تحضير وتشخيص مركبات حلقية غير متجانسة سباعية من المركب3,2- بايريدين كاربوكسيلك انهيدرايد

خالد مطني محمد الجنابي
دريد عبد سمير الدليمي
قسم الكيمياء/كلية التربية للعلوم الصرفة/جامعة تكريت
استلم في:19/تشرين الثاني/2015، قبل في:7/كانون الثاني/2016

الخلاصة

تم تحضير حلقات سباعية غير متجانسة مختلفة من المركب 3,2- بايريدين كاربوكسيلك انهيدرايد بتفاعله مع قواعد شف والتي تم تحضيرها باستعمال الديهايدات وامينات مختلفة[H_{10}-H_1] إذ تم تحضيرالحلقات السباعية مشتقات 8,7-داي هايدرو بايردو [3,2- e] [3,1] اوكسازبين -9,5-دايون بوجود مذيب الاسيتون [A_{10}-A_1].
تم قياس درجات الانصهار للمركبات المحضرة. شخصت المركبات المحضرة طيفيًا بوساطة قياس طيف الاشعة فوق البنفسجية-المرئية وطيف الاشعة تحت الحمراء وتم التشخيص ايضاً بوساطة طيف الرنين النووي المغناطيسي -^{1}H) NMR) لبعض المركبات وأكدت النتائج صحة التراكيب الكيميائية المقترحة.

الكلمات المفتاحية: الديهايدات، امينات، قواعد شف، اوكسازبين.

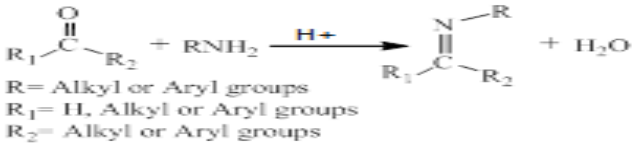
المقدمة

قواعد شف

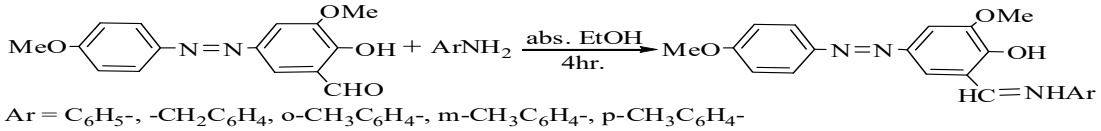
تكون الصيغة الكيميائية العامة لقواعد شف "RR'C=NR وسميت هذه المركبات الايمينات أو الازوميثينات أو الانيلات أو البنزانيلات إذ تمثل كل من R و'R في الانيلات مجموعة اليفاتية أو اروماتية أو ذرة هيدروجين و"R حلقة بنزين معوضة أو غير معوضة وفي الايمينات تكون R حلقة بنزين معوضة أو غير معوضة و'R ذرة هيدروجين و"R مجموعة الكيل أو أريل, كما يطلق عليها اسم الكيتيمينات عندما تشتق من الكيتونات إذ تكون كل من R و'R مجموعة الكيل أو أريل وتسمى الديمينات عندما تشتق من الالديهايدات أي تكون R مجموعة الكيل أو أريل و'R ذرة هيدروجين, ويفضل أن تحتوي هذه المركبات على مجموعة أريل على النتروجين أو الكاربون لزيادة استقراريتها ومن ثم الحفاظ عليها من التفكك أو تحولها الى بولميرات[1].

تحضير قواعد شف

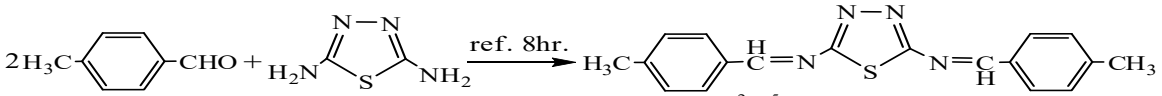
توجد طرائق عديدة لتحضير قواعد شف الا ان اكثرها شيوعاً هي التكاثف المباشر[2]ما بين الالديهايد أو الكيتون والامين الاولي.



حضرت قواعد شيف بتكثيف امينات اروماتية مختلفة وآزو الديهايدات باستعمال الايثانول كمذيب[3].



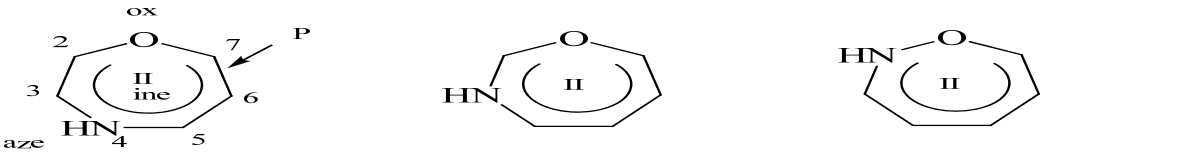
وحضرت كذلك مشتقات جديدة من قواعد تحتوي مجموعتي (C=N) وذلك من التكاثف بين جزيئتين من بارا مثيل بنزلديهايد مع مشتق الثايودايزول (1 ,4,3-ثايودايزول-5,2-داي امين) [4].



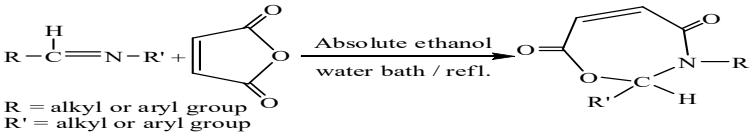
الحلقات السباعية غير المتجانسة

مركبات الاوكسازبين[5-8]

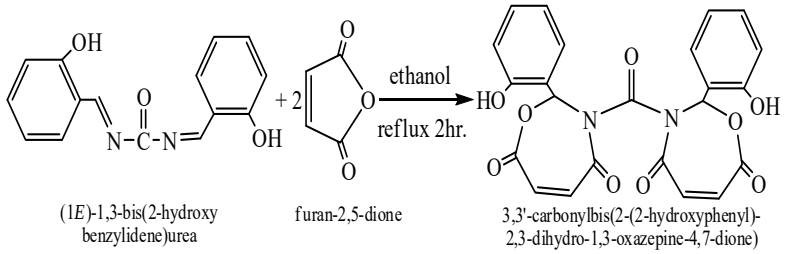
مركبات الاوكسازبين هي مركبات غير مشبعة سباعية الحلقة غير المتجانسة إذ تحتوي على خمس ذرات كاربون وذرة أوكسجين واحدة وذرة نتروجين واحدة ، كما ان هناك ثلاث ايزومرات لمركبات الاوكسازبين هي : 1،2 و 1،3 و 1،4-اوكسازبين ويعتمد هذا على الترقيم لموقع ذرتي الأوكسجين والنتروجين في الحلقة السباعية كما يأتي:



هنالك عدة طرائق لتحضير الحلقة السباعية (oxazepine)منها الإضافة المباشرة للمركب (أنهدريد المـاليك)إلـى الآصرة المزدوجة(-C=N-) لقواعد شـف باستعمال الايثانول كمذيب [9].



تم تحضير بعض المركبات الحاوية على حلقتين من 3,1-اوكسازبين-4-7- دايون من تفاعل قواعد شف مع انهيدريد الماليك او انهيدريد السكسنيك كما في التفاعل الآتي[10].



الجزء العملي

تحضير قواعد شف [11-14] $[H_{10}-H_1]$.

أذيب (2gm, 0.018mol) من المركب باراتولويدين في (40ml) من الايثانول المطلق في بيكر سعته (75ml) وسخن لمدة (10 دقائق) وفي الوقت نفسه أذيب (2.5gm, 0.018mol) من 4-كلوروبنزالديهايد في (15ml) من الايثانول المطلق في بيكر ذي سعة (75ml) مع قطرتين من حامض الخليك الثلجي كعامل مساعد وسخن لمدة (5 دقائق) مزجت المادتان في دورق دائري القعر مزود بمحرك مغناطيسي ومكثف تصعيد. وصعد مزيج التفاعل لمدة (6 ساعات) وبعد إنتهاء مدة التصعيد ركز المحلول باستعمال المبخر الدوار، وبرد المحلول في حمام ثلجي فظهرت بلورات ذات لون ابيض, رشحت ثم اعيد بلورتها من الايثانول المطلق وجفف الراسب وتم قياس درجة الانصهار فتم الحصول على قاعدة شف (H_1), و بطريقة العمل نفسهاحضرت قواعد شف الاخرى, الجدول (1).

تحضير الحلقات السباعيةغير المتجانسة [15]

تحضير مشتقات8,7-داي هايدرو بايردو [3,2-e][3,1] اوكسازبين -9,5-دايون $[A_{10}-A_1]$من المركب 3,2- بايريدين كاربوكسيلك انهيدرايد.

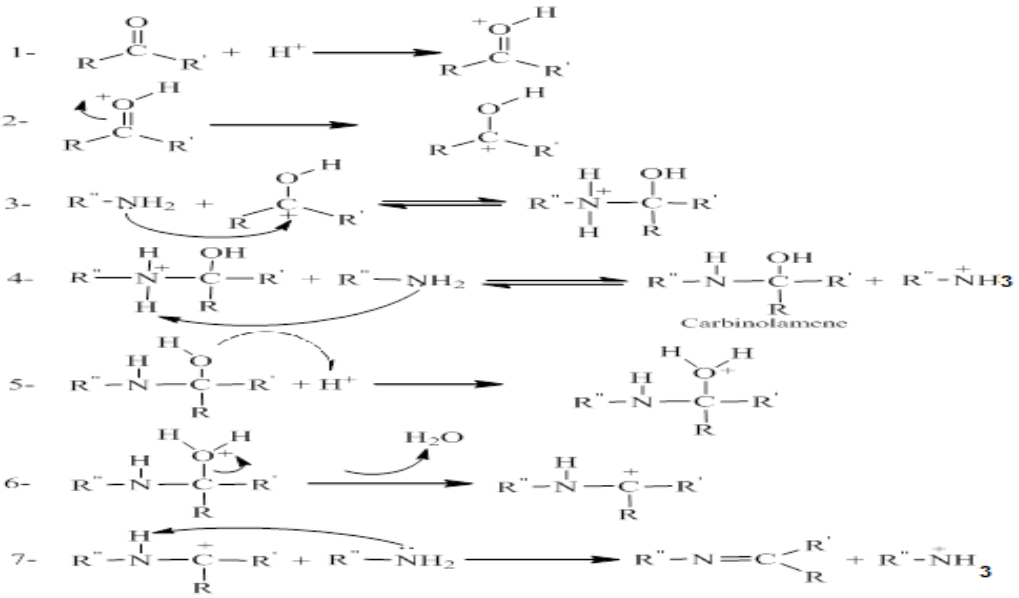
مزج (1.21gm, 0.005mol) من قاعدة شف (H_1) مذاب في (20ml) من مذيب الاسيتون مع (0.005mol 0.74gm,) من المركب أعلاه مذاب في (20ml) من المذيب نفسه ومن ثم اضيفت كميات قليلة من ($ZnCl_2$) كعامل مساعد. استعمل $ZnCl_2$ هو لجعل كاربون مجموعة الكاربونيل موجبة أكثر, بتكوين مركب وسطي فعال أشبه بذلك المتكون في تفاعلات فريدل-كرافت لتكوين ايون الاسيل الموجب .ثم وضع المزيج في دورق دائري سعته (100ml) وصعد لمدة (6 ساعات) ثم برد ناتج التفاعل في حمام ثلجي فظهرت بلورات ذات لون اصفر فاتح من المركب (A_1) رشحت واعيد بلورتها مرتين من داي اثيل ايثر وجفف الراسب وقيست درجة انصهارها و بالطريقة نفسها حضرت المشتقات الاخرى.. الجدول (2).

النتائج والمناقشة

تحضير قواعد شف $[H_{10}-H_1]$

تم تحضير أعداد متنوعة من قواعد شف مباشرة من تفاعل بعض الالديهايدات مع عدد من الأمينات الاروماتية الأولية بتصعيدها في الكحول الأثيلي المطلق بوجود قطرات من حامض الخليك الثلجي كعامل محفز.

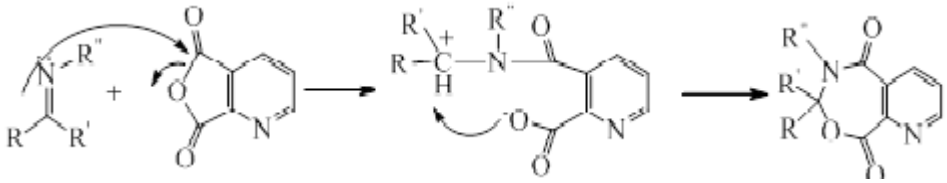
يتضمن التفاعل هجوم نيوكليوفيلي لمجموعة الأمين (NH_2) على كاربون مجموعة الكاربونيل للالديهايد أو الكيتون لتكوين مركب وسطيHemiaminal N-Substituted الذي يفقد جزيئة ماء ليعطي الايمين, المركب المستقر. ويعتقد أن التفاعل يحدث في المحيط اللامائي المحفز بالحامض بالميكانيكية المبينة[16].



وقد شخصت قواعد شف المحضرة بتعيين درجات انصهارها، الجدول (1) في طيف الاشعة تحت الحمراء وبشكل عام يتغير موقع تردد مجموعة (C=N) لقواعد شيف بتغير التركيب الجزيئي للقاعدة حتى يتراوح بين ($1570-1680cm^{-1}$) اذا كانت قاعدة شف اروماتية أو حلقية غير متجانسة أو أليفاتية وكذلك يعتمد على نوع المجموعة المعوضة القريبة من الآصرة (C=N) ومن الصعب تحديد موقع تردد الآصرة (C=N) بالمدى ($1570-1680cm^{-1}$) عند وجود أواصر أخرى بتركيب قاعدة شف تقع ترددتها الاهتزازية أو الانحنائية بتلك المنطقة مثل الحلقات الأروماتية والحلقات غير المتجانسة والآواصر الكاربونيلية, لذلك أظهرت مطيافيةFT-IR لقواعد شف المحضرة, الجدول (3) حزم امتصاص تتراوح بين ($1596-1654cm^{-1}$) تعود إلى اهتزاز مط (C=N)، وحزم عند ($1657-1710\ cm^{-1}$) تعود إلى (C=O)، وحزم عند ($3043-3101cm^{-1}$) تعود إلى اهتزاز مط الآصرة (C=C-H) الخاصة بحلقة البنزين، وحزم عند ($1573-1476cm^{-1}$) التي تعود إلى اهتزاز مط الآصرة (C=C) الاروماتية حيث تكون ذات شدة اضعف من شدة الآصرة (C=N). وحزم عند ($2964-2895cm^{-1}$) تعود إلى اهتزاز مط (C-H) الاليفاتية وحزمة امتصاص ($3376cm^{-1}$) تعود الى (N-H) للمركبH_6 وحزم عند ($1186-1123cm^{-1}$) تعود إلى اهتزاز المط للآصرة (C-N). وتظهر هذه المركبات حزم امتصاص عند ($750-700cm^{-1}$) والتي تعود إلى اهتزاز الارتجاج خارج المستوى للآصرة N-H Lactam و-860) ($750cm^{-1}$ العائدة إلى اهتزاز الانحناء للآصرة (C-H) واهتزازات مط الحلقة (الحزم الهيكلية) للأواصر (C=C) في حلقات المركبات الاروماتية[17] ، وتظهر كذلك حزم امتصاص خارج المستوى تعود للمجموعة (C-H) الاروماتية وذلك عند (1-849-783cm) 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) وأظهر المركب H_3 حزمة امتصاص تعود للمجموعة (O-H) وذلك عند (cm^{-} 3326[1]).

تحضير مشتقات 8,7-داي هايدرو بايردو[3,2- e] [3,1] اوكسازبين -9,5-دايون [A_{10}-A_1] من المركب 3,2- بايريدين كاربوكسيلك انهيدرايد

حضرت مشتقات الاوكسازيبين بتفاعل قواعد شف مع المركب 3,2- بايريدين كاربوكسيلك انهيدرايد باستعمال الاسيتون كمذيب ومن ثم اضيفت كميات قليلة من ($ZnCl_2$) كعامل مساعد صعد مزيج التفاعل لمدة ست ساعات. يتضمن التفاعل أعلاه هجوما نيوكليوفيليا Nucleophilic Attack للمزدوج الالكتروني لذرة النيتروجين لمجموعة الازوميثين (C=N) على ذرة كربون Isatoic Anhydride التي ترتبط بهامجموعة الكاربونيل لتكوين مركب وسطي (ايون كاربون موجب) والذي يتفاعل ضمنيا ليعطي الناتج النهائي. استخدم $ZnCl_2$ هو لجعل كاربون مجموعة الكاربونيل أكثر موجبة, بتكوين مركب وسطي فعال أشبه بذلك المتكون في تفاعلات فريدل-كرافت لتكوين ايون الاسيل الموجب, والتفاعل يحصل بالميكانيكية التالية[18].



لقد شخصت هذه المشتقات بتعيين درجات الانصهار، الجدول (2)، ثم بوساطة أطياف الأشعة فوق البنفسجية-المرئية، والشكل (1) للمركب (A_5) يوضحان قيم الامتصاص هذه .إذ اظهر الطيف قمم امتصاص عند (340-310nm) تعود إلى الانتقالات الالكترونية ($n-\pi^*$) للآصرة (C=O)، قمم امتصاص عند (242-218nm) تعود للانتقالات الالكترونية ($\pi-\pi^*$) الخاصة بحلقة البنزين[20,19].

ومن الأدلة التي تدعم تكوين هذه المشتقات أطياف الأشعة تحت الحمراء FT-IR Spectra، الجدول (4) والاشكال (2), (3) للمركبات A_8,A_3 توضح حزم الامتصاص هذه. ولوحظ اختفاء الحزمة من ($1825-1780cm^{-1}$) تعود الى (C=O) لانهدريدات الحوامض الكاربوكسيلية وحزم تعود لمط مجموعة (C=O) في مجموعة اللاكتام (N-C=O) ضمن المنطقة ($1662-1685cm^{-1}$) .وظهرت حزم يتراوح مداها بين ($1728-1709cm^{-1}$) تعود إلى مط أصرة (C=O Lacto) كما تظهر وجود حزم امتصاص تعود الى اهتزاز المط للاواصر:

(C-H Aromatic) عند المدى ($3072-3033cm^{-1}$) في مكون المركبات الاروماتية غير المتجانسة. أما مجموعة C-H) الاليفاتية فظهرت عند ($2958-2916cm^{-1}$), وحزم عند المدى ($1606-1568cm^{-1}$) تعود إلى مط الأواصر (C=C) في المركبات الاروماتية. وحزم الامتصاص التي بحدود ($1475-1355cm^{-1}$) تعود إلى الاهتزاز المقصي للآصرة (C-H) الاليفاتية، وتظهر هذه المركبات حزم امتصاص ($830-755cm^{-1}$) تعود إلى اهتزاز الانحناء Bending Vibration للآصرة (C-H) واهتزازات مط الحلقة (الحزم الهيكلية) للأواصر (C=C) في حلقات المركبات الاروماتية غير المتجانسة، وتظهر حزم امتصاص خارج المستوى لمجموعة (C-H) الاروماتية عند ($862-792cm^{-1}$)، وتظهر كذلك حزم امتصاص عند ($770-730cm^{-1}$) التي تعود إلى اهتزاز خارج المستوي للآصرة اللاكتامية.

طيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H-NMR) للمركب (H_6):

طيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H-NMR) اشارة منفردة عند (5.40) جزء من المليون تعود لبروتونات N-H وظهور اشارات متعددة تتراوح (7.10-7.70) جزء من المليون تعود إلى بروتونات الحلقة الاروماتية وبروتونات البايريدين[21] كما موضح في الشكل (4).

طيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H-NMR) للمركب (A_6)

اظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H-NMR)اشارة عند (4.85)جزء من المليون تعود لبروتون (N-H) وظهور اشارة عند (7.50-7.00) جزء من المليون تعود إلى بروتونات الحلقات الاروماتية في المركب وظهوراشارة عند (8.20) جزء من المليون تعود لبروتونات البايريدين كما موضح في الشكل (5).

طيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H-NMR) للمركب (A_4)

اظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H-NMR) اشارة منفردة عند(2.25) جزء من المليون تعود لبروتونات (CH_3) وظهور اشارة منفردة عند(2.48) جزء من المليون تعود لبروتونات (N-H) واشارة عند (3.37) جزء من المليون تعود إلى اشارة المذيب DMSO وظهور اشارة متعددة عند المدى (7.83-7.02)جزء من المليون تعود إلى بروتونات الحلقات الاروماتية في المركب وظهوراشارة متعددة عند المدى(8.07-8.75) جزء من المليون تعود لبروتونات البايريدين وظهور اشارة عند(11.10)جزء من المليون تعود لبروتون (N=CH) كما موضح في الاشكال (6) ., (7), (8).

المصادر

1- Layer, R.W. Chem.Rev., 63,. 489-510, (**1963**).

2- Reddy, D.; Kumar, K. (2014) Int. J. of Pharm. and Clin. Res., - 0975 1556, 6(1): 71-75,.

3- Jarrahpour, A.; Motamedifar, M, K.; Pakshir; Hadi, N. and Zarei, M., (2004) Mole., 9, 815,.

4- Salimon, J.; Salih ,N.; Yousif , E.; Hameed, A., and Ibrahim. H, ,(2010) Aus. J. B. A. Soc., 4,7,.216-2021..

5- Ranade, A. and Georg, G. , (2014). J. Org. Chem., 79(3),. 984-992.

6- Hamak, K.; Eissa, H., (2013). Int. J. of Chem.Tech. Res.,0974-4290, 5, 6, 2924-2940,

7- Kaur, N., (2013), 0975-6299, Int. J. Pharm. Bio. Sci., 4(1): 357-372,

8- Moni, L.; Banfi, L.; Basso, A. ;Brambilla and Riva. R., (2014). Beilstein J. Org. Chem., 10, 209-212,

9- Daher, A., Ph.D.Thesis, (2014). College of Education University Of Tikrit, (2010).

10- Hameed ,A., (2012). Journal of Al-Nahrain University,.15 (4),. 47-59.

11- Mohammed. L, Kadhim. A. and Ubaid. N., (2013). Journal Acta Chim. Pharm. Indica, 2277-288X, 3(2), 111-118.

12- Ravi, M.; Ushaiah,B.; Sujitha, P.; Kudle .Kand, S., (2014). Int. J.Pharm. Pharm.Sci., 0975-1491, 6, Suppl 2,. 637-643.

13-Kodari,K. and Chourasia.O,(2013) Heterocyclic Research Laboratory, 2231-3087(print) / 2230-9632 (Online),. 3: (1), 49-56.

14- Magar, K.; Kirdant, S. and Chondhekar, .K, (2014). J. Chem. Bio. Phy. Sci. Sec., E-: 2249-1929,. 4,. 1,. 70-77.

15- Abood, Z. (2013). Iraqi National Journal of Chemistry,. 50,. 207-246.

16- Solomons, T. and Fryhle. C, (2000) "Organic Chemistry", 7th ed., John Wiley and Sons, Inc. New York.,. 738.

17- Saeed, A.;Ibrahim, F. and Jassim, N., (1990) Iraqi J. Chem., 15,. 113.

18—Field, L., (2008) "Organic Structures from Spectra", Fourth Edition, John Wiley and Sons Ltd, The Atrium, Southern Gate,Chichester, West Sussex, PO198SQ, England, P. 17-20.

19- Bellamy,L. , (1964) "The infra-red spectra of complex molecules", 2nd ed., Richard Clay and Co. Ltd., Bungay , Suffolk., pp. 132.

20- Saeed, A.; Ibrahim, F. and Jassim ,N., (1990). Iraqi J. Chem., 15,. 113.

21-سلفر اشتاين وموريل ، ترجمة : هادي كاظم عوض ، فهد علي حسين ، صبحي صالح العزاوي.(1990) ، " التشخيص العضوي للمركبات العضوية " الطبعة الرابعة ، جامعة بغداد ، ج1 .

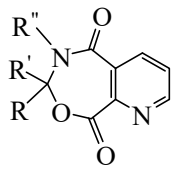
جدول (1): الصيغة الجزيئية ,الوزن الجزيئي ,النسبة المئوية للناتج وبعض الخواص الفيزيائية*لقواعد شيف* المحضرة

$RR'C{=}NR''$

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		--		$C_{15}H_{12}N_2O$	236.26	97%	225-226	أصفر
H_5		H		$C_{14}H_9BrN_2S$	317.20	88%	111-113	أصفر فاتح براق
H_6		--		$C_{12}H_8N_4O$	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		$C_{18}H_{16}ClN_3O$	370.24	85%	253-254	أصفر فاتح براق
H_9		H		$C_{16}H_{15}N_3O_2$	281.30	91%	212-213	أصفر فاتح
H_{10}		H		$C_{18}H_{16}N_4O_3$	336.34	94%	220-221	أصفر

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

جدول (2): الصيغة الجزيئية, الوزن الجزيئي, النسبة المئوية للناتج وبعض الخواص الفيزيائية لمشتقات 8,7-داي بايدرو 2,3- [3,1]اوكسازبين – 9,5 دايون , هايدرو

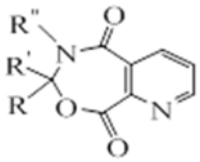


Com No.	R	R'	R"	Molecular formula	M.wt	Yield %	m.p. °C	Colour
A1		H		$C_{21}H_{15}N_2O_3Cl$	378.8	84%	92-94	اصفر فاتح
A2		H		$C_{23}H_{21}N_3O_3$	387.4	91%	96-97	جوزي
A3		H		$C_{21}H_{16}N_2O_4$	360.3	89%	102-104	اصفر فاتح براق
A4		-----		$C_{22}H_{15}N_3O_4$	385.3	83%	94-96	برتقالي
A5		H		$C_{21}H_{12}ClN_3SO_3$	421.8	84%	208-210	ابيض براق
A6		-----		$C_{19}H_{11}N_5O_4$	373.3	90%	139-141	برتقالي
A7		H		$C_{24}H_{15}ClN_2O_3$	414.8	84%	120-122	جوزي
A8		H		$C_{25}H_{19}ClN_4O_4$	474.9	81%	126-128	أصفر
A9		H		$C_{23}H_{18}N_4O_5$	430.4	86%	118-120	جوزي براق
A10		H		$C_{25}H_{19}N_5O_6$	485.4	88%	138-140	برتقالي

جدول (3): قيم أطياف الاشعة تحت الحمراء لقواعد شف المحضرة

Com No	C=C Aro.	C=N	C-H Ali.	C-H Aro.	C-N	=C-H Alke	C=C Alke	Others
H_1	1566	1641	2899	3071	1139	3092	--	C-Cl, 1002
H_2	1499	1598	2902	3074	1172	3088	--	--
H_3	1476	1651	2895	3043	1175	3064	--	O-Hb, 3326
H_4	1488	1596	2964	3098	1136	- -	- -	NH,3378 C=O,1691
H_5	1573	1651	--	3087	1123	3094	--	C-S, 655 C-Br, 825
H_6	1490	1647	--	3085	1173	--	--	N-H, 3376 C=O, 1710
H_7	1543	1622	--	3081	1136	3111	--	C-Cl ,1000
H_8	1489	1627	2923	3043	1131	3066	1545	C-Cl, 875 N-N,1122 C=O, 1657
H_9	1567	1632	2896	3059	1178	3066	1580	C-O, 1190 N-N, 1155 C=O, 1695
H_{10}	1566	1654	2963	3101	1186	3120	1586	N-N, 1140 C=O,1688 NO_2, 1330,1560

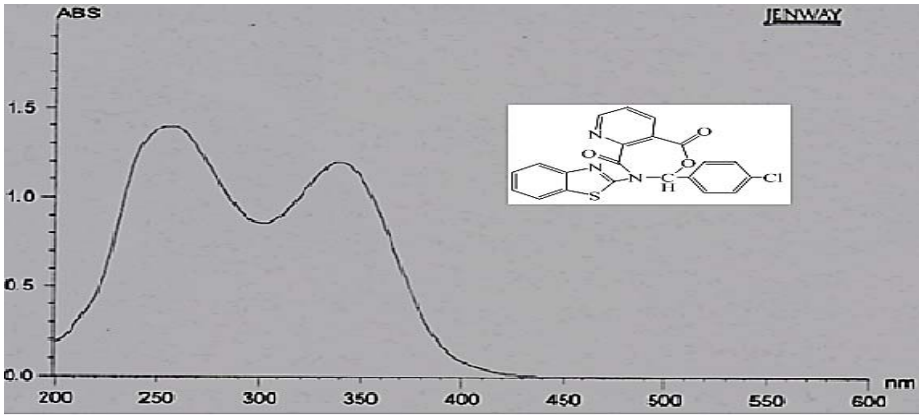
الجدول (4) قيم أطياف الاشعة تحت الحمراء لمشتقات 8,7-داي هايدرو بايردو [3,2- e][3,1] اوكسازبين -9,5- دايون
[A_{10}-A_1] من المركب 3,2- بايريدين كاربوكسيلك انهيدرايد.



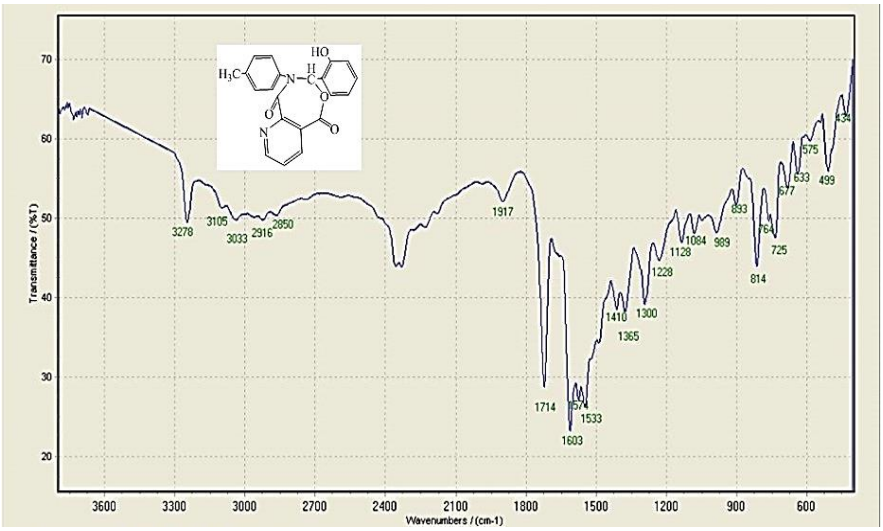
Com No	C=C Aro.	C-O	C-H Aro.	C-H Ali.	C-N	C=O Lacta	C=O Lacto	Others
A_1	1606	1242	3045	2916	1128	1666	1720	C-Cl 808
A_2	1587	1234	3058	2934	1138	1662	1712	C- Halke 2958
A_3	1603	1228	3033	2916	1128	1667	1714	O-H 3278
A_4	1585	1234	3042	2926	1136	1678	1722	N-H 3357
A_5	1589	1228	3072	2916	1138	1667	1718	C-Cl 825 C=N 1545 C-S 1168
A_6	1611	1230	3047	2952	1132	1675	1710	C=N 1530 N-H 3358
A_7	1603	1225	3059	2958	1138	1685	1728	C-Br 550
A_8	1579	1217	3059	2935	1138	1682	1716	C-Cl 825 N-N 1160
A_9	1568	1217	3049	2939	1138	1674	1720	N-N 1160
A_{10}	1568	1221	3049	2931	1142	1674	1709	NO2, 1350,1523 N-N 1162

الجدول (5) : قيم الإزاحات الكيميائية (^{1}HNMR) لبعض المركبات المحضرة

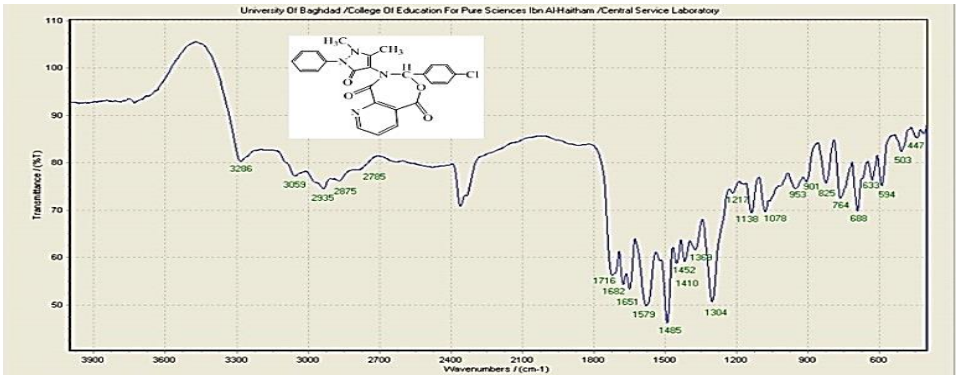
Com. No	Structure	Chemical Shift (δ ppm)	No. of Protons	Type of single	Group
H_6		5.40	1	s	N-H
		7.10-7.70	7	m	Aro. Protons andPyriden
		9.60	1	s	N-CH
A_4		2.25	3	s	CH_3
		2.48	1	s	N- H
		3.37	6	s	DMSO
		7.02-7.83	8	dd,m	Aro. Protons
		8.07-8.75	8	m	Pyriden Protons
		11.10	1	s	N=CH
A_6		4.85	1	s	N-H
		7.00-7.50	4	m	Aro. Protons
		8.20	6	m	Pyriden Protons



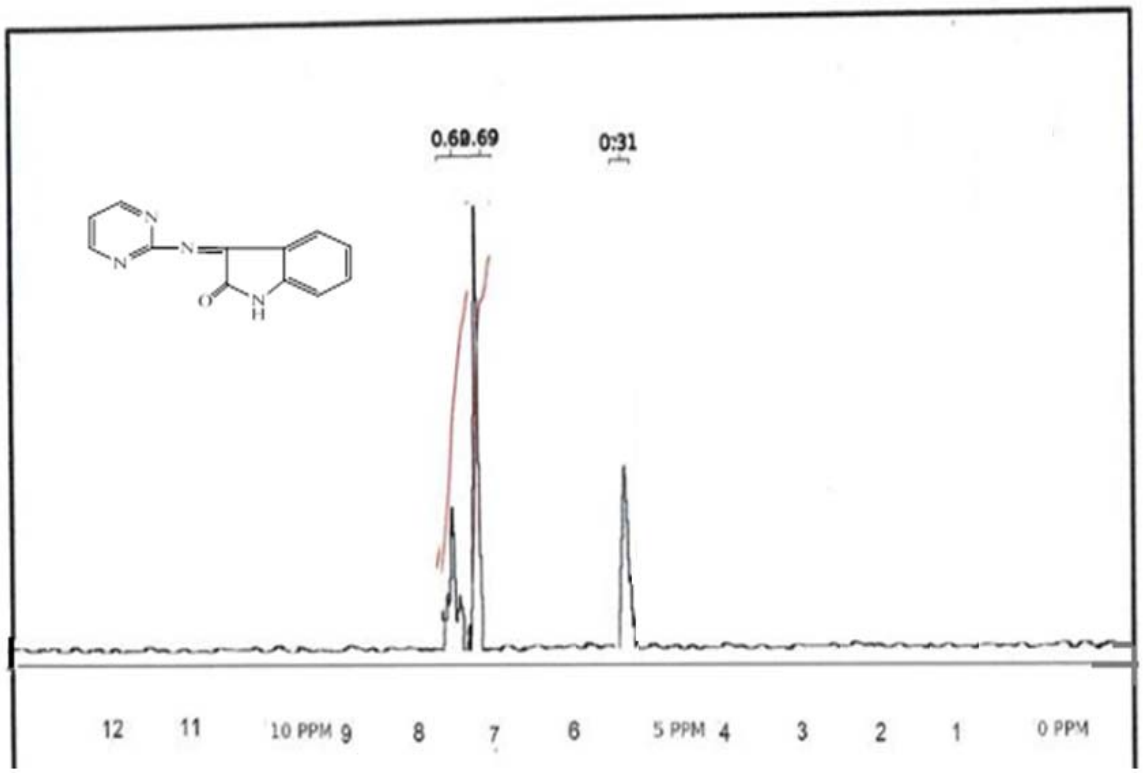
الشكل (1) :طيف الاشعة فوق البنفسجية-المرئية UV-Vis.Spectroscopy للمركب A_5



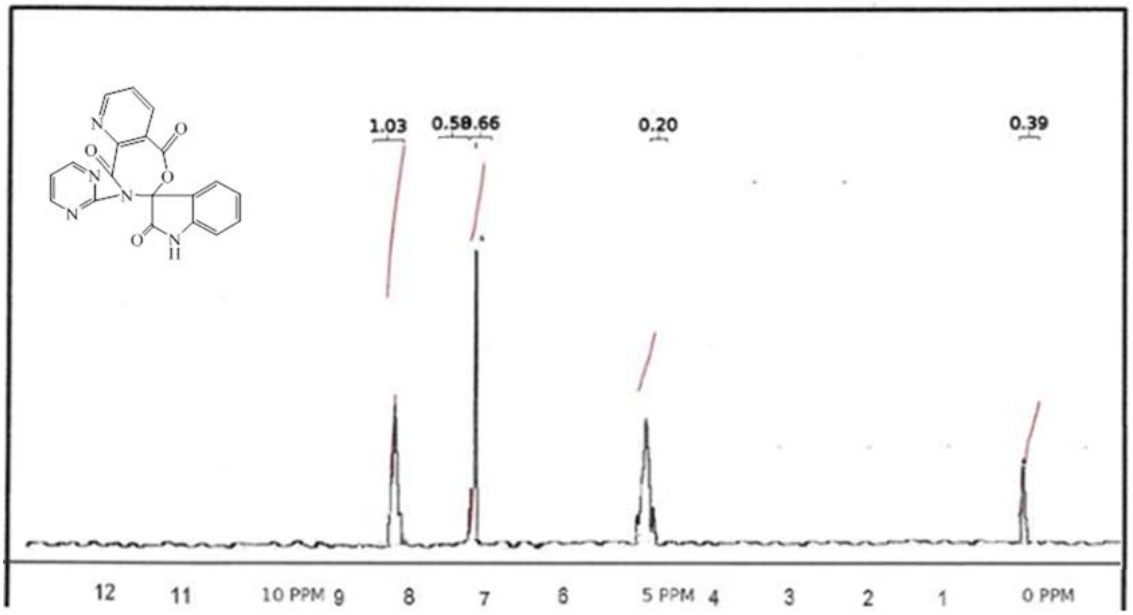
الشكل (2): طيف FT.IR للمركب A_3



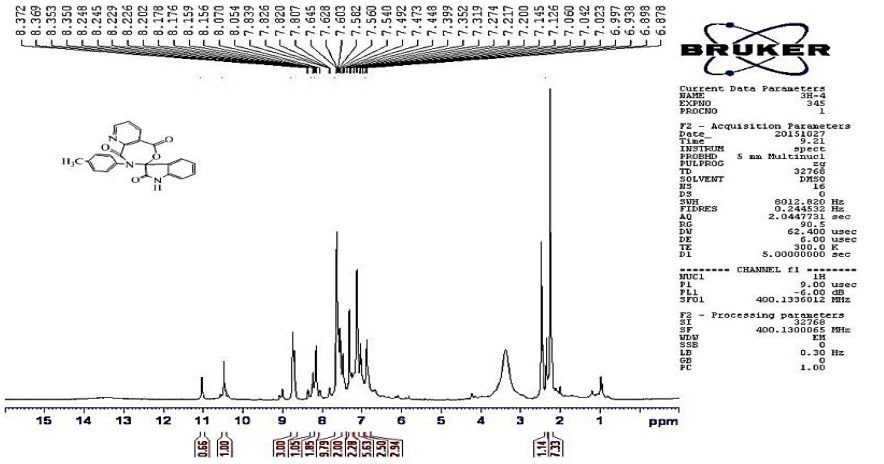
الشكل (3): طيف FT.IR للمركبA_8



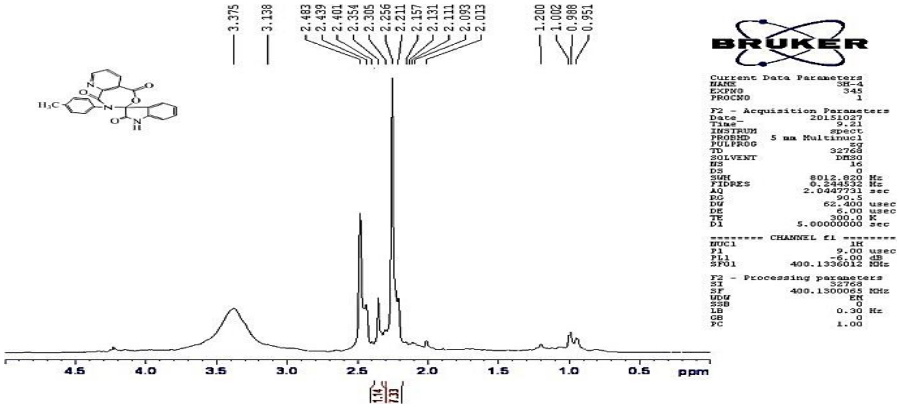
الشكل (4): طيف ^{1}HNMR للمركب H6



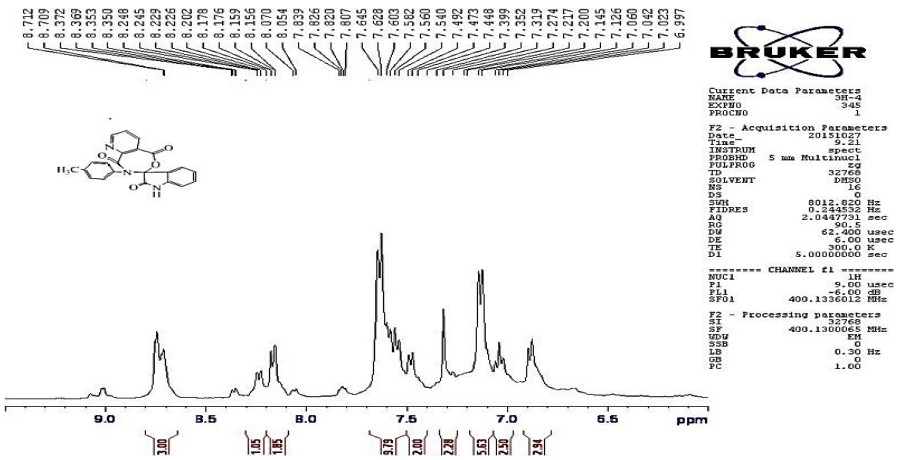
الشكل (5) طيف ^{1}HNMR للمركب A6



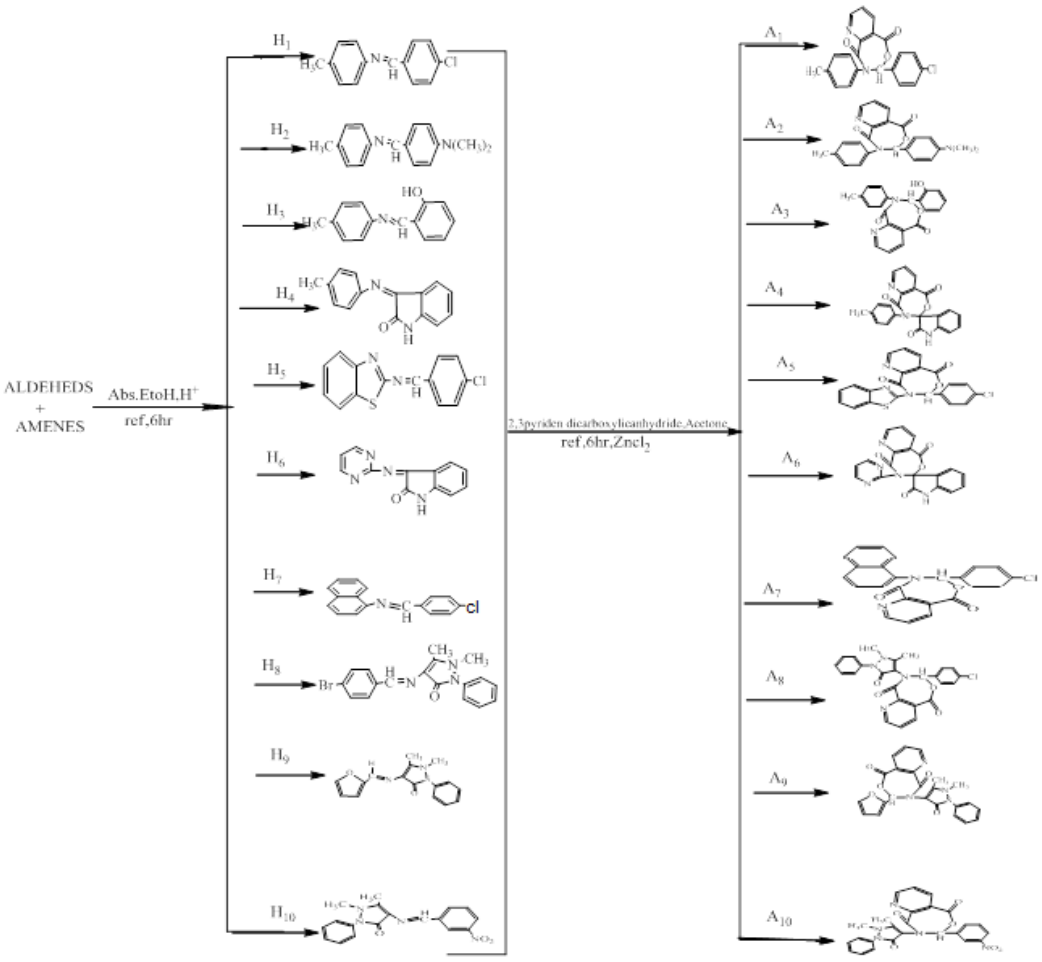
الشكل (6) طيف ^{1}HNMR للمركب A_4



الشكل (7) بعض الازاحات المكبرة العائدة لطيف ^{1}HNMR للمركب A_4



الشكل (8) بعض الازاحات المكبرة العائدة لطيف ^{1}HNMR للمركب A_4



المخطط (1) :يوضح المركبات المحضرة

Synthesis and Characterization of Heterocyclic Seven Membered Rings from 2,3-Pyridine caroboxylic anhydride

Khaled M. Mohammed
Duraid A. Al-Dulaimi
Dpt. of Chemistry /College of Education for Pure Sciences / University of Tikrit

Received in: 19/November/2015, Accepted in: 7/December/2016

Abstract

Various types of heterocyclic seven membered rings were prepared from the reaction of 2,3-Pyridine caroboxylic anhydride with Schiff bases (which was prepared using different Aldehydes with amines [H_1-H_{10}] and seven membered rings were prepared (derivatives of 7,8-dihydropyrido[2,3-e][1,3]oxazepine-5,9-dione, and the presence of Aceton. [A_1-A_{10}].

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, Amines, Shiff bases, Oxazepen