

YENİ BİR SCHIFF BAZI
2-SALİSİLİDENİMİNOETİLTİOASET
(N-2-PYRİDİLMETİL)AMİD

Prof.Dr.Mustafa TOPRAK
Dokuz Eylül Üniversitesi
Buca Eğitim Fakültesi
Fen Bilimleri Eğt.Böl.

ÖZET

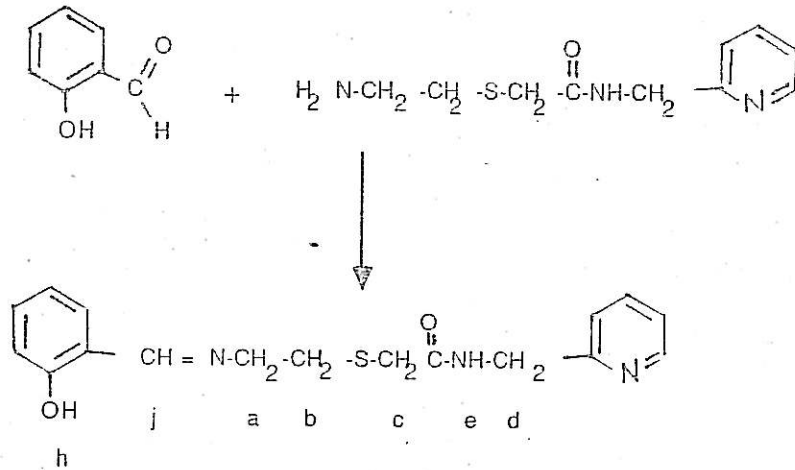
Bu çalışmada, 2-Aminoetilthioaset(N-2-pyridilmetil) amid ve Salisilaldehid'ten elde edilen Schiff bazının yapısı elemental analiz, NMR, IR, UV ve Kütle spektroskopisi yöntemleriyle incelenmiştir.

SUMMARY

In this study, the structure of the Schiff base obtained by the interaction Between 2-Aminoethylthioacet (N-2-pyridylmethyl) amide and Salicylaldehyde was investigated by means of IR,UV,NMR, and Mass.

GİRİŞ

Bilindiği gibi Schiff bazları, aminlerin aldehidlere etkisiyle kolayca oluşan azometin ($>C=N-$) bileşikleridir. Bu çalışmada amin olarak, daha önce sentezlemiş olduğumuz 2-(N-karbobenzoks) aminoetilthioaset (N-2-pyridilmetil) amid'in (2) D. Ben Ishai yöntemine (1) göre hidrogenoliziyle elde edilen 2-aminoetilthioaset (N-2-pyridilmetil) amid, aldehid olarak ta salisilaldehid kullanılmıştır. Elde edilen ürünün yapısı, IR, UV,NMR ve kütle spektroskopisi yöntemleriyle incelenmiştir.



Ürünü karakterize eden bulgular ve açıklamaları aşağıda verilmiştir.

IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 1665 cm^{-1} (C=N), 1564 cm^{-1} (amid-I),

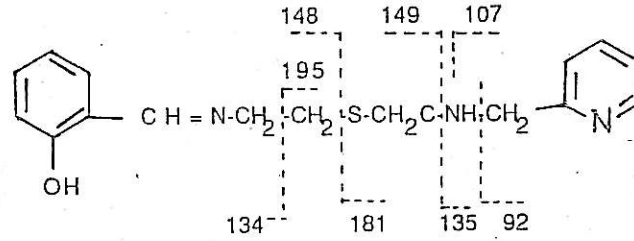
1542 cm^{-1} (amid-II), 3225 cm^{-1} (N-H)

1495 cm^{-1} (C=C halka), 1435 cm^{-1} ve 1612 cm^{-1} (C-C ve C-N aromatik halka), 3095 cm^{-1} (C-H aromatik), 2840 cm^{-1} (C-H alifatik doymuş yapı) ve 3300 cm^{-1} (O-H).

UV: λ_{max} = 220 nm (21250) ve 258 nm (17120).

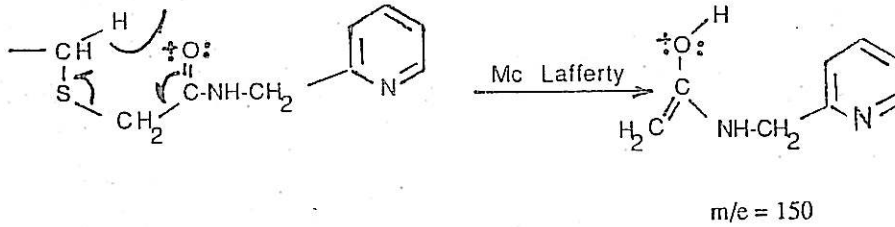
NMR:

H	ppm
a	2,94 (t,2H)
b	3,80 (t,2H)
c	3,32 (s,2H)
d	4,59 (d,2H)*
e	7,84 (t,1H)*
g,h,j	8,50 - 6,90 arasında çok sayıda pik.



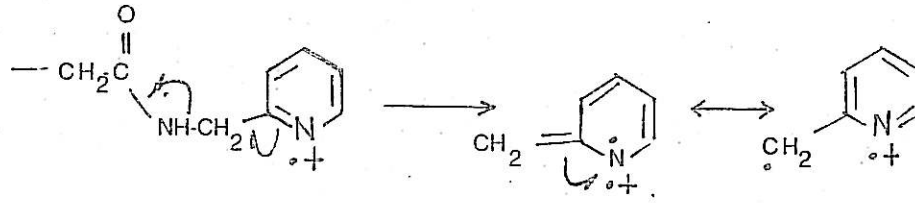
Schiff bazının kütle spektrumunda gözlenen piklerden m/e değerleri 78, 92, 107, 134, 135, 148, 149, 181, 195 olanların nasıl bir primer parçalanmayla oluşabileceği yukarıda bileşiğin formülü üzerinde gösterilmiştir.

Bunların dışında oldukça yüksek bağlı şiddete sahip pikler de gözlenmiştir. Bunlardan en göze çarpanı % 100 bağlı şiddete ve m/e: 150 değerine sahip olanıdır ve bu pikin, mekânizması aşağıda verilmiş olan, Mc Lafferty çevrilmesiyle ortaya çıkan parçacığa ait olduğu anlaşılmaktadır.



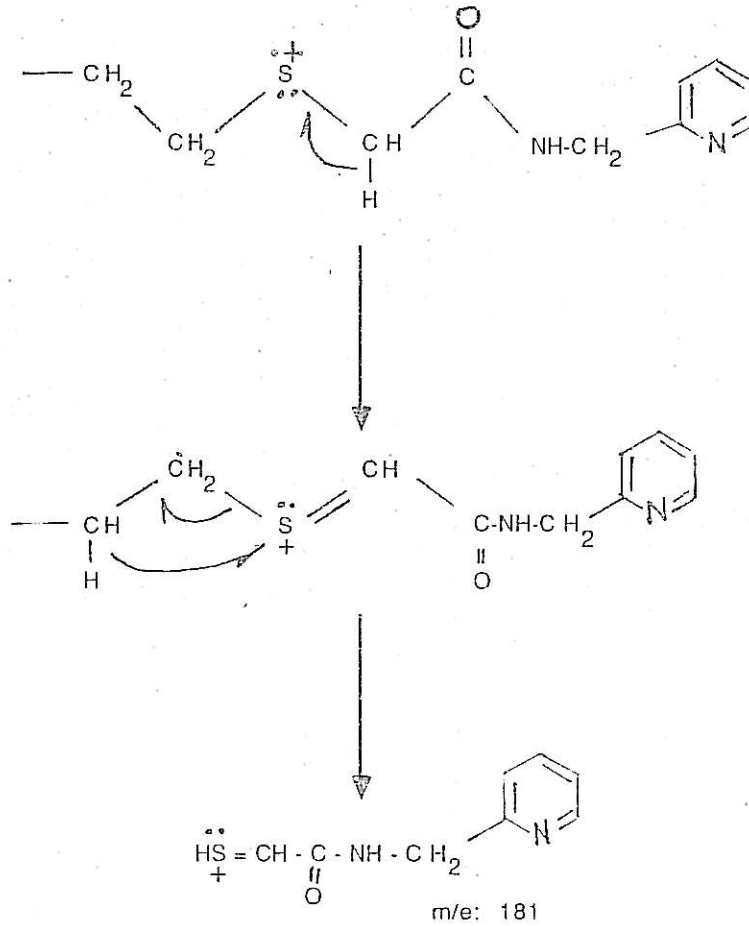
* D₂O ilavesiyle H_e ye ilişkin pik kaybolmuş ve H_d ye ilişkin dublet ise singlete dönüşmüştür.

Hayli yüksek bagli şiddete sahip m/e: 92 pikı ise ∞ -pikolu grubu içeren bileşiklerde görülen tipik parçalanma yoluyla oluşan parçacığa ait olduđu düşünülebilir (4).



m/e: 92

m/e:181 değerine sahip pik ise büyük bir olasılıkla, 2-aminoctiltioacet (N-2-pyridilmetil) amid'in kütle spektrumunda olduđu gibi (3) tipik bir tio-ester parçalanma çevrilmesiyle ortaya çıkan parçacıktan ileri gelmektedir.



DENEYSEL BÖLÜM

0,450 g.(0,002) 2-aminoethyltioaset (N-2-pyridilmetil) amid'in etanoldeki (30 ml) çözeltisine 0,244 g (0,002 mol) salisilaldehid'in 15 ml etanoldeki çözeltisi karıştırılarak ilâve edilir. Karışım 30 dak. daha karıştırılır, kuruluğa kadar buharlaştırılır ve ıterden kristallendirildiğinde açık sarı renkli, iğnesel yöpıda kristaller elde edilir. Verim 0,40 g (%60), e.n.126 C.

$C_{17}H_{19}N_3O_2S$ formülüne göre hesaplanan ve elementel analizle bulunan sonuçlar şöylenir:

	% C	% H	% S	% N
Hesaplanan.....	62,01	5,78	9,73	12,76
Analiz	62,21	5,62	6,90	12,92

Bileşğin NMR spektrumu, 60 MHz'lük spektrometrede ve $CDCl_3$ de, kütle spektrumu ise 75 eV iyonlaşma potansiyeli ve 180 C iyonlaşma odası sıcaklığında alınmıştır.

KAYNAKLAR

- 1.Ben-Ishai D. and Berger A., Cleavage of N- carbobenzoxy groups by dry HBr and HCl.J.Org. Chem.,17, 1564 (1952).
2. Toprak M., Doktora Tezi, N- -pikolil-2-aminoethyltioglikola-mid'in sentezi ve kompleks formasyonlarının incelenmesi. Ege Ü.Fen Fakültesi (1977),İzmir.
- 3.Toprak M., Bekâroğlu Ö., Gellert E., Synthesis and Complex formation of 2-Aminoethylthioacet (N-2-Pyridylmethyl) amide, Transition Met. Chem., 4, 372-375 (1979).
- 4.Williams D.H. and Fleming I., Spectroscopic Methods In Organic Chemistry, McGraw-Hill Book Company (UK) Limited, Head Berkshire England (1973).