

СИНТЕЗА И КАРАКТЕРИЗАЦИЈА НА SCHIFF-ОВАТА
 БАЗА ОД 5-НИТРО-2-ФУРАЛДЕХИД И ТИОСЕМИКАРБАЗИД

Б.Стојчева-Радовановиќ и Б.Милиќ*

Институт за хемија, Природно-математички факултет, Скопје
 *Одељење за органску хемију, Технолошки факултет, Нови Сад

Во склопот на проучувањата на хемотерапеутските 5-нитрофурански соединенија¹, се испитувани реакционите услови за синтеза на 5-нитро-2-фуралдехидтиосемикарбазон Schiff-овата база. Врз основа на анализата на IR, ¹H NMR и UV спектрите е извршена карактеризација на добиениот 5-нитрофуран дериват со потенцијална антибактериска активност².

Синтезата се извршува со кондензација на еквимоларни количини од 5-нитро-2-фуралдехиддиацетат и тиосемикарбазид, во присуство на сулфурна киселина, а во средина на етанол-вода (1:1). Реакционата смеша се рефлуксира на температура од 358 K за време од $1,8 \times 10^3$ s. После ладењето на температура од 278K исталожува суров продукт во принос од 84%. Овој кондензат е практични нерастворлив во вода, а растворливоста во органски растворувачи опаѓа по следниот редослед: диметилформамид, тетраhydroфуран, ацетон, диметилсулфоксид, етилацетат, хлороформ, бензен, етанол. Со прекристализација во смеша од диметилформамид-етанол (1:1) се добија жолтите кристали од 5-нитро-2-фуралдехидтиосемикарбазонот со точка на топење 493-495K (со распаѓање).

Анализа: $C_6H_6N_4O_3S$ (214,05)

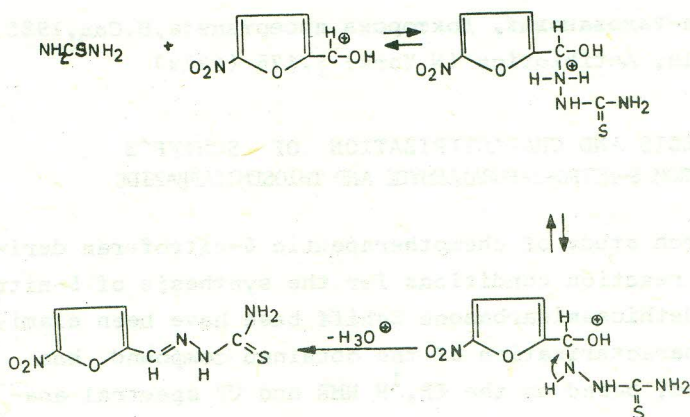
	%C	%H	%N
Пресметани:	33,64	2,82	26,15
Најдени:	33,69	2,82	26,12

IR спектар (KBr), ν_{\max} , cm^{-1} : 3460, 3080, 1600, 1570, 1535
1505, 1450, 1390, 1255, 1190, 1120, 1030, 970, 910, 775, 735.

^1H NMR спектар (CDCl_3), δ , ppm: 2,45 (DMSO); 3,25 (H_2O):
7,28(d, 1H, фурил 3-H); 7,70 (d, 1H, фурил 4-H); 7,90
(s, 1H, азометринска CH): 11,75 (s 1H, азометриска NH).

UV спектар (THF) λ_{\max} , nm (ϵ) : 388(21100) 300(9160)

Реакцијата на синтеза на 5-нитро-2-фуралдехидтхиосемикарбазонот претставува кисело-катализирана двостепена карбонил-амин кондензациона реакција (Шема 1). Прво доаѓа до формирање на нестабилен адicioneен продукт, кој што во вториот степен се стабилизира со протон прегрупирање и со 1,2-елиминација доведува до синтетизираното соединение.



Шема 1. Механизам на реакцијата на синтеза на
5-нитро-2-фуралдехидтхиосемикарбазон

Во IR спектарот на испитуваниот 5-нитрофуран дериват се присутни апсорпциони ленти на 3460 и 3310 cm^{-1} , кои потекнуваат од валентните вибрации на NH групите. Интензивните ленти на 1600, 1570, 1550 и 1450 cm^{-1} го потврдуваат присуството на C=N односно C=C врската. Асиметричната и симетричната вибрација на нитро групата ја условува појавата на лентите на 1530 и 1355 cm^{-1} . Деформационите вибрации на CH врските во фуранскиот прстен се потврдуваат со лентите на 1255, 1190, 1030, 970, 910 и 775 cm^{-1} .

^1H NMR спектарот потполно ја потврдува структурата на добиеното соединение и укажува дека оваа реакција е стереоспецифична.

Во UV спектарот се присутни два апсорпциони максимуми кои се одраз на електронските премини во 5-нитрофуранскиот прстен.

Литература

1. Б. Стојчева-Радовановиќ, Докторска дисертација, Н. Сад, 1985.
2. D.R. McCalla, Antibiotics (N.York) 5, 176 (1979)

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF SCHIFF'S BASE FROM 5-NITRO-2-FURALDEHYDE AND THIOSEMICARBAZIDE

In the research study of chemotherapeutic 5-nitro-furan derivatives, the reaction conditions for the synthesis of 5-nitro-2-ruraldehydethiosemicarbazone Schiff base have been examined. Also, characterization of the obtained compound has been performed, based on the IR, ^1H NMR and UV spectral analysis data.