Republic of Iraq
Ministry of Higher Education
and Scientific Research
University of Al-Qadisiyah
College of Education
Department of Chemistry

Synthesis and Identification of Some Thiazole Derivatives and Study of Flammability for Some Thermosetting Polymers

A Thesis Submitted
to the council of the Department of chemistry/College of Education/ University Of Al-Qadisyiah In partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Philosophy Doctoral in Chemistry Sciences

Sabrean Farhan Jawad Kadhem
B.SC. Al-Qadisiyah University (2010)
M.Sc Al-Qadisiyah University (2014)

supervised by

Assist. prof
Shaimaá Adnan Bahjat (Ph.D)
College of Education
University of Al-Qadisiyah

prof
Mohammed Nadhem Bahjat (Ph.D)
College of Education of Pure Sciences
University of Karbala

2018A.D *14359H.D*

جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعه القادسية
كلية التربية / قسم الكيمياء

تحضير وتشخيص بعض مشتقات الثايازول ودراسة تثبيطها للهوبية بعض البوليمرات المطاوعة للحرارة

اطروحة قدمتها

الى مجلس قسم الكيمياء / كلية التربية / جامعة القادسية
وهي جزء من متطلبات نيل شهادة دكتوراه/ فلسفة في علوم الكيمياء

صابرين فرحان جواد كاظم

بكالوريوس علوم الكيمياء 2010 جامعة القادسية / كلية العلوم
ماجستير علوم الكيمياء 2014 جامعة القادسية / كلية التربية

إشراف

أ.م.د شيماء عدنان بهجت
كلية التربية
جامعة القادسية

أ.د محمد ناظم بهجت
كلية التربية للعلوم الصرفة
جامعة كربلاء

2018 م

1440 هـ

Summary

In this study, twenty one heterocyclic organic compounds, These compounds were divided into three groups A, B and C, as shown in the diagram (I,II,III) :

- **azo compound** (A, B and C) which prepared by reacting between salicylaldehyde and (2-amino-6-bromobenzothiazole, 2-amino-6-methylbenzothiazole and2-amino-6-nitrobenzothiazole) respectively in presence of HCl and $NaNO_2$.
- **Chalcones compound** (A: 1-3; B: 1-3; C: 1-3) which prepared by reacting between azo compound (A, B and C) with (4-hydroxy-3-methoxyacetophenone,4-hydroxyacetophenone and 4-methoxyacetophenone) respectively in presence of NaOH.
- **Schiff bases compound** (A4, A5, A6, B4, B5, B6, C4, C5, C6) which prepared by reacting between azo compound (A, B and C) and (2-amino-5-methyl phenol, 2-amino-6-methyl pyridine and 4-chloroaniline) in presence of glacial acetic acid .

These compounds were identified by using FT-IR, ^{1}H-NMR and ^{13}C-NMR. and a small amount of these compounds were used to measure and studied their effectiveness in inhibition of the flame and increasing the resistance to ignition of the unsaturated polyester and epoxy resins.

Three sheets in dimension (13X 13X 0.3cm) of unsaturated polyester and epoxy resins with the additives, were prepared with a weight percentage (0.1, 0.15, 0.2, 0.25 and 0.3 %),these sheets used in this work which were cut according to the (ASTM) standard are:

1. Method of measuring the limiting oxygen index (LOI) using the approved method of testing (ASTM: D-2863).
2. The method of measuring the rate of burning (R.B), the extent of burning (E.B) and the time of burning (TB) through the approved method of examination (ASTM: D-635).

The results obtained from these tests of the unsaturated polyester and epoxy resins, The efficiency of group additives was in the following order:

A > C > B

The efficiency of group additives (group A) was in the following order:

A6 > A5 > A4 > A1 > A3 > A2 > A

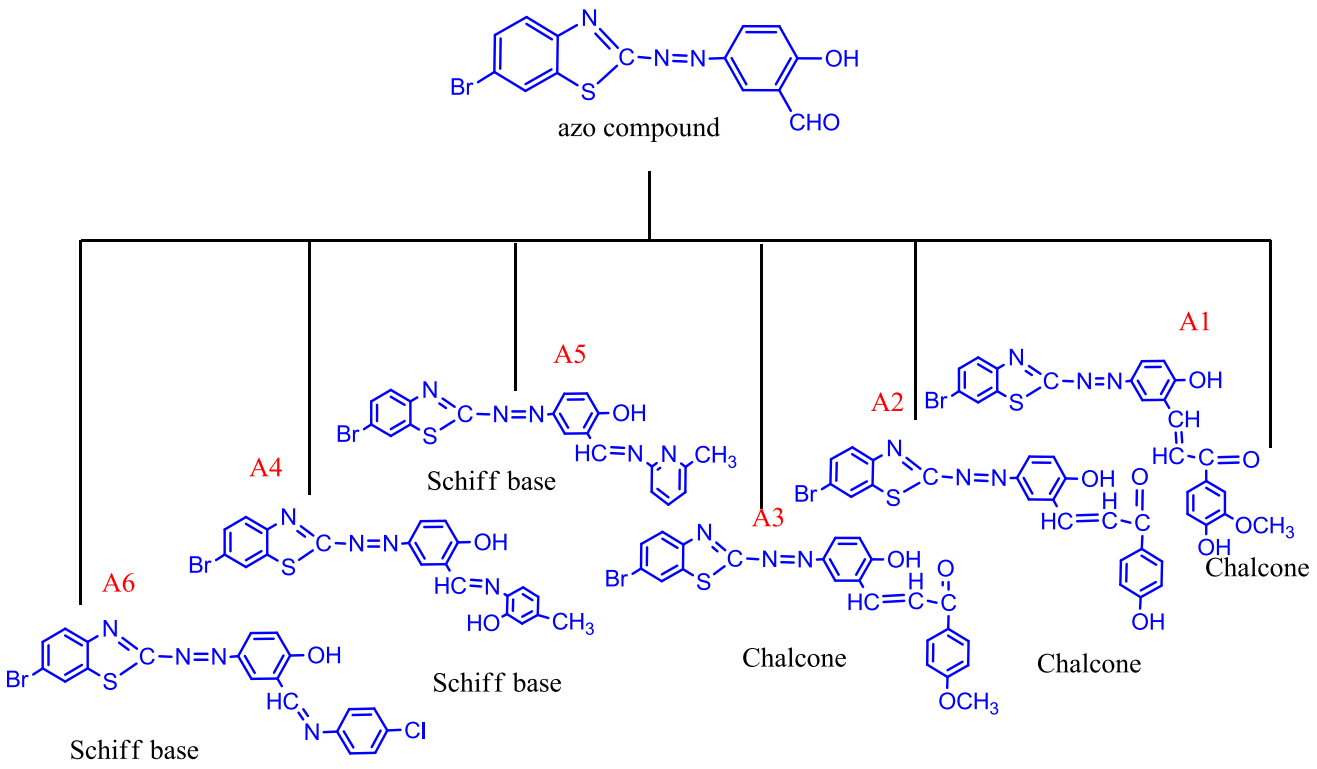
The efficiency of group additives (group B) was in the following

B6 > B5 > B4 > B1 > B3> B2 > B

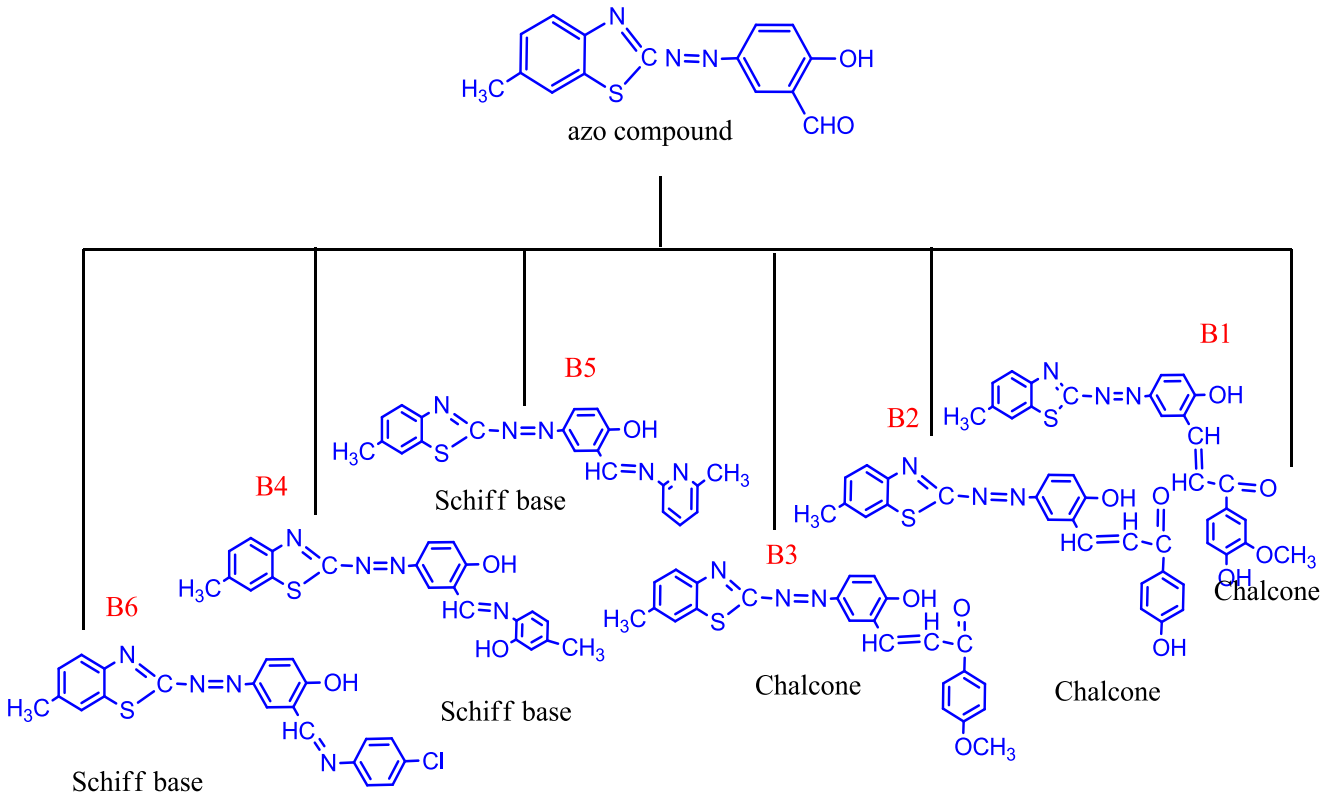
and the efficiency of group additives (group C) was in the following order:

C6 > C5 > C4 > C1 > C3 > C2 > C

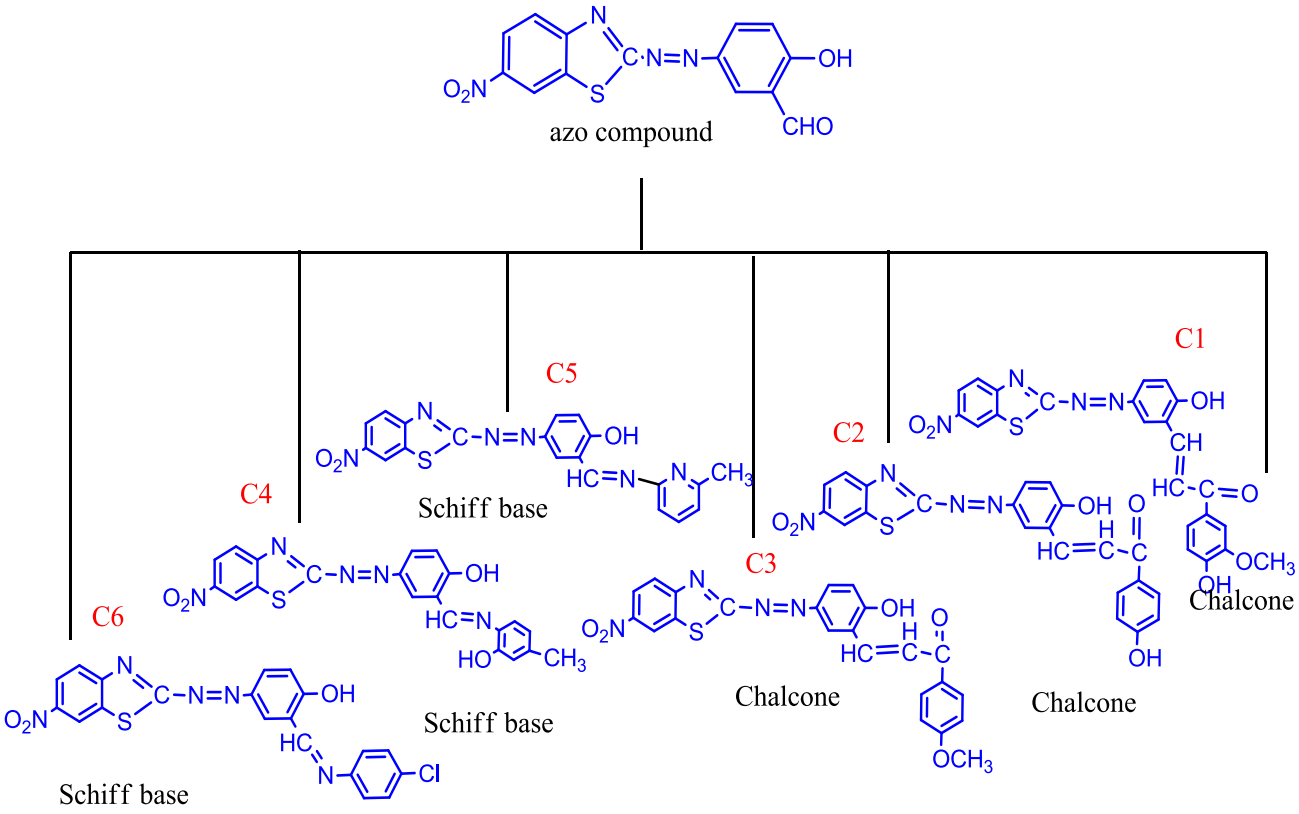
The study showed that a good flame retardant was obtained in all percentages of additives and obtained a self-extinguishing in percentage 0.1% for each additives A1, A4, A5 and A6, for unsaturated polyester resin and self-extinguishing in percentage 0.1 % for the additives A6 for epoxy resin, and Non-Burning occurring in the percentage 0.15 % for the additives A5 and A6, for unsaturated polyester resin and the percentage 0.2% for the additive A5 and A6 for epoxy resin.



Scheme I



Scheme II


azo compound
C1
C2
C3
C4
C5
C6
Schiff base
Schiff base
Schiff base
Chalcone
Chalcone
Chalcone

Scheme III

الخلاصة

في هذه الدراسة، احدى وعشرون مركب عضوي تم تحضيره ، هذه لمركبات تقسم الى ثلاث مجاميع (A,B and C) كما موضح في المخطط (I,II,III) :

- **مركبات الازو (A,B and C):** والتي تم تحضيرها بالتفاعل بين السلسليهايد و(2-امينو -6-بروموبنزو ثايازول ، 2-امينو-6-مثيل بنزوثايازول ، 2-امينو-6- نايترو بنزوثايازول)على التوالي بوجود حامض الهيروكلوريك المركز ونتريت الصوديوم .

- **مركبات الجالكون (A1-A3, B1-B3, C1-C3) :** والتي تم تحضيرها بالتفاعل بين مركب الازو (A,B and C) مع(4-هيروكسي-3-ميثوكسي اسيتوفينون ، 4-هيدروكسي استوفينون ، 4-ميثوكسي اسيتوفينون) على التوالي بوجود قاعدة هيدروكسيد الصوديوم .

- **مركبات الشف بيس (A4-A6 , B4-B6 , C4-C6) :** والتي تم تحضيرها بالتفاعل بين مركب الازو (A,B and C) مع(2-امينو-5-مثيل فينول ، 2-امينو-6-مثيل بيريدين ، 4-كلورو انلين) على التوالي بوجود حامض الخليك الثلجي .

وشُخِصت هذه المركبات باستخدام طيف الأشعة ما تحت الحمراء (FT-IR) ، طيف الرنين النووي البروتوني المغناطيسي (^{1}H-NMR) و طيف الرنين النووي الكاربوني المغناطيسي (^{13}C-NMR ، واستخدمت كميات صغيرة من هذه المركبات لقياس ودراسة فعاليتها في تثبيط اللهب وزيادة مقاومة اشتعال راتنجي البولي استر غير المشبع و الأيبوكسي.

تم تحضير ثلاثة ألواح ذات أبعاد (13 x13x0.3 cm) من راتنجي البولي أستر غير المشبع و الأيبوكسي مع نسب وزنية من المضافات (0.1, 0.15. 0.2, 0.25 and 0.3 %) ، تم تقطيع هذه الألواح إلى عينات وبأبعاد مناسبة وحسب طرق القياس المعتمدة (ASTM). تضمنت الدراسةً إجراء مجموعة من الفحوصات القياسية المستخدمة لقياس إعاقة اللهوبية وزيادة مقاومة الاشتعال ، تم اختيار طريقتين قياسيتين لبيان مدى كفاءة المضافات في إعاقة لهوبية راتنج البولي استر غير المشبع وراتنج الأيبوكسي، وهذه الطرق هي :

1- طريقة قياس معامل الأوكسجين المحدد (LOI) باستخدام طريقة الفحص المعتمدة (ASTM: D-2863).

2- طريقة قياس سرعة الاحتراق (R.B) ومدى الاحتراق (E.B) والزمن اللازم للاحتراق (TB) من خلال طريقة الفحص المعتمدة (ASTM: D-635).

تبين النتائج التي تم الحصول عليها من هذه الاختبارات لراتنجي البولي أستر غير المشبع و الأيبوكسي. كانت كفاءة مجاميع المركبات (المضافات) وفق الترتيب التالي:

A> C> B

كانت كفاءة مجموعة المركبات أو المضافات (المجموعة A) وفق الترتيب التالي:

6A > 5A > 4A > 1A > 3A > 2A > A

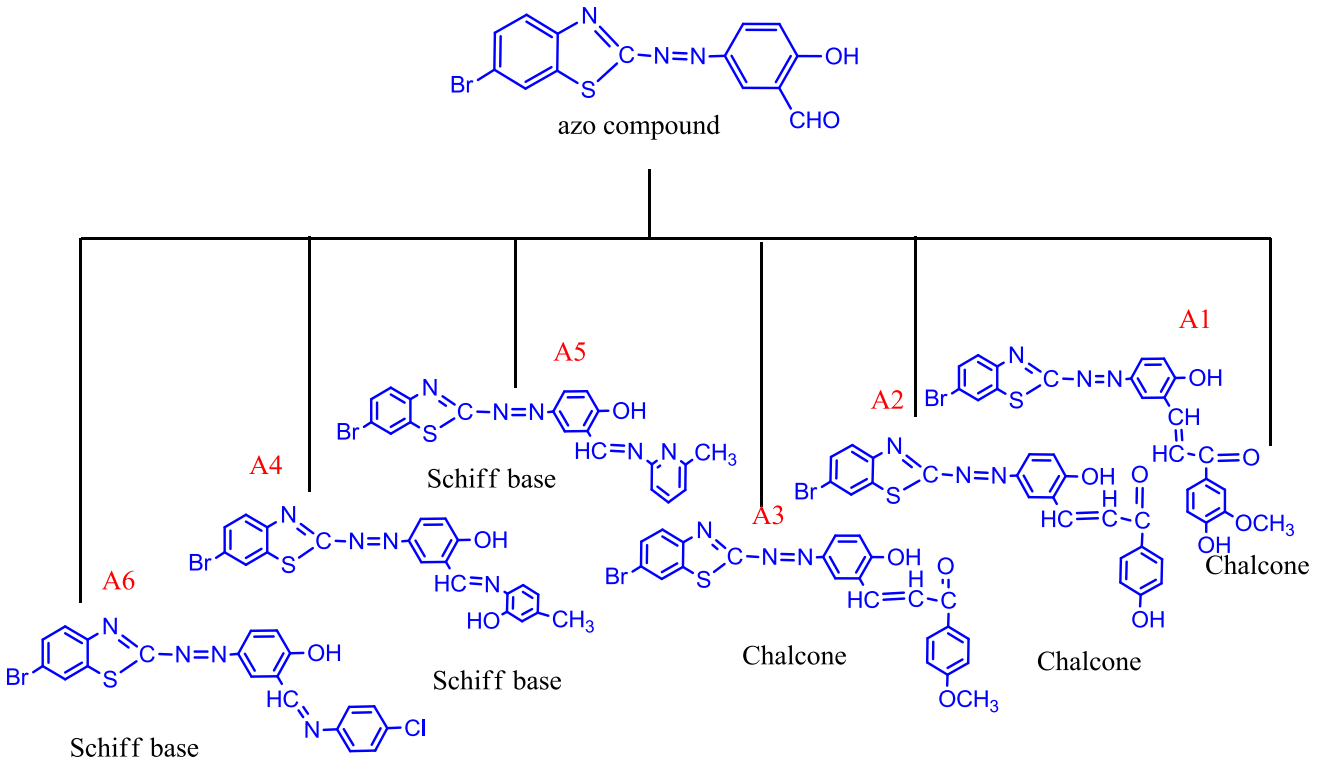
كانت كفاءة مجموعة المركبات أو المضافات (المجموعة B) وفق الترتيب التالي:

6B > 5B > 4B > 1B > 3B > 2B > B

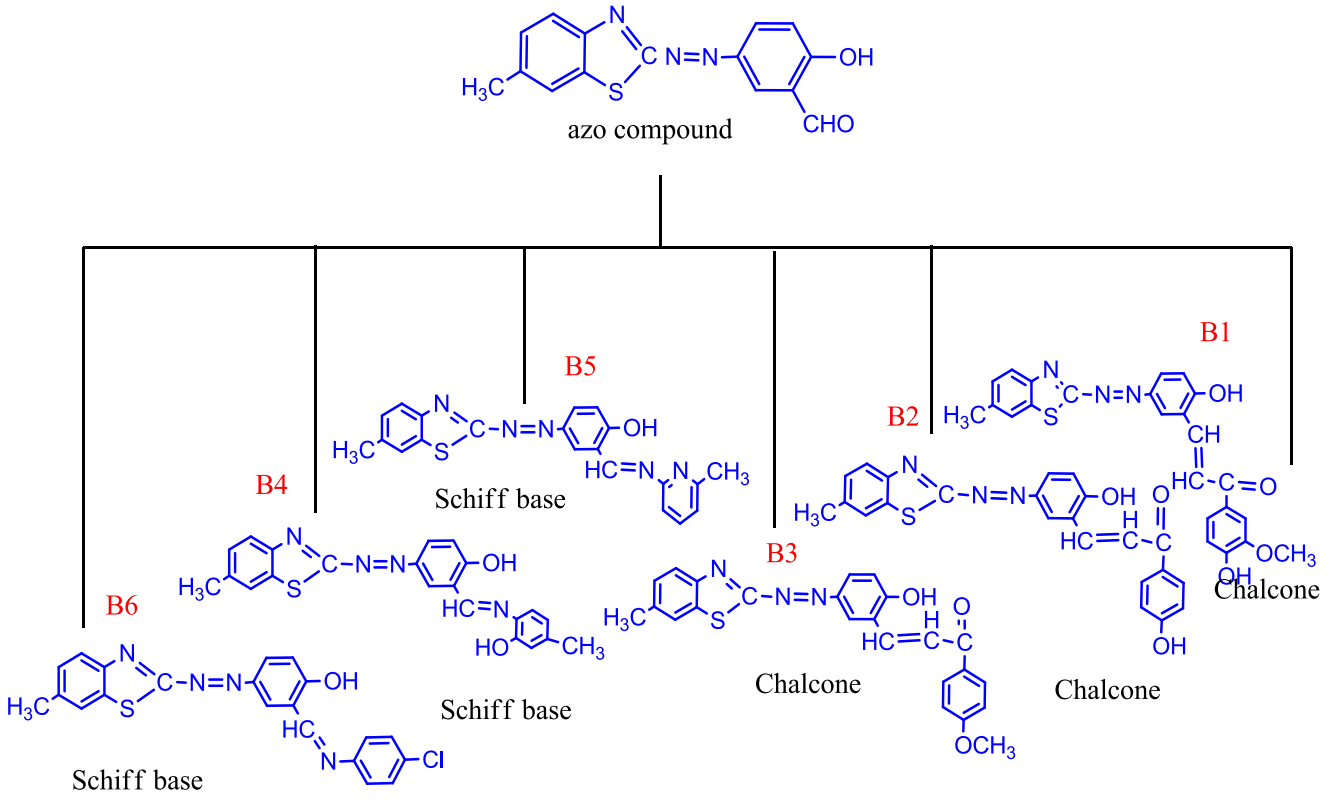
كانت كفاءة مجموعة المركبات أو المضافات (المجموعة C) وفق الترتيب التالي:

6C > 5C > 4C > 1C > 3C > 2C > C

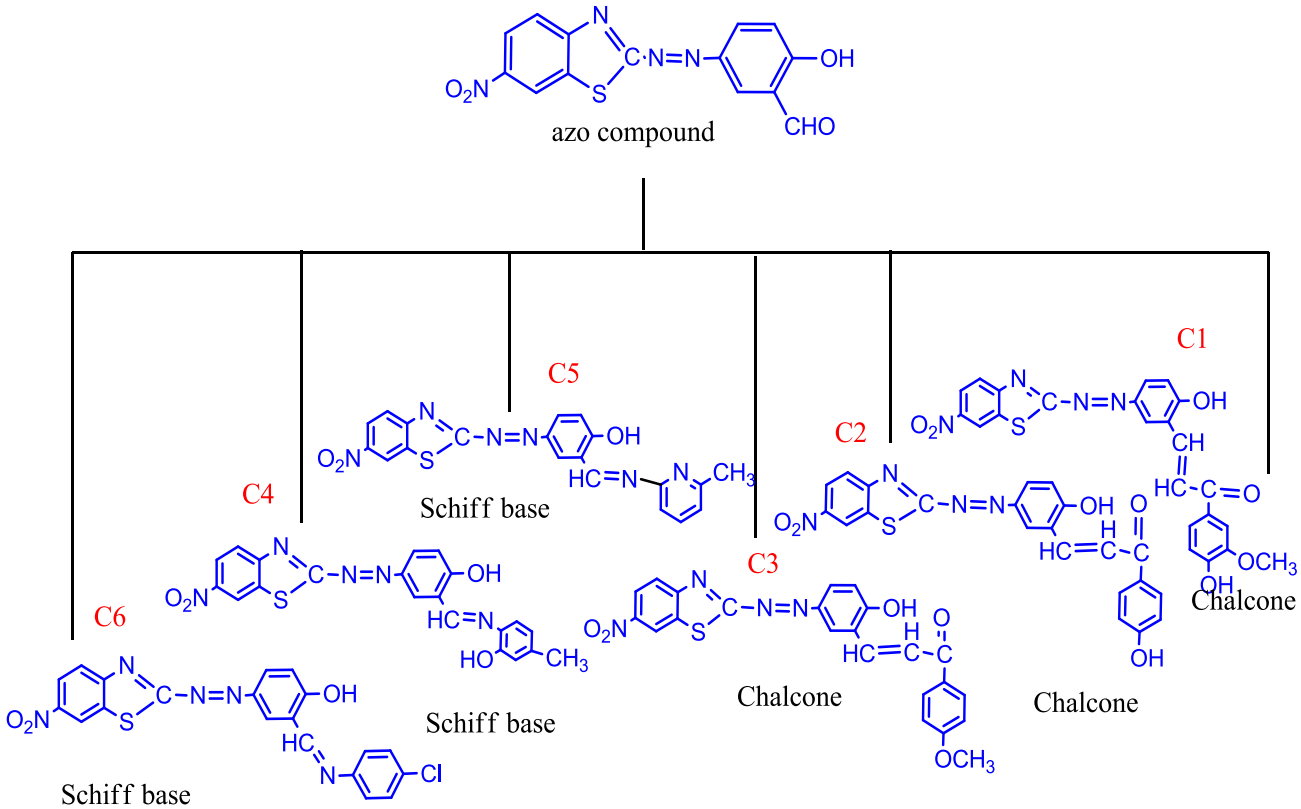
كما أظهرت الدراسة أنه تم الحصول على مثبطات اللهب متميزة في جميع النسب المئوية للمضافات ، وقد حصل على إطفاء ذاتي في النسبة 0.1 % لكل من المضافات (1A, 4A, 5A و 6A) ، لراتنج البوليستر غير المشبع وإطفاء ذاتي في النسبة 0.1 % للمضاف 6A لراتنج الأيبوكسي ، و كذلك حدوث عدم اشتعال للعينات في النسبة 0.15 من المضافات 5A و 6A لراتنج البولي أستر غير المشبع ونسبة 0.2% للمضافات 5A و 6A لراتنج الأيبوكسي.



Scheme I



Scheme II



Scheme III

Committee Certification

We certify that, we read this thesis (**Synthesis and Identification of Some Thiazole Derivatives and Study of Flammability for Some Thermosetting Polymers**) and as examining committee examined the student (**Sabrean Farhan Jawad**) in its content, and that in our opinion it is adequate (**Excellent**) with standing as a thesis for degree of Philosophy Doctoral in Chemistry Sciences.

Signature:
Name: Prof. Dr. Nabeel A.A.AL-Radha
Date: / /2018
(Chairman)

Signature:
Name: Assist. Prof. Dr. MOHANAD MOUSA KAREEM
Date: 4/10/2018
(Member)

Signature:
Name: Assist. Prof. Dr. Karem Jaber Sabah
Date: 4/10/2018
(Member)

Signature:
Name: Assist. Prof. Dr. Ismaeel Yaseen Majeed
Date: 7/10/2018
(Member)

Signature:
Name: Assist. Prof. Dr. Ali jassim Al-Zuhairi
Date: 7/10/2018
(Member)

Signature:
Name: Assist. Prof. Dr. **Shaimaá Adnan Bahjat**
Date: 8/10/2018
(Supervisor & member)

Signature:
Name: Prof. Dr. **Mohammad N. AL-Baiati**
Date: 8/10/2018
(Supervisor & member)

Approved for the College of Education

Signature:

Name: Prof. Dr. Khalid J.Al-Adilee

Dean of the College of Education

Date: 15/10/2018

Bestie