

## PHÂN TÍCH PHỔ NMR VÀ MS MỘT SỐ HỢP CHẤT QUINOLINO[3,2-*f*]-1,2,4-TRIAZOLO[3,4-*b*]-1,3,4-THIADIAZEPIN

Lê Thanh Sơn\*

### Tóm tắt

Phản ứng giữa các dẫn xuất 2-cloro-3-formylquinolin và các dẫn xuất 4-amino-5-mercapto-1,2,4-triazol tạo ra 10 dẫn xuất quinolino[3,2-*f*]-1,2,4-triazolo[3,4-*b*]-1,3,4-thiadiazepin (A1-A10). Cấu trúc các sản phẩm tổng hợp được xác nhận khi phân tích phổ IR, 1D-NMR, 2D-NMR và phổ khối phân giải cao EI-MS

**Từ khóa:** 2-cloro-3-formylquinolin, 1,2,4-triazol, 1,3,4-thiadiazepin

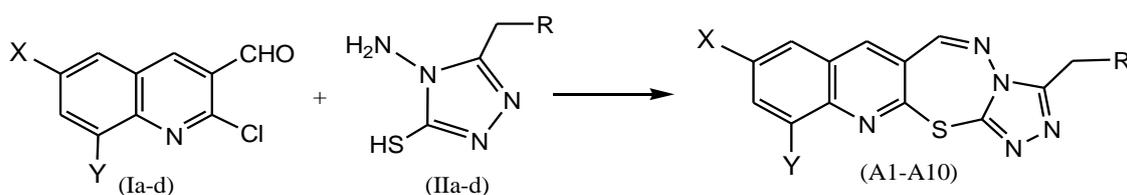
### 1. Mở đầu

Hóa học các hợp chất 1,2,4-triazol và dẫn xuất của chúng là những hợp chất hữu cơ có hoạt tính sinh học khá phong phú như chống viêm, an thần, kháng khuẩn, kháng nấm [1,2] và nhiều hợp chất chứa vòng 1,2,4-triazol có hoạt tính cao được ứng dụng làm thuốc trong điều trị bệnh như fluconazole, itraconazole, voriconazole [3], triazolam [4], alprazolam [5], etizolam [6] và furacilin [7]. Tương tự, các hợp chất chứa vòng quinolin cũng có hoạt tính như chống viêm, chống dị ứng [8], sốt rét [9], kháng khuẩn [11] và chống ung thư [12,13] ... và đặc biệt chú ý là các dẫn xuất chứa dị vòng thiadiazepin ngoài hoạt tính kháng

khuẩn mạnh [14] nó còn được sử dụng trong điều trị virus HIV [15]. Trong bài báo trước<sup>1</sup>, tôi đã thông báo về sự tổng hợp các hợp chất quinolino[3,2-*f*]-1,2,4-triazolo[3,4-*b*]-1,3,4-thiadiazepin [10]. Ở bài báo này, tôi phân tích sâu phổ 1D-NMR, 2D-NMR và xác định các hướng phân cắt, cấu tạo các ion mảnh trên phổ EI-MS các dẫn xuất của quinolino[3,2-*f*]-1,2,4-triazolo[3,4-*b*]-1,3,4-thiadiazepin để xác định cấu trúc các hợp chất trên.

### 2. Thực nghiệm

Các hợp chất quinolino[3,2-*f*]-1,2,4-triazolo[3,4-*b*]-1,3,4-thiadiazepin được tổng hợp theo sơ đồ sau:



R= C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O, Y=H, X=H(A1); Y=H, X=CH<sub>3</sub>(A2); Y=H, X=C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>O(A3); Y=H, X= Cl(A4); Y=CH<sub>3</sub>, X=H(A5); R= C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, Y=H, X= H (A6); X=CH<sub>3</sub>(A7); X=Cl(A8); R= 2-CH<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O, Y=H, X= 9-CH<sub>3</sub>(A9); R=quinolin-8-yloximetyl, X=H, Y=H (A10)

Các hợp chất **Ia-d** được tổng hợp từ các anilin theo tài liệu [15] và 4-amino-5-

mercapto-1,2,4-triazol (**IIa-d**) được tổng hợp theo [16]

\*TS, Trường Đại học Phú Yên

<sup>1</sup>Lê Thanh Sơn, Nguyễn Đình Triệu, Ngô Đại Quang, *Tạp chí Hóa học* T50(1), tr. 58-62, 2012.

*Quy trình chung tổng hợp các hợp chất quinolino[3,2-f]-1,2,4-triazolo[3,4-b]-*

*1,3,4-thiadiazepin[17]:* Đun hồi lưu trong suốt 6 -8 giờ hỗn hợp gồm 0,001 mol 4-amino-5-mercapto-1,2,4-triazol với 0,001mol dẫn xuất 2-cloro-3-formylquinolin trong 20ml etanol và 2-3 giọt piperidin xúc tác. Để nguội, lọc lấy chất rắn và kết tinh lại trong dung môi thích hợp đến khi trên bản mỏng silicagel chỉ cho một vệt gọn và tròn.

Phổ IR được ghi trên máy Impact 410-Nicolet dưới dạng viên nén KBr. Phổ  $^1\text{H-NMR}$ ,  $^{13}\text{C-NMR}$ , HSQC và HMBC được ghi trên máy Bruker NMR Advance 500MHz trong dung môi DMSO. Phổ MS được ghi trên máy AutoSpec Premier (USA).

### 3. Kết quả và thảo luận

Sau khi kết tinh lại, các sản phẩm thu được đều ở dạng tinh thể có màu trắng và có nhiệt độ nóng chảy khác biệt so với các

chất đầu. Một số dữ kiện về tổng hợp, tính chất vật lý và phổ hồng ngoại (IR), phổ khối (MS) của các chất tổng hợp được ghi ở bảng 1.

So với phổ IR của các hợp chất 4-amino-5-mercapto-1,2,4-triazol, trên phổ IR của các sản phẩm (A1-A10) đều thấy mất đi đỉnh hấp thụ đặc trưng cho dao động hóa trị của nhóm  $\text{NH}_2$  (ở vùng trên  $3200\text{cm}^{-1}$ ) cũng như dao động hóa trị của liên kết S-H (đám hấp thụ có đỉnh ở gần  $2700\text{cm}^{-1}$ ). Đây là những dấu hiệu ban đầu xác nhận sự tạo thành sản phẩm quinolino[3,2-f]-1,2,4-triazolo[3,4-b]-1,3,4-thiadiazepin. Ngoài ra, các đỉnh hấp thụ đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết C-H no ở  $2866 \div 2848\text{cm}^{-1}$ , C-H thơm ở  $3062 \div 2916\text{cm}^{-1}$ , C=N và C=C thơm ở  $1617 \div 1556\text{cm}^{-1}$  và C-S-C ở  $791 \div 721\text{cm}^{-1}$ .... cũng thấy xuất hiện trên phổ IR của các hợp chất (A1-A10).

Bảng 1: Số liệu về tổng hợp và phổ IR của các 5H-quinolino[3,2-f]-1,2,4-triazolo[3,4-b]-1,3,4-thiadiazepin

STT	Hợp chất	$t_{nc}^{\circ}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	H (%)	Phổ IR ( $\nu$ , $\text{cm}^{-1}$ )				EI MS	
				C-H <sub>chưa no</sub>	C-H <sub>no</sub>	C=C, C=N	C-S-C	M	$M^{\bullet}$ (%)
1	A1	239-240	72	3041 2921	2856	1592 1557	740	359	359(20)
2	A2	252-253	70	3041 2927	2848	1600 1560	749	373	373(23,9)
3	A3	236-237	62	3058 2994	2851	1617 1567	750	403	-
4	A4	245-246	60	3050 2942	2850	1600 1570	738	393 395	-
5	A5	226-227	65	3041 2936	2851	1598 1570	745	373	373(17,9)
6	A6	230-231	68	3044 2923	2866	1609 1556	721	343	343(100)
7	A7	272-273	67	3027 2928	2858	1616 1559	721	357	357(100)
8	A8	283-284	65	- 2917	2854	1616 1566	723	377 379	-
9	A9	253-254	75	3029 2916	2852	1604 1562	746	387	-
10	A10	245-246	68	3062 2943	2858	1608 1563	791	410	-

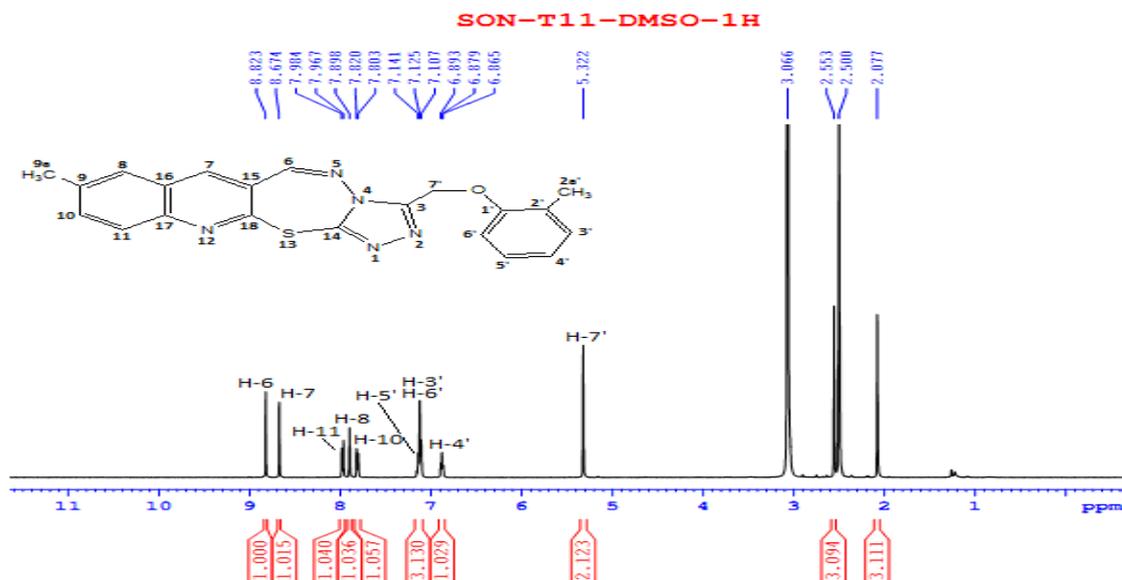
Trên phổ NMR xuất hiện đầy đủ tín hiệu của các proton (phổ  $^1\text{H-NMR}$ ) và các nguyên tử cacbon (phổ  $^{13}\text{C-NMR}$ ) có mặt

trong phân tử, với cường độ tương đối phù hợp với số lượng nguyên tử tương đương (xem bảng 2 và 3).

Khảo sát phổ  $^1\text{H-NMR}$ , nhận thấy sự xuất hiện tín hiệu của các proton trên vòng  $5H$ -quinolino[3,2-*f*]-1,2,4-triazolo[3,4-*b*]-1,3,4-thiadiazepin (xem hình 1). Các tín hiệu này nằm ở vùng trường yếu hơn so với các proton của vòng aryl và có cường độ, dạng tín hiệu phù hợp với công thức cấu tạo dự kiến. Trong đó tín hiệu proton H-6 trên vòng thiadiazepin cùng với H-7 của vòng quinolin xuất hiện ở vùng trường yếu nhất, dạng *singlet* (1H) và do ảnh hưởng của nguyên tử  $\text{N}_{\text{sp}^2}$  bên cạnh nên  $\delta(\text{H-6}) > \delta(\text{H-7})$ . Mặt khác các nhóm thế X đẩy electron đính ở vòng quinolin có sự ảnh hưởng đến độ chuyển dịch hóa học của tín hiệu proton H-7 về phía trường mạnh theo thứ tự  $\text{X} = \text{C}_2\text{H}_5\text{O} > \text{CH}_3 > \text{H}$  còn tín hiệu H-6 ít chịu sự ảnh hưởng này. Cụ thể hợp chất A1 ( $\text{X}=\text{H}$ ):  $\delta(\text{H-6}) = 8,89\text{ppm}$ ;  $\delta(\text{H-7}) = 8,85\text{ppm}$ , hợp chất A2 ( $\text{X}=\text{CH}_3$ ):  $\delta(\text{H-6}) = 8,88\text{ppm}$ ;  $\delta(\text{H-7}) = 8,73\text{ppm}$  và hợp chất A3

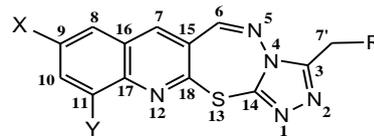
( $\text{X}=\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$ ):  $\delta(\text{H-6}) = 8,91\text{ppm}$ ;  $\delta(\text{H-7}) = 8,67\text{ppm}$ .

Sự quy kết các proton khác trên vòng  $5H$ -quinolino[3,2-*f*]-1,2,4-triazolo[3,4-*b*]-1,3,4-thiadiazepin, aryl và các nhóm khác chủ yếu dựa vào đặc điểm phổ riêng của từng tín hiệu kết hợp với phổ 2D-NMR. Ví như phổ  $^1\text{H-NMR}$  của hợp chất A9 ( $\text{X}=\text{CH}_3$ ,  $\text{Y}=\text{H}$ ,  $\text{R}=\text{2-CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{O}$ ) tín hiệu proton H-8 (7,90ppm) dạng *singlet* (1H) nhưng ở vùng trường mạnh hơn so với tín hiệu H-6, H-7, tín hiệu H-10, H-11 dạng *doublet* (1H), có hiệu ứng mái nhà  $J=8,5$  xuất hiện ở vùng trường yếu hơn so với tín hiệu H-3', H-6' (dạng *doublet*, 1H) và H-4', H-5' (dạng *triplet*, 1H), .... Trên phổ HMBC, tín hiệu H-10 cho pic giao với C-8, H-3' có pic giao với C-2a' và H-5' có pic giao với C-1'. Kết quả quy kết các hợp chất khác được trình bày ở bảng 2



Hình 1: Phổ  $^1\text{H-NMR}$  của hợp chất A9

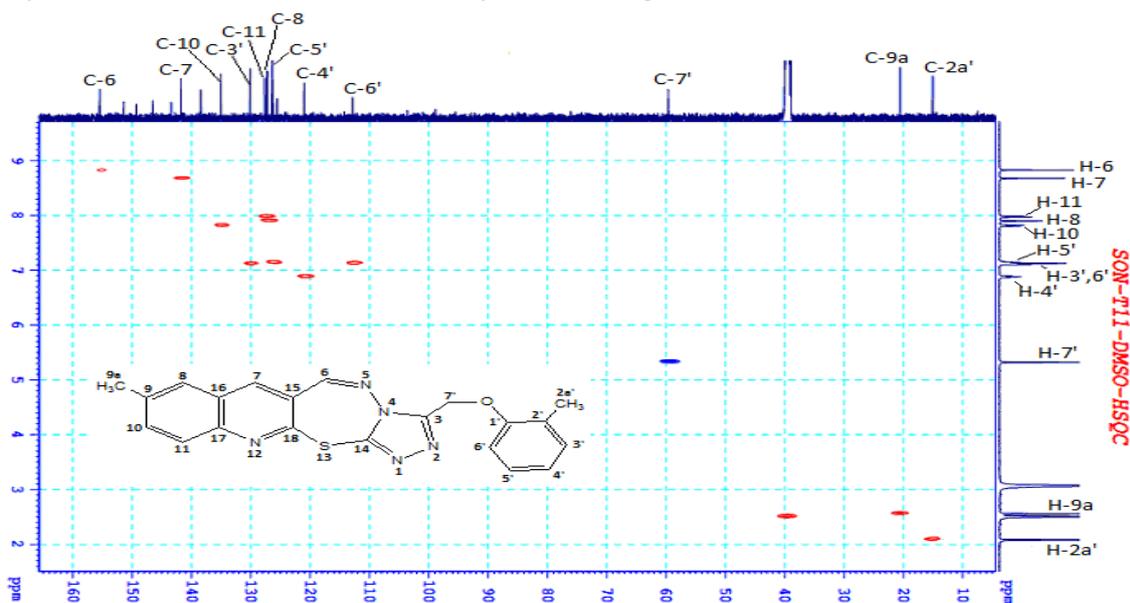
Bảng 2. Tín hiệu  $^1\text{H-NMR}$  ( $\delta$ , ppm và  $J$ , Hz) của các quinolino[3,2-f]-1,2,4-triazolo[3,4-b]-1,3,4-thiadiazepin



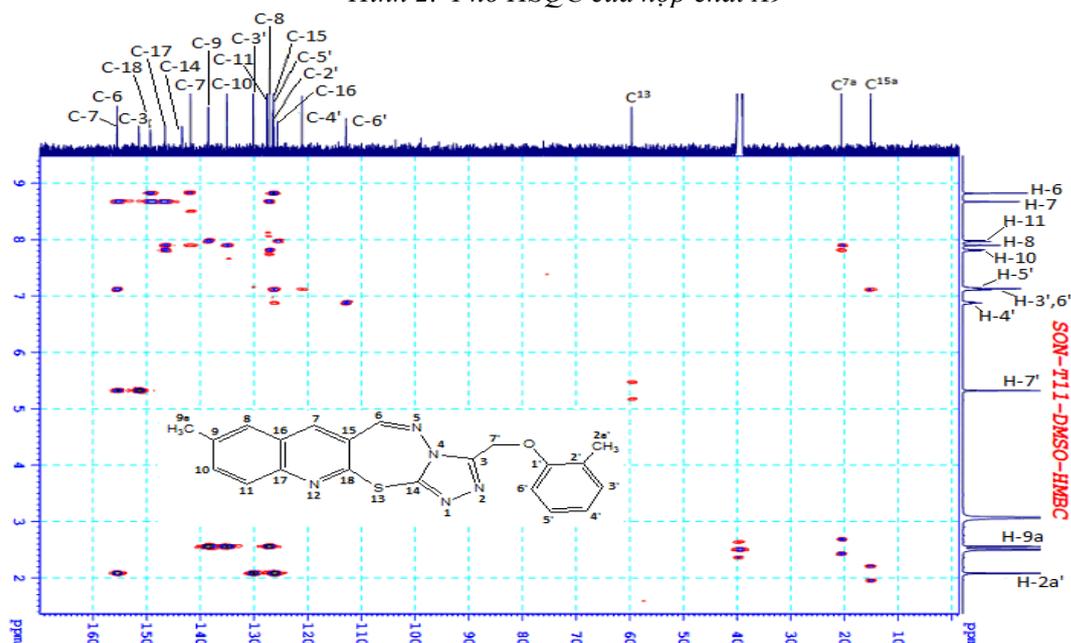
Hợp chất	R	H nhóm R	H-6, H-7, H-7'	H-8÷ H-11
A1		7,05 (2H, d, H-2',6', J :8) 7,29 (2H, t, H-3',5', J: 8) 6,97 (1H, t, H-4', J: 7,5)	8,89 (1H, s, H-6) 8,85 (1H, s, H-7) 5,31 (2H, s, H-7')	8,15 (1H, d, H-11, J: 8) 8,08 (1H, d, H-8, J: 8) 7,97 (1H, t, H-10, J: 8) 7,78 (1H, t, H-9, J: 8)
A2		7,05 (2H, d, H-2',6', J :8) 7,29 (2H, t, H-3',5', J: 8) 6,97 (1H, t, H-4', J:7,5)	8,88 (1H, s, H-6) 8,73 (1H, s, H-7) 5,31 (2H, s, H-7')	7,98 (1H, d, H-11, J: 8,5) 7,91 (1H, s, H-8) 7,82 (1H, d, H-10, J: 8,5) 2,54 (3H, s, CH <sub>3</sub> )
A3		7,05 (2H, d, H-2',6', J :8) 7,30 (2H, t, H-3',5', J: 8) 6,97 (1H, t, H-4', J:7)	8,91 (1H, s, H-6) 8,67 (1H, s, H-7) 5,30 (2H, s, H-7')	8,00 (1H, d, H-11, J: 9) 7,60 (1H, s, H-8) 7,52 (1H, d, H-10, J: 9) 1,41 (3H, t) & 4,2 (2H, m) (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O)
A4		7,05 (2H, d, H-2',6', J :8) 7,30 (2H, t, H-3',5', J: 8) 6,98 (1H, t, H-4', J:7)	8,91 (1H, s, H-6) 8,79 (1H, s, H-7) 5,31 (2H, s, H-7')	8,11 (1H, d, H-11, J: 9) 8,31 (1H, s, H-8) 7,98 (1H, d, H-10, J: 9)
A5		7,05 (2H, d, H-2',6', J:8) 7,29 (2H, t, H-3',5', J:8) 6,97 (1H, t, H-4', J:7,5)	8,89 (1H, s, H-6) 8,80 (1H, s, H-7) 5,31 (2H, s, H-7')	7,96 (1H, d, H-8, J: 8) 7,66 (1H, t, H-9, J: 8) 7,81 (1H, d, H-10, J: 7,5) 2,70 (3H, s, CH <sub>3</sub> )
A6		7,24 (2H, d, H-2',6', J:7) 7,29 (2H, t, H-3',5', J: 7) 7,22 (1H, t, H-4', J:7)	8,82 (1H, s, H-6) 8,79 (1H, s, H-7) 4,23 (2H, s, H-7')	8,13 (1H, d, H-11, J: 8) 8,07 (1H, d, H-8, J: 8) 7,96 (1H, t, H-10, J: 8) 7,77 (1H, t, H-9, J: 8)
A7		7,23 (2H, d, H-2',6', J:7,5) 7,27 (2H, t, H-3',5', J: 7,5) 7,20 (1H, t, H-4', J: 7)	8,77 (1H, s, H-6) 8,64 (1H, s, H-7) 4,21 (2H, s, H-7')	7,94 (1H, d, H-11, J: 8,5) 7,85 (1H, s, H-8) 7,78 (1H, d, H-10, J: 8,5) 2,51 (3H, s, CH <sub>3</sub> )
A8		7,25 (2H, d, H-2',6', J:7,5) 7,29(2H, t, H-3',5', J: 7,5) 7,22 (1H, t, H-4', J:7,5)	8,84 (1H, s, H-6) 8,73 (1H, s, H-7) 4,23 (2H, s, H-7')	8,09 (1H, d, H <sup>9</sup> , J: 9) 8,28 (1H, s, H <sup>6</sup> ) 7,97 (1H, d H <sup>8</sup> , J: 9)
A9		7,14 (1H, t, H-5', J: 8,5) 7,12 (1H, d, H-6', J: 8,5) 7,12 (1H, d, H-3', J: 8,5) 6,88 (1H, t, H-4', J: 8,5) 2,08 (3H, s, H-2a)	8,82 (1H, s, H-6) 8,67 (1H, s, H-7) 5,57 (2H, s, H-7')	7,98 (1H, d, H-11, J: 8,5) 7,90 (1H, s, H-8) 7,81 (1H, d, H-10, J: 8,5) 2,55 (3H, s, CH <sub>3</sub> )
A10		7,57 (1H, d, H-7', J: 8) 7,48 (1H, t, H-6', J: 7,5) 7,39 (1H, d, H-5', J: 7,5) 7,49 (1H, t, H-3', J:8,5) 8,30 (1H, d, H-4', J: 8,5) 8,76 (1H, d, H-2', J: 8)	8,78 (1H, s, H-6) 8,76 (1H, s, H-7) 5,31 (2H, s, H-7')	8,15 (1H, d, H-11, J: 8,5) 8,09 (1H, d, H-8, J: 8) 7,98 (1H, t, H-10, J: 8) 7,78 (1H, t, H-9, J: 8,5)

Các tín hiệu cacbon trên phổ  $^{13}\text{C}$ -NMR của các hợp chất sản phẩm được quy kết nhờ sự trợ giúp của phổ 2D-NMR. Trên phổ HSQC (xem hình 2) hợp chất A9, cho phép chúng tôi xác định chính xác vị trí độ chuyển dịch hóa học của các tín hiệu cacbon-13 có tương tác gần với tín hiệu proton tương ứng còn đối với các cacbon bậc 4 thường cho tín hiệu yếu và xen lẫn vậy để xác định vị trí các tín hiệu này thì

dựa vào các pic giao do tương tác xa giữa cacbon và hydro cách 2, 3 liên kết trên phổ HMBC. Trên phổ HMBC (xem hình 3) tín hiệu C-14 không có pic giao với bất kì proton nào, tín hiệu C-3 có pic giao với H-7', C-15 cho pic giao với H-6, C-18 có pic giao với H-6, H-7, C-17 có pic giao với H-7, H-8, H-10 và C-16 có pic giao với H-11,..... Kết quả quy kết được trình bày ở bảng 3



Hình 2. Phổ HSQC của hợp chất A9



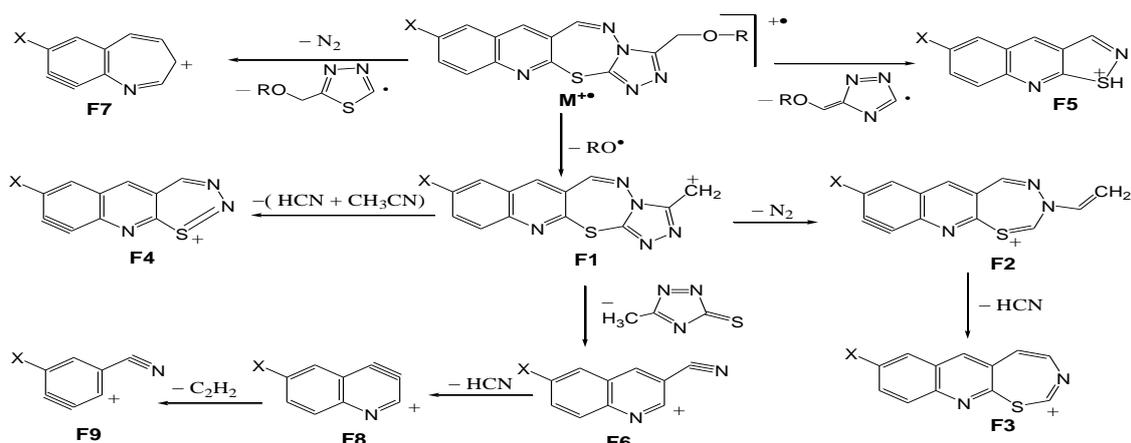
Hình 3: Phổ HMBC của hợp chất A9

Bảng 3: Tín hiệu  $^{13}\text{C-NMR}$  ( $\delta$ , ppm) của các quinolino[3,2-f]-1,2,4-triazolo[3,4-b]-1,3,4-thiadiazepin

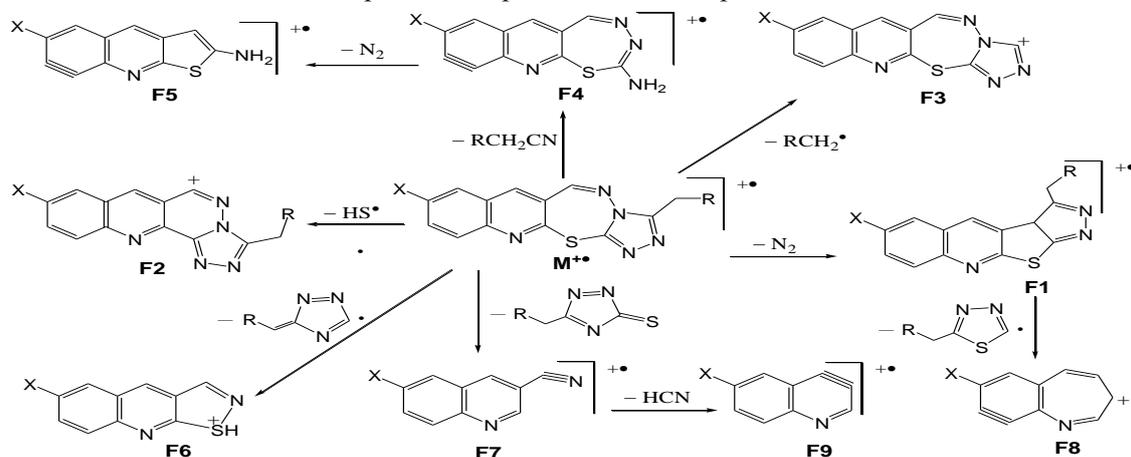
Hợp chất	C-3	C-6	C-7	C-8	C-9	C-10	C-11	C-14	C-15	C-16	C-17	C-18	C-1'	C-2'	C-3'	C-4'	C-5'	C-6'	C-7'
A1	151,63	156,06	143,31	128,34	129,25	133,47	128,92	143,61	127,00	125,94	148,15	150,71	157,67	114,92	129,52	121,47	129,52	114,92	59,09
A2	151,62	156,19	142,53	127,72	138,97	135,63	128,07	143,73	127,01	125,98	146,85	149,55	157,66	114,93	129,52	121,48	129,52	114,93	59,08
A5	151,61	156,15	143,74	127,09	128,68	133,29	136,37	143,53	126,01	126,79	147,15	149,56	157,65	114,92	129,52	121,47	129,52	114,92	59,08
A6	154,71	155,31	143,13	128,31	129,21	133,40	128,85	142,54	127,09	125,94	148,09	150,95	135,67	128,65	128,45	126,73	128,45	128,65	30,18
A7	155,96	155,20	142,84	128,20	139,39	136,19	128,20	143,20	127,59	126,49	147,31	150,87	136,05	129,16	129,00	127,24	129,00	129,16	30,71
A8	154,74	155,06	142,13	127,75	133,11	133,67	130,45	142,33	127,97	126,86	146,55	151,60	135,63	128,65	128,48	126,73	128,48	128,65	30,19
A9	151,48	155,48	141,88	127,27	138,54	135,13	127,69	143,44	126,55	125,66	146,59	149,33	155,54	126,31	130,17	121,09	126,43	112,90	59,66
																			20,59
																			17,17
																			21,01
																			21,60
																			-
																			-

Phổ khối phân giải cao HRMS (EI) của một số hợp chất quinolino[3,2-f]-1,2,4-triazolo[3,4-b]-1,3,4-thiadiazepin được ghi và đều xuất hiện pic ion phân tử  $\text{M}^+$  có giá trị phù hợp với phân tử lượng của các hợp chất này và tuân theo “qui tắc nitơ” trong phổ khối. Qua phân tích phổ chúng tôi nhận thấy đối với các hợp chất mà trong phân tử có liên kết R-O-CH<sub>2</sub>- thì cường độ của pic ion phân tử  $\text{M}^+$  thấp, còn các phân tử có liên kết R-CH<sub>2</sub>- thì cường độ  $\text{M}^+$  nhận được là 100% điều đó có nghĩa liên kết RO-CH<sub>2</sub> trong ion phân tử là không bền và rất dễ bị phân cắt gốc RO• để hình thành pic ion cơ bản F1 ( $m/z = 264+X$ ) có cường

độ 100% (xem bảng 4). Chính vì sự khác nhau về đặc điểm cấu tạo này mà các hướng phân cắt liên kết từ ion phân tử để hình thành các ion mảnh có sự khác nhau (xem hình 4 và 5) nhưng nhìn chung xu hướng phân mảnh chính của các hợp chất này chủ yếu là sự phân cắt đầu tiên xảy ra ở các liên kết của vòng thiadiazine, vòng triazole hoặc tách gốc RO• (hợp chất A1, A2, A5) hay là gốc RCH<sub>2</sub>• (hợp chất A6, A7) tạo ra các ion mảnh, tiếp đó là sự phân mảnh thứ cấp các ion mảnh này để tạo ra các mảnh có số khối nhỏ hơn. Cơ chế phân mảnh có thể xảy ra như sau:



Hình 4: Một phần sơ đồ phân mảnh các hợp chất A1, A2, A5



Hình 5: Một phần sơ đồ phân mảnh các hợp chất A6, A7

Bảng 4: Các ion mảnh trong phổ khối lượng của một số dẫn xuất quinolino[3,2-f]-1,2,4-triazolo[3,4-b]-1,3,4-thiadiazepin (HRMS EI<sup>+</sup>)

Mảnh	A1 m/z (%)	A2 m/z (%)	A5 m/z (%)	A6 m/z (%)	A7 m/z (%)
M <sup>+</sup>	359,1676(20,0)	373,2007(23,9)	373,1855(17,9)	343,1731(72,5)	357,1904(100)
F1	266,1104 (100)	280,1374(100)	280,1262(100)	315,1559(3,2)	329,1691 (3,3)
F2	238,1024(7,8)	252,1276(9,6)	252,1161(8,5)	310,1852(14,3)	324,2010(25,2)
F3	211,0842(19,5)	225,1276(9,9)	225,1161 (11,2)	252,0999(6,6)	266,1130(6,3)
F4	198,0736(3,5)	212,1105(25,1)	212,0893(3,8)	226,0906(10,9)	240,1043(20,1)
F5	187,0774(9,2)	201,1026(9,5)	201,0940(8,5)	198,0767(13,0)	212,0923(17,3)
F6	153,0790(18,6)	167,1047(15,9)	167,0972(11,3)	187,0776(17,2)	201,0966(18,7)
F7	140,0792(6,3)	154,0934(3,5)	154,0945(2,3)	154,0878(14,0)	168,1076(14,7)

F8	126,0579(5,1)	140,0831(10,1)	140,0768(9,6)	140,0815(6,2)	154,0968(5,3)
F9	100,0379(1,7)	114,0632(2,4)	114,0595(2,3)	127,0673(9,8)	141,0855(6,7)

#### 4. Kết luận

Bằng phản ứng đóng vòng giữa các 4-amino-5-mercapto-1,2,4-triazol với các dẫn xuất dẫn xuất 2-cloro-3-formylquinolin đã thu được 10 dẫn xuất quinolino[3,2-f]-1,2,4-triazolo[3,4-b]-1,3,4-thiadiazepin. Cấu trúc của các chất đã được xác định bằng phổ IR, 1D-NMR, 2D-NMR và phổ khối phân giải cao EI-MS□

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Heindel, N. D.; Reid, J. R. *J. Heterocycl. Chem.*, Vol. 17, pp. 1087 (1980).
- [2] Holla, B. S.; Kalluraya, B.; Sridhar, K. R.; Drake, E.; Thomas, L. M.; Bhandary, K. K.; Levine, M.S. , *Eur. J. Med. Chem.*, Vol. 29, pp. 301 (1994).
- [3] Haber, J. Present status and perspectives on antimycotics with systematic effects, *Cas. Lek.Cesk.*, Vol. 140, pp. 596 (2001).
- [4] Brucato, A.; Coppola, A.; Gianguzza, S.; Provenzano, P. M., *Bull. Soc. Ital. Biol. Sper.*, Vol. 54, pp. 1051 (1978).
- [5] Coffen, D. L.; Fryer, R. I., *US Pat.*, 1974, 3849434. *Chem. Abstr.*, 82, 730044v.
- [6] Shiroki, M.; Tahara, T.; Araki, K. , *Jap. Pat.*, 1975, 75100096; *Chem. Abstr.*, 84, 59588k.
- [7] Povelitsa, F. D.; Gural, A. G., *Antibiotiki Moscow*, 1973, 18, 71. *Chem. Abstr.*, 78, 93044.
- [8] Cairns, H; Cox, D; Gould, K.J.; Ingall, A.H.; Suschitzky, J.L., *J. Med.Chem.*, Vol. 28(12), pp.1832 (1985)
- [9] Jain, R.; Jain, S.; Gupta, R.C.; Anand, N.; Dutta, G.P.; Puri, S.K., *Indian J. Chem.*, Vol.33B, pp.251 (1994)
- [10] Mohammed, A.; Abdel-Hamid, N.; Maher, F.; Farghaly, A., *Czech. Chem. Commun.*, Vol.57(7), pp. 547 (1992)
- [11] Dlugosz, A.; Dus, D., *Farmaco.*, Vol. 51, pp. 367 (1996).
- [12] Abadi, A. H.; Brun, R. *Arzneimforsch Drug Res.*, Vol. 53, pp. 655 (2003).
- [13] Khaili, M. A.; El-Sayed, O., A.; El-Shamy, H. A., *Arch. Pharm.*, Vol.326, pp.489 (1993); *Chem. Abstr.* 120, 270336W (1994).
- [14] Hodge, C. N.; Fernandez, C. H.; Jadhav, P. K.; Lam, P., *PCT Int. Appl. WO.*, 94, 22840 (1994); *Chem. Asbtr.*, 123, 33104 (1995).
- [15] Ambika Srivastava, R M Singh, *Indian J. Chem.*, Vol. 44B, pp. 1868- 1875 (2005).
- [16] Sengupta, S. K.; Sahni, S. K.; Kapoor, R. N., *Indian J. Chem.*, Vol. 19A, pp. 703 (1980).
- [17] Kalluraya B., Gururaja R., Rai G., *Indian J.Chem.*, Vol. 42B, pp. 211(2003).

#### Abstract

***Analysis NMR and EI-MS spectral some of quinolino [3,2-f]-1,2,4-triazolo [3,4-b]-1,3,4-thiadiazepine***

*Reaction of substituted-2-chloro-3-formylquinoline and substituted-4-amino-5-mercapto-1,2,4-triazole and gave the novel quinolino[3,2-f]-1,2,4-triazolo[3,4-b]-1,3,4-thiadiazepine derivatives (A1-A10)). The structures of the newly synthesized compounds have been confirmed by IR, 1D-NMR, 2D-NMR and mass spectral data.*

**Keywords:** 2-chloro-3-formylquinoline, 1,2,4-triazole, 1,3,4-thiadiazepine