



دانشگاه آزاد اسلامی واحد اهر  
فصلنامه‌ی کاربرد شیمی در محیط زیست

سال پنجم، شماره‌ی ۱۸  
بهار ۱۳۹۳، صفحات ۱۱-۹

## بررسی واکنش تک ظرفی، سه جزئی او۳-فنیلن دی گلی اکسال با ترکیبات دارای متیلن فعال و هیدرازین

پدram بلالی

دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه شیمی، واحد اهر، دانشگاه آزاد اسلامی، اهر، ایران

Pedram\_belali@yahoo.com

جبار خلفی

گروه شیمی، دانشگاه ارومیه، ایران

### چکیده

ترکیبات هتروسیکل یا ناجور حلقه موادی با درجه اهمیت بسیار بالا در زمینه‌های متفاوت از جمله داروسازی، سموم دفع آفات نباتات و ... می‌باشند. کینوکسالیین‌ها و مشتقات آن دسته‌ای از این مواد محسوب می‌شوند. این مشتقات دارای فعالیت‌های بیولوژیکی شامل: ضد ویروس [1]، ضد باکتری [1]، ضد اشتعال، ضد سرطان (درمان سرطان روده بزرگ) [1]، ضد افسردگی [1]، آنتی HIV [1] و به عنوان عامل بازدارنده کاربرد دارند. همچنین مشتقات کینوکسالیین در زمینه‌های کشاورزی به عنوان قارچ کش، علف کش، حشره کش موثر می‌باشند. برخی از کینوکسالیین‌ها به عنوان بازدارنده ی رشد تومورهای گوناگون شناخته شده اند. حلقه کینوکسالیین همچنین بخشی از ساختار آنتی بیوتیک‌های نظیر اینومایسین و لوومایسین است.

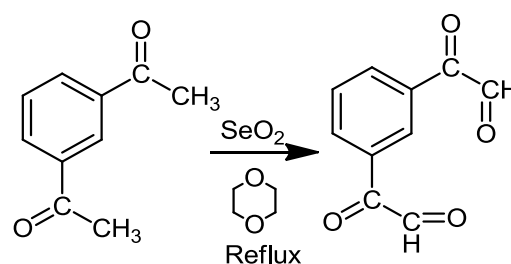
واکنش‌های تک ظرفی (one-plot) از جمله واکنش‌هایی هستند که در سال‌های اخیر بسیار مورد توجه محققان قرار گرفته اند. علت این امر راندمان بالای محصول و به تبع آن مقرون به صرفه بودن سنتز مواد شیمیایی به این روش می‌باشد. علت راندمان بالای سنتز مواد به این روش عدم نیاز به مراحل جداسازی و خالص سازی است که طبیعتاً از نظر کاهش زمان، اتلاف دمایی و کمیت ماده سنتزی نیز نسبت به سایر روش‌های سنتزی از جایگاه ویژه‌ای برخوردار خواهد بود

**کلیدواژه:** واکنش تک ظرفی، متیلن فعال، کینوکسالیین

## بخش تجربی

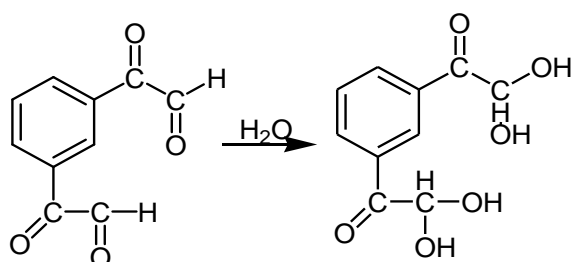
در اولین قدم برای تهیه ۳و۱- فنیل بیس گلی اکسال از ۳و۱-دی استیل بنزن ابتدا سلنیم دی اکسید در داخل حلال دی اکسان حل شد (تحت حرارت  $50-55^{\circ}\text{C}$ ) پس از افزودن ۳و۱-دی استیل بنزن، مخلوط واکنش رفلکس شد. در شروع کار رنگ محلول بی‌رنگ بود، ولی با گذشت مدت زمان بسیار کمی تیره رنگ و بعد به رنگ زرد مبدل شد. رنگ زرد نیز تا اتمام واکنش تغییر کرده و به رنگی مایل به زرشکی یا پرتقالی تبدیل خواهد شد.

با گذشت زمان به تدریج ذرات جامد سلنیم در داخل بالن به رنگ سیاه نمایان شد و مقدار آن با گذشت زمان بیش تر شد. شمای کلی واکنش به قرار زیر است:



طی عملیات رفلکس هر یک ساعت تست TLC از مخلوط واکنش محصول انجام شد.

سلنیم صاف شده و محلول زیر صافی را که حاوی ۳و۱- فنیل بیس گلی اکسال، آب و دی اکسان می‌باشد با استفاده از دستگاه روتاری حلال تبخیر شد. سپس مایع ویسکوز باقی مانده از آب مقطر جوشان نوبلور شد تا به فرم هیدراته پایدار تبدیل شود.



بعد از مرحله نوبلوری که به مدت زمان کم‌تری نسبت به مرحله قبل نیاز دارد محلول به صورت کریستال جمع آوری شد. کریستال‌های بدست آمده همان بیس گلی اکسال بوده و رنگ تقریباً پرتقالی داشته و همان ماده مورد نیاز برای ادامه واکنش می‌باشد.

اکسایش ترکیب ۳و۱-دی استیل بنزن مرحله اول زنجیره تولید کینوکسالیین به واسطه تولید آریل گلی اکسال از این واکنش می‌باشد.

در این کار مطالعاتی یکی از ارکان مهم در ایجاد بهره وری بالا، انتخاب اکسیدان مناسب بوده که توانایی اکسایش متیل کتون‌ها را داشته باشد و دی اکسید سلنیم با توجه به قدرت بالای اکسندگی آن مورد توجه قرار گرفت. نکته مثبت این اکسید کننده در رقابت با سایر اکسیدان‌ها خروج آن از مخلوط واکنش به صورت رسوب بود.

## نتایج و بحث

### سنتیک واکنش

این واکنش به صورت کاملاً استوکیومتریکی انجام می‌شود. چرا که در صورت باقی ماندن هر یک از دو ماده به صورت مازاد احتمال انجام واکنش‌های ناخواسته به شکل تصاعدی بالا خواهد رفت. از آنجائی که هر ۳و۱-دی استیل بنزن

## منابع

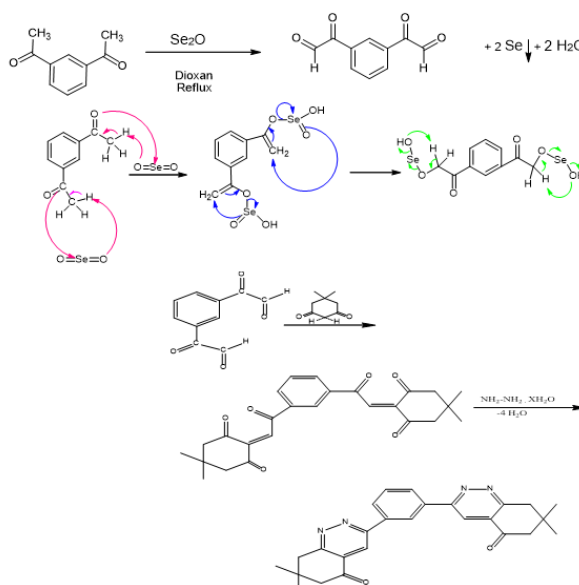
- [1]. Subrahmanyam M. and Venu Gopal D., J. Catal. Commun. 2,219 (2001)
- [2]. Thakuria H. and Das G., J. Chem. Sci. 118, 425 (2008)
- [3]. Islami M. and Hasani Z., ARKIVOC xv. 280 (2008)
- [4]. Rimaz M. and Khalafy J, Najafi Moghadam P., Aust. J. Chem. 63,1396-01(2010)

دارای دو سایت برای انجام اکسایش می باشد، لذا به ازای هر مول ۱-۳-دی استیل بنزن دو مول سلیوم دی اکسید در نظر گرفته شد. با انجام واکنش به مقدار زیادی جرم سیاه رنگ مربوط به احیای سلیوم پدیدار می شود. حذف این توده، واکنش را با سرعت بیش تری به سمت محصولات جا به جا خواهد کرد. از دیگر فاکتورهای موثر بر زمان واکنش می توان به جلوگیری از افت دمای واکنش و حداقل بودن میزان حلال اشاره نمود.

## نتیجه گیری

در این مطالعه با یک استراتژی نوآورانه طی دو مرحله ابتدا ماده ۱-۳-فنیلن بیس گلی اکسال از ۱-۳-دی استیل بنزن با راندمان بسیار بالا تهیه گردید، سپس این ماده با هیدرازین هیدرات وارد واکنش گردید.

## مشق سنتزی



مراحل سنتز مشتق کینوکسالین