



جمهورية العراق  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
جامعة بابل – كلية العلوم  
قسم الكيمياء

## ( تحضير وتشخيص مركب الفورمازان )

بحث مقدم

الى مجلس قسم الكيمياء - كلية العلوم – جامعة بابل  
وهو جزء من متطلبات نيل درجة البكالوريوس في العلوم / الكيمياء  
من قبل

عباس حسن حبيب محسن

باشراف

أ.م.د. شيرين رضا رسول

2022 م

1443هـ

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

اقْرَأْ بِاسْمِ رَبِّكَ الَّذِي خَلَقَ ﴿1﴾ خَلَقَ  
الْإِنْسَانَ مِنْ عَلَقٍ ﴿2﴾ اقْرَأْ وَرَبُّكَ  
الْأَكْرَمُ ﴿3﴾ الَّذِي عَلَّمَ بِالْقَلَمِ ﴿4﴾ عَلَّمَ  
الْإِنْسَانَ مَا لَمْ يَعْلَمْ ﴿5﴾

صدق الله العلي العظيم

سورة العلق (1-5)

## الإهداء

حينما يعجز المرء أن ينطق عرفانا بالجميل... تتكلم الأقلام  
لأنتقي من بين كل القلوب النقية قلوبكم لأهديكم ثمرة جهدي هذا...

إلى من اشتراط الله مرضاته برضاهم ...  
و اودع الرحمة و الحب فيهما ...

قدوتي الاولى و نبراسي في الحياة ...

(والدي)

التي رأني قلبها قبل عينيها ...

(والدتي)

إلى من في عيني اليمنى ملوك و سلاطين ...  
إلى من في عيني اليسرى دواء كل عله ...

(أخواني و أخواتي)

اهدي عملي هذا ...

عباس حسن حبيب محسن

## شكر وتقدير

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

( رَبِّ أَوْزِعْنِي أَنْ أَشْكُرَ نِعْمَتَكَ الَّتِي أَنْعَمْتَ عَلَيَّ )

صدق الله العلي العظيم ( النمل ) ( 19 )

(الشكر والحمد لله تعالى والصلاة والسلام على سيد المرسلين وعلى اله وصحبه اجمعين) من دواعي سروري وأنا أنتهي من إعداد بحثي هذا أن أتقدم بشكري وإمتناني لأستاذتي الفاضلة ( الدكتوراة شيرين رضا رسول بارح ) لإشرافها على البحث وعلى توجيهاتها وملاحظاتها القيمة التي شاركت في إغناء هذه البحث والذي لم تتوان لحظة في تقديم المساعدة طيلة مدة البحث فلها مني كل التقدير والإحترام وجزيل الثناء

وأقدم شكري وتقديري الى رئاسة قسم الكيمياء وجميع أساتذتي الافاضل في قسم الكيمياء

و عرفانا بالجميل يسرني ويشرفني ان أتقدم بأسمى آيات الشكر والامتنان إلى

( الدكتوراة حلا شخير هلموص ) لم ابدته لي من مساعدة فلها كل التقدير والإحترام .

كما أتقدم بوافر الشكر والإمتنان إلى طالبة الماجستير ( صفا ) لمساعدتي طيلة فترة البحث فلها كل التقدير والإحترام .

والشكر موصول إلى مسؤولي الورشة الزجاجية ومسؤولة مخزن الزجاجيات وكادر مجانية ومكتبة قسم الكيمياء وإلى سكرتارية وكل منتسبي قسم الكيمياء الأعزاء لحسن تعاملهم ومساعدتهم .

وأتقدم بالشكر إلى جميع زملائي طلبة الدراسة الاولية في قسم الكيمياء / كلية العلوم / جامعة بابل .

وختاماً لايفوتني أن أذكر فضل عائلتي التي ساندتني وتحملت عني ومعني الكثير من أجل أن توفر لي الجو المناسب للدراسة.

وفق الله الجميع وقدرني على رد جميلهم والحمد لله في أولاً وآخراً .

الباحث

## فهرست المحتويات

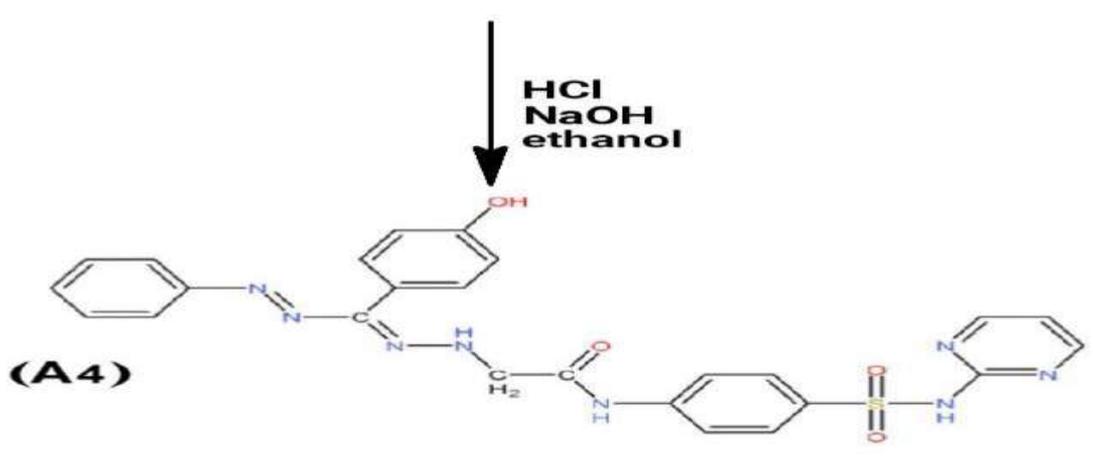
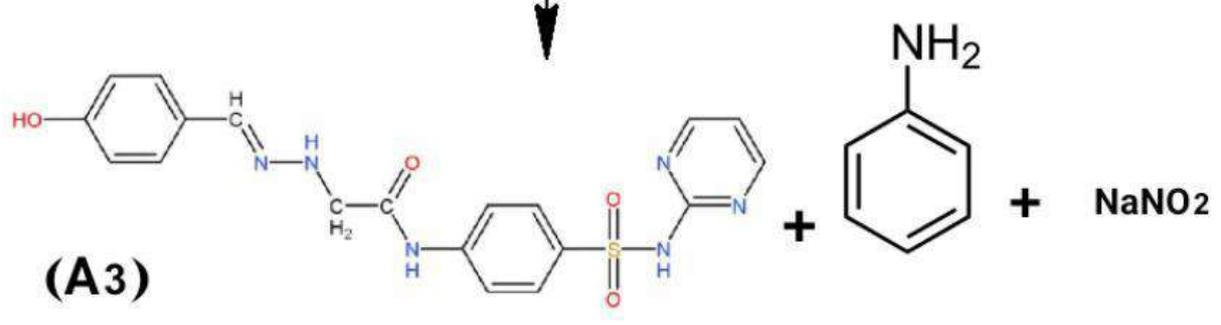
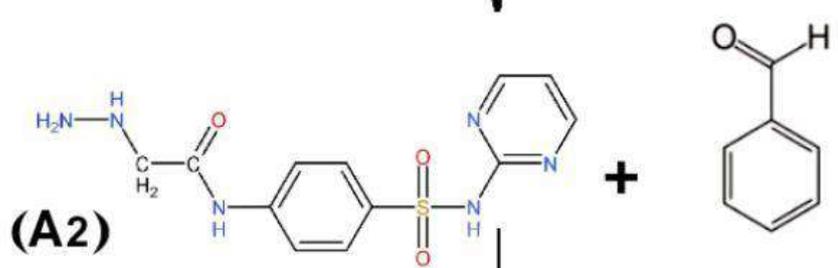
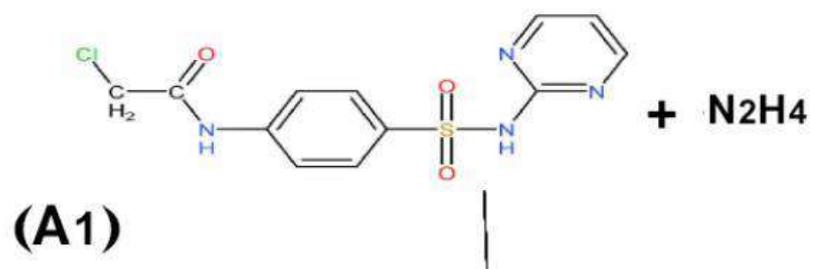
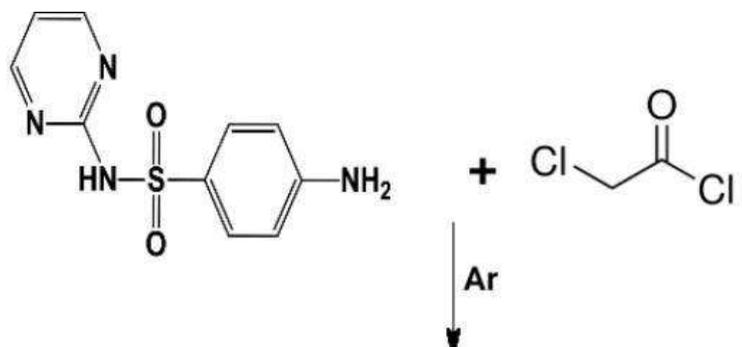
الصفحة	الموضوع	الرقم
6	الخلاصة	1
8	المقدمة	2
8-9	ادوية السلفا	3
10	طريقة تحضير السلفاديازين	3-1
11-12	مشتقات الهيدرازيد	4
13-14	قواعد شيف	5
15	املاح الديازونيوم	6
17	تزاوج املاح الديازونيوم	6-1
18-20	مركبات الفورمازان	7
21	الجزء العملي	8
22-23	تحضير المركب A1	8-1
24	تحضير المركب A2	8-2
25	تحضير المركب A3	8-3
26	تحضير المركب A4	8-4
28	النتائج والمناقشة	9
28-29	تشخيص المركب A1 طيفيا	9-1
30-31	تشخيص المركب A2 طيفيا	9-2
32	تشخيص المركب A3 طيفيا	9-3
33-34	تشخيص المركب A4 طيفيا	9-4
35-37	المصادر	10

## الخلاصة

يتضمن البحث تحضير ( اربعة ) مركبات جديدة من السلفاديازين وصولاً للفورمازان حيث تم دراستها في جداول تبين خواصها الفيزيائية وتسميتها وتركيبها ومن ثم تشخيصها باستخدام الطرق الطيفية ( طيف الاشعة تحت الحمراء IR )

حيث تمت مفاعلة السلفاديازين مع كلورو استايل كلورايد بوجود البانزين الاروماتي كمذيب للحصول على المشتق الامايدي (A1) و عدت هذه المركبات النواة الاساسية لتحضير مركب الفورمازان ثم مفاعلة المشتق A1 مع الهيدرازين المائي للحصول على مشتق الهيدرازاييد A2، من خلال مفاعلها مع الديهايدات اروماتية مثل البزلدهايد بوجود الايثانول كمذيب لتحضير مشتق قاعدة شيف A3

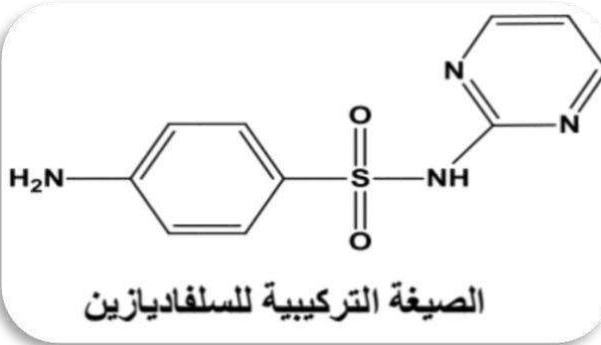
يليه تحضير املاح الدايازونيوم من خلال معاملته الامين الاولي الانلين مع نتريت الصوديوم وبوجود حامض معدني لتحضير مشتق الفورمازان A4 وشخصت المركبات طيفياً بواسطة طيف الاشعة تحت الحمراء IR .



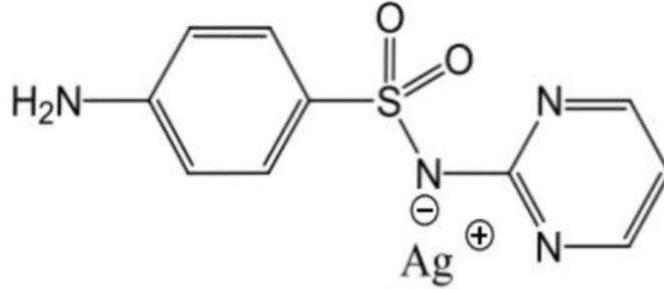
## المقدمة

### ادوية السلفا Sulfadrugs

السلفاديازين ( SDZ ) وهو مركب عضوي حلقي غيرمتجانس ب عائلة السلفوناميدات والتي لا تزال تستخدم على نطاق واسع ، وهو عبارة عن مسحوق أبيض أو أصفر قليلاً . عديم الرائحة أو يكاد يتغير لونه ببطء الى اللون الغامض عند التعرض للضوء . غير قابلة للذوبان عمليا في الماء وقابل للذوبان بشكل طفيف في الكحول (1) ، التسمية النظامية للمركب هي ( amino - N - 4 pyrimidin - 2 - yl ) benzenesulfonamide - والتسمية الشائعة sulfadiazine الصيغة الجزيئية هي (  $\text{CHN}_4\text{O}_2\text{S}$  ) له وزن جزيئي غم لكل مول ومدى انصهاره ( 252-256 ) درجة مئوية . 250.270



حيث استخدم السلفاديازين ومشتقاته في علاج الكثير من الامراض<sup>(2)</sup> استخدم لمنع عدوى بكتريا النوكورديا (3) ، وهناك مشتقات اخرى للسلفاديازين سلفاديازين الفضة ، الذي يباع تحت العلامة التجارية **Silvadene** ، له الصيغة الكيميائية (  $\text{CHAgN}_4\text{O}_2\text{S}_2$  ) هو مضاد حيوي موضعي يستخدم في تغطية اماكن الحروق على شكل طبقة سميكة لمنع العدوى . (5&4)

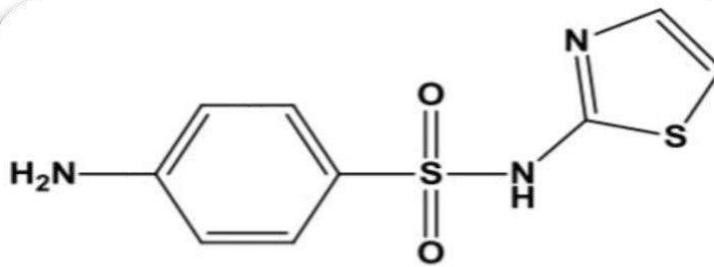


4-amino-N-(2-pyrimidinyl)benzenesulfonamide silver salt

#### الصيغة التركيبية لمشتق السلفاديازين الفضة

وفي عام 1938 تم تحضير مشتق السلفاثيازول (**Sulfathiazole**) وهو مركب كبريتي عضوي صيغته الجزيئية (  $\text{CHN}_3\text{O}_2\text{S}_2$  ) ، يحتوي في تركيبه على حلقة الثيايديازول التي تستخدم ضمن مخدرات السلفا قصيرة المفعول له استخدامات عديدة ؛ مكافحة الميكروبات الفموية والموضعية الشائعة وعلاج لبعض الامراض الجلدية (6)

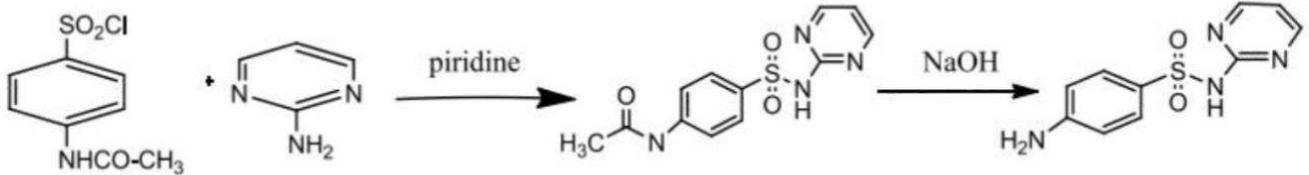
#### الصيغة التركيبية لمشتق السلفاثيازول



4-amino-N-(thiazol-2-yl)benzenesulfonamide

## طريقة تحضير السلفاديازين

الطريقة الرئيسية للحصول على sulfadiazine و مشتقاته من تفاعل التكتيف بين ( 4- acetylamino ) benzenesulfonylchloride و 2- aminopyrimidin (7) وحسب المعادلة

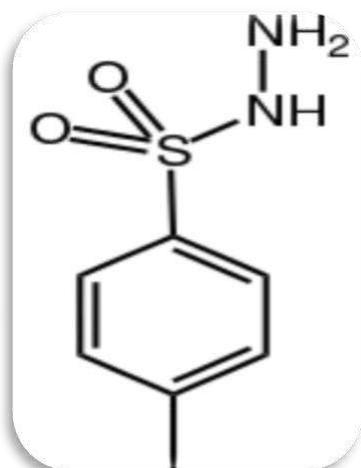


## مشتقات الهيدرازيد

الهيدرازيدات هي فئة من المركبات العضوية

بالصيغة العامة  $RNHNH_2$  حيث  $R$  هي أسيل ( $-R'CO$ ) أو سلفونيل ( $-R'SO_2$ ) أو فوسفوريل ( $(R')_2P(O)$ )<sup>(٨)</sup>

على عكس الهيدرازين والألكيل هيدرازين ، تعتبر الهيدرازيدات غير أساسية بسبب التأثير الاستقرائي للأسيل أو السلفونيل أو بدائل الفوسفوريل



### هيدرازيد السلفونيل

هيدرازيد السلفونيل الشائع هو **p-toluenesulfonyl hydrazide**

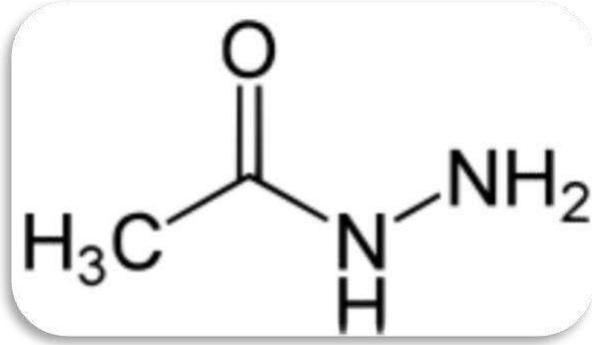
وهو مادة صلبة بيضاء ثابتة الهواء ، كما أنها تستخدم على نطاق واسع ككواشف عضوية.

يستخدم تولوين سلفونيل هيدرازيد لتوليد هيدرازونات تولوين سلفونيل<sup>(٩)</sup> المستمدة من الكيتونات

## هيدرازيد أسيل

مثال على أسيل هيدرازين. يُطلق على هذا المركب اسم أسيتيل هيدرازيد أو أسيتوهيدرازيد أو هيدرازيد حمض الأسيتيك

هي مشتقات من الأحماض الكربوكسيلية ، على الرغم من أنها عادة ما يتم تحضيرها عن طريق تفاعل الإسترات مع الهيدرازين<sup>(١٠)</sup>



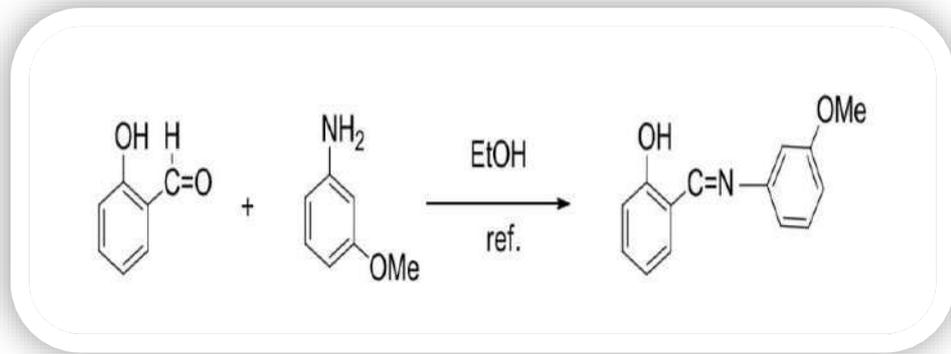
اكتسبت الهيدرازيدات ومشتقاتها مكانة بارزة بسبب نشاطها حيث لها أنشطة بيولوجية مثل مضادات الاكتئاب ومضادات الاختلاج ومضادات الالتهابات ومضادات الجراثيم ومضادات الملاريا والسرطان ومضادات الميكروبات ومضاد ومسكن للاكسدة حيث الهيدرازيد دواء يستخدم كأقرص تستخدم عادة لعلاج ارتفاع ضغط الدم<sup>(١١،١٢)</sup>

## قواعد شيف Schiff base

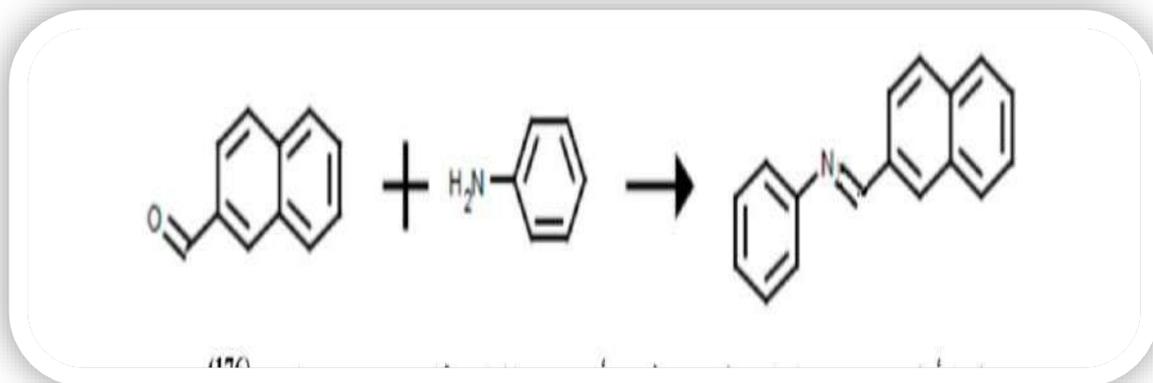
هي مركبات عضوية اكتشفت من قبل العالم الالماني شيف ( 13 ) Hugo Schiff سنة 1864 وتعرف قاعدة شيف ايضا باسم اليمين أو الازوميثين ، الصيغة العامة لها ( "  $RR'C = NR$  ) ، حيث يتم استبدال ذرة الاوكسجين في مجموعة الكربونيل ( CO ) بمجموعة imine أو azomethine ترتبط هذه المجموعة من جهة النتروجين بمجموعة اريل او الكيل و لا يمكن ارتباطها بذرة الهيدروجين لوحدها (14&15) أظهرت أن وجود زوج واحد من الإلكترونات في ذرة النيتروجين من مجموعة الأزوميتين يجعلها ذات فعالية كيميائية وبيولوجية ، ولذي اصبحت مركبات قواعد شيف ذات أهمية كيميائية وبيولوجية كبيرة . بسبب سهولة التحضير ، والفعالية الخاصة لمجموعة (  $CH = N$  ) ، قواعد شيف عموما يمكن ان تكون مركبات مخليبية (16&17) واستخدمت منذ زمن بعيد للوقاية من الجراثيم والأمراض المعدية ( 18 ) ، وغالبا ما يتم تحضير قواعد شيف من مفاعلة الديهايد او كيتون مع امين أولي (19) كما في المعادلة



وحضر Bushab وجماعته (20) مركبات قواعد شيف من مفاعل hydroxybenzyldehyd مع 3-methoxyaniline وحسب المعادلة

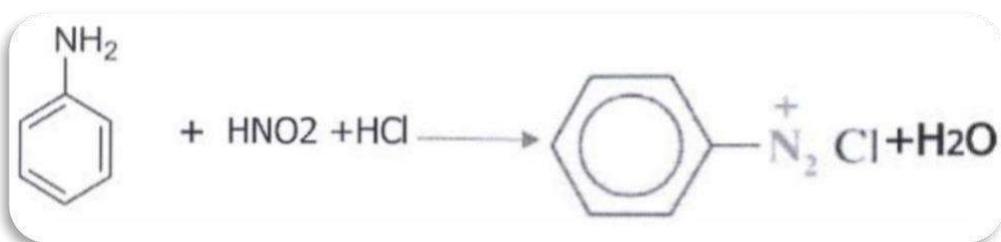


كما تمكن **Alonso** وجماعته تحضير قاعدة شيف من مفاعلة الانيلين مع احد الالديهيدات(21)

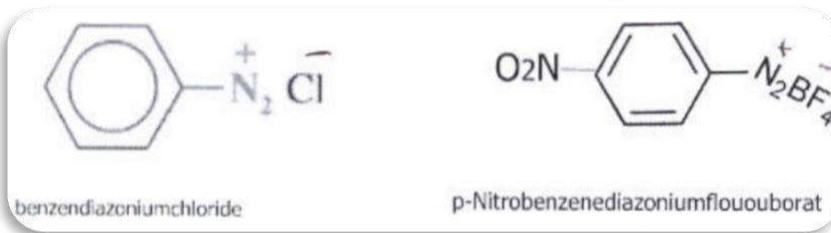


## املاح الديازونيوم

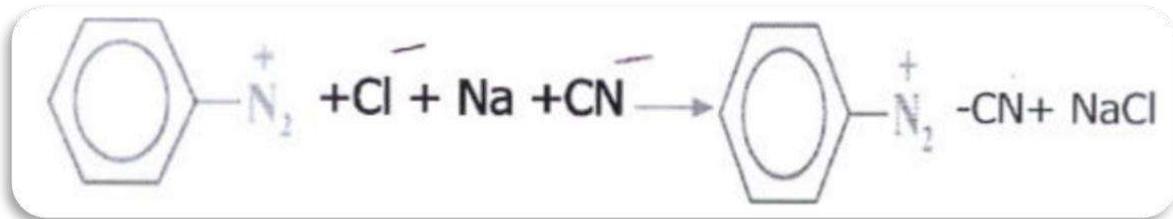
تعتبر املاح الديازونيوم من بين أكثر مشتقات الامينات اهمية في علم الكيمياء و العديد من تطبيقاتها العملية في الصناعة وغيرها واملاح الديازونيوم الغير اروماتية ذات اهمية محدودة مقارنة بالمركبات الاروماتية. تمتاز هذه المركبات بكونها غير مستقرة ويحتاج تحضيرها الى ظروف باردة ومسيطر عليها جدا . مع حامض وينتج ملح الديازونيوم عادة من تفاعل الامينات ومشتقاتها المختلفة مع حامض النايترو بوجود حامض الهيدروكلوريك



وعليه فان لهذه الأملاح التركيب العام  $[ArNN : ] X$  ويعتبر من المركبات الالكتروليزية في المحلول لانها توصل التيار الكهربائي ومنها ما هو ملح قاعدي ( هيدروكسيد الديازونيوم ) والتي ما يزال البحث قائما لفصلها . وهذه الاملاح ذائبة في الماء وبعضها متفجرة مثل أملاح  $(ArN_2ZnCl)$  النترات ) ومعقدات هذه الأملاح وخاصة معقدات الزنك واضحة . وتسمى هذه الأملاح باضافة لفظة ديازونيوم الى اسم المركب الاروماتي الذي اشتقت منه متبوعة بأسم الايون السالب (22)

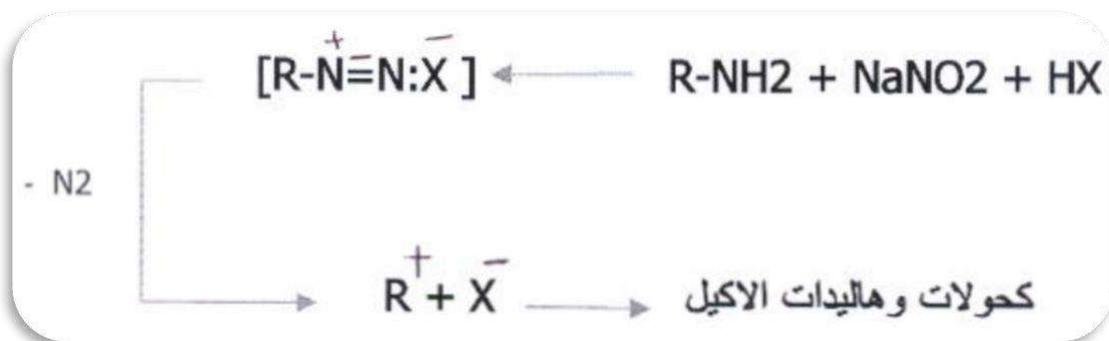


هذه الاملاح الايونية تذوب في الماء وهي ثابتة في المحاليل الحامضية الا ان الاملاح الصلبة تنفجر عند تسخينها او تعرضها لاي صدمة ميكانيكية . وهناك بعض الايونات مثل ايون السيانيد تكون مركبات تساهمية مع ايونات الديازونيوم مثل بنزين ديازونيوم سيانيد ليس الكتروليت وهي تذوب في المذيبات العضوية (23)



أن املاح الديازونيوم هي مواد صلبة سريعة الذوبان في الماء ، عند تسخينها أو طرقتها كذلك تكون متأينة في املاحها المائية كما هي املاحها المائية تكون متعادلة وهذا يدل على هيدروكسد ديازونيوم مادة قاعدية فهي تغير لون ورقة عباد الشمس من الاحمر الى الازرق

ان املاح الديازونيوم الاليفاتية تختلف عن املاح الديازونيوم الاروماتية حيث أن أملاح الديازونيوم الاليفاتية تتفكك في درجات الحرارة وذلك بفقد النتروجين وكاتيونات كربونية H2O او X (24)



## تزاوج أملاح الديازونيوم . اصطناع مركبات الآزو

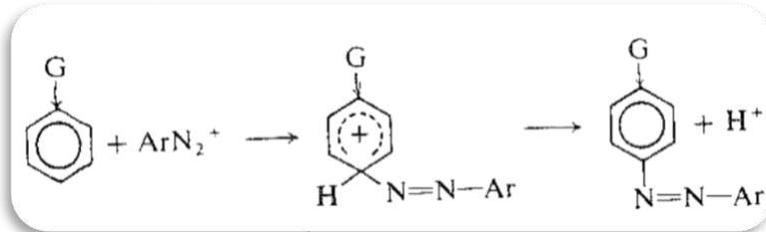
تتفاعل أملاح الديازونيوم ، في شروط خاصة ، مع مركبات عطرية محددة ، وتعطي مركبات لها الصيغة العامة  $Ar - N = N - Ar'$  تدعى مركبات الآزو . ويظل نتروجين زمرة الديازونيوم في هذا التفاعل في المنتج ، على عكس تفاعلات الإزاحة التي يفقدها النتروجين منها .



مركب آزو

وينبغي ، على وجه العموم ، أن تحتوي الحلقة العطرية ( $Ar'H$ ) الخاضعة لهجوم أيون الديازونيوم على زمرة قوية المنح للإلكترونات مثل  $-OH$  أو  $-NR_2$  أو  $-NHR$  أو  $-NH_2$  . ويحدث الاستبدال ، عادة ، في الموضع بارا بالنسبة للزمرة المنشطة . ويجري تزاوج نموذجي مع الفينولات في محلول قلوي لطيف ومع الأمينات في محلول حمضي لطيف .

ويشير التنشيط بوساطة الزمر المانحة للإلكترونات وكذلك شواهد الدراسات الحركية إلى أن التزاوج يكون استبدالاً عطرياً الكتروفيلياً ويكون أيون الديازونيوم هو الكاشف المهاجم فيه :



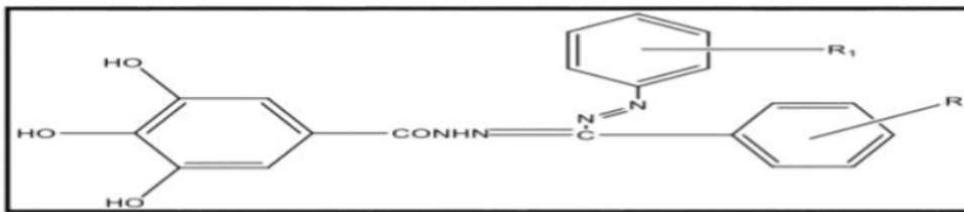
ومن الرائع أن تكون المركبات العطرية التي تخضع للتزاوج هي أيضاً المركبات نفسها التي تخضع للنتزرة . فأيون النتروزونيوم  $NO$  ، مثل أيون الديازونيوم  $ArN_2^+$  ، يكون على نحو جلي ، ضعيف الكتروفيلية جداً ولا يستطيع مهاجمة سوى الحلقات الفعالة جداً (٢٥)

## مركبات الفورمازان

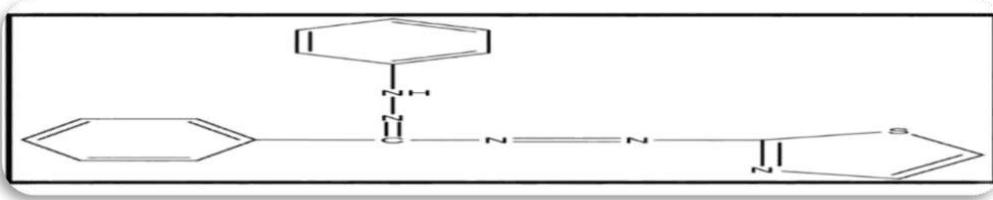
يعتبر الفورمازان من المركبات الملونة والتي تحتوي في تركيبها على المجموعة الفعالة ( -NH- -CN -N -N ) إذ تحتوي هذه المركبات على الانتقالات الالكترونية وهي المسببة لظهور اللون ( n \* ) . وللفورمازان أهمية بالغة في الكيمياء التحليلية وله أهمية صناعية حيث ان الوانة الزاهية تعتبر اصباغا . الا ان اهميتها تكمن في فعاليتها البيولوجية كما اثبتت العديد من التجارب والابحاث حيث تعتبر مركبات الفورمازان مضادات حيوية جيدة للالتهابات والحساسية والملاريا والسرطان .

وان الطرق الأكثر شيوعا لتحضير مركبات الفورمازانات تتضمن أزواج كاتيونات أملاح الدايازونيوم مع هيدرازين قاعدة شف الحلقي في وسط قلوي ويحصل التفاعل في الظروف المسيطر عليها من درجة الحموضة بحدود { 6-8 } ودرجة حرارة بحدود ( 5-0 ) ° C ، ويحصل على الهيدرازين من تكثيف الالديهيد الاروماتي أو الالفاتي مع فينيل هيدرازين أو معوضاتها ليعطي فورمازانات .

كذلك يمتلك الفورمازان تطبيقات دوائية مهمة حيث اشار الباحث **Dominic** وجماعته<sup>(٢٦)</sup> الى التأثير التثبيطي الواضح لمركبات الفورمازان على الخلايا المصابه بالسرطان وكما في المركب الاتي :



وقد اثبت الباحث **Kumara** وجماعته (٢٧) ان للمركبات الفورمازان فعالية ضد المكورات العنقودية الذهبية وبكتريا القولون واثبت انه مسكن ومضاد للالتهابات وكما في المركب الاتي :



كما اثبت الباحث **Habibe** وجماعته (٢٨) عام ( 2007 ) استخدام مركبات الفورمازان في المجال الصناعي لصناعة الالصبغ وتكوين المعقدات الملونه

كما تتميز الفورمازانات بأنها مركبات أزو تمتلك الصيغة العامة (  $R - N = N - C(X) = N - NH - R$  )

حيث R هي حلقيه أو حلقيه غير متجانسة و هي مجموعة حلقيه معوضة او , SH , OH , CN , NO , هالوجين , H2 ,

وتسمى سلسلة الذرات [ -N = N - C = N - NH - ] بأزوهدرازون .

وأول من حدد تركيبها بشكل مستقر الباحثان **von Pechmann Bamberger** عام ( 1933 ) (٢٩) واطلق عليها بمركبات **formazyli** .

والفورمازانات تذوب في اغلب المذيبات العضوية ولكنها تكون ذات ذائبية قليلة في الماء وتتميز بألوانها الكثيفة التي تتراوح بين الأحمر والاسود اعتمادا على تركيبها (٣٠)

الفورمازانات بصورة عامة تكون صلبة ذات درجات انصهار منخفضة نسبيا بالرغم من حجم جزيئاته (٣١)

مركبات الفورمازان فتم تحضيرها من خلال ازدواج قواعد شف مع املاح الديازونيوم وبوجود البردين كمذيب (٣٢) ولمركبات الفورمازان تطبيقات طبية واسعة حيث اظهرت هذه المركبات فعالية مضادة للجراثيم (٣٣)

(٣٤) واستخدمت مركبات الفورمازان على نطاق واسع في الاصباغ وكذلك استخدمت كليكندات في تفاعلات تكوين المعقدات وكذلك ككواشف تحليلية تم استخدامها وبسبب لونها العميق استخدمت كدلائل جيدة في تفاعلات الاكسدة والاختزال (٣٥) ويمكن استخدام مركبات الفورمازان مع بعض الليكندات الفلزية جنب الى جنب في بعثرة الاصباغ حيث يتم في اول خطوة مزج الاصباغ مع متعدد استر السليلوز او في مرحلة الطباعة او صباغة الورق تستخدم الياف متعدد الاميد كما تستخدم مركبات الفورمازان في تقدير بقايا بعض العناصر (٣٦) وتستخدم في تطوير نوع جديد من كواشف الأكسدة الاختزالية اللونية (٣٧&٣٨)

## 2- الجزء العملي

### 1-2 الأجهزة والمواد المستخدمة

استعملت الاجهزة الاتية في القياسات الطيفية والفيزيائية للمركبات المحضرة وكما يلي :

#### 1- اطياف الاشعة تحت الحمراء (Infrared spectra):

تم قياس اطياف الاشعة تحت الحمراء (I.R) باستخدام جهاز ( FTIR- Affinity- 1 SHLMADZU ) المدى ( 400-4000 cm-1 ) باستخدام قرص (KBr) للمادة الصلبة في مختبرات قسم الكيمياء/ كلية العلوم /جامعة بابل.

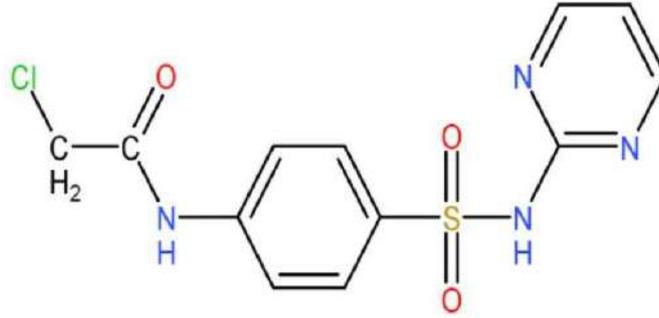
2- درجات الانصهار (Melting point) : تم قياس درجات الانصهار للمركبات المحضرة باستخدام جهاز (SMP30 melting point apparatus) علما ان درجات الانصهار غير مصححة.

3- المواد الكيميائية المستخدمة جميعاً كانت من إنتاج الشركات (BDH) و (Fluka.sigma) و (MERCK) و (CDH).

## 1-تحضير المركب A1

2-chloro-N-{4-[(pyrimidin-2-yl)sulfamoyl]phenyl}acetamide

تم مزج (0.0059 مول ، 1.476 غم) من السلفاديازين مع (0.0059 مول ، 0.667 غم) من كلورو استايل كلورايد باستخدام (30 مل) من البنزين كمذيب وترك المزيج تحريك فقط لمدة ( 3 ساعات ) ثم رشحت المادة واعادة بلورة الناتج بالايثانول لغرض تنقيتها



2-chloro-N-{4-[(pyrimidin-2-yl)sulfamoyl]phenyl}acetamide

المادة	الوزن الجزيئي غم / مول	الصيغة الجزيئية	اللون	درجة الانصهار
السلفاديازين	250.278	$C_{10}H_{10}N_4O_2S$	ابيض	262 س
كلوروكورتايل كلورايد	112.99	$C_2H_2Cl_2O$	عديم اللون الى الاصفر	22 س
المركب A1	g/mol 326.57	$C_{12}H_{11}O_3ClN_4S$	ابيض	193 س

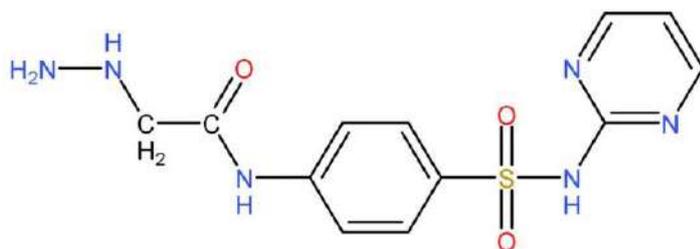
## تحضير المركب A2

2-hydrazinyl-N-{4-[(pyrimidin-2-yl)sulfamoyl]phenyl}acetamide

حضر ( 0.0041 مول ، 1.338غم ) من المركب A1

واضيف ( 30 مل ) بانزين اروماتي كمذيب ومفاعلته مع الهيدرازين ( 0.262 غرام ) وترك المحلول للتحرريك لمدة ( 10 ساعات ) حيث ان عندما تم وضع المزيج ذاب المحلول بالدقائق الاولى جميعه ووضع المحلول في زجاجة ساعة

صفاته : راسب طحيني يشبه النشا



2-hydrazinyl-N-{4-[(pyrimidin-2-yl)sulfamoyl]phenyl}acetamide

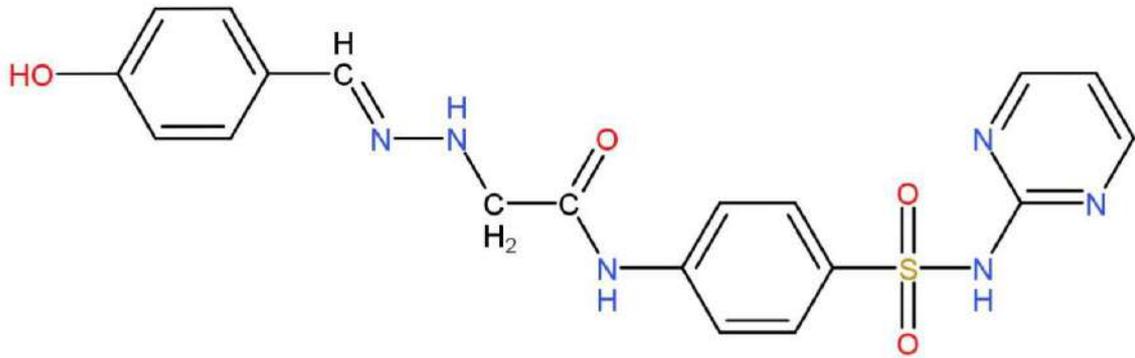
اللون	الصيغة الجزيئية	درجة الانصهار	الوزن الجزيئي	المادة
سائل عديم اللون	$N_2H_4$	$C^{\circ}1$	32.05	الهيدرازين
رمادي	$C_{12}H_{14}O_3N_6S$	$109C^{\circ}$	312.33 غرام /مول	المركب A2

### ٣-تحضير المركب A3

2-[(E)-2-[(4-hydroxyphenyl)methylidene]hydrazin-1-yl]-N-{4-[(pyrimidin-2-yl)sulfamoyl]phenyl}acetamide

حضرت ( 0.001 مول , 0.00322غم ) من المركب A2

ومفاعله مع الديهايد اروماتي يحتوي على مجموعة دافعة قوية مثل هايدروكسي بنزليدهايد و اضافة ( 25مل ) من الايثانول كمذيب مع التحريك لمدة ( 10 ساعات ) تصعيد بالحرارة للحفاظ على المذيب بالمادة لتتكون مركب او قاعدة شيف



2-[(E)-2-[(4-hydroxyphenyl)methylidene]hydrazin-1-yl]-N-{4-[(pyrimidin-2-yl)sulfamoyl]phenyl}acetamide

اللون	درجة الانصهار	الصيغة الجزيئية	الوزن الجزيئي	المادة
	-95 99س	C <sub>17</sub> H <sub>17</sub> O <sub>4</sub> N 6S	402 غرام/مول	المركب A3
مسحوق بلوري مصفر او ابيض		C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	122.12 غ/مول	هايدروكسي بنزلهيد

#### 4-تحضير المركب A4

2-{{(E)-[(4-hydroxyphenyl)[(E)-2-phenyldiazen-1-yl]methylidene]amino]amino}-N-{4-[(pyrimidin-2-yl)sulfamoyl]phenyl}acetamide

تم تحضير ( 0.001 مول ) من الانلين كمعوض

ومفاعله مع ( 4مل ) من حامض الهيدروكلوريك المركز واطافة ( 30 مل ) من الماء المقطر ، وتم تبريد الخليط الى حرارة 5-0 سليزي

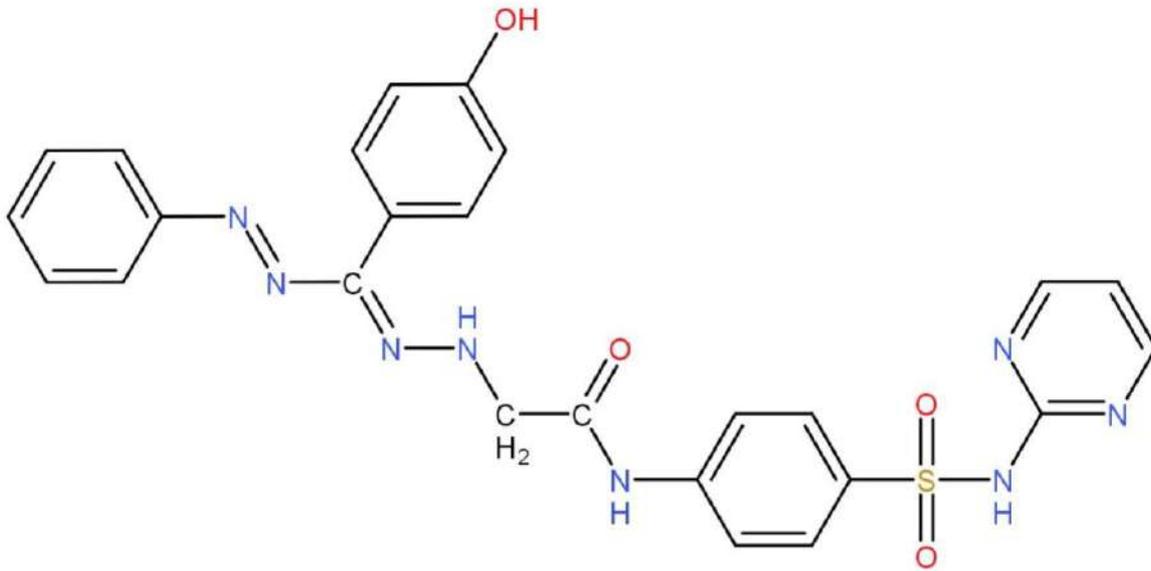
ومفاعله مع مزيج مكون من

( 0.001 مول ) من نترت الصوديوم المذاب في ( 10 مل ) ماء مقطر قطره قطره مع التحريك المستمر لمدة 20 دقيقة

ومفاعله مع ( 0.001 مول ) من قاعدة شيف A3

مع ( 1 غرام ) من NaOH و ( 30 مل ) ماء مقطر وحرارة ( 5-0 سليزي ) مع اضافة 5 مل ايثانول مطلق كمذيب

حيث تم ترسيب مركب الفورمازان وترك المحلول ساعة واحدة مع التحريك المستمر .



2-[[E)-[(4-hydroxyphenyl)[(E)-2-phenyldiazen-1-yl]methylidene]amino]amino}-N-[4-[(pyrimidin-2-yl)sulfamoyl]phenyl]acetamide

المادة	درجة الانصهار	الوزن الجزيئي	اللون	الصيغة الجزيئية
المركب A4	185	g/mol 550	بنفسجي	C <sub>25</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub> N <sub>8</sub> S
حامض الهيدروكلوريك	30	36غم/مول	سائل شفاف عديم اللون	HCl
نتريت الصوديوم	271	69غم/مول	بلورات بيضاء	NaNO <sub>2</sub>
هيدروكسيد الصوديوم	318	39.99غم/مول	ابيض	NaOH

## النتائج والمناقشة

تم تشخيص المركبات طيفيا اذ شخص المركب

A1 (بواسطة طيف الاشعة تحت الحمراء حيث اظهرت حزمة انحاء C-CL عند المدى 669.32 سم<sup>-1</sup>

وحزمة انحاء عند 941.29 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C-C

وحزمة انحاء عند المدى 1329 سم<sup>-1</sup> ) تعود لمجموعة C-N

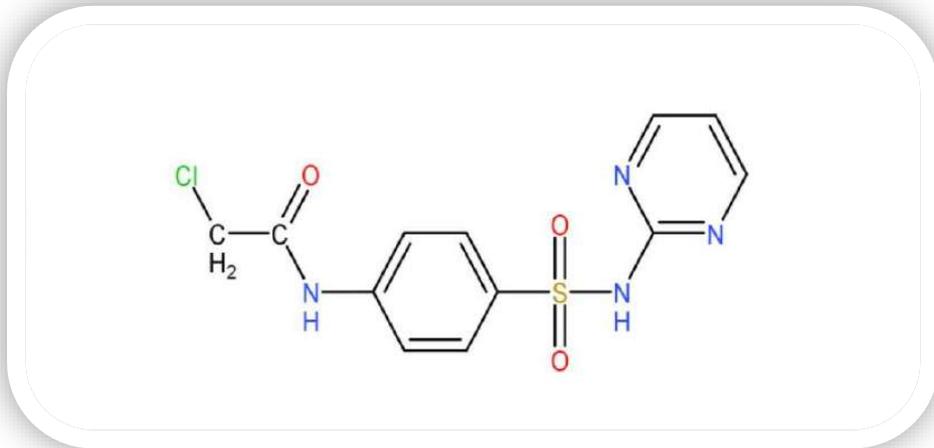
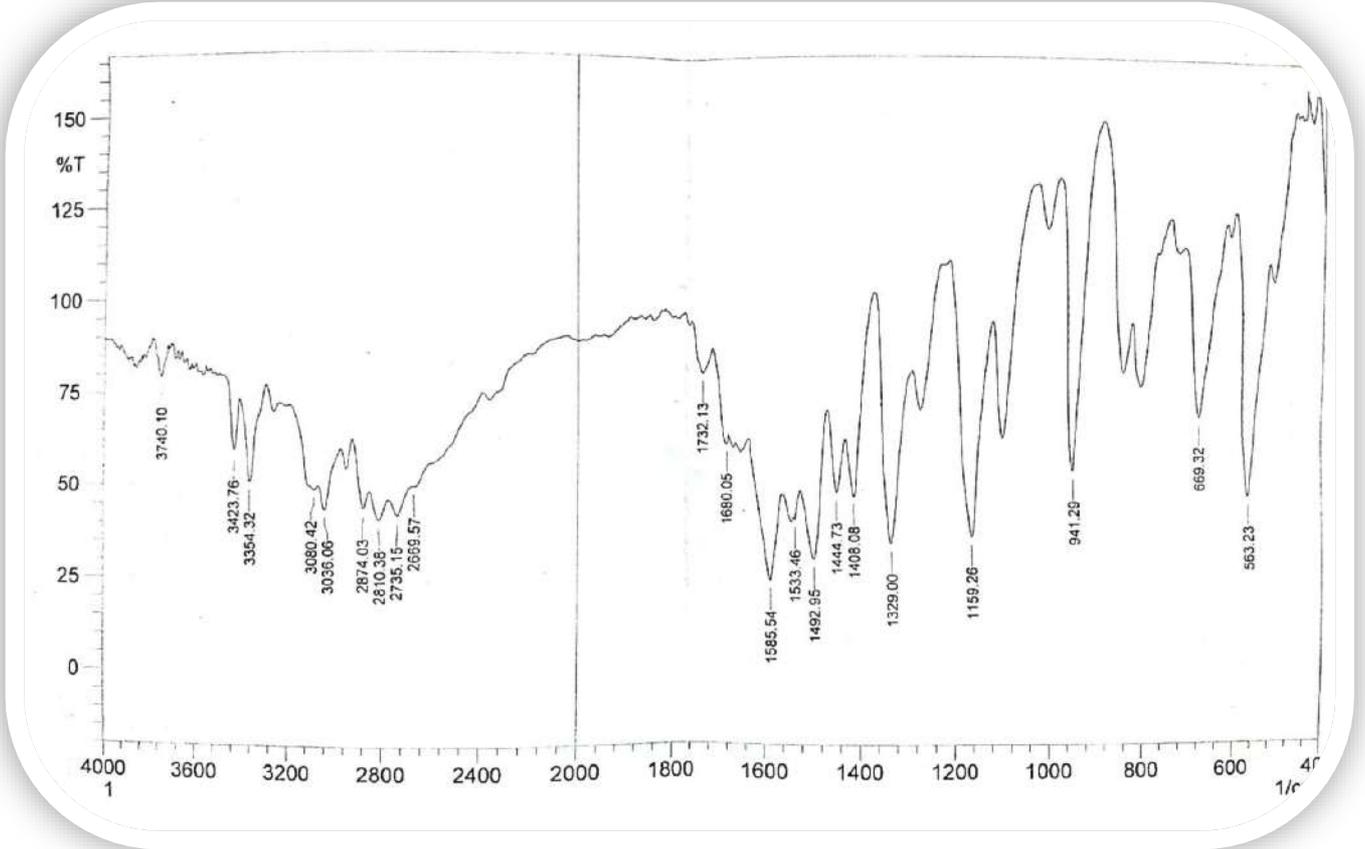
واظهرت حزمة كاربونيل عند المدى 1680.05 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C=O

وحزمة عند المدى 1732.13 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C=N

كذلك اظهرت حزمة عند المدى 2874.03 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C-H الالفاتية وحزمة عند المدى 3080 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C-H الاروماتية

واظهرت حزمة عند المدى 3354.32 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة NH الاولية

شكل (١-١) يوضح طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب A1



ثانياً:

تم تشخيص مركب الهيدرازيد (A2) طيفياً

(بواسطة طيف الشععة تحت الحمراء حيث اظهرت حزمتي انحناء عند المدى 561.30 سم<sup>-1</sup> و 680.89 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C-N , C=N

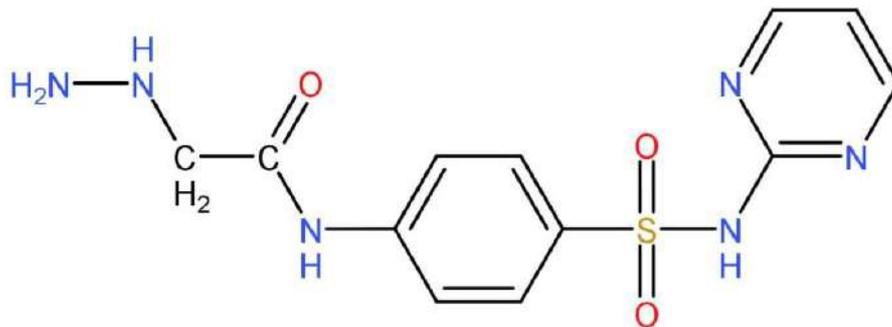
وحزمة تعود لمجموعة S=O عند المدى 1570.82 سم<sup>-1</sup>

وحزمة عند المدى 1585.54 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C=C على التوالي

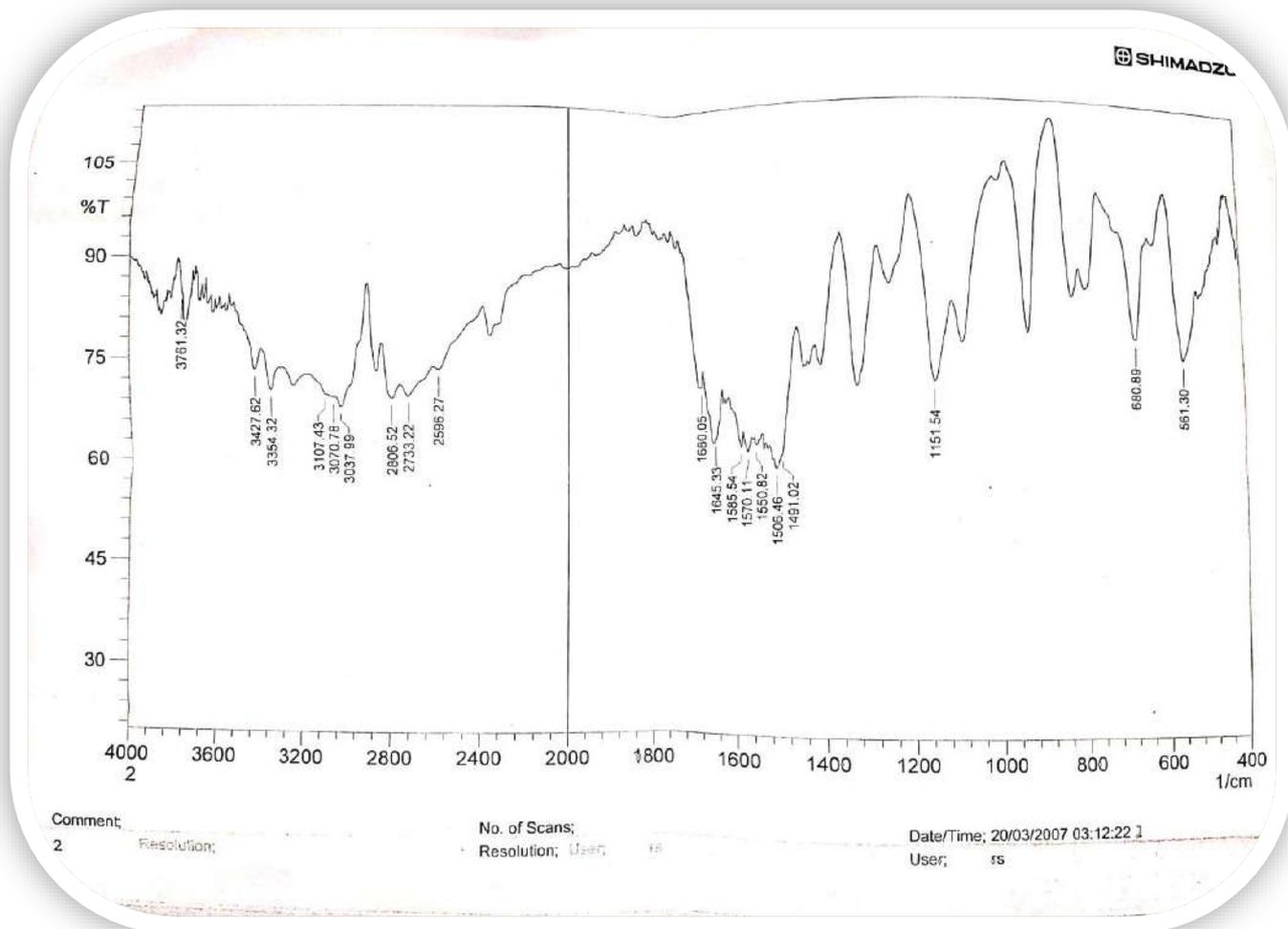
وحزمة الكاربونيل الامايدية عند المدى 1645.33 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C=O

وحزمة عند المدى 2806.52 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C-H الالفاتية وحزمة عند المدى 3107.43 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C-H- الاروماتية

وحزمتي امتصاص تعود للمط المتناظر والغير متناظر عند المدى 3354.32 سم<sup>-1</sup> و 3427 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة NH2 الاولية



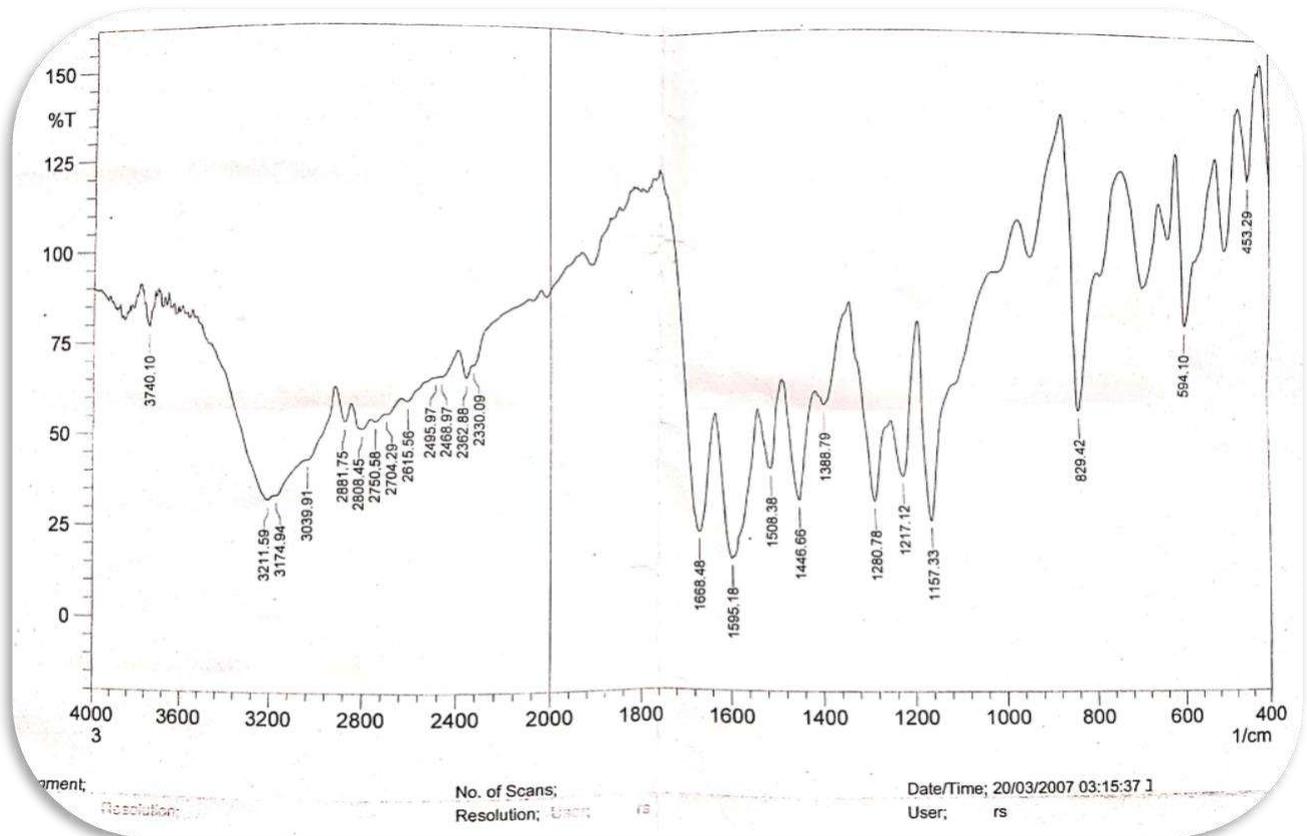
والشكل يوضح طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب A2

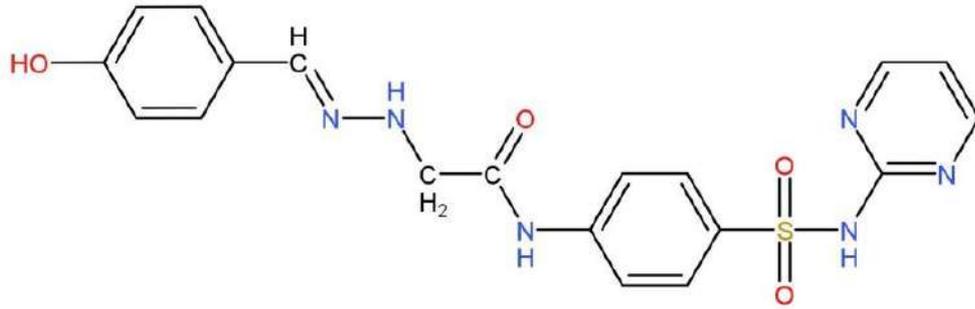


ثالثاً :

تم تشخيص المركبات طيفياً اذ شخص المركب A3 (بواسطة طيف الشععة تحت الحمراء حيث اظهرت مجموعة من الحزم تدل على تشخيص المركب العضوي حيث اظهرت حزمة انحناء على التوالي عند المدى 594 سم<sup>-1</sup> و 829 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C-C , C-N و اظهرت حزمة الازوميثين عند المدى 1595 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة HC=N شيف بيس و حزمة عند المدى 1668 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C=O حزمة عند المدى 3039 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C-H الاروماتية و حزمة عند المدى 3211 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة الفينول الاروماتية OH و حزمة تعود لمجموعة C-H الاليفاتية عند المدى 3174 سم<sup>-1</sup>

والشكل (٣-١) يوضح طيف IR للمركب A3





رابعاً :

**{[(E)-[(4-hydroxyphenyl)[(E)-2-phenyldiazene-1--2-yl]methylidene]amino]amino}-N-{4-[(pyrimidin-2-yl)sulfamoyl]phenyl}acetamide**

تم تشخيص مركب الفورمازان طيفياً باستخدام طيف الأشعة تحت الحمراء حيث اظهرت مجموعة من الحزم

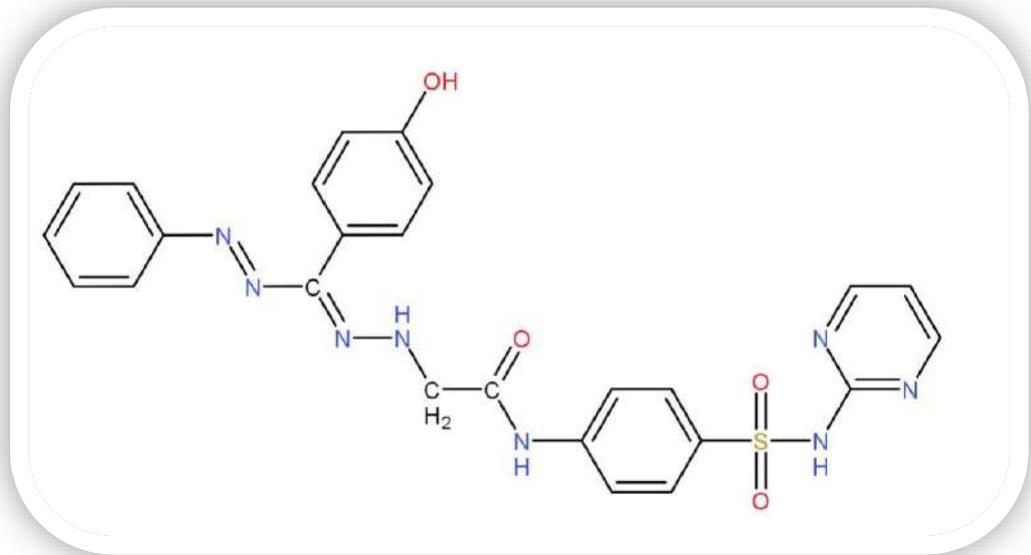
حزمة عند المدى 1446 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة N=N

وحزمة عند المدى 1591 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C=C

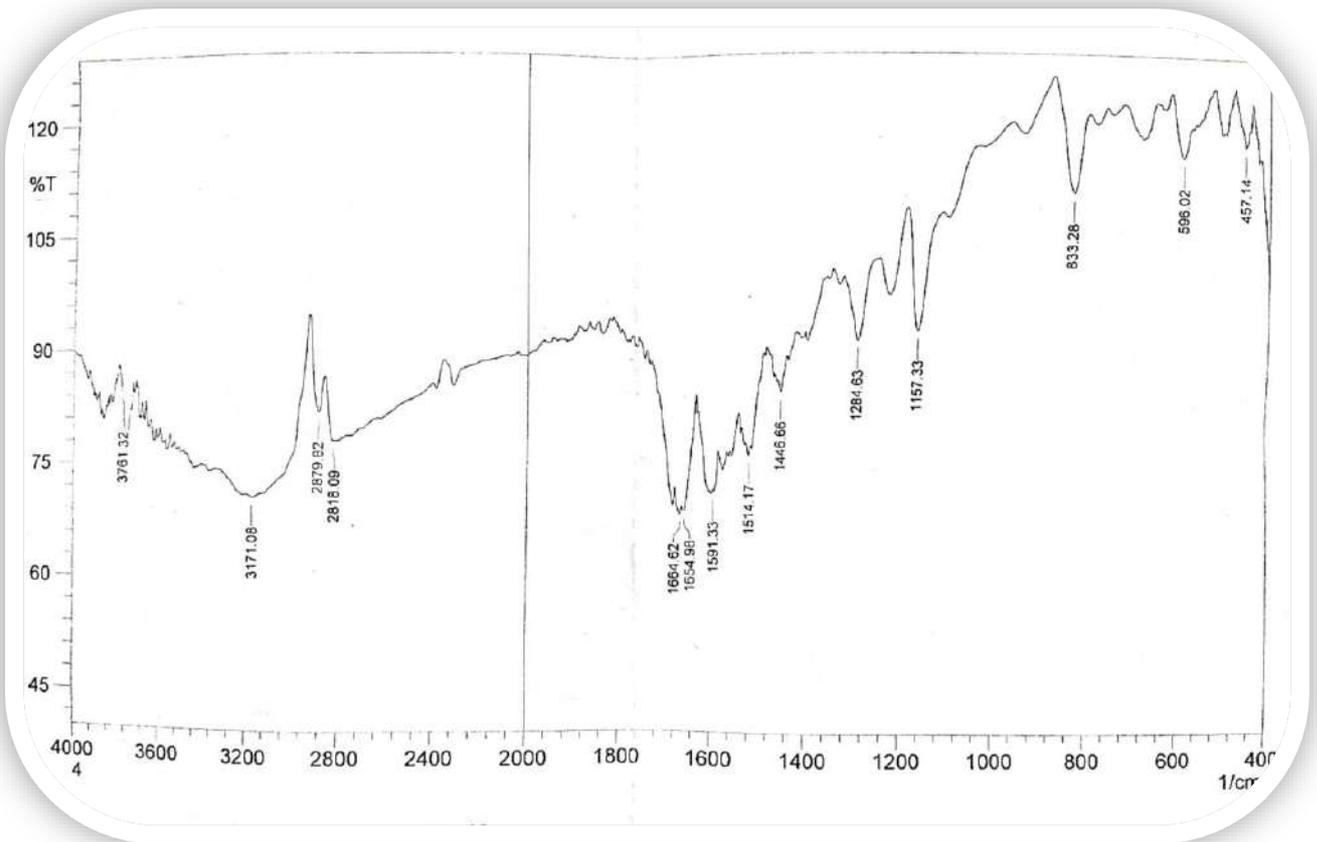
وحزمتي عند المدى 1664, (1665) سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C=N

وحزمة عند المدى 3171 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة C-H الالفاتية وحزمة عند المدى 3750 سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة O-H والذي يدل على مركب الفورمازان

ا



الشكل يوضح طيف الاشعة تحت الحمراء ( IR ) للمركب A4



## المصادر

1. N. Ibrahim and S. E Sharif, Journal of Chemistry, 4 (4): 531-535 (2007).
2. S. A. Tilles ,Southern medical journal, 94(8): 817-824(2001) .
3. A. A. Bonfioli, and F. Orefice, US National Library of Medicine,20. M. Blackwell, American Journal of Transplantation,4(10):47 –
4. P. Souza, J. A. Garcia-Vazquez and J. R. Masaguer, Transition Met. Chemistry, 10 (11): 410-412 (1985).
5. G. Domagk, Southern medical journal, 94(8):817-824(2001).
6. H. E. Gaffer, M. M. G. Fouda and M. E. Khalifa; Molecule,.(
7. M. A. Harman Goodman, Journal of the American pharmacitis Assocition.4(6):191-193(1999).
8. R. Narang<sup>1</sup>, B. Narasimhan and S. Sharma, A review on biological activities and chemical synthesis of hydrazide derivatives, Curr. Med. Chem., 2012,19,569-612 .
9. M. Sainia, P. Kumar, M. Kumar, R. Kalavathy, V. Mani, R.K. Mishra, A.B.A. Majeed and B. Narasimhana, Synthesis, in vitro
10. antimicrobial, anticancer evaluation and QSAR studies of N'-(substituted)-4-(butan-2-ylideneamino)benzo hydrazides, ArabianJ. Chem., 2014, 7, 448-460.
11. Recommendations and Preferred Names 2013 (Blue Book), Cambridge: The Royal Society of Chemistry, 2014, 835 ص.
12. Martel, B.; Cassidy, K. (2004). Chemical Risk Analysis: A Practical Handbook. Butterworth–Heinemann. p. 361

13. A. Gharamaleki, F. Akbari, A. Karbalaeei, K. B. Ghiassi and M. M. Olmstead, *Open Journal of Inorganic Chemistry*, 6,76-88(2016).
14. Kalaivani, N. P. Priya and S. Arunachalam, *IJABPT*, 3 (1): 219 223 (2012)
15. P. Souza, J. A. Garcia-Vazquez and J. R. Masaguer, *Transition Met. Chemistry*, 10 (11): 410-412 (1985) .
16. M. N. Ibrahim and S. E Sharif, *Journal of Chemistry*, 4 (4):531-535 (2007) .
17. G. J. Mohr, N. Tirelli, C. Lohse and U. Spichiger-Keller, *Advanced Materials*, 10 (16): 1353-1357. ( 1998 ) .
18. N. Babu Narendra and K. S. Rangappa, *Indian journal of chemistry*, 47,297-304 (2008) .
19. Jonathan Clayden, Nick Greeves and Stuart warren, *Organic Chemistry*, 2nd ed. Techset Composition, Ltd. UK . 229-235 (2014) .
20. Q. Wenling, L. Sha, P. Maura and B. Stefano, *molecules*, 18,12264 12289 (2014).
21. S. A. Tilles ,*Southern medical journal*, 94(8): 817-824(2001).
- 22.
- اسس الكيمياء العضوية أ.د.محمد مجدى واصل الطبعة الثانية 2009 م
23. الكيمياء العضوية والحياتية د . سعد عبد المجيد ابراهيم , د . محمد مهدي الدليمي سنة الطبع 1990 م
24. الكيمياء العضوية الاروماتية د . دايف عبد الحساوي , د . عادل شاكر الطائي الطبعة الأولى 2009 م
25. T. Morrison and Robert N. Boyd. Copyright 1999
- .26. M. N. Ibrahim and S. E Sharif, *Journal of Chemistry*, 4 (4):531-535 (2007).
27. S. A. Tilles ,*Southern medical journal*, 94(8): 817-824(2001).

28. A. A. Bonfioli, and F. Orefice, US National Library of Medicine, 20. M. Blackwell, American Journal of Transplantation, 4(10):47 – (2004)50
29. M. Blackwell, American Journal of Transplantation, 4(10):47 – (2004)50
30. G. Domagk, Southern medical journal, 94(8):817-824(2001).
31. H. E. Gaffer, M. M. G. Fouda and M. E. Khalifa; Molecule, 21:122
32. M. A. Harman Goodman, Journal of the American pharmacists Association. 4(6):191-193(1999).
33. R. Narang<sup>1</sup>, B. Narasimhan and S. Sharma, A review on biological activities and chemical synthesis of hydrazide derivatives, Curr. Med. Chem., 2012, 19, 569-612 .
34. M. Sainia, P. Kumar, M. Kumar, R. Kalavathy, V. Mani, R.K. Mishra, A.B.A. Majeed and B. Narasimhana, Synthesis, in vitro antimicrobial, anticancer evaluation and QSAR studies of N'-(substituted)-4-(butan-2-ylideneamino)benzo hydrazides, Arabian J. Chem., 2014, 7, 448-460.
35. Recommendations and Preferred Names 2013 (Blue Book), Cambridge: The Royal Society of Chemistry, 2014, 835 ص.
36. Martel, B.; Cassidy, K. (2004). Chemical Risk Analysis: A Practical Handbook. Butterworth–Heinemann. p. 361
37. J. A. Gharamaleki, F. Akbari, A. Karbalaei, K. B. Ghiassi and M. M. Olmstead, Open Journal of Inorganic Chemistry, 6, 76-88 (2016).
38. S. Kalaivani, N. P. Priya and S. Arunachalam, IJABPT, 3 (1): 219-223 (2012).

