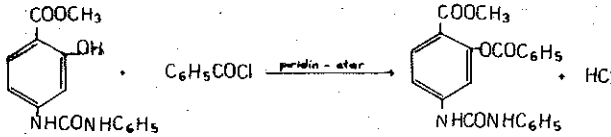


Metil-4-fenilüreido-2-benzoiloksibenzoat**Methyl-4-phenylureido-2-benzoyloxybenzoate**

Esin GÜRSU (ONAT)*

Bu çalışmada, metil-4-fenilüreido-2-hidroksibenzoat⁽¹⁾, benzoil esteri haline getirilmiş ve molekülün ispatı bakımından incelenmiştir. Bundan evvelki araştırmalarımızdan çıkarılan neticelere göre⁽²⁾, p-aminosalisilik asid (PAS) molekülünde, fenol grubunun benzoillenmesi sulu alkali veya asetonlu vasatlarda mümkün olamamakta, piridin-eter vasatına ihtiyaç göstermektedir. Bu sebeple fenol grubu serbest olan madde, piridin-eter vasatında benzoil klorürle muamele edilmiş⁽³⁾ ve benzoil türevi aşağıdaki denkleme göre teşekkül etmiştir:

**DENEY KISIM**

1 g (0.006 mol) metil-4-fenilüreido-2-hidroksibenzoatın 3 ml piridin, 2.5 ml eter karışımındaki süspansiyonuna çalkalayarak azar azar 1.6 ml (0.012 molen biraz fazla) benzoil klorürün 2.5 ml eterle karışımı ilâve edilir. On dakika bekletilir. Rüşup süzülür ve müteaddit defalar eterle yıkanarak reaksiyona girmeyen benzoil klorür ve bir kısım piridinden kurtarılır. Kalan piridini uzaklaştırmak için % 5 lik sülfürik asitle asidlendirilir. Asidli karışım eterle ekstre edi-

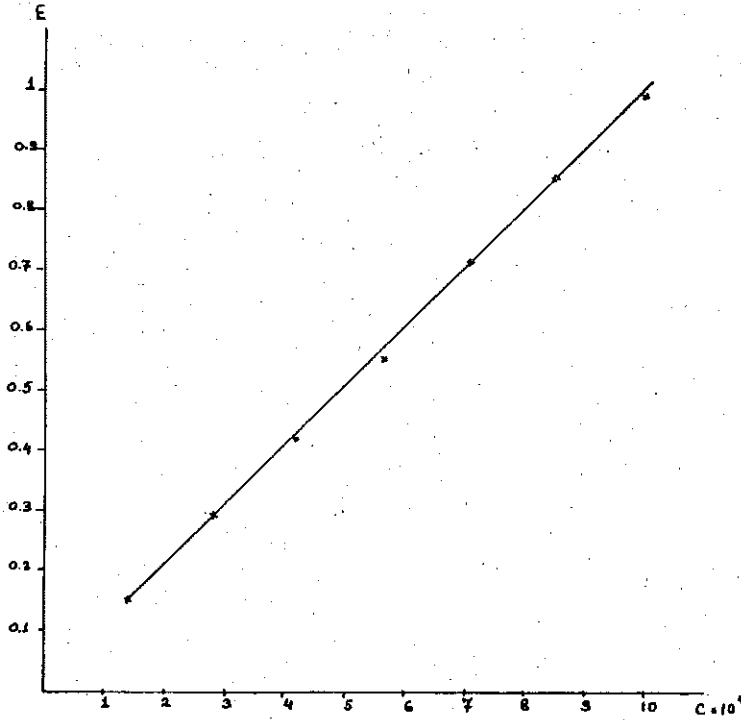
* Farmasötik Kimya Kürsüsü, Eczacılık Fakültesi, Üniversite, İstanbul.

lır. Eterli tabaka ayrılır, eter distile edilir. Bakiye etanolde billür-
landırılır. Verim: %28.7.

Fiziksel özellikler: Kirli pembe renkte kristalize bir maddedir.
e.d. 179 - 180°.

Maddenin etanoldeki % 0.55 mg lık çözeltisi VSU-1-Model Zeiss
Spektrofotometre ile muayene edilmiştir. pH 6 da $\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ 289 m μ
(ϵ 52597), 231 m μ (ϵ 37904).

Maddenin 289 m μ daki % 0.14 - 1 mg arasındaki konsantrasyonu
absorbansı ile orantılıdır (Şekil: 1).



Şekil 1. Konsantrasyonla absorbans arasındaki münasebet

Analiz: C₂₂H₁₈O₅N₂ için hesap edilen: C, 67.68; H, 4.64; N, 7.17.
Bulunan: C, 68.12; H, 4.75; N, 7.29.

T A R T I Ş M A

Bu reaksiyon neticesinde teşekkül edebilecek tek madde, fenol grubunun benzoil esteridir. Çünkü molekülde benzoil klorürle bu şartlar altında reaksiyona girebilecek başka bir grup yoktur. Maddenin etanollü eriyiğinin % 5 lik ferri klorür ile renk vermemesi, fenol grubunun kapalı olduğunu göstermektedir. Buna mukabil hareket maddesi olan metil-4-fenilüreido-2-hidroksibenzoat, aynı şartlar altında mor renk vermektedir.

Fenol grubunun kapalı olduğu ferri klorür denemesi ile ispat edildikten sonra teşekkül eden maddenin bir ester olduğunu ferri hidroksamat testi⁽¹⁾ ile teşhis etmek mümkün değildir. Çünkü molekülde bir metil ester grubu mevcuttur ve bu sebeple bu gruptan dolayı zaten ferri hidroksamat deneyini müspet gösterecektir.

Fenol grubunun benzoil esteri halinde bulunduğu alkali ile sabunlaşma neticesinde tesbit edilmiştir. Bu maksatla sıcakta alkali sabunlaşma yapılmış, asidlendirilen eriyik eterle ekstre edilmiş, eter distilasyonla uzaklaştırıldıktan sonra bakiyeden benzoik asid, süblimasyonla tecrid edilmiş, erime derecesi ve saf benzoik asidle karışım erime derecesinin tâyini suretile ispat edilmiştir. Ayrıca süblimasyondan kalan bakiyede mevcut, sabunlaşma neticesinde teşekkül eden fenol grubu, ferri klorür ile verdiği renkten teşhis edilmiştir.

Ester gruplarının kantitatif tâyinleri bu molekülde mümkün olmamaktadır. Çünkü evvelce de belirtildiği gibi⁽²⁾ üreido grupları alkali sabunlaşma esnasında kısmen açılmaktadır. Bu sebeple ester gruplarının alkali ile sabunlaşmasında kantitatif bir değer elde etmek mümkün değildir.

Maddenin 289 m μ daki absorbansının % 0.14 - 1 mg arasında konsantrasyonu ile orantılı olması, bu hudutlar arasında kantitatif tâyini mümkün kılmaktadır.

Kantitatif kimyasal bir tâyine imkân vermeyen maddenin strüktürü, fenol grubunun kapalı olması, sabunlaşmadan sonra benzoik asidin teşhisi ve elementer analiz neticeleri ile ispat edilmiştir.

Ö Z E T

Metil-4-fenilüreido-2-hidroksibenzoatın benzoil türevi, metil-4-fenilüreido-2-hidroksibenzoatın benzoil klorürle piridin-eter vasatında muamelesi neticesinde hazırlanmıştır. Yapısını aydınlatmak maksadile, O-benzoil türevi sodium hidroksidin sudaki eriyiği ile ısıtılmış ve eriyik asidlendirildikten sonra eterle ekstre edilmiş, eterin distilasyonunu müteakip, benzoik asid süblimasyonla tecrid edilmiştir. Ayrıca, maddenin UV spektrumu alınmış ve 289 m μ da konsantrasyonu ile absorbanası arasındaki münasebet tetkik edilmiştir. Maddenin yapısı, elemanter analiz neticeleri ile ispat edilmiştir.

S U M M A R Y

The benzoyl derivative of methyl-4-phenylureido-2-hydroxybenzoate was prepared by shaking a mixture of the corresponding ureid and benzoyl chloride in a pyridine-ether solution. To make sure that this compound has a benzoyl group, it was heated with aqueous sodium hydroxide, and after acidifying, the solution was extracted with ether. Ether was removed by distillation, and benzoic acid was sublimated from the mixture. Furthermore, UV spectrum was run on the compound, and the correlation of concentration and absorbancy at 289 m μ were studied. The structure of the molecule was proved by elemental analyses.

L İ T E R A T Ü R

1. Amâl, H. ve Onat, E., *İst. Üniv. Fen Fak. Mec.*, 27, sayı 1, seri C, 35 - 40 (1962).
2. Onat, E., *İstanbul, Ecz. Fak. Mec.*, 1, 49 - 54 (1965).
3. Ferreira, C. ve Taglianetti, M., *Arquiv. biol.*, (Sao Paulo), 33, 119 - 23 (1949) - Ref. *Chem. Abstr.*, 44, 2954 (1950).
4. Cheronis, N. D., Entrikin, J. B., *Semimicro Qualitative Organic Analysis*, Second Ed. 229, New York, Interscience (1957).

(Redaksiyona verildiği tarih : 11 Nisan 1967)