

سلامت و رفاهت

۱۲۸۷۴



دانشگاه گیلان

دانشکده شیمی

برای دریافت درجه کارشناسی ارشد

در رشته شیمی (گرایش شیمی آلی)

عنوان:

بکارگیری روشهای جدید برای سنتز آزول های هتروسیکلی

استاد راهنما:

پروفسور داوود آذریفر

۱۳۸۸/۱۰/۲۰

مهر و امضاء استادیار

پژوهشگر:

مهرناز ستایش نظر

مهر ۸۷

۱۲۸۷۴۲

همه امتیازهای این پایان نامه به دانشگاه بوعلی سینا تعلق دارد. در صورت استفاده از تمام یا بخشی از مطالب این پایان نامه در مجلات، کنفرانسها و یا سخنرانیها، باید نام دانشگاه بوعلی سینا (یا استاد یا اساتید راهنمای پایان نامه) و نام دانشجو با ذکر ماخذ و ضمن کسب مجوز کتبی از دفتر تحصیلات تکمیلی دانشگاه ثبت شود. در غیر این صورت مورد پیگرد قانونی قرار خواهد گرفت.



دانشکده شیمی

پایان نامه کارشناسی ارشد شیمی آلی

عنوان:

بکارگیری روشهای جدید برای سنتز آزول های هتروسیکلی

استاد راهنما:

پروفسور داوود آذریفر

پژوهشگر:

مهرناز ستایش نظر

کمیته ارزیابی پایان نامه:

۱- استاد راهنما: پروفسور داوود آذریفر.....استاد شیمی آلی

۲- استاد مدعو: پروفسور اردشیر خزایی.....استاد شیمی آلی

۳- استاد مدعو: دکتر بهروز ملکی.....استادیار شیمی آلی

۱۳۹۷



دانشگاه گیلان

## دانشکده شیمی

جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد  
مهرداد ستایش نظر در رشته شیمی (گرایش آلی)

با عنوان:

بکارگیری روشهای جدید برای سنتز آزول های هترو سیکلی

به ارزش ۸ واحد در روز چهارشنبه ۱۳۸۷/۷/۲۴ ساعت ۴ بعد از ظهر در سالن  
آمفی تئاتر ۲ دانشکده شیمی و با حضور اعضای هیأت داوران زیر برگزار  
گردید و با نمره ...../۲۰ و درجه ..... عالی ..... به تصویب رسید.

### هیأت داوران:

- ۱- استاد راهنما: پروفسور داوود آذریفر.....استاد شیمی آلی
- ۲- استاد مدعو: پروفسور اردشیر خزایی.....استاد شیمی آلی
- ۳- استاد مدعو: دکتر بهروز ملکی.....استادیار شیمی آلی

پروردگارا

این عزت مرا بس که من بنده تو باشم

و این فخر مرا بس که تو پروردگار من باشی،

تو چنانی که من دوست دارم

پس مرا چنان کن که تو دوست می داری.

(صحیفه سجادیه)

پاس آمان را که وارثان در میان تقدیرشان عاجز است  
ستارگان آسمان وجودم که نیکی و گذشت را نثارم کردند

تقدیم به پدر عزیزم

سبیل پایدی

او که اندرزهایش تلاش و استقامت را در درسه حیات به من آموخت.

مادر عزیزم

کنجینه محبت و ذکاوری

او که لحظه لحظه زندگی و دوران تحصیلم آکنده از مهر و محبت های بی دریغش بوده است.

خواهر و برادرهای عزیزم

که یاران صمیمی و مهربان من در تمام مراحل زندگی و دوران تحصیلی ام بودند.

و تقدیم به استاد راهنمای عزیزم

جناب آقای پروفیسور آذینفر

که شوق آموختن

عشق به حرکت

توان به شرف

و همت خدمت را به من هدیه کردند.

من به سرچشمه خورشید نه خود بردم راه      ذره ای بودم و مهر تو مرا بالا برد

سپاس بی کران خدای بزرگ و مهربانی که بار دیگر توفیق آموختن را به من عطا کرد.

پروردگار عزیزی که در لحظه لحظه زندگی، دستم را گرفت و یاریم نمود.

اینک که توفیق جمع آوری و تهیه این مجموعه را یافته ام بر خود واجب می دانم از تمامی

عزیزانی که در انجام این پژوهش به بنده لطف داشته اند تشکر و قدردانی نمایم.

شایسته است از استاد راهنمای فاضل و بزرگووارم جناب آقای پروفیسور داود آذریفر که

راهنمای من در مراحل مختلف تحقیق بوده اند و در کمال اخلاص یاریم نموده، کاستی هایم را

شکیب آوردند و تجربیات ارزشمندشان را در اختیار من قرار دادند، صمیمانه تشکر و قدردانی

نمایم.

از جناب آقایان دکتر ملکی و پروفیسور خزایی که زحمت داوری این پایان نامه را به عهده

داشتند و با دقت و صرف وقت ارزشمندشان، پایان نامه اینجانب را مطالعه نموده و نظرات و

پیشنهادات ارزنده خود را در اختیارم قرار دادند، بی نهایت سپاسگذارم.

سپاس فراوان دارم از جناب آقای دکتر عزیزیان ریاست محترم دانشکده شیمی و سرکار خانم

دکتر مدرکیان و جناب آقای دکتر هاشمی که در طی این مدت مرا همواره مدیون محبت

های خالصانه و مساعدتها و کمکهای بی دریغ خویش نمودند.

از همکاری صمیمانه آقایان زبردیان، مصنفات و چهاردولی و خانم ها مدرکیان، رنجبران و

همچنین از مسؤولین محترم کتابخانه سپاسگذارم.

از تمام همکلاسیها و دوستان عزیزم در آزمایشگاههای تحقیقاتی شیمی آلی، شیمی معدنی، شیمی

تجزیه، شیمی کاربردی و شیمی فیزیک کمال تشکر را دارم.

و در نهایت سپاس از هر یاری دهنده ای که وسعت همراهی اش حتی به قدر لحظه ای مرا به

سپاس ابدی موظف نمود.      مهرناز ستایش نظر ( مهر ۸۷ )



نام خانوادگی: ستایش نظر	
نام: مهرناز	
عنوان پایان نامه: بکارگیری روشهای جدید برای سنتز آزول های هتروسیکلی	
استاد راهنما: پروفسور داوود آذریفر	
مقطع تحصیلی: کارشناسی ارشد	رشته: شیمی
گرایش: آلی	تعداد صفحات: ۱۱۳
دانشگاه: بوعلی سینا همدان	
دانشکده: شیمی	
واژه های کلیدی:	
پلی ۱،۳-دی کلرو-۵-متیل-۵-(۴-وینیل فنیل) هایدانتوئین، پلی ۱-برمو-۵-متیل-۵-(۴-وینیل فنیل) هایدانتوئین، پیرازول، پیرازولین، آروماتیک کردن، سلیکا سولفوریک اسید، استیک اسید، سولفات هیدروژن سدیم-سلیکاژل، کلرید زیرکانیم (IV)، اگزالیک اسید، آلدهیدها، ۲-آمینو تیوفنول	
چکیده:	
<p>آزول هایی مانند پیرازولین ها، پیرازول ها و ۲-آریل بنزوتیازول ها گروه مهمی از ترکیبات هتروسیکلی پنج عضوی هستند که در این پایان نامه مورد مطالعه قرار گرفتند. اکسایش ۲-پیرازولین ها به پیرازول های مربوطه یکی از واکنشهای مهم در شیمی آلی می باشد. تعداد زیادی از ۲-پیرازولین ها در حضور معرفهای گوناگون از قبیل پلی ۱،۳-دی کلرو-۵-متیل-۵-(۴-وینیل فنیل) هایدانتوئین [PDCVH]، پلی ۱-برمو-۵-متیل-۵-(۴-وینیل فنیل) هایدانتوئین [PBVH] فعال شده روی سطح سلیکا سولفوریک اسید، به پیرازول های مربوطه اکسید شده اند. در قسمت دیگری از پایان نامه ۲-آریل بنزو تیازول ها بوسیله تراکم ۲-آمینوتیو فنول با آلدهیدها با استفاده از اسیدهای گوناگون مانند استیک اسید، سلیکا سولفوریک اسید (SSA)، کلرید زیرکونیم (IV)، <math>\text{NaHSO}_4 \cdot \text{SiO}_2</math>، اگزالیک اسید، در هر دو شرایط تابش دهی مایکروویو و حرارتی سنتز شده اند.</p> <p>مزایای روشهای بکار گرفته شده در این تحقیق عبارتند از: (۱) ارزان، قابل دسترس و غیر سمی بودن کاتالیزورهای بکار برده شده (۲) جداسازی آسان محصولات واکنش ها (۳) بهبود در راندمان و زمان واکنشها (۴) استفاده از حلالهایی مانند اتانول، استیک اسید و آب که نسبتاً فاقد آلودگی زیست محیطی هستند (۵) دستورالعمل ساده برای واکنشها (۶) آلاینده‌گی کاهش یافته بواسطه انجام واکنش در شرایط بدون حلال</p>	

## فهرست مطالب

عنوان ..... صفحه

### فصل اول

۱-۱	مقدمه و تئوری	۱
۲-۱	۱،۲- آزول ها	۲
۱-۲-۱	پیرازول ها	۲
۱-۲-۱-۱	توتومری در پیرازول ها	۲
۲-۱-۲-۱	مهمترین هتروسیکل های پیرازول	۳
۳-۱-۲-۱	خواص پیرازول ها	۳
۲-۲-۱	پیرازولین ها	۴
۱-۲-۲-۱	ساختار و خواص پیرازولین ها	۴
۲-۲-۲-۱	اکسایش پیرازولین ها و تبدیل آنها به پیرازول های مربوطه	۵
۳-۲-۲-۱	مهمترین روشهای اکسایش ۲- پیرازولین ها	۵
۳-۱	استفاده از میکروویو در واکنشهای شیمیایی	۹
۴-۱	<i>N</i> - هالو هایدانتوئین	۱۱
۱-۴-۱	پلی - ۱،۳ - دی کلرو - ۵ - متیل - ۵ (۴ - وینیل فنیل) هایدانتوئین (PDCVH) و پلی - ۱ - برم - ۵ - متیل - ۵ (۴ - وینیل فنیل) هایدانتوئین (PBVH) در سنتزهای آلی	۱۱
۵-۱	سیلیکا سولفوریک اسید در سنتزهای آلی	۱۲
۶-۱	ترکیبات هتروسیکلی ۱،۳-آزول	۱۴
۷-۱	۲-آریل بنزو تiazول ها	۱۴
۱-۷-۱	خواص زیست محیطی ۲ - آریل بنزوتiazول ها	۱۴
۲-۷-۱	روش های گوناگون سنتز ۲ - آریل بنزوتiazول ها	۱۵
۳-۷-۱	سنتز ۲ - آریل بنزوتiazول ها بوسیله تراکم ۲- آمینو تیوفنول با آلدهیدها	۱۵
۴-۷-۱	سایر روشهای سنتز ۲ - آریل بنزوتiazول	۲۰

### فصل دوم

۱-۲	مقدمه	۲۴
۲-۲	اطلاعات عمومی دستگاهها	۲۴
۳-۲	ورقه های TLC	۲۵
۴-۲	حلالها، معرفها و واکنش دهنده ها	۲۵
۵-۲	بخش اول: پیرازولین ها	۲۵

۱-۵-۲) روش عمومی آروماتیک نمودن ۲ - پیرازولین های ۱،۳،۵- سه استخلاف شده با استفاده از معرف پلی ۱،۳ - دی کلرو - ۵ - متیل - ۵ (۴-) وینیل فنیل) هایدانتوئین (PDCVH) فعال شده با سیلیکا سولفوریک اسید تحت هر دو شرایط تابش مایکروویو و حرارتی ..... ۲۵	۲۵
۲-۵-۲) روش عمومی آروماتیک نمودن ۲ - پیرازولین های ۱،۳،۵- سه استخلاف شده با استفاده از معرف پلی - ۱ - برم - ۵ - متیل - ۵ (۴-) وینیل فنیل) هایدانتوئین (PBVH) فعال شده با سیلیکا سولفوریک اسید تحت هر دو شرایط تابش مایکروویو و حرارتی ..... ۲۶	۲۶
۲-۶-۲) بخش دوم: ۲- آریل بنزوتیازول ها ..... ۲۸	۲۸
۱-۶-۲) سنتز ۲- آریل بنزوتیازول ها ..... ۲۸	۲۸
۲-۶-۲) سنتز مشتقات ۲- آریل بنزوتیازول ها ..... ۲۹	۲۹
۱-۲-۶-۲) روش عمومی سنتز ۲- آریل بنزوتیازول ها با استفاده از تراکم ۲- آمینو تیوفنول با آلدئیدها در استیک اسید تحت هر دو شرایط تابش مایکروویو و حرارتی ..... ۲۹	۲۹
(i) شرایط تابش مایکروویو ..... ۲۹	۲۹
(ii) شرایط حرارتی ..... ۲۹	۲۹
۲-۲-۶-۲) روش عمومی سنتز ۲- آریل بنزوتیازول ها با استفاده از تراکم ۲- آمینو تیوفنول با آلدئیدها بوسیله سیلیکا سولفوریک اسید (SSA) تحت هر دو شرایط استفاده از حلال $CH_3CN$ و بدون استفاده از حلال $CH_3CN$ ..... ۳۰	۳۰
(i) سنتز در حلال $CH_3CN$ ..... ۳۰	۳۰
(ii) سنتز تحت شرایط بدون حلال ..... ۳۰	۳۰
۳-۲-۶-۲) روش عمومی سنتز ۲- آریل بنزوتیازول ها با استفاده از تراکم ۲- آمینو تیوفنول با آلدئیدها بوسیله $ZrCl_4$ با استفاده از حلال و بدون استفاده از حلال تحت شرایط تابش مایکروویو و دمایی ..... ۳۱	۳۱
۴-۲-۶-۲) روش عمومی سنتز ۲- آریل بنزوتیازول ها با استفاده از تراکم ۲- آمینو تیوفنول با آلدئیدها بوسیله اگزالیک اسید تحت شرایط تابش مایکروویو ..... ۳۲	۳۲
۵-۲-۶-۲) روش عمومی سنتز ۲- آریل بنزوتیازول ها با استفاده از تراکم ۲- آمینو تیوفنول با آلدئیدها بوسیله $NaHSO_4 \cdot SiO_2$ تحت شرایط تابش مایکروویو ..... ۳۳	۳۳
فصل سوم	
۱-۳) بخش اول: پیرازولین ها ..... ۳۴	۳۴

- ۱-۱-۳) پلی ۱،۳-دی کلرو-۵-متیل-۵ (۴-وینیل فنیل) هایدانئوتوئین (PDCVH) یا پلی ۱-برمو-۵-متیل-۵ (۴-وینیل فنیل) هایدانئوتوئین (PBVH) فعال شده با سیلیکا سولفوریک اسید، معرف مؤثر برای اکسیداسیون ۲-پیرازولین های ۱،۳،۵-سه استخلاف شده تحت هر دو شرایط تابش مایکروویو و حرارتی..... ۳۴
- ۱-۲-۳) بررسی و تفسیر طیفهای پیرازول ها..... ۳۸
- ۱-۲-۱-۳) بررسی و تفسیر طیفهای ترکیب ۵- (۲-متیل فنیل) -۳- (۲-نفتیل) -۱- فنیل پیرازول (2a)..... ۳۸
- ۲-۲-۱-۳) بررسی و تفسیر طیفهای ترکیب ۱،۳،۵-تری فنیل ۲-پیرازول (2b)..... ۴۰
- ۳-۲-۱-۳) بررسی و تفسیر طیفهای ترکیب ۵- (۳-متیل فنیل) -۳- (۴-متیل فنیل) -۱- فنیل پیرازول (2c)..... ۴۱
- ۴-۲-۱-۳) بررسی و تفسیر طیفهای ترکیب ۵- (۴-کلرو فنیل) -۳- (۲-نفتیل) -۱- فنیل پیرازول (2d)..... ۴۲
- ۵-۲-۱-۳) بررسی و تفسیر طیفهای ترکیب (۱،۵-دی فنیل) -۳- (۴-متوکسی فنیل) پیرازول (2e)..... ۴۲
- ۶-۲-۱-۳) بررسی و تفسیر طیفهای ترکیب ۵- (۲-کلرو فنیل) -۳- (۴-متوکسی فنیل) -۱- فنیل پیرازول (2f)..... ۴۳
- ۷-۲-۱-۳) بررسی و تفسیر طیفهای ترکیب ۵- (۲-کلرو فنیل) -۳- (۲-نفتیل) -۱- فنیل پیرازول (2g)..... ۴۴
- ۸-۲-۱-۳) بررسی و تفسیر طیفهای ترکیب ۵- (۴-کلرو فنیل) -۳- (۱،۳-دی فنیل پیرازول (2h)..... ۴۵
- بخش دوم: ۲-آریل بنزوتیازول ها..... ۴۵
- ۲-۳) سنتز ۲-آریل بنزوتیازول ها..... ۴۵
- ۱-۲-۳) سنتز ساده ۲-آریل بنزوتیازول در شرایط بدون حلال و با استفاده از تابش مایکروویو، در حضور استیک اسید از طریق تراکم ۲-آمینو تیوفنول با آلدهیدها..... ۴۶
- ۲-۲-۳) سیلیکا سولفوریک اسید، فعال کننده در سنتز ۲-آریل بنزوتیازول ها از طریق تراکم ۲-آمینو تیوفنول با آلدهیدها تحت شرایط حرارتی و تابش مایکروویو..... ۴۷
- ۳-۲-۳) کلرید زیرکانیوم (IV) کاتالیز کننده سنتز ۲-آریل بنزوتیازول از طریق تراکم ۲-آمینو تیوفنول با آلدهیدها تحت شرایط حرارتی و تابش مایکروویو..... ۵۱

۴-۲-۳) سنتز ساده ۲- آریل بنزوتیازول در شرایط بدون حلال و با استفاده از تابش مایکروویو، در حضور اگزالیک اسید از طریق تراکم ۲- آمینو تیوفنول با آلدهیدها.....	۵۲
۵-۲-۳) سنتز آسان ۲- آریل بنزوتیازول در شرایط دمای اتاق، در حضور $\text{NaHSO}_4 \cdot \text{SiO}_2$ تحت شرایط تابش مایکروویو از طریق تراکم ۲- آمینو تیوفنول با آلدهیدها.....	۵۴
۶-۲-۳) بررسی و تفسیر طیفهای ۲- آریل بنزوتیازول.....	۵۴
۱-۶-۲-۳) سنتز ۲- (۴- متوکسی فنیل)- بنزوتیازول (4a).....	۵۴
۲-۶-۲-۳) سنتز ۲- (۲- کلرو فنیل)- بنزوتیازول (4b).....	۵۷
۳-۶-۲-۳) سنتز ۲- (۳- نیترو فنیل)- بنزوتیازول (4c).....	۵۹
۴-۶-۲-۳) سنتز ۲- (۲- هیدروکسی فنیل)- بنزوتیازول (4d).....	۶۱
۵-۶-۲-۳) سنتز ۲- فنیل- بنزوتیازول (4e).....	۶۳
۶-۶-۲-۳) سنتز ۲- (۲- متوکسی فنیل)- بنزوتیازول (4f).....	۶۴
۷-۶-۲-۳) سنتز ۲- (۴- سیانو فنیل)- بنزوتیازول (4g).....	۶۶
۸-۶-۲-۳) سنتز ۲- (۴- متیل فنیل)- بنزوتیازول (4h).....	۶۹
۹-۶-۲-۳) سنتز ۲- (۲- نیترو فنیل)- بنزوتیازول (4i).....	۷۰
۱۰-۶-۲-۳) سنتز ۲- (۴- برمو فنیل)- بنزوتیازول (4j).....	۷۲
۱۱-۶-۲-۳) سنتز ۲- (۴- فلورو فنیل)- بنزوتیازول (4k).....	۷۳
۱۲-۶-۲-۳) سنتز ۲- (۳- برمو فنیل)- بنزوتیازول (4l).....	۷۵
۱۳-۶-۲-۳) سنتز ۲- (۴- کلرو فنیل)- بنزوتیازول (4m).....	۷۶
۷-۲-۳) نتیجه گیری.....	۷۸
منابع.....	۷۹

## فهرست جداول

عنوان .....	صفحه
(جدول ۱-۲) مواد اولیه و محصولات مربوطه و استخلافات $R^1$ و $R^2$ واکنش آروماتیک نمودن ۲- پیرازولین ها.....	۲۷
(جدول ۲-۲) مواد اولیه و محصولات مربوطه سنتز ۲- آریل بنزوتیازول ها.....	۲۸
(جدول ۱-۳) مواد اولیه (1a-h) و محصولات مربوطه (2a-h) و استخلافات $R^1$ و $R^2$ واکنش آروماتیک نمودن ۲- پیرازولین ها.....	۳۷
(جدول ۲-۳) نتایج اکسیداسیون آروماتیک نمودن ۴،۵- دی هیدرو - $1H$ - پیرازولین های ۱،۳،۵- سه استخلاف شده (۱ میلی مول) توسط معرف پلی ۱،۳ - دی کلرو - ۵ - متیل - ۵ (۴) - وینیل فنیل، هایدانتوتین (PDCVH) یا معرف پلی - ۱ - برم - ۵ - متیل - ۵ (۴) - وینیل فنیل، هایدانتوتین (PBVH) فعال شده با سیلیکا سولفوریک اسید، تحت هر دو شرایط تابش مایکروویو و حرارتی .....	۳۸
(جدول ۳-۳) داده های طیفی IR(KBr) ترکیب ۵ - (۲- متیل فنیل) - ۳ - (۲- نفتیل) - ۱- فنیل پیرازول (2a).....	۳۹
(جدول ۴-۳) داده های طیفی $^1H$ NMR ترکیب ۵ - (۲- متیل فنیل) - ۳ - (۲- نفتیل) - ۱- فنیل پیرازول (2a).....	۴۰
(جدول ۵-۳) داده های طیفی $^{13}C$ NMR ترکیب ۵ - (۲- متیل فنیل) - ۳ - (۲- نفتیل) - ۱- فنیل پیرازول (2a).....	۴۰
(جدول ۶-۳) داده های طیفی IR(KBr) ترکیب ۱،۳،۵- تری فنیل - ۲- پیرازول (2b).....	۴۰
(جدول ۷-۳) داده های طیفی $^1H$ NMR ترکیب ۱،۳،۵- تری فنیل - ۲- پیرازول (2b).....	۴۱
(جدول ۸-۳) داده های طیفی $^{13}C$ NMR ترکیب ۱،۳،۵- تری فنیل - ۲- پیرازول (2b).....	۴۱
(جدول ۹-۳) داده های طیفی IR(KBr) ترکیب ۵ - (۳- متیل فنیل) - ۳ - (۴- متیل فنیل) - ۱- فنیل پیرازول (2c) .....	۴۱
(جدول ۱۰-۳) داده های طیفی $^1H$ NMR ترکیب ۵ - (۳- متیل فنیل) - ۳ - (۴- متیل فنیل) - ۱- فنیل پیرازول (2c) .....	۴۲
(جدول ۱۱-۳) داده های طیفی $^1H$ NMR ترکیب ۵ - (۴- کلرو فنیل) - ۳ - (۲- نفتیل) - ۱ - فنیل پیرازول (2d).....	۴۲
(جدول ۱۲-۳) داده های طیفی $^1H$ NMR ترکیب (۱،۵- دی فنیل) - ۳ - (۴- متوکسی فنیل) پیرازول (2e).....	۴۳
(جدول ۱۳-۳) داده های طیفی $^{13}C$ NMR ترکیب (۱،۵- دی فنیل) - ۳ - (۴- متوکسی فنیل) پیرازول (2e).....	۴۳

(جدول ۳-۱۴) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۵- (۲- کلرو فنیل)- ۳- (۴- متوکسی فنیل)-	۴۴
۱- فنیل پیرازول (2f).....	۴۴
(جدول ۳-۱۵) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۵- (۲- کلرو فنیل)- ۳- (۲- نفتیل)- ۱-	۴۴
فنیل پیرازول (2g).....	۴۴
(جدول ۳-۱۶) داده های طیفی $^{13}\text{C NMR}$ ترکیب ۵- (۲- کلرو فنیل)- ۳- (۲- نفتیل)- ۱-	۴۵
فنیل پیرازول (2g).....	۴۵
(جدول ۳-۱۷) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۵- (۴- کلرو فنیل)- ۱،۳- دی فنیل پیرازول	۴۵
(2h).....	۴۵
(جدول ۳-۱۸) مواد اولیه (3a-m) و محصولات مربوطه (4a-m) سنتز ۲- آریل بنزو تiazول ها.....	۴۶
(جدول ۳-۱۹) بهینه سازی شرایط واکنش برای سنتز ۲- فنیل- بنزو تiazول (4e) تحت شرایط	۴۹
مایکروویو.....	۴۹
(جدول ۳-۲۰) بهینه سازی شرایط واکنش برای سنتز ۲- آریل بنزو تiazول با استفاده از معرف	۵۰
سیلیکا سولفوریک اسید در شرایط بدون حلال تحت تابش مایکروویو.....	۵۰
(جدول ۳-۲۱) بهینه سازی شرایط واکنش و نوع حلال واکنش ۴- متوکسی بنزآلدئید (3a) با ۲-	۵۳
آمینوتیوفنول توسط معرف اگزالیک اسید.....	۵۳
(جدول ۳-۲۲) بهینه سازی مقدار معرف مصرفی اگزالیک اسید در واکنش ۴- متوکسی بنزآلدئید	۵۳
(3a) با ۲- آمینوتیوفنول توسط معرف اگزالیک اسید.....	۵۳
(جدول ۳-۲۳) نتایج سنتز ۲- (۴- متوکسی فنیل)- بنزو تiazول (4a).....	۵۶
(جدول ۳-۲۴) داده های طیفی IR ترکیب ۲- (۴- متوکسی فنیل)- بنزو تiazول (4a).....	۵۶
(جدول ۳-۲۵) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۴- متوکسی فنیل)- بنزو تiazول	۵۷
(4a).....	۵۷
(جدول ۳-۲۶) داده های طیفی $^{13}\text{C NMR}$ ترکیب ۲- (۴- متوکسی فنیل)- بنزو تiazول (4a).....	۵۷
(جدول ۳-۲۷) نتایج سنتز ۲- (۲- کلرو فنیل)- بنزو تiazول (4b).....	۵۸
(جدول ۳-۲۸) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۲- کلرو فنیل)- بنزو تiazول (4b).....	۵۸
(جدول ۳-۲۹) داده های طیفی IR ترکیب ۲- (۲- کلرو فنیل)- بنزو تiazول (4b).....	۵۹
(جدول ۳-۳۰) نتایج سنتز ۲- (۳- نیترو فنیل)- بنزو تiazول (4c).....	۶۰
(جدول ۳-۳۱) داده های طیفی IR ترکیب ۲- (۳- نیترو فنیل)- بنزو تiazول (4c).....	۶۰
(جدول ۳-۳۲) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۳- نیترو فنیل)- بنزو تiazول (4c).....	۶۱
(جدول ۳-۳۳) نتایج سنتز ۲- (۲- هیدروکسی فنیل)- بنزو تiazول (4d).....	۶۲
(جدول ۳-۳۴) داده های طیفی IR ترکیب ۲- (۲- هیدروکسی فنیل)- بنزو تiazول (4d).....	۶۲

جدول ۳-۳۵) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۲- هیدروکسی فنیل)- بنزوتیازول	۶۳
(4d).....	۶۳
جدول ۳-۳۶) داده های طیفی IR ترکیب ۲- فنیل - بنزوتیازول (4e)	۶۳
جدول ۳-۳۷) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- فنیل- بنزوتیازول (4e)	۶۳
جدول ۳-۳۸) داده های طیفی $^{13}\text{C NMR}$ ترکیب ۲- فنیل- بنزوتیازول (4e)	۶۴
جدول ۳-۳۹) نتایج سنتز ۲- فنیل - بنزوتیازول (4e)	۶۴
جدول ۳-۴۰) داده های طیفی IR ترکیب ۲- (۲- متوکسی فنیل)- بنزوتیازول (4f)	۶۵
جدول ۳-۴۱) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۲-متوکسی فنیل)- بنزوتیازول (4f)	۶۵
جدول ۳-۴۲) نتایج سنتز ۲- (۲- متوکسی فنیل)- بنزوتیازول (4f)	۶۶
جدول ۳-۴۳) داده های طیفی IR ترکیب ۲- (۴- سیانو فنیل)- بنزوتیازول (4g)	۶۷
جدول ۳-۴۴) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۴- سیانو فنیل)- بنزوتیازول (4g)	۶۷
جدول ۳-۴۵) داده های طیفی $^{13}\text{CNMR}$ ترکیب ۲- (۴- سیانوفنیل)- بنزوتیازول (4g)	۶۸
جدول ۳-۴۶) نتایج سنتز ترکیب ۲- (۴- سیانو فنیل)- بنزوتیازول (4g)	۶۸
جدول ۳-۴۷) داده های طیفی IR ترکیب ۲- (۴- متیل فنیل)- بنزوتیازول (4h)	۶۹
جدول ۳-۴۸) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۴- متیل فنیل)- بنزوتیازول (4h)	۶۹
جدول ۳-۴۹) نتایج سنتز ترکیب ۲- (۴- متیل فنیل)- بنزوتیازول (4h)	۷۰
جدول ۳-۵۰) نتایج سنتز ترکیب ۲- (۲- نیترو فنیل)- بنزوتیازول (4i)	۷۱
جدول ۳-۵۱) داده های طیفی IR ترکیب ۲- (۲- نیترو فنیل)- بنزوتیازول (4i)	۷۲
جدول ۳-۵۲) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۲- نیترو فنیل)- بنزوتیازول (4i)	۷۲
جدول ۳-۵۳) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۴- برم فنیل)- بنزوتیازول (4j)	۷۲
جدول ۳-۵۴) داده های طیفی IR ترکیب ۲- (۴- برم فنیل)- بنزوتیازول (4j)	۷۳
جدول ۳-۵۵) نتایج سنتز ترکیب ۲- (۴- برم فنیل)- بنزوتیازول (4j)	۷۳
جدول ۳-۵۶) نتایج سنتز ترکیب ۲- (۴- فلئورو فنیل)- بنزوتیازول (4k)	۷۴
جدول ۳-۵۷) داده های طیفی IR ترکیب ۲- (۴- فلئورو فنیل)- بنزوتیازول (4k)	۷۵
جدول ۳-۵۸) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۴- فلئورو فنیل)- بنزوتیازول (4k)	۷۵
جدول ۳-۵۹) داده های طیفی IR ترکیب ۲- (۳- برم فنیل)- بنزوتیازول (4l)	۷۵
جدول ۳-۶۰) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۳- برم فنیل)- بنزوتیازول (4l)	۷۶
جدول ۳-۶۱) نتایج سنتز ترکیب ۲- (۳- برم فنیل)- بنزوتیازول (4l)	۷۶
جدول ۳-۶۲) نتایج سنتز ترکیب ۲- (۴- کلرو فنیل)- بنزوتیازول (4m)	۷۷
جدول ۳-۶۳) داده های طیفی $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۴- کلرو فنیل)- بنزوتیازول (4m)	۷۷



## فهرست طیف ها

عنوان .....	صفحه .....
طیف شماره ۱ طیف $^1\text{H NMR}$ حلال $\text{CDCl}_3$ و $\text{DMSO}$ .....	۸۸
طیف شماره ۲ طیف IR ترکیب ۵- (۲- متیل فنیل) -۳- (۲- نفتیل) -۱- فنیل پیرازول (2a).....	۸۹
طیف شماره ۳ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۵- (۲- متیل فنیل) -۳- (۲- نفتیل) -۱- فنیل پیرازول (2a).....	۸۹
طیف شماره ۴ و ۵ طیف $^{13}\text{C NMR}$ ترکیب ۵- (۲- متیل فنیل) -۳- (۲- نفتیل) -۱- فنیل پیرازول (2a).....	۹۰
طیف شماره ۶ طیف IR ترکیب ۱،۳،۵- تری فنیل پیرازول (2b).....	۹۱
طیف شماره ۷ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۱،۳،۵- تری فنیل پیرازول (2b).....	۹۱
طیف شماره ۸ طیف $^{13}\text{C NMR}$ ترکیب ۱،۳،۵- تری فنیل پیرازول (2b).....	۹۲
طیف شماره ۹ طیف IR ترکیب ۵- (۳- متیل فنیل) -۳- (۴- متیل فنیل) -۱- فنیل پیرازول (2c).....	۹۲
طیف شماره ۱۰ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۵- (۳- متیل فنیل) -۳- (۴- متیل فنیل) -۱- فنیل پیرازول (2c).....	۹۳
طیف شماره ۱۱ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۵- (۴- کلرو فنیل) -۳- (۲- نفتیل) -۱- فنیل پیرازول (2d).....	۹۳
طیف شماره ۱۲ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب (۱،۵- دی فنیل) -۳- (۴- متوکسی فنیل) پیرازول (2e).....	۹۴
طیف شماره ۱۳ طیف $^{13}\text{C NMR}$ ترکیب (۱،۵- دی فنیل) -۳- (۴- متوکسی فنیل) پیرازول (2e).....	۹۴
طیف شماره ۱۵ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۵- (۲- کلرو فنیل) -۳- (۴- متوکسی فنیل) -۱- فنیل پیرازول (2f).....	۹۵
طیف شماره ۱۶ و ۱۷ طیف $^{13}\text{C NMR}$ ترکیب ۵- (۲- کلرو فنیل) -۳- (۲- نفتیل) -۱- فنیل پیرازول (2g).....	۹۶
طیف شماره ۱۸ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۵- (۲- کلرو فنیل) -۳- (۲- نفتیل) -۱- فنیل پیرازول (2g).....	۹۷
طیف شماره ۱۹ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۵- (۴- کلرو فنیل) -۱،۳- دی فنیل پیرازول (2h).....	۹۷
طیف شماره ۲۰ طیف IR ترکیب ۲- (۴- متوکسی فنیل) - بنزوتیازول (4a).....	۹۸
طیف شماره ۲۱ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۴- متوکسی فنیل) - بنزوتیازول (4a).....	۹۸
طیف شماره ۲۲ و ۲۳ طیف $^{13}\text{C NMR}$ ترکیب ۲- (۴- متوکسی فنیل) - بنزوتیازول (4a).....	۹۹

طیف شماره ۲۴ طیف IR ترکیب ۲- (۲- کلرو فنیل)- بنزوتیازول (4b)	۱۰۰
طیف شماره ۲۵ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۲- کلرو فنیل)- بنزوتیازول (4b)	۱۰۰
طیف شماره ۲۶ طیف IR ترکیب ۲- (۳- نیترو فنیل)- بنزوتیازول (4c)	۱۰۱
طیف شماره ۲۷ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۳- نیترو فنیل)- بنزوتیازول (4c)	۱۰۱
طیف شماره ۲۸ طیف IR ترکیب ۲- (۲- هیدروکسی فنیل)- بنزوتیازول (4d)	۱۰۲
طیف شماره ۲۹ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۲- هیدروکسی فنیل)- بنزوتیازول (4d)	۱۰۲
طیف شماره ۳۰ طیف IR ترکیب ۲- فنیل- بنزوتیازول (4e)	۱۰۳
طیف شماره ۳۱ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- فنیل- بنزوتیازول (4e)	۱۰۳
طیف شماره ۳۲ و ۳۳ طیف $^{13}\text{C NMR}$ ترکیب ۲- فنیل- بنزوتیازول (4e)	۱۰۴
طیف شماره ۳۴ طیف IR ترکیب ۲- (۲- متوکسی فنیل)- بنزوتیازول (4f)	۱۰۵
طیف شماره ۳۵ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۲- متوکسی فنیل)- بنزوتیازول (4f)	۱۰۵
طیف شماره ۳۶ طیف IR ترکیب ۲- (۴- سیانو فنیل)- بنزوتیازول (4g)	۱۰۶
طیف شماره ۳۷ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۴- سیانو فنیل)- بنزوتیازول (4g)	۱۰۶
طیف شماره ۳۸ و ۳۹ طیف $^{13}\text{C NMR}$ ترکیب ۲- (۴- سیانو فنیل)- بنزوتیازول (4g)	۱۰۷
طیف شماره ۴۰ طیف IR ترکیب ۲- (۴- متیل فنیل)- بنزوتیازول (4h)	۱۰۸
طیف شماره ۴۱ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۴- متیل فنیل)- بنزوتیازول (4h)	۱۰۸
طیف شماره ۴۲ طیف IR ترکیب ۲- (۲- نیترو فنیل)- بنزوتیازول (4i)	۱۰۹
طیف شماره ۴۳ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۲- نیترو فنیل)- بنزوتیازول (4i)	۱۰۹
طیف شماره ۴۴ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۴- برم فنیل)- بنزوتیازول (4j)	۱۱۰
طیف شماره ۴۵ طیف IR ترکیب ۲- (۴- برم فنیل)- بنزوتیازول (4j)	۱۱۰
طیف شماره ۴۶ طیف IR ترکیب ۲- (۴- فلورو فنیل)- بنزوتیازول (4k)	۱۱۱
طیف شماره ۴۷ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۴- فلورو فنیل)- بنزوتیازول (4k)	۱۱۱
طیف شماره ۴۸ طیف IR ترکیب ۲- (۳- برم فنیل)- بنزوتیازول (4l)	۱۱۲
طیف شماره ۴۹ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۳- برم فنیل)- بنزوتیازول (4l)	۱۱۲
طیف شماره ۵۰ طیف $^1\text{H NMR}$ ترکیب ۲- (۴- کلرو فنیل)- بنزوتیازول (4m)	۱۱۳

فصل اول:

مقدمه و تئوری

## مقدمه و تئوری

## ۱-۱) مقدمه و اهداف پروژه

هتروسیکل‌ها ترکیبات حلقوی هستند که در حلقه خود حداقل دارای یک اتم ناجور (O, S, N) می‌باشند. بسیاری از ترکیبات هتروسیکل در طبیعت یافت می‌شوند و نقش بسیار مهمی را در زندگی و متابولیسم تمامی سلولهای زنده ایفا می‌کنند. برای نمونه پیریمیدین و پورین، پایه و اساس DNA که نقش اصلی در انتقال اطلاعات وراثتی و ژنتیکی در موجودات زنده ایفا می‌کنند، را می‌توان نام برد. آمینواسیدهایی مانند پرولین و تریپتوفان، آنزیم‌ها و ویتامین‌ها مانند E, B<sub>12</sub>, هموگلوبین (عامل انتقال اکسیژن در بدن) و هورمون‌هایی نظیر هیستامین و استروتونین همگی جزو ترکیبات هتروسیکل می‌باشند.

تعداد زیادی از هتروسیکل‌ها خاصیت دارویی و مصارف درمانی دارند. ترکیبات طبیعی مانند پنی سیلین، سفالکسین و آلکالوئیدهایی مانند مورفین و رسرفین جزو هتروسیکل‌ها می‌باشند. بطور کلی کاربرد بسیار زیاد این ترکیبات در درمان انواع سرطان‌ها، تهیه مواد نیروزا، آرام بخشها، میکروب‌کشها و سموم حشرات، ما را واداشت که واکنش اکسایش این ترکیبات را مورد بررسی و مطالعه قرار دهیم.

پیرازولین‌ها، پیرازول‌ها و ۲-آریل بنزوتیازول‌ها دستجات مهمی از مولکولهای فعال زیستی در زمینه داروها و داروسازی می‌باشند [۱]. این امر، باعث افزایش توجه در سنتز آنها توسط شیمیدانان آلی و همچنین توجه زیست‌شناسان شده است.

تعداد روشها برای سنتز این مشتقات روز به روز توسعه یافته است. در عین حال، اغلب این روشها دارای یک یا چند عیب از قبیل: دمای بالای واکنش، شرایط سخت، چند مرحله ای بودن واکنش، طولانی بودن زمان واکنش، احتیاج به معرفهای اضافی،