

تحضير وتشخيص مركبات حلقيه غير متجانسة خماسية من المركب كلورو داي فلورو حامض الخليك

خالد مطني محمد الجنابي

دريد عبد سمير الدليمي

قسم الكيمياء/كلية التربية للعلوم الصرفة/جامعة تكريت

استلم في: 19/تشرين الثاني/ 2015، قبل في: 31/كانون الثاني/2016

الخلاصة

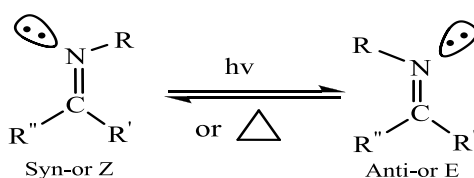
تم تحضير حلقات خماسية غير متجانسة مختلفة من المركب كلورو داي فلورو حامض الخليك بتفاعله مع قواعد شف التي تم تحضيرها باستعمال الديهايدات و كيتونات وامينات مختلفة $[H_{10}-H_1]$ إذ تم تحضير الحلقات الخماسية مشتقات اوكسازوليدين-5-اون بوجود مذيب رباعي هايدرو فيوران (THF) $[H_{20}-H_{11}]$. تم قياس درجات الانصهار للمركبات المحضرة. شخصت المركبات المحضرة طيفياً بواسطة قياس طيف الاشعة فوق البنفسجية-المرئية و الاشعة تحت الحمراء و التشخيص ايضاً بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي (^1H-NMR) لبعض المركبات واثبتت النتائج التراكيب الكيميائية المقترحة.

الكلمات المفتاحية: - الديهايدات، كيتونات، قواعد شف، اوكسازوليدين

المقدمة

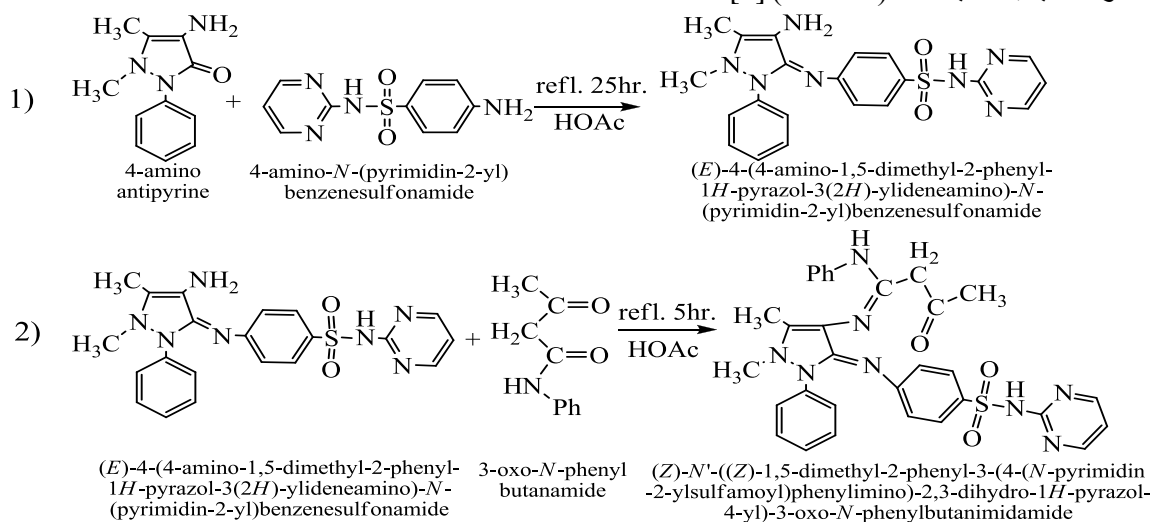
قواعد شف

وتكون الصيغة الكيميائية العامة لقواعد شف $RRC=NR''$ سميت قواعد شف بالامينات أو الازوميثينات أو الانيلات أو البنزانيات إذ تمثل كلاً من R و R' في الانيلات مجموعة اليقاتية أو اروماتية أو ذرة هيدروجين و R'' حلقة بنزين معوضة أو غير معوضة وفي الامينات تكون R حلقة بنزين معوضة أو غير معوضة و R' ذرة هيدروجين و R'' مجموعة الكيل أو أريل [1] عندما تشتق من الكيتونات إذ تكون كل من R و R' مجموعة الكيل أو أريل وتسمى الاديمينات عندما تشتق من الألدبيدات أي تكون R مجموعة الكيل أو أريل و R' و يفضل أن تحتوي هذه المركبات على مجموعة أريل على النتروجين أو الكربون لزيادة استقراريتها وبالتالي الحفاظ عليها من التفكك أو تحولها الى بوليمرات وبهذا فان للصيغة العامة لقواعد شف شبيهان هندسيان بناءً على التوزيع الفراغي للمجاميع المرتبطة بذرتي النتروجين والكربون حول الأصرة المزدوجة C=N، إذ يكون الشبيه Syn- أو Z عندما تكون المجموعة المعوضة على ذرة الكربون للأصرة المزدوجة ذات الاسبقية الاعلى على نفس جانب المجموعة المعوضة على ذرة النتروجين Anti- E وتكون او اذا كانت على الجانب المعاكس وتعتمد استقرارية الشبيهين على طبيعة المجاميع المعوضة ويمكن ان يتحول احدهما للاخر بالضوء او الحرارة [2]

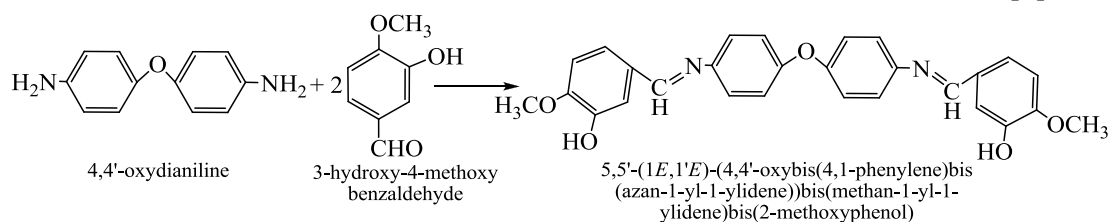


تحضير قواعد شف

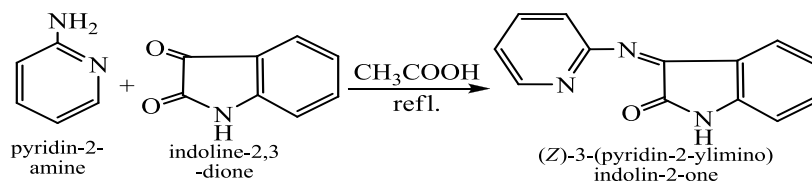
حضرت من تفاعل 4-Aminoantipyrine والمركب Sulphadiazine وبتصعيد الخطوة الاولى بمدة (25 ساعة) وفي الخطوة الثانية بتصعيد مدته (5 ساعات) [3]



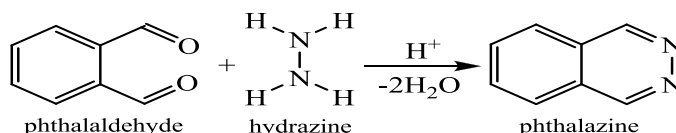
حضرت قاعدة شف ثنائية مجموعة الإيمين من تكاثف 4,4- ثنائي فينيل إيثر واورثو فنيلين في مذيب الميثانول من دون وجود العامل المساعد كالحامض أو القاعدة بالتحريك المستمر في درجة حرارة الغرفة فترسبت مادة برتقالية اللون وبنسبة منتج عالية [4].



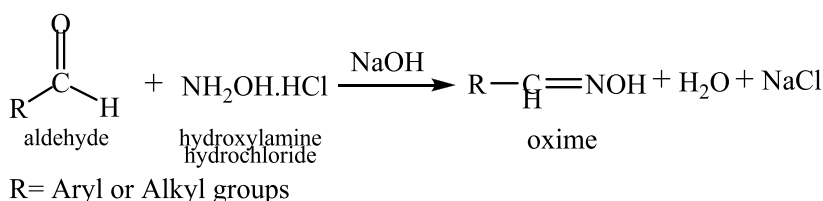
يعد المركب Pyridin-2-amine مركبا مهما إذ حضرت منه اعداد من قواعد شف يتفاعله مع امينات أولية اليقاتية اروماتية وحلقية غير متجانسة [6,5] ومنها المركب الاتي:-



حضرت ايمينات ثنائية بصورة مركبات حلقيه من تكاثف الهيدرازين مع المركبات الثنائية الكربونيل إذ يتفاعل الفثالالديهيد مع الهيدرازين ليعطي مركبات حلقيه غير متجانسة تحتوي مجموعتين من الازوميثين (Azomethine) أو اليمين (Imine) [7].



تعد طريقة التكاثر المباشر من أهم وأكثر الطرق المستعملة في تحضير الاوكزيمات عن طريق تفاعل الالديهيد أو الكيتون مع الهيدروكسيل امين هيدروكلورايد في وسط قاعدي [8].



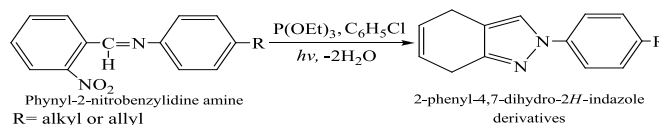
المركبات الحلقيه غير المتجانسة

المركبات الحلقيه غير المتجانسة هي المركبات التي تمتلك تركيباً حلقياً مكوناً من ذرة كربون واحدة أو أكثر فضلاً عن ذرات أخرى مختلفة. ومن أكثر الذرات غير المتجانسة شيوعاً هي النتروجين والاكسجين والكبريت. ونظراً لأهمية هذه المركبات من الناحية التطبيقية في مجالات مختلفة فقد لاقى اهتماماً كبيراً من قبل الباحثين فهي تدخل في تركيب الكلوروفيل في النبات، كما ان الهيموكلوبين يحتوي على اربع حلقات من البايروول وتعد من المركبات الواسعة الانتشار في الطبيعة [9].

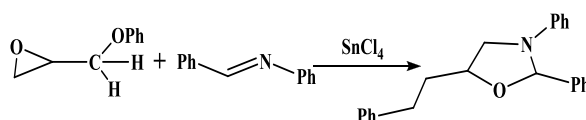
وتوجد عدة انواع من الجزيئات الحياتية التي تحتوي في تركيبها على انظمة حلقيه غير متجانسة منها القواعد النتروجينية مثل البيورين والبيريميدين التي تدخل في تركيب النيوكليوتيدات التي تعد المكونات الاساسية لتركيب الحامض النووي DNA والـ RNA. كما ان معظم افراد مجموعة فيتامين B لها حلقات غير متجانسة تحتوي على النتروجين [10]. كما ان العديد من المضادات الحيوية كالبنسلين تحتوي على انظمة حلقيه غير متجانسة ويمكن الحصول على العديد من المركبات الحلقيه غير المتجانسة مخبرياً التي تمتاز بامتلاكها فعالية بايولوجية واصباغ ومبيدات حشرية وبوليمرات [11].

الحلقات الخماسية غير المتجانسة

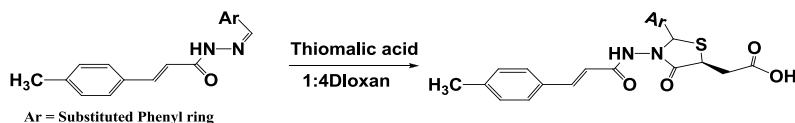
ان قواعد شف التي تحتوي على مجموعة نيترو في الموقع أورثو في الحلقة الاروماتية للبنزلديهيدات تفاعلاً ضمناً تحت ظروف خاصة بوجود ثلاثي اثيل فوسفيت في مدة قصيرة لتكوين مركبات غير متجانسة خماسية الحلقة كما مبين في ادناه [12].



بعض المركبات الحلقيه غير المتجانسة الخماسية المحتوية على ذرتي الأوكسجين والنايتروجين تم تحضيرها من خلال تفاعل مجموعة الازوميثين مع حلقة الأوكسيران والناتج هو مركب (1، 3 - أوكسازوليدين) كما في المعادلة ادناه [13].



كما حضر الباحث Chatrabhuji وجماعته [14] بعض المشتقات الحلقة الخماسية من تفاعل الهيدرازونات مع الثايوماليك في الداويكسان كمذيب كما يأتي :



الجزء العملي

تحضير قواعد شف [H₁₀-H₁] [18-15]

أذيب (2.1gm, 0.018mol) من باراتوليدين في (40ml) من الايثانول ببيكر سعتة (75ml) وسخن لمدة (10) دقائق) وفي الوقت نفسه أذيب (2.5gm, 0.018mol) من بارا كلورو بنزليدهايد في (15ml) من الايثانول المطلق في بيكر ذي سعة (75ml) مع قطرتين من حامض الخليك الثلجي كعامل مساعد وسخن لمدة (5) دقائق) وتم المزج في دورق دائري مزود بمحرك مغناطيسي. وصعد المزيج لمدة (6) ساعات) وبعد انتهاء مدة التصعيد ركز المحلول ، وبرد بعد ذلك المحلول في حمام ثلجي فظهرت بلورات ذات لون ابيض، رشحت ثم اعيد بلورتها من الايثانول المطلق وجفف الراسب لحد ثبوت الوزن وتم قياس درجة الانصهار فتم الحصول على قاعدة شف (H₁)، وبطريقة العمل نفسهاحضرت قواعد شف الاخرى [H₁₀-H₂] ، الجدول (1).

تحضير الحلقات الخماسية غير المتجانسة

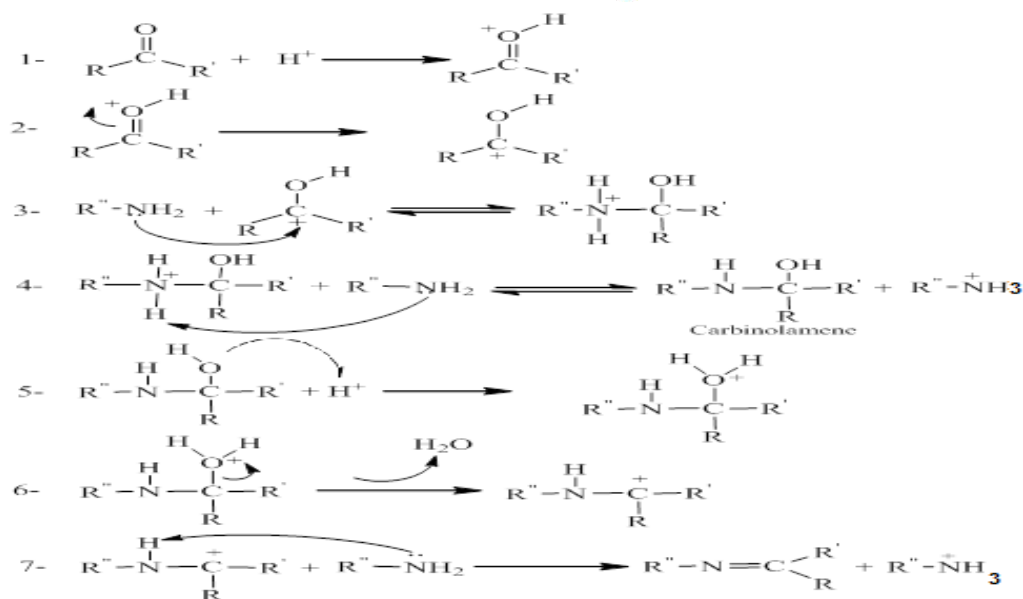
تحضير مشتقات اوكسازوليدين-5-اون [H₂₀-H₁₁] من كلورو داي فلورو حامض الخليك

مزج (2.29gm, 0.01mol) من قاعدة شف (H₁) مذاباً في (20ml) من رباعي هيدروفيوران (THF) مع (1.3gm, 0.01mol) من كلورو داي فلورو حامض الخليك مذاب في (20ml) من المذيب نفسه ومن ثم أضيفت (5) قطرات) من ثلاثي أثيل أمين الى المزيج ثم وضع المزيج في دورق دائري سعتة (100ml) لمدة (6) ساعات) و برد الناتج في حمام ثلجي فظهرت بلورات من المركب (H₁₁)، رشحت البلورات وتم بلورتها مرتين من الايثانول وجفف الراسب لحد ثبوت الوزن وقيست درجة انصهارها و بطريقة العمل نفسهاحضرت المشتقات الاخرى. الجدول (2).

النتائج والمناقشة

تحضير قواعد شف [H₁₀-H₁]

تم تحضير أعداد متنوعة من قواعد شف من تفاعل الالديهيدات والكيثونات مع الأمينات الاروماتية الأولية بتصعيدها في الكحول الأثيلي المطلق و قطرات من حامض الخليك الثلجي كعامل محفز. يتضمن التفاعل هجوم نيوكليوفيلي للمزدوج الالكتروني الموجود على ذرة N في NH₂ على كاربون مجموعة الكاربونيل للالديهيد أو الكيتون لتكوين Hemiaminal N-Substituted الذي يفقد جزيئة ماء ليعطي اليمين، المركب المستقر. ويعتقد أن التفاعل يحدث بالميكانيكية المبينة [19].



تم تشخيص قواعد شف المحضرة بتعيين درجات انصهارها، الجدول (1)، ثم بوساطة مطيافية UV-Vis.Spectroscopy باستعمال الكلوروفورم كمذيب الجدول (3).

يتميز طيف UV-Vis.Spectroscopy للمركبات الحاوية على اواصر مزدوجة متعاقبة مع اواصر فردية لكروموفور غير مقترن بظهور قمما في المدى (272-235nm) تعود لانتقال $(\pi-\pi^*)$ ويسبب الاقتران مع مجاميع الاكليل أو الأريل تغيرا في الطيف ليعطي قمم تعود للانتقالات $(\pi-\pi^*)$ و $(n-\pi^*)$.

أظهر طيف UV-Vis.Spectroscopy لهذه المركبات قمم امتصاص واضحة عند (312-260nm) للانتقالات من نوع $(n-\pi^*)$ لمجموعة (-N=CH-Ar) [20] وللأصرة C=O. أما قمم الامتصاص عند (230-205nm) فإنها تعود للانتقالات الالكترونية من نوع $(\pi-\pi^*)$ الخاصة بحلقة البنزين [21]. وتوضح القيم والمعلومات في الجدول (3) مواقع الامتصاص هذه. في طيف الأشعة تحت الحمراء وبشكل عام يتغير موقع تردد مجموعة (C=N) لقواعد شف بتغير التركيب الجزيئي للقاعدة حتى يتراوح بين $(1570-1680\text{cm}^{-1})$ اذا كانت قاعدة شيف اروماتية أو حلقيه غير متجانسة أو أليفاتية وكذلك يعتمد على نوع المجموعة المعوضة القريبة من الأصرة (C=N) ومن الصعب تحديد موقع تردد الأصرة (C=N) بالمدى $(1570-1680\text{cm}^{-1})$ عند وجود اواصر أخرى بتركيب قاعدة شف تقع تردداتها الاهتزازية أو الانحنائية بتلك المنطقة مثل الحلقات الأروماتية والحلقات غير المتجانسة والأواصر الكاربونيلية، لذلك أظهرت مطيافية FT-IR لقواعد شيف المحضرة، الجدول (4) يوضح قيم الامتصاص هذه. الحزم عند $(1596-1654\text{cm}^{-1})$ تعود إلى اهتزاز مط (C=N)، وحزم عند $(1657-1710\text{cm}^{-1})$ تعود إلى (C=O)، وحزم عند $(3043-3101\text{cm}^{-1})$ تعود إلى اهتزاز مط الأصرة (C=C-H) الخاصة بحلقة البنزين، وحزم عند $(1573-1476\text{cm}^{-1})$ التي تعود إلى اهتزاز مط الأصرة (C=C) الاروماتية إذ تكون ذات شدة اضعف من شدة الأصرة (C=N). وحزم عند $(2964-2895\text{cm}^{-1})$ تعود إلى اهتزاز مط (C-H) الالفاتية وحزمة امتصاص (3376cm^{-1}) تعود إلى (N-H) للمركب H_6 وحزم عند $(1186-1123\text{cm}^{-1})$ تعود إلى اهتزاز المط للأصرة (C-N). وتظهر هذه المركبات حزم امتصاص عند $(750-700\text{cm}^{-1})$ التي تعود إلى اهتزاز خارج المستوى للأصرة N-H Lactam و $(860-750\text{cm}^{-1})$ العائدة إلى اهتزاز الانحناء للأصرة (C-H) واهتزازات مط الحلقة (الحزم الهيكلية) للأواصر (C=C) في حلقات المركبات الاروماتية وتظهر كذلك حزم امتصاص خارج المستوى تعود للمجموعة (C-H) الاروماتية وذلك عند $(849-783\text{cm}^{-1})$ وأظهرت قاعدة شف للمركب H_{10} المحتوية على مجموعة (NO_2) اشارتين لهذه المجموعة الاولى تقريبا عند (1330cm^{-1}) والثانية تقريبا عند (1560cm^{-1}) ويعود السبب في ذلك الى وجود نوعين من مط لهذه المجموعة (متناظر وغير متناظر) وأظهرت قواعد شف للمركب H_3 حزمة امتصاص تعود للمجموعة (O-H) الفينولية وذلك عند 3326cm^{-1} .

تحضير الحلقات الخماسية غير المتجانسة

تحضير مشتقات [21] اوكسازوليدين-5-اون $[H_{20}-H_{11}]$ من كلورو داي فلورو حامض الخليك

حضرت مشتقات المركب 2,3-Disubstituted-4'-4'-Difluoro-Oxazolidin-5-one من تفاعل كلوروداي فلورو حامض الخليك مع قواعد شف باستعمال THF كمذيب وبتصعيد مدته ست ساعات. يتضمن التفاعل هجوما نيوكليوفيليا Nucleophilic Attack من قبل المزدوج الالكتروني لذرة النيتروجين لقاعدة شف على ذرة كربون ثلاثي حامض الخليك المرتبطة بها ذرة الكلور وذرتي الفلور لتكوين مركب وسطي (ايون كاربونيوم) الذي بدوره يتفاعل ضمناً لتكوين الناتج النهائي. شخّصت هذه المشتقات بتعيين درجات الانصهار، الجدول (2)، ثم بواسطة أطياف الأشعة فوق البنفسجية-المرئية، والشكلان (3)، (4) للمركبين (H_{16}) و (H_{20}) يوضحان قيم الامتصاص هذه. إذ أظهر الطيف قمم امتصاص عند (340-335nm) تعود إلى الانتقالات الالكترونية $(n-\pi^*)$ للأصرة $(C=O)$ ، وعند (245-226nm) للانتقالات الالكترونية $(\pi-\pi^*)$ الخاصة بحلقة البنزين [23,22].

وتم الاستدلال على تكون هذه المشتقات من أطياف FT-IR Spectra، الجدول (5) والأشكال (5)، (6) للمركبين H_{20}, H_{18} ، توضح قيم الامتصاص هذه. إذ تظهر وجود حزم امتصاص عند $(3074-3018cm^{-1})$ تعود إلى مط الأصرة $(C-H Aromatic)$. وحزم امتصاص عند $(2939-2916cm^{-1})$ تعود إلى مط الأصرة $(C-H)$ الاليفاتية وتظهر حزم عند $(1749-1730cm^{-1})$ تعود إلى مط $(C=O)$ اللاكتونية وكذلك حزم عند $(1599-1568cm^{-1})$ تعود لمط الأواصر $(C=C)$ الاروماتية. وحزم عند $(1105-1063cm^{-1})$ تعود للأصرة $(C-F)$ وحزم عند $(825-755cm^{-1})$ وتعود لاهتزاز انحناء الأصرة للمجموعة $(C-H)$ واهتزازات مط (الحزم الهيكلية) للأواصر $(C=C)$ في المركبات الاروماتية، وحزم تقع خارج المستوى لمجموعة $(C-H)$ الاروماتية عند $(829-775cm^{-1})$.

مناقشة طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^1H-NMR) للمركب (H_{18}) :-

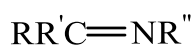
أظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^1H-NMR) حزمة عند (2.43) جزء من المليون تعود لبروتونات $(N-CH_3)$ وظهور حزمة عند (3.17) جزء من المليون تعود لبروتونات $(=C-CH_3)$ وظهور حزم متعددة عند المدى (7.34-7.75) جزء من المليون تعود إلى بروتونات الحلقات الاروماتية في المركب وظهور حزمة عند (9.52) جزء من المليون تعود لبروتون $(N-CH)$ كما موضح في الأشكال (5) و(6) و(7).





















المصادر

- 1- Layer, R. (1963). ;Chem.Rev., 63, 489,
- 2- Padwa, A. (1977). Chem.Rev., 77, 1,37,PP. 941-955,
- 3- Mohammed, L.; Kadhim, A. and Aubaid, N. (2013). ISSN 2277-288X, Acta. Chim. Pharm. Indica., 3(2), pp.111-118,
- 4- Jarrahpour, A.;Zarei, M.; (2010). Malobank, M. 352, ISSN 422. 8599, 22,
- 5- Kumar, C.; Pandeya, S. (2012). Int. J.Pharm. Tech. Res., Vol.4,No.2, pp. 590-598,
- 6- Jarrahpour, A.; Khalili, D.; Clercq, E.; Salmi, C. and Brunel, J. M. (2007). Molecules, 12, 1720 -1730, PP. 1420-3049,
- 7- Bhattacharjee, D. and Popp, D. (1980).J.HeterocyclicChem.,17,. 315
- 8- Cary, F. (1996). "OrganicChemistry",3rded.,UniversityofVirginia, 701,
- 9- Hendrickson, J.B; Cram, D.J. and Hamond .S.G, (1970), "Organic Chemistry", 3rd Edn. McGrow-Hill Inc., Japan, p. 967.

- 10- Katritzky.A.R and Reez. G.W, (1984), "Comprehensive Heterocyclic Chemistry; Synthesis and Uses of Heterocyclic Compounds", Pergamon Press Ltd., England.
- 11- فاضل سليمان كموه و اقبال صادق الشيباني، (1986)، "مقدمه في كيمياء المركبات الحلقية غير المتجانسة"، ص 15، مطبعة جامعه البصرة.
- 12-Huarotte,M.;Bhattacharjee,A.;Manhas,M.and Bose,A.K, ,(2000)NewJersey cad .J. Of Sc., 45, 5.
- 13-Hayashi,S.;Furukawa,M,Fujino. Y,Okabe.H,andNakao.T,(1971),*Chem.Pharm.Bull*,1(2)19-22 .
- 14-Chatrabhuji,P.;Vyas,K.;Nimavat.K and Undavia,N.(2011),,*AsianJ.Bio.Phar.Res.*(1(1), 119-125.
- 15- Mohammed, L.; Kadhim, A. and Ubaid, N. (2013) *Journal Acta Chim. Pharm. Indica*, 2277-288X, 3(2), pp. 111-118.
- 16-Ravi,M.;Ushaiah,B.;Sujitha, P.; Kudle, K. and Devi. S, (2014) *Int. J.Pharm. Pharm.Sci.*,: 0975-1491, 6, Suppl 2,. 637-643,.
- 17-Kodari,K.and Chourasia,O.(2013) *Heterocyclic Research Laboratory*,: 2231-3087(print) 2230-9632 (Online),. 3: (1),. 49-56,.
- 18-Magar,K.; Kirdant,S.; and Chondhekar,K.(2014)*J.Chem Bio. Phy. Sci. Sec.*, E-ISSN: 2249-1929,. 4, 1, 70-77.
- 19-Solomons.T and Fryhle.C,(2000)"*Organic Chemistry*",7th ed., John Wiley and Sons, Inc. New York,., 738.
- 20- Kasim,M. (2008) *Nat. J. Chem.*, 30,. 297-305.
- 21- George.K, Frantz. M, Altamirano.K, Valle.C, Tandon. M, Leimgruber.S, Sharlow. E, Lazo. J , Wang. Q and Wipf. P, (2011) *journal Pharmaceutics*, 1999-4923, 3, 186-228,
- 22- Bellamy.L, (1964)"The infra-red spectra of complex molecules",2nd ed., Richard Clay and Co.Ltd., Bungay , Suffolk,., 132.
- 23- Saeed, A.; Ibrahim, F. and Jassim. N, (1990) *Iraqi J. Chem.*, 15,. 113.

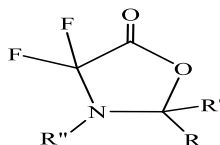
الجدول (1): الوزن الجزيئي، الصيغة الجزيئية، النسبة المئوية وبعض الخواص الفيزيائية لقواعد شيف المحضرة

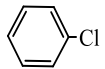

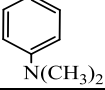

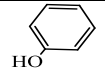

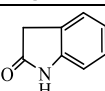

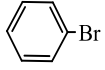

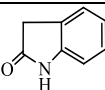

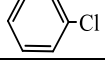

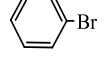



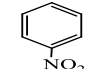



Com No.	R	R'	R''	Molecular formula	M.wt	Yield %	m.p. °C	Colour
H ₁		H		C ₁₄ H ₁₂ ClN	229.70	93%	124-127	أبيض براق
H ₂		H		C ₁₆ H ₁₈ N ₂	238.32	85%	96-98	أصفر براق
H ₃		H		C ₁₄ H ₁₃ NO	211.25	87%	94-96	أصفر براق
H ₄		--		C ₁₅ H ₁₂ N ₂ O	236.26	97%	225-226	أصفر
H ₅		H		C ₁₄ H ₉ BrN ₂ S	317.20	88%	111-113	أصفر فاتح براق
H ₆		--		C ₁₂ H ₈ N ₄ O	224.21	87%	177-179	برتقالي محمر براق
H ₇		H		C ₁₇ H ₁₂ ClN	265.73	81%	100-101	جوزي فاتح
H ₈		H		C ₁₈ H ₁₆ BrN ₃ O	370.24	85%	253-254	أصفر فاتح براق
H ₉		H		C ₁₆ H ₁₅ N ₃ O ₂	281.30	91%	212-213	أصفر فاتح
H ₁₀		H		C ₁₈ H ₁₆ N ₄ O ₃	336.34	94%	220-221	أصفر

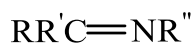
ملاحظة: المقصود (--) هو انه لا يوجد أي معوض في هذا الموقع

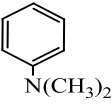
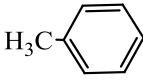
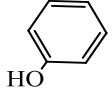
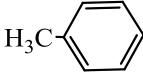
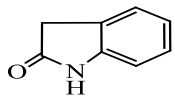
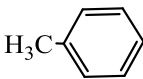
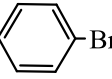
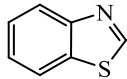
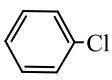
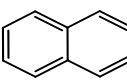

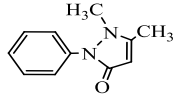
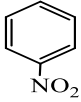
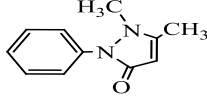
جدول (2): يوضح الوزن الجزيئي ، الصيغة الجزيئية، النسبة المئوية وبعض الخواص الفيزيائية لمركبات اوكسازوليدين -5- اون المحضرة



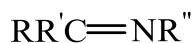
Com No.	R	R'	R''	Molecular formula	M.W	Yield %	m.p. °C	Colour
H ₁₁		H		C ₁₆ H ₁₂ NO ₂ ClF ₂	323.5	87%	77-79	جوزي
H ₁₂		H		C ₁₈ H ₁₈ N ₂ O ₂ F ₂	332	82%	74-76	جوزي
H ₁₃		H		C ₁₆ H ₁₃ NO ₃ F ₂	305	91%	80-82	اصفر
H ₁₄		-----		C ₁₇ H ₁₂ N ₂ O ₃ F ₂	330	88%	86-88	جوزي فاتح
H ₁₅		H		C ₁₆ H ₉ BrN ₂ SO ₂ F ₂	402	89%	67-69	اصفر
H ₁₆		-----		C ₁₄ H ₈ N ₄ O ₃ F ₂	318	90%	158-160	برتقالي
H ₁₇		H		C ₁₉ H ₁₂ ClNO ₂ F ₂	395	76%	103-105	جوزي فاتح براق
H ₁₈		H		C ₂₀ H ₁₆ BrN ₃ O ₃ F ₂	464	86%	232-234	أصفر براق
H ₁₉		H		C ₁₈ H ₁₇ N ₃ O ₄ F ₂	377	91%	198-200	اصفر فاتح
H ₂₀		H		C ₂₀ H ₁₈ N ₄ O ₅ F ₂	432	84%	216-218	برتقالي





















الجدول (3): قيم امتصاص UV-Visible لبعض قواعد شيف المحضرة باستخدام الكلوروفورم كمذيب.



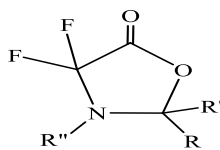
Com. Code	R	R'	R''	Wave Length (λ_{max}/nm)	
				Absorption	
H ₂		H		222.0	300.0
				0.990	1.730
H ₃		H		215.0	298.0
				1.150	1.330
H ₄		--		218.0	282.0
				0.890	1.850
H ₅		H		225.0	312.0
				1.780	2.000
H ₇		H		220.0	260.0
				2.000	2.110
H ₉		H		215.0	277.0
				1.550	2.100
H ₁₀		H		205.0	268.0
				1.220	1.880

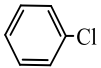

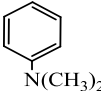

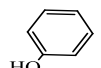

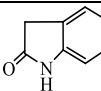

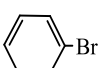

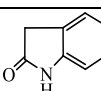

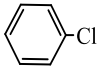

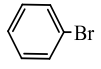



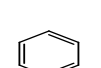

الجدول (4): قيم أطياف الأشعة تحت الحمراء لقواعد شيف المحضرة

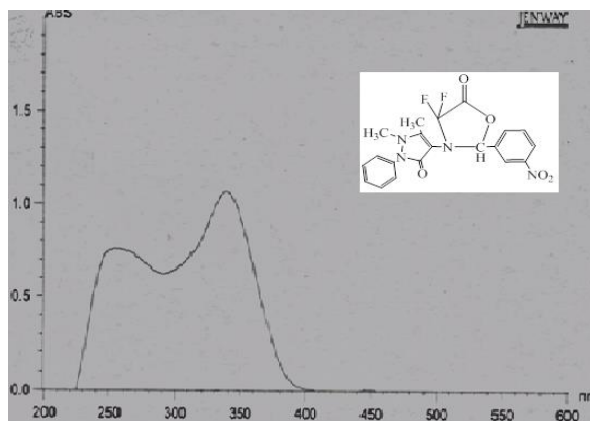


FT-IR(KBr), $\nu(\text{cm}^{-1})$											
Com No	R	R'	R''	C=C Aro.	C=N	C-H Ali.	C-H Aro.	C-N	=C-H Alke	C=C Alke	Others
H ₁		H		1566	1641	2899	3071	1139	3092	--	C-Cl, 1002
H ₂		H		1499	1598	2902	3074	1172	3088	--	--
H ₃		H		1476	1651	2895	3043	1175	3064	--	O-Hb, 3326
H ₄		--		1488	1596	2964	3098	1136	--	--	NH, 3378 C=O, 1691
H ₅		H		1573	1651	--	3087	1123	3094	--	C-S, 655 C-Br, 598
H ₆		--		1490	1647	--	3085	1173	--	--	N-H, 3376 C=O, 1710
H ₇		H		1543	1622	--	3081	1136	3111	--	C-Cl, 1000
H ₈		H		1489	1627	2923	3043	1131	3066	1545	C-Br, 575 N-N, 1122 C=O, 1657
H ₉		H		1567	1632	2896	3059	1178	3066	1580	C-O, 1190 N-N, 1155 C=O, 1695
H ₁₀		H		1566	1654	2963	3101	1186	3120	1586	N-N, 1140 C=O, 1688 NO ₂ , 1330, 1560

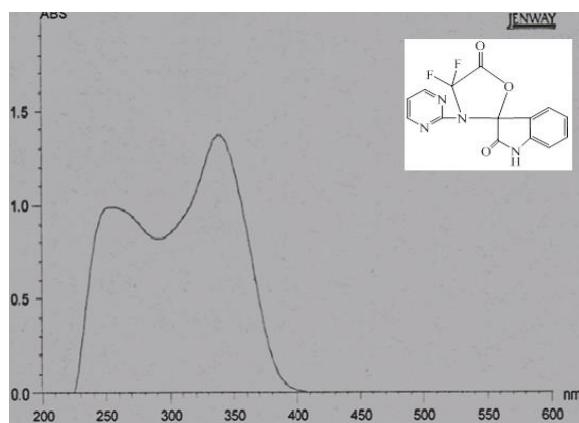
الجدول (5): قيم أطيف الاشعة تحت الحمراء لمشتقات اوكسازوليدين -5- اون



FT-IR(KBr), $\nu(\text{cm}^{-1})$											
Com No	R	R'	R''	C=C Aro.	C-F	C-O	C-H Aro.	C-H Ali.	C-N	C=O Lacto	Others
H ₁₁		H		1593	1086	1206	3030	2920	1173	1740	C-Cl, 810
H ₁₂		H		1576	1080	1198	3022	2918	1148	1740	-----
H ₁₃		H		1572	1105	1217	3018	2916	1176	1749	O-H 3294
H ₁₄		---		1582	1075	1212	3026	2922	1182	1746	-----
H ₁₅		H		1595	1063	1221	3053	2938	1153	1730	C-Br 519 C=N 1531 C-S 1221
H ₁₆		----		1572	1090	1205	3060	2927	1173	1734	C=N 1618 N-H 3413
H ₁₇		H		1584	1072	1212	3052	2932	1176	1742	C-Cl 825
H ₁₈		H		1599	1063	1209	3059	2935	1168	1730	C-Br 585
H ₁₉		H		1574	1074	1208	3048	2927	1163	1742	C-HAli 2965
H ₂₀		H		1568	1082	1209	3074	2939	1134	1741	NO ₂ , 1346,1516

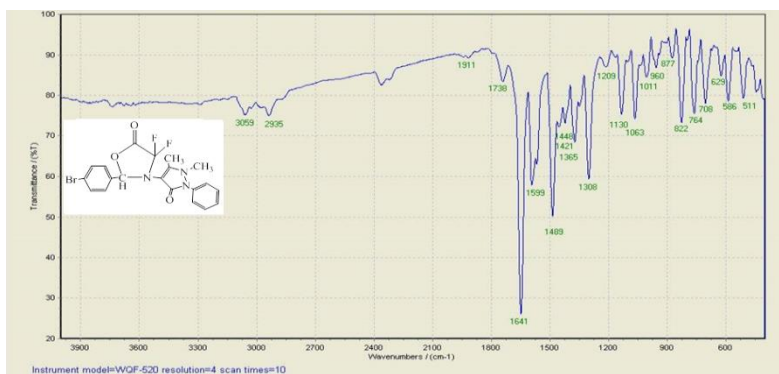


الشكل (1): طيف الاشعة فوق البنفسجية-المرئية

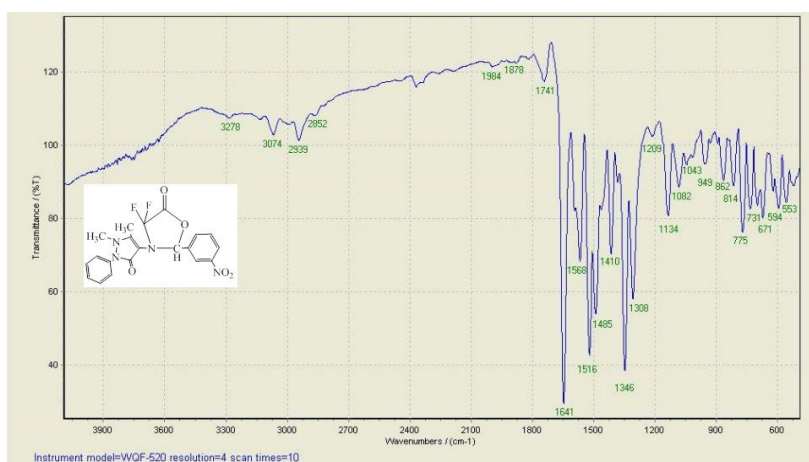
UV-Vis.Spectroscopy للمركب H₂₀

الشكل (2): طيف الاشعة فوق البنفسجية-المرئية

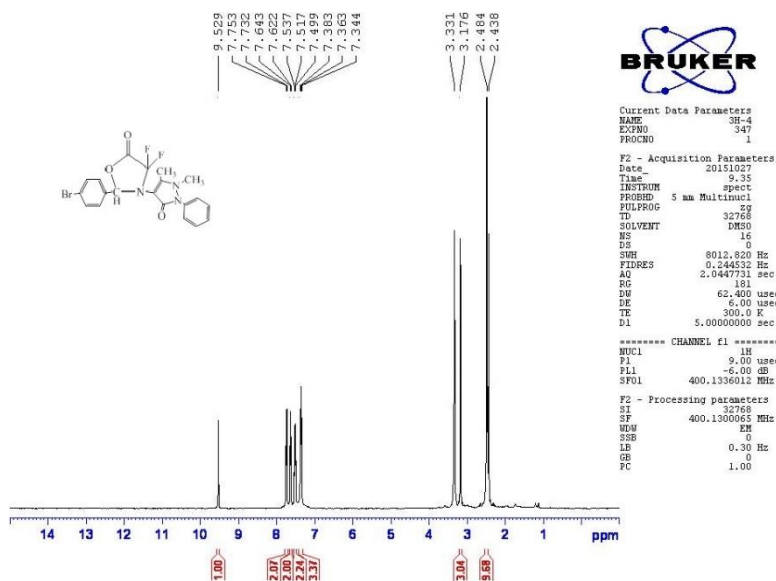
UV-Vis.Spectroscopy للمركب H₁₆



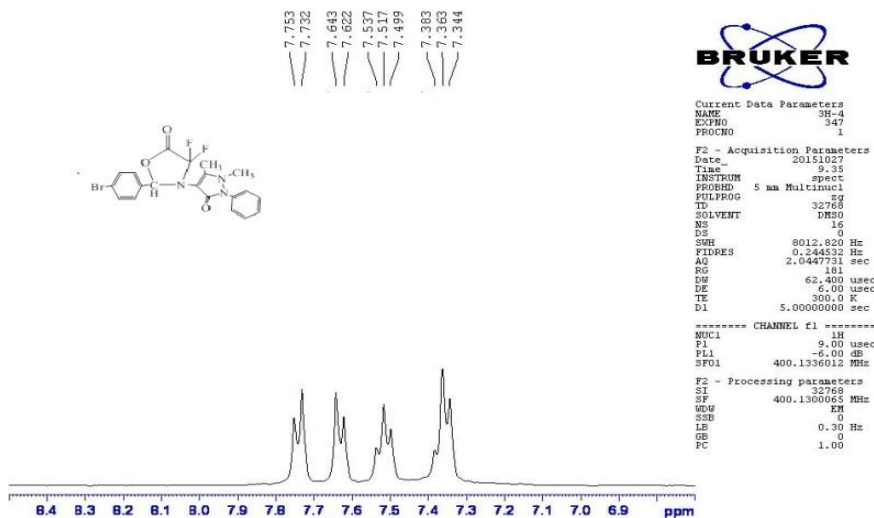
الشكل (3): طيف FT-IR للمركب H₁₈



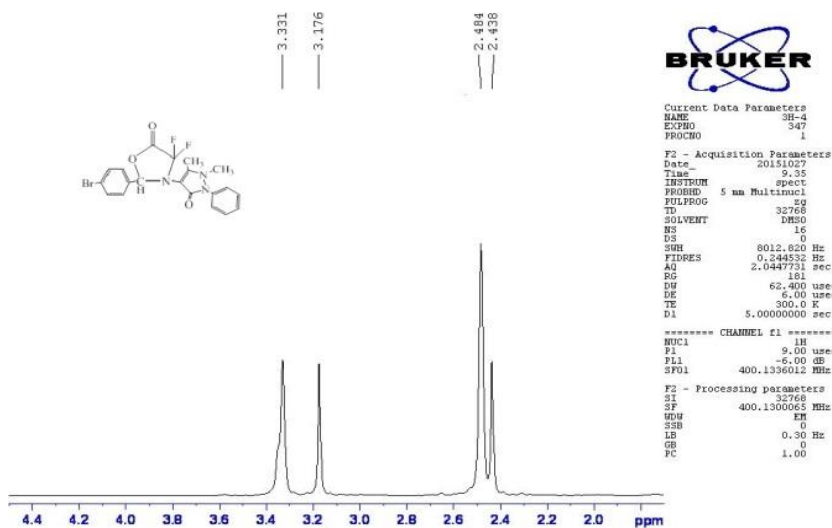
الشكل (4): طيف FT-IR للمركب H₂₀



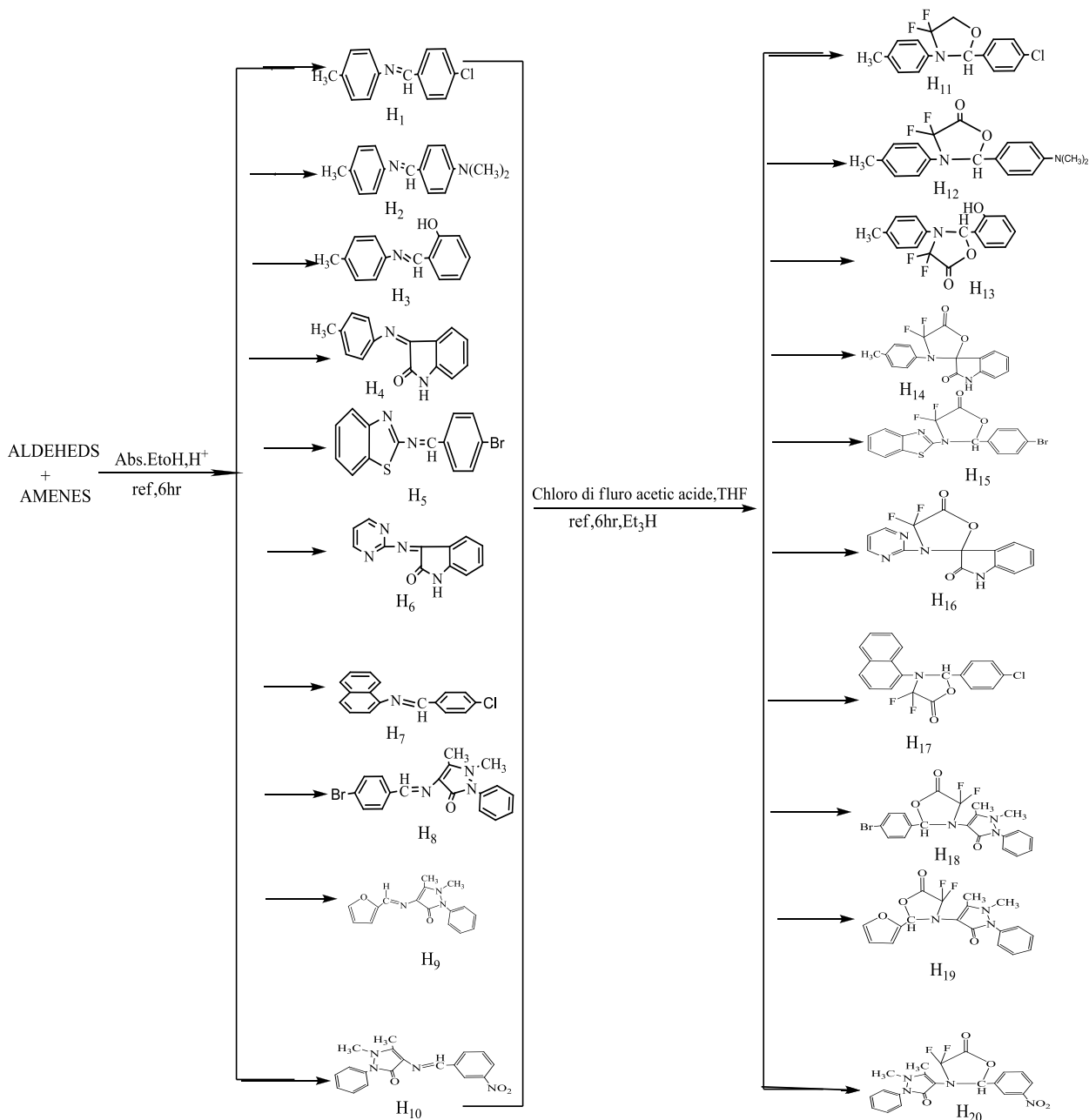
الشكل (5): طيف ¹H NMR للمركب H₁₈



الشكل (6): بعض الازاحات المكبرة العائدة لطيف ^1H NMR للمركب H_{18}



الشكل (7): بعض الازاحات المكبرة العائدة لطيف ^1H NMR للمركب H_{18}



المخطط (1): يوضح المركبات المحضرة



Synthesis and Characterization of Heterogeneous Five Membered Rings from Chloro di fluoro acetic acid

Khaled Mutni Mohammed Al-Janabi

Duraid Abd Samir Al-Dulaimi

Dept.of Chemistry / College of Education for Pure Science / University of Tikrit

Received in:19/November /2015,Accepted in:31/January/2016

Abstract

Various types of heterogeneous five membered rings were prepared from the reaction of the compound chloro Di Fluoro acetic acid with Schiff bases (which was prepared using different Aldehydes, Ketones, and amines [H₁₀-H₁] and five membered rings were prepared (derivatives of Oxazolidine-5-one, and the presence of Tetrahydrofuran (THF) [H₂₀-H₁₁]. Melting points of the compounds were measured. The prepared compounds were diagnosed spectrally by using UV-Visible and Infrared spectroscopy, and (1H-NMR) Spectrum for some compounds. The results confirmed the validity of the proposed chemical compositions.

Key words: Aldehydes, Ketones, Amines and Oxazolidine