

## ترکیب های تجمعی سه جزئی دارای کراون اترها

1 4 3 ابوالقاسم مقیمی<sup>1\*</sup>، حسین آقابزرگ<sup>2</sup>

1- گروه شیمی، دانشگاه جامع امام حسین(ع)، تهران، ایران.

2- گروه شیمی، دانشگاه تربیت معلم، تهران، ایران.

3- گروه شیمی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران شمال، تهران، ایران.

4- گروه شیمی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهرری، تهران، ایران.

دریافت: فروردین 1390، بازنگری: تیر 1390، پذیرش: مرداد 1390

**چکیده:** پدیده تجمع (مولکولی) بین سه ترکیب انتقال پروتون  $(\text{pydc})(\text{GH})_2$ ،  $(\text{pydc})(\text{pydaH}_2)$  و  $(\text{pydc})(\text{melH})$  که 26-پیریدین دی کربوکسیلیک اسید  $\text{pydc.H}_2$ ، 26-پیریدین دی آمین  $\text{pyda}$ ، گوآنیدین  $\text{G}$  و ملامین  $\text{mel}$  با کراون اترها مورد بررسی قرار گرفت. در میان تعداد قابل توجهی از واکنش هایی که انجام شد، تنها تعداد کمی از این موارد منجر به تشکیل ترکیب های تجمعی جدید شد. این ترکیب های جدید به وسیله پرتو سنجی های IR،  $^{13}\text{C}$ NMR،  $^1\text{H}$  شناسایی شدند. جهت امکان سنجی تهیه این ترکیبات تجمعی به روش تک ظرف، واکنش انتقال پروتون و تشکیل ترکیب تجمعی به صورت هم زمان  $\text{pydc.H}_2$ ،  $\text{mel}$  یا  $18\text{C}6$  انجام شد. نتیجه ها نشان دادند که طی این روش، ترکیب  $(\text{pydc.H}_2)(\text{mel})(18\text{C}6)$  به دست می آید، در حالی که وقتی از  $18\text{C}6$  یا  $15\text{C}5$  استفاده می شود، نتیجه ها نشان دادند که طی این روش، ترکیب  $(\text{pydc.H}_2)(\text{mel})$  رسوب می کند.

**واژه های کلیدی:** ترکیب تجمعی؛ ترکیب انتقال پروتون؛ کراون اتر؛ پیریدین دی کربوکسیلیک اسید؛ پیریدین دی آمین.

### مقدمه

طریق کانال های پروتئینی غشاء" و نیز "کاتالیز آنزیمی" است [1-7]. فرآیند انتقال پروتون در تجمعات مولکولی بین کربوکسیلیک اسیدها و بازهای لویس، به ویژه آمین ها، اغلب باعث تشکیل پیوندهای هیدروژنی بیشتری در طی فرایند تشکیل ساختار جدید می شود [8]. ترکیب های انتقال پروتون زیادی تاکنون شناخته شده اند که در آن ها انتقال پروتون کربوکسیلیک

واکنش انتقال پروتون یکی از ارکان مهم در علم فیزیک، شیمی و بیوشیمی و همچنین یک فرآیند کلیدی در واکنش های مهمی همچون "یونیزاسیون خود به خودی در آب"، "تحریک غیرعادی بالای پروتون در آب" که به مکانیسم "ون گروتوس" مشهور است، واکنش "حنسی سازی اسید-باز"، "پمپاژ پروتون از

اسیدها به نیتروژن موجود در پیریدین [9-12]، پیریمیدین [14-10]، پیرازول [15] [9 17 16 11]، یا تری آزین [18] انجام می شود. گاهی هم این دو جزء اولیه به وسیله پیوندهای جدید هیدروژنی در کنار هم و یا بدون انتقال پروتون ترکیب های

در این پژوهش پدیده تجمع (مولکولی) بین کراون اترها و ترکیب های انتقال پروتون حاوی برخی کاتیون های آلی بررسی شده اند. این پژوهش، اولین پدیده "تجمع" مشاهده شده بین ترکیب های انتقال پروتون و کراون اترها است.

### بخش تجربی

#### مواد و تجهیزات

تمامی مواد شیمیایی از شرکت های تجاری تهیه شدند خالص سازی بیشتر مورد استفاده قرار گرفتند. در تمامی مراحل از آب دوبار تقطیر شده استفاده شد. پرتو های  $^{13}\text{C-NMR}$ ،  $^1\text{H-NMR}$  به وسیله ی پرتو سنج Bruker به ترتیب با فرکانس های 250 MHz 62,5 گرفته شدند. جابجایی شیمیایی با مقیاس  $\delta$  (

TMS (ppm)

FT-IR به وسیله ی پرتو سنج Perkin-Elmer Gx KBr به دست آمدند. نقطه ذوب به وسیله ی دستگاه 9100 Branstead Electrothermal اندازه گیری شد.

تهیه ترکیب انتقال پروتون  $(pydaH_2)(pydc)$

این ترکیب طی واکنش مول به مول  $pyda$   $pydcH_2$  از 3 ساعت تهیه شد. مخلوطی از  $pydcH_2$  (1/67) ( 70 میلی لیتر) هم زده شد و به مدت 3 ساعت حرارت داده شد تا محلول شفاف به دست آید. محلول 2 روز در دمای اتاق و با تبخیر تدریجی حلال، بلور های سبز تشکیل شد (mp: 230-231 °C).

$^1\text{H NMR}$  (DMSO- $d_6$ ) = 5.95 (d, 3J=8 Hz, 2H,  $pydaH_2$ ), 7.49 (t, 3J=8Hz, 1H,  $pydaH_2$ ), 8.17 (m, 1H,  $pydc$ ), 8.3 (m, 2H,  $pydc$ ), 9.27 (broad s, 6H, 2NH $^{3+}$ ) ppm.  $^{13}\text{C NMR}$  (DMSO- $d_6$ ) = 94.8 (C- $pydaH_2$ ), 126.4 (C- $pydc$ ), 138.3 (C- $pydc$ ), 143.5 (C- $pydaH_2$ ), 150.9 (C- $pydc$ ), 153.9 (C- $pydaH_2$ ), [167.9 (C- $pydc$ ) ppm] 27.

تهیه ترکیب تجمعی از  $(pydaH_2)(pydc)$  و 18C6

6-crown-18(18C6) (79 میلی گرم) در آب، به  $(pydaH_2)(pydc)$  (83 میلی گرم) اضافه شد. با

در سال های اخیر، گروه پژوهشی ما با مد نظر قرار دادن تهیه سامانه های انتقال پروتون که دارای اجزای دهنده و پذیرنده پروتون مختلف هستند، جستجو برای گسترش انواع جدیدی از ترکیب های انتقال پروتون و نیز پیوندهای هیدروژنی در سامانه های ابرمولکولی را آغاز کرده است. برخی از کمپلکس های فلزی این سامانه ها تهیه و ساختار بلوری آن ها گزارش شده است [80-19].

کراون اترها که در سال 1967 [82-81] تهیه شده اند پلی اترهای ماکروسیکلی هستند که قادرند به صورت انتخابی کمپلکس های پایداری با فلزات قلیایی، قلیایی خاکی و کاتیون های آمونیم تشکیل دهند. با توجه به این مطلب، در سال های اخیر پژوهشگران علاقه مند به ترکیب لیگاندهای چند دندانه کراون اتر با آمیدهای فلزات قلیایی طی یک تحقیقات منظم با رویکرد تغییر در ساختار این ترکیبات به وسیله تغییر در نوع فلز یا تعداد دندانه های کراون اتر شدند. کمپلکس-هایی که به وسیله ی کراون اترها تهیه می شوند در کروماتوگرافی یونی [83] به عنوان ترکیب های انتقال فاز و عامل کلیدی در استخراج با [84]، الکترودهای یون گزین [85] و همچنین به عنوان عامل انتقال یون انتخاب گر [86] کاربرد دارد. به طور کلی، گروه های استخلافی و نیز اندازه حلقه کراون اترها، نقش مهمی در تشکیل کمپلکس کاتیون-کراون اتر و همچنین در پایداری و چربی دوستی آن ها دارد. کراون اترها در جداسازی فلزات قلیایی، قلیایی خاکی و برخی از کاتیون های فلزات واسطه به روش الکتروفورز موئین مورد استفاده قرار گرفته اند [87-90]. کراون اترهای خاص در جداسازی ترکیب های آلی کایرال مورد [91].

با توجه به این واقعیت که برخی از بازهای لوئیس در شرایط اسیدی قابلیت پروتونه شدن دارند و گونه های کاتیونی به دست آمده می توانند با کراون اترها تشکیل کمپلکس دهند [92]

ppm (C-pydc), 158.7 ppm (C-G), 169.9 ppm (C-pydc). IR(KBr): 3587 m, 3379 s, 2222 w, 2012 w, 1580-1655 s, 1448 m, 1428 s, 1371 s, 1260 m, 1145 m, 1080 m, 1007 m, 995 m, 905 m, 828 w, 815 w, 769 m, 721 m, 650 m, 551 w, 524 w, 424 w, 408 w  $\text{cm}^{-1}$ . ES-MS (in MeOH):  $m/z = 35.9$  (8.02%), 39(3.01%), 41(4.97%), 42(28.35%), 43(85.83%), 44(18.39%), 50(3.30%), 51(5.84%), 52(3.81%), 55(5.05%), 57(3.43%), 59(100.00%), 69(4.08%), 77(9.78%), 78(7.22%), 79(10.93%), 91(3.16%), 105(9.69%), 123(8.65%), 149(3.75%), 235(3.85%), 249(5.65%), 250(3.53%), 263(3.99%), 275(3.56%), 327(6.76%), 328(7.34%), 329(8.67%), 330(7.28%) [34].

تهیه ترکیب تجمعی با استفاده از  $(GH)_2(pydc)$  و  $18C6$

واکنش بین دو ترکیب  $18C6$   $(GH)_2(pydc)$  1 (2 میلی لیتر) انجام شد. 52

میلی گرم  $18C6$  114 میلی گرم  $(GH)_2(pydc)$  شد. با حرارت دادن مخلوط واکنش، محلول بی رنگ همگن تهیه شد. بعد از یک روز، بلور هایی ظاهر شد که با صاف کردن، جدا و خشک شد.

$^1H$  NMR (DMSO- $d_6$ ) = 8.0 (m,  $pydcH_2$ ), 7.8 (broad, s,  $pydcH_2$ ), 3.4 (s,  $H_2O$ ,  $18C6$ ) ppm.  $^{13}C$  NMR (DMSO- $d_6$ ) = 69.7 ( $18C6$ ), 123.9 (C- $pydcH_2$ ), 136.0 (C- $pydcH_2$ ), 154.8 (C- $pydcH_2$ ), 169.0 (C- $pydcH_2$ ) ppm

واکنش  $(GH)_2(pydc)$  با  $B15C5$

$B15C5$  (54 میلی گرم، 1 میلی مول) در آب  $(GH)_2(pydc)$  (29 میلی گرم، 0/5 میلی مول) افزوده شد. 15 دقیقه حرارت دادن ملایم مخلوط واکنش، محلول

3

تشکیل شده صاف و خشک شد ( $mp: 81^\circ C$ ).

$^1H$  NMR (DMSO- $d_6$ ) = 6.85 (m,  $B15C5$ ), 4.0 (t,  $B15C5$ ), 3.3, 3.7 (s,  $B15C5$ ) ppm.  $^{13}C$  NMR (DMSO- $d_6$ ) = 68.3 ( $B15C5$ ), 68.8 ( $B15C5$ ),

حرارت ملایم مخلوط واکنش، محلول همگن زرد رنگ تشکیل . 2 روز بلور های سبز ترکیب تجمعی به دست آمد. ( $mp: 225-226^\circ C$ )

$^1H$  NMR (DMSO- $d_6$ ) = 3.52 (s,  $18C6$ ), 5.77 (d,  $pydaH_2$ ), 6.16 (s,  $NH_3^+$ ), 7.27 (t,  $pydaH_2$ ), 8.09 (m,  $pydc$ ), 8.20 (m,  $pydc$ ) ppm.  $^{13}C$  NMR (DMSO- $d_6$ ) = 69.8 ( $18C6$ ), 94.9 (C- $pydaH_2$ ), 126.6 (C- $pydc$ ), 138.5 (C- $pydc$ ), 141.8 (C- $pydaH_2$ ), 149.9 (C- $pydc$ ), 153.3 (C- $pydaH_2$ ), 167.9 (C- $pydc$ ) ppm

واکنش  $(pydc)(pydaH_2)$  با  $B15C5$

$(pydaH_2)(pydc)$  (55 میلی گرم) در آب (10 میلی لیتر)، به  $B15C5$  (54 میلی گرم) افزوده شد و مخلوط واکنش 15 دقیقه در دمای پایین هم خورد تا محلول شفاف زرد همگن تولید شود. بعد از یک روز بلور های سبز رنگ تشکیل شد ( $mp: 227^\circ C$ )

IR (KBr): 3432 (s), 3223 (m), 3099 (s), 1694 (s), 1664 (s), 1594 (w), 1490 (w), 1382 (s), 1361 (s), 1290 (s), 1178 (w), 1083 (m), 988 (w), 901 (w), 771 (w), 706 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

تهیه ترکیب انتقال پروتون  $(GH)_2(pydc)$

این ترکیب در 2 مرحله تهیه شد. ابتدا گوانیدین هیدروکلراید به وسیله ی سدیم هیدروکساید خنثی شد و سپس واکنش انتقال  $pydc.H_2$

محلولی از سدیم هیدروکساید (0/01 0/4) (4 میلی لیتر) گوانیدین هیدروکلراید (0/01 0/955) 2

$pydc.H_2$  (0/005 0/835) محلول صاف شده قبلی اضافه شد. سپس مخلوط واکنش به مدت 1

( $mp: 264-265^\circ C$ )

$^1H$  NMR (DMSO- $d_6$ ) = 7.83 ppm (s, 12H,  $GH^+$ ), 8.03 ppm (d, 3H,  $pydc$ ).  $^{13}C$  NMR (DMSO- $d_6$ ) = 124.2 ppm (C- $pydc$ ), 136.4 ppm (C- $pydc$ ), 154.9

(m), 1017 (w), 986 (w), 943 (w), 895 (w), 859 (w), 778 (s), 718 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

تهیه ترکیب تجمعی سه جزئی با استفاده از واکنش تک ظرف

$\text{Mel}$ ،  $\text{pydc.H}_2$  و  $18\text{C6}$  با نسبت مولی 1:1:1 واکنش بین  $18\text{C6}$  (52/8 میلی گرم)،  $\text{Mel}$  (25/2 میلی گرم) و  $\text{pydc.H}$  (33/4 میلی گرم) در آب (30 میلی لیتر) انجام شد. حرارت به مخلوط واکنش به مدت 45 دقیقه منجر به تشکیل محلول شفاف شد. بلورهای بی رنگ ترکیب تجمعی طی تبخیر تدریجی حلال به دست آمد. (mp:  $360^\circ\text{C}$  همراه با تخریب)

$^1\text{H NMR}$  ( $\text{DMSO-d}_6$ ) = 3.5 (s,  $18\text{C6}$ ), 8.0 (m,  $\text{pydc}$ ), 6.8 (broad, s,  $\text{mel}$ ) ppm.  $^{13}\text{C NMR}$  ( $\text{DMSO-d}_6$ ) = 70 ( $18\text{C6}$ ), 126 (C- $\text{pydc}$ ), 139 (C- $\text{pydc}$ ), 150 (C- $\text{pydc}$ ), 168 (C- $\text{pydc}$ ), 165 (C- $\text{mel}$ ) ppm.

واکنش تک ظرف  $\text{Mel}$ ،  $\text{pydc.H}_2$  و  $B15\text{C5}$  با نسبت مولی 1:1:1

$B15\text{C5}$  (54 میلی گرم) و  $\text{Mel}$  (25 میلی گرم) و  $\text{pydc.H}_2$  (34 میلی گرم) در آب با نسبت مولی 1:1:1. 30 دقیقه حرارت دادن مخلوط واکنش، محلول شفاف به دست آمد. بعد از یک روز، بلورهای تشکیل شده، صاف و خشک شد (mp:  $320^\circ\text{C}$ ).  
IR (KBr): 3379 (m), 3232 (w), 3083 (m), 1649 (s), 1602 (s), 1365 (s), 1296 (s), 1164 (s), 1090 (m), 1017 (w), 986 (w), 943 (w), 895 (w), 859 (w), 778 (s)  $\text{cm}^{-1}$ .

### نتیجه ها و بحث

شناسایی ترکیب انتقال پروتون  $(\text{pydaH}_2)(\text{pydc})$  واکنش  $\text{pyda}$   $\text{pydc.H}_2$  1:1 در شرایط باز روانی منجر به تشکیل ترکیب بلوری سبز می شود (شمای 1). نقطه ذوب این ترکیب متفاوت با واکنشگراهاست. NMR جهت شناسایی ساختار شیمیایی

69.7 ( $B15\text{C5}$ ), 70.3 ( $B15\text{C5}$ ), 113.7 ( $B15\text{C5}$ ), 120 ( $B15\text{C5}$ ), 158 ( $B15\text{C5}$ ) ppm

ترکیب تجمعی دو جزئی به دست آمده از واکنش  $(\text{pydc})$ ،  $(\text{GH})$

با  $30\text{C10}$

44 میلی گرم  $30\text{C10}$  ( )  
10 میلی لیتر به  $(\text{GH})_2(\text{pydc})$  (28/5 میلی گرم) افزوده شد. مخلوط واکنش در دمای پایین تولید محلول بی رنگ همگن کرد. بعد از 7 روز، بلورهای بی رنگ تشکیل شده صاف و خشک (mp:  $251^\circ\text{C}$ )

$^1\text{H NMR}$  ( $\text{DMSO-d}_6$ ) = 8.0 ( $\text{pydcH}_2$ ), 4.7 (s, HOD), 3.6 (s,  $\text{CH}_2\text{O}$ ) ppm.  $^{13}\text{C NMR}$  ( $\text{DMSO-d}_6 / \text{D}_2\text{O}$ ) = 71 ( $30\text{C10}$ ), 126.1 (C- $\text{pydcH}_2$ ), 139.3 (C- $\text{pydcH}_2$ ), 154.5 (C- $\text{pydcH}_2$ ), 172.4 (C- $\text{pydcH}_2$ ) ppm

تهیه ترکیب انتقال پروتون  $(\text{melH})(\text{pydcH})$

این ترکیب طی واکنش  $\text{pydcH}_2$   $\text{mel}$  1:1 در شرایط باز روانی در مدت 2 ساعت با سرد کردن محلول شفاف به دست آمده، (mp:  $319-320^\circ\text{C}$ )

$^1\text{H NMR}$  ( $\text{DMSO-d}_6$ ) = 8.0 (m,  $\text{pydc}$ ), 7.0 (s,  $\text{mel}$ ) ppm.  $^{13}\text{C NMR}$  ( $\text{DMSO-d}_6$ ) = 127.5 (C- $\text{pydc}$ ), 139.5 (C- $\text{pydc}$ ), 150.3 (C- $\text{pydc}$ ), 167.5 (C- $\text{pydc}$ ), 164.0 (C- $\text{mel}$ ) ppm

واکنش  $(\text{melH})(\text{pydcH})$  با  $18\text{C6}$

واکنش بین  $18\text{C6}$  (53 میلی گرم) و ترکیب انتقال پروتون  $(\text{melH})(\text{pydcH})$  (59 میلی گرم) در آب انجام شد. پس از 30 دقیقه حرارت مخلوط واکنش، محلول شفاف به دست آمد. با تغلیظ تدریجی محلول، بلورهایی به دست آمد. (mp:  $319-320^\circ\text{C}$ )  
IR (KBr): 3379 (m), 3232 (w), 3083 (m), 1649 (s), 1602 (s), 1365 (s), 1296 (s), 1164 (s), 1090

ppm 141/8 94/9 <sup>1</sup>H NMR ppm 27/7  
 ترکیب در (pydaH<sub>2</sub>)<sup>2+</sup> <sup>13</sup>C NMR 3/153  
 تجمعی حاصل می باشد. سایر پیک های موجود در پرتو <sup>1</sup>H  
<sup>13</sup>C NMR (pydc)<sup>2-</sup> [27].  
 های به دست آمده، می توان گفت که ترکیب تجمعی حاصل، از  
 (18C6) (pydc)<sup>2-</sup> (pydaH<sub>2</sub>)<sup>2+</sup>

بررسی واکنش (pydaH<sub>2</sub>)(pydc) با B15C5  
 نتیجه واکنش (pydaH<sub>2</sub>)(pydc) B15C5 تشکیل  
 226/5 درجه سانتی گراد است. جهت شناسایی  
 NMR

<sup>1</sup>H <sup>13</sup>C NMR ترکیب تجمعی قبلی، به راحتی می  
 توان تشخیص داد که هر دو جزء (pydaH<sub>2</sub>)<sup>2+</sup> (pydc)<sup>2-</sup>  
 در رسوب بلوری تشکیل شده حضور دارند اما اثری از شرکت  
 B15C5 در این رسوب دیده نمی شود (شکل 1).

شناسایی ترکیب انتقال پروتون (GH)<sub>2</sub>(pydc)  
 روش به کار رفته شده در تهیه ترکیب انتقال پروتون  
 (GH)<sub>2</sub>(pydc) 2 نشان داده شده است. واکنش  
 pydc.H<sub>2</sub> با گوانیدین هیدروکلراید خنثی با نسبت مولی 1 2  
 منجر به تشکیل ترکیب بلوری (GH)<sub>2</sub>(pydc) می شود. این  
 ترکیب با فن های <sup>1</sup>H، <sup>13</sup>C NMR، IR شناسایی شد. نقطه  
 ذوب ترکیب حاصل متفاوت با واکنشگر بود. مقایسه پرتوهای <sup>1</sup>H  
<sup>13</sup>C NMR مربوط به ترکیب انتقال پروتون به دست آمده با  
 پرتوهای مواد اولیه دی کربوکسیلیک اسید و گوانیدین، به وضوح  
 وجود دی کربوکسیلیک اسید و گوانیدین در (GH)<sub>2</sub>(pydc)  
 اثبات می کند.

<sup>1</sup>H NMR 2 سری پیک شاخص در ناحیه 7/83  
 ppm 8/03 که به ترتیب مربوط به کاتیون گوانیدینیم و  
 (pydc)<sup>2-</sup> <sup>13</sup>C NMR  
 (GH)<sub>2</sub>(pydc) همان طور که انتظار می رود شامل 5 پیک  
 ppm 9/169 7/158 9/154 4/136 2/124  
 باشد. مطابق با پیک های گزارش شده برای (pydc)<sup>2-</sup>، پیک  
 ppm 7/158 قطعاً مربوط به یون گوانیدینیم است.

سال پنجم، شماره ۴، تابستان ۹۰

این ترکیب انجام شد. پرتو NMR DMSO-d<sub>6</sub>  
 pyda pydc.H<sub>2</sub> در ترکیب تجمعی را  
 تایید می کند. در پرتو <sup>1</sup>H NMR ترکیب، 5 پیک دیده می شود  
 که دو پیک 8/17 ppm 8/30 pydc و سه پیک  
 pyda <sup>13</sup>C NMR نیز 4  
 پیک ناحیه 126/4 138/3 150/9 167/9 ppm  
 pydc و سه پیک دیگر مربوط به pyda

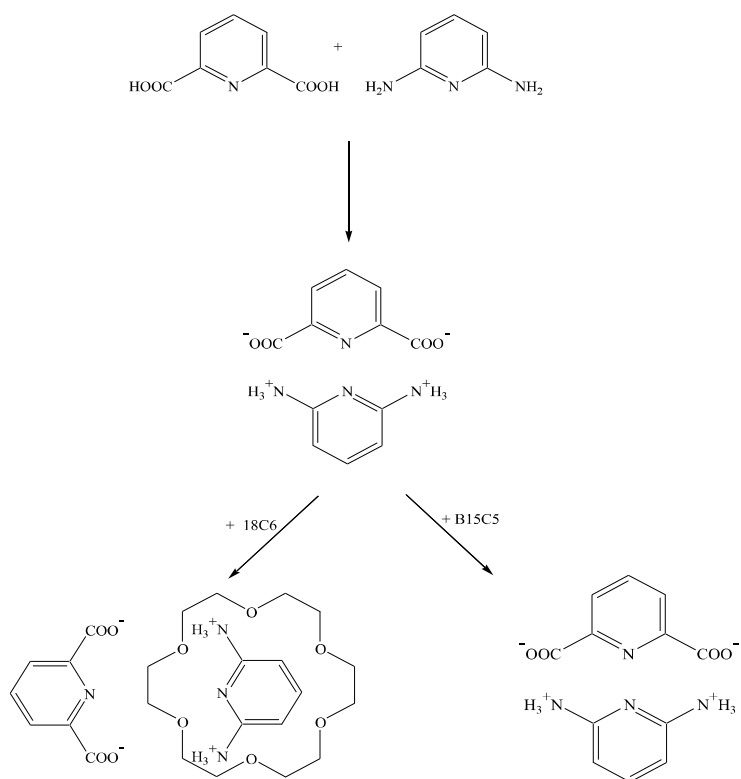
پیک های هر دو پرتو و نیز سطوح زیر پیک پرتو <sup>1</sup>H NMR  
 توان نتیجه گرفت که ترکیب (pydaH<sub>2</sub>)(pydc)  
 (pydc)<sup>2-</sup> (pydaH<sub>2</sub>)<sup>2+</sup> 1 1

همچنین پرتو سنجی IR نیز برای شناسایی ترکیب های انتقال  
 پروتون به ویژه ترکیب هایی که امکان تعیین ساختار بلوری آن  
 ها وجود ندارد، مفید است [93]. مهم ترین ویژگی در پرتو IR  
 ترکیبات انتقال پروتون، حضور فرکانس قوی کششی نامتقارن  
 و متقارن کربوکسیلات به ترتیب در ناحیه 1550-1610  
 1300-1420 cm<sup>-1</sup> [94]. ویژگی مهم قابل توجه در  
 IR ترکیب (pydaH<sub>2</sub>)(pydc)، حذف پیک پهن مربوط  
 به ناحیه کششی OH در کربوکسیل به همراه حضور فرکانس  
 کششی نامتقارن و متقارن کربوکسیلات به ترتیب در ناحیه 1664  
 1694 cm<sup>-1</sup> . ORTEP نشان می دهد که  
 شبکه بلوری شامل (pydaH<sub>2</sub>)<sup>2+</sup> (pydc)<sup>2-</sup> است. مهم ترین  
 نکته در مورد ساختار بلوری (pydaH<sub>2</sub>)(pydc)، وجود یک  
 سیستم خود مجموعه ساز دی کاتیون- دی آنیونی می باشد [27].

شناسایی ترکیب تجمعی به دست آمده از (pydaH<sub>2</sub>)(pydc)  
 و 18C6

واکنش بین (pydaH<sub>2</sub>)(pydc) 18C6  
 انجام شد و ترکیب بلوری سبز به دست آمد (شما 1).  
 ترکیب بین 225 226 درجه سانتی گراد است. تلاش برای تهیه  
 تک بلور برای انجام بلور نگاری X-ray  
 برای تایید حضور هر دو جزء واکنشگر (pydaH<sub>2</sub>)(pydc)  
 18C6 NMR استفاده شد. مشخص شد که پیک  
 ppm 69/8 <sup>1</sup>H NMR 3/52 ppm  
<sup>13</sup>C NMR (18C6) است و سایر پیک ها در 5/77

نشریه پژوهش های کاربردی در شیمی (JARC)



شکل 1 تهیه ترکیب انتقال پروتون  $(pydaH_2)(pydc)$  و واکنش های آن با  $18C6$  و  $15C5$

تجمعی بیانگر حضور دو جزء  $pydc.H_2$  و  $18C6$  در ترکیب همچنین پرتو مربوط به بلورهای حاصل از واکنش  $(GH)_2(pydc)$  و  $30C10$  در ترکیب  $pydc.H_2$  را اثبات کرد، یعنی ترکیب تجمعی دو جزئی جدیدی تشکیل شده

بررسی واکنش  $(GH)_2(pydc)$  با  $B15C5$

واکنش  $(GH)_2(pydc)$  و  $B15C5$  منجر به تولید فراورده

مربوط به نقطه ذوب این ترکیب کاملاً باریک و متفاوت با واکنشگر بود. برای شناسایی بلورهای بدست آمده از پرتو سنجی  $NMR$  استفاده شد. با توجه به نتایج پرتوهای  $^1H$  و  $^{13}CNMR$  بلورهای تشکیل شده،  $B15C5$  (2)

IR و  $NMR$  بحث شده، ترکیب انتقال  $(GH)_2(pydc)$

به دو مولکول  $pydc.H_2$  و  $(GH)_2(pydc)^2$  و  $GH$

شناسایی ترکیب های تجمعی دو جزئی به دست آمده از واکنش  $(GH)_2(pydc)$  با  $(18C6)$  و  $30C10$

واکنش  $18C6$  با ترکیب انتقال پروتون  $(GH)_2(pydc)$  انجام شد (شکل 2).

$^1HNMR$  ترکیب تجمعی حاصل از واکنش  $(GH)_2(pydc)$  و  $18C6$  دو پیک موجود در  $8/0$  ppm مربوط به حلقه پیریدینی  $pydc.H_2$  و پیک دیگر در ناحیه  $4/3$  ppm  $18C6$  و  $^{13}CNMR$  هفت پیک دیده می شود که 3 پیک مربوط به  $18C6$  و 4 پیک  $pydc.H_2$  و  $^1H$  و  $^{13}CNMR$  ترکیب

می کند. پرتو HNMR 3 دسته پیک شاخص در ناحیه ppm 0/8 8/6 3/5 Mel 18C6 (pydc)<sup>2-</sup> است (شکل 4).

همچنین در پرتو <sup>13</sup>CNMR ترکیب، 6 پیک طبق انتظار در ppm 168 165 150 139 126 70 دیده می شود. با توجه به پیک های مربوط به <sup>2-</sup>pydc که قبلا گزارش شده اند، پیک ناحیه 70 ppm 165 به ترتیب به Mel 18C6.

شناسایی محصول به دست آمده از واکنش تک ظرف *pydc.H<sub>2</sub>* و *Mel* و *B15C5* با نسبت مولی 1:1:1 واکنش *pydc.H<sub>2</sub>* و *Mel* و *B15C5* 1:1:1 منجر به تشکیل ترکیب بلوری بی رنگ با نقطه ذوب متفاوت با مواد اولیه شد. برای شناسایی ساختار شیمیایی این ترکیب از پرتو IR (melH)(pydc) IR IR محصول نهایی را نشان داد. یعنی در شرایط استفاده شده، انتقال پروتون بین اسید و باز صورت گرفته و ترکیب انتقال پروتون بدون برهم کنش با کراون اتر رسوب کرده است (شکل 5).

### نتیجه گیری

دو روش کلی در تهیه ترکیبات تجمعی سه جزئی شامل 2-پیریدین دی کربوکسیلیک اسید، به عنوان جزء اول، یکی از بازهای دی آمینو پیریدین، گوانیدین و ملامین، به عنوان جزء دوم و یکی از کراون اترهای B15C5 18C6 و یا 30C10 قابل استفاده هستند. در روش اول، می توان ابتدا ترکیب انتقال پروتون بین اسید و باز را تهیه کرد و سپس با کراون اتر واکنش داد. در روش دوم می توان به صورت تک ظرف، هر سه جزء را با هم در حلال مناسبی حل کرد تا بهترین شیوه تجمع بین سه جزء تحقق پیدا کند و ترکیب تجمعی جدید، رسوب کند. بسته به حلال بکار گرفته شده، هر کدام از این روش ها فقط برای برخی از این موارد پاسخ مثبت می دهد و منجر به تشکیل ترکیب تجمعی جدید می شود. در گزارش حاضر، ترکیب های تجمعی سه 18C6-pydc.H<sub>2</sub> 18C6-pyda.H<sub>2</sub>-pydc 18C6-mel-pydc.H<sub>2</sub> با روش اول و ترکیب تجمعی

### شناسایی ترکیب انتقال پروتون (melH)(pydcH)

واکنش *pydc.H<sub>2</sub>* با ملامین (1,3,5-triamino-2,4,6-triazine) در شرایط رفلکس منجر به تشکیل محصول بلوری (melH)(pydcH) شد (شکل 3). نقطه ذوب ترکیب به دست 319-320 درجه سانتی گراد) با واکنشگر متفاوت بود. پس از اثبات تشکیل ترکیب جدید، از پرتو های NMR برای آنالیز بیشتر استفاده شد.

HNMR (melH)(pydcH) 2 پیک در ناحیه ppm 0/7 0/8 را نشان می دهد که شاخصه حضور *pydc.H<sub>2</sub>* melamine در ترکیب تجمعی است. پرتو <sup>13</sup>CNMR ترکیب شامل 4 پیک در ناحیه 5/139 5/127 ppm 5/167 3/150 *pydc.H* و یک پیک در ناحیه ppm 0/164 مربوط به ملامین است.

### بررسی واکنش (melH)(pydcH) با 18C6

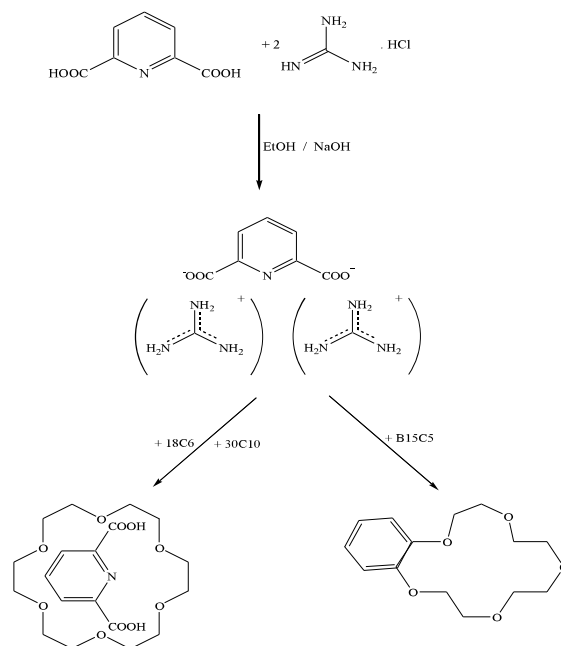
واکنش (melH)(pydcH) 18C6 منجر به تشکیل بلور بی رنگ با نقطه ذوب مشابه با ترکیب انتقال پروتون اولیه ((melH)(pydcH) شد. برای اطمینان از یکسان بودن بلورهای تشکیل شده با ترکیب انتقال پروتون اولیه، از <sup>1</sup>H NMR <sup>13</sup>CNMR

شبهه به ترکیب انتقال پروتون ماده اولیه (melH)(pydcH) بود. بنابراین، در شرایط اشاره شده در بخش تجربی، ترکیب انتقال پروتون اولیه ابتدا حل می شود و سپس بدون برهم کنش با 18C6 به صورت بلورین رسوب می کند (شکل 3).

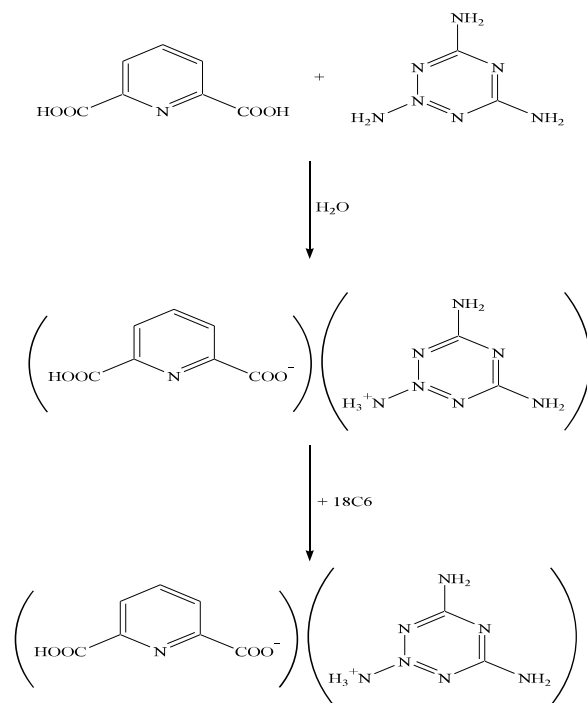
### شناسایی ترکیب تجمعی سه جزئی حاصل از واکنش تک ظرف

*Melamine*، *pydc.H<sub>2</sub>* و *18C6* با نسبت مولی 1:1:1 شیوه انجام واکنش در شکل 4 نشان داده شده است. واکنش *pydc.H<sub>2</sub>* و *Melamine* 18C6 1:1:1 به تشکیل ترکیب بلوری بی رنگ شد. این ترکیب با پرتو سنجی <sup>1</sup>H <sup>13</sup>CNMR شناسایی شد. ترکیب حاصل دارای نقطه ذوب تیز و متفاوت با مواد اولیه است.

ساختار شیمیایی ترکیب تجمعی با پرتو سنجی NMR شد. مقایسه پرتو <sup>1</sup>H <sup>13</sup>CNMR ترکیب، به وضوح حضور *pydc.H<sub>2</sub>* Mel 18C6 در ترکیب تجمعی نهایی را تایید

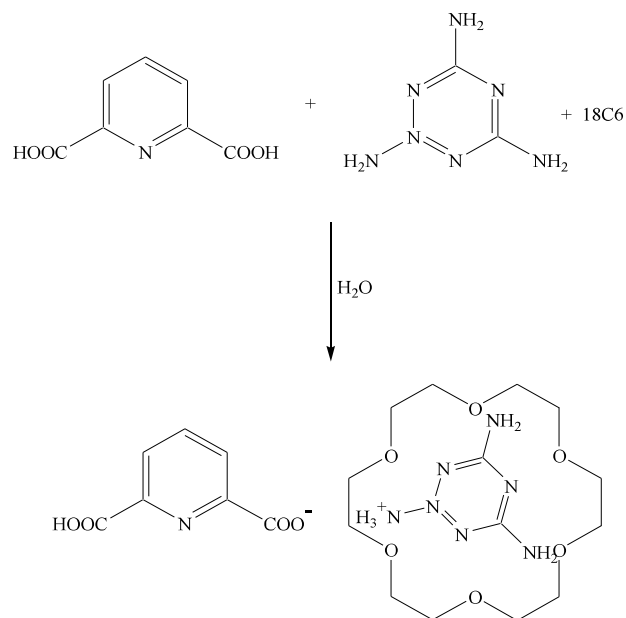


شکل 2 تهیه ترکیب انتقال پروتون  $(GH)_2(pydc)$  و واکنش های آن با 18C6 15C5

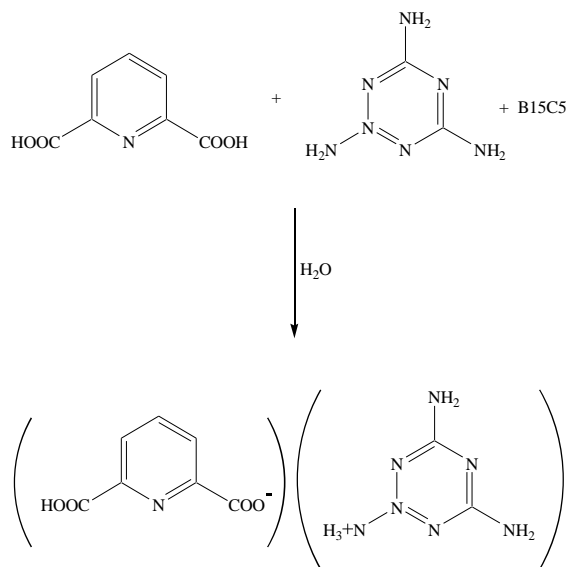


شکل 3 تهیه ترکیب انتقال پروتون  $(melH)(pydcH)$  و واکنش آن با 18C6





شکل 4 ترکیب تجمعی سه جزئی با استفاده از واکنش تک ظرف Mel  $\text{pydc.H}_2$  18C6. 1:1:1



شکل 5 ترکیب تجمعی سه جزئی با استفاده از واکنش تک ظرف Mel  $\text{pydc.H}_2$  B15C5. 1:1:1

## منابع

- [1] a) J. L. Skinner, H. P. Trommsdorff, *J. Chem. Phys.* 1988, 89, 897. b) H. Naundorf, J. A. Organero, A. Douhal, *J. Chem. Phys.* 1999, 10, 11286. c) N. I. Pavlenkov, *J. Chem. Phys.* 2000, 112, 8637.
- [2] F. Fillaux, *Int. Rev. Phys. Chem.* 2000, 19, 553.
- [3] H. H. Limbach, J. Manz, *Ber. Bunsenges Phys. Chem.* 1998, 102, 289.
- [4] a) C. B. Aakeröy, A. M. Beaty, B. A. Helfrich, *Angew. Chem. Int. Ed.* 2001, 40, 3240. b) C. B. Aakeröy, N. Schultheiss, J. Desper, *Org. Lett.*, 2006, 8, 2607-2610.
- [5] D. E. Lynch, G. Smith, K. A. Byriel, C. H. L. Kennard, *Aust. J. Chem.* 1997, 50, 977.
- [6] R. S. Armsrstrong, I. M. Atkinson, E. Carter, B. W. Skelton, P. Turner, G. Wei, A. H. White, L. F. Lindoy, *Special Feature Chem.* 2002, 99, 4987.
- [7] a) A. Bach, C. Tanner, C. Manca, H. M. Frey, S. Leutwyler, *J. Chem. Phys.* 2003, 119, 5933. b) V. S. S. Kumar, A. Nangia, A. K. Katz, H. L. Carrell, *Crystal Growth Design* 2002, 2, 313. c) B. R. Bhogala, A. Namgia, *Crystal Growth Design* 2003, 3, 547.
- [8] G. Smith, U. D. Wermuth, R. C. Bott, J. M. White, A. C. Willis, *Aust. J. Chem.*, 2001, 54, 165.
- [9] D. E. Lynch, G. Smith, K. A. Byriel, C. H. L. Kennard, A. K. Whittaker, *Aust. J. Chem.* 1994, 47, 309.
- [10] M. C. Etter, *J. Phys. Chem.* 1991, 95, 4601.
- [11] K. A. Byriel, C. H. L. Kennard, D. E. Lynch, G. Smith, J. G. Thompson, *Aust. J. Chem.* 1992, 45, 969.
- [12] D. E. Lynch, G. Smith, K. A. Byriel, C. H. L. Kennard, *Acta Crystallogr. Sect. C*, 1992, 48, 533.
- [13] M. C. Etter, G. M. Frankenbach, *Chem. Mater.* 1989, 1, 10.
- [14] G. Smith, J. M. Gentner, D. E. Lynch, K. A. Byriel, C. H. L. Kennard, *Aust. J. Chem.* 1995, 48, 1151.
- [15] C. Foces-Foces, L. Infantes, F. Aguilar-Parrilla, N. S. Golubev, H.-H. Limbach, J. Elguero, *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, 1996, 349.
- [16] D. E. Lynch, G. Smith, K. A. Byriel, C. H. L. Kennard, *Acta Crystallogr. Sect. C*, 1992, 48, 1265.
- [17] D. E. Lynch, G. Smith, K. A. Byriel, C. H. L. Kennard, *Acta Crystallogr. Sect. C*, 1994, 50, 1291.
- [18] D. E. Lynch, G. Smith, K. A. Byriel, C. H. L. Kennard, *Aust. J. Chem.* 1993, 46, 921.
- [19] M. Ranjbar, H. Aghabozorg, A. Moghimi and A. Yanovsky, *Z. Kristallogr., NCS*, 2001, 216, 626-628.
- [20] M. Ranjbar, H. Aghabozorg, A. Moghimi and A. Yanovsky, *Anal. Sci.*, 2001, 17, 1469-1470.
- [21] M. Ranjbar, H. Aghabozorg and A. Moghimi, *Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy*, 2002, 10(2), 198-205.
- [22] M. Ranjbar, A. Moghimi, H. Aghabozorg and G. P. A. Yap, *Anal. Sci.* 2002, 18, 219-220.
- [23] M. Ranjbar, A. Moghimi and H. Aghabozorg, *Acta Cryst.*, 2002, E 58, m304 – m306.
- [24] A. Moghimi, M. Ranjbar, H. Aghabozorg, F. Jalali, M. Shamsipur and R. K. Chadah, *J. Chem. Research(S)*, 2002, 2-4.
- [25] M. Ranjbar, M. Taghavipur, H. Aghabozorg, A. Moghimi, F. Jalali and M. Shamsipur, *Polish J. Chem.*, 2002, 76, 785-794.
- [26] A. Moghimi, M. Ranjbar, H. Aghabozorg, F. Jalali, M. Shamsipur and R. K. Chadah, *J. Chem. Research, (M)*, 2002, 1047-1065.
- [27] A. Moghimi, M. Ranjbar, H. Aghabozog, F. Ja-

- lai, M. Shamsipur, G. A. P. Yap and H. Rahbarnoohi, *J. Mol. Struct.* 2002, 605, 133-149.
- [28] A. Moghimi, M. Ranjbar, H. Aghabozorg, F. Jalali, M. Shamsipur and R. K. Chadha, *Can. J. Chem.*, 2002, 80, 1687-1696.
- [29] M. Ranjbar, A. Moghimi and H. Aghabozorg, *Anal. Sci.*, 2003, 19, 803-804.
- [30] M. Ranjbar, H. Aghabozorg and A. Moghimi, *Z. Kristallogr., NCS* 2003, 218, 75-76.
- [31] M. Ranjbar, H. Aghabozorg and A. Moghimi, *Z. Kristallogr. NCS* 2003, 218, 432-434.
- [32] A. Moghimi, R. Alizadeh, A. Shokrollahi, H. Aghabozorg, M. Shamsipur and A. Shockravi, *Inorg. Chem.*, 2003, 42, 1616-1624.
- [33] M. Ranjbar, H. Aghabozorg and A. Moghimi, *Anal. Sci.*, 2003, 19, x 71-x72.
- [34] A. Moghimi, S. Sheshmani, A. Shokrollahi, H. Aghabozorg, M. Shamsipur, G. Kickelbick, M. C. Aragoni, and V. Lippolis, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 2004, 630, 617-624.
- [35] A. Moghimi, A. Shokrollahi, M. Shamsipur, H. Aghabozorg, M. Ranjbar, *J. Mol. Struct.*, 2004, 701, 49-56.
- [36] A. Moghimi, M. A. Sharif and H. Aghabozorg, *Acta Cryst.*, 2004, E60, o1790-o1792.
- [37] F. Ramezanipour, H. Aghabozorg, S. Sheshmani, A. Moghimi and H. Stoeckli-Evans, *Acta Cryst.*, 2004, E60, m1803-m1805.
- [38] M. Ranjbar and H. Aghabozorg, *Anal. Sci.*, 2004, 20, x153-x154.
- [39] A. Moghimi, S. Sheshmani, A. Shokrollahi, M. Shamsipur, G. Kickelbick and H. Aghabozorg, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 2005, 631, 160-169.
- [40] A. Moghimi, M. A. Sharif, A. Shokrollahi, M. Shamsipur and H. Aghabozorg, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 2005, 631, 902-908.
- [41] H. Aghabozorg, A. Moghimi, F. Manteghi and M. Ranjbar *Z. Anorg Allg. Chem.*, 2005, 631, 909-913.
- [42] J. Soleimannejad, M. Sharif, S. Sheshmani, R. Alizadeh, A. Moghimi and H. Aghabozorg, *Anal. Sci.*, 2005, 21, x49-x50.
- [43] A. Moghimi, H. Aghabozorg, S. Sheshmani and J. Solleimannejad, *Anal. Sci.*, 2005, 21, x71-x72.
- [44] a) H. Aghabozorg, J. Solleimannejad, M. Sharif, S. Sheshmani and A. Moghimi, *Anal. Sci.*, 2005, 21, x73-x74. b) S. Sheshmani, H. Aghabozorg and M. Ghadermazi, *Acta Cryst.* (2007). E63, o2869.
- [45] H. Aghabozorg, P. Dalir Kheirollahi, A. Moghimi and E. Sadr-Khanlou, *Anal. Sci.*, 2005, 21, x79-x80.
- [46] A. Moghimi, H. Aghabozorg, J. Soleimannejad, F. Ramezanipour, *Acta Cryst.*, 2005, E61, o442-o444.
- [47] F. Ramezanipour, H. Aghabozorg and J. Soleimannejad, *Acta Cryst.*, 2005, E61, m1194-m1196.
- [48] A. Moghimi, R. Alizadeh, M.C. Araghoni, V. Lipolis, H. Aghabozorg, P. Norouzi, F. Isaia and S. Sheshmani, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 2005, 631, 1941-1946.
- [49] A. Moghimi, R. Alizadeh, H. Aghabozorg, A. Shockravi, M. Carla Aragoni, F. Demartin, F. Isaia, V. Lippolis, A. Harrison, A. Shokrollahi, M. Shamsipur, *J. Mol. Struct.*, 2005, 750, 166-173.
- [50] F. Ramezanipour, H. Aghabozorg, A. Shokrollahi, M. Shamsipur, H. Stoeckli-Evans, J. Soleimannejad, S. Sheshmani, *J. Mol. Struct.*, 2005, 779, 77-86.
- [51] S. Sheshmani, P. Dalir Kheirollahi, H. Aghabo-

- zorg, A. Shokrollahi, G. Kickelbick, M. Shamsipur, F. Ramezanipour and A. Moghimi, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 2005, 631, 3058-3065.
- [52] A. Moghimi, H. Aghabozorg, S. Sheshmani, G. Kickelbick, and J. Soleimannejad, *Anal. Sci.*, 2005, 21, x141-x142. b) H. Aghabozorg, M. Ghadermazi, S. Sheshmani and J. Attar Gharamaleki, *Acta Cryst.* (2007). E63, o2985-o2986.
- [53] P. Dalir Kheirollahi, H. Aghabozorg, A. Moghimi, *Anal. Sci.*, 2005, 21, x153-x154.
- [54] H. Aghabozorg, A. A. Saie and F. Ramezanipour, *Acta Cryst.*, 2005, E61, o3242-o3244.
- [55] H. Aghabozorg, A. A. Saei and E. Sadr-Khanlou, A. Moghimi, *Anal. Sci.*, 2005, 21, x207-x208.
- [56] H. Aghabozorg, B. Nakhjavan, F. Zabihi, F. Ramezanipour and H. R. Aghabozorg, *Acta Cryst.*, 2005, E61, m2664-m2666.
- [57] H. Aghabozorg, F. Ramezanipour, P. Dalir Kheirollahi, A. A. Saie, A. Shokrollahi, M. Shamsipur, F. Manteghi, J. Soleimannejad and M. Sharif *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 2006, 632, 147-154.
- [58] S. Sheshmani, H. Aghabozorg, F. Mohammad Panah, R. Alizadeh, G. Kickelbick, B. Nakhjavan, A. Moghimi, F. Ramezanipour, and H. R. Aghabozorg, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 2006, 632, 469-474. b) M. A. Sharif, H. Aghabozorg and A. Moghimi, *Acta Cryst.* (2007). E63, m1599-m1601.
- [59] H. Aghabozorg, M. Ghadermazi, F. Ramezanipour, *Acta Cryst.*, 2006, E62, o1143- o1146.
- [60] Z. Aghajani, M. A. Sharif, H. Aghabozorg and A. Naderpour, *Acta Cryst.*, 2006, E62, m830- m832.
- [61] M. A. Sharif, H. Aghabozorg, A. Shokrollahi, G. Kickelbick, A. Moghimi and M. Shamsipur, *Polish J. Chem.*, 2006, 80, 847-863.
- [62] H. Aghabozorg, B. Nakhjavan, M. Ghadermazi, F. Ramezanipour, *Acta Cryst.*, 2006, E62, m1527-m1529.
- [63] H. Aghabozorg, M. Ghadermazi, F. Manteghi, B. Nakhjavan, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 2006, 632, 2058-2064. b) H. Aghabozorg, F. Manteghi, M. Ghadermazi, M. Mirzaei, A.R. Salimi, H. Eshtiagh-Hosseini, *J. Iran. Chem. Soc.*, 2010, 7(2), 500-509. c) H. Aghabozorg, F. Manteghi, S. Sheshmani, *J. Iran. Chem. Soc.*, 2008, 5, 184-227. d) H. Eshtiagh Hosseini, Z. Yousefi, M. Mirzaei, Y. G. Chen, S.A. Beyramabadi, A. Shokrollah, R. Aghaei, *J. Mol. Struct.* 2010, 973, 1 8. e) H. Eshtiagh-Hosseini, H. Aghabozorg, M. Mirzaei, *Acta Cryst.* 2010, E66, m882 m882.
- [64] A. Moghimi, V. Lippolis, H. Aghabozorg, A. Shokrollahi, M. Shamsipur, S. Sheshmani and A. J. Blake, *Polish J. Chem.*, 2006, 80, 1385-1396. b) H. Aghabozorg, F. Mahfoozi, M. A. Sharif, A. Shokrollahi, S. Derki, M. Shamsipur and H. R. Khavasi, *J. Iran. Chem. Soc.* (2010). 7(3) 727-739.
- [65] A. Moghimi, S. M. Moosavi, D. Kordestani, B. Maddah, M. Shamsipur, H. Aghabozorg, F. Ramezanipour and G. Kickelbick, *J. Mol. Struct.*, 2007, 828, 38-45.
- [66] H. Aghabozorg, M. Ghadermazi, J. Attar Gharamaleki, *Acta Cryst.*, 2006, E62, o3174-o3176.
- [67] H. Aghabozorg, M. Ghadermazi and S. Sheshmani, *Acta Cryst.*, 2006. E62, o3287- o3289.
- [68] H. Aghabozorg, M. Ghadermazi and J. Attar Gharamaleki, *Acta Cryst.*, 2006. E62, o3445- o3447.
- [69] H. Aghabozorg, Z. Aghajani and M. A. Sharif, *Acta Cryst.*, 2006, E62, m1930- m1932.
- [70] H. Aghabozorg, F. Zabihi, M. Ghadermazi, J.

- (2009). 6(1), 55-70. h) Z. Aghajani, H. Aghabozorg, E. Sadr-Khanlou, A. Shokrollahi, S. Derki and M. Shamsipur, J. Iran. Chem. Soc., (2009). 6(2), 373-385.
- [79] H. Aghabozorg, M. Ghadermazi and S. Sheshmani, Anal. Sci., 2006, E62, o3287-o3289.
- [80] H. Aghabozorg, M. Ghadermazi and, S. Sheshmani, Anal. Sci., 2006, 22, x231-x232. b) H. Aghabozorg, S. Omidvar, M. Mirzaei and B. Notash, Acta Cryst. (2011). E67, m335-m336. c) H. Pasdar, S. Heidari, H. Aghabozorg and B. Notash, Acta Cryst. (2010). E66, m1581. d) H. Pasdar, S. Shakiba, H. Aghabozorg and B. Notash, Acta Cryst. (2011). E67, m587. e) H. Pasdar, S. Sadat Kashani, H. Aghabozorg and B. Notash, Acta Cryst. (2011). E67, m193-m194.
- [81] C.J. Pedersen, J. Am. Chem. Soc. 89 (1967) 2415.
- [82] C.J. Pedersen, J. Am. Chem. Soc. 89 (1967) 7017.
- [83] Y.S. Jane, J.S. Shih, Analyst 120 (1995) 317.
- [84] J. Strzelbicki, R.A. Bartsch, Anal. Chem. 53 (1981) 2247.
- [85] H.C. Sheu, J.S. Shih, Anal. Chim. Acta 324 (1996) 125.
- [86] H. Tsukube, J. Chem. Soc., Chem. Commun. (1984) 1961.
- [87] W.R. Jones, P. Jandik, J. Chromatogr. 546 (1990) 281.
- [88] C. Francois, P. Morin, M. Dreux, J. Chromatogr. A 706 (1995) 535.
- [89] Y. Shi, J.S. Fritz, J. Chromatogr. A 671 (1994) 429.
- [90] K. Fukushi, K. Hiroyuki, J. Chromatogr. 523 (1991) Attar Gharamaleki and S. Sheshmani, Acta Cryst., 2006. E62, m2091-m2093.
- [71] S. Sheshmani, M. Ghadermazi and H. Aghabozorg, Acta Cryst., 2006. E62, o3620-o3622.
- [72] H. Aghabozorg, P. Ghasemikhah, J. Soleimannejad, M. Ghadermazi and J. Attar Gharamaleki, Acta Cryst., 2006, E62, 2266-2268. b) H. Aghabozorg, J. Attar Gharamaleki, S. Daneshvar, M. Ghadermazi, H. R. Khavasi, Acta Cryst. 2008, E64, m187-m188.
- [73] H. Aghabozorg, P. Ghasemikhah, M. Ghadermazi, J. Attar Gharamaleki and S. Sheshmani, Acta Cryst., 2006, E62, 2269-2271.
- [74] H. Aghabozorg, M. Ghadermazi, S. Sheshmani and B. Nakhjavan, Acta Cryst., 2006, E62, m2371-m2373.
- [75] H. Aghabozorg, F. Mohamadpanah and E. Sadr-Khanlou, Acta Cryst., 2006, E62, m2509-m2511.
- [76] a) H. Aghabozorg, M. Ghadermazi and A. Nemati, Anal. Sci., 2006, 22, x233-x234.
- [77] H. Aghabozorg, M. Ghadermazi and E. Sadr-Khanlou, Anal. Sci., 2006, 22, x253-x254.
- [78] a) H. Aghabozorg, M. Ghadermazi and E. Sadr-Khanlou, Anal. Sci., 2006, 22, x255-x256. b) H. Aghabozorg and E. Sadr-Khanlou, Acta Cryst. (2007). E63, m1753. c) H. Aghabozorg, E. Sadr-Khanlou, J. Soleimannejad and H. Adams, Acta Cryst. (2007). E63, m1760. d) H. Aghabozorg, E. Sadr-Khanlou, J. Soleimannejad and H. Adams, Acta Cryst. (2007). E63, m1769. e) H. Aghabozorg, F. Mohamad Panah and E. Sadr-Khanlou, Anal. Sci., 2007, 23, x139-x140. f) H. Aghabozorg and E. Sadr-Khanlou, Cryst. Res. Technol, 2008, 43(3), 327-332. g) H. Aghabozorg, E. Sadr-Khanlou, A. Shokrollahi, M. Ghaedi and M. Shamsipur, J. Iran. Chem. Soc.,

445.

[91] R. Kuhn, C. Steinmetz, T. Bereuter, P. Haas, F. Erni, J. Chromatogr. A 666 (1991) 367.

[92] Chyow-San Chiou, Jeng-Shong Shih, *Analytica Chimica Acta* 360 (1998) 69-76.

[93] a) D. E. Lynch, L. C. Thomas, G. Smith, K. A.

Byriel, C. H. L. Kennard, *Aust. J. Chem.*, 1998, 51, 867. b) G. Smith, J. M. White, *Aust. J. Chem.*, 2001, 54, 97.

[94] D. H. Williams, I. Fleming, *Spectroscopic Methods in Organic Chemistry*, 5th ed., McGraw-hill, London, 1995.

## Three-component inclusion compound involving crown ethers

Abolghasem Moghimi<sup>\*1</sup>, Hossein Aghabozorg<sup>2</sup>, Mojgan Fallah<sup>3</sup>, Shabnam Sheshmani<sup>4</sup>  
and Mehrdad Mahmoodi<sup>1</sup>

1- Department of Chemistry, Imam Hossein University, Tehran, Iran.

2- Department of Chemistry, Teacher Training University, Tehran, Iran.

3- Department of Chemistry, Islamic Azad University, North Branch, Tehran, Iran.

4- Department of Chemistry, Islamic Azad University, Shahr-e-rey Branch, Tehran, Iran.

Received: March 2011, Revised: July 2011, Accepted: August 2011

**Abstract:** The inclusion phenomena between three proton transfer compounds (pydaH<sub>2</sub>)(pydc), (GH)<sub>2</sub>(pydc) and (melH)(pydcH) where pydc.H<sub>2</sub> = pyridine-2,6-dicarboxylic acid (dipicolinic acid), pyda = pyridine-2,6-diamine, G = guanidine, and mel = 2,4,6-triamino-1,3,5-triazine, and crown ethers were investigated. Among the considerable number of complexation reactions performed with 18-crown-6 (18C6), 30-crown-10, (30C10), and benzo-15-crown-5, (B15C5), a few cases resulted in the formation of new inclusion compounds. These novel compounds were characterized by IR and <sup>1</sup>H and <sup>13</sup>C NMR spectroscopy. In order to evaluate the possibility of one-pot synthesis of these inclusion compounds, a series of simultaneous proton transfer and complexation process were experienced for the three component system containing pydc.H<sub>2</sub>, mel, and 18C6 (or B15C5). It was found that the inclusion compound (pydc.H<sub>2</sub>)(mel)(18C6) is formed while (pydc.H<sub>2</sub>)(mel) precipitate when B15C5 is used.

**Keywords:** Inclusion compound; Proton transfer compound; Crown ether; Pyridine-2,6-dicarboxylic acid; Pyridine-2,6-diamine; Guanidine.