

## تحضير وتشخيص مركبات ثنائية الحلقة غير المتجانسة من تكاثف مشتقات البايرازول مع الديهايدات او الكيتونات

ابتسام توفيق امين<sup>1</sup>، غزوان حسن عبدالوهاب<sup>1</sup>، خضير عباس خضير<sup>2</sup>

<sup>1</sup>قسم الكيمياء، كلية التربية للعلوم الصرفة، جامعة تكريت، تكريت، العراق

<sup>2</sup>قسم الكيمياء الحياتية، كلية الطب، جامعة تكريت، تكريت، العراق

ibtisam\_taufek@yahoo.com

### الملخص:

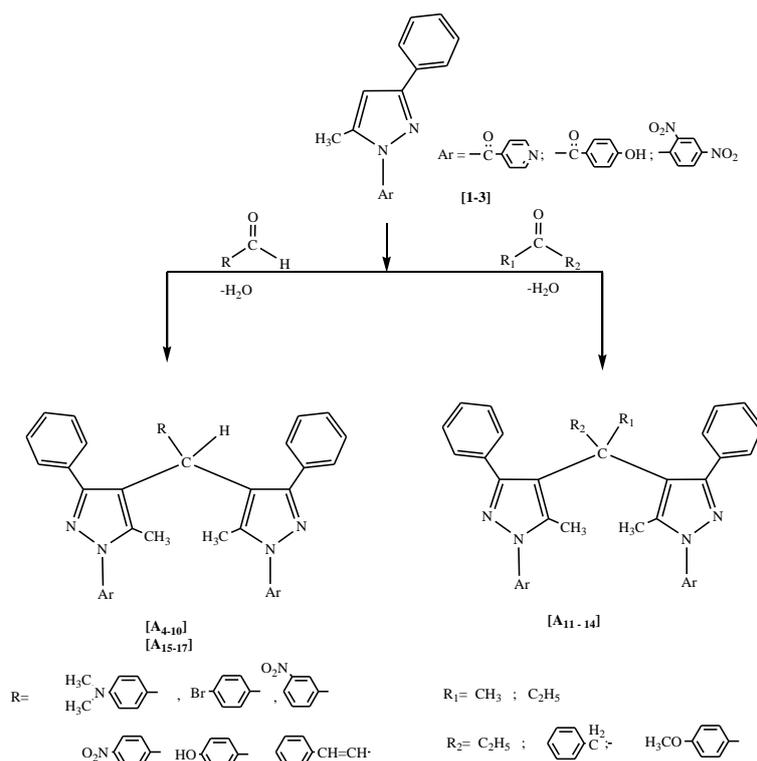
تضمن هذا البحث تحضير مشتقات للبايرازول من تصعيد بنزويل أسيتون مع أحد الهيدرازيدات الحامض الكاربوكسيلي المناسبة وباستخدام الأيثانول كمذيب. ويمر التفاعل عبر مرحلتين من الإضافة النيوكليوفيلية رباعية السطوح وتتم في المرحلة الثانية عملية التحول. ثم تم مفاعلة مشتق البايرازول مع الديهايدات وكيتونات مختلفة لاعطاء ناتج ثنائي الحلقة غير المتجانسة (Bicyclic). شخّصت المركبات المحضرة باستخدام مطيافية الأشعة تحت الحمراء ومطيافية الرنين النووي المغناطيسي وتم التأكد من سير واكتمال التفاعلات باستخدام الـ TLC وتم التأكد من هوية المركبات المستحصلة.

**الكلمات الدالة:** البايرازول، الديهايد، كيتون، تكاثف

### 1- المقدمة

مشتقات البايرازول فعالية جيدة ضد البكتريا والفطريات<sup>(13, 14)</sup> كما اثبتت دراسة أن بعض مشتقاته مثبط لتأكل الفولاذ الناتج عن حامض الهيدروكلوريك<sup>(15)</sup>. وتم تقويم الفعالية البايولوجية للبعض مركبات البايرازول ضد أنواع مختلفة من الاورام السرطانية وكانت النتائج ايجابية<sup>(16)</sup>. واستعملت كمبيدات للقراد على المحاصيل الزراعية ومبيد للفطريات ومضاد للميكروبات ومضاد للالتهابات<sup>(17)</sup>. ان الهدف من هذا البحث تحضير عدد من المركبات الحاوية ناتج ثنائي الحلقة غير المتجانسة (حلقة البايرازول)، حيث حضرت من تفاعل بنزويل أسيتون مع هيدرازيد الحامض الكاربوكسيلي المناسب وبعد الحصول على مشتقات البايرازول تم مفاعلاتها مع الديهايدات او كيتونات للحصول على المركبات المطلوبة. شخّصت المركبات المحضرة باستخدام مطيافية الأشعة تحت الحمراء ومطيافية الرنين النووي المغناطيسي وتم التأكد من سير واكتمال التفاعلات باستخدام الـ TLC.

ان البايرازولات هي مركبات خماسية الحلقة غير متجانسة تتألف من ثلاث ذرات كاربون وذرتي نتروجين متجاورتين بالموقع<sup>(1-2)</sup>. والحلقة الخماسية تكون مستوية تظهر كثيراً من خواص وتفاعلات المركبات الاروماتية وتخضع لقاعدة هيكل لها الكترونات باي ( $\pi$ -electrons) لاموضعية<sup>(3)</sup>. إن الخواص الكيميائية للبايرازولات خليط من الخواص الكيميائية للبريدين والبايرول وهي قاعدة ضعيفة أضعف من البريدين، وللبايرازول استقرار ملحوظ تجاه الاحماض القوية وكذلك تجاه الأكسدة وتتوقف نتائج النترجة على ظروف التفاعل<sup>(4)</sup>. وقد حضر البايرازول لأول مرة عام (1890م) من تفاعل الايبكلوروهيدرين مع الهيدرازين بوجود كلوريد الزنك<sup>(5)</sup>. وكذلك يحضر من تفاعل الهيدرازيد لحامض كاربوكسيلي مع اسيتايل استيون واثيل استيوستيت بوجود مذيب مناسب في وسط حامضي<sup>(6)</sup>. وهناك عدة طرق تحضير البايرازول ومشتقاته مذكورة في الادبيات<sup>(7-11)</sup>. تعد البايرازولات مركبات مهمة جداً في الحياة ولمشتقات المعوضة فعالية بايولوجية<sup>(12)</sup>. حيث اثبتت



المخطط رقم (1) تحضير مشتقات البايразول [1-17]

## 2-2 تحضير المركبات

### 1-2-2 تحضير مشتقات 5- ميثيل-3- فينيل- 1H- بايرازول

[A<sub>1-3</sub>]

مزج (1.62غم، 0.01 مول) من بنزويل اسيتون مع 0.01 مول من احد الهيدرازيدات الحامض الكاربوكسيلي المناسبة او (1.98غم، 0.01 مول) من 2 و 4- ثنائي نايتروفينيل هيدرازين في 25 مل ايثانول مطلق، صعد المزيج لمدة 10-12 ساعة مع التحريك ثم ركز الحجم إلى النصف، برد بحمام ثلجي لحين تكون راسب، فصل بالترشيح وجفف واعيد بلورته من مذيب مناسب، والجدول (1) يوضح الثوابت الفيزيائية للمشتقات البايرازول المحضرة.

### 2-2-2 تكاثف مشتقات البايرازول مع الديهايدات و كيتونات [A<sub>4-17</sub>]

أذيب 0.02 مول من مشتقات البايرازول [A<sub>1,2</sub>] و 0.01 مول من أحد الالديهيدات أو الكيتونات المناسبة في 15مل ايثانول، صعد المزيج لمدة 6 ساعات، ركز المحلول ثم ترك ليبرد إلى درجة حرارة الغرفة، رشح الراسب المتكون وجفف واعيد بلورته من الايثانول، والجدول (2) يوضح الثوابت الفيزيائية لمشتقات البايرازول المحضرة.

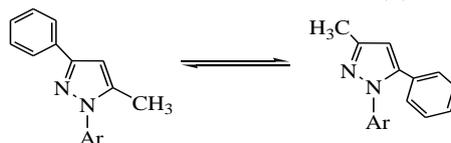
وبالطريقة نفسها تم تحضير المركبات [A<sub>15-17</sub>] الناتجة من تفاعل المركب [A<sub>3</sub>] مع الديهايدات مختلفة، والجدول (2) يوضح الثوابت الفيزيائية للمركبات [A<sub>15-17</sub>] المحضرة.

## 2- الجزء العملي

### 1-2 الاجهزة والمواد المستخدمة

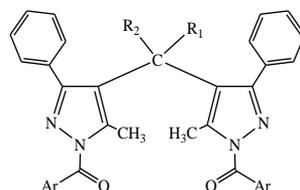
تم قياس درجة الانصهار باستخدام من النوع Electro thermal 9300 و الدالة الحامضية الـ pH باستخدام جهاز من نوع (Hanna) قسم الكيمياء - كلية التربية - جامعة تكريت، اما اطيف الاشعة تحت الحمراء فقد تم تسجيلها باستخدام جهاز من Shimadzu FT-IR 8400S باستخدام اقراص KBr وبمدى (400-4000) سم<sup>-1</sup>، في مختبر الاجهزة في قسم الكيمياء - كلية التربية - جامعة تكريت ومختبر الاجهزة- قسم الكيمياء- كلية التربية- جامعة صلاح الدين- اربيل. واما اطيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون <sup>1</sup>H-NMR، ونظير الكربون-<sup>13</sup>C-NMR 13، فقد جرت القياسات باستخدام DMSO-d<sub>6</sub> كمذيب والـ TMS كمرجع داخلي وجرت القياسات في Mangdi medicinal and Chemical Center/ Wuhan الصين. واستعملت كرموتوغرافيا الطبقة الرقيقة (Fluka) TLC (صفائح سليكا جيل- G فلوروسينيت المنشطة بسمك 0.2 ملم) لتتبع سير التفاعلات وتدقيق نقاوة النواتج وكان التطهير باليود . واما المواد الكيميائية المستخدمة في هذا البحث فقد استعملت مباشرة بدون اعادة البلورة، والمجهزة من الشركات (Fluka ، BDH ، Merck ، Aldrich).

الجدول (1) الثوابت الفيزيائية لمشتقات البايразول [A<sub>1-3</sub>]



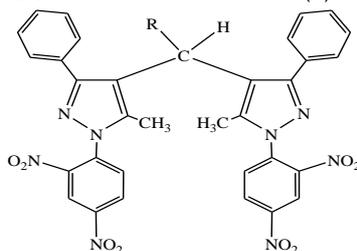
Comp. No.	Ar	Molecular Formula	M.P (C°)	Color	Yield %	Rec. Solv
A <sub>1</sub>		C <sub>17</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	222-225	Pale Yellow	85	Ethanol % 75- Dioxan
A <sub>2</sub>		C <sub>16</sub> H <sub>13</sub> N <sub>3</sub> O	158-160	Pale Brown	78	Ethanol
A <sub>3</sub>		C <sub>16</sub> H <sub>12</sub> N <sub>4</sub> O <sub>4</sub>	146-147	Orange	75	Ethanol

الجدول (2) الثوابت الفيزيائية لمشتقات البايразول [A<sub>4-14</sub>].



Comp. No.	Ar	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Molecular Formula	M.P (C°)	Color	Yield %
4A		H		C <sub>40</sub> H <sub>35</sub> N <sub>7</sub> O <sub>2</sub>	146-148	Pale yellow	60
5A		H		C <sub>39</sub> H <sub>29</sub> N <sub>6</sub> BrO <sub>2</sub>	148-150	Pale Yellow	69
6A		H		C <sub>39</sub> H <sub>29</sub> N <sub>7</sub> O <sub>4</sub>	138-140	Pale Yellow	55
7A		H		C <sub>39</sub> H <sub>29</sub> N <sub>7</sub> O <sub>4</sub>	188-190	Pale Yellow	50
8A		H		C <sub>39</sub> H <sub>30</sub> N <sub>6</sub> O <sub>3</sub>	210-213	Pale Yellow	52
9A		H		C <sub>41</sub> H <sub>32</sub> N <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	148-150	Pale Yellow	57
10A		H		C <sub>43</sub> H <sub>37</sub> N <sub>5</sub> O <sub>4</sub>	210-212	Pale Yellow	70
11A		CH <sub>3</sub>		C <sub>40</sub> H <sub>33</sub> N <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	139-141	Orange	50
12A		-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>37</sub> H <sub>34</sub> N <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	170-172	Yellow	70
13A		CH <sub>3</sub>		C <sub>41</sub> H <sub>34</sub> N <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	183-185	Pale Orange	63
14A		CH <sub>3</sub>		C <sub>41</sub> H <sub>34</sub> N <sub>6</sub> O <sub>3</sub>	170-172	Yellow	60

الجدول (3) الثوابت الفيزيائية للمركبات [A<sub>15-17</sub>].

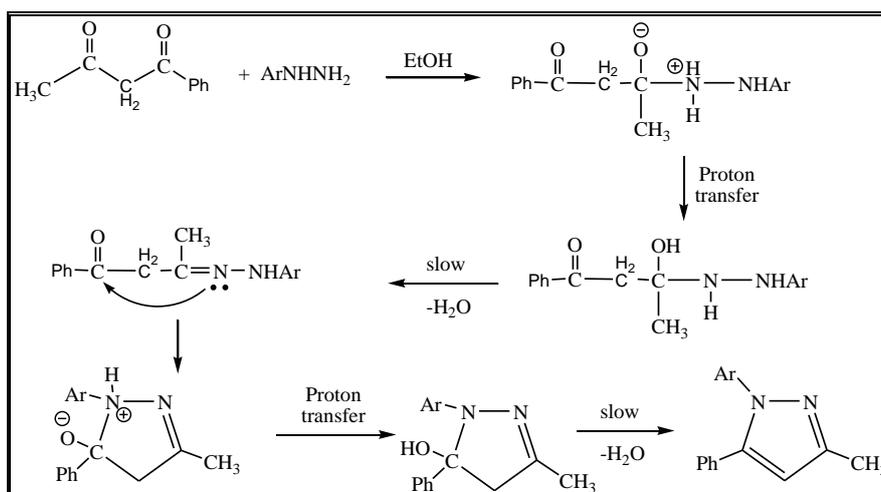


Comp. No.	R	Molecular Formula	M.P (C°)	Color	Yield %
15A		C <sub>41</sub> H <sub>33</sub> N <sub>9</sub> O <sub>8</sub>	237-240	Dark	50
16A		C <sub>39</sub> H <sub>27</sub> N <sub>8</sub> BrO <sub>8</sub>	178-180	Orange	64
17A		C <sub>39</sub> H <sub>27</sub> N <sub>9</sub> O <sub>10</sub>	164-166	Orange	70

الأيثانول كمذيب. ويمر التفاعل عبر مرحلتين من الإضافة النيوكليوفيلية رباعية السطوح وتتم في المرحلة الثانية عملية التحول، وكما مبين في الميكانيكية المتوقعة<sup>(18)</sup> الأتية:

### 3- النتائج والمناقشة

1-3 مناقشة تحضير مشتقات-5- مثل -3- فينيل-H1- بايرازول [A<sub>1-3</sub>]: تم تحضير هذه المركبات من تصعيد بنزويل أسيتون مع أحد الهيدرازيديات الحامض الكاربوكسيلي المناسبة وباستخدام



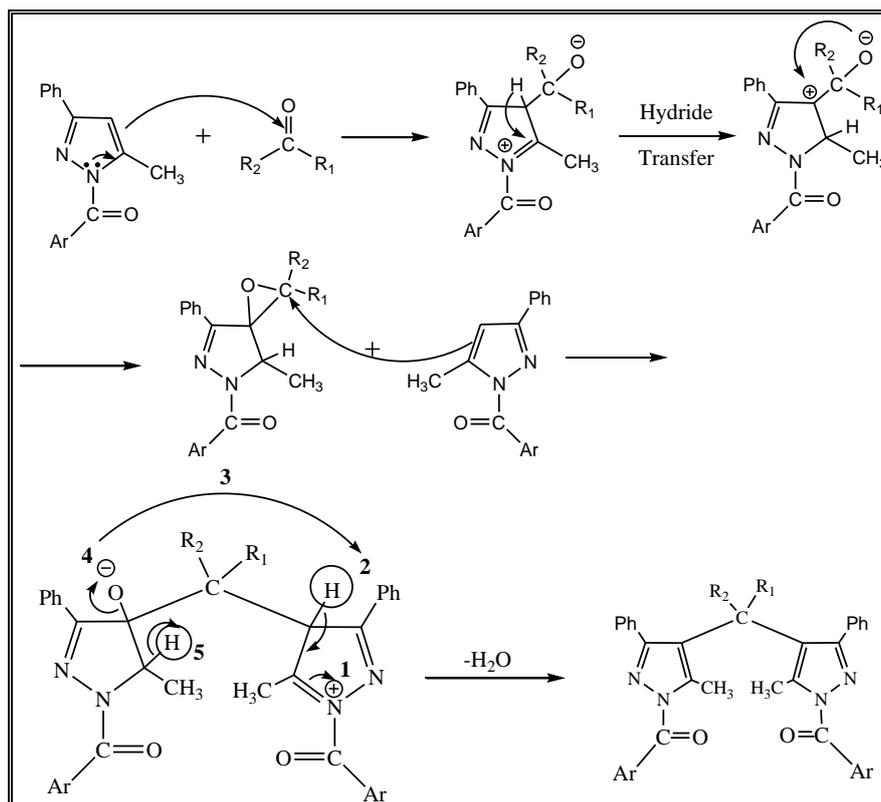
حزمة مط الاصرة (=C-H) الأروماتية ضمن المدى (3074-3034) سم<sup>-1</sup> (19)، الجدول (3) يبين نتائج طيف الاشعة تحت الحمراء (IR) لمشتقات الباييرازول [A<sub>1-3</sub>].

2-3 مناقشة تكاتف مشتقات الباييرازول مع الديهايدات وكيتونات

### [A<sub>4-17</sub>]

تم تحضير هذه المشتقات من تفاعل مشتق الباييرازول [A<sub>1,2</sub>] مع مختلف الالديهايدات والكيتونات لاعطاء ناتج ثنائي الحلقة غير المتجانسة (Bicyclic) وذلك عن طريق تفاعل مشتق الباييرازول [3-] مع الالديهايد او الكيتون. وحسب الميكانيكية المقترحة الأتية:

وقد تم التأكد من حصول التفاعل بمتابعة تغير الخصائص الفيزيائية من درجة الإنصهار واللون فضلا عن كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC)، وشخصت المركبات المحضرة [1-3] بمطيافية الاشعة تحت الحمراء (الاشكال 1و2) إذ أظهر الطيف حزمة مط اصرة (C=N) ضمن المدى (1606-1593) سم<sup>-1</sup> وحزمة مط الاصرة (C-N) ضمن المدى (1280-1236) سم<sup>-1</sup> فضلا عن ظهور حزمة مط لمجموعة الكاربونيل (C=O) للحلقة الأروماتية ضمن المدى (1629-1641) سم<sup>-1</sup> وكذلك حزماتان لتردد المط لمجموعة (C=C) الاروماتية ضمن المدى (1558-1525) سم<sup>-1</sup> و (1456-1448) سم<sup>-1</sup> وكذلك



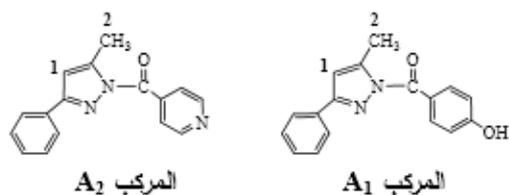
(NMR) لبعض المركبات المحضرة لدعم صحة التركيب البنائية المتوقعة للمركبات المحضرة باستخدام مذيب ( $\text{DMSO-d}^6$ )، وقد تم القياس الازاحات الكيميائية سكما ( $\delta$ ) القياسية ويعبر عنها بوحدة (ppm). وقد كانت النتائج كما هو مبين أدناه :

أظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون  $^1\text{H-NMR}$  للمركب  $\text{A}_1$  اشارة احادية (s) عند  $\delta 2.06$  اعزيت الى بروتونات مجموعة المثل ومن قيمة التكامل تبين انها تعود الى ثلاث بروتونات، فيما ظهر بروتون مجموعة الهيدروكسيل عند الموقع  $\delta 4.40$  كاشارة احادية (s)، وظهر البروتون H1 كاشارة احادية (s) عند  $\delta 6.58$  فيما ظهرت بروتونات مجموعة الفينيل كاشارة متعددة ضمن المدى (7.91 – 6.76)  $\delta$ . اما طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون  $^1\text{H-NMR}$  للمركب  $\text{A}_2$  والمقاس في مذيب الـ  $\text{DMSO-d}_6$  فقد اظهر اشارة احادية عند  $\delta 2.03$  اعزيت لبروتونات مجموعة المثل، وقد ظهر البروتون H1 عند الموقع  $\delta 6.08$  كاشارة احادية (s)، فيما ظهرت بروتونات حلقتي الفينيل والبريديل كاشارة متعددة (m) ضمن المدى (8.81-7.26)  $\delta$  والتي تقابل تسع بروتونات وتم استنتاج ذلك من المساحة تحت المنحنى. وأظهر طيف بروتون الرنين النووي المغناطيسي  $^1\text{H-NMR}$  للمركب  $\text{A}_7$  اشارة عند  $\delta 2.10$  اعزيت الى بروتونات مجموعتي المثل و اشارة احادية (s) عند  $\delta 6.02$  اعزيت الى بروتون H1، و اشارات متعددة (m) عند (7.06-8.04)  $\delta$  تابعة لبروتونات الحلقات الاروماتية. كما موضح في الشكل(3).

تم متابعة التفاعل بملاحظة تغيرات الخصائص الفيزيائية من درجة الانصهار واللون فضلا عن كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC). أما طيفياً تم التشخيص بواسطة مطيافية الأشعة تحت الحمراء (IR) إذ أظهر الطيف حزمة مط لمجموعة الكاربونيل (C=O) ضمن المدى (1689-1641) سم $^{-1}$  كما أظهر الطيف حزمتين عند التردد (1519-1595) سم $^{-1}$  و (1440-1558) سم $^{-1}$  تعزيان لتردد المط أصرة (C=C) الاروماتية، واطهر الطيف ايضا حزمة مط لمجموعة (C=N) لحلقة البايرازول ضمن المدى (1647-1589) سم $^{-1}$ ، كذلك أظهر الطيف حزمة مط لمجموعة (C-N) ضمن المدى (1278-1321) سم $^{-1}$  فضلا عن ذلك أظهر الطيف حزمة مط لمجموعة (=C-H) الاروماتية ضمن المدى (3080-3040) سم $^{-1}$  وحزمتين تعزيان لتردد المط غير المتناظر والمتناظر لمجموعة (C-H) الالفاتية ضمن المدى (2987-2920) سم $^{-1}$  و (2931-2802) سم $^{-1}$ ، وقد كانت القيم المذكورة متفقة مع ما نشر في الادبيات<sup>(20)</sup>، الجدول (5): يبين نتائج طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) لمشتقات البايرازول [A<sub>4-14</sub>]. انظر الشكل (2). وبنفس الطريقة تم تحضير المركبات [A<sub>15-17</sub>] من تفاعل المركب [A<sub>3</sub>] مع الديهايدات مختلفة وبنفس ميكانيكية التفاعل اعلاه، والجدول (6) يبين نتائج طيف الأشعة تحت الحمراء لمشتقات البايرازول [A<sub>15-17</sub>].

3-3 مناقشة اطيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ( $^1\text{H-NMR}$ ): قيست أطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ( $^1\text{H-NMR}$ )

أظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للكربون-13  $^{13}\text{C-NMR}$  للمركب  $\text{A}_2$  إشارة عند  $\delta 15.67$  اعزيت لمجموعة المثل (C16) وإشارة عند  $\delta 164.69$  اعزيت لذرة كربون مجموعة الكاربونيل، فيما ظهرت ذرات الكربون لحلقة البريديين عند المرقع  $21.30$  أو  $150.51$  ولكلاً من (C3,6) و (C4,5) على التوالي، أظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للكربون-13  $^{13}\text{C-NMR}$  للمركب  $\text{A}_7$  إشارة عند  $\delta 17.98$  اعزيت لمجموعة المثل (C16) وإشارة عند  $\delta 164.67$  اعزيت لذرة كربون المرتبطة بمجموعة الكاربونيل، فيما ظهرت إشارة ذرة الكربون C17 عند الموقع  $55.11$ . وكذلك أظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للكربون-13  $^{13}\text{C-NMR}$  للمركب  $\text{A}_8$  إشارة عند  $\delta 15.67$  اعزيت لمجموعة المثل (C16) فيما ظهرت إشارة ذرة الكربون C17 عند الموقع  $55.11$  وبقية قيم الازاحات الكيميائية للذرات الكربون موضحة في الجدول (7).

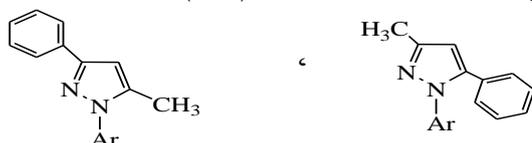


### 3-4 مناقشة أطيف الرنين النووي المغناطيسي للكربون ( $^{13}\text{C-NMR}$ )

قيست أطيف الرنين النووي المغناطيسي للكربون ( $^{13}\text{C-NMR}$ ) لبعض المركبات المحضرة لدعم صحة التركيب البنائية المتوقعة للمركبات المحضرة باستخدام مذيب ( $\text{DMSO-d}^6$ ).

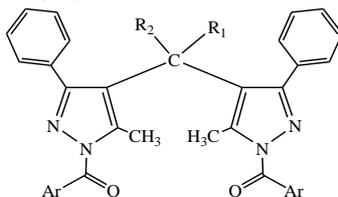
أظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للكربون-13  $^{13}\text{C-NMR}$  للمركب  $\text{A}_1$  إشارة عند  $\delta 17.95$  اعزيت لمجموعة المثل (C17) وإشارة عند  $\delta 165.91$  اعزيت لذرة كربون مجموعة الكاربونيل<sup>(21)</sup> و

### الجدول (4) : نتائج امتصاص الأشعة تحت الحمراء ( $\text{cm}^{-1}$ ) لمشتقات البايразول [A<sub>1-3</sub>]



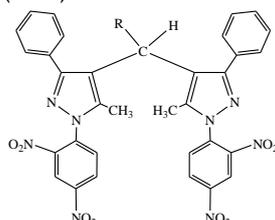
Comp. No.	Ar	IR (KBr) $\text{cm}^{-1}$						
		$\nu(\text{C-H})$ Ar	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{C=N})$	$\nu(\text{C=C})$ Ar	$\nu(\text{C-N})$	$\nu(\text{N-N})$	others
$\text{A}_1$		3070	1641	1593	1525 1456	1280	1070	$\nu(\text{O-H})$ 3197 $\nu(\text{C-O})$ 1159
$\text{A}_2$		3098	1689	1593	1521 1489	1307	1064	-
$\text{A}_3$		3100	---	1685	1612 1593	1328	1091	$\nu(\text{NO}_2)$ 1510 1368

الجدول (5): حزم امتصاص الأشعة تحت الحمراء (IR) لاصباغ الازو [A<sub>4-14</sub>]



Comp. No.	Ar	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	IR (KBr) cm <sup>-1</sup>						
				v(=C-H) Ar	v(C-H) Alip. asy. sy.	v(C=O)	v(C=N)	v(C=C) Ar	v(C-N)	others
A <sub>4</sub>		H		3080	2956 2850	1687	1647	1593 1558	1303	
A <sub>5</sub>		H		3078	2987 2931	1689	1627	1591 1548	1303	v(C-Br) 540
A <sub>6</sub>		H		3080	2962 2835	1689	1593	1523 1490	1305	v(NO <sub>2</sub> ) 1520 1342
A <sub>7</sub>		H		3040	2980 2880	1687	1589	1558 1490	1278	v(NO <sub>2</sub> ) 1508 1336
A <sub>8</sub>		H		3070	2960 2802	1687	1629	1550 1498	1294	v(O-H) 3425 v(C-O) 1066
A <sub>9</sub>		H		3080	2966 2848	1687	1643	1593 1521	1307	
A <sub>10</sub>		H		3045	2890 2810	1641	1610	1595 1508	1278	v(O-H) 3203 v(C-O) 1172
A <sub>11</sub>		CH <sub>3</sub>		3078	2958 2848	1689	1593	1521 1489	1307	
A <sub>12</sub>		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		3078	2958 2837	1689	1593	1521 1440	1307	
A <sub>13</sub>		CH <sub>3</sub>		3080	2962 2825	1687	1593	1519 1489	1303	
A <sub>14</sub>		CH <sub>3</sub>		3040	2920 2830	1687	1627	1548 1496	1321	v(C-O) 1234

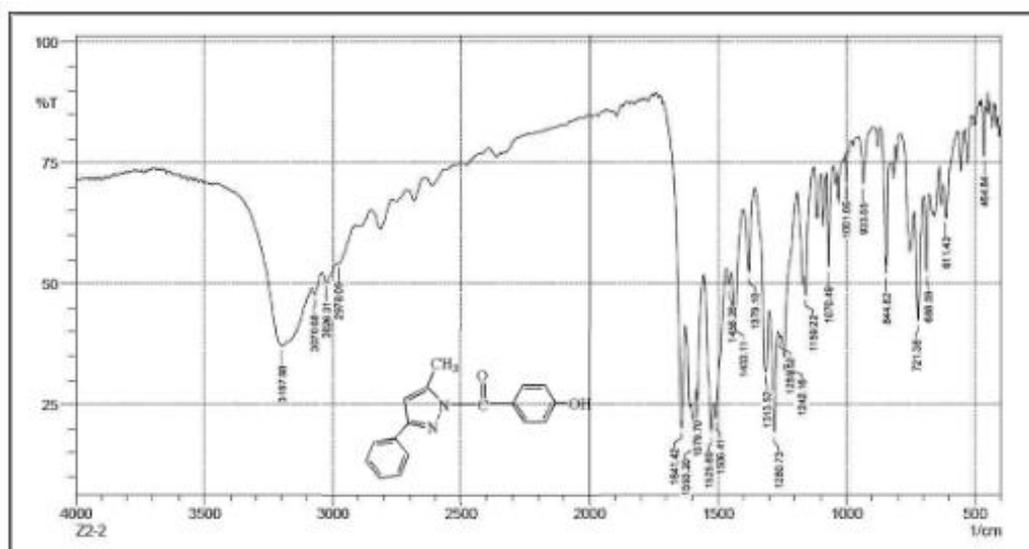
الجدول (6): حزم امتصاص اطيف الاشعة تحت الحمراء (cm<sup>-1</sup>) لمشتقات البايرازول [A<sub>15-17</sub>]



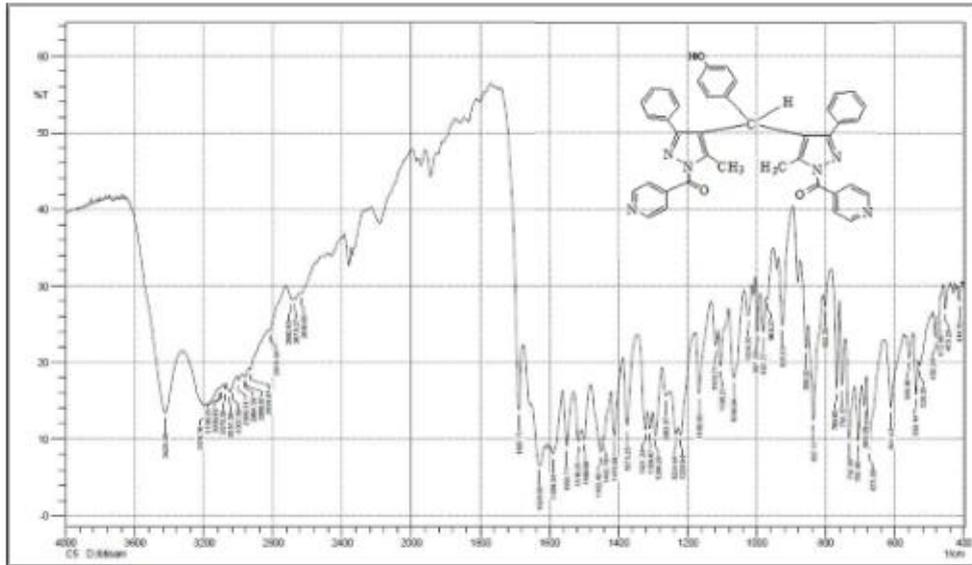
Comp. No.	R	IR (KBr) cm <sup>-1</sup>						Others
		v(=C-H) Ar	v(C-H) Alip. asy. sy.	v(NO <sub>2</sub> )	v(C=N)	v(C=C) asy. sy.	v(C-N)	
A <sub>74</sub>		3093	2935 2880	1506 1352	1608	1539 1450	1124	
A <sub>75</sub>		3089	2952 2805	1508 1419	1685	1614 1589	1328	v(C-Br) 594
A <sub>76</sub>		3100	2990 2881	1508 1359	1685	1616 1591	1328	

الجدول (7) قيم الازاحات الكيميائية للكربون-13  $^{13}\text{C-NMR}$  للمركبات A<sub>1,2,7,8</sub> مقاسة بـ ppm

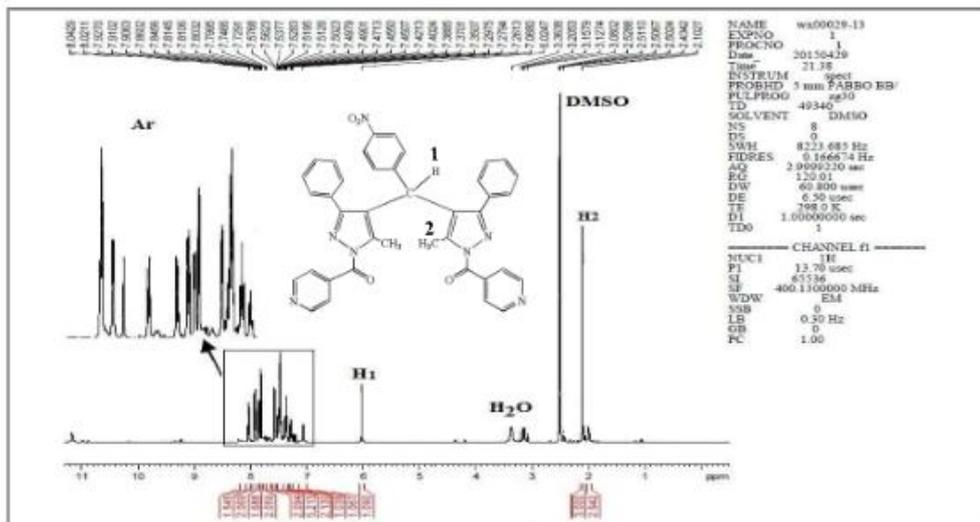
صيغة المركب	الازاحة الكيميائية ppm
	17.95(C17); 91.28(C9); 114.79 (C4,6); 123.93 (C12,16); 126.83(C14); 128.33(C13,15); 128.77 (C3,7); 131.66(C2); 132.87(C11); 139.12(C8); 144.35(C10); 155.83 (C5); 165.91(C1).
	15.67(C16); 91.82(C8); 121.30 (C3,6); 127.20 (C11,15); 128.03(C13); 128.37(C12, 14); 131.06 (C10); 138.89(C7); 142.99 (C9); 149.53(C2); 150.51(C4,5); 164.69 (C1)
	17.98(C16); 55.11(C17); 121.40(3,6); 121.54 (C8); 122.53(20,22); 124.49 (11,15); 126.87 (19,23); 127.19(C13); 128.36 (C12,14); 129.42 (C18); 131.06(C10); 138.28(C7); 142.98 (C9); 143.75(C21); 149.52(C2); 150.39(4,5); 164.67(C1).
	15.76(C16); 55.11(C17); 121.29(3,6); 121.46 (C8); 122.53 (20,22); 124.98 (11,15); 126.88 (19,23); 127.19(C13); 128.03 (C12,14); 129.07(C18); 131.07(C10); 138.88 (C7); 142.98 (C9); 149.33(C2); 150.39(4,5); 155.88 (C21);164.67(C1).



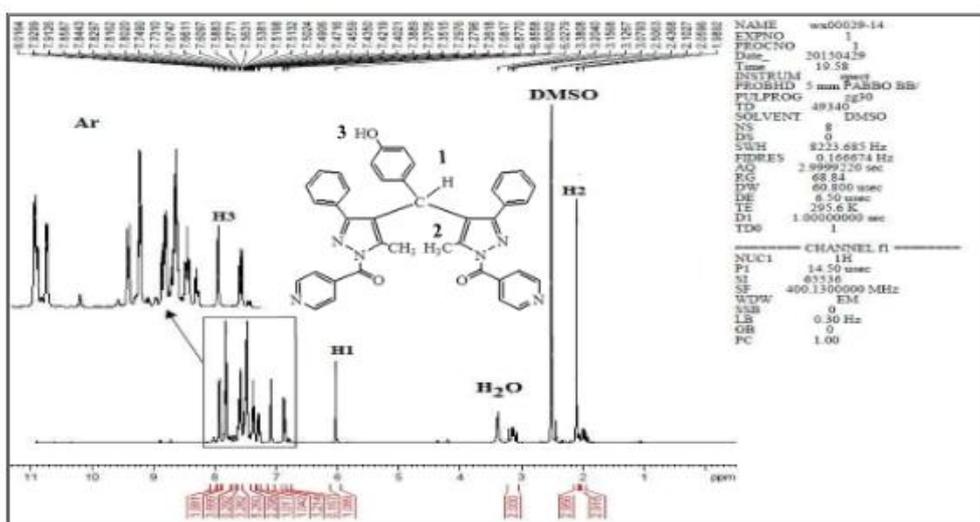
الشكل (1): طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب A<sub>29</sub>



الشكل (2): طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب A<sub>8</sub>



الشكل (3): طيف البروتون <sup>1</sup>H NMR للمركب A<sub>7</sub>



الشكل (4): طيف البروتون <sup>1</sup>H NMR للمركب A<sub>8</sub>

المصادر

- 1- B. Cohen, "Theoretical Organic chemistry", Revised Edition, Macmillan and Co. LTD, London, P.562, (1958).
- 2- Al-Mousawi F. A; M. Sc. Thesis, Al-Kufa Univ., (2008).
- 3- P. R. Schmidt, Synthesis(1972).
- 4- G. Bringmann, J. R. Jansen, Liebigs Ann. Chem., (1985) .
- 5- L. Finar, "Organic Chemistry, Stereo Chemistry and The chemistry of Natural product", 2<sup>nd</sup> ed., Longmans Green and Co. Ltd London, 2, 421, 434, (1959).
- 6- M. Amir and S. Kumar, Ind. J. Chem. Vol. 44B, December, PP. 2532 (2005).
- 7- A. Corradi, C. Leonelli, A. Rizzuti. R. Rosa, P. veronesi, Molecules, 12, 1482 (2007).
- 8- F. A. Rosa, P. Machado, P. S. Vargas, H. G. Bonacorso, N. Zanatta M. A. P. Martins, Synlett, 1673-1675 (2008).
- 9- S. Ailawadi, Jyoti, M. Yadar and D. Pathak, Der Pharm Chemical, 3(1): 215-222 (2011) .
- 10- P. Priyadarsini, B. Vjwala, C. Venkata Rao, and V. Madhava Rao, Der Pharmacia Lettre, 4(4): 1123 (2012).
- 11- MB. Madhusudana Reddy & MA pasha, Indian. J. Chem., Vol. 51B, PP. 537, March (2012).
- 12- A. T. Salem, Ph. D. Thesis, Al-Nahrin Univ., (2008) .
- 13- N. D. Aragde, B. K. Kaltale and C. H. Gill, E. J. Chem., 5, No.1, 120-29 (2008).
- 14- N. M. Abu nada, H. M. Hassaneen, N. G. Kandile and O. A. Migdad, Molecules, 13, 1011-24 (2008) .
- 15- L. Herrang, A. Chetouani, S. Elkadiri, B. Hammouti, A. Aouniti, Portugaliae, Elecronchimica, Acta, 26, 211-20 (2008) .
- 16- F. K. Mohamed, Der chemical sinica, 1(1): 20-31, (2010).
- 17- A. Ann and S. Kara Kash, Indian J. org. chem. Vol. 6, No.10 (2008).
- 18- O. A. S. Al-Taee, M. Sc. Thesis, University of Mosul, Mosul-Iraq. (2005).
- 19- F. Abdel-Kader Amer, M. Hammouda, A-Aziz Sayed and B. F. Abdel-Wahab, J. Chin. Chem. Soc., 54, 1543-1552 (2007).
- 20- J. Paul Getty Trust, "Infrared Spectroscopy in Conservation Science" New York, Marcel, Inc., pp.287-322, (1995).
- 21- D. H. Williams & I. Fleming, "Spectroscopic Method in Organic Chemistry" 2<sup>nd</sup> ed., Mc. Graw-Hill book Co. U.K. Limited, 65 (1973).

## Synthesis and Characterization of Heterocyclic Bicyclic from the Condensation of the Pyrazole Derivatives with Aldehydes and Ketones

Ibtisam Taufek Ameen<sup>1</sup>, Gazwan Hassan Al-Soumadiy<sup>1</sup>, Khudhair. Aba'as Khudhair<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Department of chemistry , College of Education of pure science , University of Tikrit , Tikrit , Iraq

<sup>2</sup> Department of Biochemistry College of Medicine , University of Tikrit , Tikrit , Iraq

### Abstract

The research included the preparation of new pyrazole derivatives from the condensation of the benzoyl acetone with carboxylic acid hydrazide in ethanal as a solvent. This reaction included two steps from the tetra surfaces nucleophilic addition and cyclisation process in second step. The pyrazole derivatives products were reacted with different aldehydes or ketones to give heterocyclic bicyclic compounds.

The prepared compounds were characterized by infrared, and Nuclear Magnetic resonance spectroscopy and the completing of the reaction was characterized by them.

**Key words:** Pyrazole, aldehydes, Ketones, Condensation