جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة القادسية – كلية التربية
قسم الكيمياء

# تحضير وتشخيص بعض المشتقات الحلقية غير المتجانسة الجديدة من مركبات ( الكاربونيل والكاربوكسيل ) ودراسة الفعالية الحيوية لها

أطروحة مقدمة إلى
مجلس كلية التربية/جامعة القادسية
وهي جزء من متطلبات نيل درجة دكتوراه فلسفة في الكيمياء/ الكيمياء العضوية

قدمها

**رافد قيس كمال**
بكالوريوس علوم كيمياء- جامعة القادسية 2006
ماجستير علوم كيمياء - جامعة القادسية 2012

إشراف

**أ.م. د. شيماء عدنان بهجت**

1440 هـ 2019 م

بسم الله الرحمن الرحيم

﴿ وَعِندَهُۥ مَفَاتِحُ ٱلْغَيْبِ لَا يَعْلَمُهَآ إِلَّا هُوَ ۚ وَيَعْلَمُ مَا فِى ٱلْبَرِّ وَٱلْبَحْرِ ۚ وَمَا تَسْقُطُ مِن وَرَقَةٍ إِلَّا يَعْلَمُهَا وَلَا حَبَّةٍ فِى ظُلُمَٰتِ ٱلْأَرْضِ وَلَا رَطْبٍ وَلَا يَابِسٍ إِلَّا فِى كِتَٰبٍ مُّبِينٍ ﴿٥٩﴾ ﴾

**صدق الله العظيم**

**سُورةُ الأنْعام**
**آية (59)**

## اقرار المشرف على الاطروحة

اشهد أن الاطروحة الموسومة (**تحضير وتشخيص بعض المشتقات الحلقية غير المتجانسة الجديدة من مركبات ( الكاربونيل والكاربوكسيل ) ودراسة الفعالية الحيوية لها**) التي قدمها الطالب ( **رافد قيس كمال** ) جرت تحت اشرافي في قسم الكيمياء - كلية التربية - جامعة القادسية، وهي جزء من متطلبات نيل شهادة الدكتوراه في فلسفة علوم الكيمياء / الكيمياء العضوية.

**المشرف**

التوقيع:

الاسم: د. شيماء عدنان بهجت

المرتبة العلمية: أستاذ مساعد

العنوان :جامعة القادسية / كلية التربية

التاريخ: 26/ 12/ 2018

**مصادقة رئيس قسم الكيمياء**

بناءً على التوصيات المقدمة من المشرف أرشح هذه الاطروحة للمناقشة

التوقيع

أ.م.د. شيماء عدنان بهجت

رئيس قسم الكيمياء

التاريخ 26/12/ 2018

# اقرار المقوم اللغوي

ان الاطروحة الموسومة (**تحضير وتشخيص بعض المشتقات الحلقية غير المتجانسة الجديدة من مركبات ( الكاربونيل والكاربوكسيل ) ودراسة الفعالية الحيوية لها**) للطالب (**رافد قيس كمال**) تمت مراجعتها لغويا وتصحيح ما ورد فيها من أخطاء لغوية وأسلوبية، واصبحت مؤهلة للمناقشة قدر تعلق الامر بالسلامة اللغوية والاسلوبية.

التوقيع

الاسم: د. وسن عبد علي

اللقب العلمي: مدرس

العنوان: جامعة القادسية / كلية التربية

التاريخ: ١٠ / ١ / 2019

# اقرار المقوم العلمي

ان الاطروحة الموسومة (**تحضير وتشخيص بعض المشتقات الحلقية غير المتجانسة الجديدة من مركبات ( الكاربونيل والكاربوكسيل ) ودراسة الفعالية الحيوية لها**) للطالب (**رافد قيس كمال**) قد قومت علمياً وهي جزء من متطلبات نيل درجة دكتوراه في فلسفة علوم الكيمياء / الكيمياء العضوية.

التوقيع:

الاسم: د. مقداد ارحيم كاظم

اللقب العلمي: استاذ مساعد

العنوان: جامعة القادسية / كلية العلوم

التاريخ: 13/ 1 / 2019

# قرار لجنة المناقشة

نشهد نحن اعضاء لجنة المناقشة قد اطلعنا على الاطروحة الموسومة **(تحضير وتشخيص بعض المشتقات الحلقية غير المتجانسة الجديدة من مركبات ( الكاربونيل والكاربوكسيل ) ودراسة الفعالية الحيوية لها)** وناقشنا الطالب **(رافد قيس كمال)** في محتوياتها وفيما له علاقة بها بتاريخ 28/ 2/ 2019 وهي جديرة بالقبول لنيل درجة الدكتوراه في علوم الكيمياء العضوية وبدرجة (امتياز).

**رئيس اللجنة**

التوقيع:
الاسم: نبيل عبد عبد الرضا
اللقب العلمي: أستاذ
العنوان: جامعة القادسية / كلية العلوم
التاريخ: 17/ 3/ 2019

**عضو اللجنة**

التوقيع:
الاسم: عزت حسين زمام
اللقب العلمي: أستاذ
العنوان: جامعة الكوفة / كلية العلوم
التاريخ : 13/ 3/ 2019

**عضو اللجنة**

التوقيع:
الاسم: شيرين رضا رسول
اللقب العلمي: أستاذ مساعد
العنوان:جامعة بابل / كلية العلوم
التاريخ : 12/ 3/ 2019

**عضو اللجنة**

التوقيع:
الاسم: ليث سمير جاسم
اللقب العلمي: أستاذ مساعد
العنوان: جامعة القادسية / كلية التربية
التاريخ : 14/ 3/ 2019

**عضو اللجنة**

التوقيع:
الاسم: مصطفى ياوز جمال
اللقب العلمي: أستاذ مساعد
العنوان:جامعة القاسم الخضراء / كلية علوم البيئة
التاريخ : ١٤/ ٣/ 2019

**عضو اللجنة (المشرف)**

التوقيع:
الاسم: شيماء عدنان بهجت
اللقب العلمي: أستاذ مساعد
العنوان: جامعة القادسية / كلية التربية
التاريخ : 14/ 3/ 2019

**مصادقة عميد كلية التربية / جامعة القادسية**

التوقيع:
الاسم: خالد جواد العادلي
اللقب العلمي: أستاذ
التاريخ : 19/ 3/ 2019

# الإهـــداء

أحمد الله عز وجل على منه و عونه لإتمام هذا البحث.

إلى...

منارة العلم والامام المصطفى الى الامي الذي علم المتعلمين إلى سيد الخلق الى رسولنا الكريم سيدنا محمد صلى الله عليه وسلم.

إلى والدتي الغالية مع طلب الرضا . . .

إلى روح والدي العزيز تغمده الله بواسع رحمته. . .

إلى زوجتي وأولادي. . .

إلى أخواني وأخواتي. . .

إلى طلاب العلم. . .

إلى كل المحبين والأصدقاء. . .

إلى وطني الحبيب. . .

والى كل من زار قلبي ليترك بصمة حب ونبضة قلب اهدي إليهم جميعاً هذا الجهد المتواضع

**رافد**

# شكر وامتنان

الحمد لله رب العالمين والصلاة والسلام على سيدنا محمد وعلى آله وصحبه أجمعين.

أتقدم بالشكر والامتنان إلى الاستاذ المساعد الدكتورة شيماء عدنان بهجت لاقتراحها موضوع البحث ولما أحاطتني به من توجيهات ونصائح وتشجيع طيلة مدة البحث.

وبكل اعتزاز وثناء، أتقدم بالشكر الى عمادة كلية التربية متمثلا بعميدها الاستاذ الدكتور خالد جواد العادلي والى رئيس واساتذة قسم الكيمياء وبالأخص الاستاذ المساعد الدكتور ليث سمير جاسم لما لقيته منهم من تشجيع ومساعدة طيلة مدة البحث.

وأخيرا أقدم شكري واحترامي اللذين لا تسعه هذه الاسطر الى من كانوا، بعد الله سبحانه، سندي وعوني عائلتي الكريمة لعنايتهم وتشجيعهم المتواصل.

الباحث

# الخلاصة

تضمنت هذه الدراسة تحضير وتشخيص عدد من المركبات الحلقية غير المتجانسة من المشتقات ( 5-nitrovanillin ، 4-nitro-5-methylimidazole ، 2-amino-6-methylbenzothazole ، vanillic acid ، 3,5-dinitrosalicylic acid )، ومن المركبات التي تم تحضيرها هي ( التيترازولين ، الايميدازولدين ، الثيازولدين ، البيتا لاكتام ، الاوكسازابين ، البرازولين ، الايسوكسازولين ، الاكسازين ، الثيازين ، البريدين ، البيريميدين ، الثيادازول ). وتم تشخيص المركبات المحضرة جميعها بواسطة طيف الاشعة تحت الحمراء FT.IR وطيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون $^{1}$H.NMR وطيف الرنين النووي المغناطيسي للكاربون $^{13}$C.NMR بالاضافة إلى التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N) . بعدها تم دراسة الفعالية الحيوية لهذة المركبات وتاثيرها على نوعين من البكتريا (*staphylococcus, Escherichia coli*) ومن ثم تم تحديد بعض المركبات التي تمتلك تاثيراً مثبطاً قوياً وهي ( 18 ، 23 ، 36 ، 48 ، 33 ) ودراسة تاثيرها على الخلايا السرطانية الموجودة في نسيج حنجرة مصابة واظهر المركب (18 و 33 ) نتائج جيدة حيث كانت نسبة الاستجابة 70% .

وكانت الدراسة متضمنة تحضير مشتقات رئيسة ومن خلالها يبدأ تحضير المشتقات الاخرى عن خمسة مسارات :

المسار الاول:

1- تحضير المشتق رقم (1) قاعدة شف من خلال تفاعل 5-nitrovanilline مع 3-aminoacetophenone في وسط حامضي .

2- تضمنت مفاعلة المركب (1) مع 2-amino-6-methoxybenzothiazole في وسط حامضي لنحصل على مشتق قاعدة شف ثنائية الايمين (المركب 2 ).

3- تفاعل المركب (2) مع ( ازيد الصوديوم ، الانين والكلايسين ، حامض الثايوكلايكول ، كلورو اسيتايل كلورايد ، انهيدريد الفثالك ،انهيدريد المالك ، انهيدريد السكسنيك ) لتحضير مشتقات ( التيترازولين 3 ، الايميدازولدين 4 و 5 ، الثيازولدين 6 ، البيتا لاكتام 7 ومشتقات الاوكسازابين 8 و 9 و 10 ) على التوالي وكما في المخطط (1).

المسار الثاني:

1- تحضير مركب الجالكون من خلال تفاعل 5-nitrovanilline مع p-hydroxyacetophenone في وسط قاعدي.

2- تضمنت الغلق الحلقي بواسطة مفاعلة المركب (11) مع ( الهيدرازين ، فنيل هيدرازين ، 2,4- داي نايترو فنيل هيدرازين ، هايدروكسيد الامين هايدروكلورايد ، اليوريا ، الثايوريا ، سيانو خلات الاثيل ، مالونونتريل ، كواندين هايدروكلورايد ) لتحضير مشقات ( البيرازولين 12 و 13 و 14 ، الايسوكسازولين 15 ، الاكسازين 16 ، الثيازين 17 ، البريدين 18 و 19 ومشتق البيريميدين 20 ) على التوالي وكما مبين في المخطط (2).

المسار الثالث:

1- تحضير مركب الازو (21) من خلال تفاعل 4-nitro-5-methylimidazole مع p-aminoacetophenone في وسط حامضي وبدرجة حرارة ( 0 – 5 م$^{o}$).

2- مفاعلة المركب (21) مع 4-aminoantipyrine في وسط حامضي لتحضير المركب (22) ازو-قاعدة شف.

3- تفاعل المركب (22) مع ( ازيد الصوديوم ، الانين والكلايسين ، حامض الثايوكلايكول ، كلورو اسيتايل كلورايد ، انهيدريد الفثالك ، انهيدريد المالك ، انهيدريد السكسنيك ) لتحضير مشتقات ( التيترازولين 23 ، الايميدازولدين 24 و 25 ، الثيازولدين 26 ، البيتا لاكتام 27 ومشتقات الاوكسازابين 28 و 29 و 30 ) على التوالي وكما في المخطط (3).

المسار الرابع:

1- تضمنت تحضير مشتق الثيادازول (31) عن طريق تفاعل vanillic acid مع ثايوسيماكاربازايد بوجود حامض الفسفور اوكسي كلورايد.

2- تمت مفاعلة المركب (31) مع p-dimethylaminobenazldehyde في وسط حامضي لتحضير المركب (32) قاعدة شف حاوية على حلقة الثيادازول.

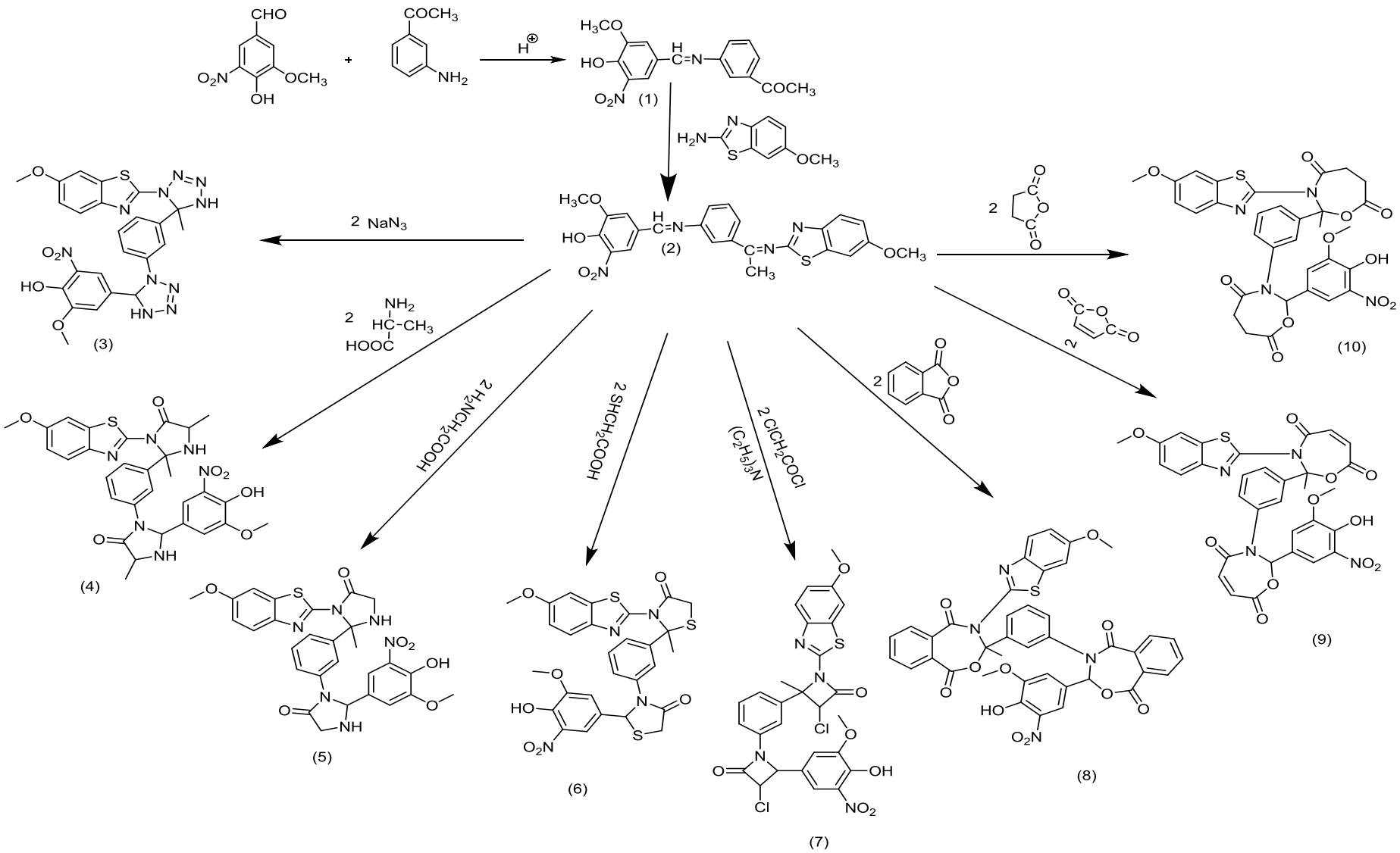
3- تفاعل المركب (32) مع ( ازيد الصوديوم ، الانين والكلايسين ، حامض الثايوكلايكول ، كلورو اسيتايل كلورايد ، انهيدريد الفثالك ، انهيدريد المالك ، انهيدريد السكسنيك ) لتحضير مشتقات ( التيترازولين 33 ، الايميدازولدين 34 و 35 ، الثيازولدين 36 ، البيتا لاكتام 37 ومشتقات الاوكسازابين 38 و 39 و 40 ) على التوالي وكما في المخطط (4).

المسار الخامس:

1- تضمنت تحضير مشتق الثيادازول (41) عن طريق تفاعل 3,5-dinitrosalicylic acid مع ثايوسيماكاربازايد بوجود حامض الفسفور اوكسي كلورايد.

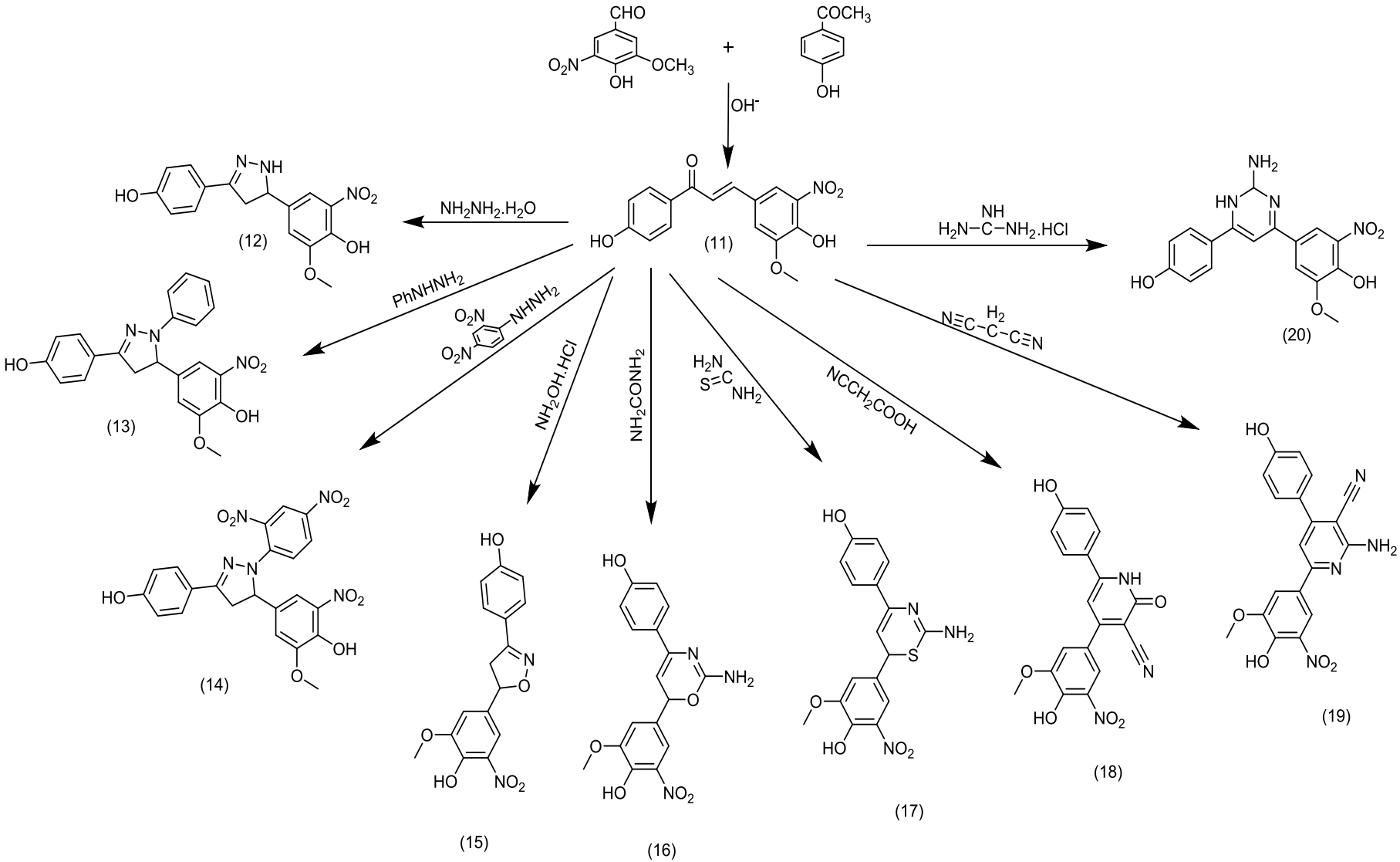
2- تمت مفاعلة المركب (41) مع 2- bromobnzaldehyde في وسط حامضي لتحضير المركب (42) قاعدة شف حاوية على حلقة الثيادازول.

3- تفاعل المركب (42) مع ( ازيد الصوديوم ، الانين والكلايسين ، حامض الثايوكلايكول ، كلورو اسيتايل كلورايد ، انهيدريد الفثالك ، انهيدريد المالك ، انهيدريد السكسنيك ) لتحضير مشتقات ( التيترازولين 43 ، الايميدازولدين 44 و 45 ، الثيازولدين 46 ، البيتا لاكتام 47 ومشتقات الاوكسازابين 48 و 49 و 50 ) على التوالي وكما في المخطط (5).

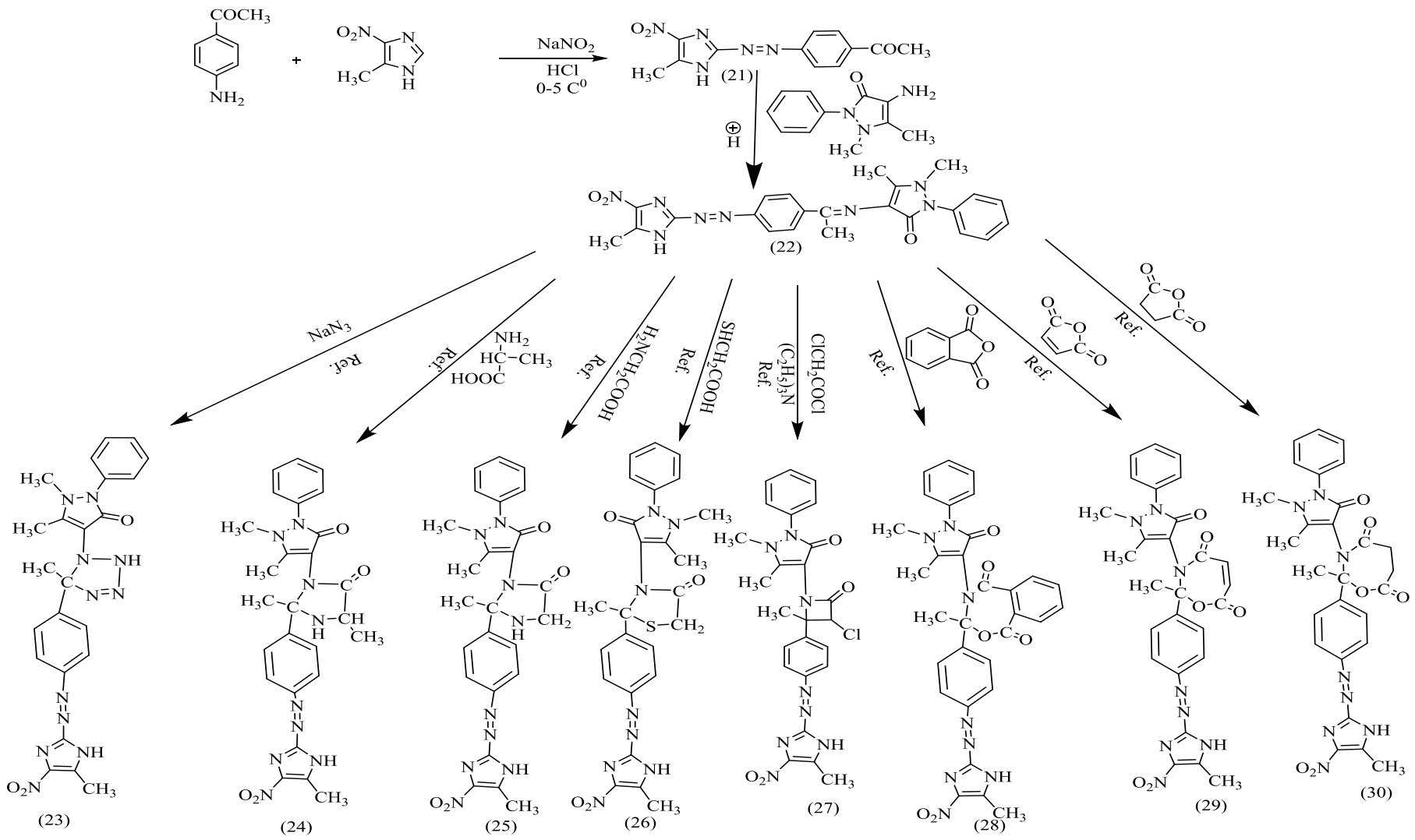


CHO
$O_2N$
$OCH_3$
OH
+
$COCH_3$
$NH_2$
$H^{\oplus}$
$H_3CO$
HO
$O_2N$
(1)
$H_2N$
$OCH_3$
(2)
2 $NaN_3$
(3)
2
$NH_2$
HC-$CH_3$
HOOC
(4)
2 $H_2NCH_2COOH$
(5)
2 $SHCH_2COOH$
(6)
2 $ClCH_2COCl$
$(C_2H_5)_3N$
(7)
(8)
(9)
(10)

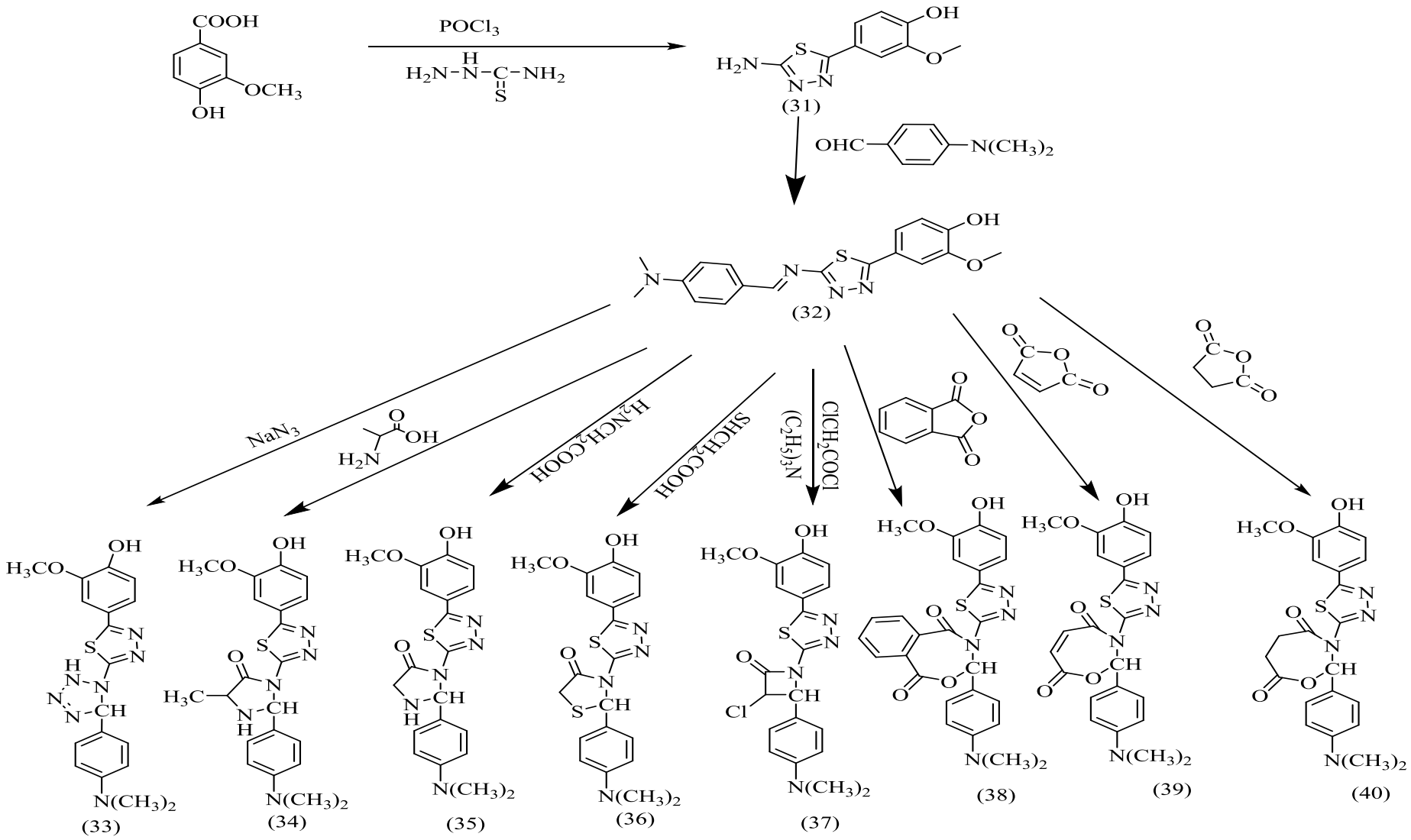

**مخطط 1**


CHO
$O_2N$
OH
$OCH_3$
+
$COCH_3$
OH
$OH^-$
O
$NO_2$
HO
(11)
OH
O
$NH_2NH_2.H_2O$
N–NH
(12)
$PhNHNH_2$
N–N
(13)
$O_2N$
$NHNH_2$
$NH_2OH.HCl$
(14)
$NH_2CONH_2$
N
O
(15)
$H_2N$
S=C
$NH_2$
(16)
$NCCH_2COOH$
S
(17)
NH
(18)
$H_2N-C-NH_2.HCl$
$NH_2$
HN
(20)
$N\equiv C-C-C\equiv N$
$H_2$
N
(19)

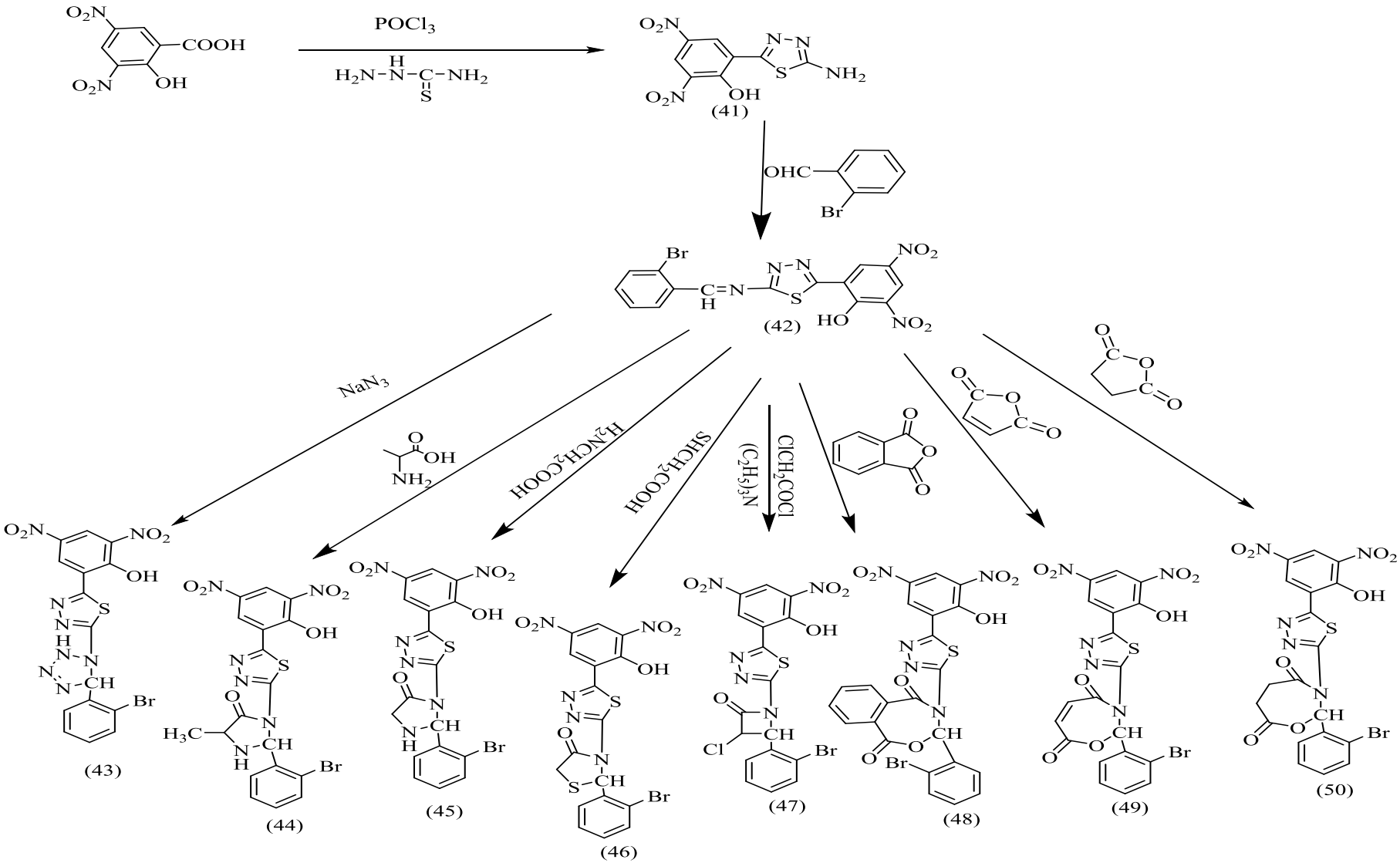
**مخطط 2**


NaNO2
HCl
0-5 C0
(21)
(22)
NaN3
Ref.
H2NCH2COOH
SHCH2COOH
ClCH2COCl
(C2H5)3N
(23)
(24)
(25)
(26)
(27)
(28)
(29)
(30)

**مخطط 3**


COOH
OCH3
OH
POCl3
H2N-N-C-NH2
S
(31)
OHC
N(CH3)2
(32)
NaN3
H2N
OH
H2NCH2COOH
SHCH2COOH
ClCH2COCl
(C2H5)3N
(33)
(34)
(35)
(36)
(37)
(38)
(39)
(40)

**مخطط 4**


POCl3
(41)
(42)
NaN3
H2NCH2COOH
SHCH2COOH
ClCH2COCl
(C2H5)3N
(43)
(44)
(45)
(46)
(47)
(48)
(49)
(50)

**مخطط 5**

## قائمة المحتويات (List of Contents)


| التسلسل | الموضوع | الصفحة |
|---|---|---|
| | الخلاصة | I-III |
| | قائمة المحتويات | IV-VIII |
| | قائمة الاشكال | IX-XVII |
| | المختصرات | XVIII-XIX |
| | الفصل الأول – المقدمة | |
| (1-1) | قواعد شف وفعاليتها الحيوية | 1 |
| (2-1) | مركبات الازو – قاعدة شف وفعاليتها الحيوية | 4 |
| (3-1) | الجالكونات وفعاليتها الحيوية | 8 |
| (4-1) | مركبات الثيادازول وفعاليتها الحيوية | 11 |
| (5-1) | التيترازول | 15 |
| (6-1) | الايميدازوليدين | 18 |
| (7-1) | بيتا – لاكتام | 20 |
| (8-1) | الثيازوليدين | 23 |
| (9-1) | الاوكسازابين | 26 |
| (10-1) | البايروزول البايروزولين | 29 |
| (11-1) | الايسوكسازول والايسوكسازولين | 32 |
| (12-1) | الاكسازين | 35 |
| ( 13 - 1 ) | الثيازين | 38 |
| ( 14 – 1 ) | البيريدين | 40 |
| ( 15 – 1 ) | البيريميدين | 42 |
| ( 16 – 1 ) | الهدف من البحث | 46 |

| الفصل الثاني – الجزء العملي | | |
|---|---|---|
| 1-2 | الاجهزة المستخدمة | 47 |
| 2-2 | المواد الكيميائية المستخدمة | 47 |
| 3-2 | طرائق تحضير المركبات | 48 |
| 1-3-2 | الطريقة العامة لتحضير المشتقات (1 و 2 ) | 48 |
| 1-1-3-2 | تحضير المشتق رقم (1) | 48 |
| 2-1-3-2 | تحضير المشتق رقم (2) | 48 |
| 2-3-2 | تحضير المشتق رقم ( 3 ) | 49 |
| 3-3-2 | الطريقة العامة لتحضير المشتقات (4 و 5 ) | 49 |
| 1-3-3-2 | تحضير المشتق رقم (4) | 50 |
| 2-3-3-2 | تحضير المشتق رقم (5) | 50 |
| 4-3-2 | تحضير المشتق رقم ( 6 ) | 51 |
| 5-3-2 | تحضير المشتق رقم ( 7 ) | 51 |
| 6-3-2 | الطريقة العامة لتحضير المشتقات ( 8 ، 9 ، 10 ) | 52 |
| 1-6-3-2 | تحضير المشتق رقم ( 8 ) | 52 |
| 2-6-3-2 | تحضير المشتق رقم ( 9 ) | 53 |
| 3-6-3-2 | تحضير المشتق رقم ( 10 ) | 53 |
| 7-3-2 | تحضير المشتق رقم (11 ) | 54 |
| 8-3-2 | الطريقة العامة لتحضير المشتقات (12,13,14) | 54 |
| 1-8-3-2 | تحضير المشتق رقم (12 ) | 55 |
| 2-8-3-2 | تحضير المشتق رقم (13 ) | 55 |
| 3-8-3-2 | تحضير المشتق رقم (14 ) | 56 |
| 9-3-2 | تحضير المشتق رقم (15) | 56 |

| | | |
|---|---|---|
| 10-3-2 | الطريقة العامة لتحضير المشتقات (16 ، 17) | 57 |
| 1-10-3-2 | تحضير المشتق رقم (16) | 57 |
| 2-10-3-2 | تحضير المشتق رقم (17) | 57 |
| 11-3-2 | الطريقة العامة لتحضير المشتقات (18 ، 19) | 58 |
| 1-11-3-2 | تحضير المشتق رقم (18) | 58 |
| 2-11-3-2 | تحضير المشتق رقم (19) | 58 |
| 12-3-2 | تحضير المشتق رقم (20) | 59 |
| 13-3-2 | تحضير المشتق رقم (21) | 60 |
| 14-3-2 | تحضير المشتق رقم (22) | 60 |
| 15-3-2 | تحضير المشتق رقم (23) | 61 |
| 16-3-2 | الطريقة العامة لتحضير المشتقات (24 و 25 ) | 62 |
| 1-16-3-2 | تحضير المشتق رقم (24) | 62 |
| 2-16-3-2 | تحضير المشتق رقم (25) | 63 |
| 17-3-2 | تحضير المشتق رقم (26) | 63 |
| 18-3-2 | تحضير المشتق رقم (27) | 64 |
| 19-3-2 | الطريقة العامة لتحضير المشتقات ( 28 ، 29 ، 30 ) | 65 |
| 1-19-3-2 | تحضير المشتق رقم ( 28 ) | 65 |
| 2-19-3-2 | تحضير المشتق رقم ( 29 ) | 65 |
| 3-19-3-2 | تحضير المشتق رقم ( 30 ) | 66 |
| 20-3-2 | تحضير المشتق رقم (31) | 67 |
| 21-3-2 | تحضير المشتق رقم (32) | 67 |
| 22-3-2 | تحضير المشتق رقم (33) | 68 |

| | | |
|---|---|---|
| 2-3-23 | الطريقة العامة لتحضير المشتقات (34 و 35 ) | 68 |
| 2-3-23-1 | تحضير المشتق رقم (34) | 69 |
| 2-3-23-2 | تحضير المشتق رقم (35) | 69 |
| 2-3-24 | تحضير المشتق رقم (36) | 70 |
| 2-3-25 | تحضير المشتق رقم (37) | 70 |
| 2-3-26 | الطريقة العامة لتحضير المشتقات ( 38 ، 39 ، 40 ) | 71 |
| 2-3-26-1 | تحضير المشتق رقم ( 38 ) | 71 |
| 2-3-26-2 | تحضير المشتق رقم ( 39 ) | 71 |
| 2-3-26-3 | تحضير المشتق رقم ( 40 ) | 72 |
| 2-3-27 | تحضير المشتق رقم (41) | 72 |
| 2-3-28 | تحضير المشتق رقم (42) | 73 |
| 2-3-29 | تحضير المشتق رقم (43) | 73 |
| 2-3-30 | الطريقة العامة لتحضير المشتقات (44 و 45 ) | 74 |
| 2-3-30-1 | تحضير المشتق رقم (44) | 74 |
| 2-3-30-2 | تحضير المشتق رقم (45) | 75 |
| 2-3-31 | تحضير المشتق رقم (46) | 75 |
| 2-3-32 | تحضير المشتق رقم (47) | 75 |
| 2-3-33 | الطريقة العامة لتحضير المشتقات ( 48 ، 49 ، 50 ) | 76 |
| 2-3-33-1 | تحضير المشتق رقم ( 48 ) | 76 |
| 2-3-33-2 | تحضير المشتق رقم ( 49 ) | 77 |
| 2-3-33-3 | تحضير المشتق رقم ( 50 ) | 77 |
| 2-4 | دراسة الفعالية الحيوية | 78 |

| | | |
|---|---|---|
| 1-4-2 | تحضير الوسط الزرعي | 78 |
| 2-4-2 | تحضير المحاليل | 78 |
| 3-4-2 | طريقة المعالجة | 78 |
| 5-2 | مسح المركبات المحضرة الجديدة ضد مرض سرطان الحنجرة | 79 |
| 1-5-2 | تهيئة خط الخلايا السرطانية | 79 |
| 2-5-2 | معاملة الخلايا السرطانية بمركب لبعض من المركبات المحضرة (17 ، 23، 36 ، 48 ،33 ) | 79 |
| 3-5-2 | تجربة دراسة السمية الخلوية بواسطة صبغة الكريستال البنفسجية | 80 |
| الفصل الثالث – النتائج والمناقشة | | |
| ( 1 – 3 ) | مدخل لتحضير المشتقات | 81 |
| (1-1-3) – (3-1- 50 ) | تشخيص المركبات من (1 - 50 ) | 81- 200 |
| (3-3) | الفعالية الحيوية للمركبات المحضرة | 205 |
| (4-3) | الدراسة الحيوية على الخلايا السرطانية | 216 |
| (5-3) | الاستنتاجات | 222 |
| (6-3) | الاعمال المستقبلية | 223 |
| | المصادر | 224 |

## قائمة الاشكال (List of Figures)


| | | |
|---|---|---|
| الفصل الأول – المقدمة | | |
| (1-1) | الصيغة العامة للجالكون | 8 |
| (2-1) | بعض الانشطة الحيوية لمركبات الجالكون | 9 |
| (3-1) | ايزومرات الثيادازول | 11 |
| (4-1) | تراكيب بعض الادوية الحاوية على حلقة الثيادازول | 13 |
| (5-1) | الصيغة العامة للتيترازول | 15 |
| (6-1) | المكافئات الحيوية للتيترازولات | 15 |
| (7-1) | ايزومرات التيترازول | 16 |
| ( 8-1) | التوتومرية في حالة التيترازول | 16 |
| (9-1) | بعض تراكيب الادوية الحاوية على معوضات 1,5-تيترازول | 16 |
| (10-1) | الصيغة العامة للاميدازوليدين | 18 |
| (11-1) | بعض الادوية الحاوية على حلقة الاميدازوليدين | 18 |
| (12-1) | نظائر نايتروجينية للسايكلوبيوتان ، السايكلوبيوتين والسايكلوبيوتادايين | 21 |
| (13-1) | بعض اصناف البيتا-لاكتام كمضادات حيوية | 21 |
| ( 14 – 1 ) | الصيغة العامة للثيازوليدين | 23 |
| ( 15 - 1 ) | الصيغة العامة لثيازوليدين-4-اون | 24 |
| (16 – 1 ) | مجموعة من مشتقات الثيازوليدين قدمها الباحثان Singh Tribhuvan و Khobragade Deepak S | 24 |
| ( 17 – 1 ) | الصيغة العامة للاوكسازابين | 26 |
| ( 18 – 1 ) | ايزومرات حلقة الاوكسازابين | 26 |
| (19 – 1 ) | ايزومرات البيرازولين | 29 |
| ( 20 – 1 ) | بعض الادوية الحاوية على حلقة البيرازولين | 30 |

| | | |
|---|---|---|
| ( 1 – 21 ) | بعض المركبات الحاوية على حلقة البيرازولين | 31 |
| ( 1 - 22 ) | الصيغ التركيبية لمشتقات الايسوكسازول | 33 |
| ( 1 – 23 ) | مركبات الايسوكسازولين المضادة للسرطان | 33 |
| ( 1 - 24 ) | الصيغ العامة لايزومرات الاكسازين | 35 |
| ( 1 – 25 ) | ايزومرات الثيازين | 38 |
| ( 1 – 26 ) | تركيب بعض الادوية الحاوية على حلقة الثيازين | 38 |
| ( 1 – 27 ) | الصيغة العامة للبيريدين | 40 |
| ( 1 – 28 ) | تركيب بعض الادوية الحاوية على حلقة البيريدين | 41 |
| ( 1 – 29 ) | الصيغة العامة للبيريميدين | 43 |
| ( 1 – 30 ) | ايزومرات البيريميدين | 43 |
| ( 1 – 31 ) | تراكيب بعض الادوية الحاوية على حلقة البيريميدين | 43 |
| ( 1 – 32 ) | تحضير عدد من مركبات البريميدين من الباحث Biswa Mohan Sahoo وجماعته | 44 |
| الفصل الثالث – النتائج والمناقشة | | |
| (1-3) | طيف FT.IR للمركب (1) | 83 |
| (2-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (1) | 84 |
| (3-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (1) | 84 |
| (4-3) | طيف FT.IR للمركب (2) | 86 |
| (5-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (2) | 86 |
| (6-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (2) | 86 |
| (7-3) | طيف FT.IR للمركب (3) | 89 |
| (8-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (3) | 89 |
| (9-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (3) | 89 |
| (10-3) | طيف FT.IR للمركب (4) | 92 |

| | | |
|---|---|---|
| (11-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (4) | 92 |
| (12-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (4) | 92 |
| (13-3) | طيف FT.IR للمركب (5) | 94 |
| (14-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (5) | 94 |
| (15-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (5) | 95 |
| (16-3) | طيف FT.IR للمركب (6) | 97 |
| (17-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (6) | 97 |
| (18-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (6) | 98 |
| (19-3) | طيف FT.IR للمركب (7) | 100 |
| (20-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (7) | 100 |
| (21-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (7) | 101 |
| (22-3) | طيف FT.IR للمركب (8) | 103 |
| (23-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (8) | 103 |
| (24-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (8) | 104 |
| (25-3) | طيف FT.IR للمركب (9) | 105 |
| (26-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (9) | 106 |
| (27-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (9) | 106 |
| (28-3) | طيف FT.IR للمركب (10) | 108 |
| (29-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (10) | 108 |
| (30-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (10) | 109 |
| (31-3) | طيف FT.IR للمركب (11) | 111 |
| (32-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (11) | 111 |
| (33-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (11) | 111 |
| (34-3) | طيف FT.IR للمركب (12) | 113 |

| | | |
|---|---|---|
| (35-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (12) | 114 |
| (36-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (12) | 114 |
| (37-3) | طيف FT.IR للمركب (13) | 115 |
| (38-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (13) | 116 |
| (39-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (13) | 116 |
| (40-3) | طيف FT.IR للمركب (14) | 118 |
| (41-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (14) | 118 |
| (42-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (14) | 118 |
| (43-3) | طيف FT.IR للمركب (15) | 120 |
| (44-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (15) | 121 |
| (45-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (15) | 121 |
| (46-3) | طيف FT.IR للمركب (16) | 123 |
| (47-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (16) | 123 |
| (48-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (16) | 124 |
| (49-3) | طيف FT.IR للمركب (17) | 125 |
| (50-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (17) | 125 |
| (51-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (17) | 126 |
| (52-3) | طيف FT.IR للمركب (18) | 128 |
| (53-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (18) | 128 |
| (54-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (18) | 129 |
| (55-3) | طيف FT.IR للمركب (19) | 130 |
| (56-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (19) | 130 |
| (57-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (19) | 131 |
| (58-3) | طيف FT.IR للمركب (20) | 133 |

| | | |
|---|---|---|
| (59-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (20) | 133 |
| (60-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (20) | 133 |
| (61-3) | طيف FT.IR للمركب (21) | 135 |
| (62-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (21) | 136 |
| (63-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (21) | 136 |
| (64-3) | طيف FT.IR للمركب (22) | 138 |
| (65-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (22) | 138 |
| (66-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (22) | 138 |
| (67-3) | طيف FT.IR للمركب (23) | 140 |
| (68-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (23) | 140 |
| (69-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (23) | 141 |
| (70-3) | طيف FT.IR للمركب (24) | 143 |
| (71-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (24) | 143 |
| (72-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (24) | 143 |
| (73-3) | طيف FT.IR للمركب (25) | 145 |
| (74-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (25) | 145 |
| (75-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (25) | 146 |
| (76-3) | طيف FT.IR للمركب (26) | 147 |
| (77-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (26) | 148 |
| (78-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (26) | 148 |
| (79-3) | طيف FT.IR للمركب (27) | 150 |
| (80-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (27) | 150 |
| (81-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (27) | 151 |
| (82-3) | طيف FT.IR للمركب (28) | 153 |

| | | |
|---|---|---|
| (83-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (28) | 153 |
| (84-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (28) | 153 |
| (85-3) | طيف FT.IR للمركب (29) | 155 |
| (86-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (29) | 156 |
| (87-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (29) | 156 |
| (88-3) | طيف FT.IR للمركب (30) | 158 |
| (89-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (30) | 159 |
| (90-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (30) | 159 |
| (91-3) | طيف FT.IR للمركب (31) | 161 |
| (92-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (31) | 161 |
| (93-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (31) | 162 |
| (94-3) | طيف FT.IR للمركب (32) | 163 |
| (95-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (32) | 163 |
| (96-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (32) | 164 |
| (97-3) | طيف FT.IR للمركب (33) | 165 |
| (98-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (33) | 165 |
| (99-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (33) | 166 |
| (100-3) | طيف FT.IR للمركب (34) | 167 |
| (101-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (34) | 168 |
| (102-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (34) | 169 |
| (103-3) | طيف FT.IR للمركب (35) | 170 |
| (104-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (35) | 170 |
| (105-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (35) | 170 |
| (106-3) | طيف FT.IR للمركب (36) | 172 |

| | | |
|---|---|---|
| (107-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (36) | 172 |
| (108-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (36) | 173 |
| (109-3) | طيف FT.IR للمركب (37) | 174 |
| (110-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (37) | 175 |
| (111-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (37) | 175 |
| (112-3) | طيف FT.IR للمركب (38) | 177 |
| (113-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (38) | 177 |
| (114-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (38) | 177 |
| (115-3) | طيف FT.IR للمركب (39) | 179 |
| (116-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (39) | 179 |
| (117-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (39) | 179 |
| (118-3) | طيف FT.IR للمركب (40) | 181 |
| (119-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (40) | 181 |
| (120-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (40) | 182 |
| (121-3) | طيف FT.IR للمركب (41) | 183 |
| (122-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (41) | 183 |
| (123-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (41) | 184 |
| (124-3) | طيف FT.IR للمركب (42) | 185 |
| (125-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (42) | 185 |
| (126-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (42) | 186 |
| (127-3) | طيف FT.IR للمركب (43) | 187 |
| (128-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (43) | 187 |
| (129-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (43) | 188 |
| (130-3) | طيف FT.IR للمركب (44) | 189 |

| | | |
|---|---|---|
| (131-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (44) | 189 |
| (132-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (44) | 190 |
| (133-3) | طيف FT.IR للمركب (45) | 191 |
| (134-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (45) | 191 |
| (135-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (45) | 192 |
| (136-3) | طيف FT.IR للمركب (46) | 193 |
| (137-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (46) | 193 |
| (138-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (46) | 194 |
| (139-3) | طيف FT.IR للمركب (47) | 195 |
| (140-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (47) | 195 |
| (141-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (47) | 196 |
| (142-3) | طيف FT.IR للمركب (48) | 197 |
| (143-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (48) | 197 |
| (144-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (48) | 198 |
| (145-3) | طيف FT.IR للمركب (49) | 199 |
| (146-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (49) | 199 |
| (147-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (49) | 200 |
| (148-3) | طيف FT.IR للمركب (50) | 201 |
| (149-3) | طيف $^{1}$H-NMR للمركب (50) | 202 |
| (150-3 ) | طيف $^{13}$C-NMR للمركب (50) | 203 |
| ( 151 – 3 ) | صورة توضح الفعالية الحيوية للمركبات المحضرة ضد البكتريا من نوع *Staphlococcus* | 210 |
| ( 152 – 3 ) | صورة توضح الفعالية الحيوية للمركبات المحضرة ضد البكتريا من نوع *Escherichia coli* | 214 |

| | | |
|---|---|---|
| ( 3 – 153 ) | يبين نسب الخلايا التي تبقى حية مقابل تراكيز مختلفة على خط خلايا سرطان الحنجرة للمركب (18) | 216 |
| (3 – 154 ) | يوضح قيمة IC50 للمركب (18) | 217 |
| ( 3 – 155 ) | يبين نسب الخلايا التي تبقى حية مقابل تراكيز مختلفة على خط خلايا سرطان الحنجرة للمركب (23) | 217 |
| (3 – 156 ) | يوضح قيمة IC50 للمركب (23) | 218 |
| ( 3 – 157 ) | يبين نسب الخلايا التي تبقى حية مقابل تراكيز مختلفة على خط خلايا سرطان الحنجرة للمركب (36) | 218 |
| (3 – 158 ) | يوضح قيمة IC50 للمركب (36) | 219 |
| ( 3 – 159 ) | يبين نسب الخلايا التي تبقى حية مقابل تراكيز مختلفة على خط خلايا سرطان الحنجرة للمركب (48) | 219 |
| (3 – 160 ) | يوضح قيمة IC50 للمركب (48) | 220 |
| ( 3 – 161 ) | يبين نسب الخلايا التي تبقى حية مقابل تراكيز محتلفة على خط خلايا سرطان الحنجرة للمركب (33) | 220 |
| (3 – 162 ) | يوضح قيمة IC50 للمركب (33) | 221 |

## قائمة الرموز والمختصرات (List of Symbols and Abbreviations)

| اسم المختصر باللغة العربية | اسم المختصر باللغة الانكليزية | الرمز او المختصر |
|---|---|---|
| متقابل | Enemies | E isomer |
| متجاور | Zusammen | Z isomer |
| الحلقة الاروماتية | Aromating ring | A-ring |
| مثبط كوكس-2 | Cyclooxygenase-2 | Cox-2 |
| فايروس نقص المناعة البشرية | human immunodeficiency virus | *HIV* |
| حامض نووي ناقص الاوكسجين | deoxyribonucleic acid | DNA |
| حامض نووي الرايبوزي | Ribonucleic acid | RNA |
| ثنائي مثيل سلفوكسايد –$d_6$ | dimethyl sulfoxide-$d_6$ | DMSO-$d_6$ |
| خط خلايا سرطان الحنجرة البشري | Human epithelial type 2 | Hep-2 |
| ثنائي أمين الإيثيلين رباعي حمض الأسيتيك | Ethylenediaminetetraacetic acid | EDTA |
| الرنين النووي المغناطيسي للكاربون 13 | Carbon-13 (C13)nuclear magnetic resonance | $^{13}$C-NMR |
| الرنين النووي المغناطيسي للبروتون 1 | Proton nuclear magnetic resonance | $^{1}$H-NMR |
| تصعيد | Reflux | Ref. |
| عامل الاعاقة | Factor of retention | $R_f$ |
| طيف الاشعة تحت الحمراء | Fourier Transform infrared spectroscopy | FT-IR |

| | | |
|---|---|---|
| كرومونوغرافيا الطبقة الرقيقة | Thin Layer Chromatography | TLC |
| درجة الحرارة السليزية | Celsius temperature | $^{o}C$ |
| غرام | Gram | Gm |
| جزء بالمليون | parts per million | Ppm |
| الصيغة الجزيئية | Molecular formula | M.F |
| الوزن الجزيئي | molecular weight | M.wt |
| مركب | Compound | Comp. |
| الازاحة الكيميائية | Chemical shift in NMR | σ |
| حامض الخليك الثلجي | Glacial acetic acid | GAA |
| حامض الثايوكلايكول | Thio glycolic acid | TGA |
| 1 - بيوتيل - 3 – ميثيل ايميدازوليوم بروميد | 1-butyl-3-methylimidazolium bromide | [BMIM]Br |
| بولي اثلين كلايكول – 400 | Poly ethylene glycol-400 | PE-400 |

# الفصل الاول

# المقدمة

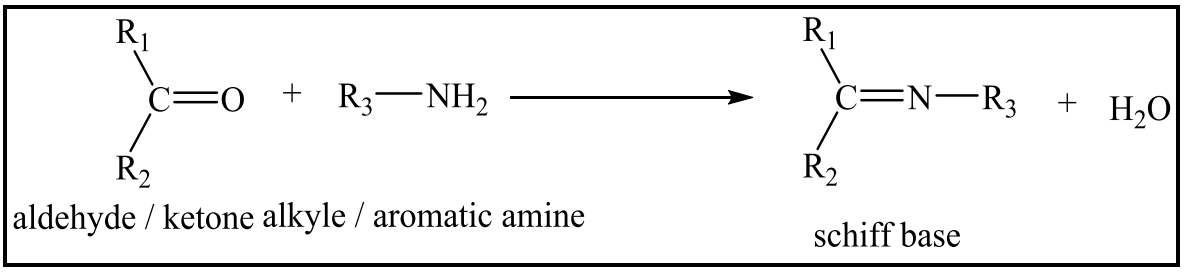
# *Introduction*

## 1- المقدمة Introduction

### (1-1) قواعد شف وفعاليتها الحيوية:

تحتوي قواعد شف على مجموعة ايمين (imine ) (–RCH=N–) وتم تحضيرها لاول مرة من قبل العالم هوكو شف سنة 1684عن طريق التكثيف بين الامين الاولي ($R-NH_2$) ومركبات الكاربونيل الفعالة [1] (RCOR) ، حيث R، 'R هي إما alkyl أو aryl .

تعطي مجموعة الكاربونيل المشتقة من الألدهيدات الـ aldimines بينما تعطي الكيتونات الـ ketoimines. إن مجموعة الاميين -C = N مسؤولة عن منح هذة المركبات فعالية عالية [2] كما في المعادلة (1-1):

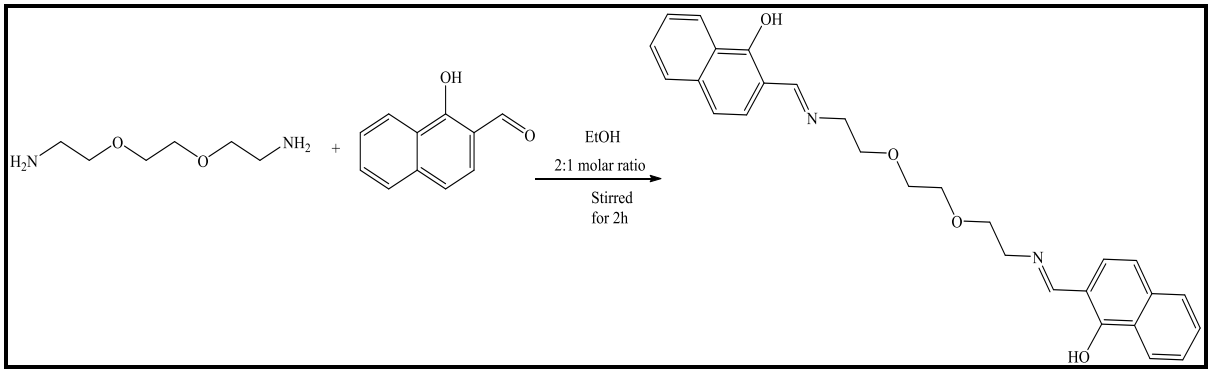



**المعادلة (1-1)**

تشكل قواعد شف مركبات هامة الاستخدام في المركبات العضوية التي تمتلك عدة تطبيقات في مختلف المجالات ، على سبيل المثال ، الحيوية ، اللاعضوية والكيمياء التحليلية. وتعد قواعد شف وسطيات مهمة في العديد من التفاعلات الأنزيمية عن طريق تفاعل إنزيم مع مجموعة الامينو أو كاربونيل المادة الاساس [3].

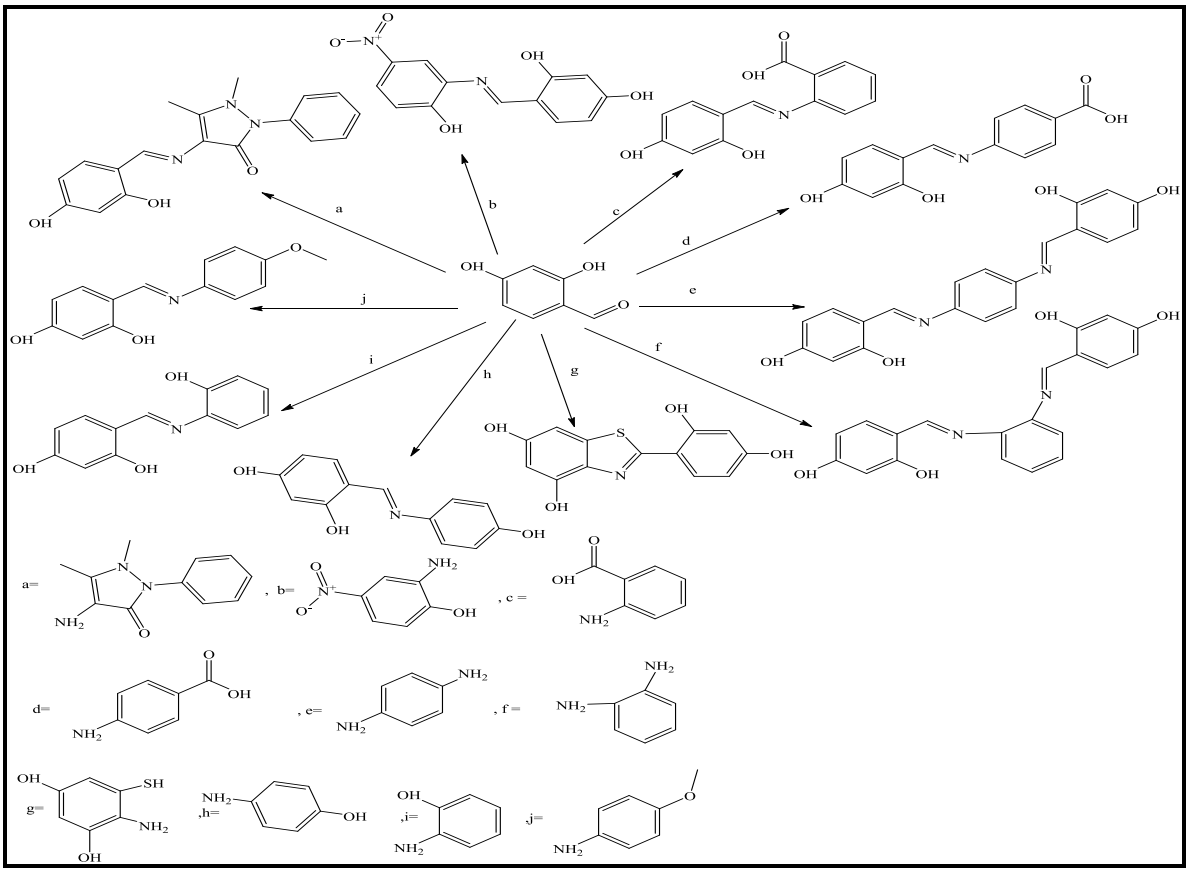
تشكل قواعد شف اصناف مهمة من المركبات في الكيمياء الطبية والصيدلانية مع العديد من التطبيقات الحيوية الفعالة والتي تشمل مضاد للجراثيم ،فطريات، مضاد للسرطان ، مضاد للأكسدة ، الاضطرابات العصبية ومدر للبول. كذلك فهي ذات اهمية كبيرة في التطبيقات الصناعية مثل صناعة المواد الغذائية ، وصناعة الاصباغ، والكيمياء التحليلية ، والمحفزات ، والكيماء الزراعية [4].

تمتلك قواعد شف مجموعة واسعة من الأنشطة الحيوية ، بما في ذلك مضاد للفطريات ،مضاد للجراثيم ، ومضاد للملاريا ، مضادة للالتهابات ، مضادة للفيروسات ، خافض للحرارة.ان مجموعة الإيمين أو الأزوميثين موجودة في العديد من المركبات الطبيعية وغير الطبيعية.لقد ثبت أن لهذة المجموعة ذات أهمية عالية لأنشطتها الحيوية [5]. وتمكن مجموعة من الباحثين في تحضير قواعد شف ذات فعالية حيوية، حيث قام الباحثان [6] Jai Devia وAshwani Kumarb تحضير قواعد شف ذات خواص مضادة للبكتريا وكما موضح في المعادلة الكيميائية (1-2):



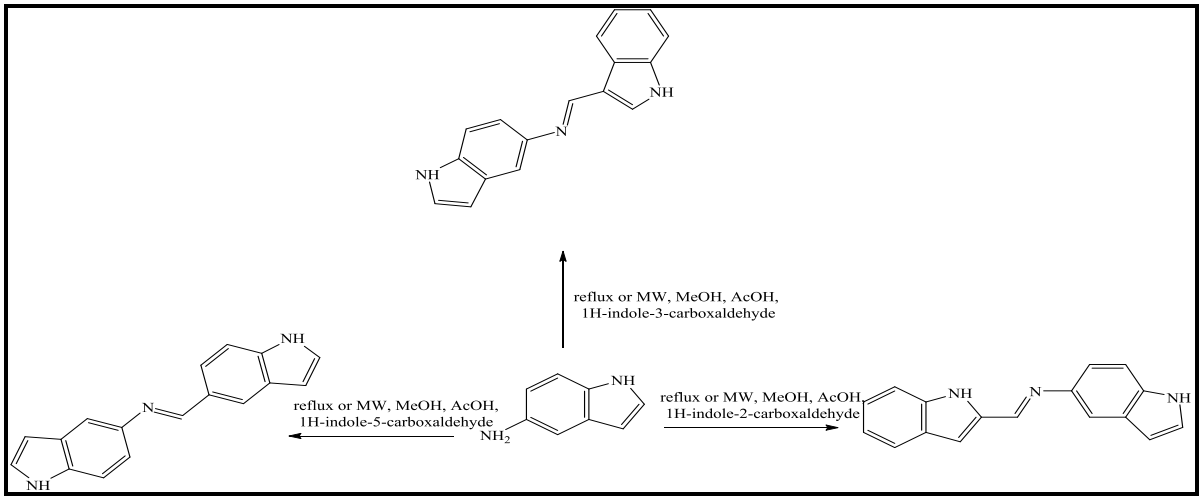

**المعادلة (1-2)**

كما تمكن الباحث Shahzad Murtaza وجماعته [7] تحضير قواعد شف جديدة ذات فعالية حيوية مشتقة من 4,2- داي هيدروكسي بنزالديهايد،كما مبين في المخطط (1-1):



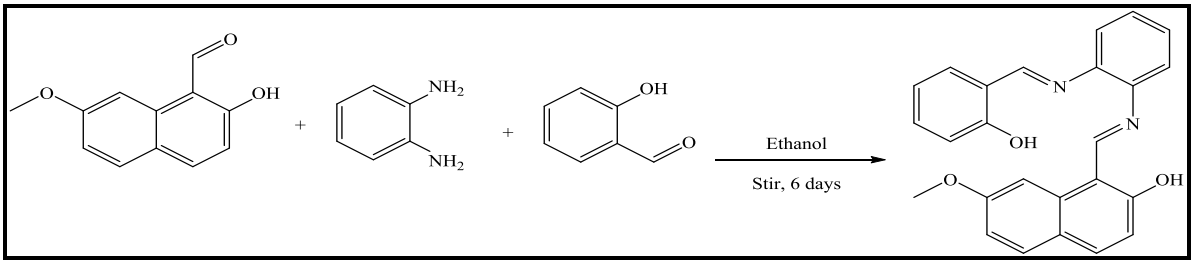
**المخطط (1-1)**

اما الباحث Ahmed H. Halawa وجماعته [8] فقد تمكن من تحضير قواعد شف ذات فعالية حيوية، وكما موضح في المخطط (1-2):



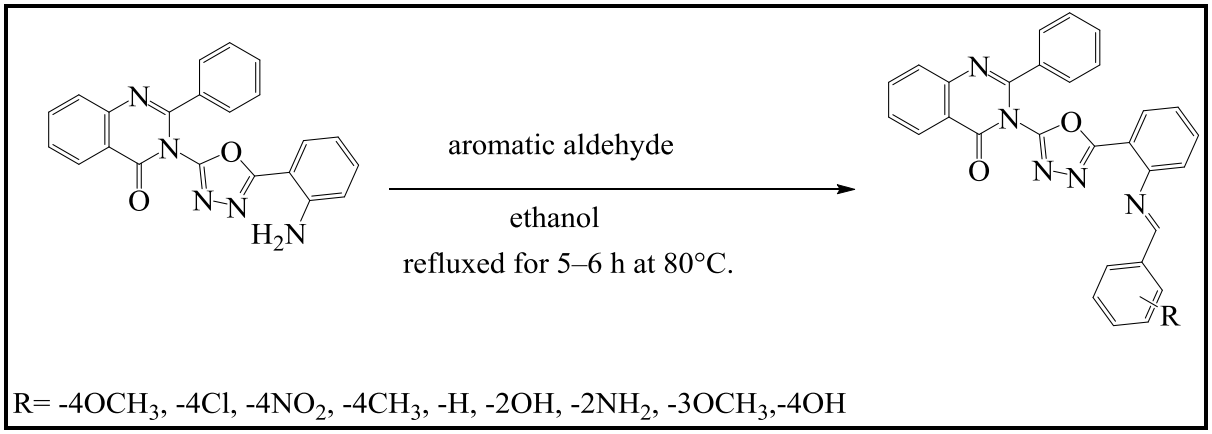

**المخطط (1-2)**

اما الباحث Wajid Rehman وجماعته [9] فقد حضر قواعد شف ذات فعالية حيوية عالية ، كما موضح في المعادلة (1-3):



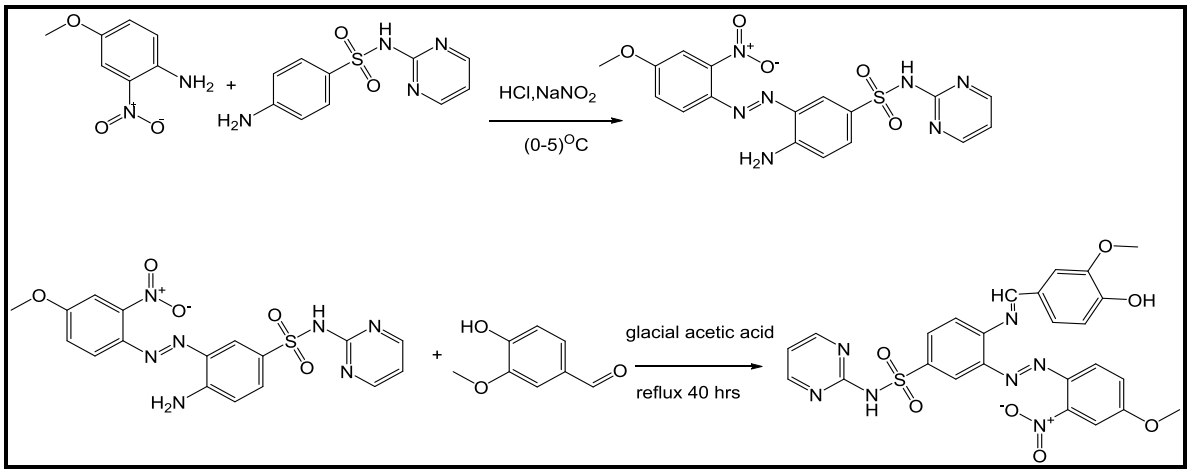

**المعادلة (1-3)**

وقد تم تحضير قواعد شف مضادة للالتهابات ومسكنة عن طريق الباحث Dhansay Dewangan وجماعته [10] وكما موضح في المخطط (1-3) :



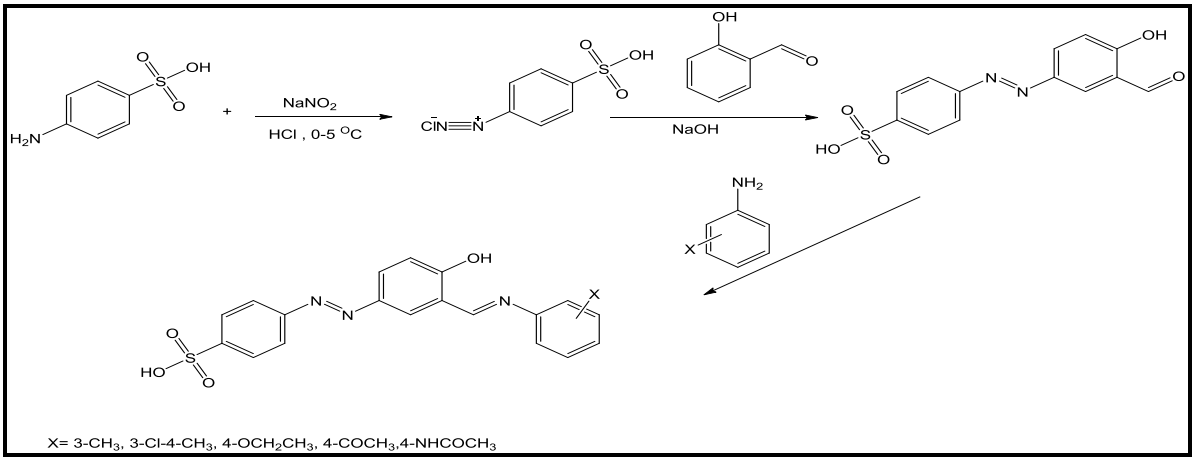

**المخطط (1-3)**

**(2-1) مركبات الازو – قاعدة شف وفعاليتها الحيوية :** مركبات الازو هي أقدم وأكبر صنف في صناعية الأصباغ العضوية المحضرة لها تطبيقاتها المتعددة الاستخدامات وفي مختلف المجالات ، مثل دراسات الطب الحيوي ، التطبيق المتقدم في التخليق العضوي ، وصباغة الالياف النسيجية [11، 12].
تحتوي مركبات الازو- قاعدة شف على مجموعات الازو (-N = N-) azo والازوميثين (-CH=N-) azomethine والتي تمتلك خصائص مانحة ممتازة وهي مهمة في الكيمياء التناسقية [13] وقد تمكن الباحثان [14] Radhiyah A. Khdur , Ezzat H. Zimam بتحضير مجموعة من مركبات الازو الحاوية على مجموعة imine وكما في المخطط (1-4) :



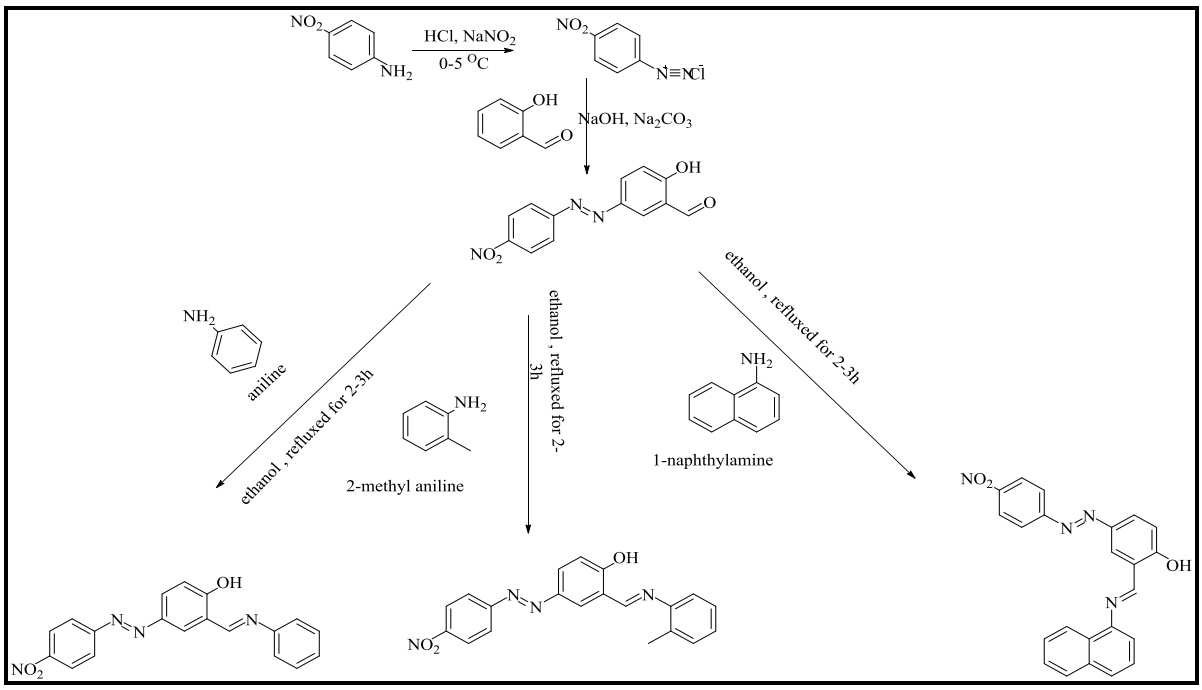

**المخطط (1-4)**

وكذلك تم تحضير مجموعة من مركبات الازو – ايمين قدمها الباحث Farouq E. Hawaiz وجماعته [15] وكما مبين في المخطط (1-5) :



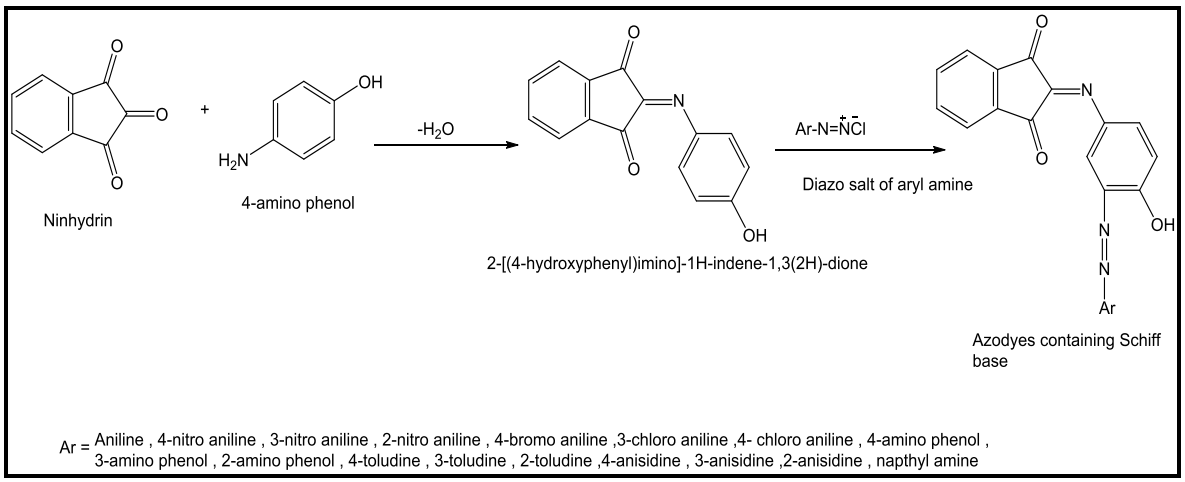

**المخطط (1-5)**

تمكن Muhammad Ameen وجماعته [16] من تحضير قواعد شف حاوية على مجموعة ازو ذات خواص مضادة للبكتريا وكما موضح في المخطط (1-6):




**المخطط (1-6)**

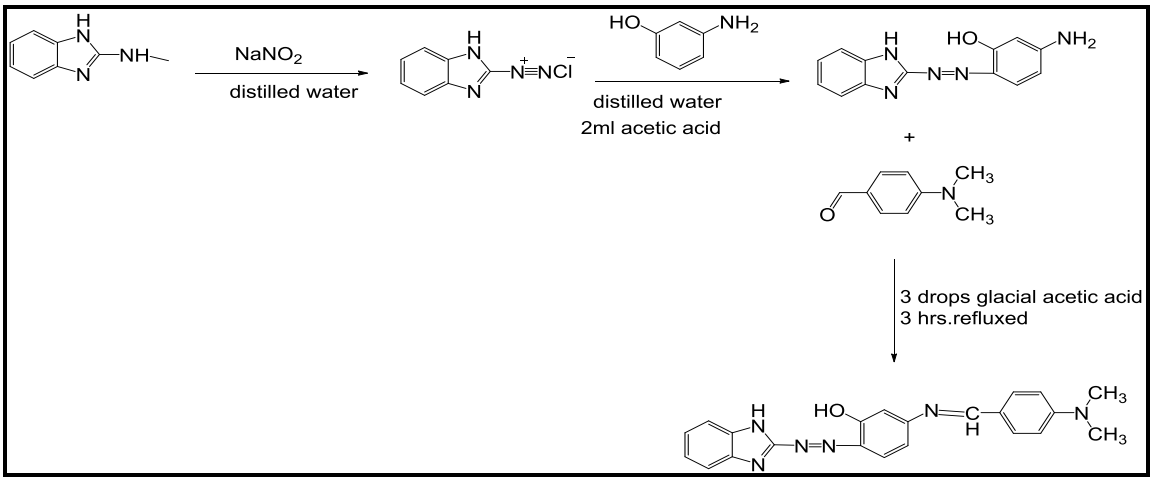
وقام الباحثان P. S. Patel, M. V. Hathi [17] من تحضير صبغات ازو تحتوي على قواعد شف كما في المخطط (1-7) :




**المخطط (1-7)**

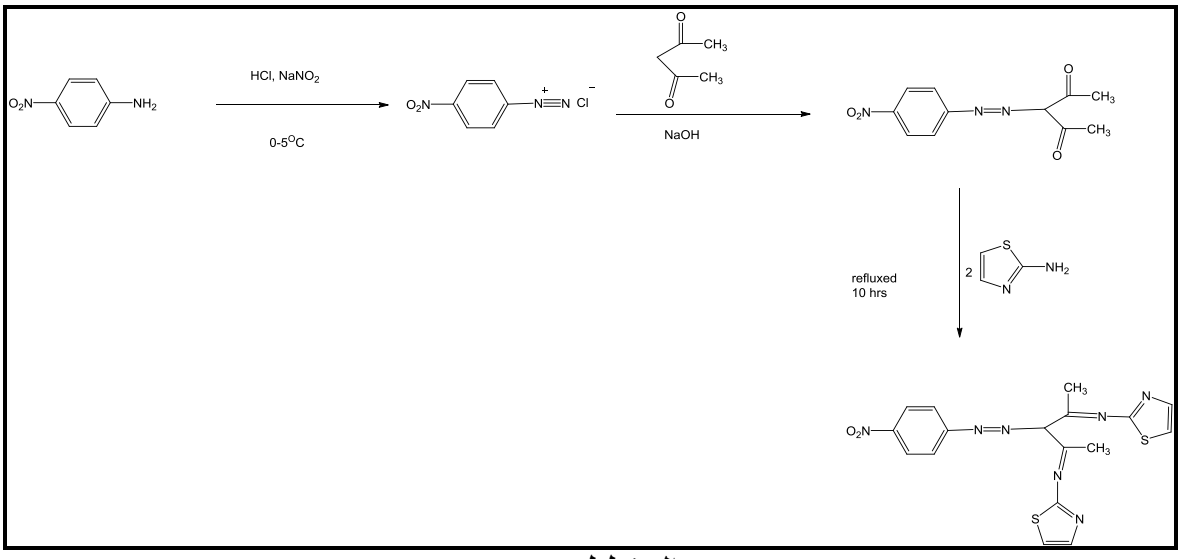
تعد مركبات الازو التي تحتوي على قاعدة شف ذات فعالية حيوية مهمة جدا مثل مضاد للجراثيم ، مضاد للفطريات ، مضاد للتشنجات ، مضاد للملاريا ومضاد للسرطان ومن جانب اخر ، تم استخدام عدة من مركبات الازو التي تحتوي على قاعدة شف كمحفزات في عدة من التفاعلات العضوية مثل الأكسدة أو الاختزال [18]. ونتيجة الاهمية الحيوية لمركبات الازو – قاعدة شف زاد اهتمام الباحثين في تحضير العديد من هذة المركبات، حيث قام الباحثانKhalid J. AL-adilee,Haider M. Hessoon [19] في

تحضير مركب ازو – قاعدة شف الفعال حيويا الذي استخدم كليكاند وحضر منه العديد من المعقدات مع بعض العناصر الانتقالية وكما موضح في المخطط (1-8) :



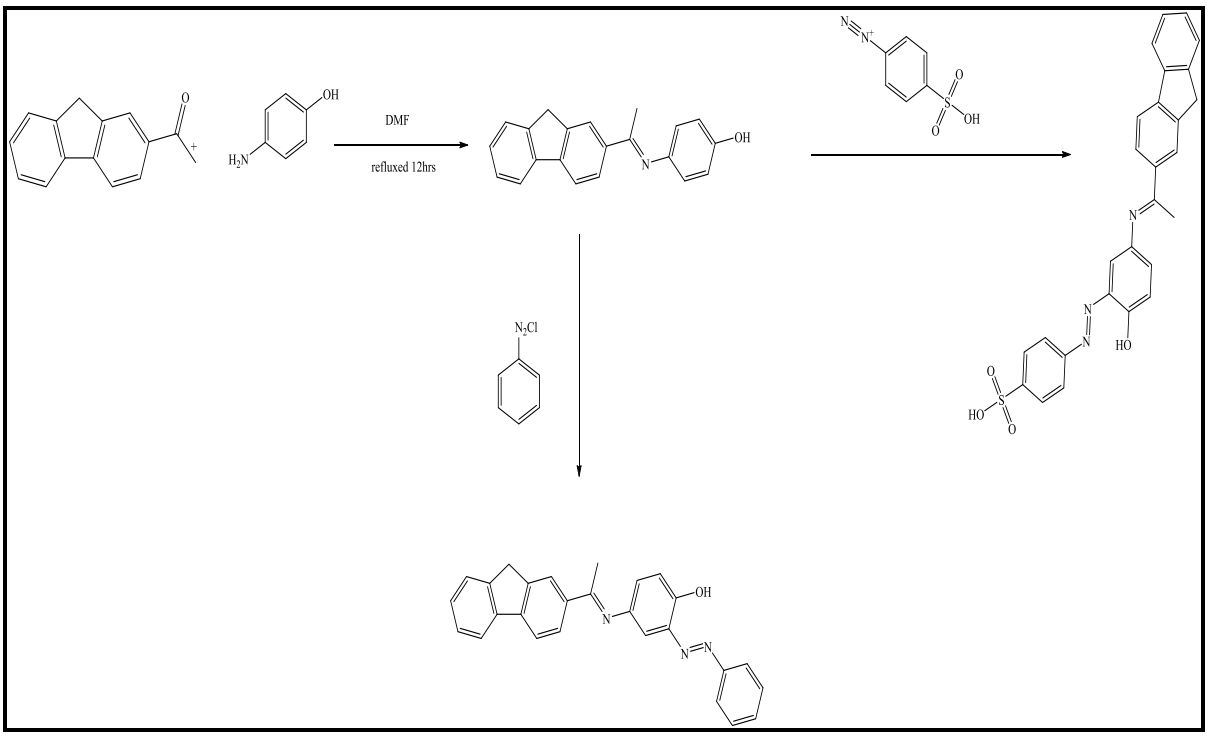

**المخطط (1-8)**

واستطاعت الباحثة Nagham M. Aljamali وجماعتها [20] بتحضير مركب مضاد لبكتريا الفم والاسنان يحتوي على مجموعتي الازو وقاعدة شف وكما مبين في المخطط (1-9) :



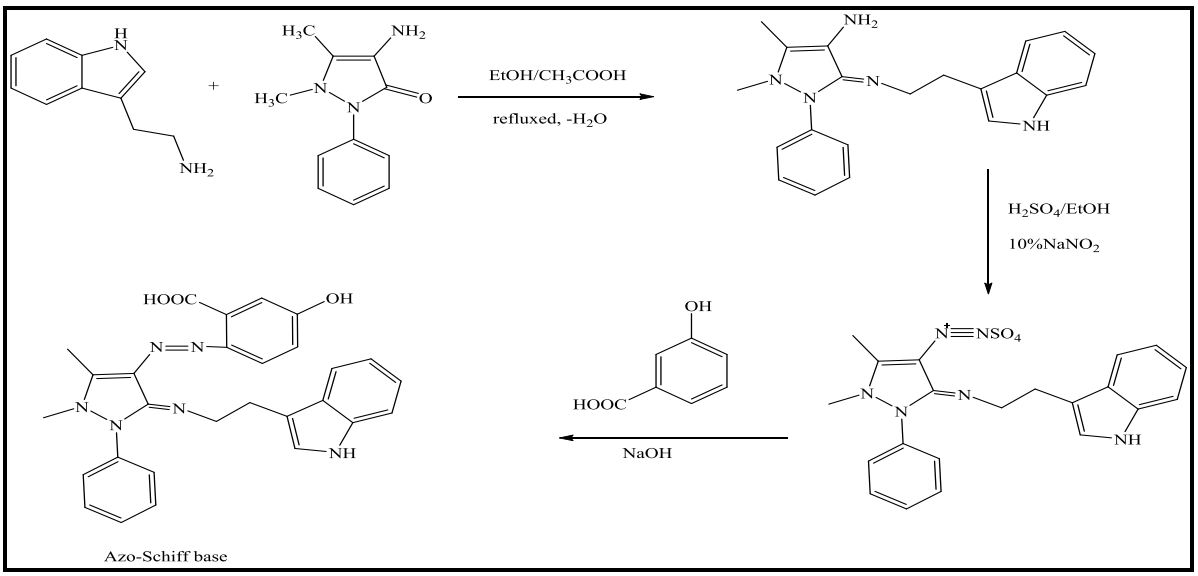

**المخطط (1-9)**

وكذلك قامت الباحثة Thawra Ahmad وجماعتها [21] بتحضير مجموعة من مركبات الازو – قاعدة شف كما في المخطط (1-10) :



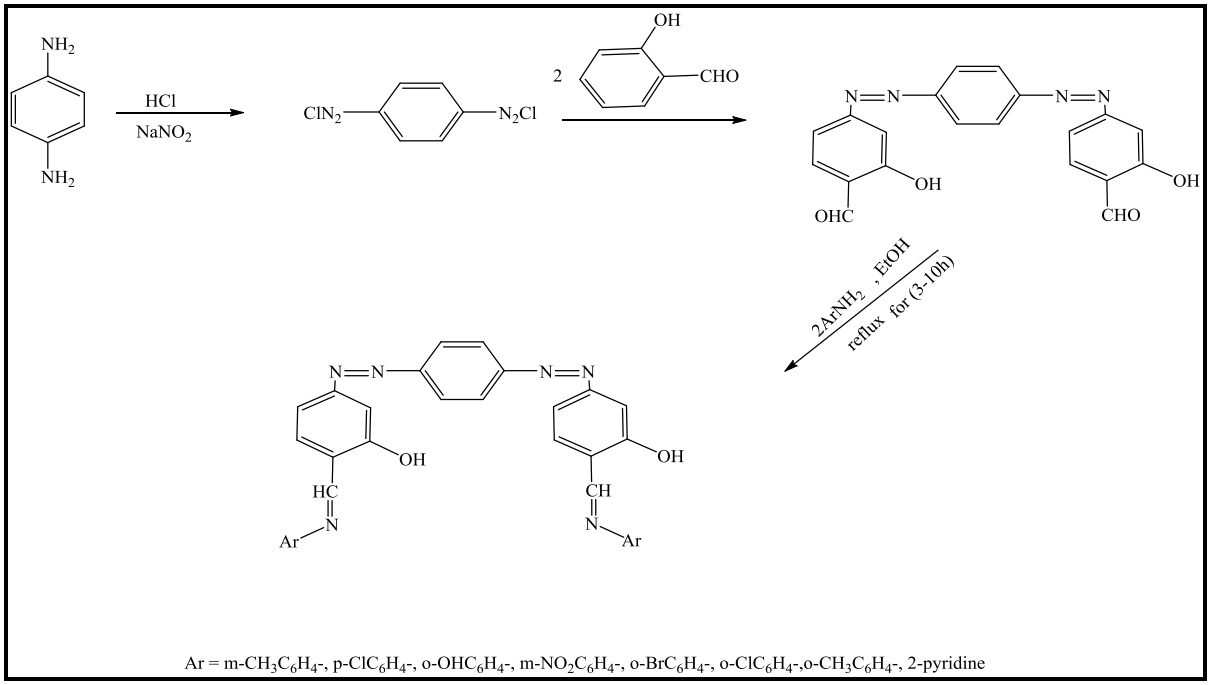

**المخطط (1-10)**

تمكن الباحث Wail Al Zoubi1 [22] وجماعته من تحضير مركب ازو – قاعدة شف ذات فعالية حيوية وكما موضح بالمخطط (1-11) :




**المخطط (1-11)**

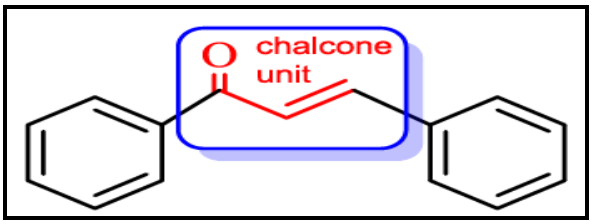
ايضا قام الباحث Ahamed W. Naser وجماعته [23] بتحضير مجموعة من مركبات الازو – قواعد شف كما في المخطط (1-12) :




**المخطط (1-12)**

## (1-3) الجالكونات Chalchone وفعاليتها الحيوية :

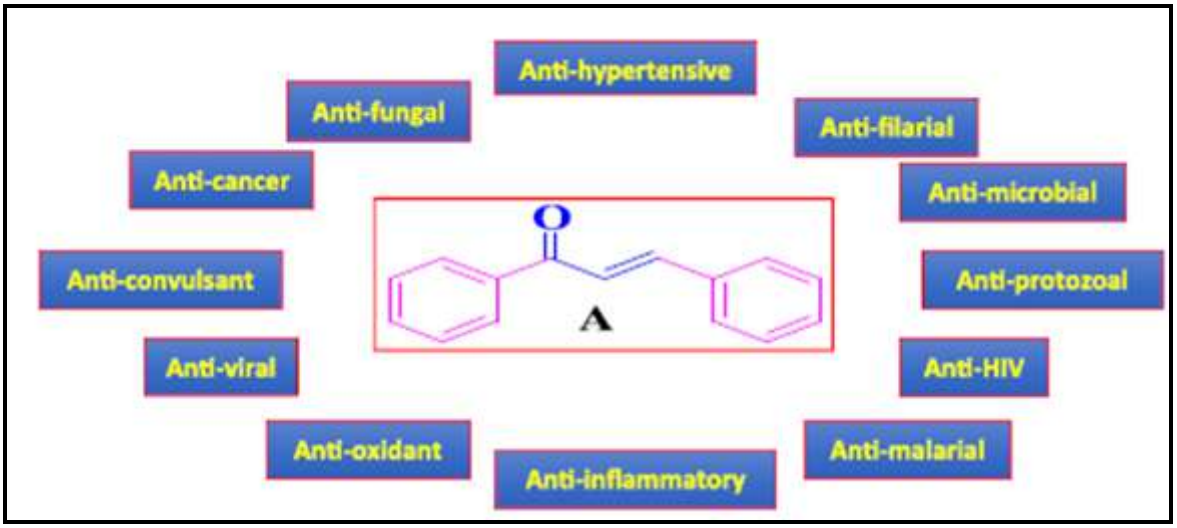
هي عبارة عن كيتونات اروماتية مع α ، β- مركبات الكاربونيل غير المشبعة ، والمعروفة أيضا باسم ثنائي فينيل كيتون وستايرين فينيل كيتون ، المتكون نتيجة التكثيف بين acetophenone و benzaldehyde في ظروف قلوية [24]. تسمية الجالكونات chalcones أعطيت من قبل العالمان Kostanecki و Tambor. في الجالكون ، ترتبط الحلقتين الاروماتية بواسطة ثلاثة ذرات كاربون أليفاتية [25] كما في الشكل (1-1) الاتي :




**الشكل (1-1) الصيغة العامة للجالكون**

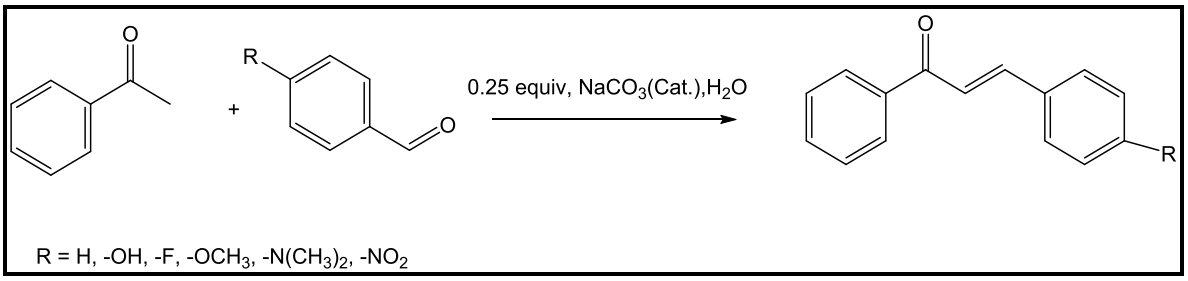
تعدُ الجالكونات مركبات فريدةً من نوعها مرتبطة بعدة انشطة حيوية. تمتلك المركبات التي يكون الجزء الاساس لهيكلها البنائي الجالكون فعالية حيوية ودوائية متنوعة ، بما في ذلك مضادات الميكروبات ، المضادة للالتهابات ،مسكن ، سامة للخلايا ، مضاد للأورام ، مضاد للملاريا ، مضاد للجسم ،مضاد للفيروسات ، مضاد للالتهاب ، مضاد للأكسدة ،antiprotozoal ، مضادات الهيستامين ، antifedent

، immunomodulatory ،مضادات الاختلاج ، خافض للضغط ، مضاد شحميات الدم وهكذا لاقت الجالكونات اهتماماً علمياً كبيراً بسبب ارتباطها مع مجموعة متنوعة من الأنشطة الحيوية [26، 27].



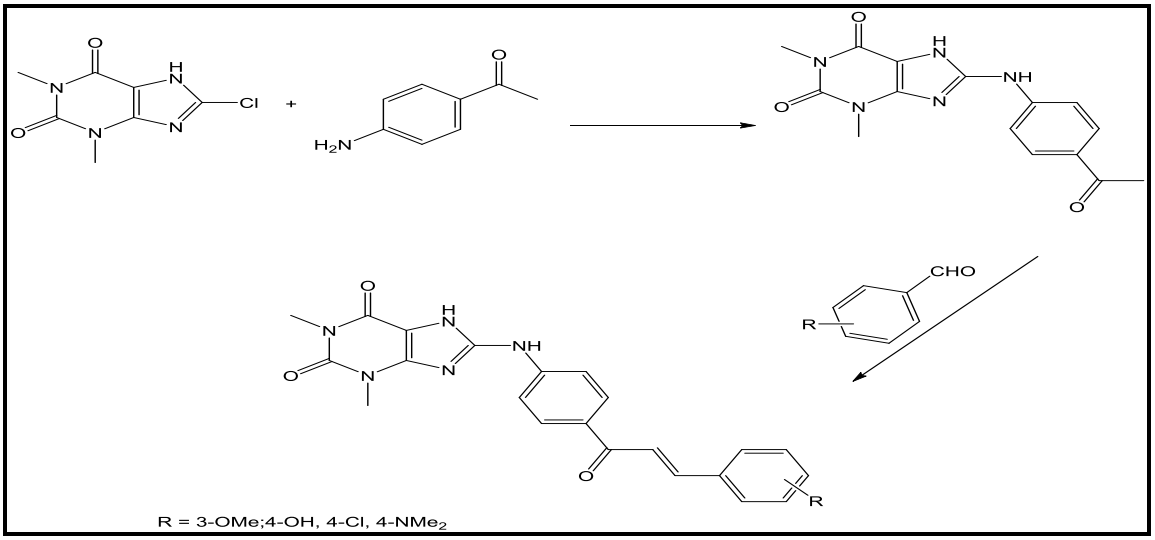

**الشكل (1-2) بعض الانشطة الحيوية لمركبات الجالكون**

ونظراً لأهمية الجالكونات فقد اهتم العلماء بتحضير سلسلة من مشتقات الجالكونات ذات صفات مضادة للمايكروبات مثل الباحث Samer A. Hasan وجماعته [28] كما موضح في المعادلة (1-4):



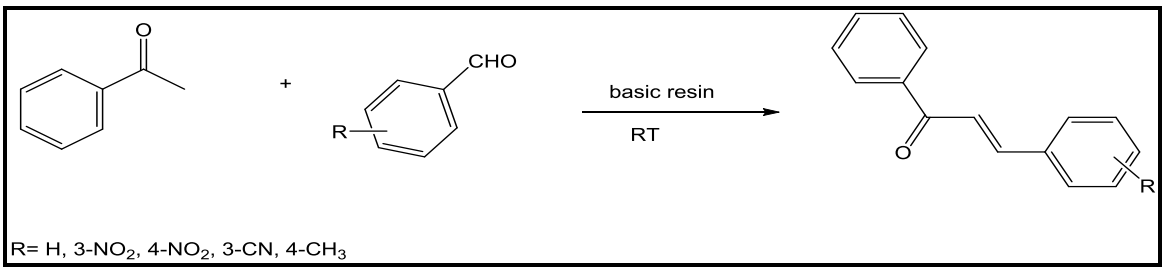

**المعادلة (1-4)**

وحضرت كذلك مشتقات جديدة من الجالكونات الفعالة حيويا قدمها الباحثان nabeel a. abdulreda و salwa r. abdul-ameer [29] من 8- Chlorotheophylline كما مبين في المخطط (1-13) :



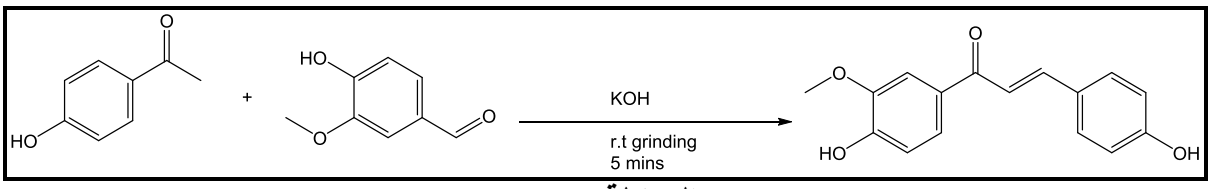

**المخطط (1-13)**

تم استخدام طريقة الكيمياء الخضراء لتحضير الجالكونات باستخدام راتنج امبرلايت قدمها الباحث R.M.Ezhilarasi وجماعته [30] وكما موضح في المعادلة (1-5) :



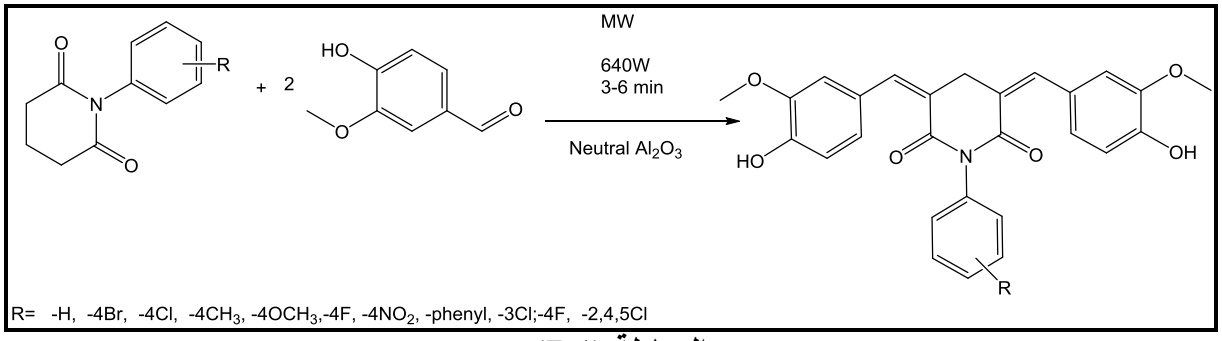

**المعادلة (1-5)**

كما تمكن الباحث Ngameni Bathelemy وجماعته [31] بتحضير بعض من مركبات الجالكون ذات صفات مضادة للمايكروبات كما موضح في المعادلة (1-6) :



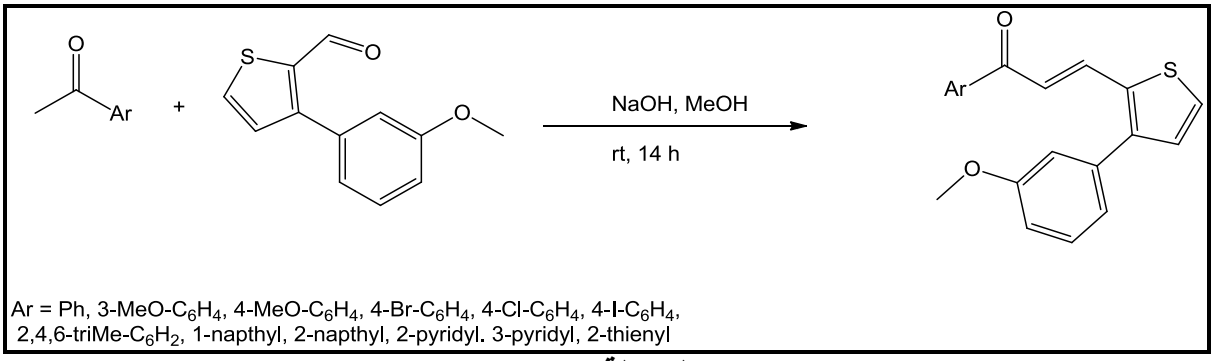

**المعادلة (1-6)**

تم استخدام طريقة المايكرويف الحديثة للحصول على ناتج خالي من المذيب ومضاد للفطريات قدمها الباحثان(Ravindra S. Dhivare1 و S. S. Rajput ) [32] وكما مبين في المعادلة (1-7):




**المعادلة (1-7)**

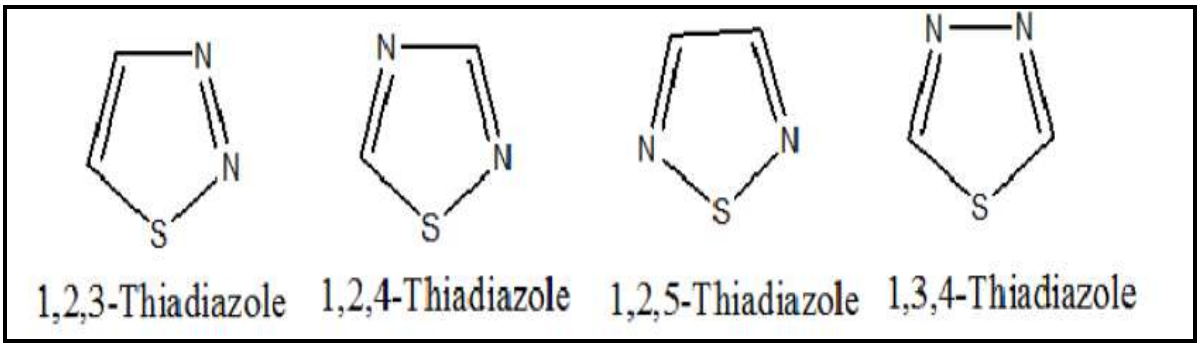
واستطاع الباحث Ananda M. Arasavelli وجماعته [33] من تحضير بعض مشتقات الجالكون ذات صفات مضادة للسرطان وكما موضح في المعادلة (1-8) :




**المعادلة (1-8)**

**(1-4) مركبات الثيادازول وفعاليتها الحيوية:**

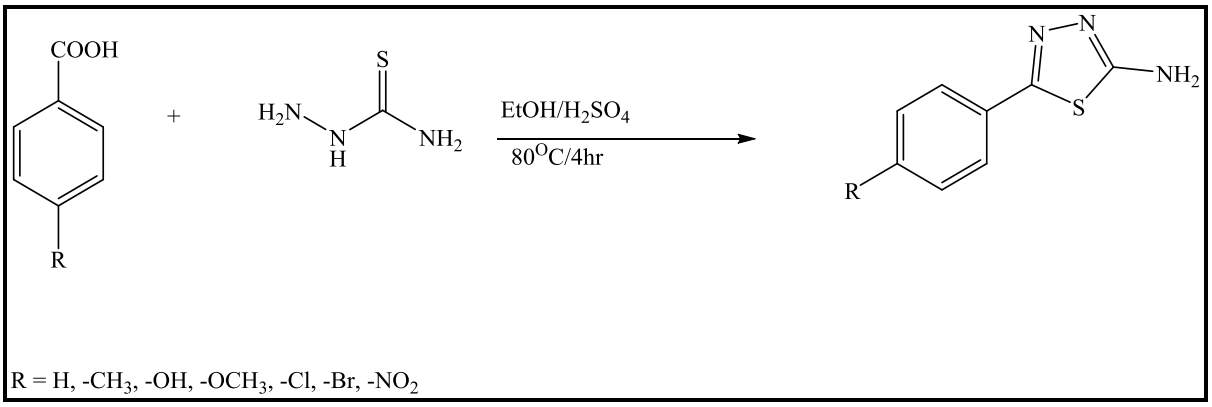
توجد مركبات الثيادازول على شكل اربعة ايزومرات [34] . وزاد اهتمام الباحثين بالايزومر 1,3,4-ثيادازول الذي حضره العالم اميل فيشر في عام 1882 وكما موضح بالشكل (1-3):




**الشكل (1-3) ايزومرات الثيادازول**

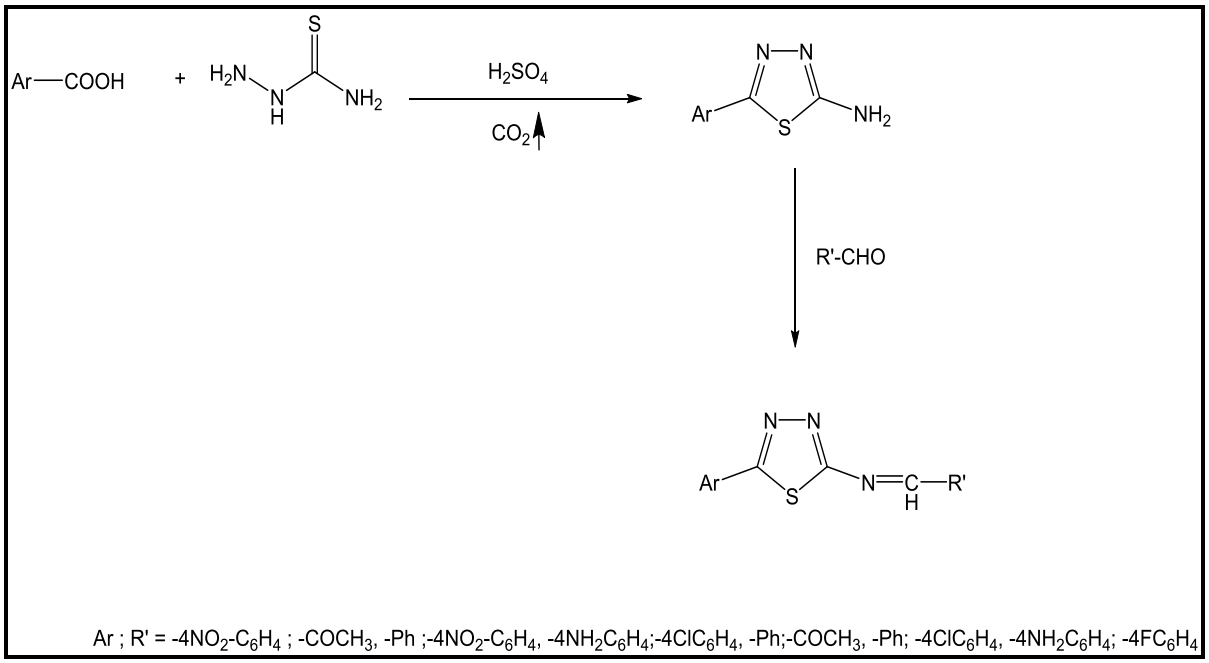
في السنوات الاخيرة اتجه الباحثين لتحضير مشتقات الثيادازول لما لها اهمية كبيرة في مجالات عدة فقد تمكن الباحث Santosh A. Jadhav وجماعته [35] **من** تحضير مركبات الثيادازول عن طريق

تفاعل مجموعة من الحوامض الكاربوكسيلية المختلفة مع الثايوسيماكاربزايد باستخدام الطريقة التقليدية ومقارنتها بعدة طرائق اخرى وكما موضح في المعادلة (1-9):



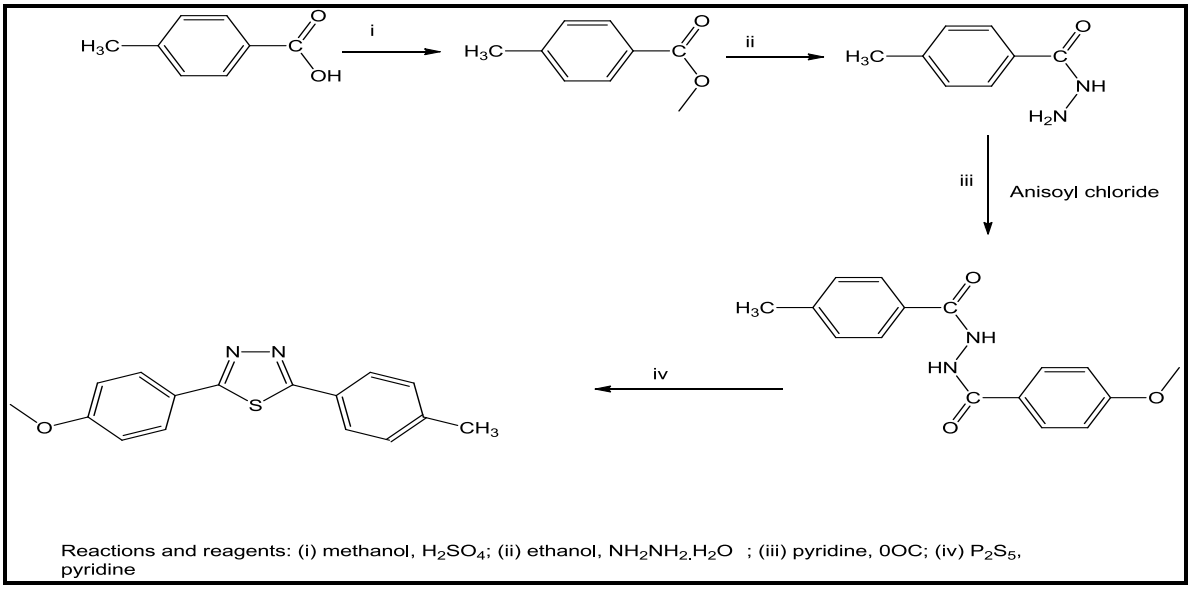

**المعادلة (1-9)**

استطاع كل من الباحثان Prasanna A Datar and Tejashree A Deokule [36] من تحضير مجموعة من مركبات الثيادازول المضادة لمرض السكري كما مبين في المخطط (1-14) :




**المخطط (1-14)**

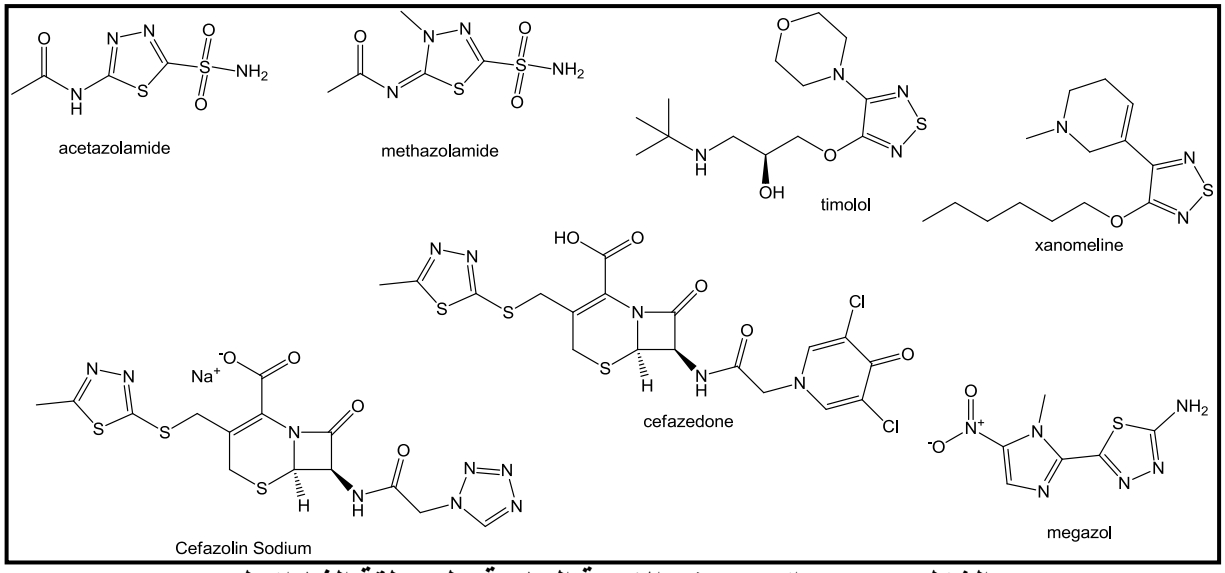
كذلك قام الباحث Hamed J. Jaffer وجماعته [37] بتحضير مجموعة من الحوامض الكاربوكسيلية الحاملة لحلقة الثيادازول وكما مبين في المخطط (1-15):




**المخطط (1-15)**

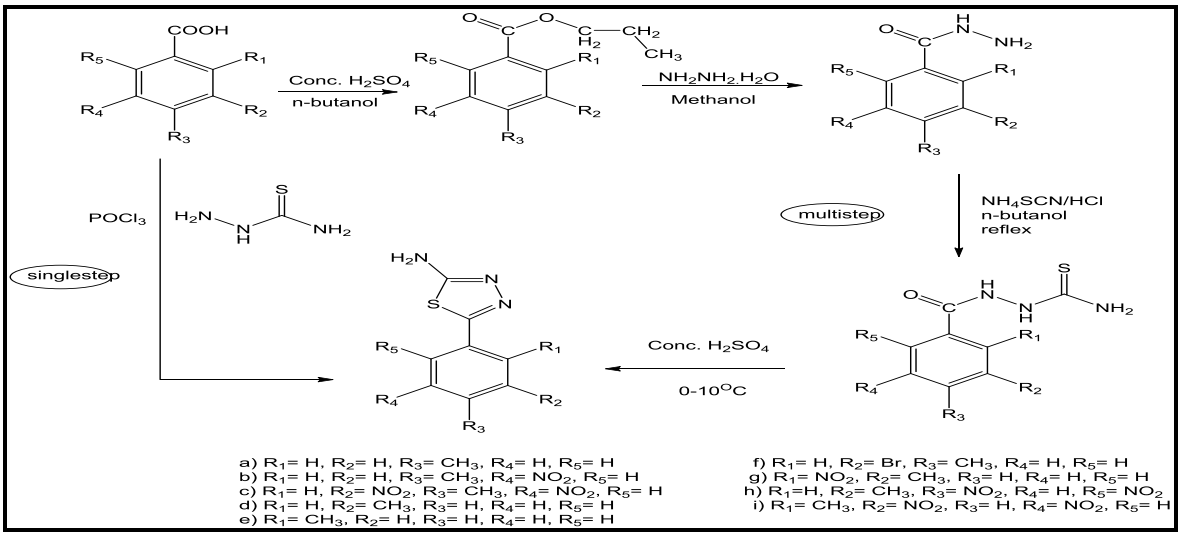
تعطي مركبات الثيادازول مجموعة واسعة من الأنشطة الحيوية ، بما في ذلك فعاليته كمضاد للجراثيم ، مضاد للفطريات ، مضاد للفيروسات ، مضاد للصرع ، مضاد لمرض السكر ، مسكن ، ومضاد للالتهابات. وقد أشارت الدراسات الأخيرة إلى أهمية 1،3،4 – ثيادازول في اكتشاف وتطوير الأدوية المضادة للاورام والخلايا السرطانية المختلفة [38].

توجد مركبات الثيادازول في عدد من الادوية الفعالة سريريا والمتوفرة في السوق، مثل antitumor, Azetepa المضادة للسرطان ، Methazolamide مدرللبول ،Cefazolin ,Cefozopran كمضادات حيوية ، Sulphamethizole مضاد للجراثيم ، الخ [39]. الموضحة تراكيبها بالشكل (1-4) :



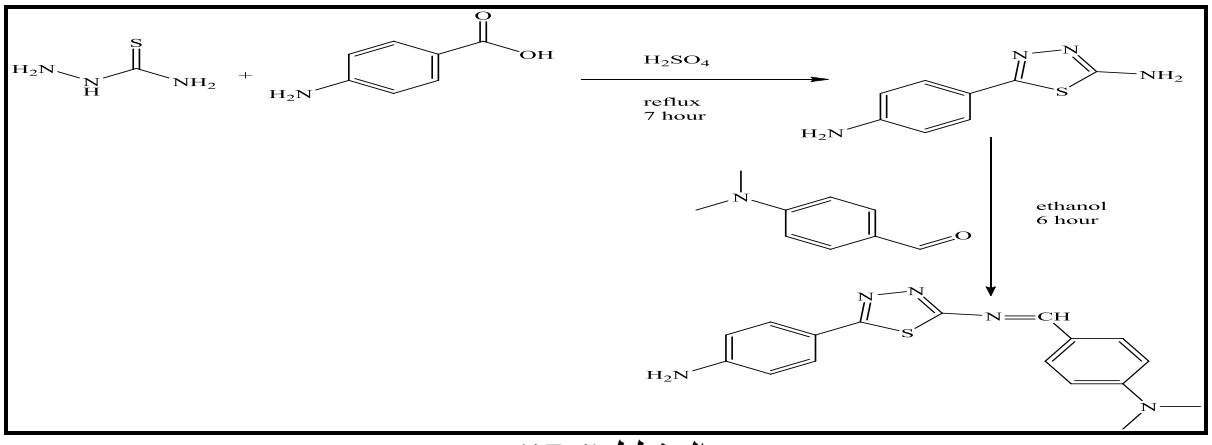

**الشكل (1-4) تراكيب بعض الادوية الحاوية على حلقة الثيادازول**

نتيجة لامتلاك هذة الادوية بعض الاثار الجانبية الشديدة ،فقد زاد اهتمام الباحثين في تصميم وتطوير ادوية بديلة حاوية على مشتق 1,3,4- الثيادازول ومركبات اروماتية لعلاج ومقاومة الامراض مع اثار جانبية قليلة او معدومة ،فقد استطاع الباحث Shipra Verma وجماعته [40] بتحضيرمجموعة من مشتقات الثيادازول الفعالة حيويا كما في المخطط (1-16) :




**المخطط (1-16)**

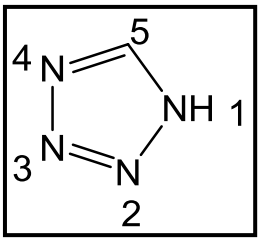
ان سبب الفعالية الحيوية العالية لمركبات الثيادازول هو وجود مجموعة N=C-S في الحلقة . لذلك اصبحت صنف مهم من المركبات الحلقية غير المتجانسة[41]. وايضاً قوة الاروماتية في نظام الحلقة والتي تؤدي الى استقرار كبير في جسم الكائن الحي، وبشكل عام قلة السمية في الفقريات العليا ، بما في ذلك جسم الانسان عندما تتفاعل مجموعة وظيفية متنوعة مع مستقبلات حيوية مرتبطة بالحلقة الاروماتية [42]. ونظرا لاهميتها الحيوية فقد قام الباحث Firas Hassan وجماعته [43] تحضير مشتق الثيادازول الحاوي على قواعد شف ودراسة تاثيرة على الخلايا السرطانية للبروستات والثدي وكما مبين في المخطط (1-17) :




**المخطط (1-17)**

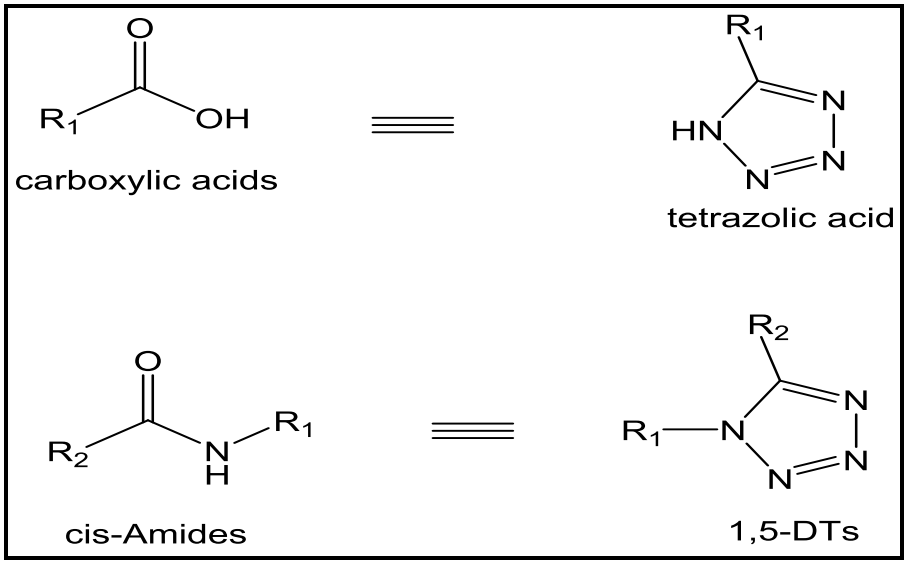
**(5-1) التيترازول Tetrazole:**

على مدى السنوات الماضية القليلة تزايدت وبسرعة الفائدة من كيمياء التيترازول بسبب تطبيقاتها الواسعة، وخصوصا للدور التي تؤديه في مجال الطب [44، 45].



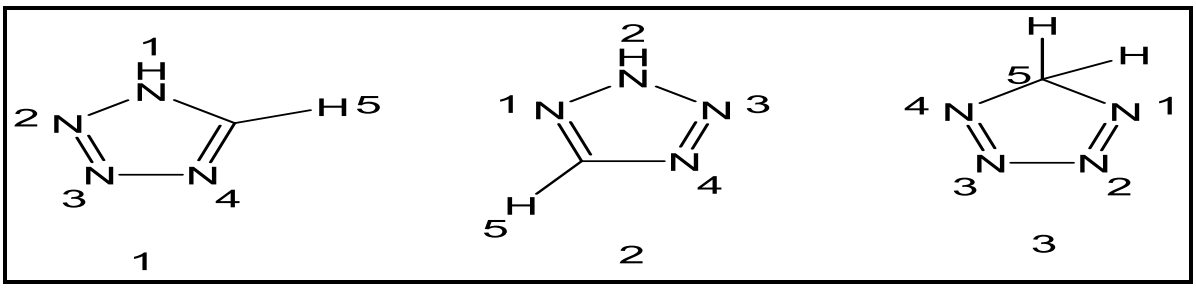

**الشكل (5-1) الصيغة العامة للتيترازول**

اول من اكتشف التيترازول هو العالم الكيميائي السويدي J.A.Bladin في عام 1985، ومنذ ذلك الوقت زاد الاهتمام البحثي على هذا النظام الحلقي غير المتجانس وذلك عن طريق تطويره كيميائياً وحيويا. درست أنظمة حلقة التيترازول مجموعة متنوعة من التطبيقات وعلى نطاق واسع في الكيمياء العضوية، الكيمياء التناسقية ، صناعة التصوير الفوتوغرافي ، الزراعة ، المتفجرات ، وعلى وجه الخصوص في مجال الطب في تصميم العديد من المكافئات الحيوية للحوامض الكاربوكسيلية ، مثل التيترازولات احادية التعويض في الموقع 5 ، والثنائية التعويض في الموقع 2,5 والذي يعد المكافئ الحيوي لاصرة cis-amide في البيبتيدات. هذة المكافئات الحيوية تلعب دور مشابه لانواع مختلفة من الانشطة الحيوية من خلال تعزيز الاستقرار الايضي [46، 47].



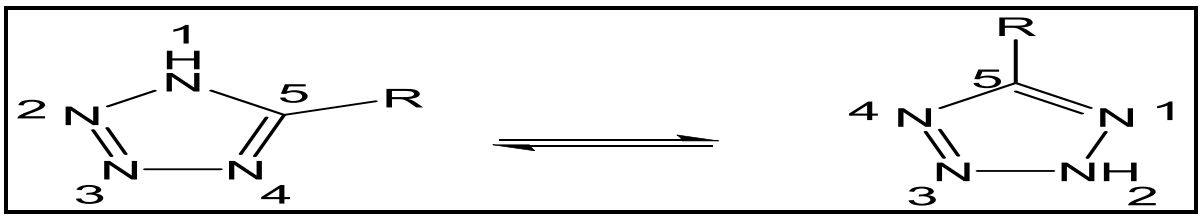

**الشكل (6-1) المكافئات الحيوية للتيترازولات**

نظريا هناك ثلاثة ايزومرات للتيترازول [48]، كما في الشكل (7-1 )



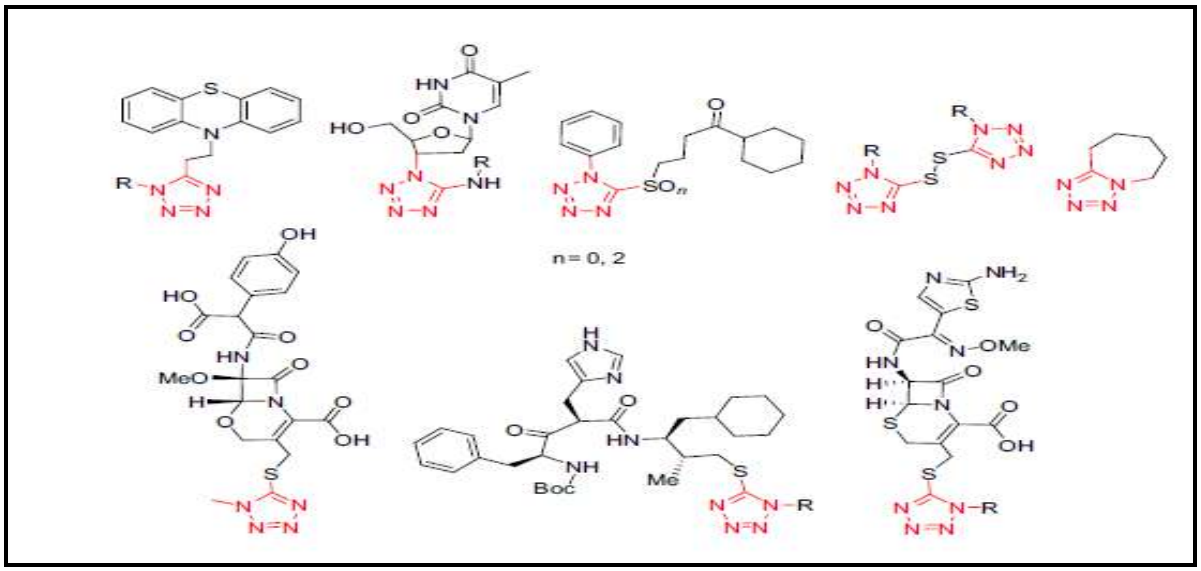
**الشكل (1-7 ) ايزومرات التيترازول**

وكذلك توجد التيترازولات المعوضة تقريبا بنسبة 1:1 1H ، 2H اشكال تتوميرية ، وقد اظهرت الدراسات السابقة ان الايسومرين 1 ، 2 تكون مواقعها متباينة في مقياس الرنين النووي المغناطيسي NMR [49، 50].



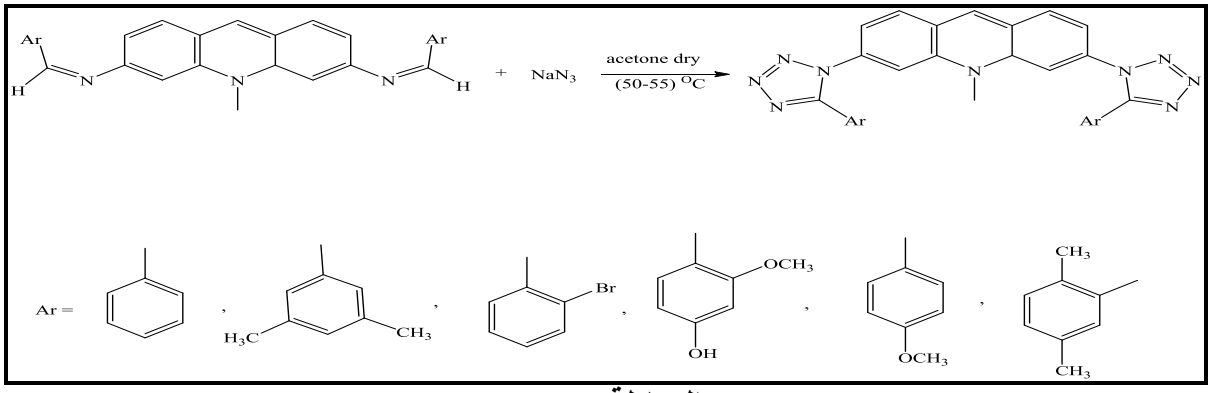
**الشكل (1-8) التوتومرية في حالة التيترازول**

وجدت معوضات 1,5- تيترازول في العديد من المواد الفعالة حيويا. بعض انواع هذه المعوضات تَظهر انواع مختلفة من الخصائص البايولوجية، مثل ( مضاد للالتهابات ، مضاد للفايروسات ، القلق ، ومكافحة السل )،هناك بعض الادوية المحتوية على معوضات 1,5 تعمل كمضادات حيوية، اقل سمية ومدى واسع من الفعالية [51، 52].وكما موضح بالاشكال (1-9):



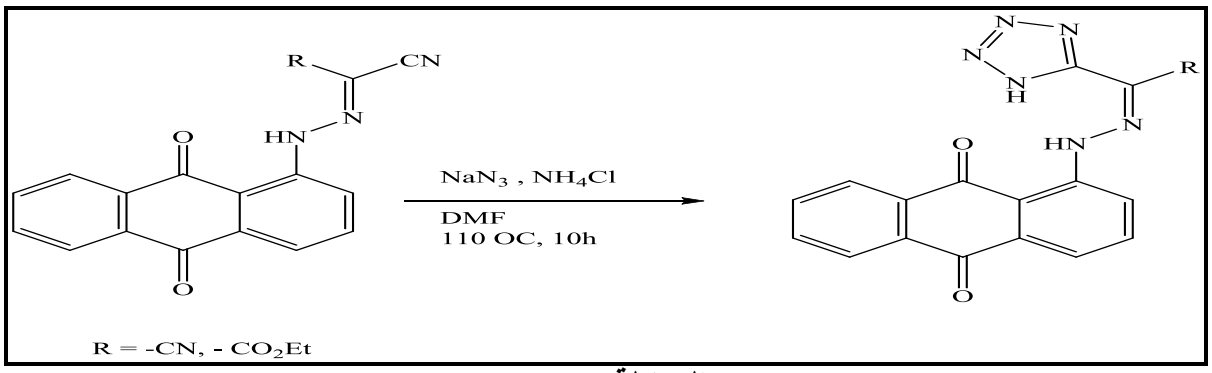
**الشكل (1-9) بعض تراكيب الادوية الحاوية على معوضات 1,5- تيترازول**

تم تحضير سلسلة من مركبات التيترازول ، فقد قامت الباحثتين Hala S. Lihames and Ferdos S. [53] بتحضير مشتقات التيترازول من تفاعل قواعد شف مع ازيد الصوديوم بوجود الاسيتون الجاف وبدرجة حرارة ( 50-55) م$^0$ ، كما موضح في المعادلة (1-10):



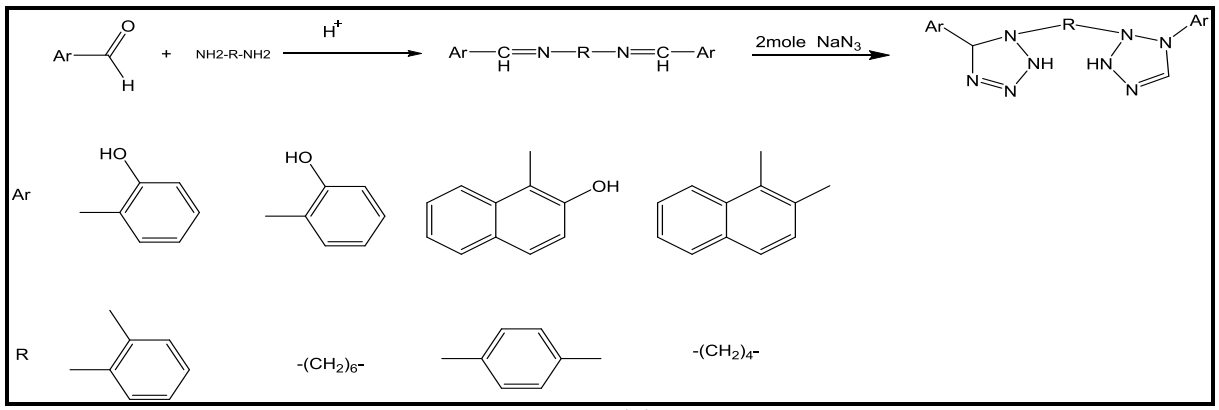

**المعادلة(1-10)**

كذلك تمكن الباحث Maryna V. Stasevych وجماعته [54] من تحضير مشتقات جديدة من مركبات التيترازول وكما موضح في المعادلة (1-11):




**المعادلة (1-11)**

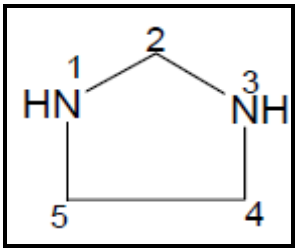
كماُ قامت الباحثة Huda Ahmed Basheer وجماعتها [55] من تحضير بعض المشتقات الجديدة من التيترازول والثيازولين من قواعد شف وكما مبين في المخطط (1-18):




**المخطط (1-18)**

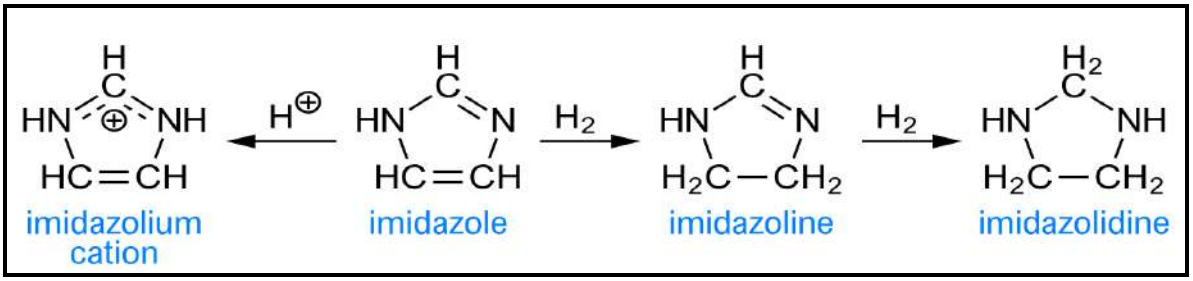
**(6-1) الايميدازوليدين Imidazolidine :**

عبارة عن مركبات حلقية غير متجانسة تتكون من اضافة اربع ذرات هايدروجين الى حلقة الايميدازول




**الشكل (1-10) الصيغة العامة للاميدازوليدين**

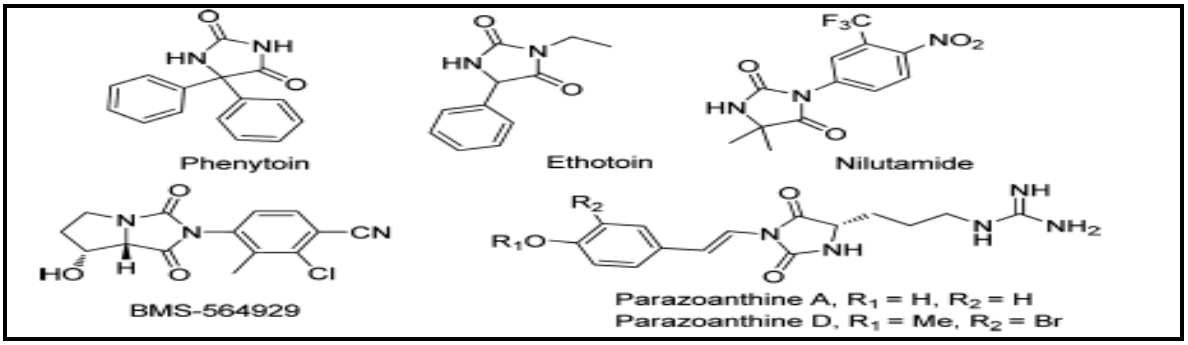
صيغتها الجزيئية هي $C_3H_8N_2$ وكتلتها المولية هي $72.11\ gmol^{-1}$. يدعى المركب الوسطي الناتج من اضافة ذرتي هايدروجين فقط dihydroimidazole والمخطط (1-19) يوضح العلاقة بين حلقة الايميدازول ومشتقاتة المختزلة [56، 57].




**المخطط (1-19)**

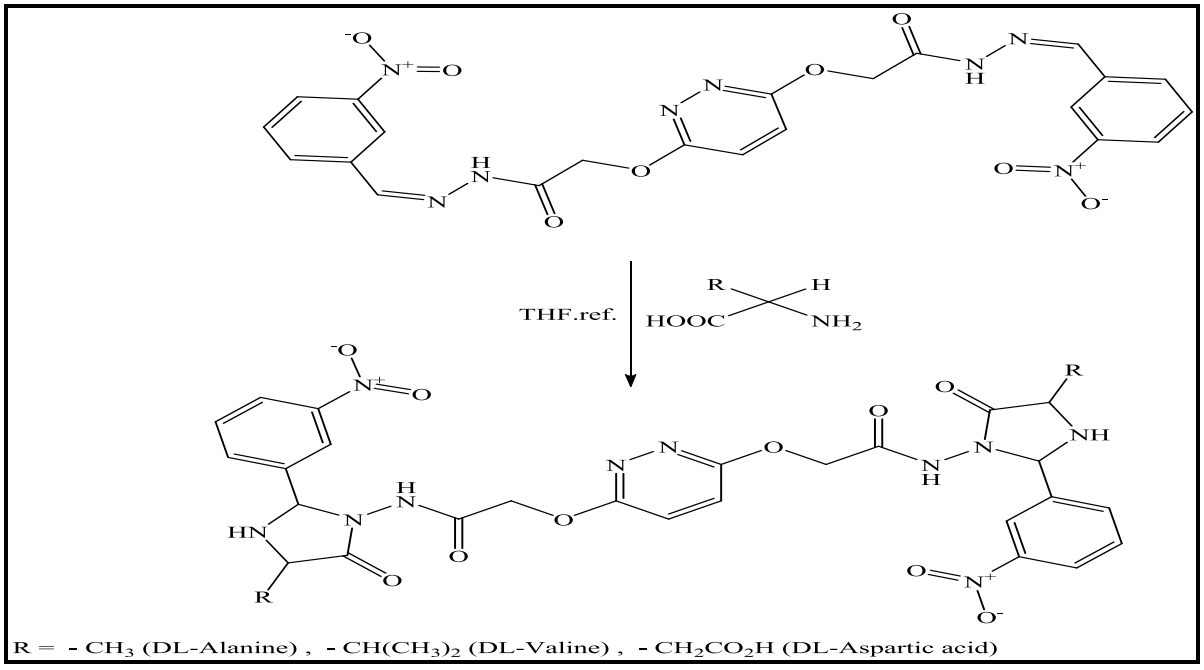
وتأتي اهمية الايميدازوليدين بسبب دورها المهم كوحدات بنائية لتكوين مركبات فعالة حيويا. تمتلك مشتقات الايميدازوليدين بعض الانشطة الحيوية المثيرة للاهتمام، فهي: مضادة للالتهابات، مضادة للفايروسات، مضادة للفطريات، خافض للضغط، مضاد حيوي هضمي [58].

يعد المركب hydantion (imidazolidine-2,4-dione) جزء مهم من المركبات العضوية الحلقية الحاوية على النايتروجين، حيث توجد في انواع مختلفة من المركبات الفعالة حيويا، مثل الادوية والمنتجات الطبيعية [59].وكما موضح بالشكل (1-11) لبعض الادوية الحاوية على هذة الحلقة :



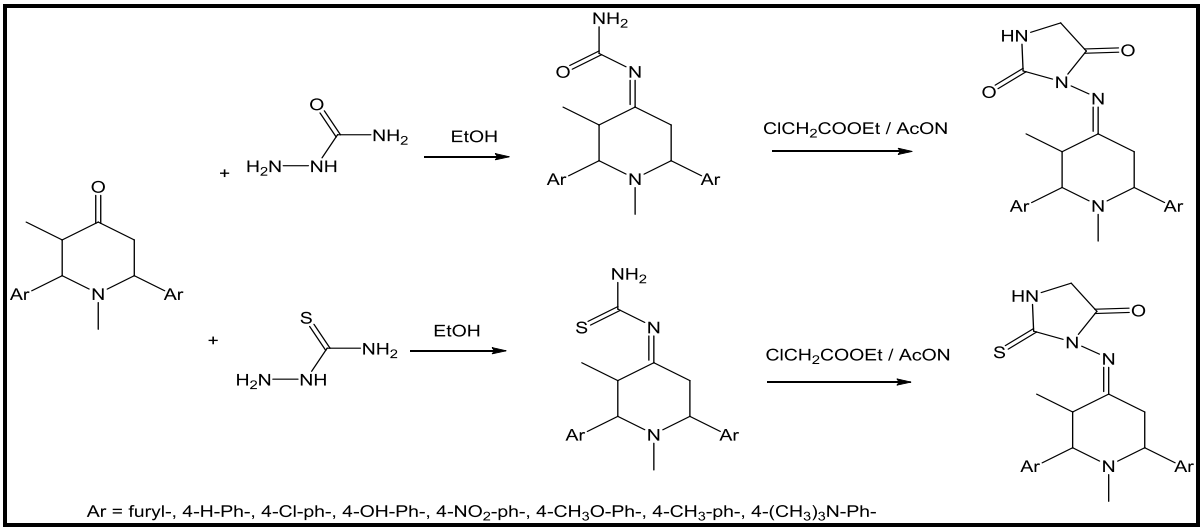

**الشكل (1-11) بعض الادوية الحاوية على حلقة الاميدازوليدين**

ونظرا لاهمية حلقة الايميدازوليدين فقد اتجه بعض من العلماء لتحضيرها فقد تمكنت الباحثة Maysoon T. Tawfiq [60] من تحضير بعض من مشتقات الايميدازوليدين الجديدة والفعالة حيويا من قواعد شف وكما موضح في المعادلة (1-12):



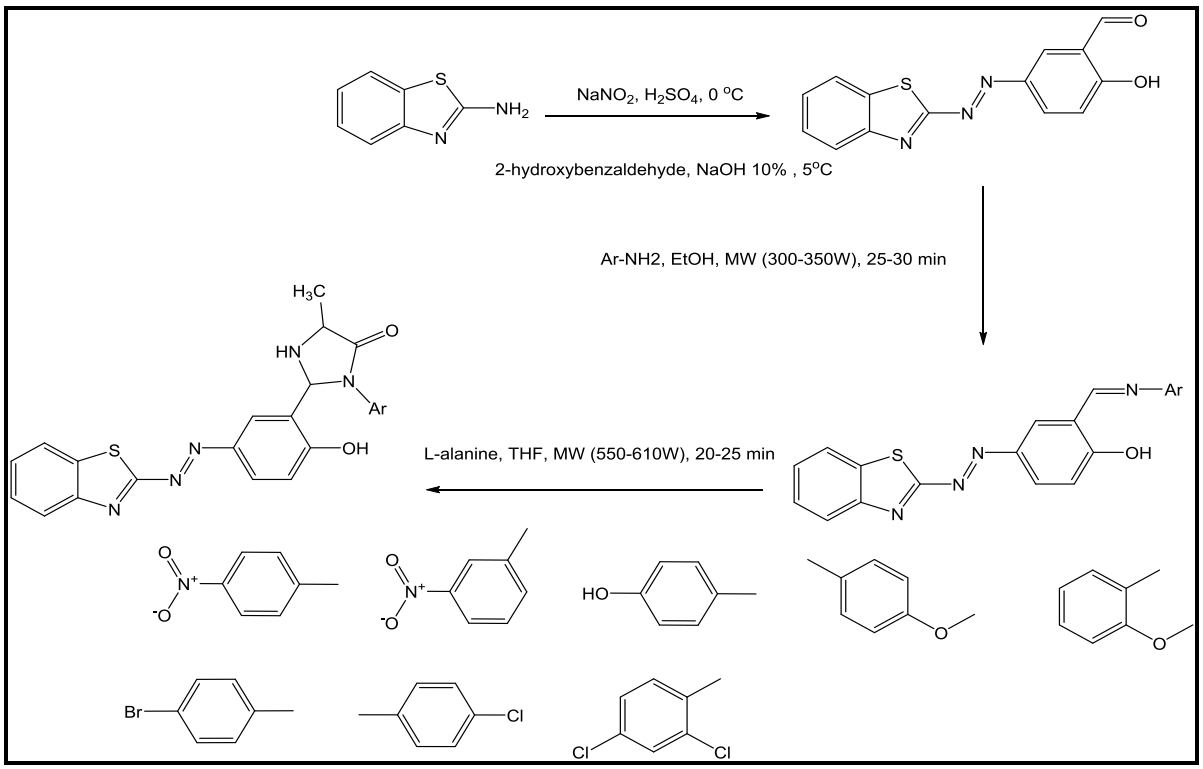

**المعادلة (1-12)**

واستطاع الباحث Ashraf A. Mostafa وجماعته [61] في تحضير عدد من مشتقات الايميدازوليدين ذات خواص مضادة للتجلط ومثبطة لسرطان الثدي وكما مبين في المخطط (1-20):



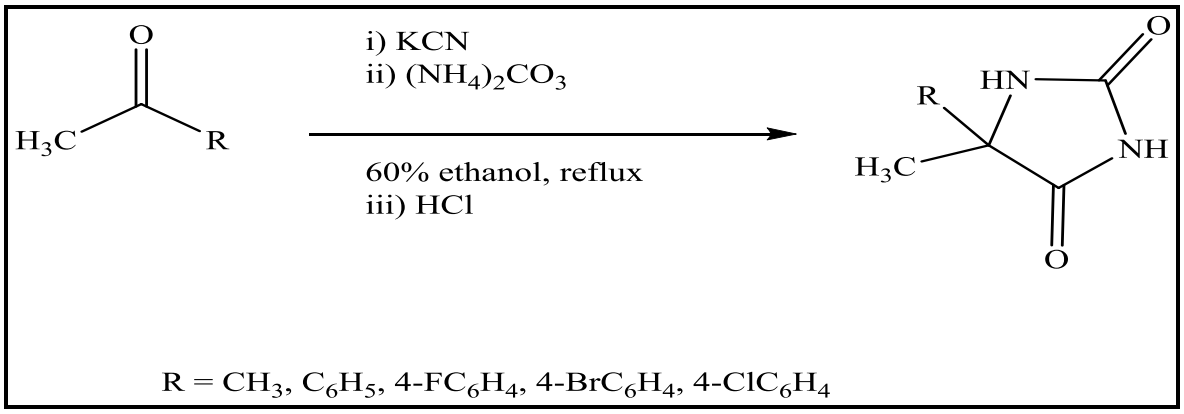

**المخطط (1-20)**

وقد حَضرَ الباحثان Abood Z. Hassan و Hussein A. Qabel [62] مشتقات جديدة من الايميدازوليدين المضادة للبكتريا وذلك باستخدام تقنية المايكرويف وكما موضح بالمخطط (1-21):




**المخطط (1-21)**

وقام الباحث Abid Hussain وجماعته [63] بتحضير مجموعة من مشتقات الايميدازوليدين وكما موضح في المعادلة (1-13):

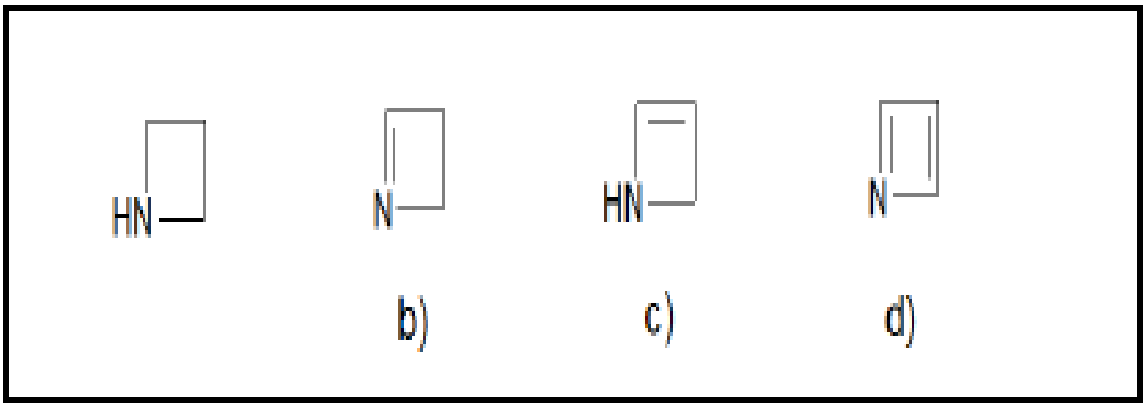



**المعادلة (1-13)**

**( 1 - 7 ) بيتا – لاكتام:**

عبارة عن حلقة رباعية غير متجانسة تحتوي على النايتروجين كذرة غير متجانسة ،والتي تعد من مشتقات الازيتيدين الكاربونيلية تحتوي على مجموعة الكاربونيل في الموقع رقم 2 ويسمى ايضا Azetidin-2-one.

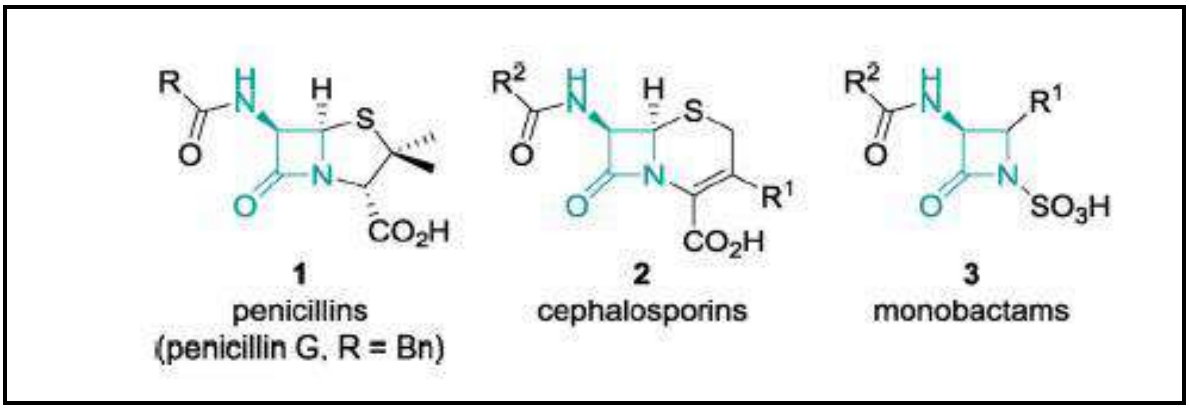
Azetidin, azetin (b), alpha–azetin (c) and azete (d)) عبارة عن نظائر نايتروجينية للسايكلوبيوتان ، السايكلوبيوتين والسايكلوبيوتادايين على التوالي ، كما في الشكل ( 1 – 12 ).




**الشكل (1-12) نظائر نايتروجينية للسايكلوبيوتان ، السايكلوبيوتين والسايكلوبيوتادايين**

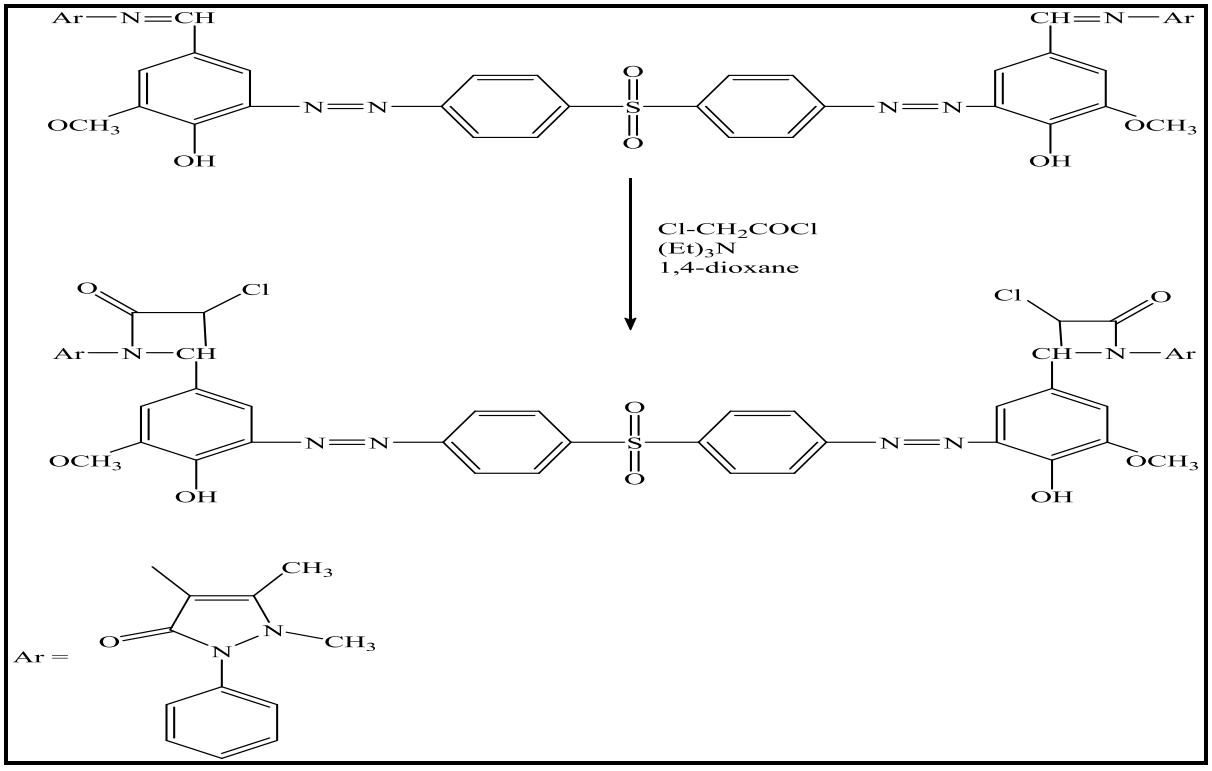
تم دراسة الازيتيدين بشكل جيد وعلى وجه الخصوص مشتقاته الازيتيدين-2-اون ( بيتا-لاكتام) التي حظيت بشكل اساسي باهتمام كبير بسبب خصائصة المضادة للجراثيم مثل البنسلين و السيفالوسبورين [64]. تعد البيتا – لاكتام من الاصناف المهمة من المضادات الحيوية في كل من الطب البشري والطب البيطري وتمثل أكثر من 65 ٪ من سوق المضادات الحيوية في العالم [65]. وأيضا في الاستخدامات السريرية الأخرى ، مثل حامض clavulanic كمثبطات β-lactamase و ezetimibe كمثبط امتصاص الكوليسترول، وكذلك هناك عدة انشطة حيوية اخرى مثل نشاطها كمضاد للسرطان ، نشاطها كمضاد لسكر الدم ، ومكافحة السل وقد لوحظ أيضا نشاطه كمضاد للالتهاب في المركبات التي تحتوي على حلقة ب-لاكتام [66].وكما موضح بالشكل ( 1 – 13 ).

اول من اكتشف البنسلين وقدرتة على القضاء على مسببات البكتريا هو العالم Sir Alexander Fleming's في عام 1928 ، وفي وقت لاحق وصف هودجكين وآخرون البنية الكيميائية عن طريق تصوير البلورات بالاشعة السينية [67، 68] في عام 1945.



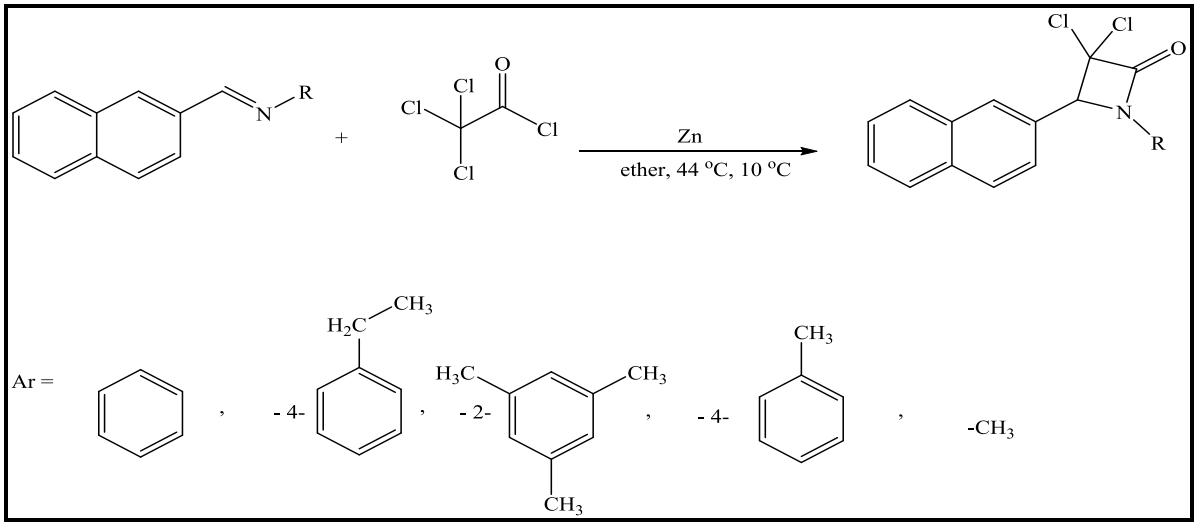

**الشكل ( 1 – 13 ) بعض اصناف البيتا-لاكتام كمضادات حيوية**

ونظرا لاهمية مركبات البيتا-لاكتام فقد قام البعض من الباحثين بتحضير مشتقات البيتا-لاكتام ومنهم Safa و Hasan [69] من تحضير مشتقات البيتا – لاكتام من قواعد شف الحاوية على مجاميع الازو وكما موضح في المعادلة ( 1- 14 ) :



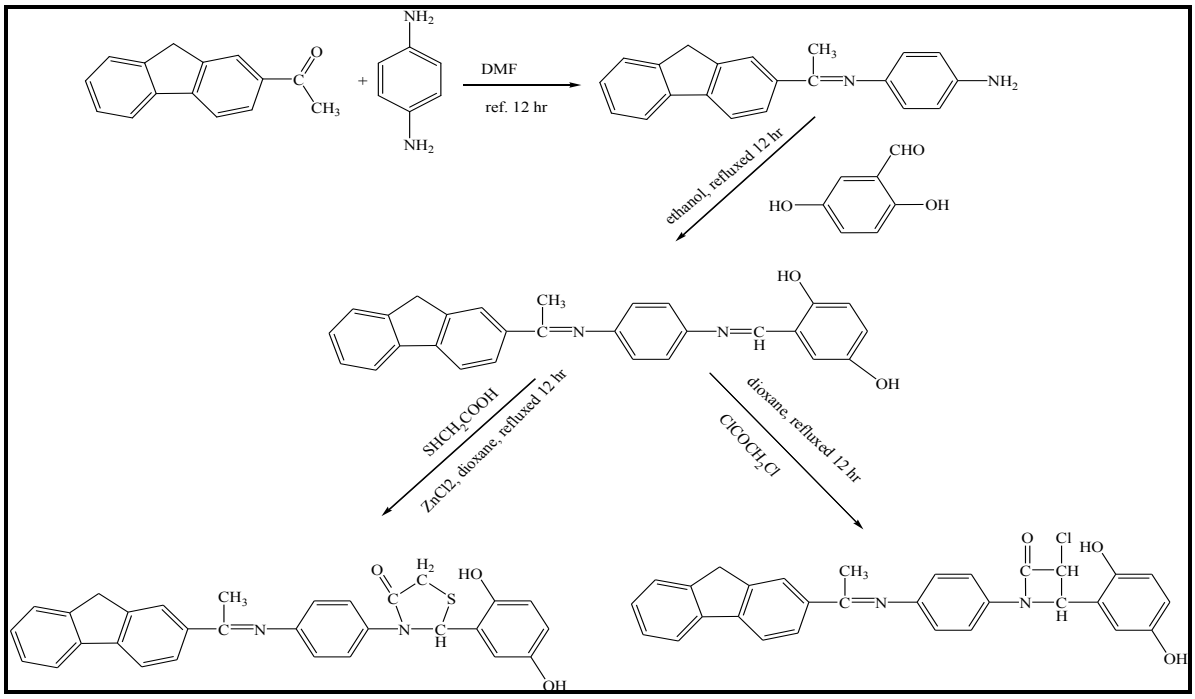

**المعادلة ( 1- 14 )**

كذلك تمكن الباحث Burhanettin Turan وجماعته [70] من تحضير عدد من مشتقات البيتا – لاكتام ، كما في المعادلة ( 1 – 15 ):




**المعادلة ( 1 – 15 )**

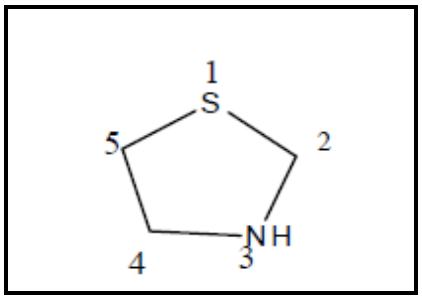
واستطاع الباحث Thawra [71] من تحضير مشتق البيتا – لاكتام والثيازوليدين من قواعد شف، كما في المخطط ( 1 – 22 ) :




**المخطط ( 1 – 22 )**

**( 1 – 8 ) الثيازوليدين Thiazolidine:**

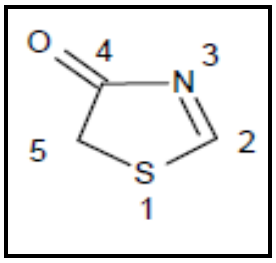
هو احد اصناف المركبات العضوية غير المتجانسةيتكون من حلقة خماسية مشبعة، مجموعة الثايو ايثر تكون في الموقع 1 ، ومجموعة الامين في الموقع 3 كما في الشكل ( 1 - 14 ) :




**الشكل ( 1 - 14 ) الصيغة العامة للثيازوليدين**

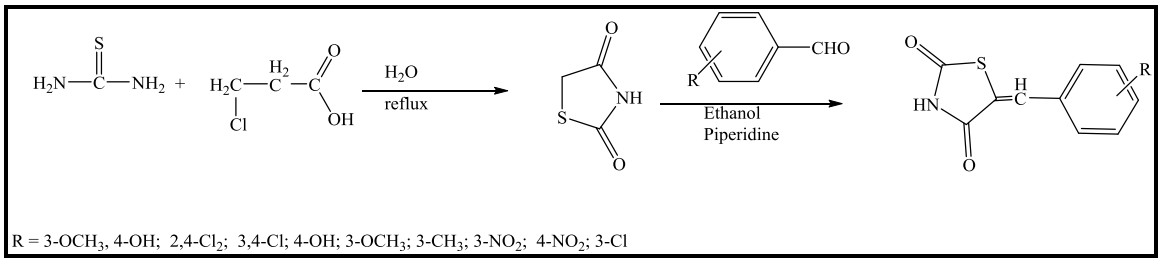
يمكن تحضير الثيازوليدين عن طريق التكاثف بين الثايول وانواع مختلفة من الالديهايدات والكيتونات [72].تعد مشتقات الثيازوليدين من المركبات المهمة بسبب نشاطها البيولوجي الواسع النطاق وخصائصه الدوائية مثل مضاد للفطريات ، مضادات الأكسدة ، له خواص سمية للخلايا ، مضاد للالتهابات ، مسكن ، ومكافحة (YFV) (فايروس الحمى الصفراء) ، مكافحة السل ، مضاد للميكروبات ، مضاد

للجراثيم ، مضاد للفطريات، مضاد للسرطان، مشتقات ثيازولين- 4- اون تمتلك مختلف الأنشطة الحيوية والدوائية .النشاط المضاد للميكروبات هو النشاط الأكثر فعالية لثيازوليدين-4-اون [73، 74].



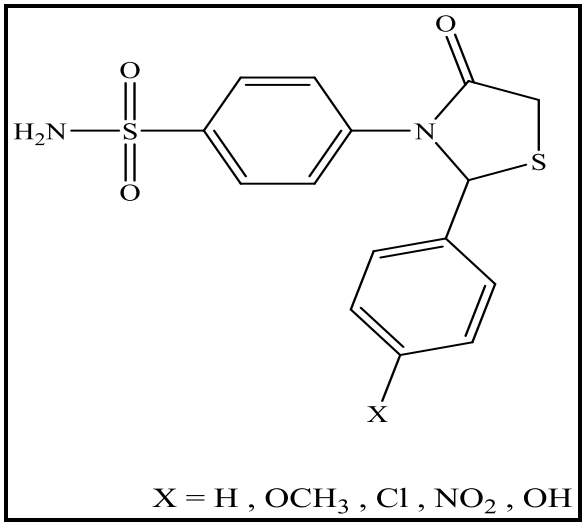

**الشكل ( 1 – 15) الصيغة العامة لثيازوليدين-4-اون**

ونظرا لاهمية الثيازوليدين فقد حضر العديد من الباحثين مشتقات هذا المركب فقد تمكن الباحث Ivanildo M. da Silva وجماعته [75] من تحضير مشتقات الثيازوليدين كعوامل مضادة للمايكروبات كما موضح في المخطط ( 1 – 23 ) :



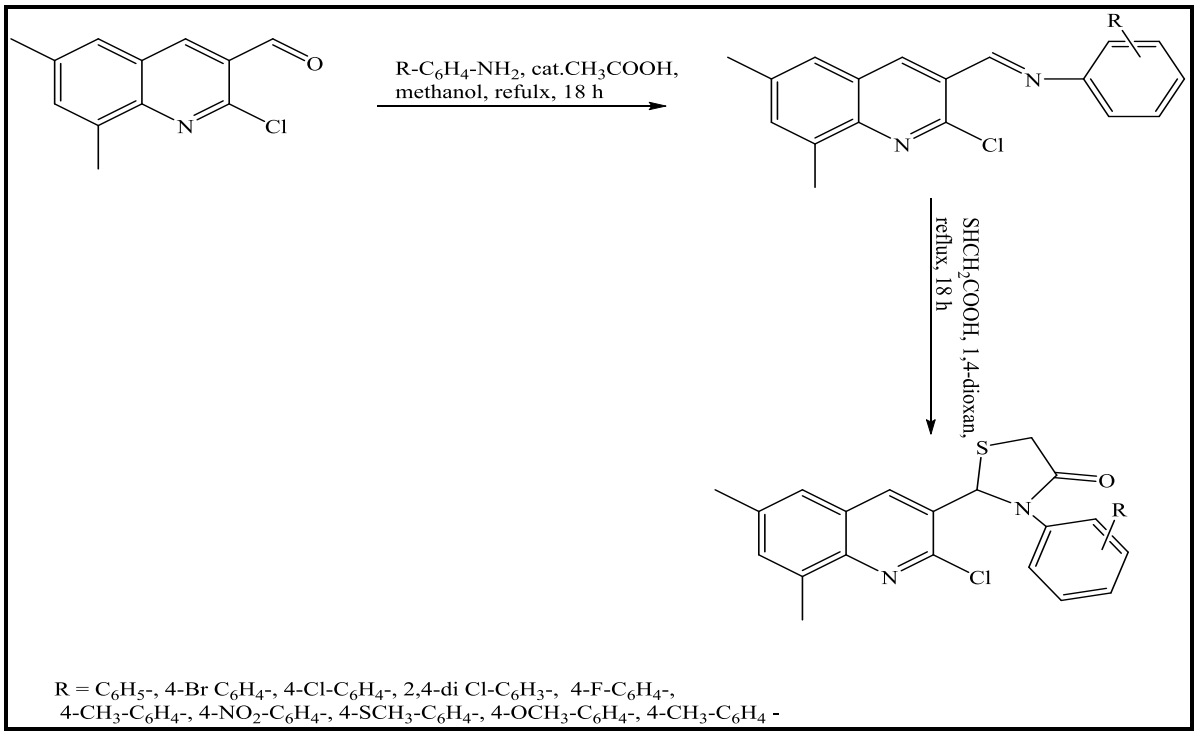

**المخطط ( 1 – 23 )**

وحضرت مجموعة من مشتقات الثيازوليدين ذات فعالية طاردة للديدان قدمها الباحثان[76] Singh Tribhuvan و Khobragade Deepak S ، وكما مبن في الشكل ( 1 – 16 ) :



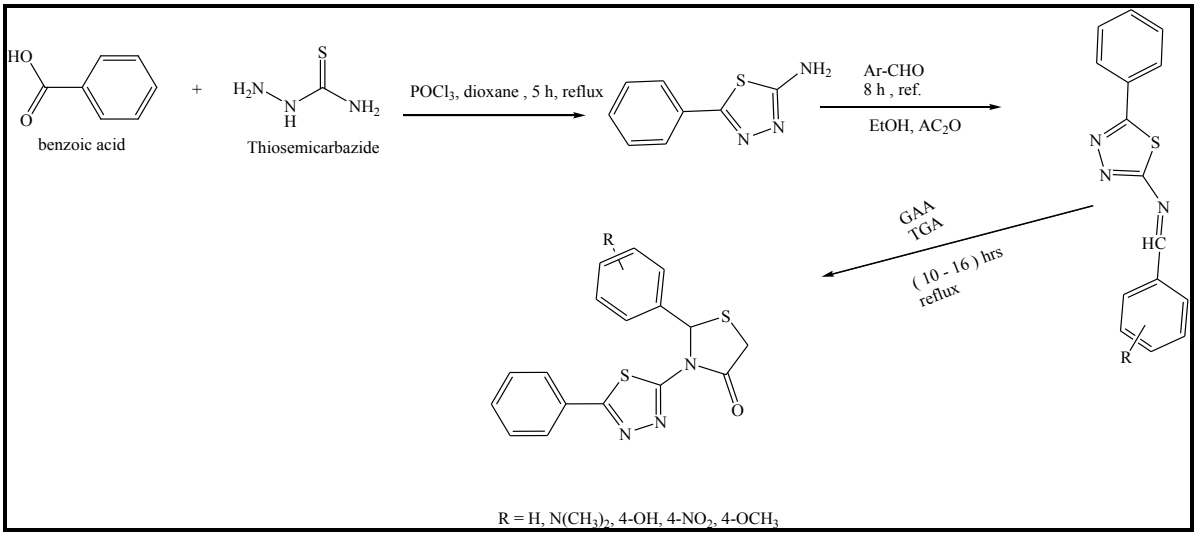

**الشكل ( 1 – 16 )**

كما قام الباحث Arjunsingh k.rana وجماعته [77] في تحضير مجموعة من مشتقات الثيازوليدين المضادة للمايكروبات وكما موضح في المخطط ( 1 – 24 ) :



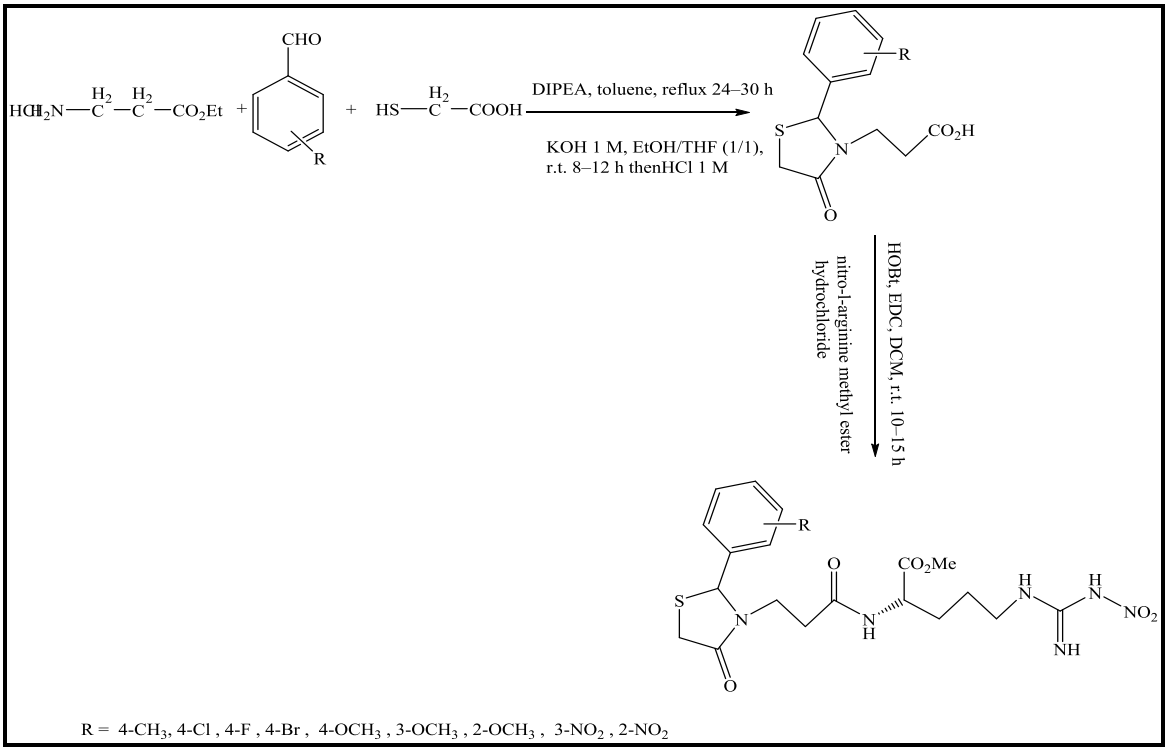

**المخطط ( 1 – 24 )**

كذلك استطاع الباحثان Harika MS و Sudha BN [78] من تحضير مجموعة من مشتقات الثيازوليدين وكما مبين في المخطط ( 1 – 26 ) :




**المخطط ( 1 – 25 )**

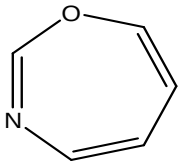
وقد حضر الباحث Andreea T. Pânzariu وجماعته [79] مجموعة من مشتقات الثيازوليدين الفعالة حيويا كما موضح في المخطط ( 1 – 27 ) :




**المخطط ( 1 – 26 )**

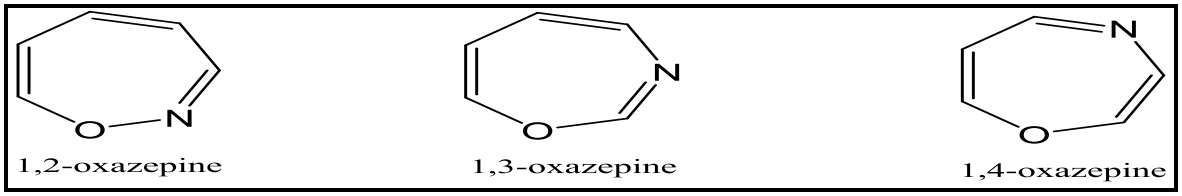
**( 1 – 9 ) الاوكسازابين Oxazepine :**

عبارة عن مركبات عضوية غير متجانسة سباعية الحلقة تحتوي على ذرتين مغايرتين هما الاوكسجين والنايتروجين بالاضافة الى خمسة ذرات كاربون شكل ( 1 - 17 ).



**الشكل ( 1 – 17 ) الصيغة العامة للاوكسازابين**

كما ان هناك ثلاثة ايزومرات لمركبات الاوكسازيبين وهي 1,2و 1,3 و 1,4 ويعتمد هذا على الترقيم لموقع ذرتي الأوكسجين والنتروجين في الحلقة السباعية كما موضح بالشكل ( 1 – 18 ):

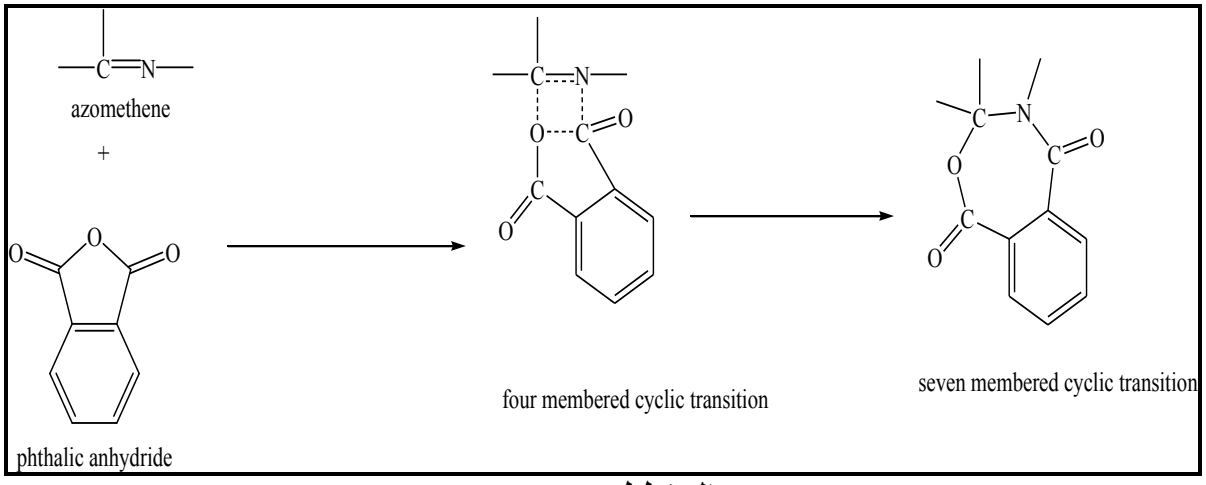



**الشكل ( 1 –18 ) ايزومرات حلقة الاوكسازابين**

يتم تحضير الاوكسازيبين عن طريق تكاثف قواعد شف مع انهيدريدات

(maleic anhydride, phthalic anhydride, nitrophthalic anhydride, succinic anhydride)

لتعطي نواتج مطابقة للاضافة الحلقية.والذي يصنف ضمن نوع الاضافة [2+5 ] وتتظمن اضافة اصرة سكما الحلقة الخماسية في انهيدريد الفثاليك او الماليك الى اصرة باي في الازوميثين لتعطي في الحالة الانتقالية حلقة رباعية سرعان ما تنفتح وتكون الحلقة السباعية غير المتجانسة [82-80] والمبين في المخطط ( 1- 24 ) :

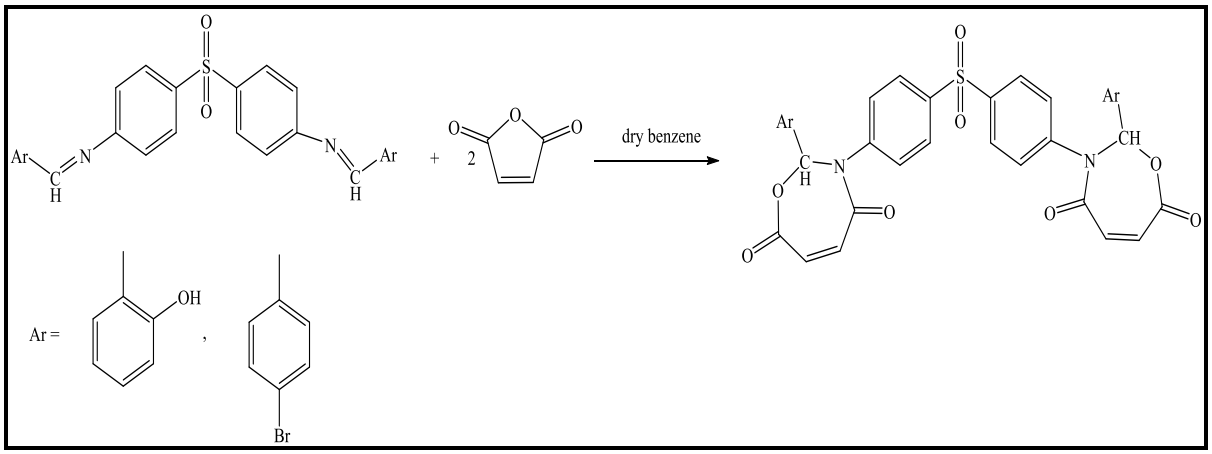



**المخطط ( 1- 27 )**

مركبات الاوكسازابين لها اهمية طبية وحيوية حيث تمتلك الكثير من التطبيقات الطبية والصيدلانية، فهي مضاد للجراثيم ، مضاد للفطريات ، مسكن الام ، مضاد للالتهابات ، ومضاد للصرع [83، 84].

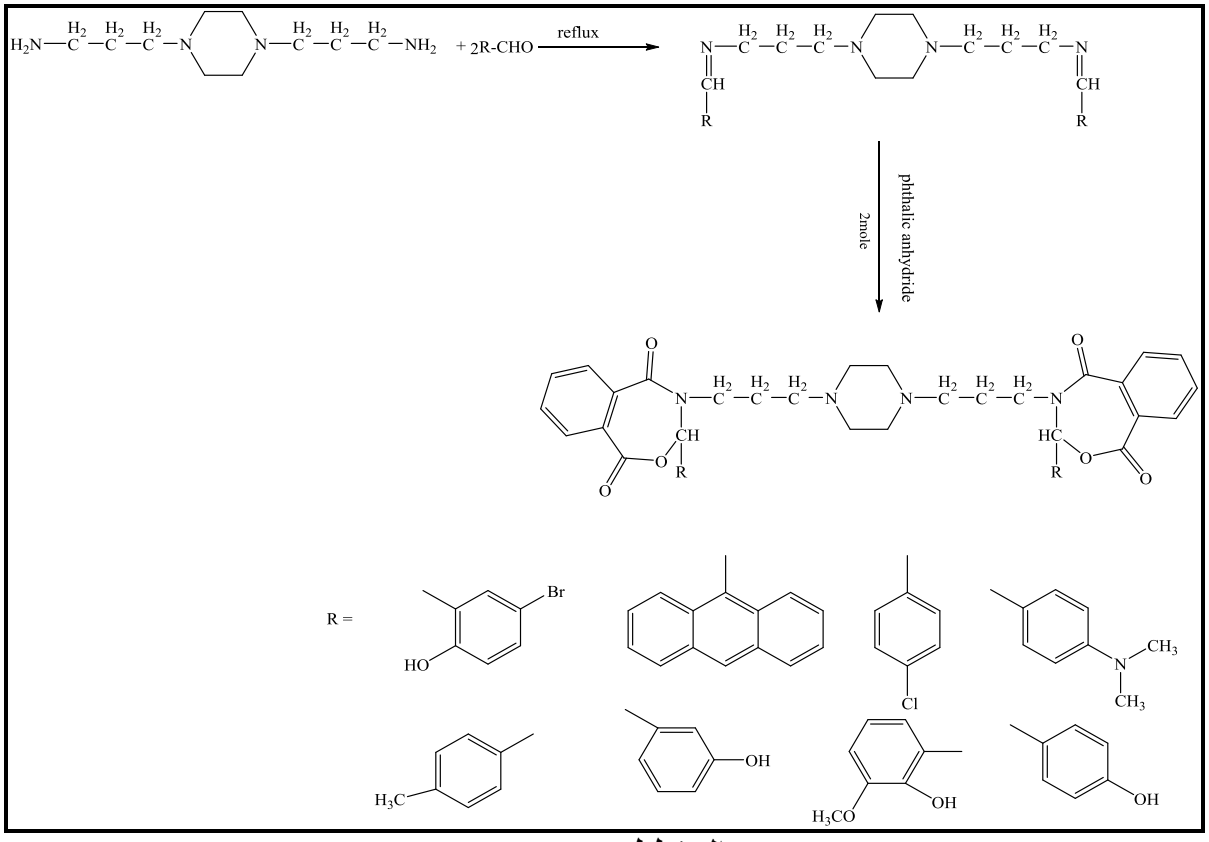
وقد قام الباحثان بتحضير العديد من المشتقات الخاصة بالاوكسازابين فقد قام كل من الباحثين Safa و Hasan[85] بتحضير عدد من مركبات الاوكسازابين من مشتق الامين

(4,4-diaminodiphenylsulphon ) وكما موضح في المعادلة ( 1 – 16 ) :



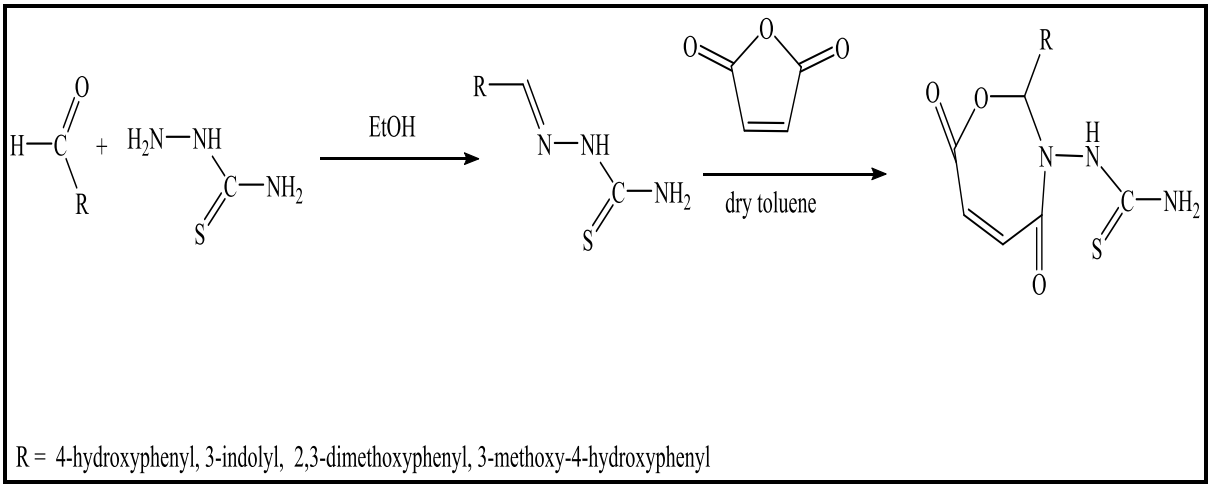

**المعادلة ( 1 – 16 )**

تم الحصول على عدد من مركبات الاوكسازابين الفعالة حيويا من مشتقات قواعد شف قدمه الباحثان Hamak K.F وEissa H.H [86] وحسب المخطط ( 1 – 28 ):




**المخطط ( 1 – 28 )**

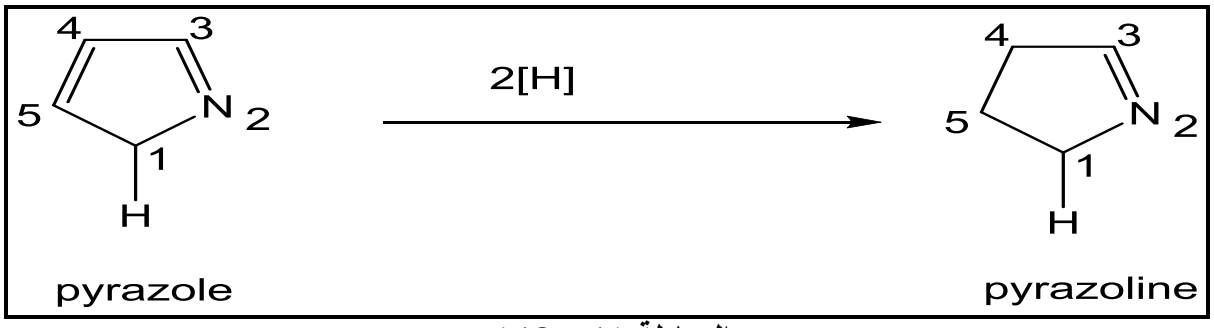
وتمكن الباحث Dhanya Sunil وجماعته [87] من تحضير عدد من مشتقات الاوكسازابين المضادة للاورام وسرطان القولون في جسم الانسان وحضر حسب المعادلات ( 1 – 17 ) :




**المعادلات ( 1 – 17 )**

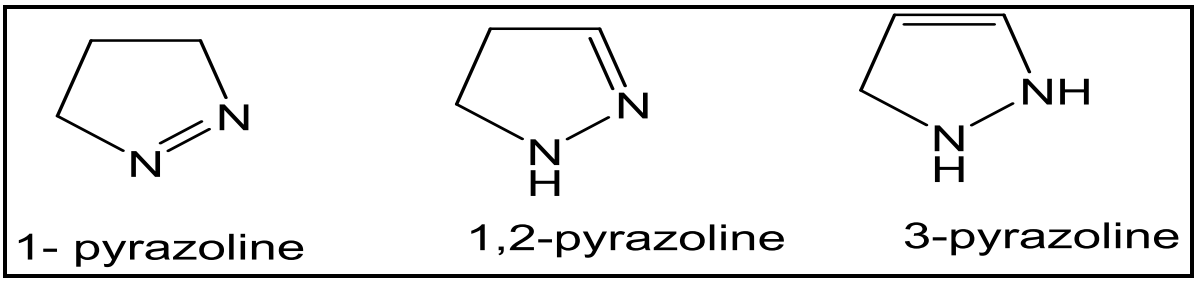
**( 1 – 10 ) البيرازول البيرازولين Pyrazoline :**

البيرازول عبارة عن مركبات غير متجانسة خماسية الحلقة يحتوي على ذرتين نايتروجين تكون مواقعها متجاورة واصرتين مزدوجتين.اما البايروزولين يتكون من اضافة ذرتي هايدروجين الى حلقة البيرازول dihydropyrazoline ويمتلك اصرة ثنائية واحدة فقط [88، 89] وكما موضح في المعادلة ( 1 – 18 ).



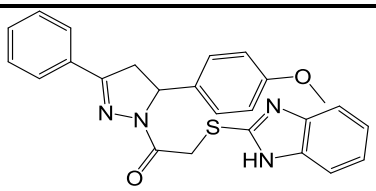

**المعادلة ( 1 – 18 )**

تمتلك حلقة البيرازولين ثلاثة أشكال كما موضح بالشكل ( 1 – 19 ) .

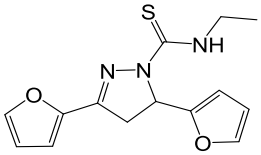



**الشكل ( 1 – 19 ) ايزومرات البيرازولين**

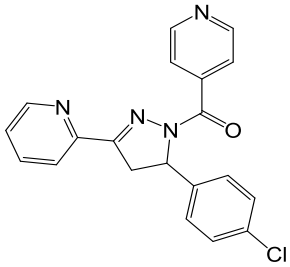
تمتلك مشتقات البيرازولين انشطة حيوية ودوائية بارزة ، على سبيل المثال ، التخدير ، مسكن الام، المضادة للاكتئاب ، مضاد للصرع ، مضاد الاختلاج ، مضاد للالتهاب ، مضاد للميكروبات ، مضاد للفطريات ، مضاد للبكتريا ، مضاد للسرطان، مكافحة السل ،مبيد حشري ، خافض للضغط ، مثبط للكوليسترول ، مضاد للأكسدة) مثبط COX-2 ، ارتخاء للعضلات ، الخلايا السامة ، تثبيط تراكم الصفائح الدموية، خافض للحرارة. والمركبات الموضحة في الشكل ( 1 – 20 ) بعض الادوية المستخدمة لهذة الاغراض[90] .



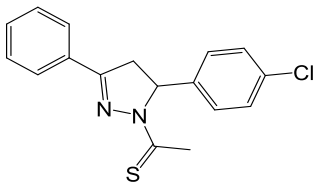
2-((1*H*-benzo[*d*]imidazol-2-yl)thio)-1-(5-(4-methoxyphenyl)-3-phenyl-4,5-dihydro-1*H*-pyrazol-1-yl)ethanone



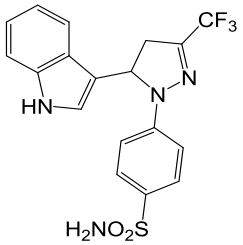
*N*-ethyl-3,5-di(furan-2-yl)-4,5-dihydro-1*H*-pyrazole-1-carbothioamide



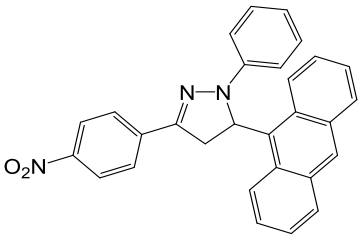
(5-(4-chlorophenyl)-3-(pyridin-2-yl)-4,5-dihydro-1*H*-pyrazol-1-yl)(pyridin-4-yl)methanone



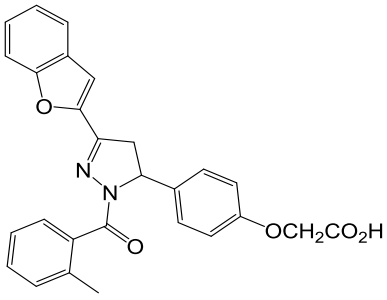
1-(5-(4-chlorophenyl)-3-phenyl-4,5-dihydro-1*H*-pyrazol-1-yl)ethanethione



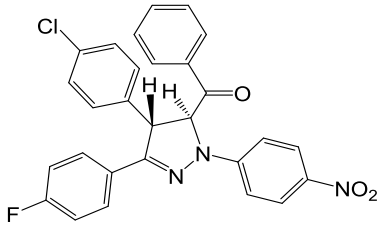
4-(5-(1*H*-indol-3-yl)-3-(trifluoromethyl)-4,5-dihydro-1*H*-pyrazol-1-yl)benzenesulfonamide



5-(anthracen-9-yl)-3-(4-nitrophenyl)-1-phenyl-4,5-dihydro-1*H*-pyrazole



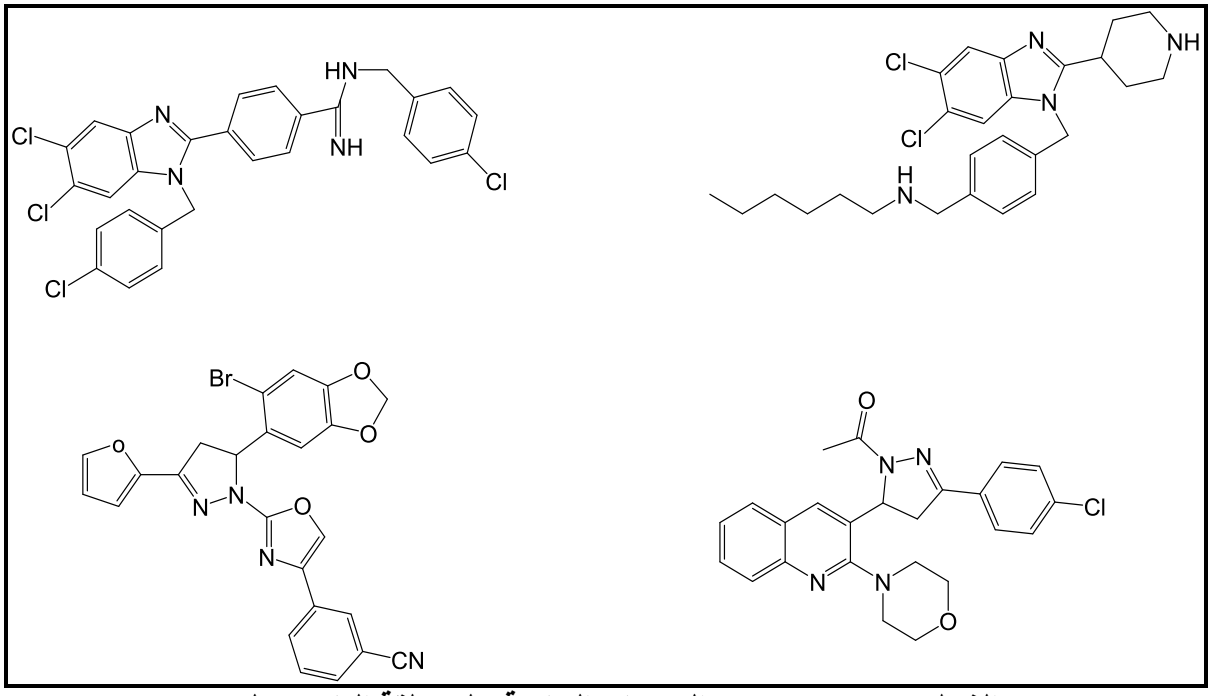
2-(4-(3-(benzofuran-2-yl)-1-(2-methylbenzoyl)-4,5-dihydro-1*H*-pyrazol-5-yl)phenoxy)acetic acid



((4*R*,5*S*)-4-(4-chlorophenyl)-3-(4-fluorophenyl)-1-(4-nitrophenyl)-4,5-dihydro-1*H*-pyrazol-5-yl)(phenyl)methanone

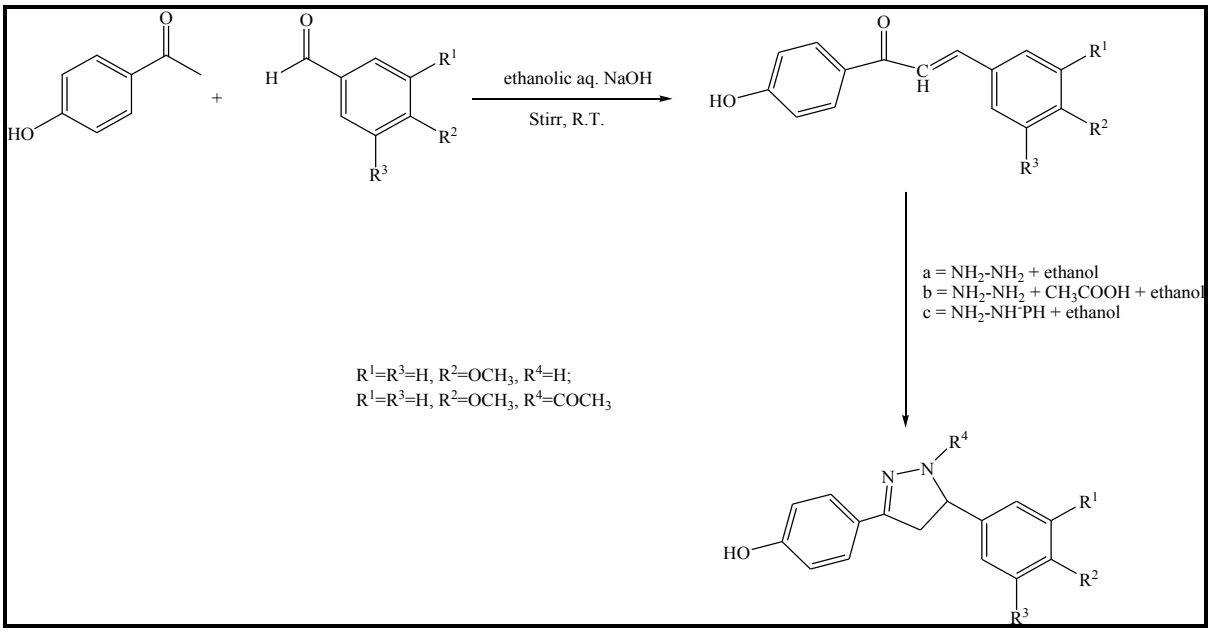
**الشكل ( 1 – 20 ) بعض الادوية الحاوية على حلقة البيرازولين**

كذلك وجد بعض مركبات البيرازولين ذات خواص مضادة للبكتريا والفطريات [91] كما موضح في الشكل ( 1 - 21 ) .



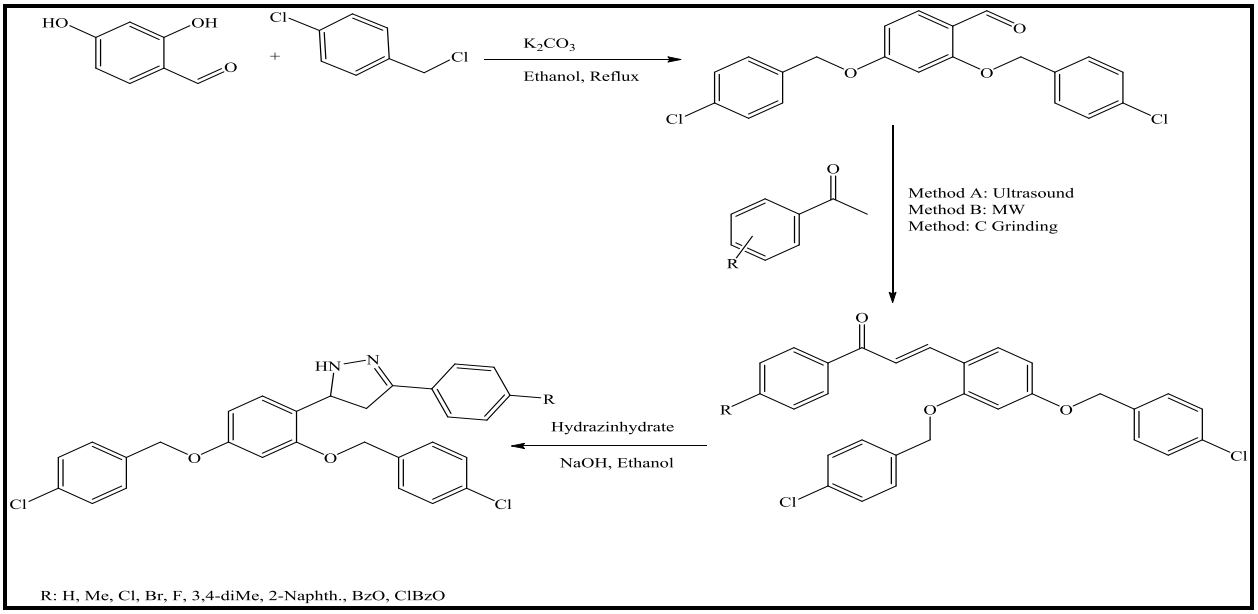
**الشكل ( 1 - 21 ) بعض المركبات الحاوية على حلقة البايروزولين**

لقد تمكن الباحث Swati R Jadhav وجماعته [92] من تحضير عدد من مشتقات البيرازولين عن طريق تفاعل الهيدزازين ومعوضاتة مع الجالكون وكما موضح في المخطط ( 1 – 29 ) :



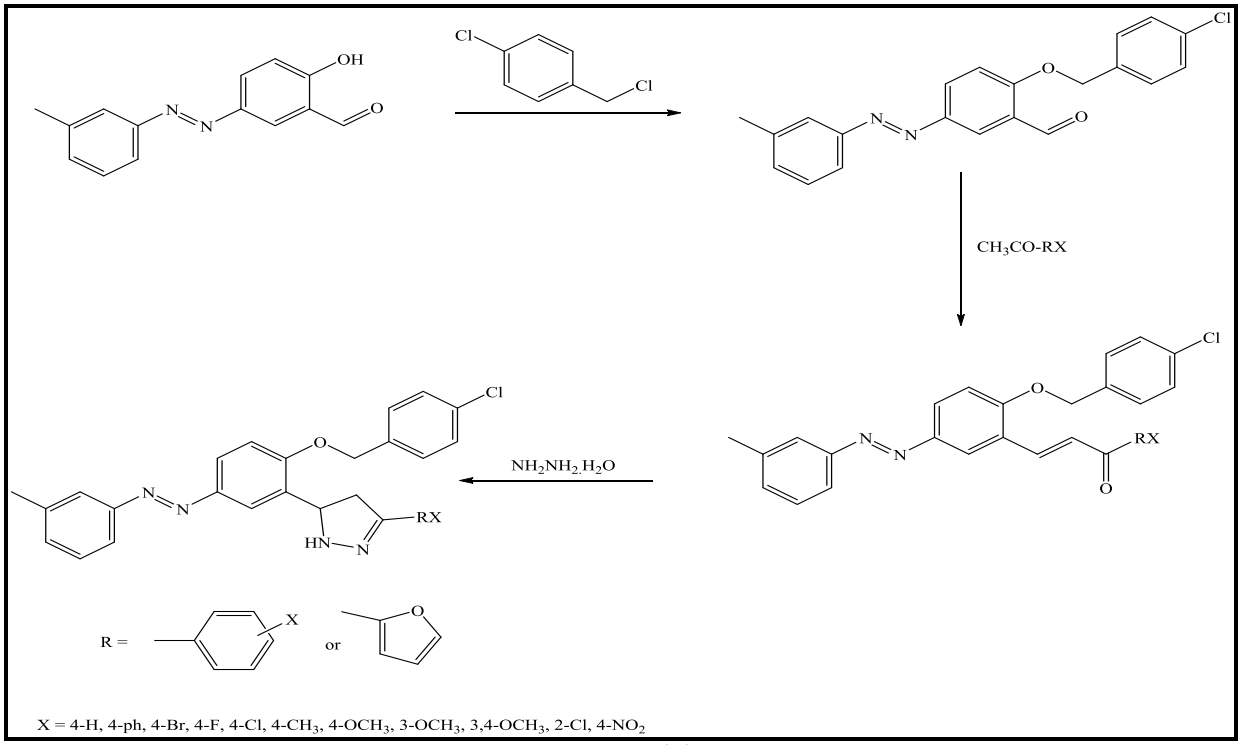

**المخطط ( 1 – 29 )**

واستطاع الباحث Farouq وجماعته [93] من تحضير بعض من مركبات البيرازولين المشتقة من الجالكونات باستخدام الطرق الخضراء وكما موضح بالمخطط ( 1 – 30 ):




**المخطط ( 1 – 30 )**

كما حضرت عدد من مشتقات البيرازولين الحاوية على مجموعة الازو قدمها الباحث Ahmed وجماعته [94] وكما في المخطط (1-31) :

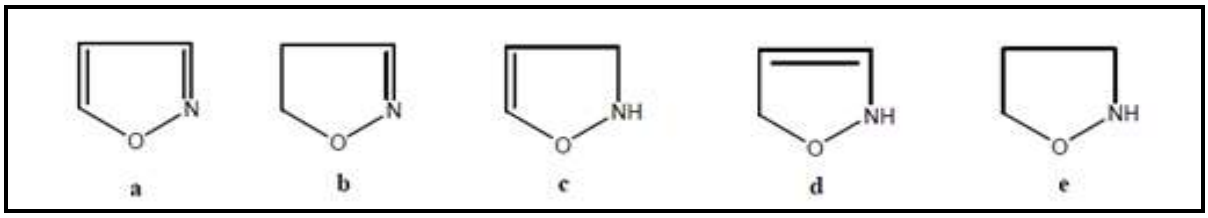



**المخطط ( 1 – 31 )**

**( 1 – 11 ) الايسوكسازول والايسوكسازولين 1soxazole and Isoxazoline :**

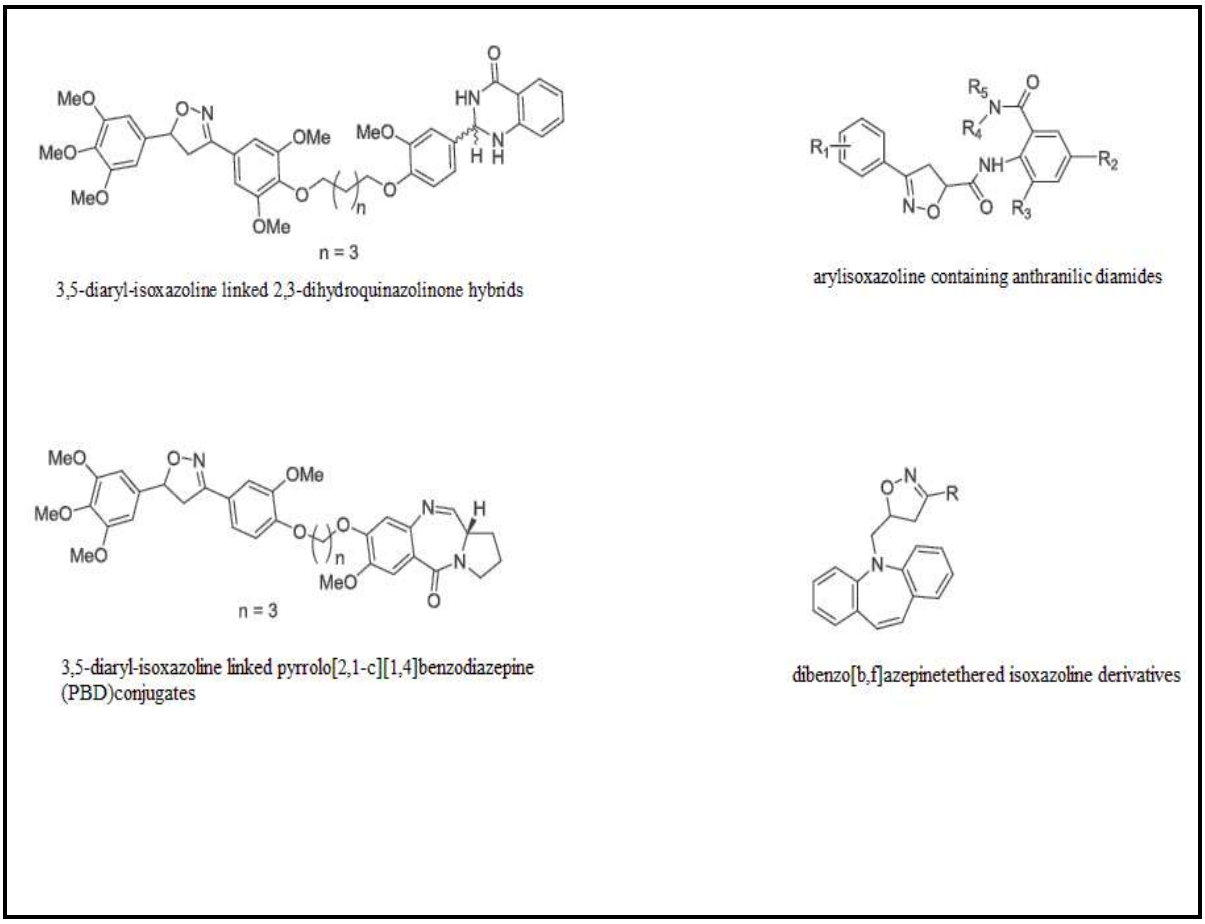
الايسوكسازول هو azole يحتوي على اوكسجين مجاورة للنايتروجين. وهي مركبات اروماتية غير متجانسة الحلقة الغير مشبعة، تحتوي على ثلاث ذرات كاربون وعلى ذرة واحدة لكل من الاوكسجين

والنيتروجين. والايزوكسازولين هو dihydroisoxzaole وتوجد للايسوكسازول خمسة تراكيب مختلفة [95، 96]، كما موضح في شكل ( 1 - 22 ).



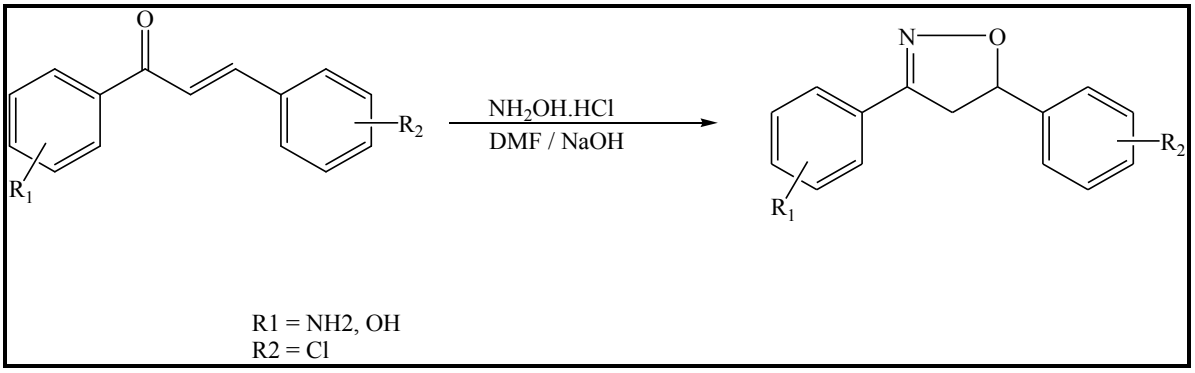

**الشكل ( 1 – 22 ) الصيغ التركيبية لمشتقات الايسوكسازول**

تعد مشتقات الأيسوكسازولين مركبات وسيطة مهمة في التخليق العضوي ، فهي بمثابة وحدة بنائية في تركيب مختلف الجزيئات النشطة بيولوجيا، حيث تظهر تطبيقات حيوية هائلة مثل مضاد نقص السكر في الدم ،مسكن ، ومضاد للالتهابات، HIV-inhibitory activity ، مضادات الميكروبات ، مثبط COX-2، مضاد للأكسدة ، مضاد للسرطان ، والمضادات الحيوية ، المضاد للبكتيريا ، مبيدات الحشرات ،التدرن [97، 98].من الامثلة على مركبات الايزوكسازولين، المركبات في شكل ( 1 - 23 ) حيث تعد مضادة للسرطان [99].



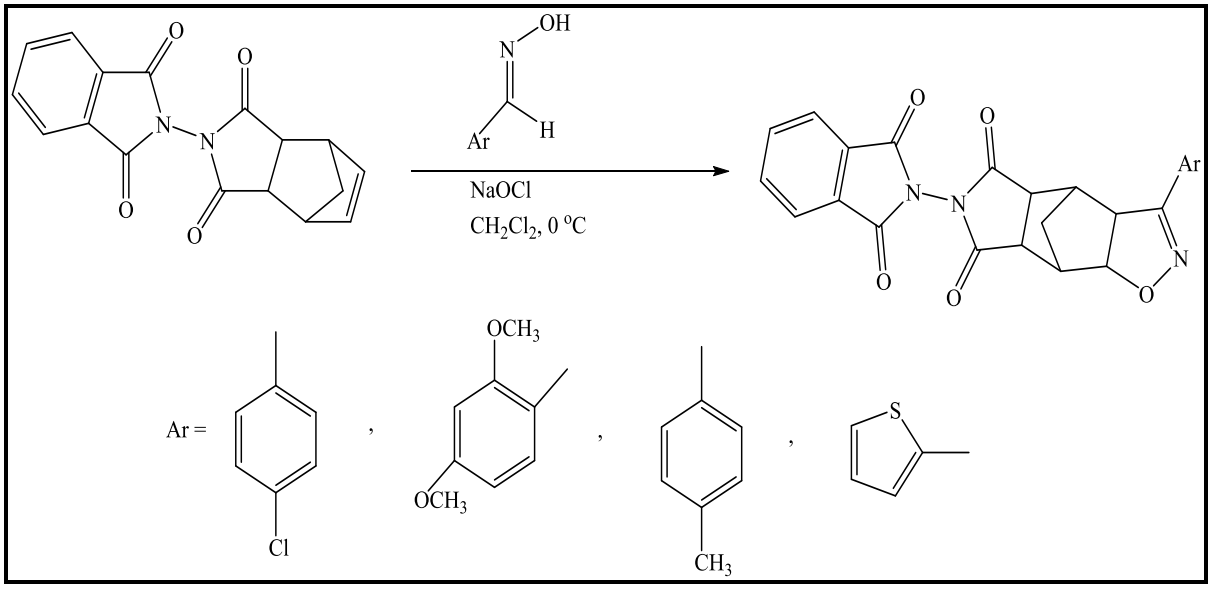

**شكل ( 1 - 23 ) مركبات الايسوكسازولين المضادة للسرطان**

ولما لهذة المركبات من اهمية فقد قام كل من الباحثين Abdel amir و Hala [100] من تحضير مجموعة من مركبات الايسوكسازولين المشتقة من الجالكونات وكما موضح في المعادلة ( 1 – 19 ) :



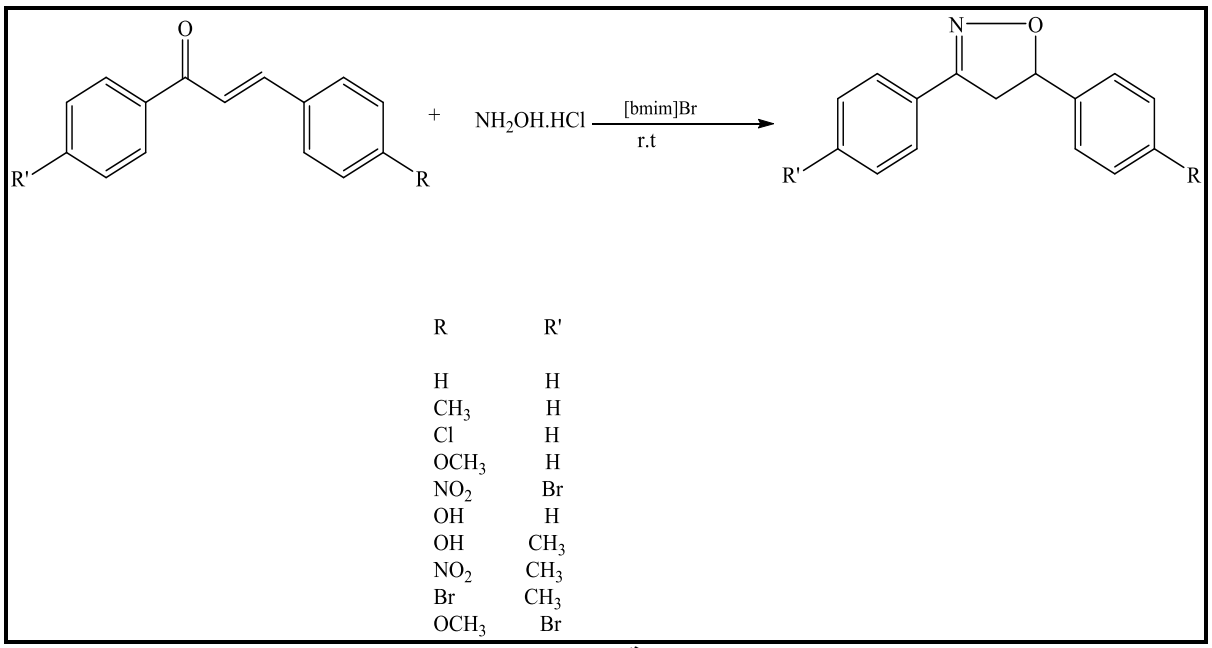

**المعادلة ( 1 – 19 )**

كما حضر كل من الباحثين Omer Tahir و Nuket Ocal[101] مجموعة من مشتقات الايسوكسازولين ذات خواص مضادة للسرطان وكما مبين في المعادلة الكيميائية ( 1 – 20) :




**المعادلة ( 1 – 20 )**

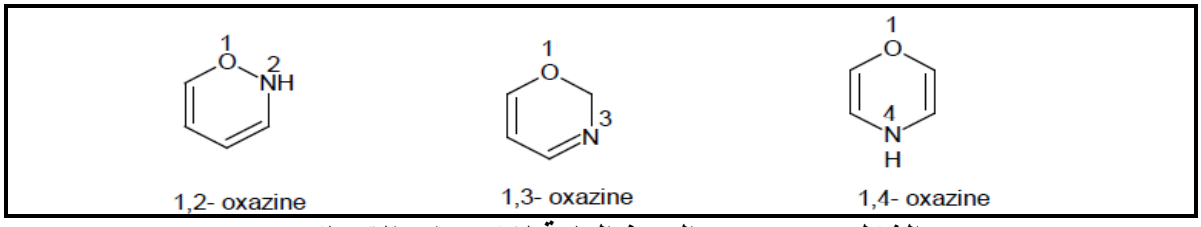
كما تم تحضير مجموعة من مشتقات الايسوكسازولين قدمها الباحثان Javad safaeI-ghomi وMohammad [102] وكما موضح في المعادلة ( 1 – 21) :




**المعادلة ( 1 – 21)**

**( 1 – 12 ) الاكسازين Oxazine :**

عبارة عن مركبات غير متجانسة سداسية الحلقة غير مشبعة تمتلك ذرة اوكسجين ونتروجين واحدة. توجد جزيئات الاكسازين بعدة اشكال ايزومرية مثل 1,2 او 1,3 او 1,4 تعتمد على نسبة موقع الذرتين الاوكسجين والنتروجين وعلى موقع الاصرة الثنائية في تركيب جزيئة الاكسازين [103]. وكما موضح بالشكل ( 1 – 24 )

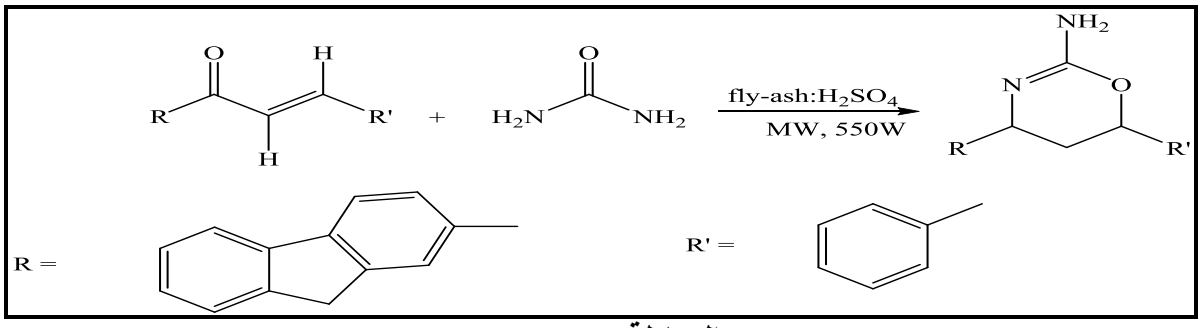



**الشكل ( 1 – 24 ) الصيغ العامة لايزومرات الاكسازين**

اول من حضر الاكسازاينات الاروماتية هما العالمان هولي وكوب في عام 1944 عن طريق تفاعل مانخ. حيث تم العمل بنسبة اقل على المركبات البسيطة من الانظمة الحلقية ، ومعظم هذة المركبات هي 1,2 و 1,4 اكسازين .واكثرهم اهمية هو هو المورفالين أو تتراهايدرو 1 ، 4 – اكسازين ، وهو سائل عديم اللون ، وهو قابل للامتزاج مع الماء [104].

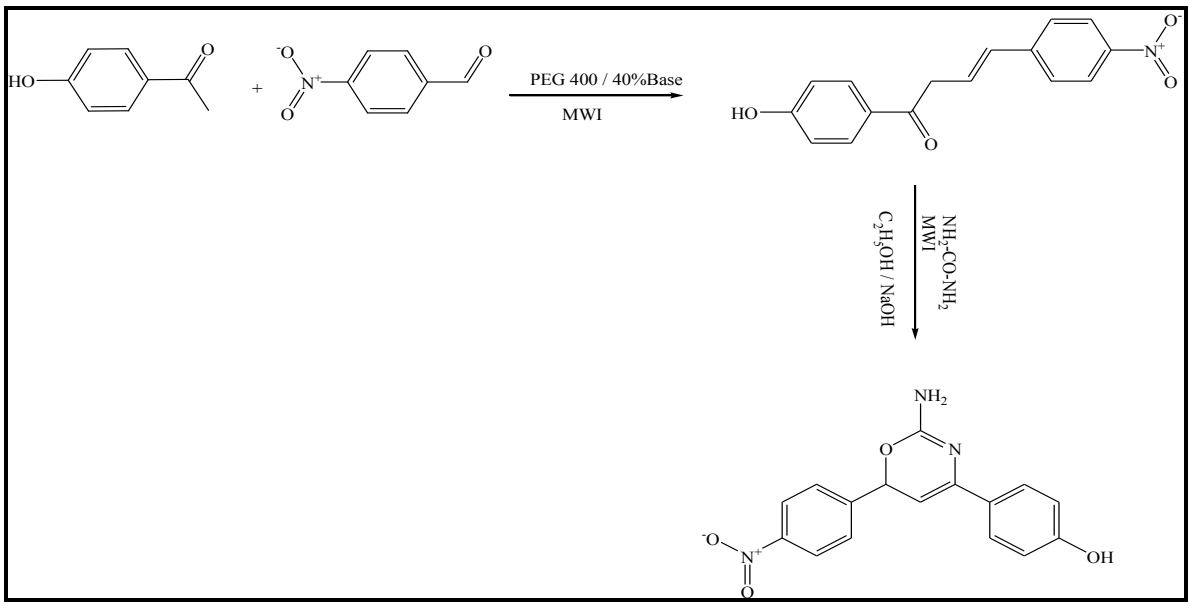
يعد 1,3- اكسازين اكثر الاصناف التي لاقت المزيد من الاهتمام لأنها تشكل طبقة مهمة في كل من المنتجات الطبيعية والغير الطبيعية وكذلك وجود الاوكسجين، النايتروجين والاواصر الثنائية في تركيبها. فهي تمتلك مجموعة واسعة من الخصائص الحيوية المهمة مثل مسكن ، مضاد للالتهابات ، مضاد لابيوكيميا ، المضادة للملاريا ، خافض للحرارة ، والأنشطة المضادة للميكروبات ، مكافحة الروماتيزم

، الآثار الخافضة للضغط ، السام للخلايا ، للاكتئاب .مضاد للورم، مضاد للسرطان ، مضاد للسل . مضاد للاكسدة ، مضاد للجراثيم والفطريات [105، 106]. في الاونة الاخيرة حضرت العديد من مشتقات الاكسازين حيث قام الباحث G. Thirunarayanan وجماعته [107] بتحضير عدد من مشتقات الاوكسازين ذات خواص مضادة للمايكروبات وكما موضح في المعادلة ( 1 – 22 ) :



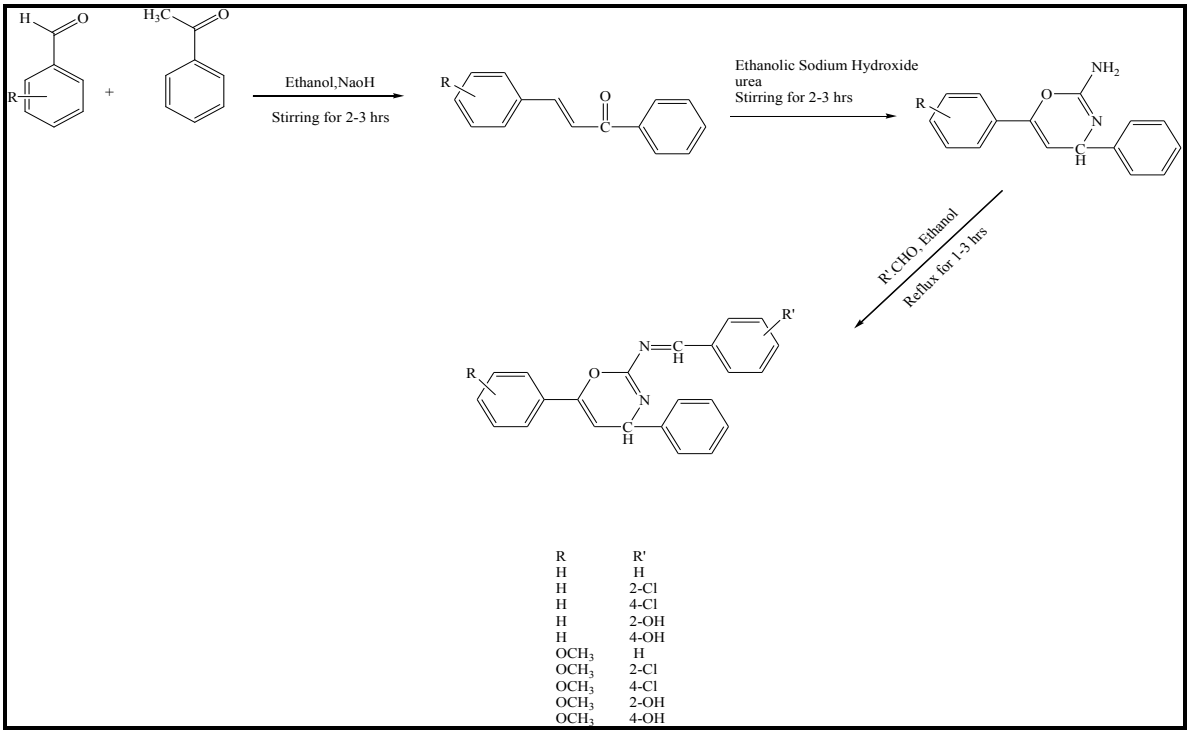

**المعادلة ( 1 – 22 )**

تم استخدام تقنية المايكرويف قدمها الباحث D. Jayaseelan وجماعته [108] لتحضير مشتق 4,6- ثنائي فنيل اكسازين كما مبين في المعادلة ( 1- 23 ) :



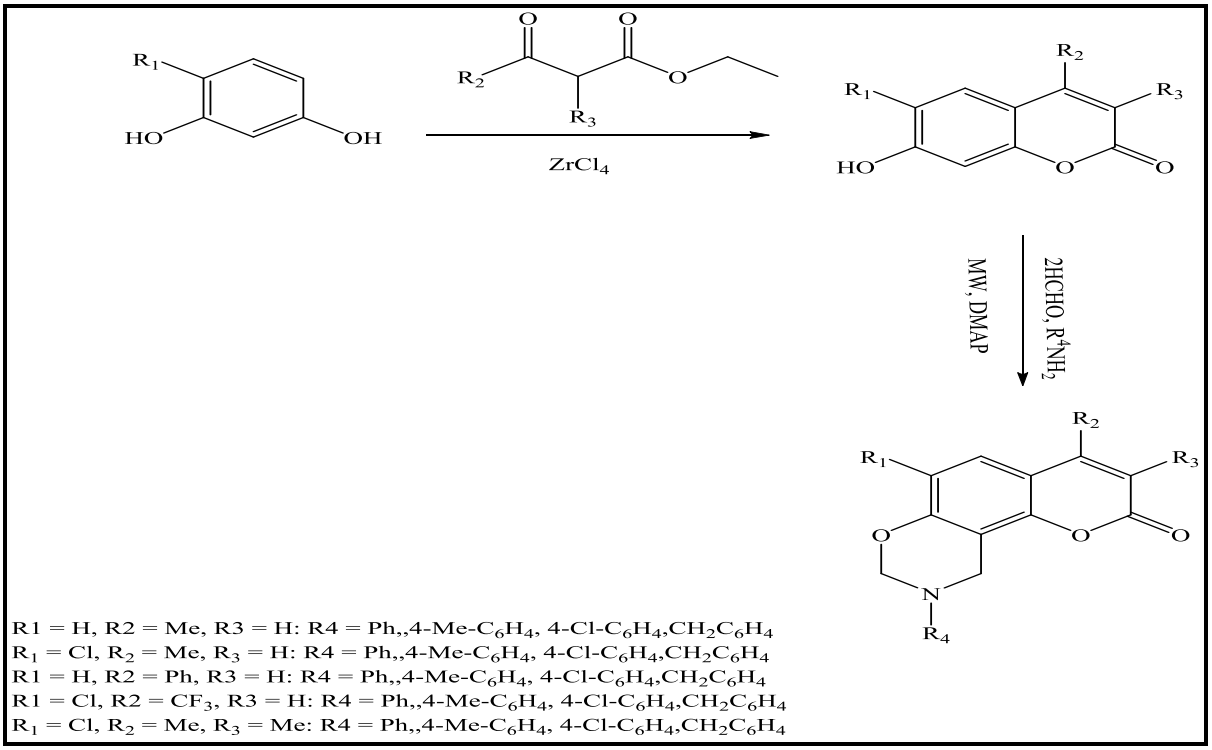

**المعادلة ( 1- 23 )**

تمكن الباحث P.Anusha وجماعته [109] من تحضير بعض من مشتقات الاكسازين التي تحوي على قواعد شف والتي تم استخدامها كمضادة للالتهابات الذي موضح في المخطط ( 1 – 32 ) :




**المخطط ( 1 – 32 )**

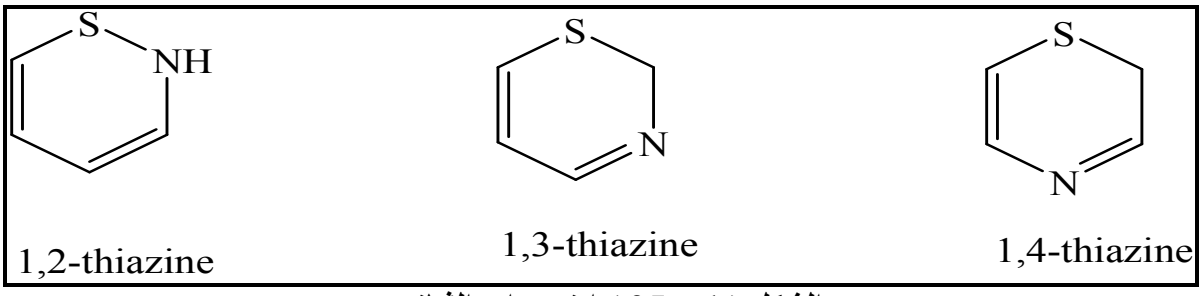
ايضا تم استخدام تقنية المايكرويف قدمها الباحث Ming-Zhi Zhang وجماعته [110] لتحضير عدد من مشتقات الكومارين اكسازين ذات خواص مضادة للفطريات ، وكما موضح في المخطط ( 1 – 33 ) :




**المخطط ( 1 – 33 )**

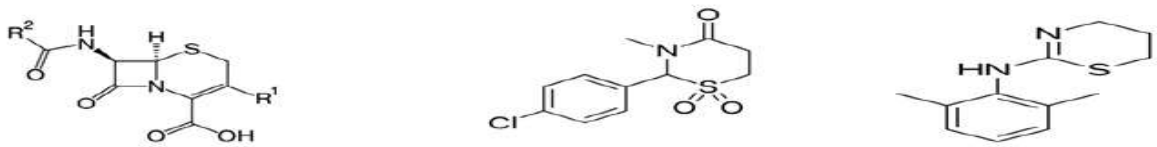
**( 1 – 13 ) الثيازين Thiazine :**

الثيازين عبارة عن مركبات غير متجانسة سداسية الحلقة يحتوي تركيبها على ذرة واحدة لكل من النيتروجين والكبريت واربع ذرات كاربون ، صيغته الجزيئية $C_4H_5NS$. توجد مشتقات الثيازين بثلاثة اشكال مختلفة كما موضح بشكل ( 1 – 25 ).بالاعتماد على مواقع ذرتي النيتروجين والكبريت على الحلقة.




**الشكل ( 1 – 25 ) ايزومرات الثيازين**

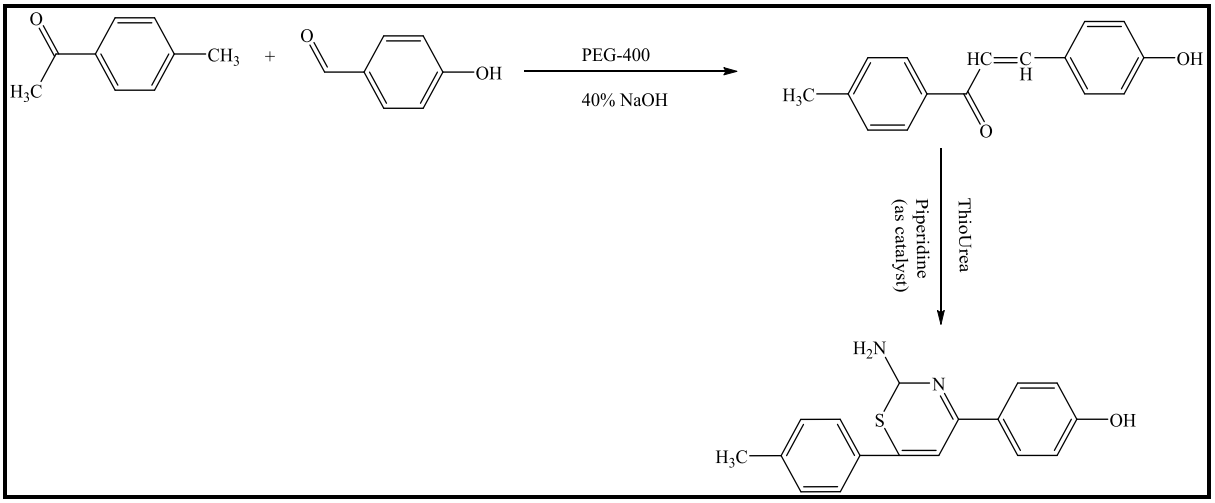
تستخدم مركبات الثيازين كمركبات وسطية في تحضير عدد من المشتقات العضوية المختلفة، يمتلك المشتق 1,3- ثيازين اصرة N-C-S والتي تعد مفيدة في مجالات الكيمياء الطبية والصيدلانية، سجلت مركبات 1,3- ثيازين ومشتقاتها مجموعة متنوعة من الانشطة الحيوية ، مثل : مضاد للجراثيم ، مضاد للفطريات ، مكافحة السل ، مضادات الالتهاب ، مسكن، مهدئ ومنوم، عوامل مثبطة للمناعة ، مكافحة ضغط الدم[111، 112]. وعلاوة على ذلك ، يمكن استخدام مشتقات ثيازين لاضطرابات الجهاز الهضمي أو الوقاية من السكري ، مضادات الأكسدة ، تعد 1,3- ثيازين الاكثرأهمية لأنها تشكل جزءا من تركيب cephalosporins (3 ، 6- ثنائي هيدرو ، 1,3- ثيازين) وأيضا في بعض المركبات الطبية المهمة مثل Xylazin (يستخدم في التخدير ، استرخاء العضلات ، والتسكين في الحيوانات) ، Chlormezanone (يستخدم كعقار مزيل للقلق وارتخاء العضلات) الخ [113، 114]، والموضحة تراكيبها في الشكل ( 1 – 26 ).




Cephalosporins chlormezanone xylazin

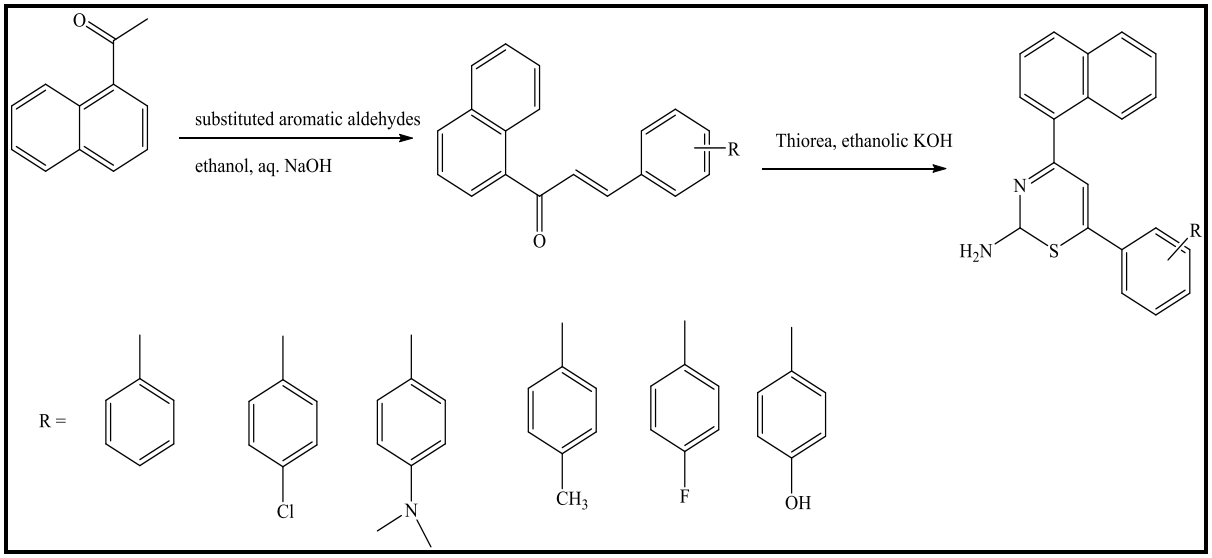
**الشكل ( 1 – 26 ) تركيب بعض الادوية الحاوية على حلقة الثيازين**

حضرت عدد من مشتقات ثنائية الثيازين الحاوية على قواعد شف من قبل مجموعة من الباحثين مثل الباحث R. Suganya وجماعته [115] وتم استخدام هذة المركبات كمواد مضادة للمايكروبات .وكما موضح في المخطط ( 1 – 34 ) :



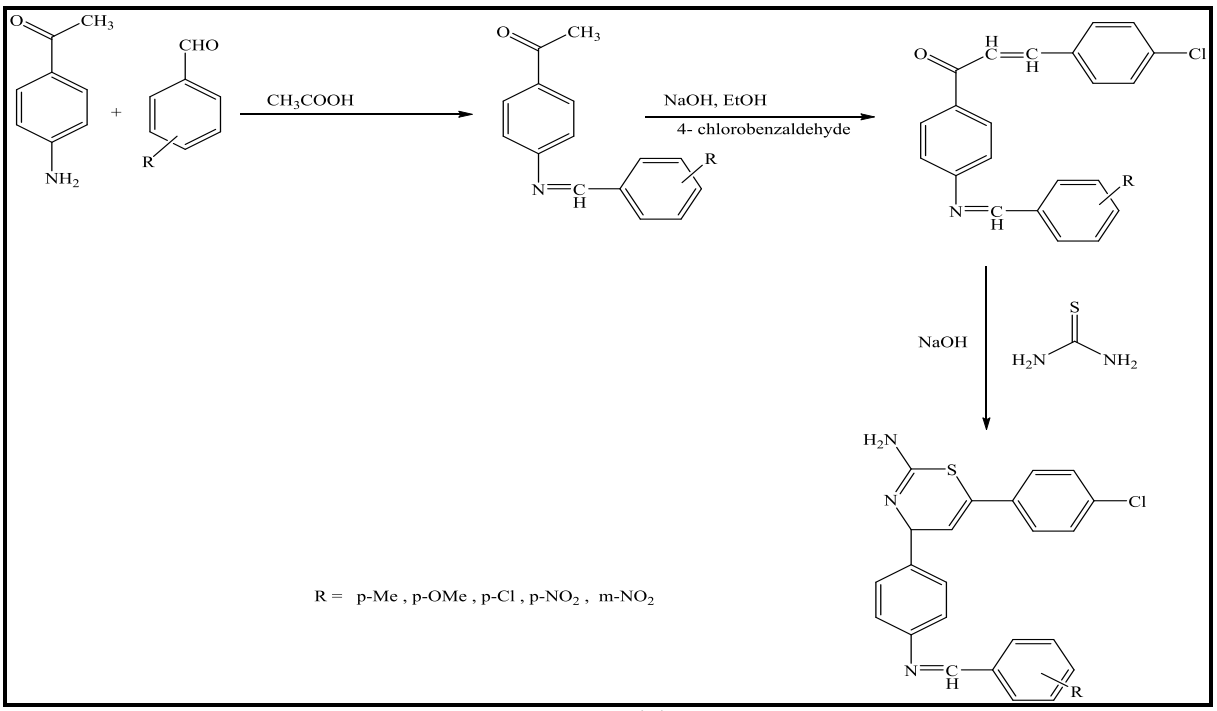

**المخطط ( 1 – 34 )**

واستطاع الباحث Ravindar b وجماعته [116] بتحضير عدد من مشتقات الثيازين الفعالة حيويا من الجالكونات ، كما في المخطط ( 1 – 35 ) :




**المخطط ( 1 – 35 )**

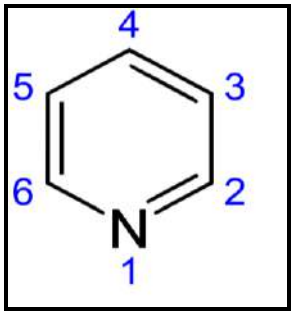
كذلك قام الباحث K. Babu وجماعته [117] من تحضير عدد من مشتقات الثيازين والمحضر بالمخطط ( 1 – 36 ) :




**المخطط ( 1 – 36 )**

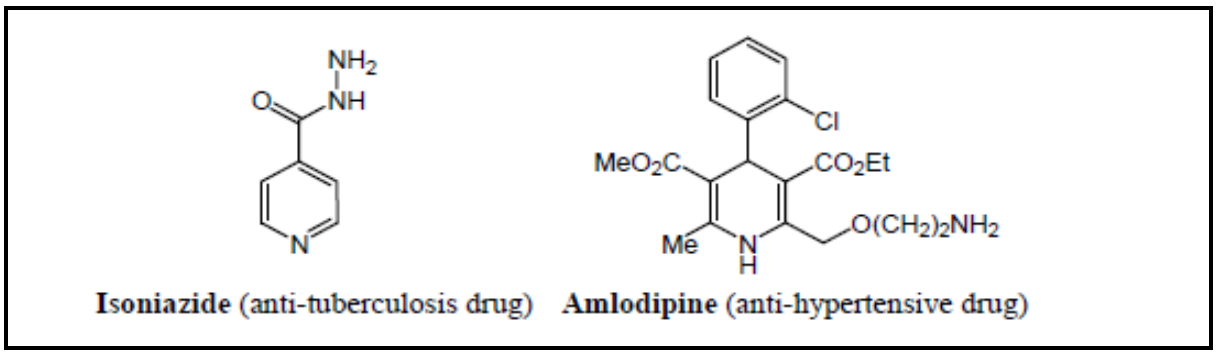
**( 1 – 14 ) البيريدين Pyridine :**

يحتوي البيريدين على نظام متعاقب من ستة إلكترونات كما لدى البنزين . جزيئة البريدين تكون ذات طبيعة مستوية وتتبع قاعدة هوكل للاروماتية [118].



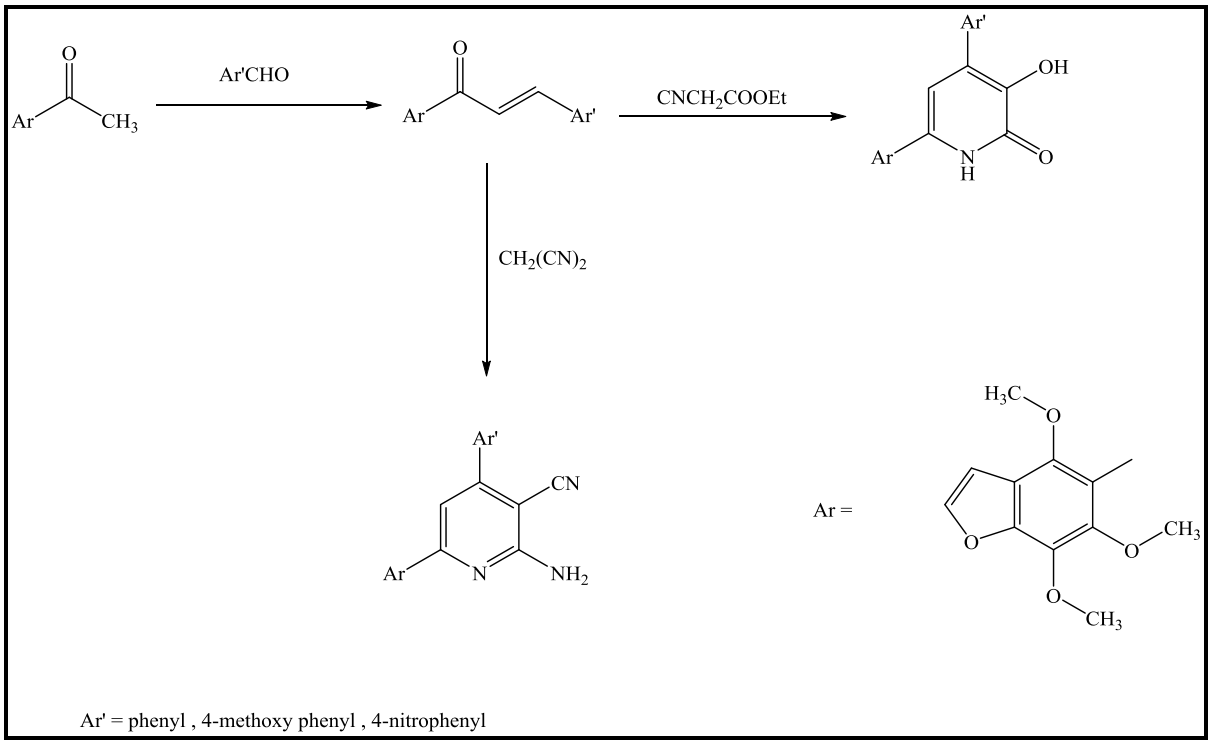

**الشكل ( 1 – 27 ) الصيغة العامة للبيريدين**

تعد مشتقات البيريدين من أهم الحلقات الغير المتجانسة الموجودة في كيمياء الطب لأنها تمتلك نشاط حيوي ممتاز مع مجموعة واسعة من التطبيقات ، بما في ذلك مضادات الميكروبات ، مضاد للالتهاب ومسكن ، ومضاد للفيروسات ، مضاد للجراثيم ، مضاد للاختلاج ومضاد لمرض السكر ، وخافض للضغط ، ومضادة للسرطان ، ومثبط تراكم صفائح الدم، ومضاد للاكتئاب ومزيل القلق ، ومضادات الأكسدة ، والأنشطة المضادة للفطريات. ومن الادوية التي تحوي على البيريدين ، على سبيل المثال Isoniazide و Amlodipine تعمل لمكافحة مرض السل ومكافحة ارتفاع ضغط الدم [119، 120] على التوالي كما موضح في الشكل ( 1 – 28 ) .



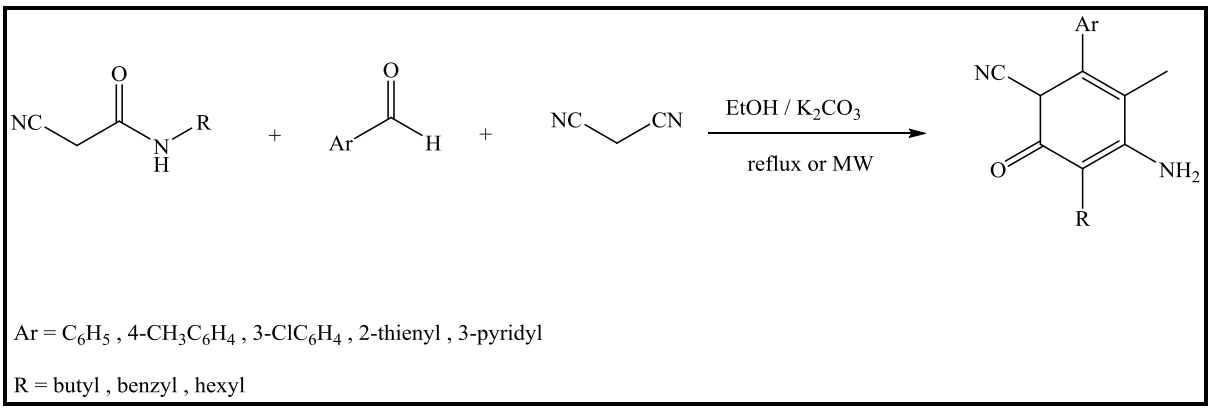

**الشكل ( 1 – 28 ) تركيب بعض الادوية الحاوية على حلقة البيريدين**

لقد تمكن مجموعة من الباحثين بتحضير عدد من مشتقات البيريدين كعوامل مضادة للبكتريا ، مثل الباحث .Nehad A وجماعته [121] وكما موضح في المخطط ( 1 – 37 ):



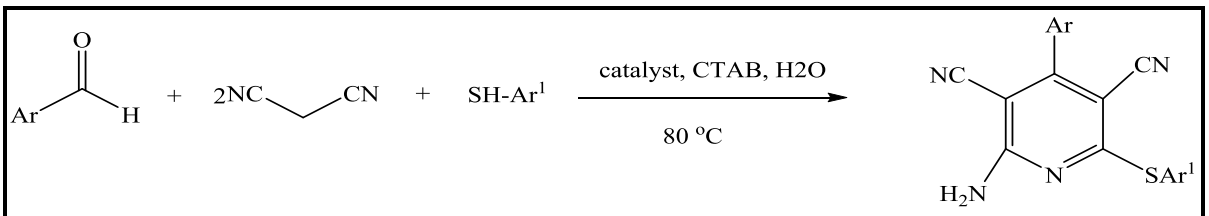

**المخطط ( 1 – 37 )**

وتم استخدام تقنية المايكرويف قدمها الباحث Ramadan وجماعته [122] لتحضير مشتق البيريدين ،كما في المعادلة ( 1 – 24 ) :




**المعادلة ( 1 – 24 )**

قام الباحث Miao Shen Su وجماعته [123] من تحضير عدد من مشتقات البيريدين بخطوة واحد فقط باستخدام العامل المساعد Phosphotungstic Acid ، وكما مبين في المخطط( 1 – 38 ):

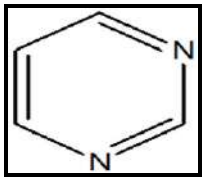



| Ar | $Ar^1$ |
|---|---|
| Ph | Ph |
| 4-Cl-Ph | Ph |
| 4-OH-Ph | Ph |
| 4-$NO_2$-Ph | Ph |
| 4-Me-Ph | Ph |
| 4-OMe-Ph | Ph |
| 4-CHO-Ph | Ph |
| 4-OH-3-OMe-Ph | Ph |
| Ph | 4-$NH_2$-Ph |
| 4-Cl-Ph | 4-$NH_2$-Ph |
| 4-CHO-Ph | 4-$NH_2$-Ph |
| 4-$NO_2$-Ph | 4-$NH_2$-Ph |
| 4-OH - 3-OMe-Ph | 4-$NH_2$-Ph |
| 4-Me-Ph | 4-$NH_2$-Ph |
| 4-OMe-Ph | 4-$NH_2$-Ph |
| 4-OH-Ph | 4-$NH_2$-Ph |

**المخطط ( 1 – 38 )**

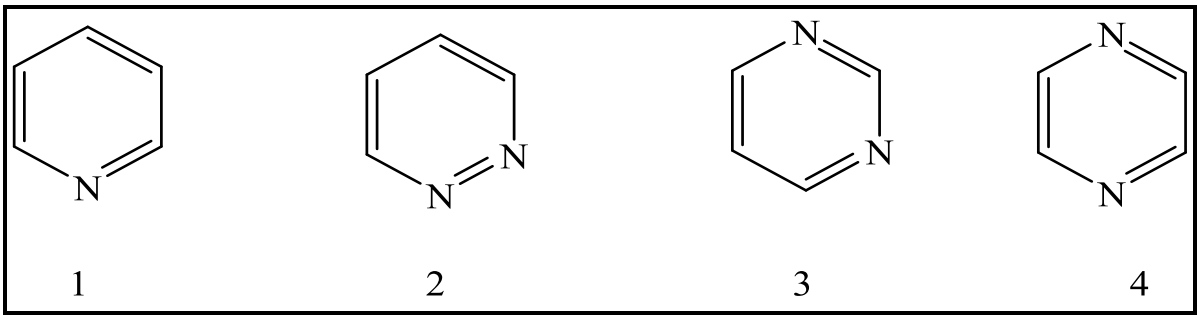
## (15-1) البيريميدين Pyrimidine :

اول مشتق بريميدين تم عزله هو الوكسان من قبل العالم brugnatelli في عام 1818 ، عن طريق اكسدة حامض اليوريك مع حامض النتريك [124].



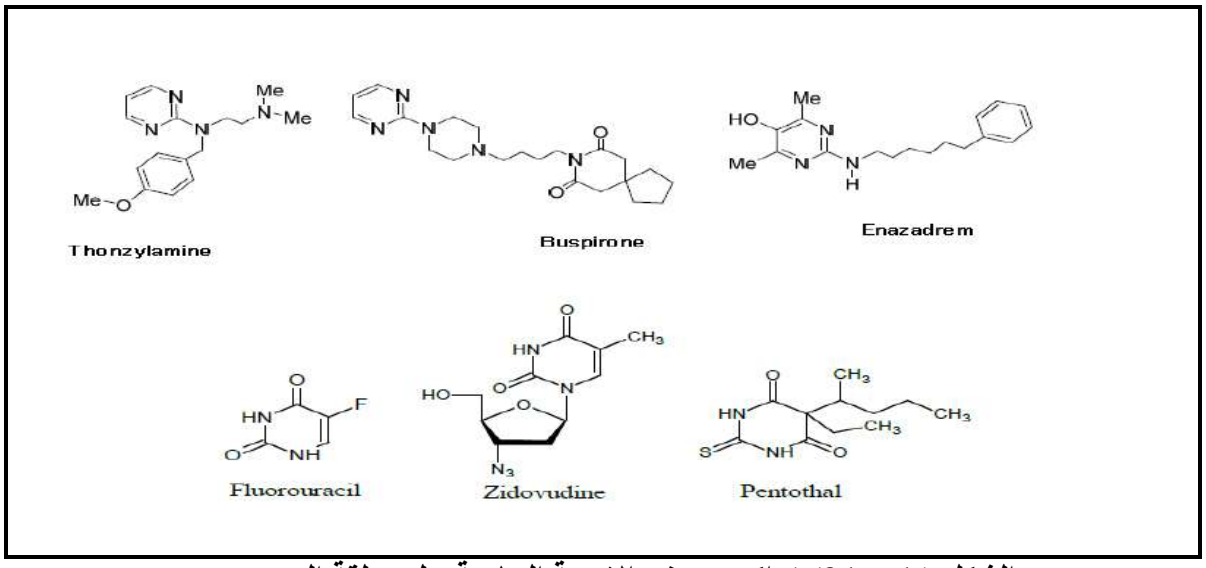
**الشكل ( 1 – 29 ) الصيغة العامة للبيريميدين**

يوجد البيريميدين او m-diazine بثلاثة ايزومرات مختلفه كما في الشكل ( 1 – 30 ).تعتمد على موقع ذرتي النايتروجين في الحلقة السداسية ، اذا كانا في موقع 1,2 تعرف باسم pyridazine ،1و3 تعرف باسم pyrimidine ، 1,4 تعرف باسم pyrazine [125، 126].



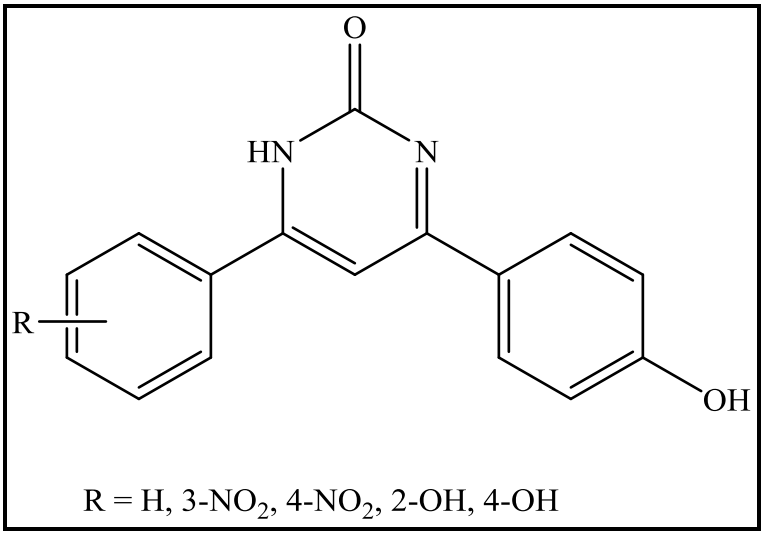

**الشكل ( 1 – 30 ) ايزومرات البيريميدين**

زاد الاهتمام بمشتقات البريميدين بشكل كبير في السنوات الماضية لانها تعطي مجموعة واسعة من الانشطة الحيوية مثل المضاد للبكتيريا ومضاد للفطريات ، وخافض لضغط الدم ، وأمراض القلب ، وموسعات قصبية أو نشاط مضاد للورم، وهي موجودة في العديد من الادوية [127-129] .كما في الشكل ( 1 – 31 ).



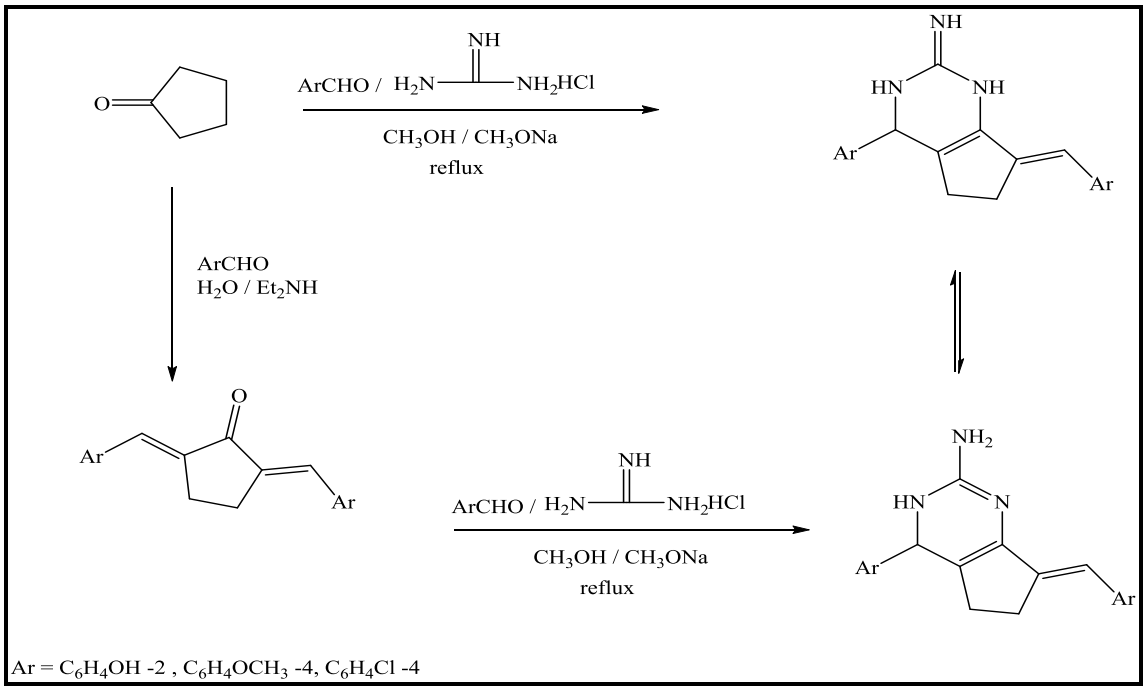

**الشكل ( 1 – 31) تراكيب بعض الادوية الحاوية على حلقة البيريميدين**

لقد أُستخدمت تقنية المايكرويف ومقارنتها بالطريقة التقليدية من قبل الباحث Biswa M. Sahoo وجماعته [130] في تحضير عدد من مركبات البريميدين المشتقة من الجالكون ذات فعالية طاردة للديدان، كما موضح في الشكل ( 1 – 32) :



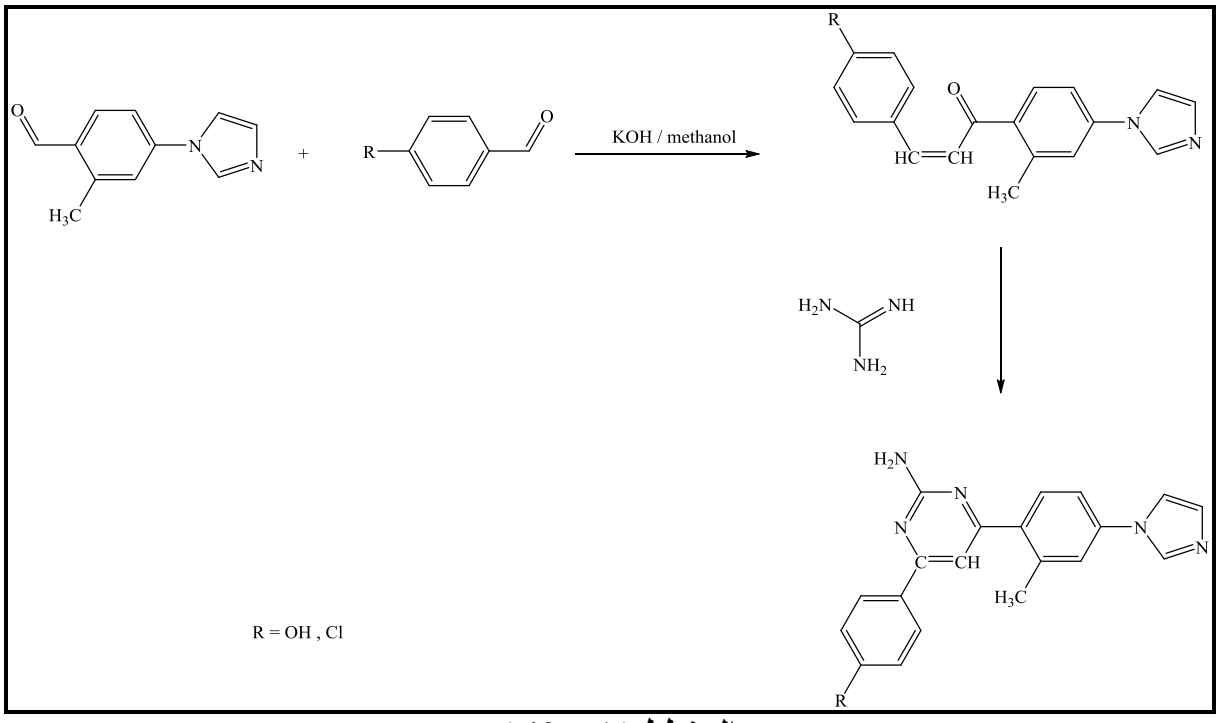

**الشكل ( 1 – 32 )**

واستطاع الباحث Mohamed S.A. El-Gaby وجماعته [131] في تحضير عدد من مشتقات البيريميدين ، كما موضح في المخطط ( 1 – 39 ) :



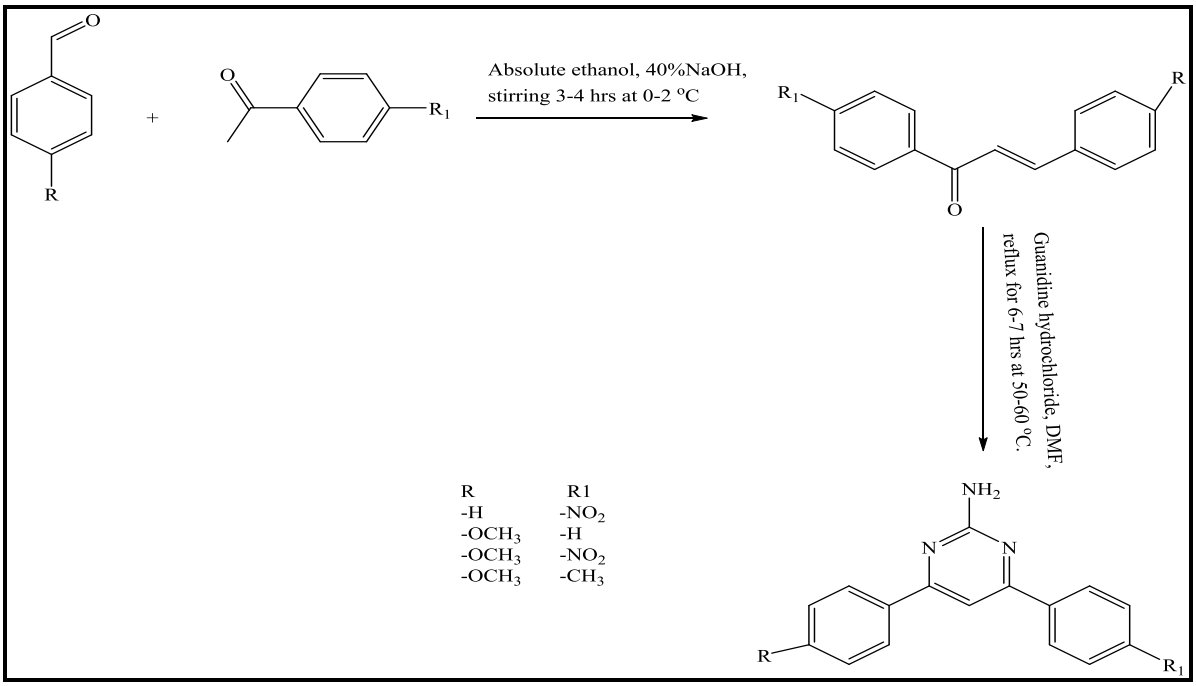

**المخطط ( 1 – 39 )**

وحضر ايضا عدد من مركبات البيريميدين المشتقة من الجالكونات من قبل مجموعة قدمها الباحث Eswara Rao G وجماعته [132] ، كما في المخطط ( 1 – 40 ) :




**المخطط ( 1 – 40 )**

كما قام الباحث Nitin Kumar وجماعته [133] في تحضير عدد من مشتقات البريميدين ذات فعالية دوائية وكما موضح في المخطط ( 1 – 41 ) :




**المخطط ( 1 – 41 )**

**(16-1) الهدف من البحث Aim of Research**

إنَّ الهدف الاساس من هذا البحث يتلخص بالأتي:

1- تحضير وتشخيص مشتقات قواعد شف والجالكون والازو والثيادازول على اعتبارها مركبات حاوية على مجاميع فعالة يمكن من خلالها ادخال هذة المشتقات في تفاعلات إضافية لتحضير مشتقات اخرى .

2- تحضير وتشخيص مركبات حلقية غير متجانسة رباعية وهي البيتا-لاكتام على اعتبار ان لهذة المركبات فعالية دوائية عالية.

3- تحضير وتشخيص مركبات حلقية غير متجانسة خماسية مثل اميدازولين ، ثيازولدين ، اوكسازولين والتيترازولين بالاضافة الى الثيادازول.

4- تحضير وتشخيص مركبات حلقية غير متجانسة سداسية الحلقة مثل مشتقات البريدين والاكسازين والثيازين والبريميدين.

5- تحضير وتشخيص مركبات حلقية غير متجانسة سباعية مثل الاوكسازبين .

6- دراسة الفعالية الحيوية لجميع المركبات المحضرة على نوعين من البكتريا الموجبة والسالبة.

7- اختيار اكثر خمس مركبات فعالة ودراسة فعاليتها الدوائية تجاه خلايا سرطان الحنجرة المصابة ومدى قدرتها على قتل تلك الخلايا وعدم تاثيرها على الخلايا السليمة.

# الفصل الثاني
# الجزء العملي

# *Experimental Part*

## 2- الجزء العملي

### 1-2 : الاجهزة المستخدمة Instrumentation

أستخدمت الأجهزة الآتية في القياسات الطيفية والفيزياوية للمركبات المحضرة .

أ- قياس درجات الانصهار (Melting points M.P.): تم قياس درجات الانصهار للمركبات المحضرة باستخدام جهاز من نوع SMP30 , Stblart,UK / Melting point في قسم الكيمياء / جامعة القادسية.

ب- قياسات اطياف الاشعة تحت الحمراء :سجلت قياسات الاشعة تحت الحمراء للمركبات المحضرة جميعآ باستخدام جهاز FTIR-8400S Fourier transform infrared spectrophotometer SHIMADZU, Japan وبدلالة العدد الموجي (4000-666) سم$^{-1}$ وباستعمال اقراص KBr للمادة الصلبة في قسم الكيمياء / جامعة القادسية.

ج- التحليل الكمي الدقيق للعناصر (C.H.N) :واجريت هذه التحاليل في جامعة كاشان في الجمهورية الايرانية الاسلامية باستخدام جهاز من نوع :

EAS superuser elemental analyser system GmbH, access: VarioEL superuser

د- قياس طيف الرنين النووي المغناطيسي : تم قياس طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ($^{1}$H) و الكربون ($^{13}$C) في جامعة اصفهان وطهران / قسم الكيمياء / ايران .

Bruker, ultra shield 400 MHz باستعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب

ذ- ميزان حساس ذو اربعة مراتب عشرية من نوع sartorius /BL 2015 / Germany

ر- مسخن مع محرك مغناطيسي من نوع jencons / H V65 / England

ز- فرن تجفيف من نوع Hot Air Sterilizer Laboratary Oven / M6040p /Germany

### 2-2: المواد الكيميائية المستخدمة Chemical consumption

تم استخدام جميع المواد الكيميائية من شركات ( Spanish, Aldrich, Fluka, Thomas baker, Merck, B.D.H, G.C.C,)

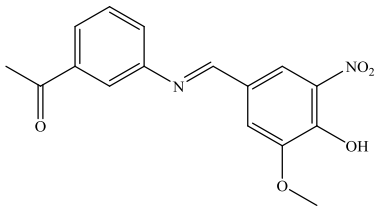
## 2-3- طرائق تحضير المركبات :Preparation methods of compounds

### 2-3-1 : الطريقة العامة لتحضير المشتقات (1 و 2) [134]

تم مزج كميات مولية متساوية (0.005 مول ) كل من المشتقات الالديهايدية والمشتقات الكيتونية مع (0.005 مول ) من المشتقات الامينية في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي يحتوي على 30 مل ايثانول مطلق ، ثم اضيف الى المزيج ثلاثة قطرات من حامض الخليك الثلجي وصعد المزيج لمدة 6 ساعات ، بعدها تم تبريد مزيج التفاعل واحتفظ به لمدة 24 ساعة ، ورشح الراسب وتم غسله وتجفيفه واعادة بلورته بالايثانول المطلق. وتمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .

### 2-3-1-1 : تحضير المشتق رقم (1) :

**(1-(3-((4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrobenzylidene)amino)phenyl)ethan-1-one)**

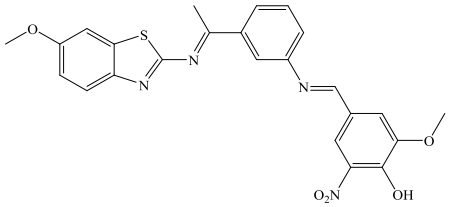



**المشتق رقم (1)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة(2-3-1) من (0.985gm) 5-nitrovanillin و (0.675gm) من 3-aminoacetophenone لمدة 6 ساعات .تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 66% ، علماً أن$R_f$ = 0.58 ودرجة انصهارة = $155\ ^{O}C$.

### 2-3-1-2 : تحضير المشتق رقم (2) :

**(2-methoxy-4-(((3-(1-((6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl) imino) ethyl) phenyl) imino)methyl)-6-nitrophenol )**

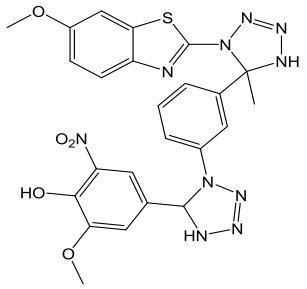



**المشتق رقم (2)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة(2-3-1) من (0.571gm) من المشتق رقم (1) و (0.901gm) من 2-amino-6-methoxybenzothazole لمدة 6 ساعات .تم الحصول على راسب برتقالي اللون بنسبة 85% ، علماً أن$R_f$ = 0.6 ودرجة انصهارة = 81 $^{O}$C.

**2-3-2 : تحضير المشتق رقم ( 3 ) [135]:**

**2-methoxy-4-(1-(3-(1-(6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl)-5-methyl-4,5-dihydro-1H-tetrazol-5-yl)phenyl)-4,5-dihydro-1H-tetrazol-5-yl)-6-nitrophenol**



**المشتق رقم ( 3 )**

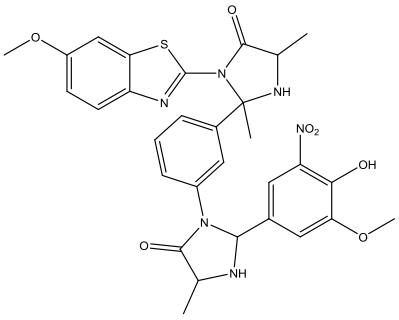
تم اذابة ( 0.001 مول ) من المشتق رقم (2) في ( 20 مل ) من 1,4- دايوكسان في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، ثم مزجها مع ( 0.002 مول ) من sodium azide ، بعد ذلك تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة 48 ساعة وبدرجة حرارة 55 م$^{o}$ ، ثم رشح الراسب وتم غسله وتجفيفه واعادة بلورته بالايثانول المطلق. وتمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على راسب احمر اللون بنسبة 79% ، علماً أن$R_f$ = 0.3 ودرجة انصهارة = 125 $^{O}$C.

**2-3-3: الطريقة العامة لتحضير المشتقات (4 و 5 ) [136]:**

تم مزج (0.01 مول ) من المركب رقم (2) المذابة في ( 15 مل ) من THF مع (0.002 مول) من الاحماض الامينية في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، ثم تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة 48 ساعة ، بعد ذلك برد مزيج التفاعل وتمت اعادة بلورته بالايثانول المطلق.توبع التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .

**2-3-3-1: تحضير المشتق رقم (4):**

**2-(3-(2-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-4-methyl-5 oxoimidazolidin-1-yl)phenyl)-3-(6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl)-2,5-dimethylimidazolidin-4-one**

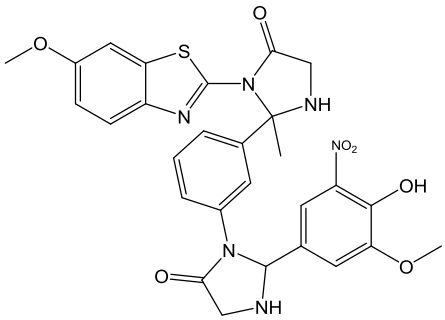


**المشتق رقم (4)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-3) من (0.476gm) من المشتق رقم (2) و (0.178gm) من alanineلمدة 48 ساعة. تم الحصول على مادة لزجة بني اللون بنسبة 75% ، علماً أن $R_f = 0.5$ .

**2-3-3-2: تحضير المشتق رقم (5):**

**2-(3-(2-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-5-oxoimidazolidin-1-yl)phenyl)-3-(6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl)-2-methylimidazolidin-4-one**

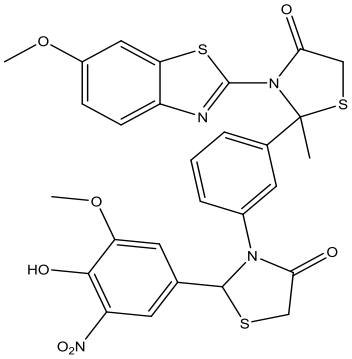


**المشتق رقم (5)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-3) من (0.476gm) من المشتق رقم (2) و (0.15gm) من glycineلمدة 48 ساعة. تم الحصول على مادة لزجة بني اللون بنسبة 79% ، علماً أن $R_f = 0.4$ .

**4-3-2 : تحضير المشتق رقم ( 6 ) [137] :**

**2-(3-(2-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-4-oxothiazolidin-3-yl)phenyl)-3-(6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl)-2-methylthiazolidin-4-one**

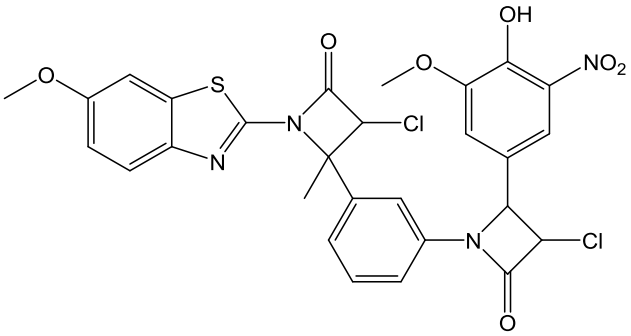


**المشتق رقم ( 6 )**

تم اضافة ( 0.002 مول ) من thioglycolic acid الى ( 0.001 مول ) من المركب رقم (2 ) المذابة في (20 مل ) من 1,4-dioxane في دورق دائري مع التحريك المستمر ، ثم اضيف الى المزيج ( 0.5 غم ) من anhydrous zinc chloride مع التحريك بعد ذلك صعد مزيج التفاعل لمدة ( 16 ساعة ) ثم برد مزيج التفاعل وترك لمدة 24 ساعة ، ورشح الراسب وتم غسله وتجفيفه واعادة بلورته بالايثانول المطلق. وتمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على مادة لزجة بني اللون بنسبة 92% ، علماً أن $R_f = 0.6$ .

**5-3-2 : تحضير المشتق رقم ( 7 ) [138] :**

**3-chloro-4-(3-(3-chloro-2-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-4-oxoazetidin-1-yl)phenyl)-1-(6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl)-4-methylazetidin-2-one**



**المشتق رقم ( 7 )**

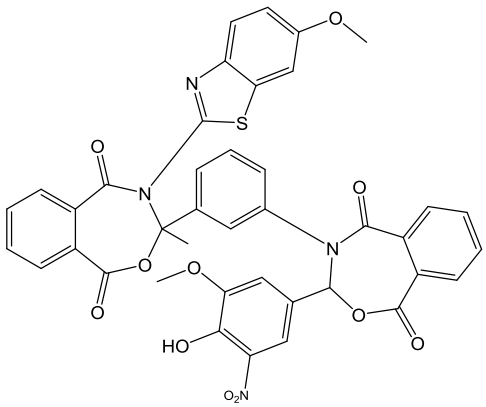
اضيف ببطء (0.002 مول ) من chloroacetylchloride الى محلول مكون من ( 0.006 مول ) من triethylamine و ( 0.001 مول ) من المشتق رقم (2) في ( 20 مل ) من 1,4-dioxane في درجة حرارة ( 10 م$^{o}$ ) ثم ترك مزيج التفاعل مع التحريك لمدة ( 12 ساعة ). بعد ذلك تم ترشيح الراسب واعادة بلورته بالايثانول المطلق.توبع التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على مادة لزجة صفراء اللون بنسبة 77% ، علماً أن$R_f$ = 0.8 .

**6-3-2:الطريقة العامة لتحضير المشتقات ( 8 ، 9 ، 10 ) [139]:**

في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، اذيب ( 0.001 مول ) من المشتق رقم ( 2 ) في ( 20 مل ) من 1,4-dioxane مع ( 0.002 مول ) من ( phthalic , maleic , succinic anhydride ) ، بعدها تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة ( 28 ساعة ) ، ثم رشح الراسب واعادة بلورته بالايثانول المطلق.تمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .

**1-6-3-2 : تحضير المشتق رقم ( 8 ) :**

**3-(3-(3-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-1,5-dioxo-1,5 dihydrobenzo[e][1,3]oxazepin-4(3H)-yl)phenyl)-4-(6-methoxybenzo [d]thiazol-2-yl)-3-methyl-3,4 dihydrobenzo[e][1,3]oxazepine-1,5-dione**

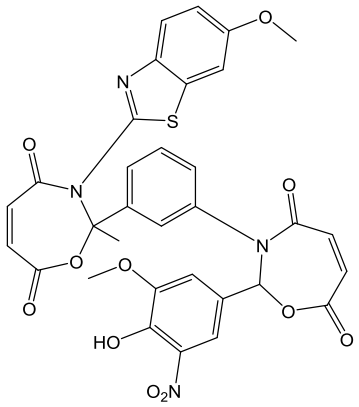


**المشتق رقم ( 8 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-6) من (0.476gm) من المشتق رقم (2) و (0.296gm) من phthalic anhydride لمدة 28 ساعة .تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 71% ، علماً أن$R_f$ = 0.37 ودرجة انصهارة = 168 $^{O}$C.

**2-6-3-2 : تحضير المشتق رقم ( 9 )**

**2-(3-(2-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-4,7-dioxo-4,7-dihydro-1,3-oxazepin-3(2H)-yl)phenyl)-3-(6 methoxybenzo [d]thiazol-2-yl)-2-methyl-2,3-dihydro-1,3oxazepine 4,7-dione**

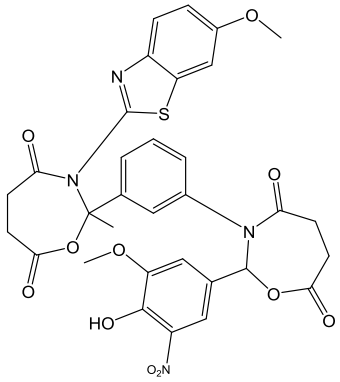


**المشتق رقم ( 9 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-6) من (0.476gm) من المشتق رقم (2) و (0.196gm) من maleic anhydride لمدة 28 ساعة .تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 70% ، علماً أن$R_f$ = 0.5 ودرجة انصهارة = $105\ ^{O}C$.

**3-6-3-2 : تحضير المشتق رقم ( 10 )**

**2-(3-(2-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-4,7-dioxo-1,3 oxazepan-3-yl)phenyl)-3-(6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl)-2-methyl-1,3-oxazepane-4,7-dione**

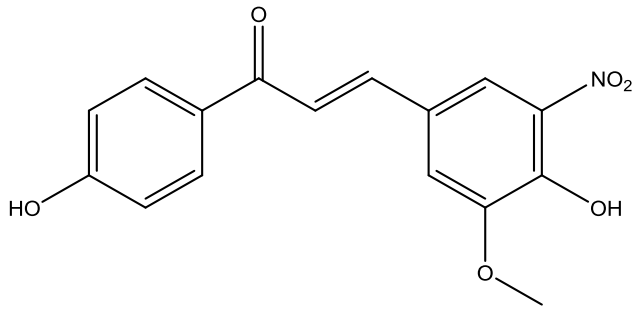


**المشتق رقم ( 10 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-6) من (0.476gm) من المشتق رقم (2) و (0.2gm) من succinic anhydride لمدة 28 ساعة .تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 75% ، علماً أن$R_f$ = 0.4 ودرجة انصهارة = 141 $^{O}$C.

**2-3-7- تحضير المشتق رقم (11 ) [140]:**

**3-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-1-(4-hydroxyphenyl)prop-2-en-1-one**




**المشتق رقم (11 )**

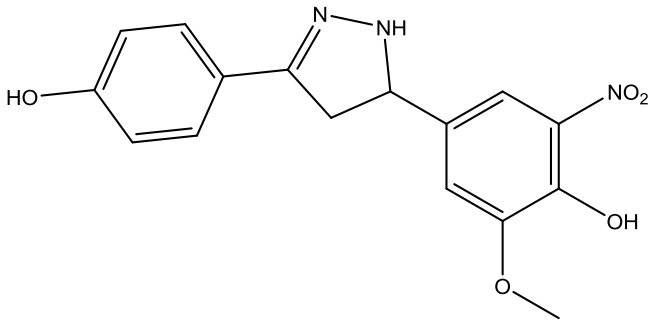
في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي مزجت كميات مولية متساوية من ( 0.01 مول ) كل من 5-nitrovanillin و 4-hydroxyacetophenon في50 مل ايثانول مطلق مع ( 10% ) هيدروكسيد الصوديوم مع التحريك المستمر لمدة ( 6 ساعات ) وبدرجة حرارة الغرفة ، بعد ذلك تم معادلة مزيج التفاعل باضافة ( 5 % ) من حامض الهيدروكلوريك ، ثم ترك مزيج التفاعل في الثلاجة لمدة (12 ساعة ) ورشحت البلورات الناتجة واعيدت بلورتها بالايثانول المطلق. توبع التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 85% ، علماً أن$R_f$ = 0.87 ودرجة انصهارة = 284 $^{O}$C.

**2-3-8 :الطريقة العامة لتحضير المشتقات ( 12 ، 13 ، 14 ) [141]:**

في محلول محضر من ( 0.0015 مول ) من المشتق رقم (11 ) المذاب في ( 30 مل ) من الايثانول المطلق ، تم اضافة (0.0015 مول ) كل من(الهيدرازين ومشتقاتة) مع بضع قطرات من حامض الخليك الثلجي ، ثم صعد مزيج التفاعل لمدة ( 15 ساعة ) تم ترشيح الراسب الناتج وغسل بالماء المقطر وجفف واعادة بلورتة بالايثانول المطلق. تمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .

**2-3-8-1:تحضير المشتق رقم ( 12 )**

**4-(3-(4-hydroxyphenyl)-4,5-dihydro-1H-pyrazol-5-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**

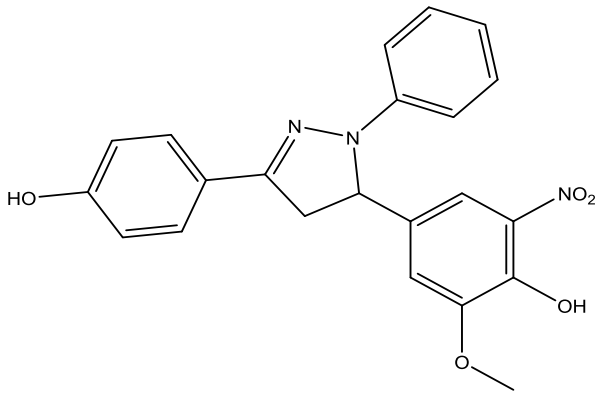



**المشتق رقم ( 12 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة من (0.472gm) من المشتق رقم (11) و (0.048gm) من hydrazine hydrate لمدة 15 ساعة .تم الحصول على راسب احمر اللون بنسبة 90% ، علماً أن$R_f$ = 0.73 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 123

**2-3-8-2:تحضير المشتق رقم ( 13 )**

**4-(3-(4-hydroxyphenyl)-1-phenyl-4,5-dihydro-1H-pyrazol-5-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**

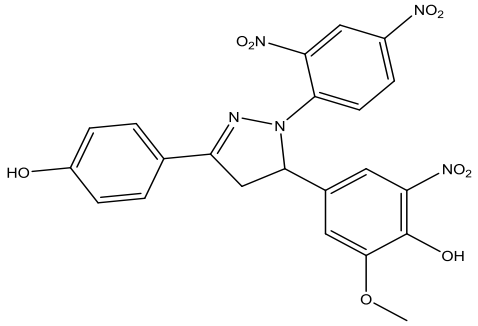



**المشتق رقم ( 13 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة من (0.472gm) من المشتق رقم (11) و (0.162gm) من phenylhydrazine لمدة 15 ساعة .تم الحصول على راسب بنفسجي غامق اللون بنسبة 96% ، علماً أن$R_f$ = 0.66 ودرجة انصهارة = $^{O}$C 218.

**2-3-8-3:تحضير المشتق رقم (14 )**

**4-(1-(2,4-dinitrophenyl)-3-(4-hydroxyphenyl)-4,5-dihydro-1H-pyrazol-5-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**

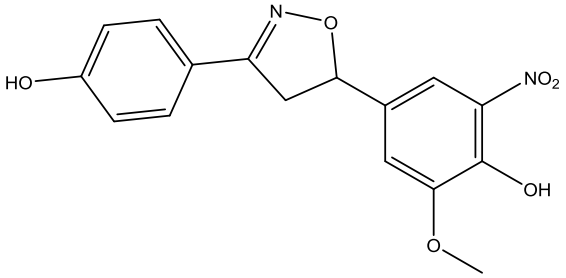



**المشتق رقم (14 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة من (0.472gm) من المشتق رقم (11) و (0.297gm) من 2,4-dinitrophenylhydrazine لمدة 15 ساعة .تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 98% ، علماً أن$R_f$ = 0.9 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 289.

**2-3-9 : تحضير المشتق رقم (15) [142]:**

**4-(3-(4-hydroxyphenyl)-4,5-dihydroisoxazol-5-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**




**المشتق رقم (15)**

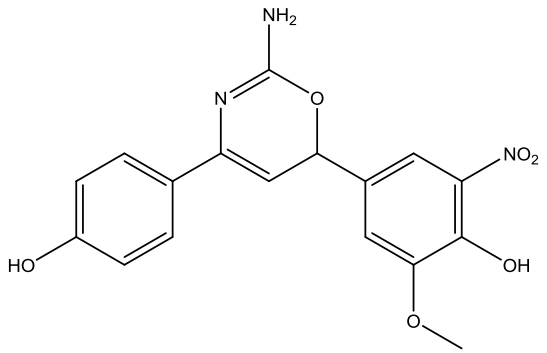
مزجت كميات مولية متساوية ( 0.0015 مول ) كل من المشتق رقم (11 ) و hydroxylaminehydrochlride في ( 30 مل ) من الايثانول المطلق و 10% من محلول هيدروكسيد الصوديوم المائي في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، وتم تصعيد المزيج لمدة ( 14 ساعة ) ، ثم برد مزيج التفاعل ورشحت البلورات الصلبة واعادة بلورتها بالايثانول المطلق. تمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على راسب احمر اللون بنسبة 98% ، علماً أن0.83 = $R_f$ ودرجة انصهارة =$^{O}$C 198.

**2-3-10 : الطريقة العامة لتحضير المشتقات (16 ، 17) [143، 144] :**

تم مزج ( 0,0015 مول ) من المشتق ( 11 ) مع ( 0.0015 مول ) من ( carbamide ومشتقاته ) في ( 25 مل ) من محلول هيدروكسيد الصوديوم الكحولي مع التحريك المستمر بواسطة محرك مغناطيسي وبعد اكمال عملية الاذابة صعد مزيج التفاعل لمدة ( 16 ساعة ) ، ثم تم تبريد مزيج التفاعل واعيدت بلورتة بالايثانول المطلق . تمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .

**2-3-10-1:تحضير المشتق رقم (16) :**

**4-(2-amino-4-(4-hydroxyphenyl)-6H-1,3-oxazin-6-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**

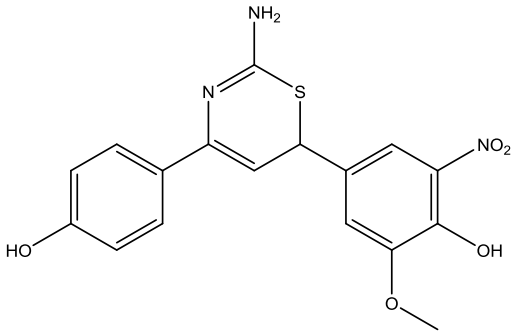



**المشتق رقم (16)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-10) من (0.472gm) من المشتق رقم (11) و (0.09gm) من يوريا لمدة 16 ساعة .تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 80% ، علماً أن0.9 = $R_f$ ودرجة انصهارة =$^{O}$C 225.

**2-3-10-2:تحضير المشتق رقم (17) :**

**4-(2-amino-4-(4-hydroxyphenyl)-6H-1,3-thiazin-6-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**




**المشتق رقم (17)**

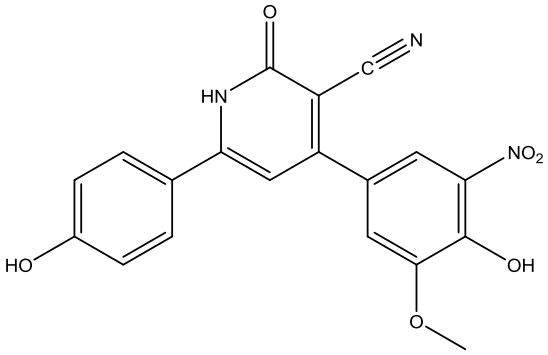
تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-10) من (0.472gm) من المشتق رقم (11) و (0.1gm) من ثايوريا لمدة 16 ساعة .تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 90% ، علماً أن $R_f$ = 0.93 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 200.

**2-3-11 : الطريقة العامة لتحضير المشتقات (18 ، 19) [145، 146] :**

اخذ ( 0.0015 مول ) من المشتق رقم (11 ) واذابته في ( 30 مل ) من الايثانول المطلق في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، ثم اضيف الى المزيج ( 0.0015 مول ) ( malonnitrile , ethylcyanoacetate ) و ( 0.002 مول ) من خلات الامونيوم كعامل مساعد بعد ذلك تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة ( 12 ساعة ) ، ثم جمع الراسب بعد ترشيحه وجفف واعادة بلورته بالايثانول المطلق. تمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .

**2-3-11-1: تحضير المشتق رقم (18) :**

**4-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-6-(4-hydroxyphenyl)-2-oxo-1,2-dihydropyridine-3-carbonitrile**

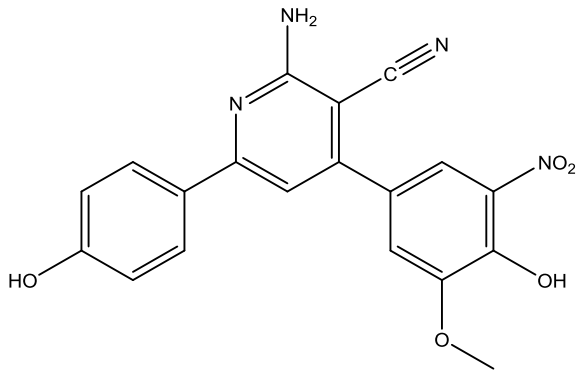



**المشتق رقم (18)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-11) من (0.472gm) من المشتق رقم (11) و (0.169gm) من ethylcyanoacetate لمدة 12 ساعة .تم الحصول على راسب برتقالي اللون بنسبة 96% ، علماً أن$R_f$ = 0.4 ودرجة انصهارة = $^{O}$C 182.

**2-3-11-2: تحضير المشتق رقم (19) :**

**2-amino-6-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-4-(4 hydroxyphenyl)nicotinonitrile**

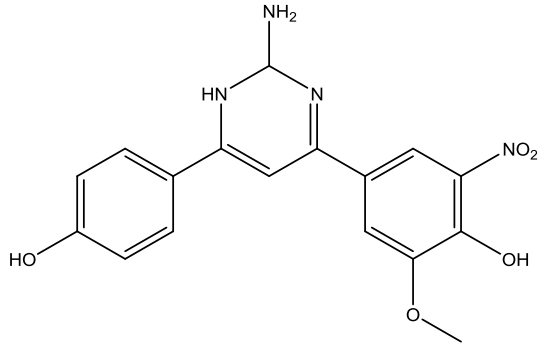



**المشتق رقم (19)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-11) من (0.472gm) من المشتق رقم (11) و (0.099gm) من malonnitrile لمدة 12 ساعة .تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 97% ، علماً أن$R_f$ = 0.53 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 228.

**12-3-2 : تحضير المشتق رقم (20) [147] :**

**4-(2-amino-6-(4-hydroxyphenyl)-1,2-dihydropyrimidin-4-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**

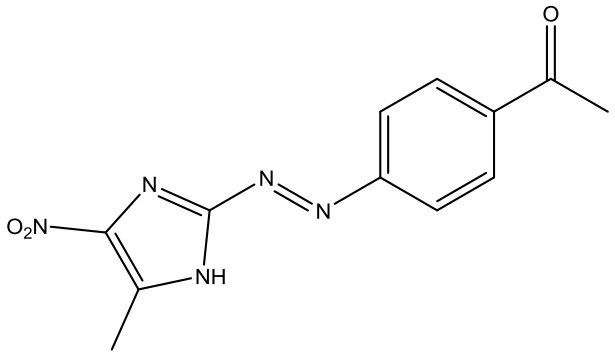



**المشتق رقم (20)**

اذيب ( 0.0015 مول ) من المشتق رقم (11 ) في ( 30 مل ) من الايثانول المطلق في دورق دائري مع التحريك المستمر بواسطه محرك مغناطيسي لحين اكمال عملية الاذابة ، ثم اضيف ( 0.0015 مول ) من Guanidine hydrochloride و ( 5 مل ) من محلول هيدروكسيد الصوديوم. ثم صعد مزيج التفاعل لمدة ( 14 ساعة ) ،ثم جمع الراسب بعد ترشيحه وجفف واعادة بلورته بالايثانول المطلق. تمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ).تم الحصول على راسب برتقالي غامق اللون بنسبة 89% ، علماً أن$R_f$ = 0.5 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 156.

**13-3-2 : تحضير المشتق رقم (21) [148]:**

**1-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl)diazenyl)phenyl)ethan-1-one**




**المشتق رقم (21)**

يتم تحضير المركب رقم ( 21 ) بخطوتين :

أ- تحضيرملح الديازونيوم :

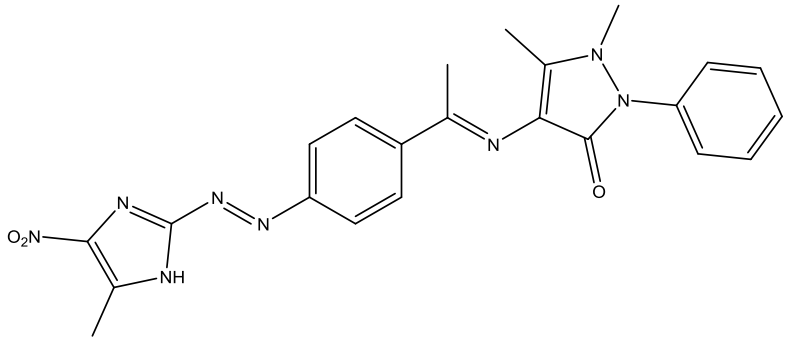
اخذ ( 0.0073 مول ) من p-aminoacetophenon وتم اذابته في ( 40 مل ) من الماء المقطر و ( 4 مل ) من حامض الهايدروكلوريك المركز ، بعد ذلك تم تبريد مزيج التفاعل في حمام ثلجي بدرجة حرارة تتراوح من ( 0 – 5 ) م$^o$ ثم اضافة (3 مل ) من محلول ( 0.0073 مول ) من نتريت الصوديوم بصورة تدريجية مع التحريك المستمر لمدة (20 دقيقة ) وبدرجة حرارة تتراوح من ( 0 – 5 ) م$^o$ .

ب- تحضيرصبغةالازو :

تم اذابة ( 0.0073 مول ) من 4-nitro-5-methylimidazole في ( 50 مل ) من الايثانول المطلق و ( 20 مل ) من ( 5% هيدروكسيد الصوديوم ) ثم اضيف ملح الديازونيوم المتكون في الخطوة الاولى ببطء الى المزيج مع التحريك المستمر وبدرجة حرارة تتراوح من ( 0 – 5 ) م$^o$ ولمدة ساعة واحدة، ثم عادل المزيج باضافة حامض الهيدروكلوريك المخفف، وترك المحلول إلى اليوم التالي ورشح الراسب وغسل بالماء المقطر لعدة مرات واعيدت بلورته بالايثانول المطلق.تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 60% ، علماً أن$R_f$ = 0.6 ودرجة انصهارة =$^O$C 71.

**14-3-2 : تحضير المشتق رقم (22) :**

**1,5-dimethyl-4-(((E)-1-(4-((E)-(5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2 yl)diazenyl)phenyl)ethylidene)amino)-2-phenyl-1,2-dihydro-3H-pyrazol-3-one**

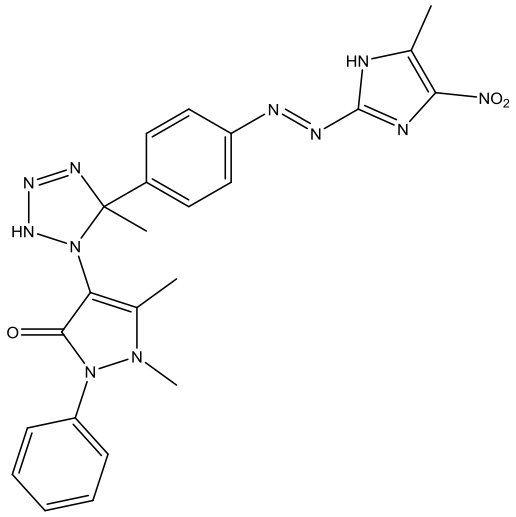


**المشتق رقم (22)**

تم مزج كميات مولية متساوية ( 0.002 مول ) من المشتق رقم (21)مع ( 0.002 مول ) من 4-aminoantipyrine في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي يحتوي على 30 مل ايثانول مطلق ، ثم اضيف الى المزيج ثلاثة قطرات من حامض الخليك الثلجي وصعد المزيج لمدة 6 ساعات ، بعدها تم تبريد مزيج التفاعل واحتفظ به لمدة 24 ساعة ، ورشح الراسب وتم تجفيفه واعادة بلورته بالايثانول المطلق. وتمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) . تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 83% ، علماً أن $R_f = 0.7$ ودرجة انصهارة $^{O}C$= 78.

**15-3-2 : تحضير المشتق رقم (23) :**

**1,5-dimethyl-4-(5-methyl-5-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl) diazenyl) phenyl)-2,5-dihydro-1H-tetrazol-1-yl) -2-phenyl-1,2-dihydro-3H-Pyrazol -3- one**



**المشتق رقم (23)**

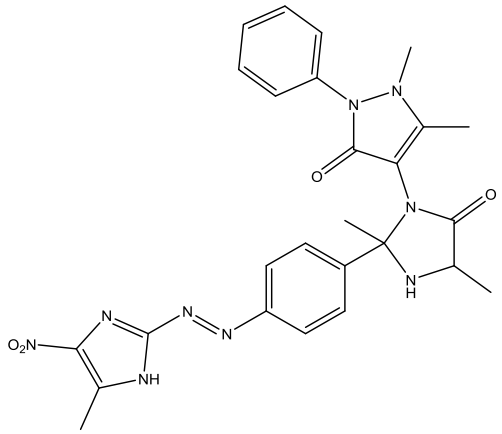
تم اذابة ( 0.0006 مول ) من المشتق رقم (22) في ( 20 مل ) من 1,4- دايوكسان في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، ثم مزجها مع ( 0.0006 مول ) من sodium azide ، بعد ذلك تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة 48 ساعة وبدرجة حرارة 55 م$^{o}$ ، ثم رشح الراسب وتم غسله وتجفيفه واعادة بلورته بالايثانول المطلق. وتمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على راسب بني غامق اللون بنسبة 93% ، علماً أن$R_f$ = 0.5 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 94.

**2-3-16: الطريقة العامة لتحضير المشتقات (24 و 25 ):**

تم مزج (0.0006 مول ) من المركب رقم (2) المذابة في ( 15 مل ) من THF مع ( 0.0006 مول ) من الاحماض الامينية في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، ثم تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة 48 ساعة ، بعد ذلك برد مزيج التفاعل وتمت اعادة بلورته بالايثانول المطلق.توبع التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .

**2-3-16-1: تحضير المشتق رقم (24):**

**(E)-4-(2,4-dimethyl-2-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2 yl)diazenyl) phenyl)-5-oxoimidazolidin-1-yl)-1,5-dimethyl-2-phenyl-1,2-dihydro-3H-pyrazol-3-one**

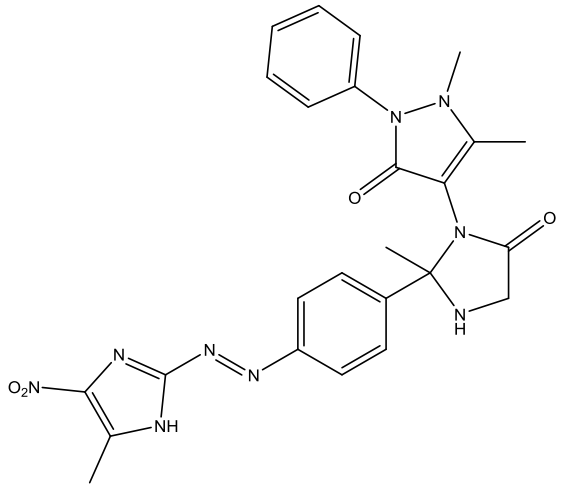



**المشتق رقم (24)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-16) من (0.275gm) من المشتق رقم (22) و (0.053gm) من الانين لمدة 48 ساعة. تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 87% ، علماً أن $R_f$ = 0.76 ودرجة انصهاره =$^{O}$C 99.

**2-3-16-2: تحضير المشتق رقم (25):**

**(E)-1,5-dimethyl-4-(2-methyl-2-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl)diazenyl)phenyl)-5-oxoimidazolidin-1-yl)-2-phenyl-1,2-dihydro-3H-pyrazol-3-one**

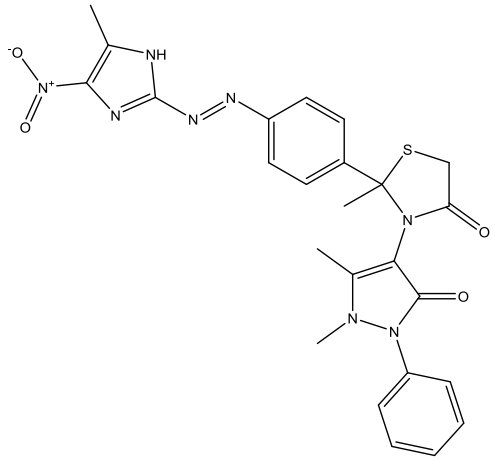


**المشتق رقم (25)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-16) من (0.275gm) من المشتق رقم (22) و (0.045gm) من الكلايسين لمدة 48 ساعة. تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 90% ، علماً أن$R_f$ = 0.53 ودرجة انصهاره =$^{O}$C 89.

**2-3-17 : تحضير المشتق رقم (26) :**

**(E)-3-(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1H-pyrazol-4-yl)-2 methyl-2-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2 yl)diazenyl)phenyl)thiazolidin-4-one**

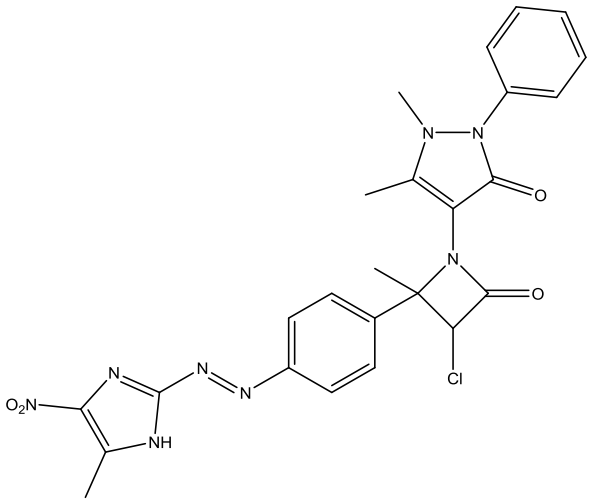


**المشتق رقم (26)**

تم اضافة ( 0.0006 مول ) من thioglycolic acid الى ( 0.0006 مول ) من المركب رقم (22 ) المذابة في (20 مل ) من 1,4-dioxane في دورق دائري مع التحريك المستمر ، ثم اضيف الى المزيج ( 0.5 غم ) من anhydrous zinc chloride مع التحريك بعد ذلك صعد مزيج التفاعل لمدة ( 16 ساعة ) ثم برد مزيج التفاعل وترك لمدة 24 ساعة ، ورشح الراسب وتم تجفيفه واعادة بلورته بالايثانول المطلق. وتمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 94% ، علماً أن$R_f$ = 0.8 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 105.

**18-3-2 : تحضير المشتق رقم (27) :**

**4-(3-chloro-2-methyl-2-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl) diazenyl) phenyl)-4-oxoazetidin-1-yl)-1,5-dimethyl-2-phenyl-1,2-dihydro-3H pyrazol 3-one**




**المشتق رقم (27)**

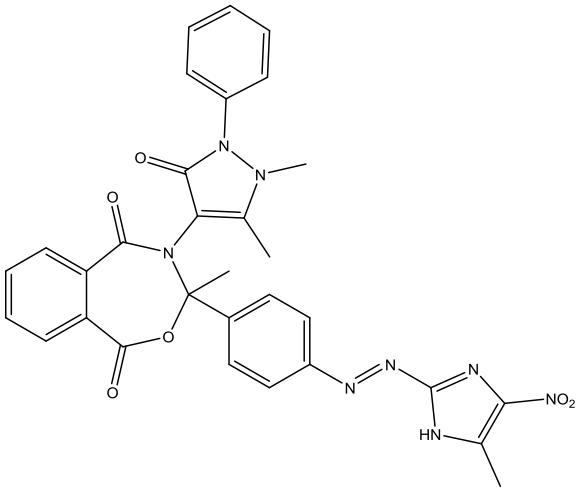
اضيف ببطء (0.00018 مول ) من chloroacetylchloride الى محلول مكون من ( 0.0003 مول ) من triethylamine و (0.0006 مول ) من المشتق رقم (22) في ( 20 مل ) من 1,4-dioxane في درجة حرارة ( 10 م$^{o}$ ) ثم ترك مزيج التفاعل مع التحريك لمدة ( 12 ساعة ). بعد ذلك تم ترشيح الراسب واعادة بلورته بالايثانول المطلق.توبع التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 70% ، علماً أن$R_f$ = 0.43 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 120

**2-3-19 : الطريقة العامة لتحضير المشتقات ( 28 ، 29 ، 30 ):**

في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، اذيب (0.0006 مول) من المشتق رقم ( 22 ) في ( 20 مل ) من 1,4-dioxane مع (0.0006 مول) من ( phthalic , maleic , succinic anhydride ) ، بعدها تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة ( 28 ساعة ) ، ثم رشح الراسب واعادة بلورته بالايثانول المطلق.تمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .

**2-3-19-1 : تحضير المشتق رقم ( 28 ) :**

**(E)-4-(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1H-pyrazol-4-yl)-3 methyl-3-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl)diazenyl)phenyl)-3,4 dihydrobenzo[e][1,3]oxazepine-1,5-dione**

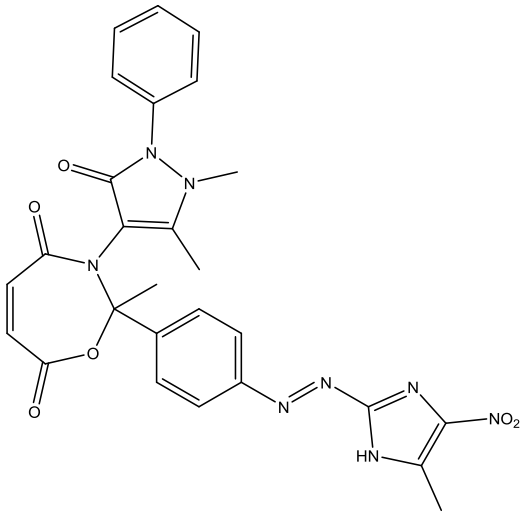



**المشتق رقم ( 28 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-19) من (0.275gm) من المشتق رقم (22) و (0.088gm) من phthalic anhydride لمدة 28 ساعة .تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 65% ، علماً أن$R_f$ = 0.5 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 65.

**2-3-19-2 : تحضير المشتق رقم ( 29 )**

**(E)-3-(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1H-pyrazol-4-yl)-2-methyl-2-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2 yl)diazenyl)phenyl)-2,3-dihydro-1,3-oxazepine-4,7-dione**

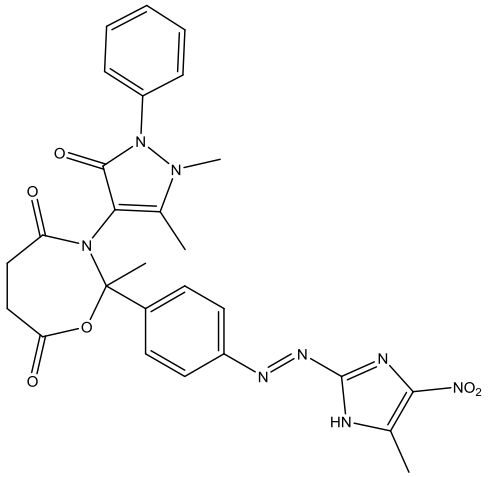


**المشتق رقم ( 29 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-19) من (0.275gm) من المشتق رقم (22) و (0.058gm) من maleic anhydride لمدة 28 ساعة .تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 62% ، علماً أن$R_f$ = 0.3 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 138.

**2-3-19-3 : تحضير المشتق رقم ( 30 )**

**(E)-3-(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1H-pyrazol-4-yl)-2-methyl-2-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl)diazenyl)phenyl)-1,3-oxazepane-4,7-dione**

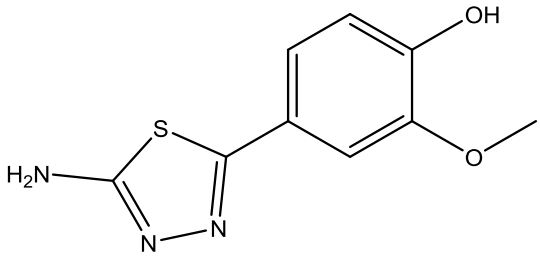


**المشتق رقم ( 30 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-19) من (0.275gm) من المشتق رقم (22) و (0.06gm) من succinic anhydride لمدة 28 ساعة .تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 78% ، علماً أن$R_f$ = 0.5 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 174.

**2-3-20 : تحضير المشتق رقم (31) [149] :**

**4-(5-amino-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-2-methoxyphenol**

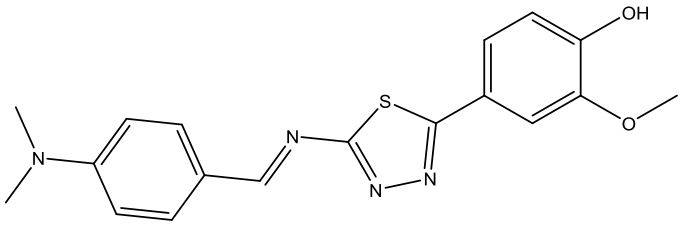



**المشتق رقم (31)**

في دورق دائري ذوي فتحتين ومزود بمحرك مغناطيسي ومكثف تم وضع ( 0.0059 مول ) كل من vanillic acid و thiosemicarbazide واذيبت في ( 8 مل ) من phosphorous oxychloride مع التحريك المستمر لمدة ( 3 ساعات ) ، بعد ذلك ترك المزيج ليبرد ثم تمت اضافة ( 40 مل ) من الماء المقطر ببطء وبصورة تدريجية وبعد اكمال عملية الاضافة صعد المزيج لمدة ( 4 ساعات ) ثم رشح المزيج وعومل الراشح بمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم حتى يصبح المحلول متعادل ثم جمع الراسب بعد ترشيحه وغسله بالماء المقطر وجفف واعادة بلورته بالايثانول المطلق. تمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ).تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 80% ، علماً أن$R_f$ = 0.3 ودرجة انصهارة = $248^{O}C$.

**2-3-21 : تحضير المشتق رقم (32) :**

**(E)-4-(5-((4-(dimethylamino)benzylidene)amino)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-2-methoxyphenol**



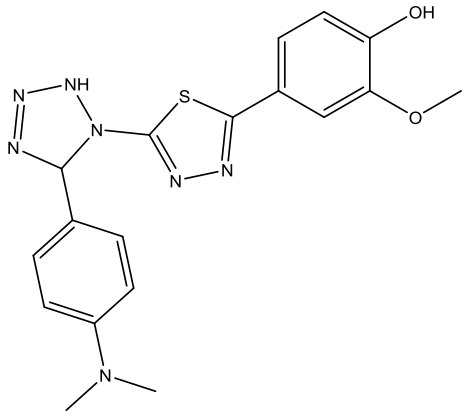

**المشتق رقم (32)**

تم مزج كميات مولية متساوية ( 0.004 مول ) من المشتق رقم (31)مع ( 0.004 مول ) من N,N-dimethylbenzaldehyde في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي يحتوي على 30 مل ايثانول مطلق ، ثم اضيف الى المزيج ثلاثة قطرات من حامض الخليك الثلجي وصعد المزيج لمدة 6 ساعات ، بعدها تم تبريد مزيج التفاعل واحتفظ به لمدة 24 ساعة ، ورشح الراسب وتم غسله وتجفيفه

واعادة بلورته بالايثانول المطلق. وتمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) . تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 60% ، علماً أن$R_f$ = 0.66 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 79.

**22-3-2 : تحضير المشتق رقم (33) :**

**4-(5-(5-(4-(dimethylamino)phenyl)-2,5-dihydro-1H-tetrazol-1-yl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-2-methoxyphenol**




**المشتق رقم (33)**

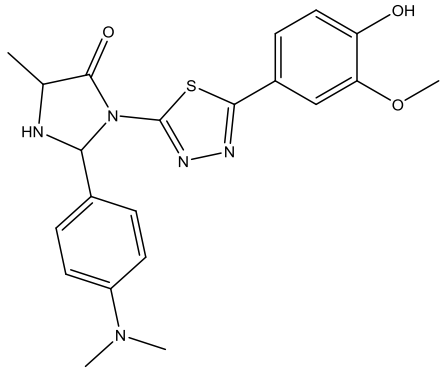
تم اذابة ( 0.0014 مول ) من المشتق رقم (32) في ( 20 مل ) من 1,4- دايوكسان في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، ثم مزجها مع ( 0.0014 مول ) من sodium azide ، بعد ذلك تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة 48 ساعة وبدرجة حرارة 55 م$^{o}$ ، ثم رشح الراسب وتم غسله وتجفيفه واعادة بلورته بالايثانول المطلق. وتمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 81% ، علماً أن$R_f$ = 0.3 ودرجة انصهارة = 163 $^{O}$C.

**23-3-2: الطريقة العامة لتحضير المشتقات (34 و 35 ):**

تم مزج (0.0014 مول ) من المركب رقم (32) المذابة في ( 15 مل ) من THF مع ( 0.0014 مول ) من الاحماض الامينية في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، ثم تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة 48 ساعة ، بعد ذلك برد مزيج التفاعل وتمت اعادة بلورته بالايثانول المطلق.توبع التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .

**2-3-23-1: تحضير المشتق رقم (34):**

**2-(4-(dimethylamino)phenyl)-3-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-5-methylimidazolidin-4-one**

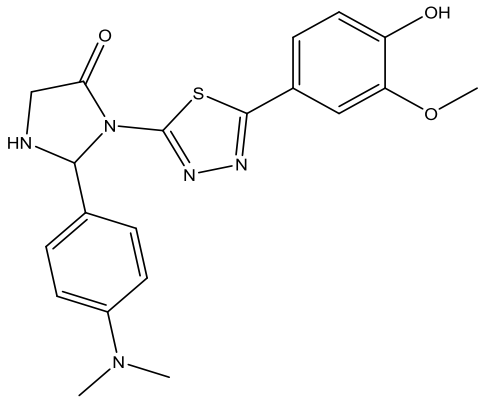



**المشتق رقم (34)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-23) من (0.496gm) من المشتق رقم (32) و (0.124gm) من alanineلمدة 48 ساعة. تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 85% ، علماً أن $Rf = 0.6$ ودرجة انصهاره = $258\ ^{O}C$.

**2-3-23-2: تحضير المشتق رقم (35):**

**2-(4-(dimethylamino)phenyl)-3-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)imidazolidin-4-one**

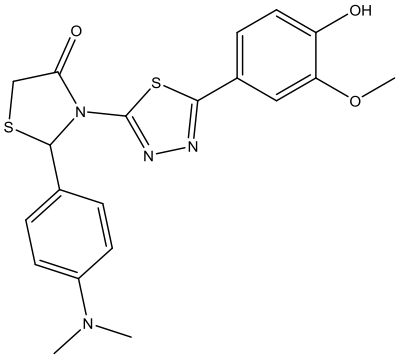



**المشتق رقم (35)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-23) من (0.496gm) من المشتق رقم (32) و (0.105gm) من glycineلمدة 48 ساعة. تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 88% ، علماً أن$R_f = 0.7$ ودرجة انصهاره = $213\ ^{O}C$.

**24-3-2 : تحضير المشتق رقم (36) :**

**2-(4-(dimethylamino)phenyl)-3-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)thiazolidin-4-one**

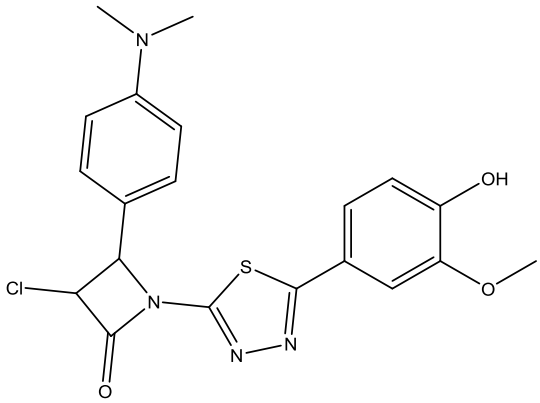



**المشتق رقم (36)**

تم اضافة ( 0.0014 مول ) من thioglycolic acid الى ( 0.0014 مول ) من المركب رقم (32 ) المذابة في (20 مل ) من 1,4-dioxane في دورق دائري مع التحريك المستمر ، ثم اضيف الى المزيج ( 0,5 غم ) من anhydrous zinc chloride مع التحريك بعد ذلك صعد مزيج التفاعل لمدة ( 16 ساعة ) ثم برد مزيج التفاعل وترك لمدة 24 ساعة ، ورشح الراسب وتم غسله وتجفيفه واعادة بلورته بالايثانول المطلق. وتمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على راسب اخضر غامق اللون بنسبة 90% ، علماً أن$R_f$ = 0.4 ودرجة انصهارة = $^{O}C$ 171.

**25-3-2 : تحضير المشتق رقم (37) :**

**3-chloro-4-(4-(dimethylamino)phenyl)-1-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)azetidin-2-one**




**المشتق رقم (37)**

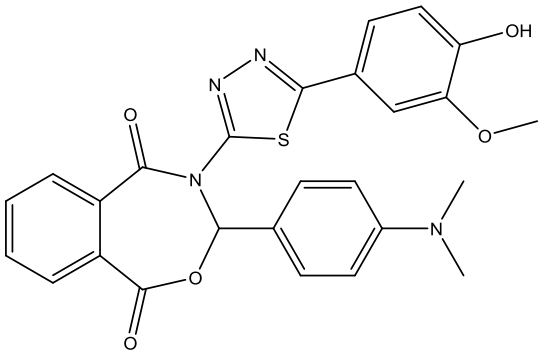
اضيف ببطء (0.0012 مول ) من chloroacetylchloride الى محلول مكون من (0.003 مول ) من triethylamine و (0.0014 مول ) من المشتق رقم (32) في ( 20 مل ) من 1,4-dioxane في درجة حرارة ( 10 م$^{o}$ ) ثم ترك مزيج التفاعل مع التحريك لمدة ( 12 ساعة ). بعد ذلك تم ترشيح الراسب واعادة بلورته بالايثانول المطلق.توبع التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على راسب بني غامق اللون بنسبة 77% ، علماً أن$R_f$ = 0.35 ودرجة انصهارة = 183 $^{O}$C

**2-3-26 : الطريقة العامة لتحضير المشتقات ( 38 ، 39 ، 40 ):**

في دورق دائري مزود بمجرك مغناطيسي ومكثف ، اذيب (0.0014 مول) من المشتق رقم ( 32 ) في ( 20 مل ) من 1,4-dioxane مع (0.0014 مول) من ( phthalic , maleic , succinic anhydride ) ، بعدها تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة ( 28 ساعة ) ، ثم رشح الراسب واعادة بلورته بالايثانول المطلق.تمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .

**2-3-26-1 : تحضير المشتق رقم ( 38 ) :**

**3-(4-(dimethylamino)phenyl)-4-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-3,4-dihydrobenzo[e][1,3]oxazepine-1,5-dione**

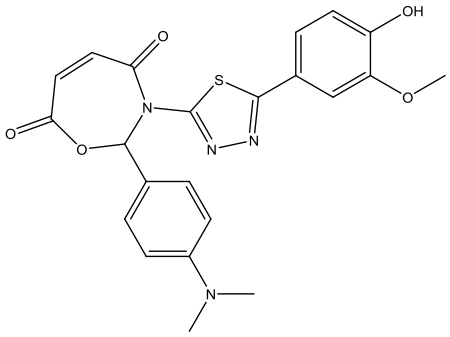



**المشتق رقم ( 38 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-26) من (0.496gm) من المشتق رقم (32) و (0.207gm) من phthalic anhydride لمدة 28 ساعة .تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 70% ، علماً أن$R_f$ = 0.43 ودرجة انصهارة = 245 $^{O}$C.

**2-3-26-2 : تحضير المشتق رقم ( 39 )**

**2-(4-(dimethylamino)phenyl)-3-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-2,3-dihydro-1,3-oxazepine-4,7-dione**

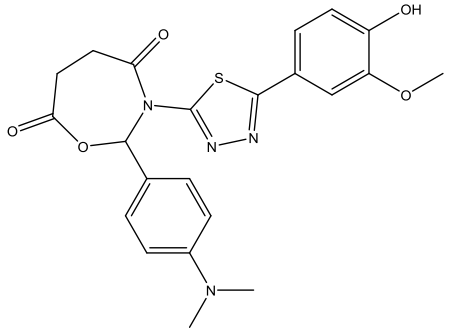


**المشتق رقم ( 39 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-26) من (0.496gm) من المشتق رقم (32) و (0.137gm) من maleic anhydride لمدة 28 ساعة .تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 69% ، علماً أن$R_f$ = 0.4 ودرجة انصهارة = $^{O}C$ 194.

**2-3-26-3 : تحضير المشتق رقم ( 40 )**

**2-(4-(dimethylamino)phenyl)-3-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-1,3-oxazepane-4,7-dione**

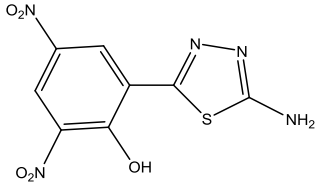


**المشتق رقم ( 40 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-26) من (0.496gm) من المشتق رقم (32) و (0.14gm) من succinic anhydride لمدة 28 ساعة .تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 81% ، علماً أن$R_f$ = 0.33 ودرجة انصهارة = $^{O}C$ 151.

**2-3-27 : تحضير المشتق رقم (41) :**

**2-(5-amino-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-4,6-dinitrophenol**

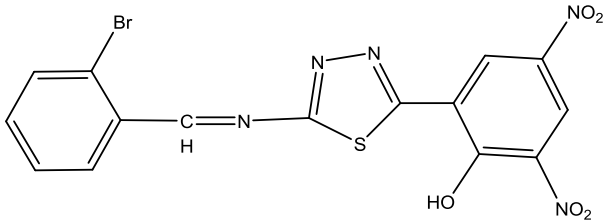


**المشتق رقم (41)**

في دورق دائري ذوي فتحتين ومزود بمحرك مغناطيسي ومكثف تم وضع ( 0.0043 مول ) كل من 3,5-dinitrosalicylicacid و thiosemicarbazide واذيبت في ( 8 مل ) من phosphorous oxychloride مع التحريك المستمر لمدة ( 3 ساعات ) ، بعد ذلك ترك المزيج ليبرد ثم تمت اضافة ( 40 مل ) من الماء المقطر ببطء وبصورة تدريجية وبعد اكمال عملية الاضافة صعد المزيج لمدة ( 4 ساعات ) ثم رشح المزيج وعومل الراشح بحلول هيدروكسيد البوتاسيوم حتى يصبح المحلول متعادل ثم جمع الراسب بعدة ترشيحة وغسله بالماء المقطر وجفف واعادة بلورته بالايثانول المطلق. تمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ).تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 85% ، علماً أن$R_f$ = 0.38 ودرجة انصهارة =258 $^{O}$C.

**2-3-28 : تحضير المشتق رقم (42) :**

**2-(5-((2-bromobenzylidene)amino)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-4,6-dinitrophenol**

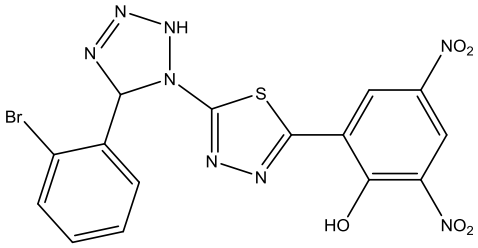



**المشتق رقم (42)**

تم مزج كميات مولية متساوية ( 0.0035 مول ) من المشتق رقم (41)مع ( 0.0035 مول ) من 2- Bromobenzaldehyde في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي يحتوي على 30 مل ايثانول مطلق ، ثم اضيف الى المزيج ثلاثة قطرات من حامض الخليك الثلجي وصعد المزيج لمدة 6 ساعات ، بعدها تم تبريد مزيج التفاعل واحتفظ به لمدة 24 ساعة ، ورشح الراسب وتم غسله وتجفيفه واعادة بلورته بالايثانول المطلق. وتمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) . تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 80% ، علماً أن$R_f$ = 0.57 ودرجة انصهارة =230 $^{O}$C.

**2-3-29 : تحضير المشتق رقم (43) :**

**2-(5-(5-(2-bromophenyl)-2,5-dihydro-1H-tetrazol-1-yl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-4,6-dinitrophenol**




**المشتق رقم (43)**

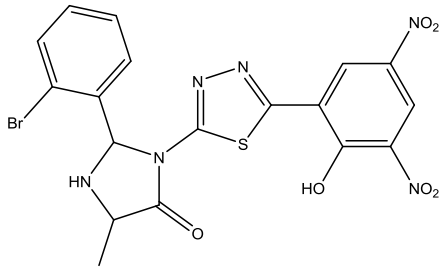
تم اذابة ( 0.0011 مول ) من المشتق رقم (42) في ( 20 مل ) من 1,4- دايوكسان في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، ثم مزجها مع ( 0.0011 مول ) من sodium azide ، بعد ذلك تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة 48 ساعة وبدرجة حرارة 55 م$^{o}$ ، ثم رشح الراسب وتم غسله وتجفيفه واعادة بلورته بالايثانول المطلق. وتمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على راسب بني اللون بنسبة 78% ، علماً أن$R_f$ = 0.54 ودرجة انصهارة = $^{O}$C 141.

**2-3-30: الطريقة العامة لتحضير المشتقات (44 و 45 ):**

تم مزج (0.0011 مول ) من المركب رقم (32) المذابة في ( 15 مل ) من THF مع ( 0.0011 مول ) من الاحماض الامينية في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، ثم تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة 48 ساعة ، بعد ذلك برد مزيج التفاعل وتمت اعادة بلورته بالايثانول المطلق.توبع التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة (1 : 4).

**2-3-30-1: تحضير المشتق رقم (44):**

**2-(2-bromophenyl)-3-(5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-5-methylimidazolidin-4-one**

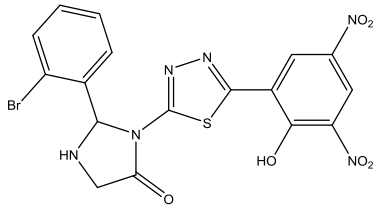



**المشتق رقم (44)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة(2-3-30) من (0.495gm) من المشتق رقم (42) و (0.071gm) من alanineلمدة 48 ساعة. تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 84% ، علماً أن$R_f$ = 0.7 ودرجة انصهاره = $^{O}$C 225.

**2-3-30-2: تحضير المشتق رقم (45):**

**2-(2-bromophenyl)-3-(5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)imidazolidin-4-one**

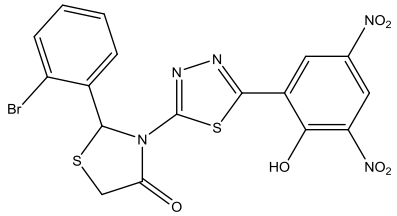



**المشتق رقم (45)**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-30) من (0.495gm) من المشتق رقم (42) و (0.082gm) من glycine لمدة 48 ساعة. تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 78% ، علماً أن$R_f$ = 0.66 ودرجة انصهاره = $^{O}$C 204.

**2-3-31 : تحضير المشتق رقم (46) :**

**2-(2-bromophenyl)-3-(5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)thiazolidin-4-one**

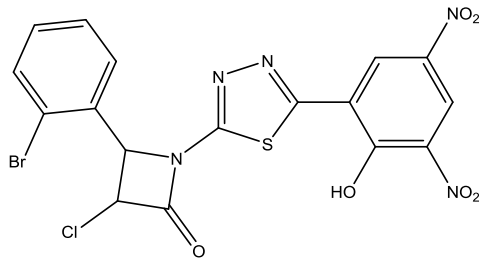



**المشتق رقم (46)**

تم اضافة ( 0.0011 مول ) من thioglycolic acid الى ( 0.0011 مول ) من المركب رقم (42 ) المذابة في (20 مل ) من 1,4-dioxane في دورق دائري مع التحريك المستمر ، ثم اضيف الى المزيج ( 0,5 غم ) من anhydrous zinc chloride مع التحريك بعد ذلك صعد مزيج التفاعل لمدة ( 16 ساعة ) ثم برد مزيج التفاعل وترك لمدة 24 ساعة ، ورشح الراسب وتم غسله وتجفيفه واعادة بلورته بالايثانول المطلق. وتمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على راسب احمر اللون بنسبة 75% ، علماً أن$R_f$ = 0.33 ودرجة انصهارة = $^{O}$C 101.

**2-3-32 : تحضير المشتق رقم (47) :**

**4-(2-bromophenyl)-3-chloro-1-(5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)azetidin-2-one**




**المشتق رقم (47)**

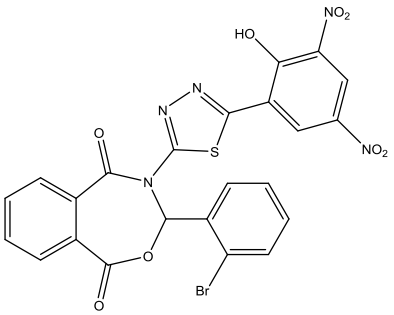
اضيف ببطء (0.00012 مول ) من chloroacetylchloride الى محلول مكون من (0.0003مول ) من triethylamine و (0.0011مول ) من المشتق رقم (42) في ( 20 مل ) من 1,4-dioxane في درجة حرارة ( 10 م$^{o}$ ) ثم ترك مزيج التفاعل مع التحريك لمدة ( 12 ساعة ). بعد ذلك تم ترشيح الراسب واعادة بلورته بالايثانول المطلق.توبع التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .تم الحصول على راسب بني غامق اللون بنسبة 88% ، علماً أن$R_f$ = 0.35 ودرجة انصهارة = 117 $^{O}$C

**2-3-33 : الطريقة العامة لتحضير المشتقات ( 48 ، 49 ، 50 ):**

في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف ، اذيب (0.0011 مول) من المشتق رقم ( 42 ) في ( 20 مل ) من 1,4-dioxane مع (0.0011 مول) من ( phthalic , maleic , succinic anhydride ) ، بعدها تم تصعيد مزيج التفاعل لمدة ( 28 ساعة ) ، ثم رشح الراسب واعادة بلورته بالايثانول المطلق.تمت متابعة التفاعل بتقنية كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة ( TLC ) باستخدام الطور المتحرك ( ميثانول : بنزين ) بنسبة ( 1 : 4 ) .

**2-3-33-1 : تحضير المشتق رقم ( 48 ) :**

**3-(2-bromophenyl)-4-(5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-3,4-dihydrobenzo[e][1,3]oxazepine-1,5-dione**

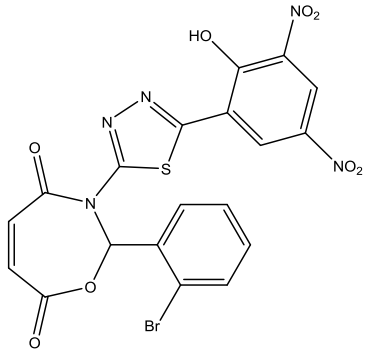



**المشتق رقم (48 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-33) من (0.495gm) من المشتق رقم (42) و (0.163gm) من phthalic anhydride لمدة 28 ساعة .تم الحصول على راسب اصفر فاتح اللون بنسبة 90% ، علماً أن$R_f$ = 0.52 ودرجة انصهارة =$^{O}$C 238.

**2-3-33-3-2 : تحضير المشتق رقم ( 49 )**

**2-(2-bromophenyl)-3-(5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-2,3-dihydro-1,3-oxazepine-4,7-dione**

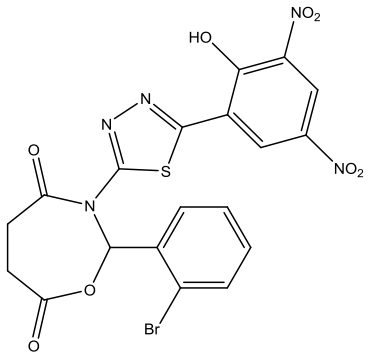



**المشتق رقم ( 49 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-33) من (0.495gm) من المشتق رقم (42) و (0.107gm) من maleic anhydride لمدة 28 ساعة .تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 77% ، علماً أن$R_f$ = 0.44 ودرجة انصهارة = $^{O}$C 222.

**3-3-33-3-2 : تحضير المشتق رقم ( 50 )**

**2-(2-bromophenyl)-3-(5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-1,3-oxazepane-4,7-dione**




**المشتق رقم ( 50 )**

تم تحضير هذا المشتق بحسب الطريقة العامة (2-3-33) من (0.495gm) من المشتق رقم (42) و (0.14gm) من succinic anhydride لمدة 28 ساعة .تم الحصول على راسب اصفر اللون بنسبة 88% ، علماً أن$R_f$ = 0.61 ودرجة انصهارة = $^{O}C$ 217.

**2-4: دراسة الفعالية الحيوية : Study of the Biological activity**

تم دراسة الفعالية الحيوية لجميع المركبات المحضرة (1-50) حيث تضمنت هذه الدراسة استخدام صنفين من البكتريا المرضية المعزولة والمشخصة مختبرياً باستخدام الاختبارات الكيموحياتية والمجهرية وتتضمن نوعين مختلفين من البكتريا الموجبة لصبغة كرام (*Staphylococcus aureus*) والسالبة لصبغة كرام ( *Eschershia Coli*) وتعد هذه العزلات من المسببات المرضية لكثير من الأمراض .

**2-4-1 : تحضير الوسط الزرعي Mueller – Hinton agar [150].**

تم تحضير وسط أكار مولر هنتون الزرعي (Mueller-Hinton agar) على وفق تعليمات الشركة المجهزة له ، حيث أذيب 38 غراماً من مسحوق الوسط الزرعي في دورق مخروطي في لتر واحد بعدها تم تسخين المحلول حتى الذوبان الاكار، بعد ذلك وضع الوسط الزرعي في جهاز (Autoclave) وبدرجة حرارة (121) مْ لتعقيمه ولمدة (15 دقيقة ) ، وتحت ضغط 15 باوند / إنج ، بعد تبريد الوسط تم صبه في اطباق معقمة (Petri dish) بمعدل ( 15 - 20 ) مللتر للطبق الواحد تم تُرك ليتصلب بعدها وضعت الاطباق في الحاضنة لمدة (24) ساعة وبدرجة حرارة (37) مْ .

**2-4-2: تحضير المحاليل: Preparation of solution**

حضرت محاليل لجميع المركبات المحضرة بأخذ 0.02 غرام من كل مركب والمراد معرفة فعاليته الحيوية وأذابتها في مذيب DMSO في حجم 5 مل .

**2-4-3: طريقة المعالجة: Processing Method [151]**

تم نشر البكتريا على الوسط الزراعي المغذي في الاطباق بأستخدام (Loopful) تم عمل حفر في هذه الاطباق بوساطة الثاقب الفليني (Cork-borer) الذي تم تعقيمه بالكحول ، ثم أضيفت المحاليل المحضرة داخل الحفر بإستخدام (Micropipette) تبع ذلك وضع الاطباق لمدة (24)ساعة في الحاضنة بدرجة حرارة ($37^0C$) قيس بعدها مقدار التثبيط(Inhibition Zone) للمركبات قيد الدراسة باستعمال مسطرة ملمترية.

**(5-2) مسح المركبات المحضرة الجديدة ضد مرض سرطان الحنجرة [152].**

**(1-5-2)تهيئة خط الخلايا السرطانية :**

تم تجهيزوزراعة خط خلايا سرطان الحنجرة Hep-2 في وحدة بحوث السرطان في كلية طب بابل وتحت ظروف معقمة، أجريت خطوات الزرع النسيجي الآتية :

تم تفريغ وعاء الزرع النسيجي الحاوي على الخلايا السرطانية من الوسط الزرعي المستهلك RPMI Media1640، وغُسل بواسطة محلول دارىء الفوسفات المتعادل وأُزيل مباشرة وبعدها اضيف 1.5 مليليترمن محلول تربسين-EDTA وضع الوعاء في الحاضنة بدرجة حرارة 30 م$^0$ ولمدة 2-5 دقائق ، وبعدها إخرج الوعاء من الحاضنة وأجريت عليه ضربات خفيفة باليد على جانبه لأجل تسهيل تفكيك الخلايا إلى خلايا منفردة .وبعد ذلك أُضيف له الوسط الزرعي الحاوي على نسبة 10 % من مصل العجل ألبقري وبمقدار 20 ملي لترا مع إحداث حركة دورانية بسيطة لأجل إزالة اكبر كمية من الخلايا الموجودة في الوعاء وبعدها سكبت في وعاء زجاجي معقم وتمت مجانسة الخلايا بسحبها ونبذها بهدوء بواسطة ماصة معقمة.

جهزت أطباق الزرع النسيجي الخاصة Microtitter plates المعقمة والحاوية على 96 حفرة. قبل البدء بعملية الزرع تم توزيع الخلايا وذلك بسحب كمية 200 مايكرو لتر من الخلايا المجانسه في الوعاء بواسطة مايكروبابيت ووضعت في كل حفرة من حفر طبق الزرع النسيجي وبواقع 3 مكرارت لكل تركيز من التراكيز وبعد الانتهاء من عملية الزرع أرجع الغطاء البلاستيكي للصفيحة المعايرة ثم وضعت في الحاضنة بدرجة حرارة 37 م$^0$حتى نمو والتصاق الخلايا في قاع الحفرة مكونة طبقة احادية من الخلايا بحدود يوم الى يومين وحسب نوع الخلايا.

**(2-5-2)معاملة الخلايا السرطانية بمركب لبعض من المركبات المحضرة (17 ، 23، 36 ، 48 ،33 ):**

بعد أن تم تحضير الخلايا السرطانية المزروعة في أطباق الزرع النسيجي، حضرت محاليل مخففةً من المركبات المحضرة (17 ، 23، 36 ، 48 ، 33 ) ،إذ تمت إذابة 1 ملغرام من المركبات المحضرة في 50 مايكروليتر من محلول Dimethyl sulfoxide ومن ثم اكمال الحجم الى1000 مايكروليتربخلطة مع الوسط الزرعي الخالي من المصل البقري وحضرت من المركبات سلسلة من محاليل مخففه ابتداءا من 500، 250 ، 125 ، 62.5 ، 31.25مايكروغرام/مليلتر. وبعد تحضير المحاليل استخرج الطبق الزرعي الحاوي على الخلايا السرطانية المزروعة في الحفر وفحصت حيوية الخلايا باستخدام المجهر الضوئي المقلوب للتأكد من أن هذه الخلايا جاهزة للمعاملة وفي ظروف معقمة تم رفع الوسط الزرعي القديم وغسلت الحفر الزرعيه لمرة واحدة بمحلول دارىء الفوسفات

المتعادل لازالة بقايا الوسط الزرعي القديم مع الخلايا الميته وبعدها أضيف في كل حفرة 200مايكروليتر من التراكيز المحضرة ( وبمعدل ثلاث مكررات لكل تركيز ) .

تمت إعادة الخطوات السابقة لتحضير تخافيف مجموعة السيطرة الحاوية على تخافيف متسلسله من مذيب ال DMSO وبنفس نسبته التي استعملت في تحضير تراكيز المركبات المحضرة **(17 ، 23، 36 ، 48 ، 33 )** ابتداءا من 50 مايكروليتر في المليليتر الواحد في التركيز الاول مع الوسط الزرعي الخالي من مصل العجل البقري وبمعدل ثلاث مكررات لكل تركيز لمجموعة سيطرة مقارنة مع مجموعة الفحص في التجربة.وبعد الانتهاء من معاملة الطبق الزرعي بالمركبات المحضرة **(17 ، 23، 36 ، 48 ، 33 )** والمذيب، ادخلت إلى الحاضنة (35 م$^0$) لفترة حضن 48 ساعة وبعد انتهاء مدة الحضن أخرجت الأطباق من الحاضنة .

**(3-5-2) تجربة دراسة السمية الخلوية بواسطة صبغة الكريستال البنفسجية:**

بعد رفع الوسط الزرعي الموجود في الحفر، غسلت الحفر المستخدمة بالتجربة ب 200 مليليتر من محلول دارىء الفوسفات المتعادل ومن ثم أضيف كمية 100 مايكرو لتر من صبغة Stain Violet Crystal الجاهزة لكل حفرة من حفر الطبق المستخدمة في التجربة وترك الطبق مع الصبغة لمدة 20 دقيقة في جو الغرفة ومن ثم تم سحب ونبذ الصبغة من الحفروغسل الطبق مباشرة بغمسه عدة مرات بصورة مائلة في وعاء يحتوي على ماء الحنفية بدرجة حرارة الغرفة لحين ازالة الصبغه البنفسجية الزائده ومن ثم تركت الأطباق الزرعيـة لتجف في جو الغرفة. بعد جفاف الصفيحة تمت اضافة 100 مايكروليترمن الكحول المثيلي بنقاوة 99% لكل حفرة من حفر التجربة في صفيحة المعايرة لغرض اذابة الصبغه البنفسجية ومجانستها ومن ثم قرأت الكثافة اللونيه لحفر الصفيحة باستخدام جهاز قارىء الاليزاوعلى طول موجي570نانوميتر لأجل حساب تاثير المركبات المحضرة (17 ، 23، 36 ، 48 ، 33 )على نسبة حيوية الخلايا وقياس نصف التأثير الفعال للمادة في خط خلايا سرطان الحنجرة البشري Hep-2 باستخدام الطرق الاحصائية بواسطة برنامج الاحصاء المتبعة.

# الفصل الثالث

# النتائج والمناقشة

# Results & Discussion

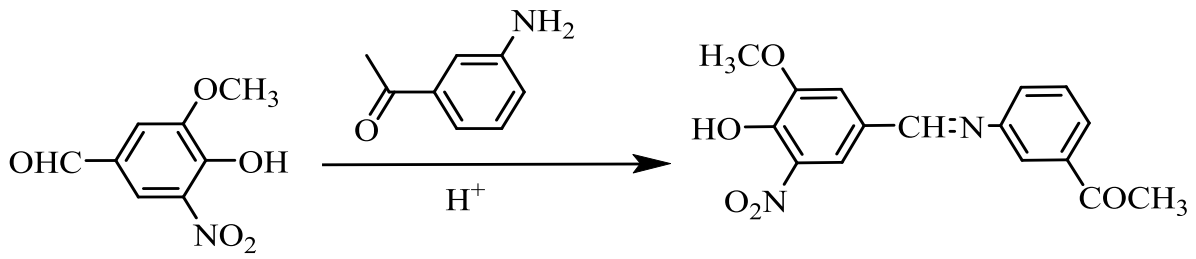
**3 – الفصل الثالث :- النتائج والمناقشة**

**( 3 – 1 ) مدخل لتحضير المشتقات :-** تمت دراسة الخواص الفيزيائية والكيميائية للمركبات المحضرة وتشخيصها بطريقة استخدام بعض الطرائق الطيفية ( طيف الأشعة تحت الحمراء "FTIR" وطيف الرنين النووي المغناطيسي "$^{1}$H-NMR" وطيف الرنين النووي المغناطيسي "$^{13}$C-NMR" فضلاً عن استخدام التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N) وكانت النتائج العملية مطابقة تقريبا للنتائج المحسوبة وفيمايلي تشخيص كامل لهذة المركبات المحضرة.

**(3-1-1) تشخيص المركب (1)**

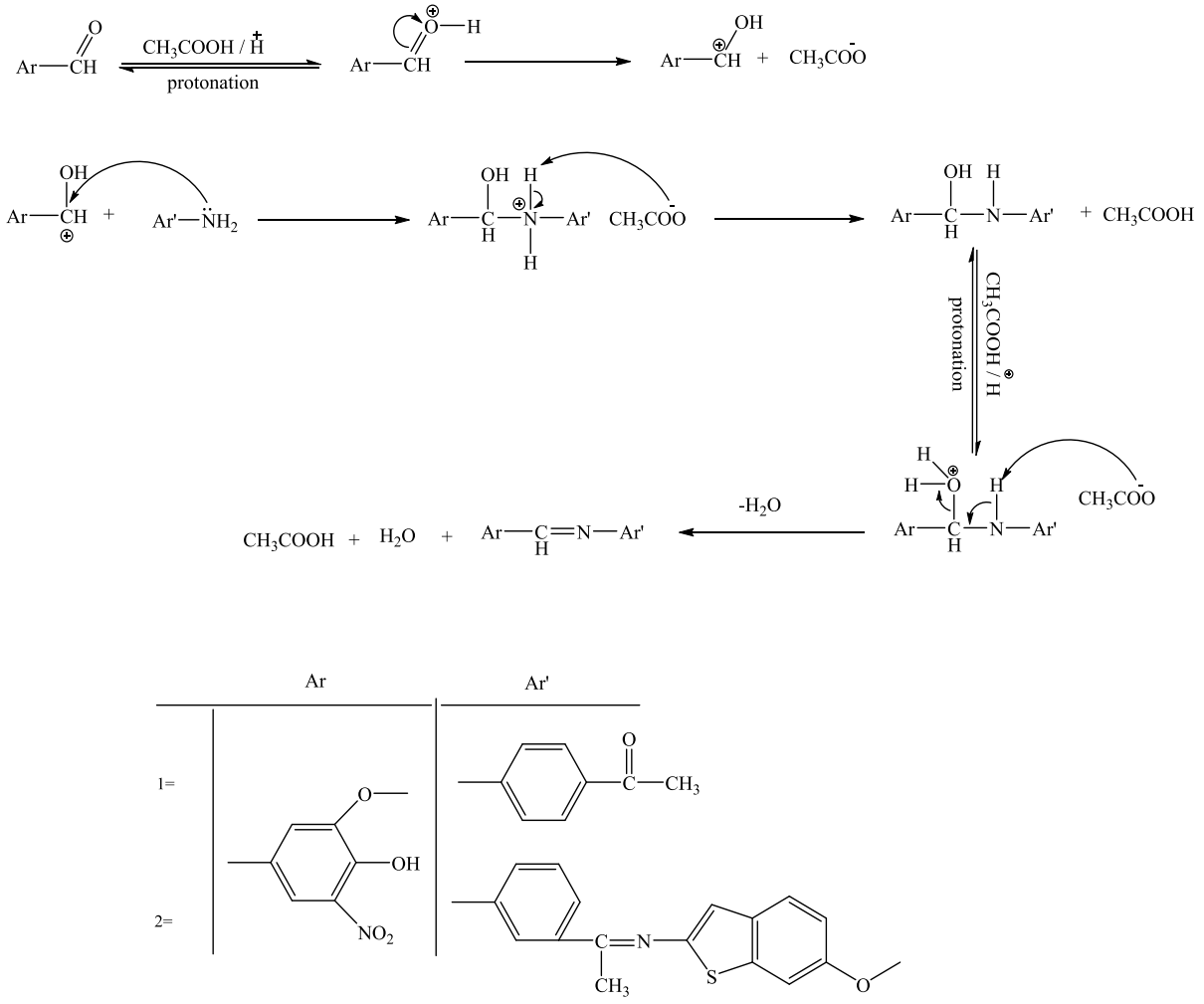
**1-(3-((4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrobenzylidene)amino)phenyl)ethan-1-one**

تحضير المركب (1) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




**المعادلة (3-1) معادله تحضير المركب (1)**

ميكانيكية تحضير المركب (1) [153].

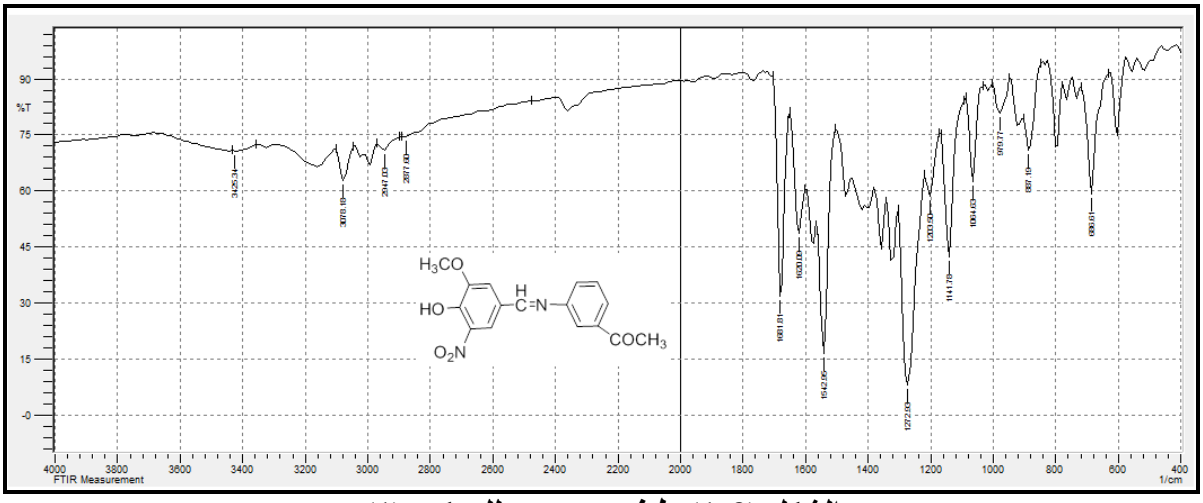



**المخطط ( 3 – 1 ) ميكانيكية تحضير المركب (2,1)**

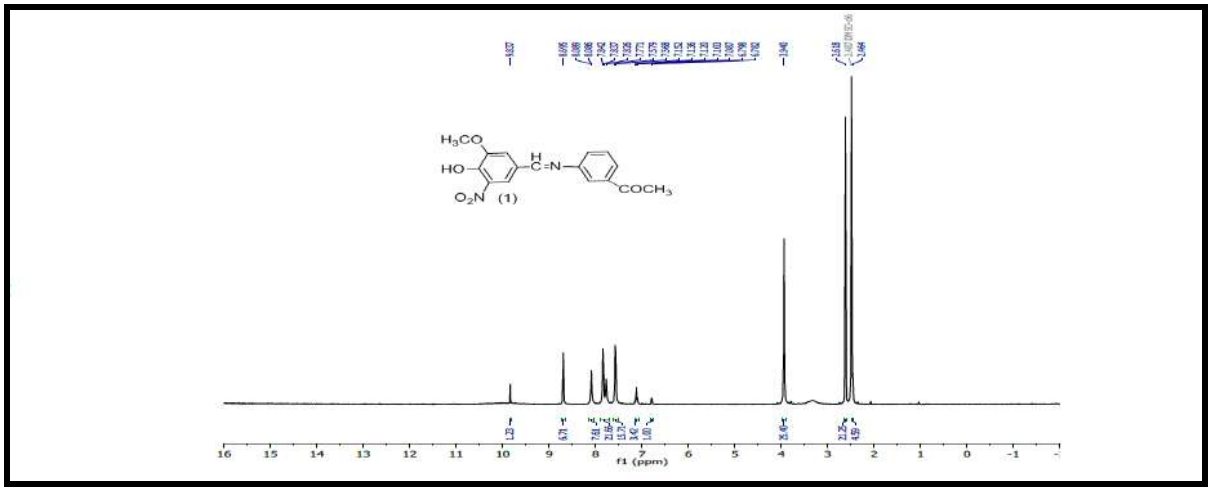
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(1) كما في الشكل ( 3 – 1 ) حزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1681) عائدة إلى مجموعة (C=O ) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ ( 1620) عائدة إلى مجموعة (C=N) وظهور حزمة امتصاص $cm^{-1}$ (1203) لمجموعة (C-O) وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2947.03 , 2877.69) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3078.18) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3325.05) عائدة إلى مجموعة (OH) وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1530,1350) لمجموعة ( $NO_2$).

وتم تشخيص المركب المحضر (1) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR ) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 2 ) إشارة قوية مفردة عند الموقع (δ: 3.9 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($COCH_3$) وإشارة مفردة قوية عند الموقع (δ: 2.6 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) كذلك ظهور إشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.8 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) الفينولية أما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 8.6 ppm) فانها تعود إلى (-CH=N-) ، وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ: 6.7 – 8 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

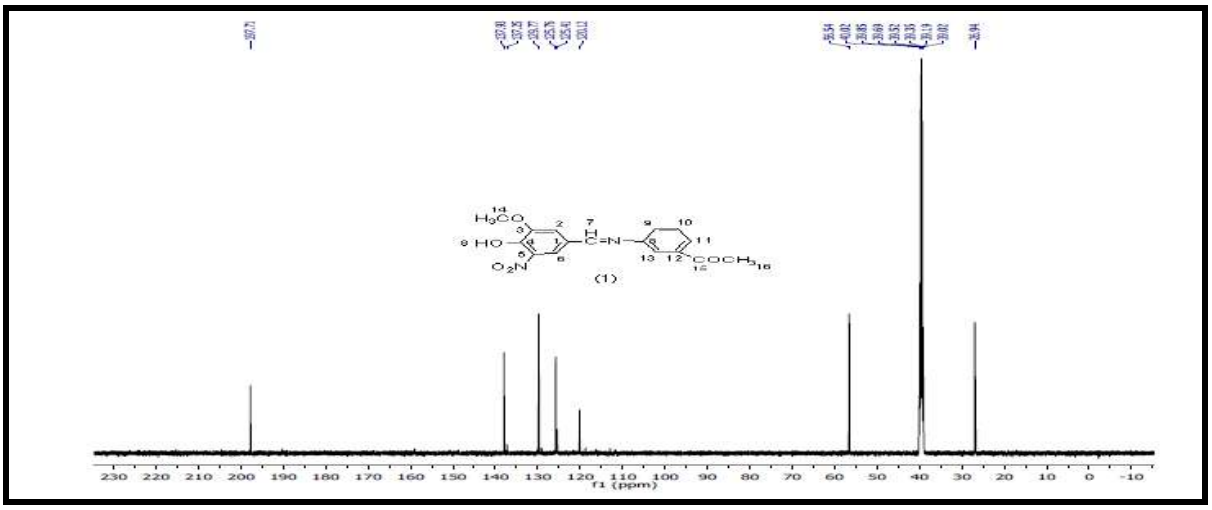
وجرى تشخيص المركب (1) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-3) إشارة عند الموقع δ: 197ppm تعود إلى ( $C_{15}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 26ppm تعود إلى ( $C_{14}$ ) أما الإشارة δ: 56ppm فانها تعود إلى ( $C_{16}$ ) أما الإشارة δ: 37.9ppm فهي لـ ( $C_7$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 137.7 – 105 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 40ppm .




**الشكل (3-1) طيف FT.IR للمركب (1)**




**الشكل (2-3) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (1)**

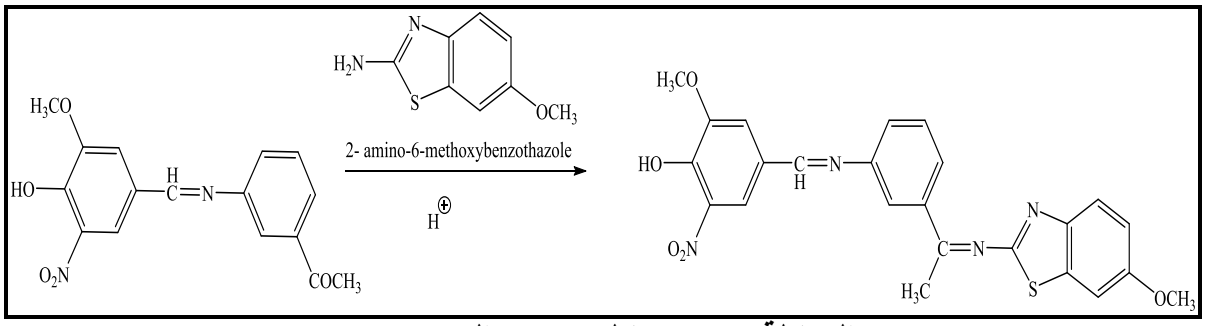



**الشكل ( 3-3) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (1)**

**(2-1-3) تشخيص المركب (2)**

**2-methoxy-4-(((3-(1-((6-methoxybenzo[d]thiazol-2 yl) imino)ethyl)phenyl)imino)methyl)-6-nitrophenol**

تحضير المركب (2) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

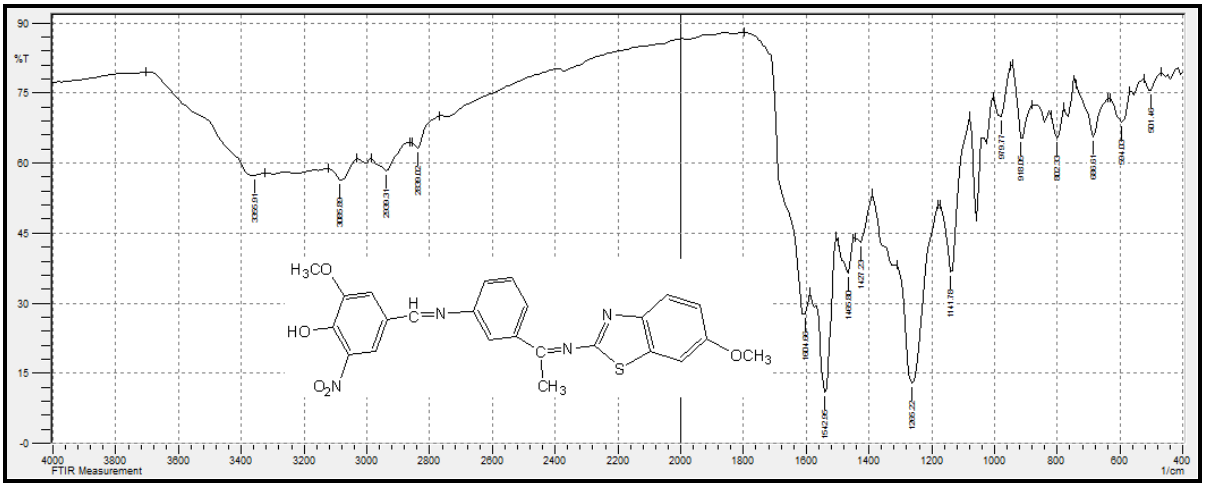



**المعادلة (2-3) معادله تحضير المركب (2)**

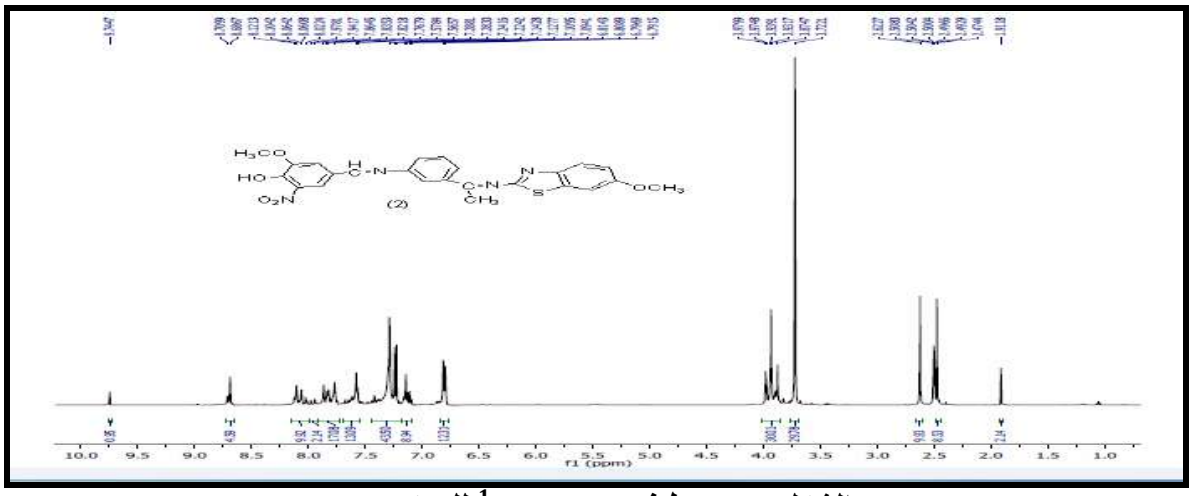
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IRللمركب(2) كما في الشكل ( 3 – 4 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$( 1604) عائدة إلى مجموعة (C=N) وظهور حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2939 , 2839) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3085) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3355) عائدة إلى مجموعة (OH) .

وتم تشخيص المركب المحضر (2) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 5 ) إشارة قوية مفردة عند الموقع (δ: 3.9 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وإشارة مفردة قوية عند الموقع (δ: 1.9 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) كذلك ظهور إشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.7 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل الفينولية (OH) أما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 8.7 ppm) فانها تعود إلى (CH=N) ، وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ: 6.8 – 8 ppm) تعود إلى تسعة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

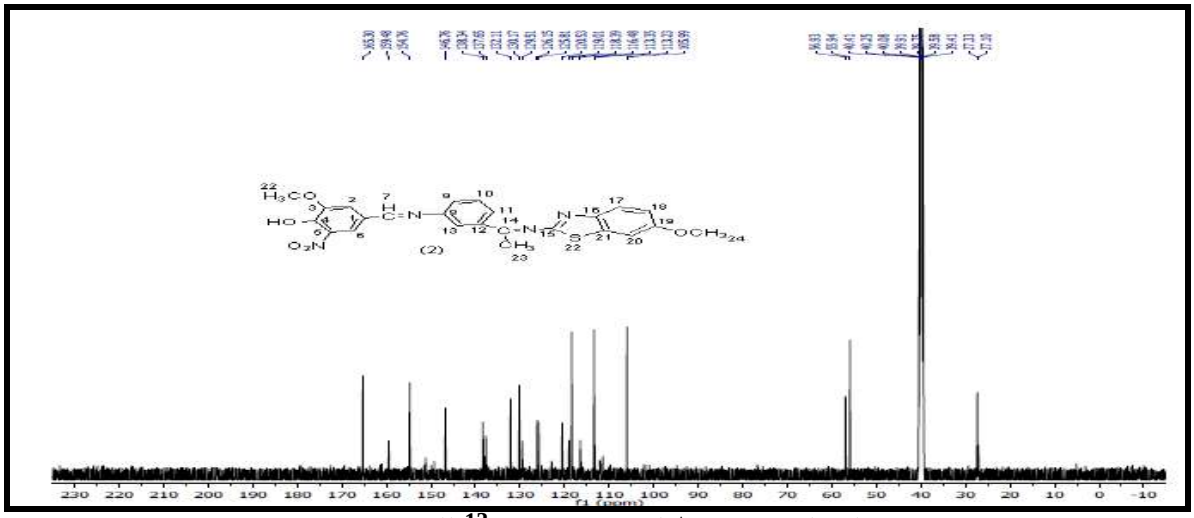
وجرى تشخيص المركب (2) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-6) إشارة عند الموقع δ: 165ppm تعود إلى ( $C_{15}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 159ppm تعود إلى ( $C_{14}$ ) أما الإشارة δ: 154ppm فانها تعود إلى ( $C_7$ ) أما الإشارة δ: 158ppm فهي لـ ( $C_{19}$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ: 137ppm تعود إلى ( $C_3$ ) وإشارة عند الموقع δ: 132ppm تعود إلى ($C_8$ ) أما الإشارة δ: 130ppm فانها تعود إلى ( $C_{16}$ ) أما الإشارة δ: 129ppm فهي لـ ( $C_4$ ) كذلك ظهور إشارة عند الموقع δ: 27ppm تعود إلى ( $C_{23}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 56ppm تعود إلى ( $C_{29}$ ) أما الإشارة δ: 55ppm فانها تعود إلى ( $C_{24}$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 105 – 126 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 40ppm .




**الشكل (3-4) طيف FT.IR للمركب (2)**




**الشكل (3-5) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (2)**

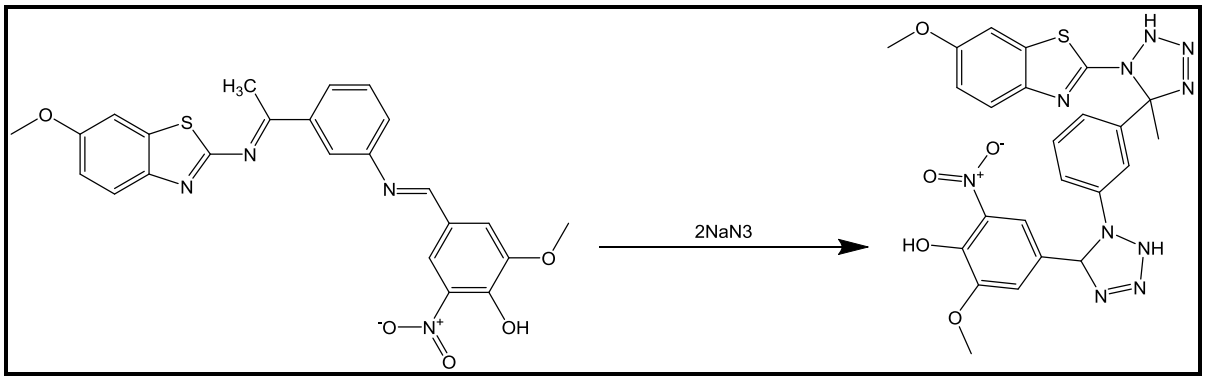



**الشكل ( 3-6) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (2)**

**(3-1-3) تشخيص المركب (3)**

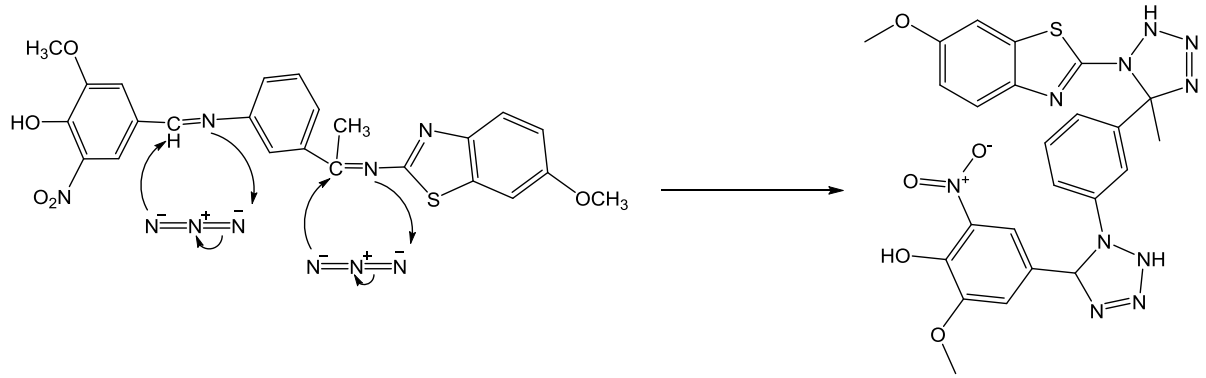
**2-methoxy-4-(1-(3-(1-(6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl)-5-methyl-4,5-dihydro-1H-tetrazol-5-yl)phenyl)-4,5-dihydro-1H-tetrazol-5-yl)-6-nitrophenol**

تحضير المركب (3) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




**المعادلة (3-3) معادله تحضير المركب (3)**

ميكانيكية تحضير المركب (3) [154].



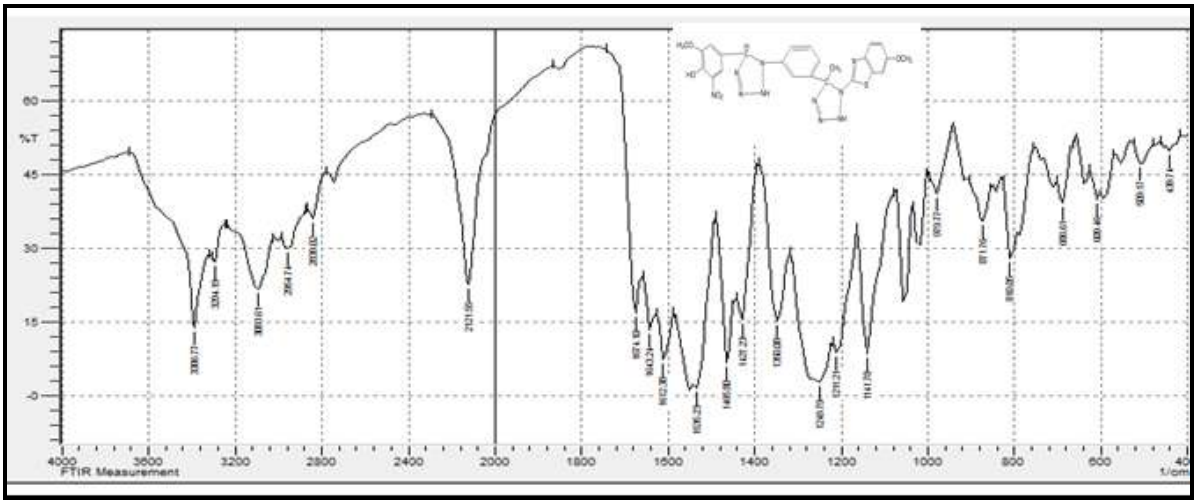
**المخطط ( 3 – 2 ) ميكانيكية تحضير المركب (3)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (3) كما في الشكل ( 3 – 7 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1674) عائدة إلى مجموعة (C=N ) وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$( 1612 , 1643) عائدة إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة

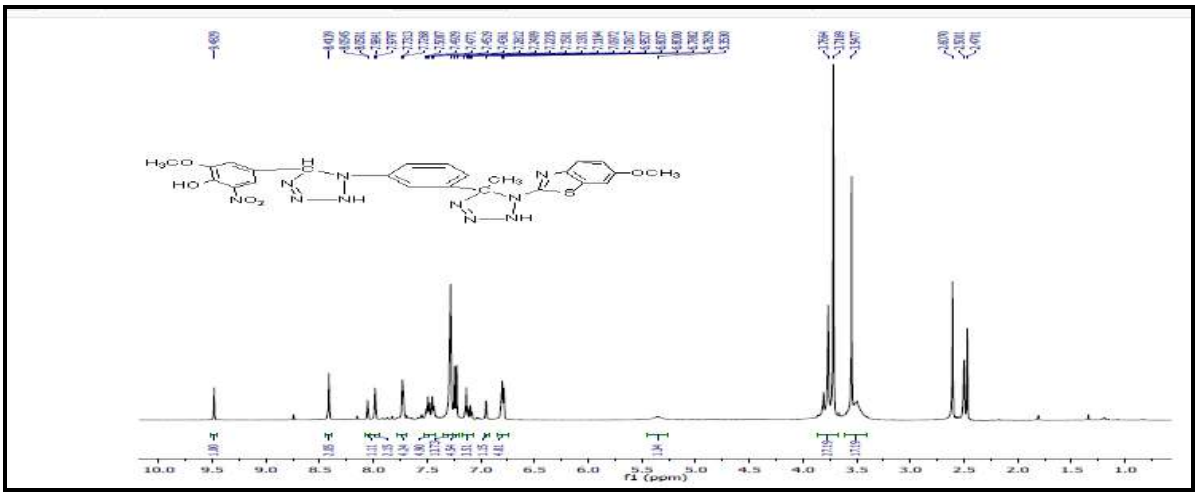
عند الموقع $cm^{-1}$ (2954 , 2839) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3093) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3386) عائدة إلى مجموعة (OH) وظهور حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3294) عائدة إلى مجموعة (N-H) في حلقة التيترازول وحزمتي امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1535,1350) لمجموعة ($NO_2$ ).

وتم تشخيص المركب المحضر (3) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 8 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.4 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وإشارة مفردة قوية عند الموقع (δ: 3.5-3.7 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وظهورإشارة قوية مفردة عند الموقع (δ: 2.6 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) أما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 8.05 , 8.4 ppm) فانها تعود إلى (NH-C) في حلقة التيترازول ، وكذلك ظهور إشارات عدة عند الموقع (δ: 6.7 – 7.9 ppm) تعود إلى خمسة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

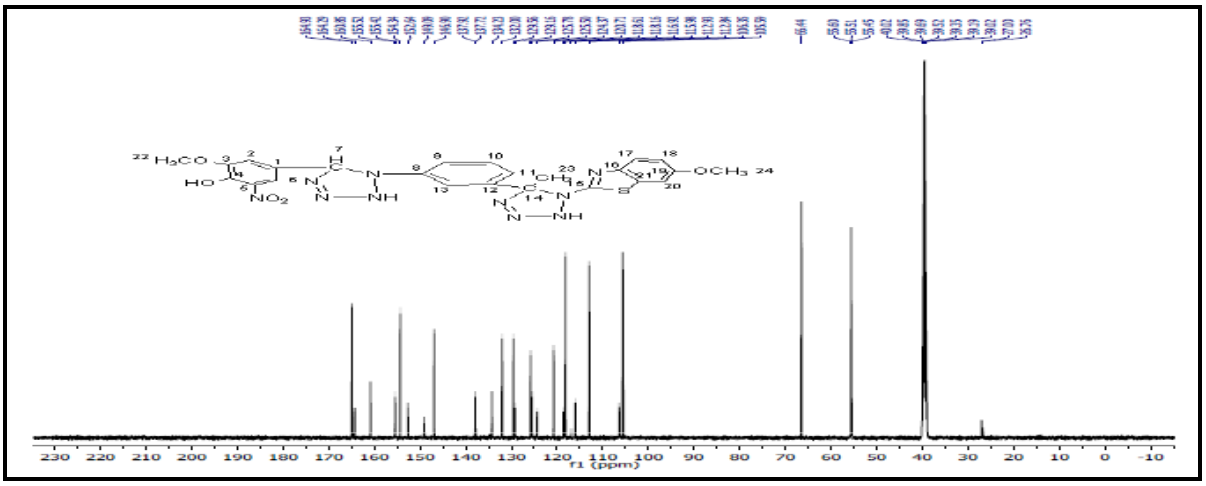
وجرى تشخيص المركب (3) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-9) إشارة عند الموقع δ: 164ppm تعود إلى ( $C_{15}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 160 ppm تعود إلى ( $C_{19}$ ) أما الإشارة δ: 155ppm فانها تعود إلى ( $C_3$ ) أما الإشارة δ: 154 ppm فهي لـ ($C_{16}$ ) أما الإشارة δ: 194ppm فهي لـ ( $C_5$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ: 146ppm تعود إلى ( $C_4$ ) وإشارة عند الموقع δ: 26ppm تعود إلى ($C_{23}$ ) أما الإشارة δ: 55.4ppm فانها تعود إلى ( $C_{22}$ ) والإشارة δ: 55.5ppm فهي لـ ( $C_{24}$ ) كذلك ظهور إشارة عند الموقع δ: 55.6ppm تعود إلى ( $C_7$ ) وإشارة عند الموقع δ: 66.4ppm تعود إلى ($C_{14}$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 118 – 105 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 40ppm .




**الشكل (3-7) طيف FT.IR للمركب (3)**




**الشكل (3-8) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (3)**

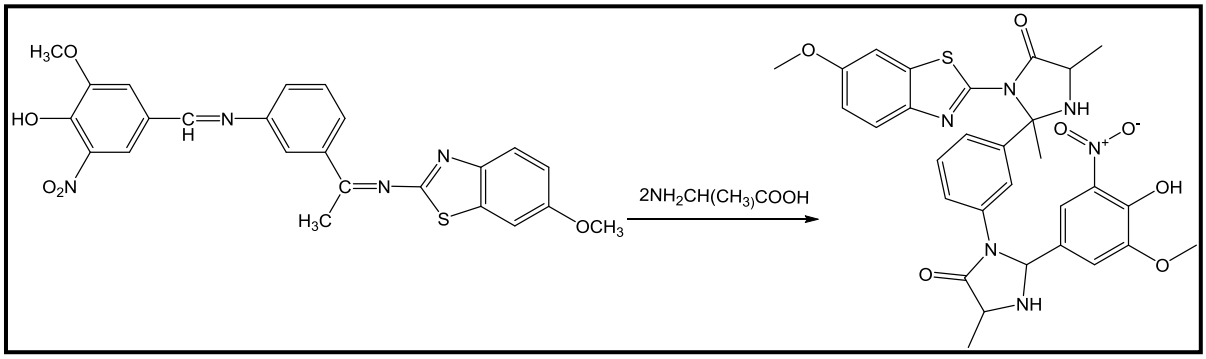



**الشكل ( 3-9) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (3)**

**(4-1-3) تشخيص المركب (4)**

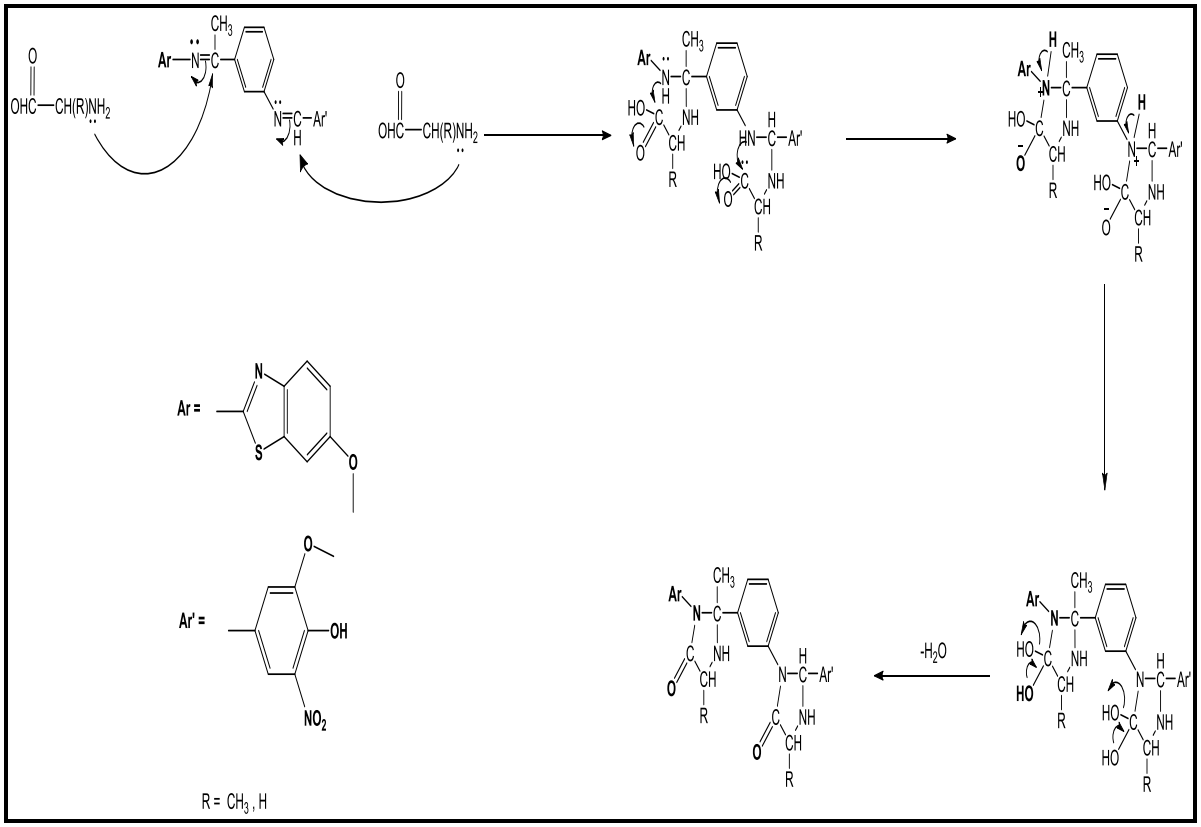
**2-(3-(2-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-4-methyl-5 oxoimidazolidin-1-yl)phenyl)-3-(6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl)-2,5-dimethylimidazolidin-4-one**

تحضير المركب (4) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




**المعادلة (4-3) معادله تحضير المركب (4)**

ميكانيكية تحضير المركب (5,4) [155].

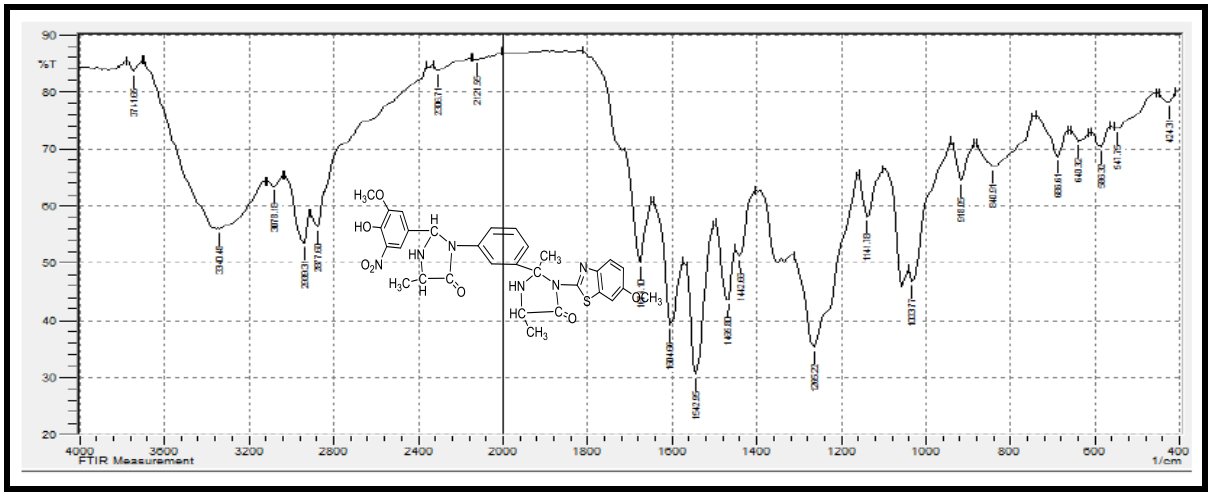



**المخطط ( 3 – 3 ) ميكانيكية تحضير المركب (4,5)**

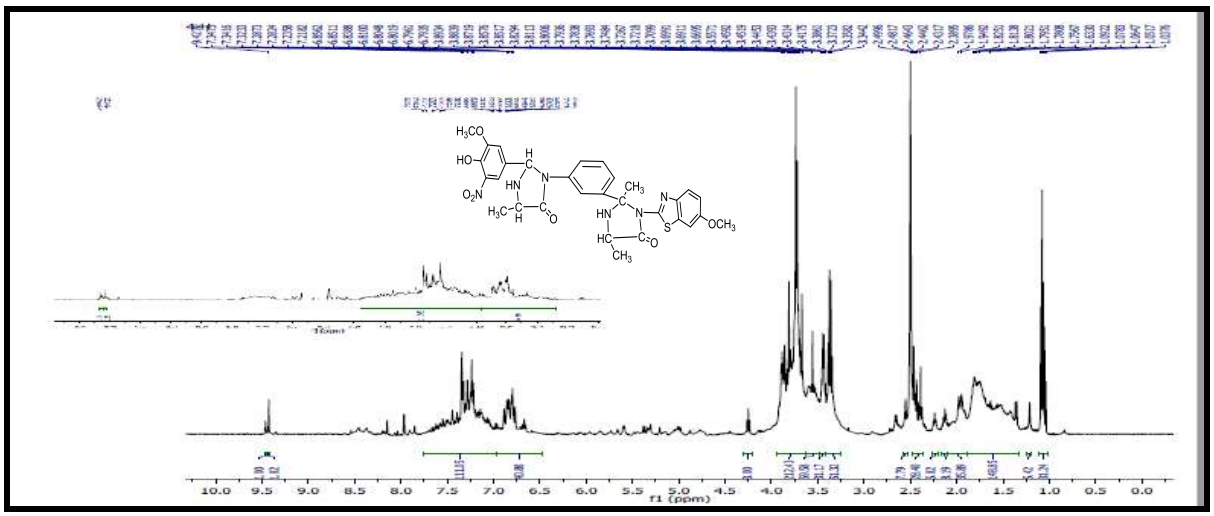
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (4) كما في الشكل ( 3 – 10 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1674) عائدة إلى مجموعة (C=O ) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$( 1604.66) عائدة إلى مجموعة (C=N) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1542.95) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2939.31 , 2877.60) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3078.18) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3340.48) عائدة إلى مجموعة (OH) وظهور حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3118) عائدة إلى مجموعة (N-H) .

وتم تشخيص المركب المحضر (4) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 11) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 1.03 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في مجموعة ( NH-C($CH_3$)-N ) وايضا ظهرت إشارة ثنائية عند الموقع (δ: 1.7 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في حلقة الايميدازوليدين وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.46 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وإشارة مفردة قوية عند الموقع (δ: 3.3 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وظهورإشارة رباعية عند الموقع (δ: 3.8 ppm) تعود إلى مجموعتي (CH) في حلقة الايميدازوليدين أما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 9.42ppm) فانها تعود إلى مجموعة (NH imidazolidine) ، وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ: 6.7 – 7.3 ppm) تعود إلى تسعة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

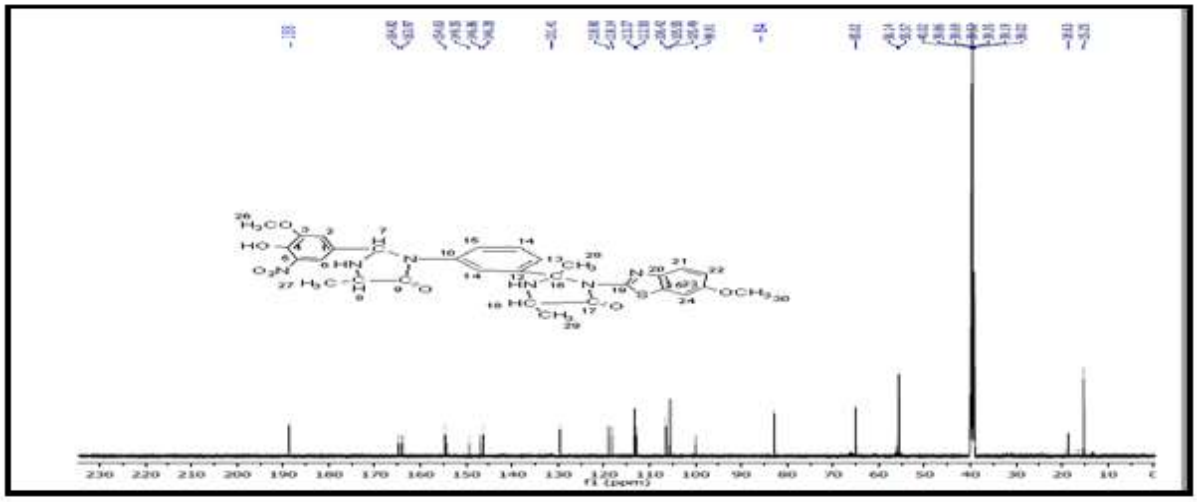
وجرى تشخيص المركب (4) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-12) إشارة عند الموقع δ: 188ppm تعود إلى ( $C_{17}$, $C_9$ ) وإشارة عند الموقع δ: 164 ppm تعود إلى ( $C_{19}$ ) أما الإشارة δ: 163ppm فانها تعود إلى ( $C_3$ ) أما الإشارة δ: 154 ppm فهي لـ ($C_{23}$ ) والإشارة δ: 149ppm فهي لـ ( $C_{10}$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ: 146ppm تعود إلى ( $C_{20}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 99.9ppm تعود إلى ($C_8$, $C_{18}$ ) أما الإشارة δ: 65ppm فانها تعود إلى ( $C_7$ ) والإشارة δ: 56.4ppm فهي لـ ( $C_{30}$ ) كذلك ظهور إشارة عند الموقع δ: 55.5ppm تعود إلى ( $C_{26}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 15.2ppm تعود إلى ($C_{27}$, $C_{29}$ ) وأما الإشارة δ: 16.3ppm فانها تعود إلى ( $C_{28}$ ) والإشارة δ: 84ppm فهي لـ ( $C_{16}$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 131 – 105 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 40ppm .




**الشكل (3-10) طيف FT.IR للمركب (4)**




**الشكل (3-11) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (4)**

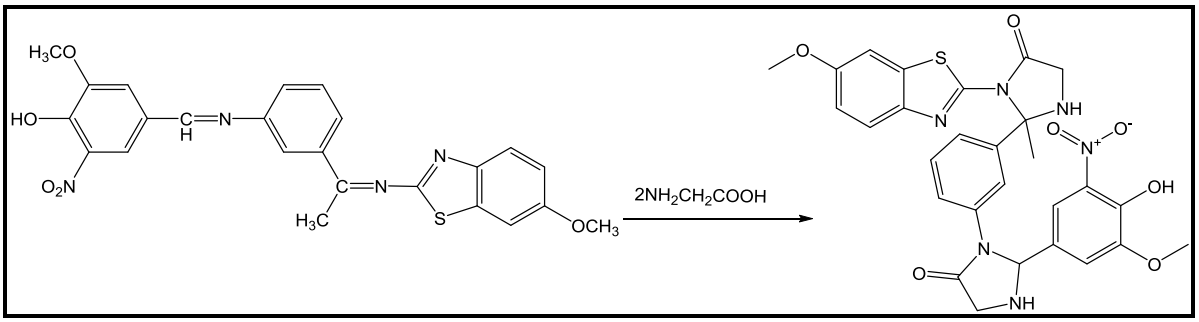



**الشكل ( 3-12) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (4)**

**(5-1-3) تشخيص المركب (5)**

**2-(3-(2-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-5-oxoimidazolidin-1-yl)phenyl)-3-(6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl)-2-methylimidazolidin-4-one**

تحضير المركب (5) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

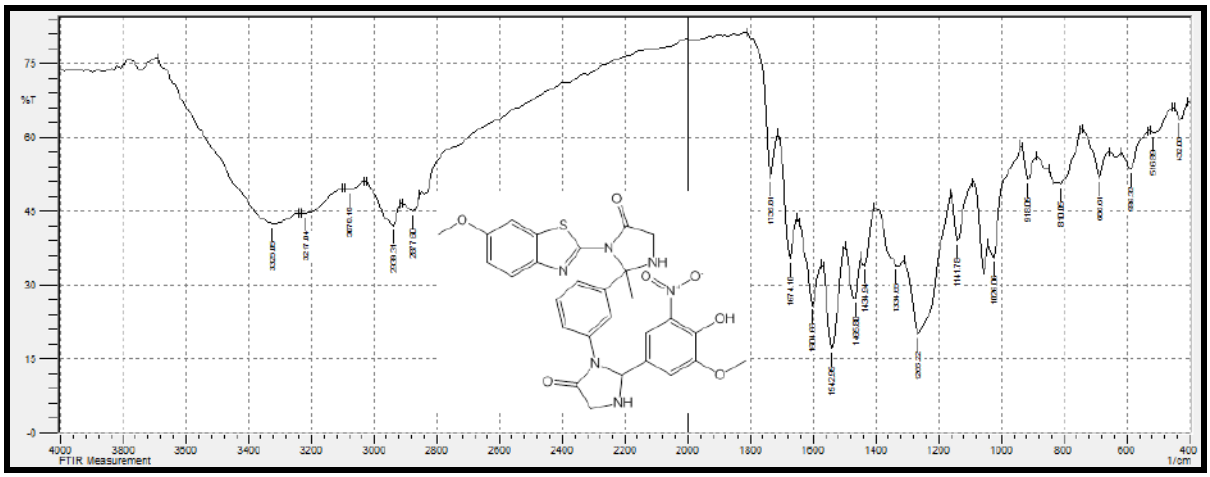



**المعادلة (5-3) معادله تحضير المركب (5)**

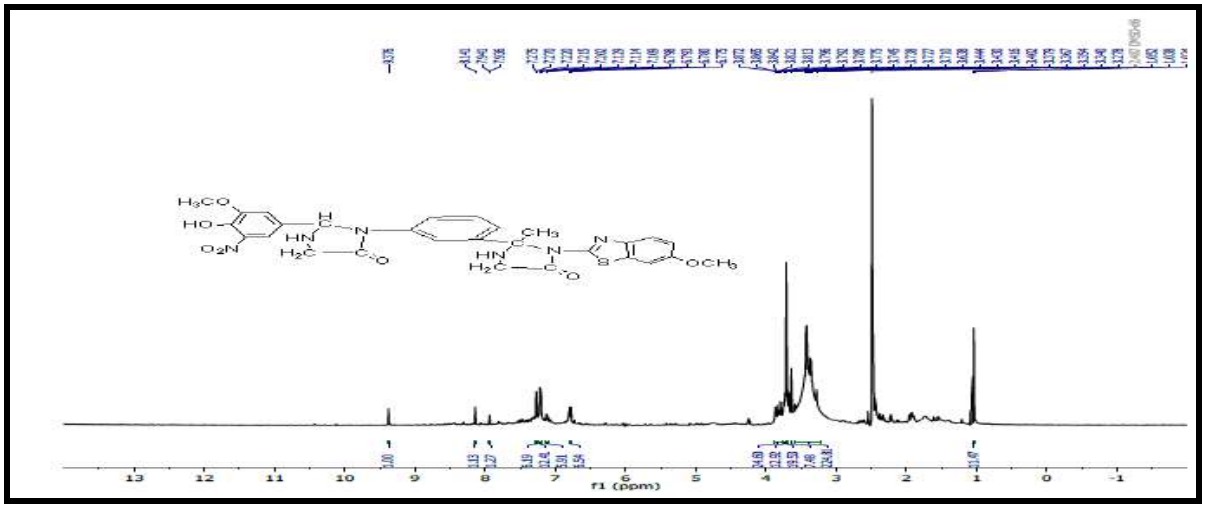
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(5) كما في الشكل ( 3 – 13 ) حزمتي امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1674.10 , 1735.81) عائدة إلى مجموعتي (C=O ) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$( 1604.66) عائدة إلى مجموعة (C=N) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1542.95) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2939.31 , 2877.60) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3078.18) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H)الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3325.05) عائدة إلى مجموعة (OH)وظهور حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3217.04) عائدة إلى مجموعة (N-H) .

وتم تشخيص المركب المحضر (5) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 14) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 1.03 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.3 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وإشارة مفردة قوية عند الموقع (δ: 3.2 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وظهورإشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.8 ppm) تعود إلى مجموعة (CH) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.4 ppm) تعود إلى مجموعتي ($CH_2$) في حلقة الايميدازوليدين أما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 8.1 , 7.9 ppm) فانها تعود إلى مجموعة (NH imidazolidine) ، وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ: 6.7 – 7.2 ppm) تعود إلى تسعة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

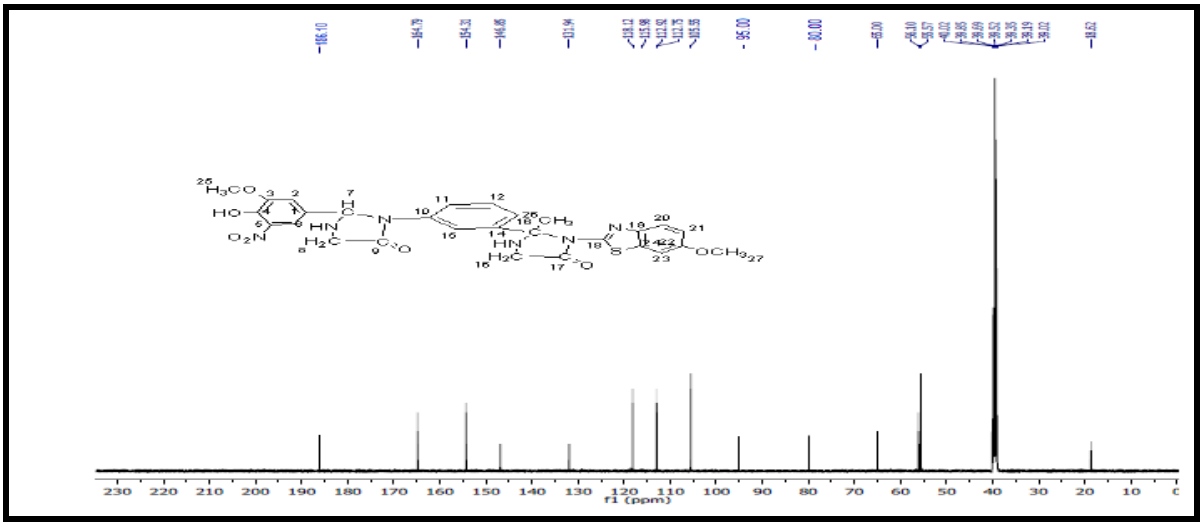
وجرى تشخيص المركب (5) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-15) إشارة عند الموقع δ: 186ppm تعود إلى ( $C_{17}$, $C_9$ ) وإشارة عند الموقع δ: 164 ppm تعود إلى ( $C_{18}$ ) أما الإشارة δ: 154ppm فانها تعود إلى ( $C_3$ ) أما الإشارة δ: 146 ppm فهي لـ ( $C_{22}$ ) والإشارة δ: 131ppm فهي لـ ( $C_{10}$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ: 95 ppm تعود إلى ( $C_{15}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 80 ppm تعود إلى ( $C_7$ ) أما الإشارة δ: 18.6ppm فانها تعود إلى ( $C_{26}$ ) والإشارة δ: 55.5ppm فهي لـ ( $C_{25}$ ) كذلك ظهور إشارة عند الموقع δ: 55.6ppm تعود إلى ( $C_{27}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 15.2ppm تعود إلى ( $C_{27}$, $C_{29}$ ) وأما الإشارة δ: 65ppm فانها تعود إلى ( $C_8$, $C_{16}$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 118 – 105 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 40ppm .




**الشكل (3-13) طيف FT.IR للمركب (5)**




**الشكل (3-14) طيف $^1$H-NMR للمركب (5)**

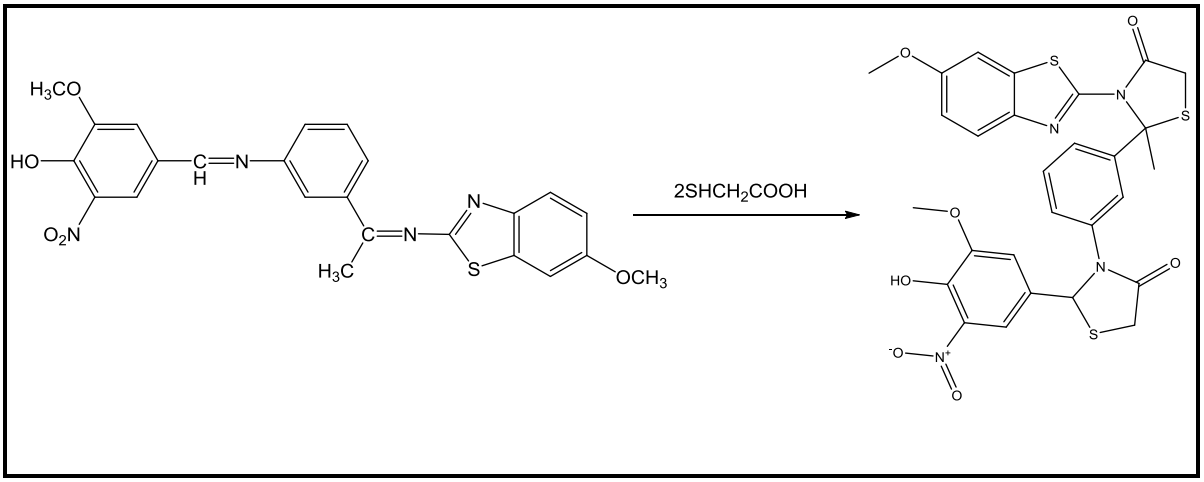


**الشكل ( 3-15) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (5)**

**(6-1-3) تشخيص المركب (6)**

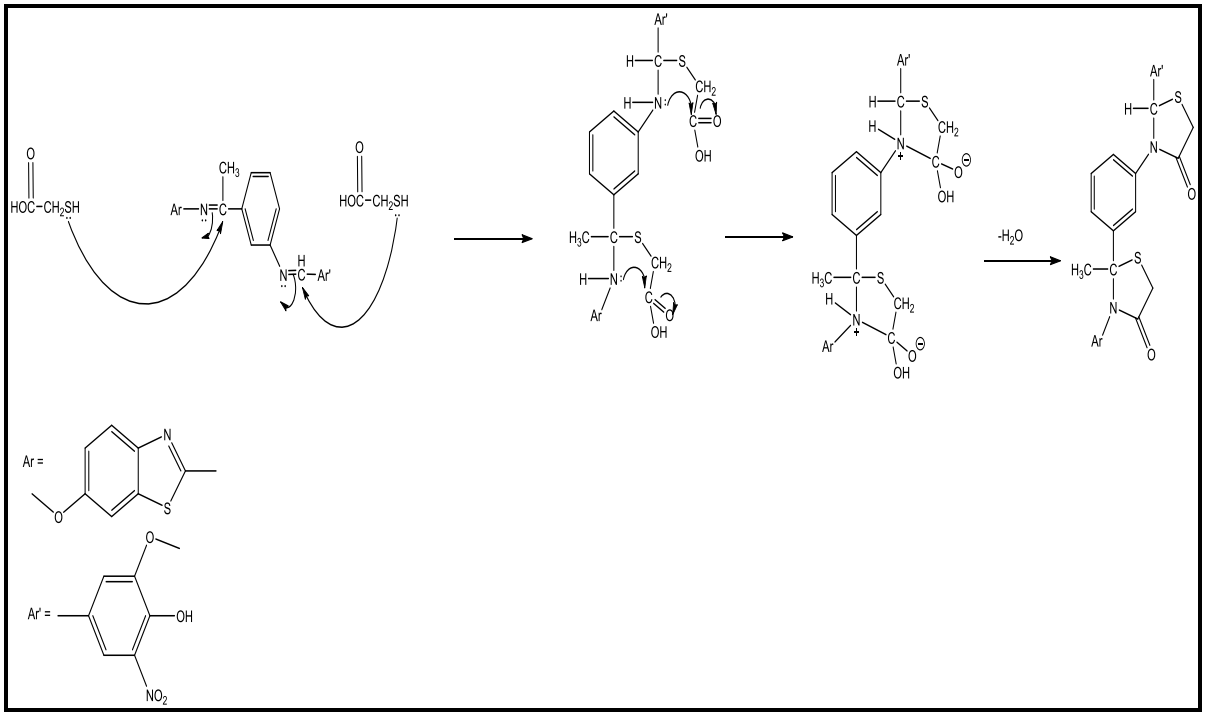
**2-(3-(2-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-4-oxothiazolidin-3-yl)phenyl)-3-(6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl)-2-methylthiazolidin-4-one**

تحضير المركب (6) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




**المعادلة (3-6) معادله تحضير المركب (6)**

ميكانيكية تحضير المركب (6) [156].



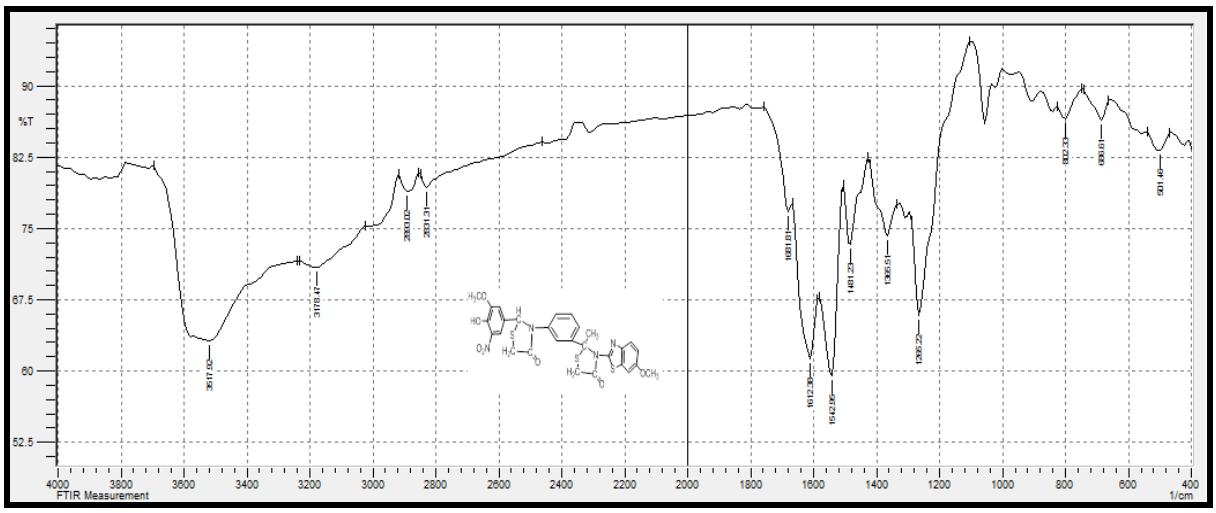

**المخطط ( 3 – 4 ) ميكانيكية تحضير المركب (6)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (6) كما في الشكل ( 3 – 16 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1681.81) عائدة إلى مجموعتي (C=O ) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$( 1612.38) عائدة إلى مجموعة (C=N) وايضا حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1542.95) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2893.02 , 2831.31) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3178.47) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3517.92) عائدة إلى مجموعة (OH) .

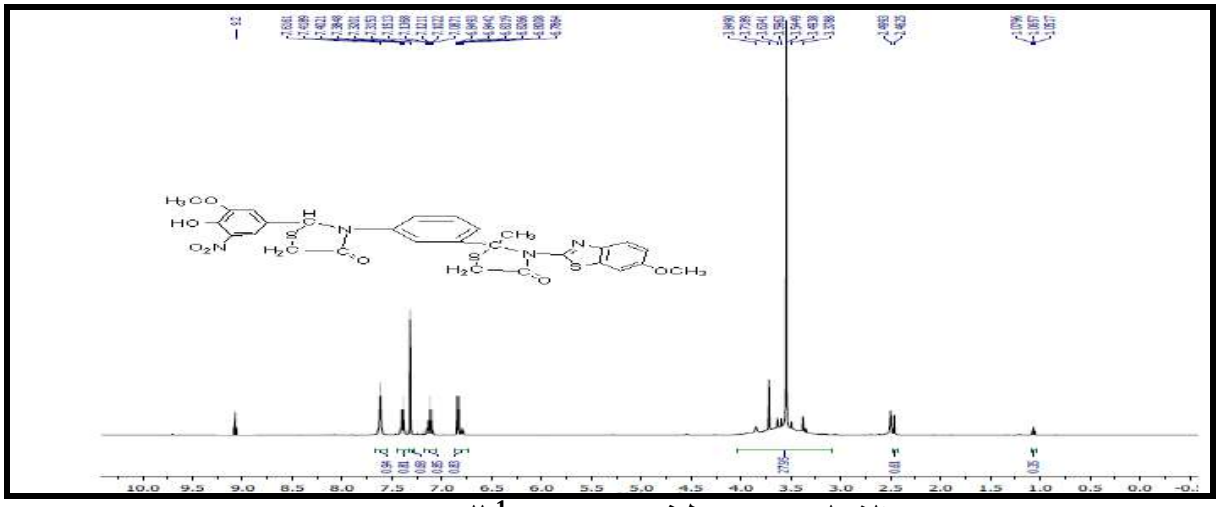
وتم تشخيص المركب المحضر (6) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال ($DMSO-d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 17) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 1.07 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.2 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) الفينولية وإشارة مفردة قوية عند الموقع (δ: 3.37 , 3.4 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وظهورإشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.8 ppm) تعود إلى مجموعة (CH) في حلقة الثيازوليدين وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.5 ppm) تعود إلى اربعة بروتونات لمجموعتي ($CH_2$) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ: 6.7 – 7.6 ppm) تعود إلى تسعة

بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو ($DMSO-d_6$).

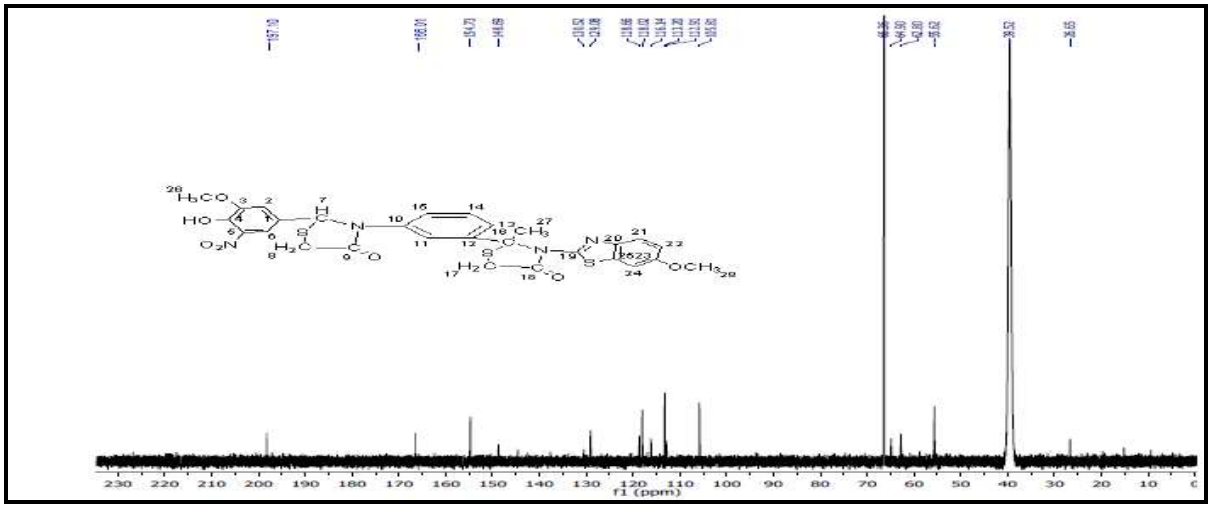
وجرى تشخيص المركب (6) بواسطة طيف الـ ($^{13}C$-NMR) فأظهر الشكل (3-18) إشارة عند الموقع δ: 197ppm تعود إلى ( $C_{18}, C_9$ ) وإشارة عند الموقع δ: 166 ppm تعود إلى ( $C_{19}$ ) أما الإشارة δ: 154ppm فانها تعود إلى ( $C_3$ ) أما الإشارة δ: 148 ppm فهي لـ ($C_{23}$ ) والإشارة δ: 130ppm فهي لـ ( $C_9$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ: 129 ppm تعود إلى ( $C_{20}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 26 ppm تعود إلى ($C_{27}$ ) أما الإشارة δ: 55ppm فانها تعود إلى ( $C_{26}, C_{28}$ ) والإشارة δ: 62ppm فهي لـ ( $C_8$ ) كذلك ظهور إشارة عند الموقع δ: 64ppm تعود إلى ( $C_7$ ) وإشارة عند الموقع δ: 66ppm تعود إلى ($C_{16}$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 118 – 105 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 39.5ppm .




**الشكل (3-16) طيف FT.IR للمركب (6)**



**الشكل (3-17) طيف $^1H$-NMR للمركب (6)**

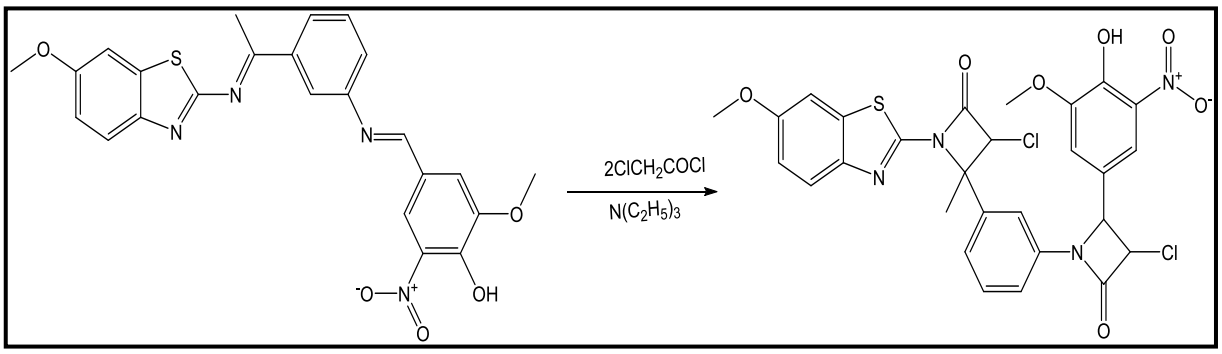



**الشكل ( 3-18) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (6)**

**(3-1-7) تشخيص المركب (7)**

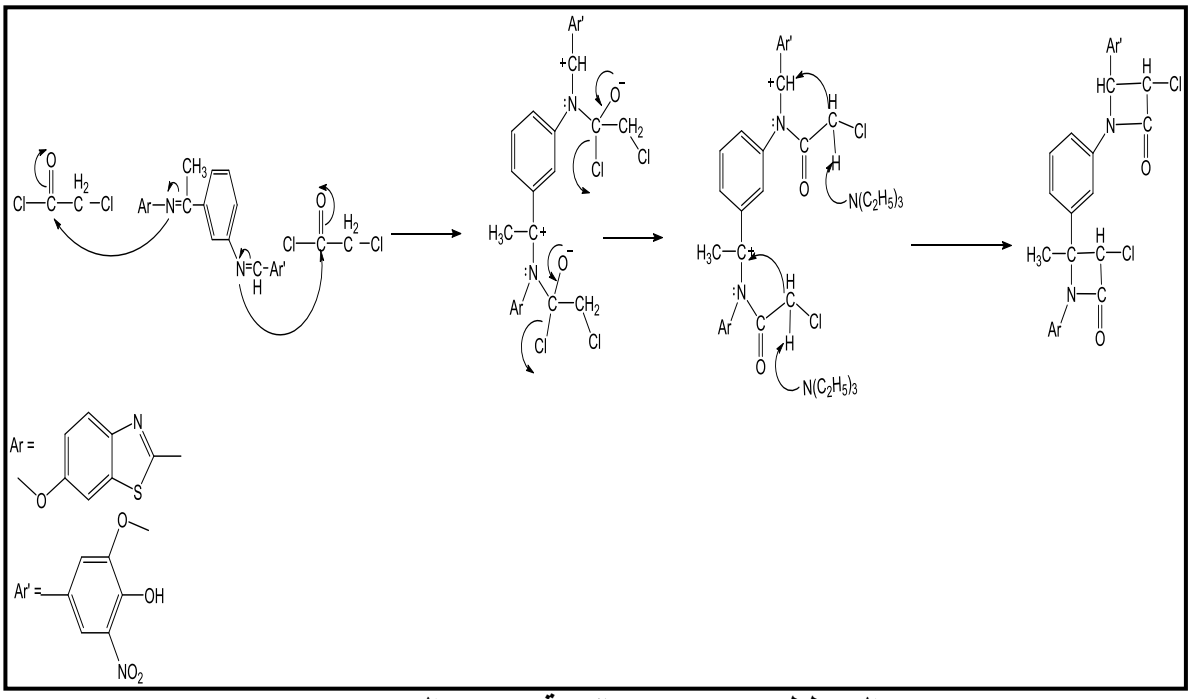
**3-chloro-4-(3-(3-chloro-2-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-4-oxoazetidin-1-yl)phenyl)-1-(6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl)-4-methylazetidin-2-one**

تحضير المركب (7) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




**المعادلة (3-7) معادله تحضير المركب (7)**

ميكانيكية تحضير المركب (7) [157].



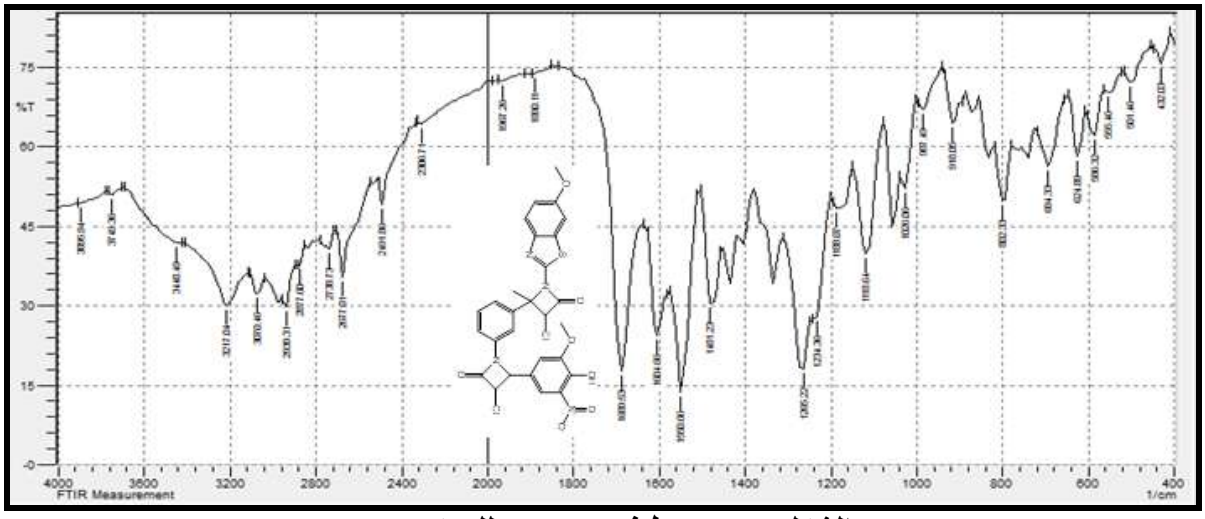

**المخطط ( 3 – 5 ) ميكانيكية تحضير المركب (7)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (7) كما في الشكل ( 3 – 19 ) حزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1689.53) عائدة إلى مجموعتي (C=O ) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$( 1604.66) عائدة إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1550.66) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2939.31 , 2877.60) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3070.46) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3217.04) عائدة إلى مجموعة (OH) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$( 802.33) عائدة إلى مجموعة (C-Cl)

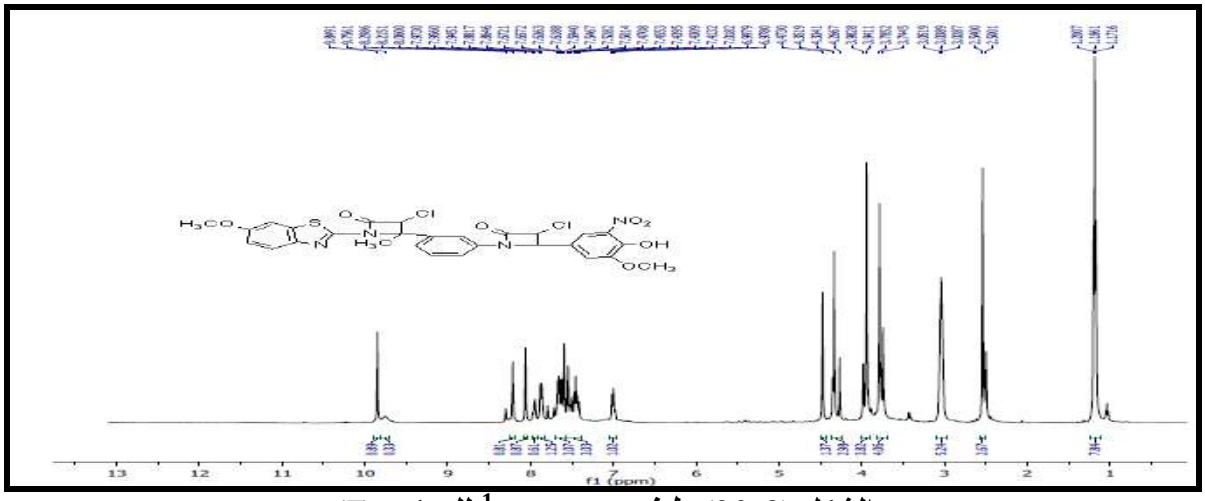
وتم تشخيص المركب المحضر (7) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 20) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 1.18 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.7 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وإشارة مفردة قوية عند الموقع (δ: 3.03 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وظهور إشارة ثنائية عند الموقع (δ: 3.9 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH-N) وكذلك إشارة ثنائية عند الموقع (δ: 4.4 ppm) تعود إلى بروتون لمجموعة (CH-Cl)

وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ: 6.9 – 8.2 ppm) تعود إلى تسعة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.5 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

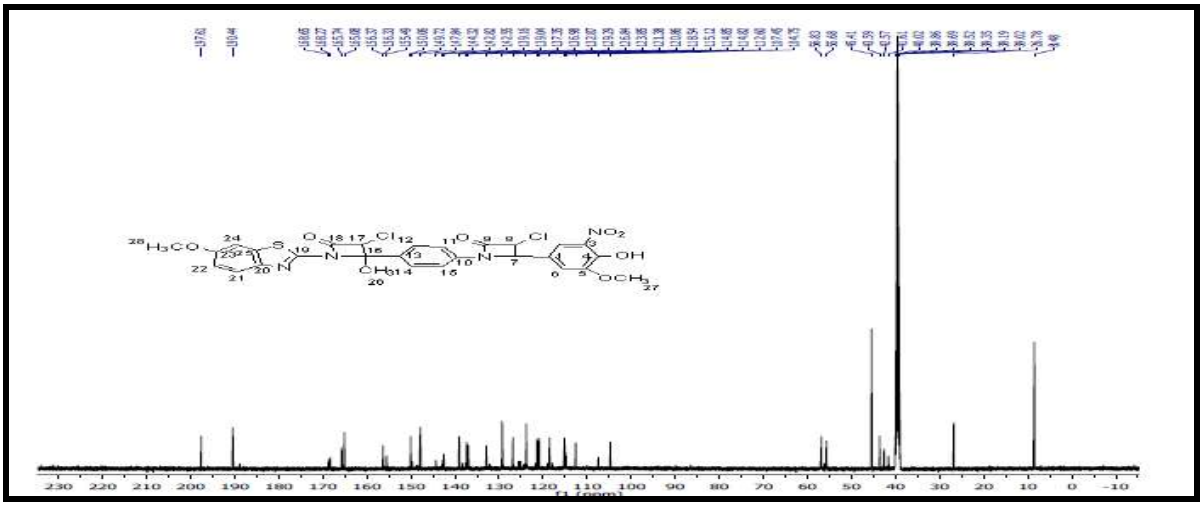
وجرى تشخيص المركب (7) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-21) إشارة عند الموقع δ:190, 197ppm تعود إلى ( $C_{18}$, $C_9$ ) وإشارة عند الموقع δ: 186 ppm تعود إلى ( $C_{19}$ ) ( أما الإشارة δ: 156ppm فانها تعود إلى ( $C_5$ ) والإشارة δ: 155 ppm فهي لـ ($C_{23}$ ) والإشارة δ: 142ppm فهي لـ ( $C_{20}$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ: 139 ppm تعود إلى ( $C_{10}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 8 ppm تعود إلى ($C_{26}$ ) أما الإشارة δ: 26ppm فانها تعود إلى ( $C_{27}$ ) والإشارة δ: 42ppm فهي لـ ( $C_{15}$ ) كذلك ظهور إشارة عند الموقع δ: 56 , 55ppm تعود إلى ( $C_8$, $C_{17}$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 104 – 137 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 40ppm .




**الشكل (3-19) طيف FT.IR للمركب (7)**




**الشكل (3-20) طيف $^1$H-NMR للمركب (7)**

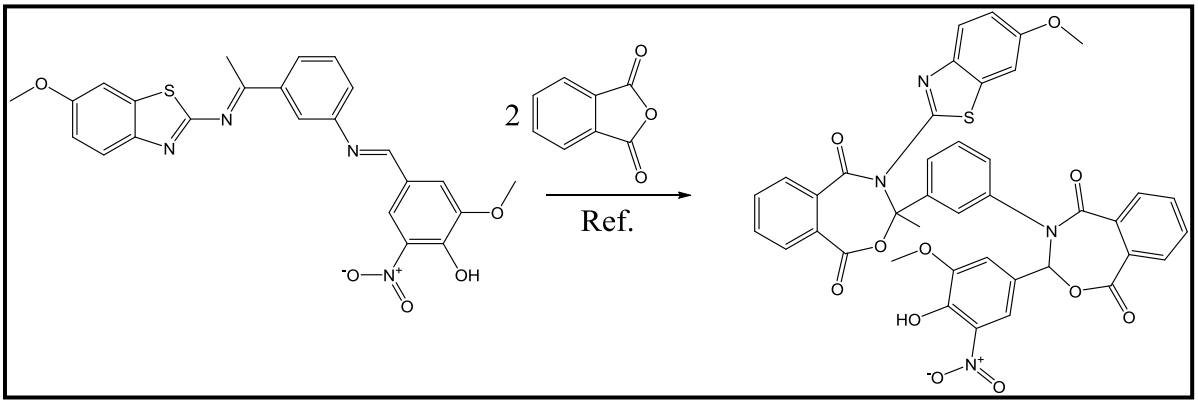


**الشكل ( 3-21) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (7)**

**(3-1-8) تشخيص المركب (8)**

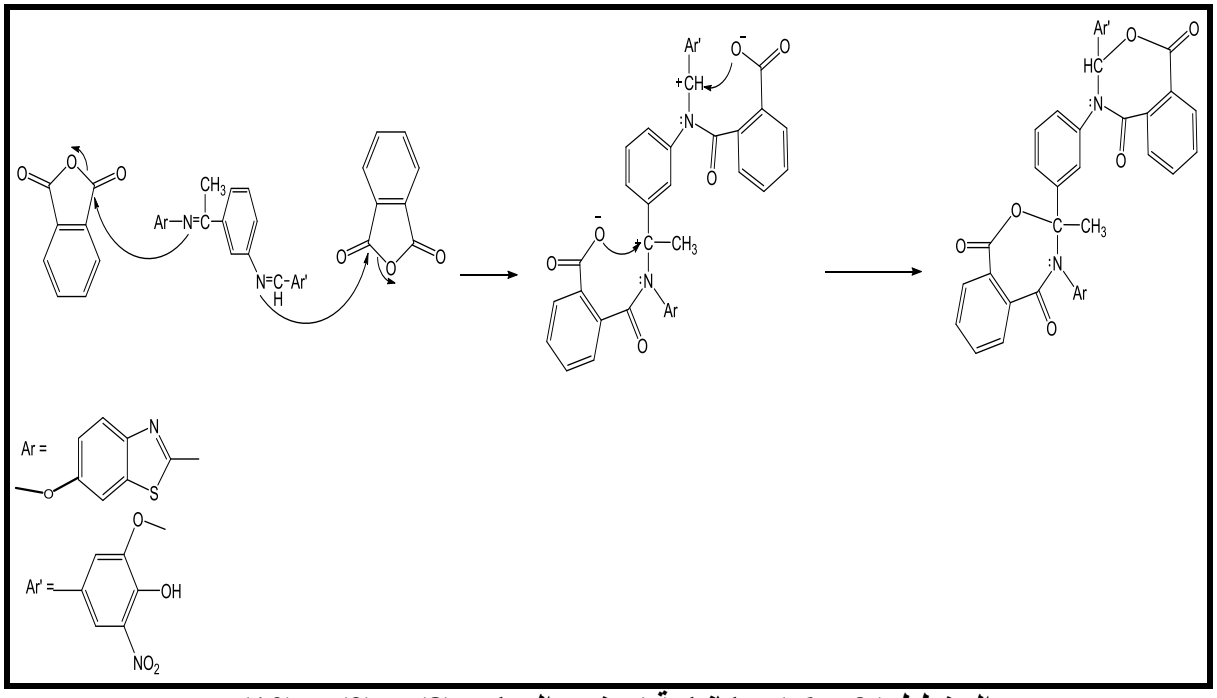
**3-(3-(3-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-1,5-dioxo-1,5 dihydrobenzo[e][1,3]oxazepin-4(3H)-yl)phenyl)-4-(6-methoxybenzo [d]thiazol-2-yl)-3-methyl-3,4 dihydrobenzo[e][1,3]oxazepine-1,5-dione**

تحضير المركب (8) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




المعادلة (3-8) معادله تحضير المركب (8)

ميكانيكية تحضير المركب (8) [158].

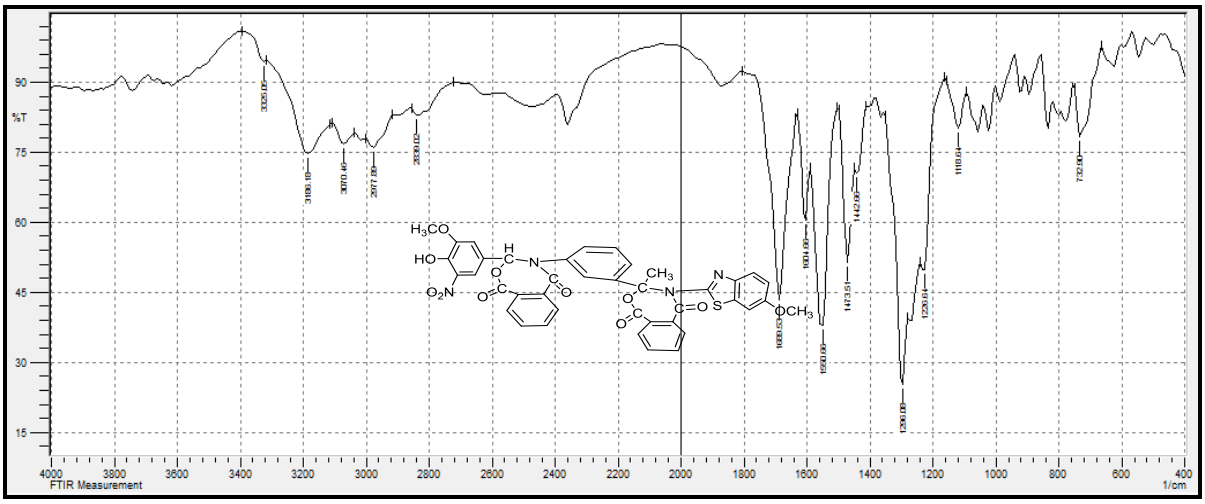



**المخطط ( 3 – 6 ) ميكانيكية تحضير المركب (8) و (9) و (10)**

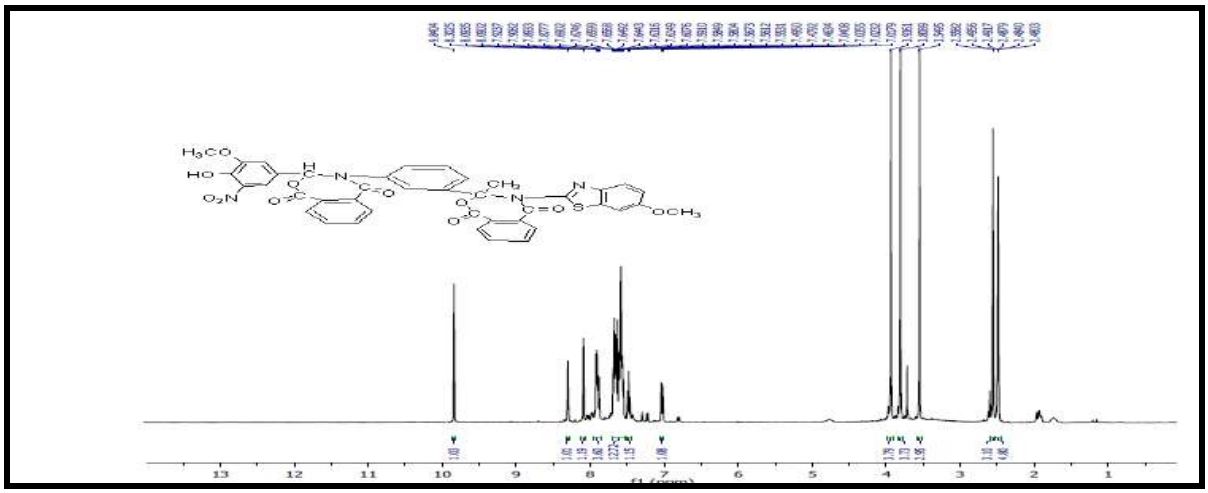
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (8) كما في الشكل ( 3 – 22 ) حزمة امتصاص قويةعند الموقع $cm^{-1}$ (1689.53) عائدة إلى مجموعتي (C=O ) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$( 1604.66) عائدة إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1550.66) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2939.02 , 2977.89) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3070.46 , 3186.18) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3325.05) عائدة إلى مجموعة (OH).

وتم تشخيص المركب المحضر (8) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 23) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 2.5 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.8 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وإشارة مفردة قوية عند الموقع (δ: 3.5 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 7 – 8.3 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

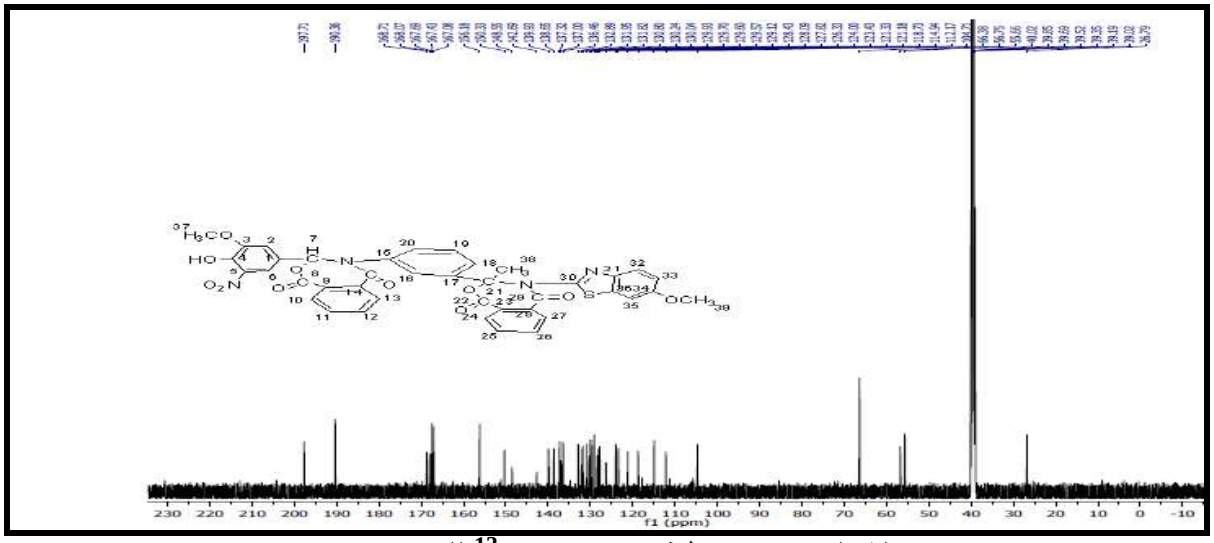
وجرى تشخيص المركب (8) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-24) إشارة عند الموقع δ:190, 197ppm تعود إلى ( $C_8$, $C_{14}$, $C_{22}$, $C_{29}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 168 ppm تعود إلى ( $C_{30}$ ) أما الإشارة δ: 167ppm فانها تعود إلى ( $C_4$, $C_{27}$ ) والإشارة δ: 150 ppm فهي لـ ( $C_{24}$) والإشارة δ: 148ppm فهي لـ ( $C_{23}$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ: 142 ppm تعود إلى ( $C_{15}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 26 ppm تعود إلى ($C_{38}$ ) أما الإشارة δ: 55.61ppm فانها تعود إلى ( $C_{37}$, $C_{39}$ ) والإشارة δ: 56.7ppm فهي لـ ( $C_7$ ) كذلك ظهور إشارة عند الموقع δ: 66.3ppm تعود إلى ( $C_{21}$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 104 – 139 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 40ppm .




**الشكل (3-22) طيف FT.IR للمركب (8)**



**الشكل (3-23) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (8)**

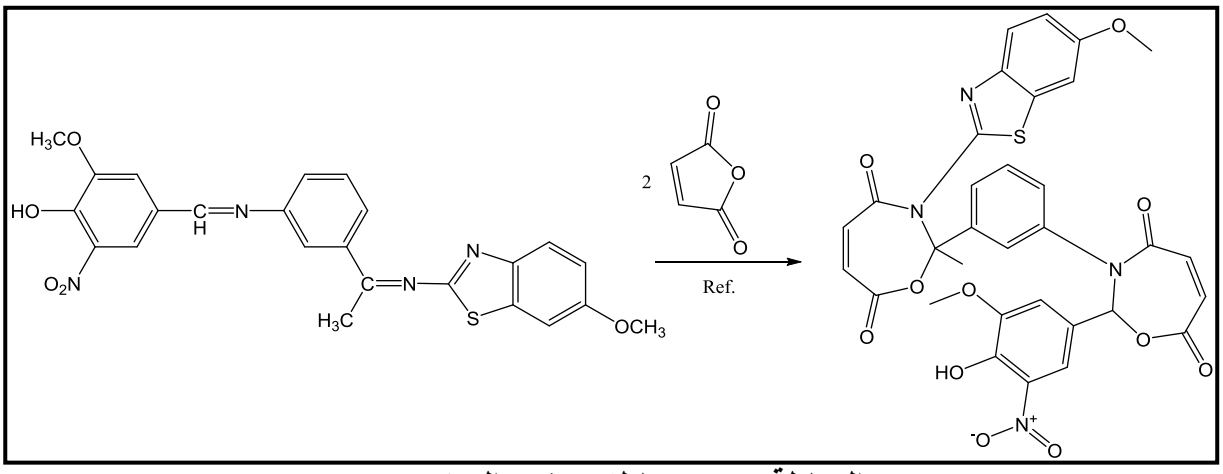


**الشكل ( 3-24) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (8)**

**(3-1-9) تشخيص المركب (9)**

**2-(3-(2-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-4,7-dioxo-4,7-dihydro-1,3-oxazepin-3(2H)-yl)phenyl)-3-(6 methoxybenzo [d]thiazol-2-yl)-2-methyl-2,3-dihydro-1,3oxazepine 4,7-dione**

تحضير المركب (9) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



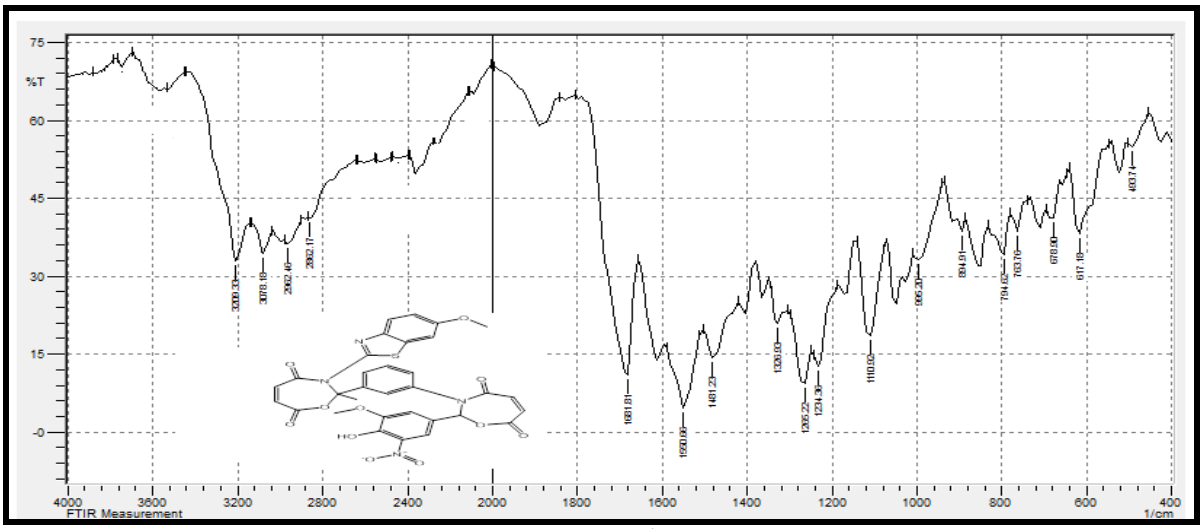

**المعادلة (3-9) معادله تحضير المركب (9)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(9) كما في الشكل ( 3 – 25 ) حزمة امتصاص قويةعند الموقع $cm^{-1}$ (1681.81) عائدة إلى مجموعتي (C=O ) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$( 1650) عائدة إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1550.66) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2970.17 , 2862.17)تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمتي امتصاص

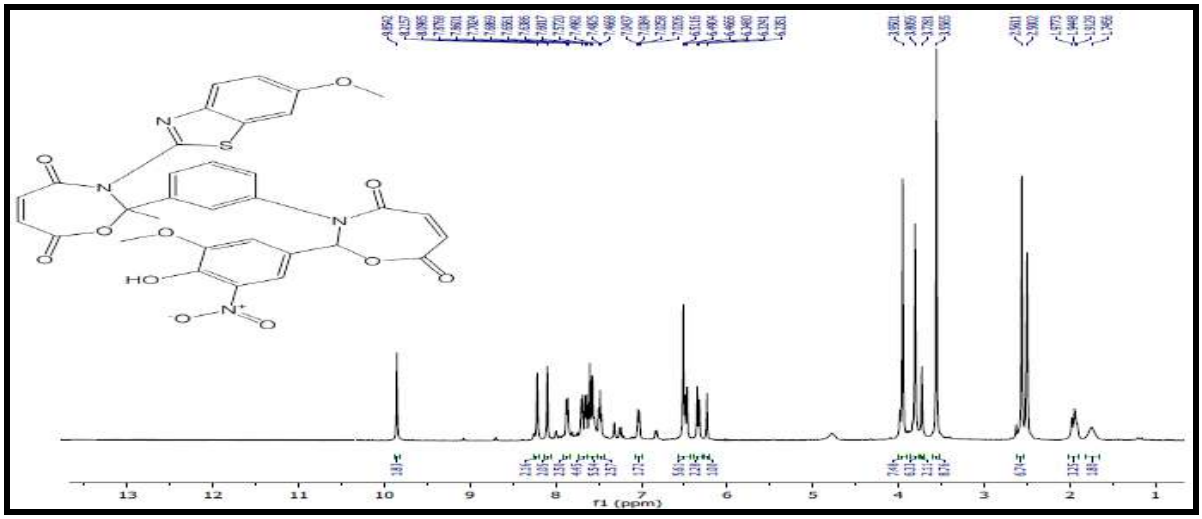
ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3078.18) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3209.33) عائدة إلى مجموعة (OH) .

وتم تشخيص المركب المحضر (9) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 26) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 1.9 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.8 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وإشارة مفردة قوية عند الموقع (δ: 3.5 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.9 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH-N) وإشارة ثنائية عند الموقع (δ: 6.2-6.5 ppm) تعود لمجموعة (CH=CH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 7 – 8.2 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

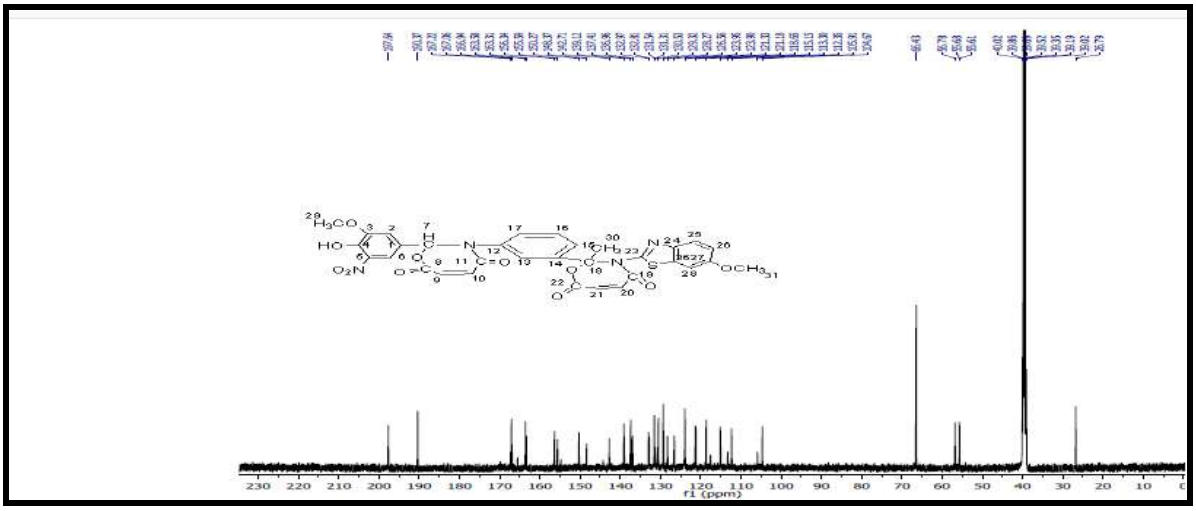
وجرى تشخيص المركب (9) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-27) إشارة عند الموقع δ:190, 197ppm تعود إلى ( $C_8$, $C_{11}$, $C_{22}$, $C_{19}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 167 ppm تعود إلى ( $C_{23}$ ) أما الإشارة δ: 163ppm فانها تعود إلى ( $C_3$, $C_{27}$ ) والإشارة δ: 155 ppm فهي لـ ($C_{24}$) والإشارة δ: 148ppm فهي لـ ( $C_{12}$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ: 142 ppm تعود إلى ( $C_5$ ) وإشارة عند الموقع δ: 26 ppm تعود إلى ( $C_{30}$) أما الإشارة δ: 55.61ppm فانها تعود إلى ( $C_{29}$)والإشارة δ: 55.68ppm فهي لـ ( $C_{31}$ ) كذلك ظهور إشارة عند الموقع δ: 56ppm تعود إلى ( $C_7$ ) والإشارة δ: 66ppm فهي لـ ( $C_{18}$ )وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 104 – 139 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 40ppm .




**الشكل (3-25) طيف FT.IR للمركب (9)**




**الشكل (3-26) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (9)**

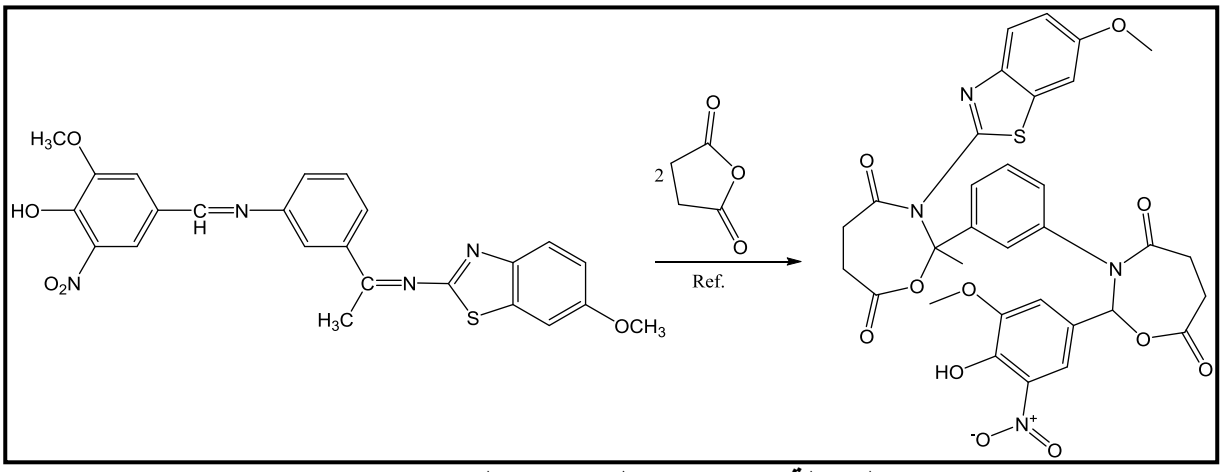



**الشكل ( 3-27) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (9)**

**(3-1-10) تشخيص المركب (10)**

**2-(3-(2-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-4,7-dioxo-1,3-oxazepan-3-yl)phenyl)-3-(6-methoxybenzo[d]thiazol-2-yl)-2-methyl-1,3-oxazepane-4,7-dione**

تحضير المركب (10) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

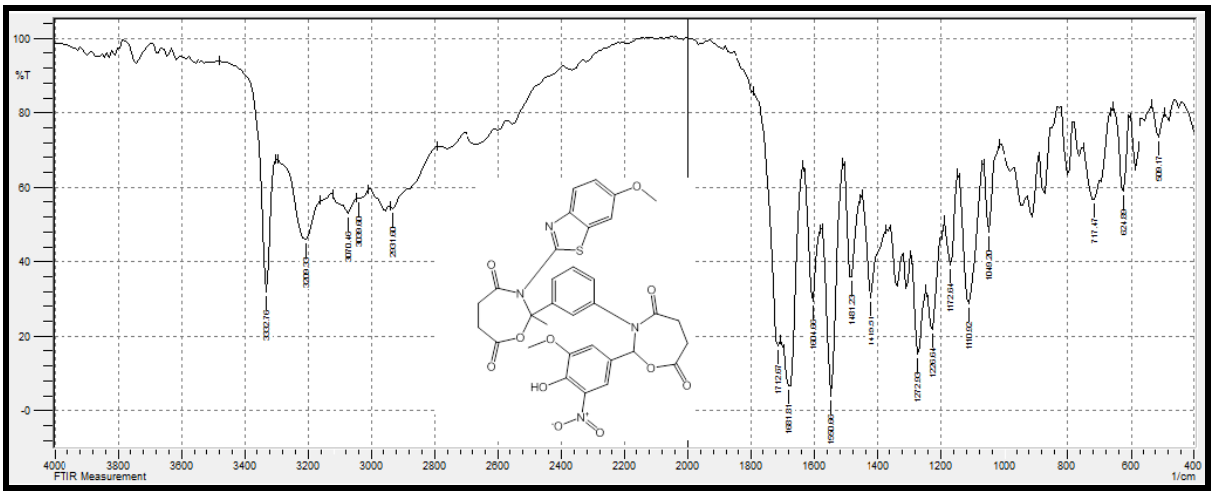



**المعادلة (3-10) معادله تحضير المركب (10)**

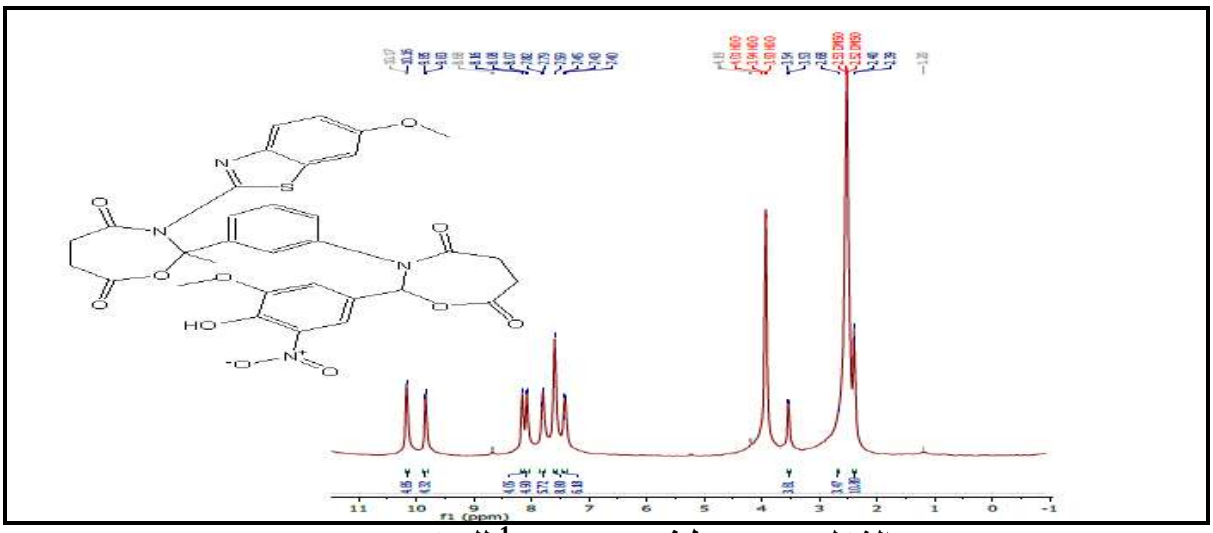
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (10) كما في الشكل ( 3 – 28 ) حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1712.67) عائدة إلى مجموعتي (O-C=O) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1681.81) عائدة إلى مجموعة (O=C-N) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$( 1604.66) عائدة إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1550.66) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2931.6) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3070.46 , 3039.60) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3209.33, 3332.76) عائدة إلى مجموعة (OH) .

وتم تشخيص المركب المحضر (10) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 29) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 1.2 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 10 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وإشارة مفردة قوية عند الموقع (δ: 2.39, 2.4 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ: 4.19 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH-N) وإشارة ثلاثية عند الموقع (δ: 3.53 ppm) تعود لمجموعة ($CH_2$-C=O) وايضا إشارة ثلاثية عند الموقع (δ: 3.55 ppm) تعود لمجموعة (O-CO-$CH_2$) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 7.4 – 8.6 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.5 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

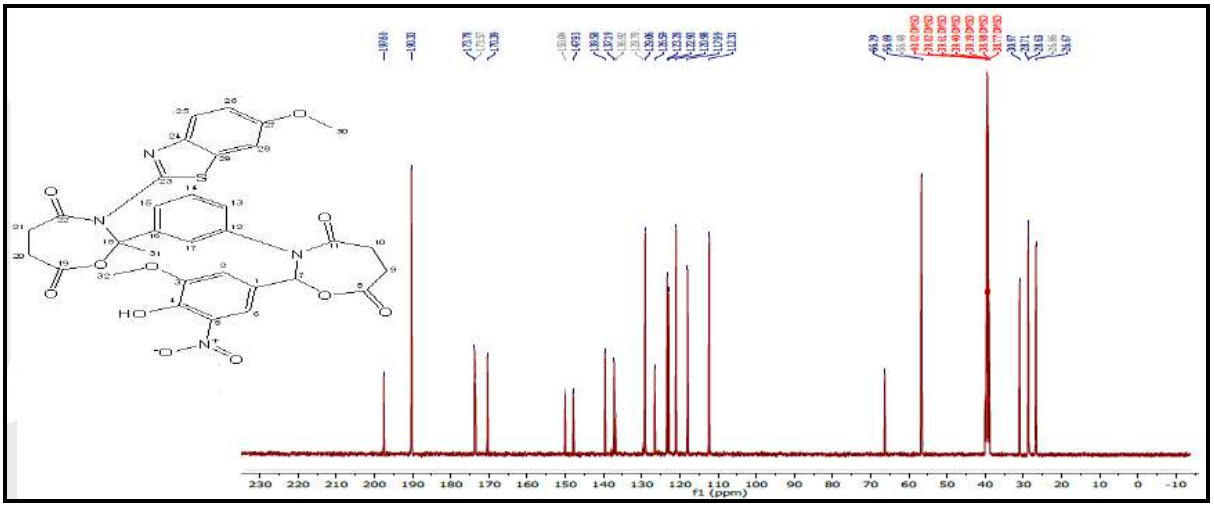
وجرى تشخيص المركب (10) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-30) إشارة عند الموقع δ:26.6ppm تعود إلى ($C_{31}$) وإشارة عند الموقع δ: 28.6 ppm تعود إلى ( $C_{30}, C_{32}$ ) أما الإشارة δ: 28.7ppm فانها تعود إلى ( $C_9, C_{20}$ ) والإشارة δ: 30.9 ppm فهي لـ ($C_{10}, C_{21}$ ) والإشارة δ: 56ppm فهي لـ ( $C_7$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ: 66 ppm تعود إلى ( $C_{18}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 197,190 ppm تعود إلى ($C_8, C_{19}$ ) أما الإشارة δ: 173ppm فانها تعود إلى ($C_{23}$ ) والإشارة δ: 170ppm فهي لـ ( $C_3, C_{27}$ ) كذلك ظهور إشارة عند الموقع δ: 150ppm تعود إلى ( $C_4$ ) والإشارة δ: 147ppm فهي لـ ( $C_{12}$ )وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 112 – 139 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38-40 ppm .




**الشكل (3-28) طيف FT.IR للمركب (10)**




**الشكل (3-29) طيف $^1$H-NMR للمركب (10)**

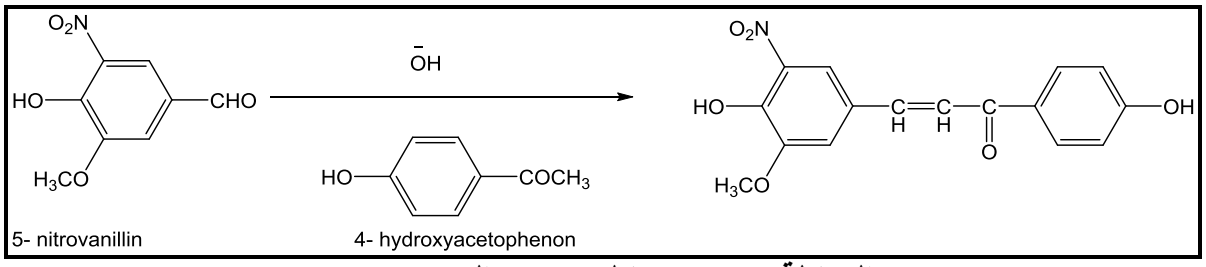


**الشكل ( 3-30) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (10)**

**(11-1-3) تشخيص المركب (11)**

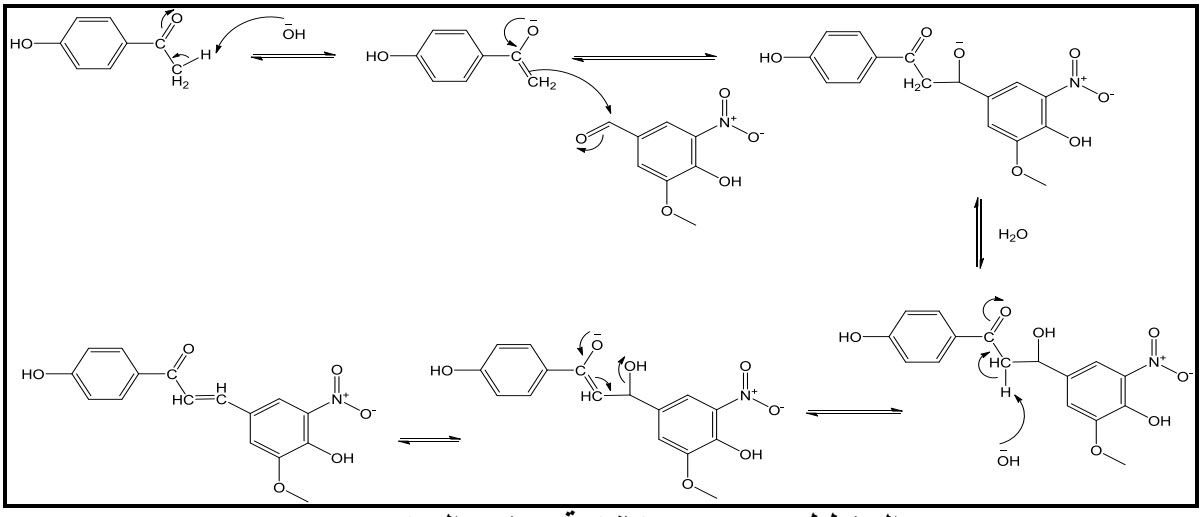
**3-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-1-(4-hydroxyphenyl)prop-2-en-1-one**

تحضير المركب (11) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




**المعادلة (3-11) معادله تحضير المركب (11)**

ميكانيكية تحضير المركب (11) [159].

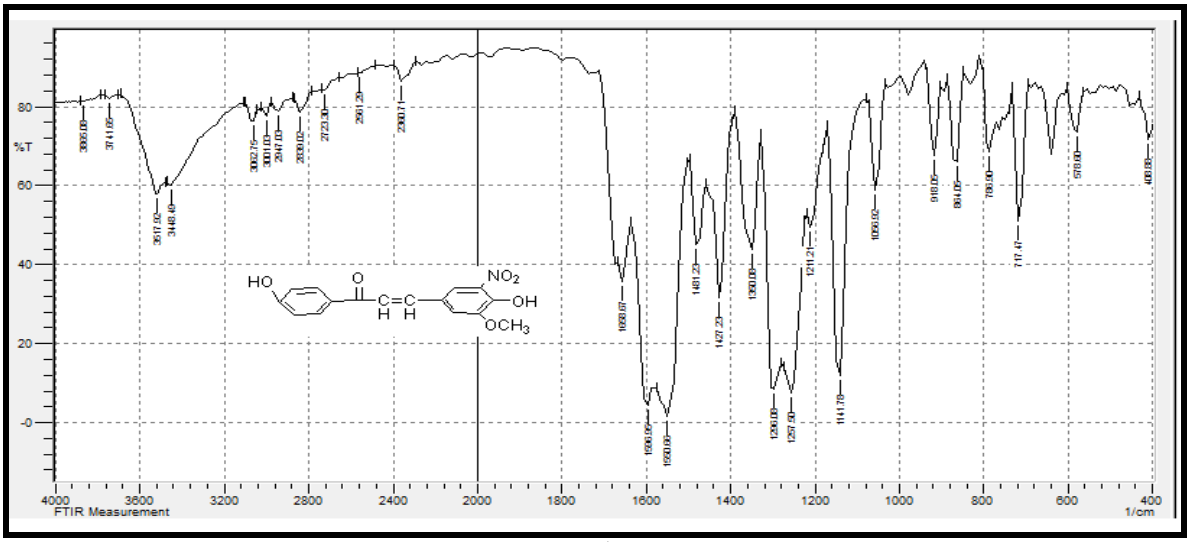


**المخطط ( 3 – 7 ) ميكانيكية تحضير المركب (11)**

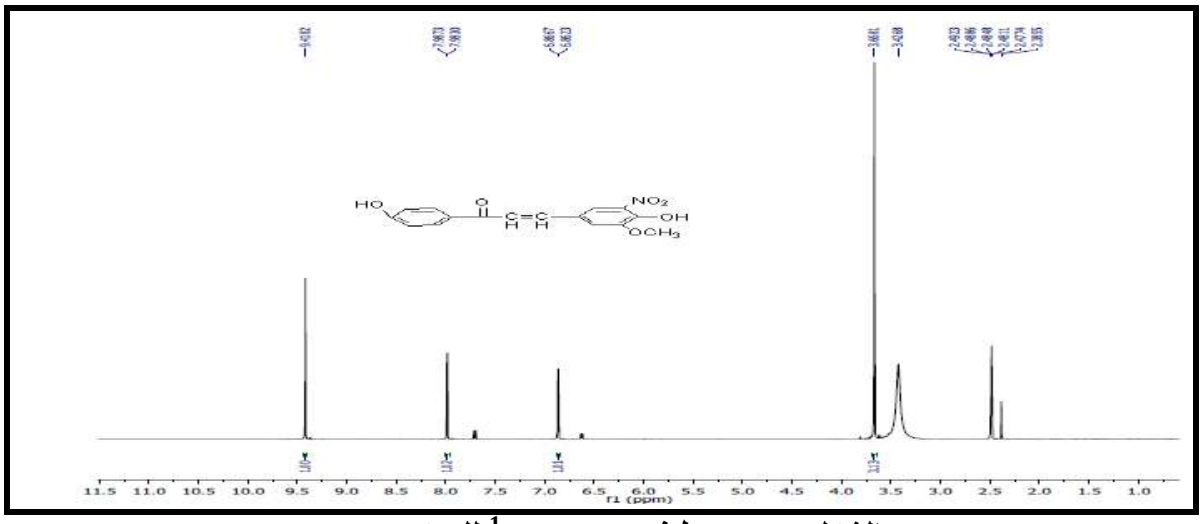
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (11) كما في الشكل ( 3 – 31 ) حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1658.67) عائدة إلى مجموعة (C=O) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1550.66) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$( 1596.95) عائدة إلى مجموعة (CH=CH) وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2839.02 , 2947.03) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3001.03 , 3062.75) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3448.49, 3517.92) عائدة إلى مجموعة (OH) .

وتم تشخيص المركب المحضر (11) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 32) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.4ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وإشارة ثنائية عند الموقع (δ: 6.862, 6.866 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH=CH) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.4 ppm) تعود إلى بروتوني مجموعة الهيدروكسيل (OH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 7.983 – 7.987 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

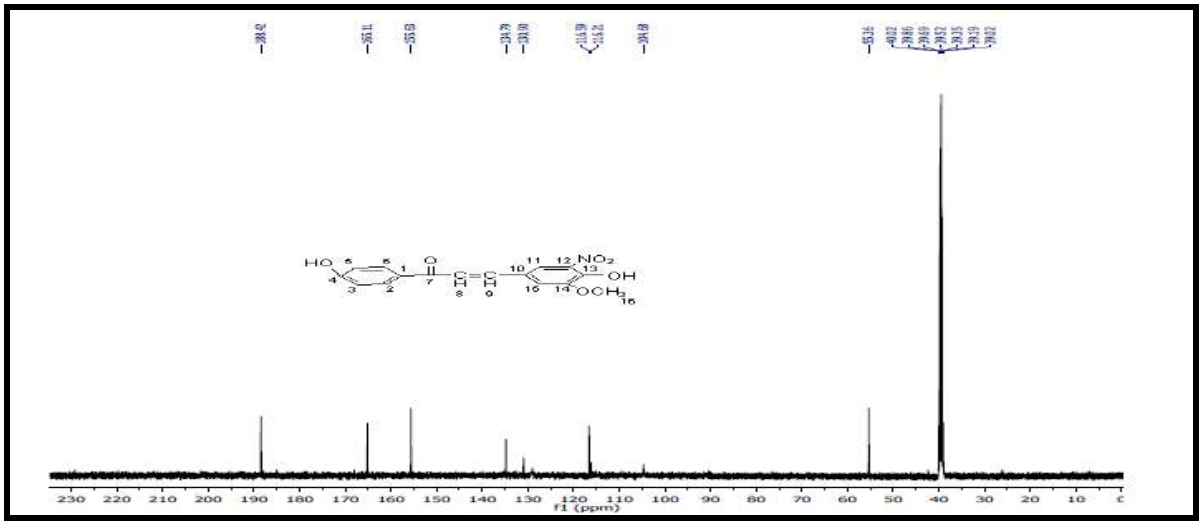
وجرى تشخيص المركب (11) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-33) إشارة عند الموقع δ:55.3ppm تعود إلى ($C_{16}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 188 ppm تعود إلى ( $C_7$ ) أما الإشارة δ: 165ppm فانها تعود إلى ( $C_4$ ) والإشارة δ: 155 ppm فهي لـ ($C_{14}$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 104 – 134 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 39-40 ppm .




الشكل (3-31) طيف FT.IR للمركب (11)




الشكل (3-32) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (11)

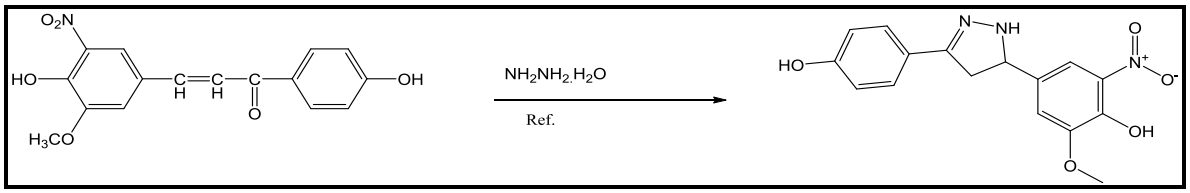



الشكل ( 3-33) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (11)

**(12-1-3) تشخيص المركب (12)**

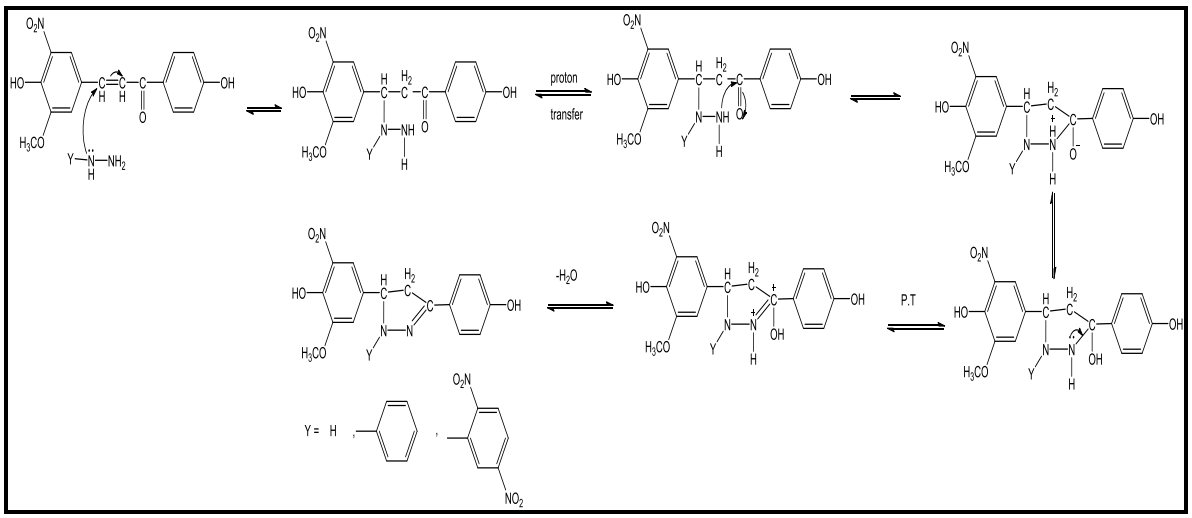
**4-(3-(4-hydroxyphenyl)-4,5-dihydro-1H-pyrazol-5-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**

تحضير المركب (12) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




**المعادلة (12-3) معادله تحضير المركب (12)**

ميكانيكية تحضير المركب (14,13,12) [160].



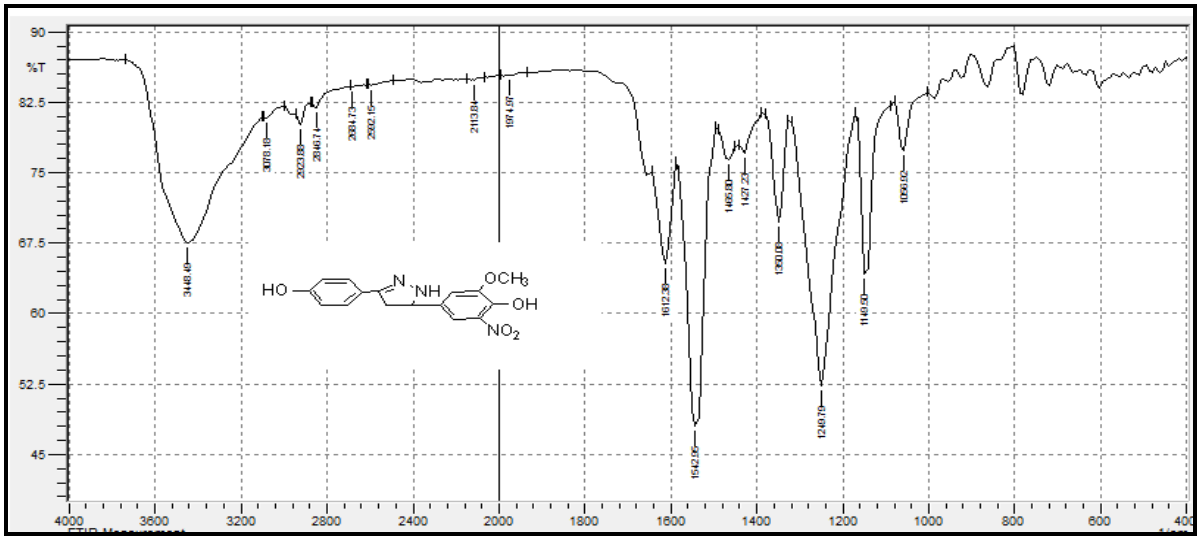

**المخطط ( 3 – 8 ) ميكانيكية تحضير المركب (14,13,12)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (12) كما في الشكل ( 3 – 34 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1612.38) عائدة إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1542.95) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2846.74, 2923.88) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3078.18) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عريضة عند الموقع $cm^{-1}$ (3448.49) عائدة إلى مجموعة (OH) المتداخلة مع حزمة (N-H) التي تظهر في نفس المنطقة تقريبا.

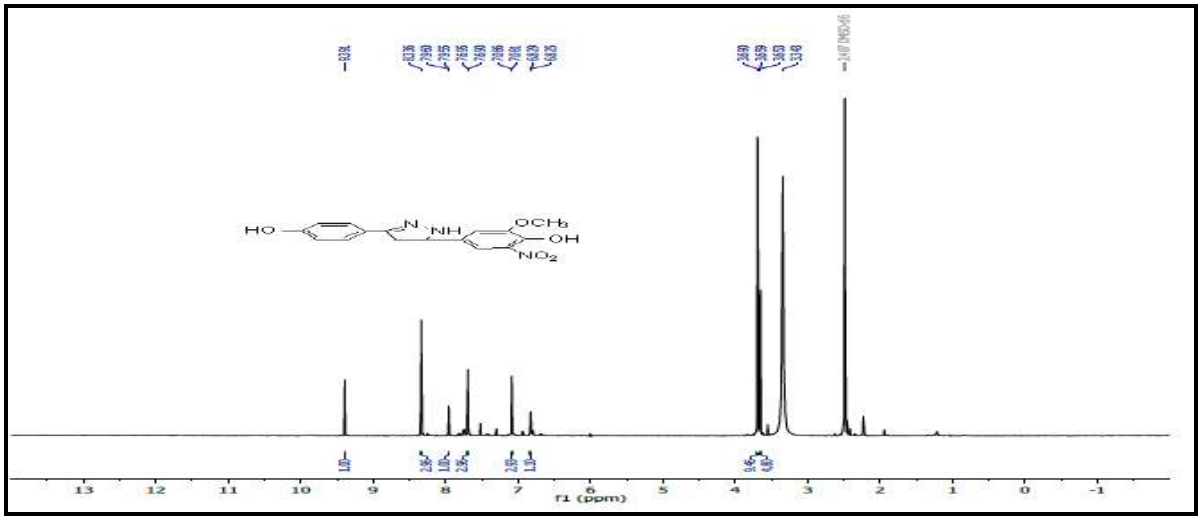
وتم تشخيص المركب المحضر (12) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 35) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.3ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات

لمجموعة ($OCH_3$) وإشارة ثلاثية عند الموقع (δ: 3.69 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وظهرت إشارة ثنائية عند الموقع (δ: 3.65 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($CH_2$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.3 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 8.3 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الامين (NH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 6.8 – 7.9 ppm) تعود إلى ستة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

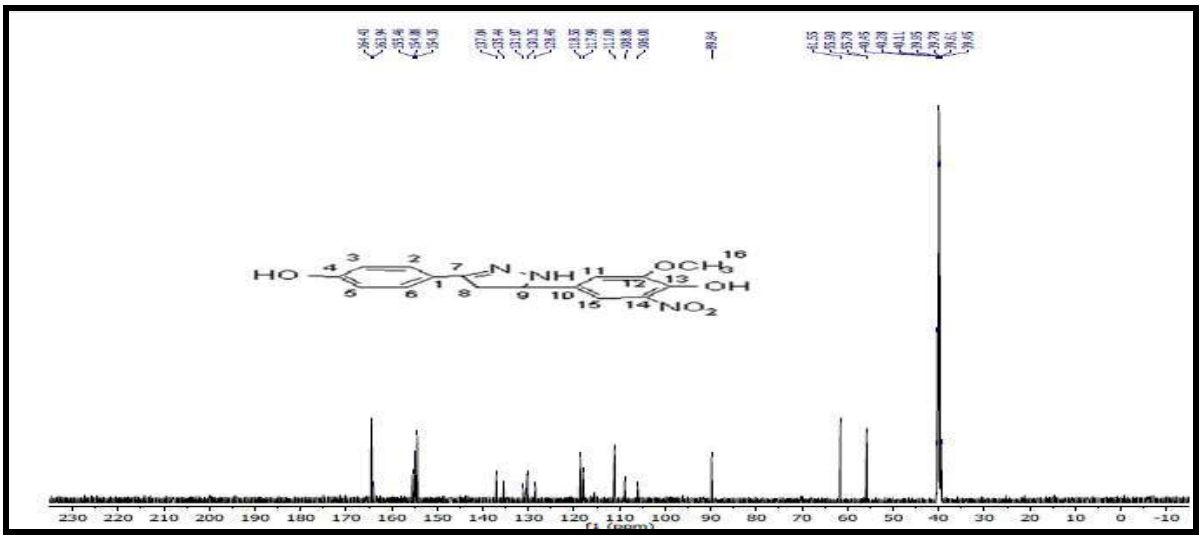
وجرى تشخيص المركب (12) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-36) إشارة عند الموقع δ:55ppm تعود إلى ($C_{16}$) وإشارة عند الموقع δ: 164.43 ppm تعود إلى ($C_4$) أما الإشارة δ: 155.46ppm فانها تعود إلى ($C_{12}$) والإشارة δ: 154.88 ppm فهي لـ ($C_7$) وإشارة عند الموقع δ: 154.35 ppm تعود إلى ($C_{14}$) والإشارة δ: 163.94 ppm فهي لـ ($C_{13}$) أما الإشارة δ: 61ppm فانها تعود إلى ($C_8$) والإشارة δ: 89.8 ppm فهي لـ ($C_9$) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 137 – 106 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 39-40 ppm .




**الشكل (3-34) طيف FT.IR للمركب (12)**




**الشكل (3-35) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (12)**

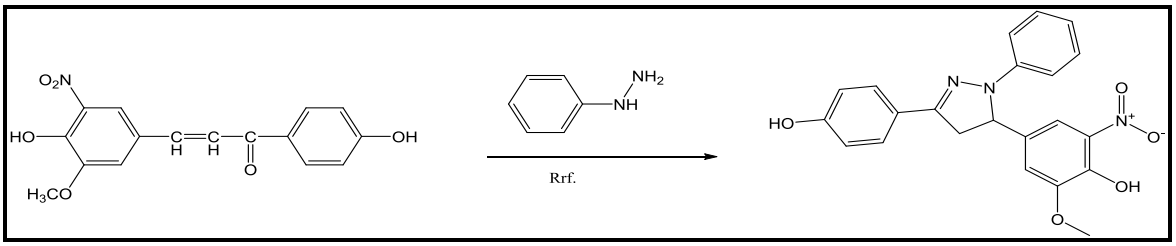



**الشكل ( 3-36) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (12)**

**(3-1-13) تشخيص المركب (13)**

**4-(3-(4-hydroxyphenyl)-1-phenyl-4,5-dihydro-1H-pyrazol-5-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**

تحضير المركب (13) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

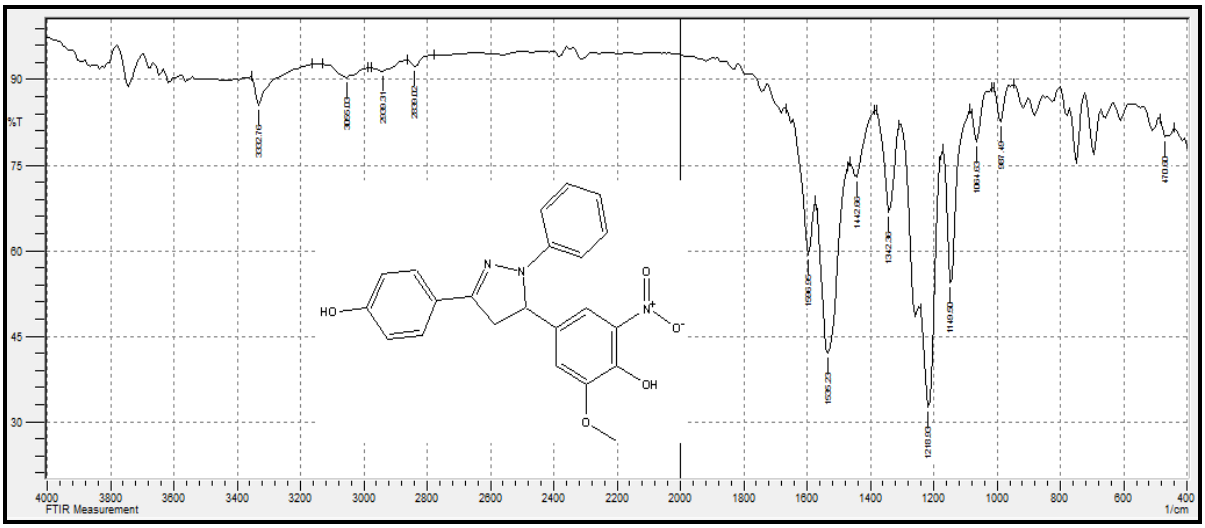



**المعادلة (3-13) معادله تحضير المركب (13)**

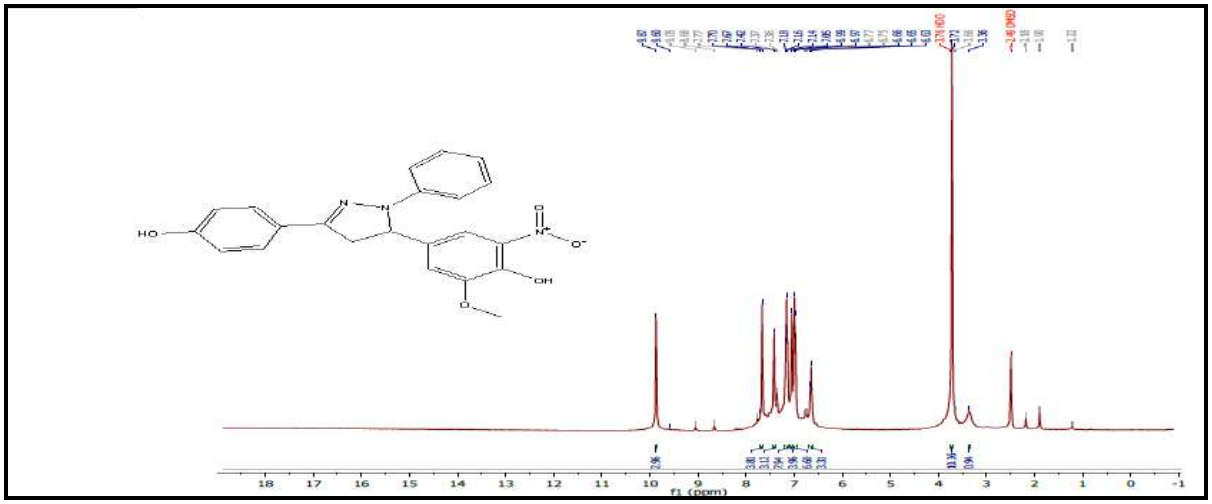
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(13) كما في الشكل ( 3 – 37 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95) عائدة إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1535.23) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2839.02, 2939.31) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3055.03) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3332.76) عائدة إلى مجموعة (OH) .

وتم تشخيص المركب المحضر (13) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 38) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 1.2 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وإشارة ثلاثية عند الموقع (δ: 3.7 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وظهرت إشارة ثنائية عند الموقع (δ: 2.1 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($CH_2$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.8 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 6.6 – 7.9 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

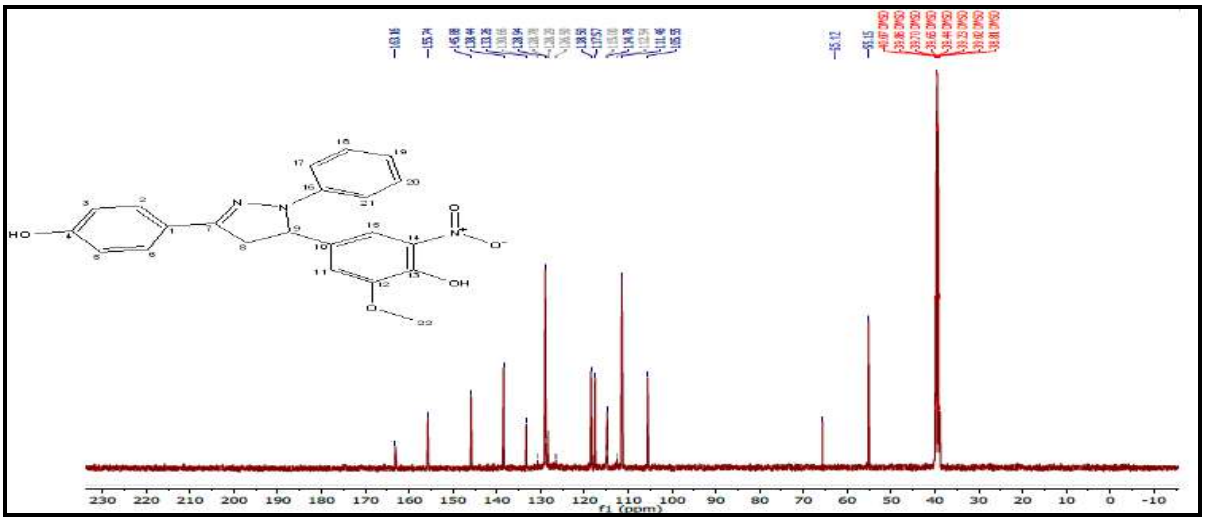
وجرى تشخيص المركب (13) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-39) إشارة عند الموقع δ:55.15ppm تعود إلى ($C_{22}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 65.12 ppm تعود إلى ( $C_8$ ) أما الإشارة δ: 105ppm فانها تعود إلى ( $C_9$ ) والإشارة δ: 111 ppm فهي لـ ($C_7$ ) وإشارة عند الموقع δ:163 , 157 ppm تعود إلى ($C_{4,}$ $C_{13}$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 112 – 145 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38-40 ppm .




**الشكل (3-37) طيف FT.IR للمركب (13)**



**الشكل (3-38) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (13)**

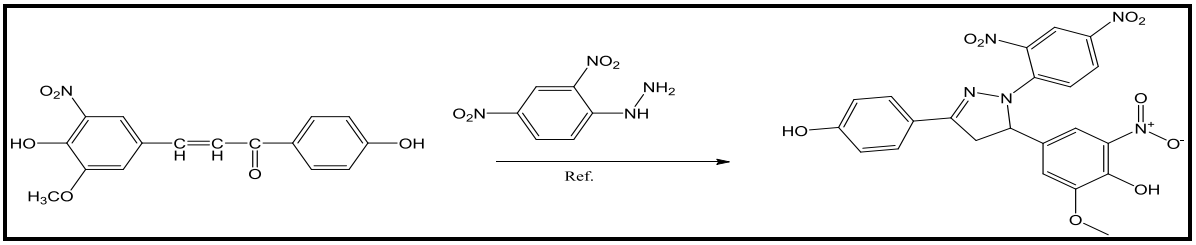


**الشكل ( 3-39) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (13)**

**(3-1-14) تشخيص المركب (14)**

**4-(1-(2,4-dinitrophenyl)-3-(4-hydroxyphenyl)-4,5-dihydro-1H-pyrazol-5-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**

تحضير المركب (14) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

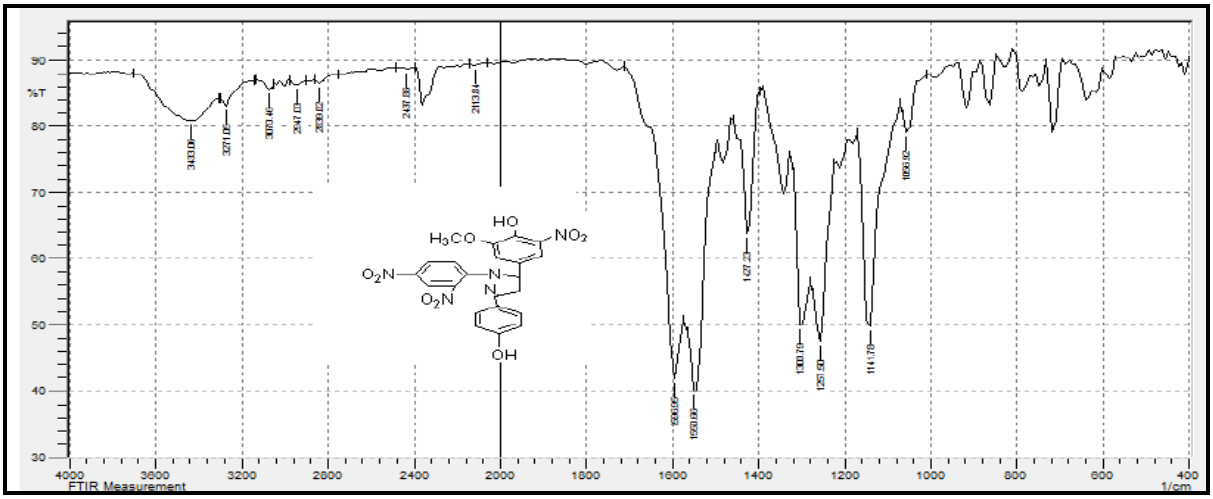



**المعادلة (3-14) معادله تحضير المركب (14)**

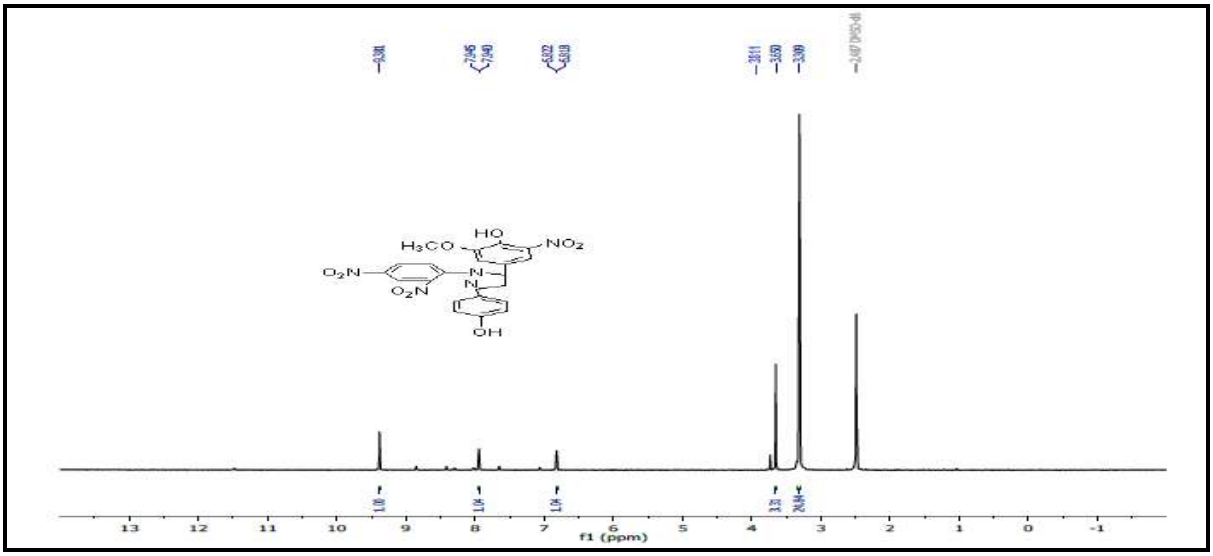
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (14) كما في الشكل ( 3 – 40 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95) عائدة إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1550.66) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2839.02, 2947.03) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3070.46) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3433.06) عائدة إلى مجموعة (OH) .

وتم تشخيص المركب المحضر (14) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 41) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.3 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وإشارة ثلاثية عند الموقع (δ: 3.8 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وظهرت إشارة ثنائية عند الموقع (δ: 3.6 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($CH_2$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.3 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 6.8 – 7.9 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

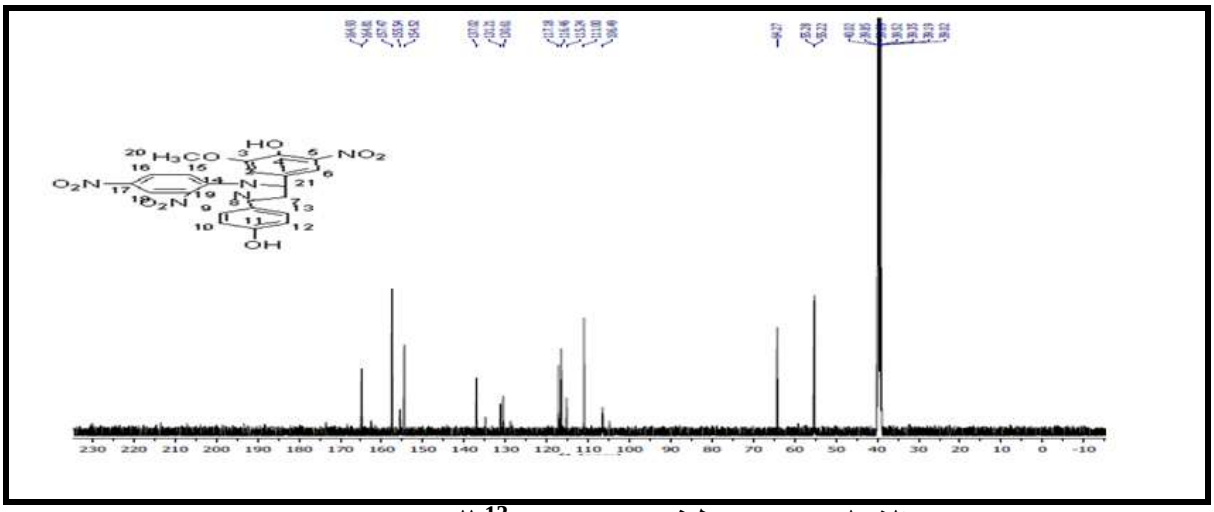
وجرى تشخيص المركب (14) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-42) إشارة عند الموقع δ:55.22ppm تعود إلى ($C_{20}$ ) وايضا عند الموقع δ: 55.28ppm تعود إلى ( $C_7$ ) وكذلك ظهرت إشارة عند الموقع δ: 64.27 ppm تعود إلى ( $C_{21}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 154.52 ppm تعود إلى ( $C_{14}$ ) أما الإشارة δ: 155.54ppm فانها تعود إلى ( $C_8$ ) وإشارة عند الموقع δ: 157.47 ppm تعود إلى ( $C_3$ ) وأما الإشارة δ: 164.81ppm فانها تعود إلى ($C_{11}$ ) والإشارة δ: 164.93ppm فانها تعود إلى ( $C_4$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 106 – 137 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 39-40 ppm .




الشكل (3-40) طيف FT.IR للمركب (14)




الشكل (3-41) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (14)

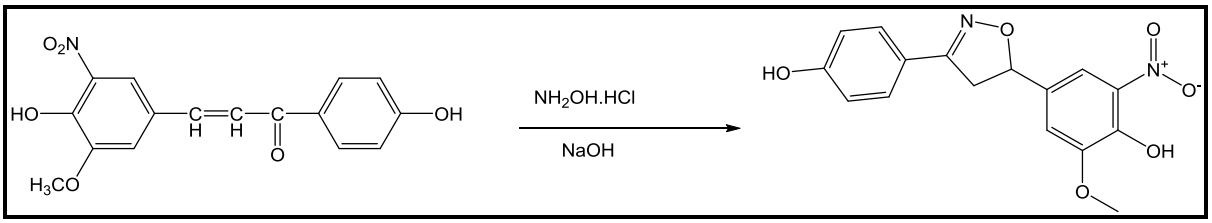



الشكل ( 3-42) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (14)

**(15-1-3) تشخيص المركب (15)**

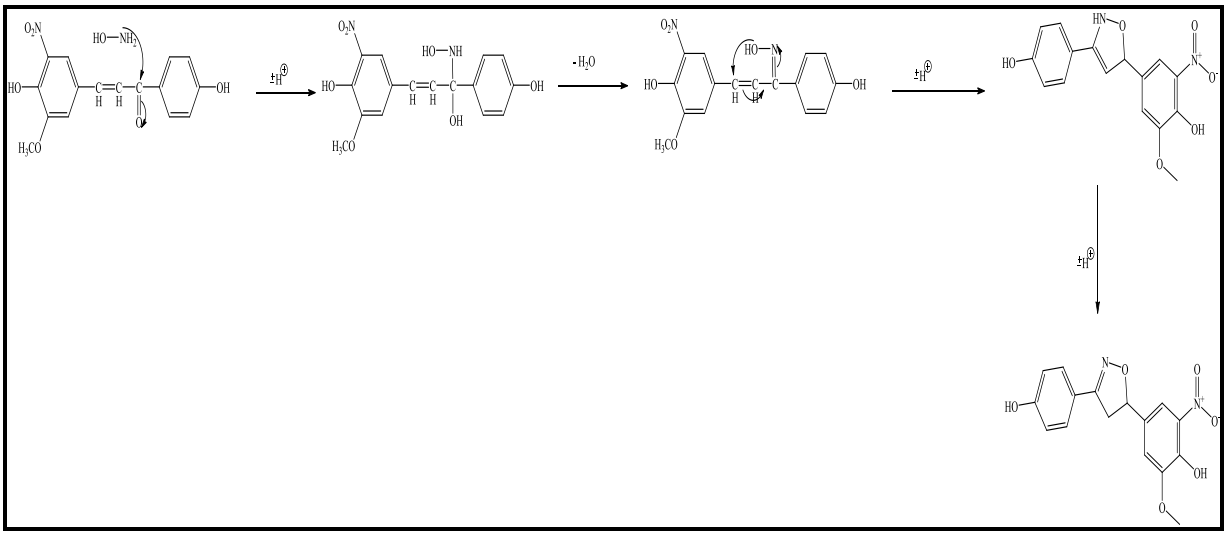
**4-(3-(4-hydroxyphenyl)-4,5-dihydroisoxazol-5-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**

تحضير المركب (15) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




**المعادلة (15-3) معادله تحضير المركب (15)**

ميكانيكية تحضير المركب (15) [161].



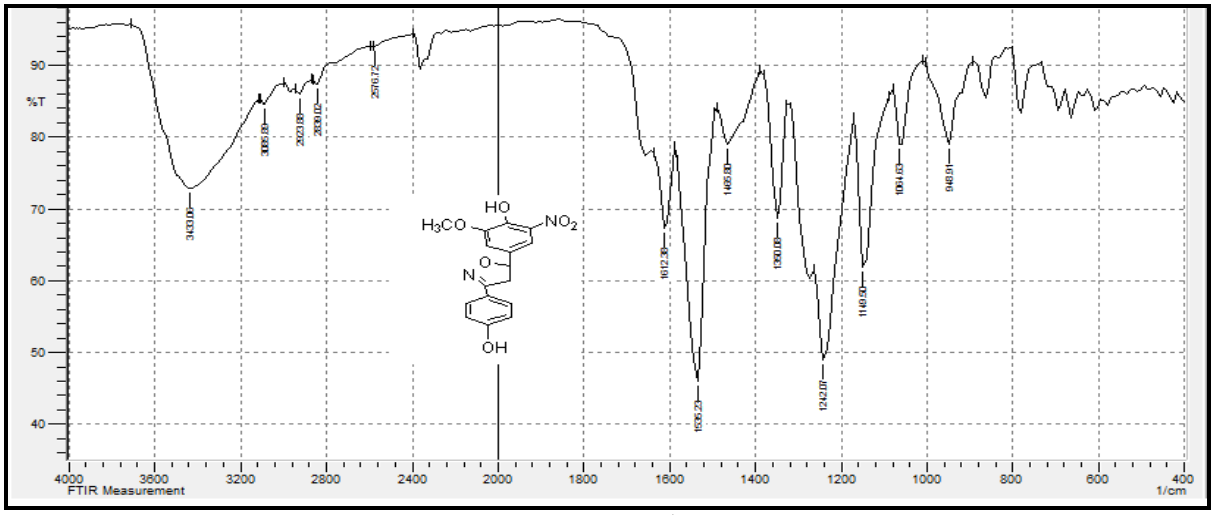
**المخطط ( 3 – 9 ) ميكانيكية تحضير المركب (15)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (15) كما في الشكل ( 3 – 43 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1612.38) عائدة إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1535.23) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2839.02, 2923.88) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة

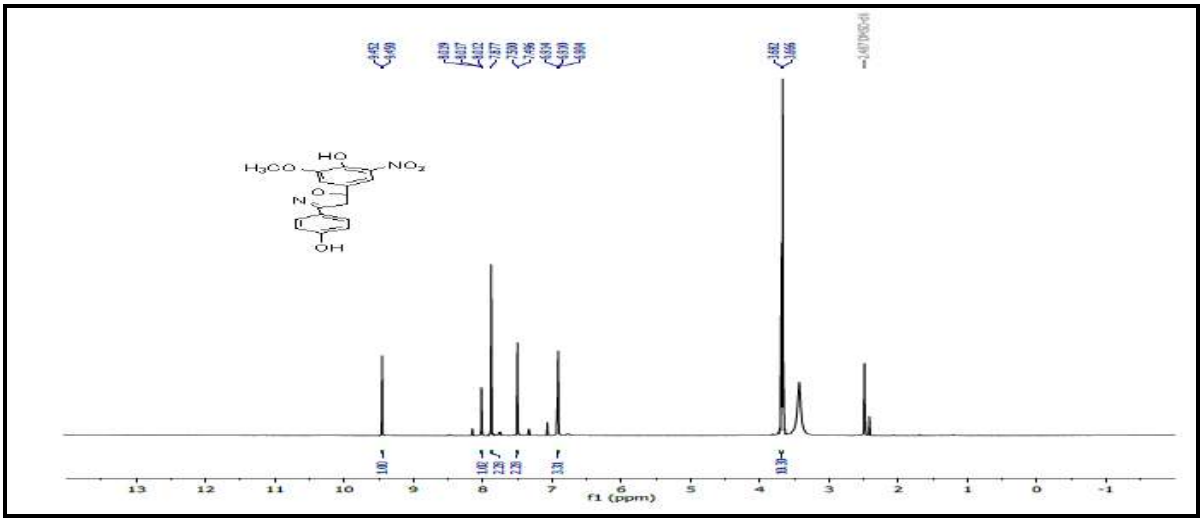
امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3085.89) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عريضة عند الموقع $cm^{-1}$ (3433.06) عائدة إلى مجموعة (OH) .

وتم تشخيص المركب المحضر (15) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 44) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.66 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وإشارة ثلاثية عند الموقع (δ: 3.68 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وظهرت إشارة ثنائية عند الموقع (δ: 3.66 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($CH_2$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.4 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 6.9 – 8 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

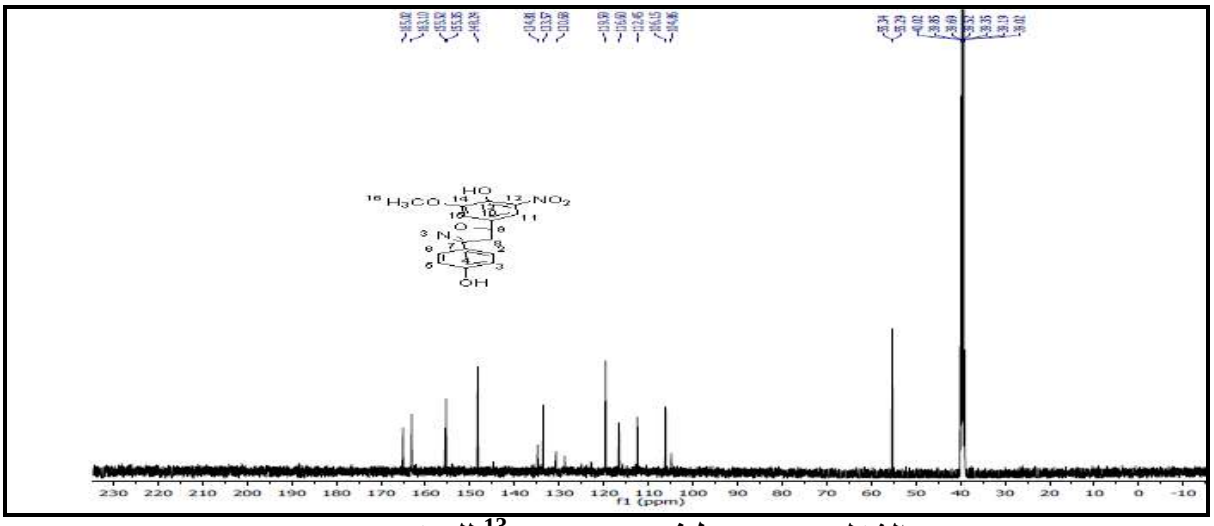
وجرى تشخيص المركب (15) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-45) إشارة عند الموقع δ:39.02ppm تعود إلى ($C_{16}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 165 ppm تعود إلى ( $C_7$ ) أما الإشارة δ: 163ppm فانها تعود إلى ( $C_4$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:155ppm تعود إلى ($C_{13}$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:55.2ppm تعود إلى ($C_8$ ) وإشارة عند الموقع δ: 55.3 ppm تعود إلى ( $C_9$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 104 – 134 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 39.1-40 ppm .




**الشكل (3-43) طيف FT.IR للمركب (15)**




**الشكل (3-44) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (15)**

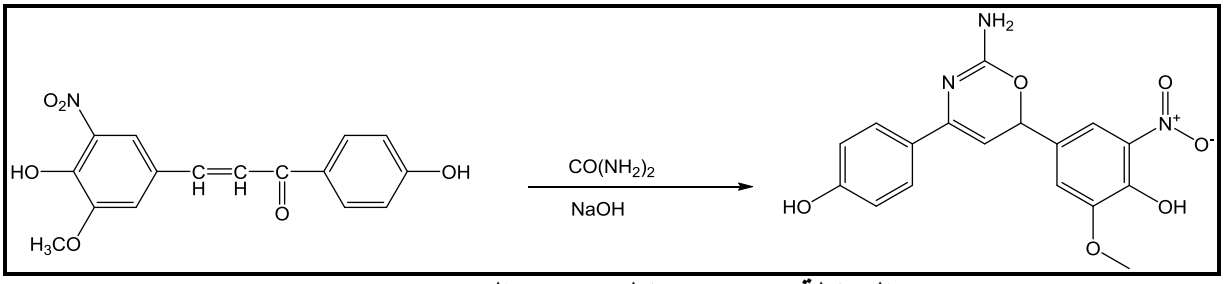



**الشكل ( 3-45) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (15)**

**(3-1-16) تشخيص المركب (16)**

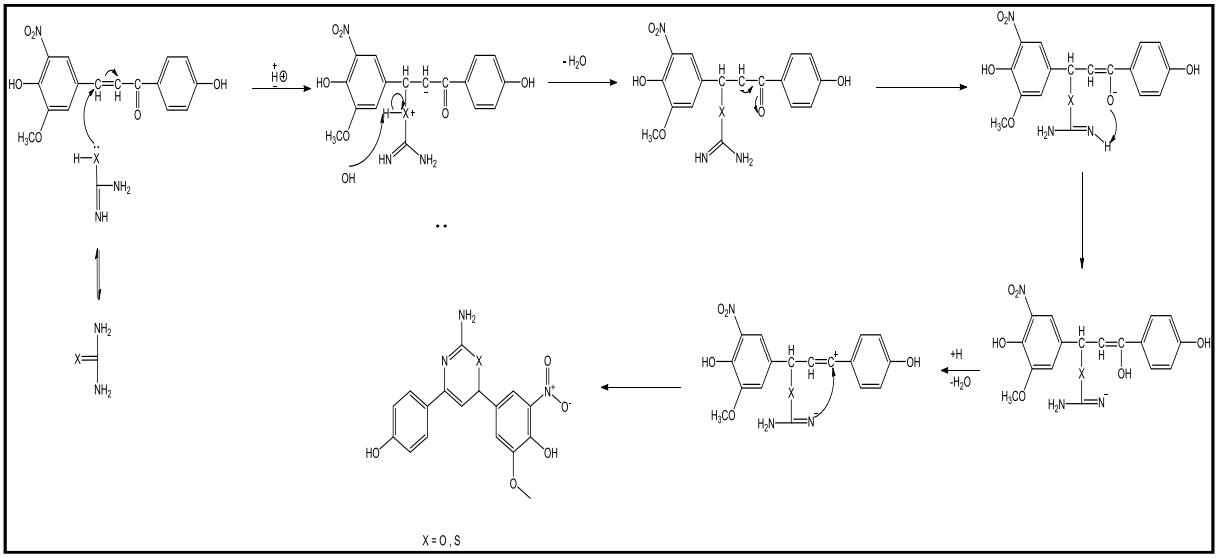
**4-(2-amino-6-(4-hydroxyphenyl)-6H-1,3-oxazin-4-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**

تحضير المركب (16) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




**المعادلة (3-16) معادله تحضير المركب (16)**

ميكانيكية تحضير المركب (17,16) [162، 163].

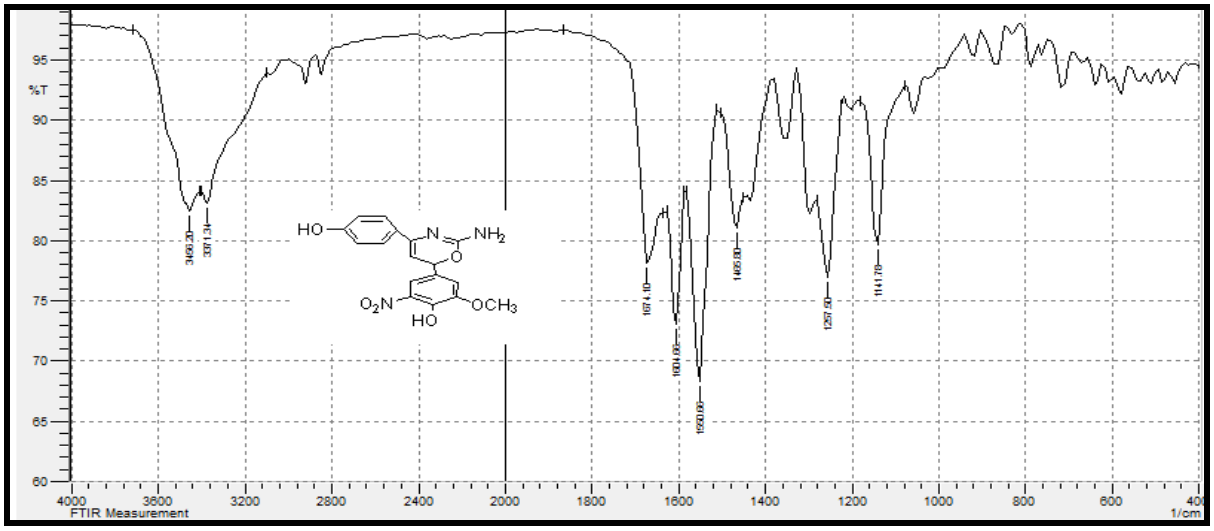



**المخطط ( 3 – 10 ) ميكانيكية تحضير المركب (16,17)**

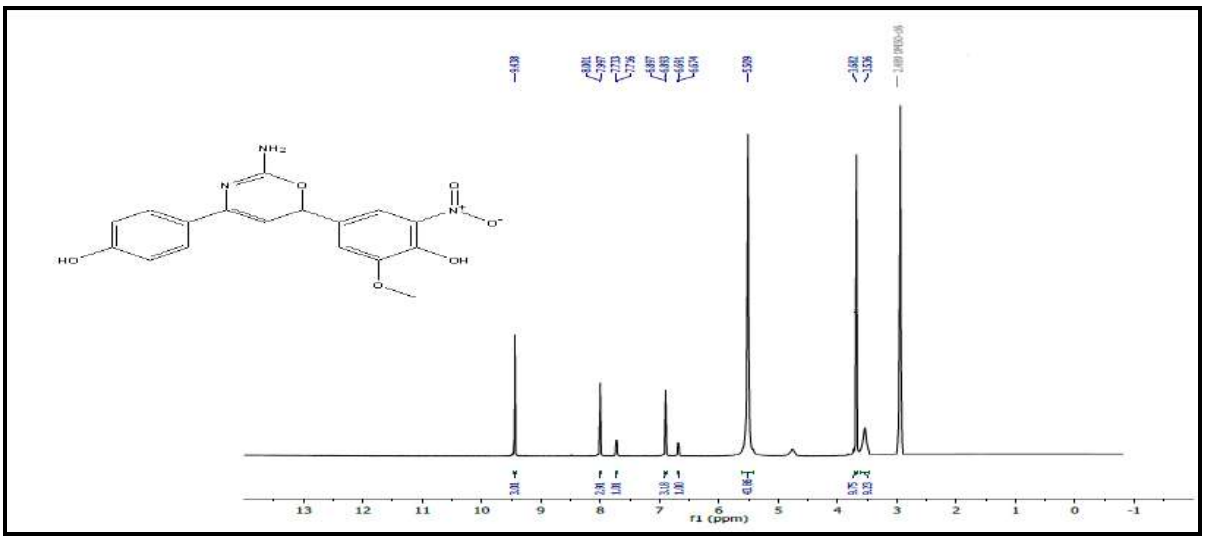
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (16) كما في الشكل ( 3 – 46 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1674.10) عائدة إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1604.66) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2837.28, 2923.88) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3078.17) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3456.20) عائدة إلى مجموعة (OH) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3371.34) عائدة إلى مجموعة ($NH_2$).

وتم تشخيص المركب المحضر (16) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 47) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.5 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وإشارة ثنائية عند الموقع (δ: 3.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (O-CH) وإشارة ثنائية عند التردد (δ: 4.5 ppm) تعود إلى (=CH) في الحلقة المتكونة وظهرت إشارة عند الموقع (δ: 5.5 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($NH_2$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.43 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 6.67 – 8 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

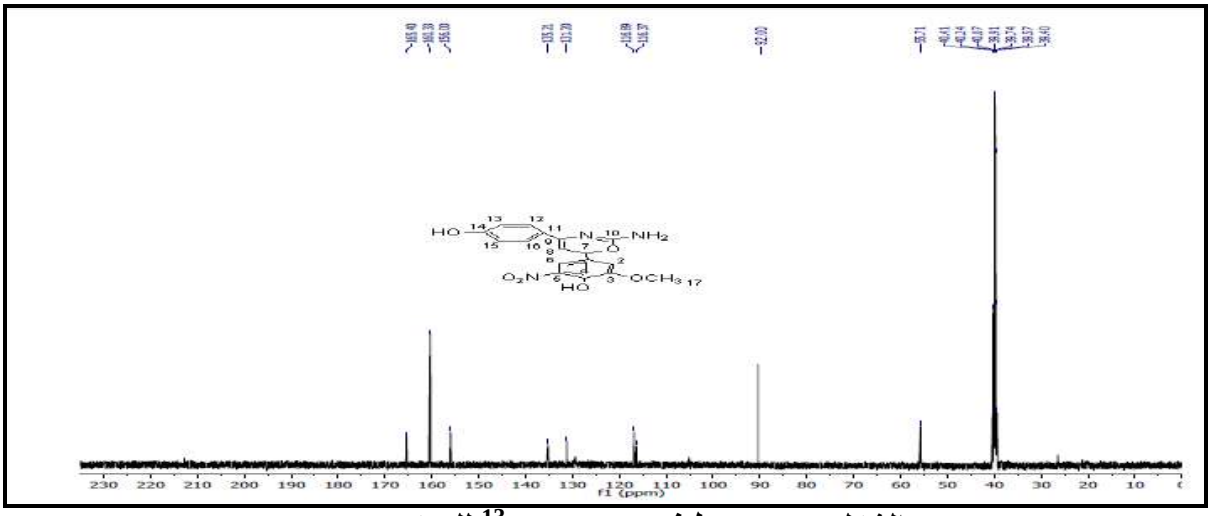
وجرى تشخيص المركب (16) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-48) إشارة عند الموقع δ:55.3ppm تعود إلى ($C_{17}$) وإشارة عند الموقع δ: 165 ppm تعود إلى ( $C_{10}$ ) أما الإشارة δ: 160ppm فانها تعود إلى ( $C_{14}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:156ppm تعود إلى ($C_3$) وأما الإشارة عند الموقع δ:92ppm تعود إلى ($C_7$) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 116 – 135 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 39-40 ppm .




**الشكل (3-46) طيف FT.IR للمركب (16)**




**الشكل (3-47) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (16)**

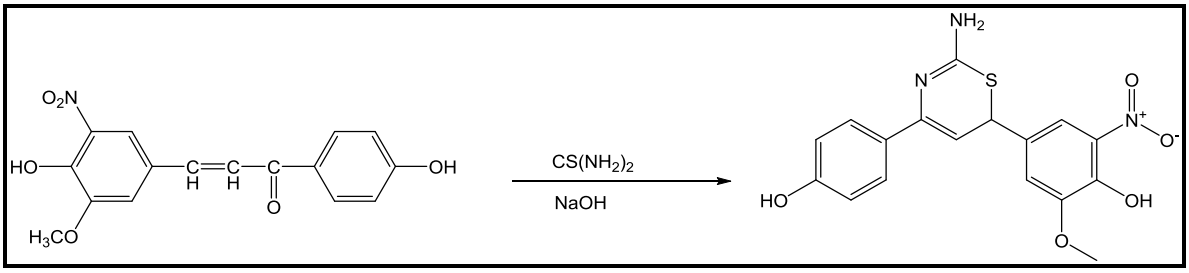


**الشكل ( 3-48) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (16)**

**(3-1-17) تشخيص المركب (17)**

**4-(2-amino-4-(4-hydroxyphenyl)-6H-1,3-thiazin-6-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**

تحضير المركب (17) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



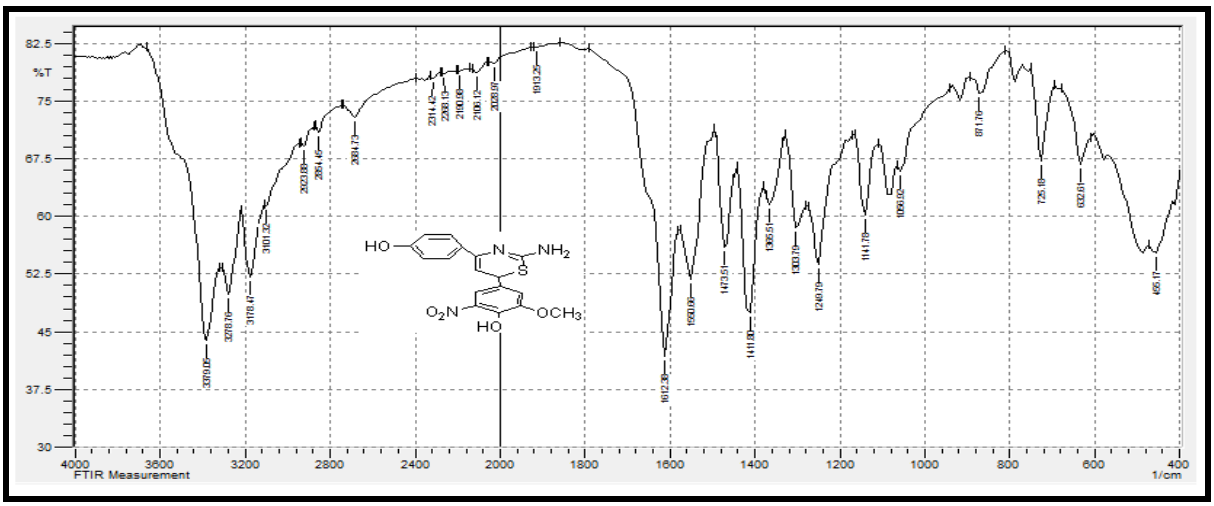

**المعادلة (3-17) معادله تحضير المركب (17)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (17) كما في الشكل ( 3 – 49 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1612.38) عائدة إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1550.66) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2854.45, 2923.88) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3101.32, 3178.47) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3379.05) عائدة إلى مجموعة (OH) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3278.76) عائدة إلى مجموعة ($NH_2$).

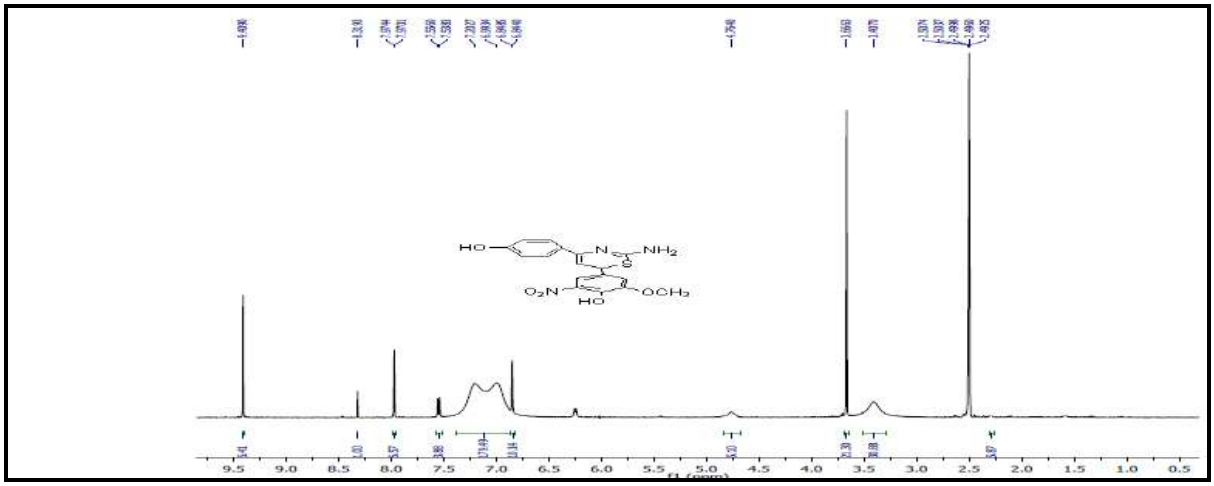
وتم تشخيص المركب المحضر (17) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 50) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.4 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات

لمجموعة ($OCH_3$) وإشارة ثنائية عند الموقع (δ: 3.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وظهرت إشارة عند الموقع (δ: 4.7 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($NH_2$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.4 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 6.8 – 8.3 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

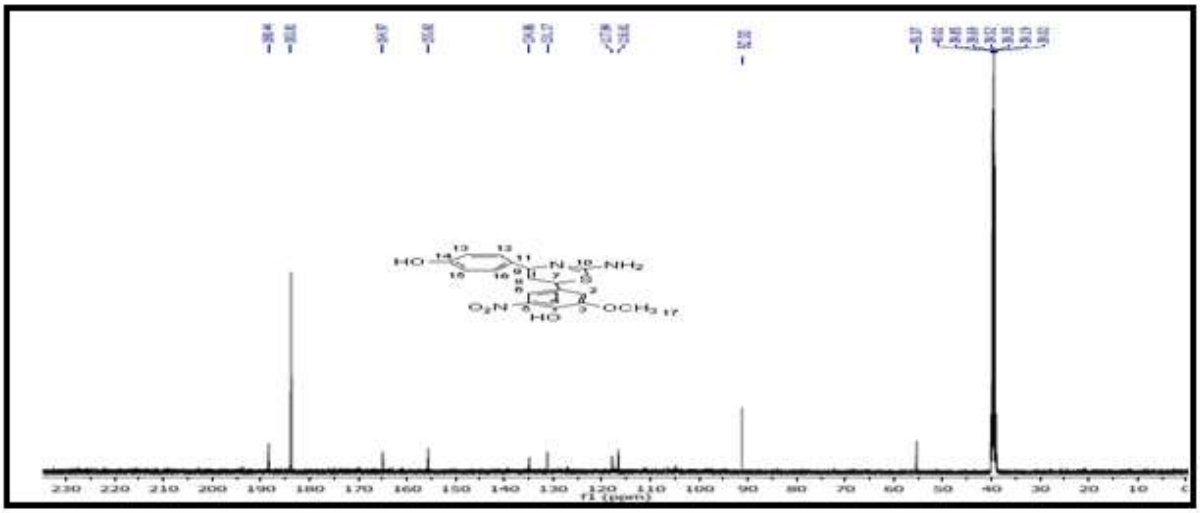
وجرى تشخيص المركب (17) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-51) إشارة عند الموقع δ:55ppm تعود إلى ($C_{17}$) وإشارة عند الموقع δ: 164 ppm تعود إلى ($C_{10}$) أما الإشارة δ: 155ppm فانها تعود إلى ($C_{14}$) وكذلك إشارة عند الموقع δ:134ppm تعود إلى ($C_3$) وأما الإشارة عند الموقع δ:92ppm تعود إلى ($C_7$) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 116 – 131 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 39-40 ppm .




**الشكل (3-49) طيف FT.IR للمركب (17)**




**الشكل (3-50) طيف $^1$H-NMR للمركب (17)**

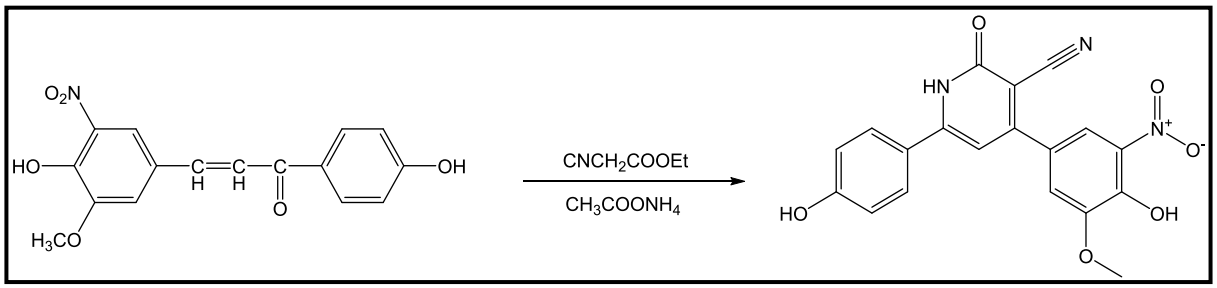


**الشكل ( 3-51) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (17)**

**(3-1-18) تشخيص المركب (18)**

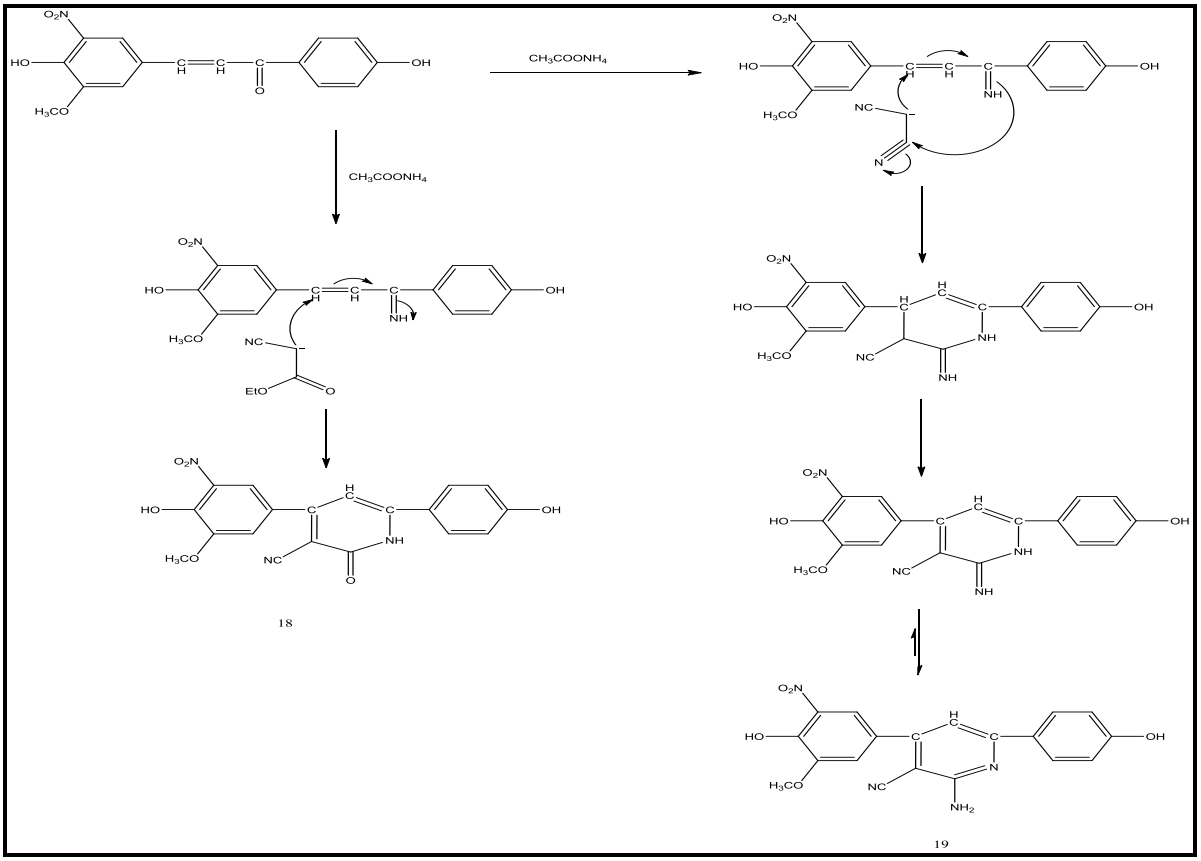
**4-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-6-(4-hydroxyphenyl)-2-oxo-1,2-dihydropyridine-3-carbonitrile**

تحضير المركب (18) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




**المعادلة (3-18) معادله تحضير المركب (18)**

ميكانيكية تحضير المركب (19,18) [164].



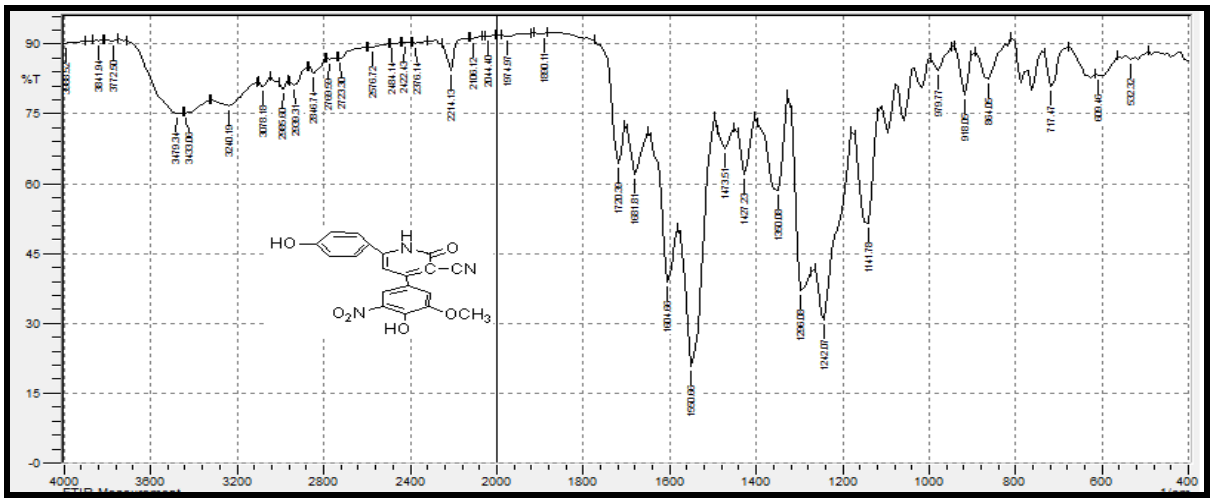

**المخطط ( 3 – 11 ) ميكانيكية تحضير المركب (19,18)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (18) كما في الشكل ( 3 – 52 ) حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع عند الموقع $cm^{-1}$ (1735) تعود إلى مجموعة (C=O) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1681.81) عائدة إلى مجموعة (C=C) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1604.66) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وظهرت ايضا حزمتي امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1550.66 , 1350.08) تعود إلى مجموعة ($NO_2$ ) وحزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2846.74, 2985.60) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3078.18) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3479.34,3433.06) عائدة إلى مجموعة (OH) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3240.19) عائدة إلى مجموعة (NH) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (2214.13) عائدة إلى مجموعة (CN).

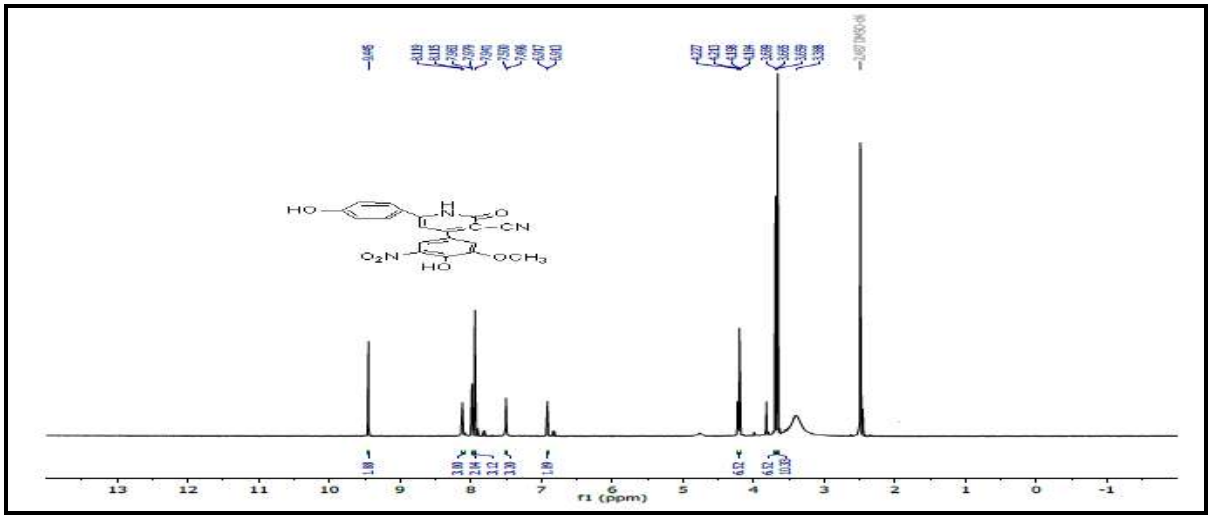
وتم تشخيص المركب المحضر (18) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 53) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.6 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وظهرت إشارة عند الموقع (δ: 8.1 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة (CH)

وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.4 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 6.9 – 7.9 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كذلك ظهور إشارة عند (δ: 4.2 ppm) تعود إلى (NH) كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

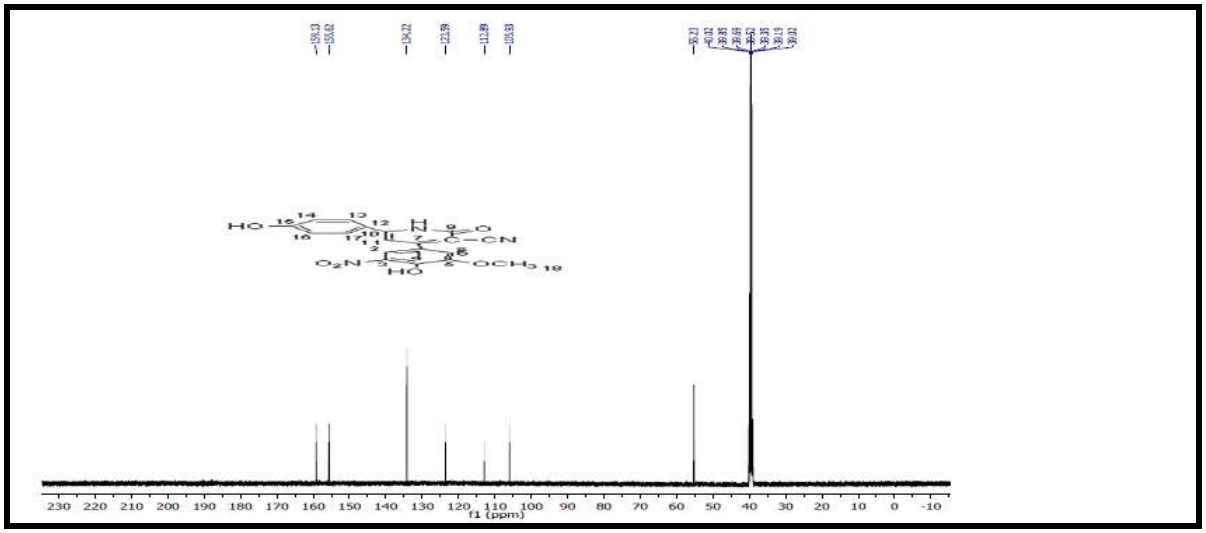
وجرى تشخيص المركب (18) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-54) إشارة عند الموقع δ:159.13 ppm تعود إلى ($C_9$) وإشارة عند الموقع δ: 55.2 ppm تعود إلى ($C_{18}$) أما الإشارة δ: 155.6 ppm فانها تعود إلى ($C_{16}$) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 105 – 134 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 39-40 ppm .




**الشكل (3-52) طيف FT.IR للمركب (18)**




**الشكل (3-53) طيف $^1$H-NMR للمركب (18)**

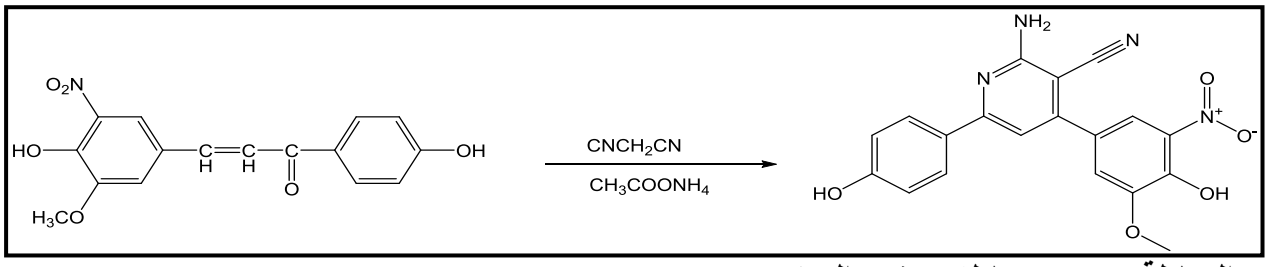


**الشكل ( 3-54) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (18)**

**(3-1-19) تشخيص المركب (19)**

**2-amino-6-(4-hydroxy-3-methoxy-5-nitrophenyl)-4-(4 nhydroxyphenyl)nicotinonitrile**

تحضير المركب (19) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

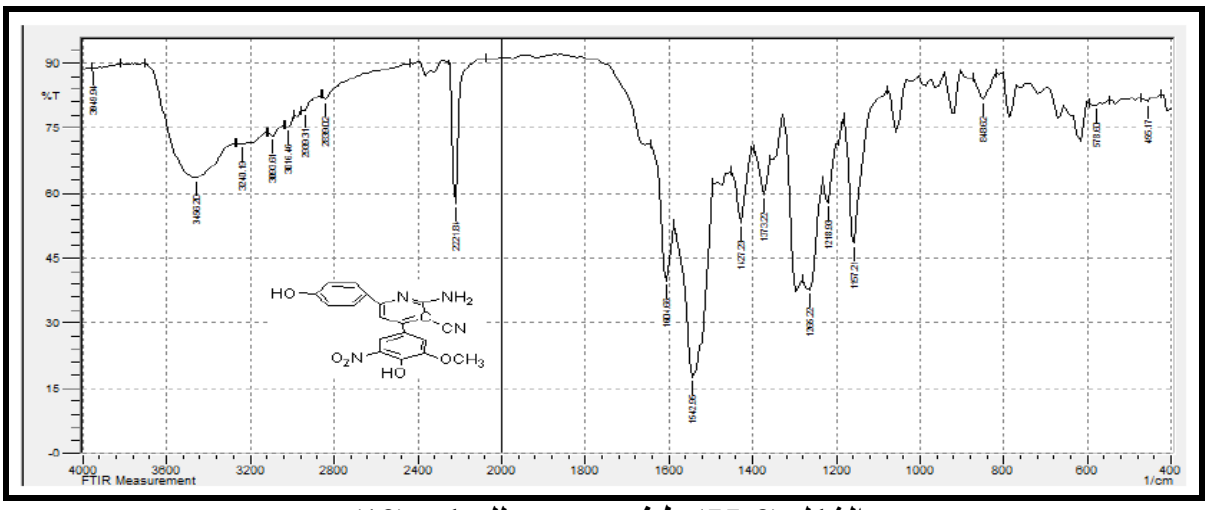



**المعادلة (3-19) معادله تحضير المركب (19)**

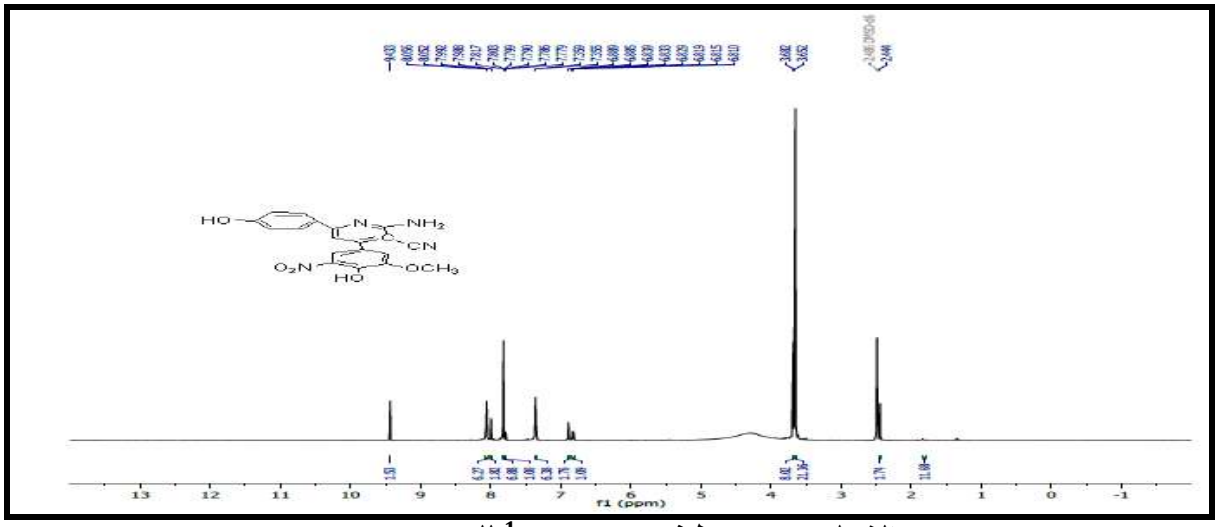
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (19) كما في الشكل ( 3 – 55 ) حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع عند الموقع $cm^{-1}$ (1604.66) تعود إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1542.95) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وظهرت حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2839.02, 2939.31) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3016.46) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3456.20) عائدة إلى مجموعة (OH) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3093.61, 3240.19) عائدة إلى مجموعة ($NH_2$) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (2221.84) عائدة إلى مجموعة (CN).

وتم تشخيص المركب المحضر (19) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 56) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.6 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وظهرت إشارة عند الموقع (δ: 4.3 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($NH_2$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.4 ppm) تعود إلى بروتوني مجموعتي الهيدروكسيل (OH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 6.8 – 8 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

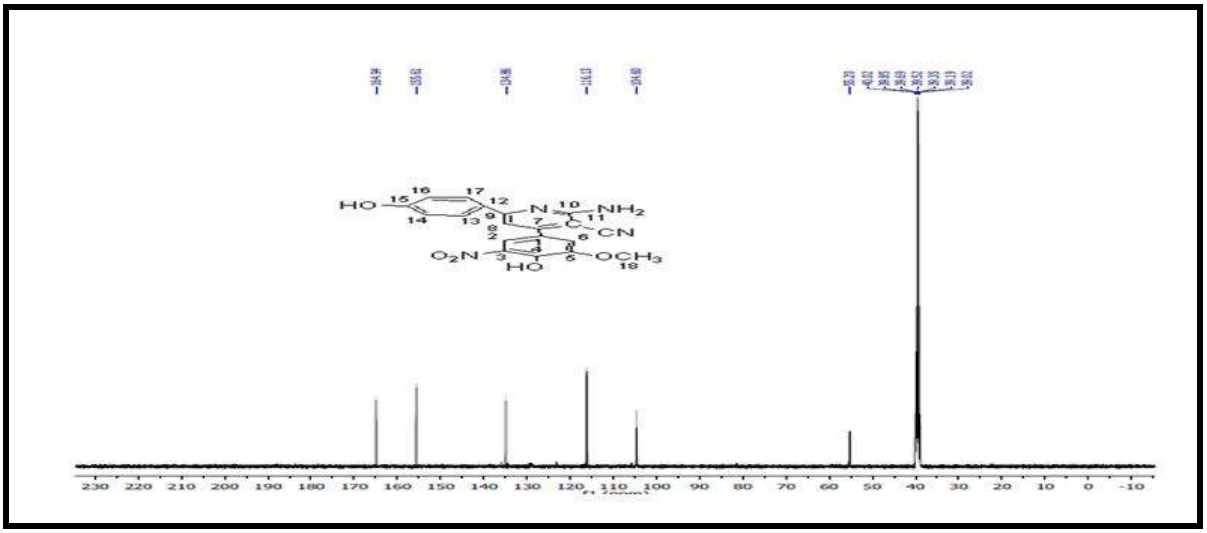
وجرى تشخيص المركب (19) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-57) إشارة عند الموقع δ:55.2 ppm تعود إلى ($C_{18}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 155.61 ppm تعود إلى ($C_{15}$ ) أما الإشارة δ: 164.94 ppm فانها تعود إلى ( $C_{10}$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 104 – 134 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 39-40 ppm .




**الشكل (3-55) طيف FT.IR للمركب (19)**




**الشكل (3-56) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (19)**

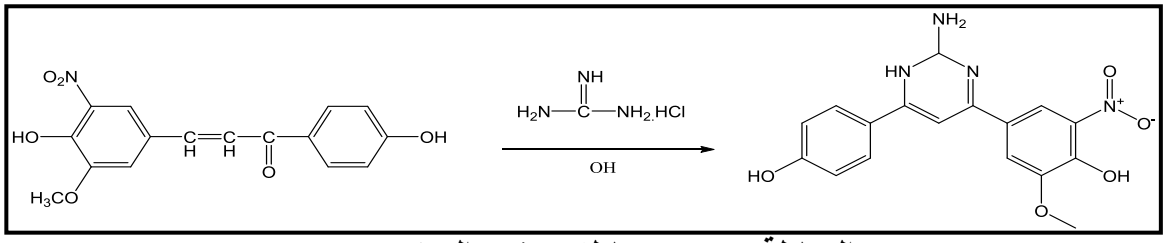


**الشكل ( 3-57) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (19)**

**(3-1-20) تشخيص المركب (20)**

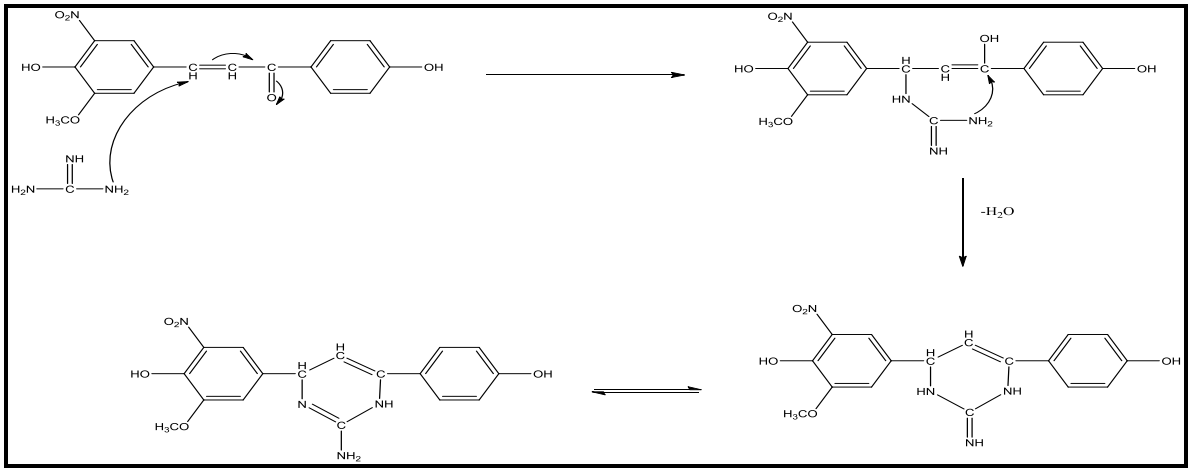
**4-(2-amino-6-(4-hydroxyphenyl)-1,2-dihydropyrimidin-4-yl)-2-methoxy-6-nitrophenol**

تحضير المركب (20) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



**المعادلة (3-20) معادله تحضير المركب (20)**

ميكانيكية تحضير المركب (20) [165].

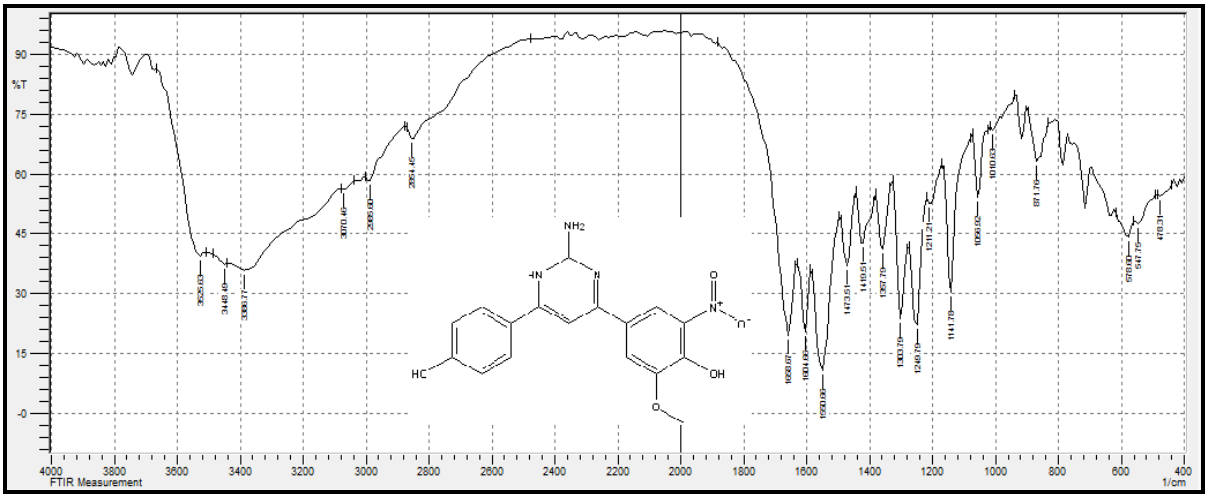


**المخطط ( 3 – 12 ) ميكانيكية تحضير المركب (20)**

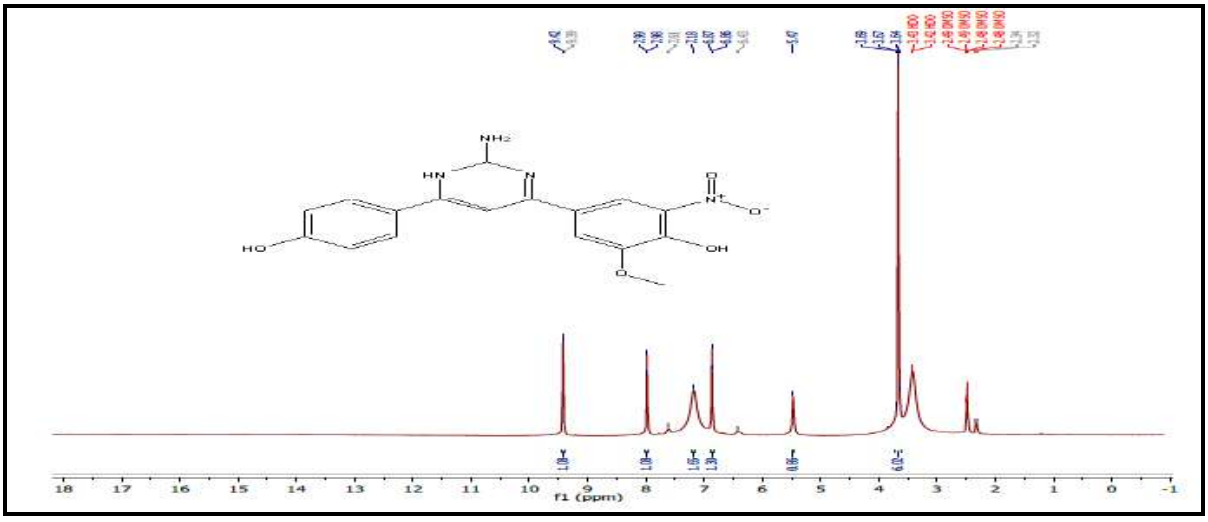
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (20) كما في الشكل ( 3 – 58 ) حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1658.67) تعود إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1604.66) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وظهرت حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2854.45, 2985.60) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3070.46) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3525.63) عائدة إلى مجموعة (OH) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3386.77, 3448.49) عائدة إلى مجموعة ($NH_2$) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (1550.66) عائدة إلى مجموعة ($NO_2$).

وتم تشخيص المركب المحضر (20) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 59) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 2.3 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وظهرت إشارة عند الموقع (δ: 5.4 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($NH_2$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 9.4 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل (OH) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.67,3.69 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وأما الإشارة عند الموقع (δ: 3.64 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة (NH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 6.4 – 7.9 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

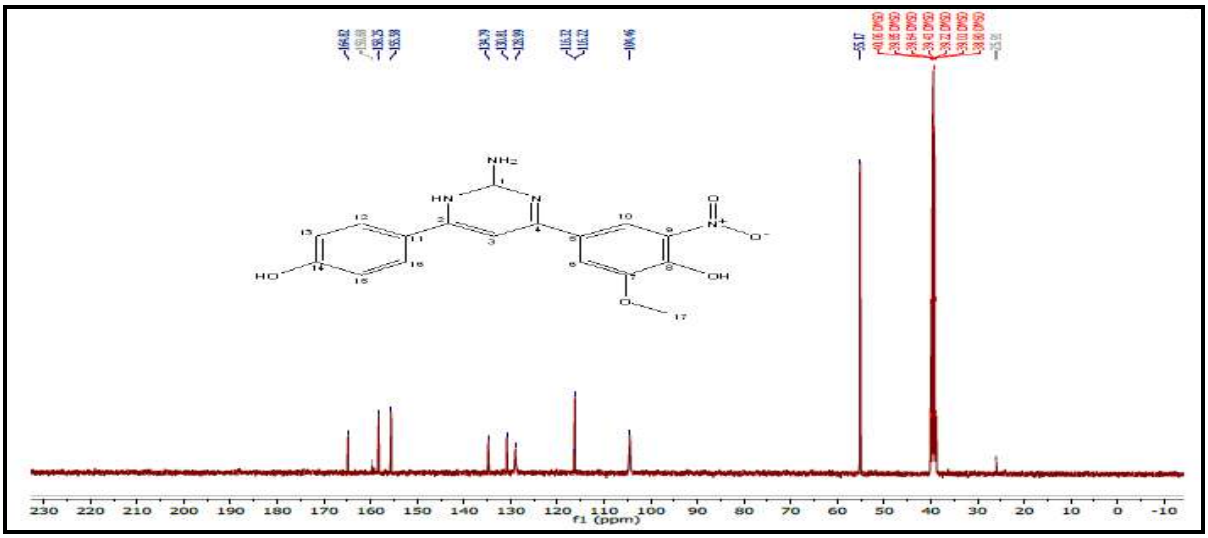
وجرى تشخيص المركب (20) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-60) إشارة عند الموقع δ:25.9 ppm تعود إلى ($C_{17}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 55.1 ppm تعود إلى ($C_1$ ) أما الإشارة δ: 104 ppm فانها تعود إلى ( $C_3$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:116.2 ppm تعود إلى ( $C_4$) وأما الإشارة عند الموقع δ:164 ppm تعود إلى ($C_{14}$, $C_8$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:159ppm تعود إلى ($C_9$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:158 ppm تعود إلى ($C_7$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 116.3 – 155.58 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38-40 ppm




**الشكل (3-58) طيف FT.IR للمركب (20)**




**الشكل (3-59) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (20)**

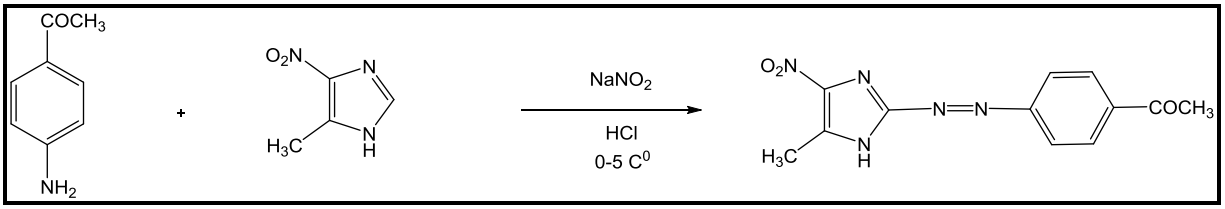



**الشكل ( 3-60) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (20)**

### (21-1-3) تشخيص المركب (21)

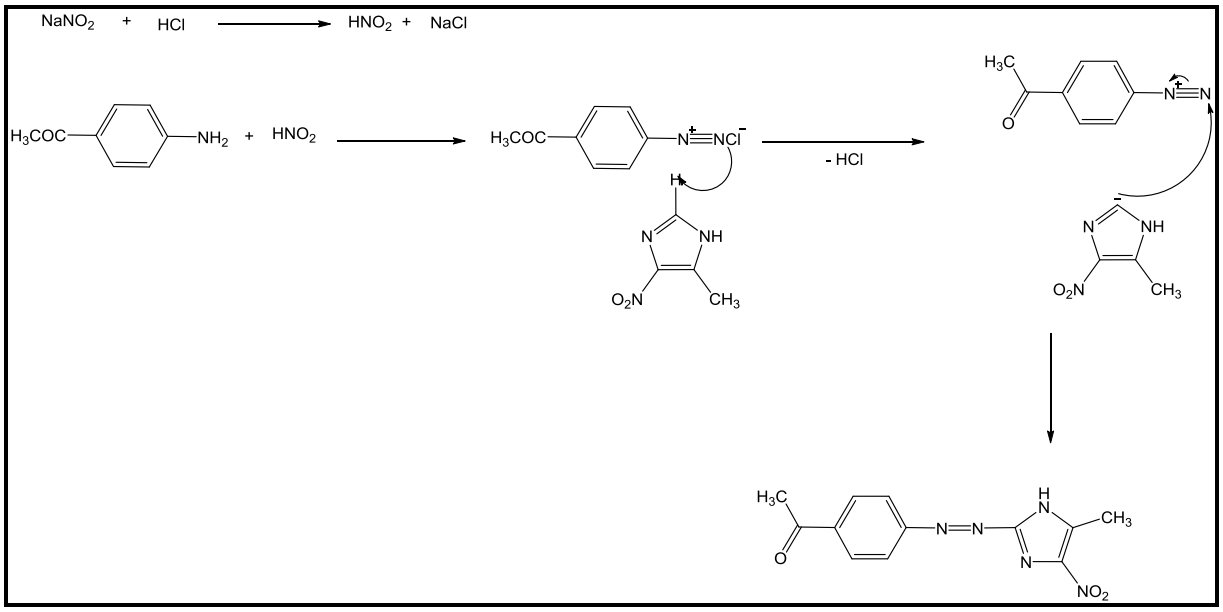
**(1-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl)diazenyl)phenyl)ethan-1-one )**

تحضير المركب (21) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




**المعادلة (21-3) معادله تحضير المركب (21)**

ميكانيكية تحضير المركب (21) [166].



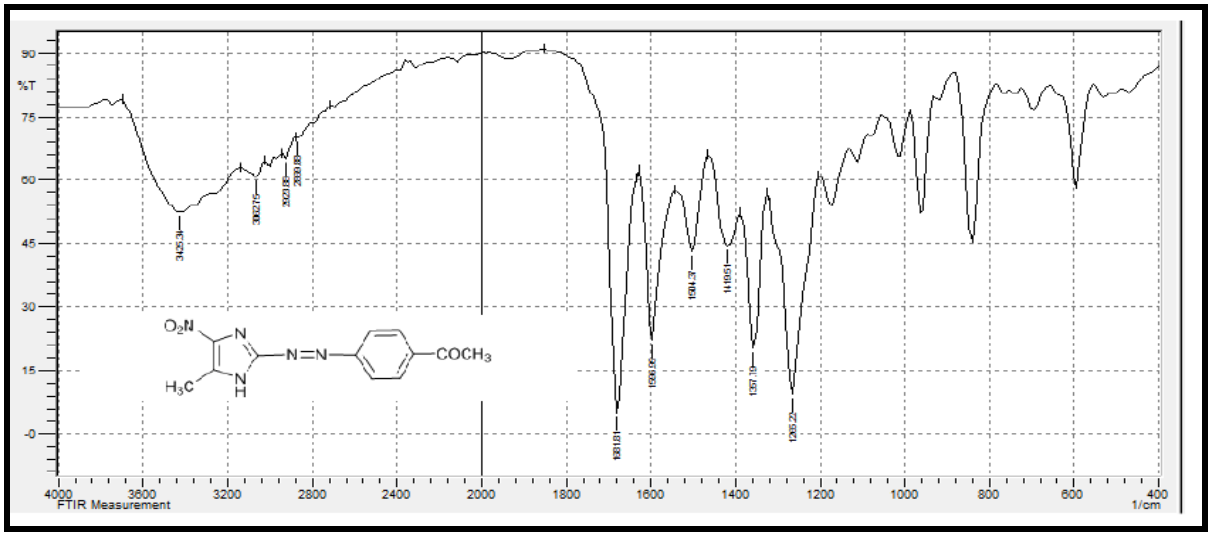

**المخطط ( 3 – 13 ) ميكانيكية تحضير المركب (21)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(21) كما في الشكل ( 3 – 61 ) حزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1681.81) تعود إلى مجموعة (C=O) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95) تعود إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1504.37) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وظهرت حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع عند الموقع $cm^{-1}$ (1411.80) تعود إلى مجموعة (N=N) وظهرت حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2862.71, 2923.88) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H )

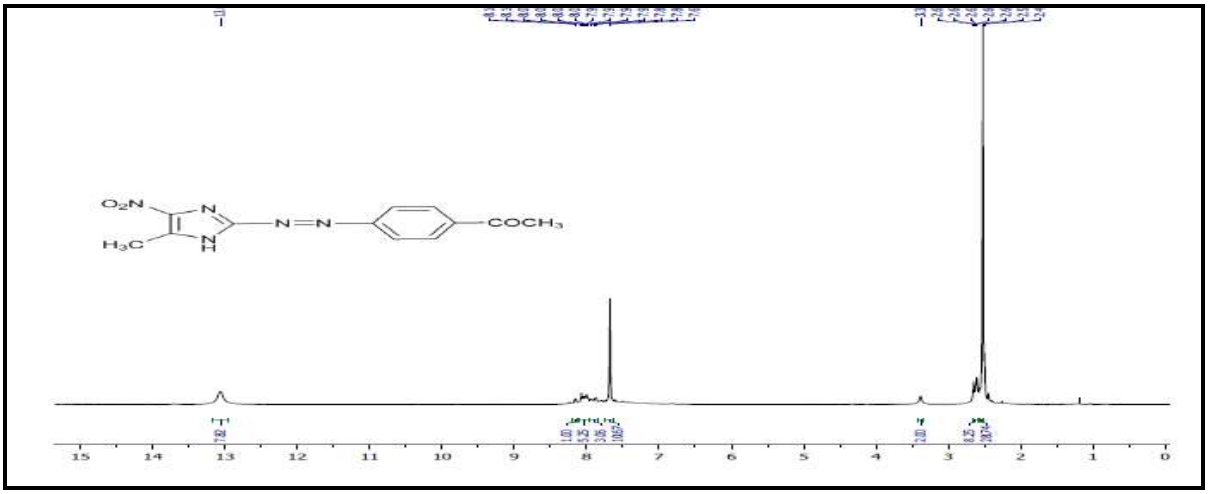
الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3062.75) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3417.63) عائدة إلى مجموعة (NH) .

وتم تشخيص المركب المحضر (21) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 62) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 1.3 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.3 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($OCH_3$) وظهرت إشارة عند الموقع (δ: 13.06 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 7.6 – 8.1 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4-2.6 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

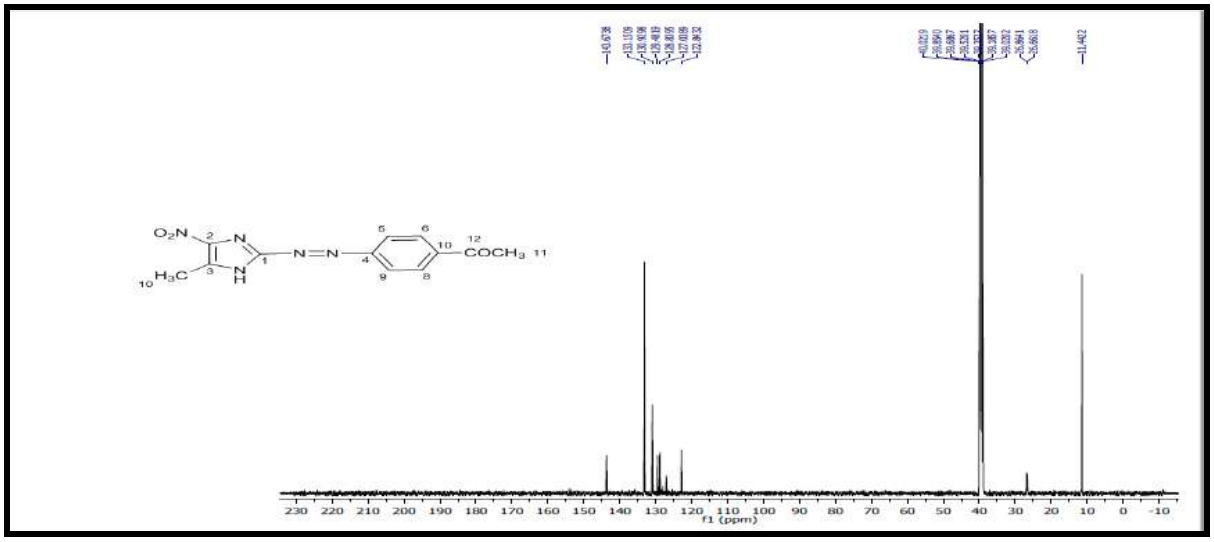
وجرى تشخيص المركب (21) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-63) إشارة عند الموقع δ:11ppm تعود إلى ($C_{10}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 26 ppm تعود إلى ($C_{11}$ ) أما الإشارة δ: 143 ppm فانها تعود إلى ( $C_{12}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:133 ppm تعود إلى ($C_4$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 122 – 130 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38-40 ppm




**الشكل (3-61) طيف FT.IR للمركب (21)**




**الشكل (3-62) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (21)**

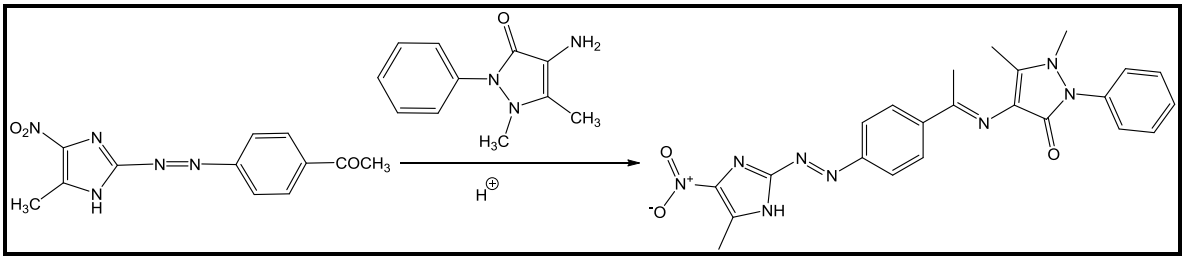



**الشكل ( 3-63) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (21)**

**(3-1-22) تشخيص المركب (22)**

**1,5-dimethyl-4-((1-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2 yl)diazenyl) phenyl)ethylidene)amino)-2-phenyl-1,2-dihydro-3H-pyrazol-3-one**

تحضير المركب (22) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

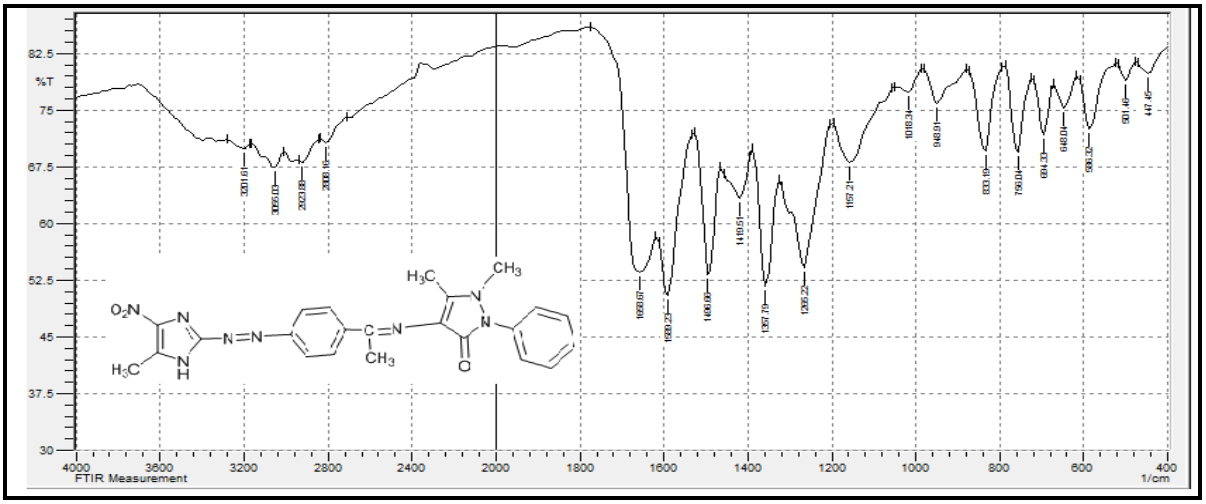



**المعادلة (3-22) معادله تحضير المركب (22)**

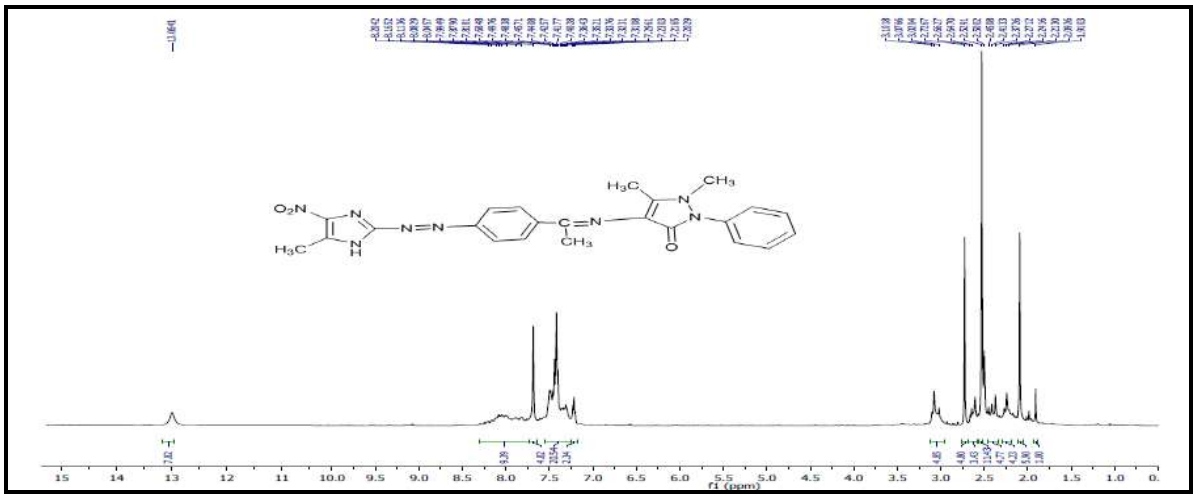
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(22) كما في الشكل ( 3 – 64 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1643) تعود إلى مجموعة (C=N) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1589.23) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وظهرت حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1496.66) تعود إلى مجموعة (N=N) وظهرت حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2808.16, 2923.88) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3062.75, 3062.75) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3402.20) عائدة إلى مجموعة (NH) .

وتم تشخيص المركب المحضر (22) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 65) إشارة مفردة عند الموقع (δ: 1.9 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($N=C-CH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 2.09 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في حلقة الايميدازول وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.1 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($N-CH_3$) وظهرت إشارة عند الموقع (δ: 13 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 7.2 – 8 ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4-2.6 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

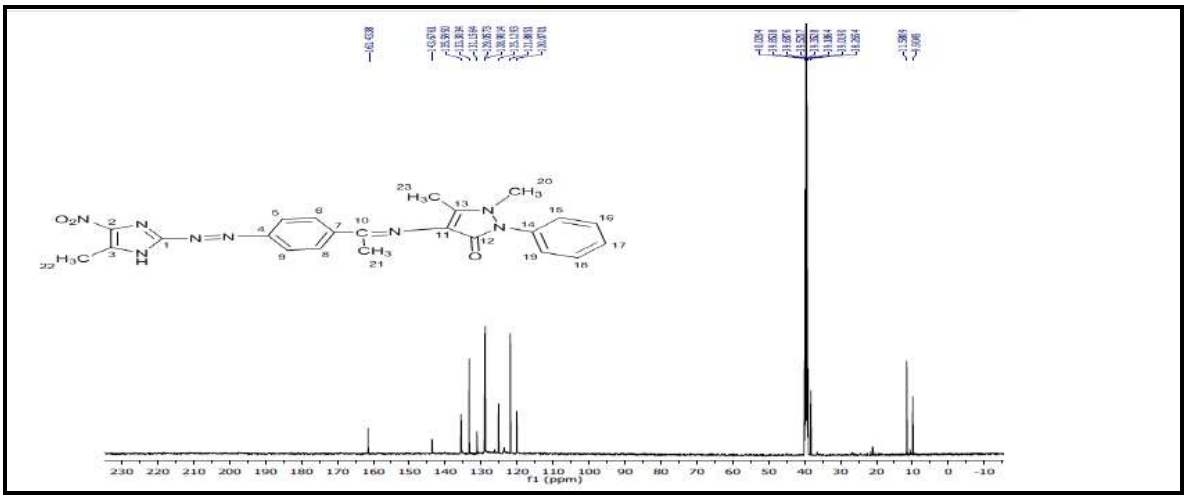
وجرى تشخيص المركب (22) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-66) إشارة عند الموقع δ:9.9ppm تعود إلى ($C_{22}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 11.5 ppm تعود إلى ($C_{21}$ ) أما الإشارة δ: 10.2 ppm فانها تعود إلى ( $C_{23}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:22.7 ppm تعود إلى ($C_{20}$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ:161.4 ppm تعود إلى ($C_{12}$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 120 – 143 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38-40 ppm




**الشكل (3-64) طيف FT.IR للمركب (22)**




**الشكل (3-65) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (22)**

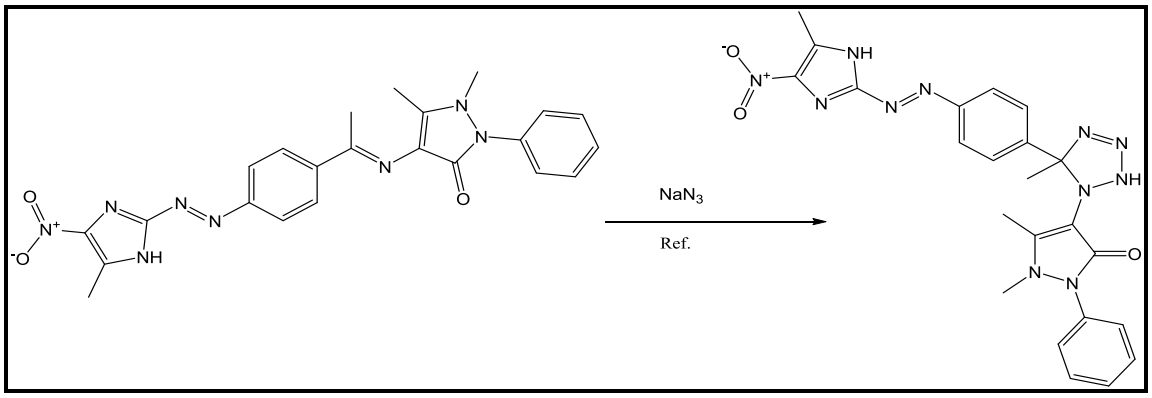



**الشكل ( 3-66) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (22)**

**(23-1-3) تشخيص المركب (23)**

**1,5-dimethyl-4-(5-methyl-5-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl)diazenyl)phenyl)-2,5-dihydro-1H-tetrazol-1-yl) -2-phenyl-1,2-dihydro-3H-pyrazol-3-one**

تحضير المركب (23) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



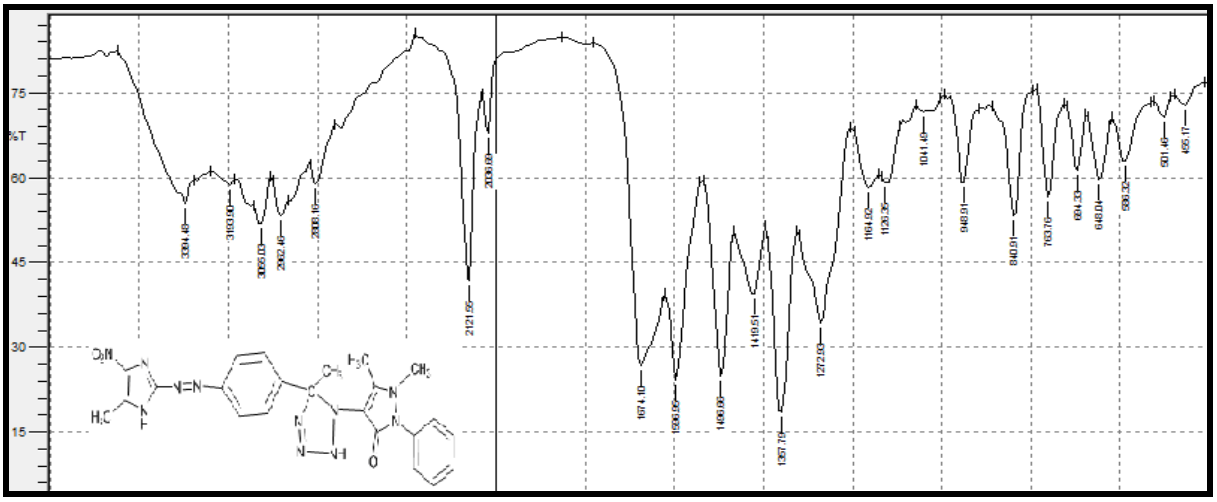

**المعادلة (3-23) معادله تحضير المركب (23)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (23) كما في الشكل ( 3 – 67 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1674.10) تعود إلى مجموعة (C=O) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1569.95) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وظهرت حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1496.66) تعود إلى مجموعة (N=N) وظهرت حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2808.16, 2923.88) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة ( C-H) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3055.03) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H)الاروماتية وكذلك حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3348.19) عائدة إلى مجموعة (NH) تيترازول و حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3186.47) عائدة إلى مجموعة (NH) ايميدازول .

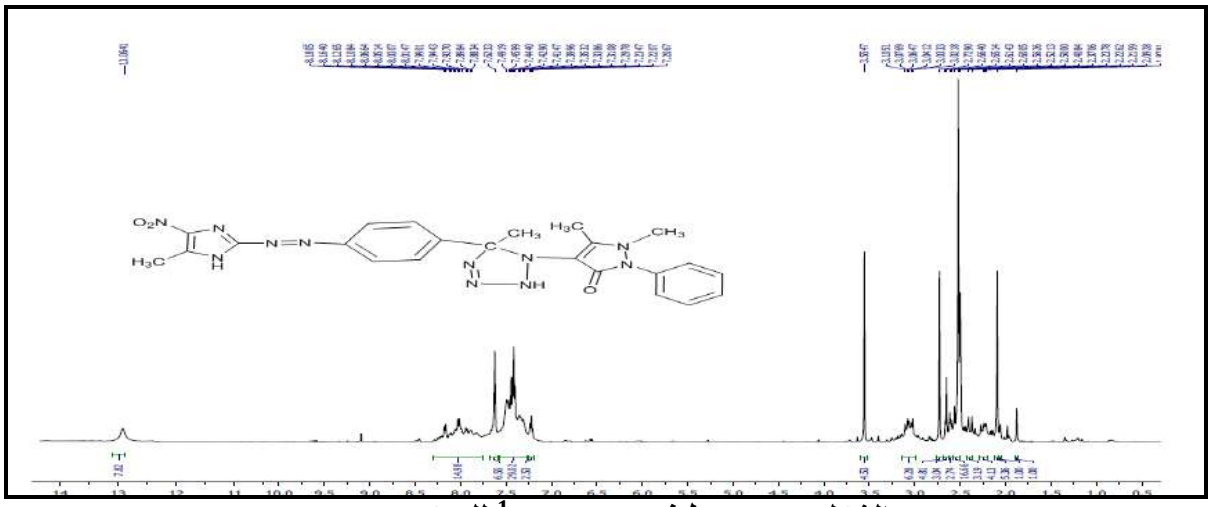
وتم تشخيص المركب المحضر (23) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 68) إشارة عند الموقع (δ: 13 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) في حلقة الايميدازول وإشارة عند الموقع (δ: 9 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) في حلقة التيترازول وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 1.8 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في حلقة التيرازول وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 3 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في حلقة الايميدازول وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.1 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($C=C-CH_3$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.5 ppm) تعود إلى

ثلاثة بروتونات لمجموعة ($N-CH_3$) وظهرت وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع 8 – 7.2 :δ) ppm) تعود إلى تسعة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (2.4-2.6 ppm :δ) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

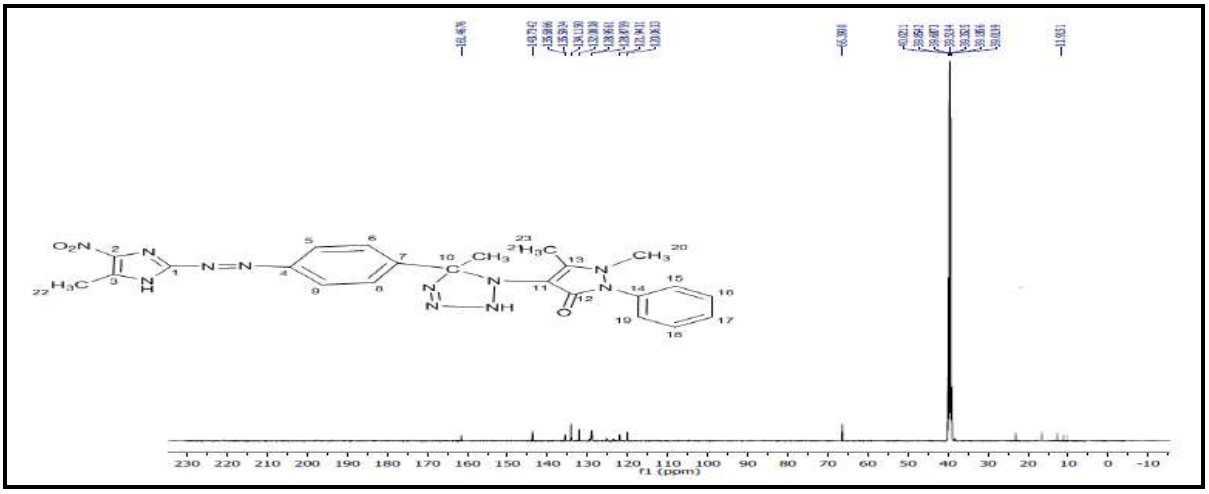
وجرى تشخيص المركب (23) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-69) إشارة عند الموقع 11.9 ppm :δ تعود إلى ($C_{21}$ ) وإشارة عند الموقع 9.9 ppm :δ تعود إلى ($C_{22}$ ) أما الإشارة 10.1 ppm :δ فانها تعود إلى ( $C_{23}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع 23.2 ppm :δ تعود إلى ( $C_{10}$) وايضا إشارة عند الموقع 15.8 ppm :δ تعود إلى ($C_{20}$ ) وظهرت إشارة عند الموقع 66.3 :δ ppm تعود إلى ($C_{11}$ ) وإشارة عند الموقع 161 ppm :δ تعود إلى ($C_{12}$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع 143 ppm – 120 :δ أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع :δ 39-40 ppm



**الشكل (3-67) طيف FT.IR للمركب (23)**



**الشكل (3-68) طيف $^1$H-NMR للمركب (23)**

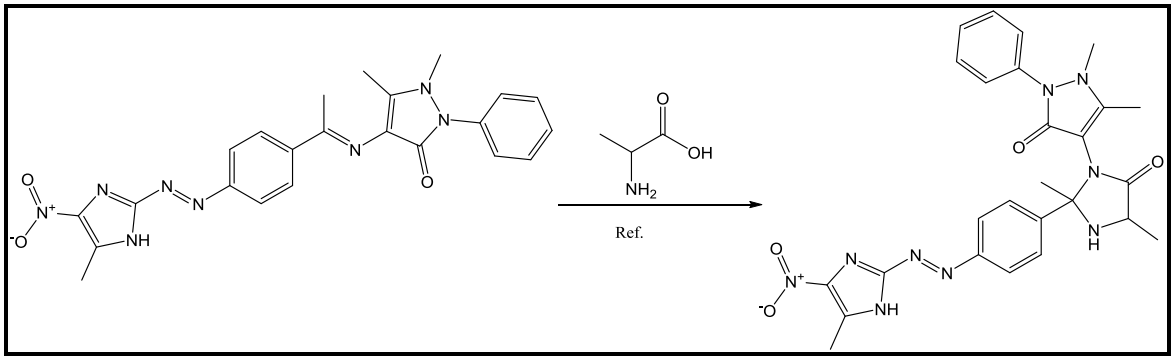


**الشكل ( 3-69) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (23)**

**(3-1-24) تشخيص المركب (24)**

**4-(2,4-dimethyl-2-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl)diazenyl) phenyl)-5-oxoimidazolidin-1-yl)-1,5-dimethyl-2-phenyl-1,2-dihydro-3H-pyrazol-3-one**

تحضير المركب (24) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



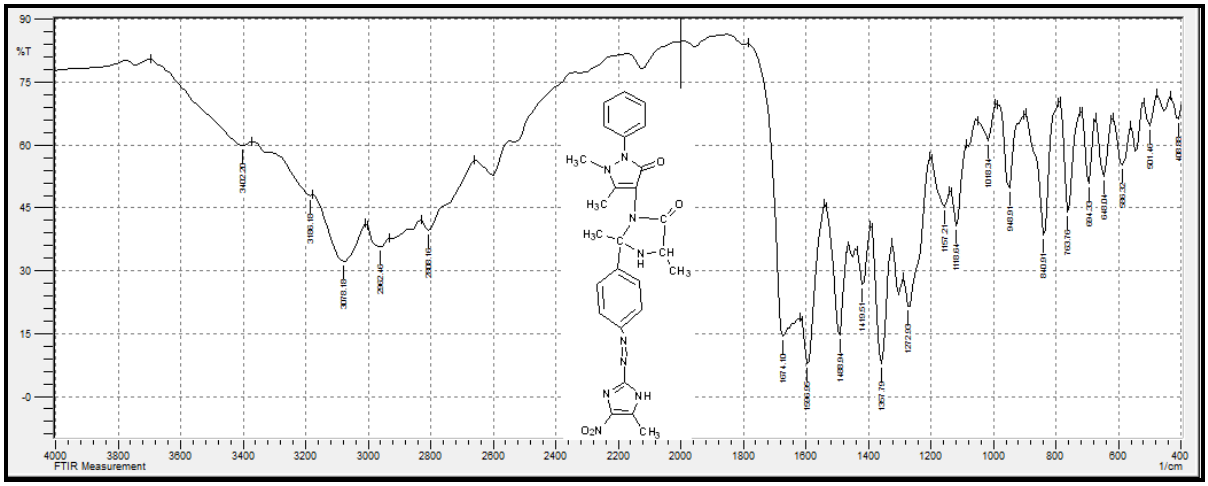

**المعادلة (3-24) معادله تحضير المركب (24)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(24) كما في الشكل ( 3 – 70 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1674.10) تعود إلى مجموعة (C=O) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1569.95) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وظهرت حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1488.94) تعود إلى مجموعة (N=N) وظهرت حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2808.16, 2962.46) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة

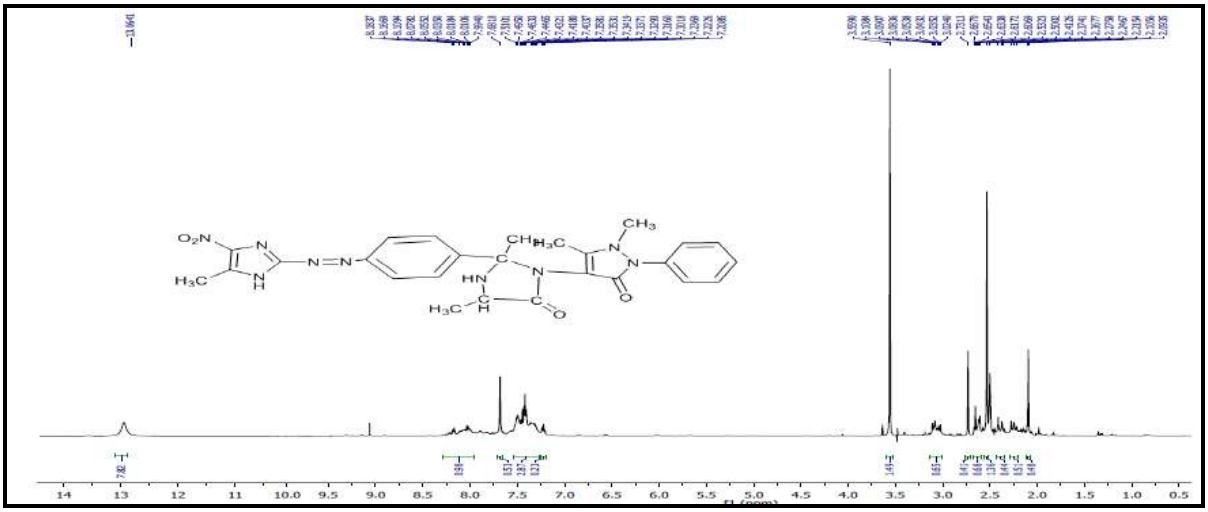
(C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3078.18) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H)الاروماتية وكذلك حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3186.18) عائدة إلى مجموعة (NH) اميدازول و حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3402.20) عائدة إلى مجموعة (NH) ايميدازوليدين .

وتم تشخيص المركب المحضر (24) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 71) إشارة عند الموقع (δ: 13 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) في حلقة الايميدازول وإشارة عند الموقع (δ: 9 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) في حلقة الايميدازوليدين وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 2.09 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في حلقة الايميدلزوليدين وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 2.7 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في حلقة الايميدازول وظهرت إشارة ثنائية عند الموقع (δ: 3 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($NH-CH-CH_3$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.5 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($N-CH_3$) وإشارة رباعية عند الموقع (δ: 3.1 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وظهرت وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 7.2 – 8.1 ppm) تعود إلى تسعة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4-2.6 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

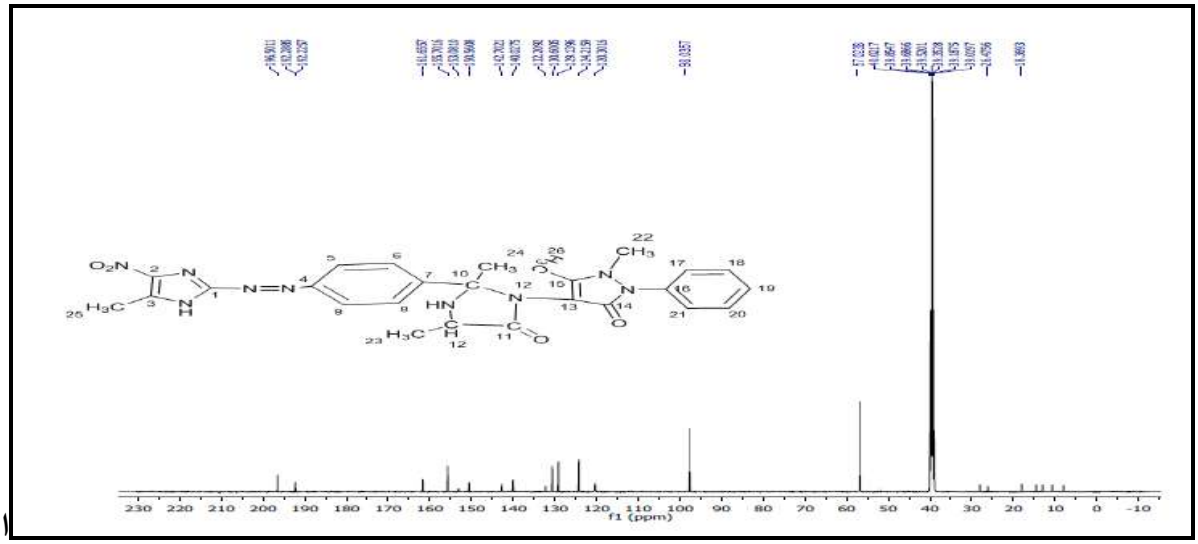
وجرى تشخيص المركب (24) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-72) إشارة عند الموقع δ:15.3 ppm تعود إلى ($C_{24}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 9.9 ppm تعود إلى ($C_{25}$ ) أما الإشارة δ: 10.1 ppm فانها تعود إلى ( $C_{26}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:11.2 ppm تعود إلى ($C_{23}$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ:18.3 ppm تعود إلى ($C_{22}$ ) وظهرت إشارة عند الموقع δ:26.4 ppm تعود إلى ($C_{12}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 28.5 ppm تعود إلى ($C_{10}$ ) أما الإشارة δ: 57 ppm فانها تعود إلى ( $C_{15}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:98ppm تعود إلى ($C_{13}$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ:192 ppm تعود إلى ($C_{11}$ ) وظهرت إشارة عند الموقع δ:196 ppm تعود إلى ($C_{14}$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 120 – 161 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 39-40 ppm




**الشكل (3-70) طيف FT.IR للمركب (24)**



**الشكل (3-71) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (24)**

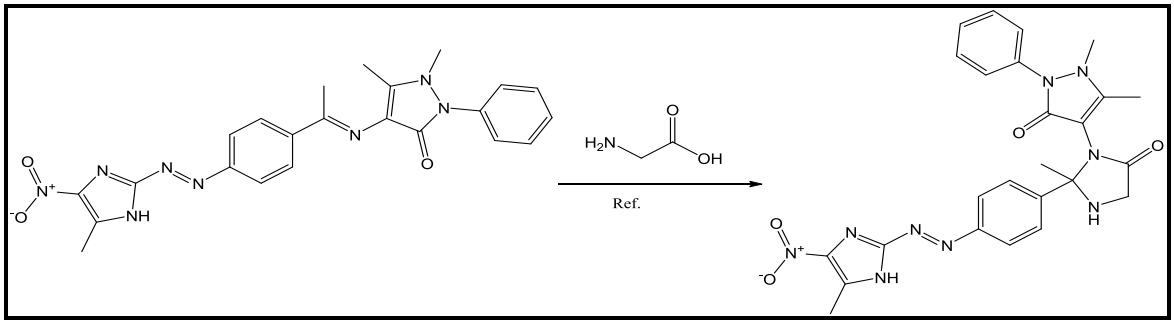



**لشكل ( 3-72) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (24)**

**(25-1-3) تشخيص المركب (25)**

**(E)-1,5-dimethyl-4-(2-methyl-2-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl)diazenyl)phenyl)-5-oxoimidazolidin-1-yl)-2-phenyl-1,2-dihydro-3H-pyrazol-3-one**

تحضير المركب (25) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



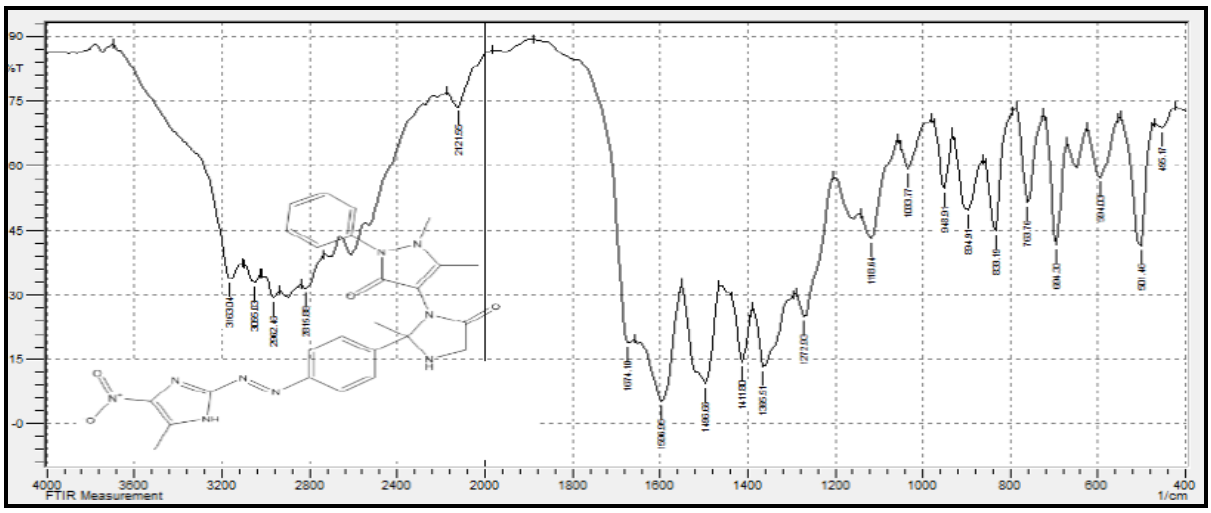

**المعادلة (25-3) معادله تحضير المركب (25)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(25) كما في الشكل ( 3 – 73 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1674.10) تعود إلى مجموعة (C=O) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1569.95) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وظهرت حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1496.66) تعود إلى مجموعة (N=N) وظهرت حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2823.59 , 2900.74) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3055.03) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3163.04) عائدة إلى مجموعة (NH) اميدازول و حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3396.52) عائدة إلى مجموعة (NH) ايميدازوليدين .

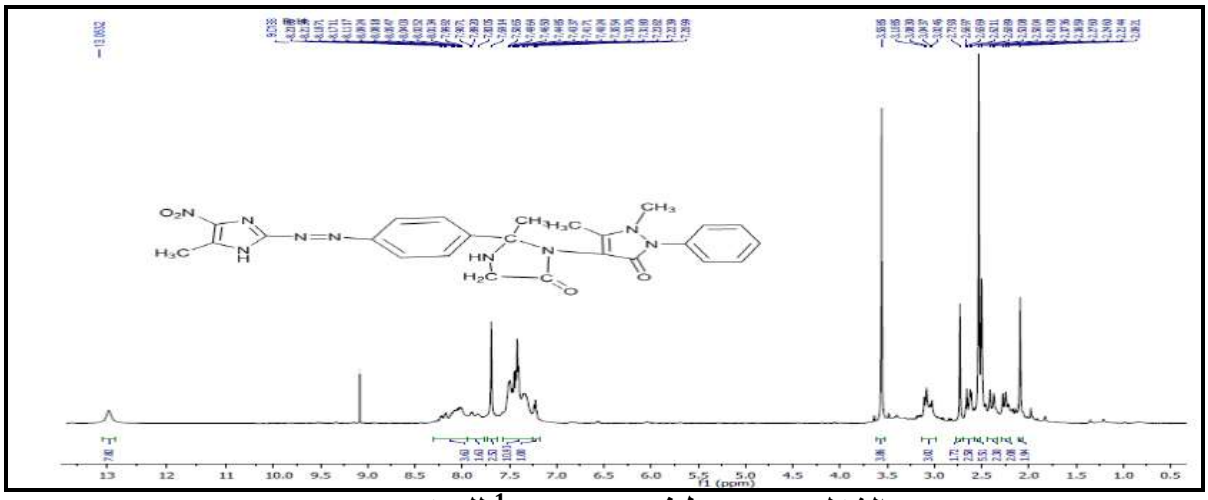
وتم تشخيص المركب المحضر (25) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 74) إشارة عند الموقع (δ: 13 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) في حلقة الايميدازول وإشارة عند الموقع (δ: 9 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) في حلقة الايميدازوليدين وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 2.09 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في حلقة الايميدلزوليدين وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 2.6 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($C=C-CH_3$) وظهرت إشارة ثنائية عند الموقع (δ: 3 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($N -CH_3$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.1 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($N-CH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.5 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة ($CH_2$) وظهرت اشارات عدة عند الموقع (δ: 7.2 – 8.2 ppm) تعود إلى تسعة بروتونات لحلقات

الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4-2.5 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

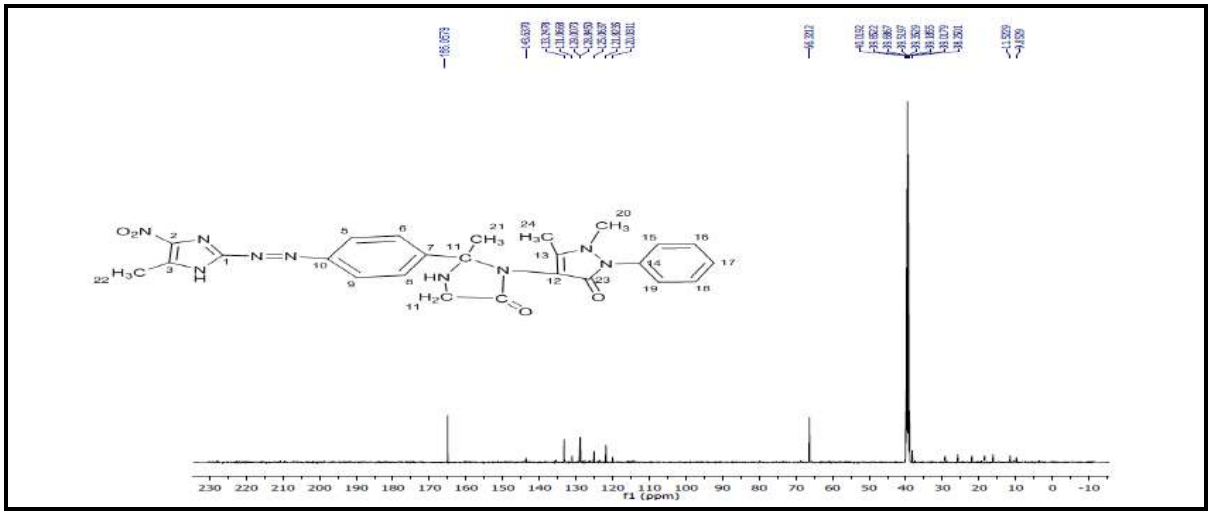
وجرى تشخيص المركب (25) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-75) إشارة عند الموقع δ:15.2 ppm تعود إلى ($C_{21}$) وإشارة عند الموقع δ: 9.8 ppm تعود إلى ($C_{22}$) أما الإشارة δ: 11.5 ppm فانها تعود إلى ($C_{24}$) وكذلك إشارة عند الموقع δ:19.3 ppm تعود إلى ($C_{11}$) وايضا إشارة عند الموقع δ:18.5 ppm تعود إلى ($C_{20}$) وظهرت إشارة عند الموقع δ:25.2 ppm تعود إلى ($C_{10}$) وإشارة عند الموقع δ: 28.4 ppm تعود إلى ($C_{12}$) أما الإشارة δ: 66.3 ppm فانها تعود إلى ($C_{13}$) وكذلك إشارة عند الموقع δ:165ppm تعود إلى ($C_{23}$) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 120 – 143 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38-40 ppm




**الشكل (3-73) طيف FT.IR للمركب (25)**




**الشكل (3-74) طيف $^1$H-NMR للمركب (25)**

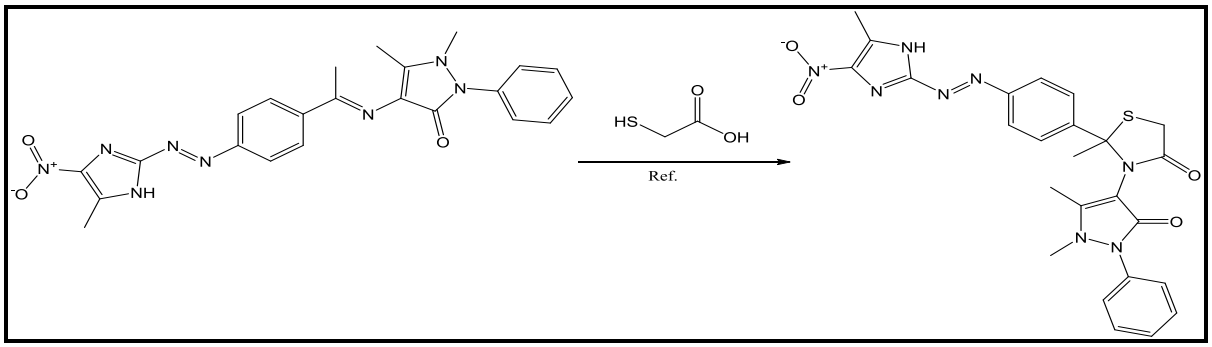


**الشكل ( 3-75) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (25)**

**(3-1-26) تشخيص المركب (26)**

**3-(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1H-pyrazol-4-yl)-2-methyl-2-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl)diazenyl)phenyl)thiazolidin-4-one**

تحضير المركب (26) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

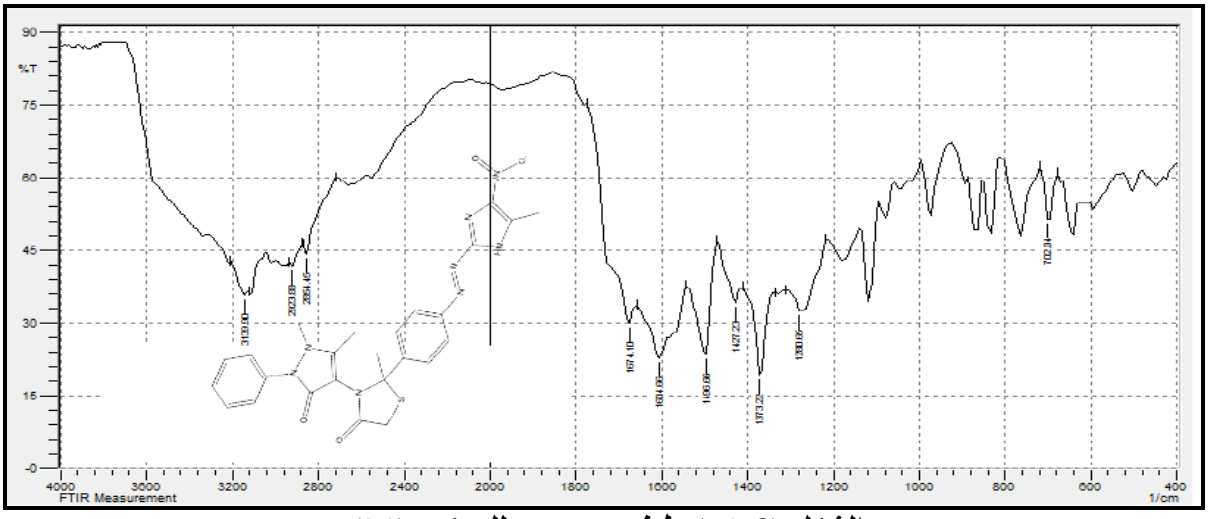



**المعادلة (3-26) معادله تحضير المركب (26)**

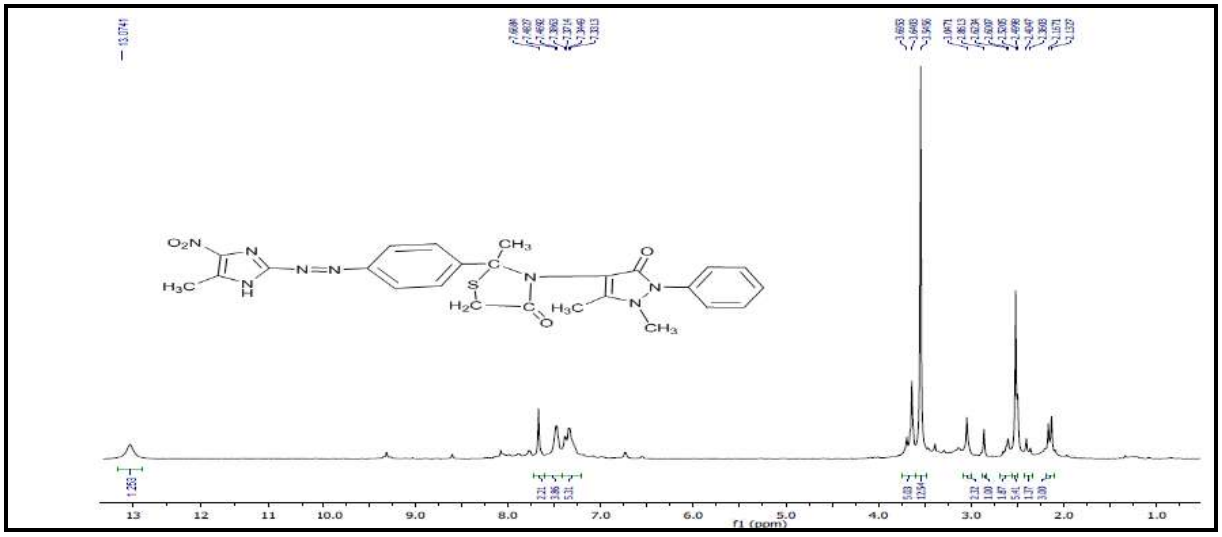
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (26) كما في الشكل ( 3 – 76 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1674) تعود إلى مجموعة (C=O) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1604.66) تعود إلى مجموعة (C=N) وظهرت حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1496.66) تعود إلى مجموعة (N=N) وظهرت حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2854.45, 2923.88) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3018.73) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك

حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3139.90) عائدة إلى مجموعة (NH) اميدازول . وتم تشخيص المركب المحضر (26) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 77) إشارة عند الموقع (δ: 13 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) في حلقة الايميدازول وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 2.1 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في حلقة الثيازوليدين وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 2.3 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($C=C-CH_3$) وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ: 2.8 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($NH-C-CH_3$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.5 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($N-CH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.6 ppm) تعود إلى بروتوني مجموعة ($S-CH_2$) وظهرت وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 7.3 – 7.6 ppm) تعود إلى تسعة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4-2.6 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

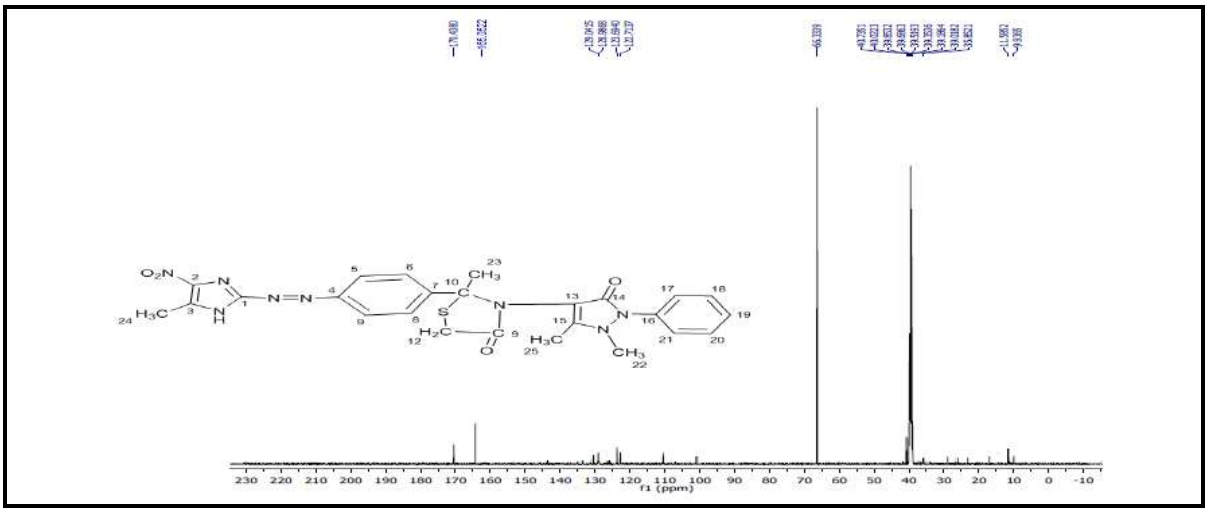
وجرى تشخيص المركب (26) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-78) إشارة عند الموقع δ:18.3 ppm تعود إلى ($C_{23}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 9.9 ppm تعود إلى ($C_{24}$ ) أما الإشارة δ: 11.5 ppm فانها تعود إلى ( $C_{25}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:27.5 ppm تعود إلى ( $C_{22}$) وايضا إشارة عند الموقع δ:25.2 ppm تعود إلى ($C_{12}$ ) وظهرت إشارة عند الموقع δ:66.3 ppm تعود إلى ($C_{10}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 133.2 ppm تعود إلى ($C_{15}$ ) أما الإشارة δ: 103.1 ppm فانها تعود إلى ( $C_{13}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:170ppm تعود إلى ($C_{11}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:165 ppm تعود إلى ($C_{14}$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 110 – 129 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38-40 ppm




**الشكل (3-76) طيف FT.IR للمركب (26)**



**الشكل (3-77) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (26)**

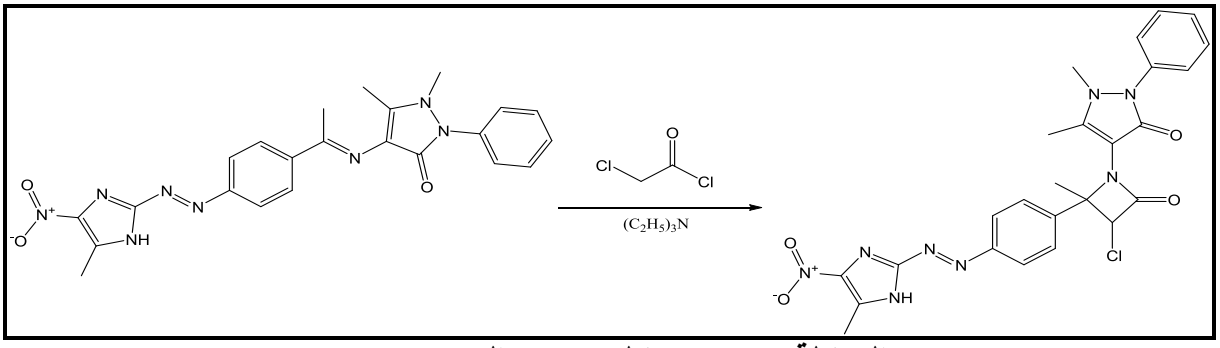


**الشكل ( 3-78) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (26)**

**(3-1-27) تشخيص المركب (27)**

**4-(3-chloro-2-methyl-2-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl) diazenyl)phenyl)-4-oxoazetidin-1-yl)-1,5-dimethyl-2-phenyl-1,2-dihydro-3H-pyrazol-3-one**

تحضير المركب (27) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



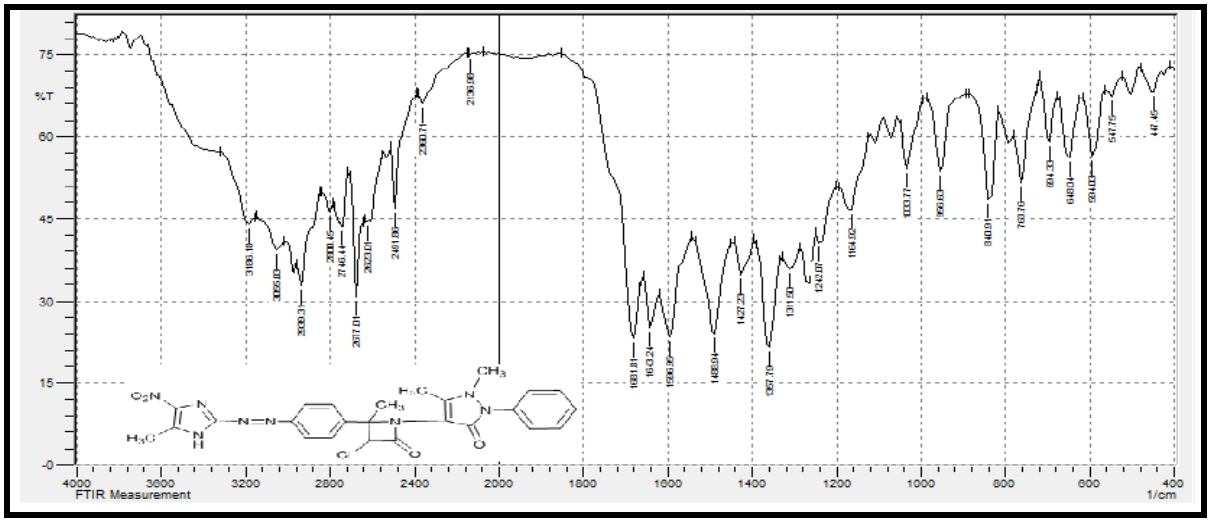

**المعادلة (3-27) معادله تحضير المركب (27)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (27) كما في الشكل ( 3 – 79 ) حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1681.81) تعود إلى مجموعة (C=O) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1643.24) تعود إلى مجموعة (C=N) وايضا حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وظهرت حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1488.94) تعود إلى مجموعة (N=N) وظهرت حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2939.31, 2977.89) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3055.03) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3186.18) عائدة إلى مجموعة (NH) اميدازول وظهرت حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع عند الموقع $cm^{-1}$ (763.76) تعود إلى مجموعة (C-Cl) .

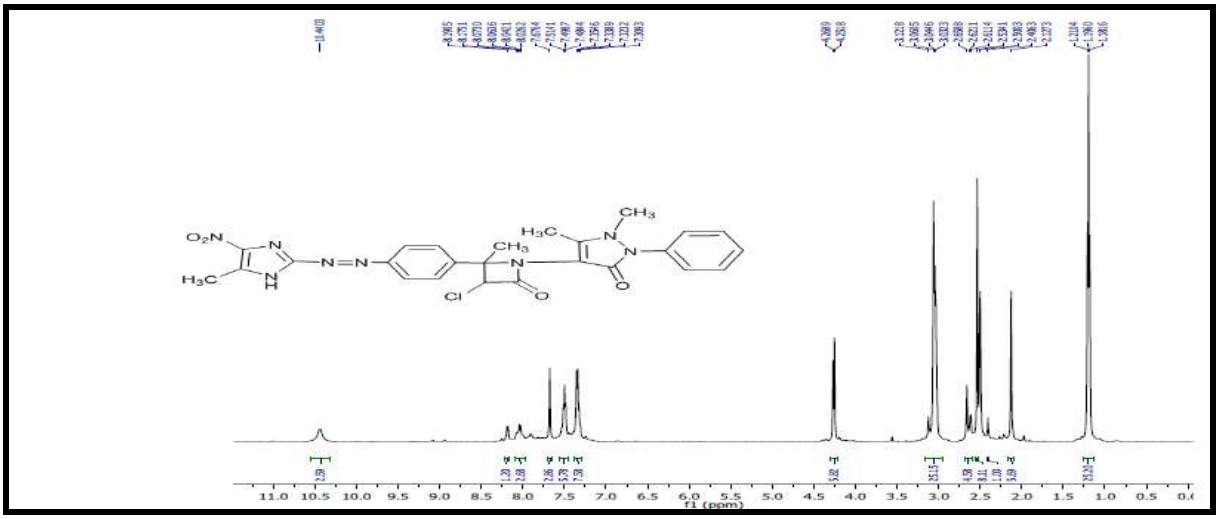
وتم تشخيص المركب المحضر (27) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 80) إشارة عند الموقع (δ: 10.4ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) في حلقة الايميدازول وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 1.2 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في حلقة الاكتام وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 4.26 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (Cl-CH) وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($C=C-CH_3$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.1 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($NH-C-CH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 4.25 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (N-$CH_3$) وظهرت وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ: 7.3 – 8.1 ppm) تعود إلى تسعة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

وجرى تشخيص المركب (27) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-81) إشارة عند الموقع δ:10.9 ppm تعود إلى ($C_{23}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 6.5 ppm تعود إلى ($C_{24}$ ) أما

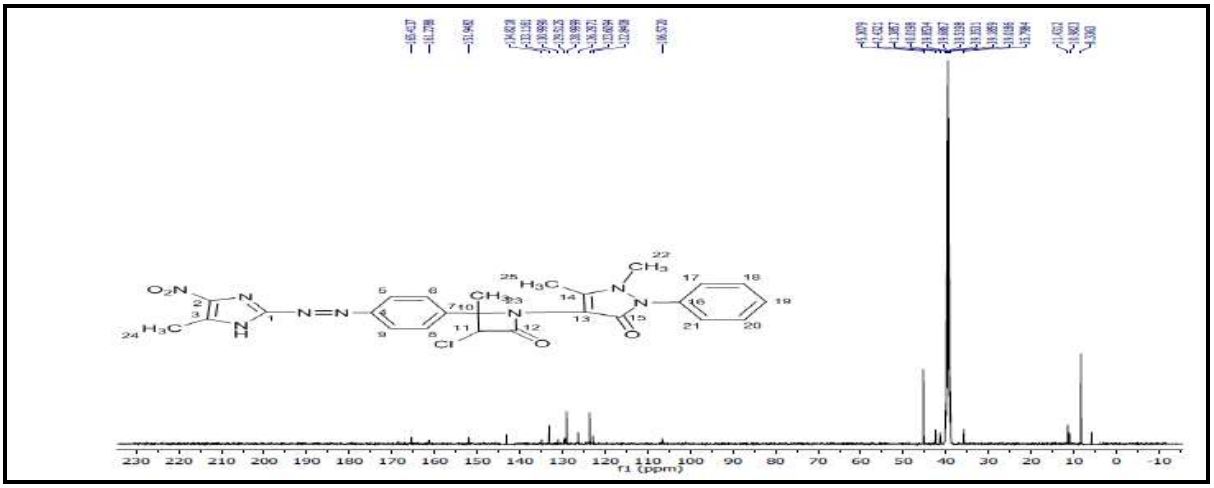
الإشارة δ: 35.7 ppm فانها تعود إلى ( $C_{22}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:8.3 ppm تعود إلى ( $C_{25}$) وايضا إشارة عند الموقع δ:42.4 ppm تعود إلى ( $C_{10}$) وظهرت إشارة عند الموقع δ:45.3 ppm تعود إلى ( $C_{11}$) وإشارة عند الموقع δ: 165.4 ppm تعود إلى ( $C_{15}$) أما الإشارة δ: 161.2 ppm فانها تعود إلى ( $C_{12}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:144.5ppm تعود إلى ( $C_{13}$) وكذلك إشارة عند الموقع δ:134 ppm تعود إلى ( $C_1$) أما الإشارة δ: 151 ppm فانها تعود إلى ( $C_{14}$) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 110 – 129 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 39-40 ppm




**الشكل (3-79) طيف FT.IR للمركب (27)**




**الشكل (3-80) طيف $^1$H-NMR للمركب (27)**

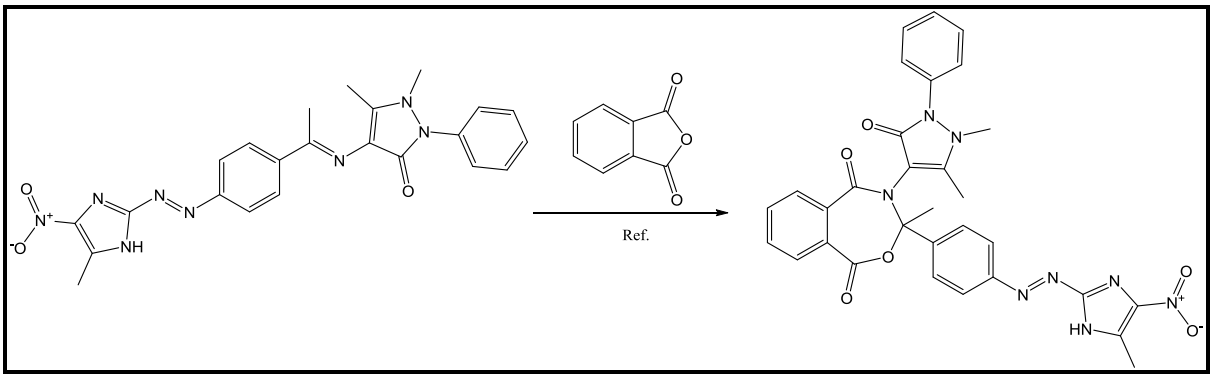


**الشكل ( 3-81) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (27)**

**(3-1-28) تشخيص المركب (28)**

**4-(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1H-pyrazol-4-yl) -3-methyl-3-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl)diazenyl)phenyl)-3,4 dihydrobenzo[e] [1,3] oxazepine-1,5-dione**

تحضير المركب (28) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



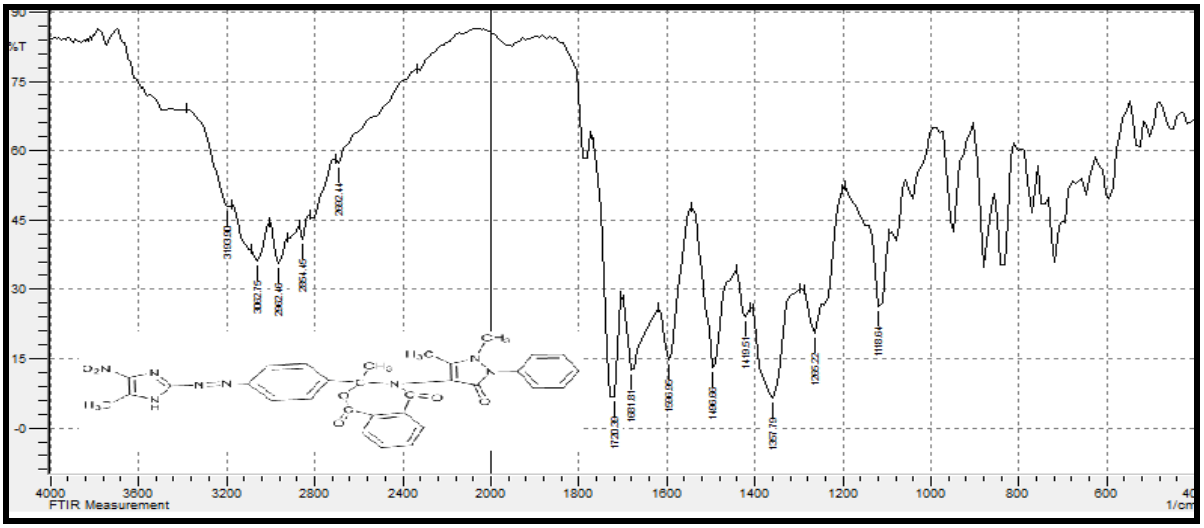

**المعادلة (3-28) معادله تحضير المركب (28)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (28) كما في الشكل ( 3 – 82 ) حزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1720.39) تعود إلى مجموعة (C=O) الاوكسازابين وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1681.81) تعود إلى مجموعة (C=O) الأمايدية وايضا حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وظهرت حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1496.66) تعود إلى مجموعة (N=N)

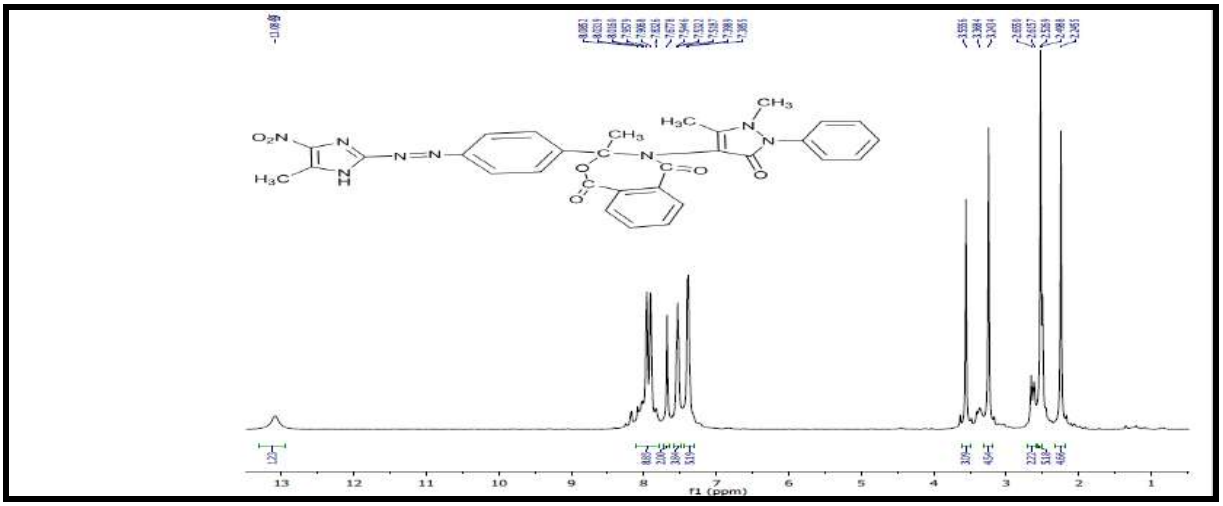
وظهرت حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2854.45, 2962.46) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3062.75) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3193.90) عائدة إلى مجموعة (NH) اميدازول.

وتم تشخيص المركب المحضر (28) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 83) إشارة عند الموقع (δ: 13 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) في حلقة الايميدازول وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 2.24 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في حلقة الاوكسازابين وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.2 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($C=C-CH_3$) وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.3 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($NH-C-CH_3$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.5 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($N-CH_3$) وظهرت اشارات عدة عند الموقع (δ: 7.3 – 8 ppm) تعود إلى تسعة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.4-2.6 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

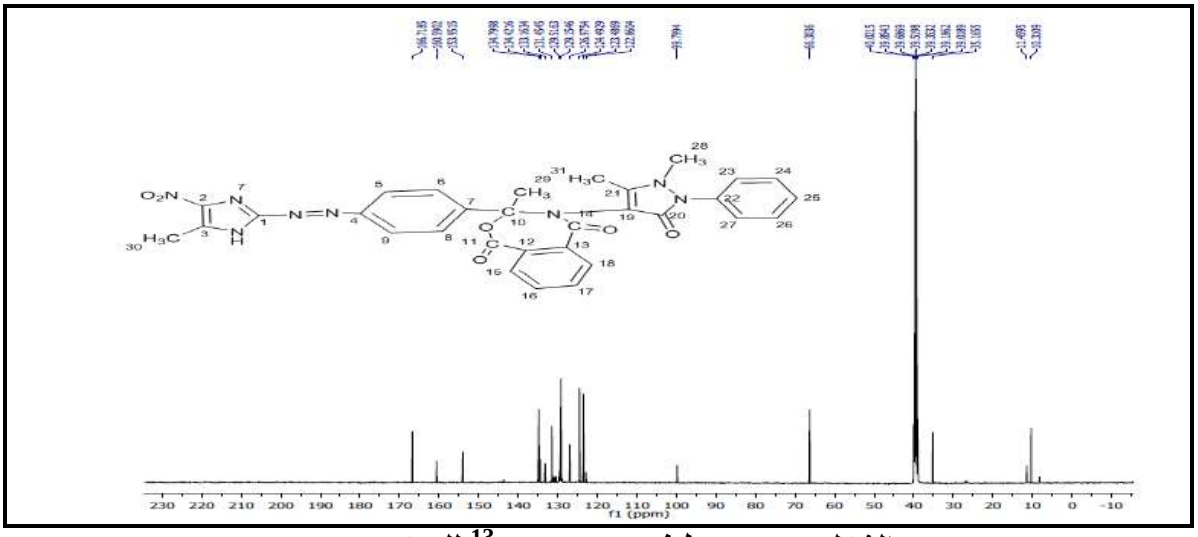
وجرى تشخيص المركب (28) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-84) إشارة عند الموقع δ:10.3 ppm تعود إلى ($C_{31}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 11.4 ppm تعود إلى ($C_{29}$ ) أما الإشارة δ: 35.1 ppm فانها تعود إلى ( $C_{28}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:9.9 ppm تعود إلى ($C_{30}$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ:66.3ppm تعود إلى ($C_{10}$ ) وظهرت إشارة عند الموقع δ:99.7 ppm تعود إلى ($C_{19}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 160.5 ppm تعود إلى ($C_{20}$ ) أما الإشارة δ: 166.7 ppm فانها تعود إلى ( $C_{11}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:153.9ppm تعود إلى ($C_{13}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:134.7 ppm تعود إلى ($C_{21}$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 122 – 134.4 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 35-40 ppm




**الشكل (3-82) طيف FT.IR للمركب (28)**




**الشكل (3-83) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (28)**

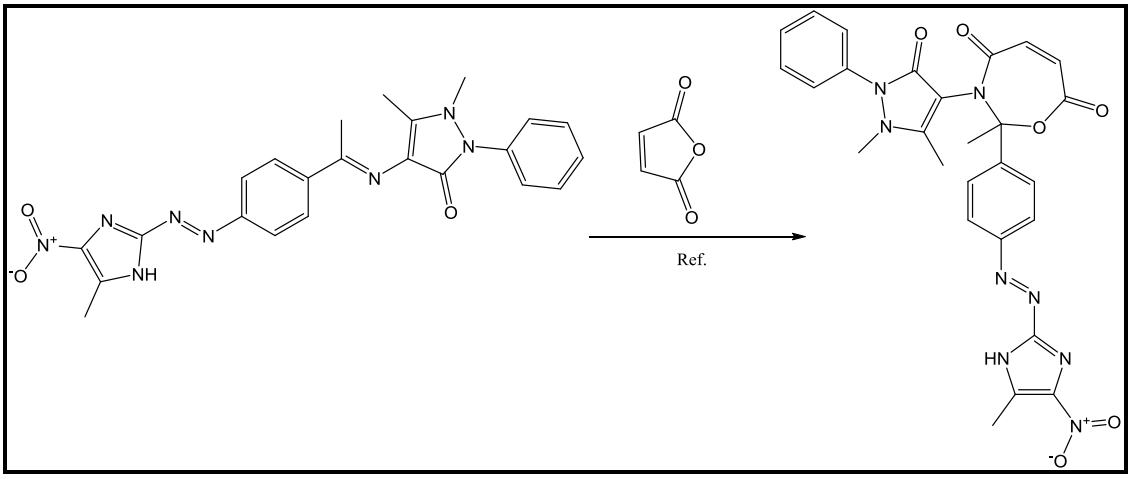



**الشكل ( 3-84) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (28)**

**(29-1-3) تشخيص المركب (29)**

**(E)-3-(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1H-pyrazol-4-yl)-2-methyl-2-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2 yl)diazenyl)phenyl)-2,3-dihydro-1,3-oxazepine-4,7-dione**

تحضير المركب (29) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



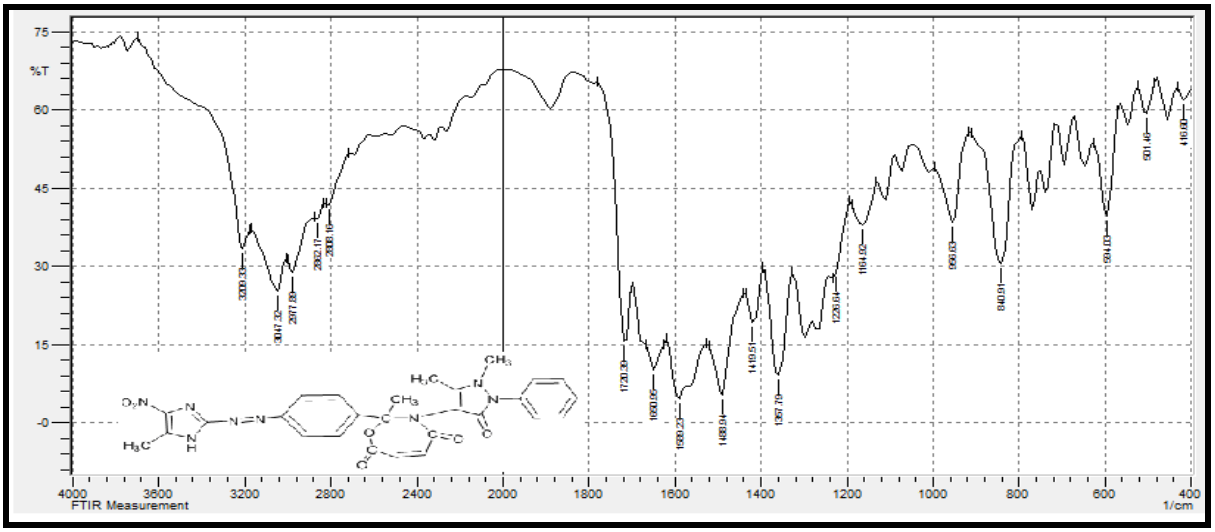

**المعادلة (29-3) معادله تحضير المركب (29)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (29) كما في الشكل ( 3 – 85 ) حزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1720.39) تعود إلى مجموعة (C=O) الاوكسازابين وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1650.95) تعود إلى مجموعة (C=N) وايضا حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1589.23) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وظهرت حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1488.94) تعود إلى مجموعة (N=N) وظهرت حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2862.17, 2977.89) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3047.32) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3209.33) عائدة إلى مجموعة (NH) اميدازول.

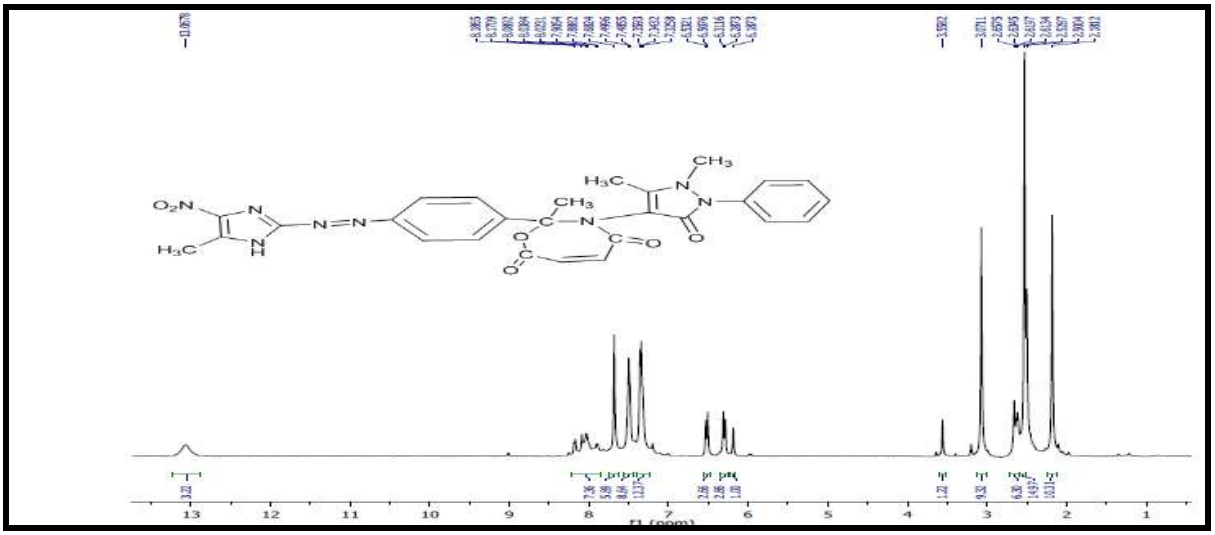
وتم تشخيص المركب المحضر (29) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 86) إشارة عند الموقع (δ: 13 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) في حلقة الايميدازول وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 2.1 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات

لمجموعة ($CH_3$) في حلقة الاوكسازابين وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 2.6 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($C=C-CH_3$) وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.07 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($NH-C-CH_3$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ: 3.5 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($N-CH_3$) وأما الإشارة الثنائية عند الموقع (δ: 6.1, 6.2 ppm) فهي لمجموعة (CH=CH) وظهرت اشارات عدة عند الموقع (δ: 6.5 – 8.1 ppm) تعود إلى تسعة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.5 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

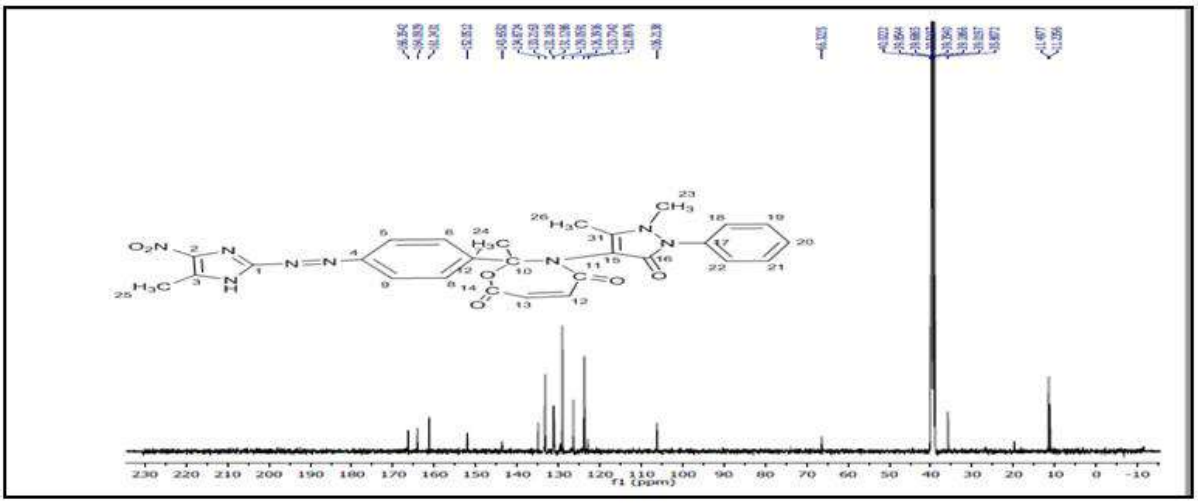
وجرى تشخيص المركب (29) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-87) إشارة عند الموقع δ:11.02 ppm تعود إلى ($C_{25}$) وإشارة عند الموقع δ: 11.4 ppm تعود إلى ($C_{24}$) أما الإشارة δ: 35.8 ppm فانها تعود إلى ($C_{23}$) وكذلك إشارة عند الموقع δ:19.8 ppm تعود إلى ($C_{26}$) وايضا إشارة عند الموقع δ:66.3ppm تعود إلى ($C_{10}$) وظهرت إشارة عند الموقع δ:166.3 ppm تعود إلى ($C_{16}$) وإشارة عند الموقع δ: 164.09 ppm تعود إلى ($C_{14}$) أما الإشارة δ: 161.2 ppm فانها تعود إلى ($C_{11}$) وكذلك إشارة عند الموقع δ:152ppm تعود إلى ($C_{15}$) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 106 – 143 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 39-40 ppm




**الشكل (3-85) طيف FT.IR للمركب (29)**



**الشكل (3-86) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (29)**

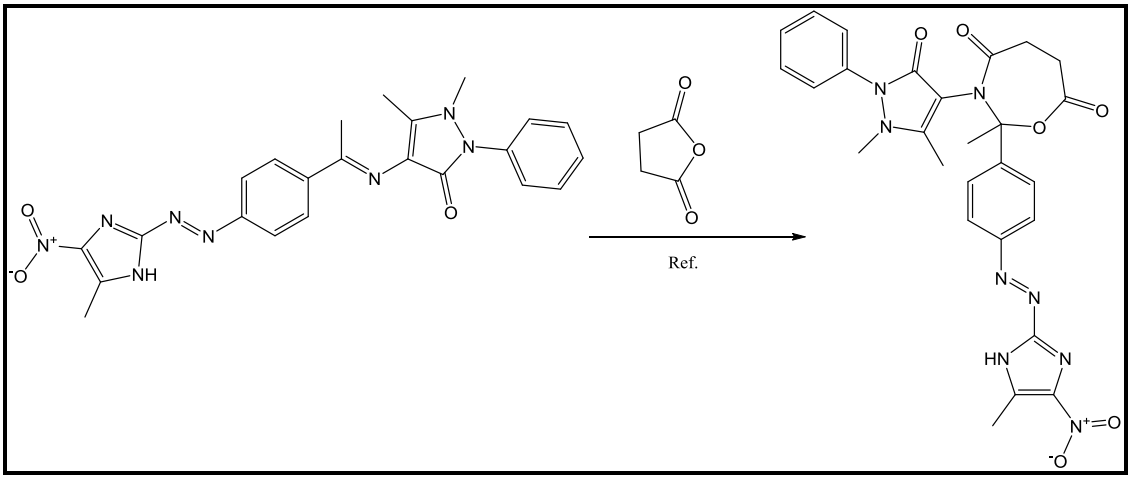


**الشكل ( 3-87) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (29)**

**(3-1-30) تشخيص المركب (30)**

**(E)-3-(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1H-pyrazol-4-yl)-2-methyl-2-(4-((5-methyl-4-nitro-1H-imidazol-2-yl)diazenyl)phenyl)-1,3-oxazepane-4,7-dione**

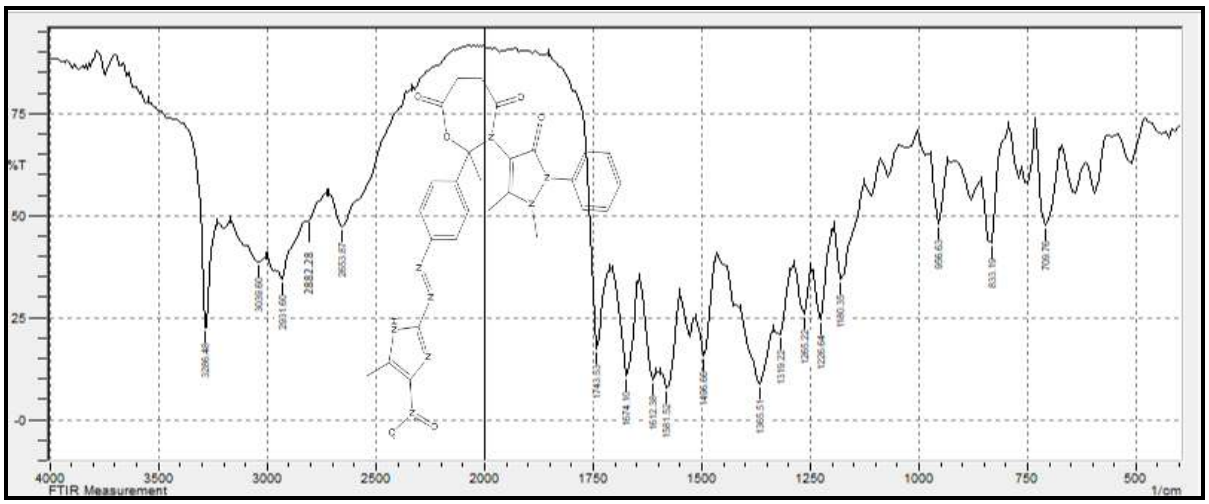
تحضير المركب (30) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



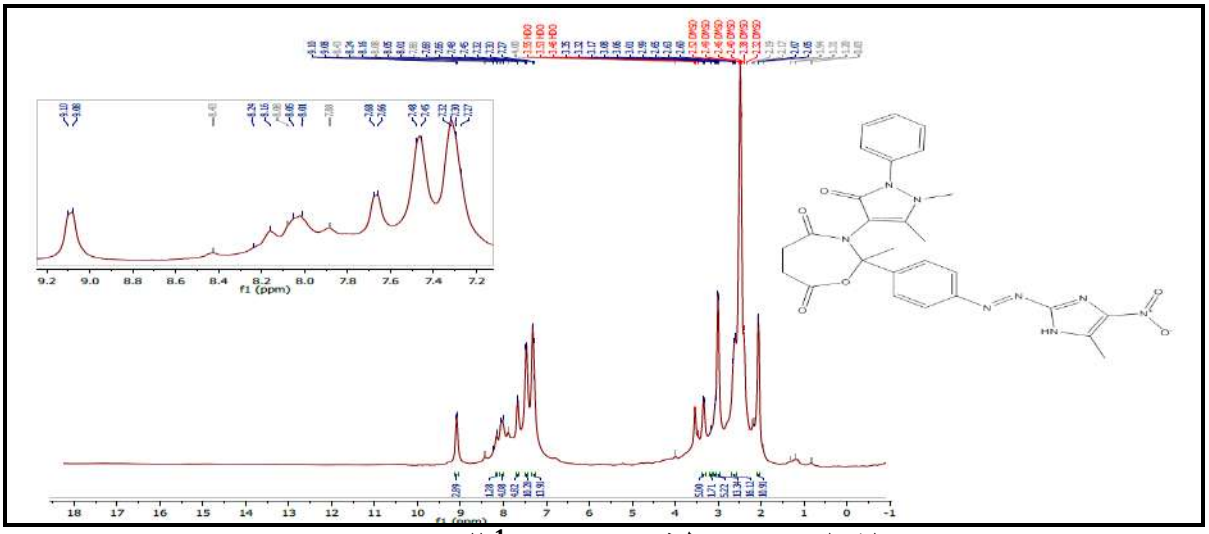

**المعادلة (3-30) معادله تحضير المركب (30)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (30) كما في الشكل ( 3 – 88 ) حزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1743.53) تعود إلى مجموعة (C=O) الاوكسازابين واخرى عند الموقع $cm^{-1}$ (1674.10) تعود إلى مجموعة (C=O) الأمايدية وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1612.38) تعود إلى مجموعة (C=N) وايضا حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1581.52) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وظهرت حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1496.66) تعود إلى مجموعة (N=N) وظهرت حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2882.28, 2931.60) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3039.60) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وكذلك حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3286.48) عائدة إلى مجموعة (NH) اميدازول. وتم تشخيص المركب المحضر (30) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 89) إشارة عند الموقع (δ: 9.1 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) في حلقة الايميدازول وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 0.83 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في حلقة الاوكسازابين وإشارة مفردة عند الموقع (δ: 1.2 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) في حلقة الايميدازول وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ: 1.9 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($N-C-CH_3$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ: 2.1 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($N-CH_3$) وأما الإشارة الثلاثية عند الموقع (δ:3.3 , 4 ppm) فهي لمجموعة ($CH_2$-C=O) وظهرت اشارات عدة عند الموقع (δ: 7.2 – 8.4 ppm) تعود إلى تسعة بروتونات لحلقات الفنيل كما يلحظ ظهور إشارة عند الموقع (δ: 2.3-2.5 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

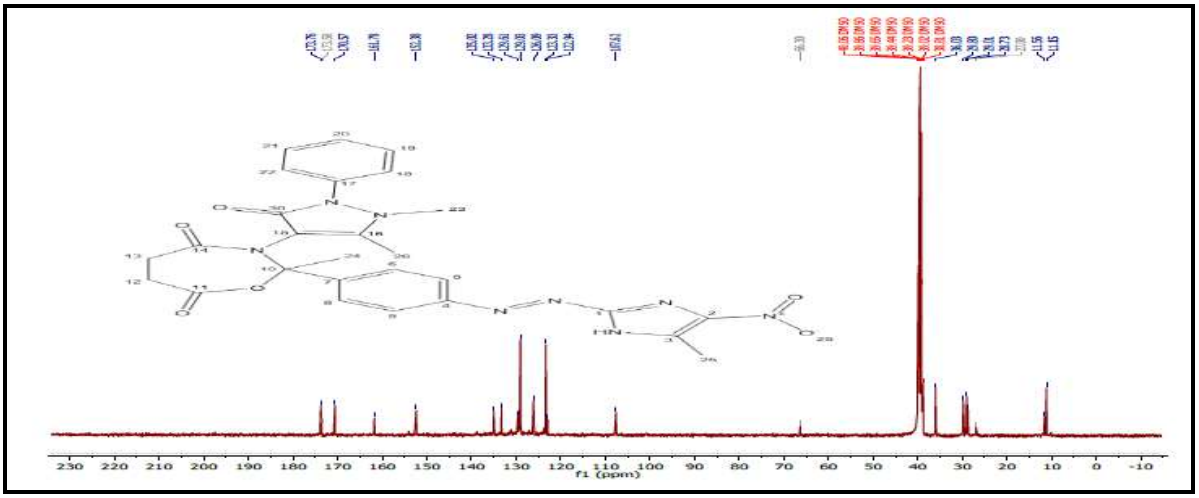
وجرى تشخيص المركب (30) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-90) إشارة عند الموقع δ:11.1 ppm تعود إلى ($C_{25}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 11.5 ppm تعود إلى ($C_{24}$ ) أما الإشارة δ: 27 ppm فانها تعود إلى ( $C_{26}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:28.7 ppm تعود إلى ($C_{23}$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ:29.01ppm تعود إلى ($C_{12}$ ) وظهرت إشارة عند الموقع δ:29.8ppm تعود إلى ($C_{13}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 36 ppm تعود إلى ($C_{27}$ ) أما الإشارة δ: 63 ppm فانها تعود إلى ( $C_7$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:173, 170 ppm تعود إلى ($C_{11,}C_{14}$ ) وكذلك إشارة عند الموقع δ:161 ppm تعود إلى ($C_1$ ) وايضا إشارة عند الموقع δ:152ppm تعود إلى ($C_{16}$ ) وظهرت اشارات عدة تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 107 – 135 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38-40 ppm .




**الشكل (3-88) طيف FT.IR للمركب (30)**



**الشكل (3-89) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (30)**

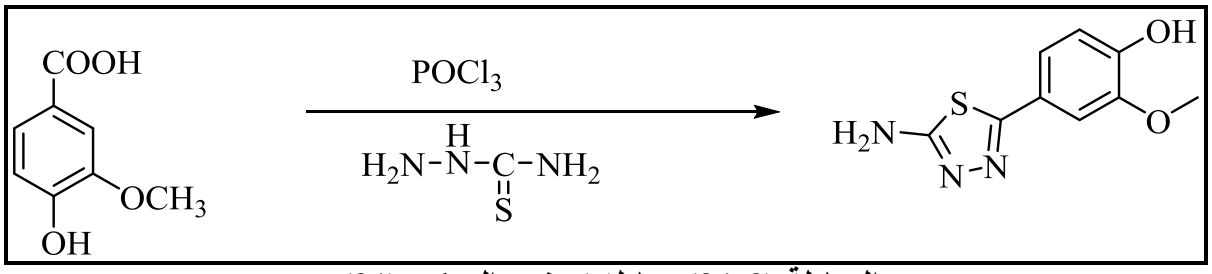


**الشكل ( 3-90) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (30)**

**(3-1-31) تحضير وتشخيص المركب (31)**

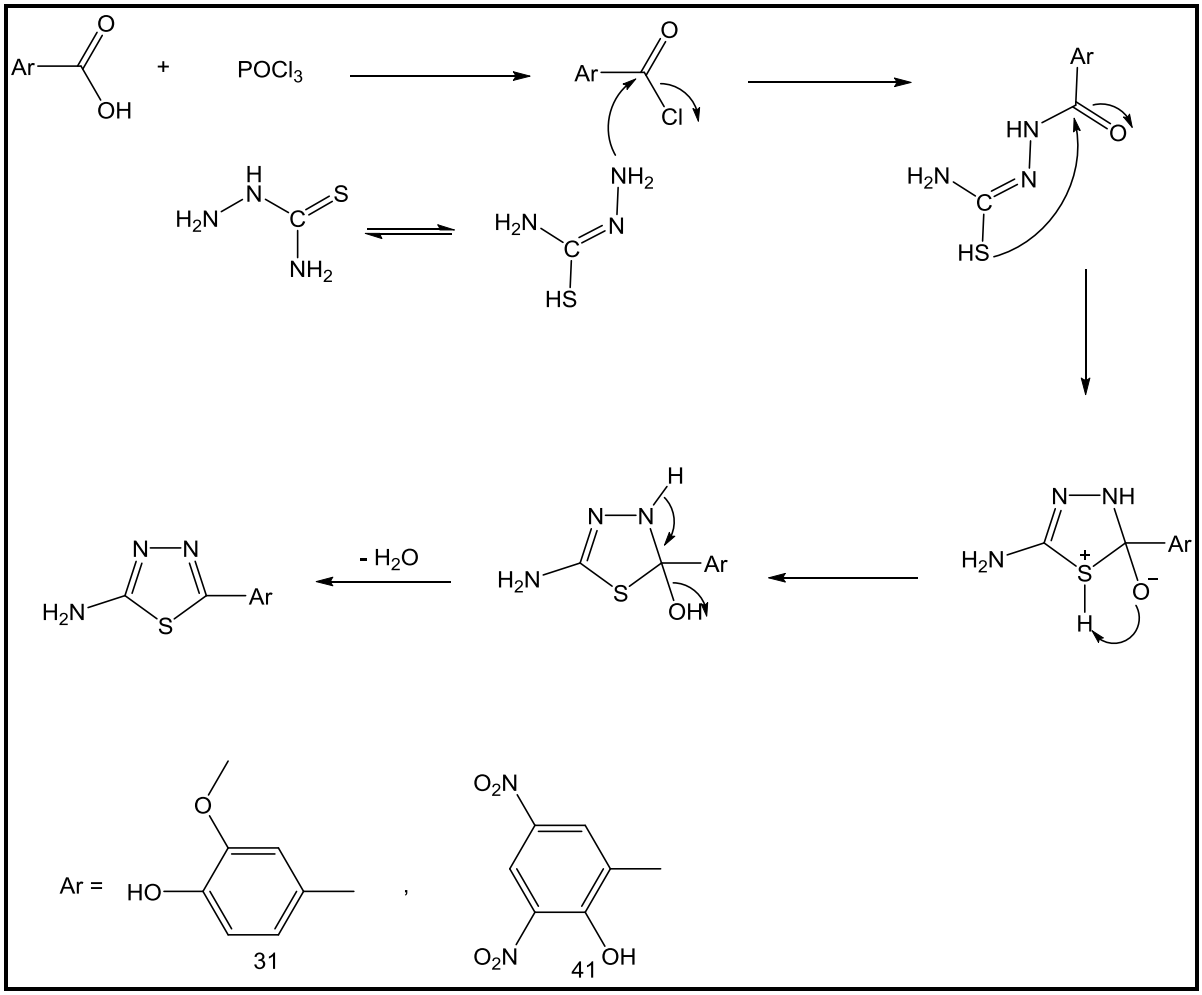
**4-(5-amino-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-2-methoxyphenol**

تحضير المركب (31) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-




**المعادلة (3-31) معادله تحضير المركب (31)**

ميكانيكية تحضير المركب (31 , 41) [167].

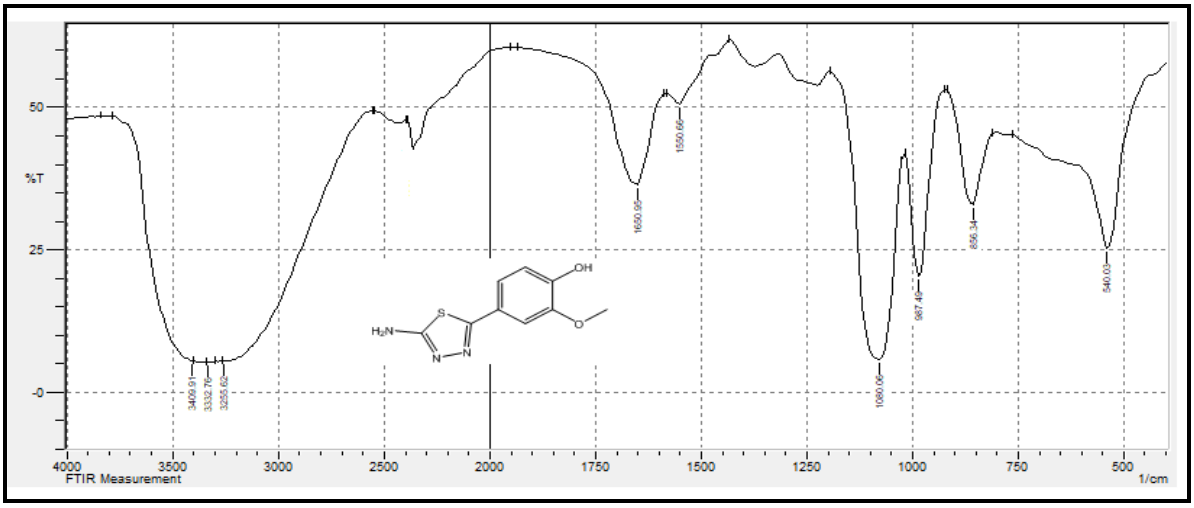



**المخطط ( 3 – 14 ) ميكانيكية تحضير المركب (31, 41)**

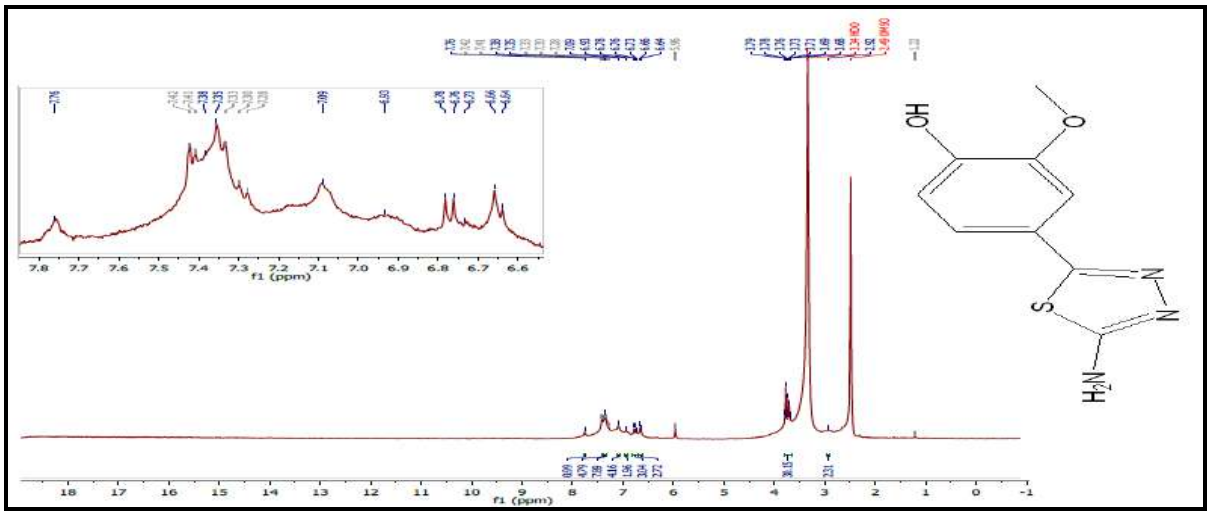
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (31) كما في الشكل ( 3 –91 ) حزمتي امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3255.62, 3332.76)عائدة إلى مجموعة ($NH_2$) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (3409.91) فهي لمجموعة (OH) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1550.66) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1650.95) فهي لمجموعة (C=N). وتم تشخيص المركب المحضر (31) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 –92 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:3.7 ppm) تعود إلى بروتوني مجموعة ($NH_2$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ:5.9 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ: 1.22 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة ($OCH_3$)

وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.6 – 7.7ppm) تعود إلى بروتونات حلقة الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.49 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

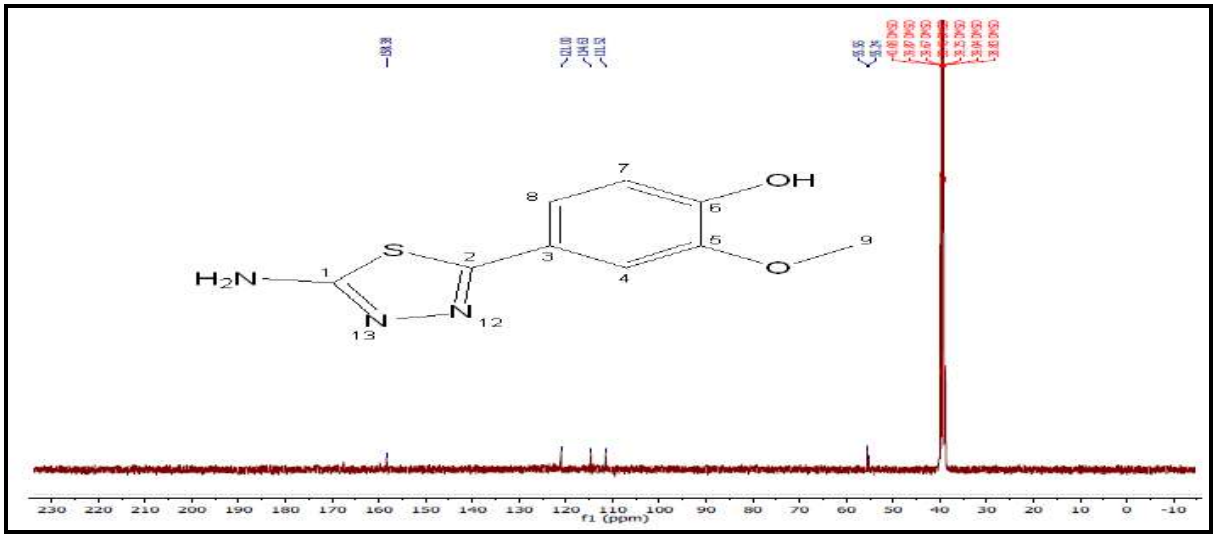
وجرى تشخيص المركب (31) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-93) إشارة عند الموقع δ: 158 ppm تعود إلى ( $C_1$ ) وإشارة عند الموقع δ: 55 ppm تعود إلى ( $C_9$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 111 – 121ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.8 – 40.08 ppm




**الشكل (3-91) طيف FT.IR للمركب (31)**




**الشكل (3-92) طيف $^1$H-NMR للمركب (31)**

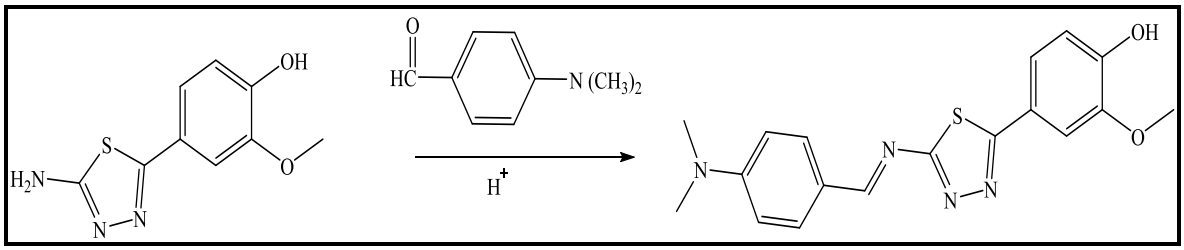



**الشكل ( 3-93) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (31)**

**(3-1-32) تحضير وتشخيص المركب (32)**

**(E)-4-(5-((4-(dimethylamino)benzylidene)amino)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-2-methoxyphenol**

تحضير المركب (32) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

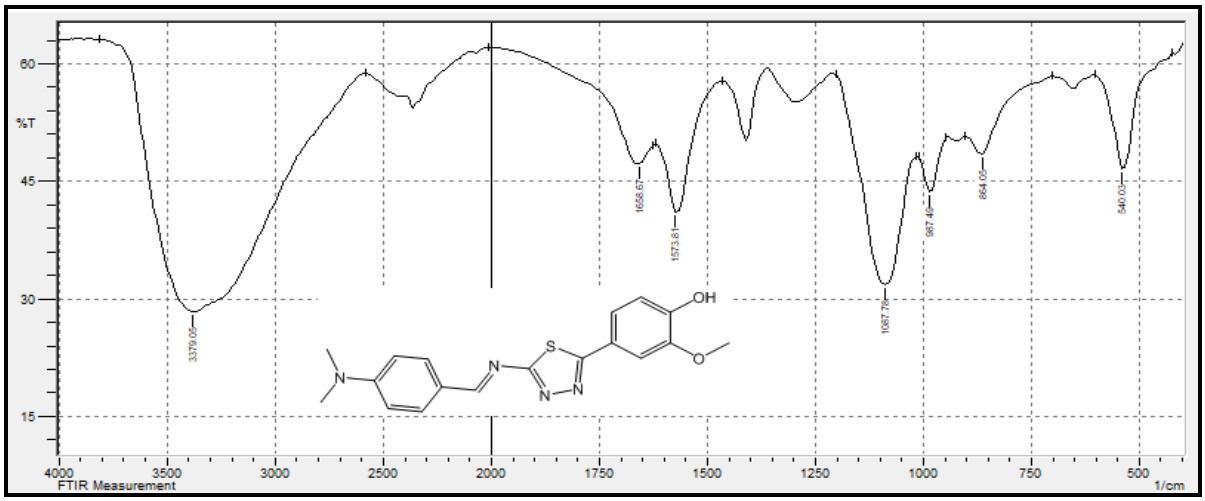



**المعادلة (3-32) معادله تحضير المركب (32)**

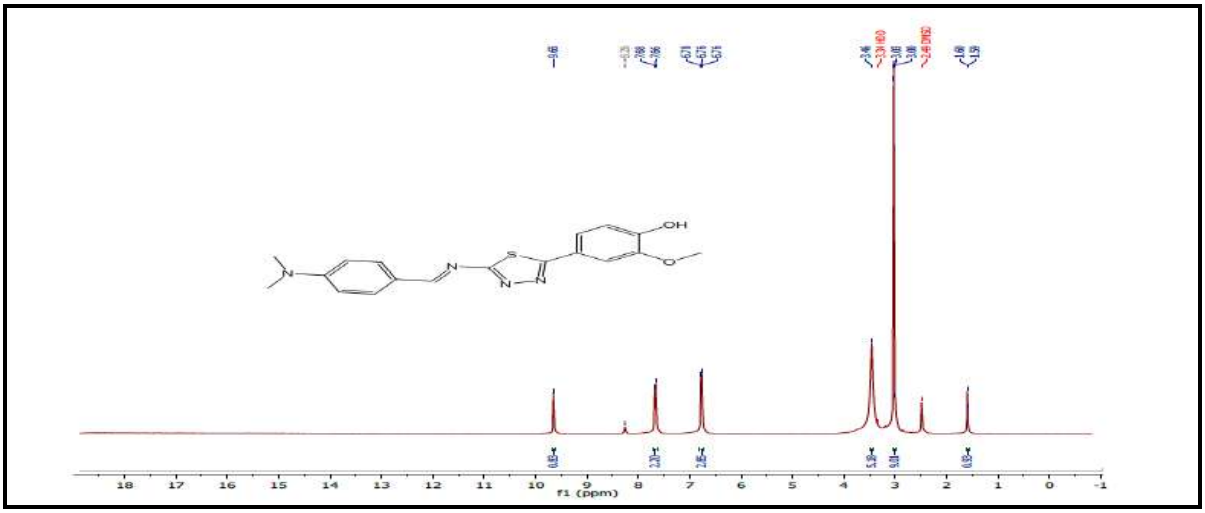
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (32) كما في الشكل ( 3 –94 )حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (1566.09) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1658.67) فهي لمجموعة (C=N) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3379.05) تعود إلى مجموعة (OH).وتم تشخيص المركب المحضر (32) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 –95 )إشارة مفردة عند الموقع (δ:1.5 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة $N(CH_3)_2$ وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:3.03 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($OCH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ:8.2 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وإشارة مفردة عند الموقع (δ:9.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وكذلك ظهور

إشارة عدة عند الموقع (δ:6.7 – 7.6 ppm) تعود إلى سبعة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.49 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

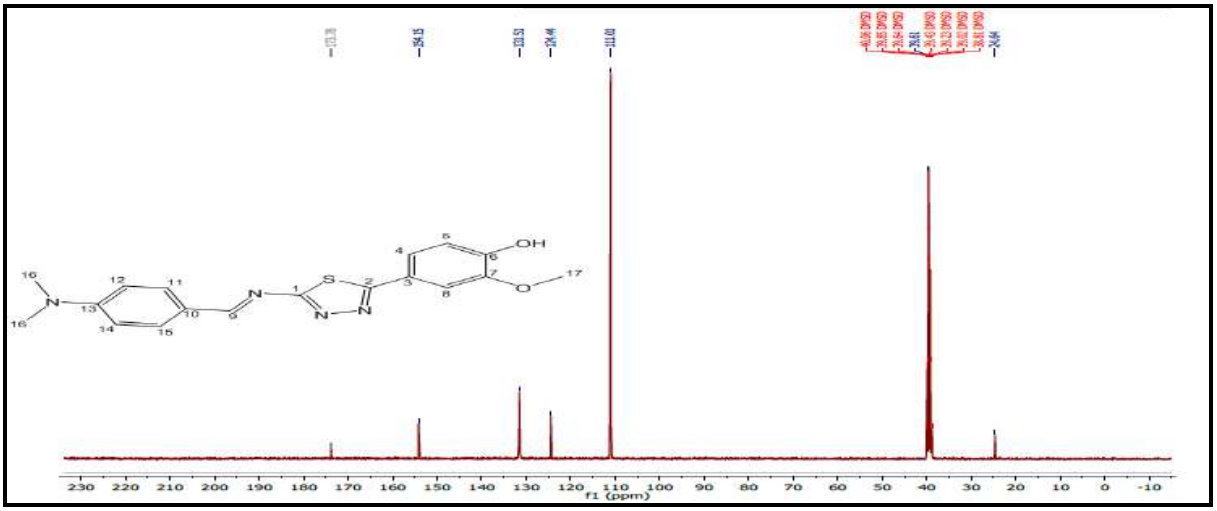
وجرى تشخيص المركب (32) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-96) إشارة عند الموقع δ: 24.6 ppm تعود إلى ( $C_{16}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 39 ppm تعود إلى ($C_{17}$) واخرى عند الموقع δ: 173 ppm تعود إلى( $C_1$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:154 ppm تعود إلى ( $C_6$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 111 – 131ppm أما المذيب DMSOفإشارته عند الموقع δ: 38.8 – 40.06 ppm




**الشكل (3-94) طيف FT.IR للمركب (32)**




**الشكل (3-95) طيف $^1$H-NMR للمركب (32)**

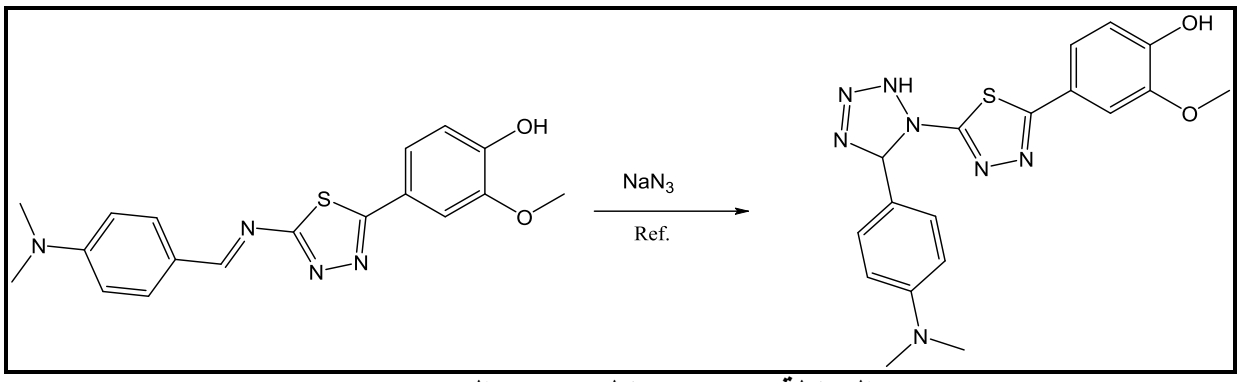



**الشكل ( 3-96) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (32)**

**(3-1-33) تحضير وتشخيص المركب (33)**

**4-(5-(5-(4-(dimethylamino)phenyl)-2,5-dihydro-1H-tetrazol-1-yl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-2-methoxyphenol**

تحضير المركب (33) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

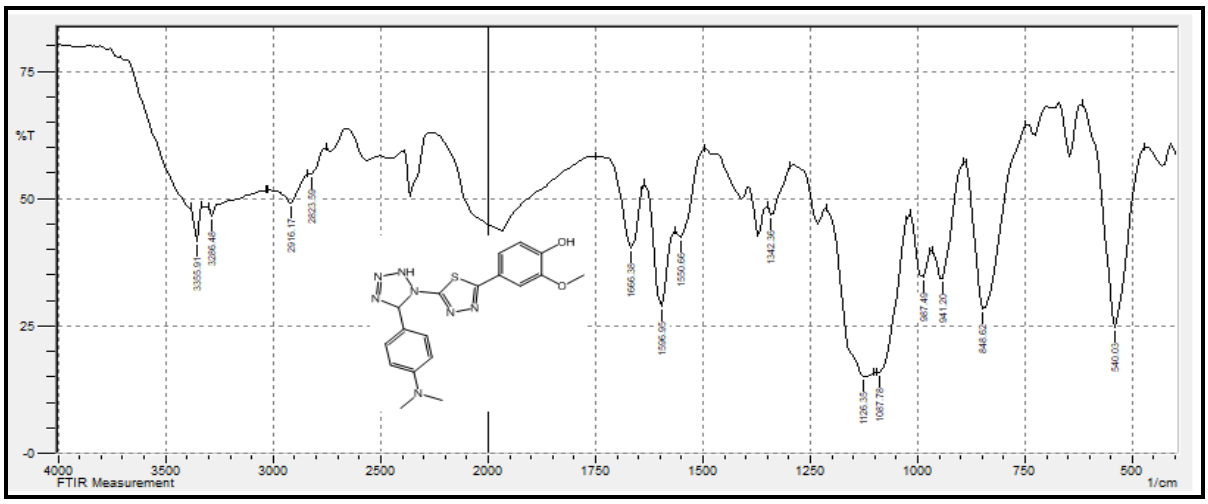



**المعادلة (3-33) معادله تحضير المركب (33)**

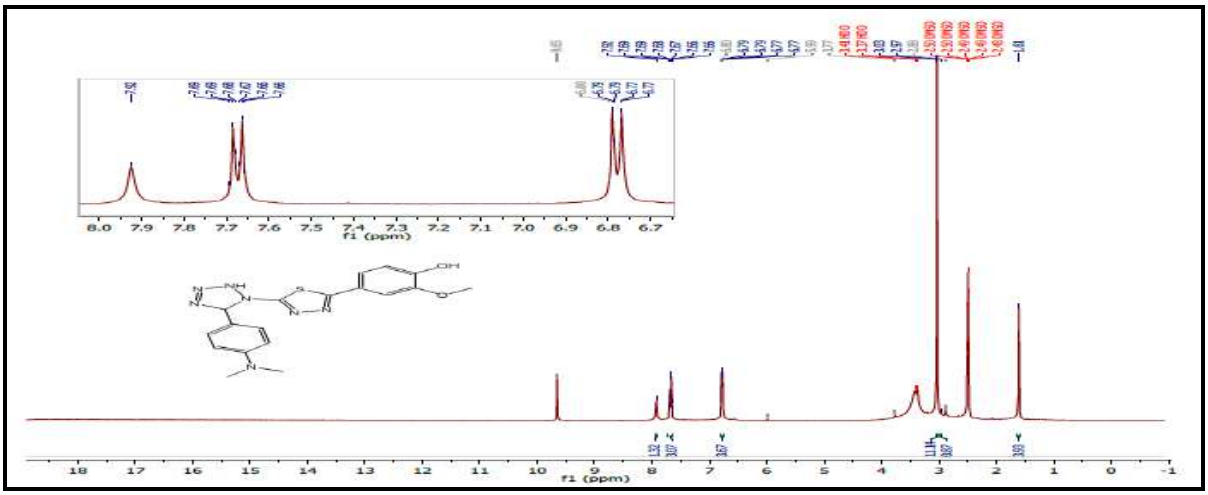
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(33) كما في الشكل ( 3 –97 ) حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3286.48)عائدة إلى مجموعة (NH) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (3355.91) فهي لمجموعة (OH) وحزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1666.38)فهي لمجموعة (C=N) .وتم تشخيص المركب المحضر (33) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 –98 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:3.7 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وايضا عند

الموقع(δ:5.9 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ:2.9 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($OCH_3$) وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:1.6 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($N(CH_3)_2$) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.7 – 7.9ppm) تعود إلى سبعة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.48 – 2.5 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

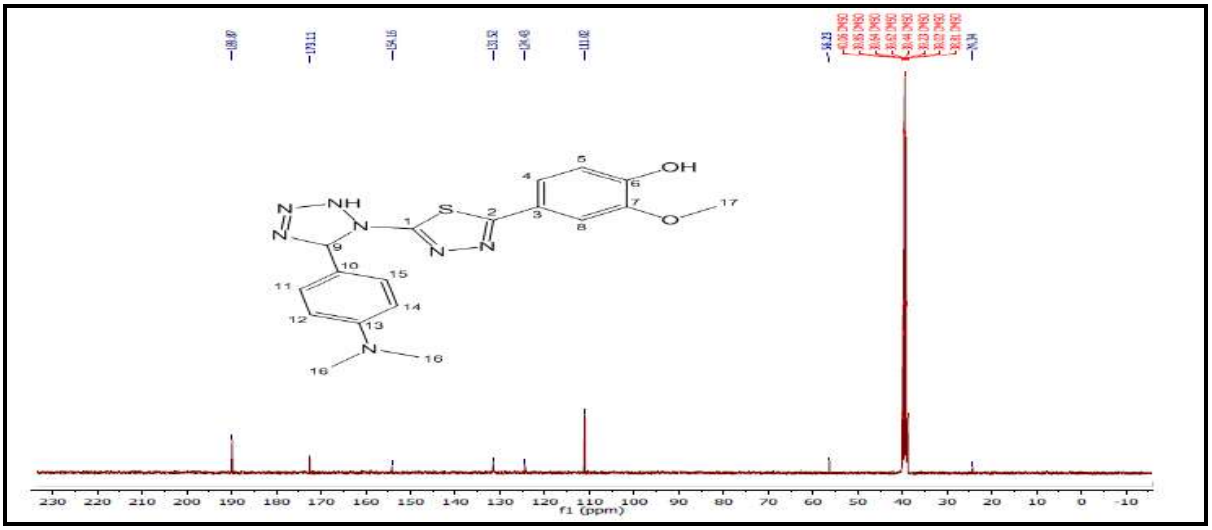
وجرى تشخيص المركب (33) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-99) إشارة عند الموقع δ: 24.34 ppm تعود إلى ( $C_{16}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 56.23 ppm تعود إلى ( $C_{17}$ ) واخرى عند الموقع δ: 154.16 ppm تعود إلى( $C_6$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:173.11 ppm تعود إلى ( $C_1$) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 111.02 – 131.52ppm أما المذيب DMSOفإشارته عند الموقع δ: 38.81 – 40.06 ppm.




**الشكل (3-97) طيف FT.IR للمركب (33)**




**الشكل (3-98) طيف $^1$H-NMR للمركب (33)**

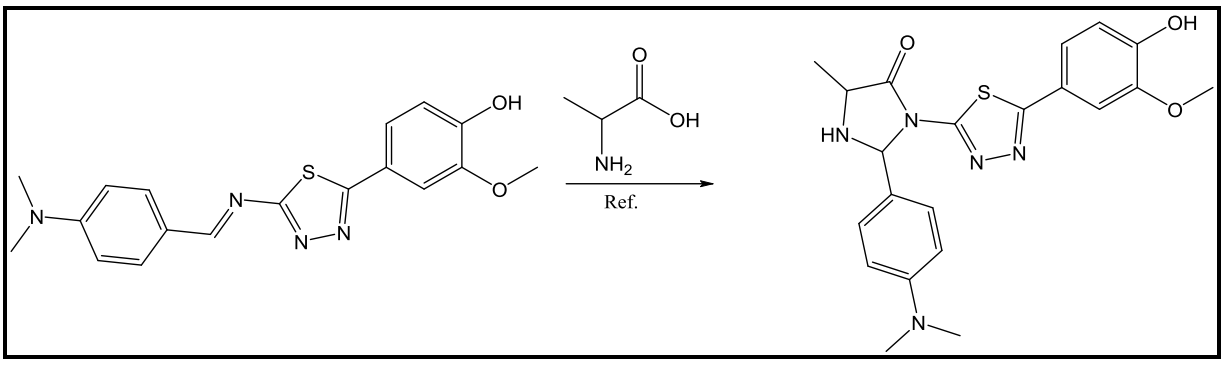



**الشكل ( 3-99) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (33)**

**(3-1-34) تحضير وتشخيص المركب (34)**

**2-(4-(dimethylamino)phenyl)-3-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-5-methylimidazolidin-4-one**

تحضير المركب (34) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

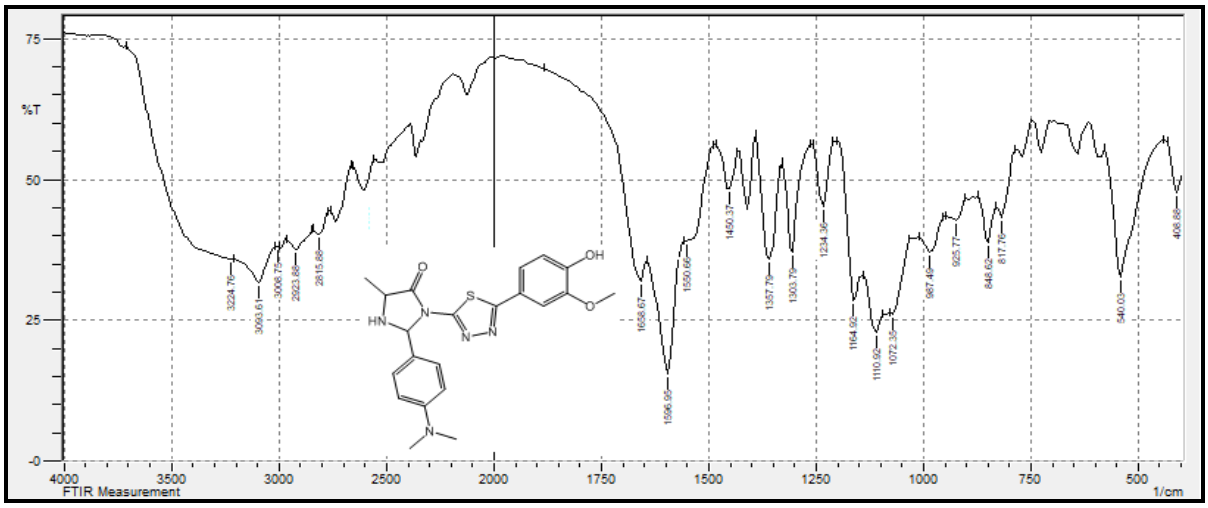



**المعادلة (3-34) معادله تحضير المركب (34)**

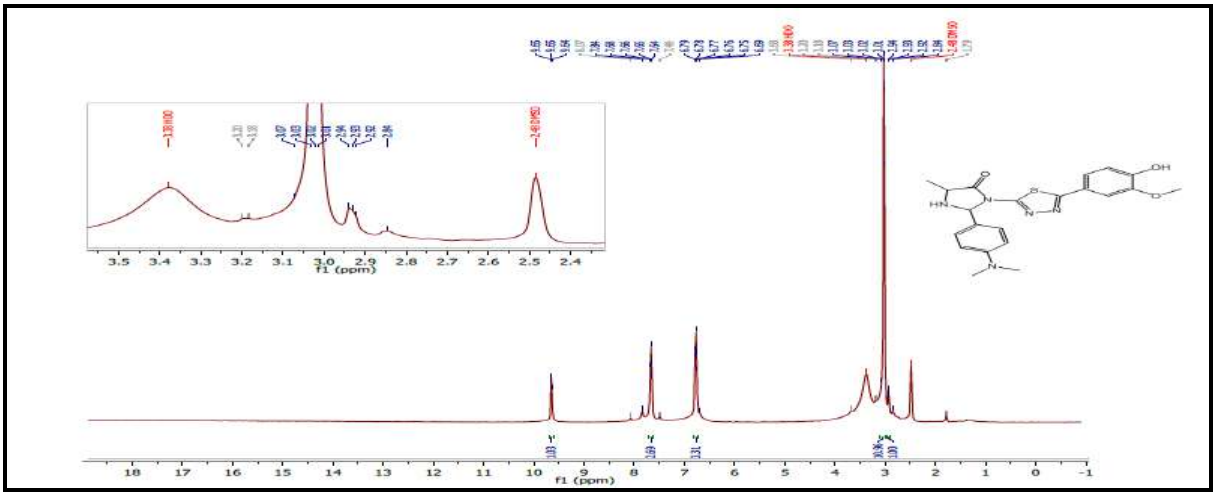
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (34) كما في الشكل ( 3 –100 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2923.88 – 2815.88) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة عند الموقع$cm^{-1}$ (3003.75) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاروماتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3093.61)عائدة إلى مجموعة (NH) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (3224.76) فهي لمجموعة (OH) وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1658.67) تعود إلى مجموعة (C=O) وحزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95) تعود إلى مجموعة

(C=N) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1550.66)فهي لمجموعة (C=C)الاروماتية .وتم تشخيص المركب المحضر (34) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 101 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:3.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (N-CH) وايضا عند الموقع(δ:8.07 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ:3 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($OCH_3$) وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:2.8 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($N(CH_3)_2$) وإشارة رباعية عند الموقع (δ:2.9 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($CH-CH_3$) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.6 – 7.8ppm) تعود إلى سبعة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.48 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

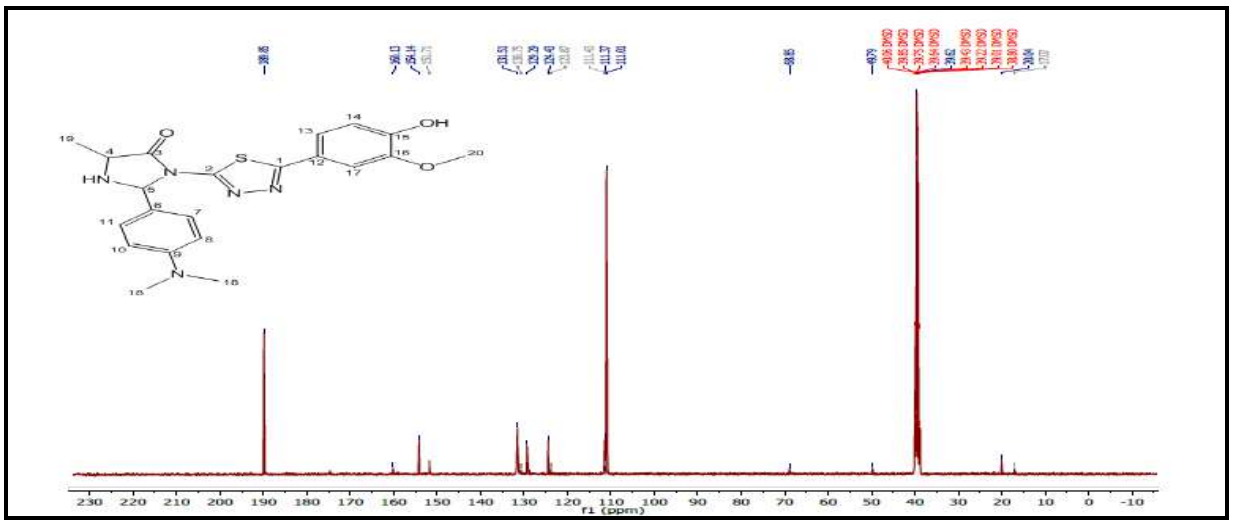
وجرى تشخيص المركب (34) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل ( 3- 102) إشارة عند الموقع δ: 17 ppm تعود إلى ( $C_{19}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 20 ppm تعود إلى ( $C_{18}$ ) واخرى عند الموقع δ: 39.62 ppm تعود إلى( $C_{20}$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:49 ppm تعود إلى ( $C_4$) وإشارة عند الموقع δ: 68 ppm تعود إلى ( $C_5$ ) واخرى عند الموقع δ: 189 ppm تعود إلى( $C_3$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:160 ppm تعود إلى ( $C_1$) وإشارة عند الموقع δ: 154 ppm تعود إلى ( $C_2$ ) واخرى عند الموقع δ: 151 ppm تعود إلى( $C_{15}$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 111 – 131ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.8, 40.06 ppm.




**الشكل (3-100) طيف FT.IR للمركب (34)**



**الشكل (3-101) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (34)**

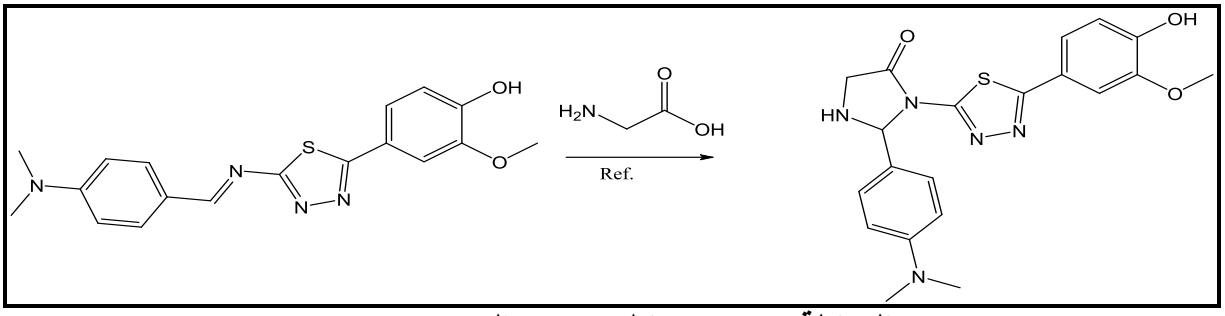


**الشكل ( 3-102) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (34)**

**(3-1-35) تحضير وتشخيص المركب (35)**

**2-(4-(dimethylamino)phenyl)-3-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)imidazolidin-4-one**

تحضير المركب (35) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



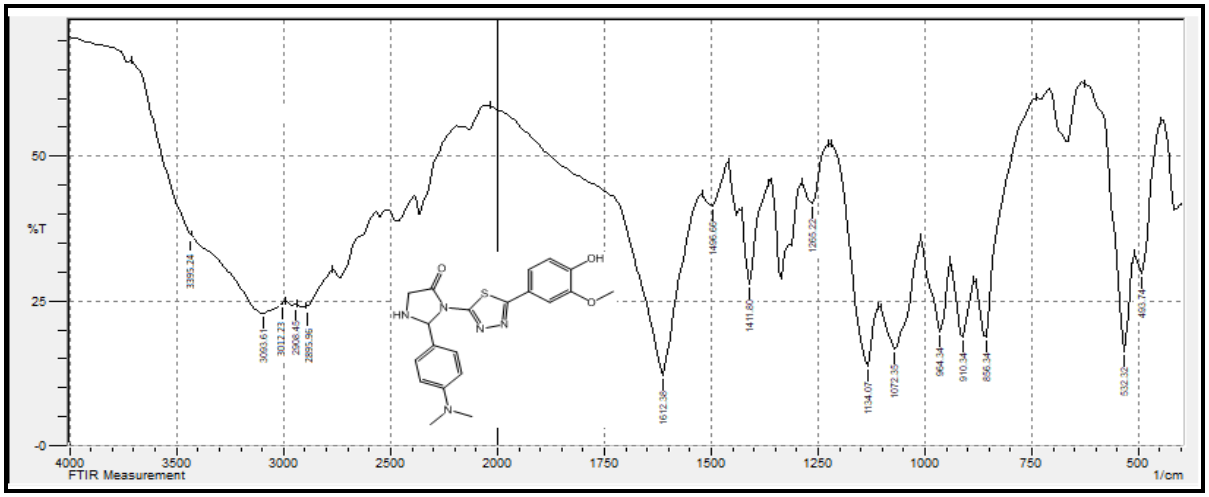

**المعادلة (3-35) معادله تحضير المركب (35)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (35) كما في الشكل ( 3 –103 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2908.45 – 2895.96) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (3012.23) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاروماتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3093.61)عائدة إلى مجموعة (NH) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (3395.24) فهي لمجموعة (OH) وحزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1612.38) تعود إلى مجموعة (C=O).

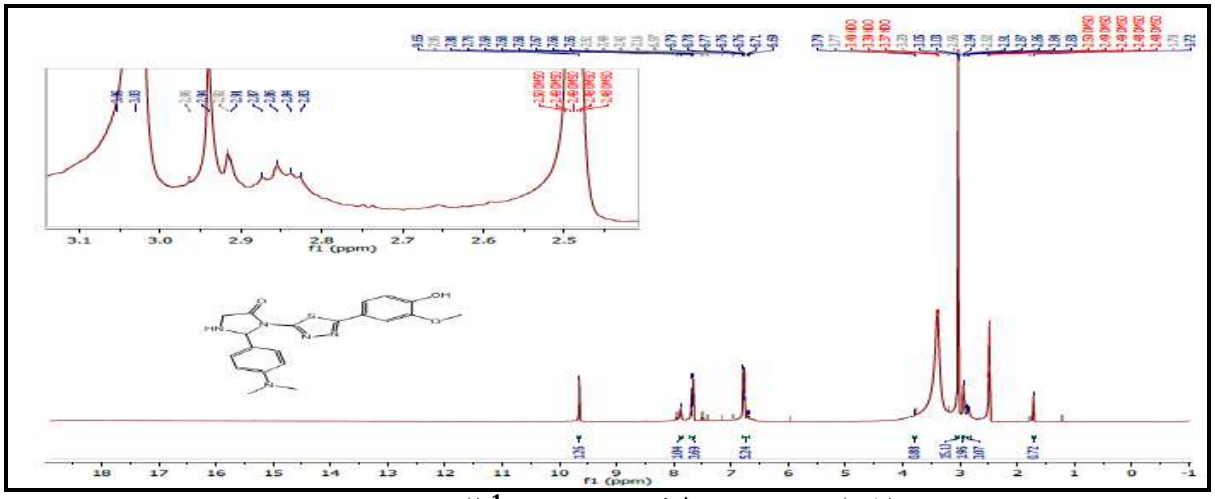
وتم تشخيص المركب المحضر (35) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 104 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:3.2 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (N-CH) وايضا عند الموقع(δ:3.7 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ:3 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($OCH_3$) وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:1.7 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($N(CH_3)_2$) وإشارة مفردة عند الموقع

(δ:2.9 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($CH_2$) وكذلك ظهور اشارات عدة عند الموقع (δ:6.6 7.9 ppm) – تعود إلى سبعة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.48 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

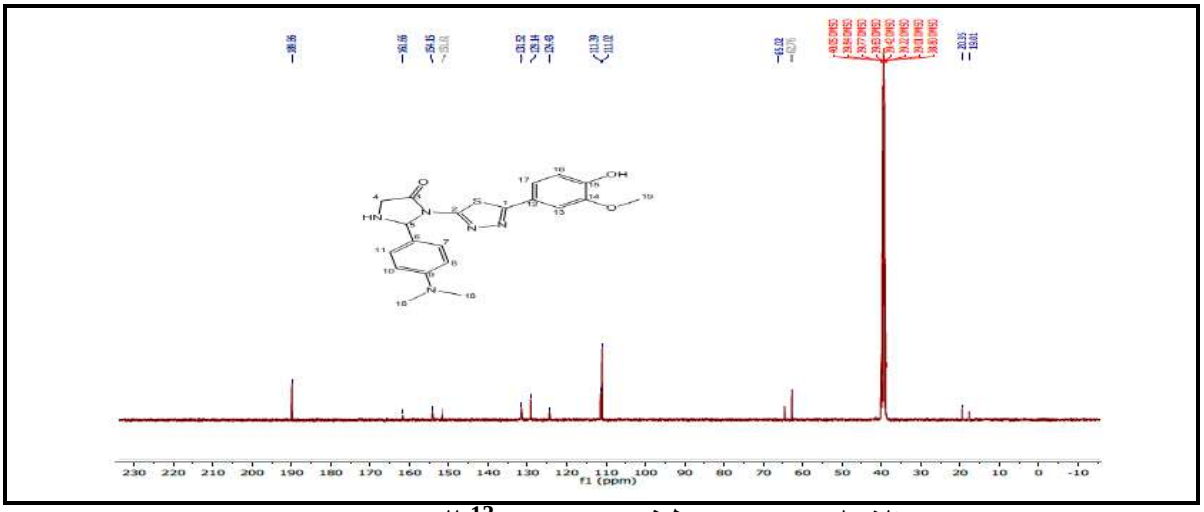
وجرى تشخيص المركب (35) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل ( 3- 105) إشارة عند الموقع δ: 19 ppm تعود إلى ( $C_{18}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 20 ppm تعود إلى ( $C_4$ ) واخرى عند الموقع δ: 62 ppm تعود إلى( $C_{19}$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:65 ppm تعود إلى ($C_5$ ) وإشارة عند الموقع δ: 189 ppm تعود إلى ( $C_3$ ) واخرى عند الموقع δ: 161 ppm تعود إلى( $C_1$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:154 ppm تعود إلى ($C_2$ ) وإشارة عند الموقع δ: 151 ppm تعود إلى ( $C_{15}$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 111 – 131ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.8, 40.05 ppm.




الشكل (3-103) طيف FT.IR للمركب (35)




الشكل (3-104) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (35)

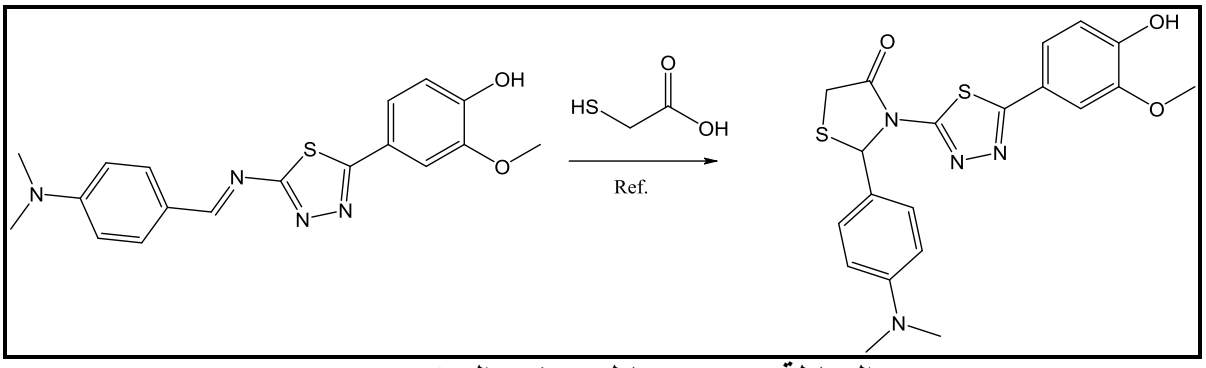



الشكل ( 3-105) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (35)

**(36-1-3) تحضير وتشخيص المركب (36)**

**2-(4-(dimethylamino)phenyl)-3-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)thiazolidin-4-one**

تحضير المركب (36) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

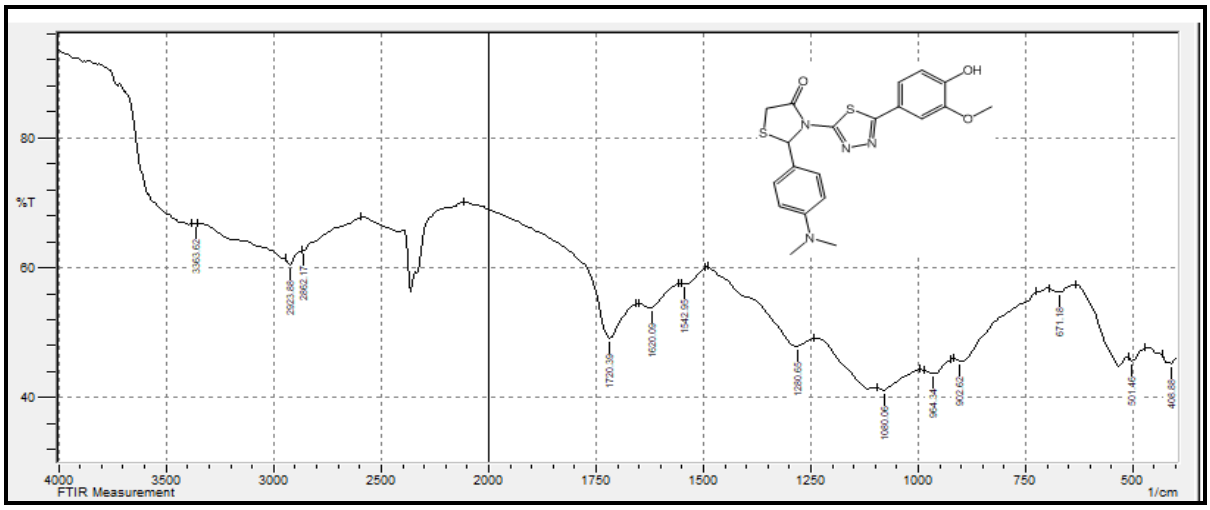



**المعادلة (3-36) معادله تحضير المركب (36)**

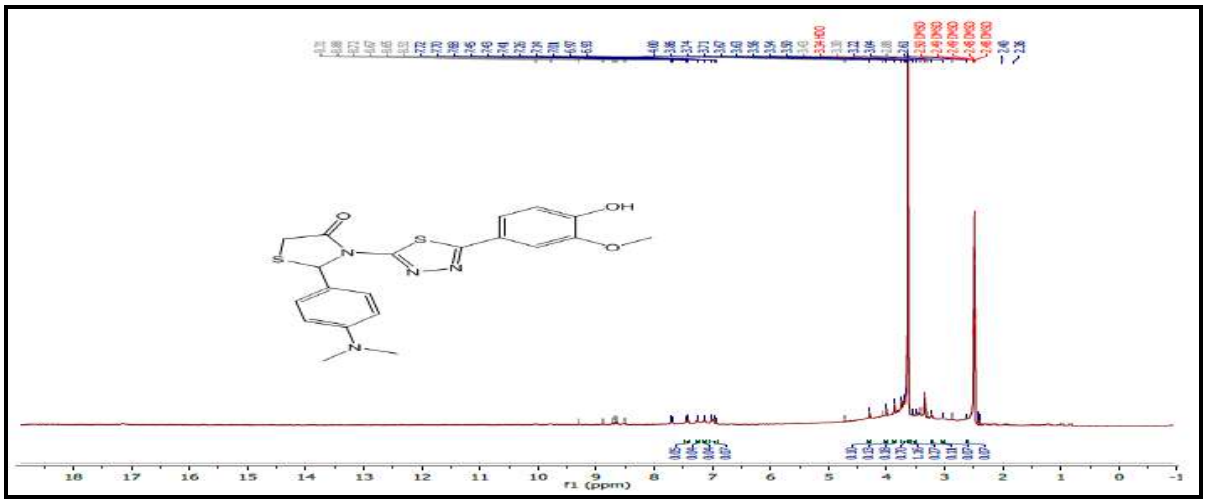
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (36) كما في الشكل ( 3 –106 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2862.17, 2923.88) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1720.39) تعود إلى مجموعة (C=O) وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1542.95) تعود إلى مجموعة (C=C). وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع عند الموقع $cm^{-1}$ (1620.09)عائدة إلى مجموعة (C=N) وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (671.18) تعود إلى مجموعة (C-S)وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3363.62) تعود إلى مجموعة (OH).

وتم تشخيص المركب المحضر (36) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 107 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:3 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($CH_2$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.3 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:4 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وظهرت إشارة مفردة عند الموقع (δ:2.6 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($OCH_3$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ:2.3 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة ($N(CH_3)_2$) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.9 – 8.8 ppm) تعود إلى سبعة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.48-2.5 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$). وجرى تشخيص المركب (36) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-108) إشارة عند الموقع δ: 170 ppm تعود

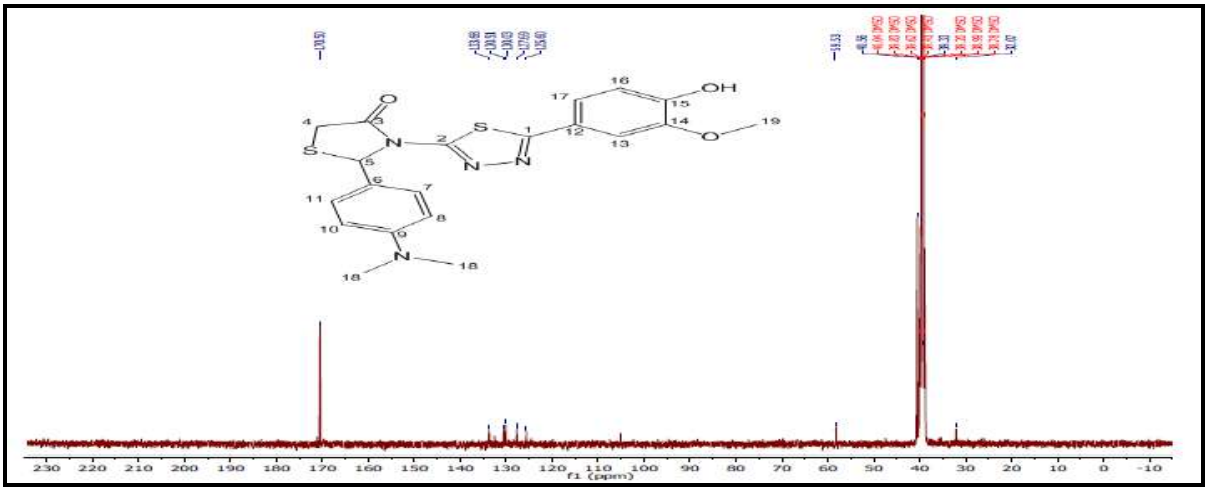
إلى ( $C_3$ ) وإشارة عند الموقع δ: 32 ppm تعود إلى ( $C_{18}$ ) وايضا عند الموقع δ: 39 ppm تعود إلى ( $C_{19}$) وأما الإشارة عند الموقع δ:40 ppm تعود إلى ( $C_4$ ) وإشارة عند الموقع δ: 59 ppm تعود إلى ( $C_5$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 105 – 133ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.7 – 40.56 ppm.




**الشكل (3-106) طيف FT.IR للمركب (36)**




**الشكل (3-107) طيف $^1$H-NMR للمركب (36)**

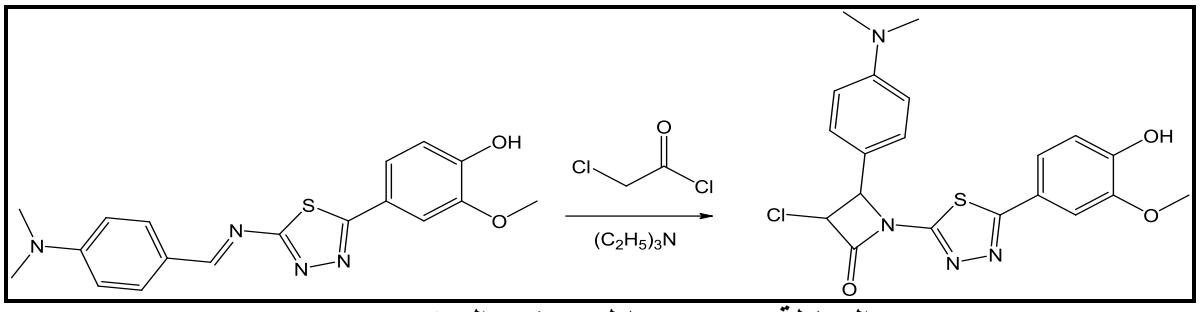


**الشكل ( 3-108) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (36)**

**(3-1-37) تحضير وتشخيص المركب (37)**

**3-chloro-4-(4-(dimethylamino)phenyl)-1-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)azetidin-2-one**

تحضير المركب (37) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



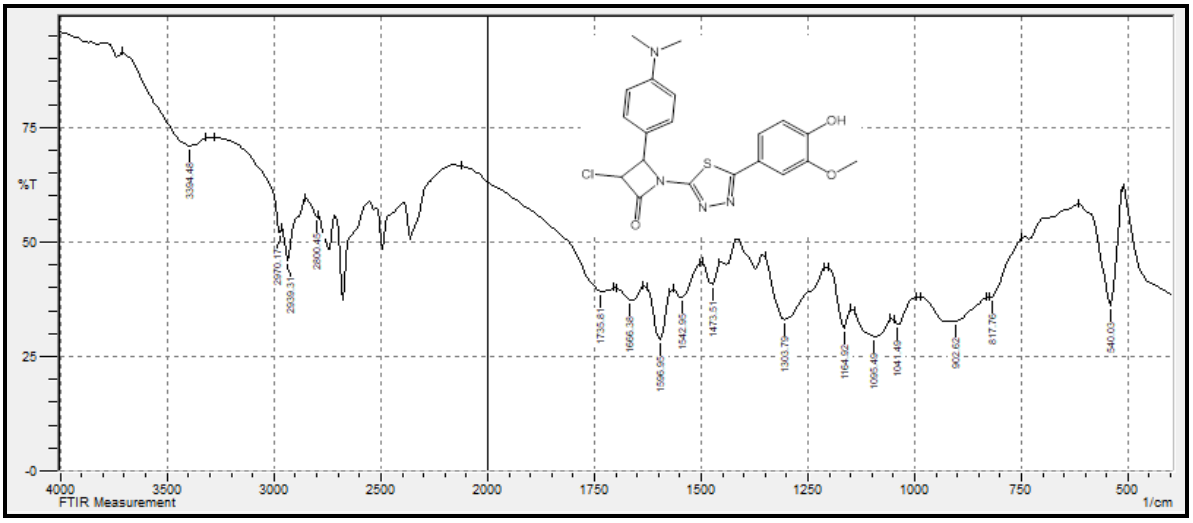

**المعادلة (3-37) معادله تحضير المركب (37)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (37) كما في الشكل ( 3 –109 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2800.45, 2939.31) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2970.17) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاروماتية وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1735.81) تعود إلى مجموعة (C=O) لاكتام وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1666.38) تعود إلى مجموعة (C=N). وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95)عائدة إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمة امتصاص عند الموقع$cm^{-1}$ (3394.48) تعود إلى مجموعة (OH).

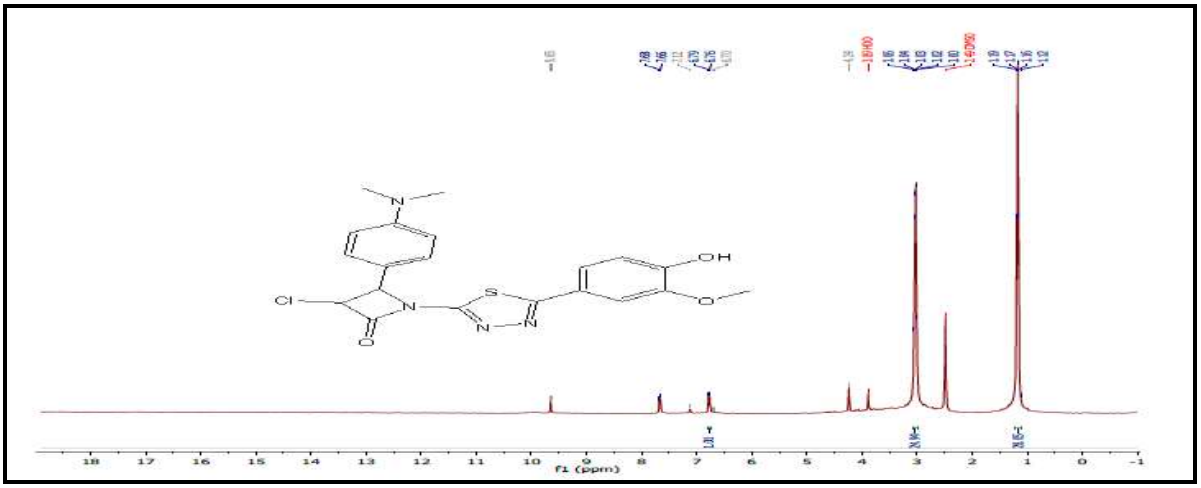
وتم تشخيص المركب المحضر (37) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 –110 ) إشارة ثنائية عند الموقع (δ:3.06 ppm) تعود إلى بروتون

مجموعة (CH-N) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وأما الإشارة الثنائية عند الموقع (δ:4.2 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH-Cl ) وظهرت إشارة احادية عند الموقع (δ:3 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($OCH_3$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.6 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($N(CH_3)_2$) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.7 – 7.6ppm) تعود إلى سبعة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.49 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

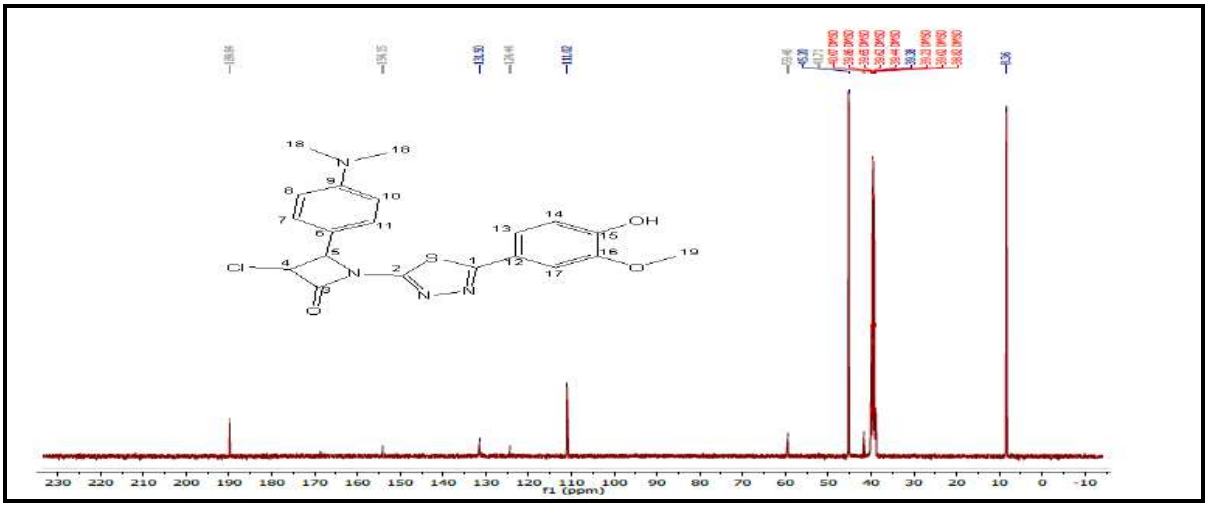
وجرى تشخيص المركب (37) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-111) إشارة عند الموقع δ: 189 ppm تعود إلى ( $C_3$ ) وإشارة عند الموقع δ: 8.3 ppm تعود إلى ( $C_{18}$ ) وايضا عند الموقع δ: 41.7 ppm تعود إلى( $C_{19}$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:45.2 ppm تعود إلى ( $C_5$ ) وإشارة عند الموقع δ: 59.4 ppm تعود إلى ( $C_4$ ) وظهرت إشارة عند الموقع δ: 154 ppm تعود إلى ( $C_1$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 111 – 131 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.8 – 40.07 ppm.




**الشكل (3-109) طيف FT.IR للمركب (37)**




**الشكل (3-110) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (37)**

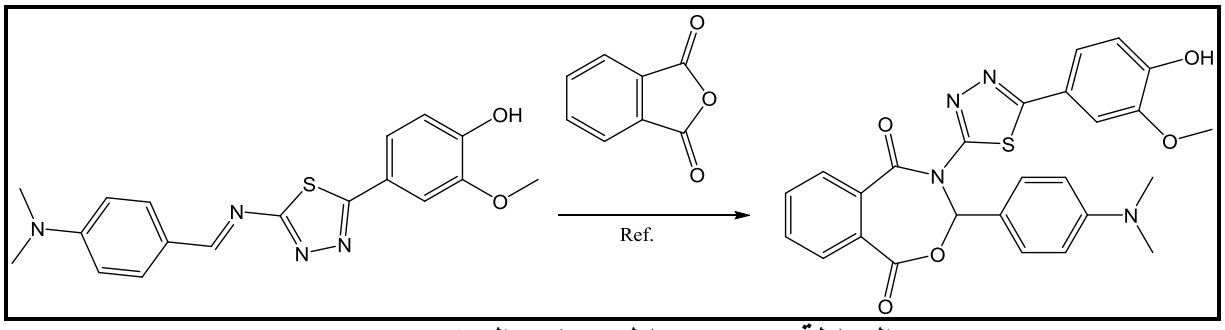



**الشكل ( 3-111) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (37)**

**(3-1-38) تحضير وتشخيص المركب (38)**

**3-(4-(dimethylamino)phenyl)-4-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-3,4-dihydrobenzo[e][1,3]oxazepine-1,5-dione**

تحضير المركب (38) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

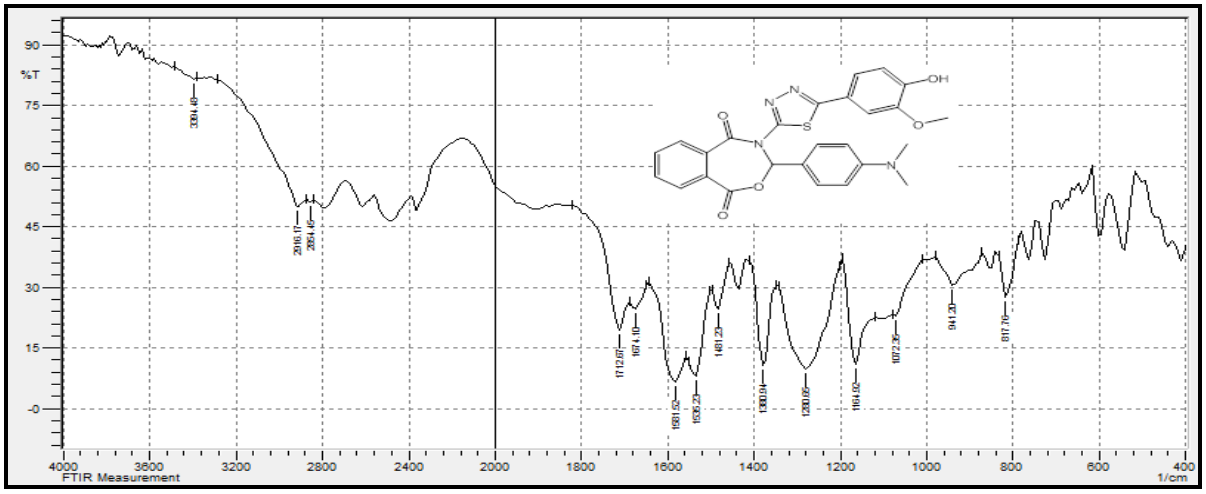



**المعادلة (3-38) معادله تحضير المركب (38)**

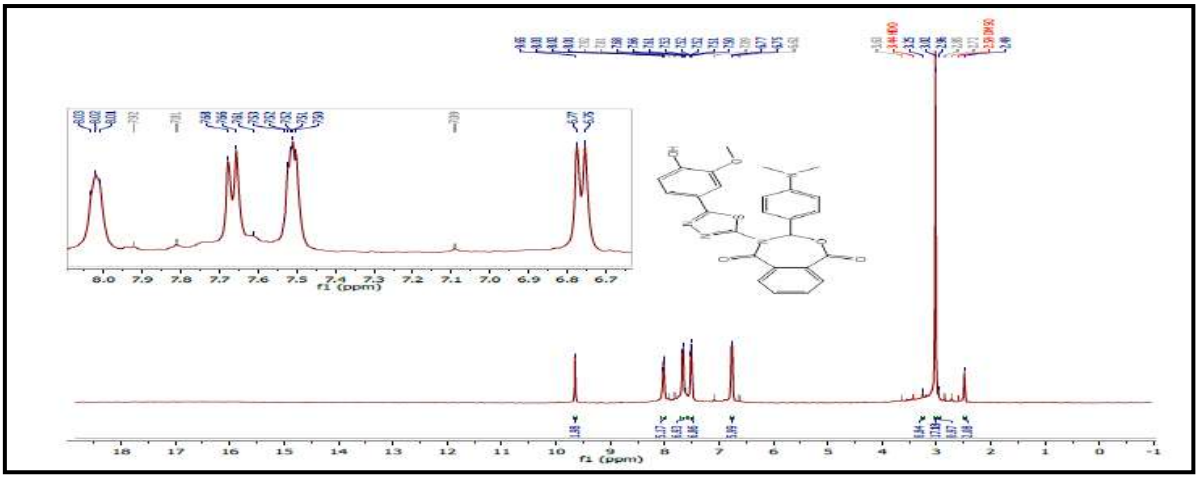
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (38) كما في الشكل ( 3 – 112 ) حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2854.45, 2916.17) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1712.67) تعود إلى مجموعة (C=O oxa.) وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1674.10) تعود إلى مجموعة (C=O) الأمايدية. وكذلك حزمة امتصاص عند الموقع$cm^{-1}$ (1581.52)عائدة إلى مجموعة (C=N) وايضا حزمة امتصاص عند الموقع$cm^{-1}$ (1535.23)عائدة إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3394.48) تعود إلى مجموعة (OH).

وتم تشخيص المركب المحضر (38) بواسطةطيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 113 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:2.4 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($N(CH_3)_2$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وإشارة مفردة عند الموقع (δ:2.7 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($OCH_3$) وأما الإشارة مفردة عند الموقع (δ:3.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.6 – 8.03ppm) تعود إلى بروتونات حلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.49 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

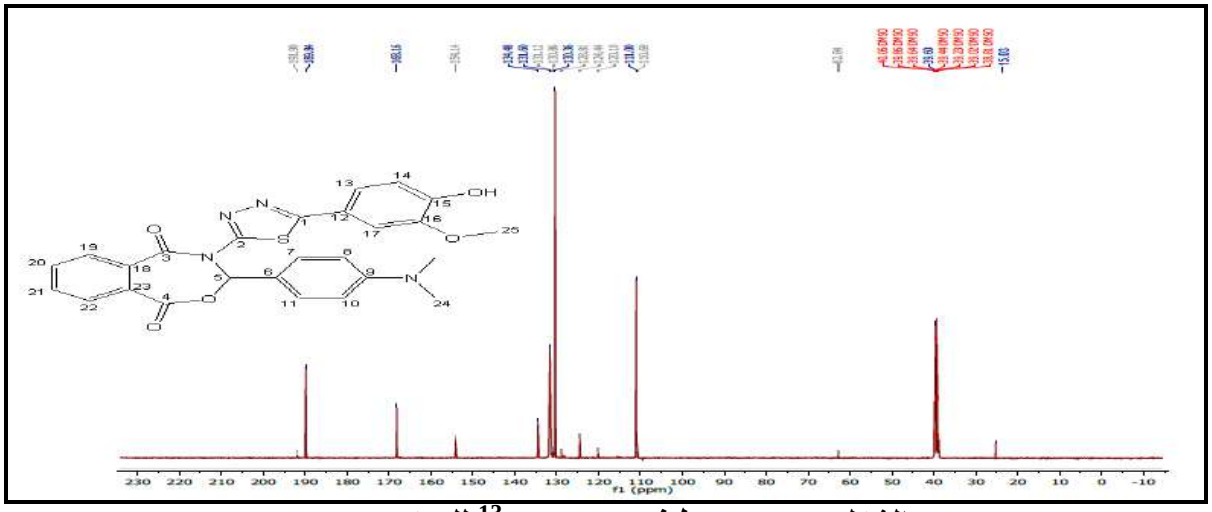
وجرى تشخيص المركب (38) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-114) إشارة عند الموقع δ: 15 ppm تعود إلى ( $C_{24}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 39.6 ppm تعود إلى ( $C_{25}$ ) وايضا عند الموقع δ: 62.8 ppm تعود إلى( $C_5$ ) وأما الاشارات عند الموقع δ:191, 189 ppm تعود إلى ($C_3$,$C_4$) وإشارة عند الموقع δ: 168 ppm تعود إلى ( $C_2$ )وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 110 – 134ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.8 – 40.06 ppm.




**الشكل (3-112) طيف FT.IR للمركب (38)**




**الشكل (3-113) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (38)**

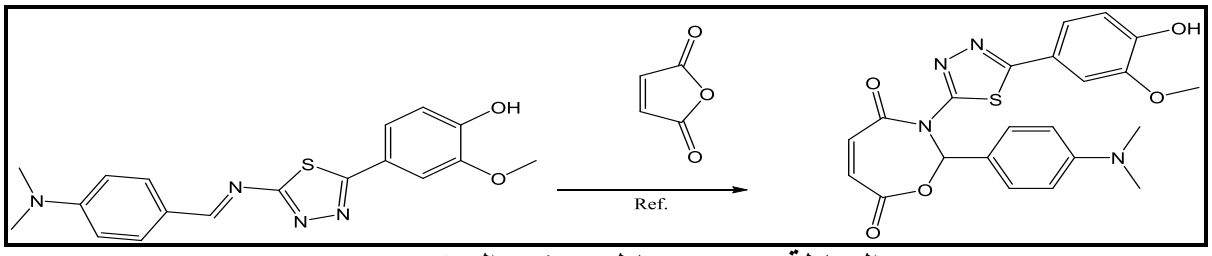



**الشكل ( 3-114) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (38)**

**(3-1-39) تحضير وتشخيص المركب (39)**

**2-(4-(dimethylamino)phenyl)-3-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-2,3-dihydro-1,3-oxazepine-4,7-dione**

تحضير المركب (39) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



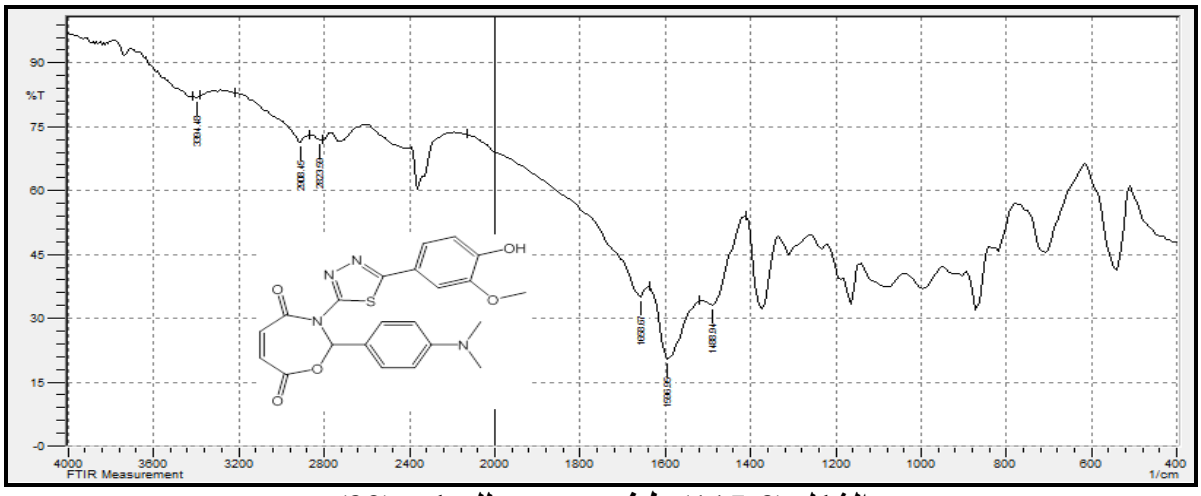

**المعادلة (3-39) معادله تحضير المركب (39)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (39) كما في الشكل ( 3 –115 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2815.88, 2908.44) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية (C-H ) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1658.67) تعود إلى مجموعة (C=O oxa.) وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95) تعود إلى مجموعة (C=N) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3394.48) تعود إلى مجموعة (OH).

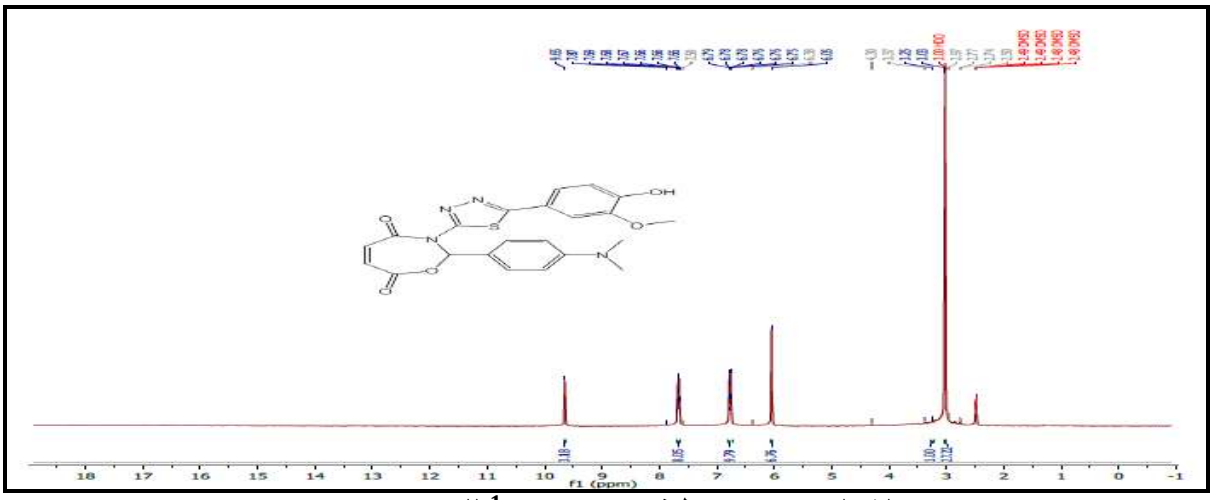
وتم تشخيص المركب المحضر (39) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 116 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:3.2 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وأما الإشارة الثنائية عند الموقع (δ:4.3 ppm) فهي لمجموعة (CH-COO) وكذلك إشارة ثنائية عند الموقع (δ:3.3 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH-N) وإشارة مفردة عند الموقع (δ:9.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وايضا إشارة مفردة عند الموقع (δ:3ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($OCH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ:2.5 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($N(CH_3)_3$) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6 – 7.8ppm) تعود إلى سبعة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.48 - 2.49 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

وجرى تشخيص المركب (39) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-117) إشارة عند الموقع δ: 20 ppm تعود إلى ( $C_{20}$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:189 ppm تعود إلى($C_3$,$C_4$) والإشارة عند الموقع δ: 124 ppm تعود إلى ( $C_4$,$C_5$ ) وإشارة عند الموقع δ: 39.6 ppm تعود إلى ( $C_{21}$) وأما الإشارة عند الموقع δ:60 ppm تعود إلى ( $C_7$ ) وظهرت إشارة عند الموقع δ: 167

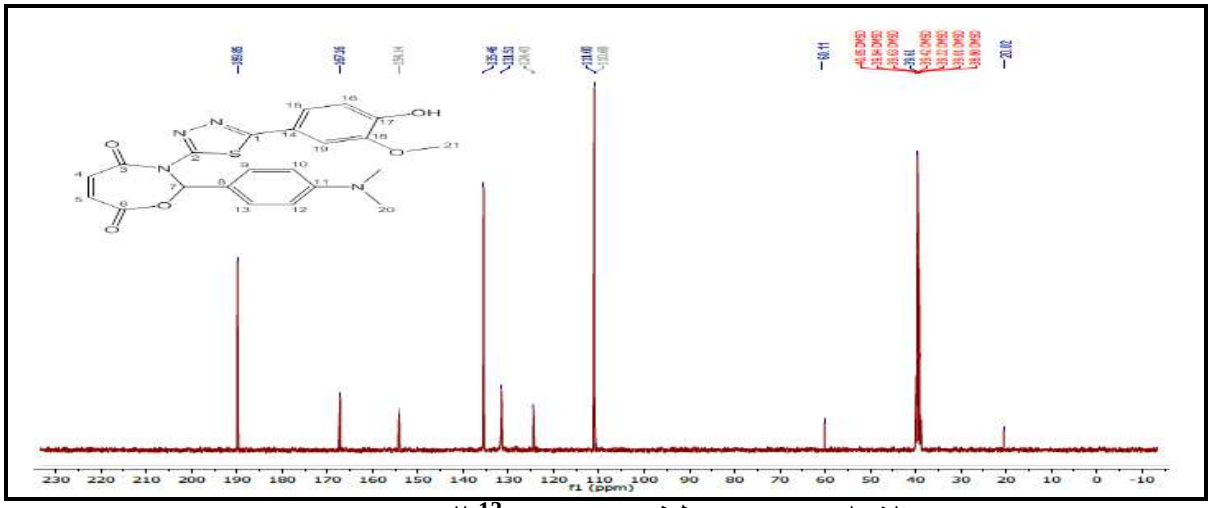
ppm تعود إلى ($C_2$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 110 – 135 ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.8 – 40.05 ppm .




**الشكل (3-115) طيف FT.IR للمركب (39)**




**الشكل (3-116) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (39)**

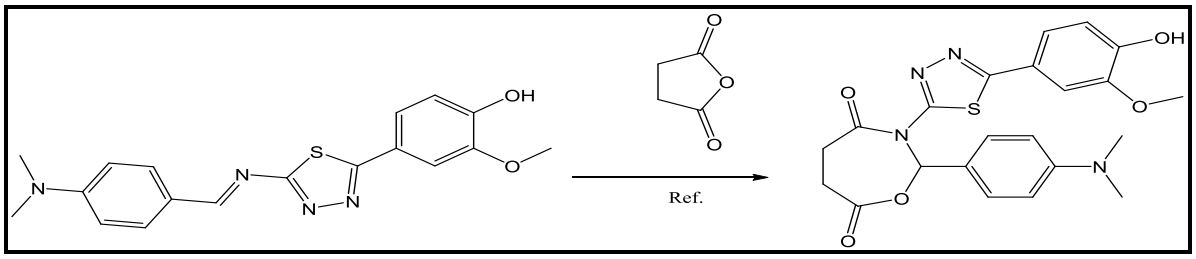



**الشكل ( 3-117) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (39)**

**(40-1-3) تحضير وتشخيص المركب (40)**

**2-(4-(dimethylamino)phenyl)-3-(5-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-1,3-oxazepane-4,7-dione**

تحضير المركب (40) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

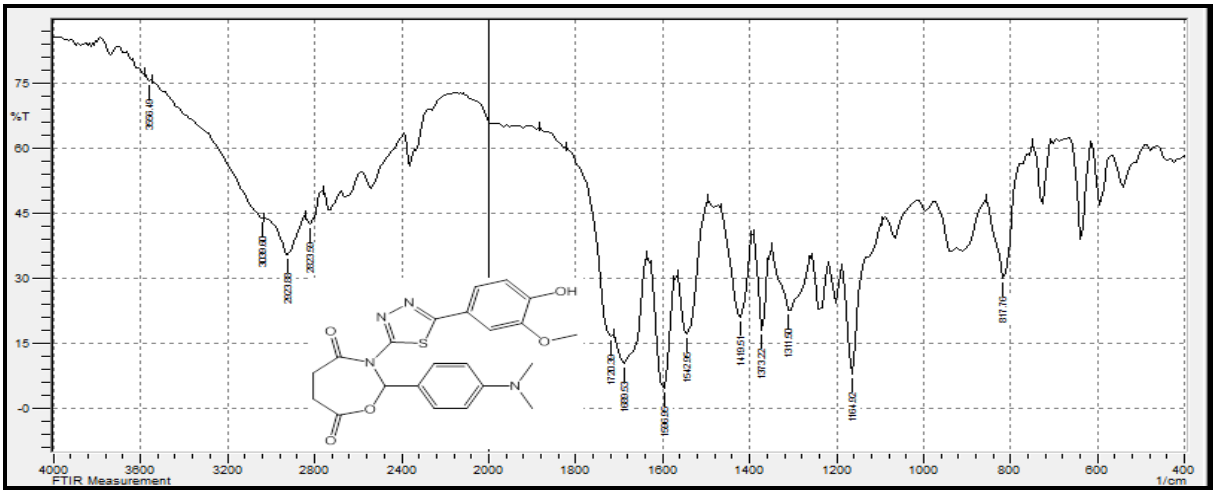



**المعادلة (3-40) معادله تحضير المركب (40)**

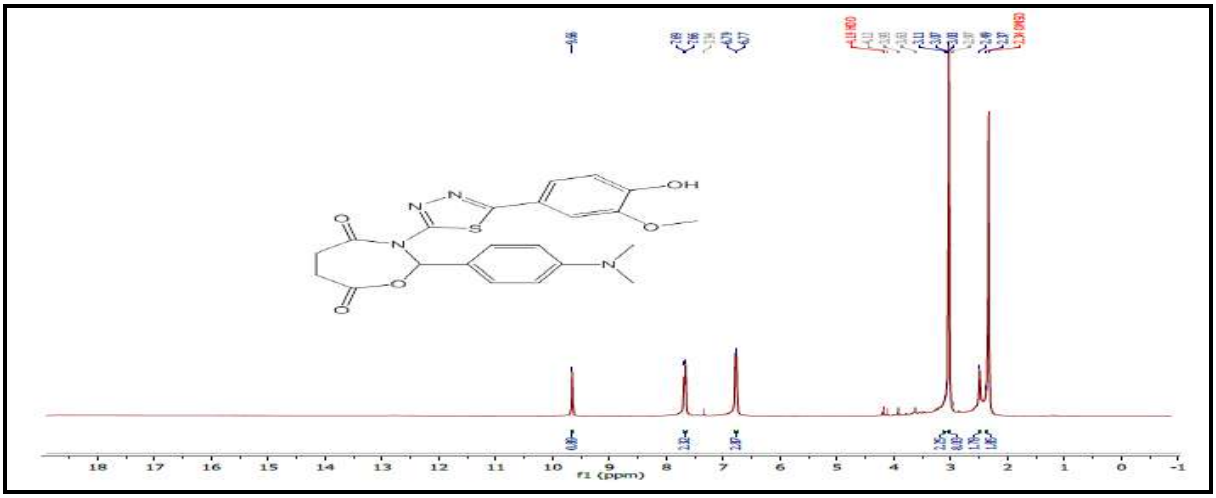
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (40) كما في الشكل ( 3 –118 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2823.59, 2923.88)تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3039.60) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاروماتية وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1720.39) تعود إلى مجموعة (C=O oxa.) وايضا الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1689.53) تعود إلى مجموعة(C=O) الأمايدية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1542.95) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95) فهي لمجموعة (C=N) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3556.49) تعود إلى مجموعة (OH).

وتم تشخيص المركب المحضر (40) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 119 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:4.1 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وأما الإشارة الثلاثية عند الموقع (δ:3.6 ppm) فهي لمجموعة ($CH_2$-COO) وكذلك إشارة ثلاثية عند الموقع (δ:3.9 ppm) تعود إلى بروتوني مجموعة ($CH_2$-O) وإشارة مفردة عند الموقع (δ:9.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وايضا إشارة مفردة عند الموقع (δ:3.1ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($OCH_3$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ:3 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($N(CH_3)_3$) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.7 – 7.6ppm) تعود إلى سبعة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.34 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

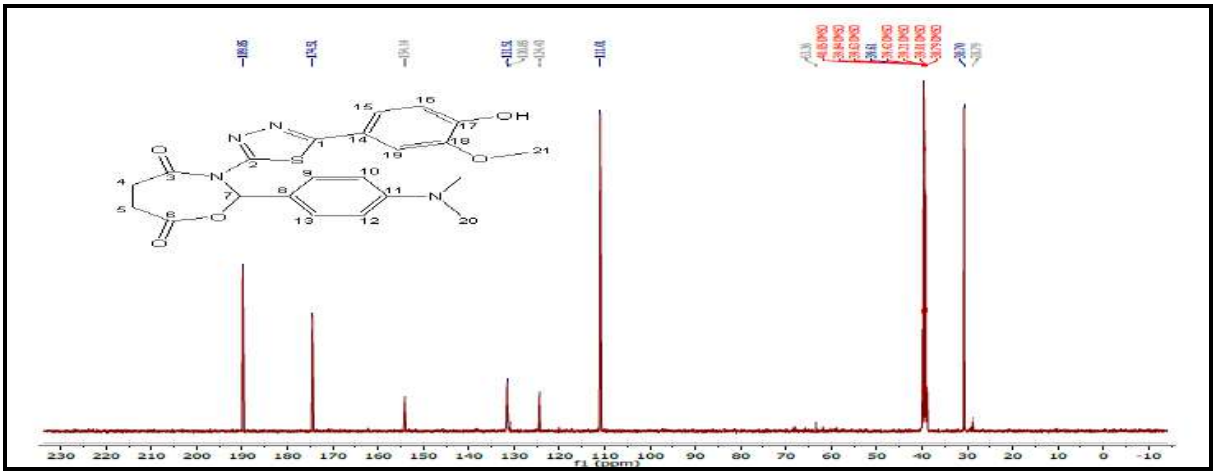
وجرى تشخيص المركب (40) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-120) إشارة عند الموقع δ: 98 ppm تعود إلى ( $C_{20}$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:30 ppm تعود إلى($C_{21}$) والإشارة عند الموقع δ: 39.6 ppm تعود إلى ( $C_4$,$C_5$ ) وإشارة عند الموقع δ: 63 ppm تعود إلى ( $C_7$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:189 ppm تعود إلى ( $C_6$, $C_3$ ) وظهرت إشارة عند الموقع δ: 174 ppm تعود إلى ( $C_2$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 111 – 154 ppm أما المذيب DMSOفإشارته عند الموقع δ: 38.7 – 40.05 ppm .




**الشكل (3-118) طيف FT.IR للمركب (40)**




**الشكل (3-119) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (40)**

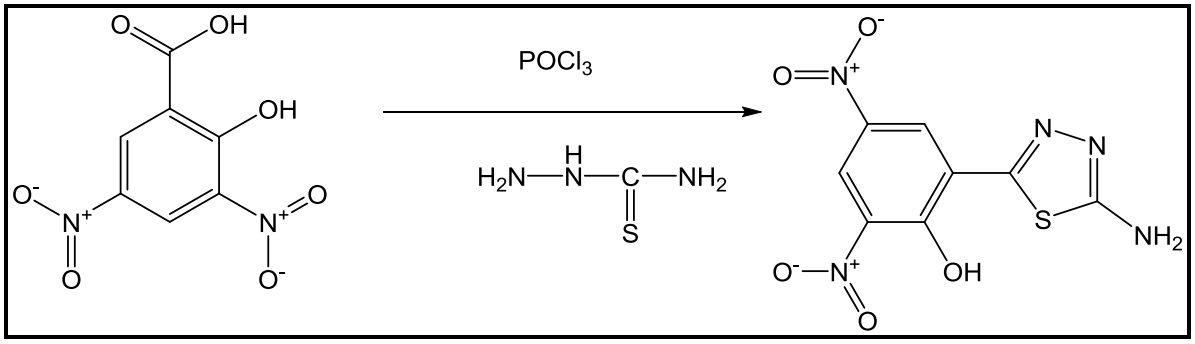


**الشكل ( 3-120) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (40)**

**(3-1-41) تحضير وتشخيص المركب (41)**

**2-(5-amino-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-4,6-dinitrophenol**

تحضير المركب (41) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



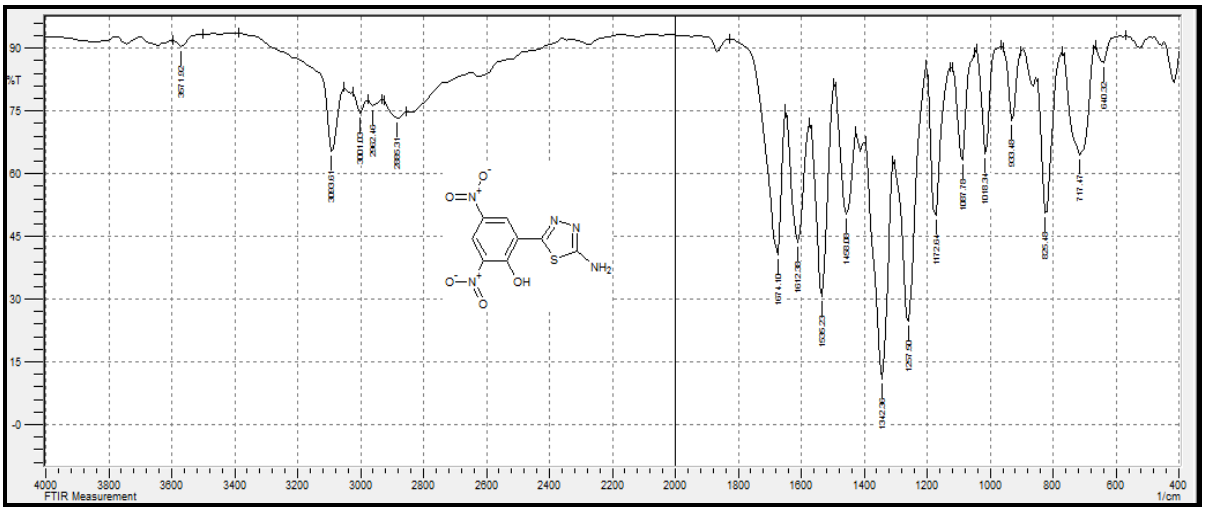

**المعادلة (3-41) معادله تحضير المركب (41)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(41) كما في الشكل ( 3 –121 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2962.46 , 2885.31)تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3001.31) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3093.61)عائدة إلى مجموعة ($NH_2$) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (3571.92) فهي لمجموعة (OH) وحزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1612.38) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وأما الحزمة عند الموقع$cm^{-1}$ (1674.10) فهي لمجموعة (C=N) وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (640.32) تعود إلى مجموعة (C-S).

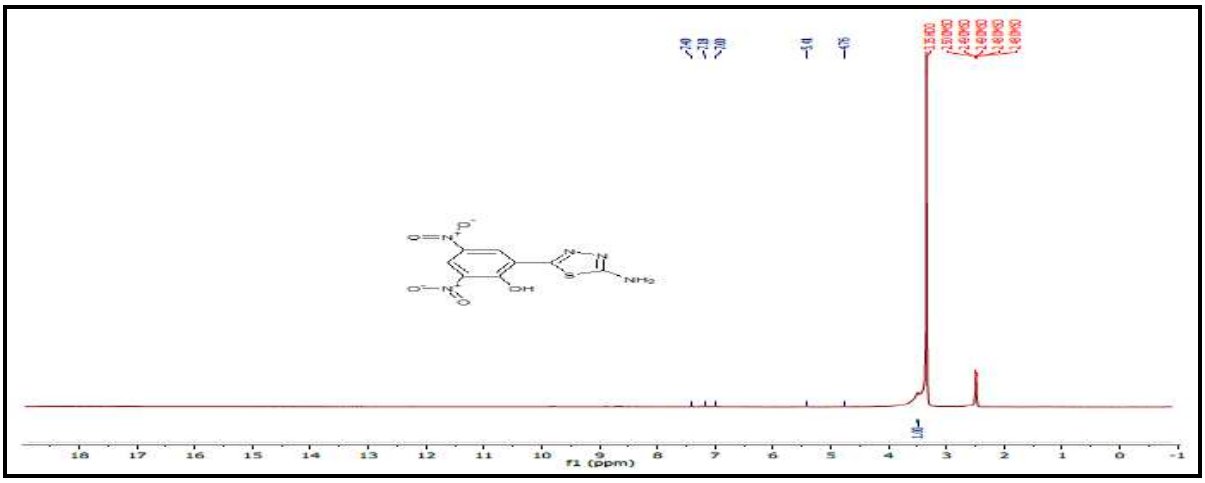
وتم تشخيص المركب المحضر (41) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 –122 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:4.7 ppm) تعود إلى بروتون

مجموعة ($NH_2$) وإشارة مفردة عند الموقع (δ:5.4 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:7 – 7.4ppm) تعود إلى بروتونات حلقة الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.48-2.5 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

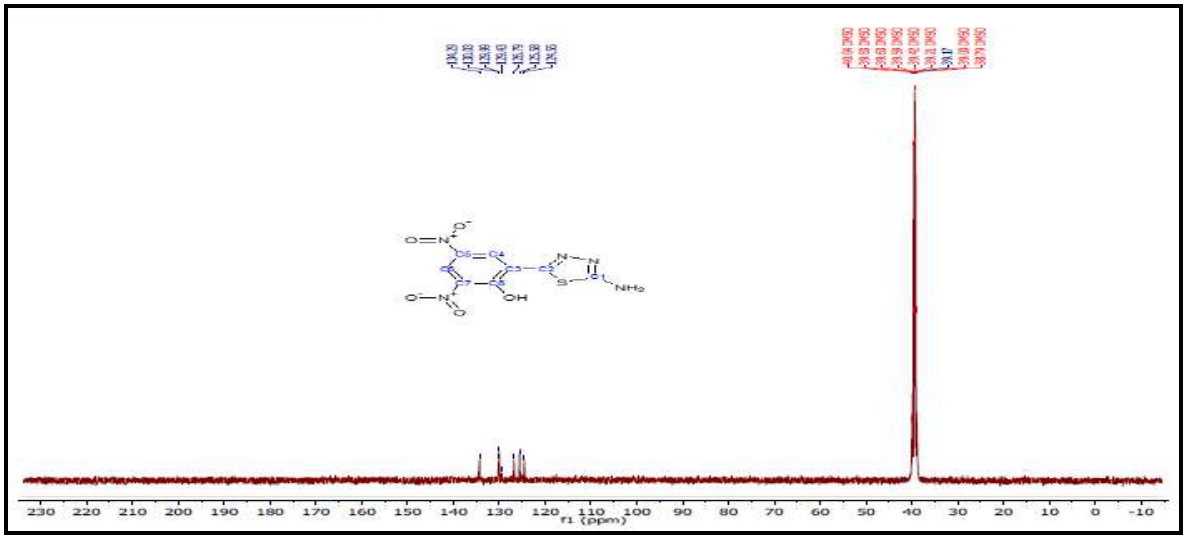
وجرى تشخيص المركب (41) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-123) إشارة عند الموقع δ: 134 ppm تعود إلى ( $C_1$ ) وإشارة عند الموقع δ: 130 ppm تعود إلى ( $C_2$ ) وأما الإشارةعند الموقع δ: 129 ppm تعود إلى ( $C_8$ )وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 124 – 126ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.9 – 40.04 ppm




**الشكل (3-121) طيف FT.IR للمركب (41)**




**الشكل (3-122) طيف $^1$H-NMR للمركب (41)**

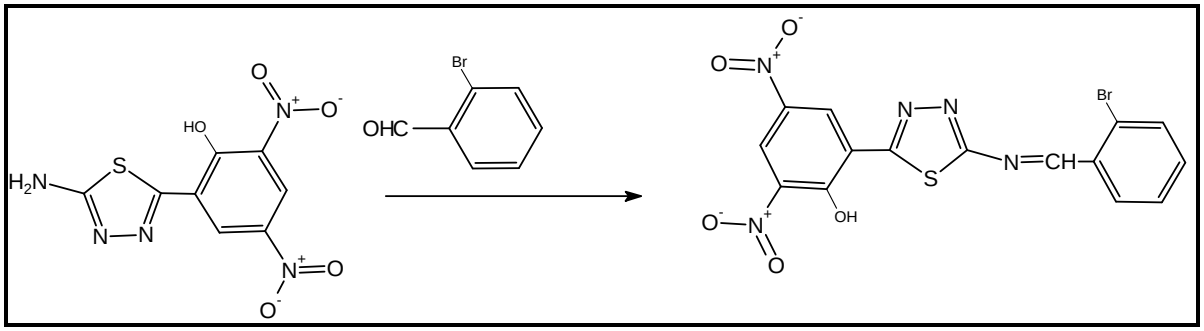


**الشكل ( 3-123) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (41)**

**(3-1-42) تحضير وتشخيص المركب (42)**

**2-(5-[(2-bromobenzylidene)amino]-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-4,6-dinitrophenol**

تحضير المركب (42) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



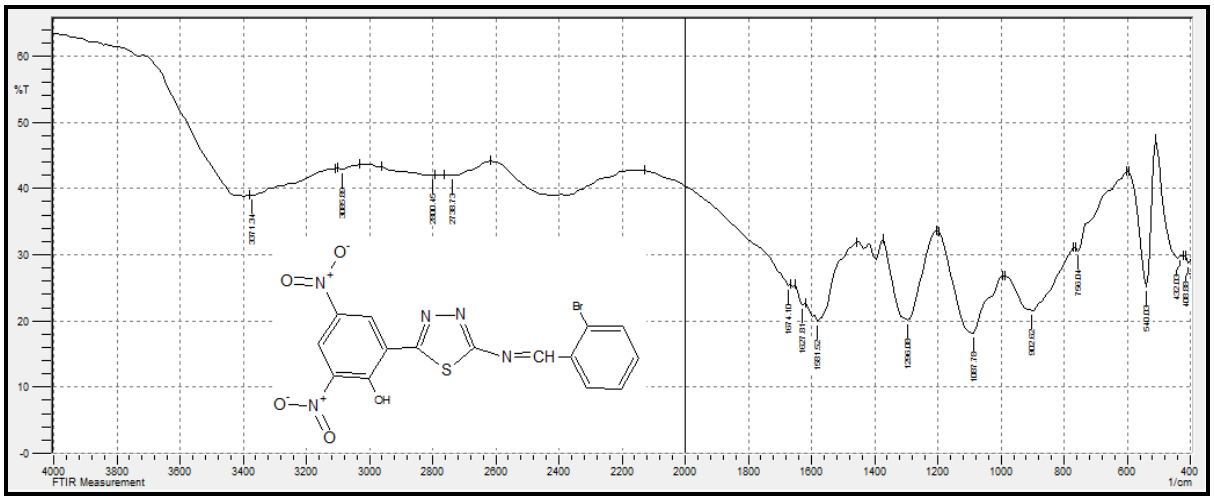
**المعادلة (3-42) معادله تحضير المركب (42)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (42) كما في الشكل ( 3 –124 ) حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (1581.52, 1380) عائدة إلى مجموعة ($NO_2$) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1627.81) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1674.10) فهي لمجموعة (C=N) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3371.34) تعود إلى مجموعة (OH).

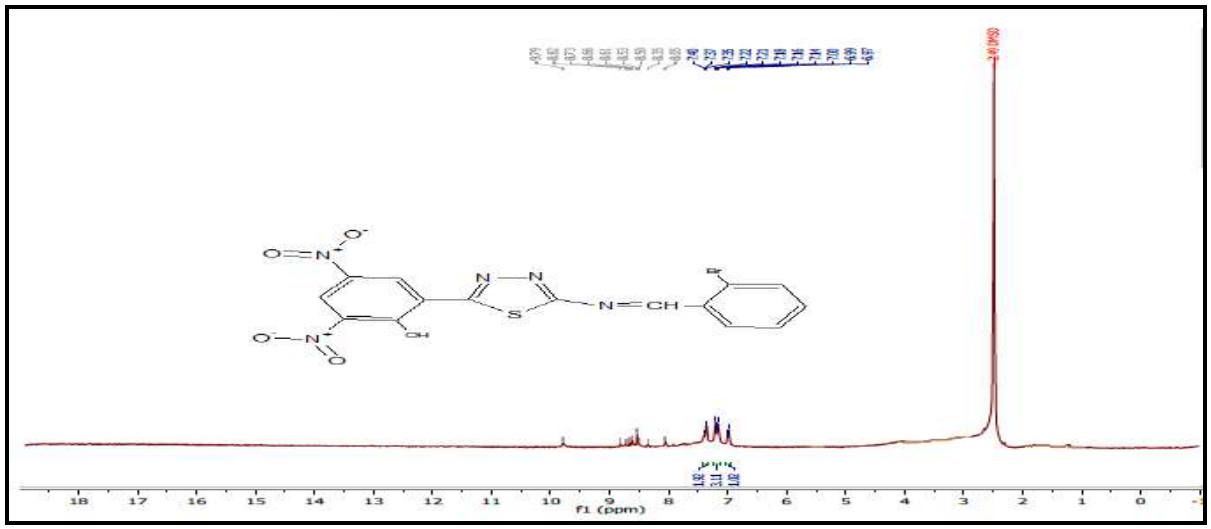
وتم تشخيص المركب المحضر (42) بواسطة طيف الـ ( $^1$H-NMR ) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 –125 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.7 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:8.8 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.9 – 8ppm) تعود إلى ستة بروتونات لحلقات الفنيل

والإشارة عند الموقع (δ: 2.49 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$). واهم مايميز هذا الطيف هو اختفاء الحزمة العائدة لمجموعة ($NH_2$) التي ظهرت سابقا عند الازاحة (δ:4.7 ppm).

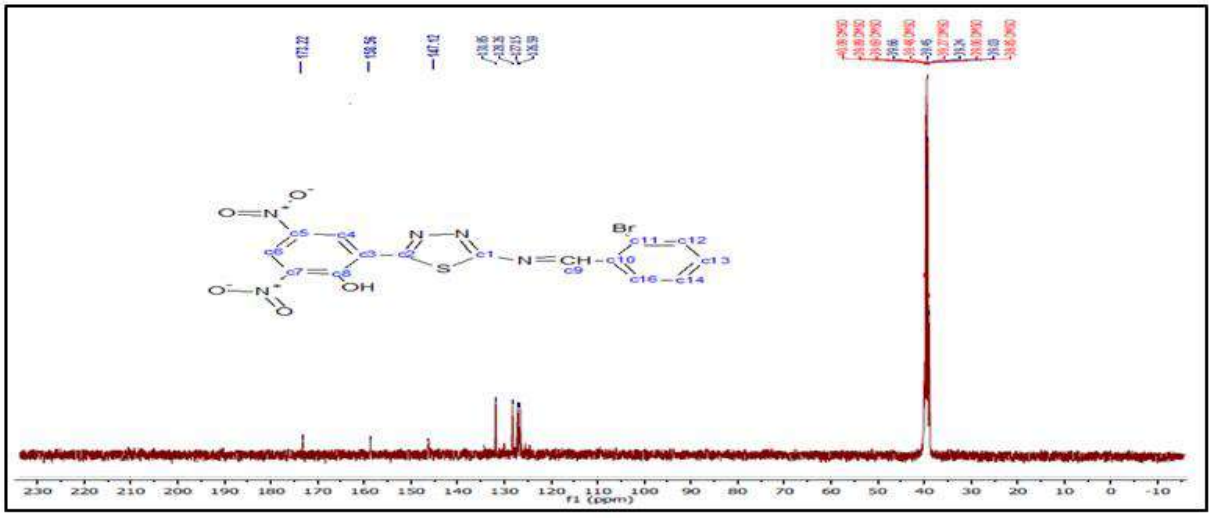
وجرى تشخيص المركب (42) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-126) إشارة عند الموقع δ: 131 ppm تعود إلى ( $C_9$ ) وإشارة عند الموقع δ: 147.12 ppm تعود إلى ($C_5$,$C_7$) واخرى عند الموقع δ: 158.56 ppm تعود إلى( $C_8$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:173.23 ppm تعود إلى ( $C_1$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 126.59 – 128ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.8 – 40.09 ppm




**الشكل (3-124) طيف FT.IR للمركب (42)**




**الشكل (3-125) طيف $^1$H-NMR للمركب (42)**

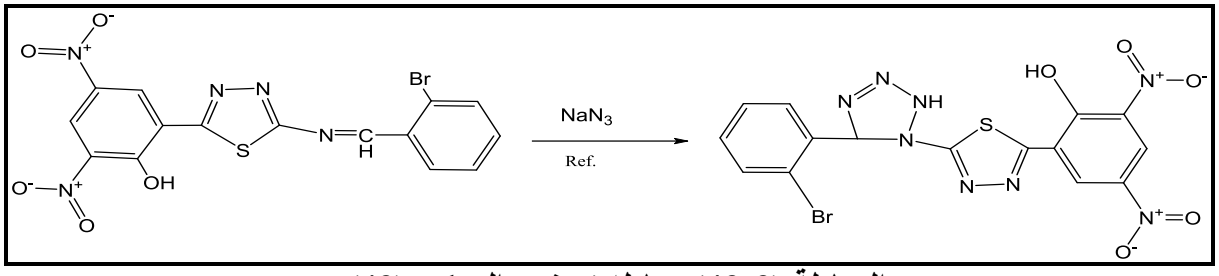


**الشكل ( 3-126) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (42)**

**(3-1-43) تحضير وتشخيص المركب (43)**

**2-(5-[5-(2-bromophenyl)-2,5-dihydro-1*H*-tetrazol-1-yl]-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-4,6-dinitrophenol**

تحضير المركب (43) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

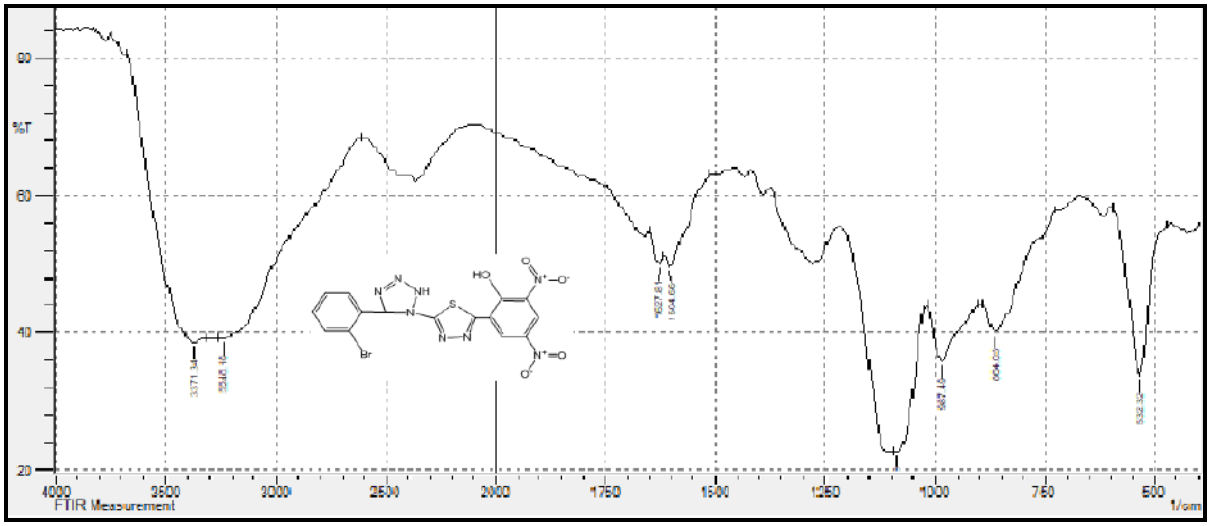



**المعادلة (3-43) معادله تحضير المركب (43)**

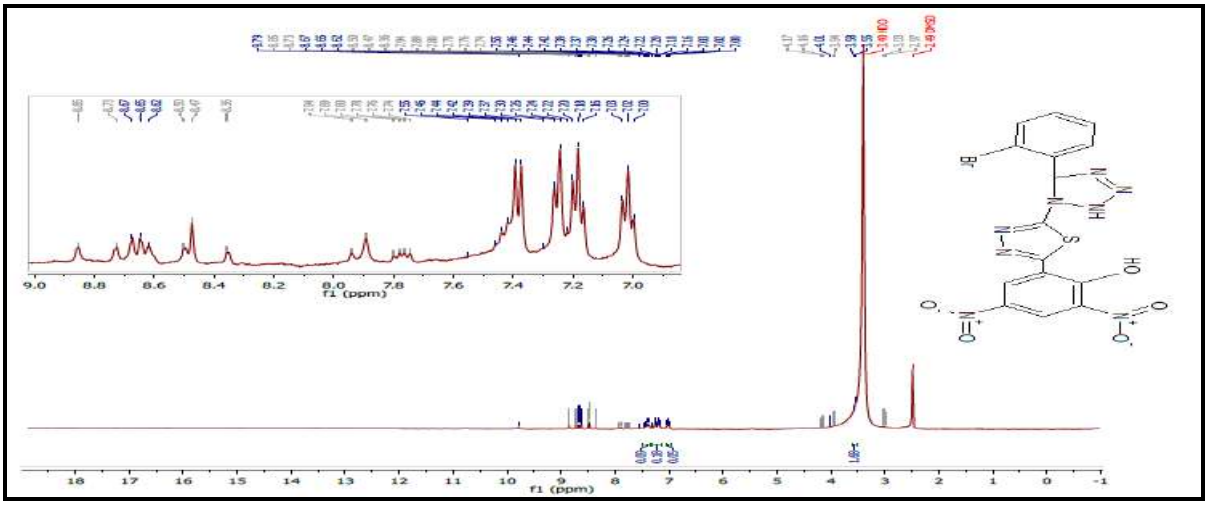
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(43) كما في الشكل ( 3 –127 ) حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3240.19)عائدة إلى مجموعة (NH) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (3371.34) فهي لمجموعة (OH) وحزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1627.81) تعود إلى مجموعة (C=N) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1604.66)فهي لمجموعة (C=C) الاروماتية .

وتم تشخيص المركب المحضر (43) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 –128 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.7 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:3 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وايضا عند الموقع(δ:4.1 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:7 – 8.8ppm) تعود إلى ستة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع – 2.48 :δ) 2.49 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

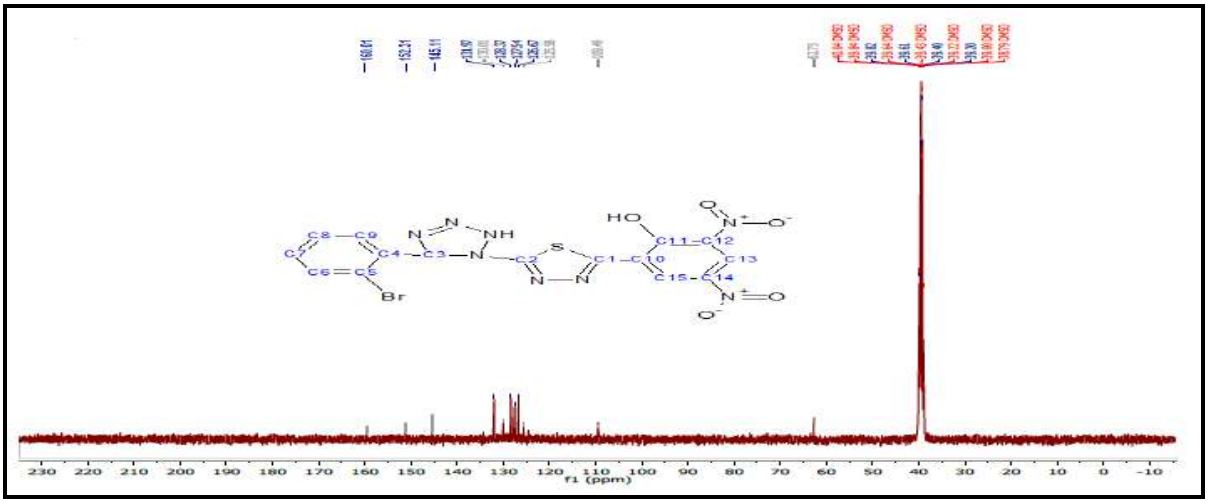
وجرى تشخيص المركب (43) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-129) إشارة عند الموقع δ: 62.7 ppm تعود إلى ( $C_3$ ) وإشارة عند الموقع δ: 160 ppm تعود إلى ( $C_2$ ) واخرى عند الموقع δ: 152 ppm تعود إلى( $C_{11}$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:145 ppm تعود إلى ( $C_{12}$,$C_{14}$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 109 – 131ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.79 – 40.04 ppm




**الشكل (3-127) طيف FT.IR للمركب (43)**




**الشكل (3-128) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (43)**

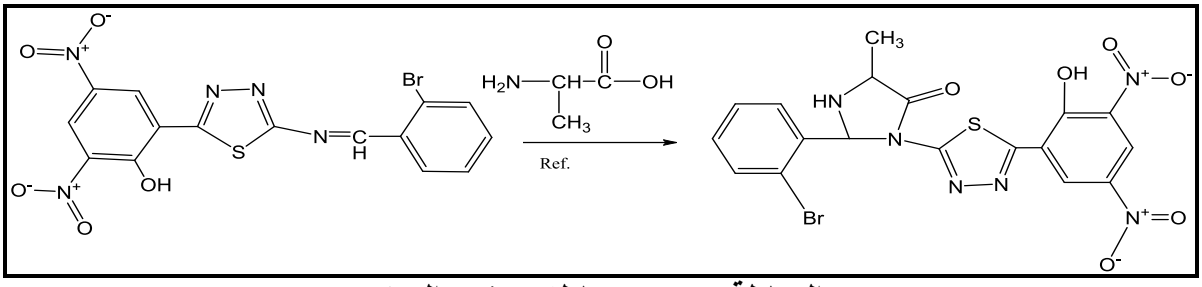


**الشكل ( 3-129) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (43)**

**(3-1-44) تحضير وتشخيص المركب (44)**

**2-(2-bromophenyl)-3-[5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl]-5-methylimidazolidin-4-one**

تحضير المركب (44) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



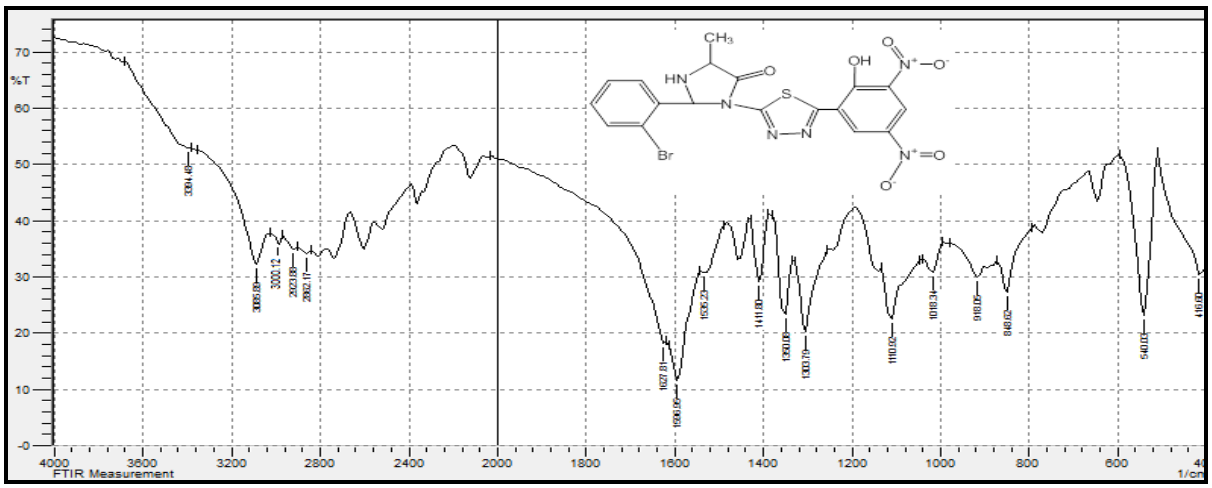

**المعادلة (3-44) معادله تحضير المركب (44)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (44) كما في الشكل ( 3 –130 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2923.88 – 2862.17)تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة عند الموقع$cm^{-1}$ (3000.12) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاروماتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3085.89)عائدة إلى مجموعة (NH) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (3394.48) فهي تعود لمط اصرة (OH) وحزمة امتصاص قوية عند الموقع (1627.81) $cm^{-1}$ تعود إلى مجموعة (C=O) وحزمة امتصاص قوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95) تعود إلى مجموعة (C=N) وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1535.23)فهي لمجموعة (C=C) الاروماتية .

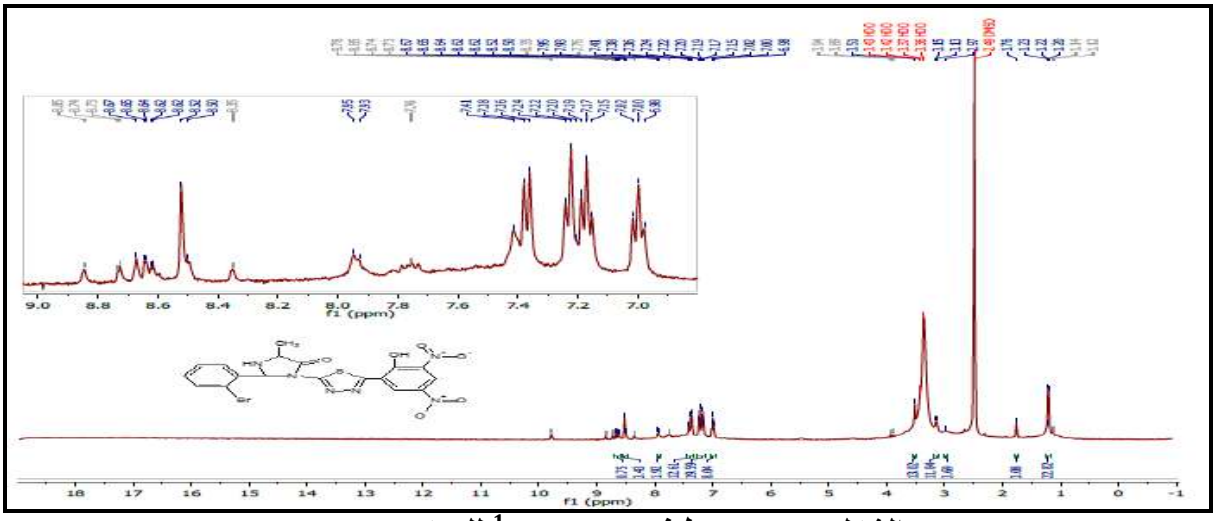
وتم تشخيص المركب المحضر (44) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 –131 ) إشارة ثنائية عند الموقع (δ:1.2 ppm) تعود إلى ثلاثة بروتونات لمجموعة ($CH_3$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.7 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH)

وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:1.7 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH-N) والإشارة الرباعية عند الموقع (δ:3.1 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وايضا عند الموقع (δ:3.9 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.9 – 8.8ppm) تعود إلى سبعة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.49 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

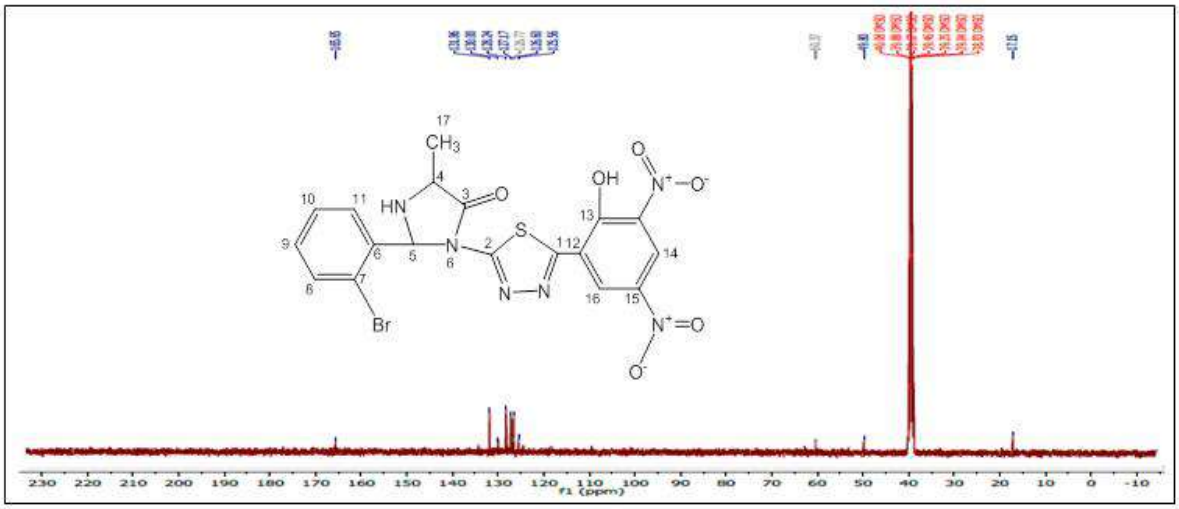
وجرى تشخيص المركب (44) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-132) إشارة عند الموقع δ: 17.1 ppm تعود إلى ( $C_{18}$ ) وإشارة عند الموقع δ: 49 ppm تعود إلى ( $C_4$ ) وايضا عند الموقع δ: 60 ppm تعود إلى( $C_5$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:165 ppm تعود إلى ( $C_3$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 125 – 131ppm أما المذيب DMSOفإشارته عند الموقع δ: 38.8 – 40.80 ppm.




**الشكل (3-130) طيف FT.IR للمركب (44)**




**الشكل (3-131) طيف $^1$H-NMR للمركب (44)**

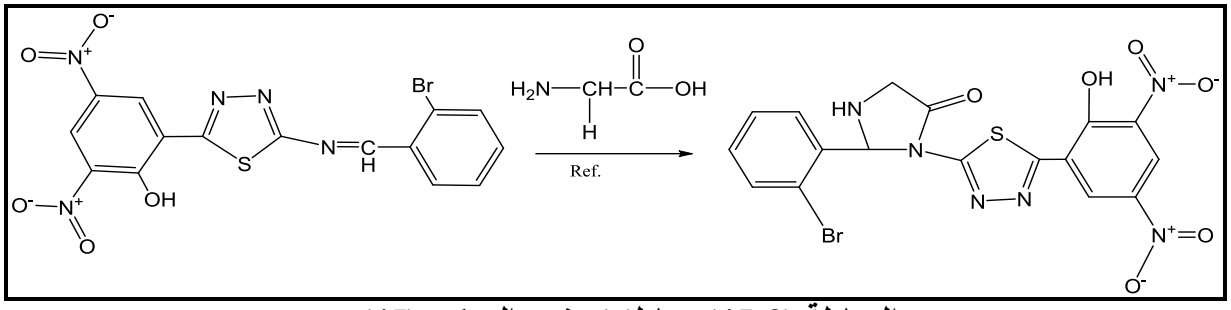


**الشكل ( 3-132) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (44)**

**(3-1-35) تحضير وتشخيص المركب (45)**

**2-(2-bromophenyl)-3-[5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl]imidazolidin-4-one**

تحضير المركب (45) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



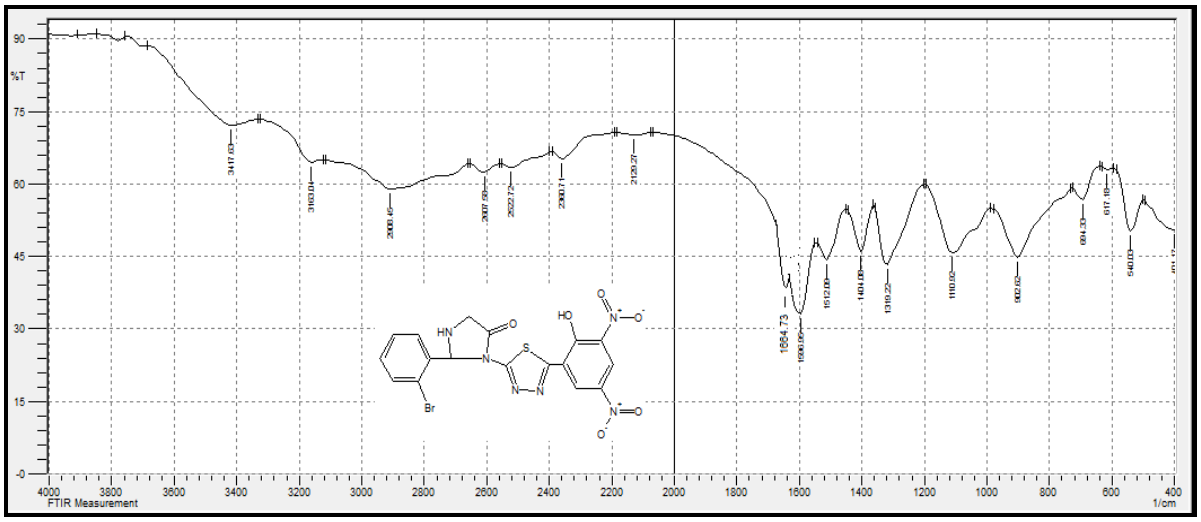

**المعادلة (3-45) معادله تحضير المركب (45)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (45) كما في الشكل ( 3 –133 )حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2908.45,2854.45) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3163.04)عائدة إلى مجموعة (NH) وأما الحزمة القوية عند الموقع $cm^{-1}$ (1664.73) تعود إلى مجموعة (C=O) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95)عائدة إلى مجموعة (C=N) وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع (1527.52) $cm^{-1}$ تعود إلى مجموعة (C=C)الاروماتية.

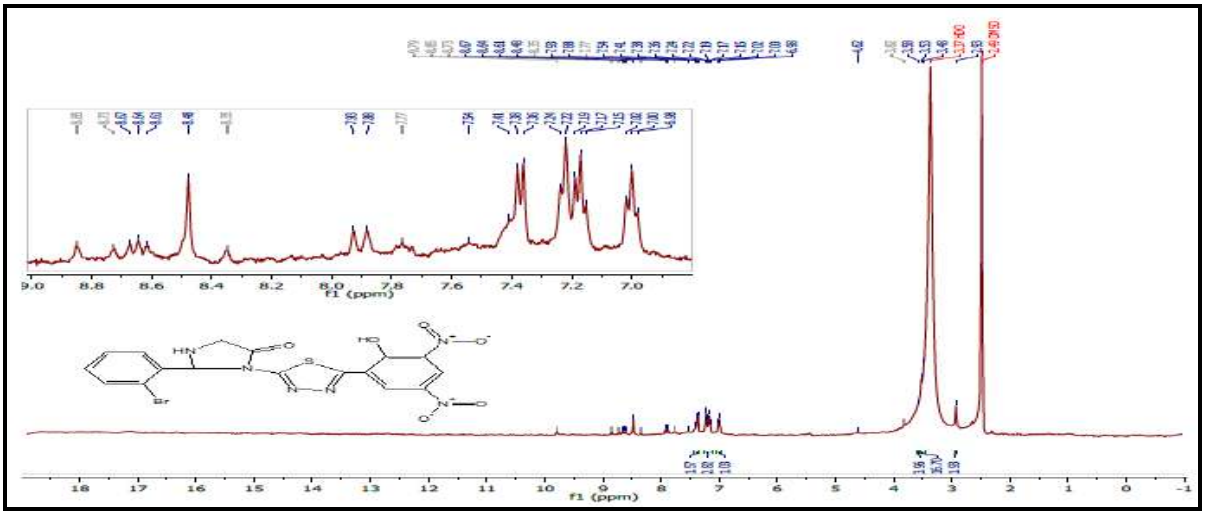
وتم تشخيص المركب المحضر (45) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 –134 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:3.5 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($CH_2$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.7 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH)

وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:3.8 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) والإشارة المفردة عند الموقع (δ:4.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (NH) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.9 – 8.8ppm) تعود إلى سبعة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.49 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

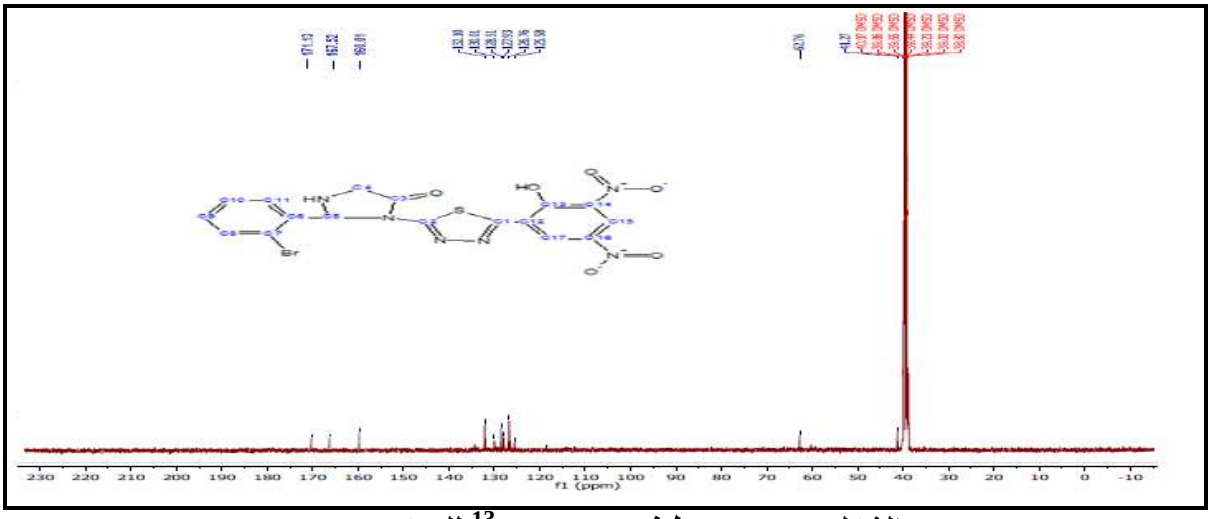
وجرى تشخيص المركب (45) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-135) إشارة عند الموقع δ: 41 ppm تعود إلى ( $C_4$ ) وإشارة عند الموقع δ:62 ppm تعود إلى ( $C_5$ ) وإشارة عند الموقع δ: 171 ppm تعود إلى ( $C_3$ ) وظهرت إشارة عند الموقع δ: 167 ppm تعود إلى ( $C_2$ ) وإشارة عند الموقع δ: 160 ppm تعود إلى ( $C_{13}$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 125 – 132ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.8 – 40.07 ppm




**الشكل (3-133) طيف FT.IR للمركب (45)**




**الشكل (3-134) طيف $^1$H-NMR للمركب (45)**

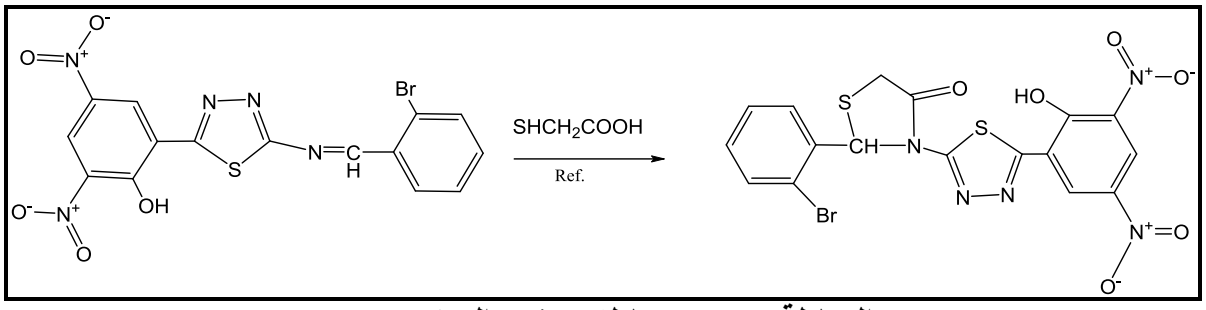


**الشكل ( 3-135) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (45)**

**(3-1-46) تحضير وتشخيص المركب (46)**

**2-(2-bromophenyl)-3-[5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl]-1,3-thiazolidin-4-one**

تحضير المركب (46) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



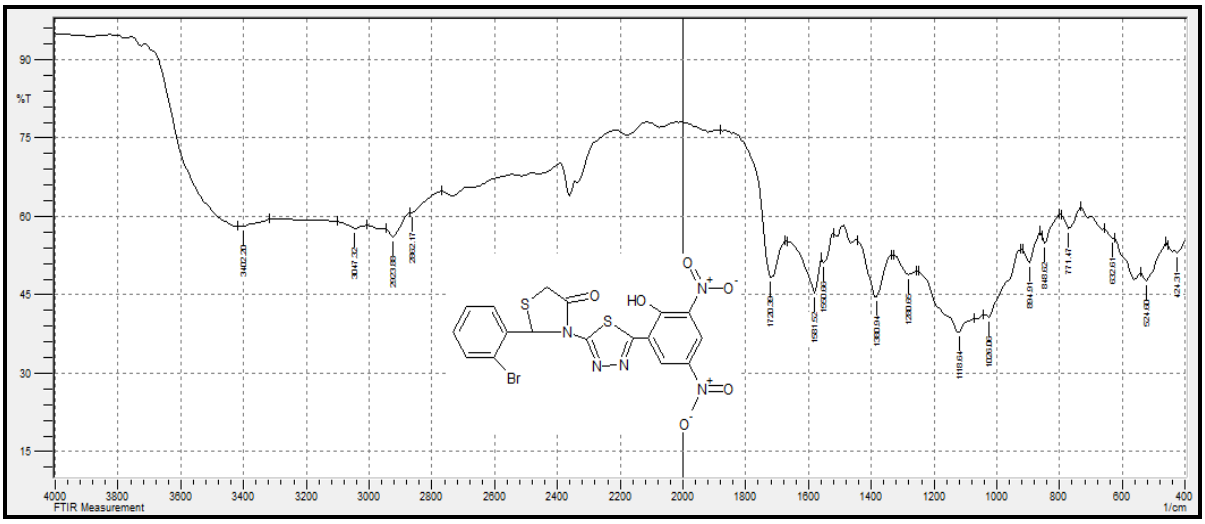

**المعادلة (3-46) معادله تحضير المركب (46)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (46) كما في الشكل ( 3 –136 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2862.17, 2923.88)تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3047.32) تعود إلى مجموعة (C-H) الاروماتية وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1720.39) تعود إلى مجموعة (C=O) وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1550.66) تعود إلى مجموعة (C=C). وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1581.52)عائدة إلى مجموعة (C=N) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3402.20) تعود إلى مجموعة (OH).

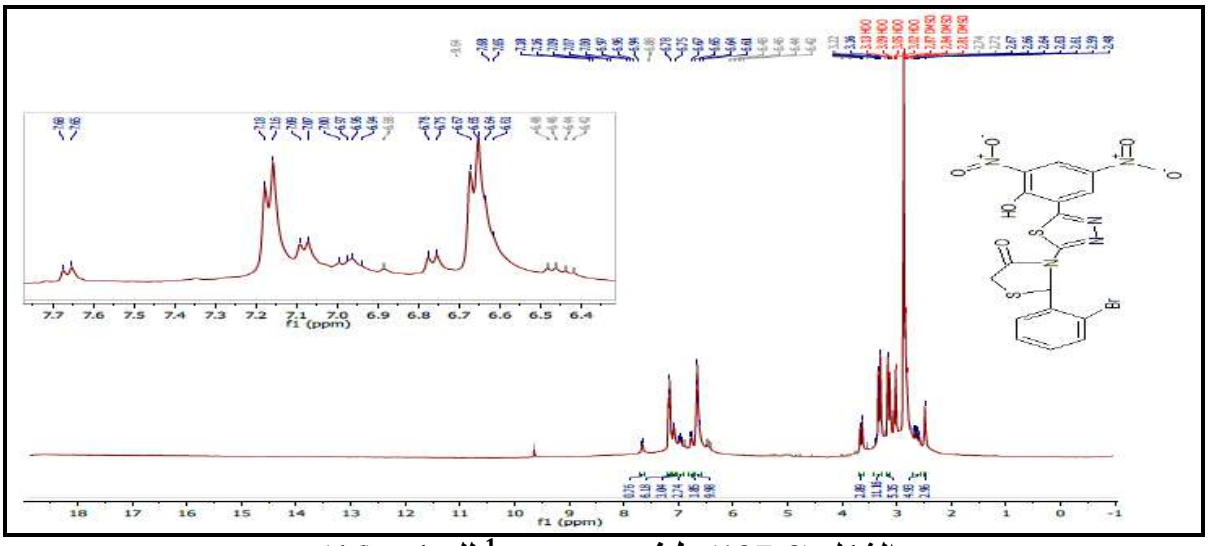
وتم تشخيص المركب المحضر (46) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 –137 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:2.8 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة ($CH_2$) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.6 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH)

وأما الإشارة المفردة عند الموقع (δ:3.2 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.6 – 7.6ppm) تعود إلى سبعة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.4 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

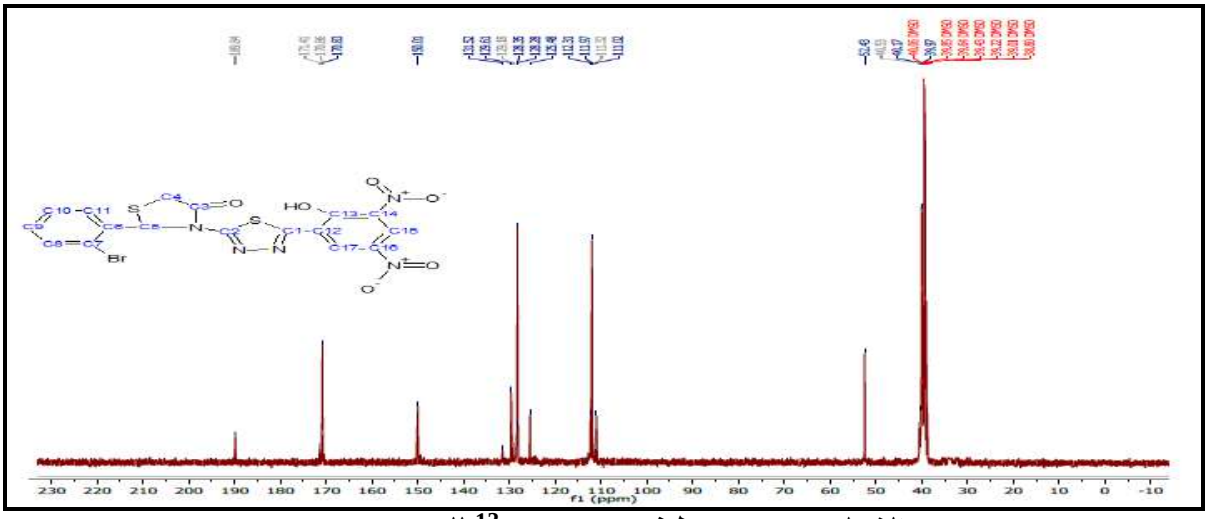
وجرى تشخيص المركب (46) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-138) إشارة عند الموقع δ: 40.5 ppm تعود إلى ( $C_4$ ) وإشارة عند الموقع δ: 52 ppm تعود إلى ( $C_5$ ) وايضا عند الموقع δ: 189 ppm تعود إلى( $C_3$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:171 ppm تعود إلى ( $C_2$ ) وإشارة عند الموقع δ: 170 ppm تعود إلى ( $C_1$ ) وايضا ظهرت إشارة عند الموقع δ:150 ppm تعود إلى ( $C_{13}$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 111 – 131ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.8 – 40 ppm.




**الشكل (3-136) طيف FT.IR للمركب (46)**




**الشكل (3-137) طيف $^1$H-NMR للمركب (46)**

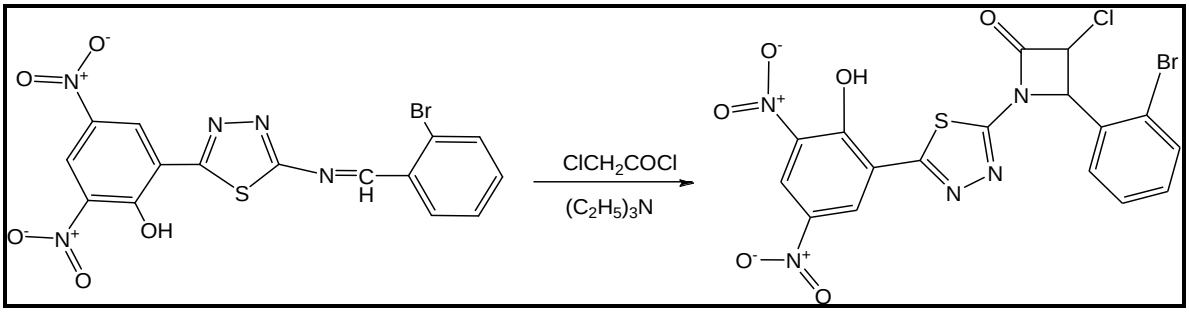


**الشكل ( 3-138) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (46)**

**(3-1-47) تحضير وتشخيص المركب (47)**

**4-(2-bromophenyl)-3-chloro-1-[5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl]azetidin-2-one**

تحضير المركب (47) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



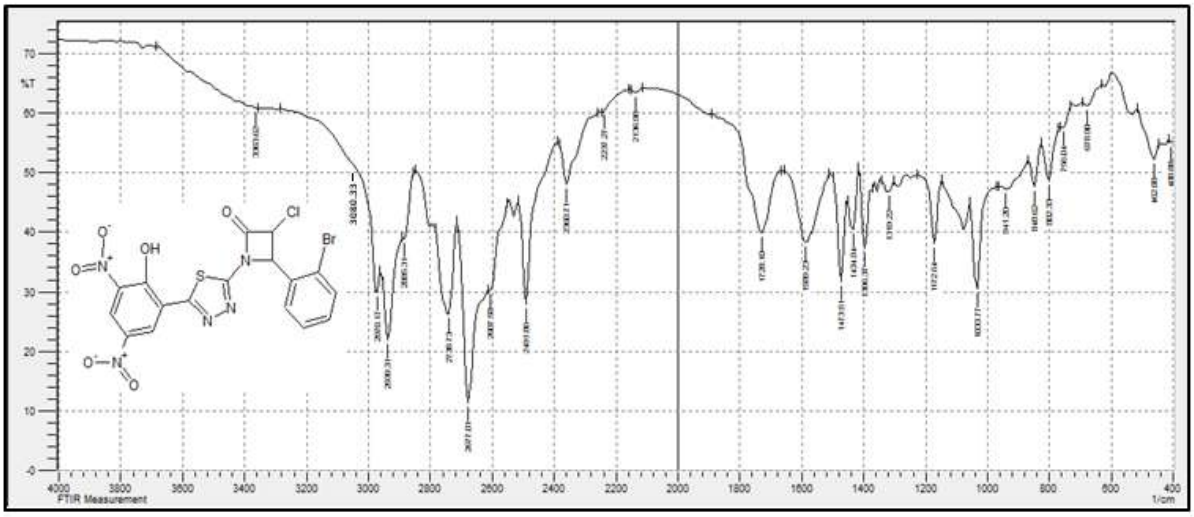

**المعادلة (3-47) معادله تحضير المركب (47)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (47) كما في الشكل ( 3 –139 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2939.31, 2885.31)تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C- H) الاليفاتية وحزمة ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3080) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاروماتية وأما الحزمة القوية عند التردد $cm^{-1}$ (1720.39) تعود إلى مط اصرة (C=O) وكذلك حزمة امتصاص متوسطة عند الموقع $cm^{-1}$ (1596.95)عائدة إلى مجموعة (C=N) وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (848.62) تعود إلى مجموعة (C-Cl) وحزمة امتصاص عند الموقع$cm^{-1}$ (3363.62) تعود إلى مجموعة (OH).

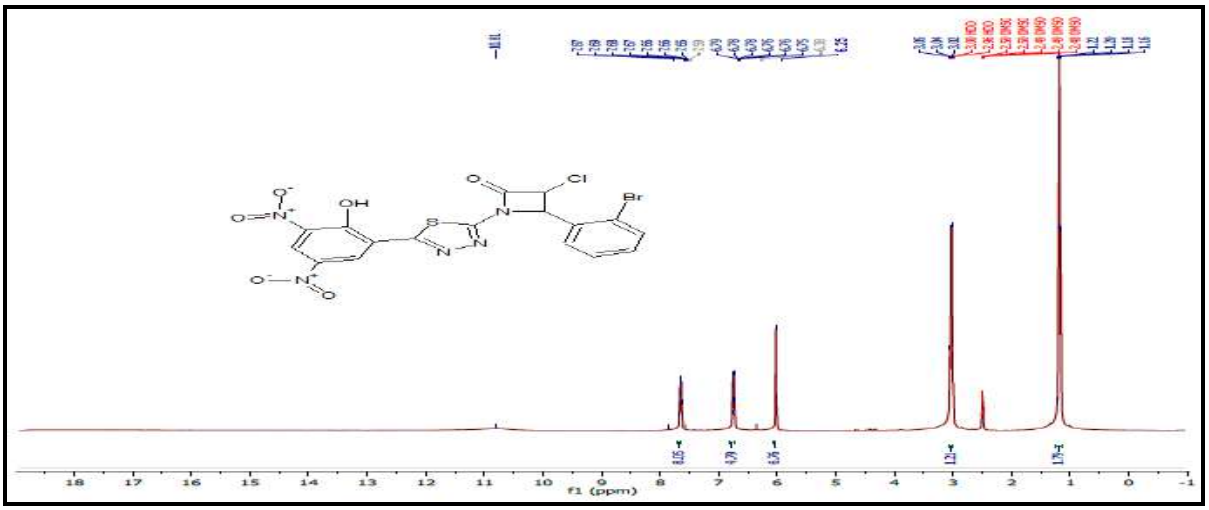
وتم تشخيص المركب (47) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 –140 ) إشارة ثنائية عند الموقع (δ:1.2 ppm) تعود إلى بروتونات مجموعة

(CH-N) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ:10.8 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وأما الإشارة الثنائية عند الموقع (δ:3 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH-Cl ) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.5 – 7.6ppm) تعود إلى سبعة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.48-2.5 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

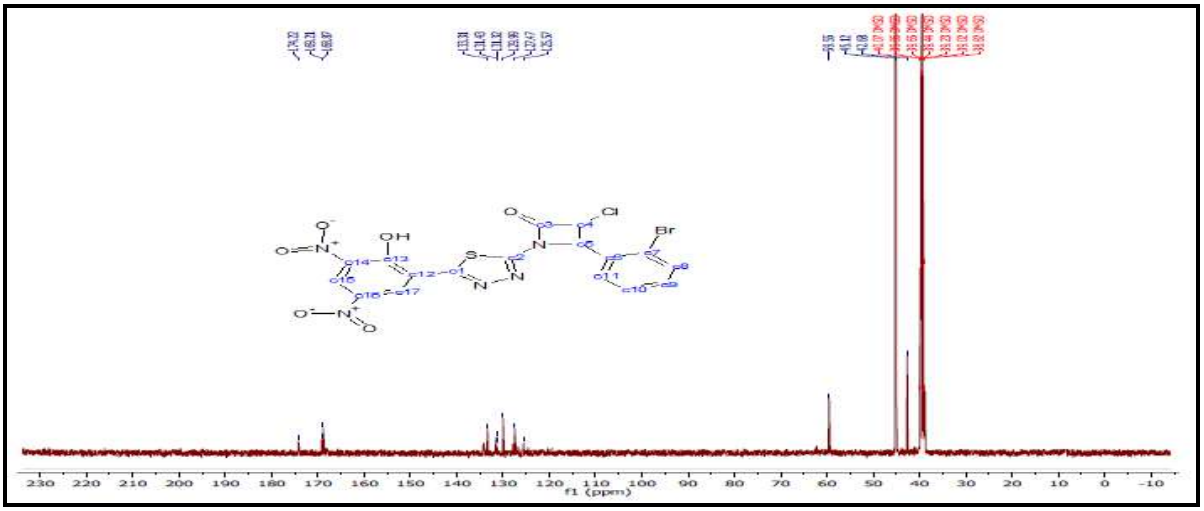
وجرى تشخيص المركب (47) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-141) إشارة عند الموقع δ: 59 ppm تعود إلى ( $C_4$ ) وإشارة عند الموقع δ: 45 ppm تعود إلى ( $C_5$ ) وايضا عند الموقع δ: 174 ppm تعود إلى( $C_3$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:169 ppm تعود إلى ( $C_2$ ) وإشارة عند الموقع δ: 168 ppm تعود إلى ( $C_1$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 125 – 133ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.8 – 40.07 ppm




**الشكل (3-139) طيف FT.IR للمركب (47)**




**الشكل (3-140) طيف $^1$H-NMR للمركب (47)**

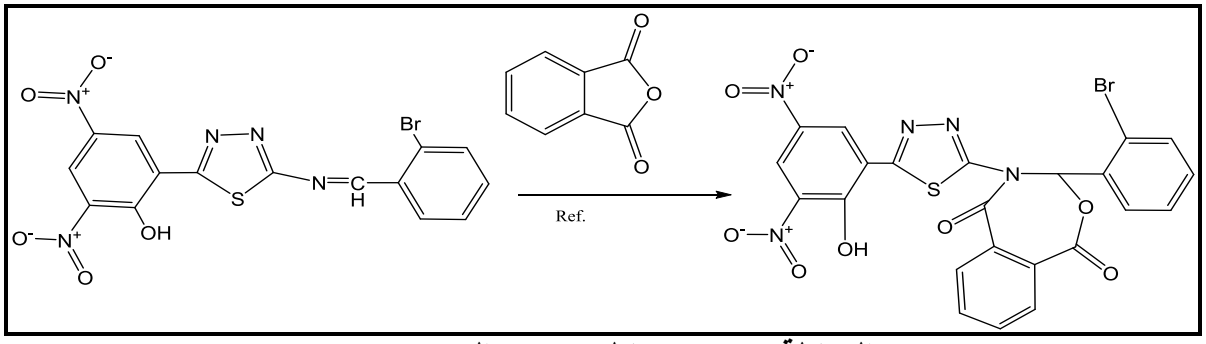


**الشكل ( 3-141) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (47)**

**(3-1-48) تحضير وتشخيص المركب (48)**

**3-(2-bromophenyl)-4-[5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl]-3,4-dihydro-2,4-benzoxazepine-1,5-dione**

تحضير المركب (48) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-

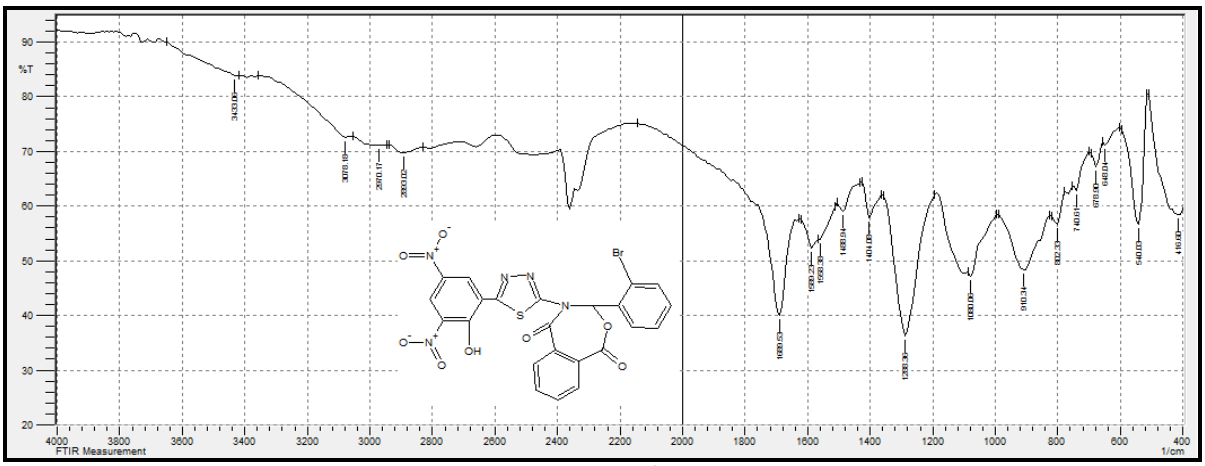



**المعادلة (3-48) معادله تحضير المركب (48)**

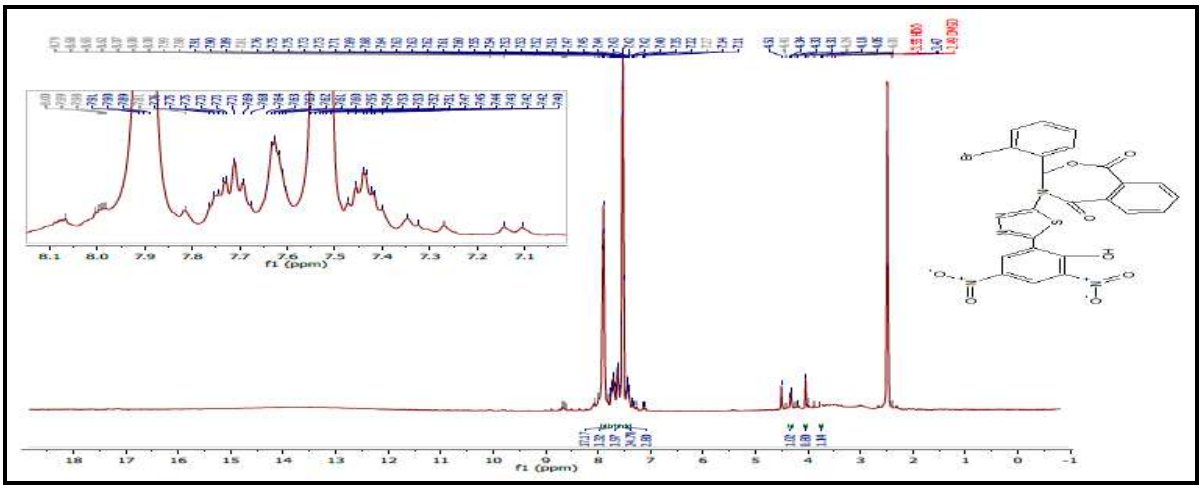
اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(48) كما في الشكل ( 3 – 142 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2893.02-2970.17) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وكذلك ظهور حزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (3078.18)تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H) الاروماتية وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1689.53) تعود إلى مجموعة (C=O oxa.) وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1558.94) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية. وكذلك حزمة امتصاص عند الموقع$cm^{-1}$ (1589.23)عائدة إلى مجموعة (C=N) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3433.06) تعود إلى مجموعة (OH).

وتم تشخيص المركب المحضر (48) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 143 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:4.4 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وكذلك إشارة مفردة عند الموقع (δ:9.7 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:7.1 – 8.6ppm) تعود إلى عشرة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.49 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

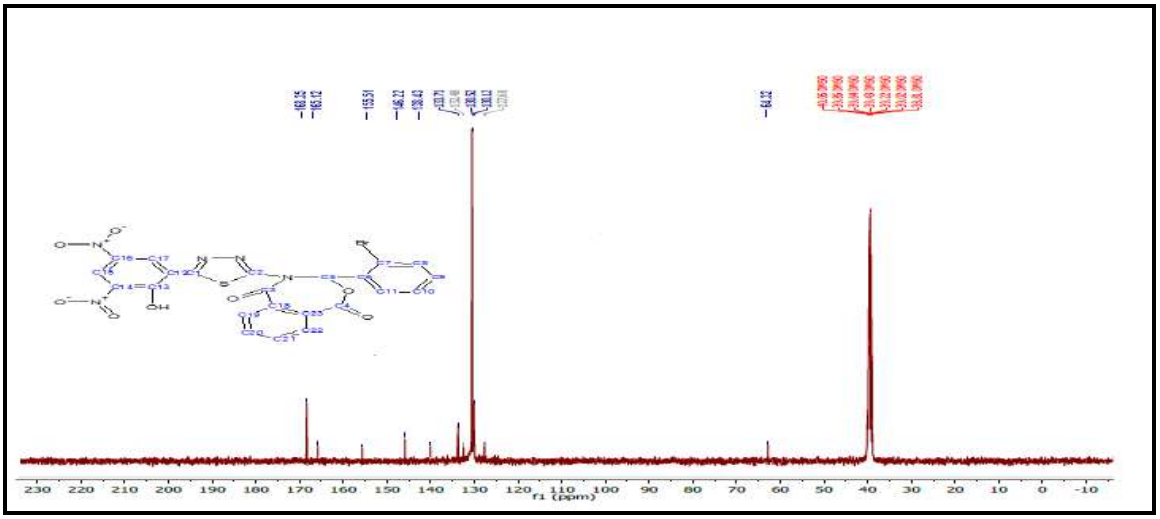
وجرى تشخيص المركب (48) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-144) إشارة عند الموقع δ: 64.32 ppm تعود إلى ( $C_5$ ) وإشارة عند الموقع 165.12 ppm , δ: 168.35 تعود إلى ( $C_3$,$C_4$ ) وايضا عند الموقع δ: 155.51 ppm تعود إلى( $C_{13}$ ) وأما الاشارات عند الموقع δ:138.43, 146.22 ppm تعود إلى ($C_{14}$,$C_{16}$) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 127.68 – 133.71ppm أما المذيب DMSOفإشارته عند الموقع δ: 38.81 – 40.06 ppm




**الشكل (3-142) طيف FT.IR للمركب (48)**




**الشكل (3-143) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (48)**

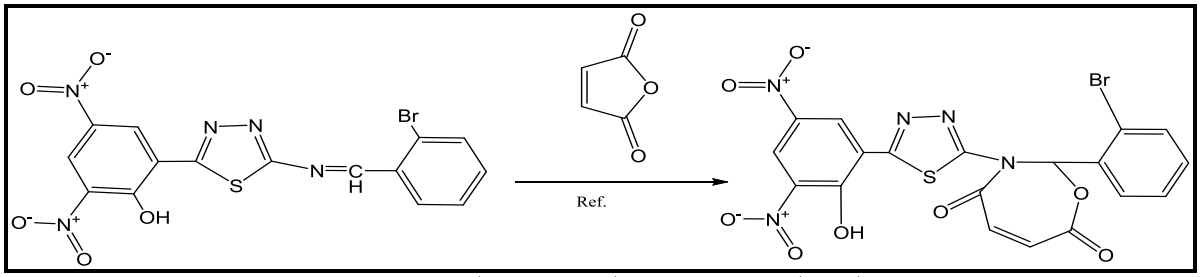


**الشكل ( 3-144) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (48)**

**(3-1-49) تحضير وتشخيص المركب (49)**

**2-(2-bromophenyl)-3-[5-(2-hydroxy-3,5-dinitrophenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl]-2,3-dihydro-1,3-oxazepine-4,7-dione**

تحضير المركب (49) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



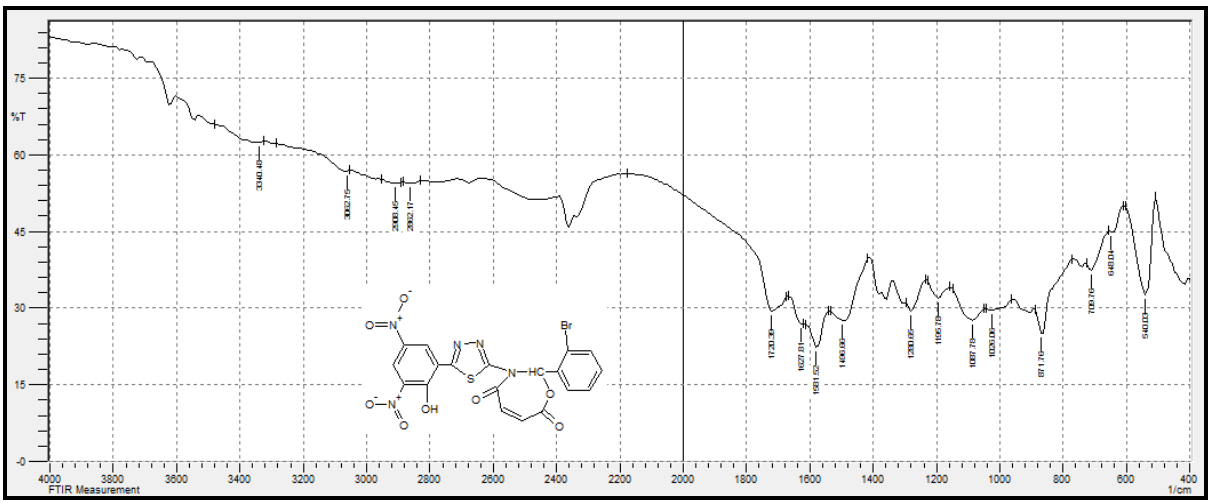

المعادلة (3-49) معادله تحضير المركب (49)

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب (49) كما في الشكل ( 3 –145 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2862.17, 2908.45) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية (C-H ) والحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (3062.75) تعود إلى مجموعة (C-H )الاروماتية وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1720.39) تعود إلى مجموعة (C=O oxa.) وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1581.52) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية. وكذلك حزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (1627.81)عائدة إلى مجموعة (C=N) وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3340.48) تعود إلى مجموعة (OH).

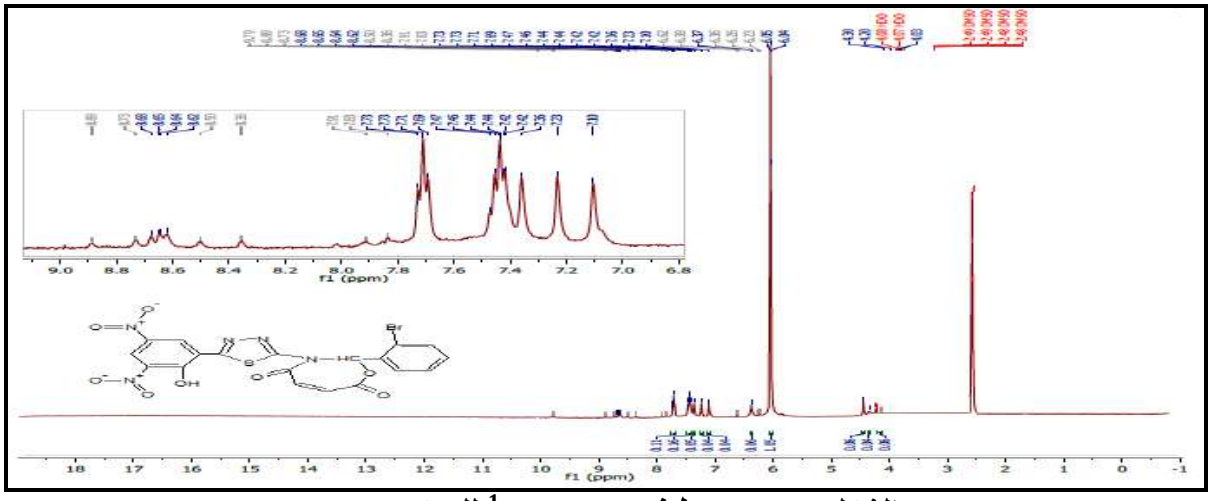
وتم تشخيص المركب المحضر (49) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 – 146 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:4.03 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وأما الإشارة الثنائية عند الموقع (δ:4.2 ppm) فهي لمجموعة (CH-COO) وكذلك

إشارة ثنائية عند الموقع (δ:4.3 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH-N) وإشارة مفردة عند الموقع (δ:9.7 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.2 – 8.8ppm) تعود إلى ستة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.48-2.49 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

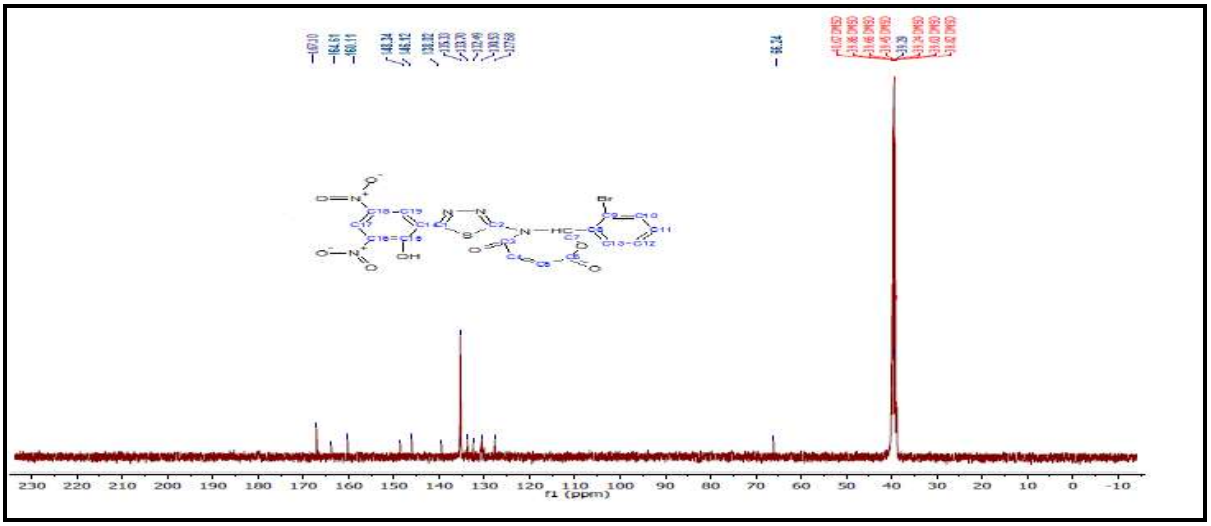
وجرى تشخيص المركب (49) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-147) إشارة عند الموقع δ: 66.24 ppm تعود إلى ( $C_7$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:146.12,148.34 ppm تعود إلى ($C_{16}$,$C_{19}$) وأما الإشارة عند الموقع δ: 138.02 ppm تعود إلى ( $C_4$,$C_5$ ) وإشارة عند الموقع δ: 164.61, 167.10 ppm تعود إلى ( $C_3$,$C_6$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:160.11 ppm تعود إلى ( $C_{15}$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 127.68 – 135.33ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.8 – 40.07 ppm .




**الشكل (3-145) طيف FT.IR للمركب (49)**




**الشكل (3-146) طيف $^1$H-NMR للمركب (49)**

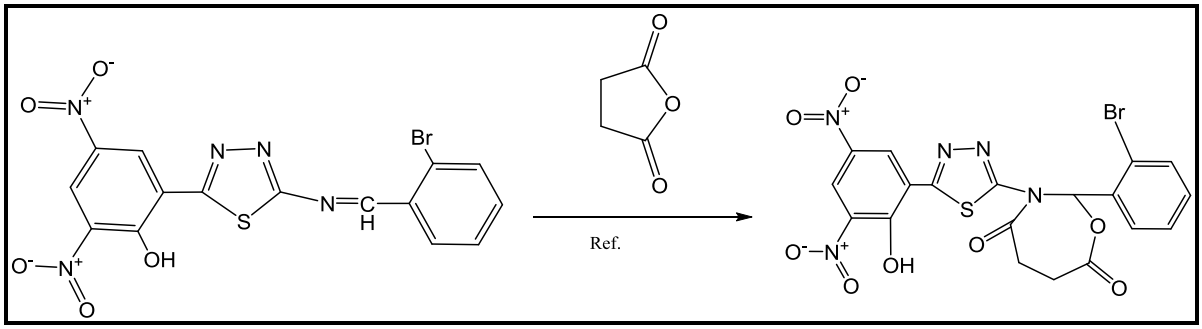


**الشكل ( 3-147) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (49)**

**(3-1-50) تحضير وتشخيص المركب (50)**

**2-(2-Bromo-phenyl)-3-[5-(2-hydroxy-3,5-dinitro-phenyl)-[1,3,4]thiadiazol-2-yl]-[1,3]oxazepane-4,7-dione**

تحضير المركب (50) تم وفق الخطوات والمعادلات الآتية :-



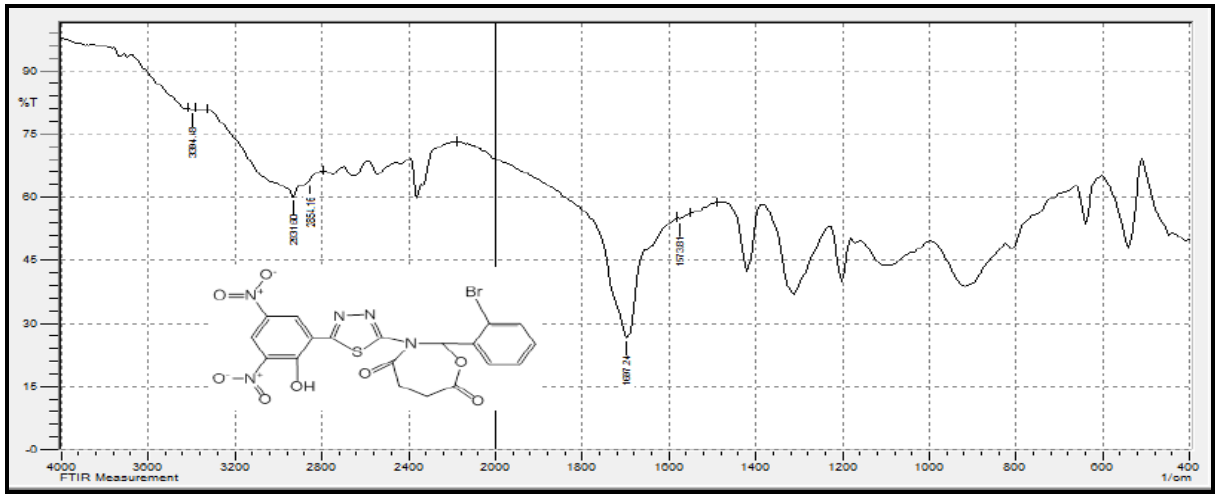

**المعادلة (3-50) معادله تحضير المركب (50)**

اعطى طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR للمركب(50) كما في الشكل ( 3 –148 )حزمتي امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (2754.16, 2931.60) تعود إلى اهتزاز مط مجموعة (C-H ) الاليفاتية وأما الحزمة عند الموقع $cm^{-1}$ (1697.24) تعود إلى مجموعة (C=O oxa.) وحزمة امتصاص ضعيفة عند الموقع $cm^{-1}$ (1566.09) تعود إلى مجموعة (C=C) الاروماتية وحزمة امتصاص عند الموقع $cm^{-1}$ (3394.48) تعود إلى مجموعة (OH).

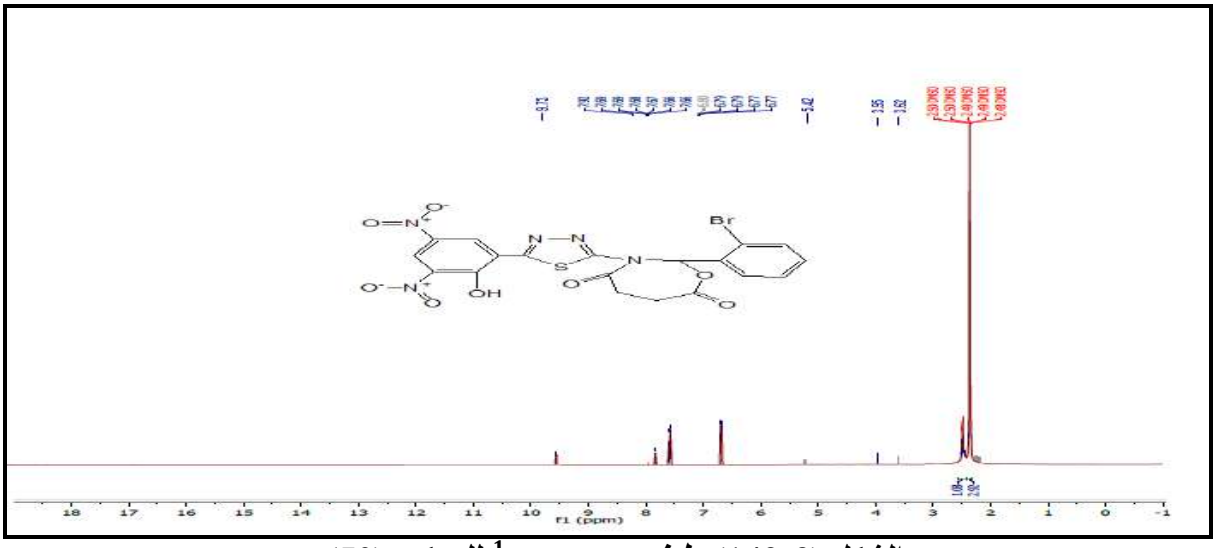
وتم تشخيص المركب المحضر (50) بواسطة طيف الـ ( $^{1}$H-NMR) حيث تم استعمال (DMSO-$d_6$) كمذيب وقد أظهر الشكل ( 3 –149 ) إشارة مفردة عند الموقع (δ:5.42 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (CH) وأما الإشارة الثلاثية عند الموقع (δ:3.62 ppm) فهي لمجموعة ($CH_2$-COO)

وكذلك إشارة ثلاثية عند الموقع (δ:3.95 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة ($CH_2CO$-N) وإشارة مفردة عند الموقع (δ:9.72 ppm) تعود إلى بروتون مجموعة (OH) وكذلك ظهور إشارة عدة عند الموقع (δ:6.7 – 7.6ppm ) تعود إلى ستة بروتونات لحلقات الفنيل والإشارة عند الموقع (δ: 2.4-2.5 ppm) تعود إلى المذيب المستعمل وهو (DMSO-$d_6$).

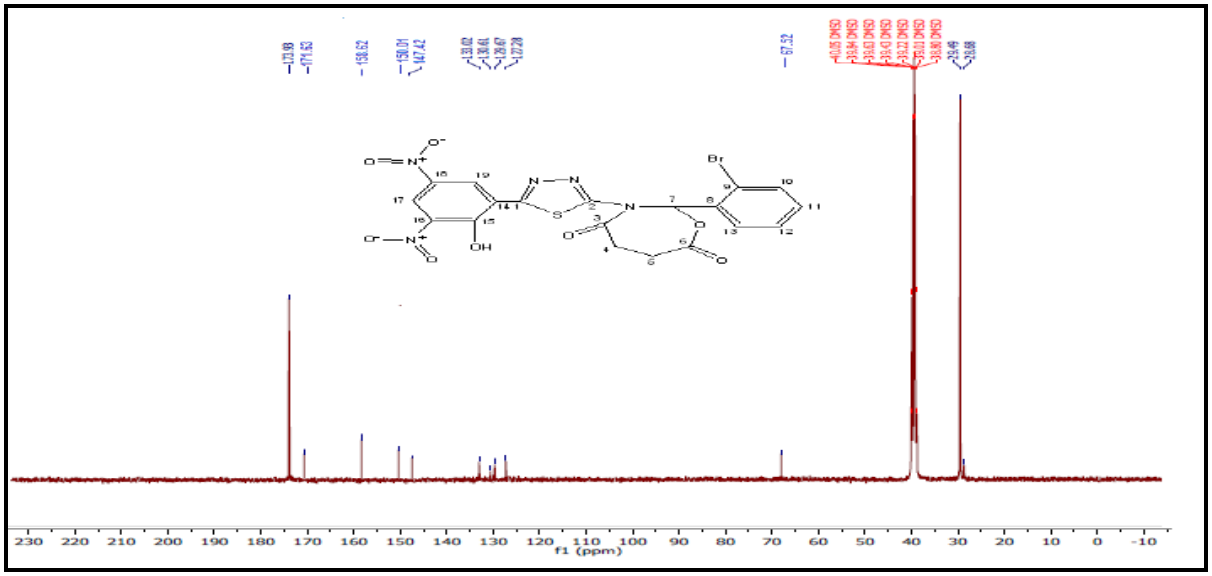
وجرى تشخيص المركب (50) بواسطة طيف الـ ($^{13}$C-NMR) فأظهر الشكل (3-150) إشارة عند الموقع δ: 67.52 ppm تعود إلى ( $C_7$ ) وايضا ظهرت اشارات عند الموقع δ:29.49, 28.68 ppm تعود إلى ($C_4$,$C_5$) وإشارة عند الموقع δ: 158 ppm تعود إلى ( $C_{15}$ ) وأما الإشارة عند الموقع δ:173.39, 171.63 ppm تعود إلى ($C_6$,$C_3$) والإشارة عند الموقع δ:147.42, 150.01 ppm تعود إلى ( $C_{16}$,$C_{18}$ ) وكذلك ظهور اشارات تعود للحلقة الاروماتية عند الموقع δ: 127.28 – 133.02ppm أما المذيب DMSO فإشارته عند الموقع δ: 38.8 – 40.05 ppm.




**الشكل (3-148) طيف FT.IR للمركب (50)**




الشكل (3-149) طيف $^{1}$H-NMR للمركب (50)




الشكل ( 3-150) طيف $^{13}$C-NMR للمركب (50)

## (3-2) التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N) Elemental Analysis

تستعمل هذه التقنية لتشخيص المركبات الكيمياوية التي تم تحضيرها من خلال حساب نسب عناصر الكاربون والهيدروجين والنتروجين وفي دراستنا هذه تم حساب نسب العناصر المذكوره للمركبات المحضرة . وقد ادرجت نتائج هذه التحليل في الجدول (3-1) ولدى مقارنة القيم المستحصلة عمليا مع تلك القيم المحسوبة نظريا لوحظ تقارب كبير بينهما مما يؤكد بشكل واضح صحة النسب المضافة وصحة القياسات الطيفية الامر الذي يدعم صحة الصيغ للمركبات الكيميائيه المحضرة.

**جدول (3-1) نتائج التحليل الدقيق للعناصر C.H.N للمركبات المحضرة**

| compound | الصيغة الكيميائية / الوزن الجزيئي غم/مول | C% | | H% | | N% | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | نظري | عملي | نظري | عملي | نظري | عملي |
| **1** | $C_{16}H_{14}N_2O_5$ (314.09) | 61.14 | 60.88 | 4.49 | 4.40 | 8.91 | 8.78 |
| **2** | $C_{24}H_{20}N_4O_5S$ (476.51) | 60.50 | 59.48 | 4.23 | 4.17 | 11.76 | 10.95 |
| **3** | $C_{24}H_{22}N_{10}O_5S$ (562.57) | 51.24 | 50.97 | 3.94 | 3.81 | 24.90 | 23.86 |
| **4** | $C_{30}H_{30}N_6O_7S$ (618.67) | 58.24 | 57.76 | 4.89 | 4.32 | 13.58 | 13.22 |
| **5** | $C_{28}H_{26}N_6O_7S$ (590.61) | 56.94 | 57.00 | 4.44 | 4.12 | 14.23 | 13.68 |
| **6** | $C_{28}H_{24}N_4O_7S_3$ (624.70) | 53.84 | 52.69 | 3.87 | 3.91 | 8.97 | 7.89 |
| **7** | $C_{28}H_{22}C_{l2}N_4O_7S$ (629.47) | 53.43 | 52.87 | 3.52 | 3.39 | 8.90 | 8.85 |
| **8** | $C_{40}H_{28}N_4O_{11}S$ (772.74) | 62.17 | 61.55 | 3.65 | 3.24 | 7.25 | 6.94 |
| **9** | $C_{32}H_{24}N_4O_{11}S$ (672.62) | 57.14 | 57.10 | 3.60 | 3.93 | 8.33 | 7.68 |
| **10** | $C_{32}H_{28}N_4O_{11}S$ (676.65) | 56.80 | 55.85 | 4.17 | 4.49 | 8.28 | 7.94 |
| **11** | $C_{16}H_{13}NO_6$ (315.28) | 60.95 | 59.95 | 4.16 | 3.65 | 4.44 | 4.95 |
| **12** | $C_{16}H_{15}N_3O_5$ (329.31) | 58.36 | 57.86 | 4.59 | 4.39 | 12.76 | 11.54 |
| **13** | $C_{22}H_{19}N_3O_5$ (405.41) | 65.18 | 64.68 | 4.72 | 3.92 | 10.37 | 9.53 |
| **14** | $C_{22}H_{17}N_5O_9$ (495.40) | 53.34 | 52.87 | 3.46 | 3.51 | 14.14 | 13.87 |
| **15** | $C_{16}H_{14}N_2O_6$ (330.30) | 58.18 | 57.96 | 4.27 | 4.06 | 8.48 | 7.57 |
| **16** | $C_{17}H_{15}N_3O_6$ (357.32) | 57.14 | 56.78 | 4.23 | 3.88 | 11.76 | 10.89 |
| **17** | $C_{17}H_{15}N_3O_5S$ (373.38) | 54.69 | 53.65 | 4.05 | 3.75 | 11.25 | 10.78 |
| **18** | $C_{19}H_{13}N_3O_6$ (379.33) | 60.16 | 59.55 | 3.45 | 2.65 | 11.08 | 10.82 |

| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **19** | $C_{19}H_{14}N_4O_5$ (378.34) | 60.32 | 59.73 | 3.73 | 2.87 | 14.81 | 13.90 |
| **20** | $C_{17}H_{16}N_4O_5$ (356.34) | 57.30 | 56.76 | 4.53 | 3.97 | 15.72 | 14.68 |
| **21** | $C_{12}H_{11}N_5O_3$ (273.25) | 52.75 | 52.45 | 4.06 | 4.12 | 25.63 | 25.43 |
| **22** | $C_{23}H_{22}N_8O_3$ (458.48) | 60.25 | 60.11 | 4.84 | 4.72 | 24.44 | 24.31 |
| **23** | $C_{23}H_{23}N_{11}O_3$ (501.51) | 55.08 | 55.05 | 4.62 | 4.54 | 30.72 | 30.65 |
| **24** | $C_{26}H_{27}N_9O_4$ (529.56) | 58.97 | 57.88 | 5.14 | 5.51 | 23.81 | 22.96 |
| **25** | $C_{25}H_{25}N_9O_4$ (515.53) | 58.25 | 58.11 | 4.89 | 4.88 | 24.45 | 24.38 |
| **26** | $C_{25}H_{24}N_8O_4S$ (532.58) | 56.38 | 56.27 | 4.54 | 4.49 | 21.04 | 21.02 |
| **27** | $C_{25}H_{23}ClN_8O_4$ (534.96) | 56.13 | 56.11 | 4.33 | 4.28 | 20.95 | 20.82 |
| **28** | $C_{31}H_{26}N_8O_6$ (606.60) | 61.38 | 61.28 | 4.32 | 4.22 | 18.47 | 18.38 |
| **29** | $C_{27}H_{24}N_8O_6$ (556.54) | 58.27 | 58.19 | 4.35 | 4.30 | 20.13 | 20.11 |
| **30** | $C_{27}H_{26}N_8O_6$ (558.56) | 58.06 | 57.89 | 4.69 | 4.74 | 20.06 | 19.77 |
| **31** | $C_9H_9N_3O_2S$ (223.25) | 48.42 | 47.86 | 4.06 | 3.89 | 18.82 | 17.96 |
| **32** | $C_{18}H_{18}N_4O_2S$ (354.43) | 61.00 | 59.66 | 5.12 | 4.91 | 15.81 | 14.87 |
| **33** | $C_{18}H_{19}N_7O_2S$ (397.46) | 54.40 | 54.05 | 4.82 | 4.12 | 24.67 | 23.79 |
| **34** | $C_{21}H_{23}N_5O_3S$ (425.51) | 59.28 | 58.88 | 5.45 | 4.65 | 16.46 | 15.64 |
| **35** | $C_{20}H_{21}N_5O_3S$ (411.48) | 58.38 | 57.88 | 5.14 | 4.98 | 17.02 | 16.76 |
| **36** | $C_{40}H_{42}N_8O_7S_4$ (875.07) | 56.06 | 55.69 | 4.70 | 3.66 | 13.07 | 12.84 |
| **37** | $C_{20}H_{19}ClN_4O_3S$ (430.91) | 55.75 | 55.02 | 4.44 | 4.13 | 13.00 | 12.81 |

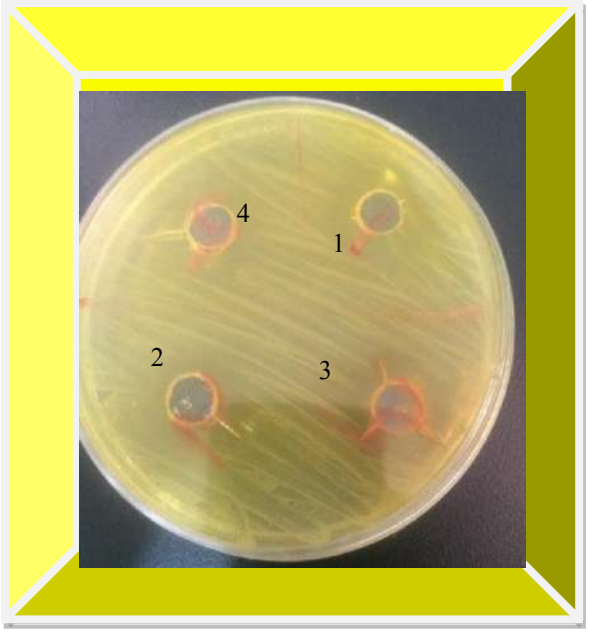
| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **38** | $C_{26}H_{22}N_4O_5S$ (502.55) | 62.14 | 61.72 | 4.41 | 4.08 | 11.15 | 10.76 |
| **39** | $C_{22}H_{20}N_4O_5S$ (452.49) | 58.40 | 57.52 | 4.46 | 3.68 | 12.38 | 11.69 |
| **40** | $C_{22}H_{22}N_4O_5S$ (454.50) | 58.14 | 57.81 | 4.88 | 3.63 | 12.33 | 11.77 |
| **41** | $C_8H_5N_5O_5S$ (283.22) | 33.93 | 33.71 | 1.78 | 1.68 | 24.73 | 24.59 |
| **42** | $C_{15}H_8BrN_5O_5S$ (450.22) | 40.02 | 39.89 | 1.79 | 1.75 | 17.75 | 17.67 |
| **43** | $C_{15}H_9BrN_8O_5S$ (493.25) | 36.53 | 35.93 | 1.48 | 1.07 | 22.72 | 22.15 |
| **44** | $C_{18}H_{13}BrN_6O_6S$ (521.30) | 41.47 | 40.66 | 2.51 | 1.81 | 16.12 | 15.90 |
| **45** | $C_{17}H_{11}BrN_6O_6S$ (507.27) | 40.25 | 40.16 | 2.19 | 2.15 | 16.57 | 16.46 |
| **46** | $C_{17}H_{10}BrN_5O_6S_2$ (524.32) | 38.94 | 38.88 | 1.92 | 1.76 | 13.36 | 13.19 |
| **47** | $C_{17}H_9BrClN_5O_6S$ (526.70) | 38.77 | 38.65 | 1.72 | 1.58 | 13.30 | 13.55 |
| **48** | $C_{23}H_{12}BrN_5O_8S$ (598.33) | 46.17 | 45.85 | 2.02 | 1.96 | 11.70 | 10.67 |
| **49** | $C_{19}H_{10}BrN_5O_8S$ (548.28) | 41.62 | 40.76 | 1.84 | 1.15 | 12.77 | 11.72 |
| **50** | $C_{19}H_{12}BrN_5O_8S$ (550.29) | 41.47 | 40.95 | 2.20 | 1.95 | 12.73 | 11.87 |

**(3-3) الفعالية الحيوية للمركبات المحضرة:**

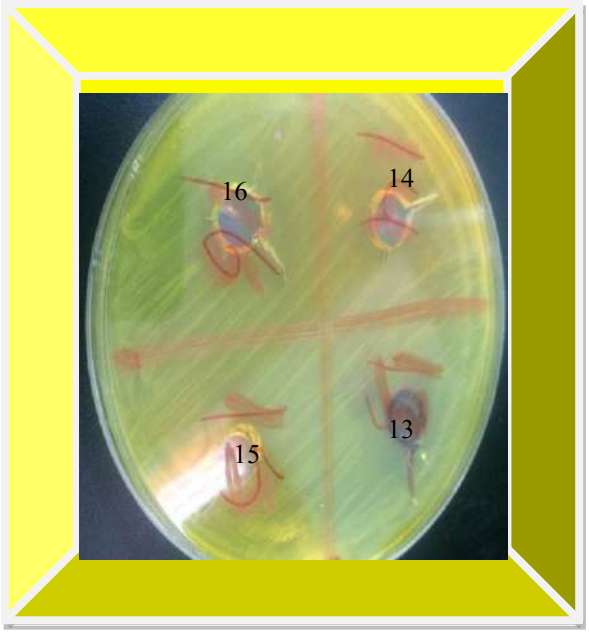
لقد درست الفعالية الحيوية لجميع المركبات المحضرة على نوعين من البكتريا الموجبة والسالبة لصبغة كرام *Escherichia coli* و *Staphlococcus* وقد تم اختيار هذة البكتريا لما لها اهمية في المجال الطبي ، اذ انها تسبب امراض عديدة وخطيرة فضلا طبيعة مقاومتها للمضادات الحيوية والمواد الكيمياوية العلاجية. ويلحظ من الجدول (3-2) بان المركبات ( 1 ، 30 ، 32 ، 34 ، 35 ، 36 ، 39 ، 40 ) تبدي تاثيرا مثبطا قويا على البكتريا الموجبة لصبغة كرام *Staphlococcus* أما المركبات ( 2 ، 3 ، 4 ، 5 ، 6 ، 7 ، 8 ، 29 ، 31 ، 37 ، 38 ، 43 ، 44 ، 45 ، 46 ، 47 ، 48 ) تظهر تثبيطا متوسطا تجاه البكتريا الموجبة، وقد أظهرت المضاد الحيوي (ciprofloxacin) فعالية تثبيط عالية ، بينما المضادات (celecoxib , amoxycilline) لم تظهر اي تثبيط تجاه البكتريا الموجبة.

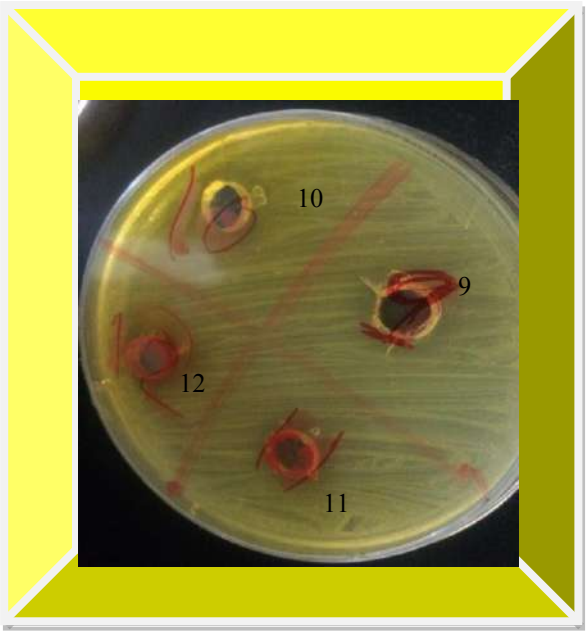
أما المركبات ( 6 ، 12، 13 ، 14 ، 15 ، 16 ، 17 ، 18 ،19 ، 20 ، 22 ، 24 ، 33 ، 36 ، 41 ، 48 ، 49 ) أظهرت تاثيرا مثبطا قويا على البكتريا السالبة لصبغة كرام *Escherichia coli* في حين أظهرت المركبات (9 ، 10 ، 34 ، 35 ، 37 ، 38 ،43 ، 46 ، 47 ، 50 ) تاثيرا متوسطا تجاة البكتريا السالبة، بينما أظهر المضاد الحيوي amoxycilline تاثيرا متوسطا والمضاد ciprofloxacin تاثيرا مثبطا قويا، بينما لم يظهر المضاد celecoxib اي تثبيط تجاة البكتريا السالبة. أما بقية المركبات فلها تاثير ضعيف إلى معدوم على كل البكتريا الموجبة والسالبة لصبغة كرام *Escherichia coli* و *Staphlococcus*.

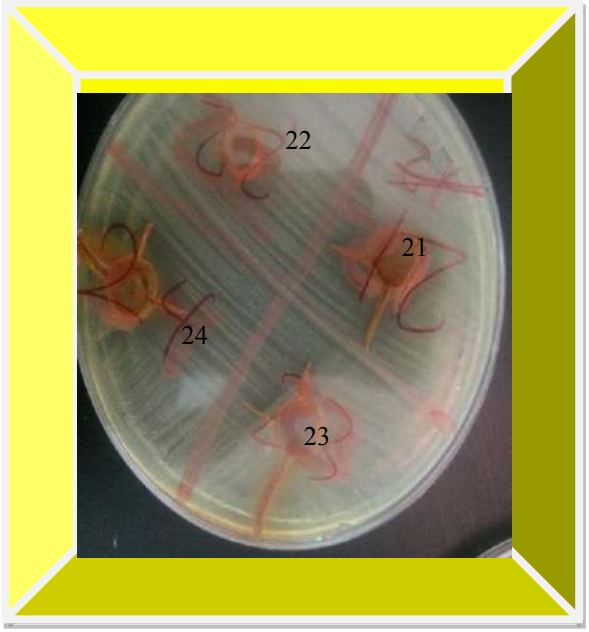
وقد تمت مقارنة الفعالية التثبيطية للمركبات المحضرة بالفعالية التثبيطية للمرجع DMSO ( كما مبين في الاشكال ادناه ).

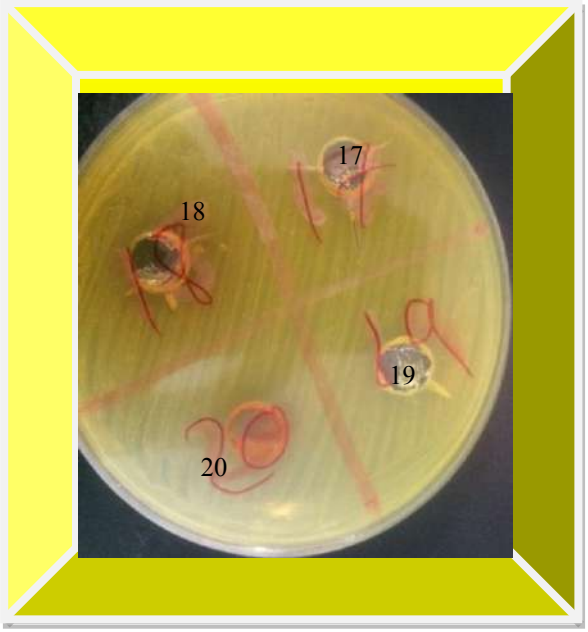

4
1
2
3

5
7
6
8

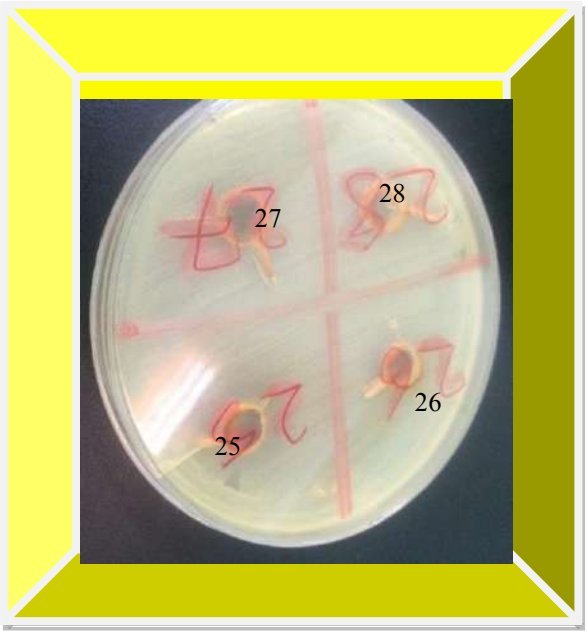

16
14
15
13

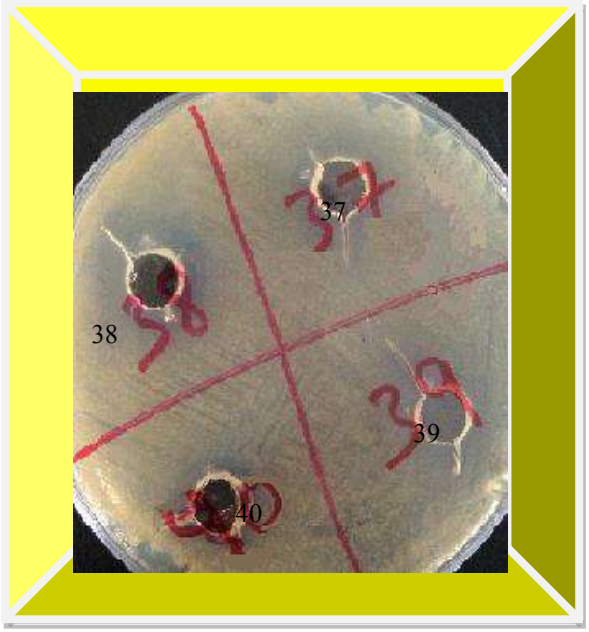

10
9
12
11

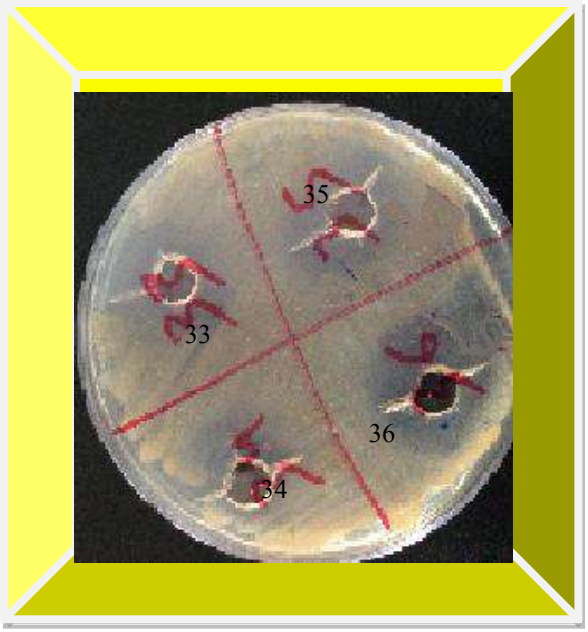

22
21
24
23

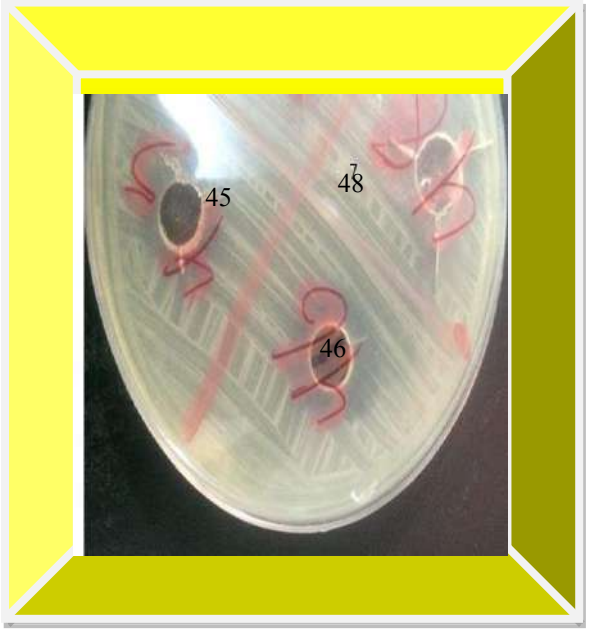

17
18
19
20

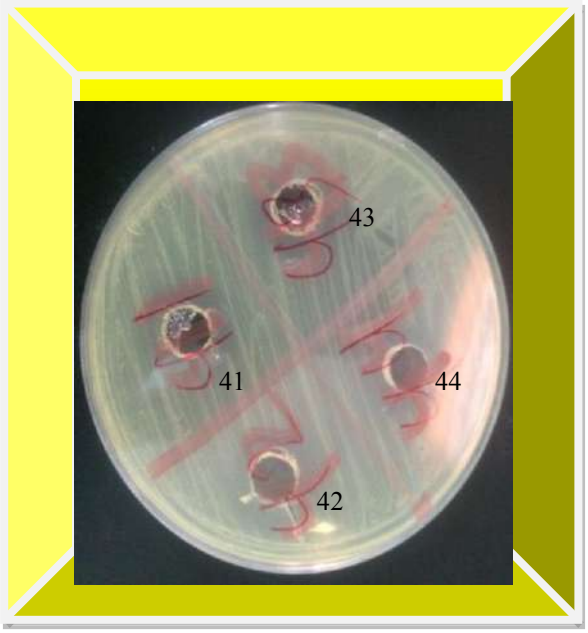
30
29
32
31

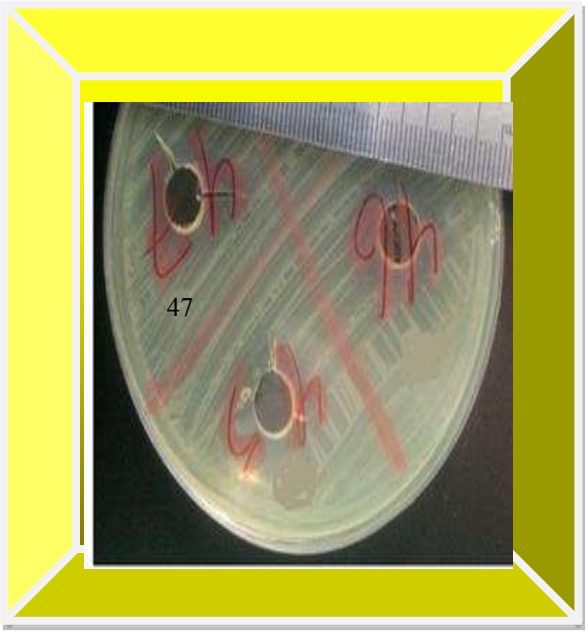

28
27
26
25


37
38
39
40

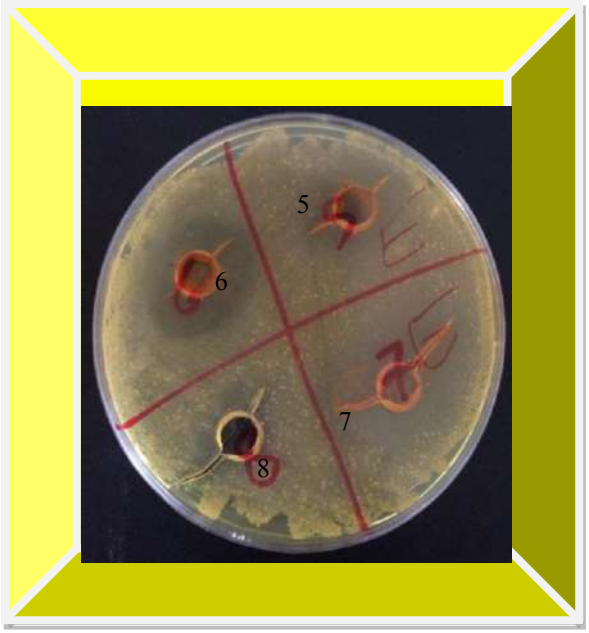

35
33
36
34

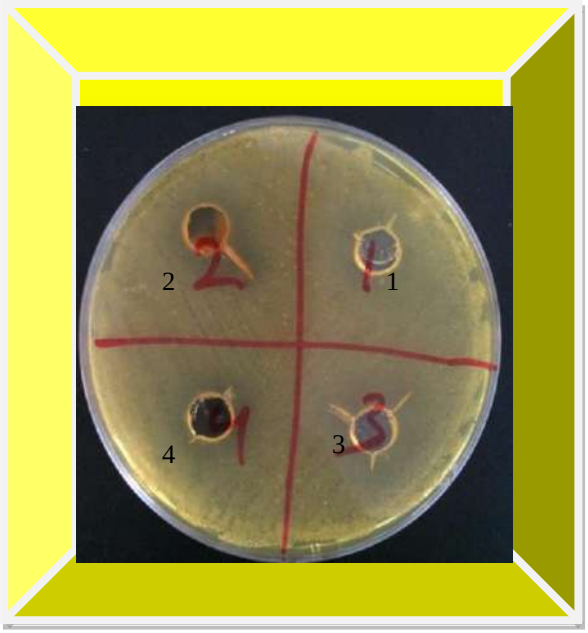

45
48
46

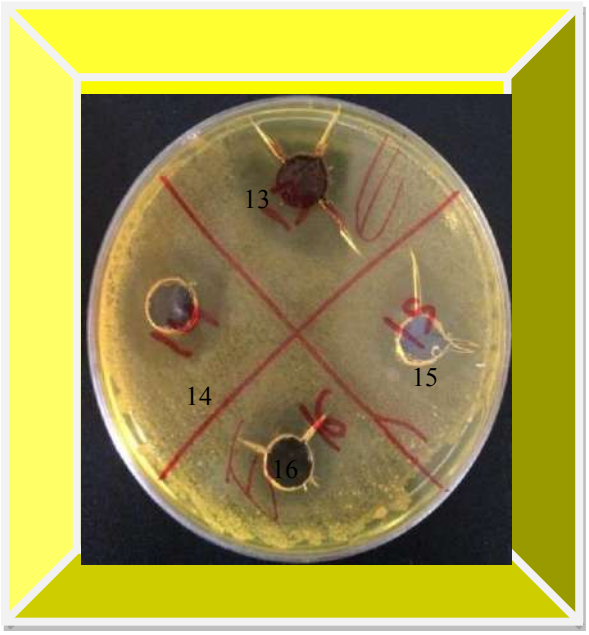

43
41
44
42

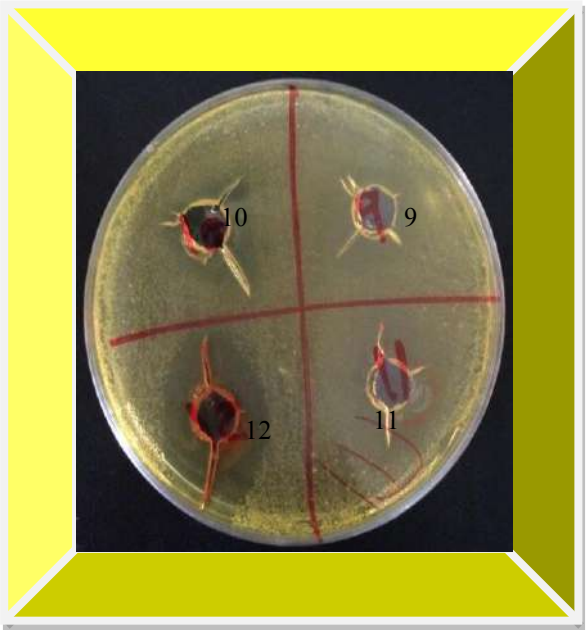


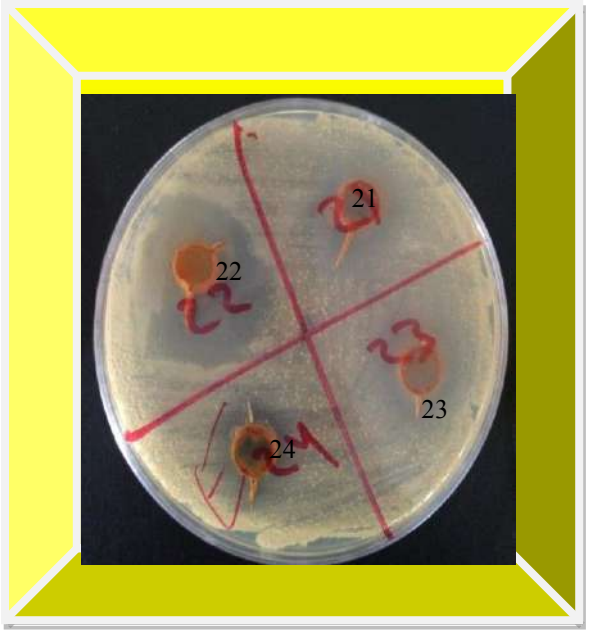
**الشكل ( 3 – 151 ) صورة توضح الفعالية الحيوية للمركبات المحضرة ضد البكتريا من نوع *Staphlococcus***

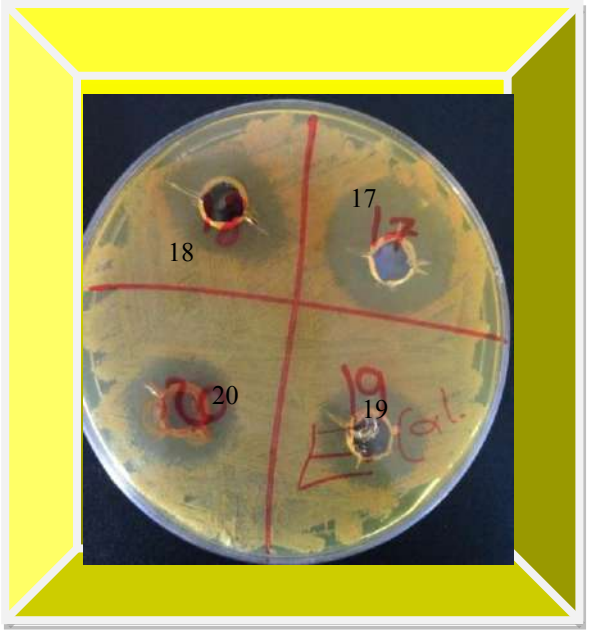

5
6
7
8


2
1
4
3

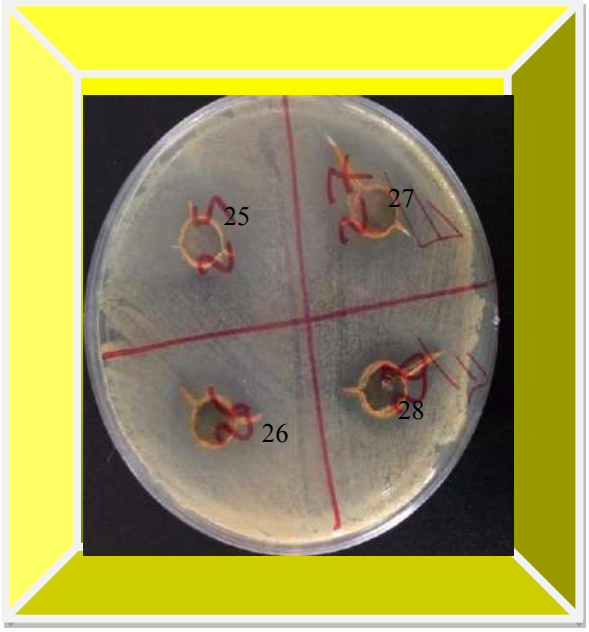

13
14
15
16

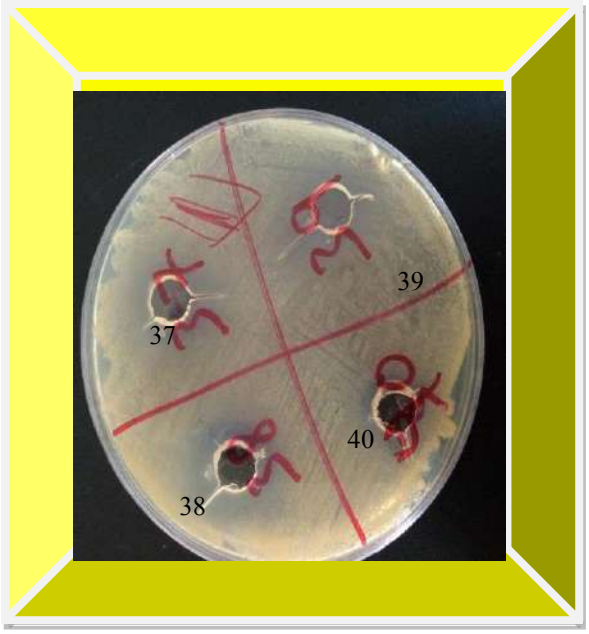

10
9
12
11

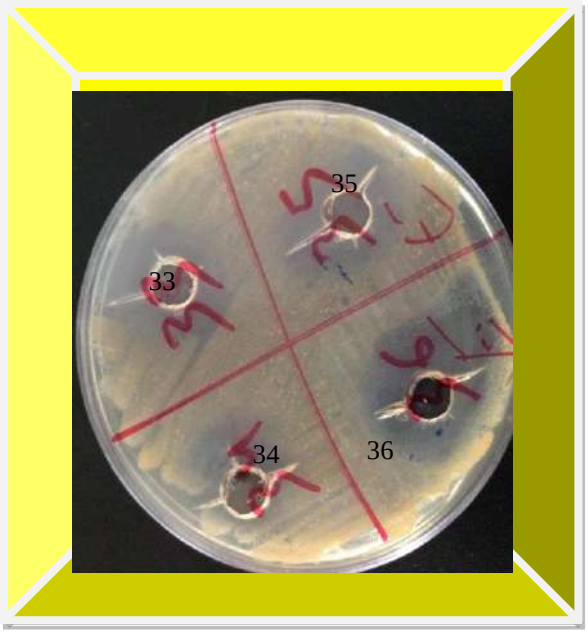

21
22
23
24

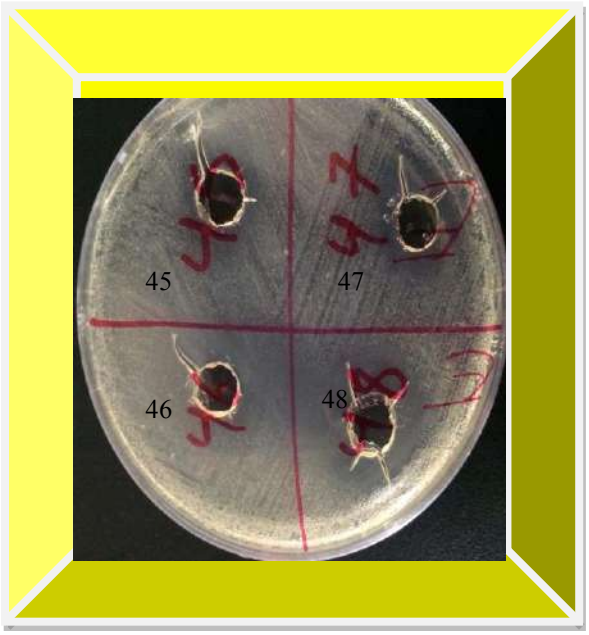

17
18
19
20

29
31
30
32

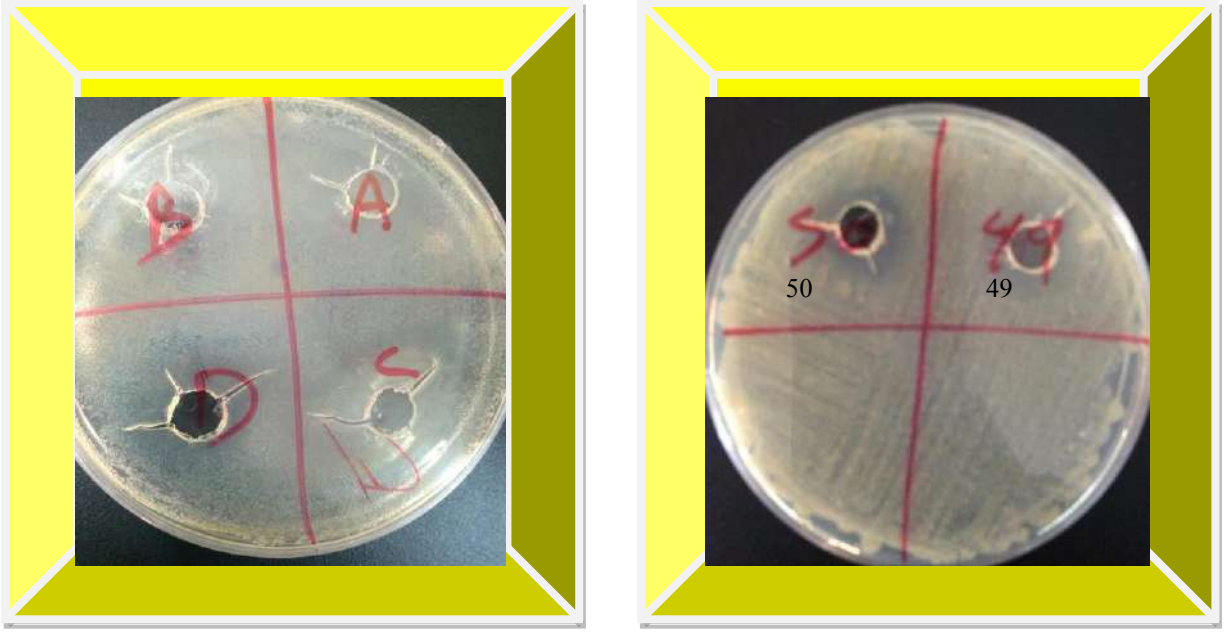

25
27
26
28


37
39
38
40


35
33
34
36


45
47
46
48

43
41
44
42




**الشكل ( 3 – 152 ) صورة توضح الفعالية الحيوية للمركبات المحضرة ضد البكتريا من نوع *Escherichia coli***

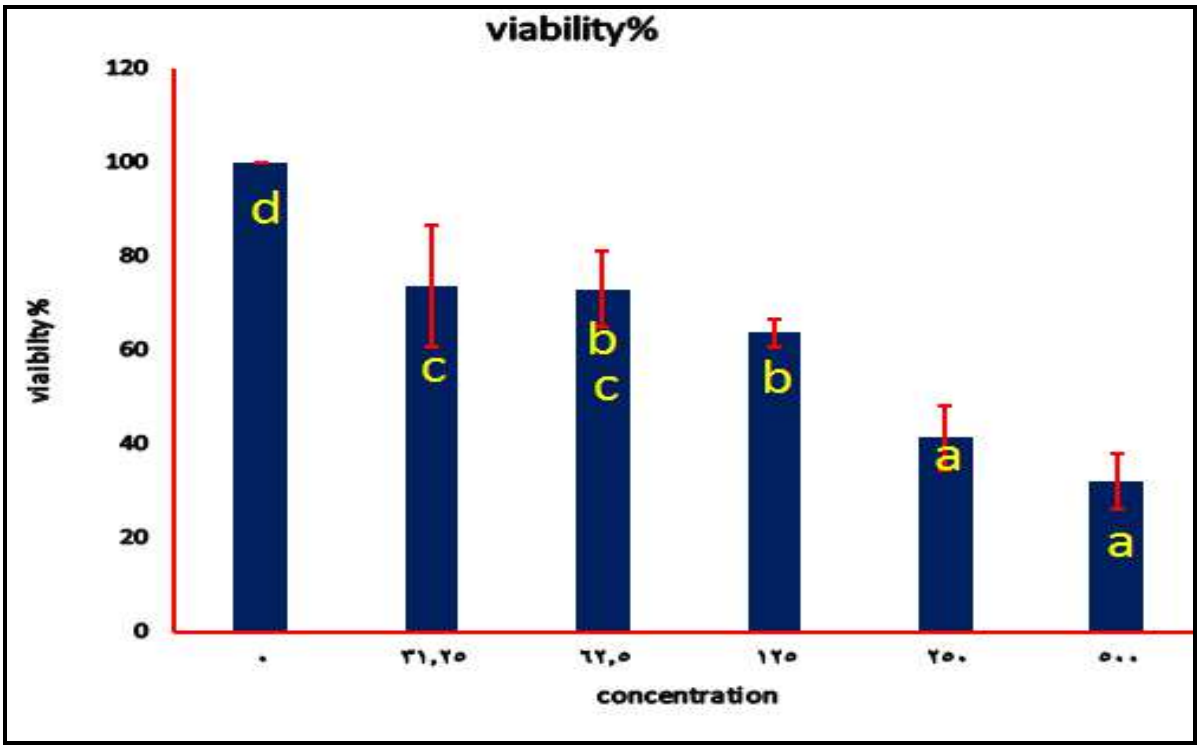
**جدول ( 3 –2 ) قيم التثبيط للمركبات المحضرة**

| رقم المركب | نتيجة الاختبار بـ (mm) | |
|---|---|---|
| | *Staphylococcus aureus* | *Eschericha coli* |
| 1 | 20 | 0 |
| 2 | 17 | 0 |
| 3 | 16 | 0 |
| 4 | 16 | 0 |
| 5 | 0 | 0 |
| 6 | 10 | 20 |
| 7 | 12 | 0 |
| 8 | 15 | 0 |
| 9 | 0 | 16 |
| 10 | 0 | 13 |
| 11 | 0 | 0 |
| 12 | 0 | 21 |
| 13 | 0 | 28 |
| 14 | 0 | 23 |

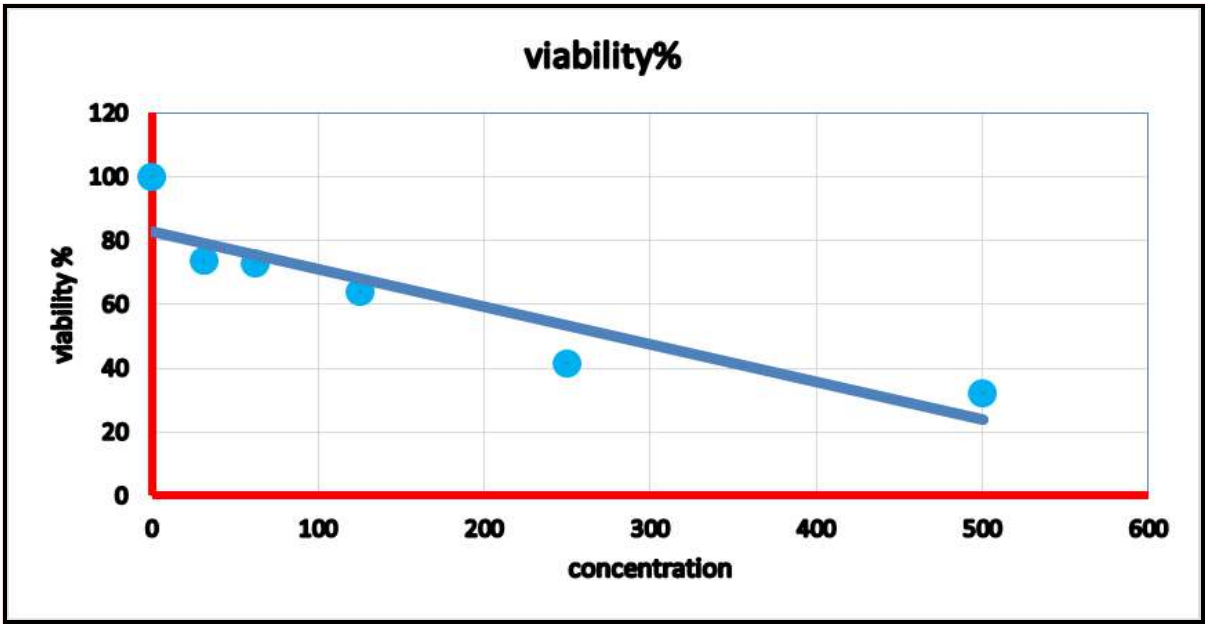
| | | |
|---|---|---|
| 15 | 0 | 20 |
| 16 | 0 | 18 |
| 17 | 0 | 21 |
| 18 | 0 | 28 |
| 19 | 0 | 20 |
| 20 | 0 | 20 |
| 21 | 0 | 0 |
| 22 | 0 | 0 |
| 23 | 0 | 23 |
| 24 | 0 | 22 |
| 25 | 0 | 0 |
| 26 | 0 | 0 |
| 27 | 0 | 0 |
| 28 | 0 | 0 |
| 29 | 13 | 0 |
| 30 | 18 | 0 |
| 31 | 15 | 0 |
| 32 | 20 | 0 |
| 33 | 18 | 23 |
| 34 | 22 | 13 |
| 35 | 34 | 16 |
| 36 | 20 | 30 |
| 37 | 17 | 11 |
| 38 | 15 | 19 |
| 39 | 20 | 0 |
| 40 | 18 | 0 |
| 41 | 0 | 18 |
| 42 | 0 | 0 |
| 43 | 15 | 15 |
| 44 | 14 | 0 |
| 45 | 16 | 0 |
| 46 | 15 | 16 |
| 47 | 15 | 17 |
| 48 | 14 | 23 |
| 49 | 0 | 23 |
| 50 | 0 | 16 |
| Amoxycilline | 0 | 17 |
| Celecoxib | 0 | 0 |
| Ciprofloxacin | 37 | 30 |
| DMSO | 0 | 0 |

**(3 – 4 ) الدراسة الحيوية على الخلايا السرطانية:**

بعد دراسة الفعالية الحيوية للمركبات المحضرة على نوعين من البكتريا ، حيث تم تحديد بعض المركبات الاكثر فعالية حيوية واختيرت المركبات (18 ، 23 ، 36 ، 48 ، 33 ) لفحصها مختبريا على الخلايا السرطانية المعزولة من حنجرة مصابة وبتراكيز مختلفة (31.25 µ g ، 62.5 µ g ، 125 µ g ، 250 µ g،500 µ g) وتبين ان التركيزg 500 µ من افضل التراكيز التثبيطية بالمقارنة مع التراكيز المستخدمة الاخرى. وبصورة خاصة أظهر المركب ( 18 ، 33 ) فعالية جيدة جدا بالمقارنة مع المركبات المقاسة حيث بلغ IC50 للمركب (18) 237.1805µ g/ml وللمركب (33) 261.325 µ g/ml حيث كانت نسبة الاستجابة (70% ) وكما موضح في الاشكال ادناه، حيث يزداد التثبيط بزيادة التركيز.

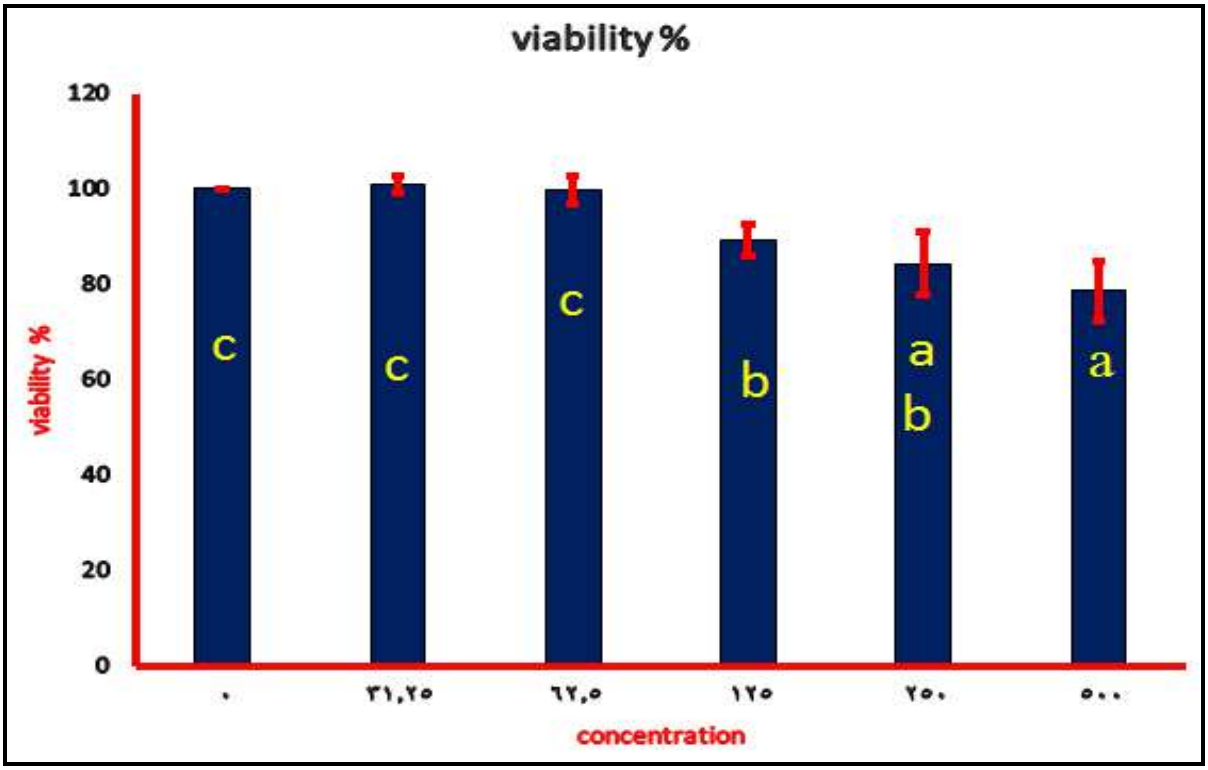



**الشكل ( 3 – 153 ) يبين نسب الخلايا التي تبقى حية مقابل تراكيز مختلفة على خط خلايا سرطان الحنجرة للمركب (18)**

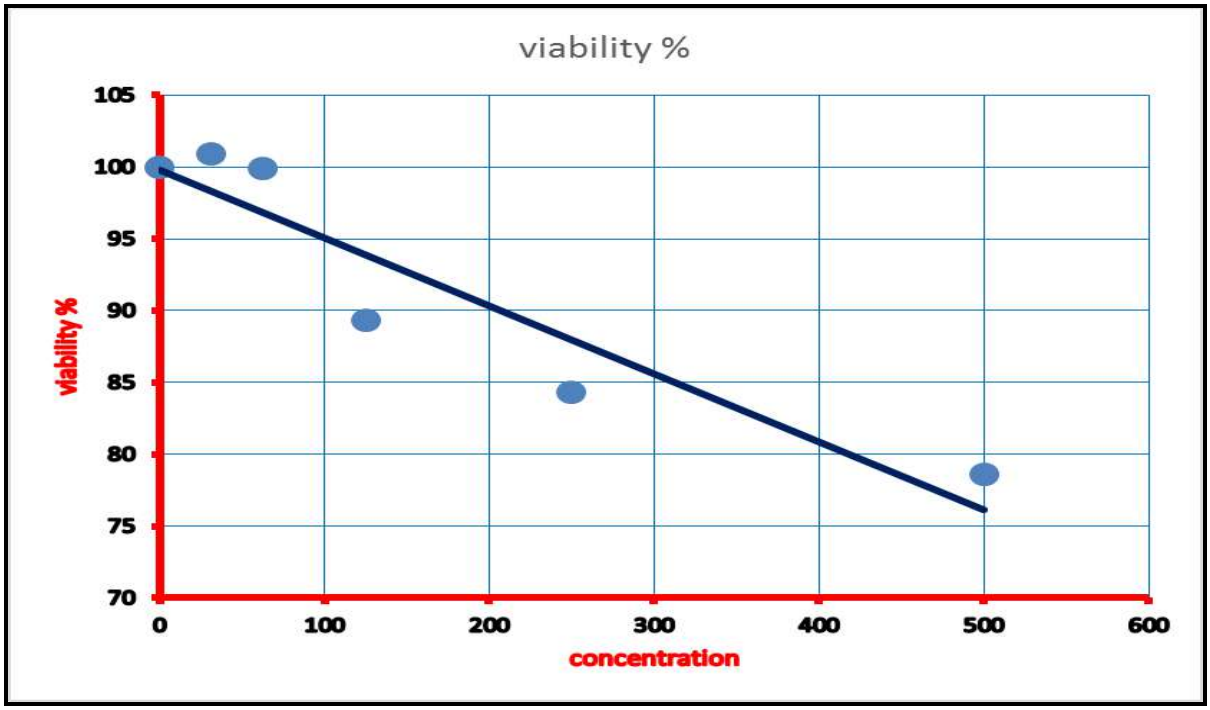



IC50 = 237.1805 µg/ml

**الشكل (3 – 154 ) يوضح قيمة IC50 للمركب (18)**

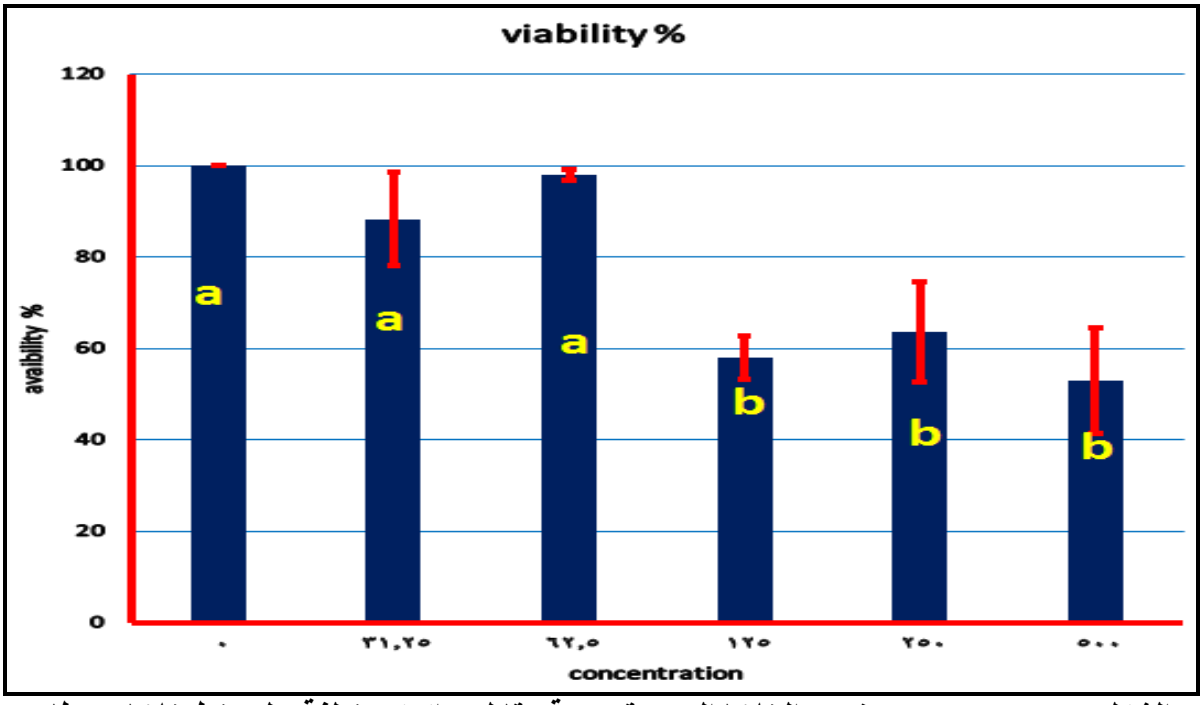



**الشكل ( 3 – 155 ) يبين نسب الخلايا التي تبقى حية مقابل تراكيز مختلفة على خط خلايا سرطان الحنجرة للمركب (23)**

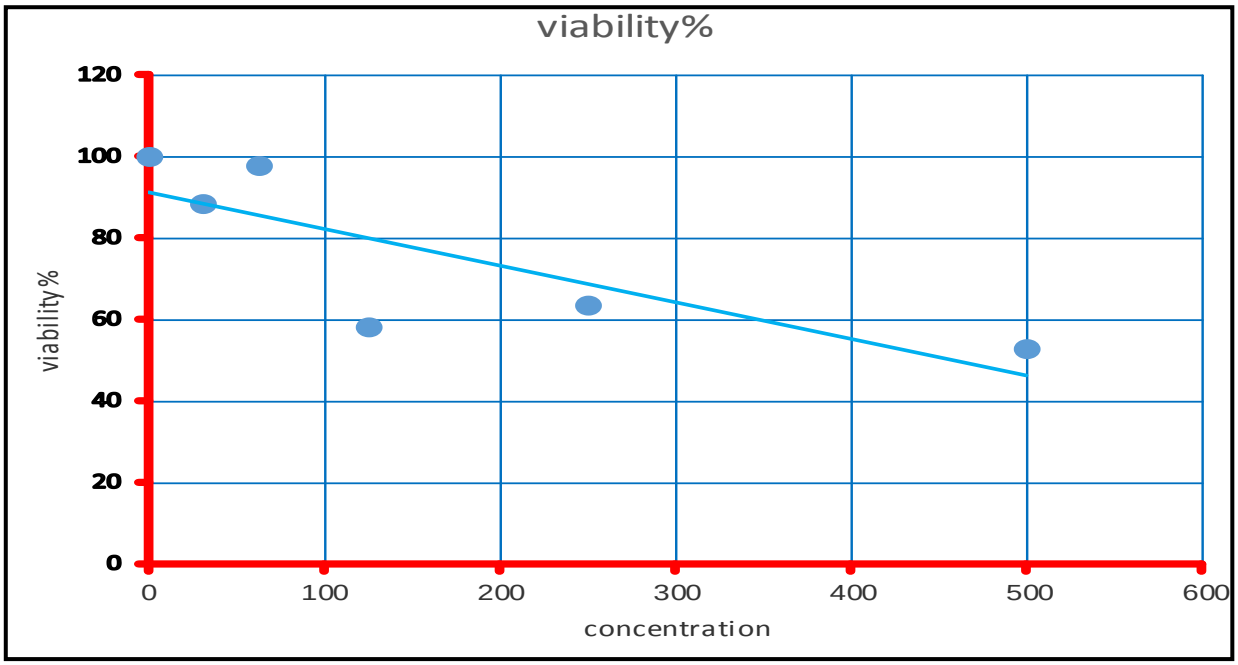



IC50 = **1184.305** µg/ml

**الشكل (3 – 156 ) يوضح قيمة IC50 للمركب (23)**

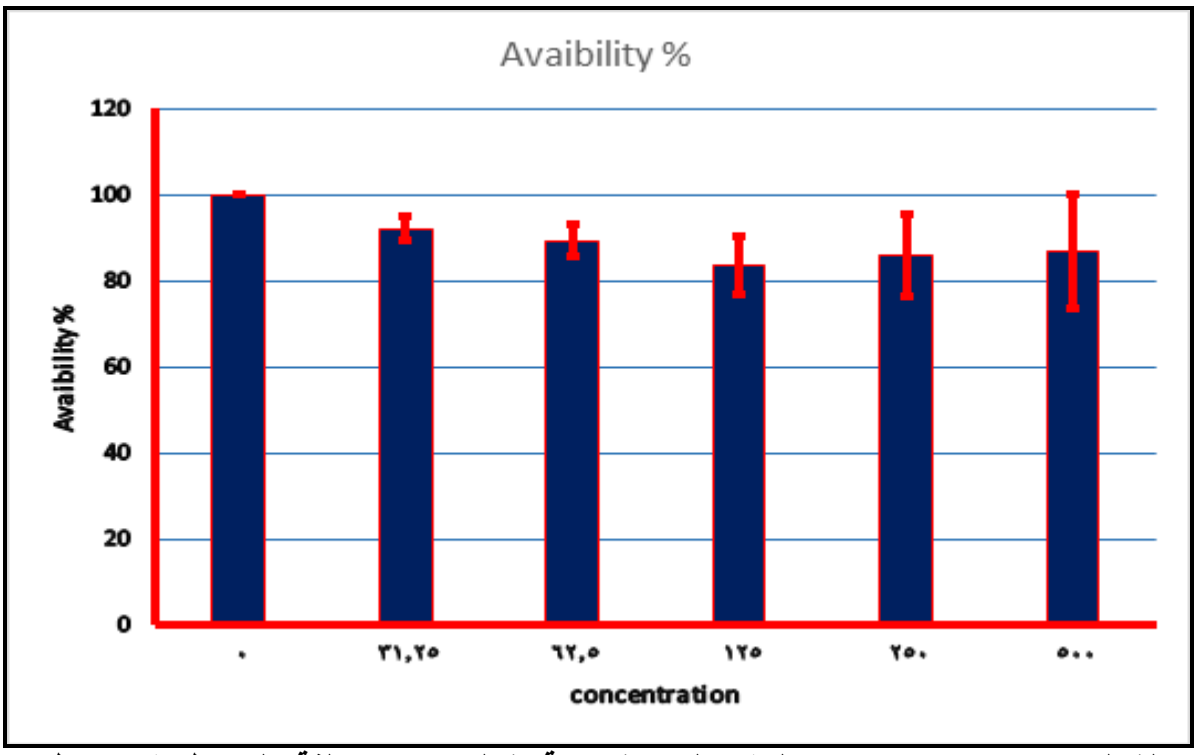



**الشكل ( 3 – 157 ) يبين نسب الخلايا التي تبقى حية مقابل تراكيز مختلفة على خط خلايا سرطان الحنجرة للمركب (36)**

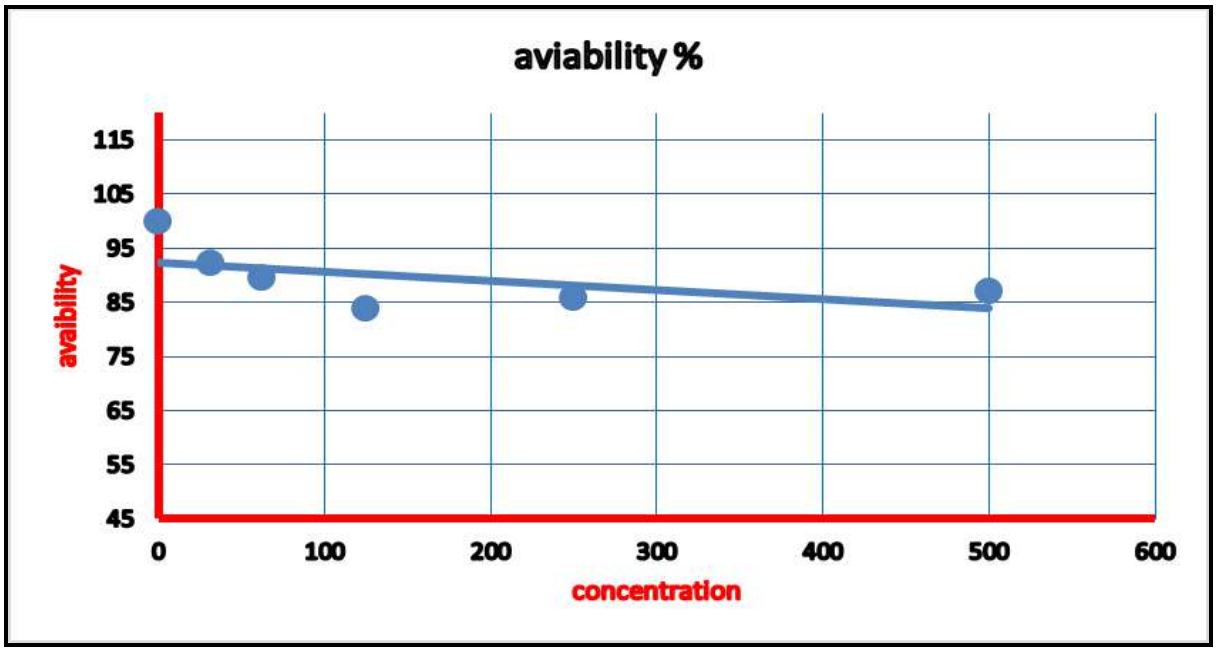



IC50 = **379.86** µg/ml

**الشكل (3 – 158 ) يوضح قيمة IC50 للمركب (36)**

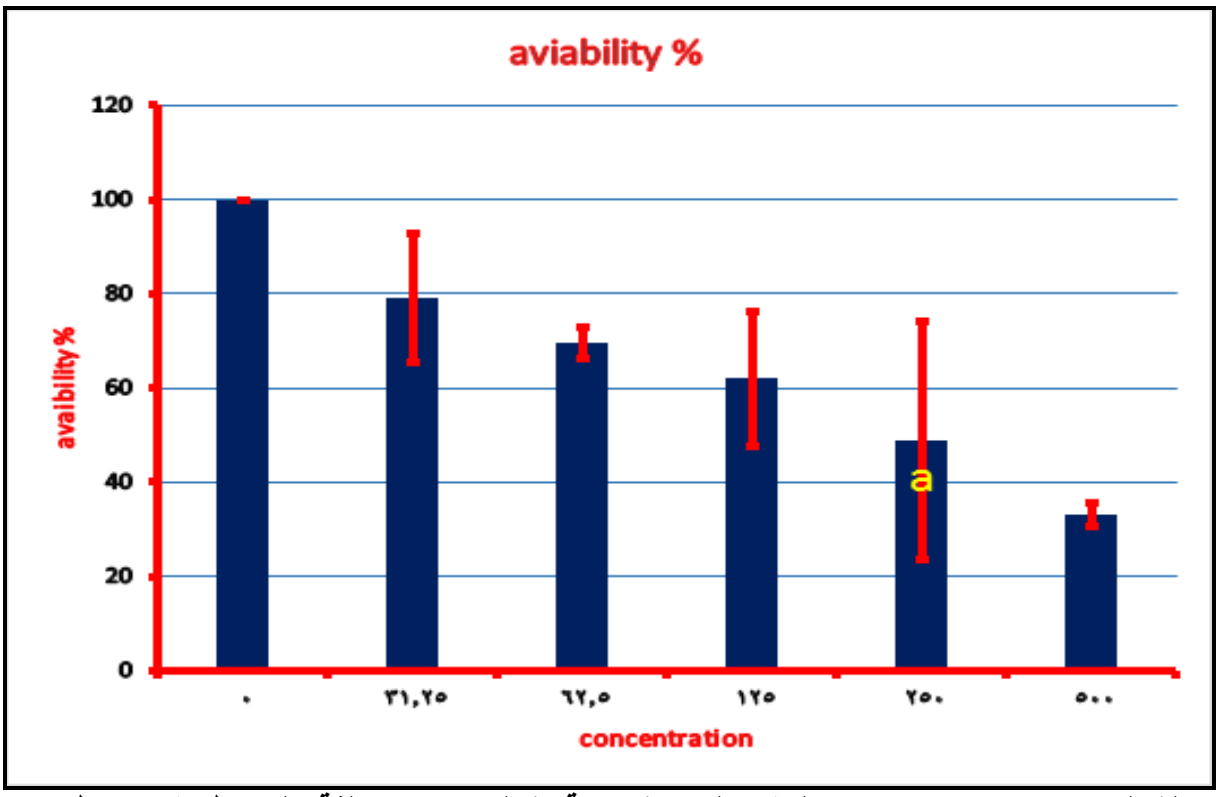



**الشكل ( 3 – 159 ) يبين نسب الخلايا التي تبقى حية مقابل تراكيز مختلفة على خط خلايا سرطان الحنجرة للمركب (48)**

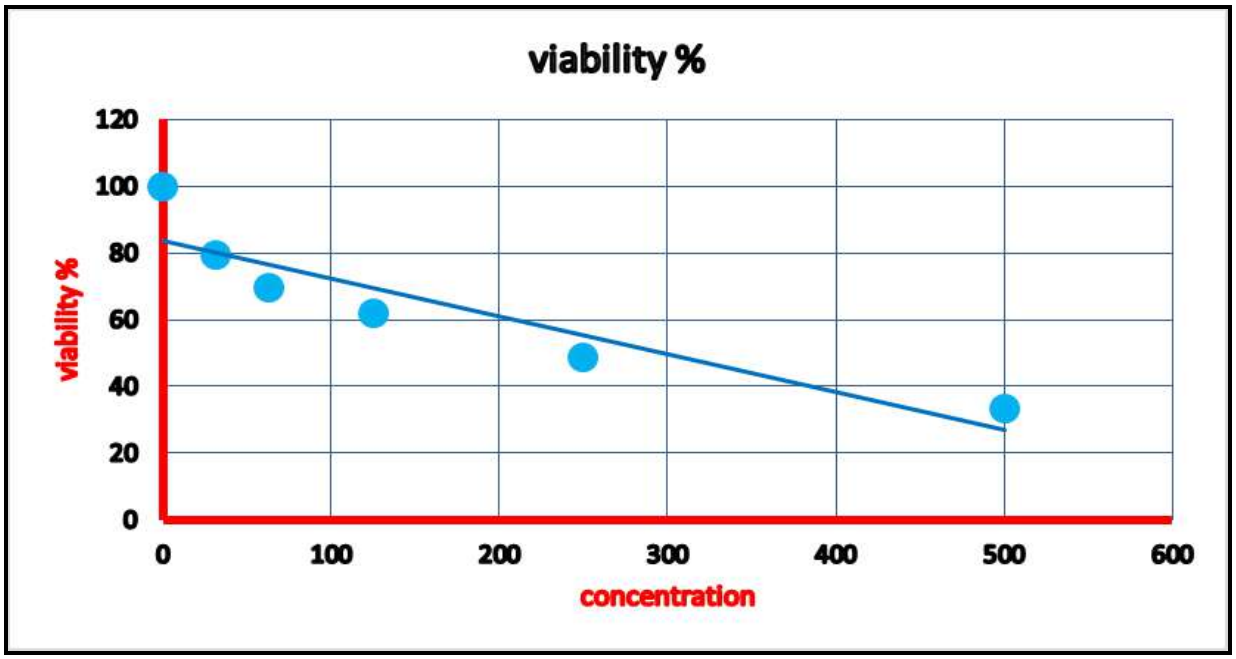



IC50 = 1800.15 µg/ml

**الشكل (3 – 160 ) يوضح قيمة IC50 للمركب (48)**




**الشكل ( 3 – 161 ) يبين نسب الخلايا التي تبقى حية مقابل تراكيز محتلفة على خط خلايا سرطان الحنجرة للمركب (33)**




IC50 = 261.325 µg/ml

**الشكل (3 – 162 ) يوضح قيمة IC50 للمركب (33)**

# الاستنتاجات والاعمال المستقبلية

# *Conclusion and future outlook*

**(5-3) الاستنتاجات conclusions**

1- تم الاستعانة بـ $POCl_3$ كعامل مساعد بدلا من $H_2SO_4$ في تحضير حلقة الثيادازول حيث وجد ان نسبة الناتج اكبر.

2- في هذة الاطروحة تم تحضير مركبات حلقية غير متجانسة رباعية وخماسية وسداسية وسباعية وقد وجد ان للمركبات السداسية اكثر استقراراً.

3- عند دراسة الفعالية الحيوية وجد ان المركبات ( 1 ، 30 ، 32 ، 34 ، 35 ، 36 ، 39 ، 40 ) تُظهر تاثيراً مثبطاً قوياً على البكتريا الموجبة لصبغة كرام *(Staphylococcus aureus)* .اما المركبات ( 6 ، 12، 13 ، 14 ، 15 ، 16 ، 17 ، 18 ،19 ، 20 ، 22 ، 24 ، 33 ، 36 ، 41 ، 48 ، 49 ) اظهرت تاثيرا مثبطا قويا على البكتريا السالبة لصبغة كرام *(Escherichia coli)*.

4- تم اختيار المركبات (18 ، 23 ، 36 ، 48 ، 33 ) لدراسة فعاليتها الدوائية اتجاه خلايا الحنجرة المصابة بالسرطان ووجد ان المركب (18) له فعالية عالية حيث تم القضاء 70% من الخلايا السرطانية اما الخلايا الحية فقد تاثرت بنسبة 30% وقد يعود ذلك الى المجاميع الفعالة في هذا المركب مثل CN– ، C=O ، OH و $NO_2$ اضافة الى حلقة البريدين نفسها.

5- للمركب (33) فعالية جيدة ايضا اتجاه الخلايا السرطانية المصابة في الحنجرة وقد يعزى ذلك ايضا الى تركيبه الحاوي على حلقتين خماسية بالاضافة الى بعض المجاميع الفعالة مثل OH و $OCH_3$ حيث كانت نسبة قتل الخلايا المصابة 67%.

**(6-3) الاعمال المستقبلية Future Outlook**

1- امكانية استخدام مركبات كاربونيل مختلفة والبدء بها في تحضير مركبات حلقية غير متجانسة رباعية وخماسية وسداسية وسباعية.

2- امكانية دراسة الفعالية الصبغية لمركبات الازو المحضرة في هذه الاطروحة.

3- دراسة الفعالية الحيوية على انواع اخرى من البكتريا.

4- دراسة الفعالية الدوائية لبقية المركبات على خلايا الحنجرة المصابة بالسرطان ومقارنة فعاليتها بالخلايا السليمة.

5- دراسة الفعالية الدوائية للمركبات المحضرة على انواع اخرى من الخلايا السرطانية مثل سرطان الثدي وسرطان الكبد.

6- استخدام بعض المشتقات المحضرة في تقدير العناصر الفلزية في مجال الكيمياء التحليلية واللاعضوية

7- امكانية استخدام مركب الجالكون في تحضير الفلافونات.

8- امكانية تحويل مركبات الاوكسازابين الى مشتقات الدايزبين .

# المصادر

# References

# References

(1) Al Zoubi, W.; Al-Hamdani, A.A.S.; Kaseem, M. (2016) Synthesis and antioxidant activities of Schiff bases and their complexes: a review. *Applied Organometallic Chemistry*, 30(10): 810-817.

(2) da Silva, C.M.; da Silva, D.L.; Modolo, L.V.; Alves, R.B.; de Resende, M.A.; Martins, C.V.; de Fatima, A.n. (2011) Schiff bases: A short review of their antimicrobial activities. *Journal of Advanced research*, 2(1): 1-8.

(3) Anand, P.; Patil, V.; Sharma, V.; Khosa, R.; Masand, N. (2012) Schiff bases: A review on biological insights. *Int. J. Drug Des. Discov*, 3: 851-868.

(4) Kumar, A.P.a.A. (2015) A Review: An Overview on Synthesis of Some Schiff bases and there Metal Complexes with Anti-Microbial Activity. *Chemical and Process Engineering Research*, 35: 84-86.

(5) Ravinder Kumara , R.b. (2014) Review on Synthesis and Application of Schiff base and its transition metal complexes. *Research Journal of Chemical and Environmental Sciences*, 2(2): 1-4.

(6) Devi, J.; Devi, S.; Kumar, A. (2016) Synthesis, antibacterial evaluation and QSAR analysis of Schiff base complexes derived from [2, 2′-(ethylenedioxy) bis (ethylamine)] and aromatic aldehydes. *MedChemComm*, 7(5): 932-947.

(7) Murtaza, S.; Abbas, A.; Iftikhar, K.; Shamim, S.; Akhtar, M.S.; Razzaq, Z.; Naseem, K.; Elgorban ،A.M. (2016) Synthesis, biological activities and docking studies of novel 2, 4-dihydroxybenzaldehyde based Schiff base. *Medicinal Chemistry Research*, 25(12): 2860-2871.

(8) Halawa, A.H.; El-Gilil, S.M.A.; Bedair, A.H.; Shaaban, M.; Frese, M.; Sewald, N ؛.Eliwa, E.M.; El-Agrody, A.M. (2017) Synthesis, biological activity and molecular modeling study of new Schiff bases incorporated with indole moiety. *Zeitschrift für Naturforschung C*, 72(11-12): 467-475.

(9) Rehman, W.; Yasmeen, R.; Rahim, F.; Waseem, M ؛.Guo, C.-Y.; Hassan, Z.; Rashid, U.; Ayub, K. (2016) Synthesis biological screening and molecular docking studies of some tin (IV) Schiff base adducts. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 164: 65-72.

(10) Dewangan, D.; Nakhate, K.T.; Verma, V.S.; Nagori, K.; Tripathi, D.K. (2017) Synthesis, Characterization, and Screening for Analgesic and Anti-Inflammatory Activities of Schiff Bases of 1, 3, 4-Oxadiazoles Linked With Quinazolin-4-One. *Journal of Heterocyclic Chemistry*, 54(6): 3187-319.4

(11) Dehno Khalaji, A.; Mighani, H.; Kazemnejadi, M. (2017) Synthesis and characterization of Schiff-base polymer derived from 2, 5-dichloroaniline and 2-hydroxybenzaldehyde. *Iranian Chemical Communication*, 5: 237-241.

(12) Ashraf, J.; Murtaza, S.; Mughal, E.U.; Sadiq, A. (2017) Synthesis, Biological Activity and Computational Studies of Novel Azo-Compounds. *Journal of the Chemical Society of Pakistan*, 39(1).

(13) Mahdi, R.T.; Ali, A.A.M.; Noaman, H.A. (2014) Preparation and Characterization of Some Metal Complexes with New Heterocyclic Schiff-Azo Ligand. *Al-Nahrain Journal of Science*, 17(4): 51-58.

(14) Khdur, R.A.; Zimam, E.H. (2018) Synthesis and Characterization of some new β-Lactam Derivatives from Azo Sulphadiazine and its Biological Evaluation as Anticancer. *Oriental Journal of Chemistry*, 34(1): 371-380.

(15) Hawaiz, F.E.; Raheem, D.J.; Samad, M.K. (2016) Synthesis and Characterization of Some New Azoimine Dyes and their Applications. *Synthesis and Characterization of Some New Azoimine Dyes and their Applications*, 18.

(16) Ameen, M.; Gilani, S.; Naseer, A.; Shoukat, I.; Ali, S. (2015) Synthesis, characterization and antibacterial activities of novel mixed ligands (azo anils and oxalate ion) copper (II) complexes. *Bulletin of the Chemical Society of Ethiopia*, 29(3): 399-406.

(17) Patel, P.S. (2012) Studies on synthesis and dyeing performance of disperse azo dyes based on Schiff base of ninhydrin and 3-amino phenol. *Arch. Appl. Sci. Res*, 4(2): 846-851.

(18) Bal, S. (2016) A Novel Azo-Schiff Base Ligand and Its Cobalt, Copper, Nickel Complexes: Synthesis, Characterization, Antimicrobial, Catalytic and Electrochemical Features. *anadolu university journal of science and technology–a Applied Sciences and Engineering*, 17(2): 315-326.

(19) Hessoon, K.J.A.-a.a.H.M. (2015) Synthesis, identification, structural, studies and biological activity of some transition metal complexes with novel heterocyclic azo-schiff base ligand derived from benzimidazole. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(8):89-103 .

(20) Aljamali, N.M.; Jawd, S.M.; Jawad, Z.M. (2017) Bacterial Studying of Anil–(Sugar and Thiophene) Derivatives Against Mouth and Teeth. *J. Bio. Innov6 (3)*: 391-398.

(21) Thawra Ahmad1, Farouk Kandil1, Chahid Moustapha2 (2015) Preparation and Characterization of Some New Azo Dyes, Azomethine Dyes and Heterocyclic -Schiff Bases Derivatives. *AASCIT Journal of Chemistry*, 2(2): 24-31.

(22) Al Zoubi, W.; Al-Hamdani, A.A.S.; Ahmed, S.D.; Ko, Y.G. (2018) A new azo-Schiff base: Synthesis, characterization, biological activity and theoretical studies of its complexes. *Applied Organometallic Chemistry*, 32(1): e3895.

(23) Ali, A.A.M.; Ghanem, H.T.; Naser, A.W. (2010) Synthesis and characterization of New Azo-Schiff bases and study biological Activity of some these compounds. *Journal of university of Anbar for Pure science*, 4(3): 34-38.

(24) Wei, R. (2018) study on modified synthesis and activity of chalcone compounds based on drug splicing. *acta medica mediterranea*, 34: 255-259.

(25) Ali, M.F.; Khlafulla (2016) A.M. Friendly and Efficient Synthesis of Chalcone Derivatives under Solvent-Free Condition,6(1):1-8.

(26) KHADAR-YAZDAN, S.; VIDYA-SAGAR, D.; BASHA-SHAIK, A. (2015) Chemical and Biological Potentials of Chalcones: A Review. *Organic & Medicinal Chemistry International Journal*, 1(1): 1-8.

(27) Gaonkar, S.L.; Vignesh, U. (2017) Synthesis and pharmacological properties of chalcones: a review. *Research on Chemical Intermediates*, 43(11): 6043-6077.

(28) Hasan, S.A.; Elias, A.N.; Farhan, M.S. (2015) Synthesis, characterization and antimicrobial evaluation of a series of chalcone derivatives. *Pharm Chem*, 7(2): 39-42.

(29) Abdul-Reda, N.A.; Abdul-Ameer, S.R. (2018) Synthesis, Identification and Biological Activity of Some New Chalcone derivatives from 8-Chlorotheophylline .*Oriental Journal of Chemistry*, 34(1): 410-419.

(30) R.M.Ezhilarasi, N.J., S.Mahalakshmi (2015) A Green chemical method for the synthesis of chalcones using Amberlite Resin. *International Journal of Advanced Chemical Science and Applications*, 3(2): 1-5.

(31) Ngameni Bathelemy1, F.N.C., Ambassa Pantaleon2,; Nobert Ndifor Azeh1, T.-F.E., Gonsu Kamga Hortense1,; Frederick Kechia Aghem1, T.A.R., Akika Kaitouang Olivier1; Ngadjui1, a.B.T. (2016) Synthesis and Evaluation of Antimicrobial Properties of Some Chalcones. *British Journal of Pharmaceutical Research*, 14(2): 1-11.

(32) Rajput, S. (2016) Shankarsing S. Rajput*, Sureshbhai N. Patel 2 and Sandip B. Chaudhari 3. *International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy*, 65: 53-63.

(33) Arasavelli, A.M.; Sharma, G.V.R.; Vidavalur, S. (2016) Design, synthesis, and anticancer activity of novel aryl/heteroaryl chalcone derivatives. *Heterocyclic Communications*, 22(1): 1-5.

(34) V. M.PAWAR1, B.K.M., V. R.PHATAKE1, M. S. JANGALE1, J.B. MUSAMDE1 (2018) A Review On-4 ،3 ،1 Thiadiazole and its Derivatives: Synthetic Methods and Biological Importance. *International Journal of Chemical and Physical Sciences*, 7: 105-110.

(35) Santosh, A.; Pardeshi, R.; Shioorkar, M. (2015) Comparative study of one pot synthetic methods of 2-amino-1, 3, 4-thiadiazole. *Der Pharma Chemica*, 7(2): 127-131.

(36) Datar, P.; Deokule, T. (2014) Design and synthesis of thiadiazole derivatives as antidiabetic agents. *Med chem*, 4(4): 390-399.

(37) Jaffer, H.J.; Aldhaif, Y.A.; Tomi, I.H. (2017) Synthesis, characterization of new carboxylic acid derivatives bearing 1, 3, 4-thiadiazole moiety and study their liquid crystalline behaviors. *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 643(1): 199-215.

(38) Asif, M. (2016) Chemistry, synthesis and progress report on biological activities of thiadiazole compounds-a review. *Mediterranean Journal of Chemistry*, 5(5): 568-588.

(39) Li, Y.; Geng, J.; Liu, Y.; Yu, S.; Zhao, G. (2013) Thiadiazole—A promising structure in medicinal chemistry. *ChemMedChem*, 8(1): 27-41.

(40) Shipra Verma, A.K.S.a.O.P.P. (2016) A Facile, Rapid, one-pot Synthesis and Biological Evaluation of someThiadiazole Derivatives. *Research Journal of Chemical Sciences*, 6(11): 22-31.

(41) Bhatia, R.; Sharma, A.; Kaundal, A. (2014) Indian Journal of Pharmaceutical Science & Research. *Indian Journal of Pharmaceutical Science & Research*, 4(3): 165-172.

(42) Thi Lan Huong, T.; Thi Mai Dung, D.; Thi Kim Oanh, D.; Thi Bich Lan, T.; Thi Phuong Dung, P.; Loi, V.D.; Woo Han, B.; Yun, J.; Soon Kang, J.; Kim, Y-5 (2015) .Aryl-1, 3, 4-thiadiazole-based hydroxamic acids as histone deacetylase inhibitors and antitumor agents: synthesis, bioevaluation and docking study. *Medicinal Chemistry*, 11(3): 296-304.

(43) Hassan, F.; Hairunisa, N.; Mohammed, S.; Yousif, E., A Study on Antitumor Effect of 1, 3, 4-Thiadiazole Derivatives in Prostate and Breast Cancer Cell Lines (In Vitro). In Preprints: 2017.

(44) Guhrenz, C.; Wolf, A.; Adam, M.; Sonntag, L.; Voitekhovich, S.V.; Kaskel, S.; Gaponik, N.; Eychmüller, A. (2017) Tetrazole-stabilized gold nanoparticles for catalytic applications. *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 231(1): 51-62.

(45) Nessim, M.; Elewa, S.I.; Mohamed, M.G. (2018) Synthesis and Study Antimicrobial Activities of Some Novel Tetrazole Derivatives. *Egyptian Journal of Chemistry*, 61(1): 197-206.

(46) Maleki, A.; Sarvary, A. (2015) Synthesis of tetrazoles via isocyanide-based reactions. *RSC Advances*, 5(75): 60938-60955.

(47) Malik, M.A.; Wani, M.Y.; Al-Thabaiti, S.A.; Shiekh, R.A. (2014) Tetrazoles as carboxylic acid isosteres: chemistry and biology. *Journal of Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry*, 78(1-4): 15-37.

(48) Wei, C.-X.; Bian, M.; Gong, G.-H. (2015) Tetrazolium compounds: synthesis and applications in medicine. *Molecules*, 20(4): 5528-55.53

(49) Tahan, A. (2017) Theoretical study addressing the effects of tautomerism and explicit/implicit water molecules on NQR and NMR parameters of tetrazole-5-thione. *Magnetic Resonance in Chemistry*, 55(7): 606-618.

(50) Roh, J.; Vávrová, K.; Hrabálek ،A. (2012) Synthesis and functionalization of 5-substituted tetrazoles. *European Journal of Organic Chemistry*, 2012(31): 6101-6118.

(51) Sarvary, A.; Maleki, A. (2015) A review of syntheses of 1, 5-disubstituted tetrazole derivatives. *Molecular diversity*,19(1):189-212.

(52) Ranjith, R. (2016) Journal of Chemical and Pharmaceutical Research, 2016, 8 (5): 505-526. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 8(5): 505-526.

(53) Lihames, H.S. (2016) Synthesis and Characterization of Some Heterocyclic Compound Tetrazole from Schiff Base. *journal of al-qadisiyah for pure science (quarterly)*, 3(21): 94-103.

(54) Stasevych, M.V.; Zvarych, V.I.; Lunin, V.V.; Khomyak, S.V.; Vovk, M.V.; Novikov, V.P. (2017) Synthesis of pyrazole and tetrazole derivatives of 9-10 ،anthraquinonylhydrazones. *Chemistry of Heterocyclic Compounds*, 53(8): 927-929.

(55) Basheer, H.A.; Ibrahim, A.A.; Ahmed, M.S. (2016) Synthesis of Some New Tetrazole and 1,3-Thiazolidin-4-One Derived from Schiff Base. *Swift Journal of Pure and Applied Chemistry*,(1)2 :1-3.

(56) Liu, H.; Du, D.M. (2009) Recent Advances in the Synthesis of 2-Imidazolines and Their Applications in Homogeneous Catalysis. *Advanced Synthesis & Catalysis*, 351(4): 489-519.

(57) Beyzaei, H.; Aryan, R.; Keshtegar, Z. (2014) Synthesis of new imidazolidine and tetrahydropyrimidine derivatives. *Advances in Chemistry*, 2014: 1-5.

(58) Qasim Mehdi Ismael, F.-H.A., Zeid Hassan Abood (2016) Synthesis and Characterization of New 1, 3, 4- Thiadiazoles Substituted with Imidazolidine Moiety. *International Journal of Science and Research*, 5(4): 536-542.

(59) Liu, H.; Yang, Z.; Pan, Z. (2014) Synthesis of Highly Substituted Imidazolidine-2, 4-dione (Hydantoin) through Tf2O-Mediated Dual Activation of Boc-Protected Dipeptidyl Compounds. *Organic letters*, 16(22): 5902-5905.

(60) Tawfiq, M.T. (2015) Synthesis, characterization and biological activity evaluation of new pyridazines containing imidazolidine moiety. *Int. J. Adv. Res.*, 4: 158-164.

(61) Mostafa, A.A.; Al-Rahmah, A.N.; Kumar, R.S.; Manilal, A.; Idhayadhulla, A. (2016) Biological Evaluation of Some Imidazolidine-2, 4-dione and 2-thioxoimidazolidin-4-one Derivatives as Anticoagulant Agents and Inhibition of MCF-7 Breast Cancer Cell Line. *International Journal of Pharmacology*, 12(4): 290-303

(62) Abood, Z.H.; Qabel, H.A. (2017) Microwave Synthesis and Preliminary Antibacterial Activities of New Imidazolidines Derived from 2-Aminobenzothiazole. *JOURNAL OF PHYSICAL AND CHEMICAL SCIENCES*,5(4):1-6.

(63) Hussain, A.; Kashif, M.K.; Naseer ،M.M.; Rana, U.A.; Hameed, S. (2015) Synthesis and in vivo hypoglycemic activity of new imidazolidine-2, 4-dione derivatives. *Research on Chemical Intermediates*, 41(10): 7313-7326.

(64) Dr.Subin Mary Zachariah, M.R., Namy George, Mohammad Salam Ashif (201 (5Azetidinones : An Overview. *Int. J. Pharm. Sci. Rev. Res.*, 30(1): 211-218.

(65) Sudheesh, G.S.S.a.S. (2014) Advances in synthesis of monocyclic b-lactams. *Reviews and Accounts*, 2014(i): 337-385.

(66) Deketelaere, S.; Van Nguyen, T.; Stevens, C.V.; D'hooghe, M. (2017) Synthetic Approaches toward Monocyclic 3-Amino-β-lactams. *ChemistryOpen*, 6(3): 301-319.

(67) Canzani, D.; Aldeek, F. (2017) Penicillin G's function, metabolites, allergy, and resistance. *Journal of Nutrition and Human Health*, 1(1): 28-40.

(68) Lobanovska, M.; Pilla, G. (2017) Focus: Drug Development: Penicillin's Discovery and Antibiotic Resistance: Lessons for the Future? *The Yale journal of biology and medicine*, 90(1): 135.

(69) Ghanim, S.T.F.A.a.H.T. (2016) Synthesis and characterization of β-Lactam compounds. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 8(8): 730-738.

(70) Turan, B.; Şendil, K.; Şengül, E.; Gültekin, M.S.; Taslimi, P.; Gulçin, İ.; Supuran, C.T. (2016) The synthesis of some β-lactams and investigation of their metal-chelating activity, carbonic anhydrase and acetylcholinesterase inhibition profiles. *Journal of enzyme inhibition and medicinal chemistry*, 31(sup1): 79-88.

(71) Thawra Ahmad, F.K., Chahid Moustapha (2015) Preparation and Characterization of Some New Azo Dyes, Azomethine Dyes and Heterocyclic - Schiff Bases Derivatives. *AASCIT Journal of Chemistry*, 2(2): 24-31.

(72) Hetal R. Makwana, A.H.M. (2017) A Brief Review Article: Thiazolidines Derivatives and Their Pharmacological Activities. *IOSR Journal of Applied Chemistry*, 10(11): 76-84.

(73) Devprakash, A.; Udaykumar, A. (2011) A complete review of thiazolidine-4-ones. *J. Pharm. Res*, 4(7): 2436-2440.

(74) Samir, A.H.; Ali, K.F.; Saeed, R.S. (2014) Synthesis and Characterization of Some NewThiazine, Azetidineand Thiazolidine Compounds Containing 1, 3, 4-Thiadiazole Moiety And Their Antibacterial Study. *Ibn AL-Haitham Journal For Pure and Applied Science*, 27(3): 350-364.

(75) da Silva, I.M.; da Silva Filho, J.; Santiago, P.B.G.d.S.; do Egito, M.S.; de Souza, C.A ؛.Gouveia, F.L.; Ximenes, R.M.; de Sena, K.X.d.F.; de Faria, A.R.; Brondani, D.J. (2014) Synthesis and antimicrobial activities of 5-arylidene-thiazolidine-2, 4-dione derivatives. *BioMed research international*, 2014.

(76) Singh, T.; Khobragade, D. (2014 (Synthesis of thiazolidine-4-one for their anthelmintic activity. *Unique J. Pharma. Biol. Sci*, 2(1): 13-15.

(77) RANA, A.K.; LADE, S.B.; JOSHI, M.J.; SHAH, N.M. (2013) Synthesis, Characterization and Antimicrobial Activity of Some Newly Synthesized 1, 3-Thiazolidin-4-one Derivatives. *Chem Sci Trans.*, 2(1): 192-196.

(78) Harika, M.; Sudha, B. (2014) Synthesis & characterization of N-thiadiazolyl thiazolidinone derivatives. *International Journal of Research in Pharmacy & Science*, 4(2).

(79) Pânzariu, A.-T ؛.Apotrosoaei, M.; Vasincu, I.M.; Drăgan, M.; Constantin, S.; Buron, F.; Routier, S.; Profire, L.; Tuchilus, C. (2016) Synthesis and biological evaluation of new 1, 3-thiazolidine-4-one derivatives of nitro-l-arginine methyl ester. *Chemistry Central Journal*, 10(1): 1-14.

(80) Yasir, A.; Mohammed, H. (2017) Synthesis of New Heterocyclic Derivative [4-(2-Phenyl-2, 3-Dihydrobenzo-1, 3-Oxazipine-4, 7-Dione) Benzaldehyde]. *Int. J. Adv. Res*, 5(5): 170-175.

(81) Bhimrao Baldevrao Wankhade, V.B.S., Sachin Sharad Mahajan, Shazia Anjum, Wajeda Anjum (2018) SYNTHESIS OF SOME NOVEL OXAZEPINES FROM SCHIFF BASES. *European Journal of Biomedical and Pharmaceutical Sciences*, 5(6): 470-472.

(82) Kareem, A.; Ghanim, H. (2015) Synthesis and Identification Some of 1, 3-Oxazepine Derivatives. *Journal of Applied, Physical and Biochemistry Research*, 5(1): 45-56.

(83) Taha, N.I. (2017) Synthesis of 1, 3-Oxazepine Derivatives Derived from 2-(1H-Benzo [d][1, 2, 3] Triazol-1-yl) Acetohydrazide by Using Microwave Irradiation. *International Journal of Organic Chemistry*, 7(03): 219.

(84) Verma, P.; Gupta, S.; Yadav, V. (2015) Catalyst-free and facile green synthesis of some novel oxazepine derivatives. *Der Chemica Sinica*, 6(5): 86-89.

(85) Ali, S.T.F.; Ghanim, H.T. (2016) Synthesis and characterization of heterocyclic compounds from amine derivative. *International Journal of ChemTech Research*, 9(9): 360-367.

(86) Hamak, K.F.; Eissa, H.H. (2013) Synthesis, Characterization, Biological Evaluation and Anti Corrosion Activity of Some Heterocyclic Compounds Oxazepine Derivatives from Schiff Bases. *Organic Chemistry: Current Research*, 2(3): 1.

(87) Sunil, D.; Ranjitha, C.; Rama, M.; Pai, K. (2014) Oxazepine derivative as an antitumor agent and snail1 inhibitor against human colorectal adenocarcinoma. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 3(8): 15357-15363.

(88) Guguloth, H. (2017) SYNTHESIS AND EVALUATION OF BENZOTHIAZOLYL-PYRAZOLINE DERIVATIVES AS POTENTIAL ANTICANCER AGENTS. *International Journal of Pharmacy and Biological Sciences*, 7(2): 173-181.

(89) Jadhav, S.A.; Kulkarni, K.M.; Patil, P.B.; Dhole, V.R.; Patil, S.S. (2016) Design, synthesis and biological evaluation of some novel pyrazoline derivatives. *Der Pharma Chemica*, 8(3): 38-45.

(90) Nasr-Esfahani, M.; Daghaghale, M.; Taei, M. (2017) Catalytic Synthesis of Chalcones and Pyrazolines Using Nanorod Vanadatesulfuric Acid: An Efficient and Reusable Catalyst. *Journal of the Chinese Chemical Society*, 64(1): 17-24.

(91) Padhy, G.K.; Panda, J ؛.Behera, A.K. (2017) Synthesis and characterization of novel benzimidazole embedded 1, 3, 5-trisubstituted pyrazolines as antimicrobial agents. *J. Serb. Chem. Soc.*, 82(9): 985-993.

(92) Jadhav, S.R.; Gayake, M.; Katade, S.R. (2018) Synthesis of series of chalcone and pyrazoline derivatives. *The Pharma Innovation Journal* 7(1): 223-225.

(93) Hawaiz, F.E.; Hussain, F.H.S.; Azeez, H.J. (2014) Synthesis and Characterization of Some New 5-[2, 4-di (4-Chlorobenzyloxy) Phenyl]-3-(4-Substituted Phenyl)-2-Pyrazolines. *Journal of Materials Science and Engineering A*, 4(11): 361-366.

(94) ALKazmi, A.A.; Hawais, F.E.; Alasadi, Y.K. (2017) Synthesis and Characterization of some Pyrazoline derivatives from Chalcones containing azo and ether groups. *Tikrit Journal of Pure Science*, 22(9): 69-75.

(95) KRISHNA VENI CHIKKULA, R.S. (2017) ISOXAZOLE–A POTENT PHARMACOPHORE. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 9(7): 13-24.

(96) Ajay Kumar, K.; Govindaraju, M.; Renuka, N.; Vasanth Kumar, G. (2015) Isoxazolines: An insight to their synthesis and diverse applications. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(3): 250-257.

(97) Govindaraju, M.; Vasanth Kumar, G.; Ajay Kumar, K. (2014) Synthesis and antimicrobial activity of novel isoxazolines by-3 ،1 dipolar cycloaddition reactions. *International Journal of ChemTech Research*, 6(2): 886-890.

(98) SURESH D. DHIRBASSI*, S.R.D.a.; KHAWALE, D.S. (2012) SYNTHESIS OF CHALCONES AND 3, 5-DIARYL-Δ2- ISOXAZOLINES. *Int. J. Chem. Sci.*, 10(2): 777-782.

(99) Kaur, K.; Kumar, V.; Sharma, A.K.; Gupta, G.K. (2014) Isoxazoline containing natural products as anticancer agents: a review. *European journal of medicinal chemistry*, 77(2014): 121-133.

(100) FENJAN, A.A.M.; SABRE, H.M. (2015) SYNTHESIS AND CHARACTRIZATION OF SOME NOVEL [5, 6]-DIHYDROPYRIMIDINE AND [4, 5]-DIHYDROISOXAZOL DERIVATIVES. *BEST: International Journal of Humanities, Arts, Medicine and Sciences*, 3(11): 1-8.

(101) Gunkara, O.T.; Nuket, O. (2018) Synthesis of New N-Phthalimide Substituted Tricyclic Imide Containing Isoxazoline and Bispiro Functional Group as Possible Anti-cancer Agents. *Journal of the Turkish Chemical Society, Section A: Chemistry*, 5(1): 73-84.

(102) Safaei-Ghomi, J.; Ghasemzadeh, A.M. (2012) Synthesis of some 3, 5-diarylisoxazoline derivatives in ionic liquids media. *Journal of the Serbian Chemical Society*, 77(6): 733-739.

(103) Thirunarayanan, G. (2016) ANTIMICROBIAL POTENT OXAZINE-2-AMINE DERIVATIVES. *Mintage Journal of Pharmaceutical and Medical Sciences*, 5(3): 16-22.

(104) Sindhu, T.; Arikkatt, S.; Vincent, G.; Chanran, M.; Bhat, A.; Krishnakumar, K. (2013) Biological activities of oxazine and its derivatives: a review. *Int J Pharma Sci Res*, 4(11): 134-143.

(105) Mathew George , L.J., Hithin Raj.Sadanandan (2016) A Review on Screening of Novel Oxazine Derivatives for Certain Pharmacological Activities. *IJPPR*, 6(1): 1-6.

(106) Bansal, P.; Jasuja, N.D.; Sharma, G. (2016) Novel and Efficient Microwave-Assisted Three Component Reaction for the Synthesis of Oxazine Derivatives. *ORIENTAL JOURNAL OF CHEMISTRY*, 32(4): 2131-2138.

(107) Thirunarayanan, G.; Sundararajan, R.; Arulkumaran, R. (2014) Aryl Chalcones as Efficient Precursors for Deriving Oxazine: Solvent-free Synthesis and Antimicrobial Activities of some Oxazine-2-amines. *International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy*, 4: 82-97.

(108) Jayaseelan, D.; Ganapathi, M.; Guhanathan, S. A Conventional and Microwave Assisted Synthesis of 4, 6-Diphenyloxazines and Its Characterisation. *International Journal of Innovative Research in Science & Engineering*: 1-7.

(109) Anusha, P.; Manichandrika, P.; Zeba Begum, N. (2016) Synthesis of Schiff's base Derivatives of Oxazine from Chalcones and Evaluation of their Antiinflammatory Activity. *International Research Journal of Pharmaceutical and Biosciences*, 3(2): 53-60.

(110) Zhang, M.-Z.; Zhang, R.-R.; Yin, W.-Z.; Yu, X.; Zhang, Y.-L.; Liu, P.; Gu, Y.-C.; Zhang, W.-H. (2016) Microwave-assisted Synthesis and antifungal activity of coumarin [8, 7-e][1, 3] oxazine derivatives. *Molecular diversity*, 20(3): 611-618.

(111) Asif, M. (2015) Chemical and Pharmacological Potential of Various Substituted Thiazine Derivatives. *J. Pharm. Appl. Chem*, 1(2): 49-64.

(112) Damanjit, C.S. (2013) SYNTHESIS AND BIOLOGICAL EVALUATION OF 1, 3-THIAZINES-A REVIEW. *Pharmacophore*, 4(3): 70-88.

(113) Lincy, J.; Mathew, G.; Johnson, J.V. (2017) A review on synthesis, characterization and biological screening of novel 1, 3-thiazine derivatives using chalcones. *The Pharma Innovation*, 6(2, Part A): 1.

(114) PRAVEEN KUMAR SHARMA, R.M. (2017) A REVIEW: THIAZINES DERIVATIVES TREATED AS POTENTIAL ANTIMICROBIAL AGENTS. *Asian J Pharm Clin Res*, 10(1): 43-46.

(115) Suganya, R.; Ganapathi, M.; Ravi, A. (2016) SYNTHESIS OF SUBSTITUTED BIS-THIAZINE DERIVATIVES OF IMINE COMPOUNDS AND ITS CHARACTERIZATION. *International Journal of Applied and Advanced Scientific Research*, 1(2): 70-74.

(116) Deshmukhi, N. (2016) Design, facile synthesis, and biological evaluation of novel 1, 3-thiazine derivatives as potential anticonvulsant agents .*Asian J Pharm Clin Res*, 9(5): 272-276.

(117) Babu, K.; Selvi, D.; Pitchai, P. (2015) Synthesis and microbial studies of novel 1, 3-thiazine compounds bearing schiff base moiety. *Der Pharma Chemica*, 7(10): 89-92.

(118) Altaf, A.A.; Shahzad, A.; Gul, Z ؛.Rasool, N.; Badshah, A.; Lal, B.; Khan, E. (2015) A review on the medicinal importance of pyridine derivatives. *Journal of Drug Design and medicinal chemistry*, 1(1): 1-11.

(119) Ibrahim, H.M.; Behbehani, H. (2014) Synthesis of A New Class of Pyridazin-3-one and 2-Amino-5-arylazopyridine Derivatives and Their Utility in the Synthesis of Fused Azines. *Molecules*, 19(2): 2637-2654.

(120) Asif, M. (2016) Biological Potential and Chemical Properties of Pyridine and Piperidine Fused Pyridazine Compounds: Pyridopyridazine a Versatile Nucleus. *Asian Journal of Chemistry and Pharmaceutical Sciences*, 1(1): 29-35.

(121) Latif, N.A.A.; Saeed, M.M.; Ahmed, N.S.; Batran, R.Z.; El-Mouhty, N.R. (2014) Synthesis of some pyridine, pyrimidine and cyclohexenone derivatives as antibacterial agents. *SYNTHESIS*, 3(1): 8517-8529.

(122) Mekheimer, R.A.; Al-Sheikh, M.A.; Medrasi, H.Y.; Alsofyani, N.H.H. (2018) A Novel Synthesis of Highly Functionalized Pyridines by a One-Pot, Three-Component Tandem Reaction of Aldehydes, Malononitrile and N-Alkyl-2-cyanoacetamides under Microwave Irradiation. *Molecules*, 23(3): 1-11.

(123) Su, M.S.; Ji, X.J.; Zhao, B.B.; Tian, M.; Ma, J.J. (2015) Phosphotungstic Acid Catalyzed One-Pot Synthesis of 2-amino-3, 5-dicarbonitrile-6-thio-pyridines in Aqueous Media. *J. Chem. Soc. Pak*, 37(06): 1130-1134.

(124) Dansena, H.; Dhongade, H.; Chandrakar, K. (2015) Pharmacological potentials of pyrimidine derivative: a review. *Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*, 8(4): 171-177.

(125) IBRAHIM, A.O ؛.Kolawole, O.A.; Banjo, S. (2018) Molecular Properties of the Valence Isomers of Diazines: Density Functional Theory (DFT) and Møller Plesset (mp2) Methods. *Int. J. Modern Chem*, 10(1): 117-137.

(126) Patil, S.B. (2018) Biological and Medicinal Significance of Pyrimidines: A Review. *INTERNATIONAL JOURNAL OF PHARMACEUTICAL SCIENCES AND RESEARCH*, 9(1): 44-52.

(127) Bhat, A.R. (2017) Biological Activity of Pyrimidine Derivativies: A Review. *Organic and Medicinal Chemistry International Journal*, 2(2): 1-4.

(128) Schmidt, E.Y.; Tatarinova, I.V.; Protsuk, N.I.; Ushakov, I.A.; Trofimov, B.A. (2016) A One-Pot Synthesis of 2-Aminopyrimidines from Ketones,

Arylacetylenes, and Guanidine. *The Journal of organic chemistry*, 82(1): 119-125.

(129) Ashid, M.; Yogi, P.; Katariya, D.; Agarwal, P.; Joshi, A. (2016) PYRIMIDINE: MEDICINAL AND BIOLOGICAL SIGNIFICANCE A. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 5(9): 990-1009.

(130) Sahoo, B.M.; Rajeswari, M.; Jnyanaranjan, P.; Binayani, S. (2017) Green Expedient Synthesis of Pyrimidine Derivatives via Chalcones and Evaluation of their Anthelmintic Activity. *INDIAN JOURNAL OF PHARMACEUTICAL EDUCATION AND RESEARCH*, 51(4): S700-S706.

(131) El-Gaby, M.S.; Micky, J.A.; Saleh, N.M.; Ammar, Y.A.; Mohamed, H.S. (2015) Synthesis and spectroscopic characterization of novel 2-amino-4, 5, 6, 7-tetrahydro-3H-cyclopenta [d] pyrimidine and pyrimido [1, 2-a] pyrimidine derivatives. *Chinese Chemical Letters*, 26(6): 690-694.

(132) Eswara Rao, G.; Srinivasa Babu, P.; Sai Koushik, O ؛.Sharmila, R.; SSS, M.K. (2016) SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND BIOLOGICAL EVALUATION OF PYRIMIDINES FROM CHALCONES. *International Journal of Recent Scientific Research*, 7(4): 10238-10241.

(133) Kumar, N.; Drabu, S.; Shalini, K. (2017) Synthesis and pharmacological screening of 4, 6-substituted di-(phenyl) pyrimidin-2-amines. *Arabian Journal of Chemistry*, 2017(10): S877-S880.

(134) Kumar, A.; Verma, S.; Mishra, A.K.; Kumar, S. (2017) Synthesis of some new Schiff bases of Pharmaceutical Interest. *Ann Adv Chem*, 2017(1): 53-56.

(135) Al-Majidi, S.M.; Rasheed, H.A.M.; Al-Mugdadi, S.F.H. (2016) Synthesis, Identification and Evaluation of Antimicrobial Activities of some New N-substituted 2-azetidinone, Imidazolidinone and tetrazole derivatives of 2-(methylthio) benzimidazole. *International Journal of Science and Research*, 6(6): 1009-1016.

(136) Gupta, V.; Pandurangan, A. (2013) Synthesis and Antimicrobial Activity of Some New 5-Oxo-Imidazolidine Derivatives. *Open Journal of Advanced Drug Delivery*, 1(4): 413-4.21

(137) Ramachandran, S.; Bharathi, B.; Lavanya, R.; Nandhini, R.; Sivaranjani, R.; Sundhararajan, R. (2017) synthesis, characterisation, antimicrobial evaluation of 2-hydroxy phenyl thiazolidine-4-one derivative. *world journal of pharmacy and pharmaceutical sciences*, 6(8): 278-283.

(138) Sayed, M.; Eldean, A.M.K.; Ahmed, M.M.; Hassanien, R. (2017) synthesis of some new heterocyclic compounds containing indole moeity. *European Chemical Bulletin*, 6(4): 171-176.

(139) Alexander, A.K.; Joseph, L.; George ،M. (2016) Synthesis of Novel 5, 6–Benz 1, 3–Oxazepine 4, 7–Dione Derivatives and Screening for Antibacterial, Antioxidant and Anti-Inflammatory Activities. *European Journal of Pharmaceutical and Medical Research*, 3(7): 330-336.

(140) VH, E.S.; Setyowati ،W.A.E., A Green Synthesis of Chalcones As an Antioxidant and Anticancer. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, Science, I.C.o.C.a.M., Ed. IOP Publishing: 2018; Vol. 299, pp 1-7.

(141) Monga, V.; Goyal, K.; Steindel, M.; Malhotra, M ؛.Rajani, D.P.; Rajani, S.D. (2014) Synthesis and evaluation of new chalcones, derived pyrazoline and cyclohexenone derivatives as potent antimicrobial, antitubercular and antileishmanial agents. *Medicinal Chemistry Research*, 23(4): 2019-2032.

(142) Ahmed abdul Hassan Al-Kadhimi, A.K.A.-K.a.M.G.A.-D. (2013) Synthesis, Characterization of Some New Heterocycles bearing benzofuran Moiety. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 4(3): 159-168.

(143) RM, C.G.a.R. (2018) Synthesis of 1,3-Oxazine derivative from Chalcone and Screening for their Anti-Oxidant and Anti-Inflammatory activity. *International Research Journal of Pharmaceutical and Biosciences*, 4(9): 19-27.

(144) Sowjanya, D.; Sowndarya, D.; Mounika, N.; Jyothi, K.N.; Lakshmi, P.S.N.; Sree, B.S.; Rao, A.L. (2016) synthesis & characterisation of some novel heterocyclic compounds from chalcones. *International Journal of Applied Pharmaceutical Sciences*, 3(4): 9-13.

(145) Rajkumar, T.; Paramesh, S.; Ramesh, B.; Pushapalatha, G. ; Bharathi, K.; Ramesh, C. (2014) Synthesis, characterization and evaluation of some cyanopyridine derivatives. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 3(7): 956-968.

(146) Hafez, O.; Nassar, M.I.; El-Kousy, S.M.; Abdel-Razik, A.F.; Sherien ، M.; El-Ghonemy, M.M. (2014) Synthesis of some new carbonitriles and pyrazolecoumarin derivatives with potent antitumor and antimicrobial activities. *Acta Pol Pharm*, 71(4): 594-601.

(147) Kachroo, M.; Panda, R.; Yadav, Y. (2014) Synthesis and biological activities of some new pyrimidine derivatives from chalcones. *Pharm Chem*, 6(2): 352-359.

(148) Yahyazadeh, A.; Azimi, V. (2013) Synthesis of some unsymmetrical new schiff bases from azo dyes. *European Chemical Bulletin*, 2(7): 453-455.

(149) Taghizadeh, M ؛.Javidan, A.; Salmani, A. (2017) Synthesis and Docking Study on Thiadiazolo [3, 2-a][1, 3] diazepin-8 (5H)-one Derivatives as Selective GABAA agonists. *Journal of Sciences, Islamic Republic of Iran*, 28(1): 13-19.

(150) Shaygan, S.; Pasdar, H.; Foroughifar, N.; Davallo, M.; Motiee, F. (2018) Cobalt (II) Complexes with Schiff Base Ligands Derived from Terephthalaldehyde and ortho-Substituted Anilines: Synthesis, Characterization and Antibacterial Activity. *Applied Sciences*, 8(85): 1-12.

(151) Canpolat, E ؛.Şahal, H.; Kaya, M.; Gur, S. (2014) Synthesis, Characterization, Antibacterial and Antifungal Activities Studies of Copper (II), Cobalt (II) and Zinc (II) Complexes of the Schiff Base Ligand Derived from 4, 4-Diaminodiphenylether. *Journal of the Chemical Society of Pakistan*, 36(1): 106-112.

(152) Al-Shammari, A.M.; Salman, M.I.; Saihood, Y.D.; Yaseen, N.Y.; Raed, K.; Shaker, H.K.; Ahmed, A.; Khalid, A.; Duiach, A. (2016) In vitro synergistic enhancement of Newcastle Disease Virus to 5-fluorouracil cytotoxicity against tumor cells. *Biomedicines*, 4(3): 1-10.

(153) Xavier, A.; Srividhya, N. (2014) Synthesis and study of Schiff base ligands. *Journal of Applied Chemistry*, 7(11): 06-15.

(154) Akhlaghinia, B.; Rezazadeh, S. (2012) A novel approach for the synthesis of 5-substituted-1H-tetrazoles. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 23(12): 2197-2203.

(155) Abdullah, H.M.; Jassim, I.K.; Safi, M.N. (2013) Synthesis and characterization of new heterocyclic compounds with studying its biological activity. *karbala journal of pharmaceutical sciences*, (4): 119-135.

(156) Chate, A.V.; Tathe, A.G.; Nagtilak, P.J.; Sangle, S.M.; Gill, C.H. (2016) Efficient approach to thiazolidinones via a one-pot three-component reaction involving 2-amino-1-phenylethanone hydrochloride, aldehyde and mercaptoacetic acid. *Chinese Journal of Catalysis*, 37(11): 1997-2002.

(157) Al-Shamkhani, Z.A.N.; Al-Hazam, H.A.; Al-Mosawi, S.K. (2015) Microwave Assisted Synthesis, Characterization and Antibacterial Study of Some Novel Schiff's Bases, Thaizolidinone and Chalcone Compounds Derived from Mefenamic Acid. *Chemistry and Materials Research*, 7(2).

(158) Abdul–Wahid, J.H.; Hameed, A.S.; Mohammed, A.K. (2016) Synthesis Characterization of Some New Heterocyclic Compounds Containing1, 3-Oxazepine Ring. *kirkuk university journal for scientific studies*, 11(3): 237-247.

(159) Perrin, C.L.; Chang, K.-L. (2016) The complete mechanism of an aldol condensation. *The Journal of organic chemistry*, 81(13): 5631-5635.

(160) Khensaa S. Saud, N.L.S.a.A.A.S (2015) .Synthesis and characterization of some new pyrazolines derivatives and their biological activity. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(12): 1042-1055.

(161) Ali, M.F.; Khlafulla, A.M. Synthesis of Benzimidazole Derived Chalcones and their Heterocyclic Derivatives. *International Journal of Engineering and Applied Sciences*, 3(6): 13-16.

(162) Majeed, N.S. (2013) Preparation and identification of some new compounds chalcone and new derivatives of 1, 3-oxazpine. *journal of al-qadisiyah for pure science (quarterly)*, 18(4): 181-195.

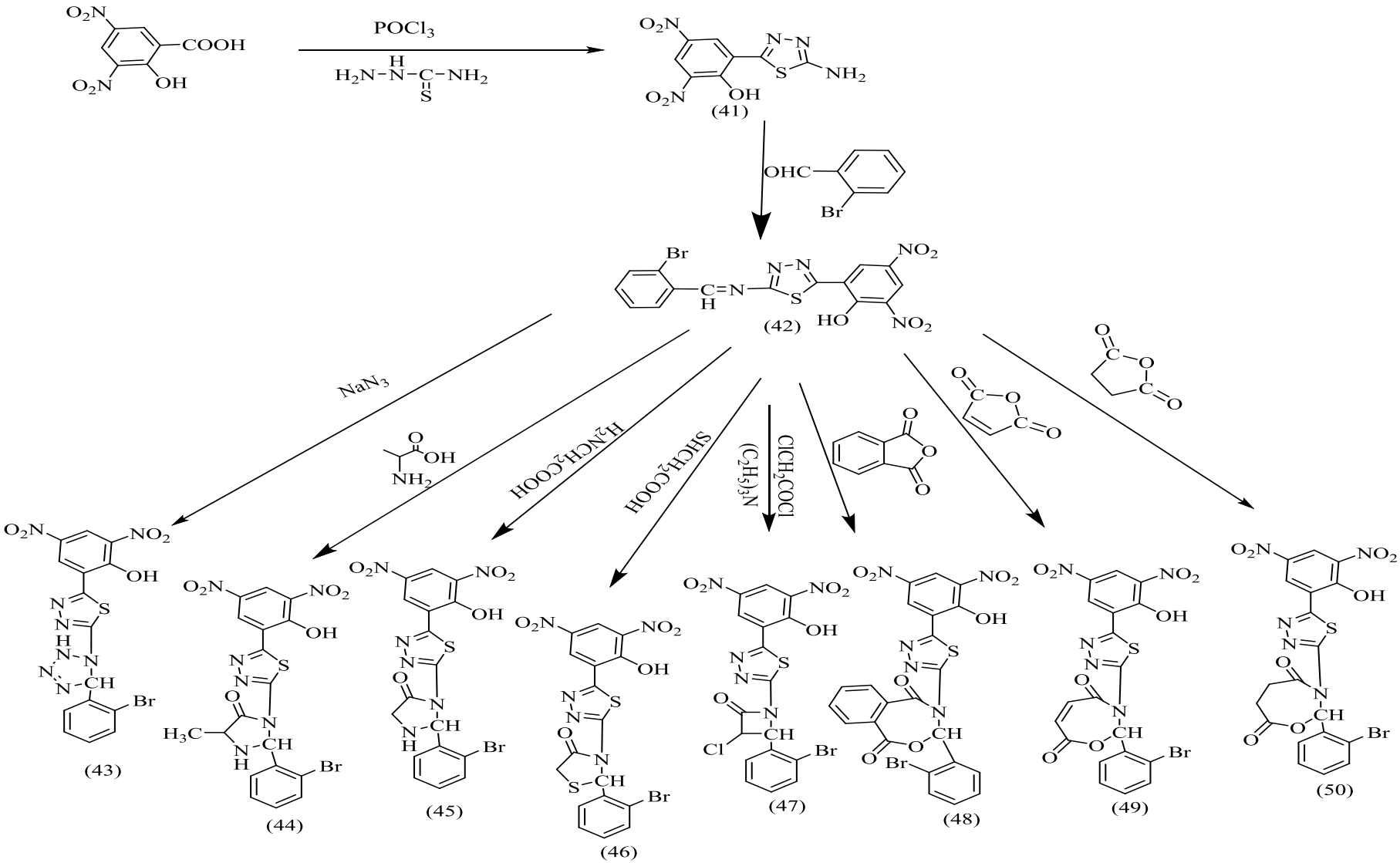
(163) Ahmed abdul Hassan Al-Kadhimi, A.K.A.-K.a.M.G.A.-D. (2013) Synthesis, Characterization of Some New Heterocycles bearing benzofuran Moiety. *RJPBCS*, 4(3): 159-168.

(164) Tkachova, V.P.; Gorobets, N.Y.; Tkachov, R.P.; Musatov, V.I.; Dyachenko, V.D. (2012) Competing transformations of 2-cyanoacetanilides in reactions with derivatives of ethoxymethylenemalonic acid. *Arkivoc*, 6: 398-411.

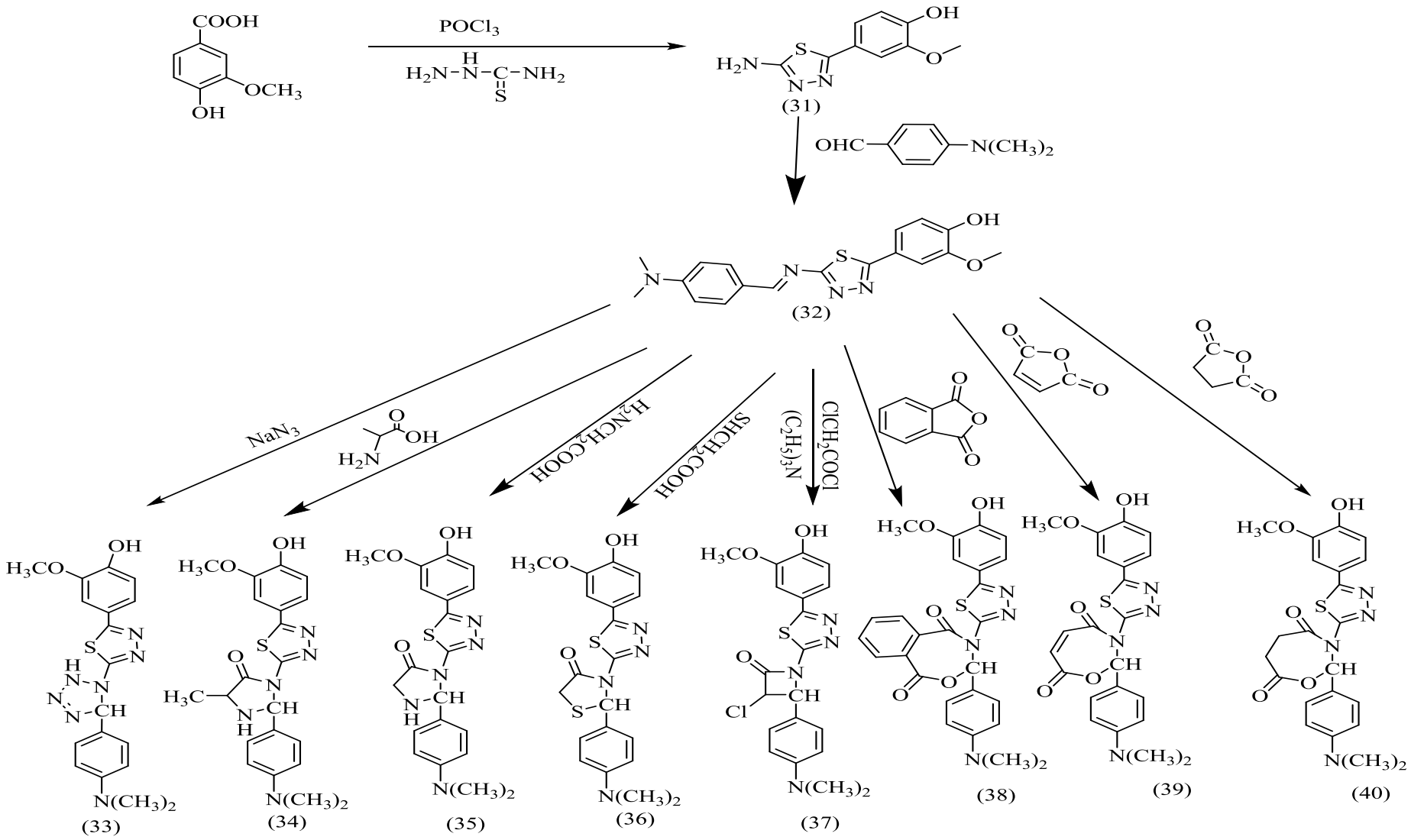
(165) DS Kundariya, N.J.a.P.G. (2012) Synthesis towards 4, 6-Disubstituted Pyrimidines via Chalcone Derivatives and Their Biological Evaluation. *RJPBCS*, 3(4): 325-337.

(166) Addnan, L. (2016) SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF NEW AZO DYE (1-(4-SULFONYL PHENYL AZO)-2-(7-CHLORO-4-[{4-(DIETHYL AMINO)-1-METHYL BUTYL} AMINO] QUINDINE FROM CHLOROQUINE DIPHOSPHATE AND STUDY ANTIBACTERIAL ACTIVITY. *Basrah Journal of Veterinary Research.*, 15(1): 271-277.

(167) Issac, Y.A.; EISSA, A.; TANTAWY, A.; EL-SAWY, A.; MOHAMED, S. (2012) Synthesis of pentadecanyl-amino thiadiazole pharmacophores and their antimicrobial assessments. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 4(5): 2744-2750.

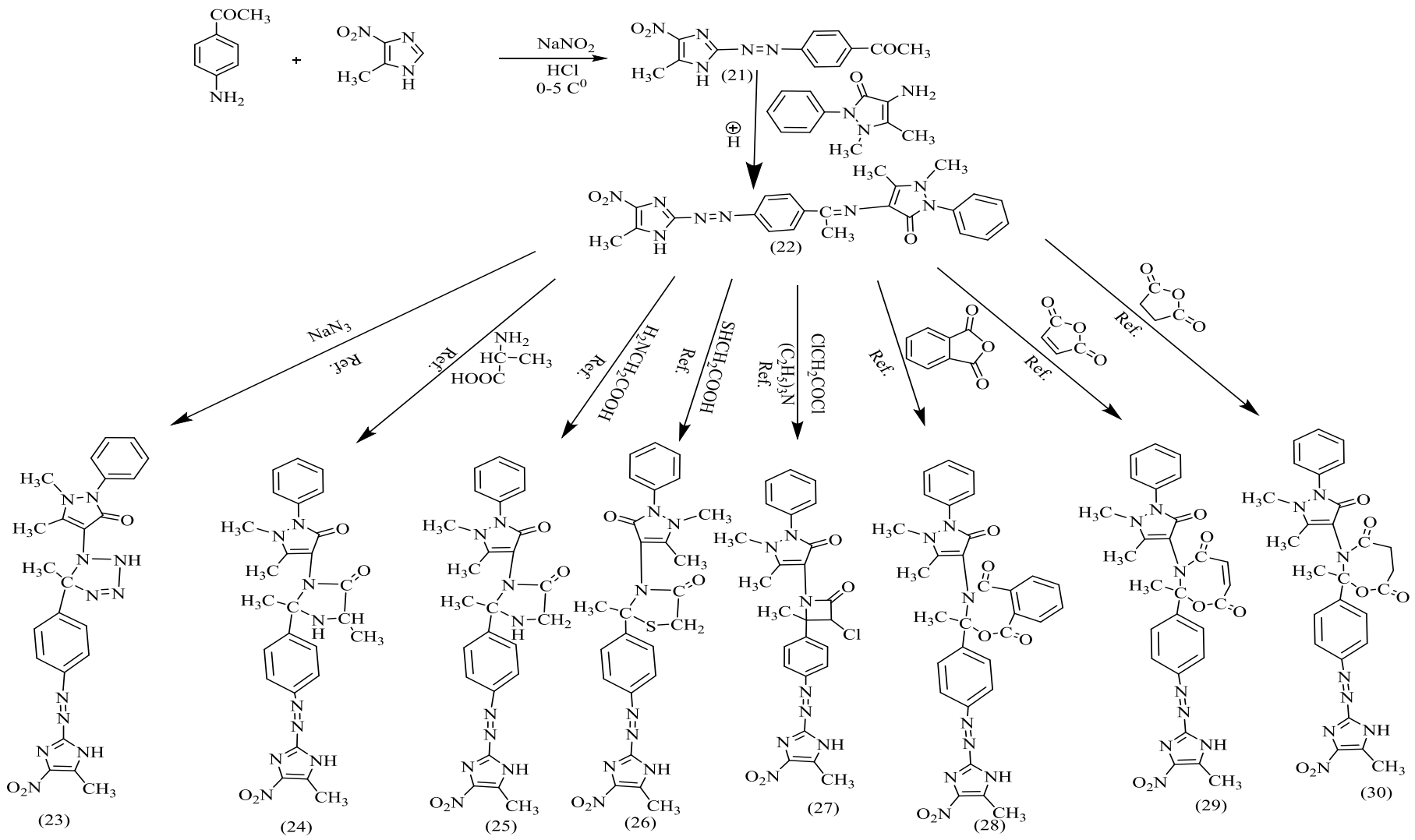

POCl3
(41)
(42)
NaN3
H2NCH2COOH
SHCH2COOH
ClCH2COCl
(C2H5)3N
(43)
(44)
(45)
(46)
(47)
(48)
(49)
(50)

**مخطط 5**

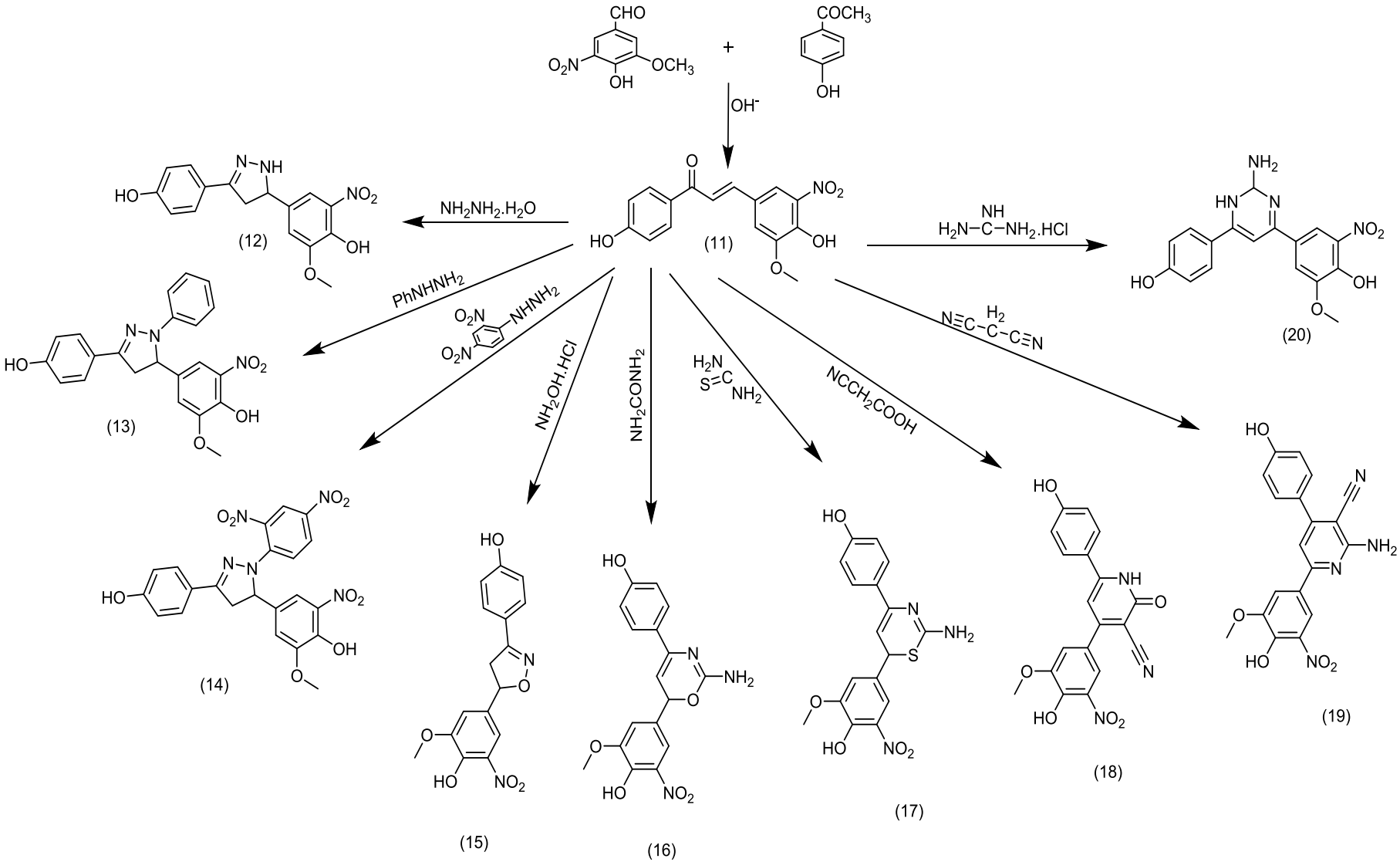


COOH
OCH3
OH
POCl3
H2N-N-C-NH2
H
S
OH
H2N
S
N-N
O
(31)
OHC
N(CH3)2
N
(32)
NaN3
H2N
OH
H2NCH2COOH
SHCH2COOH
ClCH2COCl
(C2H5)3N
H3CO
N(CH3)2
(33)
(34)
(35)
(36)
(37)
(38)
(39)
(40)

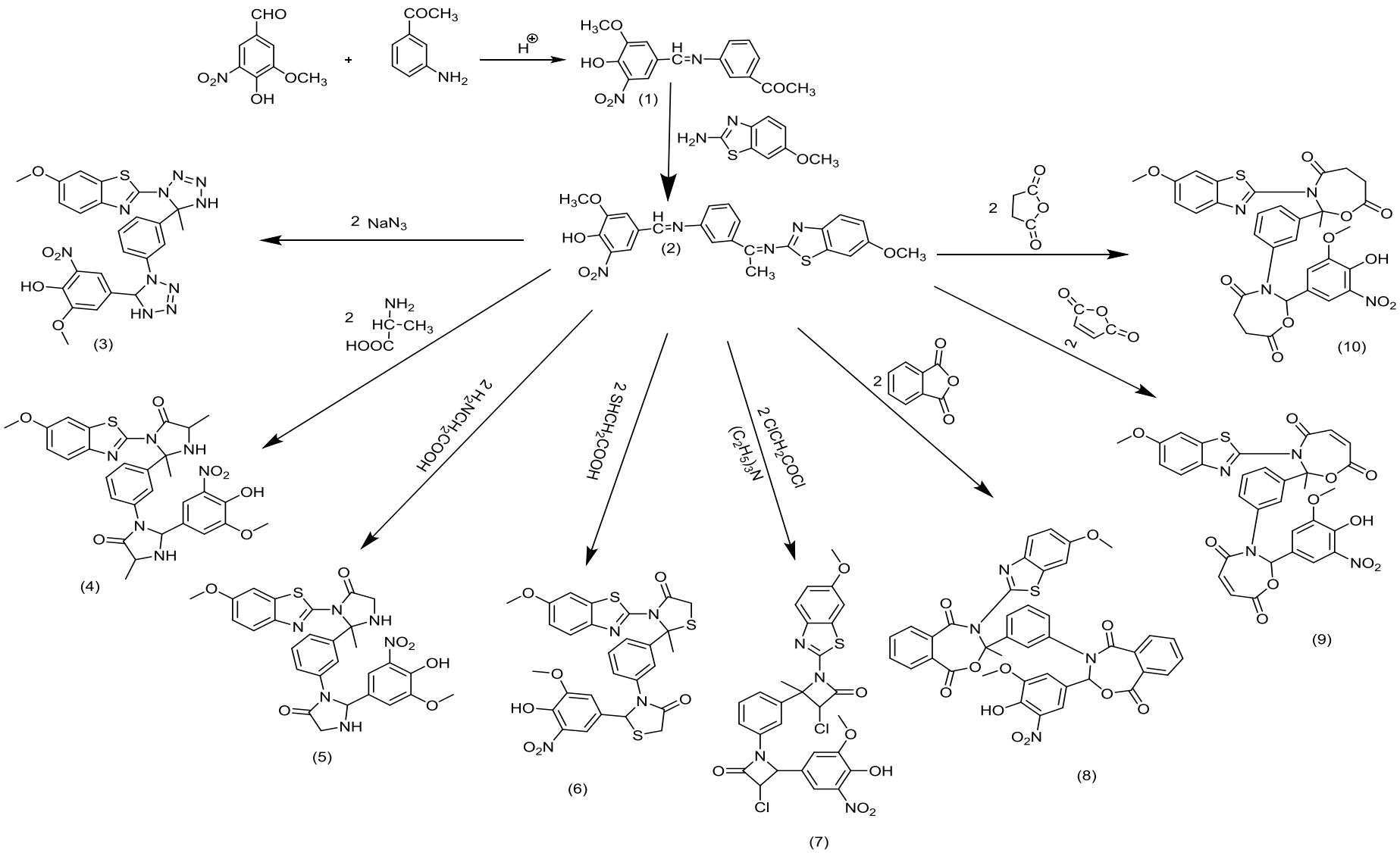

**مخطط 4**


NaNO2
HCl
0-5 C0
(21)
(22)
NaN3
Ref.
H2NCH2COOH
SHCH2COOH
ClCH2COCl
(C2H5)3N
(23)
(24)
(25)
(26)
(27)
(28)
(29)
(30)

**مخطط 3**


CHO
$O_2N$
OH
$OCH_3$
+
$COCH_3$
OH
$OH^-$
O
$NO_2$
HO
(11)
OH
O
$NH_2NH_2.H_2O$
N–NH
(12)
$PhNHNH_2$
N–N
(13)
$O_2N$
$NHNH_2$
$NH_2OH.HCl$
(14)
$NH_2CONH_2$
N
O
(15)
$H_2N$
S=C
$NH_2$
(16)
$NCCH_2COOH$
S
(17)
NH
(18)
$H_2N-C-NH_2.HCl$
$NH_2$
HN
(20)
$N\equiv C-C-C\equiv N$
$H_2$
N
(19)

**مخطط 2**



CHO
$O_2N$
$OCH_3$
OH
+
$COCH_3$
$NH_2$
$H^{\oplus}$
$H_3CO$
HO
$O_2N$
(1)
$H_2N$
$OCH_3$
(2)
2 $NaN_3$
(3)
2
$NH_2$
HC-$CH_3$
HOOC
(4)
2 $H_2NCH_2COOH$
(5)
2 $SHCH_2COOH$
(6)
2 $ClCH_2COCl$
$(C_2H_5)_3N$
(7)
(8)
(9)
(10)


**مخطط 1**

, 2,4-dinitro phenyl hydrazine , hydroxyl amine hydrochloride , urea , thiourea , ethyl cyanoacetate , malononitrile , guanidine hydrochloride ) to get ( pyrazoline 12,13,14 , isoxazoline 15 , oxazine 16 , thiazine 17, pyridine 18,19 , pyrimidine 20 ) derivatives as shown in scheme 2.

**In path ( 3 )**

3-aminoacetophenone react with 4-nitro-5-methylimidazole in acid medium and temperature from (0-5) $^{0}$C to get azo derivative 21, wich react with 4-aminoantipyrine to get azo–Schiff base (22) that react with (sodium azide, alanine, glycine, thioglycolic acid, chloroacetylchloride , phthalic anhydride , maleic anhydride, succinic anhydride ) to get (tetrazoline 23, imidazolidine 24,25 , thiazolidine 26, β-lactam 27, oxazepine 28,29,30 ) derivatives as shown in scheme 3.

**In path (4)**

Vanillic acid react with thiosemicarbazide to get thiadiazole (31) derivative which react with p-dimethylaminobenzaldehyde to get Schiff base derivative(32) then react (sodium azide, alanine, glycine, thioglycolic acid, chloroacetylchloride , phthalic anhydride , maleic anhydride, succinic anhydride ) to get (tetrazoline 33, imidazolidine 34,35 , thiazolidine 36, β-lactam 37, oxazepine 38,39,40 ) derivatives as shown in scheme 4.

**In path (5)**

3,5-dinitrosalicylic acid react with thiosemicarbazide to get thiadiazole (41) derivative which react with p-dimethylaminobenzaldehyde to get Schiff base derivative(42) then react (sodium azide, alanine, glycine, thioglycolic acid, chloroacetylchloride , phthalic anhydride , maleic anhydride, succinic anhydride ) to get (tetrazoline 43, imidazolidine 44,45 , thiazolidine 46, β-lactam 47, oxazepine 48,49,50 ) derivatives as shown in scheme 5.

## Summary

This thesis included the preparation and identification of a number of heterogeneous ring compounds from derivatives (5-nitrovanillin, 4-nitro-5-methylimidazole, 2-amino-6-methylbenzothazole, vanillic acid, 3,5-dinitrosalicylic acid) (Tetrazoline, imidazolidine, thiazolidine, beta-lactam, oxazepine, paracoline, isoxazoline, oxazine, thiazine, berydine, pyrimidine, thiazazole). All compounds identified by the FT.IR spectrum, the NMR spectrum of 1H.NMR and the NMR spectrum of 13C.NMR were analyzed and accurate analysis of the elements (C.H.N).

The effect of these compounds on two types of bacteria (staphylococcus and Escherichia coli) was studied. Some of the compounds that had a strong inhibitory effect were identified (18, 23, 36, 48, 33) and their effect on Hep2cancer.The compound (18 and 33) showed good results with 70% response rate.

The thesis included the preparation of major derivatives and through which the synthesis of other derivatives by five pathes:

**In path ( 1 )**

1- reaction 5- nitrovanilline with 3- aminoacetophenone in acid medium to get Schiff base (1).

2- (1) react with 2-amino-6-methoxybenzothazole to get derivative have two Schiff base group (2).

3- (2) react with (sodium azide, alanine, glycine, thioglycolic acid, chloroacetylchloride , phthalic anhydride , maleic anhydride, succinic anhydride ) to get (tetrazoline 3, imidazolidine 4,5 , thiazolidine 6, β-lactam 7, oxazepine 8,9,10 ) derivatives as shown in scheme 1.

**In path ( 2 )**

5-nitrovanilline react with p-hydroxyacetophenone in alkaline medium to get chalcone (11) derivative which react with (hydrazine , phenyl hydrazine

REPUBLIC OF IRAQ
MINISTRY OF HIGHER EDUCATION AND SCIENTIFIC RESEARCH
UNIVERSITY OF AL-QADISIYAH
COLLEGE OF EDUCATION/ CHEMISTRY DEPARTMENT

# Synthesis and identification of some new heterocyclic derivatives from ( carbonyl and carboxyl ) compounds and study of their biological activity

**A Thesis**

**Submitted to the Council College of Education University of Al-Qadisiyah in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Doctorate Philosophy in Chemistry/organic Chemistry**

**By**

**Rafid Kais Kmal**

**B.Sc. in Chemistry 2006 University of Al-Qadisiyah**

**M.Sc. in Chemistry 2012 University of Al-Qadisiyah**

**Supervised By**

**Assist. Prof. Dr. Shaimaa Adnan Behjet**

**2019 AD** **1440 AH**