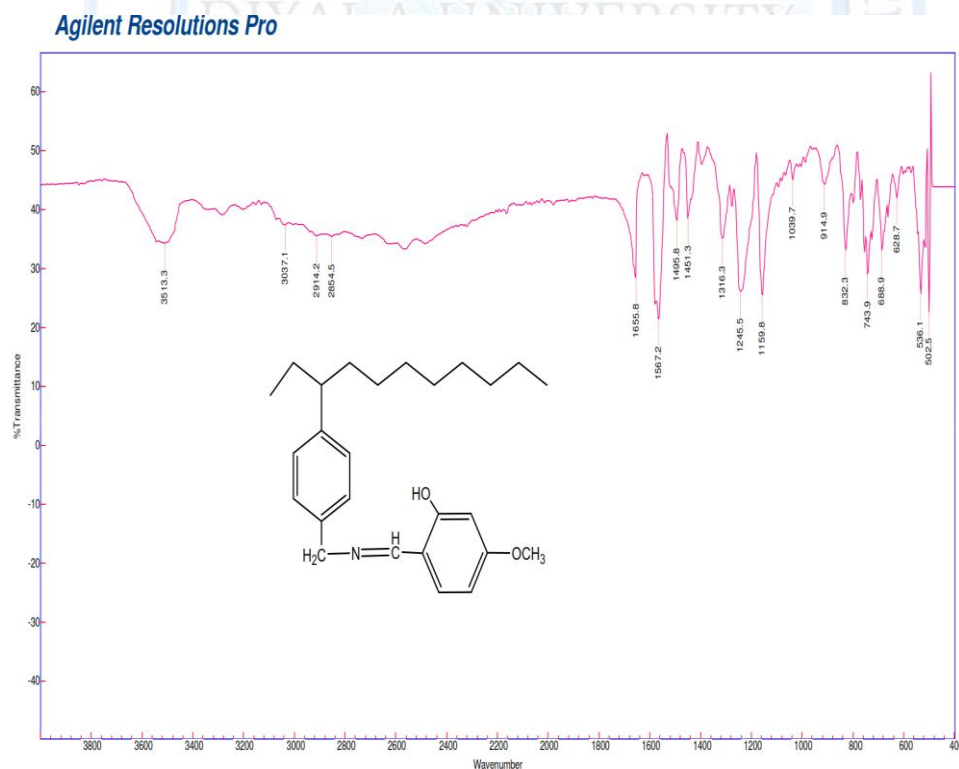
تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنيل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري



الشكل (3) طيف الاشعة تحت الحمراء IR للمركب [A4]



الشكل (4) طيف الاشعة تحت الحمراء IR للمركب [A7]

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنيل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

مناقشة اطياف الاشعة تحت الحمراء (IR) للمركبات المحضرة من [A8-A13] .

درست اطياف الاشعة تحت الحمراء للمركبات المحضرة من [A8-A13] حيث اظهرت اطياف الاشعة تحت الحمراء حزمة امتصاص عند 3419 سم⁻¹ تعود لمجموعة (OH) و حزمة امتصاص عند (3358) سم⁻¹ تعود الى مجموعة الامين (NH)، وحزمة امتصاص عند (3004-3092) سم⁻¹ تعود الى (Ar-H)، وحزمة امتصاص عند (2928-2973) سم⁻¹ تعود لمجموعة (CH) الالفاتية وحزمة امتصاص عند (1694-1728) سم⁻¹ تعود لمجموعة (C=O) و حزمة امتصاص عند (1568-1598) سم⁻¹ تعود الى مجموعة الامين (C=C)، وحزمة امتصاص عند (1319-1374) سم⁻¹ تعود الى C- (N) و حزمة امتصاص عند (811) سم⁻¹ تعود الى مجموعة الامين (C-S-N)، يلاحظ الجدول (6) الذي يبين قيم حزم طيف الاشعة تحت الحمراء (IR) والاشكال (5,6,7).

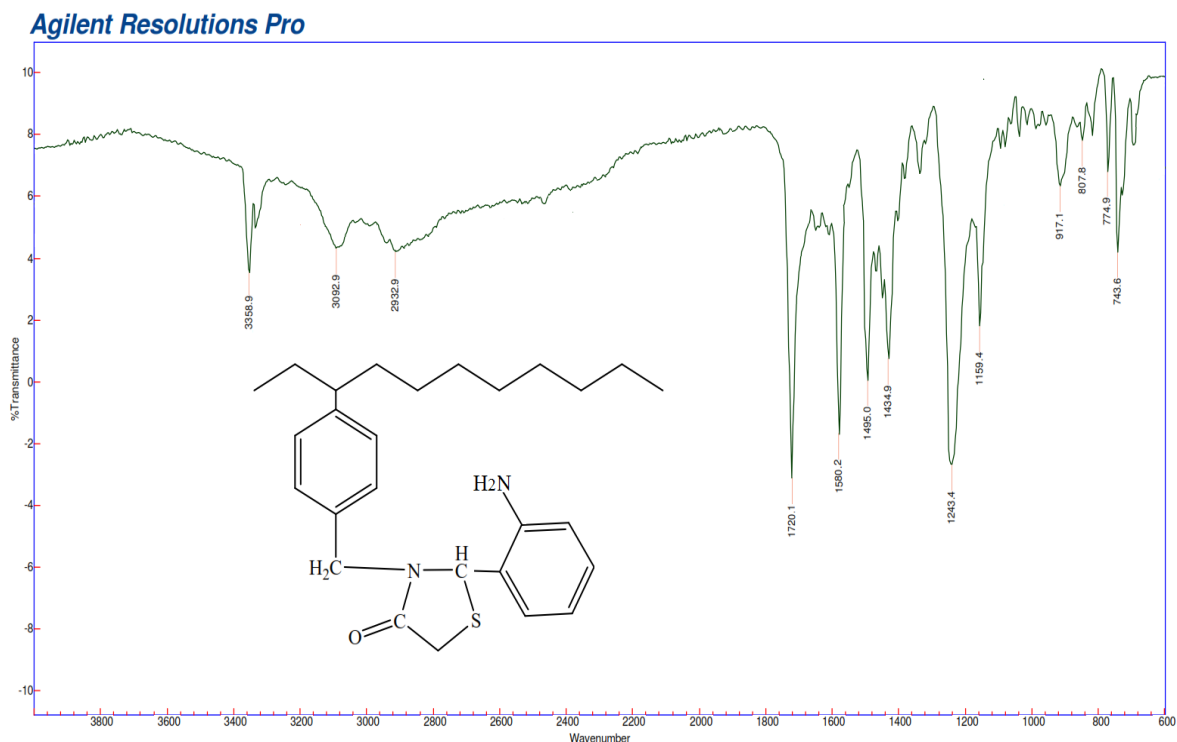
جدول(6): قيم اطياف الاشعة تحت الحمراء (IR) للمركبات المحضرة [A8-A13]

NO	IR v (cm ⁻¹)							
	OH	N-H	Ar -H	C-H	C=O	C=C	C-N	C-S-N
A8	----	3358	3092	2932	1720	1580	1340	743
A9	-----	-----	3010	2939	1728	1597	1334	746
A10	----	-----	3052	2973	1703	1582	1359	742
A11	-----	-----	3080	2928	1718	1568	1319	739
A12	-----	-----	3004	2866	1709	1598	1322	738
A13	3419	----	3053	2942	1722	1579	1374	811

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنييل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

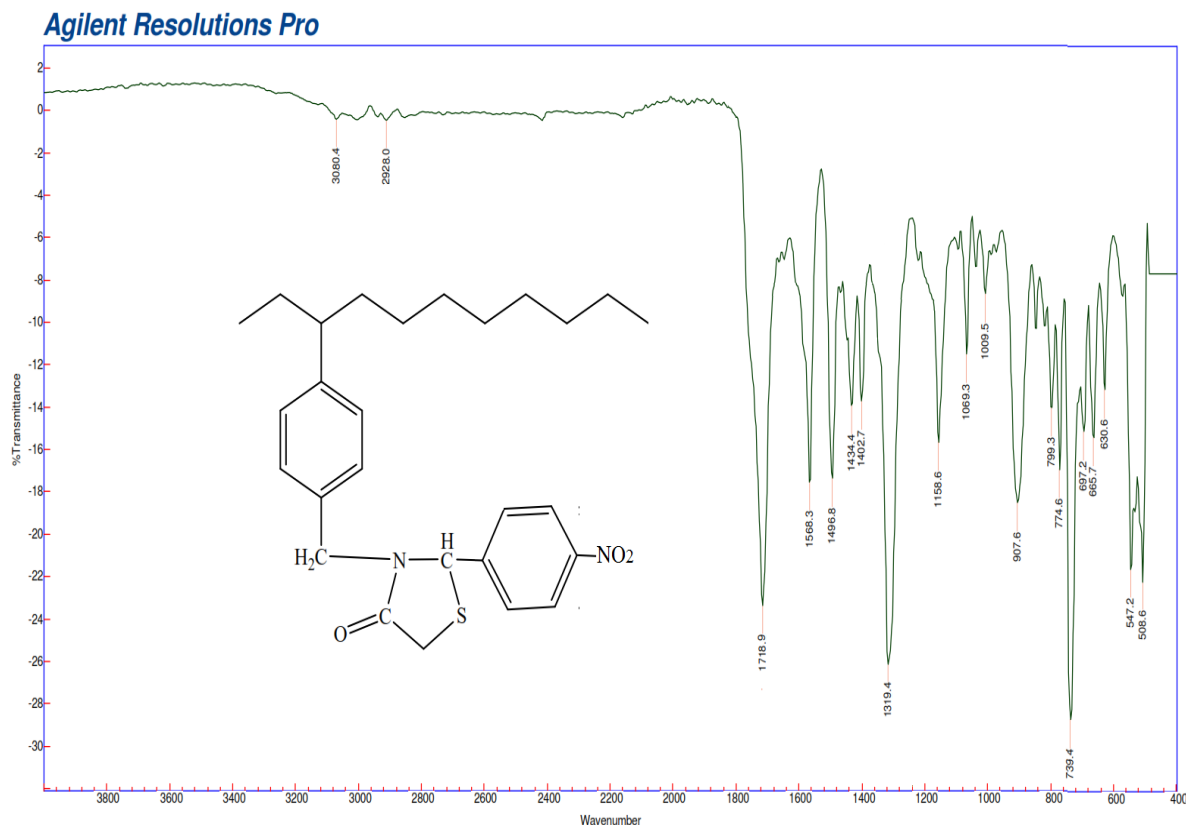


الشكل (5) طيف الأشعة تحت الحمراء IR للمركب [A8]

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4) - (انديكان-3-يل) فنييل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

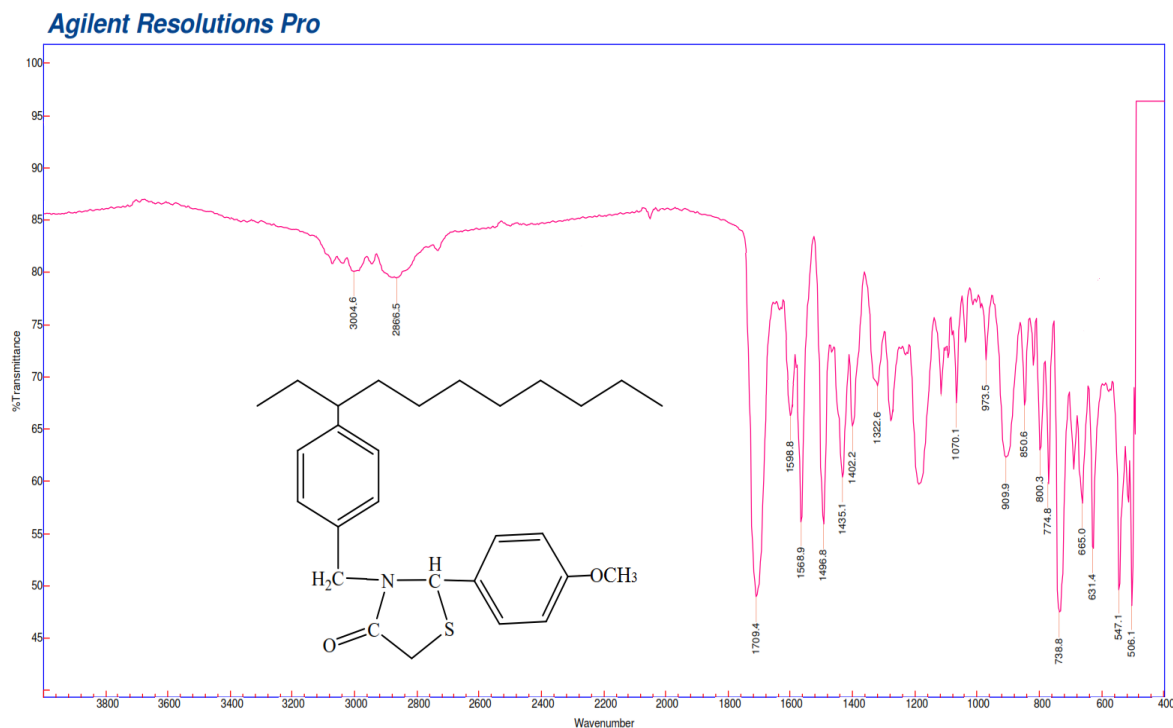


الشكل (6) يمثل طيف الاشعة تحت الحمراء IR للمركب [A11].

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنييل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري



الشكل (7) يمثل طيف الاشعة تحت الحمراء IR للمركب [H12]

مناقشة اطياف الاشعة تحت الحمراء (IR) للمركبات المحضرة من [A14-A19].

اظهرت اطياف الاشعة تحت الحمراء للمركبات من [A14-A19] وقد اظهرت اطياف الاشعة تحت الحمراء حزمة امتصاص للمجاميع عند (3478) سم⁻¹ تعود لمجموعة (OH) و حزمة امتصاص عند (3327) سم⁻¹ تعود الى مجموعة الامين (NH)، و حزمة امتصاص عند المدى (3012-3073) سم⁻¹ تعود الى (Ar-H)، و حزمة امتصاص عند (2919) سم⁻¹ تعود لمجموعة (CH) الاليفاتية و حزمة امتصاص عند المدى (1687-1724) سم⁻¹ تعود لمجموعة (C=O) و حزمة امتصاص عند (1594-1573) سم⁻¹ تعود الى مجموعة الامين (C=C)، و حزمة امتصاص عند (1328-1345) سم⁻¹ تعود الى (C-N). ان الجدول (6) يبين قيم حزم طيف الاشعة تحت الحمراء (IR) والاشكال (8,9).

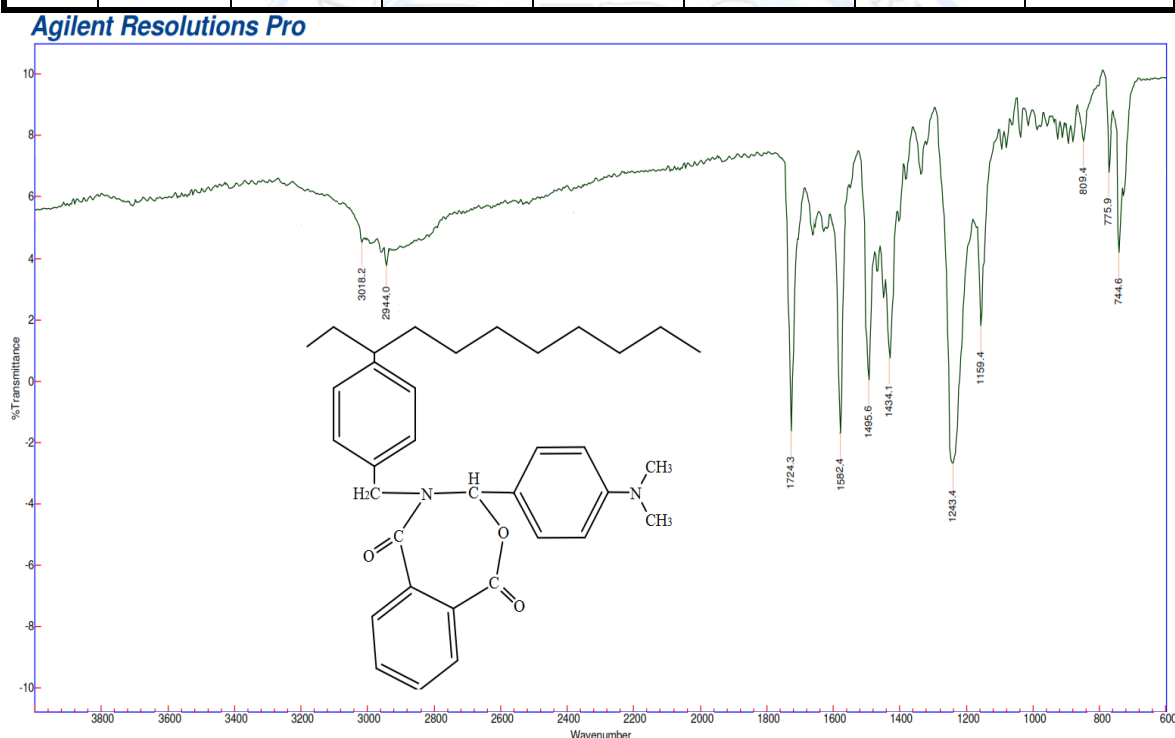
تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنييل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

جدول (6): قيم اطياف الاشعة تحت الحمراء (IR) للمركبات المحضرة [A14-A19]

NO	IR v (cm ⁻¹)						
	OH	N-H	Ar -H	C-H	C=O	C=C	C-N
A14	-----	3327	3014	2965	1706	1573	1345
A15	-----	-----	3018	2944	1724	1582	1334
A16	-----	-----	3039	2984	1687	1594	1339
A17	-----	-----	3012	2976	1721	1573	1328
A18	-----	-----	3045	2977	1713	1579	1342
A19	3478	-----	3073	2919	1722	1578	1339

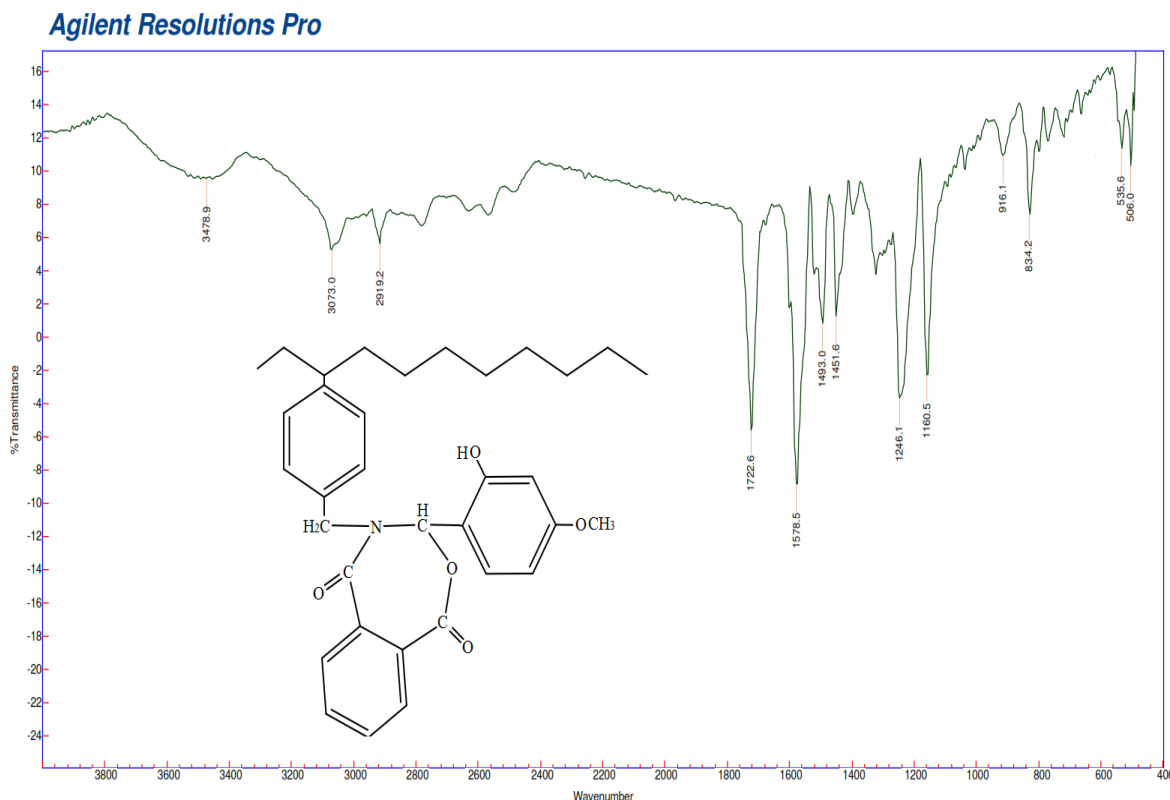


الشكل (8) طيف الاشعة تحت الحمراء IR للمركب [A15]

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنييل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري



الشكل (9) طيف الاشعة تحت الحمراء IR للمركب [A19]

مناقشة اطيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ($^1\text{H-NMR}$) للمركبات المحضرة .

درست أطيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ($^1\text{H-NMR}$) باستخدام (DMSO- d_6) كمذيب وكان القياس بوحدات δ القياسية جزءاً من المليون (ppm). عند تحليل نتائج الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ($^1\text{H-NMR}$) والتي كانت النتائج مطابقة للأدبيات (21).

مناقشة اطيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ($^1\text{H-NMR}$) للمركبات المحضرة [A-A1].

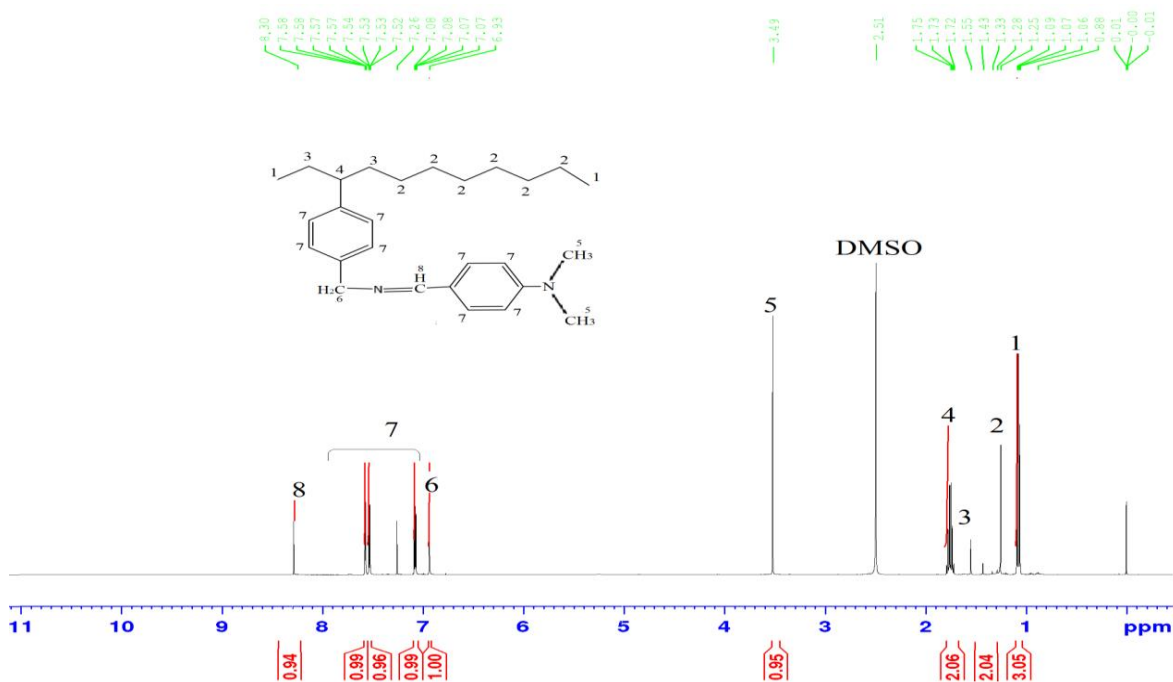
اظهر طيف المركب (A) للرنين النووي المغناطيسي عدد من الاشارات فظهرت اشارة احادية عند الموقع (6.29) جزء من المليون تعود لبروتونات (CH_2) وظهر اشارة متعددة عند الموقع (7.32-7.12) جزء من المليون تعود لبروتونات (Ar-H) يلاحظ الشكل (10) .

اظهر المركب (A1) عدد من الاشارات الرنين النووي المغناطيسي للبروتون فظهرت اشارة احادية عند الموقع (9.55) جزء من المليون تعود لبروتونات (NH_2). وظهر اشارة متعددة عند المدى (7.88-7.01) جزء من المليون تعود لبروتونات (Ar-H) . يلاحظ الشكل (11)

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنييل ميثان امين

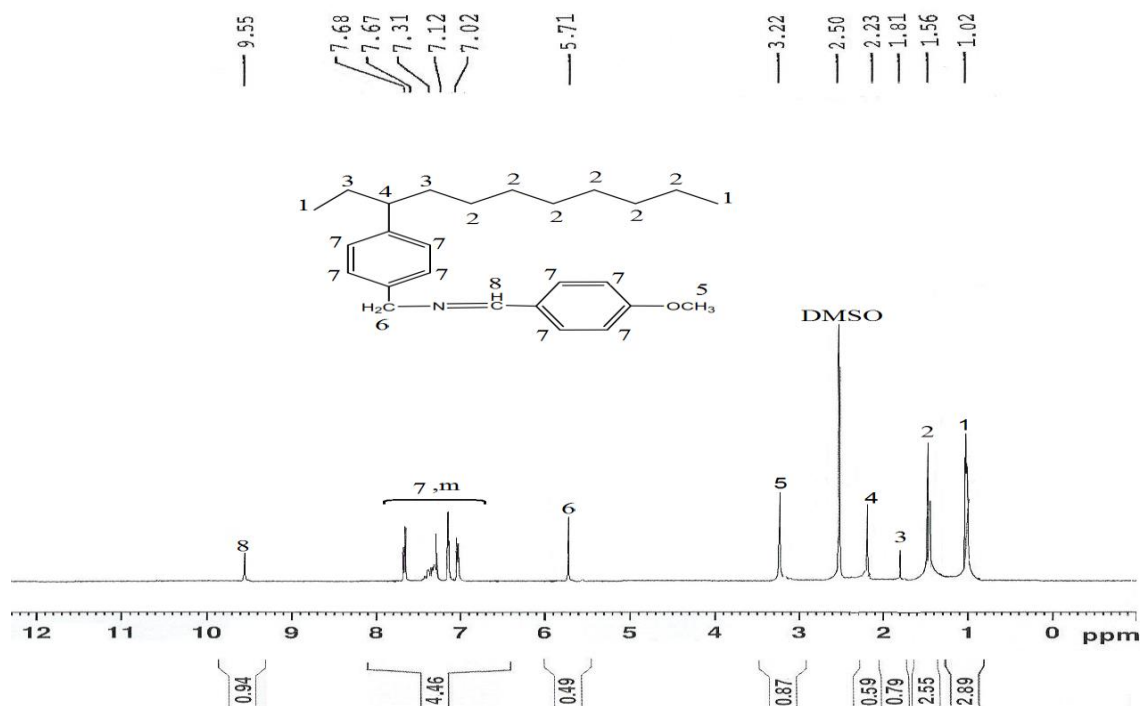
حامد محمد صالح الجبوري



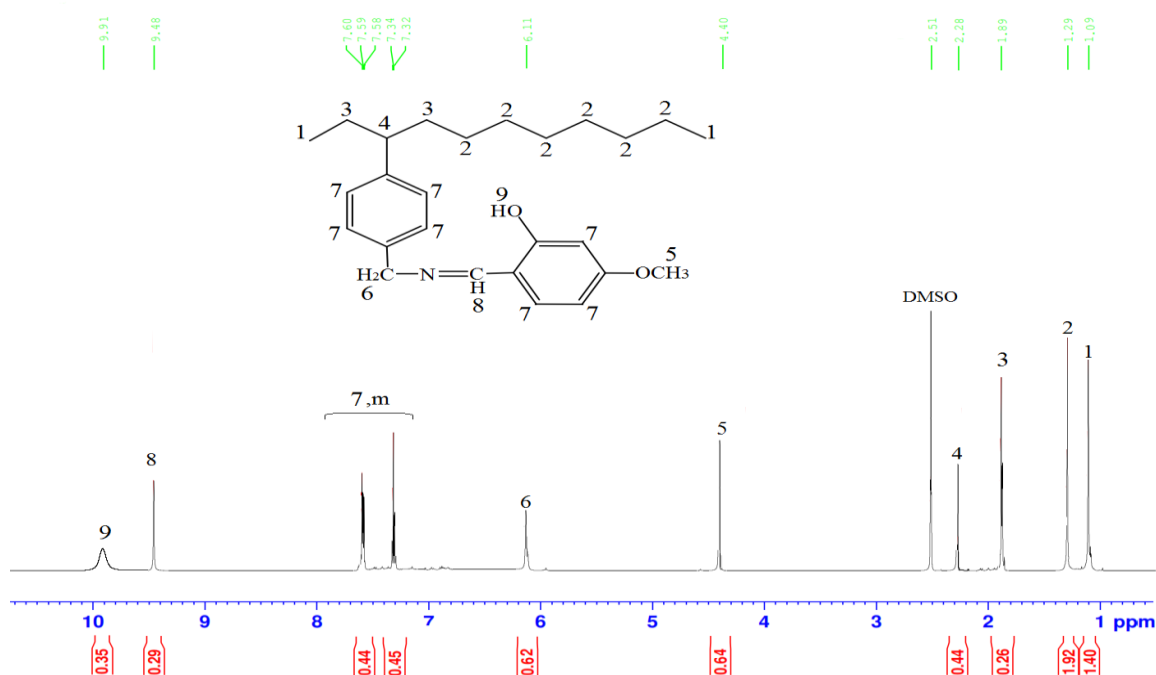
تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنييل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري



الشكل (15) طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون $^1\text{H-NMR}$ للمركب [A6]



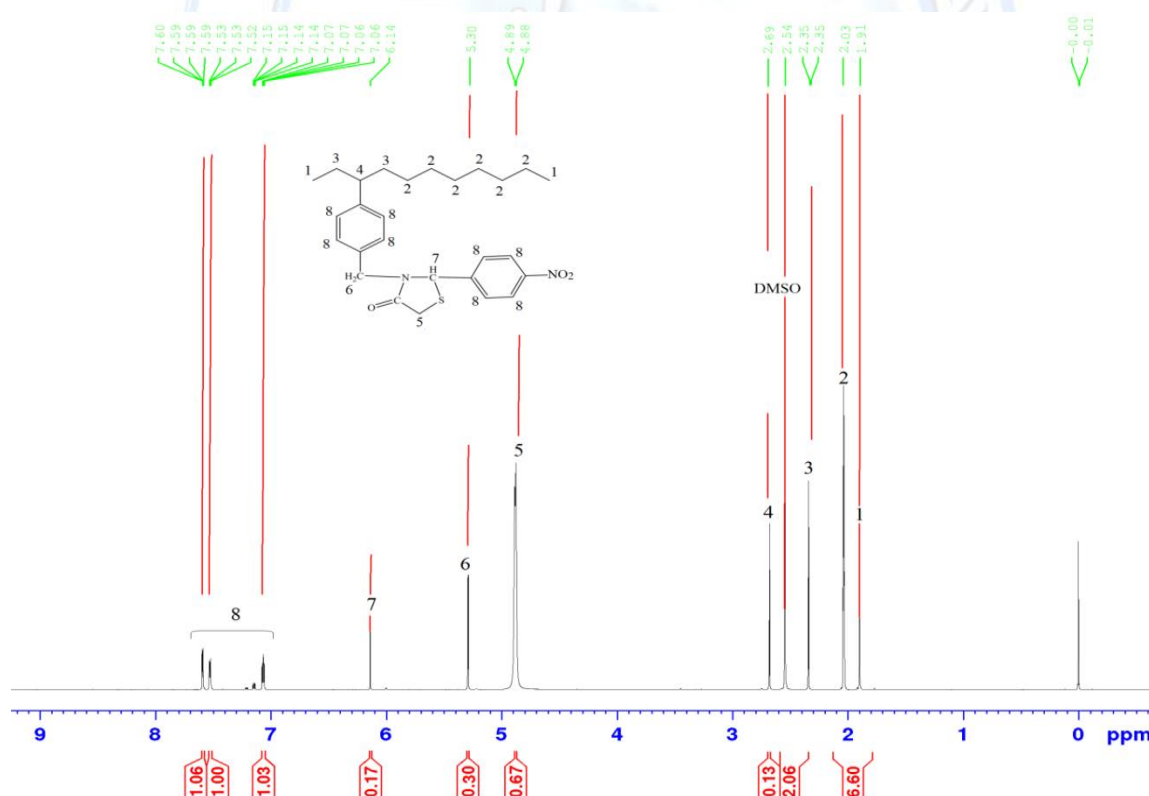
الشكل (16) طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون $^1\text{H-NMR}$ للمركب [A7]

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب 4- (انديكان-3-يل) فنييل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

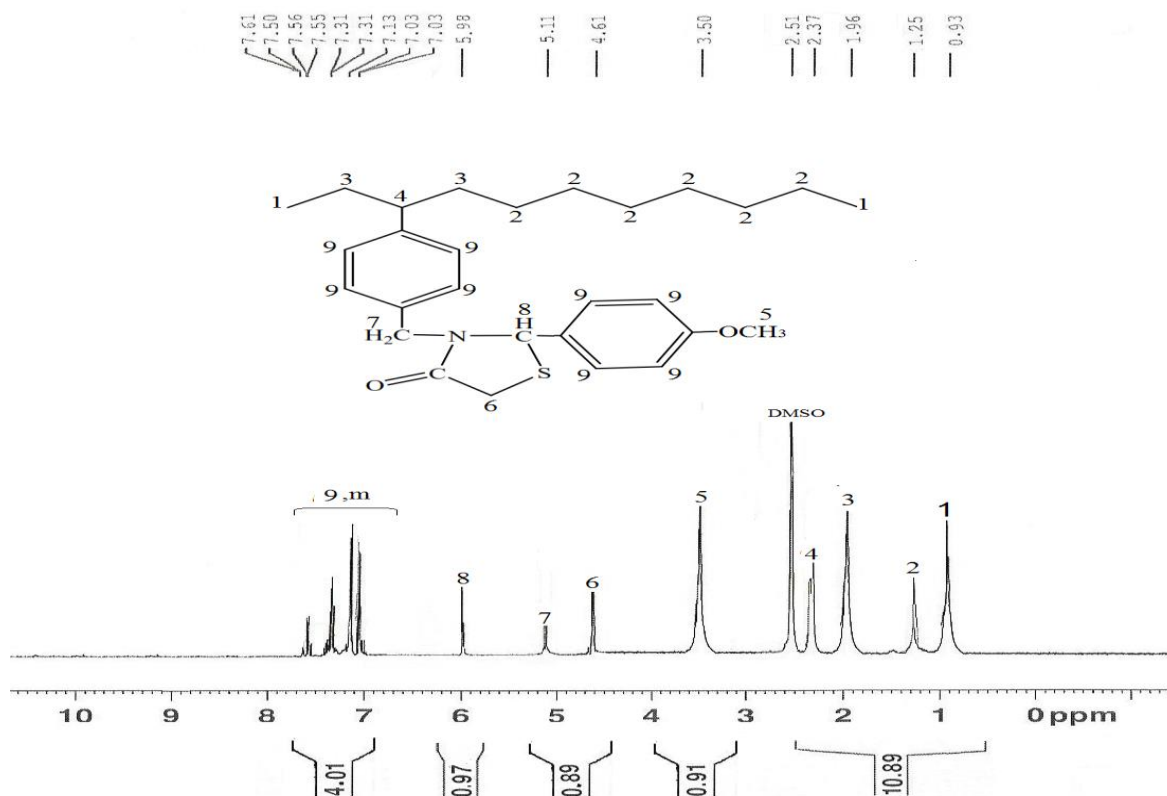
مناقشة اطيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ($^1\text{H-NMR}$) للمركبات المحضرة من [A8-A13]. من خلال نتائج الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ($^1\text{H-NMR}$) والتي كانت مطابقة للأدبيات (21). أظهرت المركبات المحضرة عدد من الاشارات والتي تتراوح عند المدى (0.91-1.91) جزء بالمليون تعود لبروتونات مجموعة المثل (2CH_3)، وظهور اشارة احادية تتراوح عند المدى (1.25-2.03) جزء من المليون تعود لبروتونات (8CH_2) وظهور اشارة احادية عند المدى (1.96-2.35) جزء من المليون تعود لبروتونات مجموعة (2CH_2) وكذلك ظهور اشارة احادية تتراوح عند الموقع (2.37-2.69) جزء من المليون تعود لبروتونات (CH) وظهور اشارة احادية عند المدى (3.50) جزء من المليون تعود لبروتونات (OCH_3) وظهور اشارة احادية تتراوح عند المدى (4.16-4.89) جزء من المليون تعود لبروتونات مجموعة (CH_2) للحلقة الخماسية وظهور اشارة احادية تتراوح عند المدى (5.11-5.30) جزء من المليون تعود لبروتونات مجموعة (CH_2) وظهور اشارة احادية تتراوح عند المدى (5.98-6.14) جزء من المليون تعود لبروتون (CH) للحلقة الخماسية وكذلك ظهور اشارة متعددة عند المدى (7.03-7.61) تعود لبروتونات الحلقات (Ar-CH). يلاحظ الاشكال من (17,18).

الشكل (17) يمثل طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون $^1\text{H-NMR}$ للمركب [A10].

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنييل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري



الشكل (18) يمثل طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون $^1\text{H-NMR}$ للمركب [A12]

مناقشة اطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ($^1\text{H-NMR}$) للمركبات المحضرة من [A14-A19].
عند دراسة نتائج تحليل الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ($^1\text{H-NMR}$) أظهرت المركبات المحضرة عدد من الاشارات والتي تتراوح عند المدى (0.96-1.23) جزء بالمليون تعود لبروتونات مجموعة الميثيل (2CH_3)، وظهور اشارة احادية تتراوح عند المدى (1.46-1.55) جزء من المليون تعود لبروتونات (8CH_2) وظهور اشارة احادية عند المدى (2.09-2.23) جزء من المليون تعود لبروتونات مجموعة (2CH_2) وكذلك ظهور اشارة احادية تتراوح عند الموقع (2.30-2.33) جزء من المليون تعود لبروتونات (CH) وظهور اشارة احادية عند المدى (4.38) جزء من المليون تعود لبروتونات (OCH_3) وظهور اشارة احادية عند المدى (4.39) جزء من المليون تعزى لبروتونات مجموعة (NH_2) وظهور اشارة احادية تتراوح عند المدى (4.57-5.44) جزء من المليون تعود لبروتونات مجموعة (CH_2) وكذلك ظهور اشارة متعددة عند المدى (7.02-7.89) تعود لبروتونات الحلقات الاروماتية (Ar-H)، وظهور اشارة احادية عند المدى (8.11-8.59) جزء من المليون تعود الى بروتون مجموعة (C-H) للحلقة السباعية وظهرت اشارة احادية عند المدى (9.76) جزء من المليون تعود الى مجموعة (OH). يلاحظ الاشكال من (19,20).

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنيل ميثان امين

Chemical structure of compound 1 is shown above the spectrum. The structure is a complex molecule with a central benzene ring substituted with a 4-aminophenyl group, a 4-oxo-4-phenyl-1,3-dioxane-2-carboxamide group, and a 4-oxo-4-phenyl-1,3-dioxane-2-carboxamide group. The spectrum includes integration values below the baseline and chemical shift values above the peaks.

Chemical Shift (ppm)	Integration
8.59	0.29
8.58	0.40
8.57	0.42
8.56	0.45
8.55	0.35
8.54	0.63
8.53	0.34
8.52	
8.51	
8.50	
8.49	
8.48	
8.47	
8.46	
8.45	
8.44	
8.43	
8.42	
8.41	
8.40	
8.39	
8.38	
8.37	
8.36	
8.35	
8.34	
8.33	
8.32	
8.31	
8.30	
8.29	
8.28	
8.27	
8.26	
8.25	
8.24	
8.23	
8.22	
8.21	
8.20	
8.19	
8.18	
8.17	
8.16	
8.15	
8.14	
8.13	
8.12	
8.11	
8.10	
8.09	
8.08	
8.07	
8.06	
8.05	
8.04	
8.03	
8.02	
8.01	
8.00	
7.99	
7.98	
7.97	
7.96	
7.95	
7.94	
7.93	
7.92	
7.91	
7.90	
7.89	
7.88	
7.87	
7.86	
7.85	
7.84	
7.83	
7.82	
7.81	
7.80	
7.79	
7.78	
7.77	
7.76	
7.75	
7.74	
7.73	
7.72	
7.71	
7.70	
7.69	
7.68	
7.67	
7.66	
7.65	
7.64	
7.63	
7.62	
7.61	
7.60	
7.59	
7.58	
7.57	
7.56	
7.55	
7.54	
7.53	
7.52	
7.51	
7.50	
7.49	
7.48	
7.47	
7.46	
7.45	
7.44	
7.43	
7.42	
7.41	
7.40	
7.39	
7.38	
7.37	
7.36	
7.35	
7.34	
7.33	
7.32	
7.31	
7.30	
7.29	
7.28	
7.27	
7.26	
7.25	
7.24	
7.23	
7.22	
7.21	
7.20	
7.19	
7.18	
7.17	
7.16	
7.15	
7.14	
7.13	
7.12	
7.11	
7.10	
7.09	
7.08	
7.07	
7.06	
7.05	
7.04	
7.03	
7.02	
7.01	
7.00	
6.99	
6.98	
6.97	
6.96	
6.95	
6.94	
6.93	
6.92	
6.91	
6.90	
6.89	

Chemical Structure and Proton Assignments:

- 1:** Methyl protons of the long alkyl chain.
- 2:** Methylene protons of the long alkyl chain.
- 3:** Methylene protons adjacent to the amide group.
- 4:** Aromatic protons of the phenyl ring attached to the amide nitrogen.
- 5:** Methoxy protons (OCH_3).
- 6:** Methylene protons adjacent to the amide carbonyl.
- 7:** Aromatic protons of the phenyl ring attached to the amide carbonyl.
- 8:** Protons of the phenyl ring attached to the amide carbonyl.
- 9:** Hydroxyl proton (OH).

^1H NMR Spectrum (DMSO- d_6):

- Chemical Shifts (ppm):** 9.76, 8.11, 7.59, 7.58, 7.55, 7.15, 7.14, 4.57, 4.38, 2.50, 2.23, 1.46, 0.96.
- Integration Values:** 0.35, 6.94, 2.23, 10.65.

P-ISSN: 2222-8373
E-ISSN: 2518-9255

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3- يل) فنيل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

الاستنتاجات

- 1- امكن تحضير المركب (A) الذي استخدم في تحضير المركب الحاوي على مجموعة الامين الطرفية (A₁)
- 2- من المركب (A₁) امكن تحضير عدد من مركبات قواعد شف (A₂-A₇) حيث استخدمت قواعد شف في تحضير عدد من المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية (A₈-A₁₃) والسباعية (A₁₄-A₁₉) .

المصادر

1. Berna ,J.L,etal,(1993). "Growth and Derelopment in LAB Technologies :30 years of Innorqtion and More to Come" World Surfactant Conference , Montreux, Switzerland , September23.
2. Sheckler, J.C. and H.U. Hammershaimb(1995) . " UOP Alkylolation's Technology into the 1st Centure Presenter at the UOP Refining Technology Conferences .
3. A.Shafiee & M.Shekari(1995) , J.Heterocyclic Chem., **32**(4) 1235 .
4. R.M.Pollak & M.Brault(1976) , J.Am.Chem.Soc., 98 , 247
5. Ara'a Ali Hadi AL-Juboori (2005), M.Sc.Thesis, AL-Mustan-Siriya Universty.
6. Nadia Adil Salih , Ph.D(2005). Thesis, AL-Nahrain University .
7. H.Schiff , Ann, 131 (1864) 118 .
8. M.A.Bayomi , M.El-asser & F.A.Abed Halim(1971) , J.Am. Chem. Soc., 39 و 586 . .
9. P.H.Wang , J.G.Keck , E.J.Lien & M.M.Lai(1999) , J.Med. Chem., 33 , 608 .
10. M.H. Palmer(1967), "The Structure & Reactions of Heterocyclic Compounds", Ed. by E.Arnold , Academic press., Inc., London ,134 .
11. M. Abhinit, M. Ghodke and N. A. Pratima(2009), Int. J. of Pharmacy and Pharmaceutical Sci. 1, 47-64 .
12. ليو . أ . باكت، "(1967) مبادئ كيمياء الحلقات غير المتجانسة الحديثة " ، ترجمة فهد علي حسين ، هادي كاظم عوض ، صبحي صالح العزاوي ، مطابع التعليم العالي ،

تحضير وتشخيص بعض المركبات الحلقية غير المتجانسة الخماسية والسباعية والمشتقة

من المركب (4- (انديكان-3-يل) فنيل ميثان امين

حامد محمد صالح الجبوري

13. M. Sugumaran, S. Sethuvani and M. Poornima(2012),, Res.J. Pharm.Bio and Chem.Sci., 625-631.
14. D. Pareek, M. Chaudhary(2011), P. K. Pareek, R. Kant, K. G. Ojha, R. Pareek and A. Pareek, Der Pharmacia Sinica. 2(1) 170-181.
15. D. Patel. P. Kumari1 and N. Patel(2010),, J. Chem. Pharm. Res. , 2(5) , 84-91.
16. S. Malik, P. K. Upadhyaya and S. Miglani, Int(2011). J. of Pharm. Tech. Res. 3(1) 62.
17. R. M. Silverstein(1981), G.C. Bassler and T.C Morrill. "Spectrometric Identification of Organic Compounds" 4th Ed., John Wiley and Sons, Inc., New York
18. F.O. Al-Zamely(1996) , M.Sc. Thesis, Baghdad University .
19. A. Ann and S.Karakash(2008), Indian J. of org. Chm. Vol. 6, No. 10.
20. R. M. Silverstein(1981), G.C. Bassler and T.C Morrill. "Spectrometric Identification of Organic Compounds" 4th Ed., John Wiley and Sons, Inc., New York .
21. L.H.Cao,C.F.Wang and D.Z.Wang,(2008),J.Chin.Chem.Soc.,73(2),131-138.