

الفصل الأول

المقدمة

INTRODUCTION

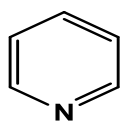
Introduction

1- المقدمة :

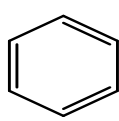
Heterocyclic compounds

1.1- المركبات الحلقية غير المتجانسة

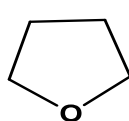
تعرف المركبات الحلقية غير المتجانسة بانها مركبات عضوية حلقية تحتوي في تركيبها على نوعين مختلفين أو اكثر من الذرات في الحلقة نفسها و اغلب هذه المركبات تحتوي على ذرات كاربون بنسبة عالية يليها النتروجين أو الاكسجين أو الكبريت [3-1] و تعتبر هذه المركبات واسعة الانتشار في الطبيعة و هي ضرورية للحياة فهي تدخل في تركيب معظم خلايا الكائنات الحية مثلا: مركبات الكلوروفيل في النباتات و كذلك الهيموغلوبين الذي يحتوي أربع حلقات من البيرول ^[4] Pyrrol . كما تظهر في صور متعددة مثل السكريات و مشتقاتها و كذلك الفيتامينات مثل: فيتامين (C) الذي يحتوي حلقة خماسية وهي حلقة الفيوران Furane و فيتامين B6 الذي يحتوي على جزيئة Pyridoxine ^[5] و المضادات الحيوية مثل البنسلين و العديد من المواد الطبية وفي صناعه الأصباغ غيرها من المواد الموجودة في الطبيعة ^[6, 7] كذلك تدخل المركبات الحلقية غير المتجانسة في تركيب الاحماض النووية DNA و RNA المسؤولة عن نقل الصفات الوراثية في جسم الكائن الحي ^[8] . توجد عدة طرائق لتصنيف المركبات الحلقية غير المتجانسة منها بحسب حجم الحلقة و تقسم الى ثلاثية و رباعية و خماسية و سداسية و سباعية و ايضا يمكن تصنيفها اعتمادا على التركيب الجزيئي الى مركبات حلقية غير متجانسة اروماتية مثل البريديين 1 Pyridine حيث يسلك سلوك البنزين 2 Benzene و مركبات حلقية غير متجانسة اليافانية مثل: نتراهدروفيوران 3 THF الذي له خواص الايثر 4 Diethylether ^[9]



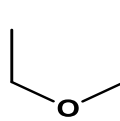
1



2



3



4

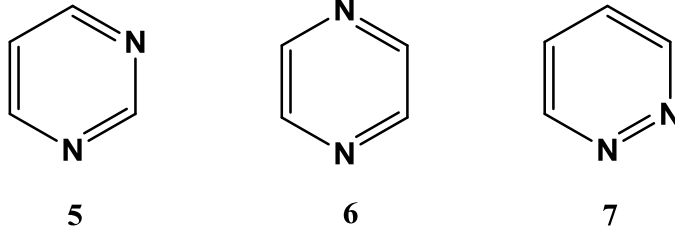
شكل ١- تركيب جزيئات (البريديين ، البنزين ، نتراهدروفيوران ، داي اثيل ايثر)

Pyrimidines

2.1 - البريميدينات

البريميدين 5 وايزمراتة Pyrazine 6 و Pyridazine 7 هو مركب حلقي غير متجانس

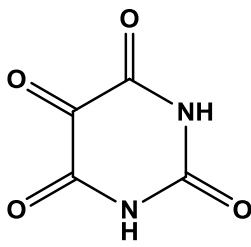
سداسي الحلقة اروماتي يشبه البنزين او البريدين ، يمتلك ذرتي نتروجين في الموقع (1 و 3) [12-10].



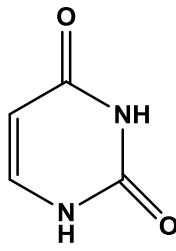
الشكل - 2 - يمثل تركيب جزيئه البريميدين و ايزومراتها

يعتبر البريميدين قاعدة ضعيفة مقارنة مع البريدين و الازيميذول أو الاميدينز [13]. اول مشتق للبريميدين هو 8 Alloxan عزل عام 1818 بواسطة Brugnatelli عن طريق اكسده حامض اليوريك مع حامض النتريك و يعتبر كل من 9 Uracil و 10 Thymine و 11 Cytosine مشتقات برييميدينيه [14]. كما تعتبر البريميدينات مكوناً رئيسياً للاحماض النووية بالاضافة الى ان البريميدينات تدخل في تركيب الفيتامينات فعلى سبيل المثال فيتامين B1 او ما يسمى بـ

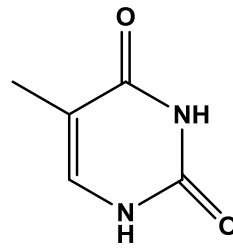
Thiamin 12 و Riboflavin 13 فيتامين B₂ و Folic acid 14 حيث تشكل نواه البريميدين الجزء الأكبر من بعض الجزيئات الحيوية [15]. و كذلك فان مشتقات البريميدين تدخل في صناعة بعض الادوية المستخدمة في علاج العديد من الحالات منها : مضادات الالتهابات ، و مضادات الفيروسات ، و مضادات مرض نقص المناعة المكتسبة (HIV) ومسكن للآلام ، و مضادات الميكروبات ، و مضادات السل ، و مضادات الورم ، و مضادات الملاريا ، و كمدرر و علاج أمراض القلب الأوعية الدموية و كذلك مهدئ للنظام العصبي [16-18].



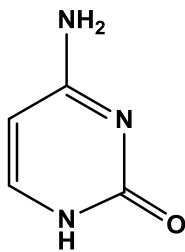
Alloxan 8



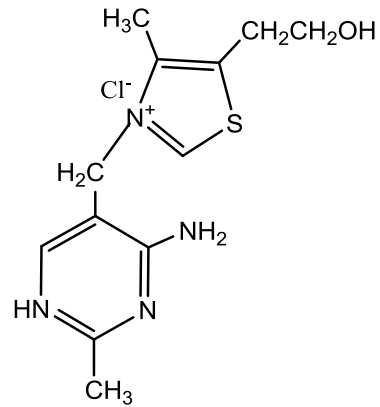
Uracil 9



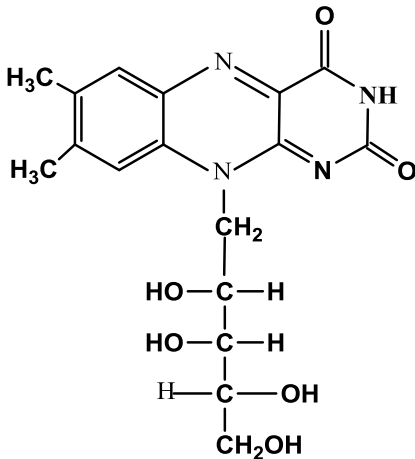
Thymine 10



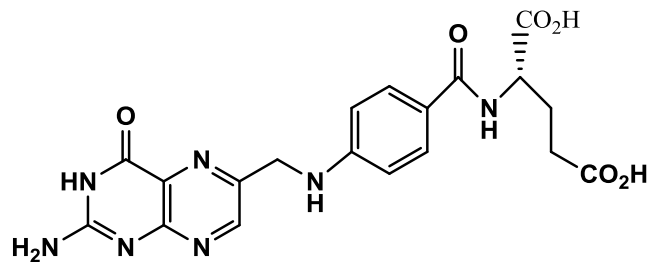
Cytosine 11



Thiamine 12



Riboflavin 13



Folic acid 14

الشكل 3- يمثل تركيب جزيئات

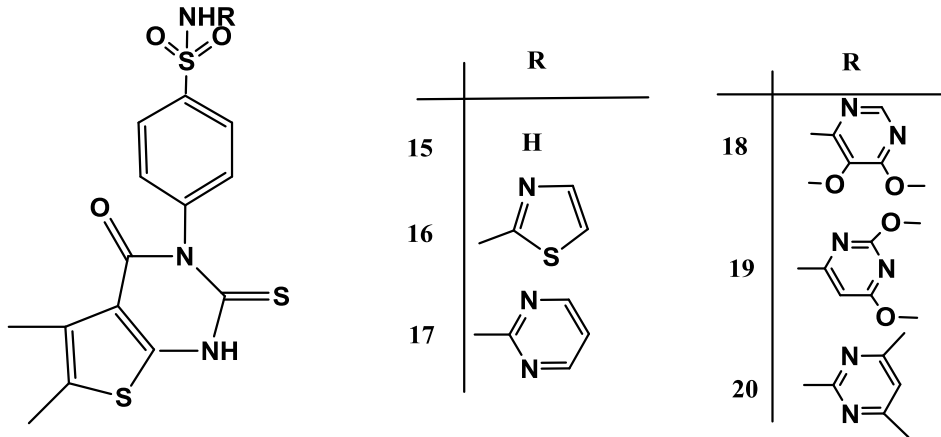
(الا لوكسان ، يوراسيل ، الثايمين ، السايكوسين ، الثيامين ، حامض الفوليك)

3.1- الأهمية البيولوجية لمشتقات البريميدينات .

Biological importance of pyrimidine derivatives .

(1.3.1) مشتقات البريميدين الداخلة في علاج امراض السرطان : Anti – Cancer

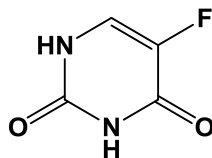
ان مرض السرطان واحد من اكثر الامراض التي تهدد حياة البشر إذ ان حوالي ٧ مليون شخص سنويا حول العالم يفارق الحياة نتيجة لهذا المرض ومن المؤكد ان اكثر الدراسات التي اجريت لحد الآن حول علاج مرض السرطان لم تجد الحل المناسب لوقف انتشار هذا المرض إذ ان لا الاشعاع و لا الجراحة يمكن ان تسيطر على مرض السرطان .^[19] وقد انصبت الجهود في العقد الماضي على العلاج التقليدي الكيميائي في محاولة للقضاء على هذا المرض و لكن هذا النوع من العلاج لا يميز بين الخلايا الطبيعية و خلايا الورم مما يؤدي الى اثار جانبية عديدة .^[20] قام Ghorab و جماعته^[21] بتحضير سلسلة جديدة من المشتقات Thieno[2,3-d] pyrimidine لعلاج امراض سرطان الثدي .



الشكل -4- يمثل بعض مشتقات Thieno[2,3-d] pyrimidine

كذلك يعتبر المشتق 21 Fluorouracil و الذي يعرف بـ Trimazine أو Fluoroplex علاج

فعال للسرطان [22] .



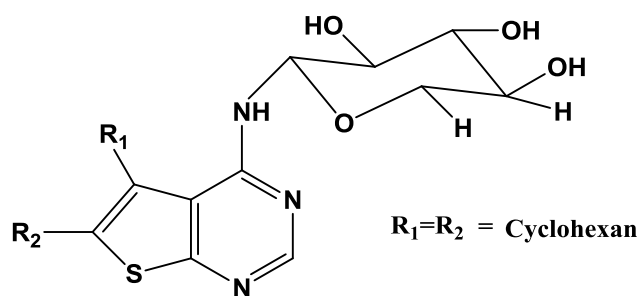
21

كما قام الباحث Verma و جماعته [23] بتحضير مشتقات

N-(Sugar pyranosyl) Thienopyrimidine 4-amine و منها المشتق 22

N-(Xylopyranosyl)5,6,7,8-tetrahydrobenzothieno(2,3-d)pyrimidine 4-amine

وقد ثبتت فعاليته ضد السرطان.



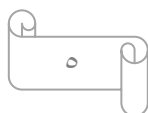
22

(2.3.1) - مشتقات البريميدين الداخلة في علاج مرض الايدز Anti - HIV

قام العالم Fujiwara و جماعته [25,24] بدراسة واسعة حول مركبات

Piperidinyl Pyrimidined و قد وجد ان لها فعالية ضد مرض HIV-1 LTR

(Human Immunodeficiency Virus type 1 Long Terminal Repeat)



(الايـدز) لكونه يكبح مباشرةً فعالية HIV-1 وبصورة غير مباشر يكبح انتاج

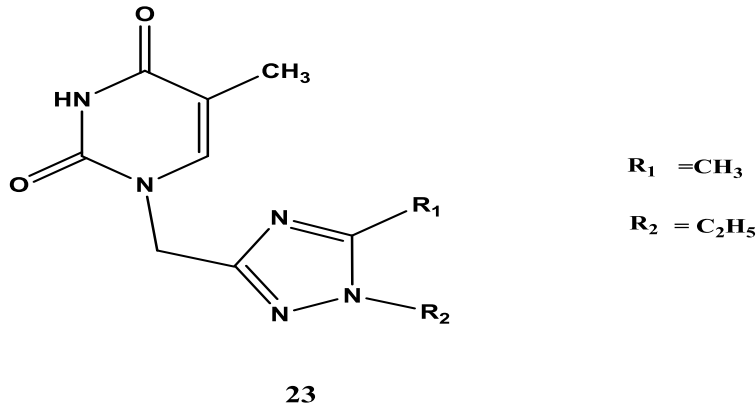
Tumor necrosis factor- α (TNF- α) حيث تعتبر مشتقات البريميدين من بين اكثر

الأدوية المتاحة لعلاج مرض الايدز .

قام Al-Soud^[26] بتحضير مشتقات متنوعة التعويض 23 1,2,4-Triazolo Thymidines

بوصفها مركبات غير نيكلوسيدية مثبّطة للإنزيم المعاكس Reverse transcriptase (RT)

وقد اثبت فعاليتها ضد (HIV-1)



الشكل -5- يمثل مشتقات بريميدينية لعلاج مرض الايدز

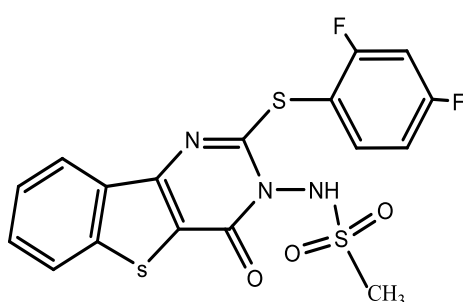
(3.3.1) مشتقات البريميدين المضادة للالتهابات و الفطريات

Anti-inflammatory and Fungi

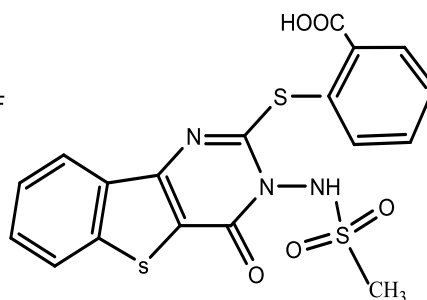
حضر Barone و جماعته^[27] سلسلة من المركبات منها المركبين 24 , 25 و هي مشتقات

لـ (Benzothieno[3,2-d]pyrimidine-4-one sulphonamide thio) الهدف منها القضاء

على الالتهابات .



24



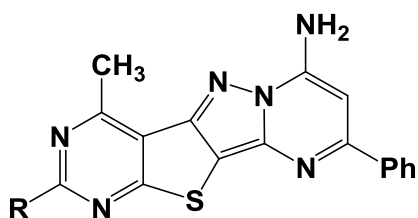
25

الشكل- 6- يمثل مشتقات Benzothieno[3,2-d]pyrimidine-4-one sulphonamide thio

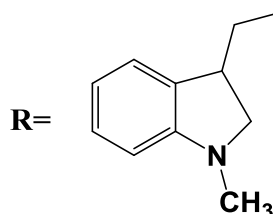
كما قام Fayed و جماعته^[28] بتخليق بعض مشتقات

Pyrimidopyrazolo Thienopyrimidine و قام بإختبار فعاليتها كمضادات للإلتهابات و منها

المشتق 26



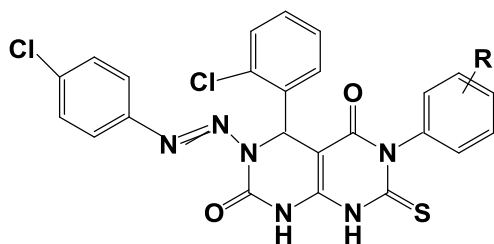
26



اثبتت بعض الدراسات ان المركبات المحتوية على نواة بيريميدين مرتبطة مع نواة
بيريميدين اخرى تكون مثبطاً جيداً للميكروبات والفطريات كما في مشتقات^[29] المركب .

3-(2-(4-Chlorophenyl)diazenyl)-4-(2-chlorophenyl)-3,4,7,8-tetrahydro-7-

thioxo-6-p-tolylpyrimido [4,5-d] pyrimidine-2,5(1H,6H)- dione 27



R=Alkyl group

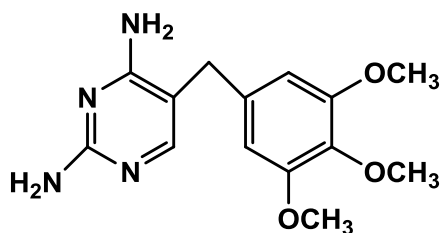
27

الشكل -7- يمثل المشتق 27

ومن بين الأدوية المحتوية على حلقة بريميدين هو الميثوبريم ^[30] (Methoprim)

28 Pyrimidine 2,4-diamine (5-(2,3,4-trimethoxybenzyl)-2,4-diamine) المستخدم في

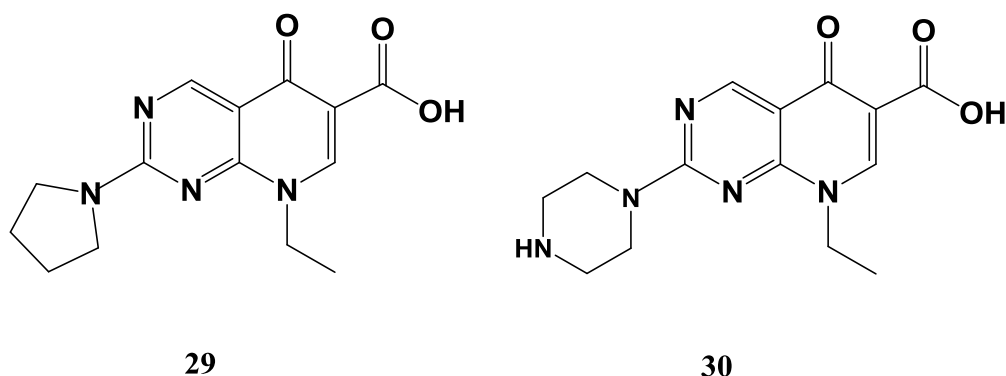
علاج العديد من الالتهابات البكتيرية ومنها مرض ذات الرئة و كذلك في علاج التهاب المجاري البولية حيث يكون مع السلفاميثوكسازول (Sulfamethoxazole) ليعطي المزيج الدوائي هو (Co-Trimoxazole) .



28

الشكل -8- يمثل جزيئة الميثوبريم

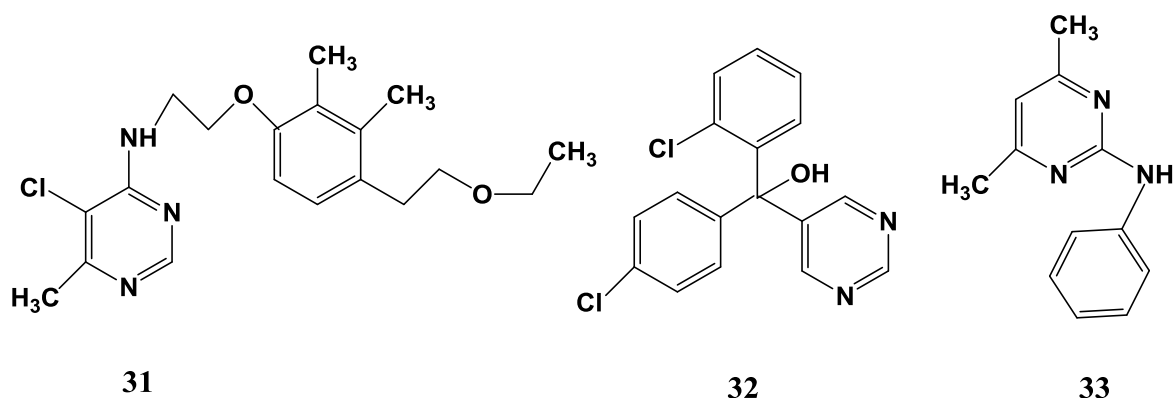
كما ان الحامضين Piromidic 29 و Pipemidic 30 الذي يحتوي كل منهما على حلقة بريمدين تعتبر من المضادات الحيوية الفعالة ضد البكتريا و الالتهابات وهما ينتميان الى الكينولونات و يستخدمان في علاج التهابات التي تصيب الجهاز البولي [31]



الشكل -9- يمثل تركيب حامض Piromidic و Pipemidic

كما يوجد للبيريميديينات استعمالات اخرى مهمة بالإضافة لكونها تدخل في صناعة الأدوية كدخولها في صناعة المبيدات الحشرية [32] . و مثال على ذلك المركبات Pyrimidifen 31,

Pyrimethanil 33 , Fenarmol 32

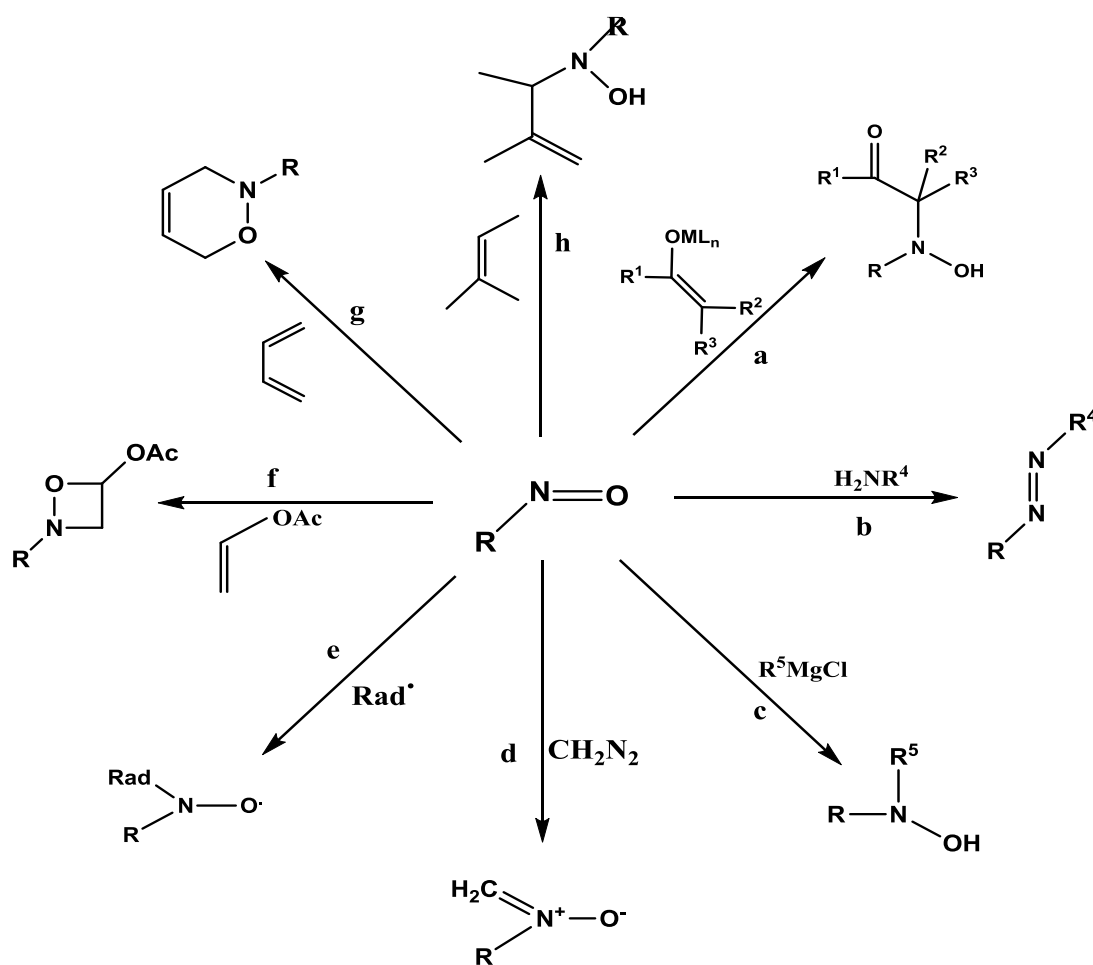


الشكل - 10 - يمثل تركيب بريميديفين و فينارمول و بريميثانيل

Nitroso Compounds

4.1 - مركبات النتروزو

تعتبر مجموعة النتروزو مجموعة وظيفية فعالة في الكيمياء العضوية وصيغتها الكيميائية هي (NO) حيث تدخل في تفاعلات عدة فعلى سبيل المثال وكما موضح في المخطط رقم (1) يمثل مسار a تفاعل الإضافة للنتروزو مع الاينوليت اما مسار b فيمثل تفاعله مع الامين و مسار c تفاعله مع كواشف كرينارد و و مسار d تفاعله مع ثنائي ازوميثان و مسار e حيث يدخل تفاعلات جذور حرة و مسار f يدخل تفاعل [2+2] و مسار g يمثل تفاعل [2+4] و مسار h يمثل تفاعل الإضافة الحلقية و كذلك تفاعل ene ^[33].

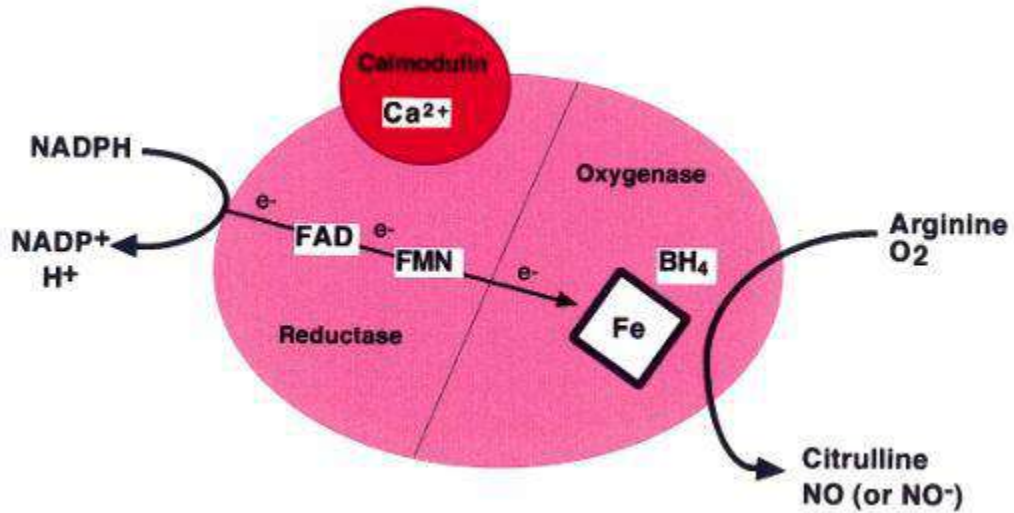


مخطط -1- يمثل تفاعلات مجموعة النتروزو

لمجموعة النتروزو صفتين متميزتين هما (لها فعالية عالية كالكتروفيل و يرجع ذلك لوجود الأصرة القطبية اوكسجين نتروجين ، و كما تتميز بقدرتها على الديمرة) [34].

و لأكثر من عقد من الزمن أثارت إهتمام العلماء لما لها من أهمية بايولوجية و دوائية قصوى فهذه المركبات تدخل في العديد من الأدوية منها الادوية الموسعة للأوعية الدموية Nitrovasodilator وهذه الادوية تكبح التكوين الداخلي المفرط لـ (NO) [36,35].

ان النتروزو يتكون داخليا بواسطة انزيم (Nitric oxide synthase (NOS) الذي يحول L-Arginine الى L-Citrulline و NO [40-37]. كما هو موضح في المخطط [41] رقم (2) .



المخطط -2- مسار انتاج NO بواسطة انزيم NOS

كما ان لهذه المركبات أهمية في علم الأعصاب و علم وظائف الأعضاء و علم المناعة [42].

يعتبر المركب 34 :

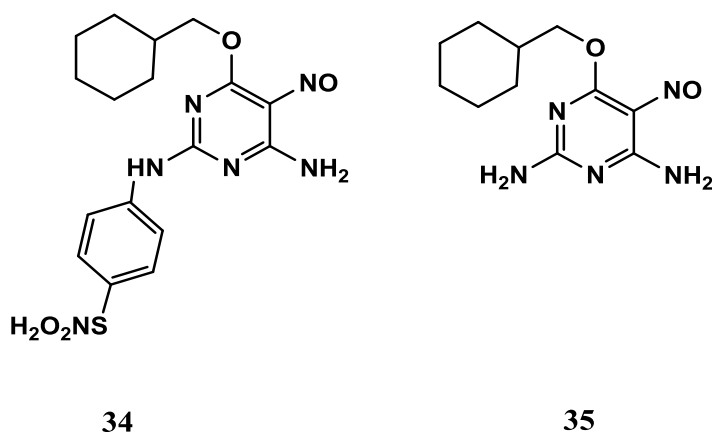
6-(Cyclohexylmethoxy)-N2-methyl-5-nitrosopyrimidine-2,4-diamine

benzenesulfonimidate

و المركب 35 (Cyclohexylmethoxy)-5-nitrosopyrimidine-2,4-diamine

من مشتقات النتروزوبريميدين التي لها فعالية بايولوجية حيث يستخدمان لتنشيط فعالية انزيم

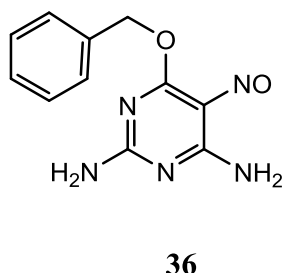
(Cyclin-dependent kinase) CDKs [43]



الشكل - 11 - يمثل تركيب مشتقات النتروزوبريميدين المثبطة للـ CDK

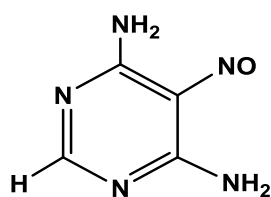
وكذلك يعتبر المركب 36 6-(Benzyloxy)-5-nitrosopyrimidine-2,4-diamine [44] مثبط

لانزيم DNA-repair protein O(6)-alkylguanine-DNAalkyltransferase(AGT)



حضر المسعودي و جماعته [45] سلسله من 5-Nitrosopyrimidine لها فعالية ضد HIV-1

إذ اظهر المركب 37 فعالية جيدة مقارنة بغيره من المركبات حيث يكبح HIV-1 و HIV-2



37

الشكل - 12 - يمثل تركيب 5-Nitrosopyrimidine-4,6-diamine

تقسم مركبات النتروزو على اربعة أقسام تعتمد على ارتباط مجموعة NO بالمركب [47 , 46]

و هي :

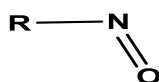
C-Nitroso Compounds

(1.4.1) مركبات النتروزو - كاربون

مركبات نتروزو- كاربون اما مركبات اليفاتية او اروماتية حيث تكون مجموعة النتروزو

(-N=O) اما متصلة مباشرة بالكاربون الاليفاتي او الاروماتي او قد تكون مجموعة النتروزو متصلة

بالكاربون الاولي او الثانوي [48] .

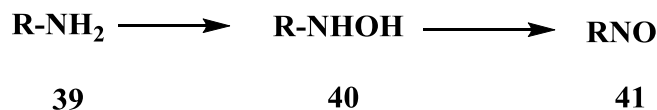


38

شكل - 13 - يبين التركيب العام لمركبات نتروزو- كاربون

هناك عدة طرق لتخليق مركبات نتروزو- كاربون منها :

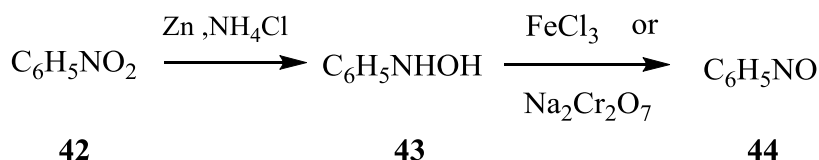
1.1.4.1) اكسدة الامينات و الهيدروكسيل امين المعوض بحامض البيروكسيد :



R= Alkyl or Aryl group

معادله - 1- يبين تفاعل تكوين مركبات نتروزو-كاربون

في بعض الحالات هيدروكسيل أمين المعوض ينتج من إختزال مركبات النترو [46] و التي يتم اكسبتها الى مركبات نتروزو. وتحضر مركبات نتروزو- كاربون الاروماتية بواسطة اكسدة الهيدروكسيل امين باستخدام FeCl_3 او $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ في حامض الكبريتيك كما في المعادلة ، وهذه الطريقة تستخدم بشكل واسع في التخليق المختبري لمركبات النتروزو الاروماتية [49,50].

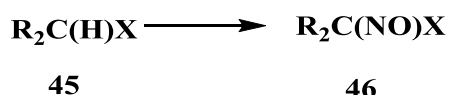


معادله -2- بين تكوين نتروزو بنزين من النتروبنزين

2.1.4.1) الاستبدال المباشر لاواصر C-H بمجموعة النتروزو :

يمكن ان تتفاعل عوامل النتزة و منها حامض النتروزو مع اواصر C-H المرتبطة مع مجاميع

ساحبه للالكترونات مثل NO_2 ، CN - حيث تنظم ذره الكاربون ليتم نترزتها



ان نترزة الكيتونات تحدث غالبا بنفس الطريقة . و ان هذه النترزة كثيرا ما تنتج

R⁻CH=NOH Oxime Tautomers كنواتج نهائية في حال حدوث النترزة على مجموعة المثل

او المثلين .

نترزو - كاربون الاروماتية فيمكن ان يتحقق بالطريقة بنفسها وذلك اما باستخدام حامض النترزو

او NO⁺ او اكاسيد نيتروجينية اخرى . [51,47,46]

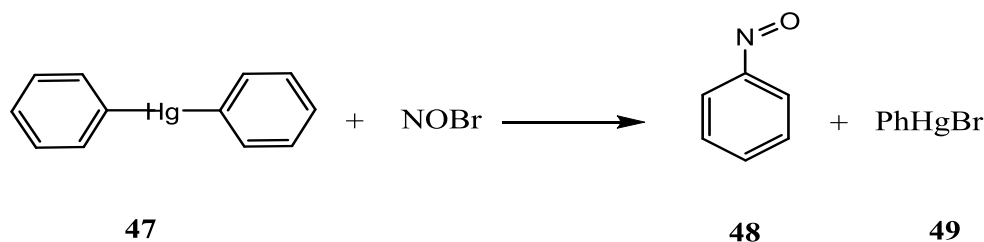
3.1.4.1 تفاعل الكواشف الفلزية العضوية مع عوامل النترزه :

ان تحضير نترزو بنزين مع الكواشف المعدنية يمكن ان يستخدم للحصول على مشتقات

النترزو كما موضح في المعادلة ، فان تفاعل نتروسيل برومايد مع ثنائي فنييل الزئبق ينتج عنه نترزو

بنزين كذلك يمكن استخدام كواشف فلزية عضوية اخرى تتضمن الليثيوم و القصدير و الثاليوم .

[53,52]

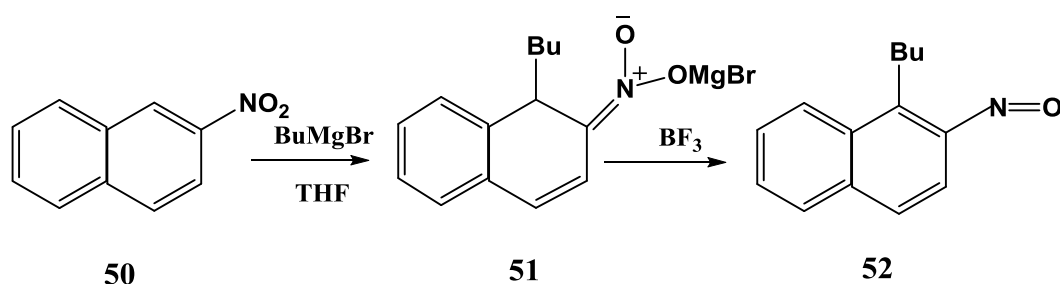


معادله -3- يبين تفاعل تكوين نترزو بنزين

كذلك و يمكن تحضير 1- بيوتيل - 2- نترزو نفتالين وذلك عن طريق الاضافة النيوكليوفيلية

للبروميد بيوتيل المغنسيوم الى 2- نترونفتالين الذي يعطي المركب الوسيطى Nitronate و بوجود

ثلاثي فلورو بورون يعطي ناتجاً جيداً [54]

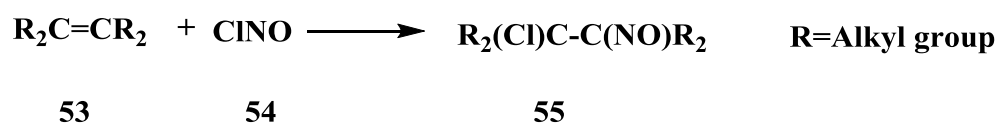


معادله - 4 - يمثل تكوين 1-بيوتيل - 2-نتروزو نفتالين

4.1.4.1 الإضافة الالكتروفيلية لهاليدات النتروسيل:

أدّ تحضر مركبات النتروزو باضافة مركبات XNO عبر الأصرة المزدوجة كاربون-كاربون

وتبين المعادلة مثال لهذا النوع من التفاعل [55].



معادله - 5 - بين التفاعل العام لنترزة الأصرة المزدوجة

N-Nitroso compounds

(2.4.1) مركبات النتروزو - نتروجين

هي المركبات التي تتكون من تفاعل المركبات العضوية التي تحتوي على النتروجين مثل:

(الامينات ، الاميدات ، اليوريا ، كواندين ، يوريثان) مع عوامل النترزة : مثل اوكسيد النتروجين هذه

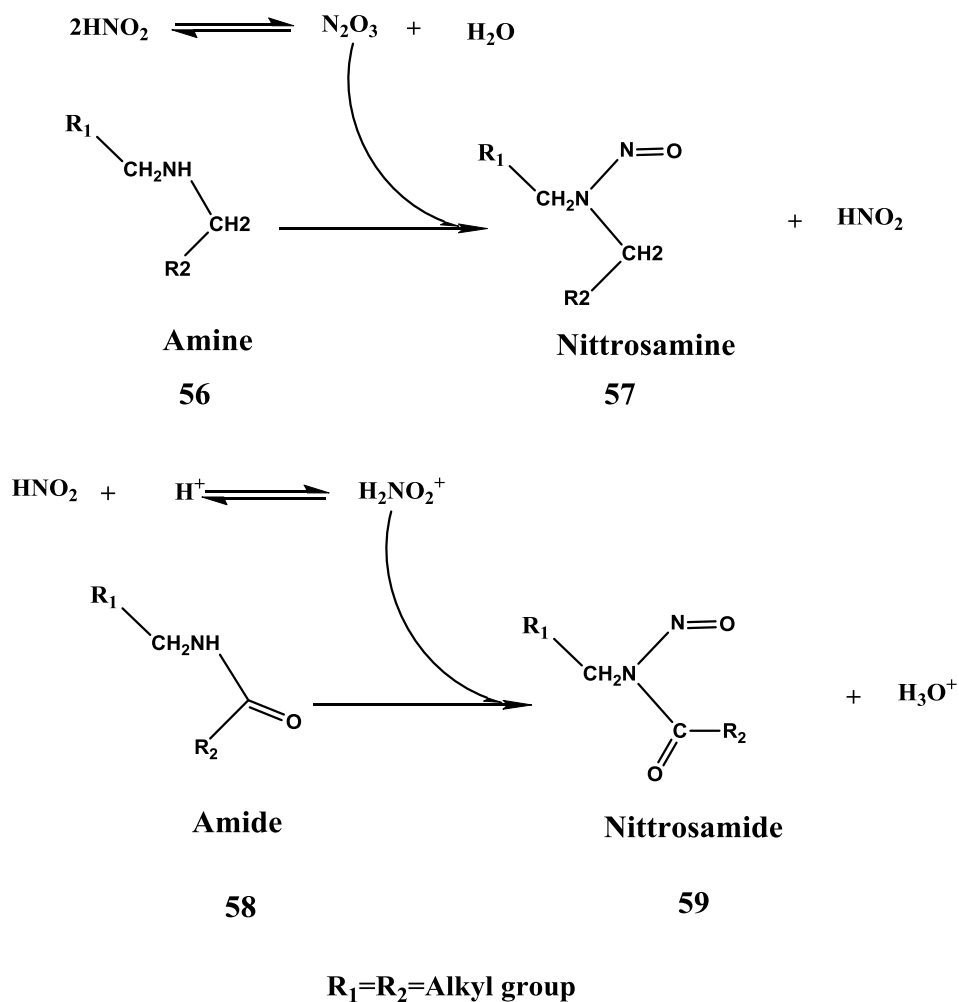
المركبات تنقسم الى صنفين : Nitrosamines نتروزوامين و Nitrosamide نتروزو اميد [56-59].

يعتبر النتروزو امين هو الاكثر استقرارا و يتكون من تفاعل الامين الثانوي مع حامض النتروزو اما

الصنف الثاني ، فهو النتروزو اميد فانه يحتوي مجموعة كاربونيل مرتبطة بذره نتروجين المحتوية

مجموعة NO و يكون اقل استقرارية من نتروز امين لكونه يحتوي على (CO, NNO) ذات السالبة

الكهربائية العالية [62,61] . كما في المخطط 6 [64-62] .

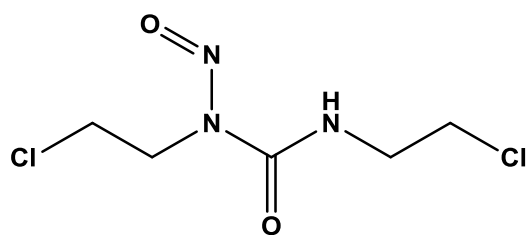


مخطط - 3- يمثل تفاعل تكوين نتروزو امين و نتروزواميد

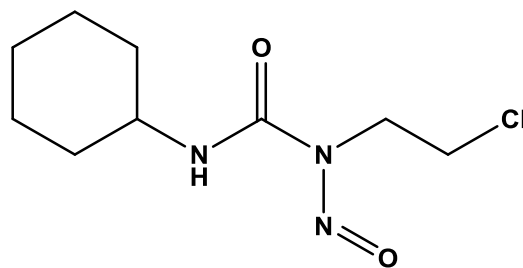
تعتبر مشتقات نتروزو يوريا و هي 60 (bischloroethyl-nitrosourea BCNU)

و 61 (1-chloroethyl-3-cyclohexyl-1-nitrosourea) CCNU والتي استخدمت لفترة

طويلة كمضاد السرطان [65] .



60



61

الشكل -14- يبين تركيب المشتقات 60 و 61

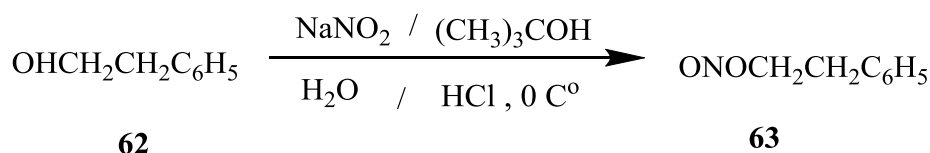
O-Nitroso Compounds

(3.4.1) مركبات النتروزو -اوكسجين

يحضر هذا النوع من المركبات من خلال نترزة الكحولات الالكيلية بواسطة عوامل نترزة مختلفة

مثل : (HNO_2 ، NO_2 ، هاليدات النتروزو) ^[66] . فمثلا نترزة 2- Phenyl ethanol ينتج

2-Nitrosooxy -1- phenyl - ethane كما موضح في المعادلة ^[67] .



62

63

معادلته - 6 - يبين طريقة تحضير 2-Nitrosooxy -1- phenyl - ethan

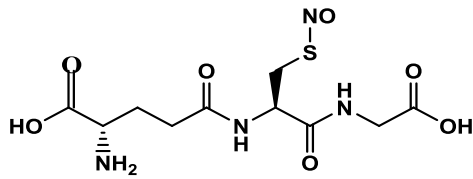
S- Nitroso Compounds

(4.4.1) مركبات النتروزو- كبريت

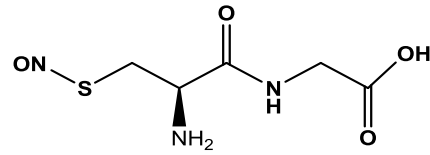
تتكون من تفاعل مركبات الثايول (RSH) مع عوامل النترزة مثل:

$\text{NO}_2, \text{N}_2\text{O}_4, \text{HNO}_2, \text{RONO}$ و تسمى أحيانا Thionitrites أو يسمى Nitroso thiols

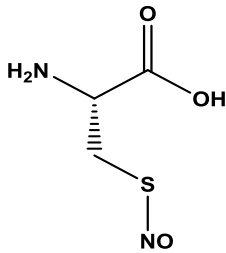
وصيغتها هي RSNO حيث R قد تكون أما أروماتية أو اليقاتية ^[70-68] .



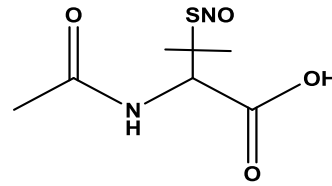
GSNO



CGSNO



CSNO



S-Nitroso -N -acetyl -DL -Penicillamine

الشكل - 15 - يمثل تركيب مشتقات نتروزو ثايول

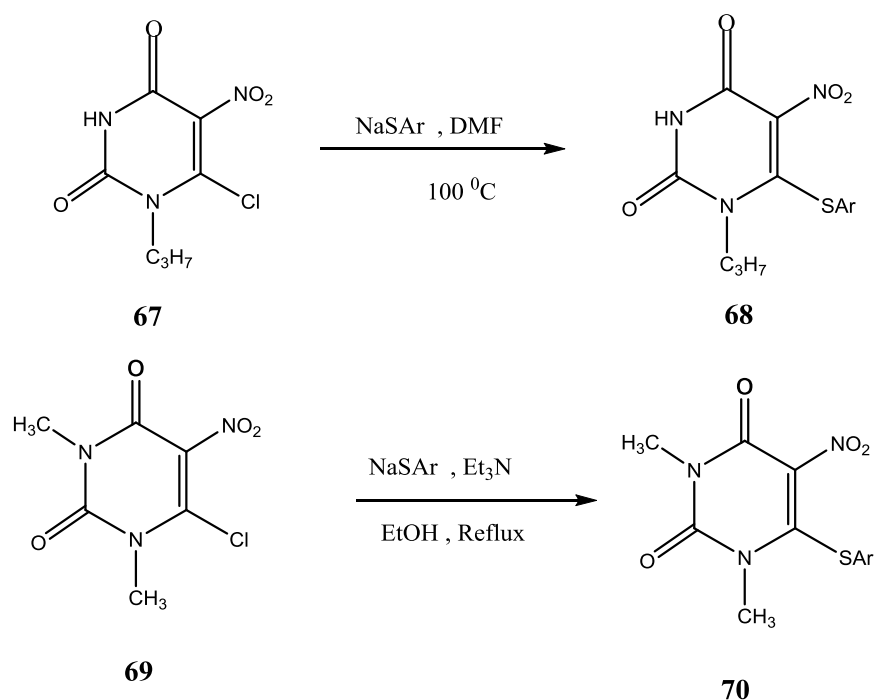
و يعتبر N-Acetyl-S-nitrosopenicillamine من مشتقات النتروزو ثايول يعمل على منع تجمع الصفائح الدموية وكذلك يعمل كعامل حماية ضد تلف الامعاء الناجم عن السموم

الداخلية [78 , 79]

(5-1) تفاعلات الاستبدال النيوكليوفيلية الاروماتيه

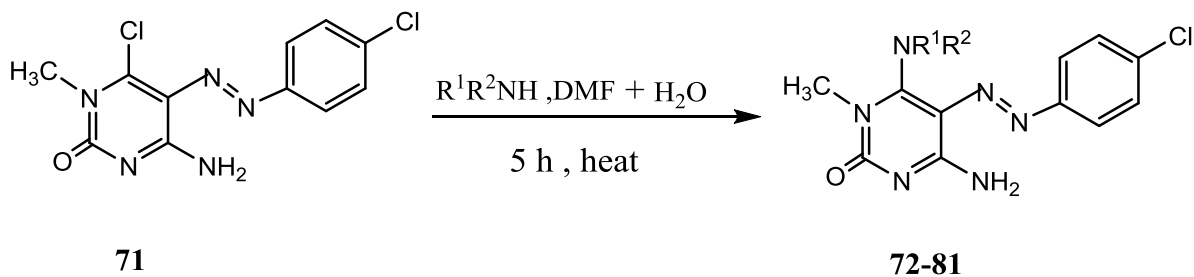
Nucleophilic aromatic substitution reactions S_NAr

إن تفاعلات الاستبدال في جزيئة البريميدين تجري بشكل سهل عندما تحتوي الجزيئة على مجموعته مغادره مجاورة إلى مجموعة ساحبة للإلكترونات مثل: مجموعة النترو ، النتروزو و ازو اريل^[80]. المركبات الحلقية غير المتجانسة المحتوية على هالوجين تتميز بكونها تمتلك فعالية كبيرة اتجاه تفاعلات الاستبدال النيوكليوفيلي و التي يتم فيها استبدال الهاليد بالنيوكليوفيل . يعتبر الهالوجين من اكثر المجاميع المغادرة شيوعا و ذلك لسهولة استبداله بالنيوكليوفيل و سهوله توفره تجاريا^[81]. ان استخدام نيوكليوفيلات ضعيفة مثل : الانلين يتطلب درجات حرارة عالية لمدة ساعات أو أيام و تراكيز عالية من النيوكليوفيل لاكتمال التفاعل^[82]. ان هجوم الكاشف الباحث عن النواه يحدث على المواقع ٢,٤,٦ من مواقع حلقة البريميدين حيث تعتبر اكثر مواقع الحلقة فعالية و يحدث بشكل واسع لتعطي البريميديينات الفعالة . وقد قام AL-Masoudi ومجموعته البحثية^[83] بتحضير المركب 68 و 70 من المشتق 67 (6-Chloro-5-nitro-pyrimidine derivative) و 69 على التوالي وذلك بمعاملتها مع صوديوم ثايو اريل (NaSPh) بوجود DMF أو EtOH بوصفها مذيبا وكما هو موضح في المخطط رقم (7)



معادله -8- يمثل تحضير المشتقات **68** و **70** بتفاعل الاستبدال

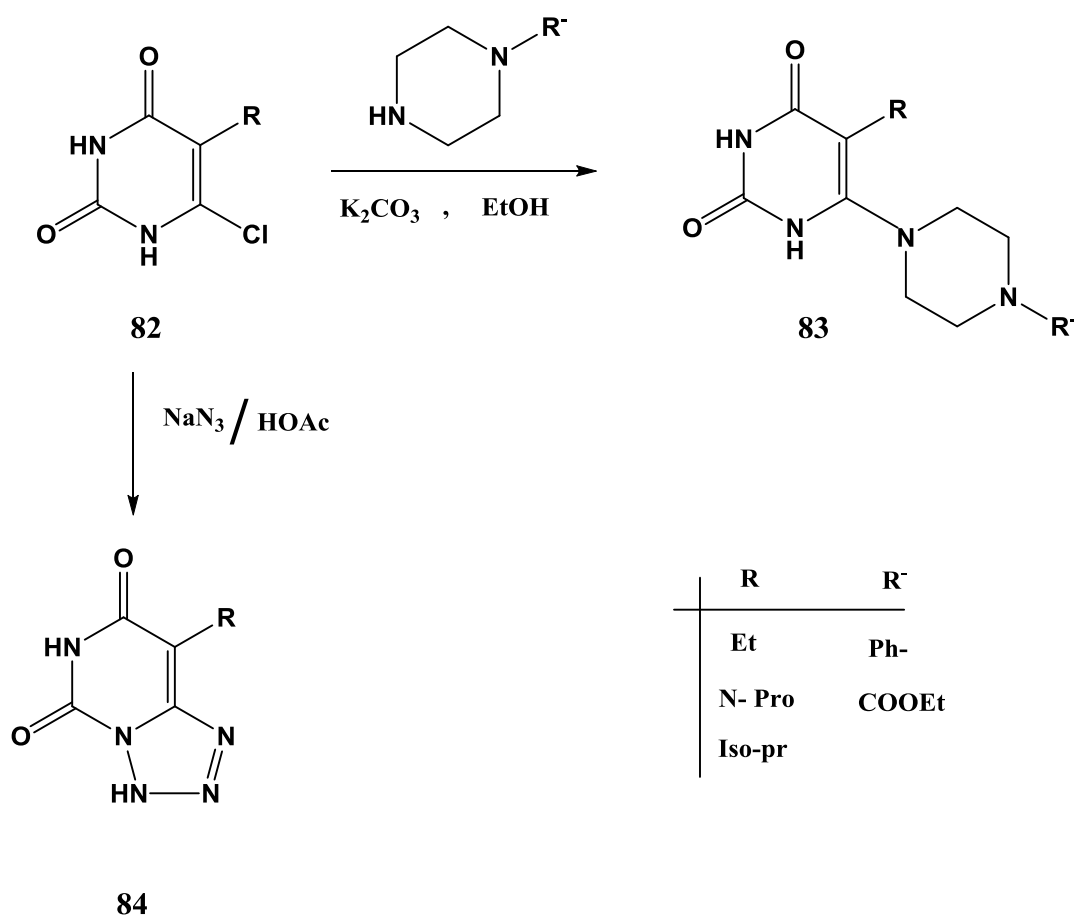
كما قام الباحث Khadim ^[84] في عام ٢٠١٣ بتحضير مشتقات بريميدينية لها فعالية جيدة اتجاه فيروس (HIV-1,2) و ذلك عن طريق تفاعل الاستبدال



	R ¹	R ²		R ¹	R ²
72	H	C ₂ H ₅	77	H	C ₃ H ₇
73	H	C ₆ H ₁₃	78	Piperidine	
74	CH ₃	CH ₃	79	CH ₂ Ph	CH ₂ Ph
75	H	allyl	80	Morphiline	
76	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	81	Piperazine	

معادله -9- يبين تخليق بعض المشتقات بتفاعل الاستبدال

ايضا تمكن الباحث EL-Emam ومجموعته^[85] من تحضير المشتق 83 من مشتق 6-Perazito-5-alkyl-pyrimidine مع بمفاعله مع 6-Chloro-pyrimidine مشتق 82 معوض البيرازين بوجود كربونات البوتاسيوم كقاعدة والايثانول كمذيب . كما تم تحضير المشتق التترازولي 84 من مفاعلة 82 مع أزيد الصوديوم بوجود حامض الخليك ، وكما هو موضح في المخطط (13) .

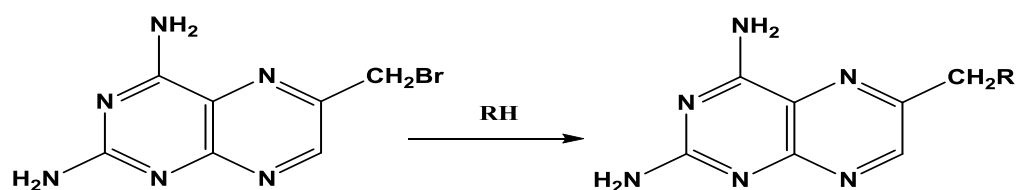


المخطط - 4 - يمثل تفاعل تكوين ٦-بيرازيتو-٥-الكايل بريميدين و المشتق التترازولي

كما قام Frohlich ومجموعته البحثية^[86] بتخليق سلسله من المركبات وذلك بتفاعل

٤، ٢ - داي امينو -٦-برومومثيل بتيريدين في HBr و ٢-بروبانول مع نيوكليوفيلات مختلفة و

تحريك بدرجة حرارة الغرفة .



85

86-94

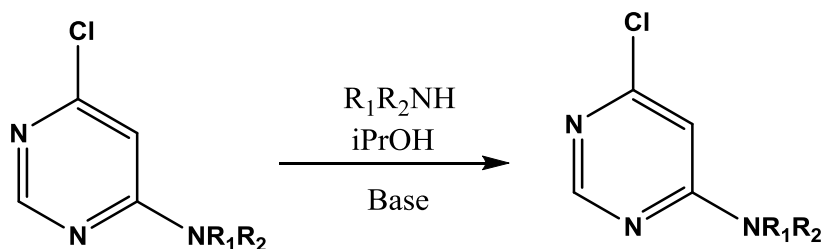
	R
86	OMe
87	OC ₂ H ₅
88	OC ₆ H ₅
89	O(CH ₂) ₉ CH ₃
90	OCOCH ₂ CH ₂ C ₆ H ₄ 4CO C ₆ H ₅

	R
91	NH ₂
92	N(CH ₃) ₂
93	SMe
94	NHCOCH(CH ₃) ₂

معادله -10- يمثل تفاعل تكوين بعض مشتقات ٢، ٤ - داي امينو -٦- برومو ميثيل بتيريدين

كذلك قام Van der Westhuyzen وجماعته^[87] بتحضير مشتقات بريميدينية من

6,4 - داي كلوروبريمدين مع امينات اولية و ثانوية اليفاتية و امينات اروماتية .



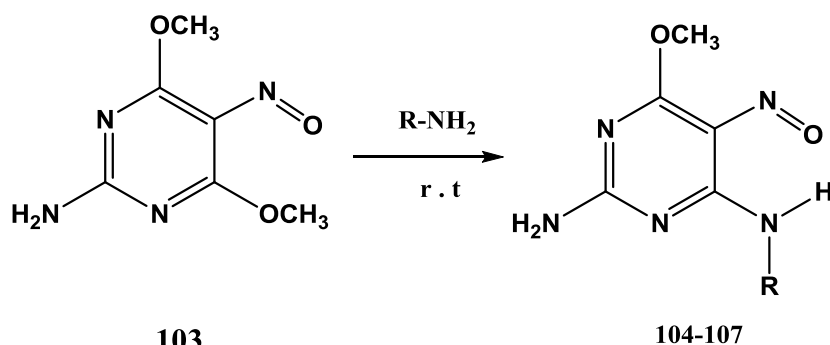
95-102

	R ₁	R ₂
95	Me	H
96	Bn	H
97	CH ₂ CH ₂ OH	H
98	CH(Bn)CO ₂ Me	H

	R ₁	R ₂
99	Pyrrolidin-1-yl	
100	Prolin-1-yl	
101	-N(CH ₃) ₂	
102	Morpholin-1-yl	

معادله -11- يمثل تركيب بعض مشتقات البريمدين من المركب 6,4 - داي كلوروبريمدين

وقد تمكن Marchal و مجموعته البحثية [88] من تحضير مجموعة من المشتقات البريميدينية عن طريق تفاعل الاستبدال و ذلك بتفاعل المركب 103 مع الامينات الاليفاتية بدرجة حرارة الغرفة .



	R
104	Bu
105	CH ₂ CH=CH ₂
106	CH ₂ CH ₂ OH
107	(CH ₂ CH ₂ O) ₂ H

معادله-12- يوضح تفاعل تكوين مشتقات نترزووبريميدين بواسطة تفاعل الاستبدال

(6-1) هدف البحث

على ضوء الأهمية البيولوجية التي تحظى بها مشتقات البريميدين فقد كان الهدف الأساسي من هذا البحث هو تحضير مشتقات بريميدينية جديدة مع فحص نشاطها البيولوجي لذلك فإن هذه الدراسة تهدف الى :

١- تحضير مشتقات نترزو بريميدين جديدة بطريقة تفاعل الاستبدال قد يكون لها تأثير فعال تجاه معالجة أمراض الأورام السرطانية وأستعمالها كذلك كمضادات حيوية وبكتيرية .

٢- تحضير مشتقات نترزو بريميدين جديده بطريقه تفاعل قاعدة شف و التي قد يكون لها أهمية دوائية ضد الكثير من الأمراض

3 - دراسة الفعالية الحياتية – للمركبات المحضرة كمشبطات لانزيم (17β-HSD2)

17β-Hydroxysteroid Dehydrogenase Type 2

Experimental part

2- الجزء العملي :

1.2 - المواد الكيميائية المستخدمة :

الجدول (1) : المواد الكيميائية المستخدمة

اسم الشركة	النقاوة %	اسم المادة الكيميائية	ت
Thomas Baker	98	ثنائي كلورو ميثان	1
Thomas Baker	99	N,N- ثنائي مثيل فورمالديهايد	2
Fluka	99	بنزين	3
Fluka	98	ثلاثي اثيل امين	4
Merck	97	٢-ميركبتو بنزو ثيازول	5
Merck	99.5	يود	6
Merck	99	اليل امين	7
Merck	98.5	ثنائي اثيل امين	8
Merck	99	هكسان امين	9
Sigma Aldrich	99	بيوتانال	10
Sigma Aldrich	99.5	بيوتيل امين	11
Sigma Aldrich	99	ايذوبروبيل امين	12
Sigma Aldrich	99	ايتانول امين	13
Sigma Aldrich	99	ثنائي بروبييل امين	14
Sigma Aldrich	99	سايكلو هكسايل امين	15
Sigma Aldrich	97	اثيل امين	16
Sigma Aldrich	99.7	بيكاربونات الصوديوم	17
Sigma Aldrich	99	ثنائي مثيل امين	18
Sigma Aldrich	99	ثنائي اليل امين	19
Sigma Aldrich	98	بروبييل امين	20
Sigma Aldrich	99.5	بنتايل امين	21

G.C.C	98	ميثانول	22
G.C.C	99	كلوروفورم	23
G.C.C	99	ببرازين	24
G.C.C	99	كاربونات البوتاسيوم	25
G.C.C	99.9	ايتانول مطلق	26
B.D.H	99	كلورواستايل كلورايد	27
B.D.H	99	حامض الخليك الثلجي	28
B.D.H	99	حامض الثايوكلايكولك	29
		2-amino-4-isopropoxy-6-methyl amino-5-nitropyrimidine	30

(2-2) تنقية المواد الكيميائية

تم تنقيه المذيبات العضوية و بعض المواد المستخدمة و كما هو متعارف عليه في أدبيات الكيمياء وبحسب الحاجة الى ذلك [89].

(3.2) - الأجهزة المستعملة :-

1. جهاز قياس درجة الإنصهار: (Melting point apparatus)

قيست درجات الانصهار بأستعمال جهاز من نوع Melting point/SMP من شركة (Stuart) . قسم الكيمياء/كلية التربية /جامعة القادسية.

2. جهاز تحليل العناصر الدقيق.C.H.N:

قيست نسب عناصر (الكربون، والهيدروجين، والنيتروجين) في قسم الكيمياء/ جامعة كونستانز (ألمانيا) وباستخدام جهاز من نوع (Vario, Elementar apparatus (Shimadzu, Japan).

3. مطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^1H) والكربون (^{13}C) ، 2D NMR

سجلت أطياف الرنين النووي المغناطيسي في قسم الكيمياء/ جامعة كونستانز (ألمانيا) بأستعمال جهاز

من نوع Bruker Biospin Aavance III and 400 MHz (Germany) بأستعمال (DMSO- d_6) بوصفه مذيباً و TMS كمرجع.

4. جهاز مطياف الأشعة تحت الحمراء (FT.I.R. Spectrophotometer):

سجلت أطياف الأشعة تحت الحمراء في قسم الكيمياء/كلية التربية/جامعة القادسية بأستعمال جهاز من نوع FT-IR Spectrophotometer (Shimaduz 8400).

5. جهاز التجفيف تحت الضغط المخلخل (Vaccum drying oven)

تمّ تجفيف العينات بأستعمال جهاز فرن التجفيف من نوع (K-VO27) من شركة (K& K scientific supplier) ، في قسم الكيمياء/كلية التربية/جامعة القادسية.

6. جهاز التبخير تحت الضغط المخلخل (Vaccum rotary evaporator)

تمّ تبخير المذيبات بأستعمال جهاز التبخير من نوع (Basis Hei-VAP HL) من شركة (Heidolph).

7. الكروماتوغرافي (Chromatography)

تمت متابعة سير التفاعلات الكيميائية من خلال تقنية كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC) ، مستخدمين صفائح ذات سمك (0.2 mm) وحجم (20 x 20 mm) وتم إظهار مواقع البقع (spots) (ببخار اليود كما أُستخدم عمود الفصل الكروماتوغرافي لتتقية بعض المشتقات المحضرة بقطر 3 سم و طول 50 سم ، وأُستخدم في هذه التقنية السيليكا جيل (230 - 400 mesh size) ، مع المذيبات المناسبة.

(4-2) الطريقة العامة لتحضير المركبات (109-114)

General method for preparation of Compounds(109–114)

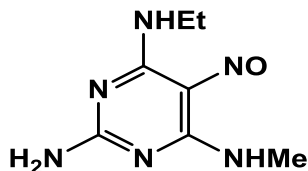
حضرت هذه المركبات بحسب الطرائق المستخدمة في بعض ادبيات الكيمياء [90].
في دورق دائري ذو فوهتين حجم (100) مل مجهز بمحرك مغناطيسي و مكثف سخن
محلول المشتق البريميديني بأذابة

2-amino-4- isopropoxy-6-methylamino-5-nitropyrimidine (108)

(1mmol) في DMF (10 mL) مع امين اليفاتي اولي او ثانوي (1mmol) بدرجه حراره
70-90 °C و لمدة (5-7) ساعة بعد ذلك اضيف (10 مل) ماء مقطر ثم برد المحلول جمع
الراسب المتكون ثم غسل بالماء المقطر و بعدها جفف. بعد ذلك اعيدت تنقية الراسب بالايثانول . جرت
متابعة التفاعل باستعمال تقنيه كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة TLC في مزيج من (بنزين - ميثانول)
(1:9)

1.4.2- تحضير المشتق (109)

2-Amino-4-ethylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine (109)



109

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol) (الاثيل امين 1mmol ,45mg) تم الحصول على المركب 109

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. ° C	R _f	Color
109	C ₇ H ₁₂ N ₆ O	196	147 mg (75)%	121-123	0.57	violet solid

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3332 (NH₂), 3116 (NH), 2977 (CH), 1650 (C=N), 1573 (C=C); 1560 (N=O)

¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.67, 11.53 ((2xs, 1H, NH (2 isomers)), 8.68 (d, 1H, *J* = 4.8 Hz, NHMe) 7.40 (d, 2H, *J* = 7.3 Hz, NH₂), 3.50, 3.47 ((2xq, 2H, *J* = 7.0 Hz, CH₂CH₃ (2 rotamers)), 2.92, 2.86 ((2xs, 1H, NHMe (2 rotamers)), 1.17, 1.13 ((2xt, 3H, *J* = 7.2 Hz, CH₂CH₃))

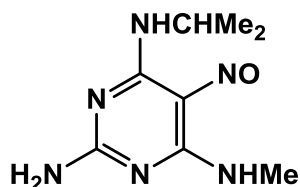
¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 164.8 (C-2), 163.9 (C-4), 152.0, 151.1 (C-6, (2 isomers)), 136.6 (C-5), 35.2, 34.0 (CH₂CH₃ (2 rotamers)), 27.8, 26.3 ((NHMe (2 rotamers)), 15.2, 14.9 (CH₂CH₃ (2 isomers))

Anal. Calcd. for C₇H₁₂N₆O (196.11):

C, 42.85; H, 6.16; N, 42.83. Found; C, 42.71; H, 6.00; N, 42.60

2.4.2- تحضير المشتق (110)

2-Amino-4-isopropylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine (110)



110

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol)

وايزوبروبيل الامين (59mg,1mmol) تم الحصول على المركب 110

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. ° C	R _f	Color
110	C ₈ H ₁₄ N ₆ O	210	126 mg\60 %	146-148	0.42	Violet solid

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3332 (NH₂), 3193 (NH), 2970 (CH), 1653 (C=N), 1600 (C=C), 1573 (N=O)

¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.77, 11.75 (2xs, 1H, NH (2 rotamers)), 8.67 (d, 1H, *J* = 4.7 Hz, NHCH₃) 7.47 (2H, *J* = 6.5 Hz, NH₂), 4.47, 4.25 (2xm, 1H, CHMe₂ (2 rotamers)), 2.93, 2.86 ((2xs, 3H, NHMe (2 rotamers)), 1.21, 1.17 (d, 6H, CHMe₂ (2 rotamers))

¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 164.9 (C-2), 163.9 (C-6), 162.5 (C-4), 136.4 (C-5), 41.9 (CHMe₂), 27.8 (NHCH₃), 22.8 (CHMe₂);

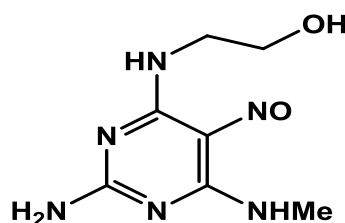
Anal. Calcd. for C₈H₁₄N₆O (210.24):

C, 45.70; H, 6.71; N, 39.97

. Found; C, 45.51; H, 6.60 ; N , 39.65.

3.4.2- تحضير المشتق (111)

2-((2-Amino-6-(methyldamio)-5-nitrosopyrimidin-4-yl)amino) ethan-1-ol
(111)



111

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol) وايثانول امين (61mg,1mmol) تم الحصول على المركب 111

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
111	C ₇ H ₁₂ N ₆ O ₂	212	153 mg (72%)	138-141	0.4	brown solid

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3325 (OH), 3100 (NH), 2970 (CH), 1650 (C=N), 1600 (C=C), 1560 (N=O)

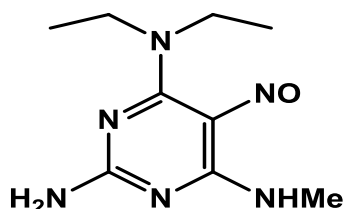
¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.54, 11.26 (2xs, 1H, NH (2 rotamers)), 8.27 (br s., 1H, NHMe), 7.81 (br s., 2H, NH₂), 4.32 (br s., 1H, OH), 3.23 (t, 2H, *J* = 6.0 Hz, CH₂), 2.97 (q, 2H, *J* = 6.0 Hz, CH₂), 2.89, 2.86 ((2xs, 3H, NHMe (2 rotamers)), 1.23 (2xt, 3H, 2xCH₃)

¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 167.8 (C-2), 165.7 (C-4), 162.0 (C-6), 70.4 (C-5), 61.4 (CH₂OH), 44.2 (NCH₂), 27.8, 26.3 (NHMe (2 rotamers));

Anal. Calcd. For C₇H₁₂N₆O₂ (212.10): C 39.62, H 5.70, N 39.60. Found; C, 45.51; H, 6.60; N, 39.65.

4.4.2 - تحضير المشتق (112)

2-Amino-4-diethylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine (112)



112

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol)

وداي اثيل امين (73mg,1mmol) تم الحصول على المركب 112

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
112	C ₉ H ₁₆ N ₆ O	224	148 mg (66%)	180-182	0.51	red crystals

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3332 (NH₂), 3116 (NH), 2977 (CH), 1646 (C=N), 1600 (C=C), 1573 (N=O)

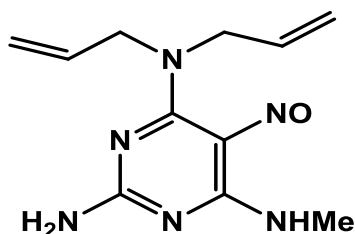
¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.20 (br s., 1H, NH), 7.97 (br.s, 2H, NH₂), 3.75 (2xq, 4H, *J* = 7.1 Hz, 2xCH₂), 1.23 (2xt, 6H, *J* = 7.1 Hz, 2xCH₂CH₃), 2.86 (3H, NHMe)

¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 170.6 (C-2), 163.9 (C-6), 162.9 (C-4), 70.2 (C-5), 46.0 (NCH₂), 26.6 (NHMe), 13.8 (NCH₂CH₃)

Anal. Calcd. for C₉H₁₆N₆O (224.27): C, 48.20; H, 7.19; N, 37.47. Found; C, 47.91; H, 7.01; N, 37.21.

5.4.2 - تحضير المشتق (113)

2-Amino-4-diallylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine (113)



113

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg, 1mmol) وداي اليل امين (97mg, 1mmol) تم الحصول على المركب 113

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
113	C ₁₁ H ₁₆ N ₆ O	248	131 mg (53%)	158-161	0.45	brown solid

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3335 (NH₂), 3120 (NH), 2970 (CH), 1660 (C=N), 1600 (C=C), 1570 (N=O)

¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.21 (br s., 1H, NH), 7.94 (d, 2H, *J* = 6.2 Hz, NH₂), 5.55 (m, H_b, 2xCH₂CH=CH₂), 5.15 (m, 4H_c, 2xCH₂CH=CH₂), 3.79 (m, 4H_a, 2xCH₂CH=CH₂), 2.89 (br s, 3H, NHMe)

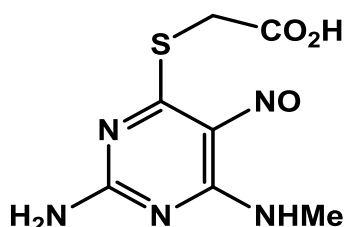
¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 170.6 (C-2), 163.9 (C-6), 162.9 (C-4), 134.8 (CH₂CH=CH₂), 118.3 (CH₂CH=CH₂), 117.7 (C-5), 49.2 (CH₂CH=CH₂), 26.7 (NHMe)

Anal. Calcd. for

C₁₁H₁₆N₆O (248.29): C, 53.21; H, 6.50; N, 6.50. Found; C, 52.89; H, 6.39; N, 6.27.

6.4.2 - تحضير المشتق (114)

2-((2-Amino-6-(methylamio)-5-nitrosopyrimidin-4-yl)thio)acetic acid(114)



114

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (200mg,0.95mmol) وثايوكلايكولك اسيد (88mg,0.95mmol) تم الحصول على المركب 114

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R_f	Color
114	$C_7H_9N_5O_3S$	243	160 mg, 66 %	123-126	0.48	brown powder

IR (KBr, cm^{-1}): ν 3300 (OH), 3100 (NH), 2977 (CH), 1709 (C=O), 1640 (C=N), 1588 (C=C), 1520 (N=O)

1H NMR (DMSO- d_6): δ 11.30 (br s., 1H, CO_2H), 11.0 (br s., 1H, NH), 8.11 (br s., 1H, $NHMe$), 7.92 (d, 2H, $J = 6.8$ Hz, NH_2), 3.94 (s, 2H, SCH_2), 2.90 (br s., 3H, $NHMe$)

^{13}C NMR (DMSO- d_6): δ 171.5 (CO_2H), 168.2 (C-2), 163.0 (C-4), 160.8 (C-6), 90.2 (C-5), 31.3 (SCH_2), 28.9 ($NHMe$)

Anal. Calcd. For $C_7H_9N_5O_3S$ (243.24): C, 34.57; H, 3.73; N, 28.79. Found; C, 34.28; H, 3.83; N, 28.92

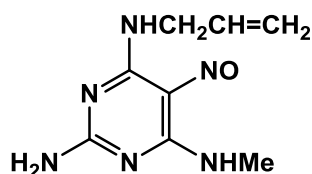
(5- 2) الطريقة العامة لتحضير المركبات (115-123)

General method for preparation of Compounds (115-123)

حضرت هذه المركبات حسب الطرائق المستخدمة في بعض ادبيات الكيمياء^[88] في دورق دائري ذو فوهتين مجهز بمحرك مغناطيسي و مكثف حرك محلول المشتق البريميديني (108) في ثنائي كلورو ميثان (10) مل مع أمين اليقاتي أولي أو ثانوي (1mmol) بدرجة حرارة الغرفة توبع التفاعل بتقنيته TLC بأستخدام مزيجا من (داي كلورو ميثان و ميثانول) (9:1) (و لمدة ٢٠ ساعة الى ثلاث ايام) بعد ذلك جفف و جمع الراسب المتكون ثم غسل بالماء المقطر و بعدها جفف. بعد ذلك أُعيدت بلورته بالايثانول

1.5.2- تحضير المشتق (115)

2-Amino-4-allylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine(115)



115

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol) والاليل امين (57mg,1mmol) تم الحصول على المركب 115

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
115	C ₈ H ₁₂ N ₆ O	208	127mg\61%	145-147	0.42	Violet crystals

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3332 (NH₂), 3178 (NH); 1655 (C=N), 1573 (C=C), 1524 (N=O)

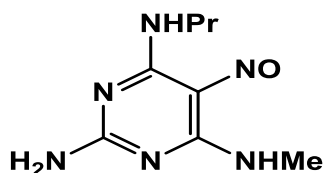
¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.50 (br s., 1H, NH), 8.75 (br s, 1H, NHMe), 7.87 (d, 2H, *J* = 7.8 Hz, NH₂), 5.97 (m, 1H, CH₂CH=CH₂), 5.13 (m, 2H, CH₂CH=CH₂), 4.09 (m, 2H, CH₂CH=CH₂), 2.86 (br s, 3H, NHMe)

¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 170.6 (C-4), 164.8 (C-6), 163.4 (C-2), 134.7 (CH₂CH=CH₂), 116.2 (CH₂CH=CH₂), 70.2 (C-5), 42.5 (CH₂CH=CH₂), 27.9 (NHMe)

Anal. Calcd. C₈H₁₂N₆O (208.11): C, 46.15; H, 5.81; N, 40.36.
Found; C, 45.98; H, 5.73; N, 40.08.

2.5.2- تحضير المشتق (116)

2-Amino-6-methylamino-4-propylamino-5-nitrosopyrimidine(116)



116

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol) والبروبيل امين(59mg,1mmol) تم الحصول على المركب 116

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R_f	Color
116	C ₈ H ₁₂ N ₆ O	208	143 mg (68%)	160-162	0.42	violet crystals

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3332 (NH₂), 3178 (NH), 1650 (C=N), 1573 (C=C); 1527 (N=O)

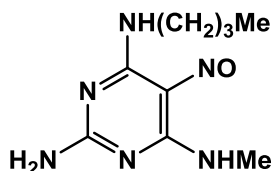
¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.79, 11.53 (2xs, 1H, NH (2 rotamers)), 8.66 (d, 1H, $J = 4.6$ Hz, NHMe), 7.42 (d, 2H, $J = 6.9$ Hz, NH₂), 3.40 (m, 2H, NCH₂-1'), 2.93, 2.85 (2x d, 3H, NHMe (2 rotamers)), 1.57 (m, 2H, CH₂-2'), 0.89 (t, 3H, $J = 7.2$ Hz, Me-3')

¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 170.6 (C-2), 164.9 (C-6), 163.9 (C-4), 70.2 (C-5), 42.1 (CH₂-1'), 26.7 (NHMe), 22.3 (CH₂-2'), 11.9 (Me-3')

Anal. Calcd. C₈H₁₂N₆O (208): C, 45.70; H, 6.71; N, 39.97. Found; C, 45.54; H, 6.64; N, 39.74.

3.5.2- تحضير المشتق (117)

2-Amino-4-butylmino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine(117)



117

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol) والبيوتيل امين (73mg,1mmol) تم الحصول على المركب 117

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
117	C ₉ H ₁₆ N ₆ O	224	133mg\63 %	148-150	0.42	Violet solid

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3332 (NH₂), 3178 (NH), 1630 (C=N), 1573 (C=C); 1527 (N=O)

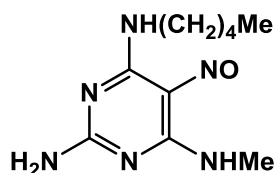
¹H NMR (DMSO-*d*₆) 11.19 δ (br s., 1H, NH), 7.87 (d, 2H, *J* = 7.9 Hz, NH₂), 3.47 (m, 2H, CH₂-1'), 2.92, 2.86 (s, 3H, NHMe (2 rotamers)), 1.50-1.38 (m, 4H, CH₂-2'+CH₂-3'), 0.92 (t, 3H, Me-4')

¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 170.6 (C-2), 164.9 (C-6), 163.9 (C-4), 70.2 (C-5), 52.9 (C-1'), 31.1 (C-2'), 26.7 (NHMe), 20.1 (C-3'), 14.1 (C-4')

Anal. Calcd. C₉H₁₆N₆O for (224.27): C, 48.20; H, 7.19; N, 37.47. Found; C, 47.96; H, 7.01; N, 37.2.

4.5.2 - تحضير المشتق (118)

2-Amino-6-methylamino-4-pentylamino-5-nitrosopyrimidine(118)



118

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol) والبنتايل امين (87mg,1mmol) تم الحصول على المركب 118

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
118	C ₁₀ H ₁₈ N ₆ O	238	155mg\70 %	128-130	0.4	Pink crystals

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3317 (NH₂), 3186 (NH), 1610 (C=N), 1573 (C=C); 1500 (N=O)

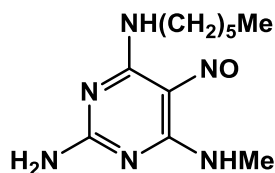
¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.79, 11.53 (2xs, 1H, NH (2 rotamers)), 8.69 (d, 1H, *J*=4.5 Hz, *NHMe*), 7.41 (d, 2H, *J*=5.4 Hz, NH₂), 3.45 (m, 2H, NCH₂-1'), 2.93, 2.86 (2xd, 3H, *NHMe* (2 rotamers)), 1.61, 1.52 (m, 4H, CH₂-2'+CH₂-3'), 1.30 (m, 2H, CH₂-4'), 0.88 (t, 3H, *J*=7.0 Hz, Me-5');

¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 164.8 (C-2), 163.9 (C-6), 163.4 (C-4), 136.7 (C-5), 40.6 (C-1'), 29.2 (C-2'), 28.7 (C-3'+*NHMe*), 22.4 (C-4'), 14.4 (C-5')

Anal. Calcd. C₁₀H₁₈N₆O for (238.30): C, 50.40; H, 7.61; N, 35.27. Found; C, 50.21; H, 7.00; N, 33.12

5.5.2-تحضير المشتق (119)

2-Amino-4-hexylmino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine(119)



119

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol) والهكساييل امين (101mg,1mmol) تم الحصول على المركب 119

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
119	C ₁₁ H ₂₀ N ₆ O	252	162mg\68%	118-121	0.71	Pink crystals

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3317 (NH₂), 3170 (NH), 1573 (C=C), 1666 (C=N)

¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.79, 11.53 (2s, 1H, NH (2 rotamers)), 8.67 (d, 1H, NHMe), 7.41 (d, 2H, NH₂), 3.37 (m, 2H, CH₂-1'), 2.93, 2.86 (2xd. 3H, NHMe (2 rotamers)), 1.59-1.40 (m, 8H, CH₂-2' - CH₂-5'), 0.86 (t, 3H, Me-6')

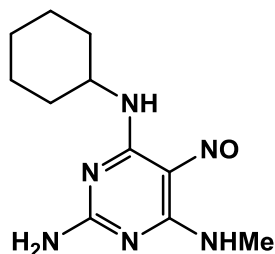
¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 170.2 (C-2), 164.3 (C-4), 162.8 (C-6), 69.6 (C-5), 41.0 (C-1') 31.0 (C-2'+C-4'), 30.8 (C-3'), 26.0 (NHMe), 21.9 (C-5'), 13.8 (C-6')

Anal. Calcd. for C₁₁H₂₀N₆O

(252.32): C, 52.36; H, 7.99; N, 33.31. Found; C, 52.19; H, 7.82; N, 33.09.

6.5.2- تحضير المشتق (120)

2-Amino-4-cyclohexylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine(120)



120

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol) وسايكلوهكساييل امين (99mg,1mmol) تم الحصول على المركب 120

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
120	C ₁₁ H ₁₈ N ₆ O	249	145mg\61 %	222-225	0.42	red powder

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3317 (NH₂), 3163 (NH), 1666 (C=N), 1573 (C=C), 1558 (N=O)

¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.51 (br s., 1H, NH), 8.26 (d, 1H, *J* = 4.9 Hz, NHMe), 7.39 (br s., 2H, NH₂), 2.86 (m, 4H, NHCH₃+CH-cyclohexane), 1.86-1.27(m, 10H, cyclohexane)

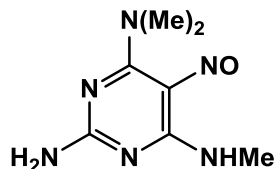
¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 170.6 (C-2), 164.9 (C-4), 162.5 (C-6), 70.2 (C-5), 49.0 (C-1'), 32.4 (C-2'+C-6'), 27.8 (NHMe), 25.41,24.5, 22.2 (C-3'+C-4'+C-5')

Anal. Calcd. for C₁₁H₁₈N₆O

(250.31): C, 52.78; H, 7.25; N, 33.58. Found; C 52.56; H, 7.13; N, 33.36.

7.5.2- تحضير المشتق (121)

2-Amino-4-dimethylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine(121)



121

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol) وداي مثيل امين (45mg,1mmol) تم الحصول على المركب 121

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R_f	Color
121	$C_7H_{12}N_6O$	196	165 mg (69%)	117-120	0.37	Violet solid

IR (KBr, cm^{-1}): ν 3348 (NH₂), 3170 (NH), 1660 (C=N), 1573 (C=C), 1542 (N=O)

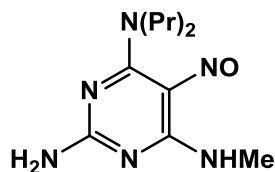
¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.19 (br s., 1H, NH), 8.65 (br s., 1H, NHMe), 7.91 (d, 2H, $J = 7.9$ Hz, NH₂), 3.18, 3.15 (2xs, 6H, NMe₂), 2.87, 2.85 (2xs., 3H, NHMe (2 rotamers))

¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 170.0 (C-6), 163.4 (C-2), 151.2 (C-4), 69.7 (C-5), 39.8, (NMe₂), 26.2 (NHMe)

Anal. Calcd. for $C_7H_{12}N_6O$ (196.21): C, 42.85; H, 6.16; N, 42.83.
Found; C, 42.66; H, 6.02; N, 42.59.

8.5.2- تحضير المشتق (122)

2-Amino-6-methylamino-4-dipropylamino-5-nitrosopyrimidine(122)



122

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol) وثنائي بروبييل امين (101mg,1mmol) تم الحصول على المركب 122

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
122	C ₁₁ H ₂₀ N ₆ O	252	165mg\69 %	120-123	0.64	Violet crystals

IR (KBr, cm⁻¹): ν IR (KBr, cm-1): ν 3332 (NH₂), 3170 (NH), 1660 (C=N), 1589 (C=C); 1527 (N=O)

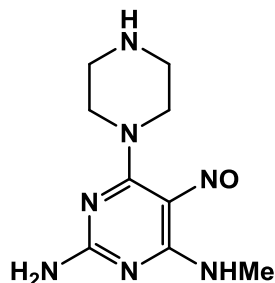
¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.19 (br s., 1H, NH), 7.89 (d, 1H, *J* = 7.9 Hz, NH₂), 3.44 (m, 4H, 2xCH₂CH₂CH₃), 2.86 (br s., 3H, NHMe), 1.64 (m, 4H, 2xCH₂CH₂CH₃), 0.90 (2xt, 6H, 2xCH₂CH₂CH₃)

¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 170.0 (C-6), 163.4 (C-2), 151.2 (C-4), 69.7 (C-5), 48.3 (CH₂CH₂CH₃), 26.2 (NHMe), 21.7 (CH₂CH₂CH₃), 10.9 (CH₂CH₂CH₃)

Anal. Calcd. C₁₁H₂₀N₆O for (252.32): C, 52.36; H, 7.99; N, 33.31. Found; C, 52.16; H, 7.84; N, 33.04.

9.5.2 - تحضير المشتق (123)

2-Amino-6-methylamino-4-piprazino-5-nitrosopyrimidine(123)



123

حضّر هذا المركب بحسب الطريقة العامة من مشتق البريميدين (108) (211mg,1mmol) والبيرازين (86mg,1mmol) تم الحصول على المركب 123

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
123	C ₉ H ₁₅ N ₇ O	237	145mg\65 %	185-188	0.71	Violet solid

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3348 (NH₂), 3170 (NH), 1666 (C=N) 1589 (C=C), 1535 (N=O)

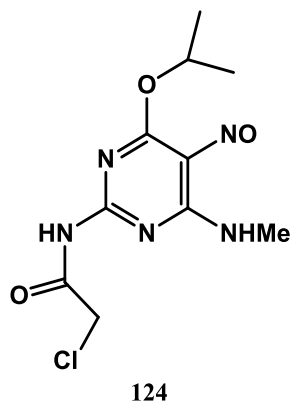
¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.19 (br s., 1H, NH), 8.64 (s, 1H, NHCH₂), 7.89 (d, 2H, *J* = 8.0 Hz, NH₂), 4.23 (m, 4H, 2xCH₂), 2.86 (br s., 3H, NHMe), 2.24 (m, 4H, 2xCH₂)

¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 170.1 (C-2), 163.4 (C-4), 151.2 (C-6), 138.8 (C-5), 69.7 (CH₂), 44.1 (CH₂), 26.2 (NHMe)

Anal. Calcd. for C₉H₁₅N₇O (237.27): C, 45.56; H, 6.37; N, 41.32. Found; C, 45.35; H, 6.31; N, 41.11.

6.2- تحضير المشتق (124)

2-Chloro-N-(4-isopropoxy-6-(methylamino)-5-nitrosopyrimidin-2-yl)acetamide(124)



حضّر هذا المركب بحسب الطريقة في المصدر ^[91] وذلك باضافة قطرات من كلورو استايل كلورايد (113mg, 1mmol) الى مزيج المشتق البريميدين (108) (211mg, 1mmol) و كاربونات البوتاسيوم (138mg, 1mmol) المذابه في الكلوروفورم (20ml) ولمدة أربع ساعات للحصول على المركب 124

Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
124	C₁₀H₁₄ClN₅O₃	287	204 mg (71%)	126-128	0.42	As oil

IR (KBr, cm⁻¹): ν 3180 (NH); 2970 (CH), 1680 (C=O), 1650 (C=N), 1580 (C=C), 1520 (N=O); 1300 (C-O)

¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.20. (br s., 1H, NH), 8.61 (br s., 1H, NHCO), 5.54 (m, 1H, CHMe₂), 4.81 (s, 2H, CH₂Cl), 2.86 (br s., 3H, NHMe) 1.40, 1.39 (2xs, 6H, CHMe₂)

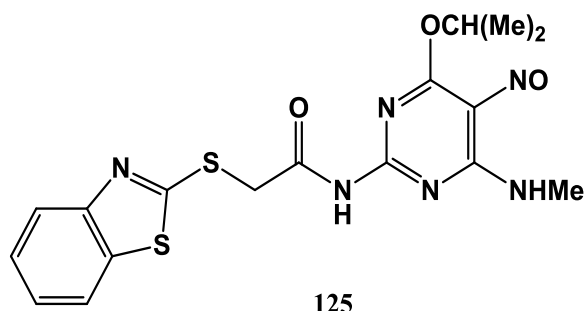
¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 167.2 (C=O), 162.1 (C-6), 159.3 (C-4), 151.7 (C-2), 130.1 (C-5), 72.1 (CHMe₂), 41.6 (CH₂Cl), 26.7 (NHMe), 22.3 (CHMe₂)

Anal. Calcd. for C₁₀H₁₄ClN₅O₃

(287.70): C, 41.75; H, 4.91; N, 24.34. Found; C, 41.52; H, 4.82; N, 24.21

7.2- تحضير المشتق (125)

2-(Benzothiazol-2-ylthio)-N-(4-isopropoxy-6-(methylamino)-5-nitrosopyrimidine-2-yl) (125)



Comp.	Formula	M. Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
125	C ₁₇ H ₁₈ N ₆ O ₃ S ₂	418	238 mg\57%	152-155	0.57	Brown solid

حضر هذا المركب بحسب الطريقة في المصدر^[92] وذلك باضافة (125mg,0.75mmol) من 2-mercaptobenzothiazole الى المزيج من المشتق 124 (215mg,0.75mmol) وثلاثي اثيل امين (75mg,0.75mmol) في ثنائي كلورو ميثان (30ml) للحصول على المشتق 125

IR(KBr, cm⁻¹): ν 3317 (NHamide), 3163 (NH), 1774 (C=O), 1615 (C=N), 1589 (C=C), 1527 (N=O)

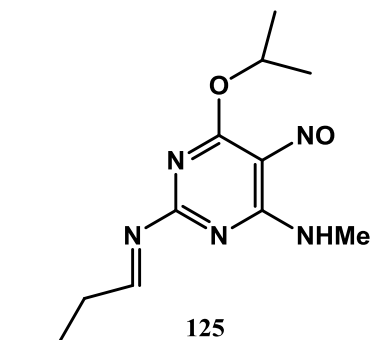
¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.19 (s, 1H, NH_{amide}), 8.06 (br s., 1H, NHMe), 7.93-7.35 (m, 4H, Harom.), 5.54 (m, 1H, CHMe₂), 3.05 (m, 2H, SCH₂), 2.87 (br s., 3H, NHMe), 1.40, 1.38 (2xs, 6H, CHMe₂)

¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 170.0 (C=O), 164.5 (C-2'), 163.3 (C-4+C-6), 152.2 (C-2), 151.2 (C-3'), 138.7 (C-7a'), 134.9 (C-3a'+C-5), 124.7, 121.9, 121.3 (Carom.), 69.6 (CHMe₂), 36.3 (SCH₂), 26.1 (NHMe), 21.7 (CHMe₂)

Anal. Calcd. C₁₇H₁₈N₆O₃S₂ for (418.49): C, 48.79; H, 4.34; N, 20.08. Found; C, 48.56; H, 4.22; N, 19.84

8.2- تحضير المشتق (126)

2-(Butylideneamino)-6-isopropoxy-4-methylamino-5-nitrosopyrimidine (126)



Comp.	Formula	M.Wt.	Yield	m.p. °C	R _f	Color
126	C ₁₂ H ₁₉ N ₅ O ₂	265	148 mg, 55%	160-164	0.4	brown solid

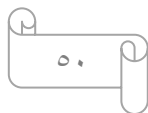
حضر هذا المركب بحسب الطريقة في المصدر^[93] وذلك بإذابة المشتق 108 (211mg, 1mmol) في الإيثانول (15ml) ثم أُضيف له بيوتان الديهايد (0.1ml, 1mmol) ثم أُضيف له قطرات من حامض الخليك الثلجي صعد المزيج لمدة ثلاث ساعات وتم متابعة التفاعل (تفاعل قاعدة-شف) باستعمال تقنية (TLC) باستخدام مزيج من (بنزين:ميثانول) (1:9)

IR (KBr, cm⁻¹): ν 2990 (CH), 1620 (C=N), 1600 (C=C); 1523 (N=O)

¹H NMR (DMSO-*d*₆): δ 11.23 (br s., 1H, NH), 7.91 (d, 1H, *J* = 8.9 Hz, CH=N); 5.55 (m, 1H, CHMe₂), 2.88, 2.87 (2xs, 3H, NHMe (2 rotamers)), 2.25 (m, 2H, CH₂CH₂Me), 1.55 (m, 2H, CH₂CH₂Me), 1.49, 1.40 (2xs, 6H, CHMe₂), 0.88 (t, 3H, *J* = 7.3 Hz, CH₂CH₂Me)

¹³C NMR (DMSO-*d*₆): δ 173.2 (C-4), 170.6 (C-6), 163.9 (CH=N), 151.7 (C-2), 82.3 (C-5), 73.6 (CHMe₂), 33.7 (CH₂CH₂Me), 26.7 (NHMe), 22.2 (CHMe₂), 18.5 (CH₂CH₂Me), 13.8 (CH₂CH₂Me)

Anal. Calcd. for C₁₂H₁₉N₅O₂ (265.32): C, 54.32; H, 7.22; N, 26.40. Found; C, 54.09; H, 7.11; N, 26.17.



3. النتائج و المناقشة

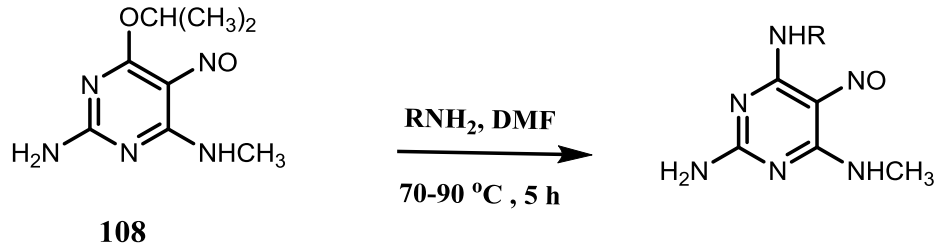
3-1: تحضير المركبات: يتكون من اربع اجزاء ، و هي :

(1-1-3) – الجزء الاول – تحضير المركبات (109-123) من خلال تفاعل الاستبدال

حضرت المركبات(109-113) بحصيلة ناتج % (75,60,72,66,53) على التوالي من مفاعلة

مشتق البريميدين (108) في DMF مع امين اليقاتي اولي او ثانوي بدرجة حرارة $70-90^{\circ}\text{C}$

و لمدة (5- 7) ساعة ، وكما هو موضَّح في المعادلة (13).



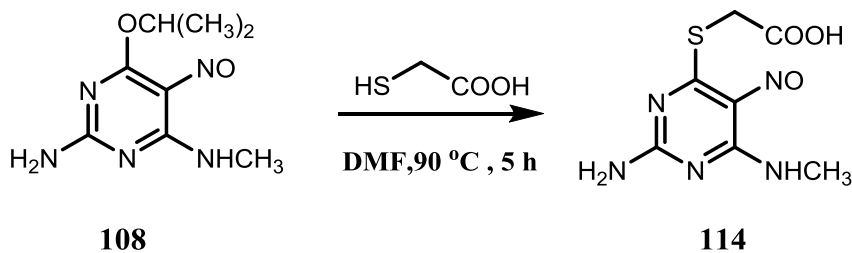
	R
109	Et
110	CHMe ₂
111	CH ₂ CH ₂ OH
112	Et ₂
113	(CH ₂ CH=CH ₂) ₂

معادلة – 13 - تبين تفاعل تحضير المشتقات 109-113

وحُضر المركب (114) بحصيلة ناتج % (66) من مفاعلة مشتق البريميدين (108) في DMF

مع Thioglycollic acid بدرجة حرارة 90°C و لمدة (5) ساعة ، وكما هو موضَّح في

المعادلة (14).

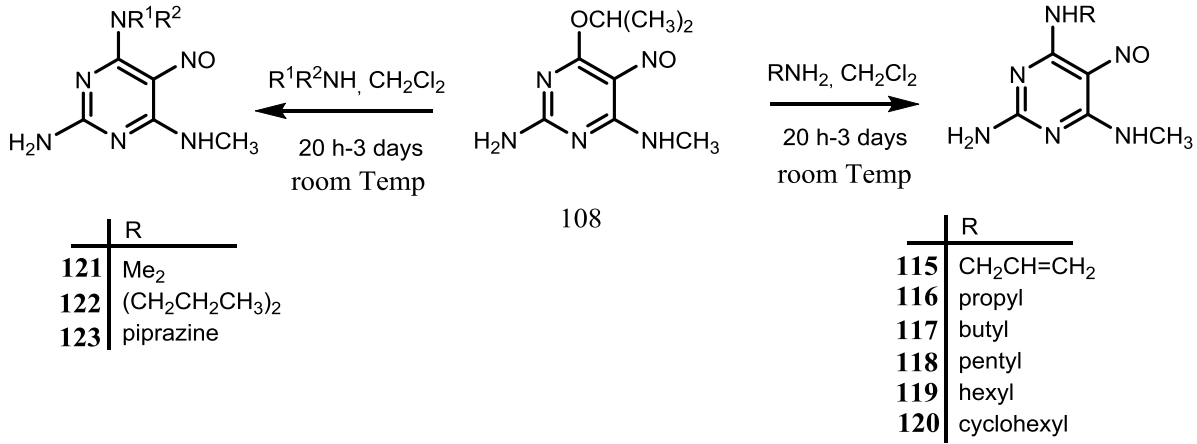


معادلة – 14 - تبين تفاعل تحضير المشتق 114

وحضرت المركبات (115-123) بحصيلة ناتج % (61,68,63,70,68,61,69,69,65)

من مفاعله المشتق البريميدينى (108) في ثنائي كلورو ميثان مع أمين اليقاتى اولي او ثانوي

بدرجة حرارة الغرفة و لمدة (٢٠ ساعة الى ٧٢ ساعة) كما موضح في المعادلة (15) .



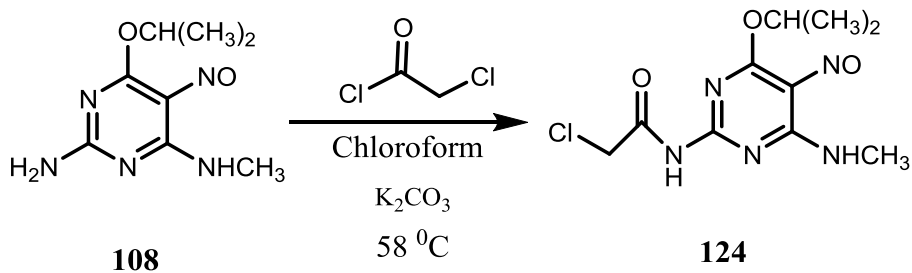
معادلة – 15 - تبين تفاعل تحضير المشتقات 115-123

(2-1-3) – الجزء الثاني – تحضير المركب (124)

حضر المركب (124) و بحصيلة ناتج % (71) من مفاعله مشتق البريميدينى (108) مع

كلورواستايل كلورايد بأستعمال الكلوروفورم كمذيب و بوجود كاربونات البوتاسيوم ولمدة أربع ساعات

كما موضح في المعادلة (16)



معادلة – 16 - تبين تفاعل تحضير المشتق 124

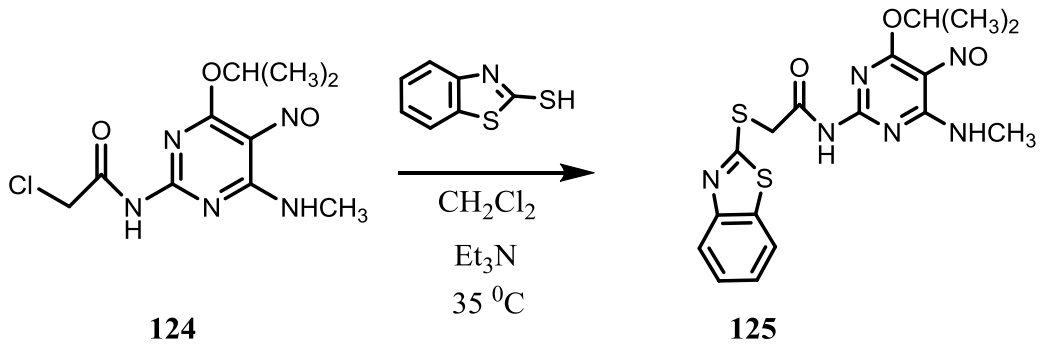
(3-1-3) – الجزء الثالث – تحضير المركب (125)

حضر المركب (125) و بحصيلة ناتج % (57) من مفاعله المشتق البريميدين (124) مع

2-Mercaptobenzothiazole

بوجود ثلاثي ايثيل امين و بأستعمال ثنائي كلورو ميثان كمذيب و لمدة ست ساعات و كما

موضح في المعادلة (17)

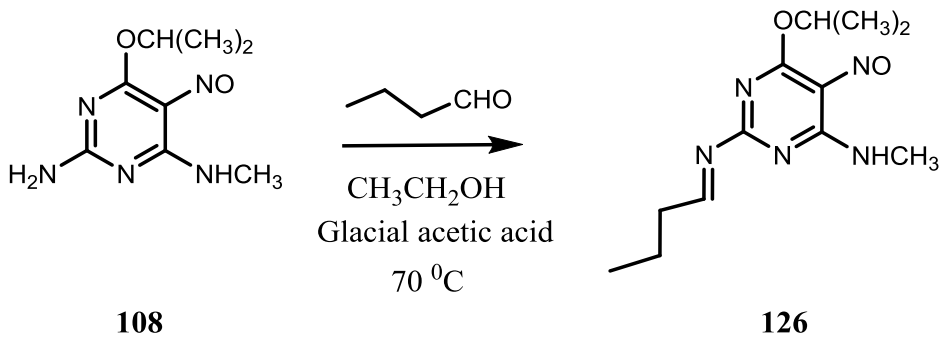


معادلة – 17- تبين تفاعل تحضير المشتق 125

(4-1-3) – الجزء الرابع – تحضير المركب (126)

حضر المركب (126) و بحصيلة ناتج % (55) من مفاعلة المشتق البريميدين (108) مع بيوتانال و بأستعمال الايثانول كمذيب و قطرات من حامض الخليك الثلجي صعد المزيج لمدة ست

ساعات و كما موضح في المعادلة (18)



معادلة – 18- تبين تفاعل تحضير المشتق 126

3-2: تشخيص المركبات المحضرة طيفياً

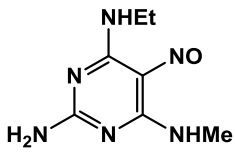
تمَّ تشخيص جميع المشتقات المحضرة في هذه الرسالة من خلال دراسة أطياف الأشعة تحت الحمراء (Fourier Transform Infrared spectra FT-IR) ، وأطياف الرنين النووي المغناطيسي البروتوني ($^1\text{H NMR spectra}$) ، والكربوني 13 ($^{13}\text{C NMR spectra}$) ، إلى جانب ذلك عن الطيف ثنائي الأبعاد (2D NMR spectra) وكذلك تحليل العناصر الدقيق (**CHN analysis**) والموضحة في الأشكال الطيفية المرفقة في الملاحق .

إذ تمَّ تشخيص بروتونات وذرات الكربون المركبات المحضرة من خلال طيف الرنين النووي المغناطيسي (Heteronuclear Single Quantum Coherence) والمسمى (HSQC) والذي يبين علاقة كل بروتون مرتبط بذرة الكربون العائد له و تشخيص المركبات المحضرة من خلال طيف الرنين النووي المغناطيسي ثنائي الأبعاد ($^1\text{H}, ^{13}\text{C HMBC NMR}$) الذي يوضح كيفية الازدواج بين ذرات الكربون والهيدروجين [94-97]

1-2-3 : تشخيص المركبات (109-126) من خلال طيف FT-IR و $^1\text{H-NMR}$ و $^{13}\text{C-NMR}$ و NMR و HSQC و HMBC

١- تشخيص المركب 109 من خلال طيف I.R و $^1\text{H-NMR}$ و $^{13}\text{C-NMR}$ و HSQC

شخص المركب 109 المحضر طيفياً بواسطة طيف الأشعة تحت الحمراء FT-IR وأعطى الحزم الموضحة بالجدول ادناه :

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}					
		$\nu (\text{NH}_2)$	$\nu (\text{NH})$	$\nu (\text{CH})$	$\nu (\text{C=N})$	$\nu (\text{C=C})$	$\nu (\text{N=O})$
109		3332	3116	2977	1650	1573	1560

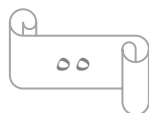
إذ أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3332 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH_2) و أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3116 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص (2977 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (CH) في حين أظهر المركب حزمه أمتصاص عند التردد (1650 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (C=N) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1573 cm^{-1}) تعود إلى مط الأصرة (C=C) الأروماتية ، وحزمة عند التردد (1560 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعه (N=O) كما في الشكل (16)

وجرى تشخيص المركب 109 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$

بأستعمال DMSO-d_6 كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (17) و أمتداد الطيف

في الشكل (18) ، ظهور إشارتين منفردتين عند δ (11.67, 11.53) ppm تعود إلى ايزومرات بروتون مجموعة (N-H) ، وظهر إشارة ثنائية (d) عند الازاحة δ (8.68)ppm و بثابت ازدواج $J = 4.8$ Hz تعود إلى بروتون مجموعة (NH) المرتبطة بمجموعة المثل وظهر إشارة ثنائية (d) عند الازاحة δ (7.4)ppm و بثابت ازدواج $J = 7.3$ Hz تعود إلى بروتونات مجموعته (NH₂) ، كما ظهرت إشارتين رباعية عند δ_H (3.5 , 3.47) ppm و بثابت ازدواج $J = 7.0$ Hz تعود إلى تدوير بروتونات مجموعة المثليين (CH₂) ، وتميز طيف المركب بوجود إشارتين منفردتين (s) عند δ_H (2.92 , 2.86) ppm تعود إلى تدوير بروتونات مجموعة المثل في (NHMe) كما ظهرت إشارتان ثلاثيتان عند δ_H (1.17 , 1.13)ppm و بثابت ازدواج $J = 7.2$ Hz تعود إلى بروتونات مجموعة المثل

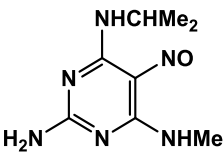
أما طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹³C-NMR لهذا المركب ، ف جاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكربون إزاحات الكيمائية واضحة ومميزة كما في الشكل (19) ، ظهور إشارة كيمائية عند δ_C (164.8)ppm التي تمثل ذرة الكربون (C-2) البريميدينية ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_C (163.9)ppm تعود إلى ذرة الكربون (C-4) وظهر إشارتين عند δ_C (152.0, 151.1) ppm تعود إلى ايزومرات ذرة الكربون (C-6) ، وظهرت إشاره عند δ_C (136.6)ppm تعود إلى ذره كاربون (C-5) ، وتميز هذا المركب بإشارتين كيميائيتين عند δ_C (35.2, 34.0)ppm تعود إلى تدوير ذرة الكربون المثليين في (CH₂CH₃) و إشارتين عند δ_C (27.8, 26.3)ppm تعود إلى تدوير ذرة الكربون مجموعة المثل في NHMe و إشارتين عن δ_C (15.2 , 14.9) ppm تعود إلى ايزومرات ذره كاربون المثليين في (CH₂CH₃)



تشخيص المركب 109 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 109 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الابعاد (^1H , ^{13}C HSQC NMR) إذ اظهر الشكل (20) تقاطع لبروتونات المثيل عند الازاحة δ_{H} (1.1) ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (15.2) ppm كما اظهر الشكل تقاطع لبروتونات المثيل في NHMe عند الازاحة δ_{H} (2.9) ppm مع ذره الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (27.8) ppm وكذلك تقاطع لبروتونات المثيل عند الازاحة δ_{H} (3.5) ppm مع ذره الكربون العائدة له عند δ_{C} (35.2) ppm

2-تشخيص المركب 110 من خلال طيف FT-IR و $^1\text{H-NMR}$ و $^{13}\text{C-NMR}$ و HSQC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}					
		ν (NH ₂)	ν (NH)	ν (CH)	ν (C=N)	ν (C=C)	ν (N=O)
110		3332	3193	2970	1653	1600	1573

إذ أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3332 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH₂) و أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3193 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص (2970 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (CH) في حين أظهر المركب حزمة امتصاص عند التردد (1653 cm^{-1}) تعود

الى اهتزاز مط (C=N) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1600 cm^{-1}) تعود إلى مط الأصرة
(C=C) الأروماتية ، وحزمة عند التردد (1573 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (N=O)
كما في الشكل (21)

وجرى تشخيص المركب 110 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$

بأستعمال DMSO-d_6 كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (22) ، ظهور إشارتين
منفردتين عند δ (11.77, 11.75) ppm تعود الى تدوير بروتون مجموعة (N-H) ، وظهور
إشارة ثنائية (d) عند الازاحة δ (8.67)ppm و بثابت ازدواج $J = 4.7 \text{ Hz}$

تعود إلى بروتون مجموعة (NH) المرتبطة بمجموعة المثل وظهور إشاره ثنائية (d) عند الازاحة
 δ (7.47)ppm و بثابت ازدواج $J = 6.5 \text{ Hz}$ تعود الى بروتونات مجموعة (NH_2) ، كما
ظهرت إشارتين متعدده عند δ_{H} (4.25) ppm تعود الى تدوير بروتون مجموعة (CH) ، وتميز
طيف المركب بوجود إشارتان منفردتين (s) عند δ_{H} (2.93 , 2.86) ppm تعود إلى تدوير
بروتونات مجموعة المثل في NHMe كما ظهرت اشاره متعدده عند δ_{H} (1.21,1.17)ppm
تعود الى تدوير بروتونات مجموعتي المثل في (CHMe_2)

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الاشكال

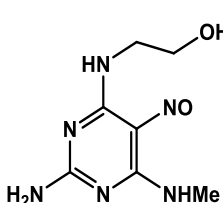
المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكاربون إزاحات الكيميائية واضحة ومميزة في الشكل
(23) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_{C} (164.9)ppm التي تمثل ذرة الكاربون (C-2) البريميدينية ،
وأيضاً ظهور إشارة عند δ_{C} (163.9)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-6) وظهور إشارة عند
 δ_{C} (162.5) ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-4) ، وظهرت إشاره عند δ_{C} (136.4)ppm
تعود إلى ذره كاربون (C-5) ، وإشاره عند δ_{C} (41.9)ppm تعود إلى ذرة الكاربون CH في

(CHMe₂) و إشارة عند δ_C (27.8)ppm تعود إلى ذرة الكربون مجموعة المثل في NHMe و إشارة عند δ_C (22.8) ppm تعود إلى ذرة كربون مجموعتي المثل في (CHMe₂)

تشخيص المركب 110 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 110 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الأبعاد (¹H , ¹³C HSQC NMR) إذ أظهر الشكل (24) تقاطع لبروتونات مجموعتي المثل في CHMe₂ عند الازاحة δ_H (1.2) ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_C (22.8) ppm كما اظهر الشكل تقاطع لبروتونات المثل في NHMe عند الازاحة δ_H (2.9) ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_C (27.8) ppm وكذلك تقاطع لبروتون (CH) عند الازاحة δ_H (4.4) ppm مع ذرة الكربون العائدة له عند δ_C (41.9) ppm

3-تشخيص المركب 111 من خلال طيف FT-IR و ¹H-NMR و ¹³C-NMR

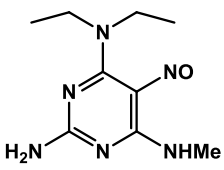
رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm ⁻¹					
		ν (OH)	ν (NH)	ν (CH)	ν (C=N)	ν (C=C)	ν (N=O)
111		3325	3100	2970	1650	1600	1560

إذ أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3325 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (OH) و أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3100 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص (2970 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (CH) في حين اظهر المركب حزمة أمتصاص عند التردد (1650 cm^{-1}) تعود الى اهتزاز مط (C=N) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1600 cm^{-1}) تعود إلى مط الآصرة (C=C) ، وحزمة عند التردد (1560 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (N=O) كما في الشكل (25)

وجرى تشخيص المركب 111 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ بأستعمال DMSO-d_6 كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (26) و امتداد الطيف في الشكل (27) ، ظهور إشارتين منفردتين عند δ (11.54, 11.26) ppm تعود الى تدوير بروتون مجموعة (N-H) ، وظهر إشارة منفردة عريضة (S) عند الازاحة δ (8.27)ppm تعود إلى بروتون مجموعة (NH) المرتبطه بمجموعة المثل وظهر إشارة منفردة وعريضة (s) عند الازاحة δ (7.81)ppm تعود الى بروتونات مجموعة (NH_2) ، كما ظهرت إشارة منفردة و عريضة عند δ_{H} (4.32) ppm تعود الى بروتون مجموعة (OH) وتميز طيف المركب بوجود اشارة ثلاثية عند δ_{H} (3.2) ppm و بثابت ازدواج $J = 6.0 \text{ Hz}$ تعود إلى بروتون مجموعة المثلين (CH_2) في CH_2OH و اشارة رابعيه عند δ_{H} (2.97) ppm و بثابت ازدواج $J = 6.0 \text{ Hz}$ تعود إلى بروتون مجموعة المثلين (CH_2) في CH_2NH و اشارتين منفردة عند δ_{H} (2.89,2.86) ppm تعود الى تدوير بروتونات مجموعة المثل في NHMe

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الأشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكربون إزاحات الكيمائية واضحة ومميزة في الشكل (28) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_{C} (167.8)ppm التي تمثل ذرة الكربون (C-2) البريميدينية ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_{C} (165.7)ppm تعود إلى ذرة الكربون (C-4) وظهور إشارة عند δ_{C} (162.5) ppm تعود إلى ذرة الكربون (C-6) ، وظهرت إشارة عند δ_{C} (70.4)ppm تعود إلى ذرة كربون (C-5) ، وإشارة عند δ_{C} (61.4)ppm تعود إلى ذرة الكربون (CH_2OH) وإشارة عند δ_{C} (44.2)ppm تعود إلى ذرة الكربون مجموعته المثل في NCH_2 وإشارتان عند δ_{C} (27.8,26.3) ppm تعود إلى تدوير ذرة كربون المثل

4- تشخيص المركب 112 من خلال طيف FT-IR و $^1\text{H-NMR}$ و $^{13}\text{C-NMR}$ و HSQC و HMBC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}					
		$\nu (\text{NH}_2)$	$\nu (\text{NH})$	$\nu (\text{CH})$	$\nu (\text{C=N})$	$\nu (\text{C=C})$	$\nu (\text{N=O})$
112		3332	3116	2977	1646	1600	1573

إذ أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3332 cm^{-1}) تعود إلى أهنزاز مط مجموعة (NH_2) و أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3116 cm^{-1}) تعود إلى

أهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص (2977 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (CH) في حين أظهر المركب حزمة أمتصاص عند التردد (1646 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (C=N) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1600 cm^{-1}) تعود إلى مط الأصرة (C=C) ، وحزمة عند التردد (1573 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعه (N=O) كما في الشكل (29)

وجرى تشخيص المركب 112 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ بأستعمال DMSO-d_6 كذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (30) ، ظهور إشارة منفردة عريضة عند δ (11.20) ppm تعود إلى بروتون مجموعة (N-H) ، وظهر إشارة منفردة و عريضة عند الازاحة δ (7.87) ppm تعود إلى بروتونات مجموعة (NH_2) ، كما ظهرت إشارتان رباعية δ_{H} (3.7) ppm و بثابت ازدواج $J = 7.1 \text{ Hz}$ تعود إلى بروتونات مجموعتي المثلين (CH_2) و اشارتين ثلاثية عند δ_{H} (1.23) ppm تعود إلى بروتونات مجموعتي المثل و بثابت ازدواج $J = 7.1 \text{ Hz}$ وظهر اشارته عند δ (2.86) ppm تعود إلى بروتونات مجموعه المثل في NHMe

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الشكل المقترح للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكربون إزاحات الكيميائية واضحة ومميزة في الشكل (31) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_{C} (170.6) ppm التي تمثل ذرة الكربون (C-2) البريميدينية ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_{C} (163.9) ppm تعود إلى ذرة الكربون (C-6) وظهر إشارته عند (162.9) ppm تعود إلى ذرة الكربون (C-4) ، وظهرت إشارة عند δ_{C} (70.2) ppm تعود إلى ذرة كربون (C-5) ، وإشارة عند δ_{C} (46.0) ppm تعود إلى ذرة الكربون (NCH_2) و إشارة عند δ_{C} (26.6) ppm تعود إلى ذرة الكربون مجموعة المثل في NHMe و إشارة عند

δ_C (13.8) ppm تعود الى ذرة كاربون المثيل في (NCH₂CH₃)

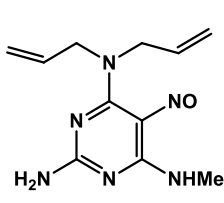
تشخيص المركب 112 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 112 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الابعاد (¹H , ¹³C HSQC NMR) إذ اظهر الشكل (32) تقاطع لبروتونات مجموعتي المثيل في N(CH₂CH₃)₂ عند الازاحة δ_H (1.23) ppm مع ذرة الكاربون التابعه لها عند الازاحة δ_C (13.8) ppm كما أظهر الشكل تقاطع لبروتونات المثيلين في عند الازاحة 3.75 δ_H (ppm) مع ذره الكاربون التابعة لها عند الازاحة δ_C (46.0) ppm

تشخيص المركب 112 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (33) بوجود ازدواج من نوع (²J_{C,H} coupling) و ازدواج من نوع (³J_{C,H} coupling) الازدواج الأول من نوع ²J_{Me,CH₂} coupling بين بروتونات مجموعة المثيل عند الازاحة δ_H (1.23) ppm و ذره كاربون مجموعة المثيلين NCH₂ عند الازاحة δ_C (46.0) ppm ، اما الازدواج الثاني من نوع ³J_{CH₂,C₄} coupling بين بروتونات مجموعة المثيلين NCH₂ عند الازاحة δ_H (3.75) ppm و ذرة كاربون C-4 عند الازاحة δ_C (162.9) ppm

5- تشخيص المركب 113 من خلال طيف FT-IR و $^1\text{H-NMR}$ و $^{13}\text{C-NMR}$ و HSQC و HMBC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}					
		$\nu (\text{NH}_2)$	$\nu (\text{NH})$	$\nu (\text{CH})$	$\nu (\text{C=N})$	$\nu (\text{C=C})$	$\nu (\text{N=O})$
113		3335	3120	2970	1660	1600	1570

إذ أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3335 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH_2) و أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3120 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص (2970 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (CH) في حين أظهر المركب حزمة امتصاص عند التردد (1660 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (C=N) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1600 cm^{-1}) تعود إلى مط الأصرة (C=C) ، وحزمة عند التردد (1570 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (N=O) كما في الشكل (34)

وجرى تشخيص المركب 113 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ باستعمال DMSO-d_6 كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (35) ، ظهور إشارة منفردة عريضة عند $\delta (11.21) \text{ ppm}$ تعود إلى بروتون مجموعة (N-H) ، و ظهور إشارة مزدوجة (d) عند الإزاحة $\delta (7.94) \text{ ppm}$ و بثابت ازدواج $J = 6.2 \text{ Hz}$ تعود إلى بروتونات

مجموعة (NH₂) ، كما ظهرت إشاره متعددة عند 5.55 ppm δ تعود إلى بروتون Hb في (CH₂CH=CH₂) و إشارة متعددة عند 5.15 ppm δ تعود إلى بروتونات Hc في (CH₂CH=CH₂) و إشارة متعددة عند 3.79 ppm δ تعود إلى بروتونات (CH₂-a) في CH₂CH=CH₂ و إشارة منفردة وعريضة عند 2.89 ppm δ تعود الى بروتونات مجموعة المثيل في NHMe

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹³C-NMR لهذا المركب ، فجاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكربون إزاحات الكيمائية واضحة ومميزة في الشكل (36) ، ظهور إشارة كيميائية عند 170.6 ppm δ_C التي تمثل ذرة الكربون (C-2) البريميدينية ، وأيضاً ظهور إشارة عند 163.9 ppm δ_C تعود إلى ذرة الكربون (C-6) وظهور إشارة عند 162.9 ppm δ_C تعود إلى ذرة الكربون (C-4) ، وظهرت إشارة عند 134.8 ppm δ_C تعود إلى ذرة كاربون (C-b) في CH₂CH=CH₂، وإشارة عند 118.3 ppm δ_C تعود إلى ذرة الكربون (C-c) و إشارة عند 70.2 ppm δ_C تعود إلى ذرة الكربون (C-5) وإشارة عند 49.2 ppm δ_C تعود الى ذرة كاربون (C-a) و إشارة عند 26.7 ppm δ_C تعود إلى ذرة الكربون مجموعة المثيل في NHMe

تشخيص المركب 113 بواسطة طيف (HSQC):

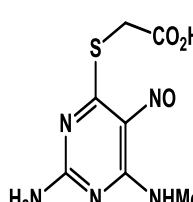
تم تشخيص المشتق 113 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الابعاد (¹H , ¹³C HSQC NMR) حيث اظهر الشكل (37) تقاطع لبروتونات مجموعة المثيل في NHMe عند الازاحة 2.89 ppm δ_H مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة 26.7 ppm δ_C كما أظهر الشكل تقاطع لبروتونات المثلين (CH₂-a) عند الازاحة 3.79 ppm δ_H مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة 49.2 ppm δ_C وكذلك تقاطع لبروتونات H(C) و H

(b) عند الازاحتين $\delta_H(5.55,5.15)$ ppm على التوالي مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة $\delta_C(134.8, 118.3)$ ppm على التوالي

تشخيص المركب 113 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (38) بوجود ازدواجين من نوع ($^2J_{C,H}$ coupling) و ازدواجين من نوع ($^3J_{CH_2a,Cc}$ coupling) بين بروتونات مجموعته CH_2a عند الازاحة $\delta_H(3.79)$ ppm و ذرة كربون C-c عند الازاحة $\delta_C(118.3)$ ppm ، اما الازدواج الثاني من نوع ($^3J_{CH_2a,C4}$ coupling) بين بروتونات المثليين CH_2a عند الازاحة $\delta_H(3.79)$ ppm و ذرة كربون C-4 عند الازاحة $\delta_C(162.8)$ ppm كما تم تشخيص الازدواج من نوع $^2J_{C,H}$ coupling فكان الازدواج الاول بين بروتونات CH_2a عند الازاحة $\delta_H(3.79)$ ppm و ذرة كربون $^2J_{CH_2a,Cb}$ coupling عند الازاحة $\delta_C(134.8)$ ppm و الازدواج الثاني $^2J_{CH_2c,Cb}$ coupling بين بروتونات CH_2c عند الازاحة $\delta_H(5.15)$ ppm و ذرة كربون cb عند الازاحة $\delta_C(134.8)$ ppm

6 - تشخيص المركب 114 من خلال طيف FT-IR و $^1\text{H-NMR}$ و $^{13}\text{C-NMR}$ و HMBC و HSQC

الرقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}						
		ν (OH)	ν (NH)	ν (CH)	ν (C=O)	ν (C=N)	ν (C=C)	ν (N=O)
114		3300	3100	2977	1709	1640	1588	1520

إذ أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3300 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (OH) الحامضية و أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3100 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص (2977 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (CH) في حين أظهر المركب حزمة أمتصاص عند التردد (1709 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (C=O) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1640 cm^{-1}) تعود إلى مط الأصرة (C=N) ، وحزمة عند التردد (1588 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C=C) وحزمة عند التردد (1520 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (N=O) كما في الشكل (39)

وجرى تشخيص المركب 114 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ باستعمال DMSO-d_6 كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (40) ، ظهور إشارة منفردة عريضة عند δ (11.30) ppm تعود إلى بروتون مجموعة (COOH) ، وظهر إشارة

منفردة وعريضة عند الازاحة δ (11.0)ppm تعود الى بروتون NH و إشارة منفردة وعريضة عند الازاحة δ (8.11)ppm تعود الى ايزومر بروتون مجموعة NH في NHMe وظهور اشارة مزدوجة عند δ (7.92)ppm بثابت ازدواج $J = 6.8 \text{ Hz}$ تعود الى بروتونات مجموعة (NH₂) ، كما ظهرت إشارة منفردة عند δ (3.94)ppm تعود إلى بروتون مجموعة SCH₂ و اشارة منفردة وعريضة عند δ (2.90) ppm تعود الى بروتونات مجموعة المثيل في NHMe

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹³C-NMR لهذا المركب ف جاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكاربون إزاحات الكيمائية واضحة ومميزة في الشكل (41) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_c (171.5)ppm التي تمثل ذرة الكاربون (COOH) ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_c (168.2)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-2) وظهور إشارة عند ppm δ_c (163.0) تعود إلى ذرة الكاربون (C-4) ، وظهرت إشارة عند δ_c (160.8)ppm تعود إلى ذرة كاربون (C-6)، و اشارة عند δ_c (90.2)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-5) و اشارة عند δ_c (31.3)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (SCH₂) و اشارة عند δ_c (28.9)ppm تعود الى ذرة كاربون المثيل في NHMe

تشخيص المركب 114 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 114 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الابعاد (¹H , ¹³C HSQC NMR) إذ اظهر الشكل (42) تقاطع لبروتونات مجموعة المثيل في NHMe عند الازاحة δ_H (2.9) ppm مع ذرة الكاربون التابعة لها عند الازاحة (28.9)ppm δ_c كما أظهر الشكل تقاطع لبروتونات المثيلين (SCH₂) في عند الازاحة δ_H (3.94) ppm مع ذرة الكاربون التابعة لها عند الازاحة δ_c (31.3) ppm

تشخيص المركب 114 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (43) بوجود أزواج من نوع ($^2J_{C,H}$ coupling) و أزواج من

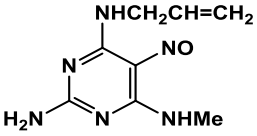
نوع ($^3J_{C,H}$ coupling) الأزواج الاول من نوع $^3J_{C_4,CH_2}$ coupling

بين و ذرة كاربون C-4 عند الازاحة δ_C (163.0)ppm و بروتونات مجموعة المثلين عند الازاحة

δ_H (3.94) ppm، اما الأزواج الثاني $^2J_{CO,CH_2}$ coupling بين ذرة كاربون الكاربونيل عند

الازاحة δ_C (171.5)ppm و بروتونات المثلين عند الازاحة δ_H (3.94)ppm

7 - تشخيص المركب 115 من خلال طيف FT-IR و 1H -NMR و ^{13}C -NMR و HSQC و HMBC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}				
		ν (NH ₂)	ν (NH)	ν (C=N)	ν (C=C)	ν (N=O)
115		3332	3178	1655	1573	1524

إذ أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3332 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH_2) و

أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3178 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH_2) وكذلك أظهر

طيف المركب حزمة أمتصاص (1655 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط ($C=N$) في حين اظهر المركب حزمة

امتصاص

عند التردد (1573 cm^{-1}) تعود الى اهتزاز مط (C=C) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1524 cm^{-1}) تعود إلى مط الأصرة (N=O) كما في الشكل (44)

وجرى تشخيص المركب 115 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ بأستعمال DMSO-d_6

كمزيب ، حيث أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (45) ، ظهور إشارة منفردة عريضة عند δ (11.50) ppm تعود الى بروتون مجموعة (NH) ، وظهور إشارة منفردة وعريضة عند الازاحة δ (8.75)ppm تعود الى بروتونات مجموعة NH في NHMe وظهور اشارة مزدوجة عند δ (7.87)ppm بثابت ازدواج $J = 7.8 \text{ Hz}$ تعود الى بروتونات مجموعة (NH₂) ، كما ظهرت إشارة متعددة عند δ (5.97)ppm تعود إلى بروتونات Hb و اشارة متعددة عند δ (5.13) ppm تعود الى بروتونات Hc و إشارة متعددة عند δ (4.09)ppm تعود إلى بروتونات Ha و إشارة منفردة و عريضة عند δ (2.86)ppm تعود إلى بروتونات مجموعة المثل في NHMe

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الاشكال

المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكاربون إزاحات كيميائية واضحة ومميزة في الشكل

(46) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_c (170.6)ppm التي تمثل ذرة الكاربون (C-4) ، وأيضاً

ظهور إشارة عند δ_c (164.8)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-6) وظهور

إشارة عند δ_c (163.4) ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-2) ، وظهرت إشارة عند

δ_c (134.7)ppm تعود إلى ذرة كاربون (Cb) ، وإشارة عند δ_c (116.2)ppm تعود إلى ذرة

الكاربون (Cc) و اشارة عند δ_c (70.2)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-5) وإشارة عند

δ_c (42.5)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (Ca) و اشارة عند δ_c (27.9)ppm تعود الى ذرة

كاربون المثل في NHMe

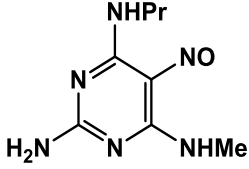
تشخيص المركب 115 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 115 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الابعاد (^1H , ^{13}C HSQC NMR) حيث اظهر الشكل (47) تقاطع لبروتونات مجموعه المثيل في NHMe عند الازاحه δ_{H} (2.86)ppm مع ذره الكربون التابعه لها عند الازاحه (27.9)ppm δ_{C} كما اظهر الشكل تقاطع لبروتونات $\text{CH}_{2\text{a}}$ في عند الازاحه δ_{H} (4.09) ppm مع ذره الكربون التابعه لها عند الازاحه δ_{C} (42.5) ppm و تقاطع لبروتونات $\text{CH}_{2\text{c}}$ عند الازاحه δ_{H} (5.13)ppm مع ذره الكربون التابعه لها عند الازاحه δ_{C} (116.2) ppm و تقاطع لبروتونات CH_{b} عند الازاحه δ_{H} (5.97)ppm مع ذره الكربون التابعه لها عند الازاحه δ_{C} (134.7) ppm

تشخيص المركب 115 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (48) بوجود ازدواجين من نوع ($^2J_{\text{C,H}}$ coupling) و ازدواج من نوع ($^3J_{\text{C,H}}$ coupling) الازدواج الاول من نوع $^2J_{\text{Ca,Hb}}$ coupling بين ذره كربون Ca عند الازاحه δ_{C} (42.5)ppm و بروتونات Hb عند الازاحه (5.97) ppm δ_{H} ، اما الازدواج الثاني $^2J_{\text{Cc,Hb}}$ coupling بين ذره كربون Cc عند الازاحه (116.2)ppm δ_{C} و بروتونات Hb عند الازاحه δ_{H} (5.97)ppm كم تم تشخيص ازدواج من نوع $^3J_{\text{C4,Ha}}$ coupling بين ذره كربون C-4 عند الازاحه δ_{C} (170.6)ppm و بروتونات Ha عند الازاحه δ_{H} (4.09)ppm

8 - تشخيص المركب 116 من خلال طيف FT-IR و $^1\text{H-NMR}$ و $^{13}\text{C-NMR}$ و HSQC و HMBC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التثخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}				
		$\nu (\text{NH}_2)$	$\nu (\text{NH})$	$\nu (\text{C=N})$	$\nu (\text{C=C})$	$\nu (\text{N=O})$
116		3332	3178	1650	1573	1527

إذ أظهر طيف المركب حزمة امتصاص عند التردد (3332 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH_2) و أظهر طيف المركب حزمة امتصاص عند التردد (3178 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة امتصاص (1650 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (C=N) في حين اظهر المركب حزمة امتصاص عند التردد (1573 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (C=C) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1527 cm^{-1}) تعود إلى مط الأصرة (N=O) كما في الشكل (49)

وجرى تشخيص المركب 116 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ باستعمال DMSO-d_6 كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (50) ، ظهور إشارتين منفردتين عند δ (11.79,11.53) ppm تعود إلى تدوير بروتون مجموعة (NH) ،

وظهور إشارة مزدوجة عند الازاحة δ (8.66)ppm بثابت ازدواج $J = 4.6$ Hz تعود الى بروتون مجموعة NHM في NHMe و ظهور إشارة مزدوجة (d) عند الازاحة δ (7.42)ppm بثابت ازدواج $J = 6.9$ Hz تعود الى بروتونات مجموعته NH_2 ، كما ظهرت إشارة متعددة عند δ (3.40)ppm تعود إلى بروتونات '1-CH₂-N و اشارة ثنائية عند δ (2.93,2.85) ppm تعود الى تدوير بروتونات المثل في NHMe و إشاره متعددة عند δ (1.57)ppm تعود إلى بروتونات ('2-CH₂) و إشارة ثلاثية عند δ (0.89)ppm و بثابت ازدواج $J = 7.2$ Hz تعود إلى بروتونات مجموعة المثل في ('3-Me)

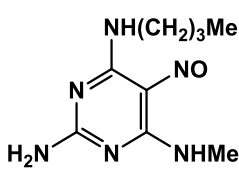
أما طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹³C-NMR لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكاربون إزاحات الكيمائية واضحة ومميزة في الشكل (51) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_c (170.6)ppm التي تمثل ذرة الكاربون (C-2) ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_c (164.9)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-6) و ظهور إشارة عند δ_c (163.9) ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-4) ، و ظهرت إشارة عند δ_c (70.2)ppm تعود إلى ذره كاربون (C-5)، و اشارة عند δ_c (42.1)ppm تعود '1-CH₂ و اشارة عند δ_c (26.7)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (NHMe) و اشارة عند δ_c (22.3)ppm تعود إلى ذرة '2-CH₂ و اشارة عند δ_c (11.9)ppm تعود الى ذره كاربون المثل في '3-Me

تشخيص المركب 116 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 116 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الابعاد (¹H , ¹³C HSQC NMR) إذ اظهر الشكل (52) تقاطع لبروتونات مجموعه المثل في ('3-Me) عند الازاحة δ_H (0.89)ppm مع ذره الكاربون التابعة لها عند الازاحة δ_c (11.9)ppm كما اظهر الشكل تقاطع لبروتونات '2-CH₂ عند الازاحة (1.57) ppm

δ_H مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة (22.3) ppm δ_C و تقاطع لبروتونات CH_2-1' عند الازاحة (3.40) ppm δ_H مع ذره الكربون التابعة لها عند الازاحة (42.1) ppm δ_C

9 - تشخيص المركب 117 من خلال طيف FT-IR و ^1H-NMR و $^{13}C-NMR$ و HMBC و HSQC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}				
		$\nu (NH_2)$	$\nu (NH)$	$\nu (C=N)$	$\nu (C=C)$	$\nu (N=O)$
117		3332	3178	1630	1573	1527

إذ أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3332 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH_2) و أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3178 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص (1630 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط ($C=N$) في حين أظهر المركب حزمة امتصاص عند التردد (1573 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط ($C=C$) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1527 cm^{-1}) تعود إلى مط الآصرة ($N=O$) كما في الشكل (53)

وجرى تشخيص المركب 117 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H-NMR باستعمال $DMSO-d_6$ كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (54) ، ظهور إشارة

منفردة عريضة عند δ (11.19) ppm تعود الى بروتون مجموعة (NH) ، وظهر إشارة مزدوجة عند الازاحة δ (7.87)ppm بثابت ازدواج $J = 7.9$ Hz تعود الى بروتونات مجموعة NH_2 كما ظهرت إشارة متعددة عند δ (3.47)ppm تعود إلى بروتونات NCH_2-1' و اشارتان منفردتان عند δ (2.92,2.86) ppm تعود الى تدوير بروتونات المثل في NHMe و إشارة متعددة عند δ (1.50–1.38)ppm تعود إلى بروتونات (CH_2-2') و (CH_2-3') و إشارة ثلاثية عند δ (0.92)ppm تعود الى بروتونات $\text{Me}-4'$

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكاربون إزاحات الكيمائية واضحة ومميزة في الشكل (55) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_c (170.6)ppm التي تمثل ذرة الكاربون (C-2) ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_c (164.9)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-6) وظهر إشارة عند δ_c (163.9)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-4) ، وظهرت إشارة عند δ_c (70.2)ppm تعود إلى ذرة كاربون (C-5) ، وإشارة عند δ_c (52.9)ppm تعود إلى ذرة الكاربون ($\text{C}-1'$) و إشارة عند δ_c (31.1)ppm تعود إلى ذرة الكاربون ($\text{C}-2'$) وإشارة عند δ_c (26.7)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (NHMe) و إشارة عند δ_c (20.1)ppm تعود الى ذرة كاربون ($\text{C}-3'$) وإشارة عند δ_c (14.1)ppm تعود إلى ذرة الكاربون ($\text{C}-4'$)

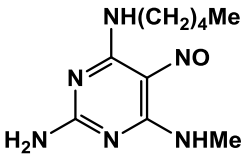
تشخيص المركب 117 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 117 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الأبعاد (^1H , ^{13}C HSQC NMR) إذ اظهر الشكل (56) δ_{C} تقاطع لبروتونات المثل 4'-Me في عند الازاحة δ_{H} (0.92) ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة (14.1) ppm و تقاطع لبروتونات مجموعتي المثلين ($\text{CH}_2\text{-}2'$) و ($\text{CH}_2\text{-}3'$) عند الازاحة (1.50-1.38) ppm δ_{H} مع ذرة الكربون التابعة لهما عند الازاحة (20.1,31.1) ppm δ_{C} كما اظهر الشكل تقاطع لبروتونات مجموعة المثل في NHMe عند الازاحة δ_{H} (2.9) ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة (26.7) ppm δ_{C} و تقاطع لبروتونات $\text{CH}_2\text{-}1'$ عند الازاحة δ_{H} (3.47) ppm مع ذرة الكربون التابعة لهما عند الازاحة (52.9) ppm δ_{C}

تشخيص المركب 117 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (57) بوجود ازدواجين من نوع ($^2J_{\text{C,H}}$ coupling) و ازدواج من نوع ($^3J_{\text{C,H}}$ coupling) الازدواج الاول من نوع $^2J_{\text{CH}2-3',\text{C}4'}$ coupling بين و ذرة كربون $\text{C}4'$ عند الازاحة (14.1) ppm δ_{C} و بروتونات $\text{CH}2-3'$ عند الازاحة (1.38) ppm δ_{H} ، اما الازدواج الثاني $^2J_{\text{CH}1',\text{C}2'}$ coupling بين ذره كربون $\text{C}2'$ عند الازاحة (31.1) ppm δ_{C} و بروتونات $\text{CH}1'$ عند الازاحة (3.47) ppm δ_{H} كم تم تشخيص ازدواج من نوع $^3J_{\text{CH}1',\text{C}4}$ coupling بين ذره كربون $\text{C-}4$ عند الازاحة (163.9) ppm δ_{C} و بروتونات $\text{CH}1'$ عند الازاحة (3.47) ppm δ_{H}

10 - تشخيص المركب 118 من خلال طيف FT-IR و $^1\text{H-NMR}$ و $^{13}\text{C-NMR}$ و HSQC و HMBC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}				
		$\nu (\text{NH}_2)$	$\nu (\text{NH})$	$\nu (\text{C}=\text{N})$	$\nu (\text{C}=\text{C})$	$\nu (\text{N}=\text{O})$
118		3317	3186	1610	1573	1500

إذ أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3317 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH_2) و أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3186 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص (1610 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط ($\text{C}=\text{N}$) في حين أظهر المركب حزمه أمتصاص عند التردد (1573 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط ($\text{C}=\text{C}$) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1500 cm^{-1}) تعود إلى مط الأصرة ($\text{N}=\text{O}$) كما في الشكل (58)

و جرى تشخيص المركب 118 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ بأستعمال DMSO-d_6 كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (59) و امتداد الطيف في الشكل (60) ، ظهور إشارتين منفردتين عند δ (11.79,11.53) ppm تعود إلى تدوير بروتون مجموعة (NH) ، و ظهور إشارة مزدوجة عند δ (8.69) ppm بثابت ازدواج $J = 4.5$ Hz تعود إلى بروتون مجموعة NH في (NHMe) و إشارة مزدوجة عند δ (7.41) ppm بثابت

ازدواج $J = 5.4 \text{ Hz}$ تعود الى بروتونات مجموعة (NH_2)، كما ظهرت إشارة متعددة عند $\delta (3.45) \text{ ppm}$ تعود إلى بروتونات NCH_2-1' و اشارتان مزدوجتان عند $\delta (2.93, 2.86) \text{ ppm}$ تعود الى تدوير بروتونات مجموعة المثل NHMe و إشارة متعددة عند $\delta (1.61, 1.52) \text{ ppm}$ تعود الى بروتونات ($\text{CH}_2-2' + \text{CH}_2-3'$) و إشارة متعددة عند $\delta (1.30) \text{ ppm}$ تعود إلى بروتونات CH_2-4' و إشارة ثلاثية عند $\delta (0.88) \text{ ppm}$ بثابت ازدواج $J = 7.0 \text{ Hz}$ تعود إلى بروتونات مجموعة المثل في $\text{Me}-5'$

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكاربون إزاحات الكيمائية واضحة ومميزة في الشكل (61) ، ظهور إشارة كيميائية عند $\delta_{\text{C}} (164.8) \text{ ppm}$ التي تمثل ذرة الكاربون (C-2) ، وأيضاً ظهور إشارة عند $\delta_{\text{C}} (163.9) \text{ ppm}$ تعود إلى ذرة الكاربون (C-6) و ظهور إشارة عند $\text{ppm } \delta_{\text{C}} (163.4)$ تعود إلى ذرة الكاربون (C-4) ، وظهرت إشارة عند $\delta_{\text{C}} (136.7) \text{ ppm}$ تعود إلى ذرة كاربون (C-5)، وإشارة عند $\delta_{\text{C}} (40.6) \text{ ppm}$ تعود إلى ذرة الكاربون ($\text{C}-1'$) و إشارة عند $\delta_{\text{C}} (29.2) \text{ ppm}$ تعود إلى ذرة الكاربون ($\text{C}-2'$) وإشارة عند $\delta_{\text{C}} (28.7) \text{ ppm}$ تعود إلى ذرة الكاربون ($\text{C}-3' + \text{NHMe}$) و إشارة عند $\delta_{\text{C}} (22.4) \text{ ppm}$ تعود الى ذرة كاربون ($\text{C}-4'$) و إشارة عند $\delta_{\text{C}} (14.4) \text{ ppm}$ تعود الى ذرة كاربون ($\text{C}-5'$)

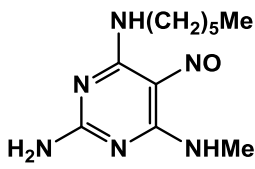
تشخيص المركب 118 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 118 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الأبعاد (^1H , ^{13}C HSQC NMR) إذ أظهر الشكل (62) تقاطع لبروتونات مجموعة المثيل في Me-5' عند الازاحة δ_{H} (0.88)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة (14.4)ppm δ_{C} كما أظهر الشكل تقاطع لبروتونات CH2-4' في عند الازاحة (1.3)ppm δ_{H} مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة (22.4)ppm δ_{C} و تقاطع لبروتونات CH-3' عند الازاحة (1.52)ppm δ_{H} مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة (28.7)ppm δ_{C} و تقاطع لبروتونات CH-2' عند الازاحة (1.61)ppm δ_{H} مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة (29.2)ppm δ_{C} و تقاطع لبروتونات NHMe عند الازاحة (2.9)ppm δ_{H} مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة (28.7)ppm δ_{C} و تقاطع لبروتونات CH-1' عند الازاحة (3.45)ppm δ_{H} مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة (40.6)ppm δ_{C}

تشخيص المركب 118 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (63) بوجود ازدواج من نوع ($^2J_{\text{C,H}}$ coupling) و ازدواجين من نوع ($^3J_{\text{C,H}}$ coupling) الازدواج الاول من نوع $^2J_{\text{CH2-4'},\text{C-5'}}$ coupling بين و ذرة كربون C-5' عند الازاحة (14.4)ppm δ_{C} و بروتونات CH2-4' عند الازاحة (1.30)ppm δ_{H} ، اما الازدواج الثاني $^3J_{\text{CH2-1'},\text{C-3'}}$ coupling بين ذرة كربون C-3' عند الازاحة (28.7)ppm δ_{C} و بروتونات CH2-1' عند الازاحة (3.45)ppm δ_{H} و ازدواج من نوع $^3J_{\text{CH2-1'},\text{C-4'}}$ coupling بين ذرة كربون C-4' عند الازاحة (163.4)ppm δ_{C} و بروتونات CH2-1' عند الازاحة (3.45)ppm δ_{H}

11 - تشخيص المركب 119 من خلال طيف FT-IR و ¹H-NMR و ¹³C-NMR و HSQC و HMBC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm ⁻¹			
		ν (NH ₂)	ν (NH)	ν (C=C)	ν (C=N)
119		3317	3170	1573	1666

إذ أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3317 cm⁻¹) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH₂) و أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3170 cm⁻¹) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) في حين أظهر المركب حزمة امتصاص عند التردد (1573 cm⁻¹) تعود إلى اهتزاز مط (C=C) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1666 cm⁻¹) تعود إلى مط الأصرة (C=N) كما في الشكل (64)

و جري تشخيص المركب 119 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹H-NMR بأستعمال DMSO-d₆ كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (65) ، ظهور إشارتين منفردتين عند δ (11.79,11.53) ppm تعود إلى تدوير بروتون مجموعة (NH) ، و ظهور اشارة مزدوجة عند δ (8.67)ppm تعود إلى بروتون مجموعة NH في (NHMe) و اشارة

مزدوجة عند δ (7.41)ppm تعود الى بروتونات مجموعة (NH_2) ، كما ظهرت إشارة متعددة عند δ (3.37)ppm تعود إلى بروتونات CH_2-1' و اشارتان مزدوجتان عند δ (2.93,2.86)ppm تعود الى تدوير بروتونات مجموعه المثل في NHMe و اشارته متعدده عند δ (1.59-1.40) ppm تعود الى بروتونات ($\text{CH}_2-2'+\text{CH}_2-5'$) و إشارة ثلاثية عند δ (0.86)ppm تعود إلى بروتونات مجموعة المثل في $\text{Me}-6'$

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الأشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكربون إزاحات الكيمائية واضحة ومميزة في الشكل (66) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_{C} (170.2)ppm التي تمثل ذرة الكربون (C-2) ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_{C} (164.3)ppm تعود إلى ذرة الكربون (C-4) وظهر إشارة عند δ_{C} (162.8)ppm تعود إلى ذرة الكربون (C-6) ، وظهرت إشارة عند δ_{C} (69.6)ppm تعود إلى ذرة كربون (C-5) ، وإشارة عند δ_{C} (41.0)ppm تعود إلى ذرة الكربون ($\text{C}-1'$) و اشارته عند δ_{C} (31.0)ppm تعود إلى ذرة الكربون ($\text{C}-2'+\text{C}-4'$) وإشارة عند δ_{C} (30.8)ppm تعود إلى ذرة الكربون ($\text{C}-3'$) و اشارته عند δ_{C} (26.0)ppm تعود الى ذرة كربون المثل في NHMe و اشارته عند δ_{C} (21.9)ppm تعود إلى ذرة الكربون ($\text{C}-5'$) وإشارة عند δ_{C} (13.8)ppm تعود إلى ($\text{C}-6'$)

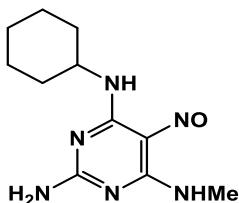
تشخيص المركب 119 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 119 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الأبعاد (^1H , ^{13}C HSQC NMR) إذ اظهر الشكل (67) تقاطع لبروتونات مجموعة المثل في Me-6' عند الازاحة δ_{H} (0.86)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة (13.8)ppm δ_{C} و تقاطع لبروتونات NHMe عند الازاحة δ_{H} (2.9)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (26.0)ppm و تقاطع لبروتونات CH-1' عند الازاحة δ_{H} (3.37) ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (41.0)ppm

تشخيص المركب 119 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (68) بوجود ثلاث ازدواجات من نوع ($^3J_{\text{C,H}}$ coupling) الازدواج الاول من نوع $^3J_{\text{CH}_2-4}$, C-6' coupling بين ذرة كربون C-6' عند الازاحة δ_{C} (13.8)ppm و بروتونات CH2-4' عند الازاحة δ_{H} (1.4) ppm، اما الازدواج الثاني $^3J_{\text{CH}_2-1}$ C-3' coupling بين ذرة كربون C-3' عند الازاحة δ_{C} (30.8)ppm و بروتونات CH2-1' عند الازاحة δ_{H} (3.37)ppm و ازدواج من نوع $^3J_{\text{CH}_2-1}$, C-4 coupling بين ذرة كربون C-4 عند الازاحة δ_{C} (164.4)ppm و بروتونات CH2-1' عند الازاحة δ_{H} (3.37) ppm

12 - تشخيص المركب 120 من خلال طيف FT-IR و $^1\text{H-NMR}$ و $^{13}\text{C-NMR}$ و HSQC و HMBC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشفيرية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}				
		$\nu (\text{NH}_2)$	$\nu (\text{NH})$	$\nu (\text{C}=\text{N})$	$\nu (\text{C}=\text{C})$	$\nu (\text{N}=\text{O})$
120		3317	3163	1666	1573	1558

إذ أظهر طيف المركب حزمة امتصاص عند التردد (3317 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH_2) و أظهر طيف المركب حزمة امتصاص عند التردد (3163 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة امتصاص (1666 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط ($\text{C}=\text{N}$) في حين أظهر المركب حزمة امتصاص عند التردد (1573 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط ($\text{C}=\text{C}$) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1558 cm^{-1}) تعود إلى مط الأصرة ($\text{N}=\text{O}$) كما في الشكل (69)

و جرى تشخيص المركب 120 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$

بأستعمال DMSO-d_6 كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (70) ، ظهور إشارة منفردة عريضة عند $\delta (11.51) \text{ ppm}$ تعود إلى بروتون مجموعة (NH) ، و ظهور إشارة مزدوجة عند $\delta (8.26) \text{ ppm}$ بثابت ازدواج $J = 4.9 \text{ Hz}$ تعود إلى بروتون مجموعة NH في

NHMe

، ظهور إشارة منفردة عريضة عند δ (7.39) ppm تعود الى بروتون مجموعة (NH₂) ، كما ظهرت إشارة متعددة عند δ (2.86)ppm تعود إلى بروتونات مجموعة المثل في NHMe و CH في السايكلوهكسان و اشارة متعددة عند δ (1.86-1.27) ppm تعود الى بروتونات السايكلوهكسان

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹³C-NMR لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكاربون إزاحات الكيمائية واضحة ومميزة في الشكل (71) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_c (170.6)ppm التي تمثل ذرة الكاربون (C-2) ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_c (164.9)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-4) وظهور إشارة عند ppm δ_c (162.5) تعود إلى ذرة الكاربون (C-6) ، وظهرت إشارة عند δ_c (70.2)ppm تعود إلى ذرة الكاربون(C-5) وإشارة عند δ_c (49.0) ppm تعود إلى ذرة الكاربون(C-1') و اشارة عند δ_c (32.4)ppm تعود إلى ذرة الكاربون(C-2' +C-6') و اشارة عند δ_c (27.8)ppm تعود الى ذرة كاربون المثل في NHMe و اشارة عند δ_c (25.41 , 24.5, 22.2)ppm تعود إلى ذرة الكاربون(C-3' +C-4'+ C-5')

تشخيص المركب 120 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 120 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الأبعاد

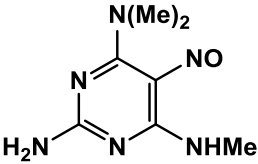
(¹H , ¹³C HSQC NMR) إذ اظهر الشكل (72) تقاطع لبروتونات 'CH-1 عند الازاحة

δ_H (1.27)ppm مع ذرة الكاربون التابعة لها عند الازاحة δ_c (49.0)ppm

تشخيص المركب 120 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (73) بوجود ازدواجين من نوع ($^3J_{C,H}$ coupling) الازدواج الاول من نوع $^3J_{CH-1',C-5'}$ coupling بين ذره كاربون '5-C عند الازاحة δ_C (22.2)ppm و بروتونات '1-CH عند الازاحة δ_H (1.86) ppm، اما الازدواج الثاني $^3J_{CH2-2',C-1'}$ coupling بين ذرة كاربون '1-C عند الازاحة δ_C (49.0)ppm و بروتونات '2-CH2 عند الازاحة δ_H (1.27)ppm

13 - تشخيص المركب 121 من خلال طيف FT-IR و ^1H-NMR و $^{13}C-NMR$ و HSQC و HMBC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}				
		ν (NH ₂)	ν (NH)	ν (C=N)	ν (C=C)	ν (N=O)
121		3348	3170	1660	1573	1542

إذ أظهر طيف المركب حزمة امتصاص عند التردد (3348 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH₂) و أظهر طيف المركب حزمة امتصاص عند التردد (3170 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة امتصاص (1660 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (C=N) في حين اظهر المركب حزمة امتصاص عند التردد (1573 cm^{-1}) تعود الى

اهتزاز مط (C=C) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1542 cm^{-1}) تعود إلى مط الأصرة (N=O) كما في الشكل (74)

وجرى تشخيص المركب 121 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ بأستعمال DMSO-d_6 كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (75) ، ظهور إشارة منفردة عريضة عند δ (11.19) ppm تعود إلى بروتون مجموعة (NH) ، ظهور إشارة منفردة عريضة عند δ (8.65) ppm تعود إلى بروتون مجموعة (NH) في NHMe ، و ظهور اشارة مزدوجة عند δ (7.91)ppm بثابت ازدواج $J = 7.9 \text{ Hz}$ تعود إلى بروتونات مجموعة (NH_2) ، ظهور إشارتين منفردتين عند δ (3.18,3.15) ppm تعود إلى بروتونات مجموعتي المثل في (NMe_2) ، كما ظهرت إشارتين منفردتين عند δ (2.87, 2.85) ppm تعود إلى تدوير بروتونات مجموعة المثل NHMe

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكاربون إزاحات الكيميائية واضحة ومميزة في الشكل (76) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_c (170.0)ppm التي تمثل ذرة الكاربون (C-6) ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_c (163.4)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-2) و ظهور إشارة عند ppm (151.2) δ_c تعود إلى ذرة الكاربون (C-4) ، وظهرت إشارة عند δ_c (69.7)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-5) و اشارة عند δ_c (39.8) ppm تعود إلى ذرة الكاربون مجموعتي المثل NMe_2 و اشارة عند δ_c (26.2)ppm تعود إلى ذرة الكاربون NHMe.

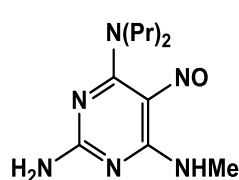
تشخيص المركب 121 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 121 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الأبعاد (^1H , ^{13}C HSQC NMR) إذ أظهر الشكل (77) تقاطع لبروتونات NHMe عند الازاحة δ_{H} (2.87)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (26.2)ppm تقاطع لبروتونات NMe2 عند الازاحة δ_{H} (3.18)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (39.8)ppm

تشخيص المركب 121 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (78) بوجود ازدواج من نوع ($^3J_{\text{C,H}}$ coupling) الازدواج من نوع $^3J_{\text{CH}_3, \text{C-4}}$ coupling بين ذرة كربون C-4 عند الازاحة δ_{C} (151.2)ppm و بروتونات مجموعتي المثيل عند الازاحة δ_{H} (3.18,3.15)ppm

14 - تشخيص المركب 122 من خلال طيف FT-IR و $^1\text{H-NMR}$ و $^{13}\text{C-NMR}$ و HSQC و HMBC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}				
		ν (NH ₂)	ν (NH)	ν (C=N)	ν (C=C)	ν (N=O)
122		3332	3170	1660	1589	1527

أظهر طيف المركب حزمة امتصاص عند التردد (3332 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH_2) و أظهر طيف المركب حزمة امتصاص عند التردد (3170 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة امتصاص (1660 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط ($\text{C}=\text{N}$) في حين اظهر المركب حزمة امتصاص عند التردد (1589 cm^{-1}) تعود الى اهتزاز مط ($\text{C}=\text{C}$) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1527 cm^{-1}) تعود إلى مط الآصرة ($\text{N}=\text{O}$) كما في الشكل (79)

و جري تشخيص المركب 122 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ بأستعمال DMSO-d_6 كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (80) و امتداد الطيف في الشكل (81) ، ظهور إشارة منفردة عريضة عند δ (11.19) ppm تعود الى بروتون مجموعة (NH) ، وظهر اشارة مزدوجة عند δ (7.89)ppm بثابت ازدواج $J = 7.9 \text{ Hz}$ تعود الى بروتونات مجموعة (NH_2) كما ظهرت إشارة متعددة عند δ (3.44)ppm تعود إلى بروتونات $\text{NCH}_2\text{-1}'$ و اشارة منفردة و عريضة عند δ (2.86) ppm تعود الى بروتونات المثل في NHMe و إشارة متعددة عند δ (1.64)ppm تعود إلى بروتونات ($\text{CH}_2\text{-2}'$) و إشارة ثلاثية عند δ (0.90)ppm تعود إلى بروتونات مجموعة المثل في ($\text{Me-3}'$)

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكاربون إزاحات الكيميائية واضحة ومميزة في الشكل (82) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_c (170.0)ppm التي تمثل ذرة الكاربون (C-6) ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_c (163.4)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-2) وظهر إشارة عند ppm δ_c (151.2) تعود إلى ذرة الكاربون (C-4) ، وظهرت إشارة عند δ_c (69.7)ppm تعود إلى ذرة

كاريون (C-5)، وإشارة عند δ_C (48.3)ppm تعود CH2-1' و إشارة عند δ_C (26.2)ppm تعود إلى ذرة الكاريون (NHMe) وإشارة عند δ_C (21.7)ppm تعود إلى ذرة CH2-2' و إشارة عند δ_C (10.9)ppm تعود إلى ذرة كاريون المثل في Me-3'

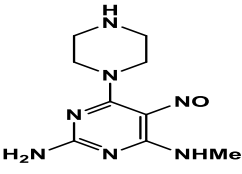
تشخيص المركب 122 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 122 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الأبعاد (1H , ^{13}C HSQC NMR) إذ أظهر الشكل (83) تقاطع لبروتونات مجموعة المثل في (Me-3') عند الازاحة δ_H (0.90)ppm مع ذرة الكاريون التابعة لها عند الازاحة (10.9)ppm δ_C كما أظهر الشكل تقاطع لبروتونات CH2-2' عند الازاحة δ_H (1.64)ppm مع ذرة الكاريون التابعة لها عند الازاحة (21.7)ppm δ_C تقاطع لبروتونات مجموعة المثل في NHMe عند الازاحة (2.86)ppm δ_H مع ذرة الكاريون التابعة لها عند الازاحة (26.2)ppm δ_C و تقاطع لبروتونات CH2-1' عند الازاحة (3.44)ppm δ_H مع ذرة الكاريون التابعة لها عند الازاحة (48.3)ppm δ_C

تشخيص المركب 122 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (84) بوجود ازدواجين من نوع ($^3J_{C,H}$ coupling) الازدواج الاول من نوع $^3J_{CH_3-3', C-1'}$ coupling بين ذرة كاريون C-1' عند الازاحة (48.3)ppm δ_C و بروتونات مجموعة المثل CH3-3' عند الازاحة (0.90)ppm δ_H الازدواج الثاني من نوع $^3J_{CH_2-1', C-4}$ coupling بين ذرة كاريون C-4 عند الازاحة (151.2)ppm δ_C و بروتونات مجموعة المثل CH2-1' عند الازاحة (3.44)ppm δ_H

15 - تشخيص المركب 123 من خلال طيف FT-IR و $^1\text{H-NMR}$ و $^{13}\text{C-NMR}$ و HSQC و HMBC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}				
		$\nu (\text{NH}_2)$	$\nu (\text{NH})$	$\nu (\text{C=N})$	$\nu (\text{C=C})$	$\nu (\text{N=O})$
123		3348	3170	1666	1589	1535

أظهر طيف المركب حزمة امتصاص عند التردد (3348 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH_2) و أظهر طيف المركب حزمة امتصاص عند التردد (3170 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة امتصاص (1666 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط (C=N) في حين اظهر المركب حزمه امتصاص عند التردد (1589 cm^{-1}) تعود الى اهتزاز مط (C=C) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1535 cm^{-1}) تعود إلى مط الآصرة (N=O) كما في الشكل (85) و جرى تشخيص المركب 123 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ باستعمال DMSO-d_6 إذ اظهر الازاحات الكيميائية في الشكل (86) ظهور اشارة منفردة و عريضة عند $\delta (11.19)\text{ppm}$ تعود الى بروتون مجموعه NH في NHMe و ظهور اشارة منفردة عند $\delta (8.64)\text{ppm}$ تعود الى بروتون مجموعه NH في NHCH_2 و اشارة مزدوجة عند $\delta (7.89)\text{ppm}$ و بثابت ازدواج $J = 8.0 \text{ Hz}$ تعود الى

بروتونات تعود الى بروتونات مجموعة NH_2 و اشارة عند δ (4.23)ppm تعود الى بروتونات CH_2CH_2 القريبة لمجموعة NO كما ظهرت اشارة منفردة و عريضة عند δ (2.86)ppm تعود لبروتونات مجموعة المثيل NHMe و ظهور اشارة متعددة عند δ (2.24) ppm تعود الى بروتونات CH_2CH_2 البعيدة عن NO

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C -NMR لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكربون إزاحات الكيمائية واضحة ومميزة في الشكل (87) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_{C} (170.1)ppm التي تمثل ذرة الكربون (C-2) ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_{C} (163.4)ppm تعود إلى ذرة الكربون (C-4) وظهور إشارة عند δ_{C} (151.2) ppm تعود إلى ذرة الكربون (C-6) ، وظهرت إشارة عند δ_{C} (138.8)ppm تعود إلى ذرة الكربون (C-5) وإشارة عند δ_{C} (69.7) ppm تعود إلى ذرة الكربون مجموعة (CH_2) وإشارة عند δ_{C} (44.1) ppm تعود إلى ذرة الكربون مجموعة (CH_2) وإشارة عند δ_{C} (26.2) ppm تعود إلى ذرة الكربون مجموعة NHMe

تشخيص المركب 123 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 123 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الأبعاد (^1H , ^{13}C HSQC NMR) إذ اظهر الشكل (88) تقاطع لبروتونات NHMe عند الازاحة δ_{H} (2.86)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (26.2)ppm تقاطع بروتونات CH_2 عند الازاحة δ_{H} (2.24)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (44.1)ppm تقاطع لبروتونات CH_2 عند الازاحة δ_{H} (4.23)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (69.7)ppm

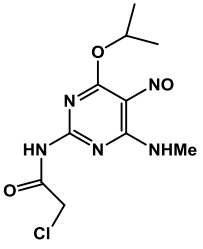
تشخيص المركب 123 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (89) بوجود ازدواج من نوع ($^3J_{C,H}$ coupling) الازدواج من

نوع $^3J_{CH_2, C-4}$ coupling بين و ذرة كاربون C-4 عند الازاحة (163.4)ppm δ_C و بروتونات

مجموعتي المثلين عند الازاحة (2.86,4.24) ppm δ_H

16 - تشخيص المركب 124 من خلال طيف FT-IR و 1H -NMR و ^{13}C -NMR و HMBC و HSQC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}						
		ν (NH)	ν (CH)	ν (C=O)	ν (C=N)	ν (C=C)	ν (N=O)	ν (C-O)
124		3180	2970	1680	1650	1580	1520	1300

أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3180 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط

مجموعة (NH) و أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (2970 cm^{-1}) تعود إلى

اهتزاز مط مجموعة (CH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص (1680 cm^{-1}) تعود إلى

اهتزاز مط ($C=O$) في حين اظهر المركب حزمة امتصاص عند التردد (1650 cm^{-1}) تعود الى

اهتزاز مط ($C=N$) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1580 cm^{-1}) تعود إلى مط الآصرة

(C=C)

و حزمة امتصاص عند التردد (1520) تعود الى اهتزاز مط الاصره (N=O) و حزمة امتصاص عند التردد (1300) تعود الى اهتزاز مط الاصره (C-O) كما في الشكل (90)

وجرى تشخيص المركب 124 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$

بأستعمال DMSO-d_6 كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (91) ، ظهور إشارة منفردة عريضة عند δ (11.20) ppm تعود الى بروتون مجموعة (NH) في NHMe ، وظهر إشارة منفردة عند δ (8.61) ppm تعود الى بروتون مجموعة (NH) في NHCO ، وظهر إشارة متعددة عند δ (5.54) ppm تعود الى بروتونات مجموعة (CH) في CHMe_2 ، ظهور إشارة منفردة عند δ (4.81) ppm تعود الى بروتونات مجموعة (CH_2Cl) ، كما ظهرت إشارة منفردة و عريضة عند δ (2.86) ppm تعود الى بروتونات مجموعة المثل في NHMe ، و ظهور إشارتين منفردتين عند δ (1.40,1.39) ppm تعود الى بروتونات مجموعتي المثل في (CHMe_2)

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكاربون إزاحات الكيميائية واضحة ومميزة في الشكل (92) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_{C} (167.2) ppm التي تمثل ذرة الكاربون (C=O) ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_{C} (162.1) ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-6) وظهر إشارة عند δ_{C} (159.3) ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-4) ، وظهرت إشارة عند δ_{C} (151.7) ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-2) وإشارة عند δ_{C} (130.1) ppm تعود إلى ذرة الكاربون مجموعة (C-5) وإشارة عند δ_{C} (72.1) ppm تعود إلى ذرة الكاربون مجموعة (CH) وإشارة عند δ_{C} (41.6) ppm

تعود إلى ذرة الكاربون مجموعة CH_2Cl وإشارة عند δ_{C} (26.7) ppm تعود إلى كاربون NHMe وإشارة عند δ_{C} (22.3) ppm تعود إلى ذرة الكاربون مجموعتي المثيل في (CHMe_2)

تشخيص المركب 124 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 124 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الأبعاد

(^1H , ^{13}C HSQC NMR) إذ أظهر الشكل (93) تقاطع لبروتونات المثيل في CHMe_2

عند الازاحة δ_{H} (1.4) ppm مع ذرة الكاربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (22.3) ppm و

تقاطع لبروتونات المثيل في NHMe عند الازاحة δ_{H} (2.86) ppm مع ذرة الكاربون التابعة لها

عند الازاحة δ_{C} (26.7) ppm وتقاطع لبروتونات CH_2Cl عند الازاحة δ_{H} (4.81) ppm مع

ذره الكاربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (41.6) ppm وتقاطع لبروتونات CH في CHMe_2

عند الازاحة δ_{H} (5.54) ppm مع ذره الكاربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (72.1) ppm

تشخيص المركب 124 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (94) بوجود ازدواجين من نوع ($^2J_{\text{C,H}}$ coupling) و ازدواج من نوع

($^3J_{\text{C,H}}$ coupling) الازدواج الاول من نوع $^2J_{\text{CH,Me}}$ coupling بين ذرة كاربون

مجموعتي المثيل عند الازاحة δ_{C} (22.3) ppm و بروتونات CH عند الازاحة δ_{H} (5.54) ppm،

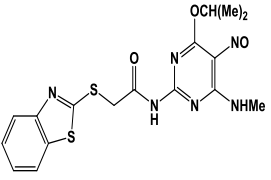
اما الازدواج الثاني $^2J_{\text{CH}_2,\text{CO}}$ coupling بين ذرة كاربون الكاربونيل عند الازاحة

δ_{C} (167.2) ppm و بروتونات CH_2 عند الازاحة δ_{H} (4.81) ppm و ازدواج من نوع

$^3J_{\text{CH,C-4}}$ coupling بين ذرة كاربون C-4 عند الازاحة δ_{C} (159.3) ppm و بروتون CH عند

الازاحة δ_{H} (5.54) ppm

17 - تشخيص المركب 125 من خلال طيف FT-IR و $^1\text{H-NMR}$ و $^{13}\text{C-NMR}$ و HSQC و HMBC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}					
		$\nu (\text{NH}_{\text{amide}})$	$\nu (\text{NH})$	$\nu (\text{C=O})$	$\nu (\text{C=N})$	$\nu (\text{C=C})$	$\nu (\text{N=O})$
125		3117	3163	1774	1615	1589	1527

أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3117 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) الامايدية و أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (3163 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (NH) وكذلك أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص (1774 cm^{-1}) تعود الى اهتزاز مط (C=O) في حين أظهر المركب حزمة أمتصاص عند التردد (1615) تعود الى اهتزاز مط (C=N) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1589 cm^{-1}) تعود إلى مط الأصرة (C=C) و حزمه امتصاص عند التردد (1527 cm^{-1}) تعود الى اهتزاز مط الاصرة (N=O) كما في الشكل (95)

وجرى تشخيص المركب 125 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ بأستعمال DMSO-d_6 كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (96) ، ظهور إشارة منفردة عند δ (11.19) ppm تعود الى بروتون مجموعة (NH) الامايدية ، و ظهور إشارة منفردة عريضة عند δ (8.06) ppm تعود الى بروتون مجموعة (NH)

في NHMe ، وظهور إشارة متعددة عند δ (7.93–7.35)ppm تعود الى البروتونات الاروماتية وظهور إشارة متعددة عند δ (5.54)ppm تعود الى بروتون CH في CHMe_2 وظهور إشاره متعددة عند δ (3.05)ppm تعود الى بروتونات SCH_2 و إشارة منفردة عريضة عند δ (2.87) ppm تعود الى بروتونات مجموعة المثل في NHMe كما ظهرت إشارتان منفردتان عند δ (1.40,1.38) ppm تعود الى بروتونات مجموعتي المثل في (CHMe_2)

أما طيف الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكاربون إزاحات الكيمائية واضحة ومميزة في الشكل (97) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_{C} (170.0)ppm التي تمثل ذرة الكاربون (C=O) ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_{C} (164.5)ppm تعود إلى ذرة الكاربون ($\text{C}-2'$) وظهور إشارة عند δ_{C} (163.3)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-4+C-6) ، وظهرت إشارة عند δ_{C} (152.2)ppm تعود إلى ذرة الكاربون (C-2) وإشارة عند δ_{C} (151.2) ppm تعود إلى ذرة الكاربون مجموعة ($\text{C}-3'$) وإشارة عند δ_{C} (138.7) ppm تعود إلى ذرة الكاربون مجموعة ($\text{C}-7\text{a}'$) وإشاره عند (134.9) δ_{C} ppm تعود إلى ذرة الكاربون مجموعة ($\text{C}-3\text{a}'+\text{C}-5$) وإشارة عند

ppm (δ_{C} 124.7 , 121.9 , 121.3) تعود الى كاربون الاروماتية C_{arom} وإشارة عند δ_{C} (69.6) ppm تعود إلى ذرة الكاربون CH في (CHMe_2) وإشارة عند δ_{C} (36.3) ppm تعود إلى ذرة الكاربون مجموعة (SCH_2) وإشارة عند δ_{C} (26.1) ppm تعود إلى ذرة الكاربون مجموعة

المثيل في (NHMe) وإشارة عند δ_C (21.7) ppm تعود إلى ذرة الكربون مجموعتي المثيل في CHMe₂

تشخيص المركب 125 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 125 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الابعاد (¹H , ¹³C HSQC NMR) إذ اظهر الشكل (98) تقاطع لبروتونات المثيل في CHMe₂ عند الازاحة δ_H (1.40)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_C (21.7)ppm و تقاطع لبروتونات المثيل في NHMe عند الازاحة δ_H (2.87)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_C (26.1)ppm وتقاطع لبروتون CH في CHMe₂ عند الازاحة (5.54)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_C (69.6)ppm وتقاطع لبروتونات الاروماتية عند الازاحة δ_H (7.5)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_C (124.7)ppm

تشخيص المركب 125 بواسطة طيف (HMBC):

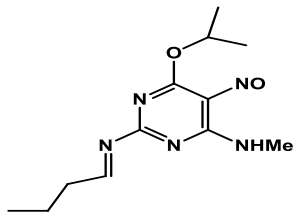
تميز الطيف في الشكل (99) بوجود اربع ازدواجات من نوع (³J_{C,H} coupling) و ازدواج من نوع (²J_{C,H} coupling) الازدواج الاول من نوع ³J_{C3a',H4'} coupling بين ذرة كربون C3a' عند الازاحة δ_C (134.9)ppm و بروتونات H4' عند الازاحة δ_H (7.5) ppm، اما الازدواج الثاني ³J_{C7a',H6'} coupling بين ذرة كربون C7a' عند الازاحة δ_C (138.7)ppm و بروتونات H6' عند الازاحة δ_H (7.93) ppm و ازدواج الثالث من نوع

³J_{C2',CH2} coupling بين ذرة كربون C2' عند الازاحة δ_C (164.5)ppm و بروتونات CH₂ عند الازاحة δ_H (3.05) ppm كما تم تشخيص الازدواج من نوع ²J_{C,H} coupling فكان

الازدواج من نوع $^2J_{CO,CH_2}$ بين ذرة كاربون CO عند الازاحة (170.0)ppm δ_C و

بروتونات CH2 عند الازاحة (3.05)ppm δ_H

18 - تشخيص المركب 126 من خلال طيف FT-IR و 1H -NMR و ^{13}C -NMR و HMBC و HSQC

رقم المركب	الصيغة الكيميائية	الحزم التشخيصية المميزة لطيف الأشعة تحت الحمراء cm^{-1}			
		ν (CH)	ν (C=N)	ν (C=C)	ν (N=O)
126		2990	1620	1600	1523

أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (2990 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز مط

مجموعة (CH) و أظهر طيف المركب حزمة أمتصاص عند التردد (1620 cm^{-1}) تعود الى مط

الاصره (C=N) في حين أظهر المركب حزمة امتصاص عند التردد (1600 cm^{-1}) تعود الى

اهتزاز مط (C=C) كما أظهر الطيف حزمة عند التردد (1523 cm^{-1}) تعود إلى مط الأصرة

(N=O) كما في الشكل (100)

وجرى تشخيص المركب 126 بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي 1H -NMR

بأستعمال $DMSO-d_6$ كمذيب ، إذ أظهر الإزاحات الكيميائية في الشكل (101) و امتداد الطيف

في الشكل (102) ، ظهور إشارة منفردة عريضة عند δ (11.23) ppm تعود الى بروتون مجموعة (NH) ، وظهر إشارة مزدوجة عند δ (7.91) ppm وبثابت ازدواج $J = 8.9$ Hz تعود الى بروتونات مجموعة (CH=N) ، وظهر اشارة متعددة عند δ (5.55)ppm تعود الى بروتون CH في CHMe_2 وظهر إشارتان منفردتان عند δ (2.88,2.87)ppm تعود الى تدوير بروتونات مجموعة المثل في NHMe وظهر إشارة متعددة عند δ (2.25)ppm تعود الى بروتونات مجموعة (CH₂a) ، و إشارة متعددة عند δ (1.55)ppm تعود الى بروتونات مجموعة (CH₂b) و إشارتان منفردتان عند δ (1.49,1.40) ppm تعود الى بروتونات مجموعتي المثل في (CHMe₂) ، كما ظهرت إشارة ثلاثية عند δ (0.88) ppm و بثابت ازدواج $J = 7.3$ Hz تعود الى بروتونات CH_3 C أما طيف الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ لهذا المركب فجاء مُتوافقاً مع الاشكال المقترحة للمركب المحضر ، إذ ظهرت ذرات الكربون إزاحات الكيمائية واضحة ومميزة في الشكل (103) ، ظهور إشارة كيميائية عند δ_{C} (173.2)ppm التي تمثل ذرة الكربون (C-4) ، وأيضاً ظهور إشارة عند δ_{C} (170.6)ppm تعود إلى ذرة الكربون (C-6) وظهر إشارة عند δ_{C} (163.9)ppm تعود إلى ذرة الكربون (CH=N) ، وظهرت إشارة عند δ_{C} (151.7)ppm تعود إلى ذرة الكربون(C-2) وإشارة عند δ_{C} (82.3) ppm تعود إلى ذرة الكربون (C- 5) وإشارة عند δ_{C} (73.6) ppm تعود إلى ذرة الكربون مجموعة (CH) في CHMe_2 وإشارة عند δ_{C} (33.7)ppm تعود إلى ذرة الكربون مجموعته CH_2a وإشارة عند δ_{C} (26.7) ppm تعود الى ذرة كاربون مجموعة المثل في NHMe وإشارة عند (22.2) ppm δ_{C} تعود إلى ذرة الكربون مجموعتي المثل في (CHMe₂) وإشارة عند δ_{C} (18.5) ppm تعود إلى ذرة الكربون مجموعة(CH₂b) وإشارة عند δ_{C} (13.8) ppm تعود إلى ذرة كاربون (Me c)

تشخيص المركب 126 بواسطة طيف (HSQC):

تم تشخيص المشتق 126 باستخدام طيف الرنين النووي المغناطيس ثنائي الابعاد (^1H , ^{13}C HSQC NMR) إذ اظهر الشكل (104) تقاطع لبروتونات المثل في NHMe عند الازاحة δ_{H} (2.8)ppm مع ذرة الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (26.7)ppm وتقاطع لبروتون CH في CHMe_2 عند الازاحة δ_{H} (5.55)ppm مع ذره الكربون التابعة لها عند الازاحة δ_{C} (73.6)ppm

تشخيص المركب 126 بواسطة طيف (HMBC):

تميز الطيف في الشكل (105) بوجود ازدواجين من نوع ($^3J_{\text{C,H}}$ coupling) و ثلاث ازدواجات من نوع ($^2J_{\text{C,H}}$ coupling) الازدواج الاول من نوع $^3J_{\text{CH}_2\text{b,Cc}}$ coupling بين ذرة كـاربون Cc عند الازاحة δ_{C} (13.8)ppm و بـروتونات CH_2b عند الازاحة δ_{H} (1.55) ppm، اما الازدواج الثاني $^3J_{\text{CH,C2}}$ coupling بين ذرة كـاربون C2 عند الازاحة δ_{C} (151.7)ppm و بروتون CH في $\text{CH}=\text{N}$ عند الازاحة δ_{H} (7.91) ppm كما تم تشخيص الازدواج من نوع $^2J_{\text{C,H}}$ coupling فكان الازدواج الاول من نوع $^2J_{\text{CH,Me}}$ coupling بين ذرة كـاربون المثل في CHMe_2 عند الازاحة δ_{C} (22.2)ppm و بروتونات CH في CHMe_2 عند الازاحة δ_{H} (5.55) ppm و الازدواج الثاني من نوع $^2J_{\text{CH,Ca}}$ coupling بين ذرة كـاربون Ca عند الازاحة δ_{C} (33.7) ppm و بروتونات CH في $\text{CH}=\text{N}$ عند الازاحة δ_{H} (7.91) ppm و الازدواج الثالث من نوع $^2J_{\text{CH}_2\text{a,Cb}}$ coupling بين ذرة كـاربون Cb عند الازاحة δ_{C} (18.5) ppm و بروتونات CH_2a عند الازاحة δ_{H} (2.25) ppm

Elemental Analysis

(3-3)-التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N)

تستعمل هذه التقنية لتشخيص المركبات الكيميائية التي تم تحضيرها من خلال حساب نسب العناصر الكربون و الهيدروجين و النتروجين و في دراستنا هذه تم حساب نسب العناصر المذكورة للمركبات المحضرة . وقد ادرجت نتائج هذا التحليل في الجدول (2) وعند مقارنة القيم المستحصلة عمليا مع القيم المحسوبة نظريا لوحظ تقارب كبير بينهما مما يؤكد بشكل واضح صحة النسب المضافة و صحة القياسات الطيفية الامر الذي يدعم صحة الصيغ الكيميائية المحضرة .

جدول (2) نتائج التحليل الدقيق للعناصر C.H.N للمركبات المحضرة

Compound	C %		H%		N%	
	نظري	عملي	نظري	عملي	نظري	عملي
109	42.51	42.71	6.16	6.00	42.83	42.60
110	45.70	45.51	6.71	6.60	39.97	39.65
111	39.62	45.51	5.70	6.60	39.60	39.65
112	48.20	47.91	7.19	7.01	37.47	37.21
113	53.21	52.89	6.50	6.39	6.50	6.27
114	34.57	34.28	3.73	3.83	28.79	28.92
115	46.15	45.98	5.81	5.73	40.36	40.08
116	45.70	45.54	6.71	6.64	39.97	39.74
117	48.20	47.96	7.19	7.01	37.47	37.2
118	50.40	50.21	7.61	7.00	35.27	33.12
119	52.36	52.19	7.99	7.82	33.31	33.09
120	52.78	52.56	7.25	7.13	33.58	33.36
121	42.85	42.66	6.16	6.02	42.83	42.59

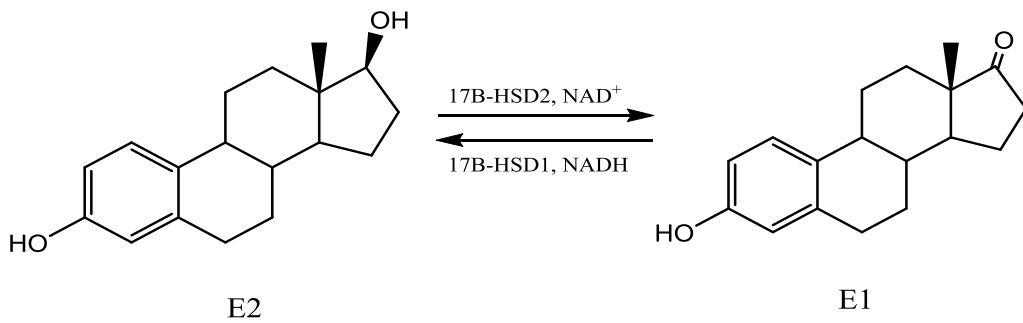
122	52.36	52.16	7.99	7.84	33.31	33.04
123	45.56	45.35	6.37	6.31	41.32	41.11
124	41.75	41.52	4.91	4.82	24.34	24.21
125	48.79	48.56	4.34	4.22	20.08	19.84
126	54.32	54.09	7.22	7.11	26.40	26.17

(3-4) الفعالية البيولوجية لمشتقات 5- نترزو بريميدين كمثبطات لانزيم (17β-HSD2)

Biological activity of 5-Nitrosopyrimidine derivatives Analogue As17β-Hydroxysteroid Dehydrogenase Type 2 17β-HSD2 Inhibitors

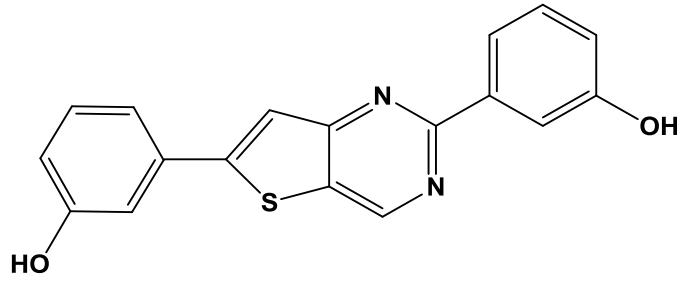
هشاشة العظام هو مرض يصيب نظام الهيكل العظمي والذي يتميز بانخفاض كثافة المعادن في العظام وتدهور العظام مما يؤدي إلى زيادة في هشاشة العظام، من ثمّ زياده خطر الاصابة بكسور العظام [98]

إذ ان انخفاض مستويات الستيرويدات النشطة مثل استراديول (E2) وهرمون تستوستيرون (T) يرتبط مع مرض هشاشة العظام [99]. إذ أن هذا المرض يصيب كبار السن من الرجال وخاصة النساء [100] حيث ان تنشيط انزيم 17β-HSD2 (17β-Hydroxysteroid Dehydrogenase) في الجسم يحول Estradiol(E2) الى Estrone(E1) مما يؤدي الى مرض هشاشه العظام [101]



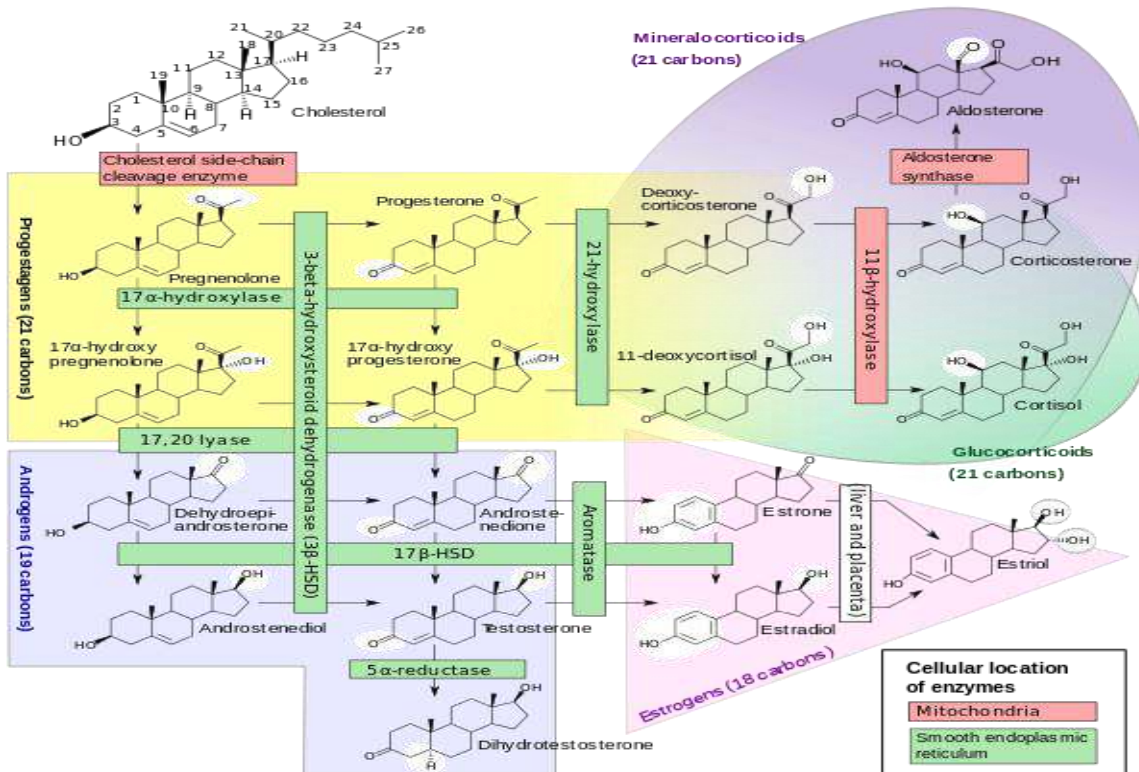
Hartmann و جماعته [102] حضروا بعض مشتقات Thieno[3,2]pyrimidine مثل

المركب (127) الذي يعمل مثبطا لـ 17β-HSD2 الانزيم يحفز التحول الداخلي للخلايا للكورتيزون الخامل الى الكورتيسول الفعال فسيولوجيا .



127

كما قام Hartmann وجماعته [103] بتحضير عدد من النظائر كمنشطات 17β-HSD2 ، تؤدي لعلاج هشاشة العظام



مخطط (22) بين مسار عمل انزيم 17β-HSD2 [104]

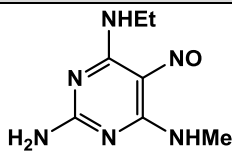
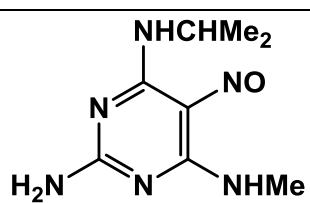
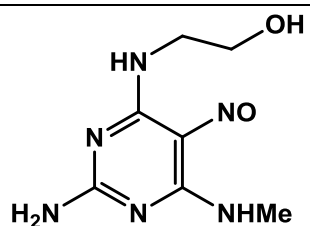
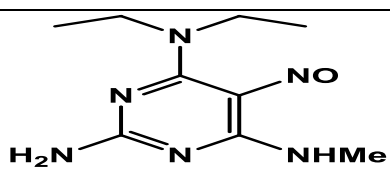
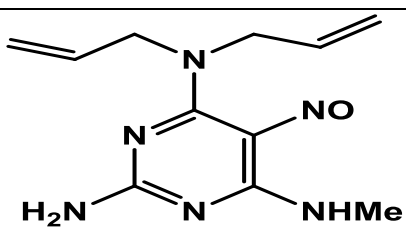
جدول (3) يمثل الفعالية الحياتية للمركبات المحضرة كمثبطات لانزيم 17 β -HSD2

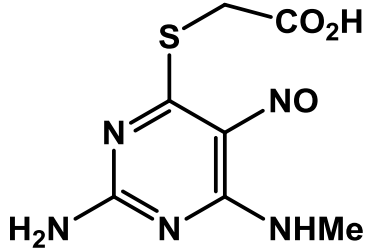
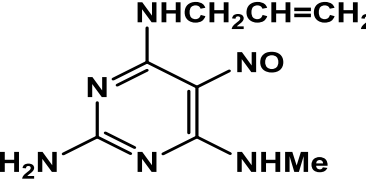
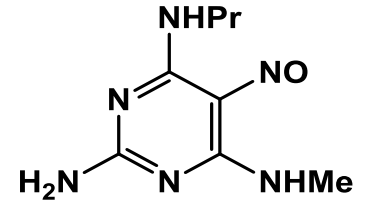
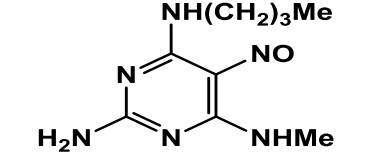
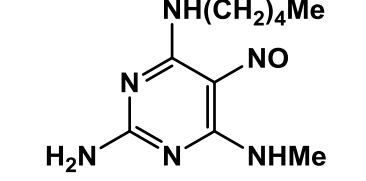
Compound	Conc. [nM]	Value	Estradiol-Netto	Estradiol-Mittelwert	Inhibition%	SD	SD%
Kontrolle 1		37.52	37.52	37.1		0.8	2.3
Kontrolle 2		38.15	38.15				
Kontrolle 3		36.92	36.92				
Kontrolle 4		36.93	36.93				
Kontrolle 5		35.62	35.62				
Kontrolle 6		37.36	37.36				
109	1000.0	36.17	36.17	35.4	4.6	1.1	3.2
		34.58	34.58				
110	1000.0	32.57	32.57	35.0	5.6	3.5	9.9
		37.45	37.45				
111	1000.0	34.76	34.76	34.8	6.1	0.1	0.2
		34.88	34.88				
		0.00					
112	1000.0	36.32	36.32	34.9	6.0	2.1	6.0
		33.38	33.38				
113	1000.0	34.56	34.56	36.4	1.9	2.6	7.0
		38.18	38.18				
114	1000.0	38.46	38.46	36.5	1.6	2.8	7.6
		34.52	34.52				
115	1000.0	38.22	38.22	38.3	-3.3	0.1	0.3
		38.38	38.38				
116	1000.0	33.88	33.88	34.7	6.4	1.2	3.4
		35.53	35.53				
		0.00					
117	1000.0	33.84	33.84	34.8	6.1	1.4	4.0
		35.79	35.79				
118	1000.0	37.66	37.66	37.9	-2.2	0.3	0.9
		38.13	38.13				

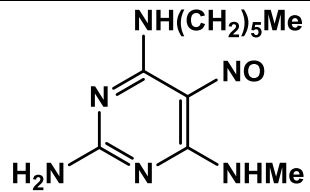
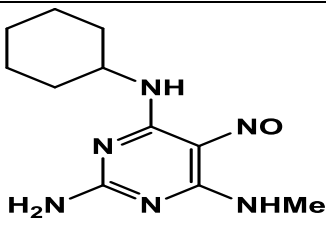
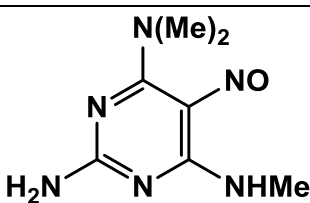
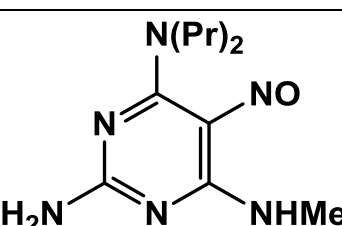
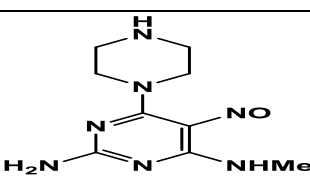
جدول (4) يمثل الفعالية الحياتية للمركبات المحضرة كمتبطات لانزيم 17 β -HSD2

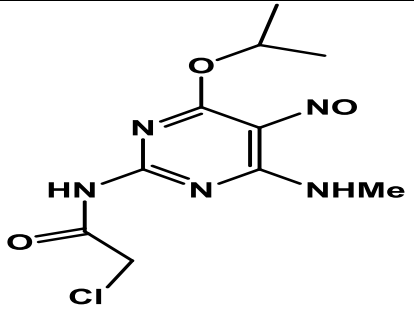
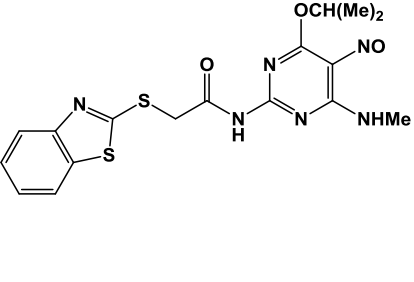
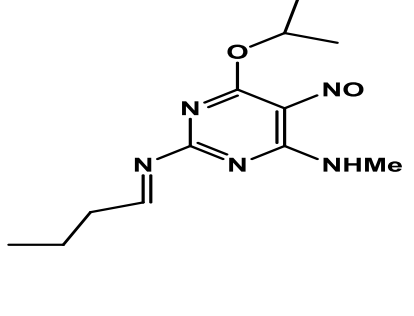
Compound	Conc. [nM]	Value	Estradiol nett	Estradiol avergagge	Inhibition%	SD	SD%
Kontrolle 1	1000.0	37.52	37.52	37.1		0.8	2.3
Kontrolle 2		38.15	38.15				
Kontrolle 3		36.92	36.92				
Kontrolle 4		36.93	36.93				
Kontrolle 5		35.62	35.62				
Kontrolle 6		37.36	37.36				
119	1000.0	36.17	36.17	35.4	4.6	1.1	3.2
		34.58	34.58				
120	1000.0	32.57	32.57	35.0	5.6	3.5	9.9
		37.45	37.45				
121	1000.0	34.76	34.76	34.8	6.1	0.1	0.2
		34.88	34.88				
			0.00				
122	1000.0	36.32	36.32	34.9	6.0	2.1	6.0
		33.38	33.38				
123	1000.0	34.56	34.56	36.4	1.9	2.6	7.0
		38.18	38.18				
124	1000.0	38.46	38.46	36.5	1.6	2.8	7.6
		34.52	34.52				
125	1000.0	38.22	38.22	38.3	-3.3	0.1	0.3
		38.38	38.38				
126	1000.0	33.88	33.88	34.7	6.4	1.2	3.4
		35.53	35.53				

الجدول (5) : المركبات المحضرة

رمز المركب	تركيب المركب	أسم المركب
109		2-Amino-4-ethylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine
110		2-Amino-4-isopropylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine
111		2-((2-Amino-6-(methylamio)-5-nitrosopyrimidin-4-yl)amino) ethan-1-ol
112		2-Amino-4-diethylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine
113		2-Amino-4-diallylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine

114		2-((2-Amino-6-(methylamio)-5-nitrosopyrimidin-4-yl)thio)acetic acid
115		2-Amino-4-allylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine
116		2-Amino-6-methylamino-4-propylamino-5-nitrosopyrimidine
117		2-Amino-4-butylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine
118		2-Amino-6-methylamino-4-pentylamino-5-nitrosopyrimidine

119		2-Amino-4-hexylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine
120		2-Amino-4-cyclohexylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine
121		2-Amino-4-dimethylamino-6-methylamino-5-nitrosopyrimidine
122		2-Amino-6-methylamino-4-dipropylamino-5-nitrosopyrimidine
123		2-Amino-6-methylamino-4-piprazino-5-nitrosopyrimidine

124		2-Chloro-N-(4-isopropoxy-6-(methylamino)-5-nitrosopyrimidin-2-yl)acetamide
125		2-(Benzothiazol-2-ylthio)-N-(4-isopropoxy-6-(methylamino)-5-nitrosopyrimidine-2-yl)
126		2-(Butylideneamino)-6-isopropoxy-4-methylamino-5-nitrosopyrimidine

