حفازات قاعدية صلبة لتحضير بيرازولات مستحدثة

إعداد:

إيمان سليم إمداد الحق

إشراف:

أ.د. محمد مختار محمد مصطفى

د. عبير ناصر الرميزان

المستخلص

في الدراسة الحالية، تم تصنيع حفازات قاعدية صلبة قابلة للفصل بسهولة على أساس الهيدروتالسيت (Mg-Fe LDH و Cu-Mg-Fe LDH و Co-Mg-Fe LDH و Ni-Mg-Fe LDH). تم استخدام بروتوكول عام وفعال بسيط لإعداد الحفازات، حيث تم تشعيع الحفاز بالموجات فوق الصوتية أثناء عملية الترسيب المشترك. تميزت جميع الحفازات المُصنَّعة بانحراف الأشعة السينية (XRD) والامتصاص المبرمج لدرجة حرارة ثاني أكسيد الكربون (CO_2-TPD) والتحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء لتحويل فورييه (FT-IR) وقياس المساحة السطحية بامتصاص النيتروجين (BET) والتحليل الحراري الوزني (TGA). الاستخدام في تخليق مشتقات البيرازول الجديدة عبر استراتيجية ١,3-dipolarcycloaddition تحت التشعيع بالموجات فوق الصوتية في مذيب سايكلوبنتايل ميثيل ايثر (CPME). تم فصل الحفاز مغناطيسيًا / ميكانيكيًا وإعادة استخدامه عدة مرات. الجانب الأخضر في هذه المسألة ليس فقط لاستخدام حفاز غير ضار بيئيًا، ولكن أيضًا لاستخدام بعض أدوات الكيمياء الخضراء الأخرى مثل الموجات فوق الصوتية ومقارنة النتائج التي تم الحصول عليها بالطرق التقليدية. أظهرت النتائج المتحصل عليها أن جميع الحفازات المركبة لها كفاءة تحفيزية تجاه تكوين مشتقات البيرازول الجديدة بعائد مقبول. أدى استخدام تقنية الموجات فوق الصوتية لإنجاز التفاعل في وقت قصير جدًا مع نسبة إنتاج عالي مقارنة بالطريقة التقليدية. أظهر Ni-Mg-Fe LDH تفوقًا على حفازات LDH الأخرى التي تم اختبارها حيث يوفر عائدًا مرتفعًا يصل إلى ٩٨٪ وإعادة استخدام الحفاز حوالي ست مرات بعد فصله بسهولة لإجراء التفاعل مرة أخرى. يعد استخدام حفاز الهيدروتالسيت المغناطيسي الصلب القابل للاسترداد هو المسارات المستدامة للحصول على مشتقات البيرازول الجديدة التي تعتبر مشتقات جديدة مهمة للكيميائيين الطبيين. يفتح هذا العمل آفاقًا جديدة لمثل هذه التفاعلات في مذيب آمن وصديق للبيئة، متجنبًا التأثيرات الخطيرة للمذيبات المتطايرة غير القطبية وعيوب التفاعلات الخالية من المذيبات.

الكلمات المفتاحية: ٣،١-ثنائي القطب إضافة حلقية، مشتقات البيرازول، الترسيب المشترك، Ni-Mg-Fe LDH، التشعيع بالموجات فوق الصوتية.

Solid Base Catalysts for the Preparation of Novel Pyrazoles

By: Eman Saleem Imdadulhaq

Supervised By
Prof. Dr. Mohamed Mokhtar M. Mostafa
Dr. Abeer Naser Al-Romaizan

ABSTRACT

In the present study the synthesis of easily separable solid base catalysts based on hydrotalcite (Mg-Fe LDH, Cu-Mg-Fe LDH, Co-Mg-Fe LDH and Ni-Mg-Fe LDH). A simple generic and efficient protocol was used for the preparation of catalysts, where the catalyst was irradiated with ultrasound during the co-precipitation process. All the synthesized catalysts were characterized by X-ray diffraction (XRD), CO_2 temperature-programmed desorption (CO_2-TPD), fourier-transform infrared spectroscopy (FT-IR), N_2 physisorption (BET) and thermogravimetric analysis (TGA). Utilization in synthesis of novel pyrazole derivatives via 1,3-dipolarcycloaddition strategy under ultrasonic irradiation in cyclopentyl methyl ether (CPME) solvent. The catalyst will be magnetically/mechanically separated and reused several times. The green aspect in this issue not only for the using of environmentally benign catalysts, but also for utilizing some other green chemistry tools such as ultrasonic and comparing the obtained results by the conventional methods. The obtained results revealed that all the synthesized catalysts showed catalytic efficiency towards the formation of synthesis of novel pyrazole derivatives in acceptable yield. Utilizing ultrasonic irradiation derived to achieve the reaction in very short reaction time with better yield in comparison to the conventional method. Ni-Mg-Fe LDH exhibits superiority over other LDH catalyst tested that provides high yield reach 98% and the re-use of the catalysts over six periods of time. The utilization of solid recoverable magnetic hydrotalcite catalyst is the sustainable pathway to get novel pyrazole derivatives which are considered important novel derivatives for medicinal chemists. This work opens new horizons for such reactions in a safe and environmentally friendly solvent, avoiding the dangerous effects of non-polar volatile solvents and the disadvantages of solvent-free reactions.

Keywords: 1,3-Dipolar cycloaddition reaction, Pyrazoles derivatives, Coprecipitation, Ni-Mg-Fe LDH, Ultrasound irradiation.