

تحضير وتشخيص مشتقات الازو الحاوية على حلقة البايرازول

ابتسام توفيق امين¹، غزوان حسن عبدالوهاب¹، خضير عباس خضير²

¹قسم الكيمياء، كلية التربية للعلوم الصرفة، جامعة تكريت، تكريت، العراق

²قسم 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. ومر التفاعل عبر مرحلتين من الإضافة النيوكليوفيلية رباعية السطوح وتتم في المرحلة الثانية عملية التحولق ثم بعدها تمت مفاعلة أملاح الدايزونيوم مع مشتقات البايرازو المحضرة والحاوية على حلقة فينول في تركيبها وهي $[A_1, A_2, A_3]$ واستخدمت أمينات أروماتية مختلفة لتحضير املاح الدايزونيوم. شخصت 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 باستخدام الطرق الطيفية المتاحة.

الكلمات الدالة: البايرازول، الصبغات الازو، الإضافة النيوكليوفيلية رباعية السطوح.

1- المقدمة

المنتشر على المحاصيل الزراعية ومبيد للفطريات ومضاد للميكروبات ومضاد للالتهابات⁽¹⁷⁾.

ان اصباغ الازو هي مركبات نتروجينية تحمل مجموعة وظيفية -R حيث $N=N-R$ و R يمكن أن يكون اريل او الكيل، وسميت لهذا الاسم لاحتوائها على مجموعة الازو الجسرية (-N=N-) التي هي عبارة عن ذرتي نتروجين متجاورتين مرتبطتين بأصرة مزدوجة⁽¹⁸⁾، وترتبط أصباغ الازو بمجاميع عديدة مختلفة اليفاتية أو أروماتية وتعد أصباغ الازو الالفاتية قليلة الانتشار بسبب تفككها السريع إلى النتروجين والهيدروكاربون⁽¹⁹⁾.

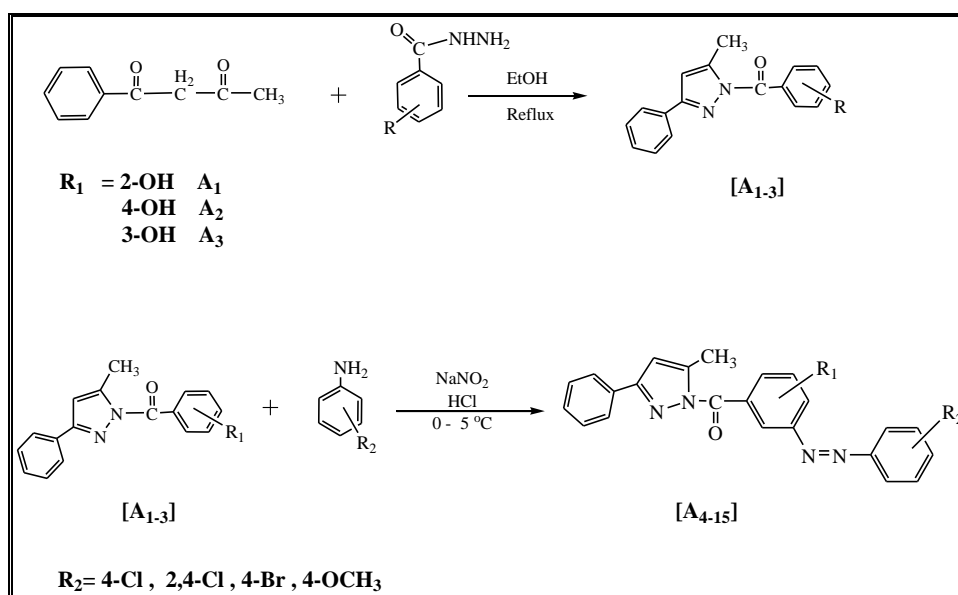
أما أصباغ الازو الأروماتية فلاقت انتشاراً واسعاً بسبب استقراريتها العالية وتتأثر استقرارية هذه المركبات بنوع المجاميع المرتبطة على جانبي مجموعة الازو وعدد تلك المجاميع إذ تزيد المجاميع المحتوية على أواصر مزدوجة متعاقبة مع الأصرة المزدوجة لمجموعة الازو من استقرارية هذه المركبات بسبب ظاهرة الرنين⁽²⁰⁻²²⁾.

وكان الهدف من هذا البحث تحضير عدد من صبغات الازو الحاوية على حلقة البايرازول، حيث حضرت مشتقات البايرازول مع هيدرازيد الحامض الكاربوكسيلي المناسب وبعد الحصول على مشتقات البايرازول تم مفاعلتها مع املاح الدايزونيوم للحصول على اصباغ الازو. شخصت 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⁽²¹⁾. والحلقة الخماسية تكون مستوية تظهر كثيراً من خواص وتفاعلات المركبات الأروماتية وهي مركبات أروماتية حيث انها تخضع لقاعدة هيكل لها الكترونات باي (π -electrons) لاموضعية⁽³⁾. إن الخواص الكيميائية للبايرازولات خليط من الخواص الكيميائية للبريدين والبايرول وهي قاعدة ضعيفة أضعف من البريدين، وللبايرازول استقرار ملحوظ تجاه الاحماض القوية وكذلك تجاه الأوكسدة وتتوقف نتائج النترجة على ظروف التفاعل⁽⁴⁾.

وقد حضر البايرازول لأول مرة عام (1890م) من تفاعل الايبكلوروهيدرين مع الهيدرازين بوجود كلوريد الزنك⁽⁵⁾. وكذلك يحضر من تفاعل الهيدرازيد لحامض كاربوكسيلي مع اسيتايل استيون واثيل استيواستين بوجود مذيب مناسب في وسط حامضي⁽⁶⁾. وهناك عدة طرق تحضير البايرازول ومشتقاته مذكورة في الادبيات⁽⁷⁻¹¹⁾.

تعد البايرازولات مركبات مهمة جداً في الحياة ولمشتقاته المعوضة فعالية بايولوجية⁽¹²⁾. حيث اثبتت مشتقات البايرازول فعالية جيدة ضد البكتريا والفطريات^(13,14). كما اثبتت دراسة أن بعض مشتقاته مثبط لتأكل الفولاذ الناتج عن حامض الهيدروكلوريك⁽¹⁵⁾. وتم تقييم الفعالية البايولوجية لبعض مركبات البايرازول ضد أنواع مختلفة من الاورام السرطانية وكانت النتائج ايجابية⁽¹⁶⁾. واستعملت كمبيدات للقراد



المخطط (1): مشتقات البايرازول A₁₋₃ واصباغ الازو الحاوية على حلقة البايرازول A₄₋₁₅

من مذيب مناسب⁽²³⁾، والجدول (1) يوضح الثوابت الفيزيائية للمشتقات البايرازول المحضرة.

2-2-2 تحضير اصباغ الازو [A₄₋₁₅]

تم تحضير اصباغ الازو عن طريق املاح الدايازونيوم وبخطوتين رئيسيتين بالاعتماد على ما منشور في الادبيات لتحضير اصباغ الازو⁽²²⁾ :

الخطوة الاولى : تحضير ملح الدايازونيوم Preparation of diazonium salt

أذيب 0.01 مول من مشتقات الانلين في محلول حامضي مكون من ماء وحامض الهيدروكلوريك المركز 37% (1:1) في حمام ثلجي عند (0-5) م مع التحريك المستمر، أضيف له خلال 10 دقائق بصورة تدريجية مع التحريك محلول 0.01 مول من نترت الصوديوم المذاب في اقل كمية من الماء المقطر.

الخطوة الثانية : تحضير محلول الاقتران Preparation of Conjugation Solution

أذيب 0.01 مول من البايرازولات المحضرة [A₁, A₂, A₃] في 10 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم 10%، برد المحلول في حمام ثلجي، واضيف اليه ملح الدايازونيوم المحضر في الخطوة الأولى وبشكل تدريجي مع التحريك المستمر في حمام ثلجي لمدة 10 دقائق ترك لمدة 24 ساعة في درجة حرارة الغرفة، ثم رشح وغسل الراسب عدة مرات بالماء المقطر لحين زوال الصفة الحامضية (المتابعة بورقة الدالة الحامضية) ثم ترك ليحجف واعيدت بلورته باستعمال الايثانول، والجدول (2) يوضح الثوابت الفيزيائية لاصباغ الازو المحضرة.

3- النتائج والمناقشة

3-1 مناقشة تحضير مشتقات 5- مثيل -3- فينيل -HI-

بايرازول [A₁₋₃]

2- الجزء العملي

2-1 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 اطياف الاشعة تحت الحمراء فقد تم تسجيلها باستخدام جهاز من Shimadzu FT-IR 8400S باستخدام اقراص KBr وبمدى (400-4000) سم⁻¹، في مختبر الاجهزة في قسم الكيمياء - كلية التربية - جامعة تكريت ومختبر الاجهزة- قسم الكيمياء- كلية التربية- جامعة صلاح الدين- اربيل. واما اطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ¹H-NMR، ونظير الكربون-13 ¹³C-NMR، فقد جرت القياسات باستخدام DMSO-d₆ كمذيب والـ TMS كمرجع داخلي وجرت القياسات في Wuhan في الصين. واستعملت كروماتوغرافيا 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).

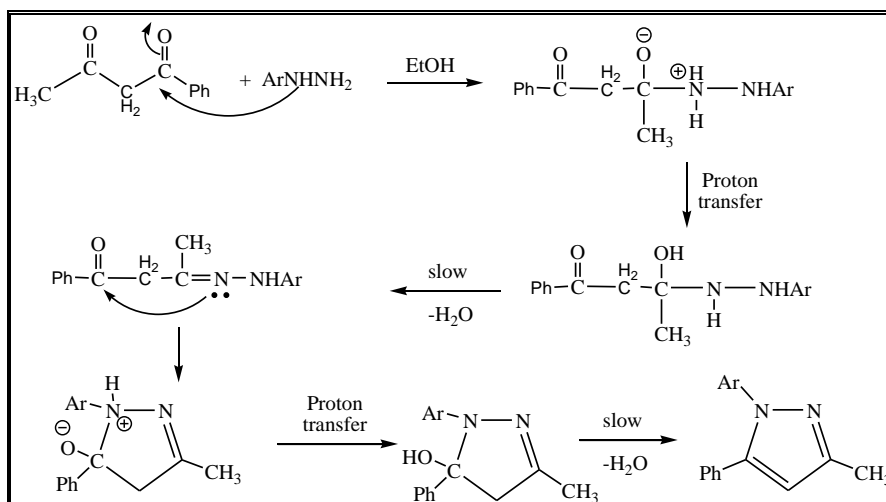
2-2 تحضير المركبات

2-2-1 تحضير مشتقات 5- مثيل -3- فينيل -1H- بايرازول [A₁₋₃]

مزج (1.62غم، 0.01 مول) من بنزويل اسيتون مع 0.01 مول من احد الهيدرازيدات المناسبة 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

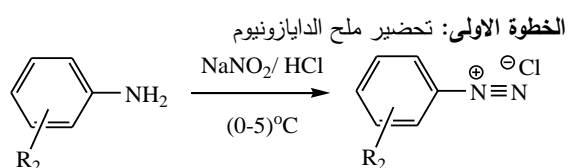
مرحلتين من الإضافة النيوكليوفيلية رباعية السطوح وتتم في المرحلة الثانية عملية التحول، وكما مبين في الميكانيكية المتوقعة⁽²⁴⁾ الآتية:

تم تحضير هذه المركبات من تصعيد بنزويل أسيتون مع أحد الهيدرازيدات المناسبة وباستخدام الأيثانول كمذيب، ويمر التفاعل عبر



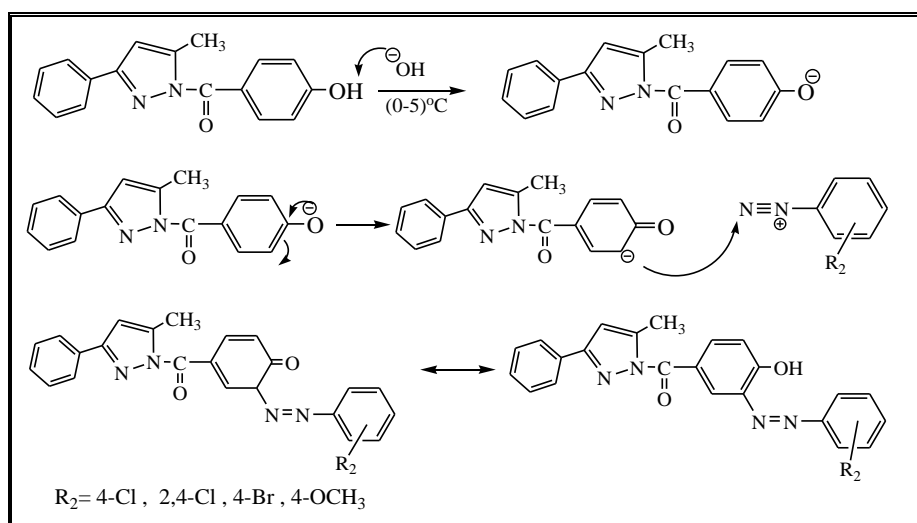
2-3 مناقشة تحضير اصباغ الازو [A4-15]

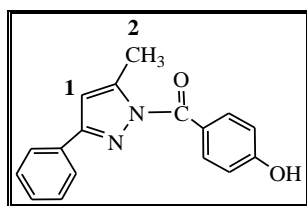
تم تحضير هذه المركبات من تفاعل أملاح الدايزونيوم مع عدد من البايرازولات المحضرة والحاوية على حلقة فينول في تركيبها A_1 ، A_2 ، A_3 إذ استخدمت أمينات أروماتية مختلفة لتحضير أملاح الدايزونيوم، والميكانيكية المقترحة للتفاعل⁽²⁵⁾ كالآتي:



الخطوة الثانية: تفاعل الاقتران (اقتران ملح الدايزونيوم مع ايون الفينوكسيد)
لو اخذنا OH- في موقع بارا كمثال :

وقد تم التأكد من حصول التفاعل بمتابعة تغير الخصائص الفيزيائية من درجة الإنصهار فضلا عن كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC)، وشخصت المركبات المحضرة [A1-3] بمطيافية الأشعة تحت الحمراء (الأشكال 1 و 2) إذ أظهر الطيف حزمة مط أصرة (C=N) ضمن المدى (1606-1593) سم⁻¹ وحزمة مط الأصرة (C-N) ضمن المدى (1280-1236) سم⁻¹ فضلا عن ظهور حزمة مط لمجموعة الكربونيل (C=O) للحلقة الأروماتية ضمن المدى (1629-1641) سم⁻¹ وكذلك حزماتان لتردد المط لمجموعة (C=C) الأروماتية ضمن المدى (1558-1525) سم⁻¹ و (1456-1448) سم⁻¹ وكذلك حزمة مط الأصرة (=C-H) الأروماتية ضمن المدى (3074-3034) سم⁻¹، الجدول (3) يبين نتائج طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) لمشتقات البايرازول [A1-3].

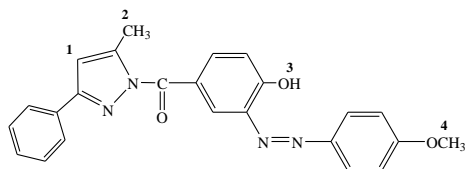




المركب A₂

والمركب A₃ والموضح في الشكل (4) أظهر إشارة أحادية (s) عند δ 2.08 اعزيت الى بروتونات مجموعة الميثيل ومن قيمة التكامل تبين انها تعود الى ثلاث بروتونات، فيما ظهر بروتون مجموعة الهيدروكسيل عند الموقع δ 5.98 كإشارة أحادية، وظهر البروتون H1 كإشارة أحادية (s) عند δ 6.98. فيما ظهرت بروتونات مجموعة الفينيل ضمن المدى (7.919 – 7.003) δ . واما المركب A₆ فقد أظهر إشارة أحادية عند الموقع δ 2.09ppm اعزيت لمجموعة الميثيل ومن قيمة التكامل تبين أنها تمثل ثلاث بروتونات، فيما ظهر البروتون H1 عند الموقع δ 6.83ppm كإشارة أحادية، وظهرت إشارة متعددة ضمن المدى δ (6.96-7.998)ppm اعزيت إلى بروتونات حلقات الفينيل وكذلك مجموعة (OH) الفينولية، وهي تقابل ثلاثة عشر بروتوناً كما تم استنتاج ذلك من التكامل (المساحة تحت المنحني) ومن قيمة الازاحة الكيميائية⁽²⁵⁾ انظر الشكل 5.

فيما أظهر طيف ¹H-NMR للمركب A₁₁ إشارة أحادية (s) عند δ 2.16 اعزيت الى بروتونات مجموعة الميثيل الثلاثة (H2)، اما بروتونات مجموعة الميثوكسي (H4) فقد ظهرت كإشارة أحادية (s) عند δ 3.67 وظهرت بروتونات حلقات الفينيل كإشارة متعددة (m) ضمن المدى δ (6.776-7.927) ومن ضمنها بروتون H1. اما بروتون مجموعة الهيدروكسيل فقد ظهر عند الموقع δ 9.04. و أظهر المركب A₁₂ إشارة أحادية عند الموقع δ 2.34ppm والتي اعزيت إلى مجموعة الميثيل. فيما ظهر بروتون (H1) عند الموقع δ 7.04ppm وبروتون مجموعة (OH) الفينولية عند الموقع δ 7.08ppm. ومن قيمة التكامل تبين أن كلاً منهما يمثل بروتون واحد. وأظهر الطيف إشارة متعددة ضمن المدى δ (7.111-7.986)ppm اعزيت إلى بروتونات مجموعة الفينيل الاثني عشر.



A₆

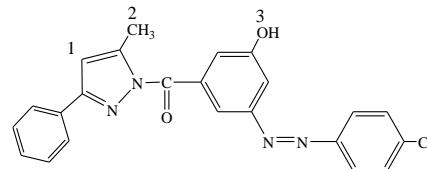
مجموعة الميثيل عند الموقع δ 11.14 ، وإشارة عند δ 164.36 اعزيت لذرة كاربون مجموعة الكاربونيل. اما المركب A₁₂ فقد أظهر إشارة عند δ 11.19 اعزيت لمجموعة الميثيل (C17) وإشارة عند δ 163.88 اعزيت لذرة كاربون المرتبطة بمجموعة الكاربونيل. وبقية قيم الازاحات الكيميائية للذرات الكاربون في المركبات المحضرة توضح في الجدول (5).

تم متابعة سير التفاعل بملاحظة تغيرات الخصائص الفيزيائية من درجة الانصهار واللون فضلا عن تقنية كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC) وشخصت المركبات المحضرة بواسطة مطيافية الأشعة تحت الحمراء (IR)، حيث أظهر الطيف حزمة امتصاص عريضة تعود إلى تردد المط لأصرة (O-H) الفينولية ضمن المدى (3369-3172) سم⁻¹، مع ظهور حزمة امتصاص لمجموعة الأزو (N=N) ضمن المدى (1519-1490) سم⁻¹ مما يدل على تكوين المركب، فضلا عن حزم أخرى عند المدى (1743-1629) سم⁻¹ تعود إلى اهتزازات مط مجموعة الكاربونيل (C=O) وأخرى عند (1300-1226) سم⁻¹ اعزيت لمط للأصرة (C-N)، لذلك ظهرت حزمة امتصاص ضمن المدى (3118-3030) سم⁻¹ تعود لمط لأصرة (C-H) العائدة للحلقة الأروماتية، وكذلك ظهرت حزمتان عند التردد (1598-1510) سم⁻¹ و (1508-1444) سم⁻¹ اعزيت إلى مط مجموعة (C=C) الأروماتية، والجدول (4) يبين حزم امتصاص الأشعة تحت الحمراء (IR) لاصباغ الأزو [A₄₋₁₅]. أنظر الاشكال (2 و 3)

3-3 مناقشة أطيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون والكاربون

قيست أطيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون والكاربون لبعض المركبات المحضرة لدعم صحة التراكيب البنائية المتوقعة للمركبات المحضرة باستخدام مذيب (DMSO-d⁶)، وقد تم القياس الازاحات الكيميائية سكما (δ) القياسية ويعبر عنها بوحدة (ppm). وقد كانت النتائج كما هو مبين أدناه :

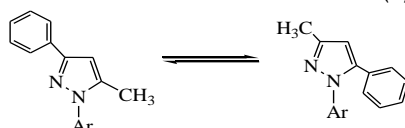
أظهر طيف الـ ¹H-NMR للمركب A₂ إشارة أحادية (s) عند δ 2.06 اعزيت الى بروتونات مجموعة الميثيل ومن قيمة التكامل تبين انها تعود الى ثلاث بروتونات، فيما ظهر بروتون مجموعة الهيدروكسيل عند الموقع δ 4.40 كإشارة أحادية H1 وظهر البروتون H1 كإشارة أحادية (s) عند δ 6.58 فيما ظهرت إشارة متعددة لبروتونات مجموعة الفينيل ضمن المدى (7.91 – 6.76) δ .



A₁₂

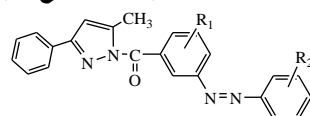
أظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي الكاربون-13 للمركب A₂ إشارة عند δ 17.95 اعزيت لمجموعة الميثيل (C17) وإشارة عند δ 165.91 اعزيت لذرة كاربون مجموعة الكاربونيل. فيما أظهر ¹³C-NMR للمركب A₃ إشارة عند δ 17.93 اعزيت لمجموعة الميثيل (C17) وإشارة عند δ 156.55 اعزيت لذرة كاربون المرتبطة بمجموعة الهيدروكسيل. فيما أظهر للمركب A₆ الازاحة الكيميائية لذرة كاربون

الجدول (1) بعض الثوابت الفيزيائية لمشتقات البايرازول [A₁₋₃]



Comp. No.	Ar	Molecular Formula	M.P (C°)	Color	Yield %
1A		C ₁₇ H ₁₄ N ₂ O ₂	198-200	Yellow	93
A ₂		C ₁₇ H ₁₄ N ₂ O ₂	222-225	Pale Yellow	85
A ₃		C ₁₇ H ₁₄ N ₂ O ₂	158-160	White	98

الجدول (2) بعض الثوابت الفيزيائية لاصباغ الازو [A₄₋₁₅]



Comp. No.	R ₁	R ₂	Molecular Formula	M.P (C°)	Color	Yield %
A ₄	2-OH	4-Cl	C ₂₃ H ₁₇ N ₄ O ₂ Cl	168-170	Brown	55
A ₅	2-OH	2,4-Cl	C ₂₃ H ₁₆ N ₄ O ₂ Cl ₂	156-158	Orange	86
A ₆	2-OH	4-Br	C ₂₃ H ₁₇ N ₄ O ₂ Br	193-195	Dark-Orange	87
A ₇	2-OH	4-OCH ₃	C ₂₄ H ₂₀ N ₄ O ₃	163-165	Black	50
A ₈	4-OH	4-Cl	C ₂₃ H ₁₇ N ₄ O ₂ Cl	183-185	Orange	65
A ₉	4-OH	2,4-Cl	C ₂₃ H ₁₆ N ₄ O ₂ Cl ₂	167-169	Yellow	73
A ₁₀	4-OH	4-Br	C ₂₃ H ₁₇ N ₄ O ₂ Br	163-165	Orange	60
A ₁₁	4-OH	4-OCH ₃	C ₂₄ H ₂₀ N ₄ O ₃	178-180	Dark-red	65
A ₁₂	3-OH	4-Cl	C ₂₃ H ₁₇ N ₄ O ₂ Cl	186-188	Dark-Orange	77
A ₁₃	3-OH	2,4-Cl	C ₂₃ H ₁₆ N ₄ O ₂ Cl ₂	166-168	Yellow	67
A ₁₄	3-OH	4-Br	C ₂₃ H ₁₇ N ₄ O ₂ Br	138-140	Yellow	64
A ₁₅	3-OH	4-OCH ₃	C ₂₄ H ₂₀ N ₄ O ₃	184-186	Dark-red	96

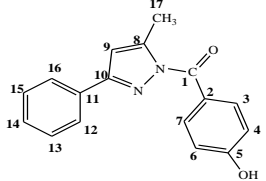
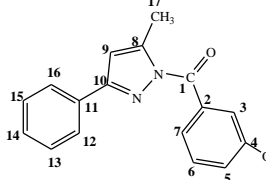
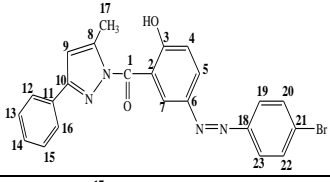
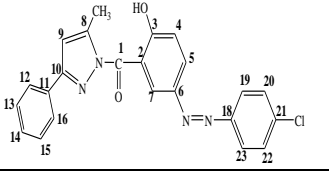
الجدول (3) : بعض حزم الأشعة تحت الحمراء (cm⁻¹) لمشتقات البايرازول [A₁₋₃]

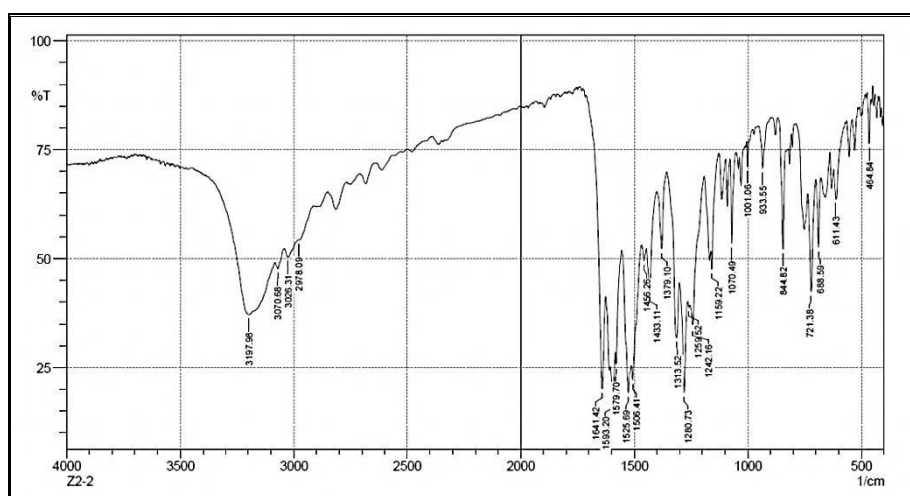
Comp. No.	Ar	IR (KBr) cm ⁻¹						others
		v(C-H) Ar	v(C=O)	v(C=N)	v(C=C) Ar	v(C-N)	v(N-N)	
A ₁		3034	1641	1606	1558 1456	1236	1099	v(O-H) 3265 v(C-O) 1153
A ₂		3070	1641	1593	1525 1456	1280	1070	v(O-H) 3197 v(C-O) 1159
A ₃		3070	1641	1598	1527 1448	1263	1093	v(O-H) 3176 v(C-O) 1155

الجدول (4) : بعض حزم امتصاص الأشعة تحت الحمراء (IR) لاصباغ الازو [A₄₋₁₅]

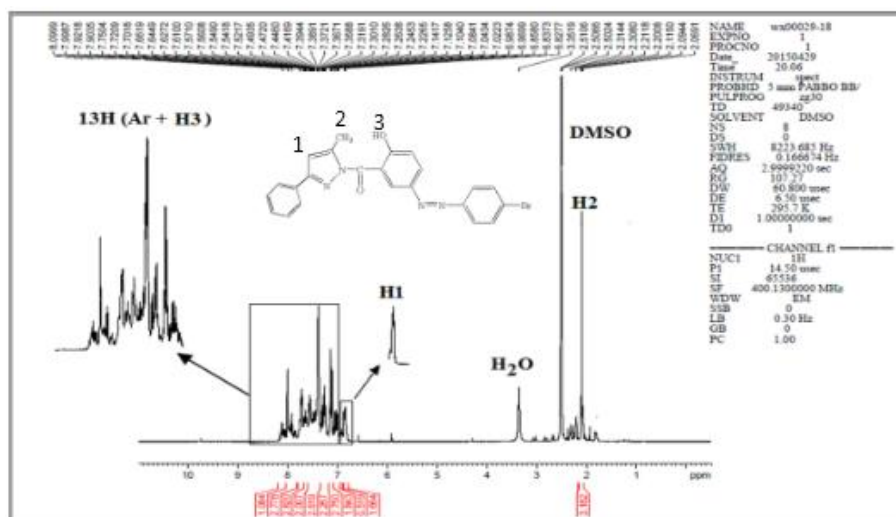
Comp. No.	R ₁	R ₂	IR (KBr) cm ⁻¹					
			v(C=O)	v(C=N)	v(C=C) Ar	v(N=N)	v(O-H)	Others
4A	2-OH	4-Cl	1660	1614	1577 1508	1490	3307	v(C-Cl) 696
5A	2-OH	2,4-Cl	1705	1625	1564 1490	1519	3307	v(C-Cl) 752
6A	2-OH	4-Br	1743	1645	1598 1487	1510	3246	v(C-Br) 505
7A	2-OH	4-OCH ₃	1641	1597	1560 1458	1508	3260	v(C-O) 1149
8A	4-OH	4-Cl	1643	1606	1521 1446	1494	3184	v(C-Cl) 696
9A	4-OH	2,4-Cl	1649	1608	1581 1446	1500	3369	v(C-Cl) 738
10A	4-OH	4-Br	1641	1608	1521 1446	1492	3172	v(C-Br) 505
11A	4-OH	4-OCH ₃	1639	1608	1510 1444	1502	3190	----
12A	3-OH	4-Cl	1666	1629	1595 1487	1517	3309	v(C-Cl) 692
13A	3-OH	2,4-Cl	1649	1585	1530 1489	1514	3201	v(C-Cl) 725
A ₁₄	3-OH	4-Br	1631	1595	1581 1487	1517	3286	v(C-Br) 505
15A	3-OH	4-OCH ₃	1629	1695	1579 1489	1512	3305	----

الجدول (5) قيم الازاحة الكيميائية لـ $^{13}\text{C-NMR}$ للمركبات A_2 و A_3 و A_6 و A_{12} 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).
	17.93(C17); 92.90(C9); 114.37 (C3); 117.37 (C5); 119.68 (C7); 124.38(C6); 124.38(C12, 16); 127.05(C14); 128.35 (C13, 15); 132.09 (C11); 136.70(C2); 139.05 (C8); 144.06 (C10); 156.55 (C4); 165.58(C1)
	11.14(C17); 87.64(C9); 112.56 (C4); 115.30(C19,23); 123.32(C21); 125.52 (C12, 16); 127.78(C14); 128.05 (C13, 15); 128.46 (C5); 130.24 (C7); 131.71 (C20,22); 132.34(C11); 137.19 (C8); 137.76 (C2); 142.52 (C6); 144.82 (C10); 148.73(C18); 155.01(C3); 164.36(C1)
	11.19(C17); 87.85(C9); 114.89 (C5); 115.65 (C3); 119.56 (C7); 125.17(C12, 16); 127.87 (C14); 128.07 (C19,23); 128.71 (C20,22); 128.88 (C13,15); 132.15 (C11); 136.25 (C21); 137.43 (C8); 138.05 (C2); 142.09 (C6); 144.55 (C10); 148.93(C18); 159.59(C4); 163.88 (C1)



الشكل (1): طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب A_1



الشكل (5) : طيف البروتون ^1H NMR للمركب A_6

المصادر

- 1- 10J. B. Cohen, "Theoretical Organic chemistry", Revised Edition, Macmillan and Co. LTD, London, P.562, (1958).
- 2- 11Al-Mousawi F. A; M. Sc. Thesis, Al-Kufa Univ., (2008).
- 3- 13P. R. Schmidt, Synthesis(1972).
- 4- 14G. Bringmann, J. R. Jansen, Liebigs Ann. Chem., (1985) .
- 5- I. L. Finar, "Organic Chemistry, Stereo Chemistry and The chemistry of Natural product", 2nd 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, Eelectronchimica, Acta, 26, 211-20 (2008) .
- 16-R. M. Moharb, N. N. E. El-Sayed and M. A. Abdelaziz, Molecules, 17, 8449-63 (2012) .
- 17-H. Dai, Y. Xiao, Z. Li, X. Xu, X. Hong Qian, Chinese chemical letters, 25,1014-16(2014).
- 18-H. Baumann and K. Grychtol, Gr. Offen., journal of chemical Abstract, 88, 51943j (1987).
- 19-S. Patel, "The chemistry of Hydroazo, AZO and Azoxy groups", John wiley and Sons, London, New York, part(1), (1975).
- 20-R. A. Ghafil; M. Sc. Thesis, Al-Kufa Univ., (2008).
- 21- اسس التحليل الالبي, عبد المحسن الحيدري, كلية التربية ابن الهيثم/ جامعة بغداد ص162.
- 22-J. P. Freeman, Org. Chem., 28, 2508 (1963).
- 23-F. K. Mohamed, Der chemical sinica, 1(1): 20-31, (2010).
- 24-A. Ann and S. Kara Kash, Indian J. org. chem. Vol. 6, No.10 (2008).
- 25-O. A. S. Al-Taee, M. Sc. Thesis, University of Mosul, Mosul-Iraq. (2005).
- 26-R. F. Daley and S. J. Daley "Organic Chemistry", p.439 (2005).
- 27-H. E. Gottlieb, V. Kotlyar and A. Nudelman, J. Org. Chem., 62, 7512-7515 (1997)

Synthesis and characterization of Azo derivatives containing pyrazole ring

Ibtisam Taufek Ameen¹, Gazwan Hassan Al-Soumadiy¹, Khudhair. Aba'as Khudhair²

¹ Department of chemistry , College of Education of pure science , University of Tikrit , Tikrit , Iraq

² Department of Biochemistry College of Medicine , University of Tikrit , Tikrit , Iraq

Abstract

This research included the preparation of new pyrazole derivatives from the condensation of the benzoyl acetone with carboxylic acid hydrazide in ethanol as a solvent. The reaction included two steps from the tetra surfaces nucleophilic addition and cyclisation process in second step. The pyrazole derivatives products were reacted with Diazonium salts.

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

Key words: Pyrazole, Azo dyes, Nucleophilic addition