

33696

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ * FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA ANABİLİM DALI

KİMYA PROGRAMI

BAZI BİHETEROARİL BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ

VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Şule BAHÇECİ

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde

"Doktor"

Ünvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir

T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ

Tezin Enstitüye Verildiği Tarihi :06.04.1994

Tezin Sözlü Savunma Tarihi :29.06.1994

Tezin Danışmanı : Prof. Dr. Aysun İKİZLER

A. İkizler

Jüri Üyesi : Prof.Dr. Mustafa TOPRAK

M. Toprak

Jüri Üyesi : Y.Doç.Dr. Nurettin YAYLI

N. Yaylı

Enstitü Müdürü : Prof. Dr. Temel SAVAŞKAN

T. Savaşkan

Nisan - 1994

TRABZON

ÖNSÖZ

Bu tez çalışması, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı Doktora Programında yapılmıştır.

Çalışmada, 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on ve 4-amino-4H-1,2,4-triazol bileşiklerinin bazı reaksiyonlarının incelenmesi amaçlanmış olup, üzerinde çalışılan reaksiyonlar ile, N,N'-bağlı biheteroaril sistemlerinin sentezi için genel yöntem niteliğinde 7 yeni metod oluşturulmuş ve bu yöntemler için reaksiyon mekanizmaları önerilmiştir. Çalışmada sentezlenen 46 yeni bileşiğin yapıları çeşitli spektroskopik yöntemler kullanılarak aydınlatılmış, özellikleri incelenmiştir.

Tez çalışmamı yöneten ve çalışmalarım boyunca yakın ilgi ve desteğini gördüğüm Sayın Hocam, Kimya Bölüm Başkanı Prof. Dr. Aysun İKİZLER'e ve çalışmalarım sırasında yardım ve teşviklerini gördüğüm, değerli bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım Sayın Hocam, Eğitim Fakültesi Dekanı Prof. Dr. Aykut İKİZLER'e en derin saygı ve şükranlarımı sunmayı bir borç bilirim.

Çalışmaya sağladıkları maddi destekten dolayı K.T.Ü. Araştırma Fonu yönetici ve ilgililerine, NMR spektrumlarının alınmasında ve tez yazımının büyük bir titizlikle gerçekleştirilmesinde samimi yardım ve desteğinden dolayı Yrd. Doç. Dr. Haydar YÜKSEK'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

NİSAN - 1994

Şule BAHÇECİ

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖNSÖZ	II
ÖZET	VI
SUMMARY	VII
TABLO LİSTESİ	VIII
SPEKTRUM LİSTESİ	X
1. GİRİŞ	1
Tablo 1. Formüller Tablosu	1
2. GENEL BİLGİLER	10
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	25
3. 1. 3-Metil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H- 1,2,4-triazol-5-on (37)	26
3. 2. 3-n-Propil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro- 1H-1,2,4-triazol-5-on (38)	27
3. 3. 3-Benzil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H- 1,2,4-triazol-5-on (39)	27
3. 4. 3-Fenil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H- 1,2,4-triazol-5-on (40)	28
3. 5. 3-p-Tolil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H- 1,2,4-triazol-5-on (41)	28
3. 6. N-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-maleik asid mono- amid (43)	29
3. 7. N-(3-n-Propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-maleik asid monoamid (44)	29
3. 8. N-(3-p-Klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-maleik asid monoamid (45)	29
3. 9. 3-Metil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro- 1H-1,2,4-triazol-5-on (47)	30

3.10. 3-Etil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (48)	30
3.11. 3-n-Propil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (49)	31
3.12. 3-Benzil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (50)	31
3.13. 3-p-Klorobenzil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (51)	32
3.14. 3-Fenil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (52)	32
3.15. N-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-2-metil-maleik asid monoamid (54)	33
3.16. 3-Metil-4-(piperidin-2,6-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (56)	33
3.17. 3-Benzil-4-(piperidin-2,6-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (57)	33
3.18. 3-p-Klorobenzil-4-(piperidin-2,6-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (58)	34
3.19. N-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-glutarik asid monoamid (60)	34
3.20. N-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-glutarik asid monoamid (61)	35
3.21. N-(3-p-Klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-glutarik asid monoamid (62)	35
3.22. 3-Metil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (64)	36
3.23. 3-Etil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (65)	36
3.24. 3-n-Propil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (66)	36
3.25. 3-Benzil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (67)	37
3.26. 3-p-Klorobenzil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (68)	37
3.27. 3-Fenil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (69)	38
3.28. 3-p-Tolil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (70)	38

3.29. 3-Metil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (73)	39
3.30. 3-Etil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (74)	39
3.31. 3-n-Propil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (75)	40
3.32. 3-Benzil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (76)	40
3.33. 3-p-Klorobenzil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (77)	40
3.34. 3-Fenil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (78)	41
3.35. 3-p-Tolil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (79)	41
3.36. 3,5-Dietil-4-suksinimido-4H-1,2,4-triazol (81)	42
3.37. N-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-suksinik asid monoamid (83) ...	42
3.38. N-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-suksinik asid monoamid (84) ..	42
3.39. N-(4H-1,2,4-triazol-4-il)-ftalik asid monoamid (86)	43
3.40. N-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-ftalik asid monoamid (87)	43
3.41. 4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4H-1,2,4-triazol (89)	44
3.42. N-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahidroftalik asid monoamid (91)	44
3.43. N-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahidroftalik asid monoamid (92)	44
3.44. N-(4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-hekzahidroftalik asid monoamid (94) ..	45
3.45. N-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-hekzahidroftalik asid monoamid (95)	45
3.46. N-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-hekzahidroftalik asid monoamid (96)	46
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	47
5. KAYNAKLAR	72
6. EKLER	77
ÖZGEÇMİŞ	238

ÖZET

Bu çalışmada, literatürde kayıtlı çeşitli 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on ve 3,5-dialkil-4-amino-4H-1,2,4-triazol bileşikleri sentezlenerek bu bileşiklerin bazı reaksiyonları incelenmiştir. Bu amaçla, bu bileşiklerin maleik anhidrid, sitrakonik anhidrid, glutarik anhidrid, cis-1,2,3,6-tetrahidroftalik anhidrid, cis-hekzahidroftalik anhidrid, suksinik anhidrid, ftalik anhidrid ile reaksiyonları incelenmiş ve N,N'-bağlı biheteroaril sistemleri elde edilmiştir. Çalışmada, 46 yeni bileşiğin sentezi gerçekleştirilmiş ve bu yeni bileşikler içinde yer alan N,N'-bağlı biheteroaril sistemlerinin sentezi için genel yöntem niteliğinde 7 yeni metod oluşturulmuştur.

Çalışmada elde edilen yeni bileşiklerin yapı aydınlatılmaları için mikroanaliz, IR, ^1H NMR, ^{13}C NMR ve UV spektroskopisi yöntemleri kullanılmıştır. Halkalı bileşiklerin ^1H NMR spektrumları asidik ve nötral çözücülerde alınmış olup, kimyasal kayma değerlerindeki farklılıkların açıklanması yapılmıştır. Elde edilen yeni bileşiklerin bazı fiziksel özellikleri incelenmiştir. Ayrıca, çalışmada oluşturulan yeni ve genel nitelikteki yöntemler için reaksiyon mekanizmaları önerilmiş, reaksiyon süreleri, reaksiyon verimleri ve ilgili diğer hususlar tartışılmıştır.

Anahtar kelimeler: 1,2,4-triazol, 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on, karboksilli asit anhidridleri.

SUMMARY

In this study, various known 3-alkyl(aryl)-4-amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones and 3,5-dialkyl-4-amino-4H-1,2,4-triazole compounds were synthesized and some reactions of these compounds were studied. Thus, the reactions of these compounds with maleic anhydride, citraconic anhydride, glutaric anhydride, cis-1,2,3,6-tetrahydrophthalic anhydride, cis-hexahydrophthalic anhydride, succinic anhydride and phthalic anhydride were studied and N,N'-linked biheteroaryl systems were obtained. In the study, new 46 compounds were synthesized, and 7 new and general methods were established for the N,N'-linked biheteroaryl systems.

In order to identify the new compounds synthesized in the study, combustion analyses and spectroscopic methods including IR, ^1H NMR, ^{13}C NMR and UV were used. The ^1H NMR spectra of new heterocyclic compounds were taken in acidic and neutral solvents, and the observed differences between the chemical shifts values were interpreted. Moreover, some physical properties of the new compounds obtained in the study were determined. Furthermore, the reaction mechanisms were proposed for the new and general methods established in the study. Reaction times, reaction yields and related subjects were also discussed.

Keywords: 1,2,4-triazole, 4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one, carboxylic acid anhydrides.

TABLO LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 1. Formüller Tablosu	1
Tablo 2. 36 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	47
Tablo 3. 42 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	47
Tablo 4. 46 ve 53 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	48
Tablo 5. 55 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	48
Tablo 6. 59 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	48
Tablo 7. 63 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	49
Tablo 8. 72 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	49
Tablo 9. 80 ve 82 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	49
Tablo 10. 85 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	50
Tablo 11. 88 ve 90 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	50
Tablo 12. 93 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	50
Tablo 13. 36 ve 42 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	51
Tablo 14. 46 ve 53 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	51
Tablo 15. 55 ve 59 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	52
Tablo 16. 63 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	52
Tablo 17. 72 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	53
Tablo 18. 80, 82, 85, 88, 90 ve 93 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri ...	53
Tablo 19. 36 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6)	54
Tablo 20. 42 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6)	55
Tablo 21. 46 ve 53 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6)	55
Tablo 22. 55 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6)	55
Tablo 23. 59 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6)	56
Tablo 24. 63 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6)	56
Tablo 25. 72 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6)	57
Tablo 26. 80 ve 82 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6)	57
Tablo 27. 85 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6)	57
Tablo 28. 88 ve 90 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6)	58
Tablo 29. 93 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6)	58
Tablo 30. 36 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA)	58

Tablo 31.	42 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA)	59
Tablo 32.	46 ve 53 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA)	59
Tablo 33.	55 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA)	60
Tablo 34.	59 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA)	60
Tablo 35.	63 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA)	61
Tablo 36.	72 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA)	61
Tablo 37.	80 ve 82 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA)	62
Tablo 38.	85 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA)	62
Tablo 39.	88 ve 90 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA)	62
Tablo 40.	93 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA)	63
Tablo 41.	36 ve 42 Tipi Bazı Yeni Bileşiklerin ^{13}C NMR Verileri	63
Tablo 42.	72 Tipi Yeni Bileşiklerin ^{13}C NMR Verileri	64
Tablo 43.	36 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO- d_6).....	65
Tablo 44.	42 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO- d_6)	66
Tablo 45.	46 ve 53 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO- d_6)	66
Tablo 46.	55 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO- d_6).....	67
Tablo 47.	59 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO- d_6).....	67
Tablo 48.	63 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO- d_6).....	67
Tablo 49.	72 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO- d_6).....	68
Tablo 50.	80 ve 82 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO- d_6)	69
Tablo 51.	85 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO- d_6).....	69
Tablo 52.	88 ve 90 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO- d_6)	70
Tablo 53.	93 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO- d_6).....	70

SPEKTRUM LİSTESİ

Sayfa No

Ek Spektrum 1.	37 Bileşiğinin IR Spektrumu	78
Ek Spektrum 2.	37 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu ..	79
Ek Spektrum 3.	37 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	80
Ek Spektrum 4.	38 Bileşiğinin IR Spektrumu	81
Ek Spektrum 5.	38 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu ..	82
Ek Spektrum 6.	38 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	83
Ek Spektrum 7.	39 Bileşiğinin IR Spektrumu	84
Ek Spektrum 8.	39 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	85
Ek Spektrum 9.	39 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	86
Ek Spektrum 10.	39 Bileşiğinin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu .	87
Ek Spektrum 11.	40 Bileşiğinin IR Spektrumu	88
Ek Spektrum 12.	40 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	89
Ek Spektrum 13.	40 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	90
Ek Spektrum 14.	40 Bileşiğinin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu .	91
Ek Spektrum 15.	41 Bileşiğinin IR Spektrumu	92
Ek Spektrum 16.	41 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	93
Ek Spektrum 17.	41 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	94
Ek Spektrum 18.	41 Bileşiğinin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu .	95
Ek Spektrum 19.	43 Bileşiğinin IR Spektrumu	96
Ek Spektrum 20.	43 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	97
Ek Spektrum 21.	43 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	98
Ek Spektrum 22.	44 Bileşiğinin IR Spektrumu	99
Ek Spektrum 23.	44 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	100
Ek Spektrum 24.	44 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	101
Ek Spektrum 25.	44 Bileşiğinin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu .	102
Ek Spektrum 26.	45 Bileşiğinin IR Spektrumu	103
Ek Spektrum 27.	45 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	104
Ek Spektrum 28.	45 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	105
Ek Spektrum 29.	47 Bileşiğinin IR Spektrumu	106
Ek Spektrum 30.	47 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	107
Ek Spektrum 31.	47 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	108
Ek Spektrum 32.	48 Bileşiğinin IR Spektrumu	109
Ek Spektrum 33.	48 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	110

Ek Spektrum 34.	48 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	111
Ek Spektrum 35.	49 Bileşiğinin IR Spektrumu	112
Ek Spektrum 36.	49 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	113
Ek Spektrum 37.	49 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	114
Ek Spektrum 38.	50 Bileşiğinin IR Spektrumu	115
Ek Spektrum 39.	50 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	116
Ek Spektrum 40.	50 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	117
Ek Spektrum 41.	51 Bileşiğinin IR Spektrumu	118
Ek Spektrum 42.	51 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	119
Ek Spektrum 43.	51 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	120
Ek Spektrum 44.	52 Bileşiğinin IR Spektrumu	121
Ek Spektrum 45.	52 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	122
Ek Spektrum 46.	52 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	123
Ek Spektrum 47.	54 Bileşiğinin IR Spektrumu	124
Ek Spektrum 48.	54 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	125
Ek Spektrum 49.	54 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	126
Ek Spektrum 50.	56 Bileşiğinin IR Spektrumu	127
Ek Spektrum 51.	56 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	128
Ek Spektrum 52.	56 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	129
Ek Spektrum 53.	57 Bileşiğinin IR Spektrumu	130
Ek Spektrum 54.	57 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	131
Ek Spektrum 55.	57 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	132
Ek Spektrum 56.	58 Bileşiğinin IR Spektrumu	133
Ek Spektrum 57.	58 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	134
Ek Spektrum 58.	58 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	135
Ek Spektrum 59.	60 Bileşiğinin IR Spektrumu	136
Ek Spektrum 60.	60 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	137
Ek Spektrum 61.	60 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	138
Ek Spektrum 62.	61 Bileşiğinin IR Spektrumu	139
Ek Spektrum 63.	61 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	140
Ek Spektrum 64.	61 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	141
Ek Spektrum 65.	62 Bileşiğinin IR Spektrumu	142
Ek Spektrum 66.	62 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	143
Ek Spektrum 67.	62 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	144
Ek Spektrum 68.	64 Bileşiğinin IR Spektrumu	145
Ek Spektrum 69.	64 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	146
Ek Spektrum 70.	64 Bileşiğinin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	147
Ek Spektrum 71.	65 Bileşiğinin IR Spektrumu	148

Ek Spektrum 72.	65 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	149
Ek Spektrum 73.	65 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	150
Ek Spektrum 74.	66 Bileşiminin IR Spektrumu	151
Ek Spektrum 75.	66 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	152
Ek Spektrum 76.	66 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	153
Ek Spektrum 77.	67 Bileşiminin IR Spektrumu	154
Ek Spektrum 78.	67 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	155
Ek Spektrum 79.	67 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	156
Ek Spektrum 80.	68 Bileşiminin IR Spektrumu	157
Ek Spektrum 81.	68 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	158
Ek Spektrum 82.	68 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	159
Ek Spektrum 83.	69 Bileşiminin IR Spektrumu	160
Ek Spektrum 84.	69 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	161
Ek Spektrum 85.	69 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	162
Ek Spektrum 86.	70 Bileşiminin IR Spektrumu	163
Ek Spektrum 87.	70 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	164
Ek Spektrum 88.	70 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	165
Ek Spektrum 89.	73 Bileşiminin IR Spektrumu	166
Ek Spektrum 90.	73 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	167
Ek Spektrum 91.	73 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	168
Ek Spektrum 92.	73 Bileşiminin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu .	169
Ek Spektrum 93.	74 Bileşiminin IR Spektrumu	170
Ek Spektrum 94.	74 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	171
Ek Spektrum 95.	74 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	172
Ek Spektrum 96.	74 Bileşiminin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu .	173
Ek Spektrum 97.	75 Bileşiminin IR Spektrumu	174
Ek Spektrum 98.	75 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	175
Ek Spektrum 99.	75 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	176
Ek Spektrum 100.	75 Bileşiminin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu .	177
Ek Spektrum 101.	76 Bileşiminin IR Spektrumu	178
Ek Spektrum 102.	76 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	179
Ek Spektrum 103.	76 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	180
Ek Spektrum 104.	76 Bileşiminin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu .	181
Ek Spektrum 105.	77 Bileşiminin IR Spektrumu	182
Ek Spektrum 106.	77 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	183
Ek Spektrum 107.	77 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	184
Ek Spektrum 108.	78 Bileşiminin IR Spektrumu	185
Ek Spektrum 109.	78 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	186

Ek Spektrum 110. 78 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	187
Ek Spektrum 111. 78 Bileşiminin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu .	188
Ek Spektrum 112. 79 Bileşiminin IR Spektrumu	189
Ek Spektrum 113. 79 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	190
Ek Spektrum 114. 79 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	191
Ek Spektrum 115. 79 Bileşiminin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu .	192
Ek Spektrum 116. 81 Bileşiminin IR Spektrumu	193
Ek Spektrum 117. 81 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	194
Ek Spektrum 118. 81 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	195
Ek Spektrum 119. 83 Bileşiminin IR Spektrumu	196
Ek Spektrum 120. 83 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	197
Ek Spektrum 121. 83 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	198
Ek Spektrum 122. 84 Bileşiminin IR Spektrumu	199
Ek Spektrum 123. 84 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	200
Ek Spektrum 124. 84 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	201
Ek Spektrum 125. 86 Bileşiminin IR Spektrumu	202
Ek Spektrum 126. 86 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	203
Ek Spektrum 127. 86 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	204
Ek Spektrum 128. 87 Bileşiminin IR Spektrumu	205
Ek Spektrum 129. 87 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	206
Ek Spektrum 130. 87 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	207
Ek Spektrum 131. 89 Bileşiminin IR Spektrumu	208
Ek Spektrum 132. 89 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	209
Ek Spektrum 133. 89 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	210
Ek Spektrum 134. 91 Bileşiminin IR Spektrumu	211
Ek Spektrum 135. 91 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	212
Ek Spektrum 136. 91 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	213
Ek Spektrum 137. 92 Bileşiminin IR Spektrumu	214
Ek Spektrum 138. 92 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	215
Ek Spektrum 139. 92 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	216
Ek Spektrum 140. 94 Bileşiminin IR Spektrumu	217
Ek Spektrum 141. 94 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	218
Ek Spektrum 142. 94 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	219
Ek Spektrum 143. 95 Bileşiminin IR Spektrumu	220
Ek Spektrum 144. 95 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	221
Ek Spektrum 145. 95 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu	222
Ek Spektrum 146. 96 Bileşiminin IR Spektrumu	223
Ek Spektrum 147. 96 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu...	224

Ek Spektrum 148. 96 Bileşiminin ¹ H NMR (TFA) Spektrumu	225
Ek Spektrum 149. 37 Bileşiminin UV Spektrumu	226
Ek Spektrum 150. 38 Bileşiminin UV Spektrumu	226
Ek Spektrum 151. 39 Bileşiminin UV Spektrumu	226
Ek Spektrum 152. 40 Bileşiminin UV Spektrumu	226
Ek Spektrum 153. 41 Bileşiminin UV Spektrumu	227
Ek Spektrum 154. 43 Bileşiminin UV Spektrumu	227
Ek Spektrum 155. 44 Bileşiminin UV Spektrumu	227
Ek Spektrum 156. 45 Bileşiminin UV Spektrumu	227
Ek Spektrum 157. 47 Bileşiminin UV Spektrumu	228
Ek Spektrum 158. 48 Bileşiminin UV Spektrumu	228
Ek Spektrum 159. 49 Bileşiminin UV Spektrumu	228
Ek Spektrum 160. 50 Bileşiminin UV Spektrumu	228
Ek Spektrum 161. 51 Bileşiminin UV Spektrumu	229
Ek Spektrum 162. 52 Bileşiminin UV Spektrumu	229
Ek Spektrum 163. 54 Bileşiminin UV Spektrumu	229
Ek Spektrum 164. 56 Bileşiminin UV Spektrumu	229
Ek Spektrum 165. 57 Bileşiminin UV Spektrumu	230
Ek Spektrum 166. 58 Bileşiminin UV Spektrumu	230
Ek Spektrum 167. 60 Bileşiminin UV Spektrumu	230
Ek Spektrum 168. 61 Bileşiminin UV Spektrumu	230
Ek Spektrum 169. 62 Bileşiminin UV Spektrumu	231
Ek Spektrum 170. 64 Bileşiminin UV Spektrumu	231
Ek Spektrum 171. 65 Bileşiminin UV Spektrumu	231
Ek Spektrum 172. 66 Bileşiminin UV Spektrumu	231
Ek Spektrum 173. 67 Bileşiminin UV Spektrumu	232
Ek Spektrum 174. 68 Bileşiminin UV Spektrumu	232
Ek Spektrum 175. 69 Bileşiminin UV Spektrumu	232
Ek Spektrum 176. 70 Bileşiminin UV Spektrumu	232
Ek Spektrum 177. 73 Bileşiminin UV Spektrumu	233
Ek Spektrum 178. 74 Bileşiminin UV Spektrumu	233
Ek Spektrum 179. 75 Bileşiminin UV Spektrumu	233
Ek Spektrum 180. 76 Bileşiminin UV Spektrumu	233
Ek Spektrum 181. 77 Bileşiminin UV Spektrumu	234
Ek Spektrum 182. 78 Bileşiminin UV Spektrumu	234
Ek Spektrum 183. 79 Bileşiminin UV Spektrumu	234
Ek Spektrum 184. 81 Bileşiminin UV Spektrumu	234
Ek Spektrum 185. 83 Bileşiminin UV Spektrumu	235

Ek Spektrum 186. 84 Bileşiminin UV Spektrumu	235
Ek Spektrum 187. 86 Bileşiminin UV Spektrumu	235
Ek Spektrum 188. 87 Bileşiminin UV Spektrumu	235
Ek Spektrum 189. 89 Bileşiminin UV Spektrumu	236
Ek Spektrum 190. 91 Bileşiminin UV Spektrumu	236
Ek Spektrum 191. 92 Bileşiminin UV Spektrumu	236
Ek Spektrum 192. 94 Bileşiminin UV Spektrumu	236
Ek Spektrum 193. 95 Bileşiminin UV Spektrumu	237
Ek Spektrum 194. 96 Bileşiminin UV Spektrumu	237

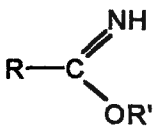


1. GİRİŞ

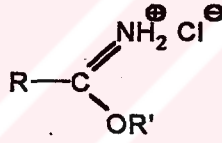
"Bazı Biheteroaril Bileşiklerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi" başlıklı bu çalışmada, önce, çalışma için gerekli ve literatürde kayıtlı 23 bileşiğin sentezi gerçekleştirilmiştir. Bundan sonra, 14 farklı genel formül ile gösterilebilen 46 yeni bileşiğin sentezi yapılmıştır. Böylece, N,N'-bağlı biheteroaril sistemlerinin sentezi için 7 yeni ve genel yöntem oluşturulmuştur.

Çalışmada elde edilen bileşiklerin ve ilgili diğer bileşiklerin formülleri "Formüller Tablosu" başlığı altında aşağıda gösterilmiştir.

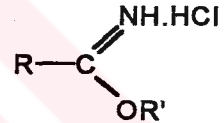
Tablo 1. FORMÜLLER TABLOSU



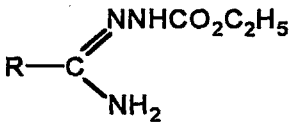
1



veya



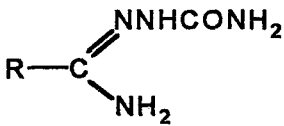
2



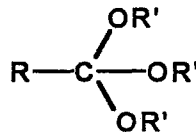
3

R' = C₂H₅
2a: R = CH₃
2b: R = C₂H₅
2c: R = C₃H₇

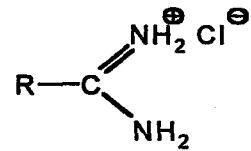
2d: R = CH₂C₆H₅
2e: R = CH₂C₆H₄.Cl (-p)
2f: R = C₆H₅
2g: R = C₆H₄.CH₃ (-p)



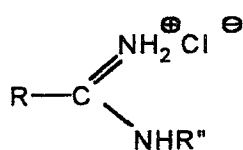
4



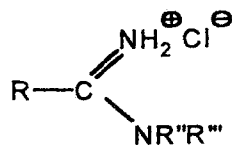
5



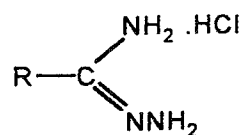
6



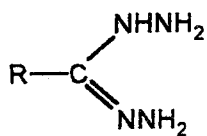
7



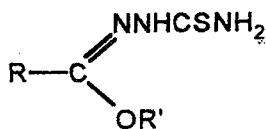
8



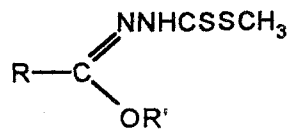
9



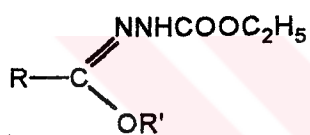
10



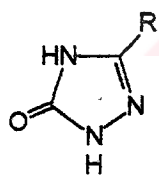
11



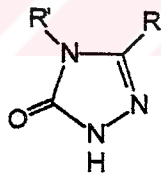
12



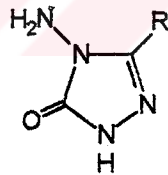
13

R' = C₂H₅13a: R = CH₃13b: R = C₂H₅13c: R = C₃H₇13d: R = CH₂C₆H₅13e: R = CH₂C₆H₄.Cl (-p)13f: R = C₆H₅13g: R = C₆H₄.CH₃ (-p)

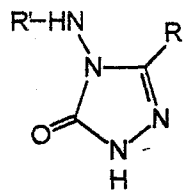
14



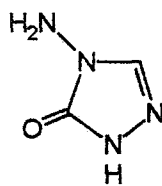
15



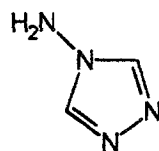
16

16a: R = CH₃16b: R = C₂H₅16c: R = C₃H₇16d: R = CH₂C₆H₅16e: R = CH₂C₆H₄.Cl (-p)16f: R = C₆H₅16g: R = C₆H₄.CH₃ (-p)

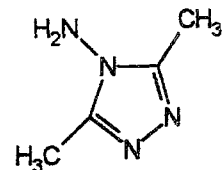
17



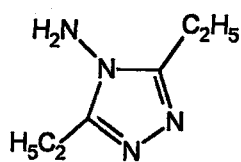
18



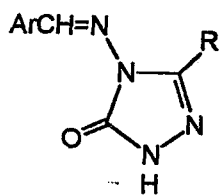
19



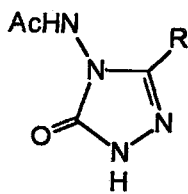
20



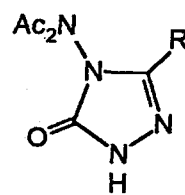
21



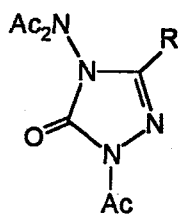
22



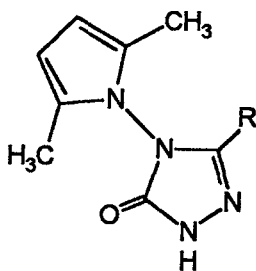
23



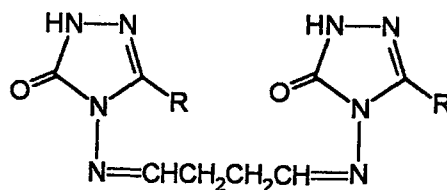
24



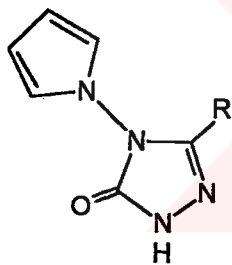
25



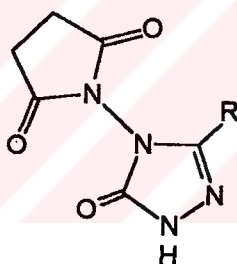
26



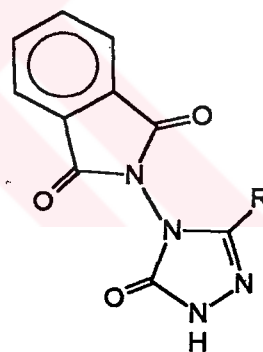
27



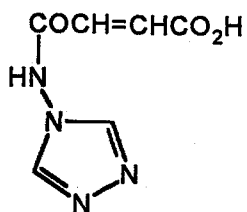
28



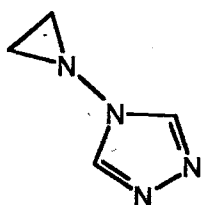
29



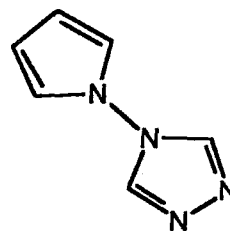
30



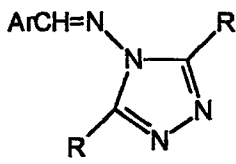
31



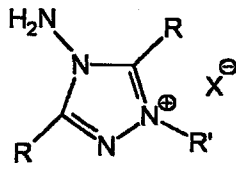
32



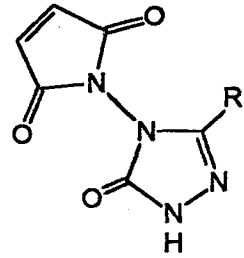
33



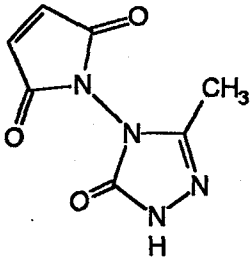
34



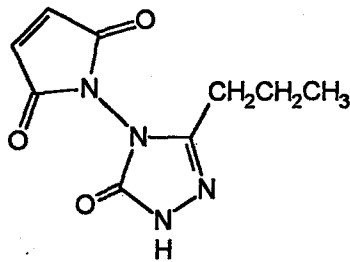
35



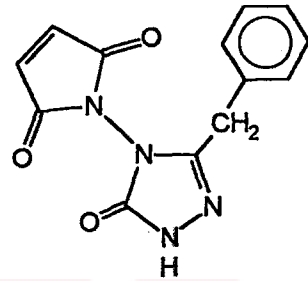
36



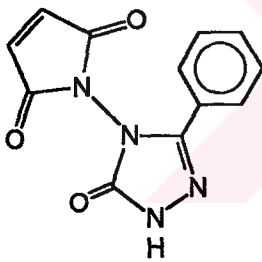
37



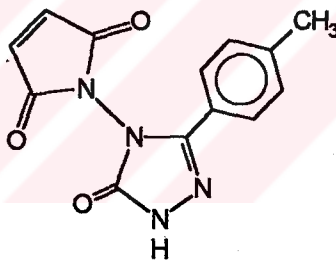
38



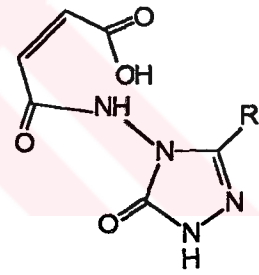
39



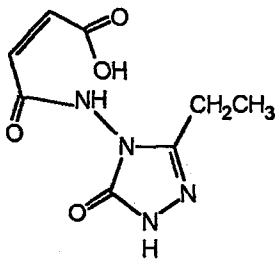
40



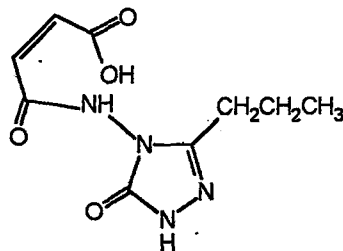
41



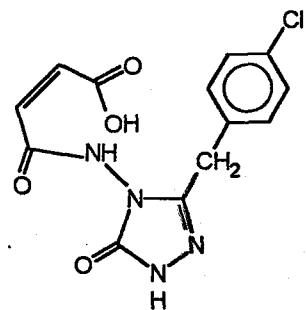
42



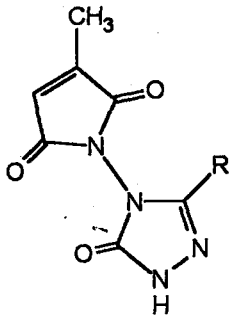
43



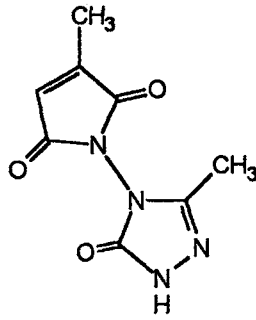
44



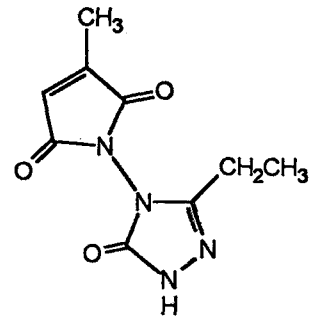
45



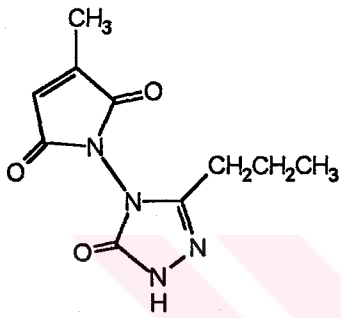
46



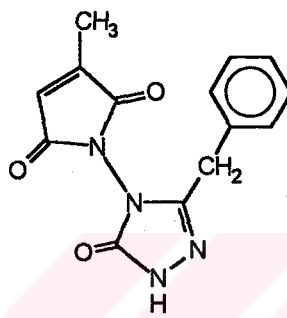
47



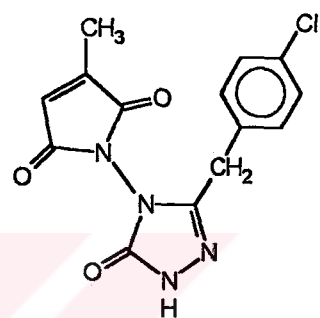
48



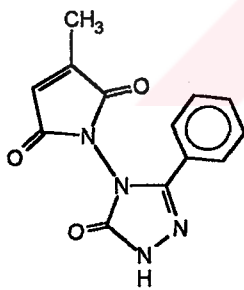
49



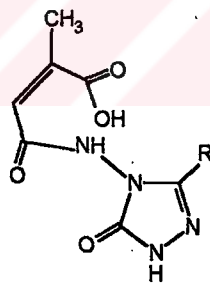
50



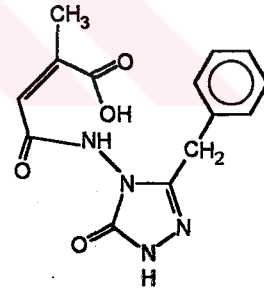
51



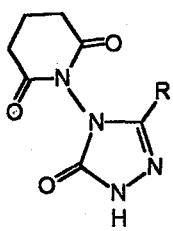
52



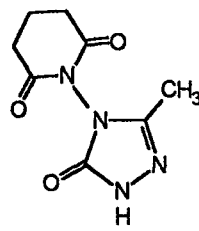
53



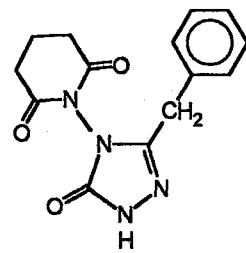
54



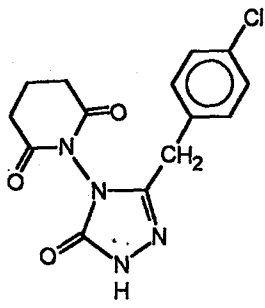
55



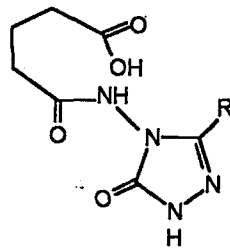
56



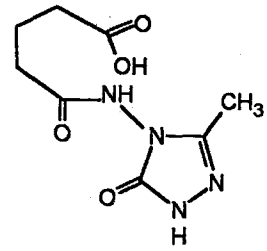
57



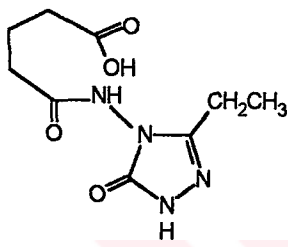
58



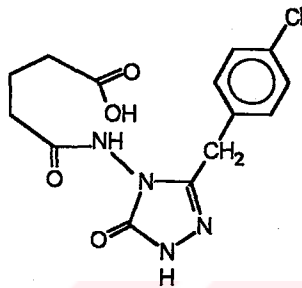
59



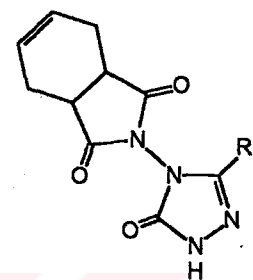
60



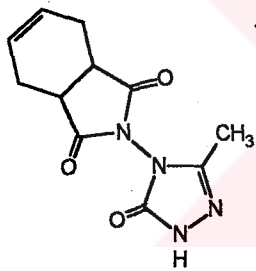
61



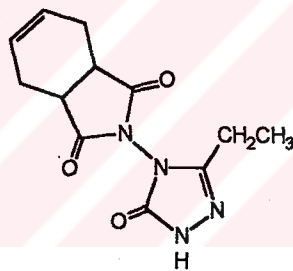
62



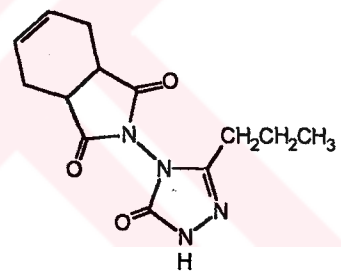
63



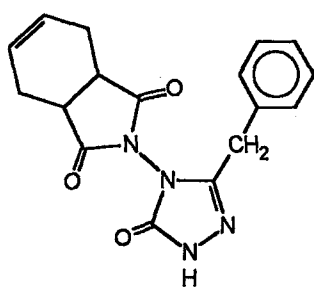
64



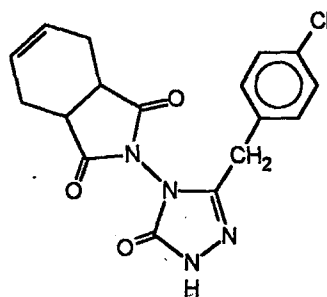
65



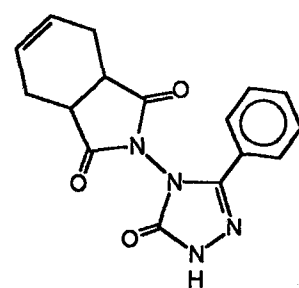
66



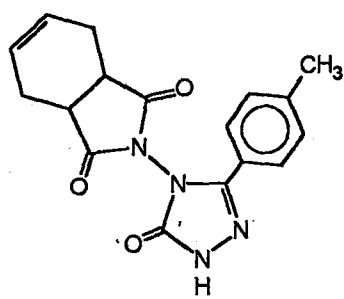
67



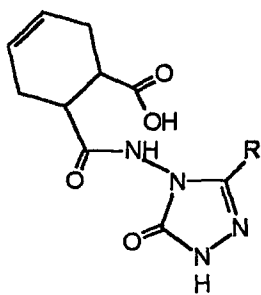
68



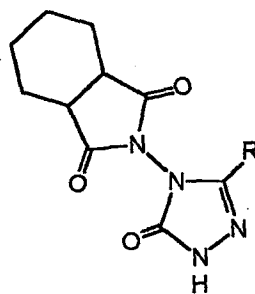
69



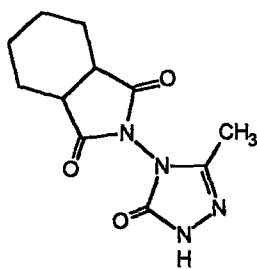
70



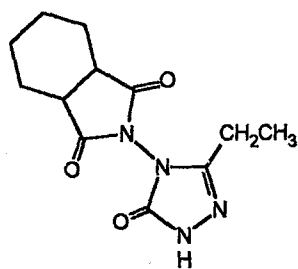
71



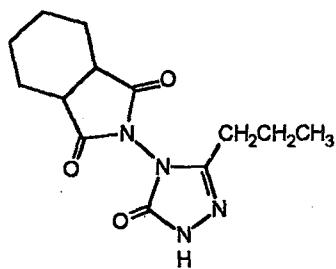
72



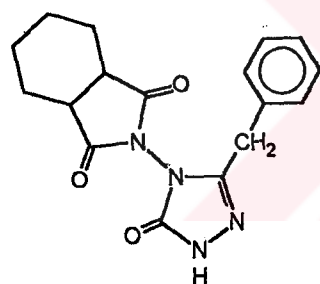
73



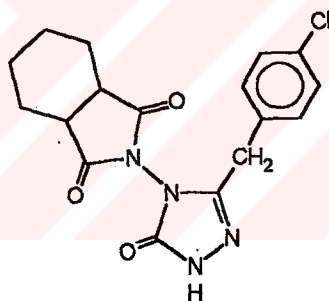
74



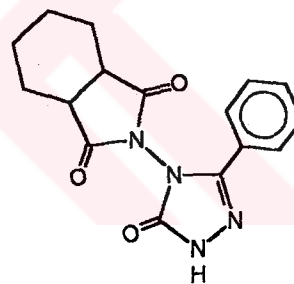
75



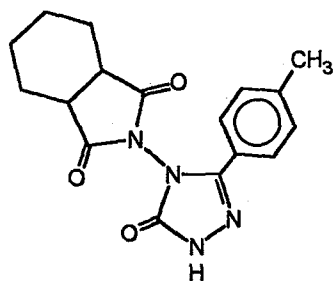
76



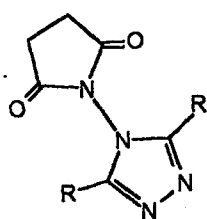
77



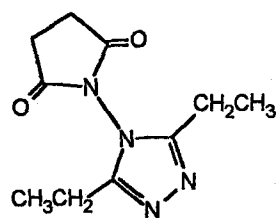
78



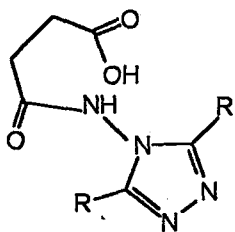
79



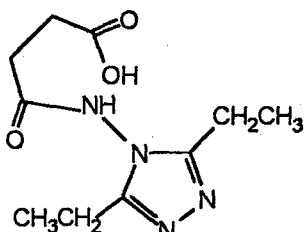
80



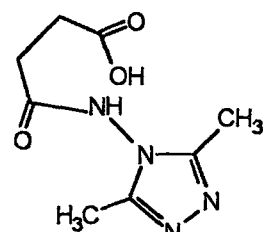
81



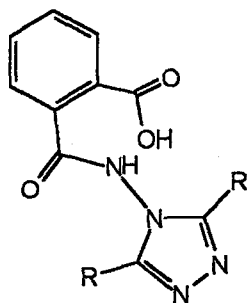
82



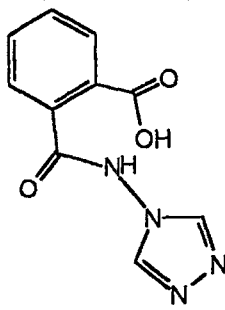
83



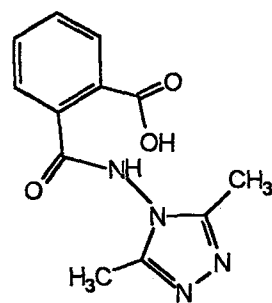
84



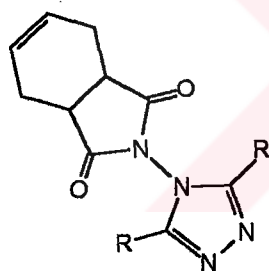
85



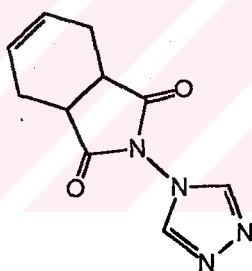
86



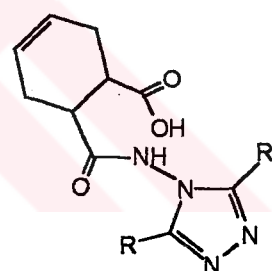
87



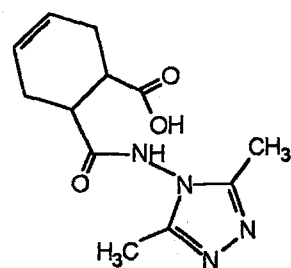
88



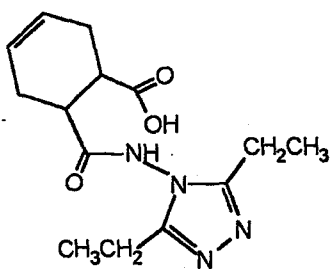
89



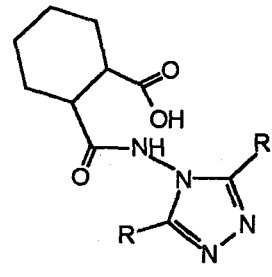
90



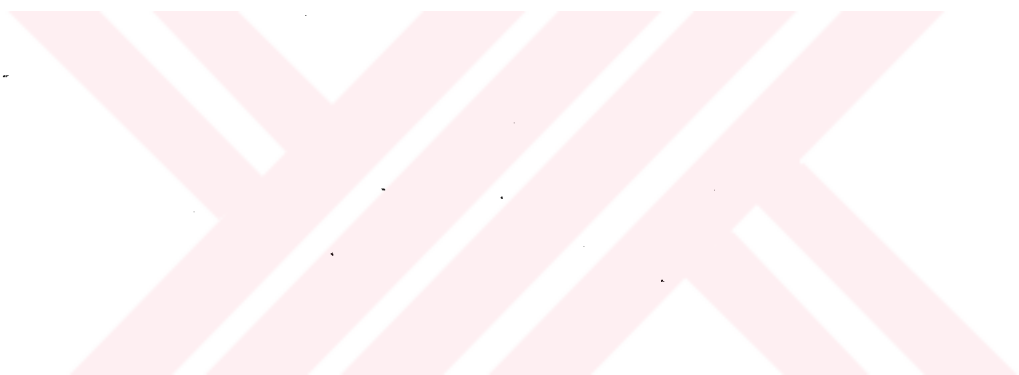
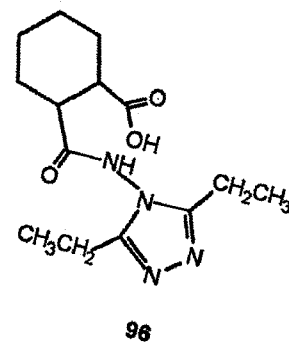
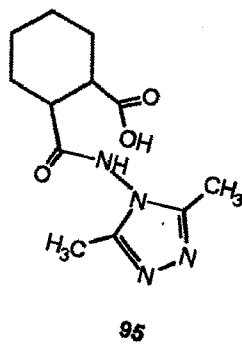
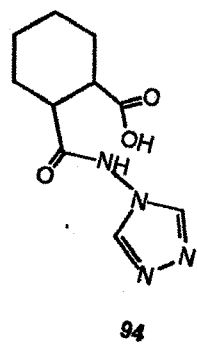
91



92

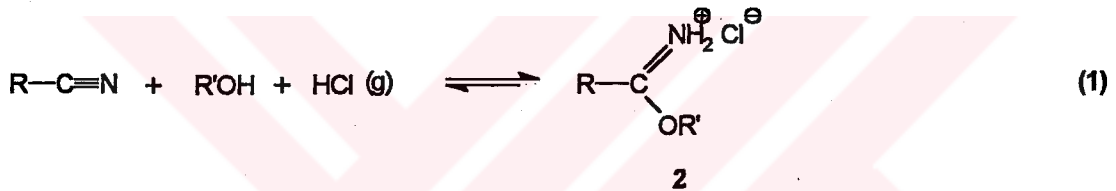


93

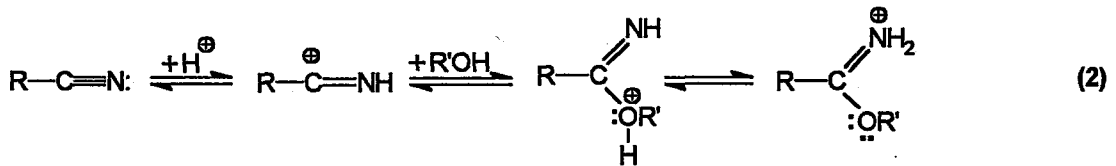


2. GENEL BİLGİLER

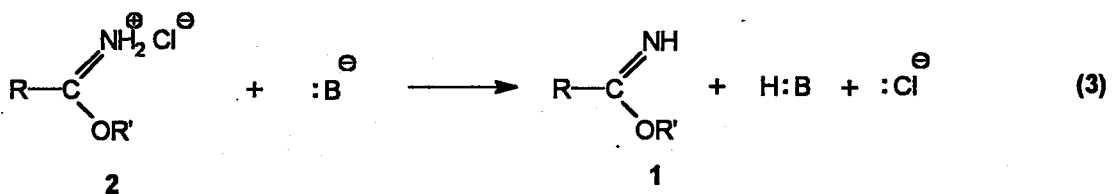
Alkil imidat (iminoester) (1) ların sentezi için bugüne kadar çeşitli metodlar öngörülmüştür. Bunlar arasında amidlerden, ortoesterlerden, karbonil bileşiklerinden, imino klorürlerden ve bazı doymamış sistemlerden başlayan yöntemler bilinmektedir [1]. Ancak, bu tür bileşiklerin sentezi için en çok kullanılan yöntem Pinner yöntemi [2] olup, bu yöntemin kullanılmasıyla alkil imidat hidroklorürler (2) ele geçmektedir. Bu yöntemde bir nitril ve bir alkol, susuz bir çözücü (genellikle etil eter) içinde gaz HCl ile soğukta reaksiyona sokulmaktadır (Denklem 1).



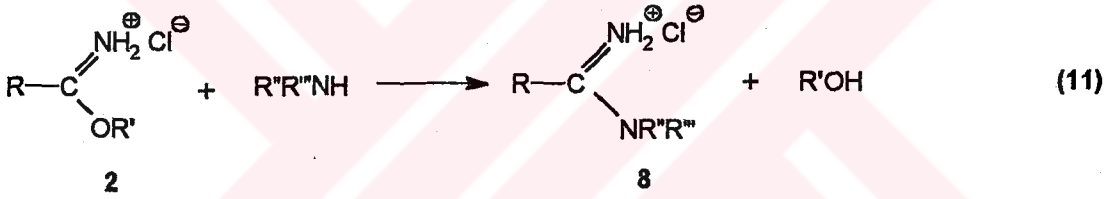
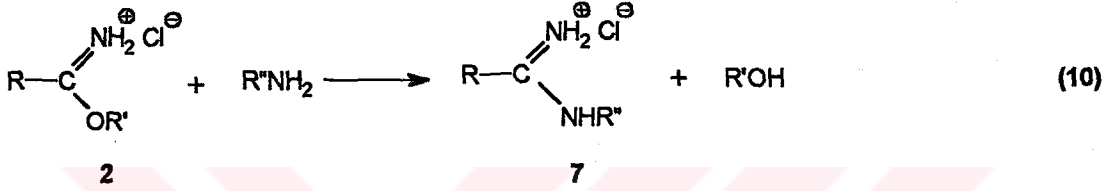
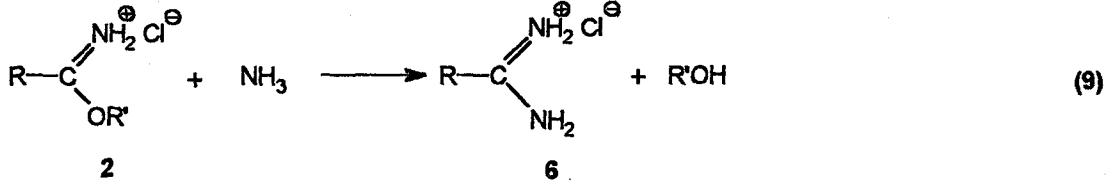
Pinner yönteminin mekanizması aşağıda gösterilmiş olup, reaksiyon bir alkolün protonlanmış nitrile nükleofilik katılması üzerinden gerçekleşmektedir (Denklem 2) [3].



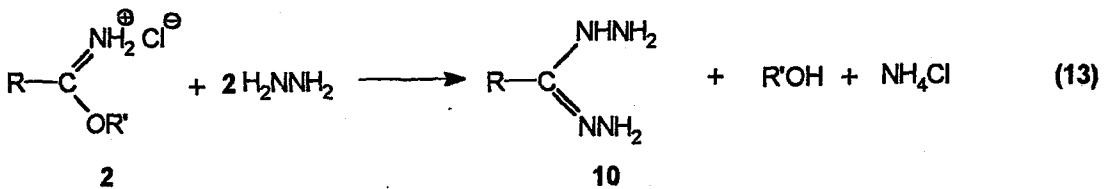
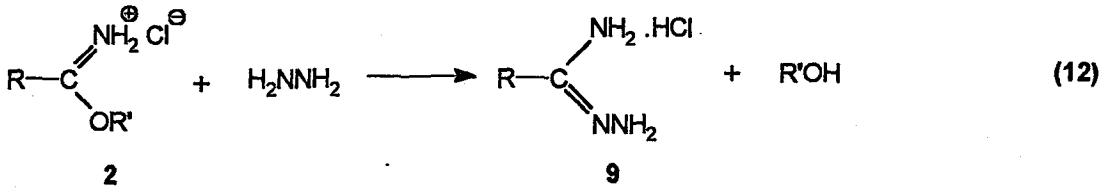
Alkil imidatlar genellikle sıvı halde bulunan veya düşük erime noktalı solidler niteliği taşıyan bileşiklerdir. Bunların düşük alifatik gruplar içerenleri nisbeten kolaylıkla destillenebilir. Genellikle hidroklorürleri halinde ele geçen alkil imidatlar uygun koşullarda uygun bazlar etkisiyle (örneğin NaOH, KOH, sodyum etoksit gibi) serbest hale geçirilebilir (Denklem 3) [1,4,5].



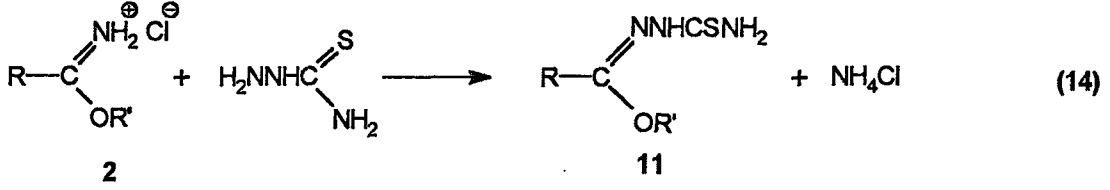
Alkil imidat hidroklorür (2) lerin amonyak ile amidin hidroklorürleri (6), primer ve sekonder aminler ile ise sırasıyla, N-substitue amidin hidroklorürleri (7) ve N,N-di-substitue amidin hidroklorürleri (8) oluşturdıkları bildirilmiştir (Denklem 9, Denklem 10 ve Denklem 11) [1].



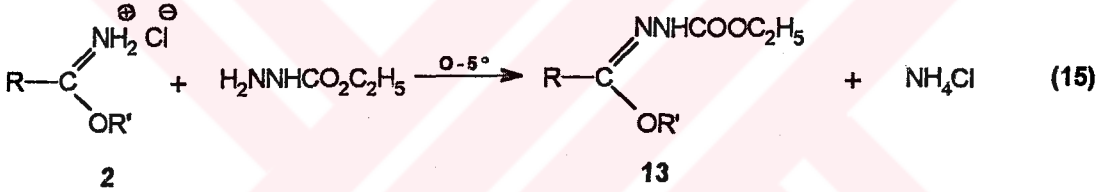
Alkil imidat hidroklorür (2) lerin benzer şekilde alkol ayrılmasıyla verdikleri diğer iki reaksiyonda ise reaktif olarak hidrazin kullanılmıştır (Denklem 12, Denklem 13) [1]. Bu reaksiyonlarda sırasıyla bir amidrazon hidroklorür (9) ve bir hidrazidin (10) bileşiği oluşmaktadır.



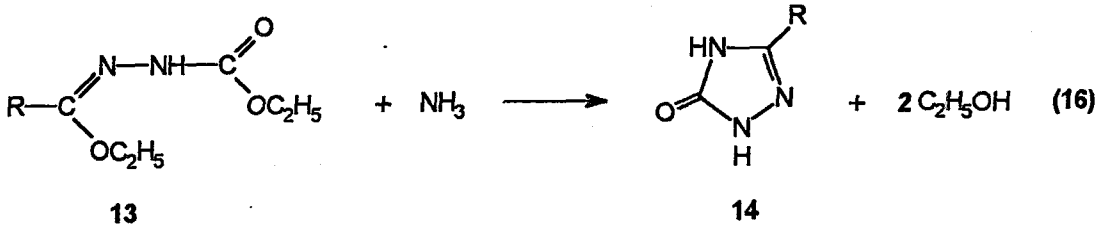
Alkil imidat hidroklorür (2) lerin içerdikleri -OR' grubu korunarak, NH₄Cl ayrılmasıyla verdikleri ilginç bir reaksiyon ise yakın zamanlarda incelenmiş olup, bu reaksiyonda ester tiyosemikarbazonlar (11) oluştuğu belirlenmiştir (Denklem 14) [6].

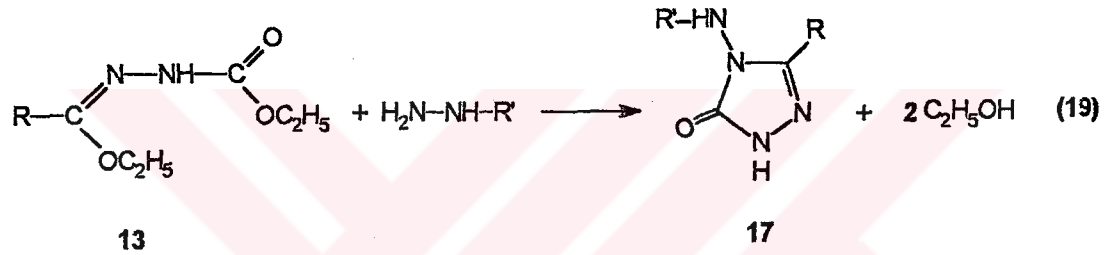
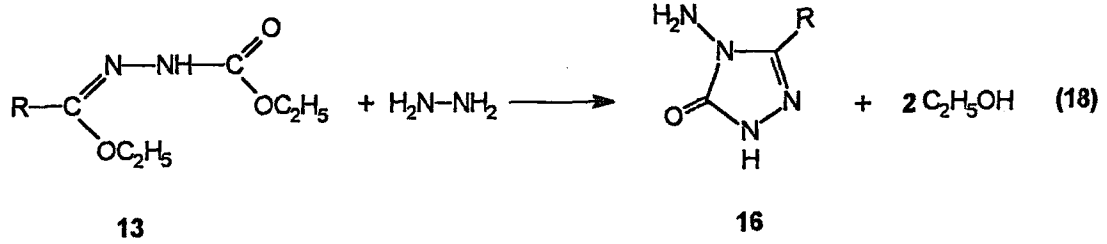
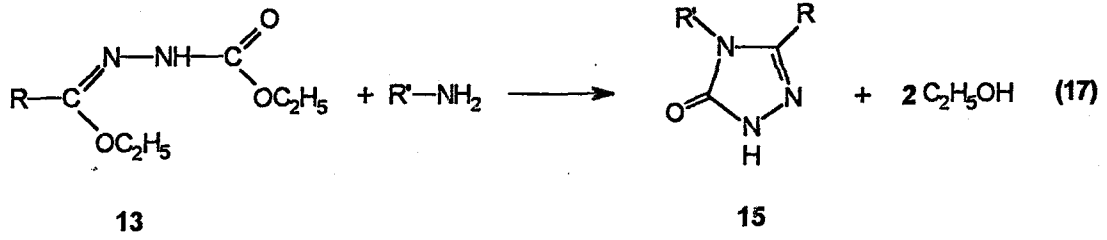


2 tipi bileşiklerin metil ditiyokarbamat ile 1,3,4-tiyadiazol türevlerine dönüştüğü reaksiyonun ise, intermediat ester ditiyokarbometoksihidrazonlar (12) oluşumu üzerinden gerçekleştiği öngörülmüştür [6]. Alkil imidat hidroklorürlerin (2) hidrazin türevi olarak kullanılan etil karbamat ile düşük sıcaklıktaki reaksiyonunun ise ester etoksikarbonilhidrazonlar (13) oluşumuna yol açtığı bildirilmiştir (Denklem 15) [4,7].

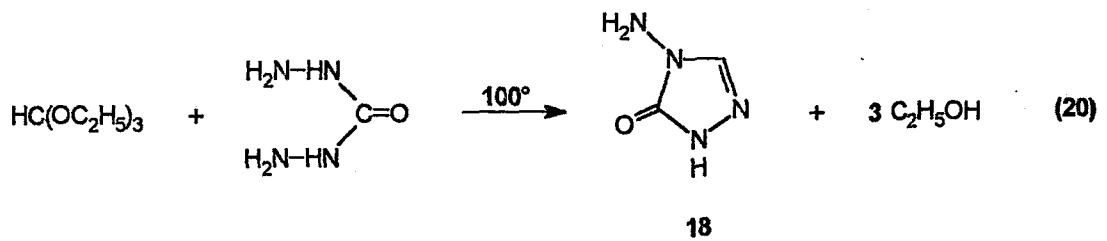


Ester etoksikarbonilhidrazonlar (13) reaksiyon verme yatkınlıkları fazla olan bileşikler olarak dikkati çekmektedir. Nitekim, bu bileşiklerin amonyak, primer aminler, hidrazin ve alkil hidrazin ya da aril hidrazinler ile reaksiyonundan, sırasıyla, 3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'lar (14), 3,4-dialkil(veya aril)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'lar (15), 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'lar (16) ve 3-alkil(aril)-4-alkilamino(arilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'lar (17) oluştuğu saptanmıştır (Denklem 16, Denklem 17, Denklem 18 ve Denklem 19) [4,7-14].

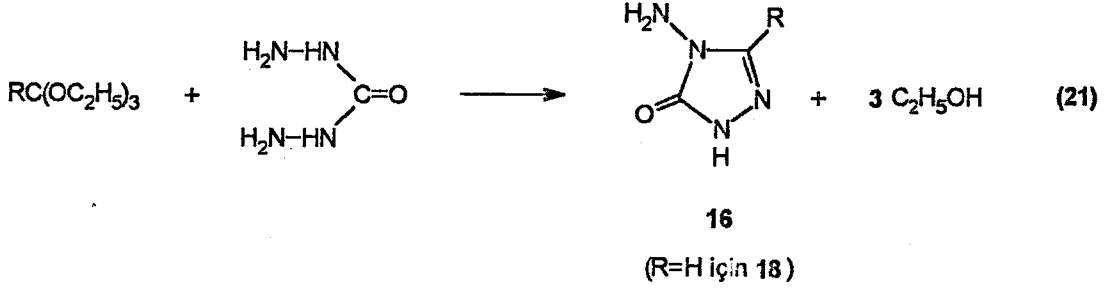




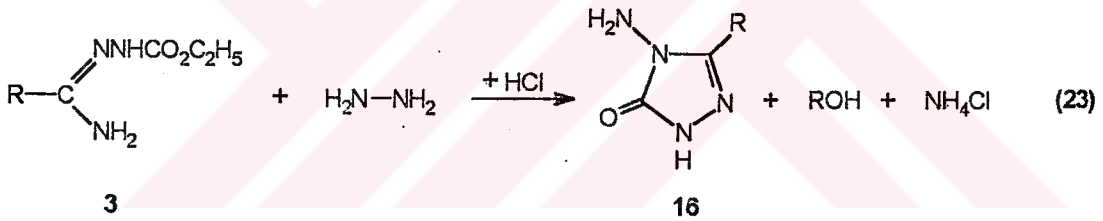
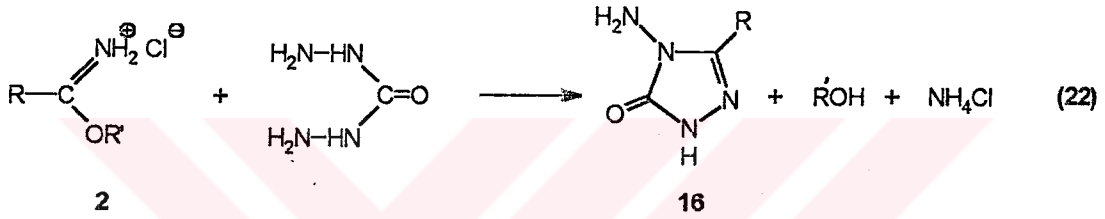
Çalışmada kullanılan 16 tipi N-NH₂ bileşiklerinin ilk üyesi olan 4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (18) bileşiği ilk kez etil ortoformat'ın karbohidrazid ile reaksiyonundan elde edilmiştir (Denklem 20) [15].



Yakın zamanlarda yapılan bir diğer çalışmada ise, karbohidrazid'in etil ortoformat, etil ortoasetat ve etil ortopropionat ile reaksiyonları incelenmiş ve sırasıyla, karşın olan 4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (18), 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16a) ve 3-etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16b) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 21) [16].



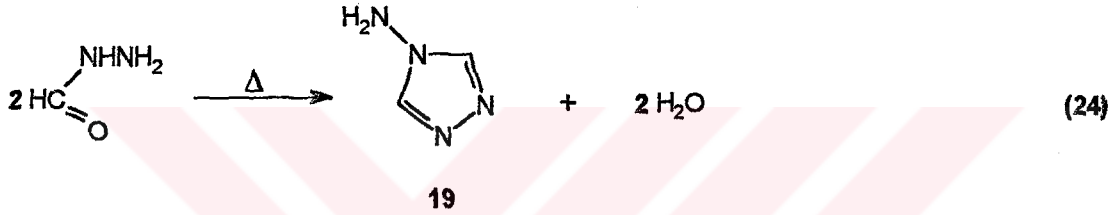
16 tipi bileşiklerin sentezi için son zamanlarda iki yöntem daha geliştirilmiş olup, bunlardan birincisinde alkil imidat hidroklorürler (2) karbohidrazid ile reaksiyona sokulmuş [13,17], diğerinde ise başlangıç maddesi olarak amid etoksikarbonilhidrazonlar (3) kullanılmıştır (Denklem 22 ve Denklem 23) [17].



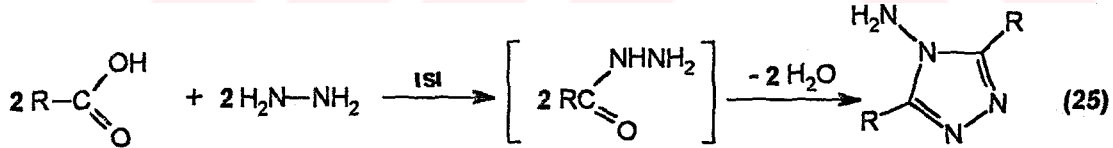
Çalışmada kullanılan 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16) ların sentezi için öncelikle, Denklem 1 ile gösterilen Pinner metodunun [2] uygulanmasıyla literatürde kayıtlı bileşikler olan etil imidoasetat hidroklorür (2a), etil imidopropionat hidroklorür (2b), etil imido-n-butirat hidroklorür (2c), etil imidofenilasetat hidroklorür (2d), etil imido-p-klorofenilasetat hidroklorür (2e), etil imidobenzoat hidroklorür (2f) ve etil imido-p-metilbenzoat hidroklorür (2g) bileşikleri elde edilmiştir. Çalışmada, bunu izleyerek, gerekli ester etoksikarbonilhidrazon (13) ların sentezi gerçekleştirilmiştir. Bunun için de Kaynak [4,7] de belirtilen ve Denklem 15 ile gösterilen metod uygulanmıştır. Böylece literatürde kayıtlı olan etil asetat etoksikarbonilhidrazon (13a), etil propionat etoksikarbonilhidrazon (13b), etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (13c), etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (13d), etil p-klorofenilasetat etoksikarbonilhidrazon (13e), etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (13f) ve etil p-metilbenzoat etoksikarbonilhidrazon (13g) bileşikleri elde edilmiştir. Bundan sonra, ester etoksikarbonilhidrazon (13) ların kullanılmasıyla ve Denklem 18 uyarınca gerekli 16 tipi bileşiklerin sentezi gerçekleştirilmiştir. Nitekim, 13a, 13b, 13c, 13d, 13e, 13f ve

13g bileşiklerinin ayrı ayrı hidrazin hidrat ile muamelesinden literatürde kayıtlı olan [11,12,18], sırasıyla, 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16a), 3-etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16b), 3-n-propil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16c), 3-benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16d), 3-p-klorobenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16e), 3-fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16f) ve 3-p-tolil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16g) bileşikleri elde edilmiştir.

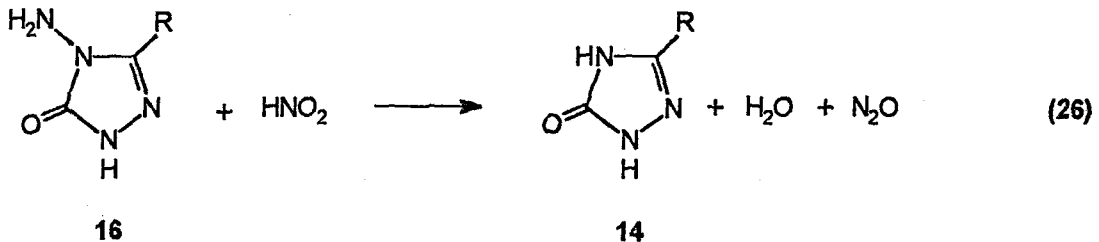
Çalışmada Fluka'dan sağlanan 4-amino-4H-1,2,4-triazol (19), ilk kez etil format ile hidrazin'in reaksiyonundan oluşan formik asid hidrazidi'nin solvent kullanmaksızın 200°C de ısıtılmasından oluşturulmuştur (Denklem 24). Aynı bileşiğin formik asid ve hidrazin'in reaksiyonundan da oluştuğu bildirilmiştir [19].

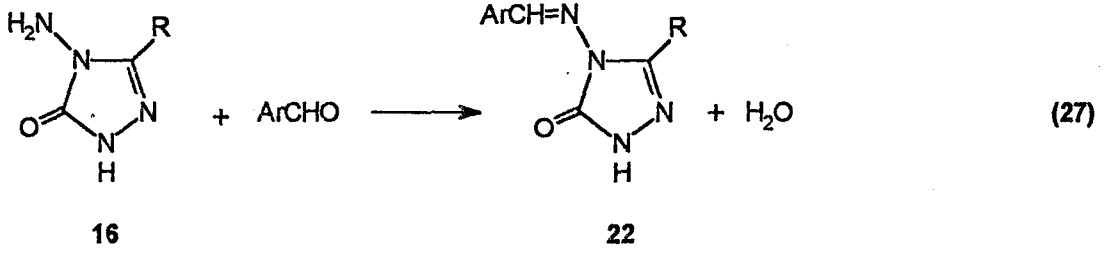


Çalışmada gerekli 3,5-dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (20) ve 3,5-dietil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (21) bileşikleri ise, sırasıyla, asetik asid ve propionik asidin hidrazin hidrat ile reaksiyonundan elde edilmiştir (Denklem 25) [20].

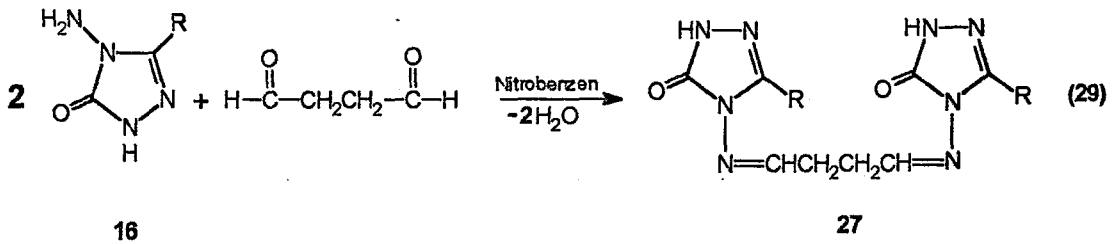
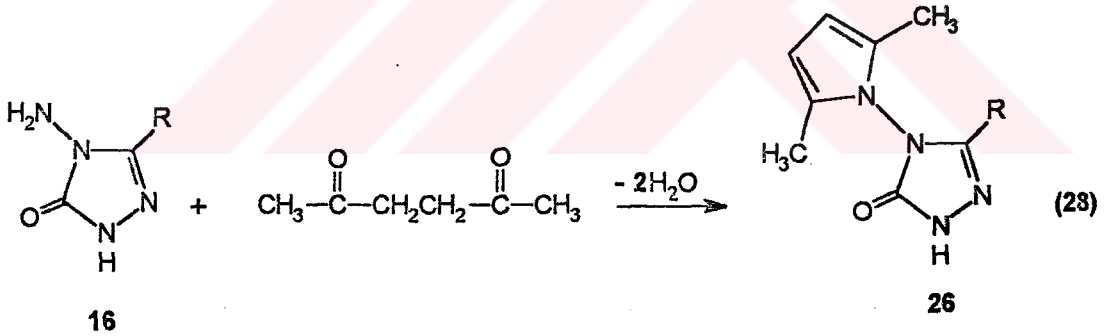


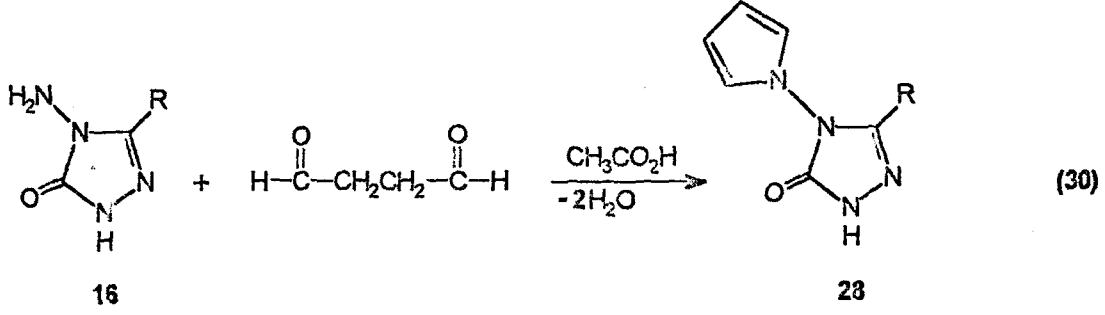
Bugüne kadar 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16) ların az sayıda reaksiyonu bildirilmiştir. Bunlar arasında bu bileşiklerin nitrit asidi ile deaminasyona uğrayarak 14 tipi bileşikleri oluşturmaları ve aldehidler ile Schiff bazları (22) meydana getirmeleri sayılabilir (Denklem 26 ve Denklem 27) [16,12,21,22].





Bunlara ilâveten yakın zamanlarda 16 tipi bileşiklerle yapılan birkaç çalışma daha bulunmaktadır. Bunlardan birisinde bu bileşiklerin asetik anhidridle olan reaksiyonları incelenmiş ve farklı koşullarda mono-, di- ve triasetil türevlerinin oluştuğu (23, 24 ve 25 bileşikleri) saptanmıştır [18]. Diğer iki çalışmada ise 16 tipi bileşiklerin, sırasıyla, 2,5-hekzandion ve 2,5-dimetoksitetrahydrofuran (süksindialdehid eşdeğeri) ile reaksiyonları incelenerek, sırasıyla, 1-(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-2,5-dimetilpirrol'ler (26) ve N,N'-bis(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-1,4-butandiiimin'ler (27) ile ve 1-(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-pirrol'ler (28) elde edilmiştir (Denklem 28, Denklem 29 ve Denklem 30) [23,24].

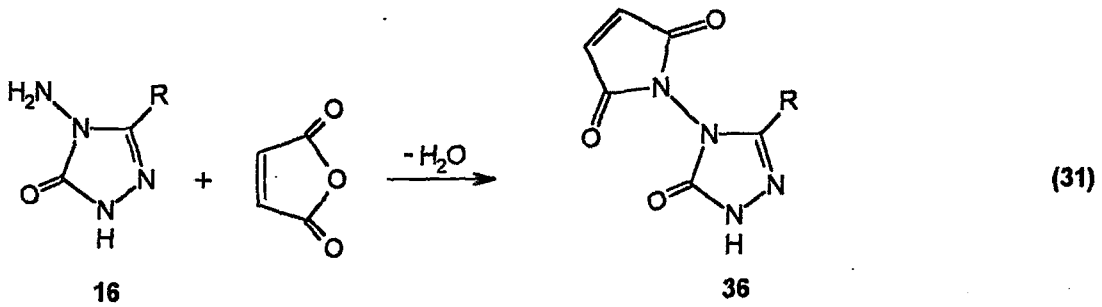




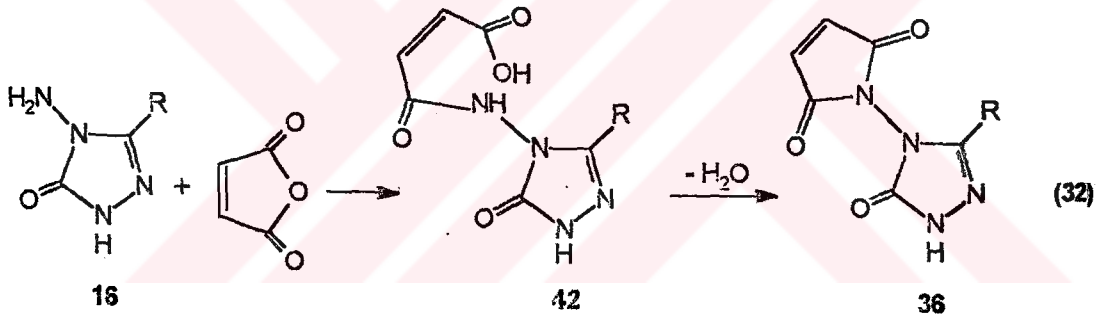
3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16) lar üzerinde son zamanlarda yapılan bir çalışmada ise bu bileşiklerin suksinik asid,suksinoil klorür, suksinik anhidrid ile reaksiyonları yanında ftalik anhidrid ile de reaksiyonları incelenmiş ve 3-alkil(aril)-4-suksinimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (29) lar ile 3-alkil(aril)-4-ftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (30) lar oluştuğu belirlenmiştir [25].

Organik kimya literatüründe 4-amino-4H-1,2,4-triazol (19) ile 3,5-dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (20) ve 3,5-dietil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (21)' ün de az sayıda reaksiyonuna rastlanmaktadır. Bunlar arasında 4-amino-4H-1,2,4-triazol (19)' ün maleik anhidrid ile bir açıl türevine (31) dönüşmesi [26], aynı bileşiğin kurşun tetraasetat varlığında stiren ile bir 4-aziridinil-4H-1,2,4-triazol (32) türevi oluşturması [27] ile 2,5-dietoksitetrahidrofuran etkisiyle 1-(4H-1,2,4-triazol-4-il)-pirrol (33) oluşturması [28] dikkati çekmektedir. Ayrıca 19, 20 ve 21 bileşiklerinin 34 tipi Schiff bazları oluşturdukları [29,30] ve alkil halogenürlerle 35 tipi kuaterner nitelikte tuzlar oluşturabildikleri [30] bildirilmiştir.

Çalışmada 2, 13, 16, 20 ve 21 tipi bileşiklerin sentezleri gerçekleştirildikten sonra önce orijinal bir bölüm olarak 16 tipi bileşiklerin maleik anhidrid ile reaksiyonları incelenmiştir. Bu incelemede Denklem 31 ile gösterildiği üzere 3-alkil(aril)-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (36) bileşiklerinin oluştuğu belirlenmiştir. Nitekim, 16a, 16c, 16d, 16f ve 16g bileşiklerinin uygun sıcaklık

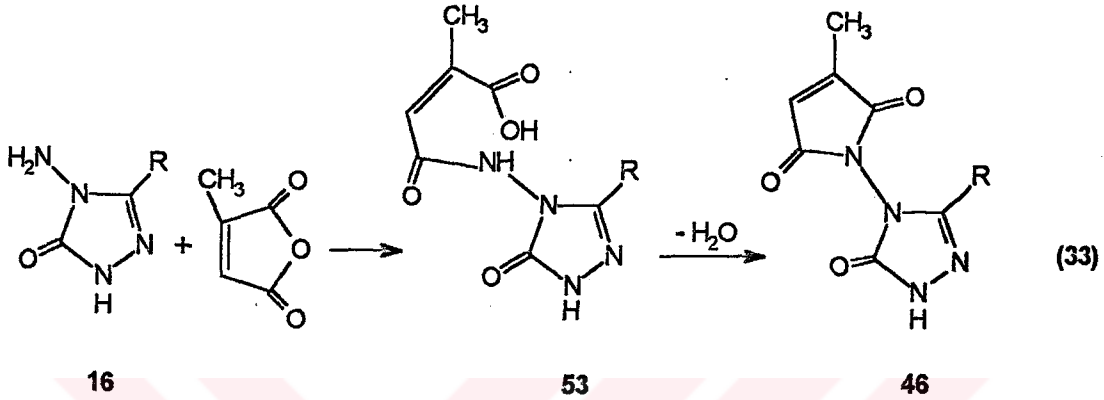


aralıklarında ayrı ayrı maleik anhidrid ile muamelesinden, sırasıyla, 3-metil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (37), 3-n-propil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (38), 3-benzil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (39), 3-fenil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (40) ve 3-p-tolil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (41) bileşikleri elde edilmiş ve bu yöntemin 36 tipi bileşiklerin sentezi için bir genel yöntem oluşturduğu saptanmıştır. Ayrıca reaksiyon sıcaklığının daha düşük tutulması ile 16b, 16c ve 16e bileşiklerinin maleik anhidridle reaksiyonlarında intermediyat nitelikte olan, 42 tipi, N-(3-etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-maleik asid monoamid (43), N-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-maleik asid monoamid (44) ve N-(3-p-klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-maleik asid monoamid (45) bileşikleri ele geçmiştir. Bunlardan 44 bileşiğinin daha yüksek sıcaklıkta halka kapanmasıyla 38 bileşiğini oluşturması, Denklem 31 ile gösterilen reaksiyonun bir açıl türevi intermediyatı olan 42 üzerinden ilerlediğini kanıtlamıştır (Denklem 32).

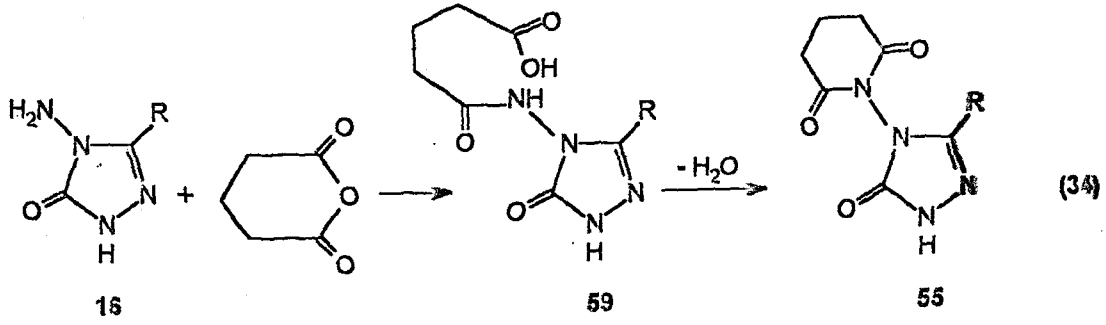


Çalışmanın ikinci orijinal bölümünde 16 tipi bileşiklerin sitrakonik anhidrid (3-metil maleik anhidrid) ile reaksiyonları incelenerek bu reaksiyonun, 3-alkil(aril)-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (46) ların sentezi için bir genel yöntem oluşturduğu kanıtlanmıştır. Nitekim 16a, 16b, 16c, 16d, 16e ve 16f bileşiklerinin, ayrı ayrı ve belirli sıcaklık aralıklarında sitrakonik anhidrid ile muamele edilmesiyle, sırasıyla, 3-metil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (47), 3-etil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (48), 3-n-propil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (49), 3-benzil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (50), 3-p-klorobenzil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (51) ve 3-fenil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (52) bileşikleri elde edilmiştir. 16d bileşiğinin sitrakonik anhidrid ile daha düşük

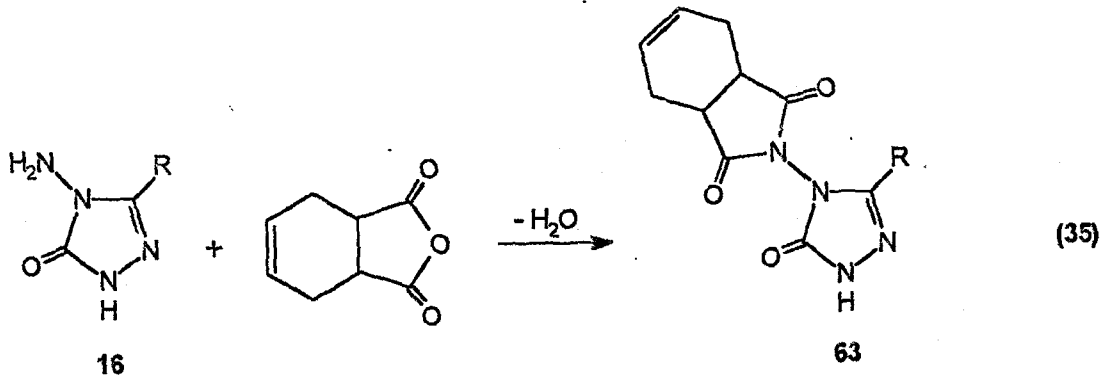
sıcaklıkta 53 tipi N-(3-benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-2-metil-maleik asid monoamid (54) bileşiğini oluşturması ve bu bileşiğin daha yüksek sıcaklıkta 46 tipi 50 bileşiğini oluşturması bu reaksiyonun da bir açıl intermediatı üzerinden ilerlediğini göstermiştir (Denklem 33).



Çalışmanın bundan sonraki orijinal bölümünde 16 bileşiklerinin glutarik anhidrid ile reaksiyonları incelenmiş ve bu reaksiyonun 3-alkil-4-(piperidin-2,6-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (55) bileşiklerinin sentezi için bir genel metod niteliği taşıdığı saptanmıştır. Nitekim 16a, 16d ve 16e bileşiklerinin ayrı ayrı ve belirli sıcaklık aralıklarında glutarik anhidrid ile muamele edilmesi sonucu, sırasıyla, 3-metil-4-(piperidin-2,6-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (56), 3-benzil-4-(piperidin-2,6-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (57) ve 3-p-klorobenzil-4-(piperidin-2,6-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (58) bileşikleri sentez edilmiştir. 16 tipi bileşiklerin biraz daha düşük sıcaklıklarda N-(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-glutarik asid monoamid (59) tipi bileşikler oluşturduğu, N-(3-metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-glutarik asid monoamid (60), N-(3-etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-glutarik asid monoamid (61) ve N-(3-p-klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-glutarik asid monoamid (62) bileşiklerinin ele geçmesiyle kanıtlanmıştır. 60 bileşiğinin yüksek sıcaklıklarda 56 ve 62 bileşiğinin yüksek sıcaklıklarda 58 bileşiğine dönüşmesi 16 tipi bileşiklerin 55 tipi bileşiklere dönüşümünün 59 tipi bir açıl intermediatı üzerinden ilerlediğini göstermiştir (Denklem 34).

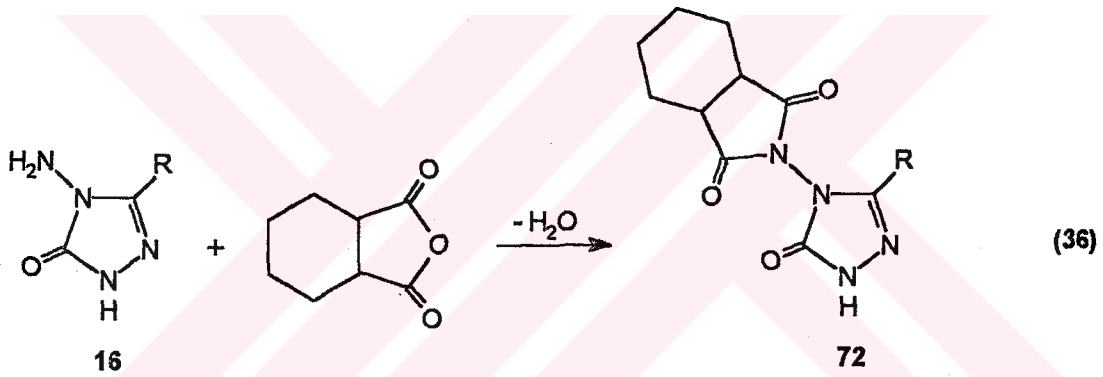


Çalışmanın dördüncü orijinal bölümünde ise 16 tipi bileşiklerin cis-1,2,3,6-tetrahidroftalik anhidrid ile yüksek sıcaklıklarda reaksiyonları incelenerek, oluşturulan bir genel yöntem çerçevesinde 3-alkil(aril)-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (63) bileşikleri elde edilmiştir. Nitekim 16a, 16b, 16c, 16d, 16e, 16f ve 16g bileşiklerinden, sırasıyla, 3-metil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (64), 3-etil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (65), 3-n-propil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (66), 3-benzil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (67), 3-p-klorobenzil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (68), 3-fenil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (69) ve 3-p-tolil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (70) bileşikleri sentez edilmiştir. 63 tipi bileşiklerin 71 tipi açıl intermediatları üzerinden olduğu tahmin edilmekle birlikte, çalışmamızda ilk üç orijinal bölümde intermediat nitelikteki bileşikler elde edildiği için, bu bölümde daha düşük sıcaklıklarda çalışılarak 71 tipi bileşiklerin izole edilmesi yoluna gidilmemiştir. 16 tipi bileşiklerin 63 tipi bileşiklere dönüşüm reaksiyonu aşağıda gösterilmiştir (Denklem 35).

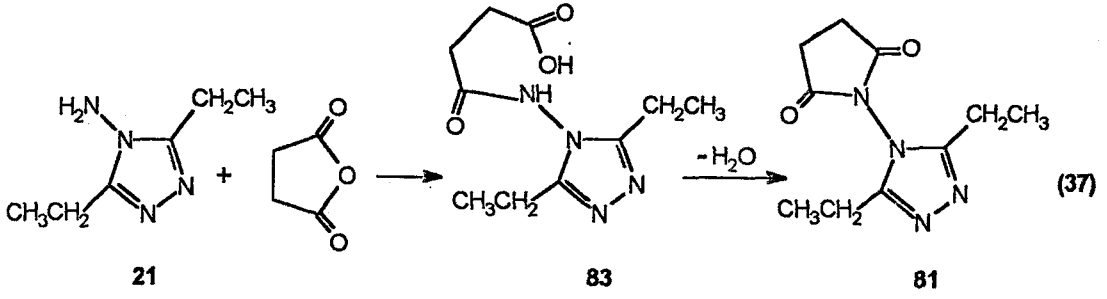


Çalışmanın bundan sonraki bölümünde 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16) ların cis-hekzahidroftalik anhidrid ile reaksiyonları incelenmiş ve bu

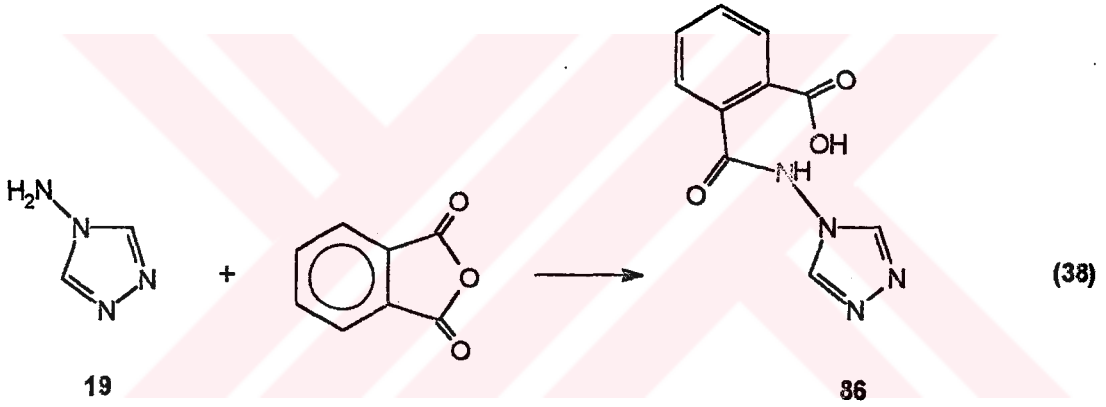
reaksiyonun 3-alkil(aril)-4-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (72) ların sentezi için bir genel yöntem niteliği taşıdığı kanıtlanmıştır. Çalışmanın bu bölümünde de intermediat açıl bileşiklerinin elde edilmesine gerek duyulmamıştır. Çalışmada 16a, 16b, 16c, 16d, 16e, 16f ve 16g bileşiklerinin ayrı ayrı ve yüksek sıcaklıklarda cis-hekzahidroftalik anhidrid ile reaksiyonları incelenmiş ve sırasıyla, 3-metil-4-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (73), 3-etil-4-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (74), 3-n-propil-4-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (75), 3-benzil-4-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (76), 3-p-klorobenzil-4-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (77), 3-fenil-4-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (78) ve 3-p-tolil-4-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (79) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 36).



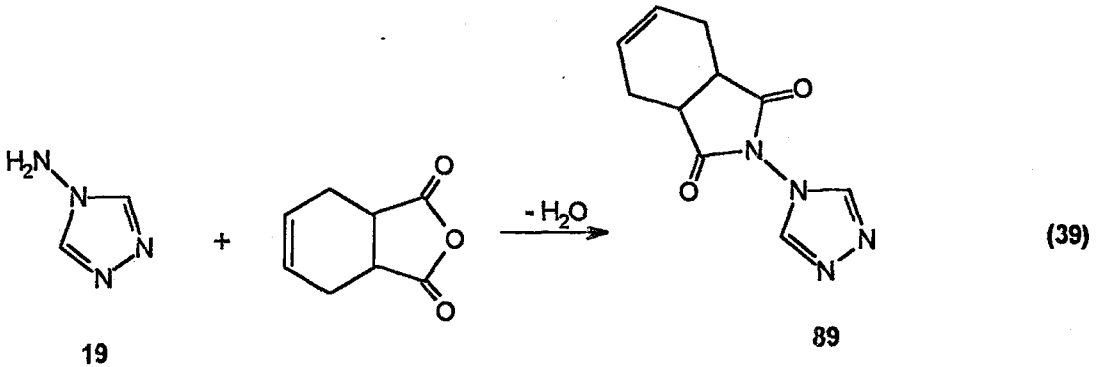
Çalışmanın altıncı bölümünde önce 21 bileşiğinin suksinik anhidrid ile yüksek sıcaklıkta reaksiyonu incelenerek, 80 tipi 3,5-dietil-4-suksinimido-4H-1,2,4-triazol (81) bileşiği sentez edilmiştir. Reaksiyonun biraz daha düşük sıcaklıkta gerçekleştirilmesiyle ise 82 tipi N-(3,5-dietil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-suksinik asid monamid (83) bileşiği elde edilmiştir. Bu bileşiğin biraz daha yüksek sıcaklığa ısıtılmasıyla da 81 bileşiği ele geçmiştir (Denklem 37). 20 bileşiğinin suksinik anhidrid ile muamelesinden elde edilen açık zincirli N-(3,5-dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-suksinik asid monoamid (84) bileşiğinin daha yukarı sıcaklıkta halka kapanmasına uğratılmasına gerek duyulmamıştır.



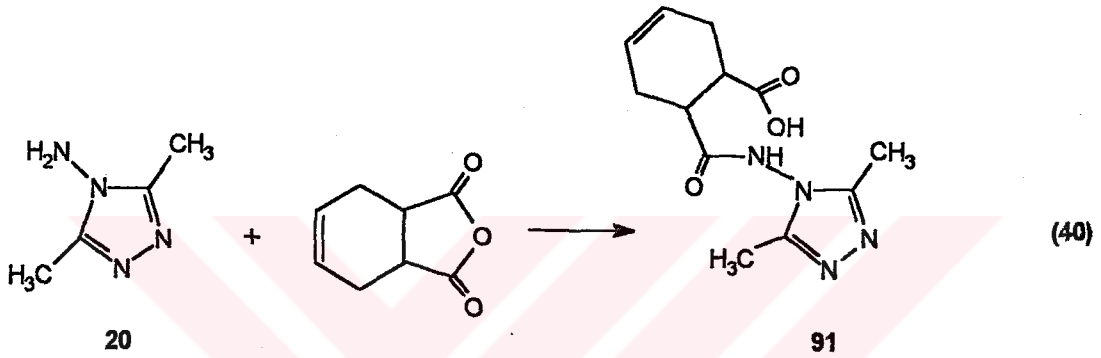
Çalışmamızın yedinci bölümünde 19 ve 20 bileşiklerinin ayrı ayrı ftalik anhidrid ile reaksiyonları yüksek sıcaklıkta incelenmiş ve bu incelemede bu reaksiyonlarda, sırasıyla, 85 tipi N-(4H-1,2,4-triazol-4-il)-ftalik asid monoamid (86) ve N-(3,5-dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-ftalik asid monoamid (87) bileşiklerinin oluştuğu belirlenmiştir (Denklem 38) (Reaksiyon 4-amino-4H-1,2,4-triazol için gösterilmiştir). Açık zincirli 86 ve 87 bileşikleriyle yapılan halka kapanması denemeleri bozunmayla sonuçlanmıştır.



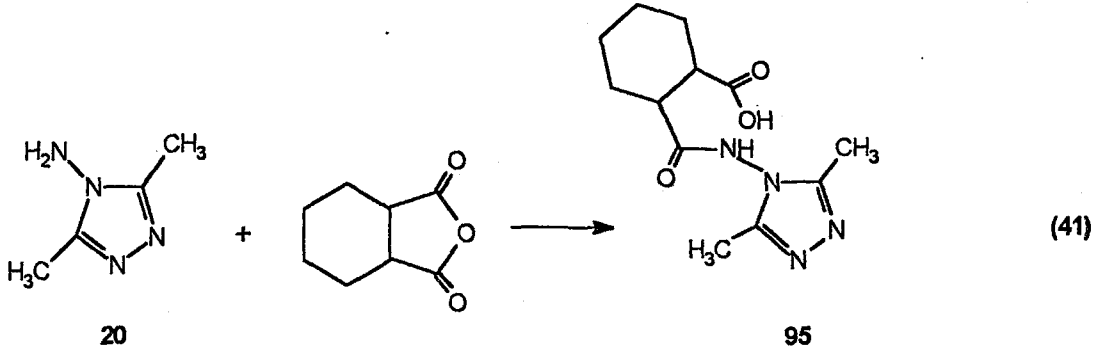
Çalışmanın bundan sonraki bölümünde 19, 20 ve 21 bileşiklerinin cis-1,2,3,6-tetrahidroftalik anhidrid ile reaksiyonu incelenmiştir. 19 bileşiğinin kullanılmasıyla yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilen reaksiyonda 83 tipi 4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4H-1,2,4-triazol (89) bileşiği elde edilmiştir (Denklem 39).



Bu reaksiyonun biraz daha düşük sıcaklıkta uygulanmasıyla 90 tipi bir intermediat elde edilebileceği düşünülmüş, ancak bu intermediatın elde edilmesine gerek duyulmamıştır. Bununla birlikte 20 ve 21 bileşiklerinden yüksek sıcaklıkta açık zincirli, sırasıyla, 90 tipi N-(3,5-dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahidroftalik asid monoamid (91) ve N-(3,5-dietil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahidroftalik asid monoamid (92) bileşikleri ele geçmiştir (Denklem 40) (Reaksiyon 20 bileşiği için gösterilmiştir). 91 ve 92 bileşiklerinin daha yüksek sıcaklıklarda halka kapanması reaksiyonu vermemelerinin ve değişmeden kalmalarının büyük olasılıkla, bu bileşiklerdeki metil ve etil gruplarının sterik engellemelerinden ileri geldiği düşünülebilir.



Çalışmanın son kısmında 19, 20 ve 21 bileşikleri yüksek sıcaklıkta ve belirli sürelerde cis-hekzahidroftalik anhidridle reaksiyona sokulmuş ve sırasıyla, 93 tipi N-(4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-hekzahidroftalik asid monoamid (94), N-(3,5-dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-hekzahidroftalik asid monoamid (95) ve N-(3,5-dietil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-hekzahidroftalik asid monoamid (96) bileşikleri ele geçmiştir (Denklem 41) (Reaksiyon 20 bileşiği için gösterilmiştir). 94 bileşiğinin daha yukarı sıcaklıkta yapılan halka kapanması denemesi bozunmayla sonuçlanmıştır. 95 ve 96 bileşiklerinin daha yukarı sıcaklıklarda halka kapanması vermemeleri ve bileşiklerin değişmeden kalmaları büyük olasılıkla, sırasıyla, metil ve etil gruplarının sterik engellemelerinden ileri gelmektedir.



3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Çalışmada elde edilen bileşiklerin erime noktaları bir Büchi erime noktası tayin cihazında tayin edilmiştir. ^1H NMR spektrumları Varian 60A ve Gemini Varian 200 spektrometrelerinde alınmıştır. ^{13}C NMR spektrumları ise Bruker AC - 200 FT altında aldırılmıştır. Infrared spektrumları KBr tabletleri halinde Perkin Elmer 377 spektrofotometresinde kaydedilmiştir. Ultraviyole spektrumları ise Varian Techtron - 635 spektrofotometresi ile alınmış olup, bu tayinlerde 10 mm kuartz hücreleri kullanılmış ve 210 - 350 nm bölgesinde çalışılmıştır. Tüm ultraviyole spektrumları % 95' lik etanol içinde 10^{-4} - 10^{-3} M çözeltileri halinde alınmıştır. Mikroanalizler Carlo Erba 1106 elementel analiz cihazında tayin ettirilmiştir.

Çalışmada gerekli kimyasal maddeler Fluka firmasından sağlanmış, çözücüler ise yerli ya da yurt dışı kaynaklardan temin edilmiştir.

IR, UV ve kısmen ^1H NMR spektrumları K.T.Ü. Kimya Bölümü Enstrümental Analiz Laboratuvarında alınmıştır. ^1H NMR spektrumlarının geri kalan bölümü ise Atatürk Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümünde kaydedilmiştir. ^{13}C NMR spektrumları TÜBİTAK Marmara Bilimsel ve Endüstriyel Araştırma Merkezi Enstrümental Analiz Laboratuvarında aldırılmış, mikroanalizler ise keza aynı laboratuvar da yapılmıştır. Tüm denel çalışmalar K.T.Ü. Kimya Bölümü Organik Kimya Lisans-üstü laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

Çalışmada gerekli 2 tipi bileşiklerin sentezleri Pinner Metodu [2] uyarınca literatürde kayıtlı yöntemlere göre gerçekleştirilmiştir. Aşağıda, çalışmada sentezlenen 2 tipi bileşiklerin erime noktaları literatürdeki kaynaklarla karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

Etil imidoasetat hidroklorür (2a)	: e.n. 99° (boz.) (Kaynak [31] de e.n. 98-100° (boz.))
Etil imidopropionat hidroklorür (2b)	: e.n. 92° (boz.) (Kaynak [32] de e.n. 92° (boz.))
Etil imidobutirat hidroklorür (2c)	: e.n. 49° (boz.) (Kaynak [25] de e.n. 49° (boz.))
Etil imidofenilasetat hidroklorür (2d)	: e.n. 84° (boz.) (Kaynak [33] de e.n. 85° (boz.))
Etil imido-p-klorofenilasetat hidroklorür (2e)	: e.n. 179° (boz.) (Kaynak [18] de e.n. 179° (boz.))
Etil imidobenzoat hidroklorür (2f)	: e.n. 125° (boz.) (Kaynak [25] de e.n. 124° (boz.))
Etil imido-p-metilbenzoat hidroklorür (2g)	: e.n. 130° (boz.) (Kaynak [34] de e.n. 131° (boz.))

Çalışmada bundan sonra 2 tipi bileşiklerin kullanılmasıyla literatürde kayıtlı yöntemlere göre [4, 7] 13 tipi bileşiklerin sentezi gerçekleştirilmiştir. Aşağıda, sentezlenen 13

tipi bileşiklerin erime noktaları literatürdeki kaynaklarla karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Ayrıca elde edilen bu bileşiklerin IR spektrumları alınarak literatürde verilen tipik IR pikleri ile identik oldukları belirlenmiştir.

Etil asetat etoksikarbonilhidrazon (13a)	:	e.n. 67° (Kaynak [7] de e.n. 68°)
Etil propionat etoksikarbonilhidrazon (13b)	:	e.n. 58° (Kaynak [4] de e.n. 57-58°)
Etil butirat etoksikarbonilhidrazon (13c)	:	e.n. 45° (Kaynak [4] de e.n. 46-47°)
Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (13d)	:	e.n. 90° (Kaynak [7] de e.n. 90°)
Etil p-klorofenilasetat etoksikarbonilhidrazon (13e)	:	e.n. 78° (Kaynak [18] de e.n. 78°)
Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (13f)	:	e.n. 79° (Kaynak [7] de e.n. 80°)
Etil p-metilbenzoat etoksikarbonilhidrazon (13g)	:	e.n. 86° (Kaynak [12] de e.n. 86.5°)

13 tipi bileşiklerin sentezi gerçekleştirildikten sonra, bunların hidrazin hidrat ile, literatürde kayıtlı yöntemlere göre [11] muamelesinden çalışma için gerekli 16 tipi literatürde kayıtlı bileşikler elde edilmiştir. Sentezlenen bu bileşiklerin IR spektrumları alınarak literatürde verilen tipik IR pikleri ile karşılaştırmaları yapılarak maddelerin identik olduğu saptanmıştır. Elde edilen 16 tipi bileşiklerin erime noktaları literatürdeki kaynaklarla karşılaştırmalı olarak aşağıda gösterilmiştir.

3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16a)	:	e.n. 227° (Kaynak [11] de e.n. 227°)
3-Etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16b)	:	e.n. 166° (Kaynak [11] de e.n. 167°)
3-n-Propil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16c)	:	e.n. 145° (Kaynak [11] de e.n. 145.5°)
3-Benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16d)	:	e.n. 166° (Kaynak [11] de e.n. 167°)
3-p-Klorobenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16e)	:	e.n. 181° (Kaynak [25] de e.n. 181°)
3-Fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16f)	:	e.n. 235° (Kaynak [11] de e.n. 236°)
3-p-Tolil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16g)	:	e.n. 260° (Kaynak [11] de e.n. 260.5°)

20 ve 21 bileşiklerinin sentezi ise Kaynak [20] de gösterilen yönteme göre gerçekleştirilmiş ve erime noktaları karşılaştırmalı olarak aşağıda verilmiştir.

3,5-Dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (20)	:	e.n. 197° (Kaynak [20] de e.n. 196.5°)
3,5-Dietil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (21)	:	e.n. 166° (Kaynak [20] de e.n. 166.5°)

Çalışmada sentezi yapılan yeni bileşiklerin elde edilmelerine ilişkin denemeler ise aşağıda verilmiştir.

3.1. 3-Metil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion] (37):

16a bileşiği (0.570 g, 0.005 mol) ile maleik anhidrid (0.490 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 125-130 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde aseton-benzen (1:1)' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.485 g, % 49.98 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 37 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 165 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 1
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 2
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 3
Elementel analiz	: C ₇ H ₆ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 43.30; H: 3.17; N: 28.87
Bulunan	: C: 43.20; H: 3.26; N: 28.81

3.2. 3-n-Propil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-n-Propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion] (38) :

16c bileşiği (0.710 g, 0.005 mol) ile maleik anhidrid (0.490 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 125-130 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etil asetat-petrol eteri (1:1)'nden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.482 g, % 43.42 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 38 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 135 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 4
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 5
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 6
Elementel analiz	: C ₉ H ₁₀ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 48.65; H: 4.54; N: 25.22
Bulunan	: C: 48.98; H: 4.60; N: 25.10

38 bileşiği, ayrıca, 44 bileşiğinin 125-130 °C de 1 saat ısıtılması ile de elde edildi ve tanımlandı.

3.3. 3-Benzil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion] (39) :

16d bileşiği (0.950 g, 0.005 mol) ile maleik anhidrid (0.490 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 125-130 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde n-propil alkol' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.557 g, % 41.26 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 39 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.171 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 7
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 8
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 9
¹³ C NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 10

Elementel analiz	: C ₁₃ H ₁₀ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 57.77; H: 3.73; N: 20.73
Bulunan	: C: 57.66; H: 3.92; N: 20.39

3.4. 3-Fenil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion] (40) :

16f bileşiği (0.880 g, 0.005 mol) ile maleik anhidrid (0.490 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 135-140 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde n-propil alkol-benzen (1:3)' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.630 g, % 49.22 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 40 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 200 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 11
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 12
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 13
¹³ C NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 14
Elementel analiz	: C ₁₂ H ₈ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 56.25; H: 3.15; N: 21.87
Bulunan	: C: 56.32; H: 3.23; N: 21.68

3.5. 3-p-Tolil-4-(2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-p-Tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion] (41) :

16g bileşiği (0.950 g, 0.005 mol) ile maleik anhidrid (0.490 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 135-140 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde n-propil alkol' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.585 g, % 43.33 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 41 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 184 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 15
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 16
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 17
¹³ C NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 18
Elementel analiz	: C ₁₃ H ₁₀ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 57.77; H: 3.73; N: 20.73
Bulunan	: C: 57.50; H: 3.72; N: 20.71

3.6. N-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-maleik asid monoamid (43):

16b bileşiği (0.640 g, 0.005 mol) ile maleik anhidrid (0.490 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 95-100 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde aseton-benzen (1:3)' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.610 g, % 53.98 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 43 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 117 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 19
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 20
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 21
Elementel analiz	: C ₈ H ₁₀ N ₄ O ₄ için;
Hesaplanan	: C: 42.48; H: 4.46; N: 24.77
Bulunan	: C: 42.11; H: 4.95; N: 24.66

3.7. N-(3-n-Propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-maleik asid monoamid (44):

16c bileşiği (0.710 g, 0.005 mol) ile maleik anhidrid (0.490 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 95-100 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etil asetat' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.710 g, % 59.16 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 44 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.166 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 22
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 23
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 24
¹³ C NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 25
Elementel analiz	: C ₉ H ₁₂ N ₄ O ₄ için;
Hesaplanan	: C: 45.00; H: 5.04; N: 23.33
Bulunan	: C: 44.54; H: 4.99; N: 23.07

3.8. N-(3-p-Klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-maleik asid monoamid (45):

16e bileşiği (1.123 g, 0.005 mol) ile maleik anhidrid (0.490 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 105-110 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat ilâve edilip derin dondurucuda bekletildi ve oluşan katı madde aseton-petrol eteri (1:1)' nden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.976 g, % 60.51 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 45 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 188 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 26
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 27
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 28
Elementel analiz	: C ₁₃ H ₁₁ N ₄ O ₄ Cl için;
Hesaplanan	: C: 48.38; H: 3.43; N: 17.36
Bulunan	: C: 47.75; H: 3.28; N: 16.43

3.9. 3-Metil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion] (47) :

16a bileşiği (0.570 g, 0.005 mol) ile sitrakonik anhidrid (0.449 ml, 0.005 mol) karışımı, geri soğutucu içeren bir balon içinde 150-155 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan viskoz madde benzen-karbon tetraklorür (2:1)' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.795 g, % 76.44 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 47 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 168 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 29
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 30
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 31
Elementel analiz	: C ₈ H ₈ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 46.15; H: 3.87; N: 26.92
Bulunan	: C: 46.13; H: 3.91; N: 27.75

3.10. 3-Etil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion] (48) :

16b bileşiği (0.640 g, 0.005 mol) ile sitrakonik anhidrid (0.449 ml, 0.005 mol) karışımı, geri soğutucu içeren bir balon içinde 150-155 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat ilâve edilip derin dondurucuda bekletildi ve oluşan katı madde etil asetat-karbon tetraklorür (2:1)' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.845 g, % 76.13 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 48 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 143 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 32
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 33
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 34

Elementel analiz	: C ₉ H ₁₀ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 48.65; H: 4.54; N: 25.22
Bulunan	: C: 48.38; H: 4.49; N: 25.30

3.11. 3-n-Propil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-n-Propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-3-metil-2,5-di-hidro-1H-pirrol-2,5-dion] (49):

16c bileşiği (0.710 g, 0.005 mol) ile sitrakonik anhidrid (0.449 ml, 0.005 mol) karışımı, geri soğutucu içeren bir balon içinde 150-155 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat ilâve edilip derin dondurucuda bekletildi ve oluşan katı madde benzen-karbon tetraklorür (2:1)' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.928 g, % 78.64 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 49 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 158 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 35
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 36
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 37
Elementel analiz	: C ₁₀ H ₁₂ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 50.84; H: 5.12; N: 23.72
Bulunan	: C: 51.61; H: 5.13; N: 23.85

3.12. 3-Benzil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion] (50):

16d bileşiği (0.950 g, 0.005 mol) ile sitrakonik anhidrid (0.449 ml, 0.005 mol) karışımı, geri soğutucu içeren bir balon içinde 175-180 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat ilâve edilip derin dondurucuda bekletildi ve oluşan katı madde etil asetat-karbon tetraklorür (2:1)' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.885 g, % 62.32 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 50 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 143 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 38
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 39
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 40
Elementel analiz	: C ₁₄ H ₁₂ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 59.13; H: 4.25; N: 19.71
Bulunan	: C: 57.74; H: 4.40; N: 18.93

50 bileşiđi, ayrıca, 54 bileşiđinin 175-180 °C de 1 saat ısıtılması ile de elde edildi ve tanımlandı.

3.13. 3-p-Klorobenzil-4- (3-metil -2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il) -4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-p-Klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion] (51) :

16e bileşiđi (1.123 g, 0.005 mol) ile sitrakonik anhidrid (0.449 ml, 0.005 mol) karışımı, geri sođutucu içeren bir balon içinde 175-180 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra sođutuldu ve oluşan katı madde aseton-petrol eteri (2:1)' nden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.067 g, % 66.98 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 51 bileşiđi olarak tanımlandı. e.n. 165 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 41
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 42
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 43
Elementel analiz	: C ₁₄ H ₁₁ N ₄ O ₃ Cl için;
Hesaplanan	: C: 52.76; H: 3.48; N: 17.58
Bulunan	: C: 53.49; H: 3.55; N: 17.80

3.14. 3-Fenil-4-(3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-3-metil-2,5-dihidro-1H-pirrol-2,5-dion] (52) :

16f bileşiđi (0.880 g, 0.005 mol) ile sitrakonik anhidrid (0.449 ml, 0.005 mol) karışımı, geri sođutucu içeren bir balon içinde 195-200 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra sođutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat ilâve edilip derin dondurucuda bekletildi ve oluşan katı madde benzen-karbon tetraklorür (2:1)' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.020 g, % 75.55 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 52 bileşiđi olarak tanımlandı. e.n. 188 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 44
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 45
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 46
Elementel analiz	: C ₁₃ H ₁₀ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 57.77; H: 3.73; N: 20.73
Bulunan	: C: 57.98; H: 3.70; N: 20.30

3.15. N-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-2-metil-maleik asid monoamid (54):

16d bileşiği (0.950 g, 0.005 mol) ile sitrakonik anhidrid (0.449 ml, 0.005 mol) karışımı, geri soğutucu içeren bir balon içinde 150-155 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat ilâve edilip derin dondurucuda bekletildi ve oluşan katı madde benzen-karbon tetraklorür (2:1)' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.120 g, % 74.17 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 54 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 190 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 47
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 48
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 49
Elementel analiz	: C ₁₄ H ₁₄ N ₄ O ₄ için;
Hesaplanan	: C: 55.62; H: 4.67; N: 18.54
Bulunan	: C: 55.06; H: 3.99; N: 18.80

3.16. 3-Metil-4-(piperidin-2,6-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-piperidin-2,6-dion] (56) :

16a bileşiği (0.570 g, 0.005 mol) ile glutarik anhidrid (0.570 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 200-205 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol-benzen (1:4)' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.720 g, % 68.57 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 56 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.238 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 50
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 51
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 52
Elementel analiz	: C ₈ H ₁₀ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 45.71; H: 4.80; N: 26.66
Bulunan	: C: 45.06; H: 4.70; N: 26.59

56 bileşiği, ayrıca, 60 bileşiğinin 200-205 °C de 1 saat ısıtılması ile de elde edildi ve tanımlandı.

3.17. 3-Benzil-4-(piperidin-2,6-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-piperidin-2,6-dion] (57) :

16d bileşiği (0.950g, 0.005 mol) ile glutarik anhidrid (0.570 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 205-210 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat ilâve edilip derin dondurucuda

bekletildi ve oluşan katı madde etil asetat' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.823 g, % 57.55 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 57 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 164 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 53
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 54
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 55
Elementel analiz	: C ₁₄ H ₁₄ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 58.73; H: 4.93; N: 19.57
Bulunan	: C: 59.33; H: 5.00; N: 20.19

3.18. 3-p-Klorobenzil-4-(piperidin-2,6-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [1-(3-p-Klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-piperidin-2,6-dion](58) :

16e bileşiği (1.123 g, 0.005 mol) ile glutarik anhidrid (0.570 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 205-210 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan viskoz madde aseton-benzen (1:2)' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.855 g, % 53.34 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 58 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 210 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 56
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 57
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 58
Elementel analiz	: C ₁₄ H ₁₃ N ₄ O ₃ Cl için;
Hesaplanan	: C: 52.43; H: 4.09; N: 17.47
Bulunan	: C: 51.49; H: 4.03; N: 16.90

58 bileşiği, ayrıca, 62 bileşiğinin 205-210 °C de 1 saat ısıtılması ile de elde edildi ve tanımlandı.

3.19. N-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-glutarik asid monoamid (60):

16a bileşiği (0.570 g, 0.005 mol) ile glutarik anhidrid (0.570 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 125-130 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol-etil asetat (1:4)' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.607 g, % 53.24 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 60 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 201 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 59
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 60
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 61

Elementel analiz	: C ₈ H ₁₂ N ₄ O ₄ için;
Hesaplanan	: C: 42.10; H: 5.30; N: 24.55
Bulunan	: C: 41.45; H: 5.48; N: 24.51

3.20. N-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-glutarik asid monoamid (61):

16b bileşiği (0.640 g, 0.005 mol) ile glutarik anhidrid (0.570 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 125-130 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat ilâve edilip derin dondurucuda bekletildi ve oluşan katı madde etanol - etil asetat (1:4) dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.590 g, % 48.76 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 61 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 153 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 62
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 63
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 64
Elementel analiz	: C ₉ H ₁₄ N ₄ O ₄ için;
Hesaplanan	: C: 44.62; H: 5.83; N: 23.13
Bulunan	: C: 44.31; H: 5.80; N: 22.87

3.21. N-(3-p-Klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-glutarik asid monoamid (62):

16e bileşiği (1.123 g, 0.005 mol) ile glutarik anhidrid (0.570 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 135-140 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan viskoz madde aseton-petrol eteri (1:1) nden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.874 g, % 51.62 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 62 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 186 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 65
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 66
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 67
Elementel analiz	: C ₁₄ H ₁₅ N ₄ O ₄ Cl için;
Hesaplanan	: C: 49.64; H: 4.64; N: 16.54
Bulunan	: C: 49.80; H: 4.41; N: 16.11

3.22. 3-Metil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimid] (64):

16a bileşiği (0.570 g, 0.005 mol) ile cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik anhidrid (0.760 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 185-190 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol'den kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (0.790 g, % 63.71 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 64 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 229 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 68
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 69
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 70
Elementel analiz	: C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 53.22; H: 4.87; N: 22.57
Bulunan	: C: 53.23; H: 4.91; N: 21.96

3.23. 3-Etil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimid] (65):

16b bileşiği (0.640 g, 0.005 mol) ile cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik anhidrid (0.760 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 185-190 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol'den kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (0.826 g, % 63.05 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 65 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 222 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 71
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 72
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 73
Elementel analiz	: C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 54.95; H: 5.38; N: 21.37
Bulunan	: C: 55.19; H: 5.63; N: 21.14

3.24. 3-n-Propil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-n-Propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimid] (66):

16c bileşiği (0.710 g, 0.005 mol) ile cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik anhidrid (0.760 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 185-190 °C de 1.5 saat

ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol' den kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (0.942 g, % 68.26 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 66 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 225 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 74
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 75
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 76
Elementel analiz	: C ₁₃ H ₁₆ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 56.51; H: 5.84; N: 20.28
Bulunan	: C: 56.23; H: 5.84; N: 20.90

3.25. 3-Benzil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-Benzil-4,5- dihidro- 1H-1,2,4- triazol-5-on-4-il) -cis-1,2,3,6- tetrahydroftalimid] (67):

16d bileşiği (0.950 g, 0.005 mol) ile cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik anhidrid (0.760 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 190-195 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol' den kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (0.980 g, % 60.49 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 67 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 216 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 77
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 78
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 79
Elementel analiz	: C ₁₇ H ₁₆ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 62.95; H: 4.97; N: 17.28
Bulunan	: C: 62.67; H: 5.09; N: 17.27

3.26. 3-p-Klorobenzil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-p-Klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimid] (68) :

16e bileşiği (1.123 g, 0.005 mol) ile cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik anhidrid (0.760 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 190-195 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etil asetat-petrol eteri (1:1)' nden kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (1.067 g, % 59.51 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 68 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 194 °C

IR (KBr)	:	Ek Spektrum 80
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	:	Ek Spektrum 81
¹ H NMR (TFA)	:	Ek Spektrum 82
Elementel analiz	:	C ₁₇ H ₁₅ N ₄ O ₃ Cl için;
Hesaplanan	:	C: 56.91; H: 4.21; N: 15.62
Bulunan	:	C: 57.30; H: 4.16; N: 15.32

3.27. 3-Fenil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimid] (69):

16f bileşiği (0.880 g, 0.005 mol) ile cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik anhidrid (0.760 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 200-205 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol' den kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (1.046 g, % 67.48 verim) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 69 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 253 °C

IR (KBr)	:	Ek Spektrum 83
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	:	Ek Spektrum 84
¹ H NMR (TFA)	:	Ek Spektrum 85
Elementel analiz	:	C ₁₆ H ₁₄ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	:	C: 61.93; H: 4.55; N: 18.06
Bulunan	:	C: 61.35; H: 4.78; N: 17.77

3.28. 3-p-Tolil-4-(cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-p-Tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimid] (70):

16g bileşiği (0.950 g, 0.005 mol) ile cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik anhidrid (0.760 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 200-205 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol' den kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (0.945 g, % 58.33 verim) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 70 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 235 °C

IR (KBr)	:	Ek Spektrum 86
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	:	Ek Spektrum 87
¹ H NMR (TFA)	:	Ek Spektrum 88

Elementel analiz	: C ₁₇ H ₁₆ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 62.95; H: 4.97; N: 17.28
Bulunan	: C: 62.53; H: 5.15; N: 17.06

3.29. 3-Metil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-hekzahidroftalimid] (73) :

16a bileşiği (0.570 g, 0.005 mol) ile cis-hekzahidroftalik anhidrid (0.770 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 160-165 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde su' dan kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (0.563 g, % 45.04 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 73 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 212 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 89
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 90
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 91
¹³ C NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 92
Elementel analiz	: C ₁₁ H ₁₄ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 52.79; H: 5.64; N: 22.39
Bulunan	: C: 52.35; H: 5.64; N: 22.26

3.30. 3-Etil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-hekzahidroftalimid] (74) :

16b bileşiği (0.640 g, 0.005 mol) ile cis-hekzahidroftalik anhidrid (0.770 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 160-165 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol' den kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (0.634 g, % 48.03 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 74 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 190 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 93
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 94
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 95
¹³ C NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 96
Elementel analiz	: C ₁₂ H ₁₆ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 54.55; H: 6.10; N: 21.20
Bulunan	: C: 54.41; H: 6.18; N: 21.40

3.31. 3-n-Propil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-n-Propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-hekzahidroftalimid] (75) :

16c bileşiği (0.710 g, 0.005 mol) ile cis-hekzahidroftalik anhidrid (0.770 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 160-165 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde su' dan kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (0.742 g, % 53.38 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 75 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 191 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 97
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 98
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 99
¹³ C NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 100
Elementel analiz	: C ₁₃ H ₁₈ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 56.10; H: 6.52; N: 20.13
Bulunan	: C: 55.69; H: 6.69; N: 19.79

3.32. 3-Benzil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-hekzahidroftalimid] (76) :

16d bileşiği (0.950 g, 0.005 mol) ile cis-hekzahidroftalik anhidrid (0.770 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 170-175 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol' den kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (0.666 g, % 40.86 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 76 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 211 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 101
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 102
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 103
¹³ C NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 104
Elementel analiz	: C ₁₇ H ₁₈ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 62.56; H: 5.56; N: 17.17
Bulunan	: C: 62.17; H: 5.62; N: 17.22

3.33. 3-p-Klorobenzil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-p-Klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-hekzahidroftalimid] (77) :

16e bileşiği (1.123 g, 0.005 mol) ile cis-hekzahidroftalik anhidrid (0.770 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 170-175 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol' den kristallendirildi. Ele geçen

beyaz kristaller (1.003 g, % 55.63 verim) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 77 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 200 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 105
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 106
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 107
Elementel analiz	: C ₁₇ H ₁₇ N ₄ O ₃ Cl için;
Hesaplanan	: C: 56.59; H: 4.75; N: 15.53
Bulunan	: C: 57.01; H: 4.73; N: 15.19

3.34. 3-Fenil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-hekzahidroftalimid] (78) :

16f bileşiği (0.880 g, 0.005 mol) ile cis-hekzahidroftalik anhidrid (0.770 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 185-190 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde aseton' dan kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (0.818 g, % 52.43 verim) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 78 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 245 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 108
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 109
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 110
¹³ C NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 111
Elementel analiz	: C ₁₆ H ₁₆ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 61.53; H: 5.16; N: 17.94
Bulunan	: C: 60.83; H: 5.25; N: 18.03

3.35. 3-p-Tolil-4-cis-hekzahidroftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [N-(3-p-Tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-cis-hekzahidroftalimid] (79) :

16g bileşiği (0.950 g, 0.005 mol) ile cis-hekzahidroftalik anhidrid (0.770 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 185-190 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol' den kristallendirildi. Ele geçen beyaz kristaller (0.653 g, % 40.06 verim) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 79 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 212 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 112
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 113
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 114
¹³ C NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 115

Elementel analiz	: C ₁₇ H ₁₈ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 62.56; H: 5.56; N: 17.17
Bulunan	: C: 62.79; H: 5.52; N: 17.24

3.36. 3,5-Dietil-4-suksinimido-4H-1,2,4-triazol [N-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-suksinimid] (81) :

21 bileşiği (0.700 g, 0.005 mol) ile suksinik anhidrid (0.500 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 220-225 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye soğuk su ilâve edildi ve oluşan katı madde süzülüp, benzen-petrol eteri (2:1)' nden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.512 g, % 46.13 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 81 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 176 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 116
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 117
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 118
Elementel analiz	: C ₁₀ H ₁₄ N ₄ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 54.04; H: 6.35; N: 25.21
Bulunan	: C: 54.27; H: 6.27; N: 24.63

81 bileşiği, ayrıca, 83 bileşiğinin 220-225 °C de 1 saat ısıtılması ile de elde edildi ve tanımlandı.

3.37. N-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-suksinik asid monoamid (83) :

21 bileşiği (0.700 g, 0.005 mol) ile suksinik anhidrid (0.500 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 185-190 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol-aseton (1:3)' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.579 g, % 48.25 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 83 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 157 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 119
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 120
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 121
Elementel analiz	: C ₁₀ H ₁₆ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 49.99; H: 6.71; N: 23.32
Bulunan	: C: 50.36; H: 7.00; N: 24.38

3.38. N-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-suksinik asid monoamid (84) :

20 bileşiği (0.560 g, 0.005 mol) ile suksinik anhidrid (0.500 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 180-185 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra

soğutuldu ve oluşan viskoz madde etanol-etil asetat (1:3)' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.460 g, % 43.39 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 84 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 182 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 122
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 123
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 124
Elementel analiz	: C ₈ H ₁₂ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 45.28; H: 5.70; N: 26.40
Bulunan	: C: 45.02; H: 5.74; N: 26.47

3.39. N-(4H-1,2,4-triazol-4-il)-ftalik asid monoamid (86) :

19 bileşiği (0.420 g, 0.005 mol) ile ftalik anhidrid (0.740 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 180-185 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.830 g, % 71.55 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 86 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 263 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 125
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 126
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 127
Elementel analiz	: C ₁₀ H ₈ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 51.72; H: 3.47; N: 24.13
Bulunan	: C: 51.97; H: 3.57; N: 24.02

3.40. N-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-ftalik asid monoamid (87) :

20 bileşiği (0.560 g, 0.005 mol) ile ftalik anhidrid (0.740 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 195-200 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan viskoz madde su' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.958 g, % 73.69 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 87 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 187 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 128
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 129
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 130
Elementel analiz	: C ₁₂ H ₁₂ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 55.38; H: 4.65; N: 21.53
Bulunan	: C: 54.73; H: 4.72; N: 21.26

3.41. 4-(cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimido)-4H-1,2,4-triazol [N-(4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahydroftalimid] (89) :

19 bileşiği (0.420 g, 0.005 mol) ile cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik anhidrid (0.760 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 170-175 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Ele geçen viskoz maddeye 3-5 ml dietil eter ilâve edildi. Oluşan katı madde etanol' den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.681 g, % 62.48 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 89 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 199 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 131
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 132
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 133
Elementel analiz	: C ₁₀ H ₁₀ N ₄ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 55.04; H: 4.62; N: 25.68
Bulunan	: C: 55.18; H: 4.83; N: 25.82

3.42. N-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik asid monoamid (91) :

20 bileşiği (0.560 g, 0.005 mol) ile cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik anhidrid (0.760 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 180-185 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan viskoz madde su' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.740 g, % 56.06 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 91 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 195 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 134
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 135
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 136
Elementel analiz	: C ₁₂ H ₁₆ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 54.55; H: 6.10; N: 21.20
Bulunan	: C: 54.23; H: 6.22; N: 21.35

3.43. N-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik asid monoamid (92) :

21 bileşiği (0.700 g, 0.005 mol) ile cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik anhidrid (0.760 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 180-185 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan katı madde etanol-etil asetat (1:3)' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.920 g, % 63.01 verim) aynı karışımdan birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 92 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 181 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 137
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 138
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 139
Elementel analiz	: C ₁₄ H ₂₀ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 57.52; H: 6.90; N: 19.17
Bulunan	: C: 57.27; H: 7.23; N: 19.79

3.44. N-(4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-hekzahidroftalik asid monoamid (94) :

19 bileşiği (0.420 g, 0.005 mol) ile cis-hekzahidroftalik anhidrid (0.770 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 170-175 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Ele geçen viskoz maddeye 3-5 ml dietil eter ilâve edildi. Oluşan katı madde aseton' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.679 g, % 57.06 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 94 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 170 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 140
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 141
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 142
Elementel analiz	: C ₁₀ H ₁₄ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 50.42; H: 5.92; N: 23.52
Bulunan	: C: 49.27; H: 5.77; N: 22.68

3.45. N-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-hekzahidroftalik asid monoamid (95) :

20 bileşiği (0.560 g, 0.005 mol) ile cis-hekzahidroftalik anhidrid (0.770 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 180-185 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu ve oluşan viskoz madde su' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.716 g, % 53.83 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 95 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 244 °C

IR (KBr)	: Ek Spektrum 143
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Spektrum 144
¹ H NMR (TFA)	: Ek Spektrum 145
Elementel analiz	: C ₁₂ H ₁₈ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 54.12; H: 6.81; N: 21.04
Bulunan	: C: 53.87; H: 6.90; N: 21.20

3.46. N-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-cis-hekzahidroftalik asid monoamid (96):

21 bileşiđi (0.700 g, 0.005 mol) ile cis-hekzahidroftalik anhidrid (0.770 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 180-185 °C de 1.5 saat ısıtıldıktan sonra sođutuldu ve oluşan katı madde su' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.884 g, % 60.14 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 96 bileşiđi olarak tanımlandı. e.n. 168 °C

IR (KBr)	:	Ek Spektrum 146
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	:	Ek Spektrum 147
¹ H NMR (TFA)	:	Ek Spektrum 148
Elementel analiz	:	C ₁₄ H ₂₂ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	:	C: 57.12; H: 7.53; N: 19.04
Bulunan	:	C: 56.51; H: 7.83; N: 18.93

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, öncelikle, literatürde kayıtlı 2, 13 ve 16 tipi 21 bileşik ile, gene literatürde kayıtlı 20 ve 21 bileşikleri sentez edildikten sonra, literatürde kayıtlı olmayan 46 yeni bileşiğin sentezi yapılmış ve böylece toplam 69 bileşiğin sentezi gerçekleştirilerek yapıları aydınlatılmıştır.

Çalışmada sentezlenen yeni bileşiklerin IR spektrumlarında ortaya çıkan karakteristik pikler değerlendirilmiş ve tablolar halinde aşağıda verilmiştir (Tablo 2 - 12). Bu tablolarda ortaya konulan veriler yeni bileşiklerin yapı aydınlatılmasında kullanılmıştır.

Tablo 2. 36 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm^{-1})

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	1,4-Disubstitue aromatik halka
37	3180	1785,1735,1698	1580	-	-
38	3240	1785,1735,1700	1590	-	-
39	3360	1776,1730,1695	1588	752,692	-
40	3238	1780,1728,1700	1570	762,685	-
41	3250	1787,1742,1705	1582	-	820

Tablo 3. 42 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm^{-1})

Bileşik No	ν_{NH} ve OH	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	1,4-Disubstitue aromatik halka
43	3140,3082,2940	1702,1687,1655	1584	-
44	3175,3115,2980	1720,1695,1665	1582	-
45	3270,3210,2980	1720,1702,1660	1580	812

Tablo 4. 46 ve 53 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}^a	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubst. arom. halka	1,4-Disubst. arom. halka
47	3220	1798,1745,1710	1600	-	-
48	3230	1795,1735,1705	1587	-	-
49	3210	1795,1740,1705	1587	-	-
50	3160	1792,1742,1705	1582	750,700	-
51	3355	1788,1728,1704	1582	-	835
52	3170	1793,1745,1710	1580	758,687	-
54	3290,3190,2990	1720,1690,1660	1575	760,690	-

^a 54 bileşiği için ν_{NH} ve OH

Tablo 5. 55 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	1,4-Disubstitue aromatik halka
56	3190	1748,1710,1672	1597	-	-
57	3180	1755,1715,1700	1585	765,700	-
58	3220	1760,1705,1685	1595	-	810

Tablo 6. 59 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH} ve OH	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	1,4-Disubstitue aromatik halka
60	3300,3160,2980	1725,1700,1665	1595	-
61	3230,3120,2985	1725,1690,1650	1585	-
62	3295,3200,2985	1732,1690,1666	1585	800

Tablo 7. 63 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm^{-1})

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	1,4-Disubstitue aromatik halka
64	3290	1798,1735,1706	1595	-	-
65	3190	1800,1735,1690	1596	-	-
66	3300	1800,1735,1710	1585	-	-
67	3270	1795,1738,1707	1582	745,695	-
68	3285	1795,1738,1710	1582	-	800
69	3220	1805,1735,1717	1580	765,685	-
70	3170	1797,1735,1708	1597	-	810

Tablo 8. 72 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm^{-1})

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	1,4-Disubstitue aromatik halka
73	3280	1800,1735,1704	1600	-	-
74	3185	1797,1745,1707	1592	-	-
75	3225	1800,1745,1702	1588	-	-
76	3235	1800,1745,1702	1588	760,705	-
77	3200	1798,1735,1700	1590	-	815
78	3200	1802,1740,1712	1580	765,694	-
79	3200	1795,1732,1710	1585	-	815

Tablo 9. 80 ve 82 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm^{-1})

Bileşik No	ν_{NH} ve OH	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$
81	-	1780,1730	1525
83	3225,3130	1702,1675	1515
84	3210,3150	1710,1698	1540

Tablo 10. 85 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm^{-1})

Bileşik No	ν_{NH} ve OH	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$
86	3110,3050	1686,1673	1520
87	3250,3118	1690,1665	1520

Tablo 11. 88 ve 90 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm^{-1})

Bileşik No	ν_{NH} ve OH	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$
89	-	1786,1720	1500
91	3270,3080	1730,1713	1543
92	3110,3010	1690,1675	1522

Tablo 12. 93 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm^{-1})

Bileşik No	ν_{NH} ve OH	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$
94	3088,2920	1710,1674	1550
95	3105,2930	1710,1695	1542
96	3160,2920	1700,1675	1532

Organik kimya literatüründe bazı 1,2,4-triazol ve 4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on türevleri ile pirrol bileşiklerinin ultraviyole absorpsiyon spektrumları üzerine yapılmış bazı çalışmaların bulunduğu bilinmektedir [35-47]. Bu çalışmada sentezlenen yeni bileşiklerin de UV spektrumları alınarak, yorumlamaları yapılmış ve ortaya çıkan piklerin λ_{max} değerleri belirlenerek, bunlara karşın olan ϵ_{max} değerleri hesaplanmıştır. Bu değerlerin literatürde kayıtlı veriler ile uyum halinde olduğu saptanmış ve bu değerler aşağıdaki tablolarda topluca gösterilmiştir (Tablo 13 - 18).

Tablo 13. 36 ve 42 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Spektrum No
37	244	0.87	Ek Spektrum 149
38	238	1.24	Ek Spektrum 150
39	234	1.38	Ek Spektrum 151
40	275	6.03	Ek Spektrum 152
	253	9.18	
41	274	6.92	Ek Spektrum 153
	254	11.41	
43	237	1.75	Ek Spektrum 154
44	234	2.15	Ek Spektrum 155
45	276	0.58	Ek Spektrum 156
	265	0.77	
	247	1.05	

Tablo 14. 46 ve 53 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Spektrum No
47	238	1.38	Ek Spektrum 157
48	236	1.71	Ek Spektrum 158
49	237	1.76	Ek Spektrum 159
50	241	1.52	Ek Spektrum 160
51	248	1.05	Ek Spektrum 161
52	266	5.81	Ek Spektrum 162
	257	8.08	
54	233	2.41	Ek Spektrum 163

Tablo 15. 55 ve 59 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Spektrum No
56	223	0.33	Ek Spektrum 164
57	224	1.59	Ek Spektrum 165
58	275	0.26	Ek Spektrum 166
	267	0.27	
	232	0.84	
60	219	0.66	Ek Spektrum 167
61	218	0.82	Ek Spektrum 168
62	276	0.22	Ek Spektrum 169
	268	0.23	
	260	0.19	
	234	0.59	

Tablo 16. 63 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Spektrum No
64	222	0.53	Ek Spektrum 170
65	215	1.36	Ek Spektrum 171
66	218	1.09	Ek Spektrum 172
67	224	1.17	Ek Spektrum 173
68	276	0.25	Ek Spektrum 174
	267	0.23	
	259	0.22	
	232	0.79	
69	276	3.84	Ek Spektrum 175
	253	7.23	
70	276	5.44	Ek Spektrum 176
	254	8.56	

Tablo 17. 72 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Spektrum No
73	220	0.72	Ek Spektrum 177
74	218	0.93	Ek Spektrum 178
75	217	1.36	Ek Spektrum 179
76	224	0.89	Ek Spektrum 180
77	276	0.23	Ek Spektrum 181
	268	0.26	
	259	0.25	
	233	0.55	
78	276	3.21	Ek Spektrum 182
	254	5.68	
79	276	5.16	Ek Spektrum 183
	252	9.88	

Tablo 18. 80, 82, 85, 88, 90 ve 93 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Spektrum No
81	217	0.09	Ek Spektrum 184
83	215	0.28	Ek Spektrum 185
84	213	0.52	Ek Spektrum 186
86	280	1.02	Ek Spektrum 187
	273	1.14	
	242	1.26	
87	276	1.25	Ek Spektrum 188
	235	2.53	
89	228	0.15	Ek Spektrum 189
91	214	0.29	Ek Spektrum 190
92	217	0.10	Ek Spektrum 191
94	223	0.18	Ek Spektrum 192
95	213	0.27	Ek Spektrum 193
96	215	0.13	Ek Spektrum 194

Bu çalışmada elde edilen yeni bileşiklerin ^1H NMR spektrumları hem nötral bir çözücü olan DMSO- d_6 ve hem de asidik bir çözücü olan TFA (trifluoroasetik asid) içinde alınmış ve böylece ortaya çıkan piklerin kimyasal kayma değerleri belirlenerek yapı aydınlatılmasında kullanılmıştır. DMSO- d_6 da alınan spektrumlarda δ 2.50 civarında, TFA da alınan spektrumlarda ise δ 12.00 civarında çözücünden ileri gelen karakteristik pikler [48] gözlenmiştir. DMSO- d_6 da alınan spektrumlarda, kullanılan çözücünün içerdiği az miktarda H_2O dan ileri gelen pikler de ayrıca gözlenmiştir. δ 3.50 civarında ortaya çıkan bu piklerin H_2O piki olduğu D_2O ilâvesiyle kanıtlanmıştır. TFA da alınan spektrumlarda ortam asidik olduğu için NH ve OH pikleri gözlenmemiştir. Asidik ortamda pirrol halkası 3H-pirrolyum tipi katyon üzerinden pirrol kırmızısı adı verilen bir polimer oluşumuna yol açtığı için [49,50], birer pirrol tipi halka içeren 36 ve 46 tipi yeni bileşiklerin ^1H NMR spektrumları, bozunmayı önlemek amacıyla, TFA da çözüldükten sonra süratle alınmıştır. Çalışmada sentezlenen açıl intermediatlarının DMSO- d_6 da alınan ^1H NMR spektrumlarında -CONH- protonu gözlenememiştir. Bu bileşikler uygun bir diğer nötral nmr solventinde yeteri ölçüde çözünmedikleri için, başka bir solvent içinde spektrum alma olanağı bulunamamıştır. Ancak, NH protonlarının ^1H NMR spektrumlarında birçok hallerde gözlenemediği veya çok yaygın olarak ortaya çıkabildiği literatürde bildirilmiştir [48]. Aşağıdaki tablolarda çalışmada elde edilen yeni bileşiklerin ^1H NMR (DMSO- d_6) ve ^1H NMR (TFA) spektrum değerleri ayrıntılı olarak gösterilmiştir (Tablo 19 - 40).

Tablo 19. 36 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	CH_3	CH_2	CH_2	$\text{CH}=\text{CH}$	NH	Aromatik H
37	2.16(s)	-	-	7.48(s)	12.28(s)	-
38	0.84(t)	1.52(sext)	2.37(t)	7.42(s)	12.07(s)	-
39	-	-	3.86(s)	7.22(s)	12.32(s)	7.28(s,5H)
40	-	-	-	7.46(s)	12.36(s)	7.60(s,5H)
41	2.30(s)	-	-	7.20(s)	12.38(s)	7.30(s,4H)

Tablo 20. 42 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	CH ₃	CH ₂	CH ₂	CH=CH	OH	NH	Aromatik H
43	1.11(t)	2.41(q)	-	6.44(q)	11.14(s)	11.62(s)	-
44	0.91(t)	1.57(sext)	2.37(t)	6.44(q)	11.13(s)	11.62(s)	-
45	-	-	3.78(s)	6.34(s)	10.14(s)	11.60(s)	7.20(s,4H)

Tablo 21. 46 ve 53 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileş. No	CH ₃	CH ₃	CH ₂	CH ₂	CH	OH	NH	Aromatik H
47	2.07(s)	2.14(s)	-	-	7.05(s)	-	12.03(s)	-
48	1.09(t)	2.14(s)	-	2.40(q)	7.05(s)	-	12.05(s)	-
49	0.87(t)	2.14(s)	1.54(sext)	2.39(t)	7.05(s)	-	12.04(s)	-
50	-	2.06(s)	-	3.82(s)	6.95(s)	-	12.20(s)	7.20(s,5H)
51	-	2.00(s)	-	3.78(s)	6.80(s)	-	11.96(s)	7.10(s,4H)
52	-	2.16(s)	-	-	6.96(s)	-	12.40(s)	7.40(s,5H)
54	-	2.00(s)	-	3.82(s)	6.80(s)	11.10(s)	11.96(s)	7.16(s,5H)

Tablo 22. 55 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	CH ₃	CH ₂	2CH ₂	CH ₂	NH	Aromatik H
56	1.76-2.20(m) ^a	<i>a</i>	2.88(t)	-	11.96(s)	-
57	-	1.90(pent)	2.74(t)	3.78(s)	12.12(s)	7.40(s,5H)
58	-	1.94(pent)	2.76(t)	3.68(s)	11.80(s)	7.10(s,4H)

^a (m,5H,CH₃+CH₂)

Tablo 23. 59 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileş. No	CH ₃	CH ₂	2CH ₂	CH ₂	OH	NH	Aromatik H
60	1.88-2.16(m) ^a	<i>a</i>	2.36(t)	-	10.86(s)	11.74(s)	-
61	1.10(t)	1.87(pent)	2.27-2.41(m) ^b	<i>b</i>	10.79(s)	11.61(s)	-
62	-	1.86(pent)	2.24(t)	3.64(s)	10.46(s)	10.56(s)	7.16(s,4H)

^a (m,5H,CH₃+CH₂)^b (m,6H,3CH₂)Tablo 24. 63 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileş. No	CH ₃	CH ₂	CH ₂	2CH ₂	2CH	CH=CH	NH	Aromatik H
64	1.95(s)	-	-	2.24-2.57 (m)	3.57-3.59 (m)	6.00-6.03 (m)	12.07(s)	-
65	1.00(t)	2.20(q)	-	2.22-2.84 (m)	3.52-3.78 (m)	6.00-6.30 (m)	12.36(s)	-
66	0.84(t)	1.40(sext)	2.18(t)	2.20-2.86 (m)	3.72-3.96 (m)	6.04-6.20 (m)	12.40(s)	-
67	-	-	3.64(s)	2.16-2.62 (m)	3.40-3.56 (m)	5.86-6.06 (m)	12.42(s)	7.06-7.50 (m,5H)
68	-	-	3.56(s)	2.00-2.40 (m)	3.20-3.44 (m)	5.60-5.96 (m)	12.00(s)	7.06(q,4H)
69	-	-	-	2.12-2.40 (m)	3.40-3.86 (m)	5.72-5.90 (m)	12.84(s)	7.34-7.74 (m,5H)
70	<i>a</i>	-	-	2.32-3.06 (m) ^a	3.40-3.68 (m)	5.74-5.96 (m)	12.80(s)	7.40(s,4H)

^a (m,7H,CH₃+2CH₂)

Tablo 25. 72 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ/ppm)

Bileşik No	CH_3	4CH_2	CH_2	2CH	NH	Aromatik H
73	2.10(s)	1.22-2.00(m)	-	3.22-3.58(m)	12.20(s)	-
74	1.10(t)	1.34-2.12(m)	2.38(q)	3.42-3.58(m)	12.38(s)	-
75	0.88(t)	1.20-1.94(m) ^a	2.32(t)	3.26-3.52(m)	12.38(s)	-
76	-	1.00-1.90(m)	3.88(s)	3.00-3.36(m)	12.30(s)	7.34(m,5H)
77	-	1.08-1.96(m)	3.78(s)	3.00-3.36(m)	12.02(s)	7.14(q,4H)
78	-	1.02-1.90(m)	-	3.20-3.44(m)	12.84(s)	7.40-7.82 (m,5H)
79	2.46(s)	1.20-2.04(m)	-	3.54-3.76(m)	12.84(s)	7.50(s,4H)

^a (m,10H,5 CH_2)Tablo 26. 80 ve 82 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ/ppm)

Bileşik No	2CH_3	2CH_2	2CH_2	OH
81	1.16(t)	2.50(q)	3.00(s)	-
83	1.16(t)	2.46(q)	2.56(s)	11.16(s)
84	2.10(s)	-	2.50(s)	11.10(s)

Tablo 27. 85 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ/ppm)

Bileşik No	2CH_3	2CH	OH	Aromatik H
86	-	8.88(s)	12.22(s)	7.80-8.40(m,4H)
87	2.32(s)	-	11.52(s)	7.38-7.94(m,4H)

Tablo 28. 88 ve 90 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	2CH_3	2CH_2	2CH	$\text{CH}=\text{CH}$	$2=\text{CH}$	OH
89	-	2.32-2.70(m)	3.28-3.60(m)	5.96-6.16(m)	8.80(s)	-
91	2.15(s)	2.24-2.60(m)	2.96-3.17(m)	5.64-5.75(m)	-	11.18(s)
92	1.17(t)	2.36-2.62(m) ^a	2.98-3.14(m)	5.64-5.76(m)	-	11.15(s)

^a (m,8H,4CH₂)Tablo 29. 93 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	2CH_3	4CH_2	2CH_2	2CH	$2=\text{CH}$	OH
94	-	1.24-2.18(m)	-	2.62-2.94(m)	8.40(s)	11.00(s)
95	-	1.00-2.22(m) ^a	-	2.30-2.80(m)	-	11.16(s)
96	1.16(t)	1.20-2.12(m)	2.46(q)	2.72-3.16(m)	-	11.00(s)

^a (m,14H,2CH₃+4CH₂)Tablo 30. 36 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA, δ /ppm)

Bileşik No	CH_3	CH_2	CH_2	$\text{CH}=\text{CH}$	Aromatik H
37	2.44(s)	-	-	6.74(s)	-
38	1.09(t)	1.80(sext)	2.67(t)	7.18(s)	-
39	-	-	4.10(s)	7.02(s)	7.20-7.58 (m,5H)
40	-	-	-	7.18(s)	7.76(s,5H)
41	2.46(s)	-	-	7.18(s)	7.50(s,4H)

Tablo 31. 42 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA, δ /ppm)

Bileşik No	CH ₃	CH ₂	CH ₂	CH=CH	Aromatik H
43	1.40(t)	2.90(q)	-	7.26(d)	-
44	1.14(t)	1.90(sext)	2.82(t)	6.86(d)	-
45	-	-	4.04(s)	6.60(s)	7.22(s,4H)

Tablo 32. 46 ve 53 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA, δ /ppm)

Bileşik No	CH ₃	CH ₃	CH ₂	CH ₂	CH	Aromatik H
47	2.28(s)	2.36(s)	-	-	6.92(s)	-
48	1.34(t)	2.28(s)	-	2.68(q)	6.80(s)	-
49	1.12(t)	2.34(s)	1.82(sext)	2.70(t)	6.78(s)	-
50	-	2.10(s)	-	4.06(s)	6.50(s)	6.88-7.30 (m,5H)
51	-	2.16(s)	-	3.98(s)	6.58(s)	7.16(q,4H)
52	-	2.30(s)	-	-	6.66(s)	7.48(s,5H)
54	-	2.12(s)	-	4.04(s)	6.70(s)	6.86-7.40 (m,5H)

Tablo 33. 55 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik No	CH_3	CH_2	2CH_2	CH_2	Aromatik H
56	2.10-2.58(m) ^a	<i>a</i>	3.20(t)	-	-
57	-	2.04(pent)	2.80(t)	4.04(s)	7.00-7.52 (m,5H)
58	-	1.80-2.36(m)	2.64-3.16(m)	4.00(s)	7.20(q,4H)

^a (m,5H,CH₃+CH₂)

Tablo 34. 59 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik No	CH_3	CH_2	CH_2	CH_2	CH_2	Aromatik H
60	2.00-2.50(m) ^a	<i>a</i>	2.60(t)	3.20(t)	-	-
61	1.40(t)	2.20(pent)	2.52-3.02(m) ^b	<i>b</i>	<i>b</i>	-
62	-	2.10(pent)	2.64(t) ^c	<i>c</i>	4.04(s)	7.04-7.44 (m,4H)

^a (m,5H,CH₃+CH₂)

^b (m,6H,3CH₂)

^c (t,4H,2CH₂)

Tablo 35. 63 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileş. No	CH_3	CH_2	CH_2	2CH_2	2CH	$\text{CH}=\text{CH}$	Aromatik H
64	2.26(s)	-	-	2.46-3.16 (m)	3.54-3.84 (m)	6.10-6.36 (m)	-
65	1.30(t)	<i>a</i>	-	2.42-3.20 (m) ^{<i>a</i>}	3.68-3.94 (m)	6.18-6.44 (m)	-
66	1.10(t)	1.76(sext)	2.60(t)	2.70-3.20 (m)	3.64-3.98 (m)	6.08-6.36 (m)	-
67	-	-	4.02(s)	2.36-2.70 (m)	3.48-3.76 (m)	6.00-6.20 (m)	7.18-7.69 (m,5H)
68	-	-	3.94(s)	2.40-2.72 (m)	3.50-3.76 (m)	5.90-6.10 (m)	7.20(q,4H)
69	-	-	-	2.32-2.70 (m)	3.50-3.76 (m)	5.50-5.94 (m)	7.24-7.66 (m,5H)
70	<i>b</i>	-	-	2.36-2.68 (m) ^{<i>b</i>}	3.56-3.80 (m)	5.78-5.98 (m)	7.46(s,4H)

^{*a*} (m,6H,3CH₂)^{*b*} (m,7H,CH₃+2CH₂)Tablo 36. 72 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik No	CH_3	4CH_2	CH_2	2CH	Aromatik H
73	2.40(s)	1.48-2.28(m)	-	3.42-3.70(m)	-
74	1.30(t)	1.36-2.24(m)	2.62(q)	3.20-3.56(m)	-
75	1.14(t)	1.56-2.36(m) ^{<i>a</i>}	2.74(t)	3.10-3.64(m)	-
76	-	1.20-2.12(m)	4.20(s)	3.18-3.48(m)	7.18-7.60 (m,5H)
77	-	1.16-2.20(m)	4.12(s)	3.08-3.46(m)	7.24(q,4H)
78	-	1.20-2.08(m)	-	3.24-3.58(m)	7.74 (s,5H)
79	250(s)	1.20-2.12(m)	-	3.28-3.56(m)	7.56(s,4H)

^{*a*} (m,10H,5CH₂)

Tablo 37. 80 ve 82 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA, δ /ppm)

Bileşik No	2CH_3	2CH_2	2CH_2
81	1.52(t)	2.98(q)	3.32(s)
83	1.52(t)	3.00(q)	3.10(s)
84	2.74(s)	-	3.02(s)

Tablo 38. 85 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA, δ /ppm)

Bileşik No	2CH_3	2CH	Aromatik H
86	-	9.34(s)	7.40-8.36(m,4H)
87	2.90(s)	-	7.60-8.40(m,4H)

Tablo 39. 88 ve 90 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA, δ /ppm)

Bileşik No	2CH_3	2CH_2	2CH_2	2CH	$\text{CH}=\text{CH}$	$2=\text{CH}$
89	-	2.54-2.96(m)	-	3.60-3.84(m)	6.04-6.30(m)	9.50(s)
91	<i>a</i>	2.50-2.96(m) ^a	-	3.24-3.66(m)	5.88(s)	-
92	1.42(t)	2.46-2.80(m)	2.94(q)	3.20-3.60(m)	5.82(s)	-

^a (m,10H,2CH₃+2CH₂)

Tablo 40. 93 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (TFA, δ /ppm)

Bileşik No	2CH_3	4CH_2	2CH_2	2CH	$2=\text{CH}$
94	-	1.16-2.40(m)	-	3.00-3.56(m)	9.20(s)
95	2.70(s)	1.24-2.36(m)	-	2.86-3.20(m)	-
96	1.46(t)	1.50-2.48(m)	3.04(q)	3.06-3.44(m)	-

^{13}C NMR spektroskopisi yakın zamanlarda 1,2,4-triazol ve 4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on türevlerine de uygulanmaya başlanmıştır [23,51-54]. Bu çalışmada ^{13}C NMR spektroskopisi 10 bileşik için uygulanmış ve elde edilen veriler aşağıda Tablo 41 ve Tablo 42 de gösterilmiştir. Spektrumlarda gözlenen karakteristik piklerin yorumlanmasında, alifatik karbonların ve homoaromatik karbonların belirlenmesinde Kaynak [55] den yararlanılmıştır. 4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on halkasına ilişkin karbonlar için bulunan δ değerlerinin literatürde öngörülen değerlerle uyum halinde olduğu gözlenmiştir [23,51-54].

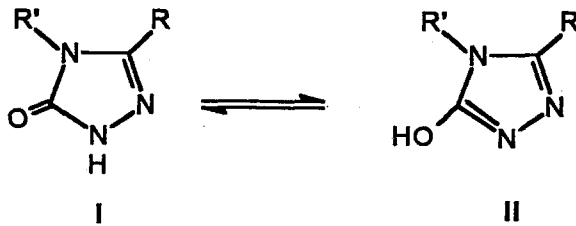
Tablo 41. 36 ve 42 Tipi Bazı Yeni Bileşiklerin ^{13}C NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	Triazol C_3	Triazol C_5	$\text{HC}=\text{CH}$	Alifatik C	$\text{C}=\text{O}$	Aromatik C
39	146.16	150.98	134.27(2C)	30.31	165.57(2C)	133.97, 128.64 (2C), 128.41(2C), 126.95
40	145.05	151.26	134.84(2C)	-	166.69(2C)	131.13, 129.36 (2C), 126.39(2C), 124.51
41	145.17	151.29	134.78(2C)	20.95	166.64(2C)	141.11, 129.88 (2C), 126.33(2C), 121.74
44	147.92	152.53	131.28, 129.04	26.05, 18.79, 13.38	166.51, 164.17	-

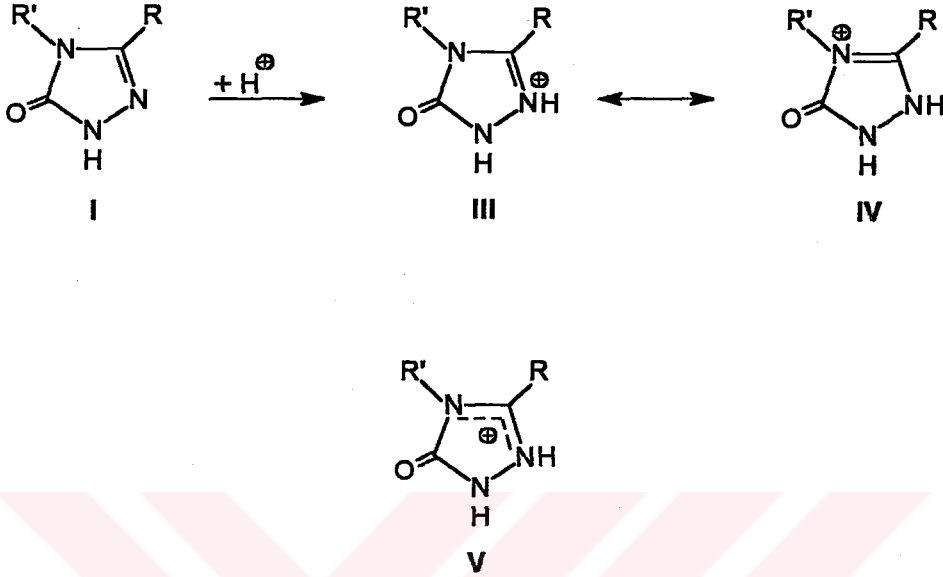
Tablo 42. 72 Tipi Yeni Bileşiklerin ^{13}C NMR Verileri (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	Triazol C_3	Triazol C_5	Alifatik C	C=O	Aromatik C
73	145.35	150.77	37.86(2C),23.48(2C), 21.30(2C), 10.24	174.85(2C)	-
74	147.26	150.91	37.88(2C),25.51(2C), 21.35(2C), 17.74, 9.42	174.94(2C)	-
75	145.90	152.79	37.86(2C), 25.95, 23.53(2C), 21.38(2), 18.85, 13.40	175.01(2C)	-
76	144.99	151.82	37.65(2C), 30.84, 23.15(2C),21.25(2C)	174.37(2C)	133.58, 128.55 (2C),128.31(2C), 127.16
78	145.59	151.24	37.62(2C),23.10(2C), 21.24(2C)	175.19(2C)	131.38, 129.24 (2C),127.19(2C), 124.46
79	145.57	151.30	37.73(2C),23.41(2C), 21.36(2C), 20.97	175.46(2C)	141.02, 129.76 (2C), 126.99, 126.18, 121.90

Çalışmada elde edilen yeni bileşiklerden büyük bir bölümü (36, 42, 46, 53, 55, 59, 63 ve 72 tipi bileşikler) 3,4-disubstitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşikleri olarak dikkate alınabilir. Genelde 3,4-disubstitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşikleri için aşağıda gösterilen tautomerik dengenin hemen tamamıyla I strüktürü lehine olduğu bilinmektedir [4,5,56]. Ayrıca, amidinyum tipi bir rezonansın ^1H NMR



spektrumlarında aşağı alana doğru bir kaymaya neden olduğu da bildirilmiştir [56-60, 21]. Çalışmada elde edilen yeni 3,4-disubstitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinin TFA da çözünmelerinde ise III ve IV tipi kationların oluşma olasılığı kuvvetlidir [56]. III ve IV tipi kationların rezonans hibridleri ise V ile gösterilebilir. V



formülünde açıkça görüldüğü üzere burada C-3' ü de kapsamına alan amidinyum tipi bir rezonans ortaya çıkmaktadır. Nitekim, çalışmada elde edilen yeni ve aşağıdaki tablolarda gösterilen 3,4-disubstitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinin TFA da alınan 1H NMR spektrumlarında C-3' e bağlı grup protonlarının kimyasal kayma değerlerinin DMSO- d_6 da alınan spektrumlardaki kimyasal kayma değerlerine göre daha aşağı alanda ortaya çıkması V ile gösterilen amidinyum tipi bir rezonansa atfedilebilir (Tablo 43 - 49).

Tablo 43. 36 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA -DMSO- d_6) (ppm)

Bileşik No	C-3' e bağlı gruplar
37	CH ₃ : 0.28
38	CH ₃ : 0.25 CH ₂ : 0.28 CH ₂ : 0.30
39	CH ₂ : 0.24

Tablo 44. 42 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA -DMSO- d_6) (ppm)

Bileşik No	C-3' e bağlı gruplar
43	CH ₃ : 0.29 CH ₂ : 0.49
44	CH ₃ : 0.23 CH ₂ : 0.33 CH ₂ : 0.45
45	CH ₂ : 0.26

Tablo 45. 46 ve 53 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA -DMSO- d_6) (ppm)

Bileşik No	C-3' e bağlı gruplar
47	CH ₃ : 0.21
48	CH ₃ : 0.25 CH ₂ : 0.28
49	CH ₃ : 0.25 CH ₂ : 0.28 CH ₂ : 0.31
50	CH ₂ : 0.24
51	CH ₂ : 0.20
54	CH ₂ : 0.22

Tablo 46. 55 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA -DMSO- d_6) (ppm)

Bileşik No	C-3' e bağlı gruplar
56	CH ₃ : 0.38
57	CH ₂ : 0.26
58	CH ₂ : 0.32

Tablo 47. 59 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA -DMSO- d_6) (ppm)

Bileşik No	C-3' e bağlı gruplar
60	CH ₃ : 0.38
61	CH ₃ : 0.30 CH ₂ : 0.42
62	CH ₂ : 0.40

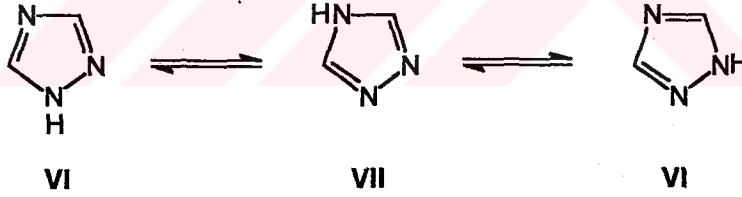
Tablo 48. 63 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA -DMSO- d_6) (ppm)

Bileşik No	C-3' e bağlı gruplar
64	CH ₃ : 0.31
65	CH ₃ : 0.30 CH ₂ : 0.40
66	CH ₃ : 0.26 CH ₂ : 0.36 CH ₂ : 0.42
67	CH ₂ : 0.38
68	CH ₂ : 0.38

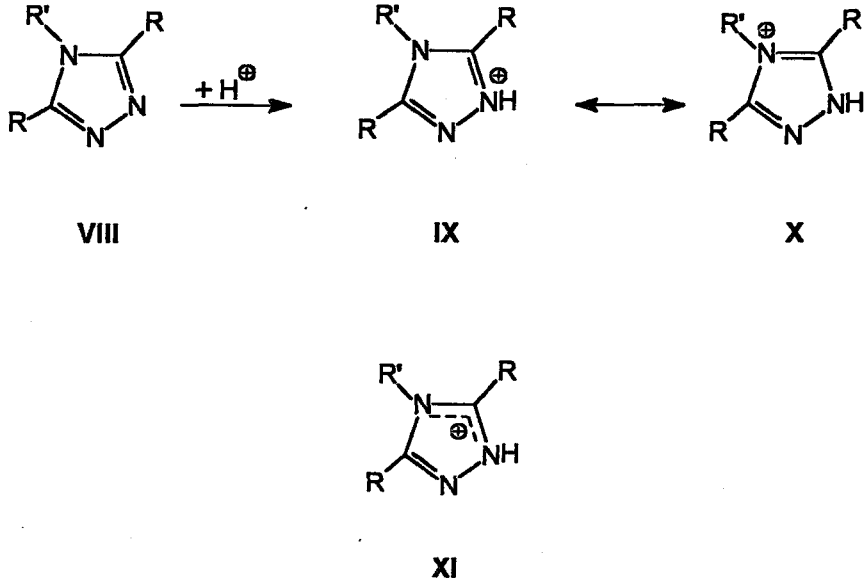
Tablo 49. 72 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA -DMSO-d₆) (ppm)

Bileşik No	C-3' e bağlı gruplar
73	CH ₃ : 0.30
74	CH ₃ : 0.20 CH ₂ : 0.24
75	CH ₃ : 0.26 CH ₂ : 0.32 CH ₂ : 0.42
76	CH ₂ : 0.32
77	CH ₂ : 0.34

Bu çalışmada sentezlenen yeni bileşiklerden bir bölümü ise (80, 82, 85, 88, 90 ve 93 tipi bileşikler) 4-substitue-4H-1,2,4-triazol bileşikleri olarak dikkate alınabilir. Genelde 1,2,4-triazol sistemi için 1H-1,2,4-triazol (VI) ve 4H-1,2,4-triazol (VII) olmak üzere iki tautomerik şekil olduğu bilinmektedir [50,46].



Çalışmada elde edilen yeni 4-substitue-3,5-dialkil-4H-1,2,4-triazol (VIII) bileşiklerinin TFA da çözüldüklerinde IX ve X tipi kationların oluşma olasılığı yüksektir [56]. IX ve X tipi kationların rezonans hibridleri de XI ile gösterilebilir, ki burada da C-3' ü de kapsamına alan bir amidinyum tipi rezonans ortaya çıkmaktadır. Nitekim, aşağıdaki tablolarda gösterilen ve çalışmada elde edilen yeni 4-substitue-3,5-dialkil-4H-1,2,4-triazol bileşiklerinin TFA da alınan ¹H NMR spektrumlarında C-3' e bağlı grup protonlarının kimyasal kayma değerlerinin DMSO-d₆ içinde alınan spektrumlardaki kimyasal kayma değerlerine göre daha aşağı alanda ortaya çıkması XI ile gösterilen amidinyum tipi bir rezonansdan ileri gelebilir (Tablo 50 - 53).



Tablo 50. 80 ve 82 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA -DMSO- d_6) (ppm)

Bileşik No	C-3 ve C-5' e bağlı gruplar
81	2CH ₃ : 0.36 2CH ₂ : 0.48
83	2CH ₃ : 0.36 2CH ₂ : 0.54
84	2CH ₃ : 0.64

Tablo 51. 85 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA -DMSO- d_6) (ppm)

Bileşik No	C-3 ve C-5' e bağlı gruplar
86	2H : 0.46
87	2CH ₃ : 0.58

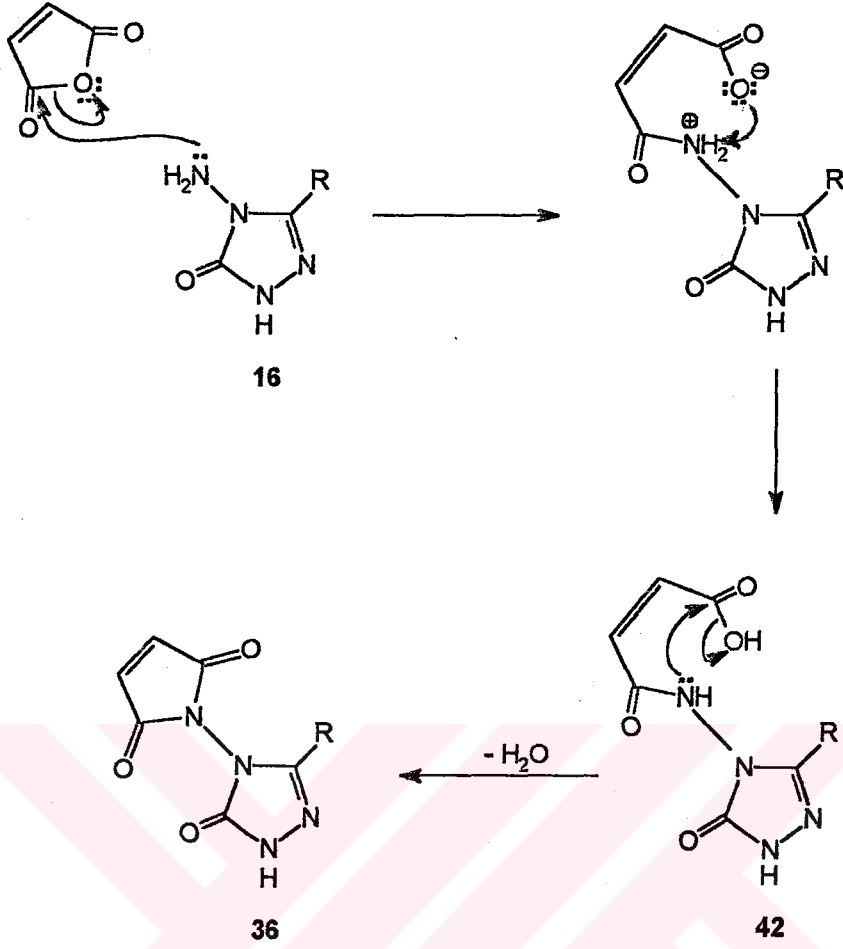
Tablo 52. 88 ve 90 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA -DMSO- d_6) (ppm)

Bileşik No	C-3 ve C-5' e bağlı gruplar
89	2H : 0.70
91	2CH ₃ : 0.57
92	2CH ₃ : 0.25 2CH ₂ : 0.54

Tablo 53. 93 Tipi Yeni Bileşiklerin Kimyasal Kayma Değerlerindeki Farklar ($\Delta \delta$ TFA -DMSO- d_6) (ppm)

Bileşik No	C-3 ve C-5' e bağlı gruplar
94	2H : 0.80
95	2CH ₃ : 0.58
96	2CH ₃ : 0.30 2CH ₂ : 0.58

Çalışmada N,N'-bağlı biheteroaril sistemlerinin oluşturulmasında muhtemel reaksiyon mekanizması aşağıda 3-alkil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (16) lar ile maleik anhidrid'in reaksiyonu örnek alınmak suretiyle gösterilmiştir (Denklem 42), ki diğer anhidridlerle N-amino bileşiklerinin reaksiyonları da büyük olasılıkla benzer bir mekanizma üzerinden gerçekleşmektedir ve bu mekanizma bir nükleofilik açıl substitusyon niteliği taşımaktadır.



Bu çalışmada oluşturulan ve genelde 14 farklı genel formül ile gösterilebilen yeni bileşiklerin oluşturulmasında kullanılan anhidridin ve N-amino bileşiğinin niteliğine bağlı olarak reaksiyon sıcaklığının değiştiği ve fakat reaksiyon sürelerinin genelde eşit olduğu saptanmıştır. Oldukça tatminkâr olan reaksiyon verimlerinin de kullanılan başlangıç bileşiklerine göre değişiklik gösterdiği belirlenmiştir. Ayrıca elde edilen yeni bileşiklerin tümünün oldukça kararlı bileşikler niteliği taşıdığı gözlenmiştir.

5. KAYNAKLAR

1. Roger, R. ve Neilson, D. G., The Chemistry of Imidates, Chem. Rev. 61 (1961) 179-211.
2. Pinner, A., Die Imidoäther und Ihre Derivate, 1. Auflage, Oppenheim, Berlin, 1892.
3. Sykes, P., A Guidebook to Mechanism in Organic Chemistry, Fourth Edition, Great Britain, 1977.
4. Ün, R. ve İkizler, A., Preparations of Aliphatic Amide Carboethoxyhydrazones, Aliphatic Amide Carbamylhydrazones, Aliphatic Ester Carboethoxyhydrazones and The Corresponding 3-Alkyl- and 3,4-Dialkyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta Turc., 3(1975) 113-132.
5. Ün, R. ve İkizler, A.A., Preparations of Aromatic Amide Carboethoxyhydrazones, Aromatic Amide Carbamylhydrazones and Related 3-aryl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta Turc., 3(1975) 1-22.
6. Ayça, E., İkizler, A.A. ve Aslan, R., Preparations and Some Reactions of Aromatic Ester Thiosemicarbazones, Chim. Acta Turc., 12(1984) 305-314.
7. Pesson, M., Dupin, S. ve Antoine, M., Emploi de l'hydrazinocarbonate d'ethyle pour la Synthèse des Hydroxy-3 triazoles-1,2,4, Bull. Soc. Chim. France, (1962) 1364-1371.
8. Ayça, E., İkizler, A. A. ve Serdar, M., Preparation of 3-Alkyl(Aryl)-4-aryl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta Turc., 9(1981) 99-108.
9. İkizler, A. A. ve Kırmızıgül, S., Preparation of Some Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, E.U. Faculty of Science Journal, Series A, VII (1983-1984) 1-6.
10. İkizler, A. A., Serdar, M. ve Uzunismail, N., Bazı 1,2,4-Triazolin-5-on Türevleri-nin Elde Edilmesi, Doğa TU Kim. D.C., 12(1988) 271-275.
11. İkizler, A. A., 3-Substitue-4-amino- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-on'ların Ester Karbetoksihidrazon'lardan Elde Edilmeleri ve Reaksiyonlarının İncelenmesi, Doçentlik Tezi, İstanbul Üniversitesi, Kimya Fakültesi, İstanbul, 1975.
12. İkizler, A. A., ve Ün, R., Reactions of Ester Ethoxycarbonylhydrazones with Some Amine Type Compounds, Chim. Acta Turc., 7(1979) 269-290.

13. Milcent, R. ve Redeuilh, C., Synthèse d'amino-4 aryl-3 triazol-1,2,4 ones-5, J. Heterocycl. Chem., 16(1979) 403-407.
14. Ayça, E., İkizler, A. A. ve Serdar, M., Preparation of 3-Alkyl(aryl)-4-alkylamino (arylamino)- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta Turc., 9(1981) 381-388.
15. Stolle, R., Über führung von Hydrazinabkömmlingen, J. Prakt. Chem. [2], 75 (1907) 416-432.
16. Kröger, C. F., Hummel, L., Mutscher, M. ve Beyer, H., Synthesen und Reaktionen von 4-Amino-1,2,4-triazolonen-(5), Chem. Ber., 98(1965) 3025-3033.
17. İkizler, A. A., 1,2,4-Triazolin-5-on'lar ve Hidroksamik Asid Türevleri Üzerine Bir Çalışma, Doğa Tr. Kim. D.C., 10(1986) 34-39.
18. İkizler, A. A. ve Yüksek, H., Acetylation of 4-Amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, Org. Prep. Proced. Int., 25(1993) 99-104.
19. Novikov, S. S., Rudenko, V. A. ve Brusnikina, V. M., Aminotriazoles in the Mannich Reaction, Chem. Abs. 55 (1961) 27282f.
20. Herbst, R. M. ve Garrison, J. A., Studies on the Formation of 4-Aminotriazole Derivatives from Acyl Hydrazides, J. Org. Chem., 18(1953) 872-877.
21. Milcent, R. ve Vicart, P., Synthèse et activité antibactérienne d'amino-4 triazol-1,2,4 ones-5 substituées, Eur. J. Med.-Chim. Ther., 18(1983) 215-220.
22. Aytin, A., Bazı 3-Alkil(Aril)-4-arilidenamino-4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on Bi-leşiklerinin Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, K.T.Ü., Trabzon, 1992.
23. İkizler, A. A. ve Yüksek, H., Synthesis of Some N,N'-Linked Biheteroaryls, Doğa Tr. J. of Chemistry, 17(1993) 150-153.
24. İkizler, A. A. ve Yüksek, H., Reaction of 4-Amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones with 2,5-Dimethoxytetrahydrofuran, Collect. Czech. Chem. Commun., 59 (1994).
25. Yüksek, H., 3-Alkil(Aril)-4-Amino-4,5-Dihidro-1,2,4-Triazol-5-on'ların Bazı Reaksiyonlarının İncelenmesi, Doktora Tezi, K.T.Ü., Trabzon, 1992.
26. Katritzky, A. R. ve Suwinski, J. W., N-Oxides and Related Compounds- The Synthesis of N,N'-Linked Bi(heteroaryls), Tetrahedron, 31(1975) 1549-1556.
27. de Mendoza, J., Torres, T. ve Badia, M. D., On the Lead Tetraacetate Oxidation of 4-Amino-1,2,4-triazoles, 1-Amino- and 2-Amino-1,2,3-triazoles, Monatsh. Chem., 119(1988) 1041-1045.

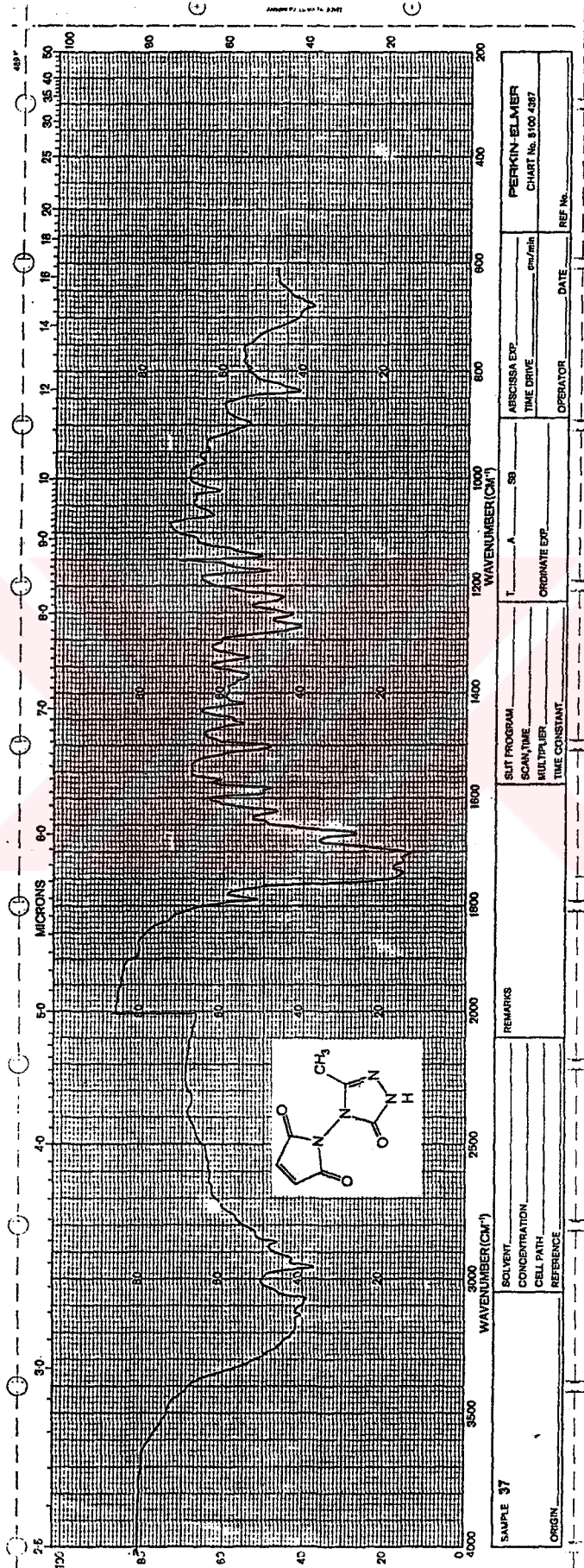
28. Temple, C., The Chemistry of Heterocyclic Chemistry, Vol. 37, 1. Baskı, John Wiley and Sons., New York, 1981.
29. Colautti, A., Ferlauto, R. J., Maurich, V., de Nardo, M., Nisi, C., Rubessa, F. ve Runti, C., Neue Coccidiostation aus der 4-Amino-4H-1,2,4-triazol-Reihe, Chim. Thér., 6(1971) 367-379.
30. Becker, H. G. O., Boettcher, H., Roethling, T. ve Timpe, H. J., Alkylation of 4-Amino-1,2,4-triazole, Wiss. Z. Tech. Hochsch. Chem. Leuna-Merseburg, 8(1966) 22-25.
31. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie, 4. Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 2, 1920, 182.
32. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie, 4. Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 2, 1920, 245.
33. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie, 4. Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 9, 1932, 440.
34. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie, 4. Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 9, 1932, 488.
35. Cookson, G. H., The Ultra-violet Absorption Spectra of Some Pyrroles, J. Chem. Soc., (1953) 2789-2795.
36. Atkinson, M. R., Parkes, E. A. ve Polya, J. B., Ultraviolet Absorption Spectra of 1,2,4-Triazoles, J. Chem. Soc., (1954) 4256-4262.
37. Atkinson, M. R., Komzak, A. A., Parkes, E. A. ve Polya, J. B., Derivatives of 3-Amino-1,2,4-triazole, J. Chem. Soc., (1954) 4508-4510.
38. Staab, H. A., N-Acyl-Verbindungen Stickstoffhaltiger Heterocyclen, Chem. Ber., 89(1956) 1927-1940.
39. Regitz, M. ve Eistert, B., Über die Bildung von 1,2,4-Triazolderivaten aus α -Acetamino- β -dicarbonylverbindungen durch Japp-Klingemann-Spaltung mit Diazoniumsalzen, Chem. Ber., 96(1963) 3120-3132.
40. Gehlen, H. ve Schmidt, J., Der Einfluss von Substituenten auf die Geschwindigkeit der Hydrolyse von 1,2,4-Triazol-onen-(5)-in Halbkonzentrierter Schwefelsäure, Liebigs Ann. Chem., 682(1965) 123-135.
41. Takimoto, H.H., Denault, G.C. ve Hotta, S., The Thermal Decomposition of 3-Azido-4-benzylidenamino-s-triazoles, J. Heterocycl. Chem., 3(1966) 119-123.
42. İkizler, A. A., İkizler, A. ve Yüksek, H., Ultraviolet Spectra of Some 1,2,4-Triazoles, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Fen Dergisi, 4(1992) 89-97.

43. Reiter, J., Pongo, L. ve Dvortsák, P., The Acylation of 5-Amino-1,2,4-triazoles, J. Heterocycl. Chem., 24(1987) 127-142.
44. Emilsson, H. ve Selander, H., Spectroscopic Identification of Some Derivatives of 3,4-Diamino-4H-1,2,4-triazole and 3-Hydrazino-4H-1,2,4-triazole, J. Heterocycl. Chem., 25(1988) 565-570.
45. İkizler, A. A., İkizler, A., Serdar, M. ve Erdoğan, Y., Ultraviolet Spectra of Some 1,2,4-Triazole Derivatives, Doğa-Tr. J. of Chemistry, 16(1992) 164-170.
46. Atkinson, M. R. ve Polya, J. B., N-Substitution of Some 1,2,4-Triazoles, J. Chem. Soc., (1954) 141-145.
47. Milcent, R. ve Redeuilh, C., Réactivité des amino-4 aryl-3 triazol-1,2,4 ones-5, J. Heterocycl. Chem., 17(1980) 1691-1696.
48. Kemp, W., Organic Spectroscopy, First Edition, The Macmillan Press Ltd., London, 1975.
49. Joule, J. A. ve Smith, G.F., Heterocyclic Chemistry, Third Edition, Van Nostrand Reinhold Company, London, 1976.
50. İkizler, A., Heterohalkalı Bileşikler, Birinci Baskı, K.T.Ü. Basımevi, Trabzon, 1985.
51. İkizler, A.A., İkizler, A. ve Yıldırım, N., Synthesis of Some Benzylidenamino Compounds, Monatsh. Chem., 122(1991) 557-563.
52. Katritzky, A. R. ve Laurenzo, K. S., Alkylaminonitrobenzenes by Vicarious Nucleophilic Amination with 4-(Alkylamino)-1,2,4-triazoles, J. Org. Chem., 53 (1988) 3978-3982.
53. İkizler, A. A., İkizler, A. ve Demirbaş, N., A Study on Cyanoacetic Acid Hydrazide, Org. Prep. Proced. Int., 24(1992) 365-368.
54. İkizler, A. A. ve Sancak, K., Synthesis of 4-Hydroxy-4,5-dihydro-1,2,4-triazol-5-ones, Monatsh. Chem., 123(1992) 257-263.
55. Levy, G. C., Lichter, R. L. ve Nelson, G. L., Carbon-13 Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy, Second Edition, Wiley, New York, 1980.
56. İkizler, A. A. ve Toprak, M., Bazı Δ^2 -1,2,4-Triazol-5-on Türevlerinin NMR Spektrumları, Doğa Bilim Dergisi, Temel Bilm., 4(1980) 38-41.
57. Barlin, G. B. ve Batterham, T. J., The Proton Magnetic Resonance Spectra of Some Diazoles, Triazoles and Tetrazoles, J. Chem. Soc., (B) (1967) 516-518.
58. İkizler, A., 1,2,4-Triazololler Üzerine Bir Çalışma, Doğa Bilim Dergisi, Temel Bilm., 7(1983) 25-30.

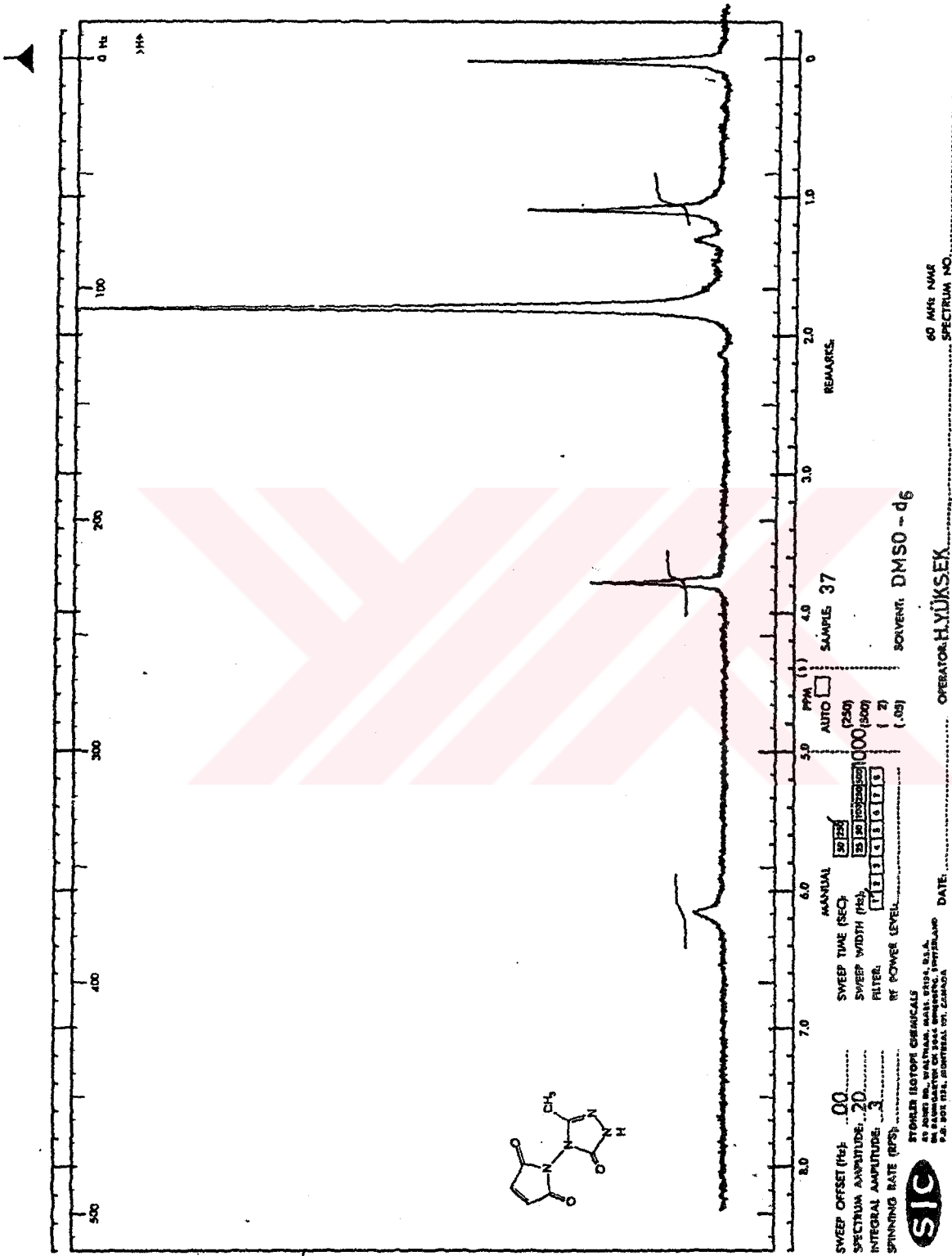
59. İkişler, A. A., Yüksek, H. ve Bahçeci, Ş., ^1H NMR Spectra of Some Ditrizolyls and Ditrizolyllalkanes, Monatsh. Chem., 123(1992) 191-198.
60. İkişler, A. A., İkişler, A. ve Yüksek, H., ^1H NMR Spectra of Some 4,5-Dihydro-1,2,4-triazol-5-ones, Magn. Reson. Chem., 31(1993) 1088-1094.



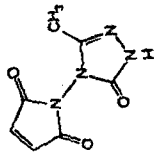
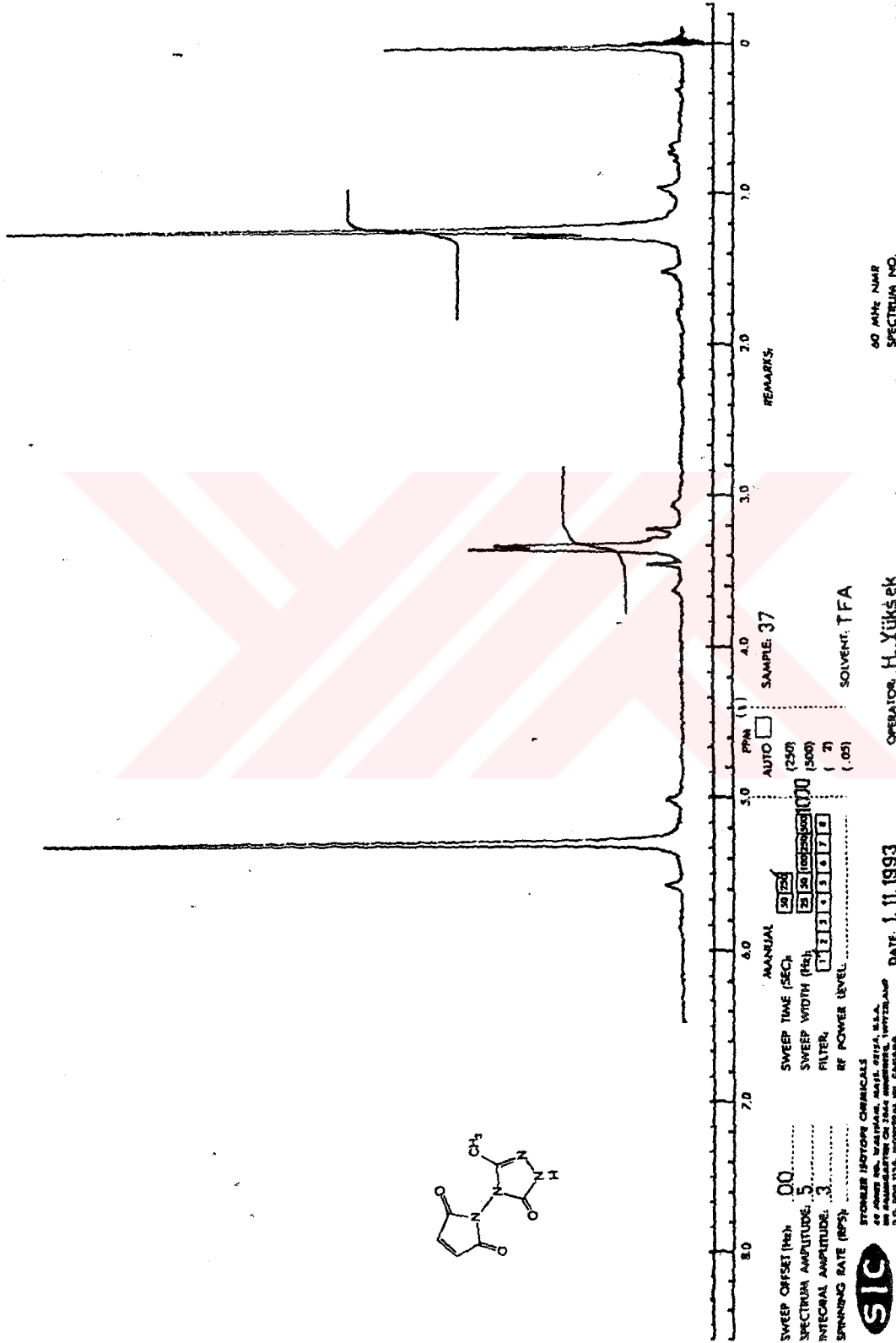
6. EKLER



Ek Spektrum 1. 37 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Spektrum 2. 37 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



SWEEP OFFSET (Hz) 0.0
 SPECTRUM AMPLITUDE 5
 INTEGRAL AMPLITUDE 3
 SPINNING RATE (RPS)

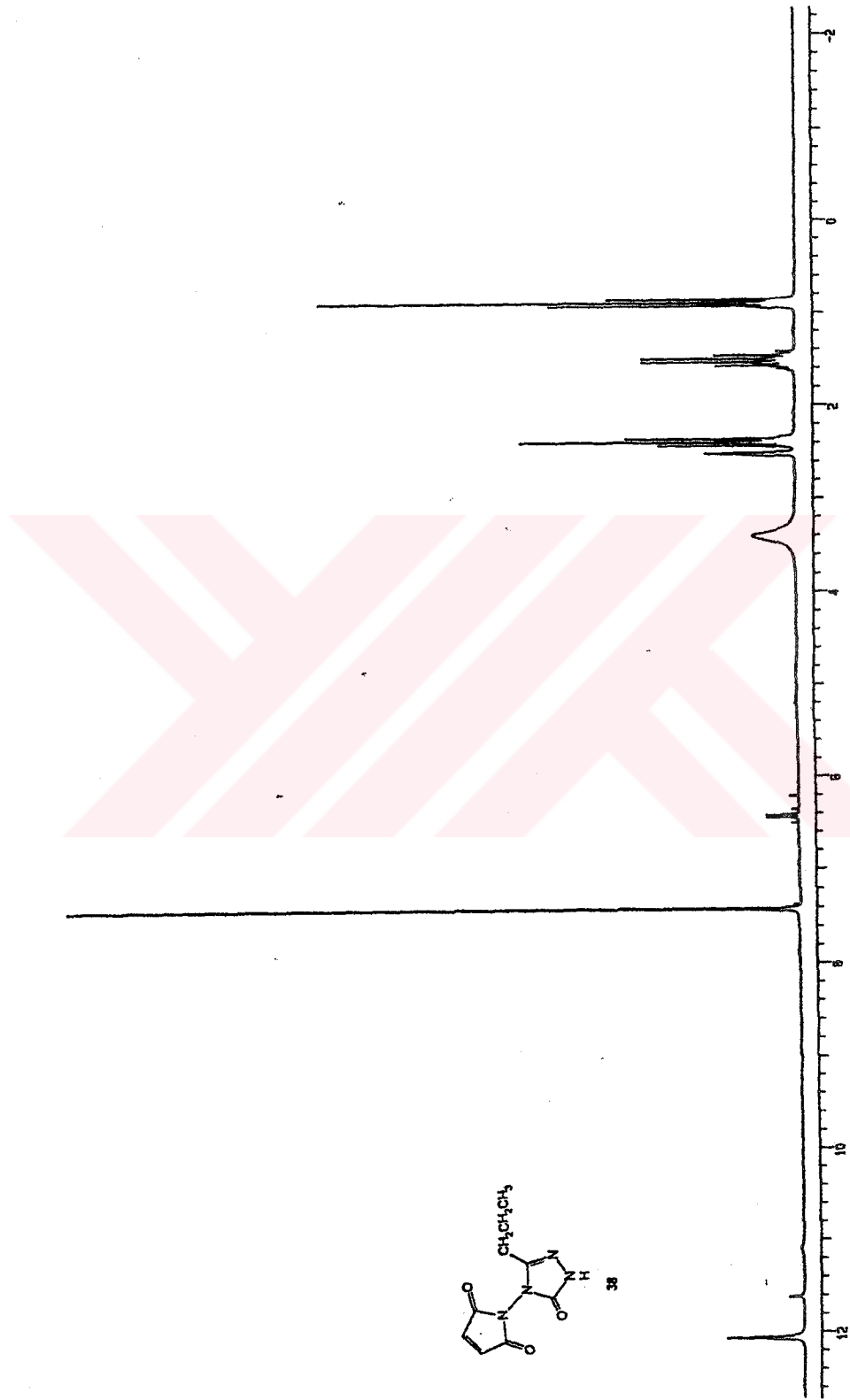
MANUAL AUTO
 SWEEP TIME (SEC) 20.00
 SWEEP WIDTH (Hz) 100.00
 FILTER (2)
 RF POWER LEVEL (05)

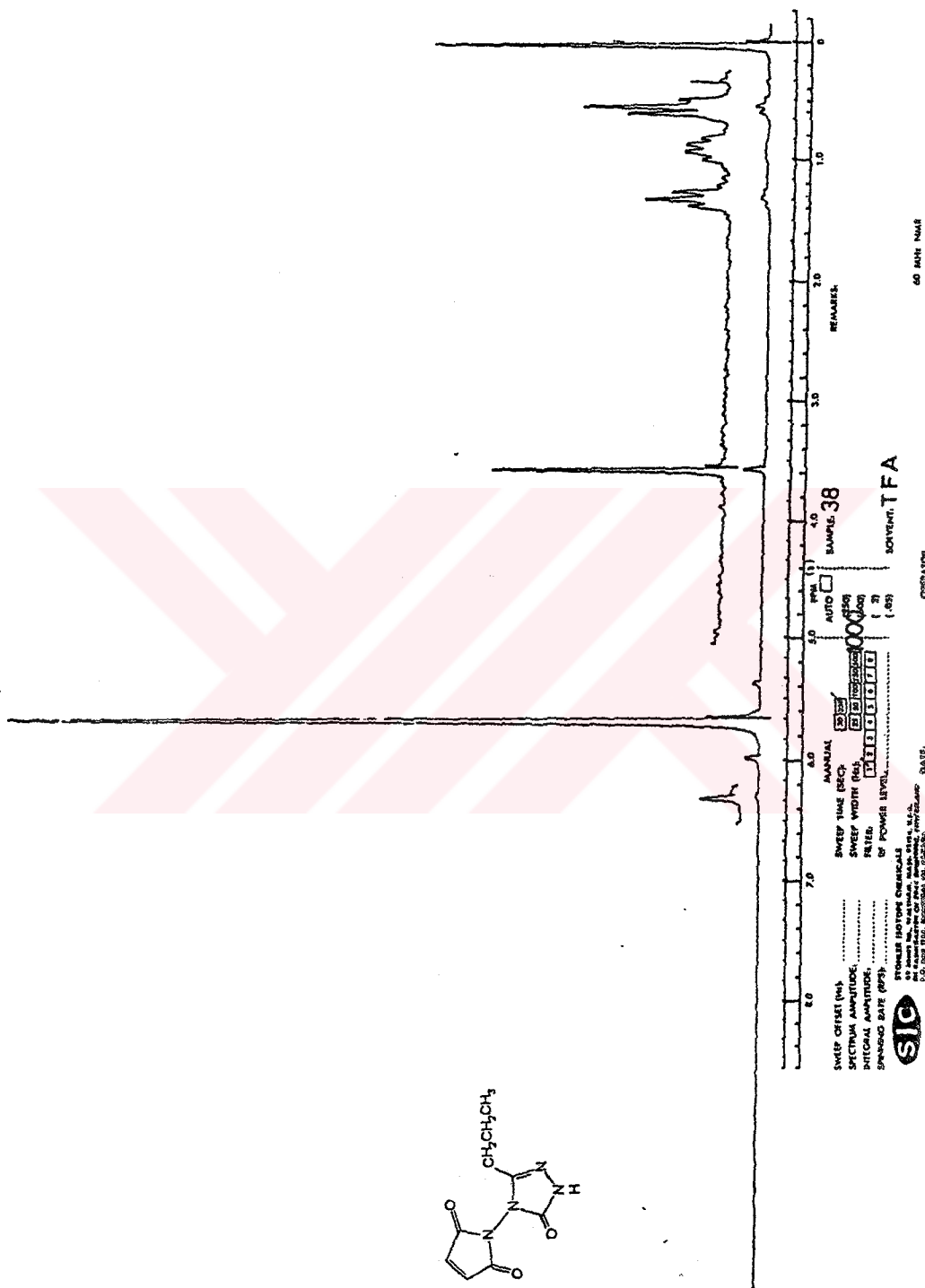
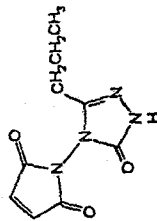
SAMPLE 37
 SOLVENT TFA
 OPERATOR H. Yiksek
 60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

SIC
 STORER INSTRUMENT CHEMICALS
 47 AVENUE RD. WALTHAM, MASS. 01974, U.S.A.
 IN REPRESENTATION OF JEOL LIMITED, TOKYO, JAPAN
 P.O. BOX 1034, ZUGRIBEN, CH. GENEVE

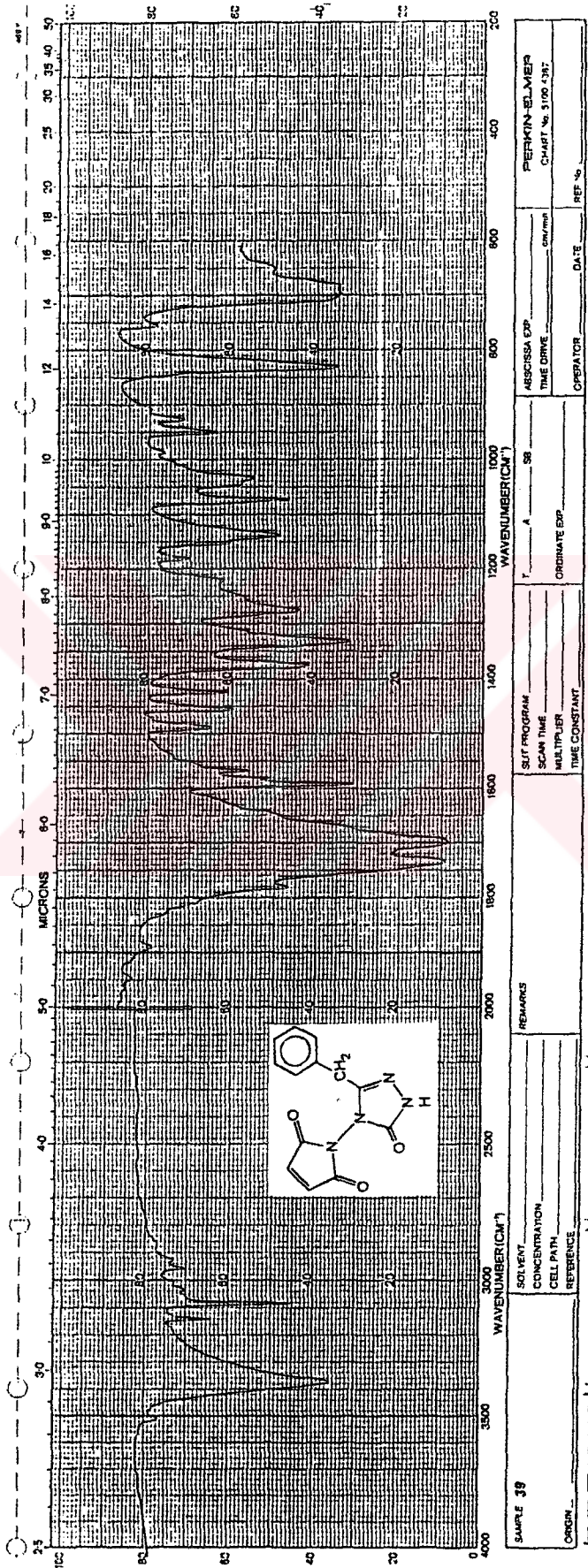
DATE 1.11.1993

Ek Spektrum 3. 37 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu

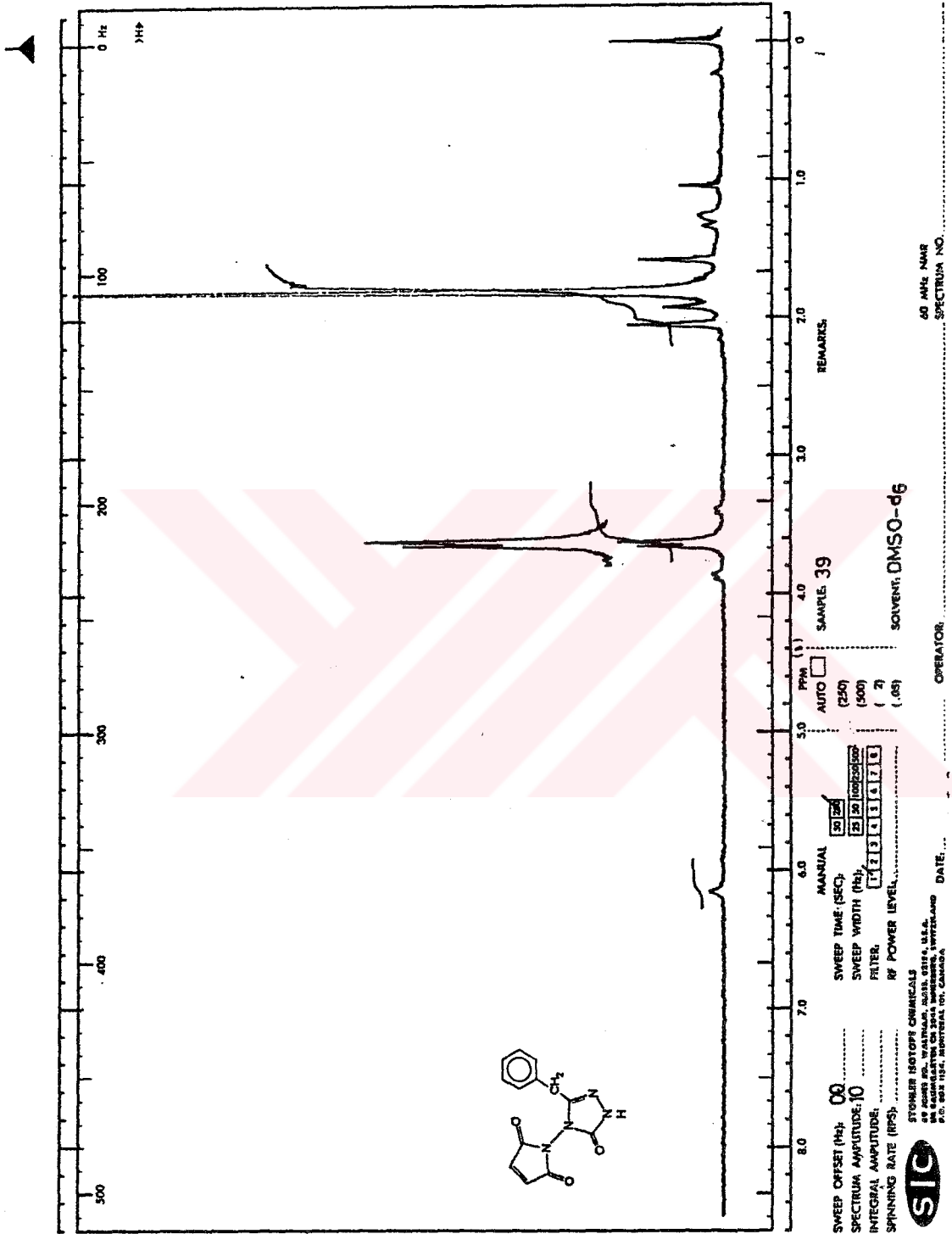
Ek Spektrum 5. 38 Bileşinin ^1H NMR (DMSO-d_6) Spektrumu



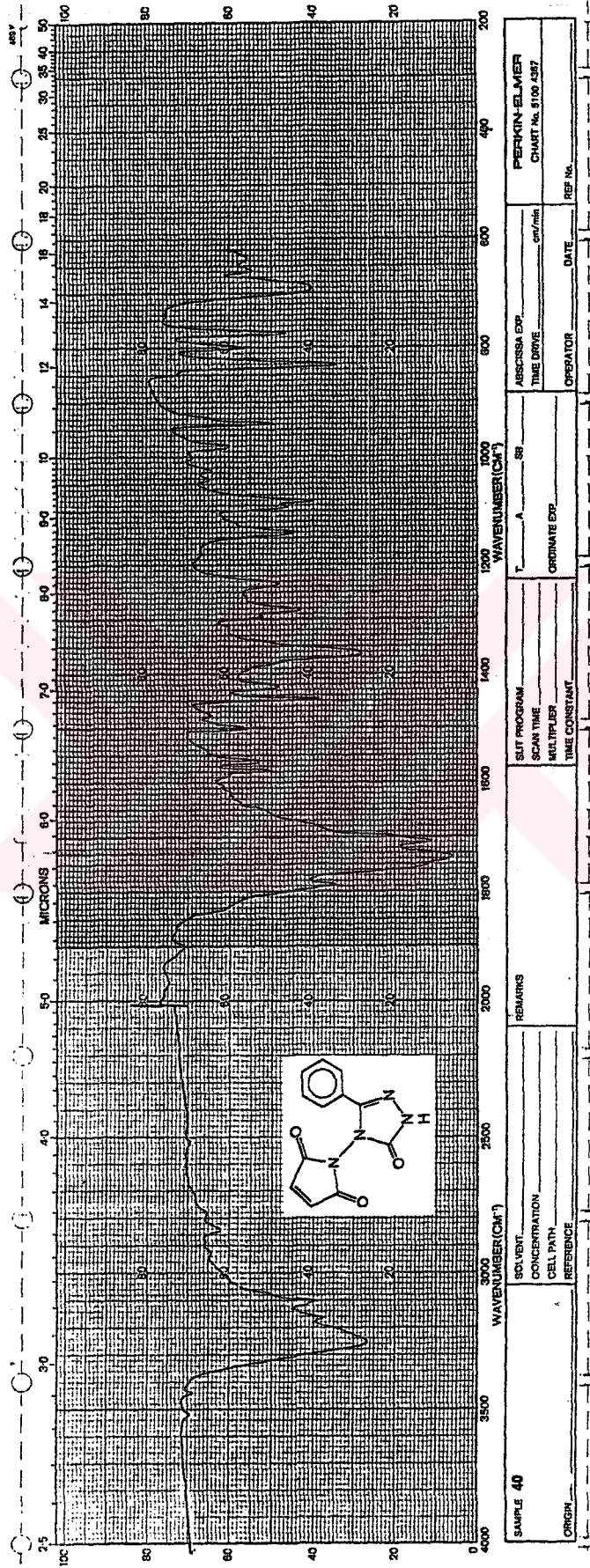
Ek Spektrum 6 38 Bileşininin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



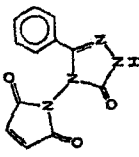
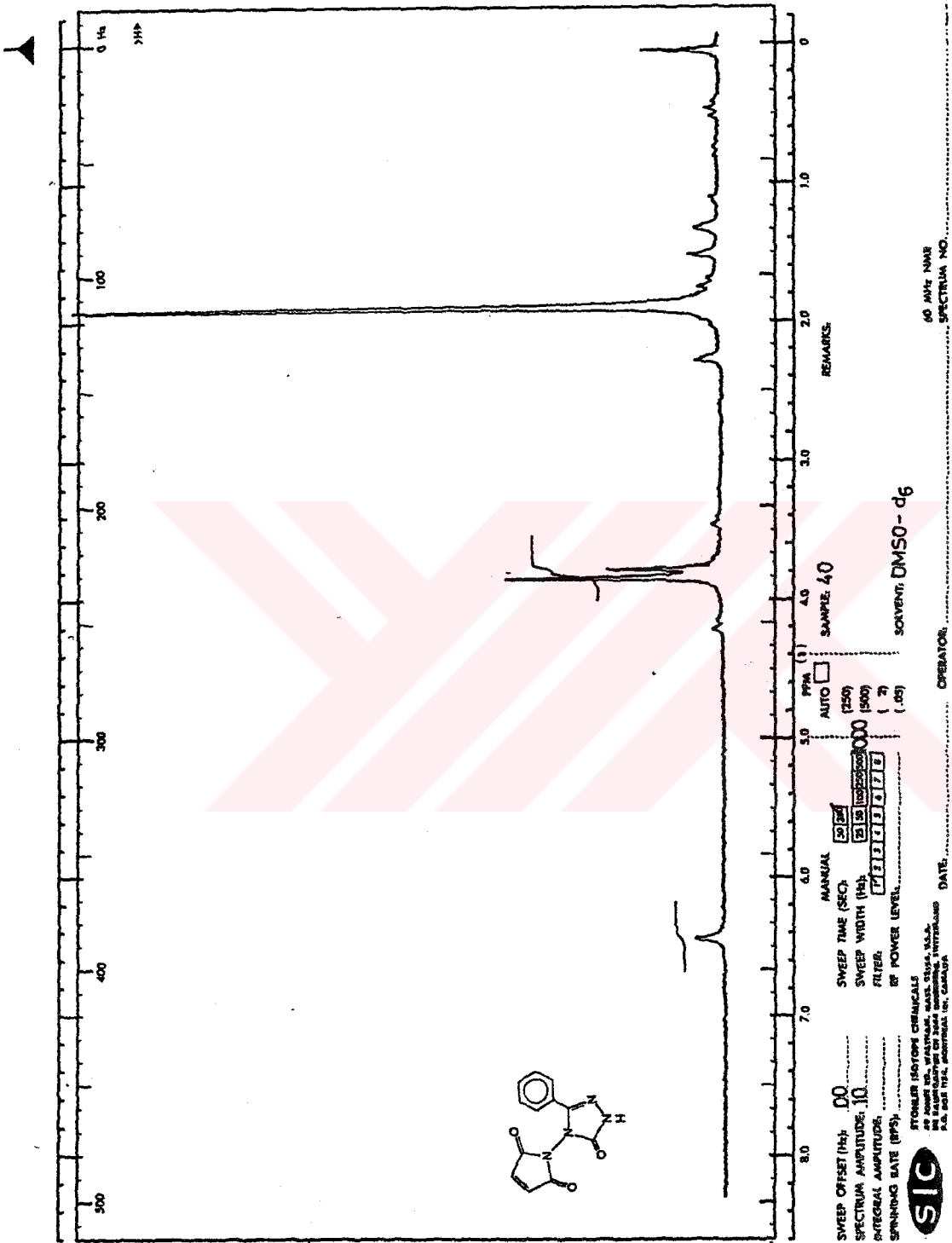
Ek Spektrum 7. 39 Bileşğinin IR Spektrumu



Ek Spektrum 8. 39 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Spektrum 11. 40 Bileşiminin IR Spektrumu



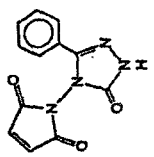
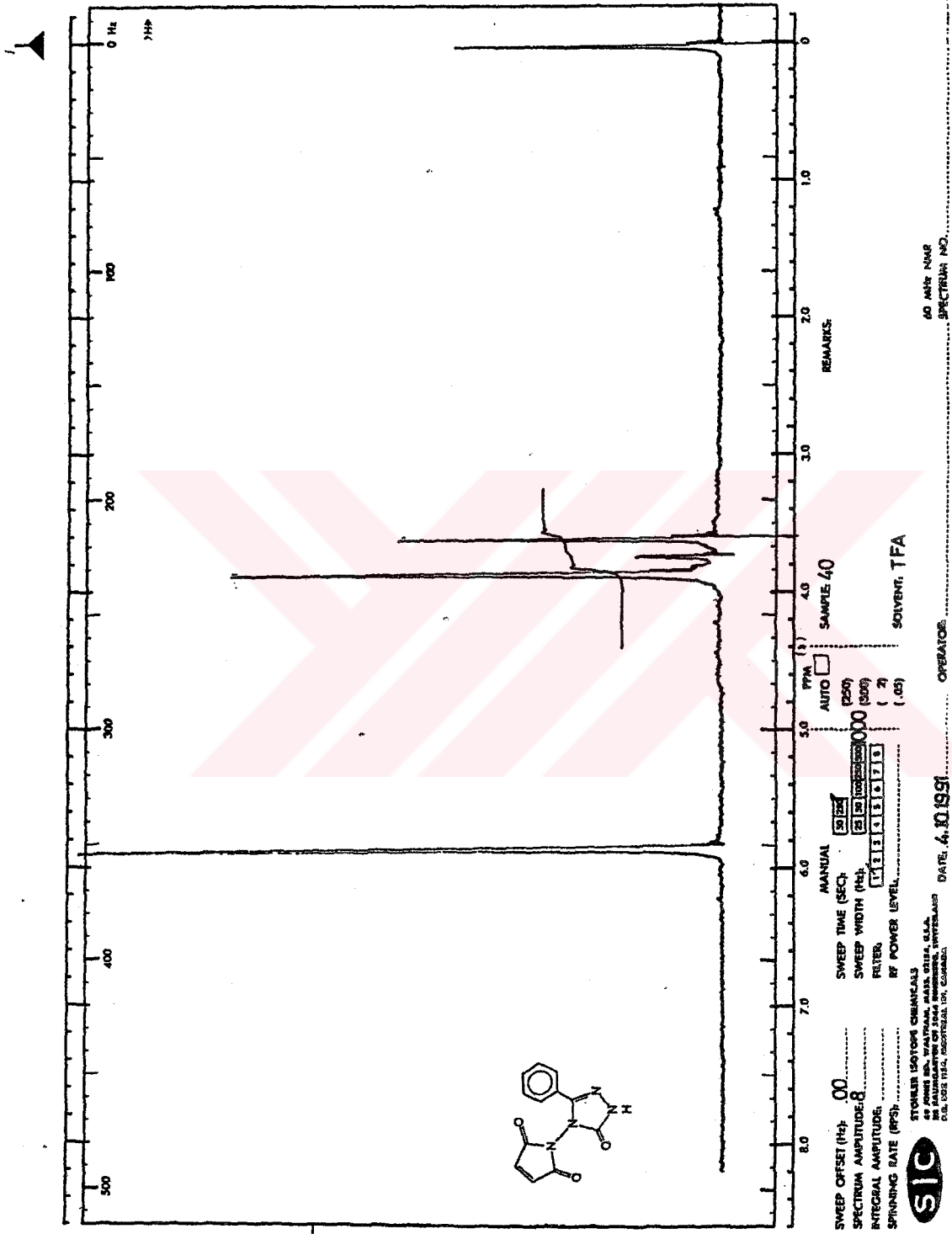
SWEEP OFFSET (Hz) 00
 SPECTRUM AMPLITUDE 10
 INTEGRAL AMPLITUDE 1000
 SWEPT WIDTH (Hz) 1000
 FILTER 1313131313
 SWEPT RATE (PPM) 1.00
 MANUAL AUTO PPM (1) 4.0 SAMPLE 40
 SWEEP TIME (SEC) 20.00
 SWEPT WIDTH (Hz) 1000
 FILTER 1313131313
 SWEPT RATE (PPM) 1.00
 SOVENT: DMSO-d₆



STONER ISOTOPE CHEMICALS
 20 HUNT RD., WATMASS, MASS. 01544, U.S.A.
 TEL. (617) 252-1100
 P.O. BOX 1014, PORTLAND, CT, CANADA

OPERATOR: _____ DATE: _____
 60 MHz NMR SPECTRUM NO. _____

Ek Spektrum 12. 40 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



SWEEP OFFSET (Hz) 00
 SPECTRUM AMPLITUDE 8
 INTEGRAL AMPLITUDE 000
 SPINNING RATE (RPS) 1313131313



STORER ISOTOPES CHEMICALS
 40 JONES RD., WALTHAM, MASS. 01981, U.S.A.
 TEL. (617) 852-1154, TELETYPE 852-1154, CABLE STORER
 P.O. BOX 1154, BOSTONIA 19, CANADA

MANUAL AUTO SAMPLE 40
 SWEEP TIME (SEC) 50.00
 SWEEP WIDTH (MHz) 2.00 (250)
 FILTER 1313131313 (300)
 RF POWER LEVEL 1.05

DATE 4.30.1991

OPERATOR

60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

Ek Spektrum 13. 40 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu

3 (DMSO) 13C DECOUPLED 4. INIZLER

HERTZ

9389.41

2811.81

2298.28


6295.82

6598.92

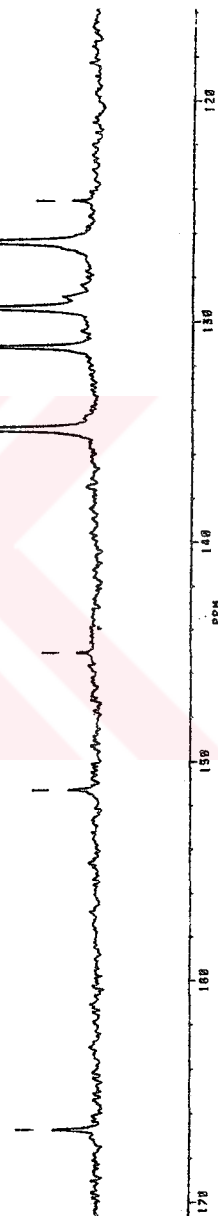
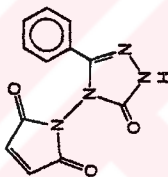
6589.98

6588.28

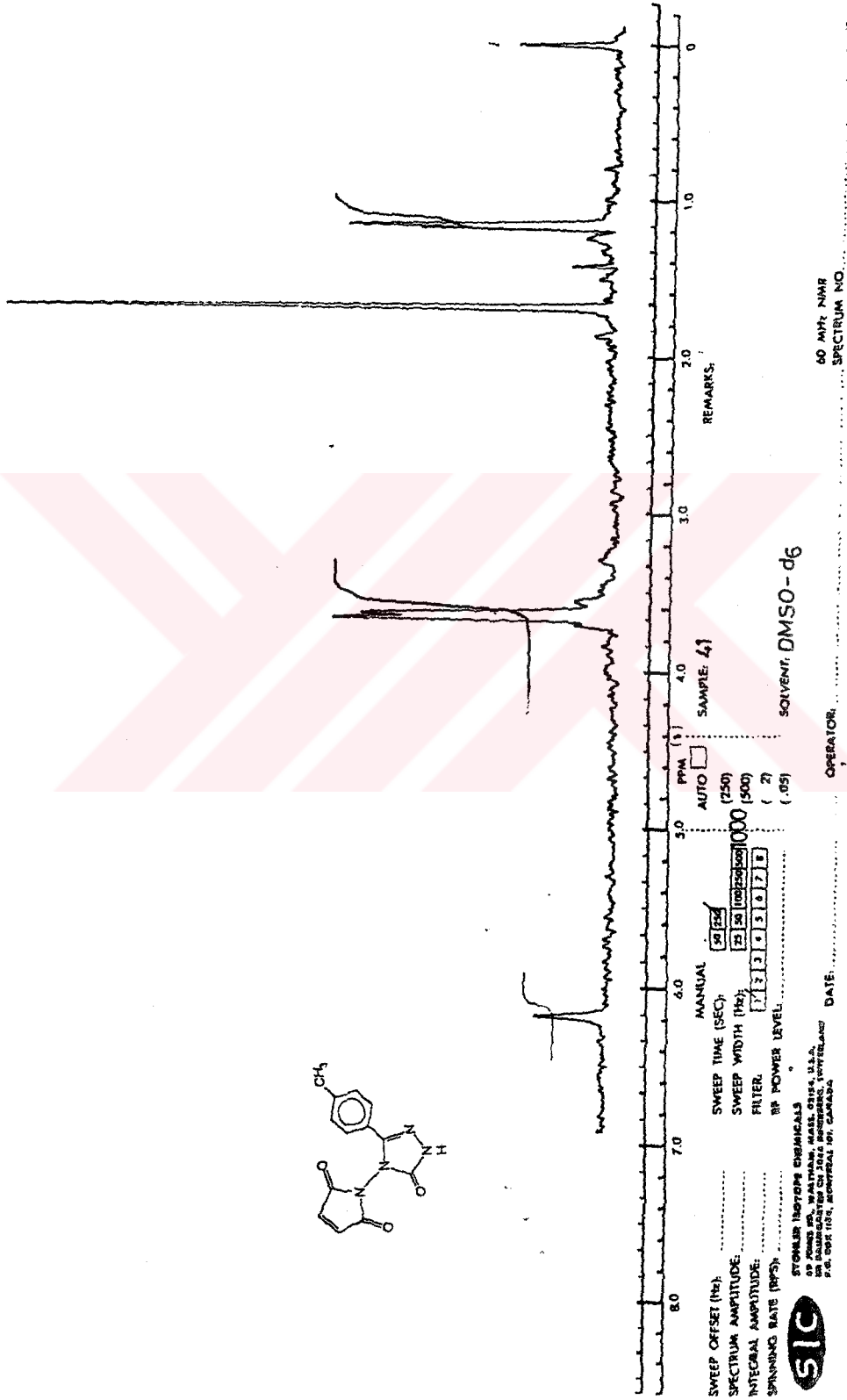
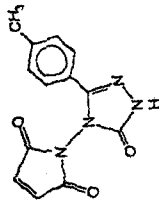
6795.82



 9120530L
 DATE 3.12.91
 SF 50.123
 CF 16594
 SV 12500.000
 AZ/P1 1.526
 FV 8.0
 RD 400
 RG 15120
 LB 5.580



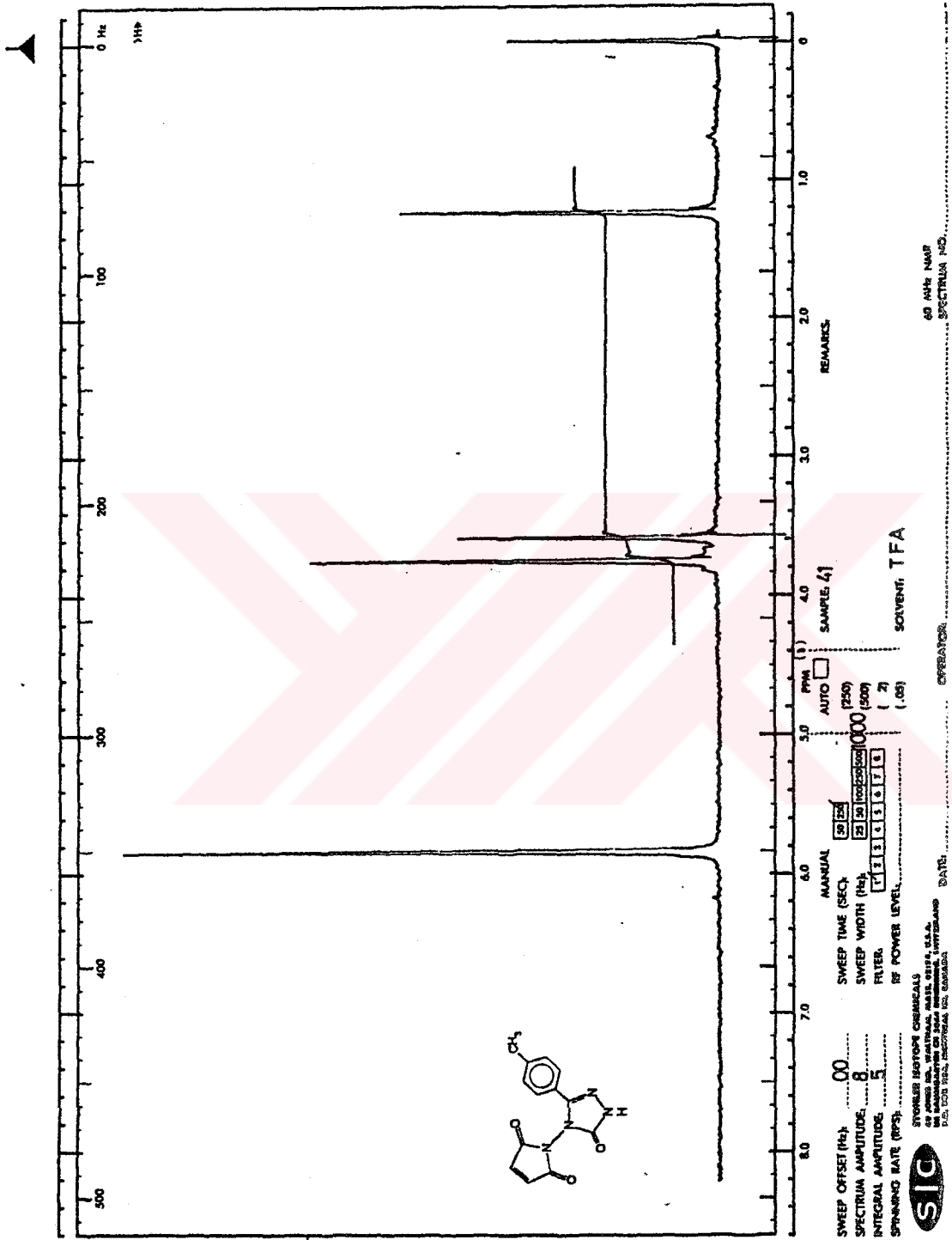
Ek Spektrum 14. 40 Bileşiminin 13C NMR (DMSO-d6) Spektrumu



Ek Spektrum 16. 41 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



STROMER INSTRUMENT CHEMICALS
10000 WILSON AVENUE, S.W.
DAVENPORT, CALIFORNIA 95018, U.S.A.
P.O. BOX 1074, MONTRÉAL, QUÉBEC, CANADA



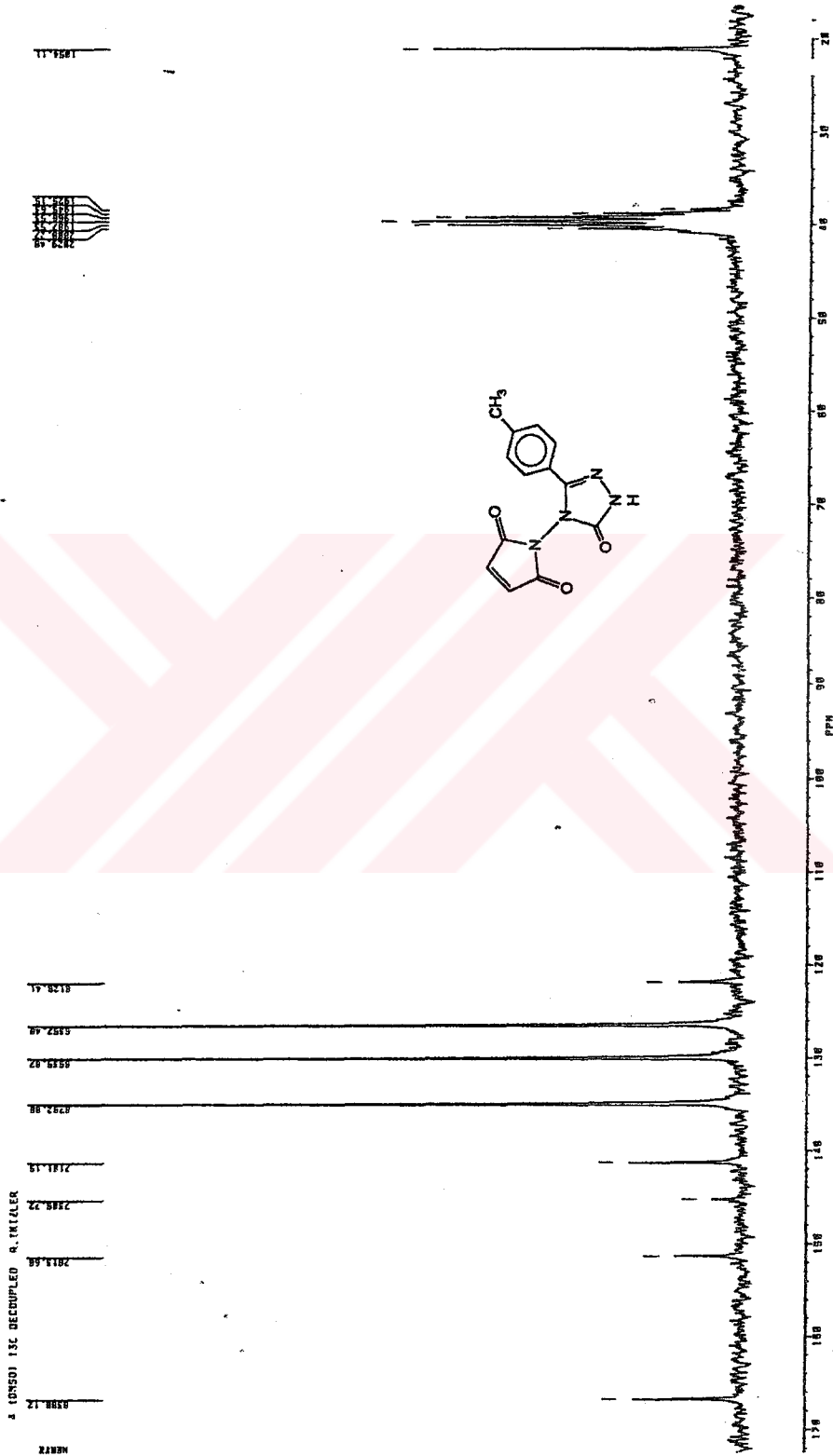
SWEEP OFFSET (Hz) 00
 SPECTRUM AMPLITUDE 8
 INTEGRAL AMPLITUDE 5
 SPINNING RATE (RPS)
 MANUAL SWEEP TIME (SEC) 5.126
 AUTO SWEEP WIDTH (Hz) 1250
 FILTER 1000 (500)
 RF POWER LEVEL 1.00
 SAMPLE 41
 SOLVENT TFA



STORER ISOTOPE CHEMICALS
 10000 UNIVERSITY BLVD., S.W.
 PORTLAND, OREGON 97201
 P.O. BOX 992, PORTLAND, OREGON

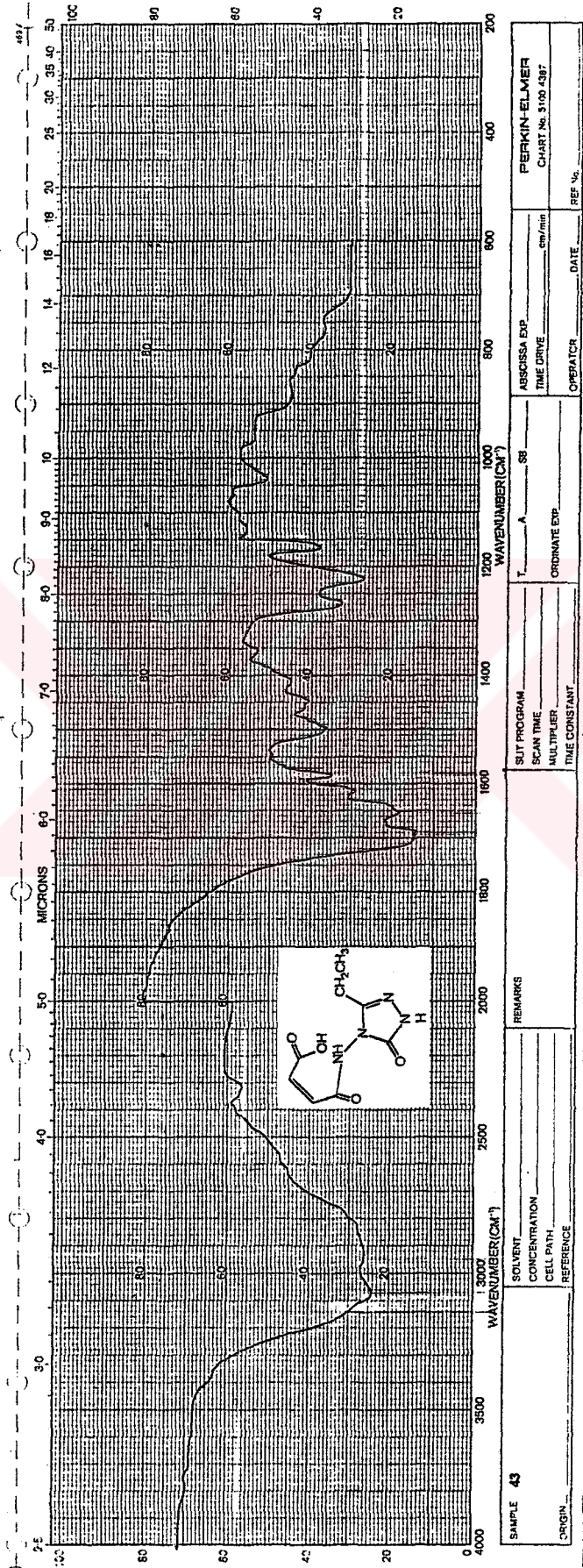
OPERATOR: _____ DATE: _____
 60 MHz NMR SPECTRUM NO. _____

Ek Spektrum 17. 41 Bileşiginin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



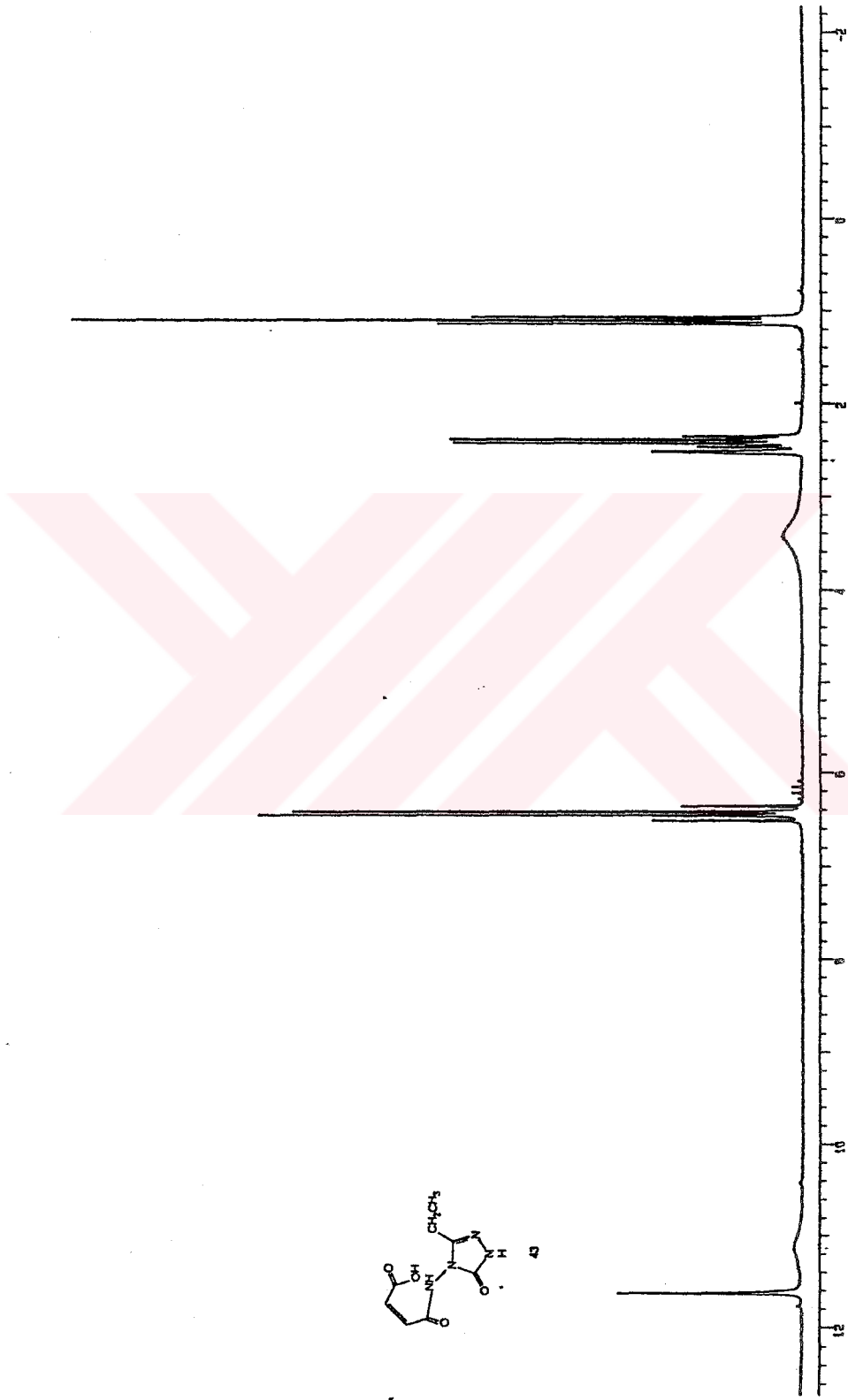
~~DATA~~
 M7284
 C13H8N2O2
 0916 25-11-91
 SF 50.721
 SY 50.577000
 DI 1.000.000
 F0 0.000
 S1 12.500.000
 NZ/PI 1.016
 P/N 2.5
 R0 0.0
 R1 0.0
 R2 0.0
 R3 0.0
 W3 10.0
 TE 1.0
 FV 15200.000
 QZ 50.000
 LB 1.300
 GC 50.000
 CY 24.000
 F2 116.000
 MZ/SY 157.044
 SR -3420.121

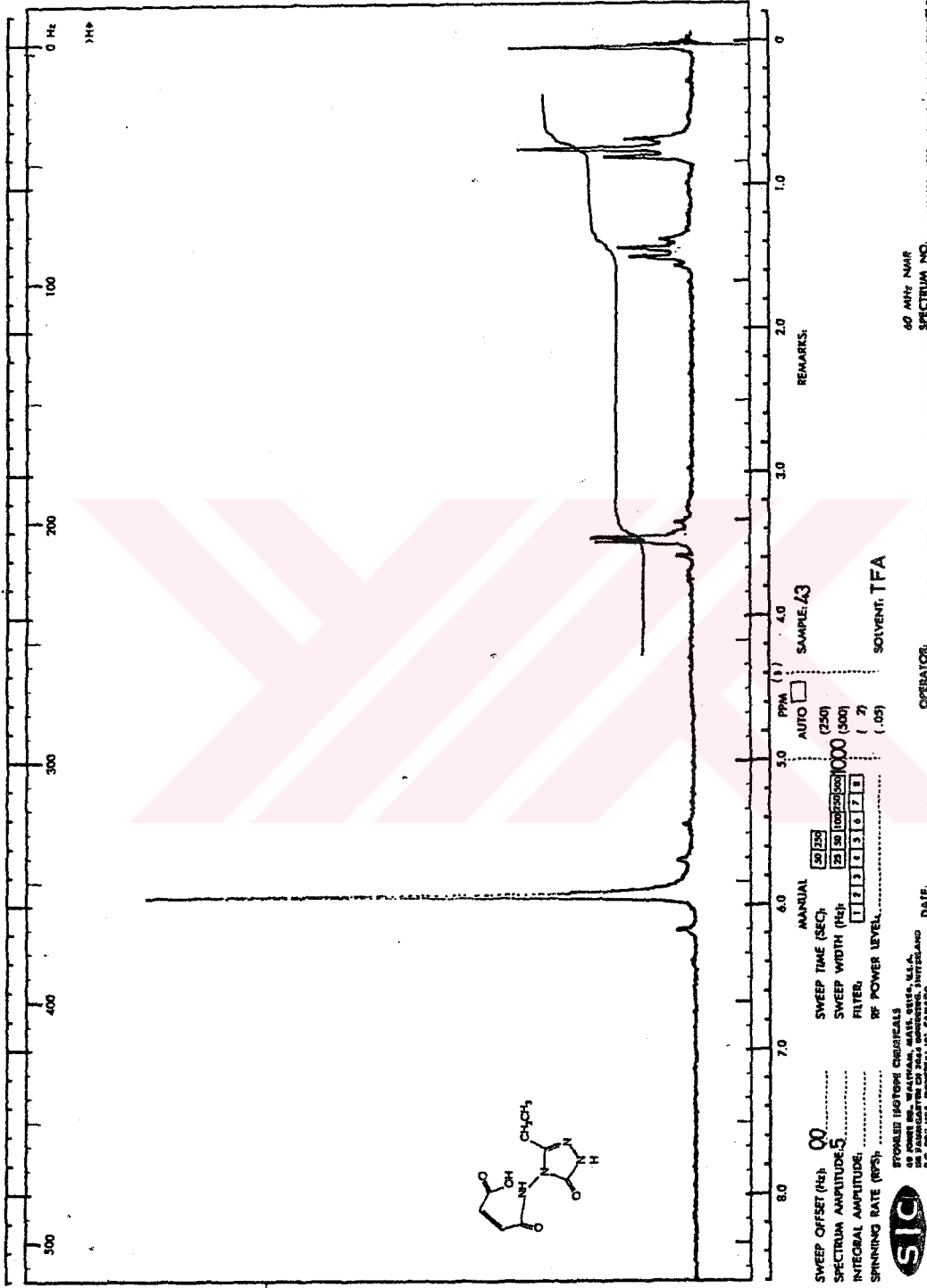
Ek Spektrum 18. 41 Bileşinin ¹³C NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



SAMPLE 43	SOLVENT		REMARKS		PERKIN-ELMER CHART No. 3109 4387
	CONCENTRATION		CELL PATH		
ORIGIN	REFERENCE		TIME CONSTANT		OPERATOR
SLIT PROGRAM			MULTIPLIER		DATE
SCAN TIME			TIME CONSTANT		REF No.
ABSCISSA EXP.			ORDINATE EXP.		TIME DRIVE
TIME DRIVE			EMF/min		PERKIN-ELMER

Ek Spektrum 19. 43 Bileşiminin IR Spektrumu

Ek Spektrum 20. 43 Bileşinin ^1H NMR (DMSO-d_6) Spektrumu



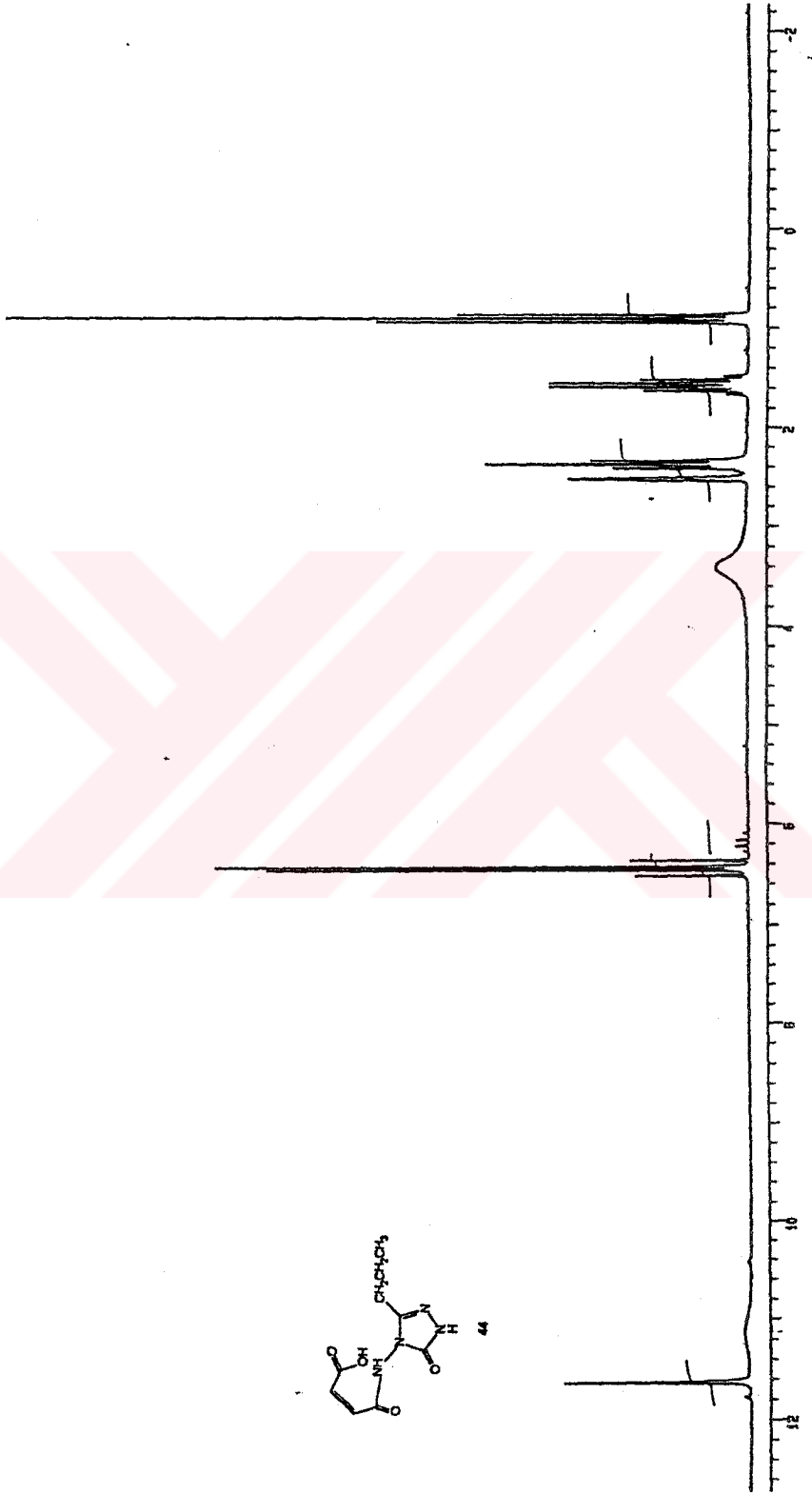
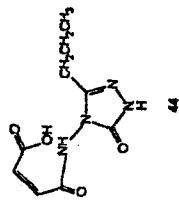
Ek Spektrum 21. 43 Bileşiminin 1H NMR (TFA) Spektrumu



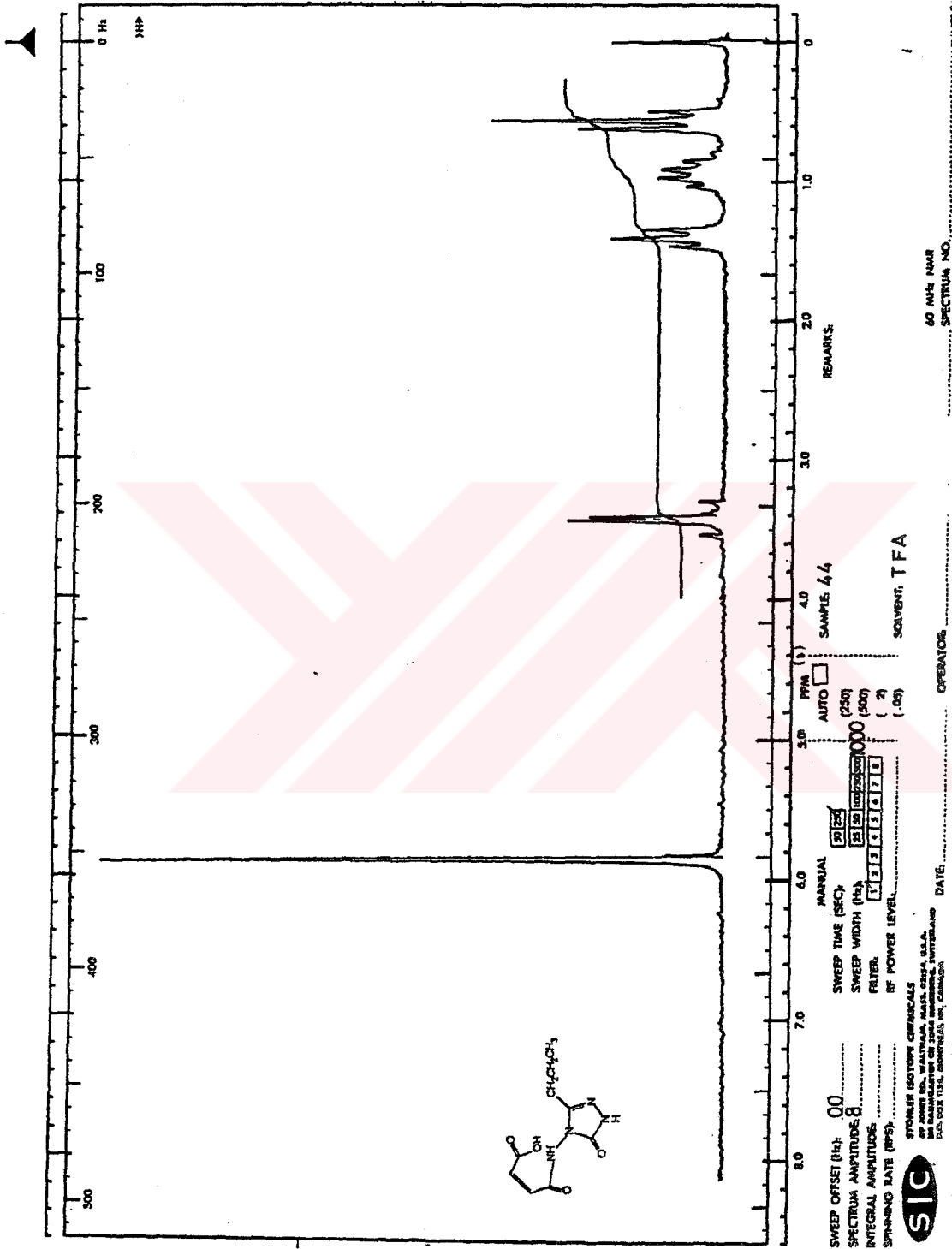
SPINNING ISOTOPE CHEMICALS
3000 UNIVERSITY AVENUE, S.W.
ANN ARBOR, MICHIGAN 48106, U.S.A.
P.O. BOX 118, MONTREAL 181, CANADA

OPERATOR

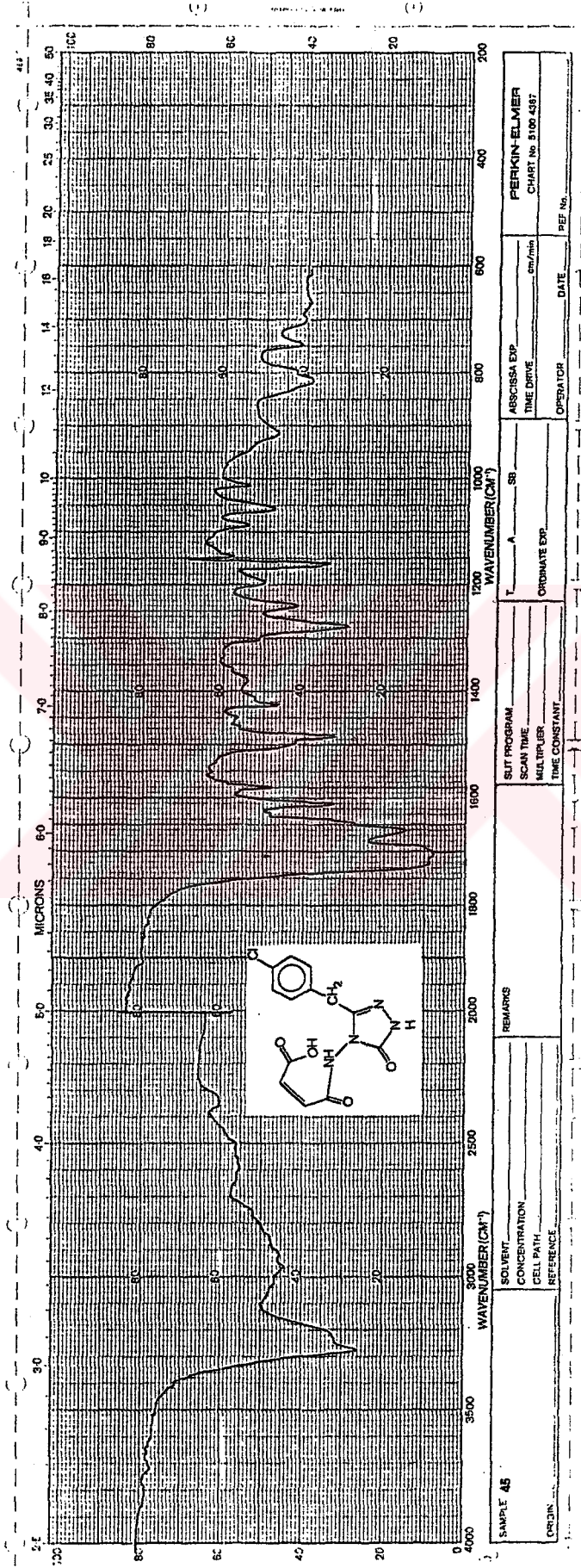
DATE



Ek Spektrum 23. 44 Bileşinin ^1H NMR (DMSO-d_6) Spektrumu

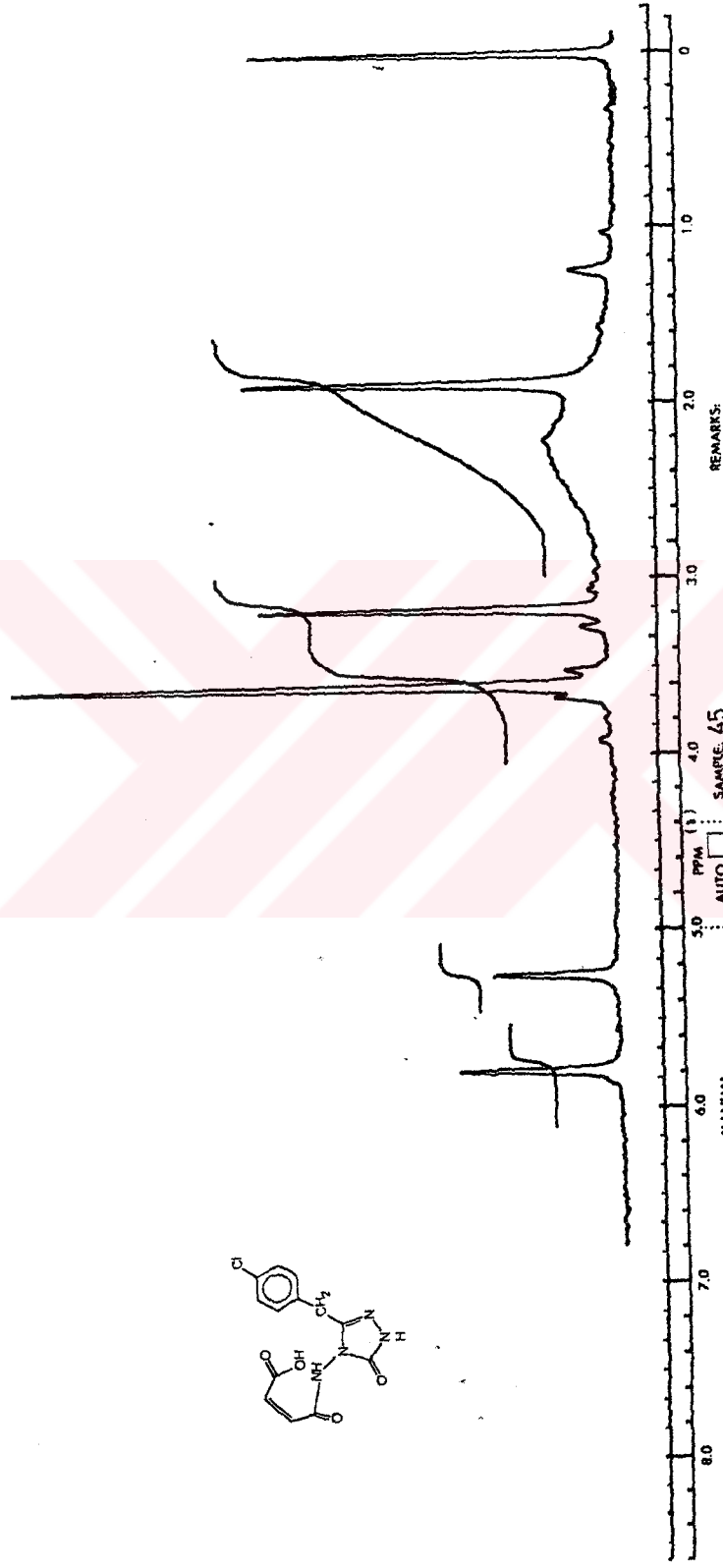
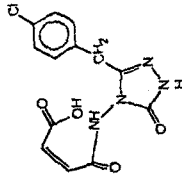


Ek Spektrum 24. 44 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



SAMPLE 45 SOLVENT _____ CONCENTRATION _____ CELL PATH _____ REFERENCE _____		REMARKS _____ _____ _____		SUIT PROGRAM _____ SCAN TIME _____ MULTIPLIER _____ TIME CONSTANT _____		WAVELENGTH (CM ⁻¹) _____ A _____ SB ORIGINATE EXP. _____		PERKIN-ELMER CHART No. 5100 4387 OPERATOR _____ DATE _____ PEF No. _____	
---	--	---------------------------------	--	--	--	--	--	---	--

Ek Spektrum 26. 45 Bileşiminin IR Spektrumu



REMARKS:

SAMPLE: 45

SOVENT: DMSO-d6

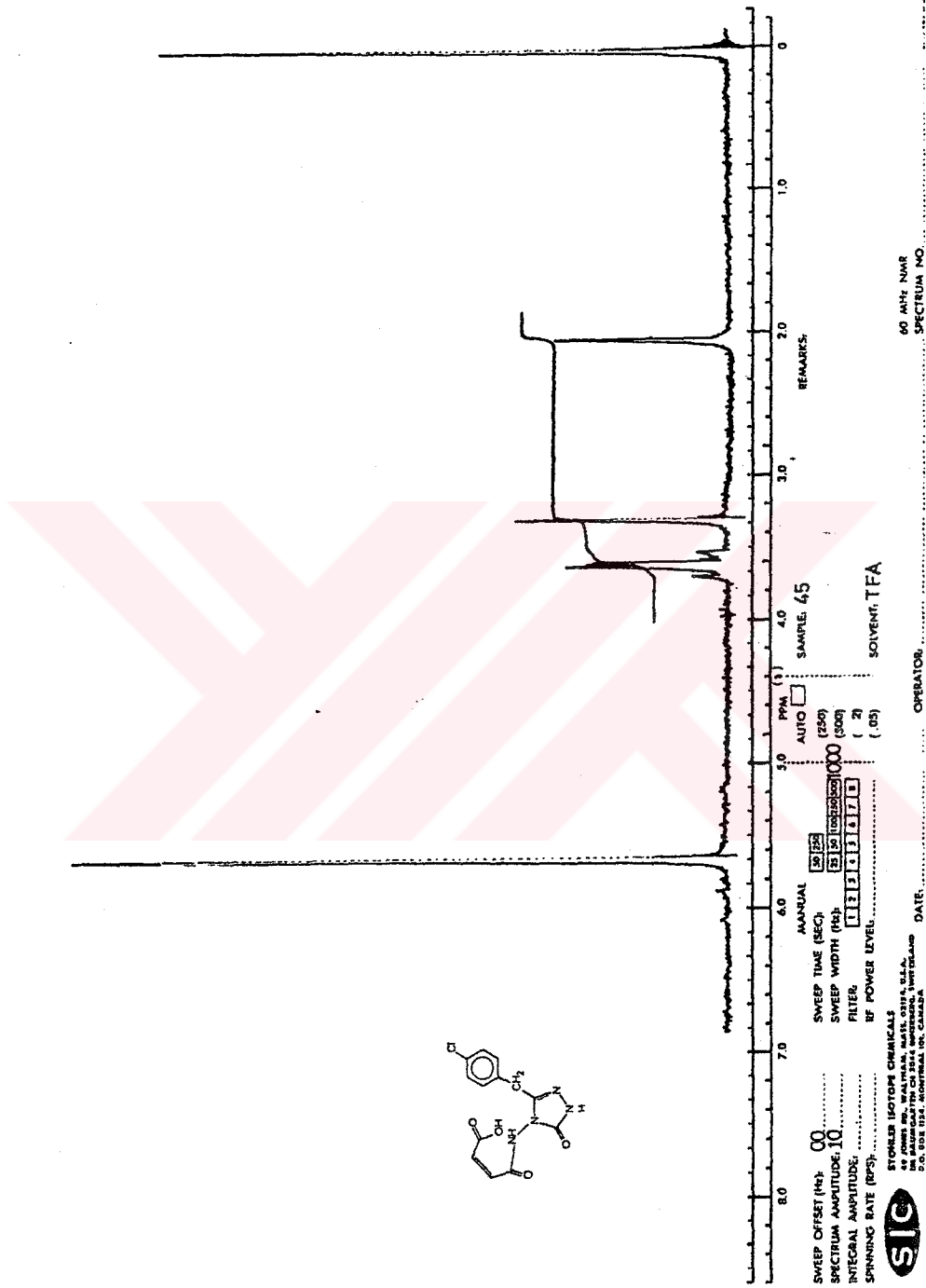
SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 SWEET TIME (SEC):
 SWEET WIDTH (Hz):
 FILTER:
 RF POWER LEVEL:
 MANUAL AUTO SAMPLE: 45
 (720) (500)
 (1) (2)
 (00) (00)



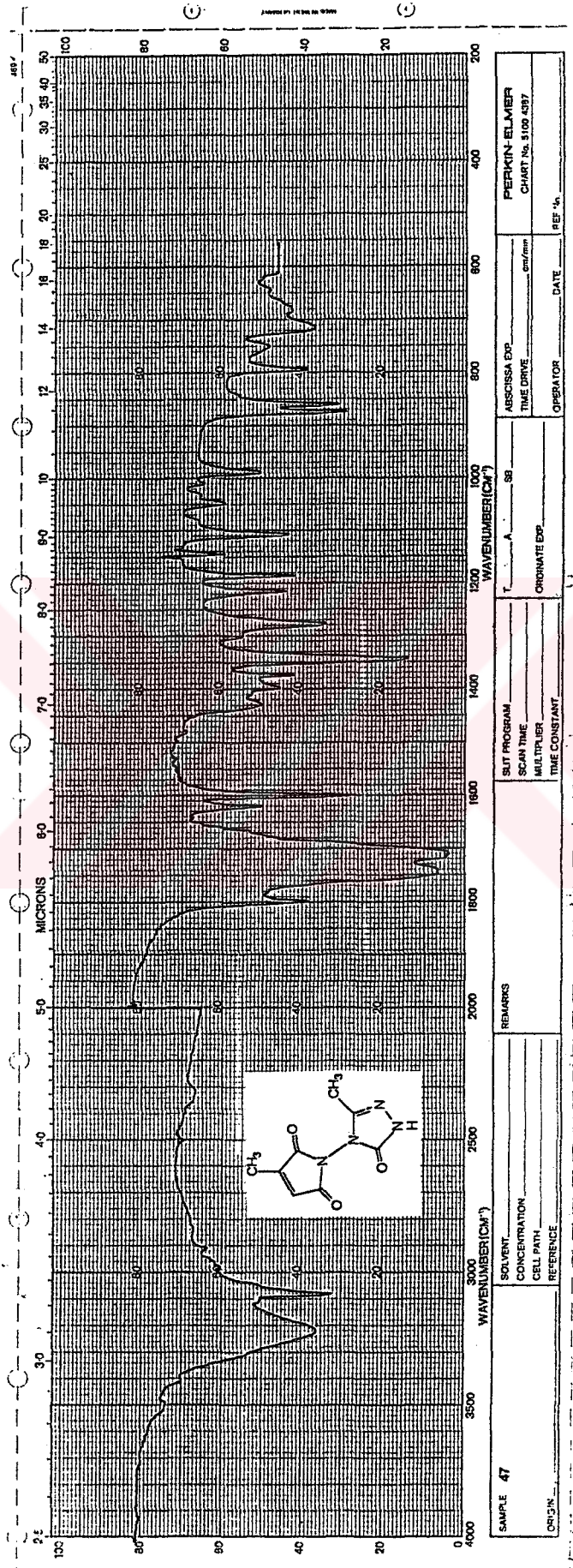
STOMER ISOTOPE CHEMICALS
 1000 WILSON AVE., WILMINGTON, MASS. 01974, U.S.A.
 1000 WILSON AVE., WILMINGTON, MASS. 01974, U.S.A.
 1000 WILSON AVE., WILMINGTON, MASS. 01974, U.S.A.

60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

Ek Spektrum 27. 45 Bileşiginin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

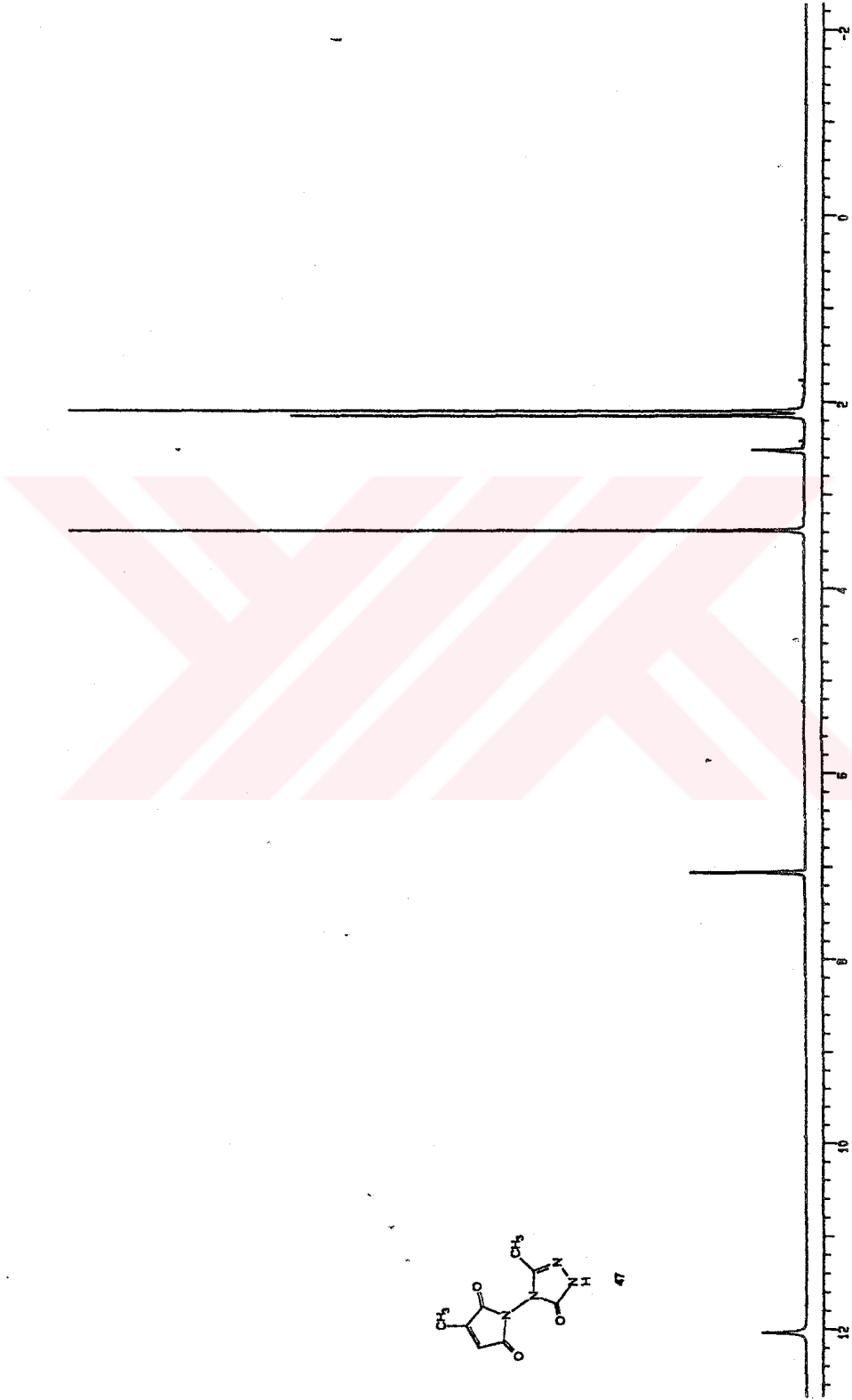
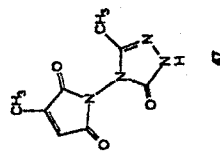


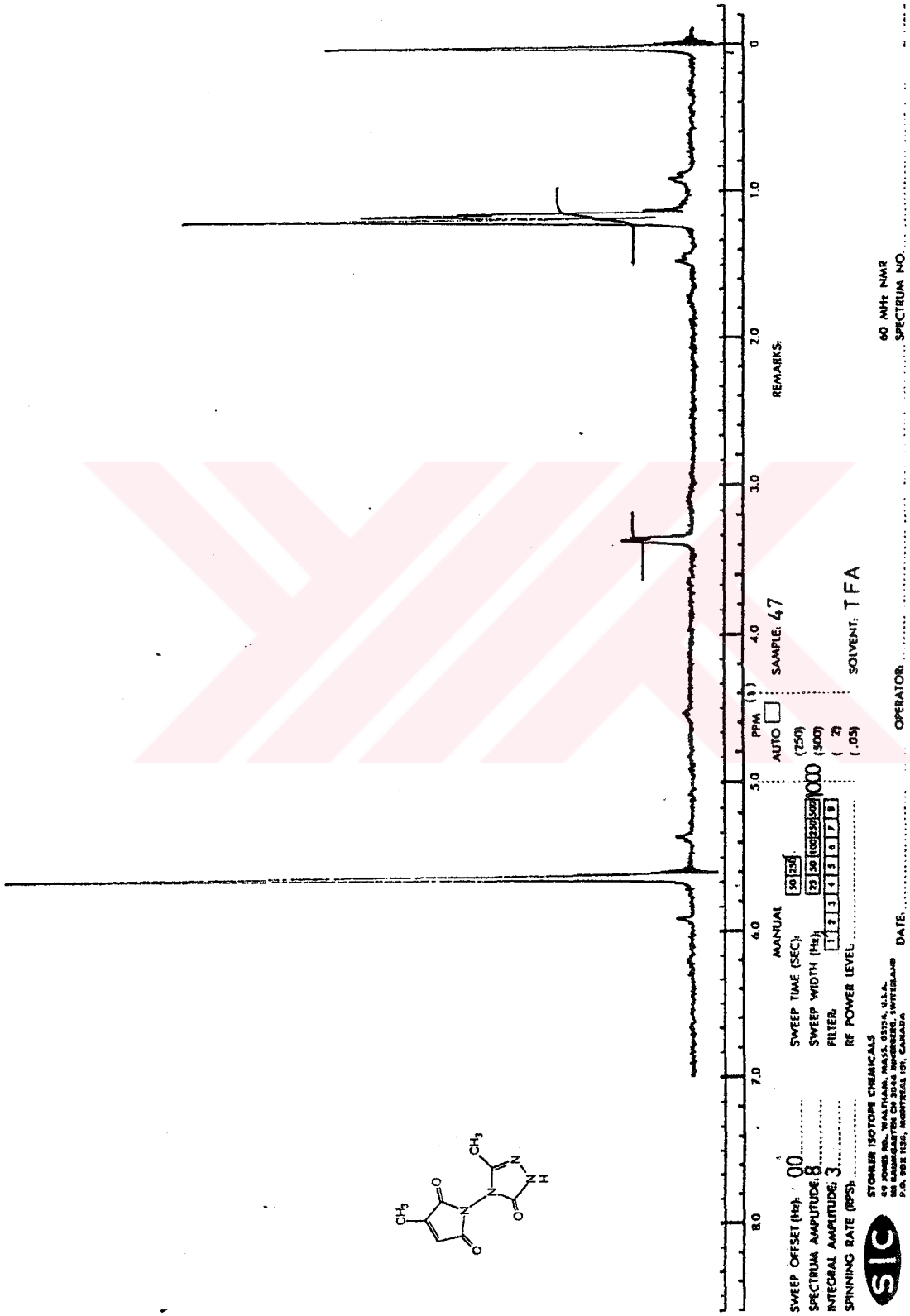
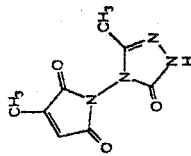
Ek. Spektrum 28. 45 Bileşiginin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



Ek Spektrum 29. 47 Bileşiminin IR Spektrumu

SAMPLE 47	SOLVENT _____ CONCENTRATION _____ CELL PATH _____ REFERENCE _____	REMARKS _____	SUB PROGRAM _____		PERKIN-ELMER CHART No. 5100 4397
			SCAN TIME _____	TIME DRIVE _____	
ORIGIN _____	WAVENUMBER (CM ⁻¹)	WAVENUMBER (CM ⁻¹)	OPERATOR _____	DATE _____	REF. No. _____
			MULTIPLIER _____		
			TIME CONSTANT _____		

Ek Spektrum 30. 47 Bileşinin ^1H NMR (DMSO-d_6) Spektrumu...



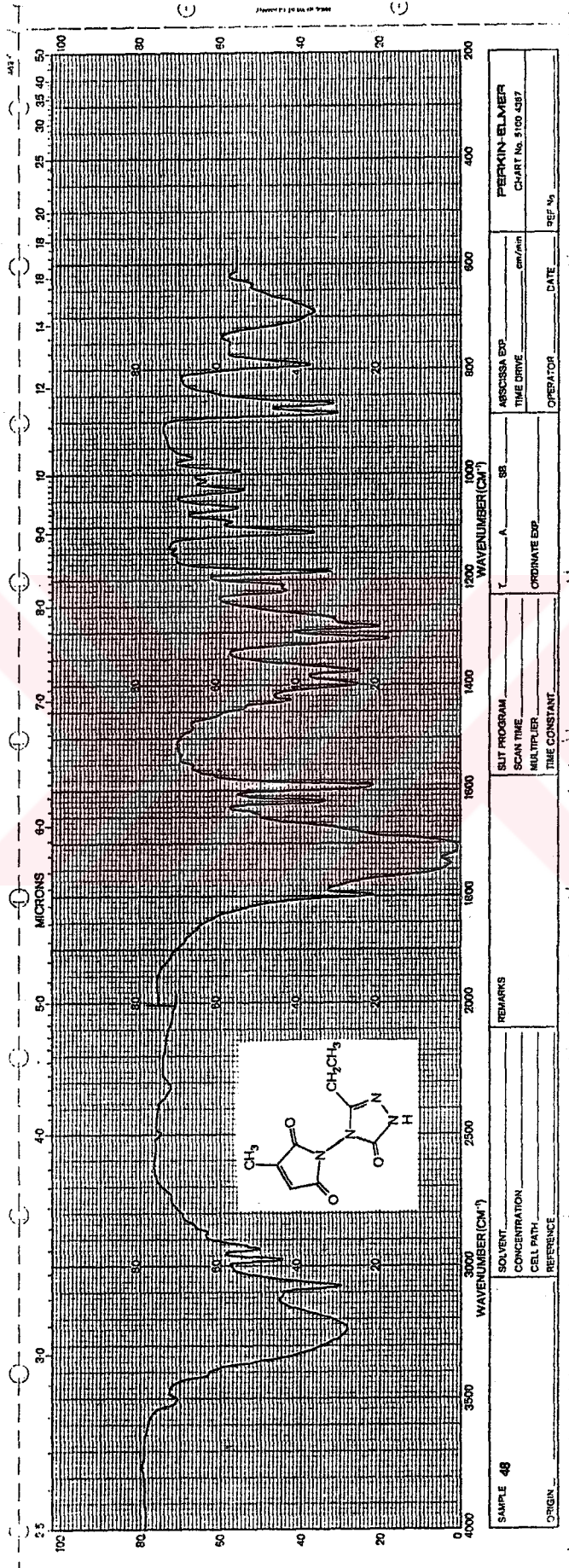
SWEEP OFFSET (Hz) 00
 SPECTRUM AMPLITUDE 8
 INTEGRAL AMPLITUDE 3
 SPINNING RATE (RPS) 1000
 MANUAL SWEEP TIME (SEC) 90 (750)
 SWEEP WIDTH (Hz) 25.50 (1000000000) (500)
 FILTER 133433178
 RF POWER LEVEL (0.05)
 AUTO SAMPLE 47
 SOVENT: TFA
 OPERATOR: DATE:



STORER ISOTOPE CHEMICALS
 1000 W. 10th St., Westborough, Mass., U.S.A.
 1000 W. 10th St., Westborough, Ontario, Canada
 P. O. BOX 1056, MONTREAL 101, CANADA

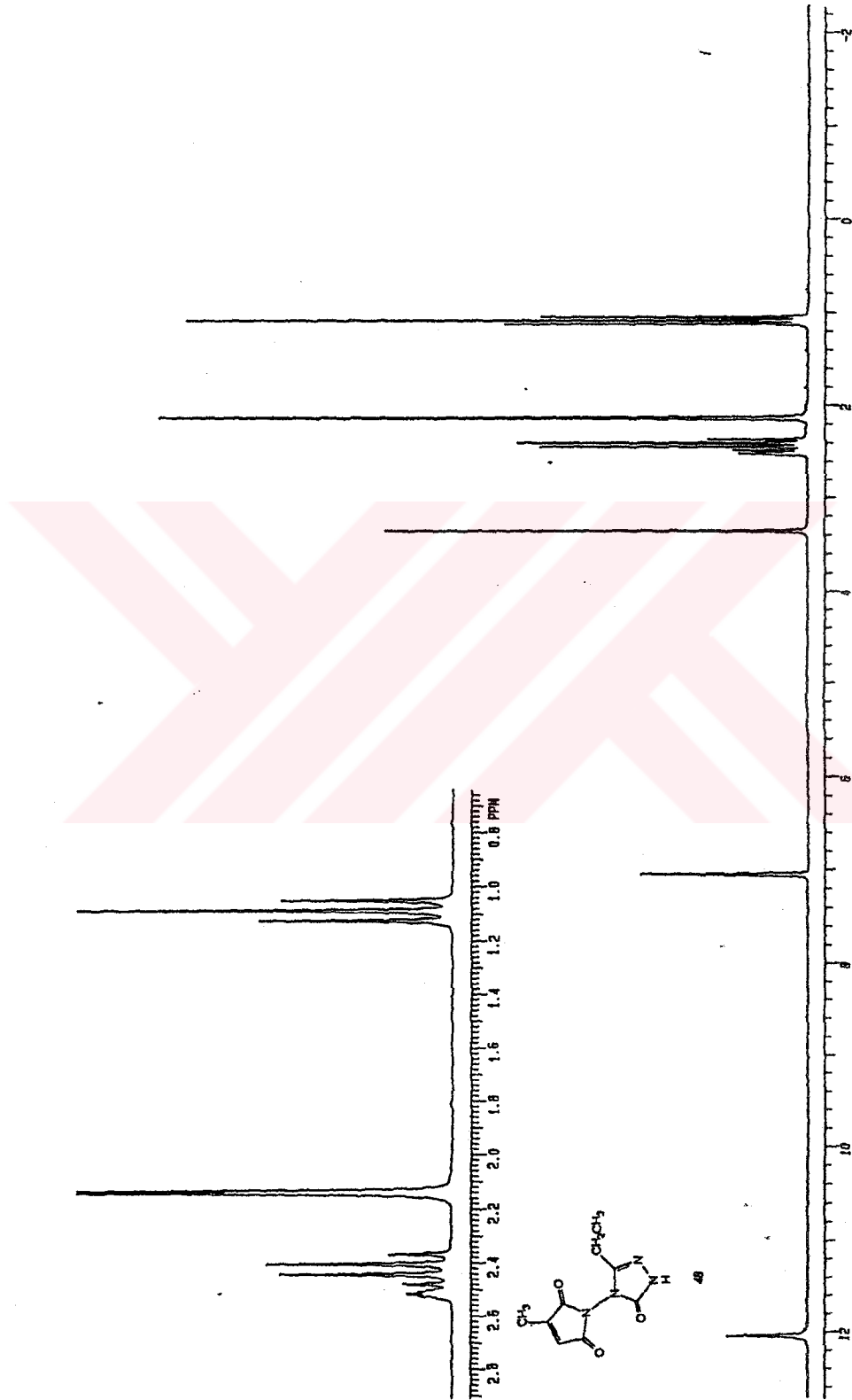
60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

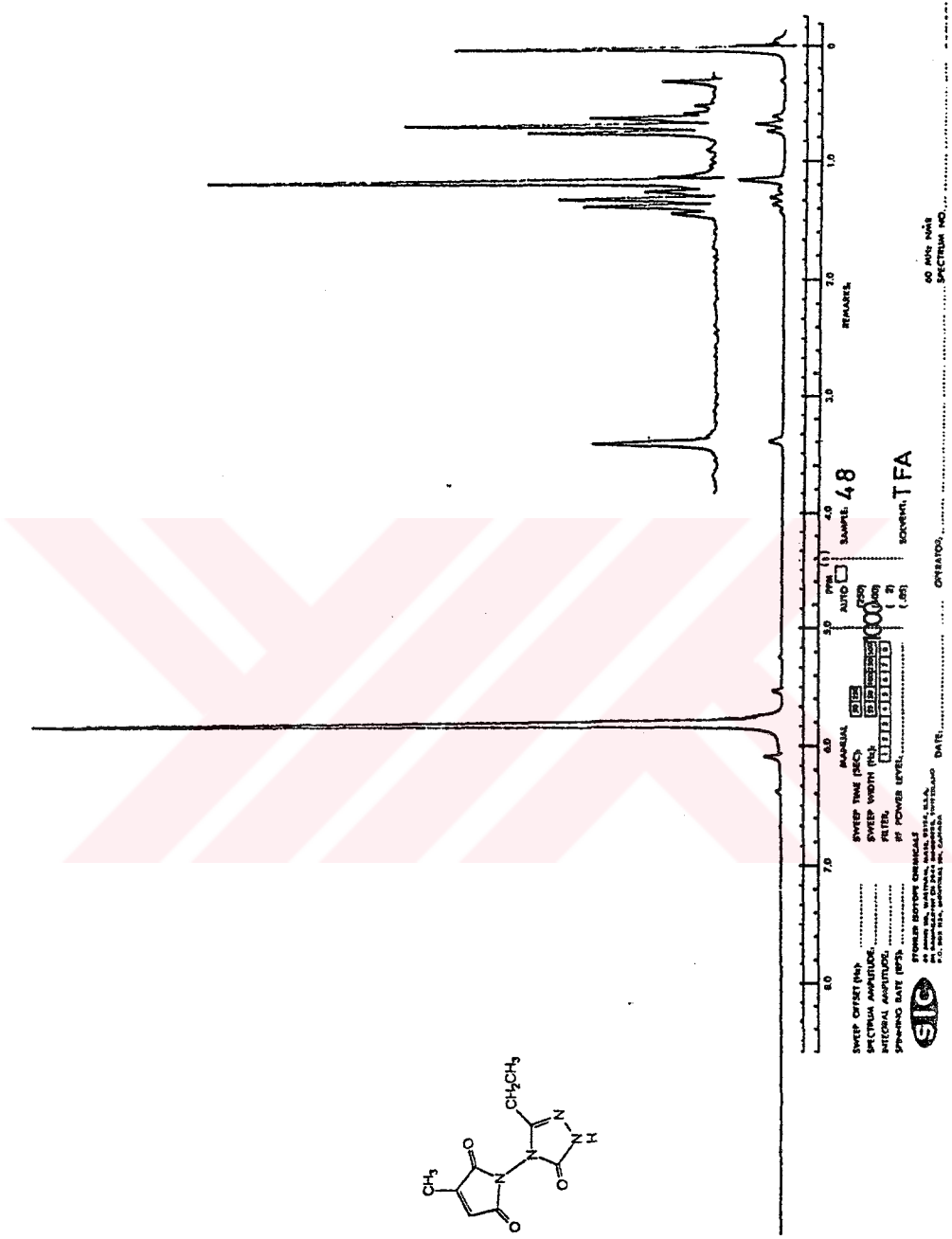
Ek Spektrum 31. 47 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



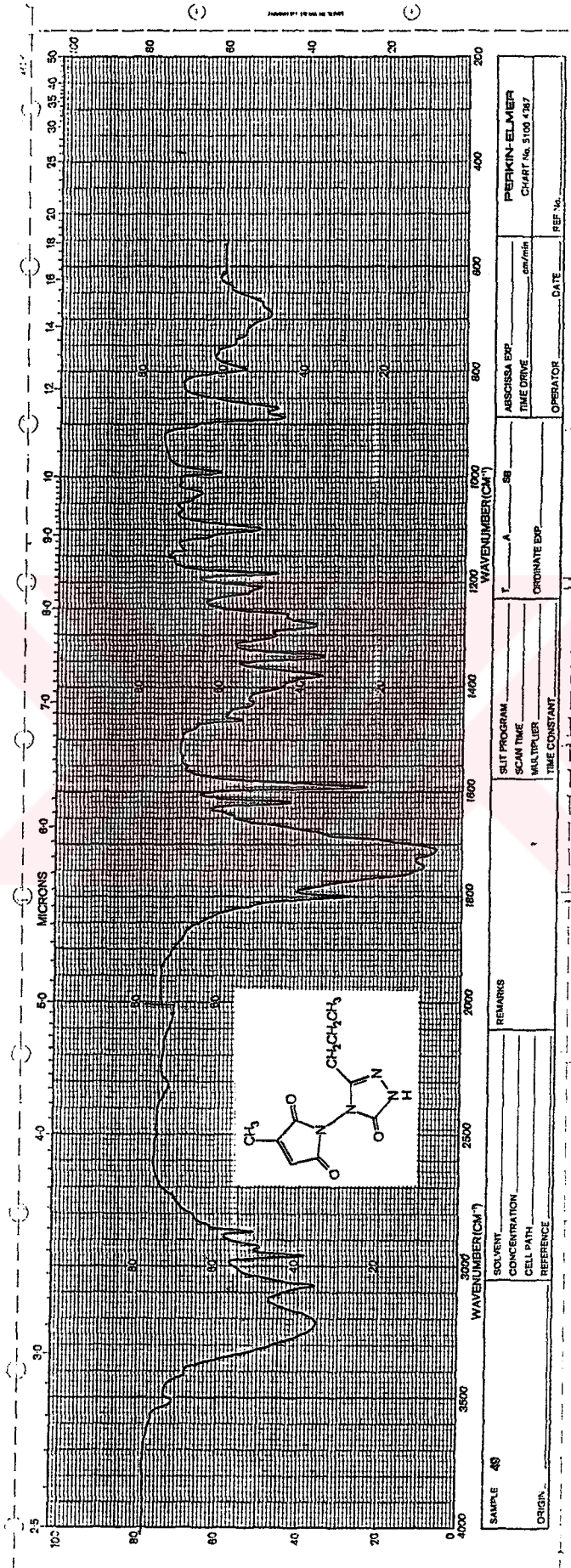
SAMPLE 48 ORIGIN _____	SOLVENT _____ CONCENTRATION _____ CELL PATH _____ REFERENCE _____	REMARKS _____ _____ _____	SUIT PROGRAM _____ SCAN TIME _____ MULTIPLIER _____ TIME CONSTANT _____	WAVELENGTH (CM⁻¹) _____ WAVELENGTH (CM⁻¹) _____ WAVELENGTH (CM⁻¹) _____ WAVELENGTH (CM⁻¹) _____	PERKIN-ELMER CHART No. 5100 4387 REF No. _____
---------------------------	--	---------------------------------	--	--	--

Ek Spektrum 32. 48 Bileşiminin IR Spektrumu

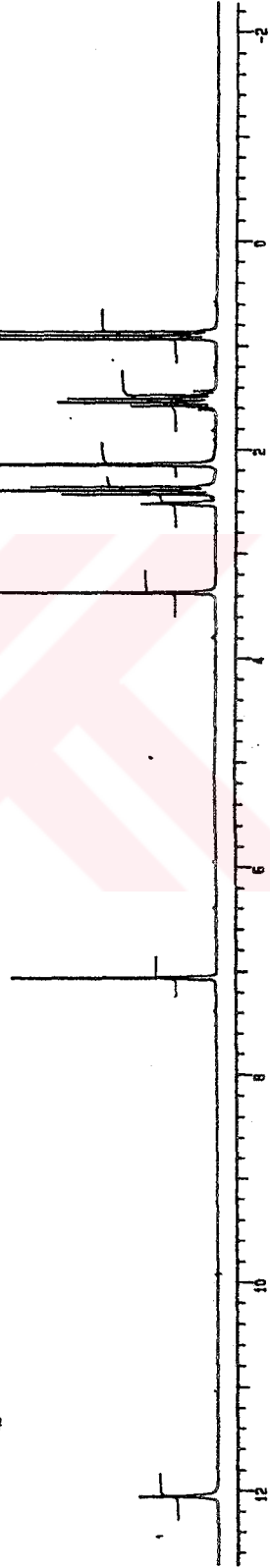
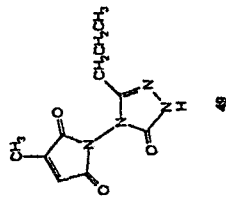
Ek Spektrum 33. 48 Bileşinin ^1H NMR (DMSO-d_6) Spektrumu



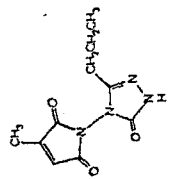
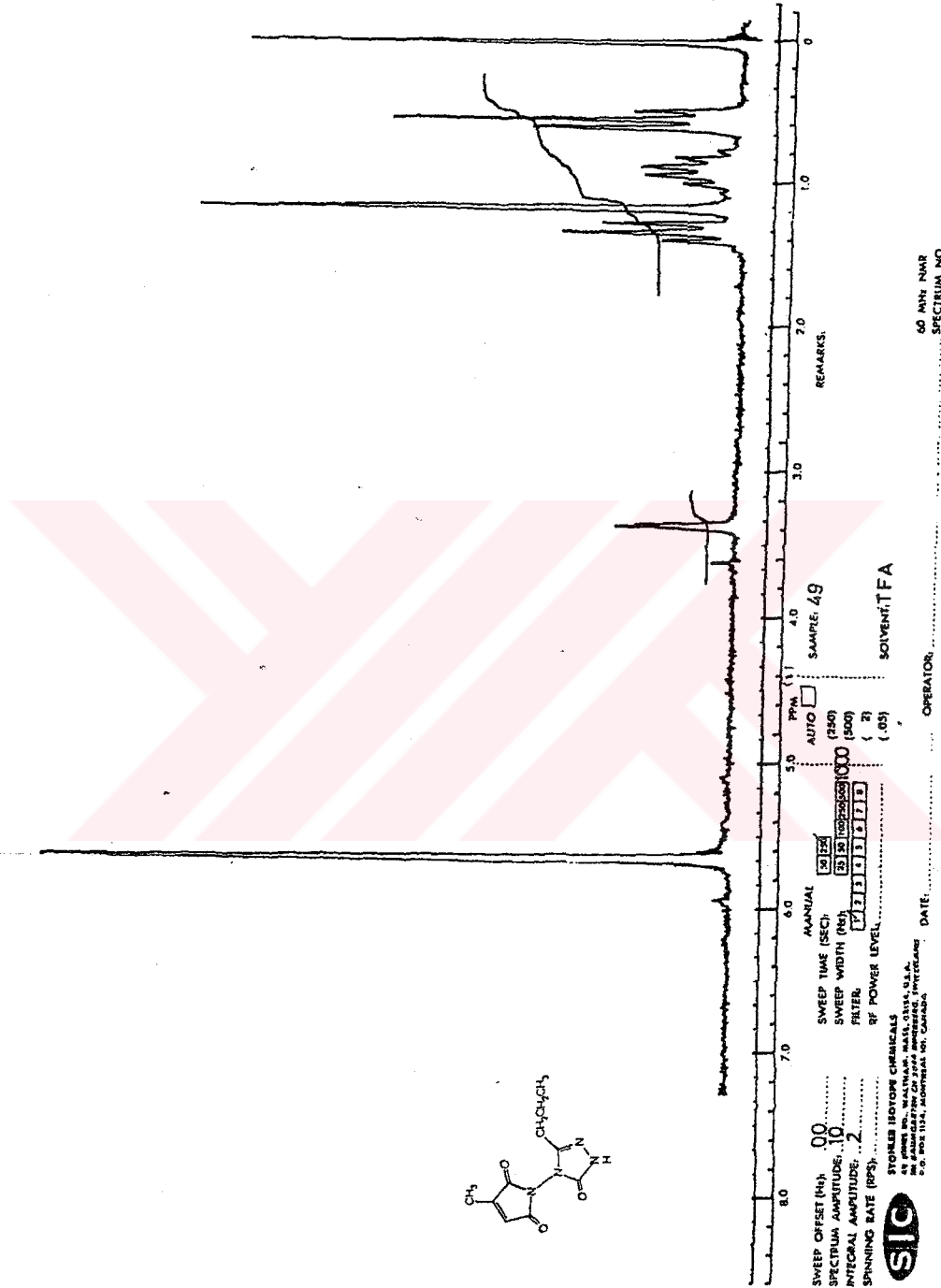
Ek Spektrum 34. 48 Bileşinin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



Ek Spektrum 35. 49 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Spektrum 36. 49 Bileşğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



SIC STORED ISOTOPE CHEMICALS
 48 JAMES STREET, WILMINGTON, MASS. 01897, U.S.A.
 48 JAMES STREET, WILMINGTON, ONTARIO, CANADA
 P.O. BOX 1124, WILMINGTON, ONT. CANADA

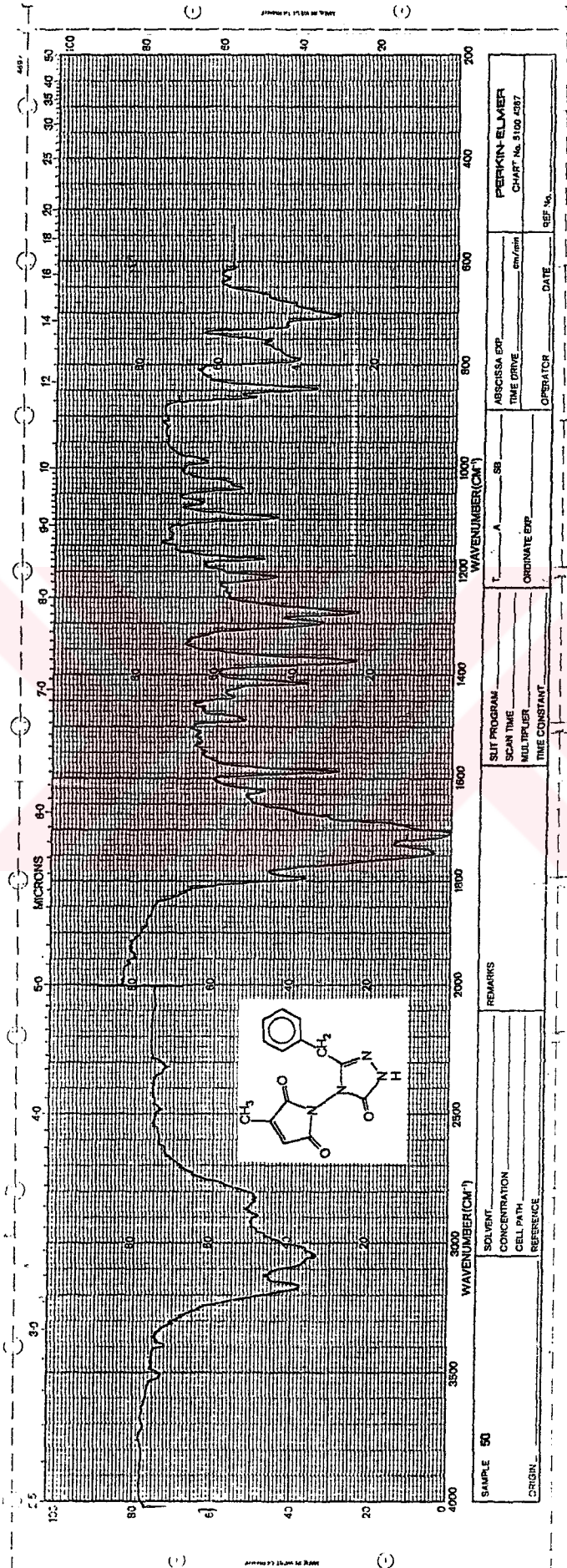
SWEEP OFFSET (MHz) 00
 SPECTRAL AMPLITUDE 10
 INTEGRAL AMPLITUDE 2
 SPINNING RATE (RPS) 2

MANUAL SWEEP TIME (SEC) 30.00
 SWEEP WIDTH (MHz) 2.00
 FILTER (2) (500)
 RF POWER LEVEL (dB) 17.00

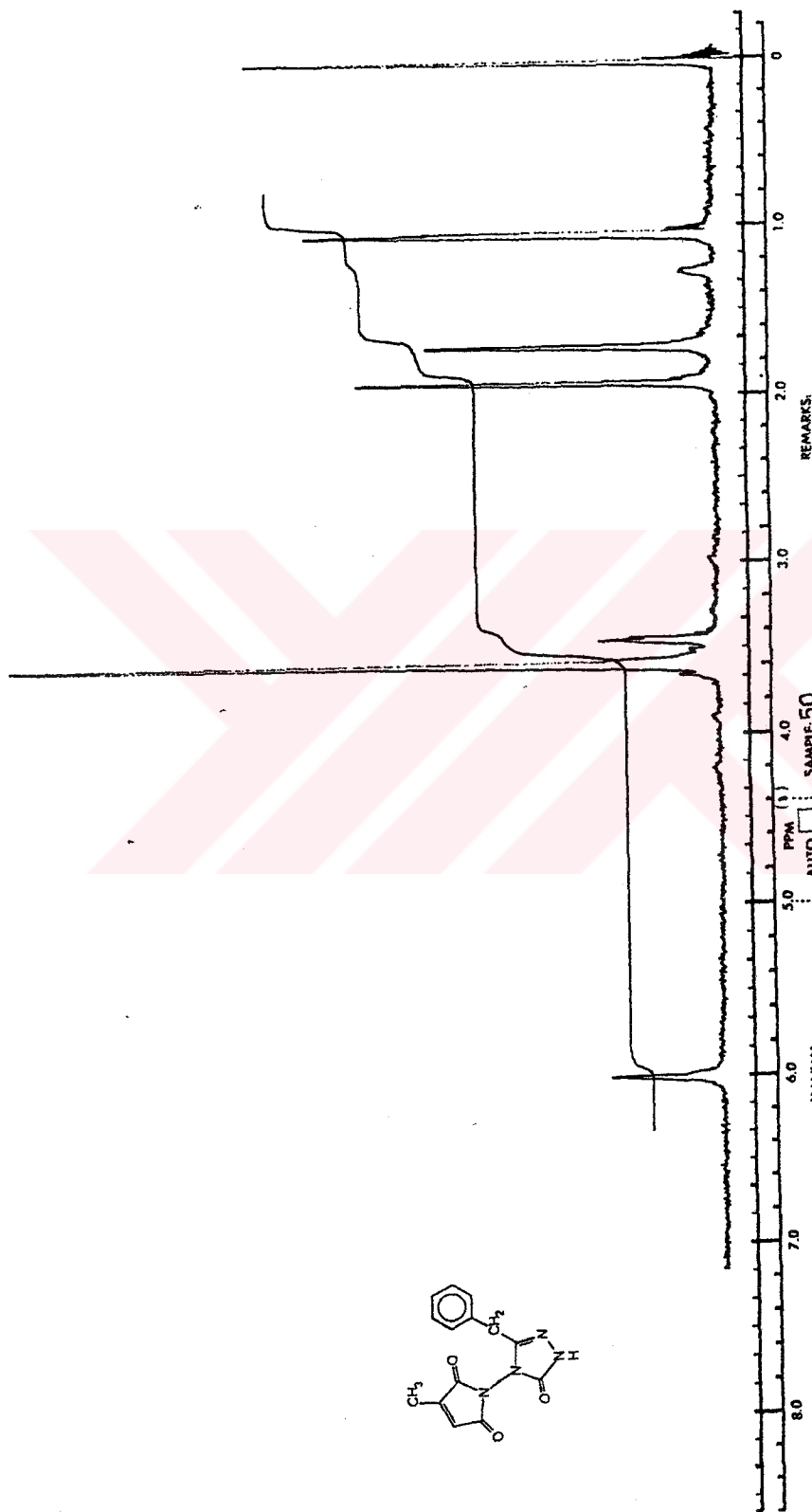
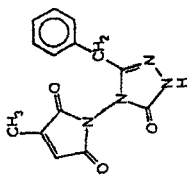
AUTO SAMPLE 49
 SOVENT TFA

OPERATOR: DATE: 60 MIN NMR SPECTRUM NO.

Ek Spektrum 37. 49 Bileşinin 1H NMR (TFA) Spektrumu



Ek Spektrum 38. 50 Bileşiminin IR Spektrumu

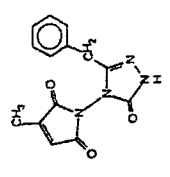
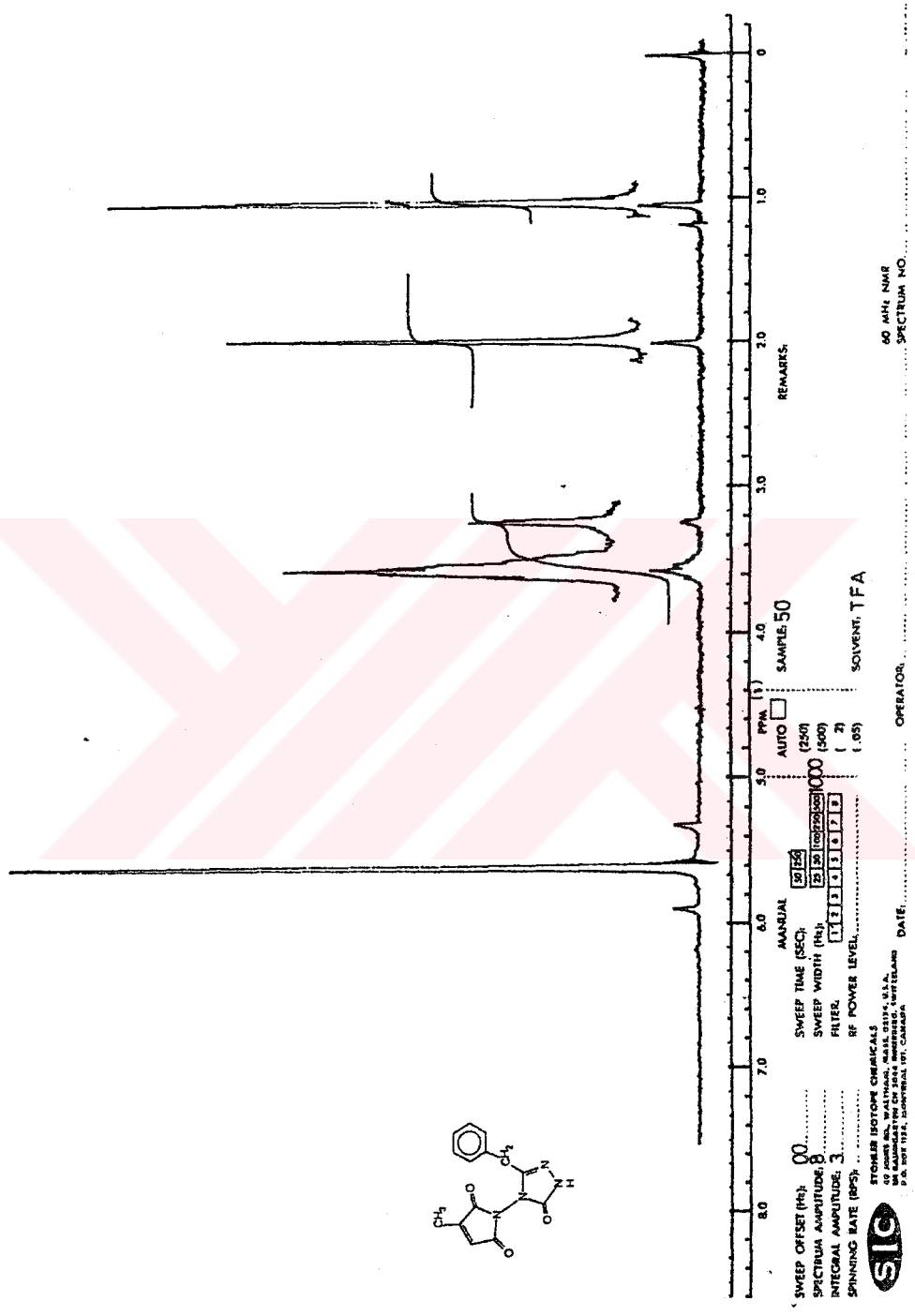


SWEEP OFFSET (Hz)
 SWEEP TIME (SEC)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SPINNING RATE (RPS)
 SWEET TIME (SEC)
 SWEET WIDTH (Hz)
 FILTER
 RF POWER LEVEL
 MANUAL AUTO SAMPLE: 50
 (250) (500)
 (2) (05)
 SOLENT: DMSO-d6
 STONER ISOTOPE CHEMICALS
 49 BOND ST. WALTHAM, MASS. 01194, U.S.A.
 60 SAUGMARTEN CH 1044 ANDEROD, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1024, BOSTON, MASS. 02111, U.S.A.

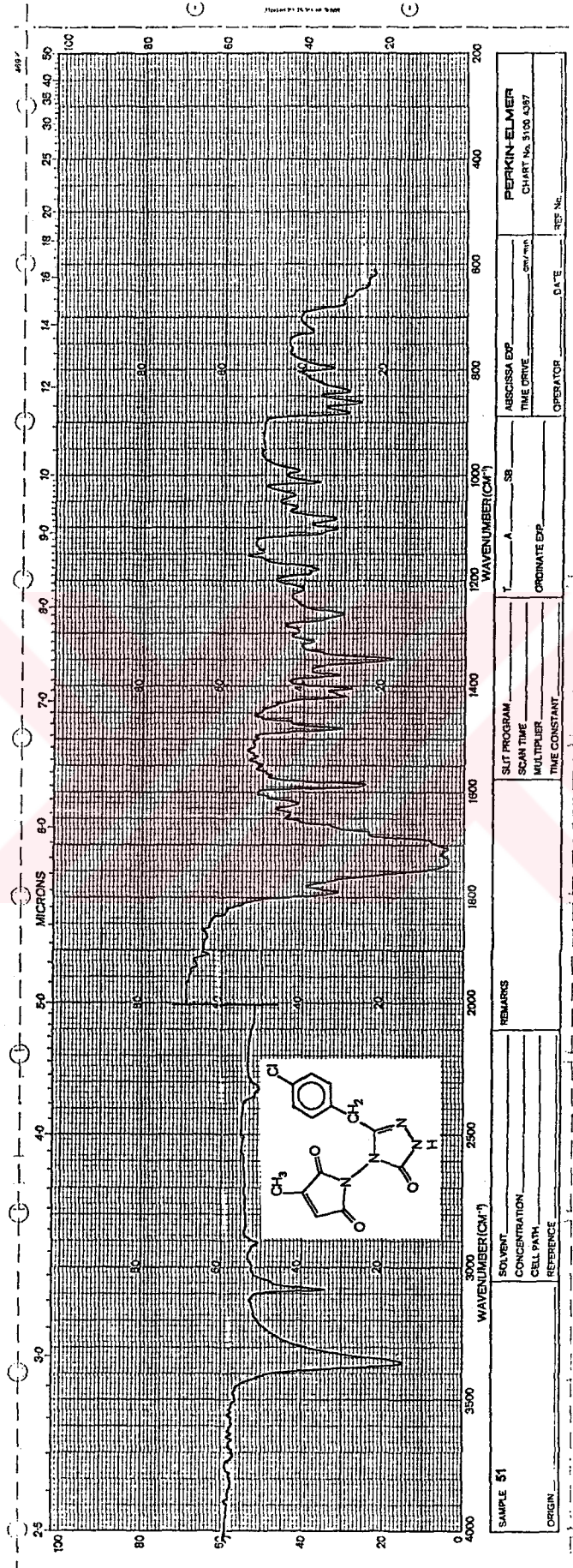


OPERATOR
 DATE
 60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

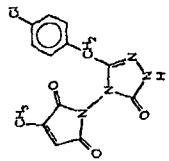
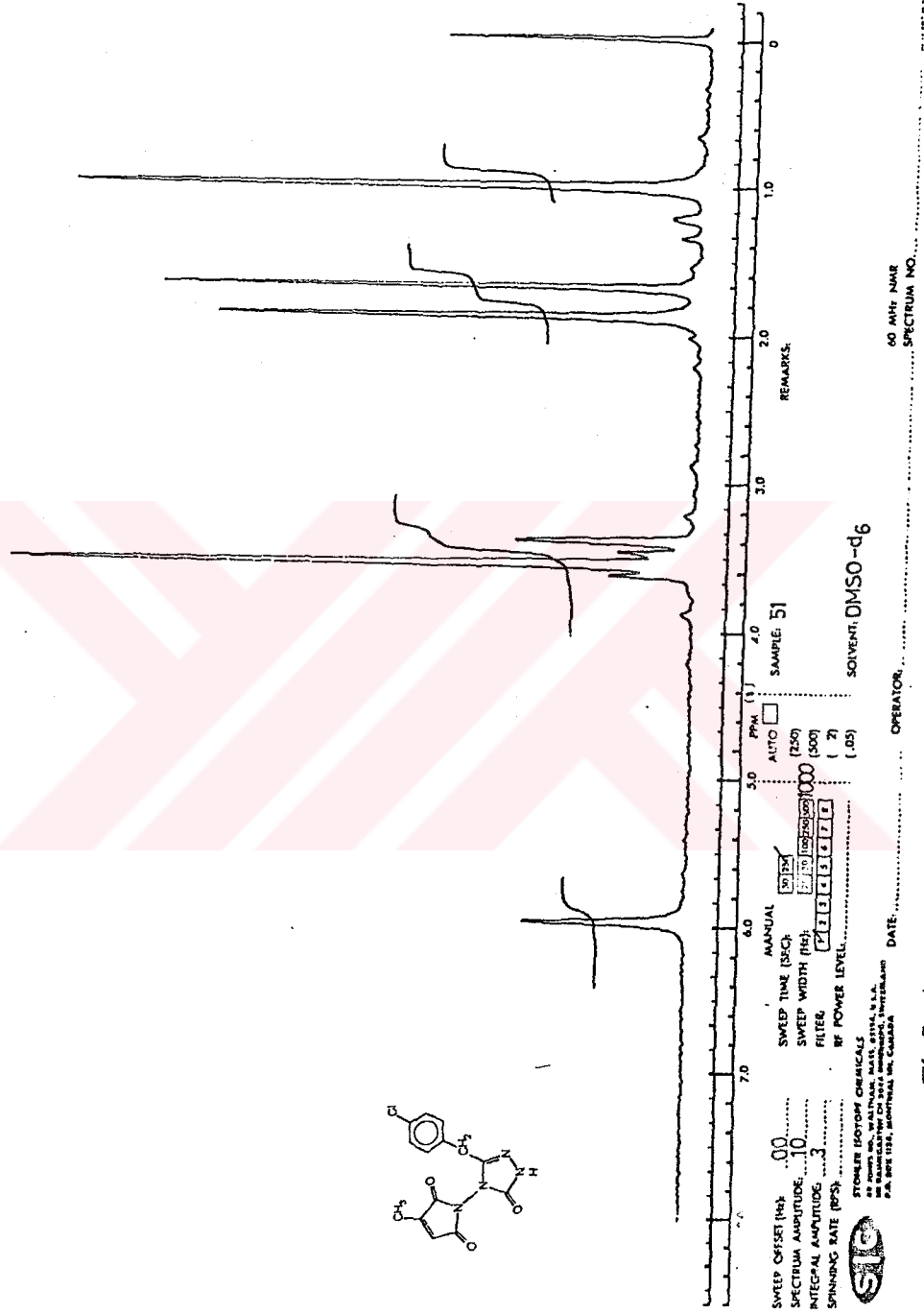
Ek Spektrum 39. 50 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



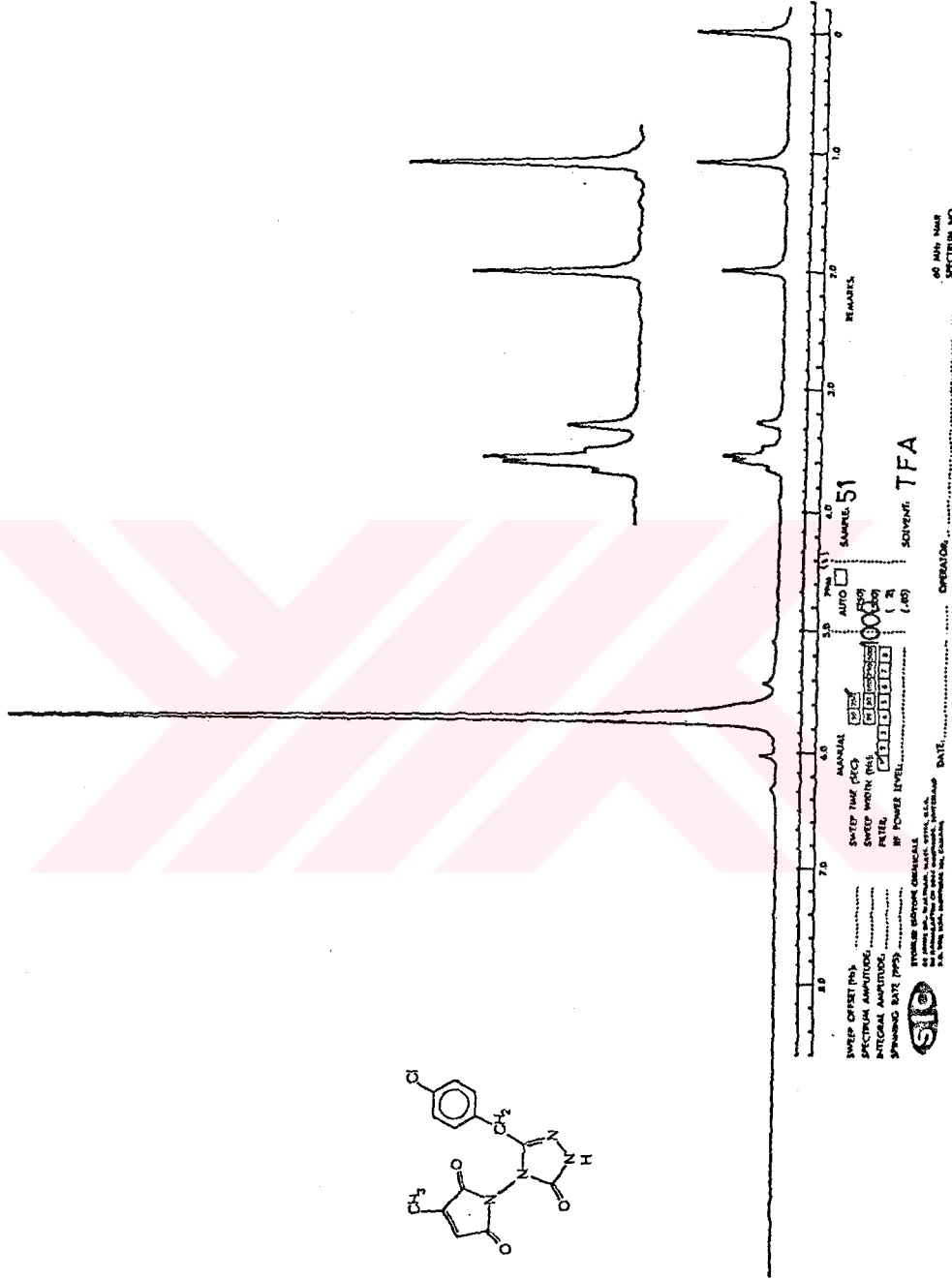
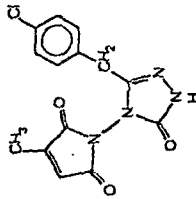
Ek Spektrum 40. 50 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



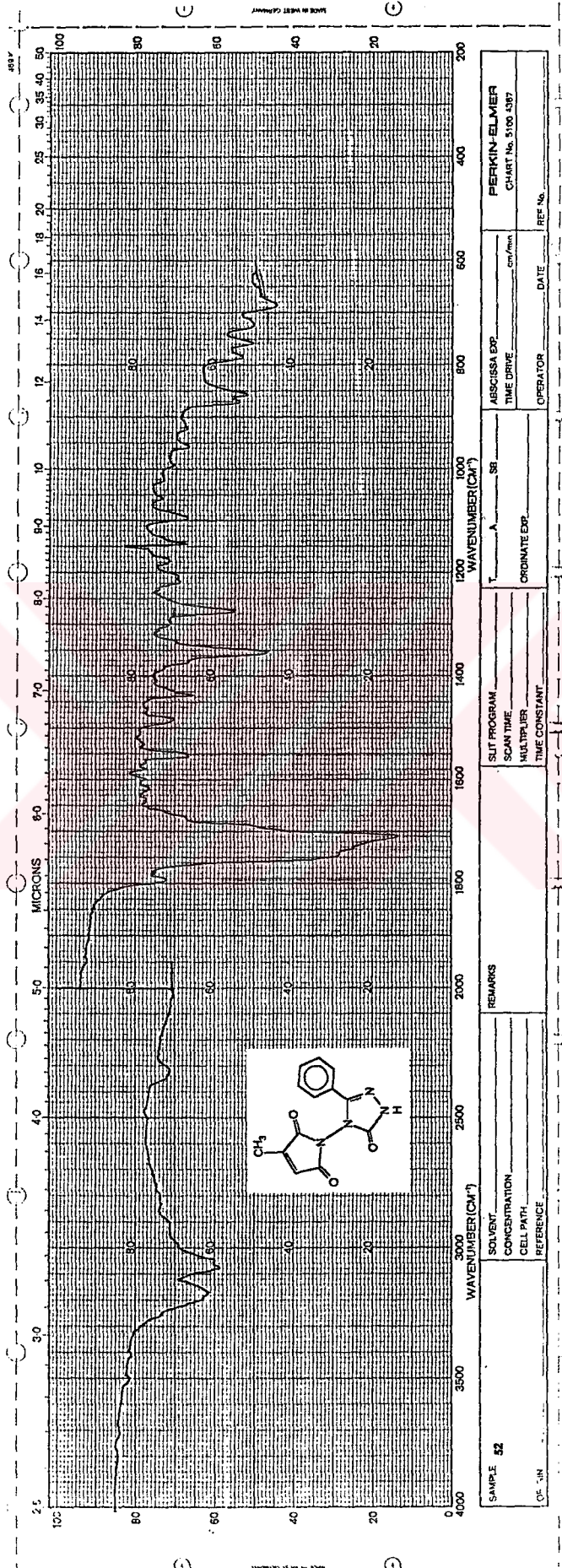
Ek Spektrum 41. 51 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Spektrum 42. 51 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

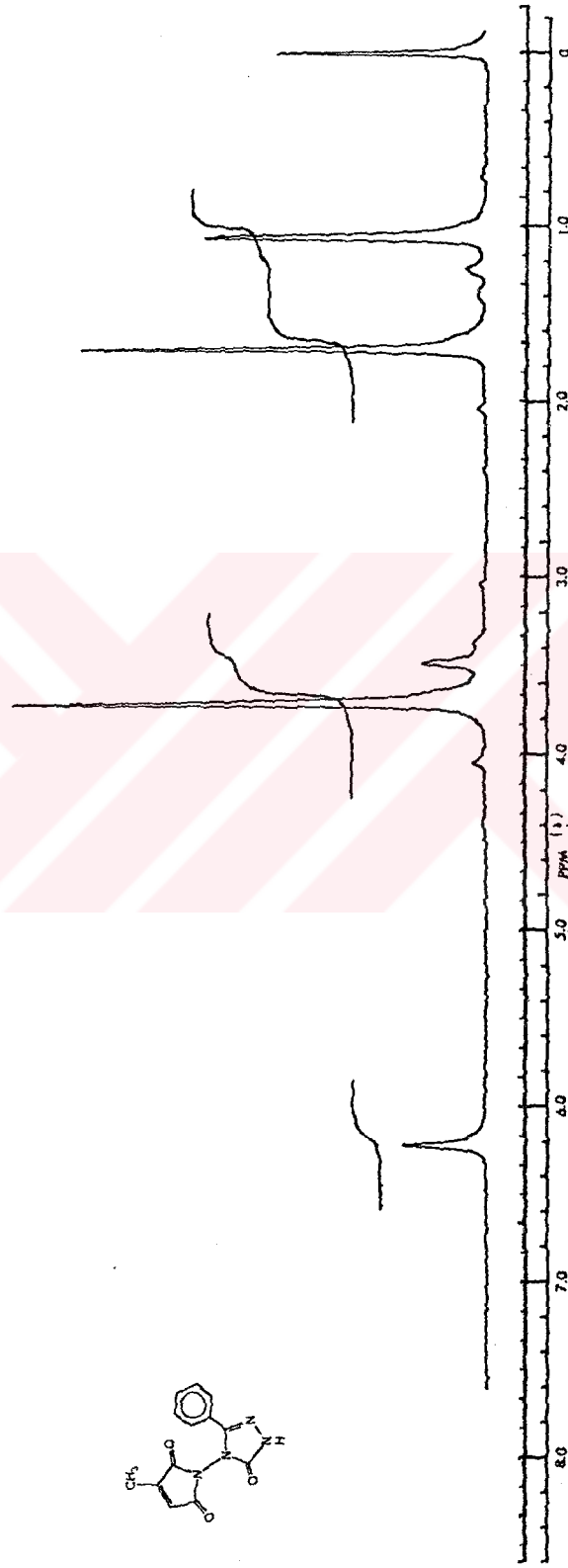
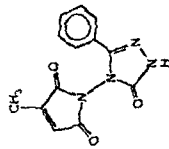


Ek Spektrum 43. 51 Bileşinin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



Ek Spektrum 44. 52 Bileşiminin IR Spektrumu

SAMPLE 52	SOLVENT	REMARKS	SLIT PROGRAM	ABSCISSA EXP. TIME DRIVE	PERKIN-ELMER CHART No. 5100 2387
	CONCENTRATION				
CELL PATH	TIME CONSTANT	OPERATOR	DATE	REF No.	
PREFERENCE					



SWEEP OFFSET (Hz)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SPINNING RATE (RPS)
 MANUAL
 SWEEP TIME (SEC)
 SWEEP WIDTH (Hz)
 FILTER
 RF POWER LEVEL
 AUTO (150)
 (500)
 (2)
 (05)

SAMPLE 52

SOLVENT: DMSO-d6

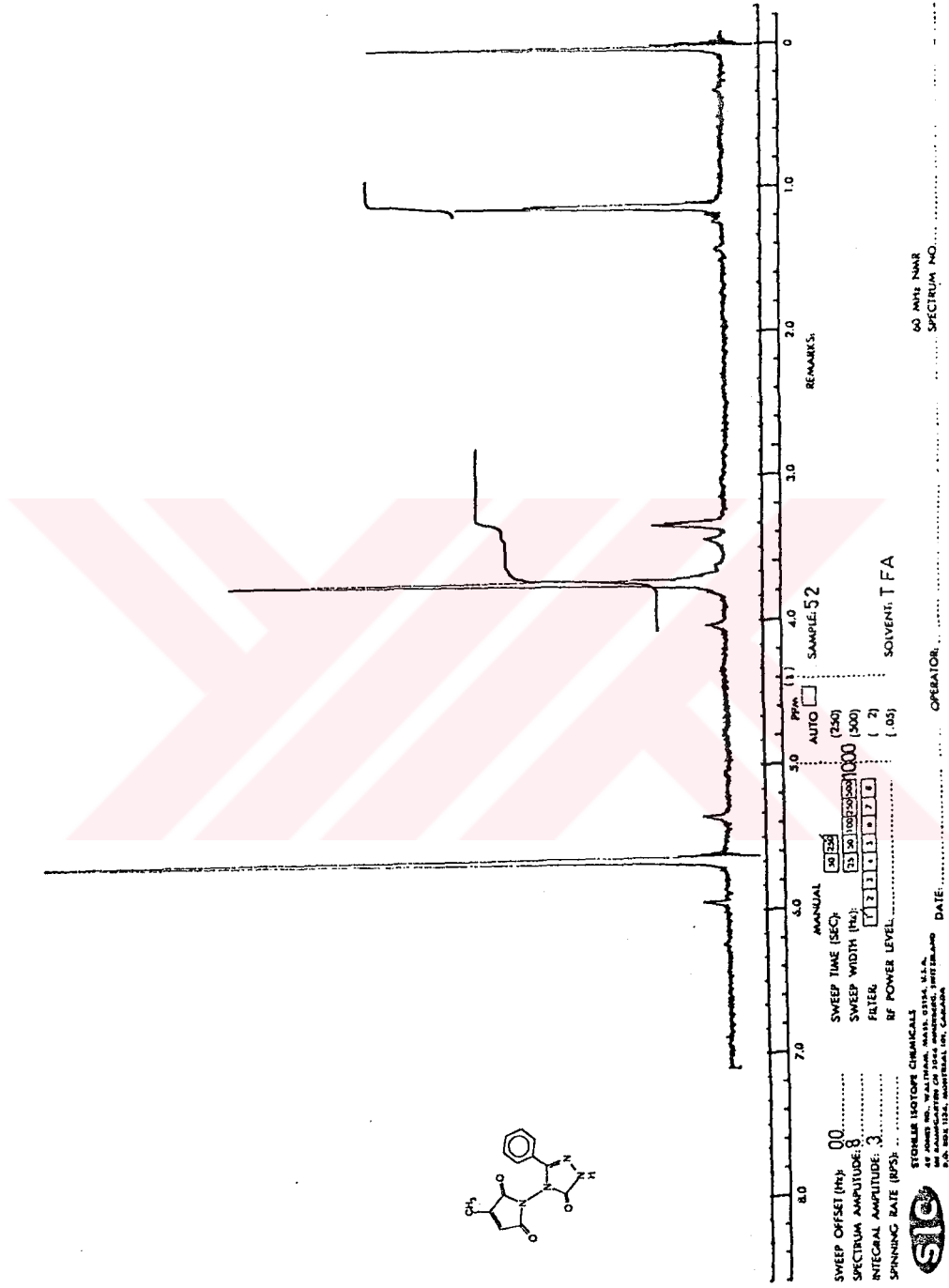
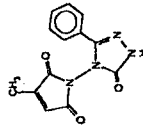
60 MHz NMR
SPECTRUM NO

OPERATOR:
DATE:

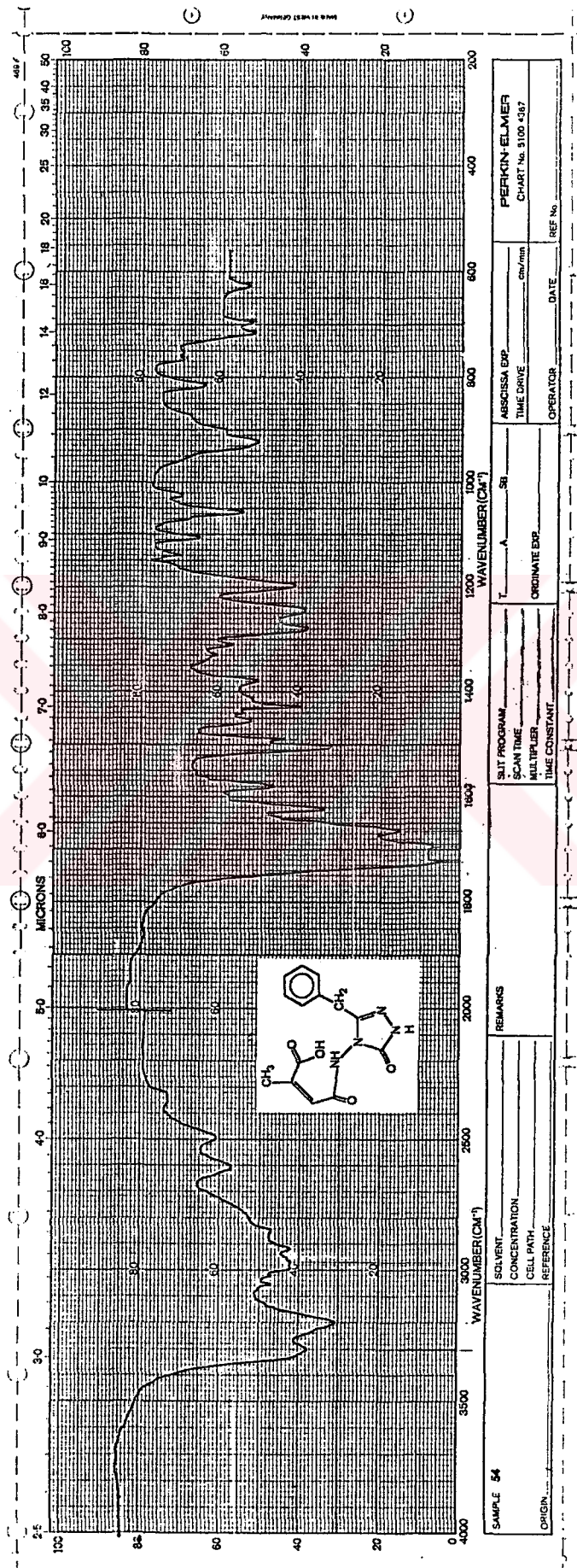
STORER ISOTOPE CHEMICALS
 45 JONES RD., MONTREAL, QUEBEC, CANADA
 P.O. BOX 1124, MONTREAL 101, CANADA



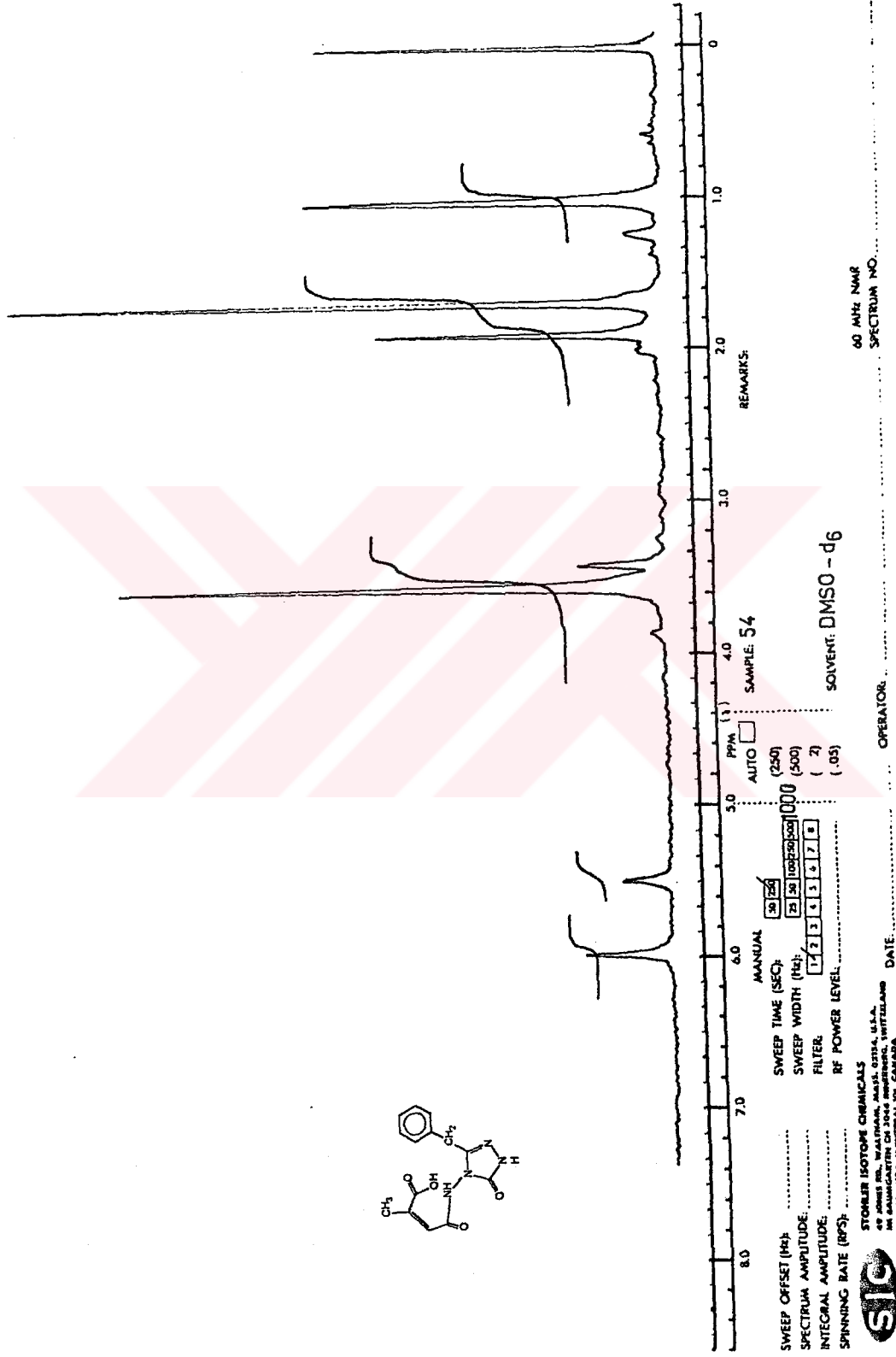
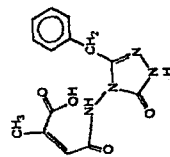
Ek Spektrum 45. 52 Bileşiminin 1H NMR (DMSO-d6) Spektrumu



Ek Spektrum 46. 52 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



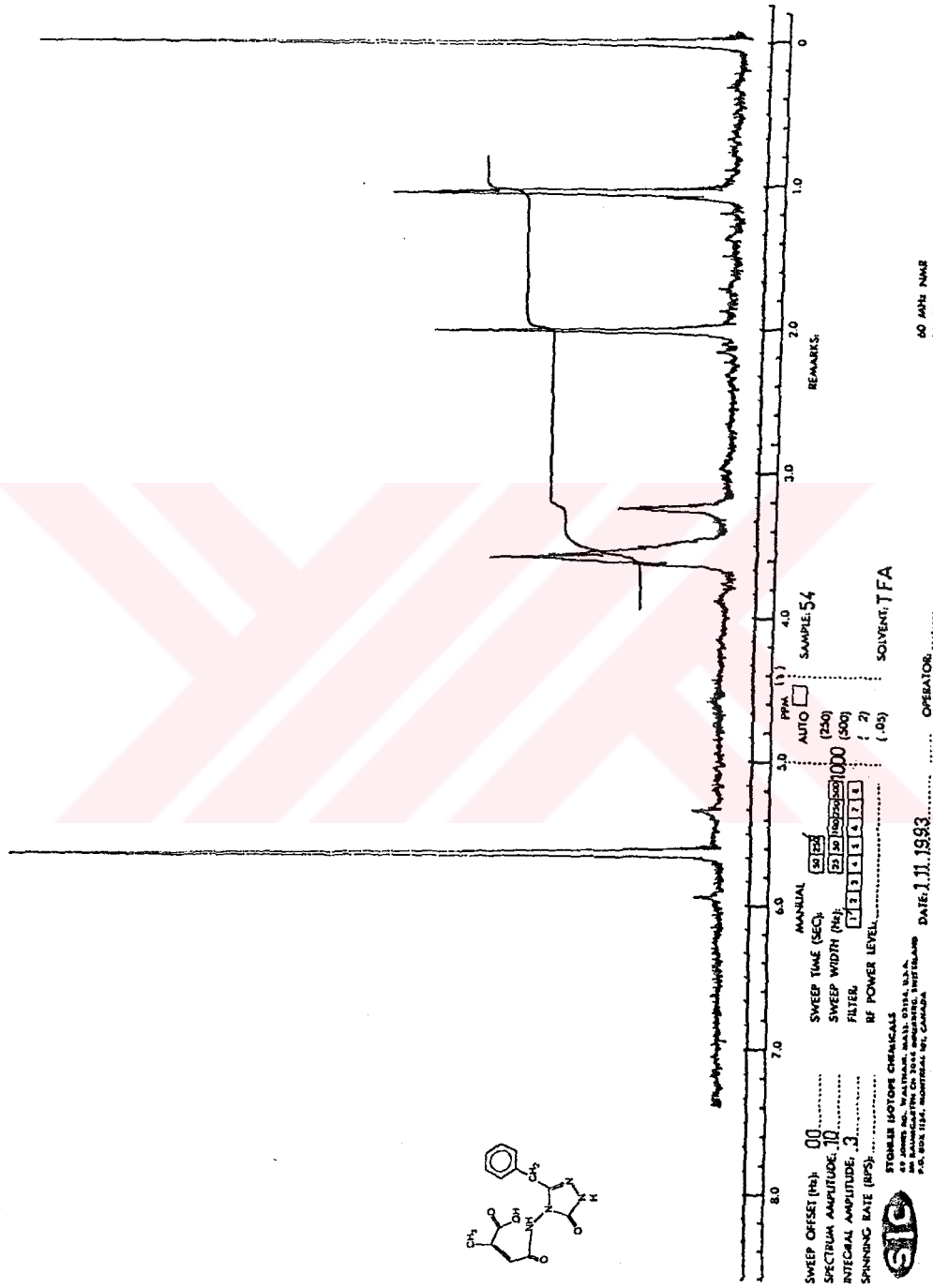
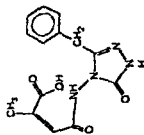
Ek Spektrum 47. 54 Bileşiminin IR Spektrumu



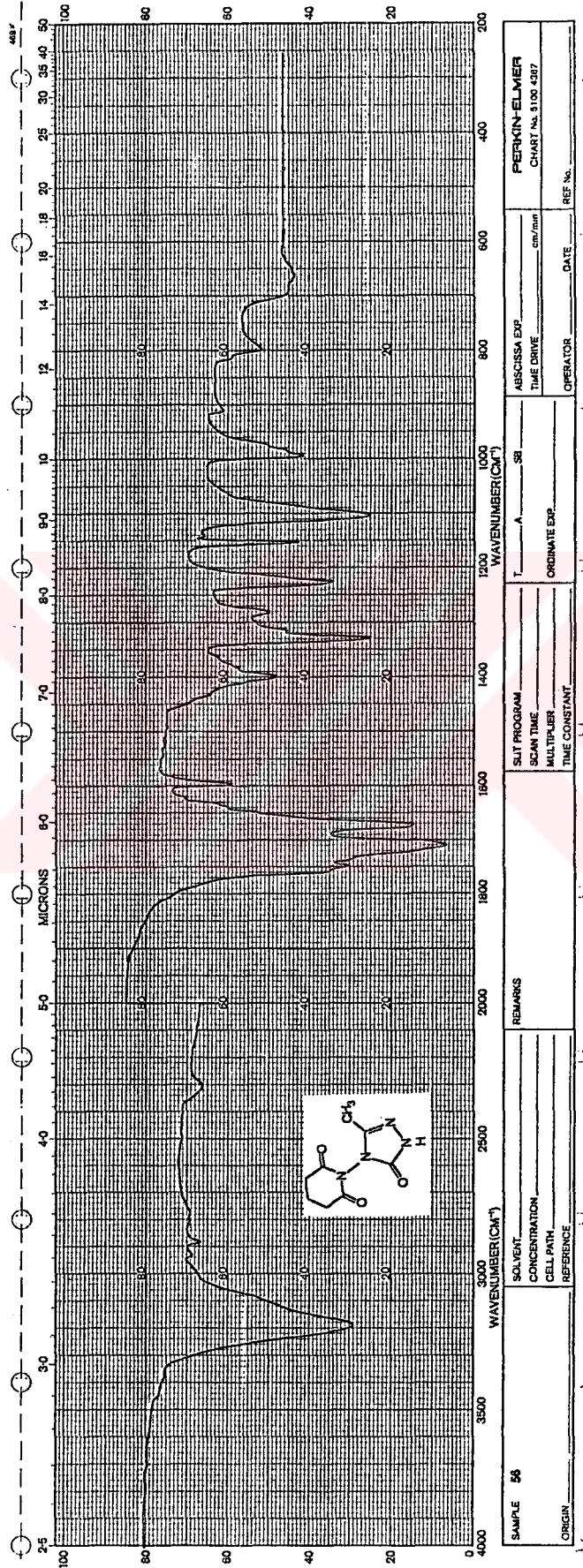
Ek Spektrogram 48. 54 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrogramu

STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 49 JAMES RD., WATFORD, ALABAMA, U.S.A.
 STOKER ISOTOPE CHEMICALS (CANADA) LTD., WINDSOR, ONTARIO, CANADA
 P.O. BOX 1124, WINDSOR, ONT. CANADA

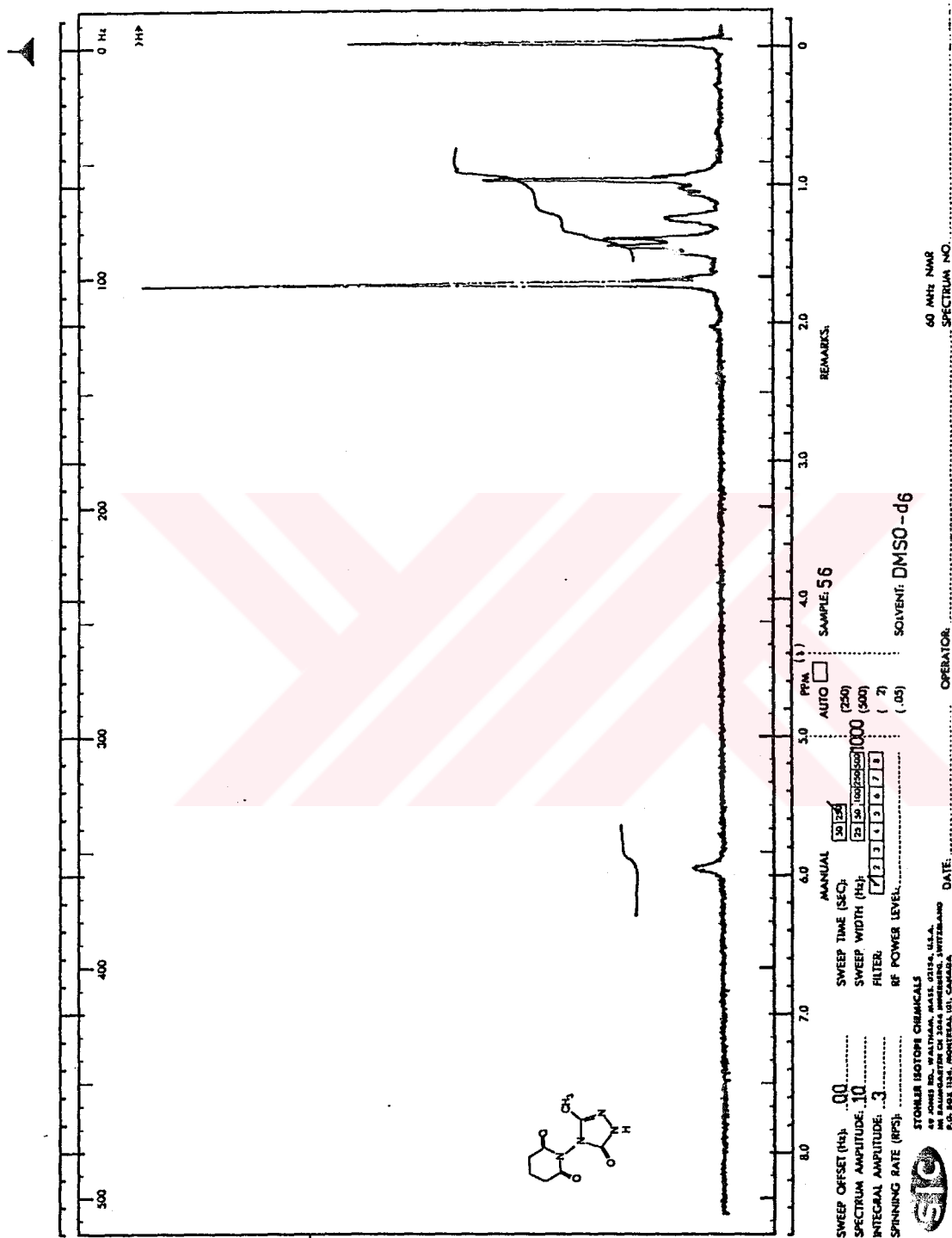




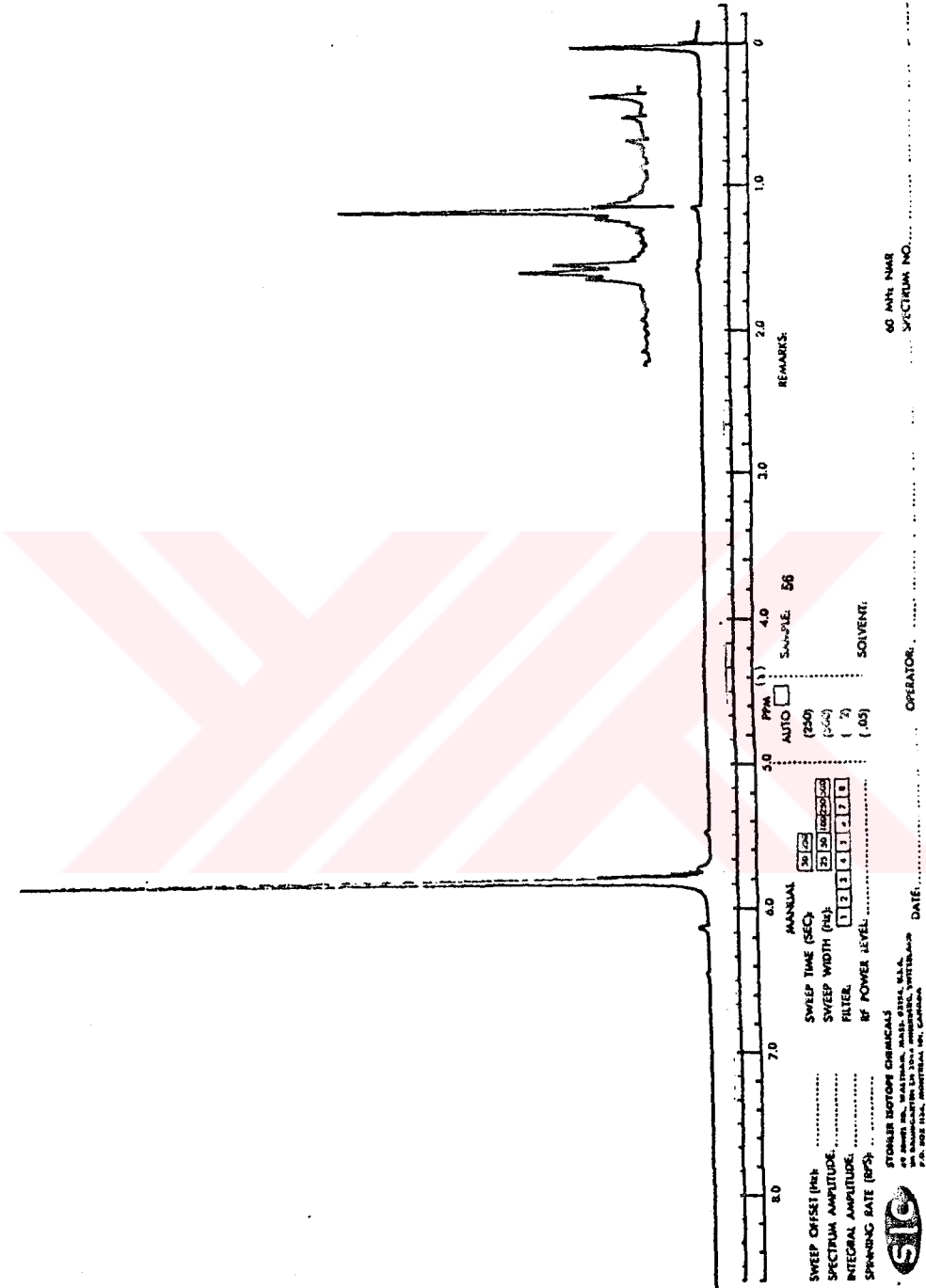
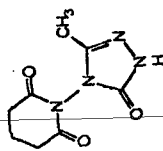
Ek Spektrum 49. 54 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



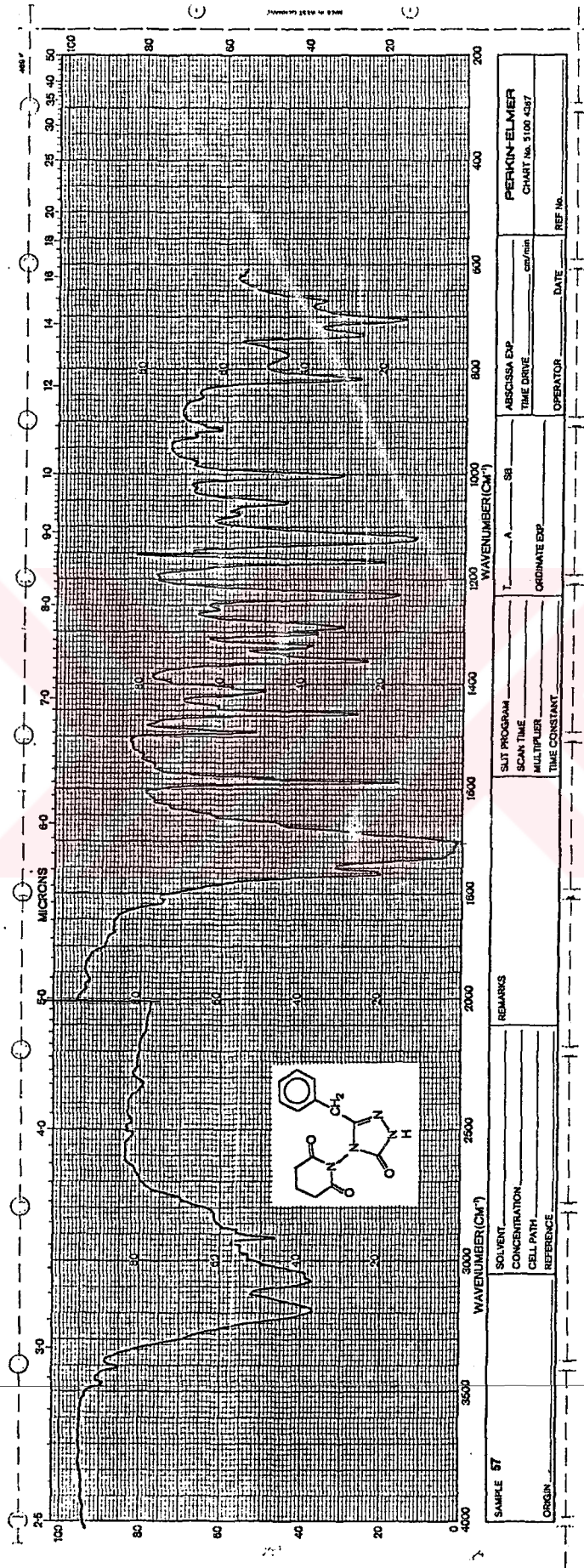
Ek Spektrum 50. 56 Bileşiminin IR Spektrumu



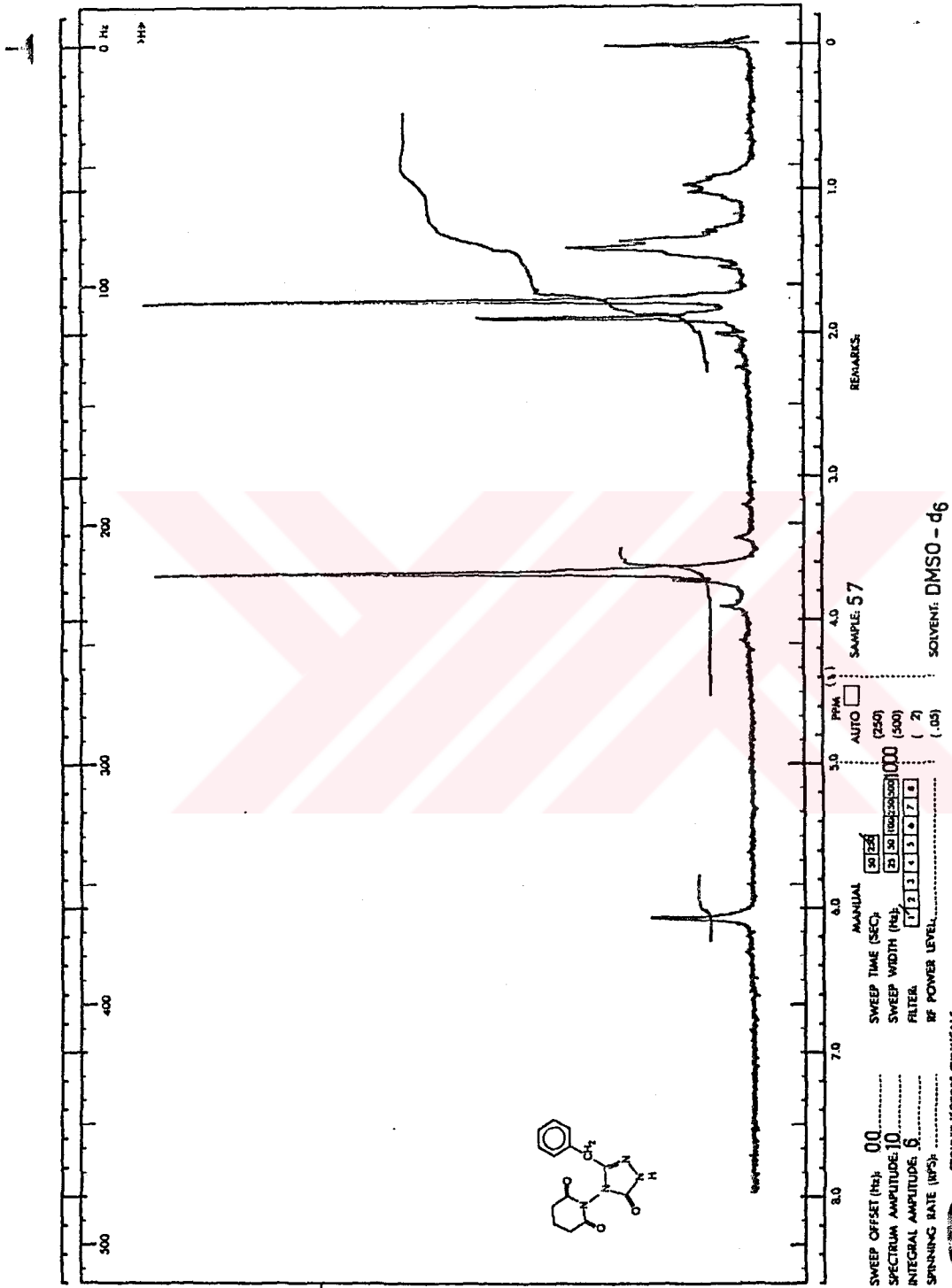
Ek Spektrum 51. 56 Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Spektrum 52. 56 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



Ek Spektrum 53. 57 Bileşinin IR Spektrumu



SWEEP OFFSET (Hz): 00
 SWEPT TIME (SEC): 20.26
 SPECTRUM AMPLITUDE: 10
 SWEEP WIDTH (Hz): 25.50
 INTEGRAL AMPLITUDE: 6
 FILTER: 12345678
 SPINNING RATE (RPS):
 RF POWER LEVEL: (2)
 AUTO (250)
 MANUAL (500)
 SAMPLE: 57
 SOLVENT: DMSO - d₆



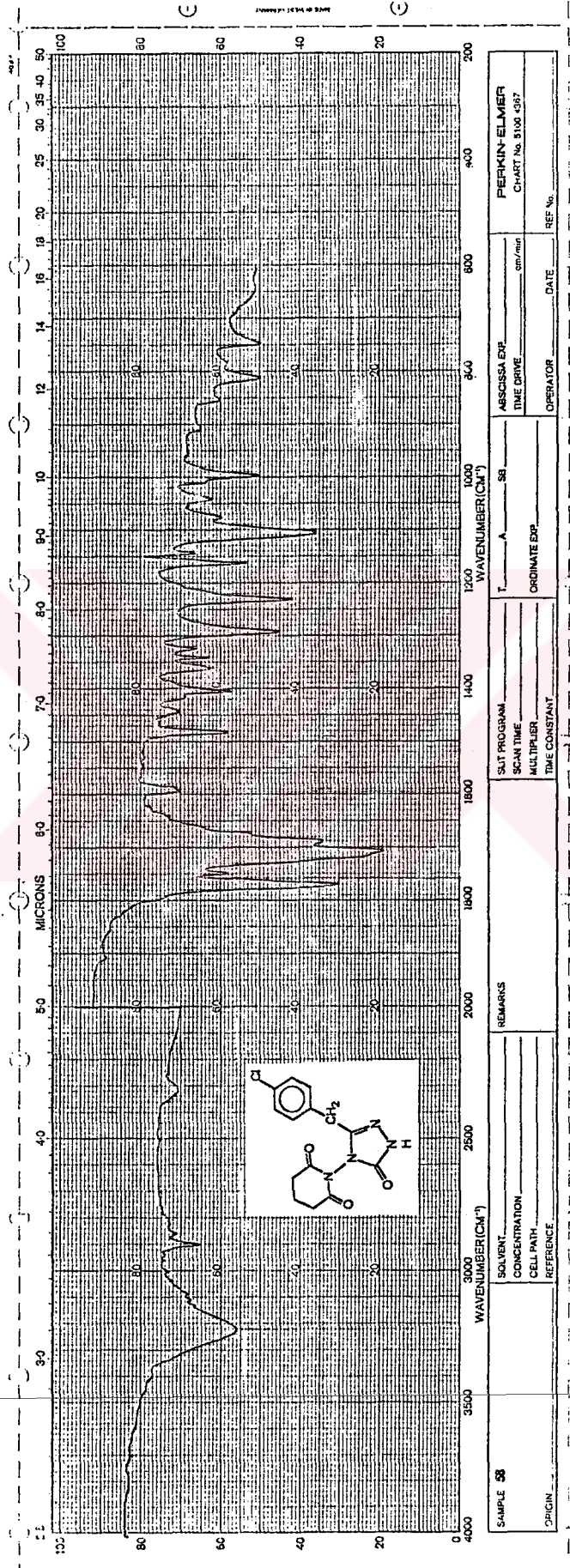
STONIER ISOTOPE CHEMICALS
 45 JONES RD. WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 100 BARRINGTON CT 06026, BRITAIN
 P.O. BOX 1154, MONTREAL 161, CANADA

DATE: 26.3.1992

OPERATOR:

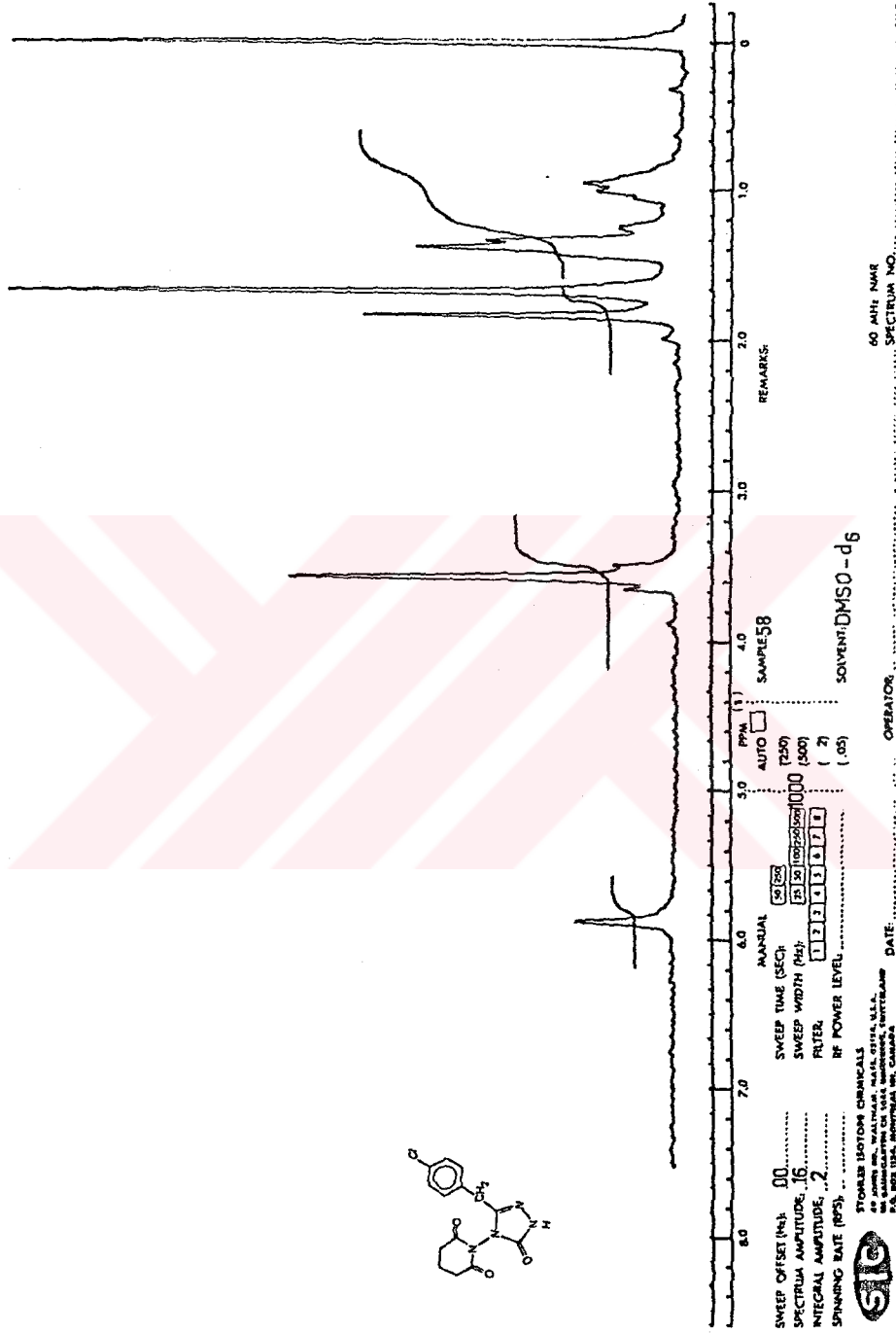
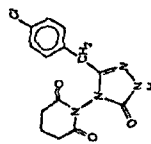
60 MHz NMR
SPECTRUM NO.

Ek Spektrum 54. 57 Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

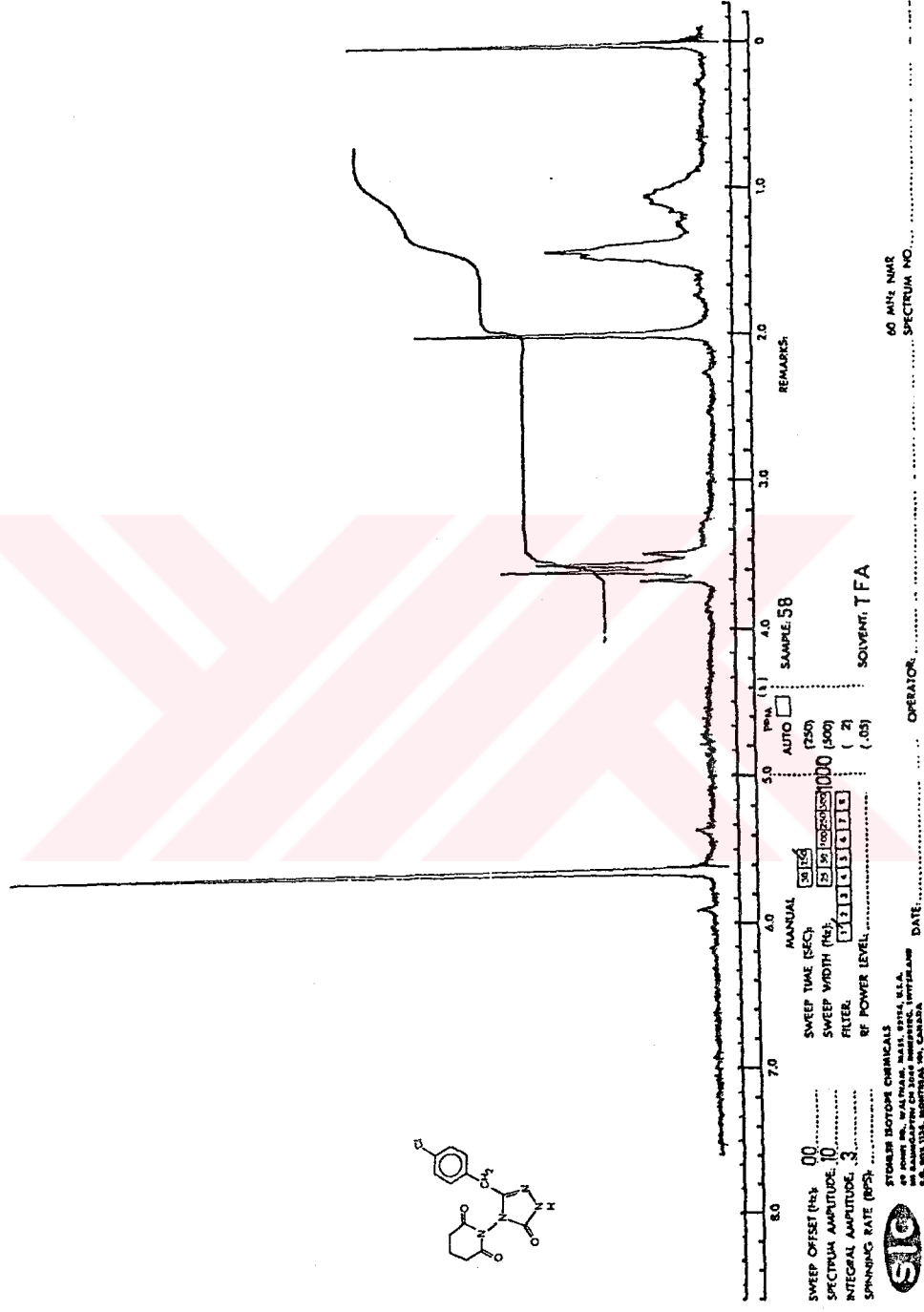
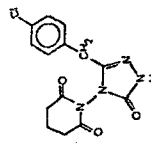


SAMPLE 58 ORIGIN	SOLVENT CONCENTRATION CELL PATH REFERENCE	REMARKS	SALT PROGRAM		T		PERKIN-ELMER	
			SCAN TIME	MULTIPLIER	TIME CONSTANT	ORDINATE EXP	ABSCISSA EXP	TIME DRIVE
					OPERATOR		DATE	
					REF. No.			

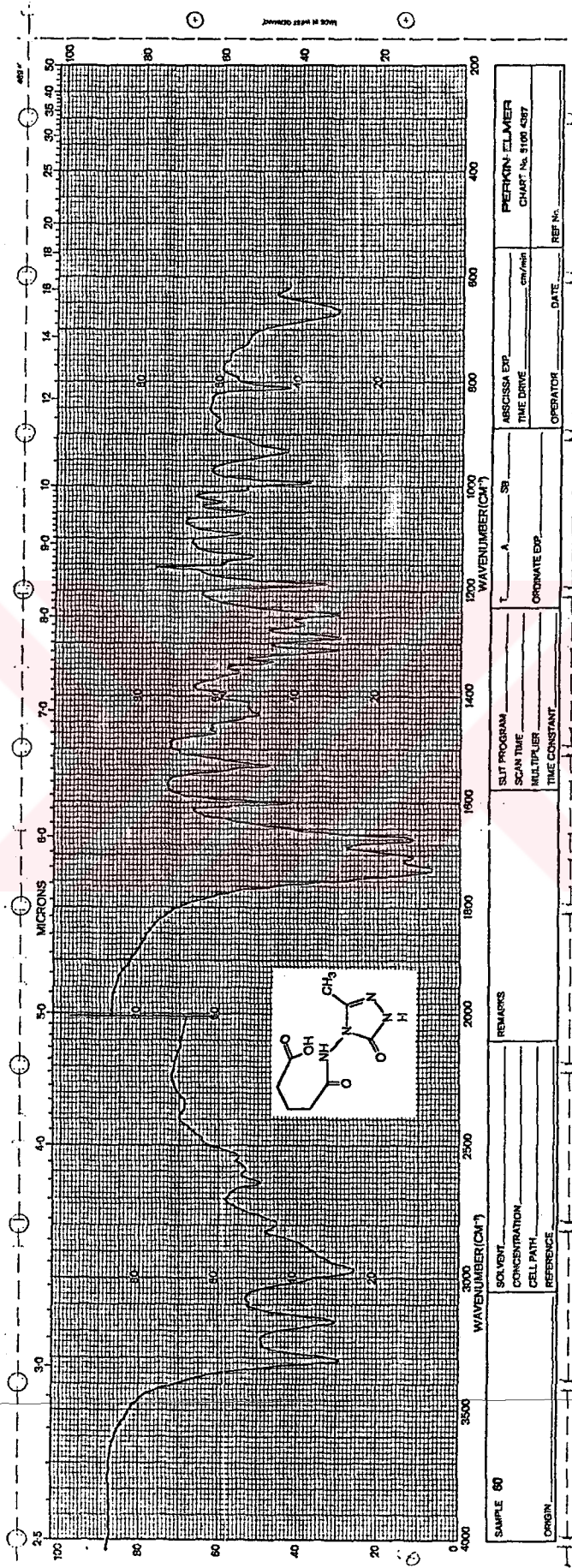
Ek Spektrum 56. 58 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Spektrum 57. 58 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

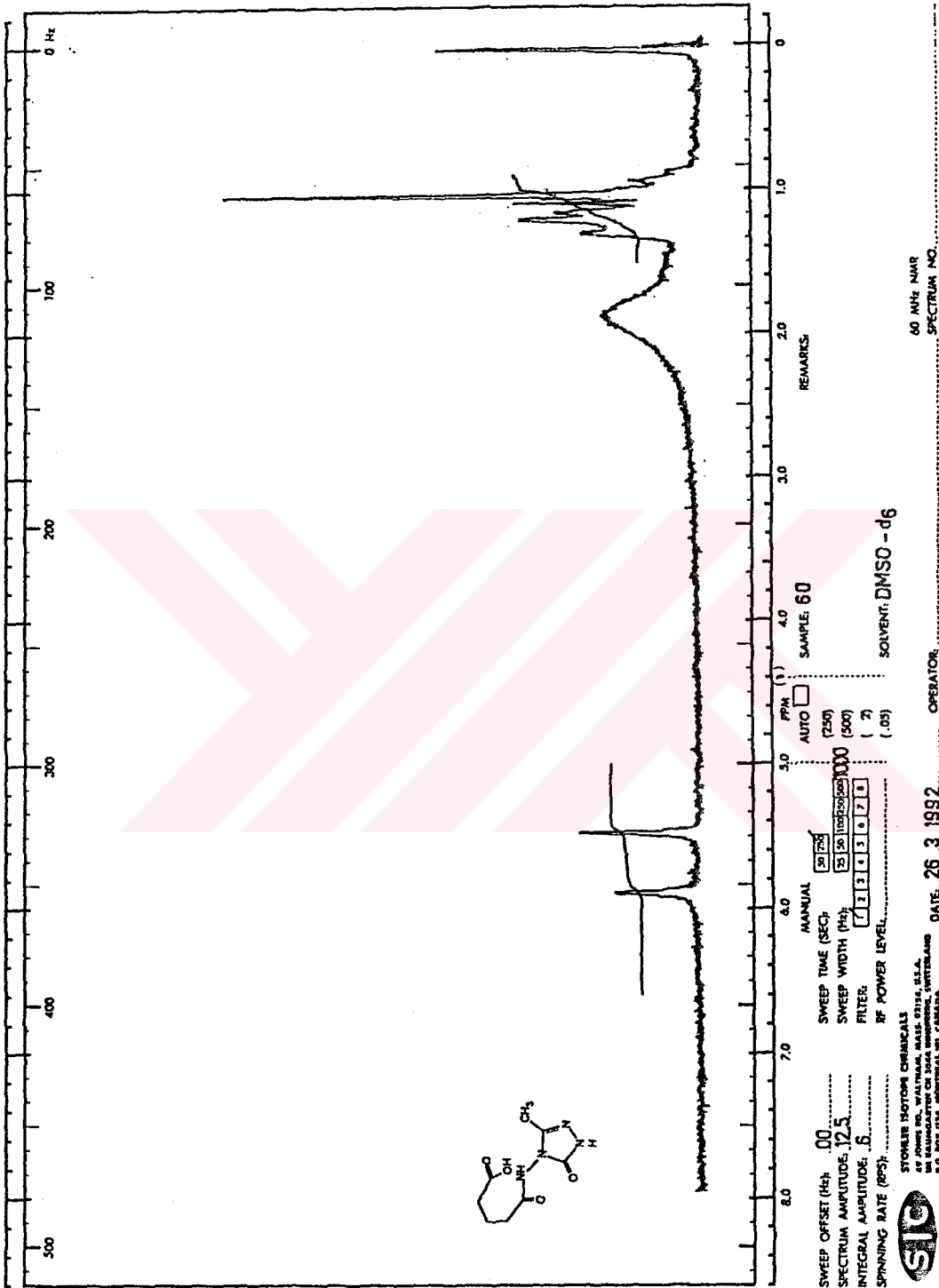


Ek Spektrum 58. 58 Bileşinin ¹H NMR (TFA) Spektrumu

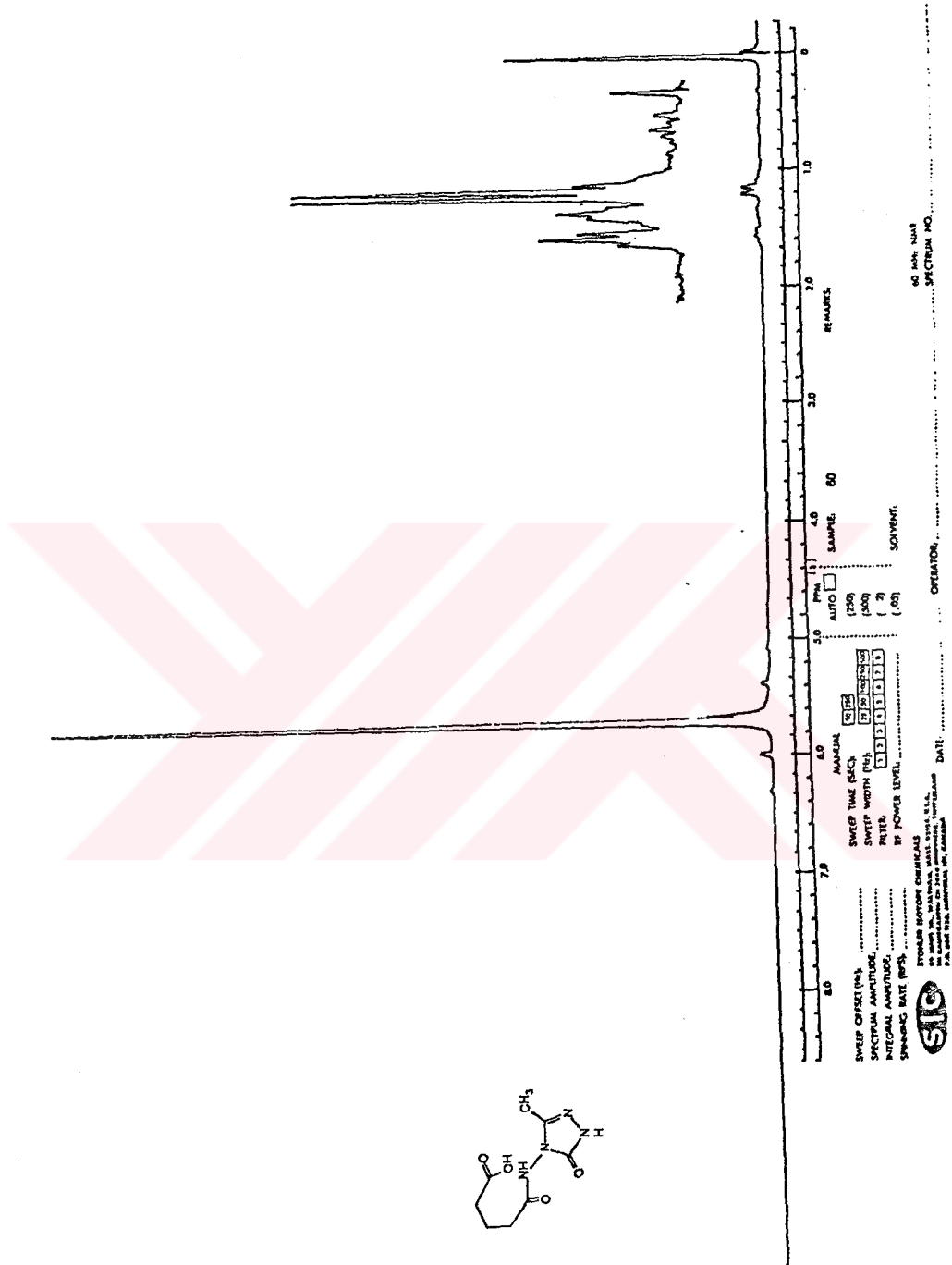
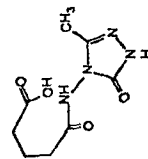


SAMPLE 60	SOLVENT	PERKIN-ELMER	REF No.
	CONCENTRATION	CHART No. 5100 4387	
ORIGIN	CELL PATH	ABSCISSA EXP.	OPERATOR
	REFERENCE	TIME DRIVE	DATE
	REMARKS	ORIGINATE EXP.	
		SLIT PROGRAM	
		SCAN TIME	
		MULTIPLIER	
		TIME CONSTANT	
		T	
		A	
		SB	

Ek Spektrum 59. 60 Bileşinin IR Spektrumu



Ek Spektrum 60. 60 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu.



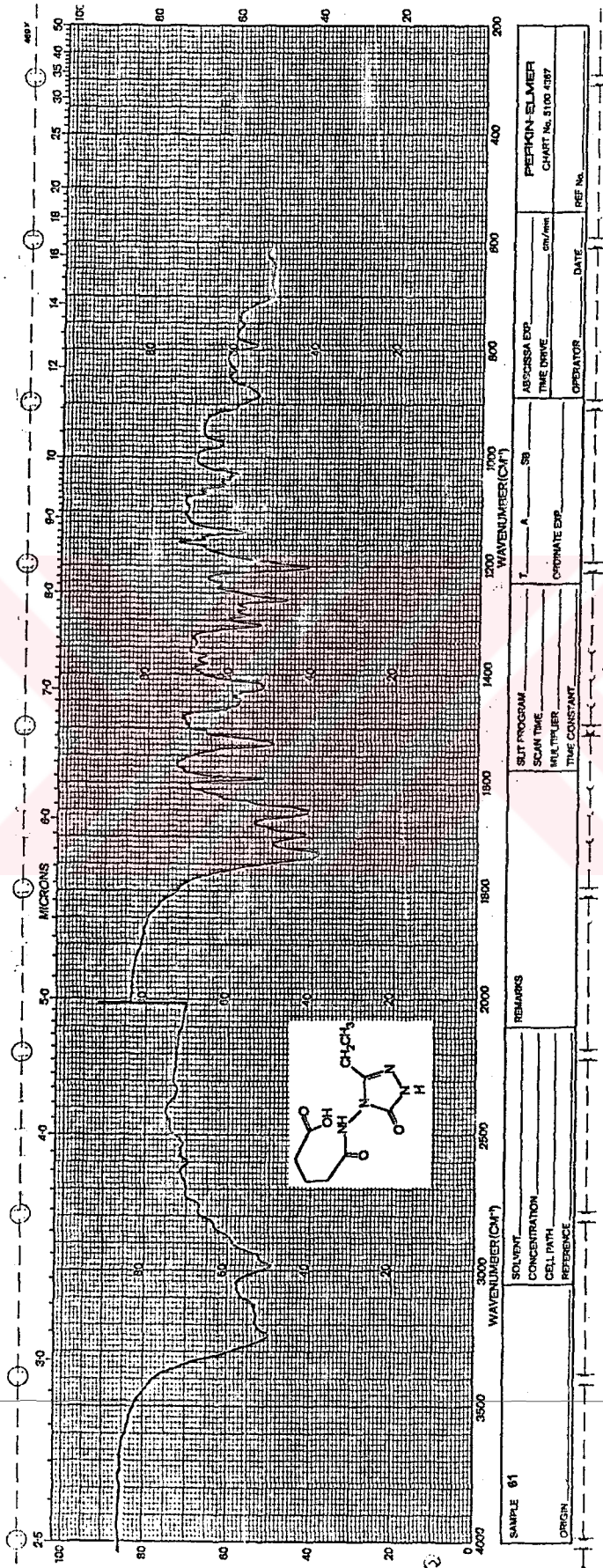
STC
 STONER BOTTON CHEMICALS
 10000 WILSON ROAD, SUITE 100
 FARMERSVILLE, TEXAS 76840

SWEEP OFFSET (Hz)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SWEEP RATE (Hz)
 SWEEP TIME (Sec) **MANUAL** **AUTO**
 SWEEP WIDTH (Hz) (200) (500)
 RATE () ()
 BY POWER LEVEL
 SOLENT

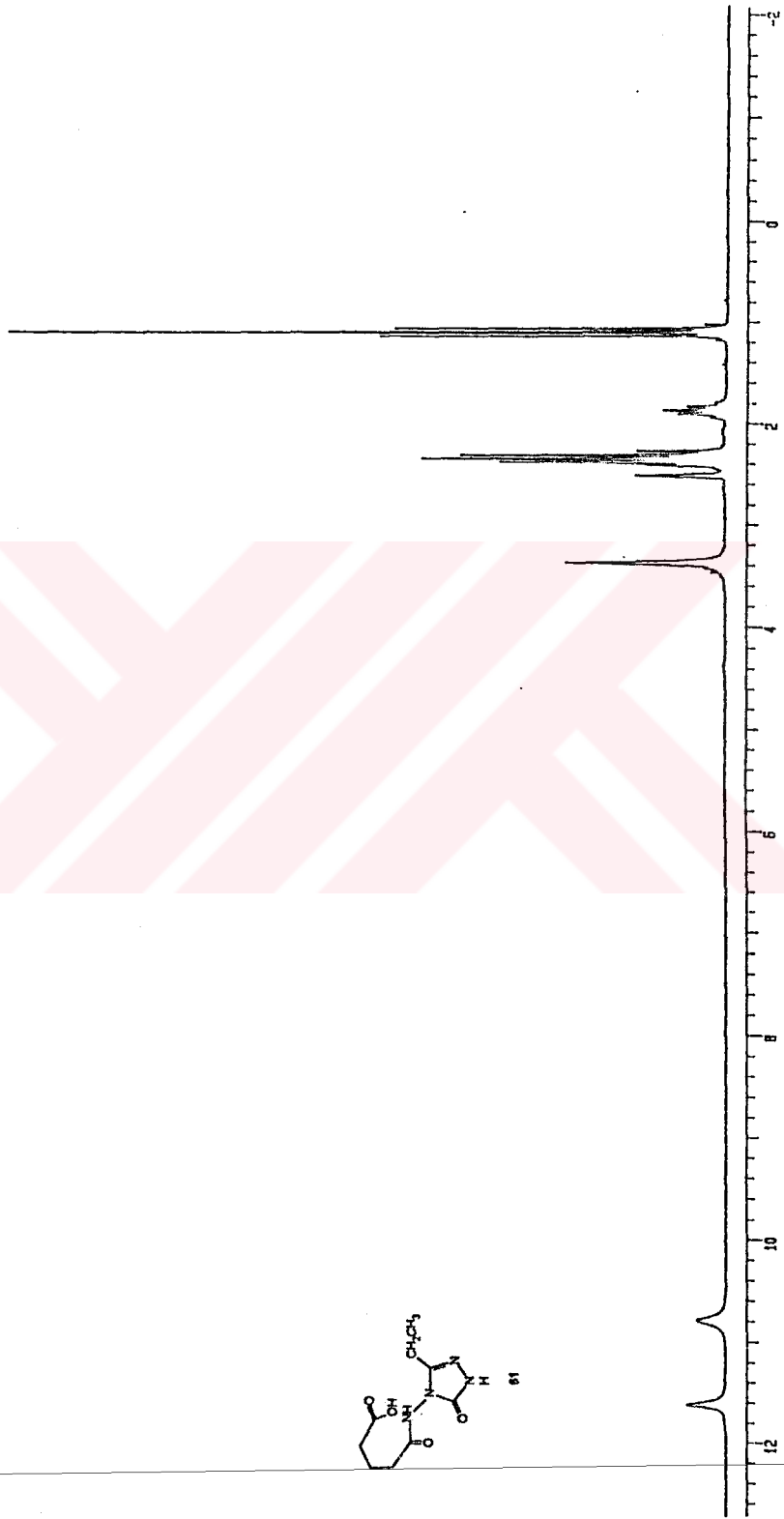
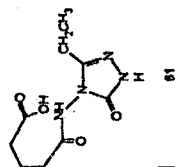
REMARKS

OPERATOR
 DATE
 60 MHz 1H NMR
 SPECTRUM NO.

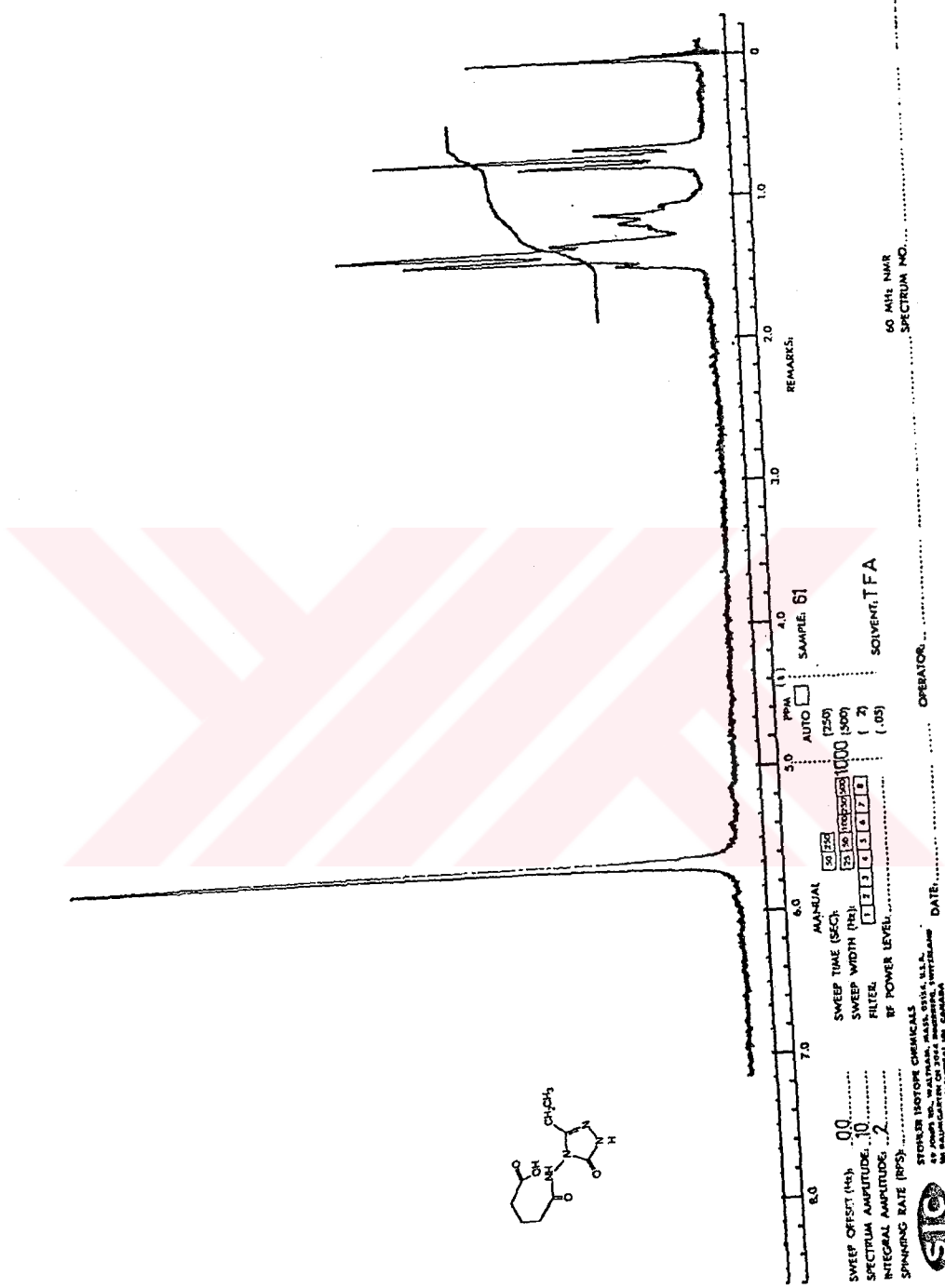
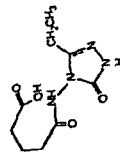
Ek Spektrum 61. 60 Bileşiginin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



Ek Spektrum 62. 61 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Spektrum 63. 61 Bileşininin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

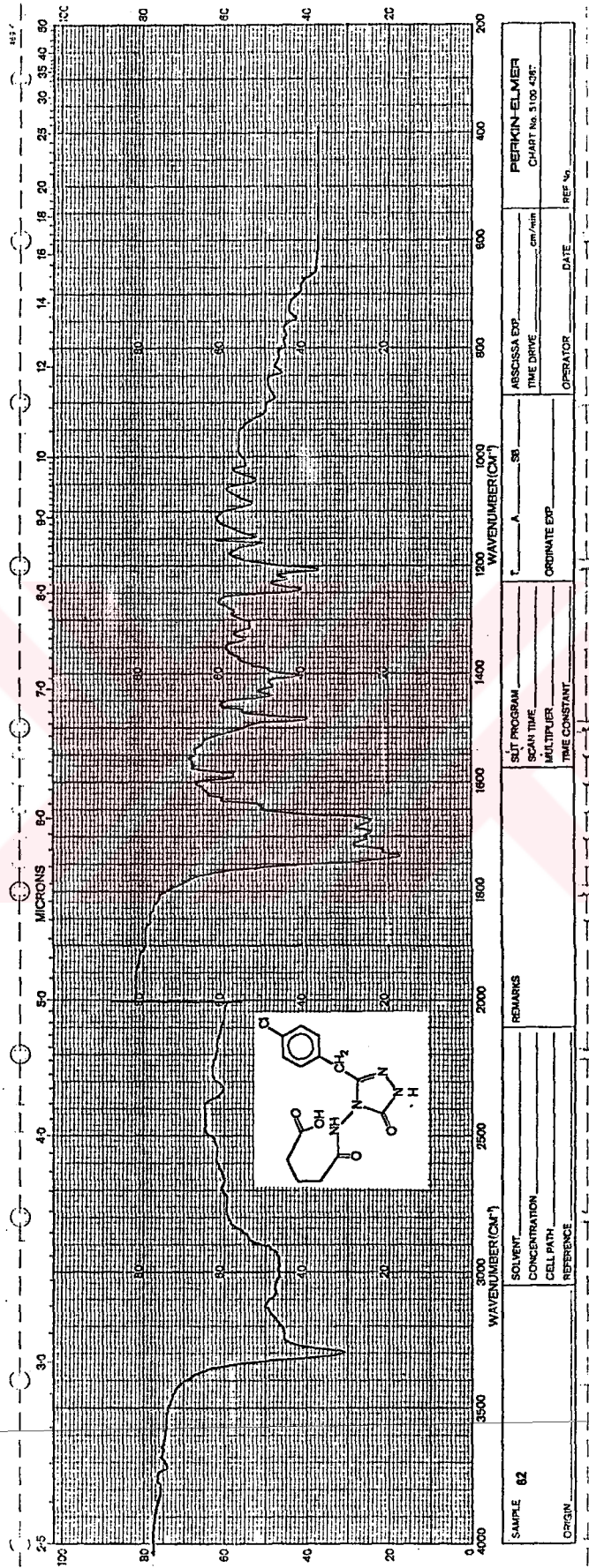


SWEET OFFSET (Hz) 00
 SWEPT TIME (SEC) 20.00
 SWEPT WIDTH (PPM) 2.50
 SPECTRUM AMPLITUDE 1000
 INTEGRAL AMPLITUDE 10
 FILTER 1 1 1 1 1 1 1 1
 SPINNING RATE (RPS) 2
 BY POWER LEVEL
 SAMPLE 61
 SOLVENT TFA
 60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

Ek Spektrum 64. 61 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu

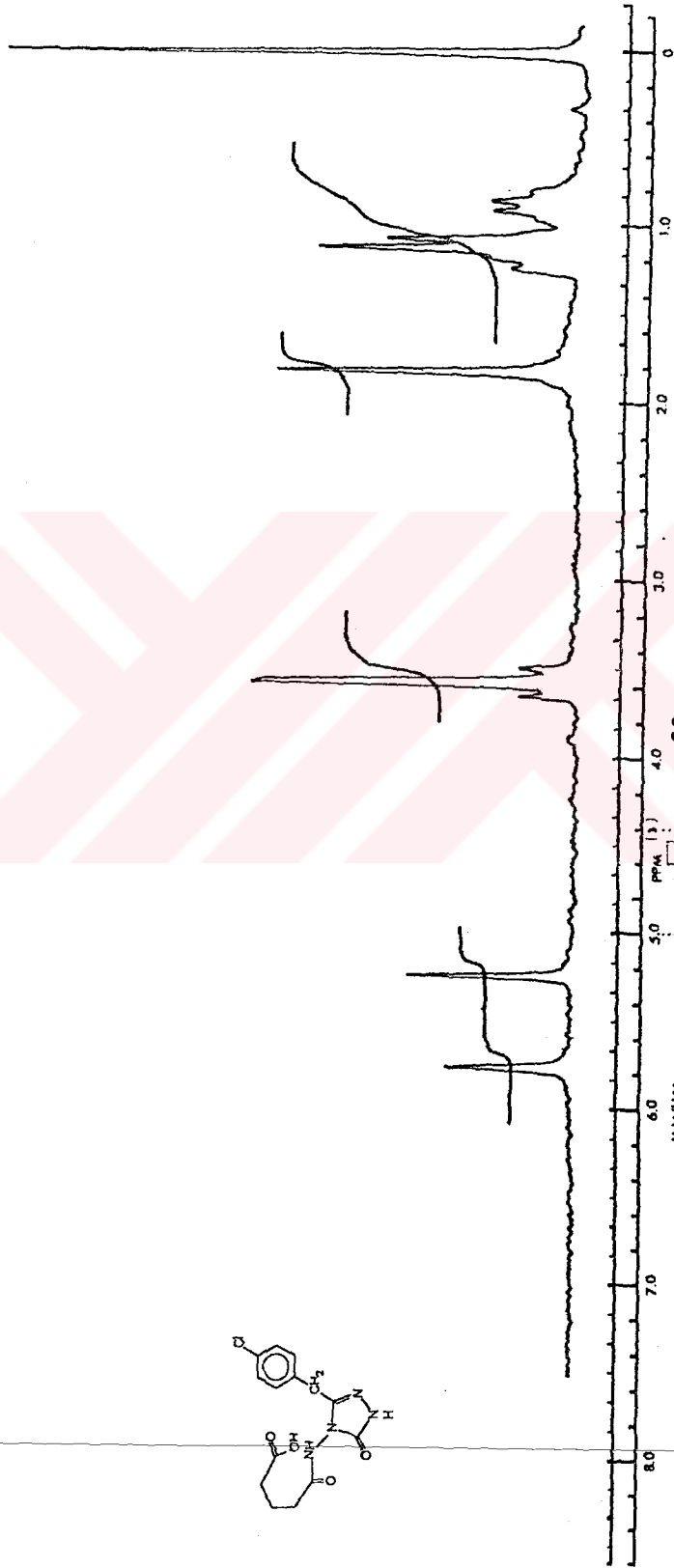
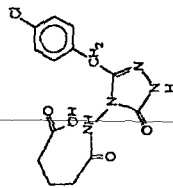


STORER INSTRUMENTS
 1000 WASHINGTON ST., BOSTON, MASS. 02114, U.S.A.
 1000 WASHINGTON ST., BOSTON, MASS. 02114, U.S.A.
 P.O. BOX 114, BOSTON, MASS. 02114, U.S.A.



SAMPLE 62	SOLVENT	SLOT PROGRAM	ABSCISSA EXP.	PERKIN-ELMER	
	CONCENTRATION	SCAN TIME	TIME DRIVE	CHART No. 5105-428	
ORIGIN	CELL PATH	MULTIPLIER	OPERATOR	DATE	REF No.
REFERENCE	TIME CONSTANT	ORDINATE EXP.			
REMARKS					

Ek Spektrum 65. 62 Bileşiminin IR Spektrumu

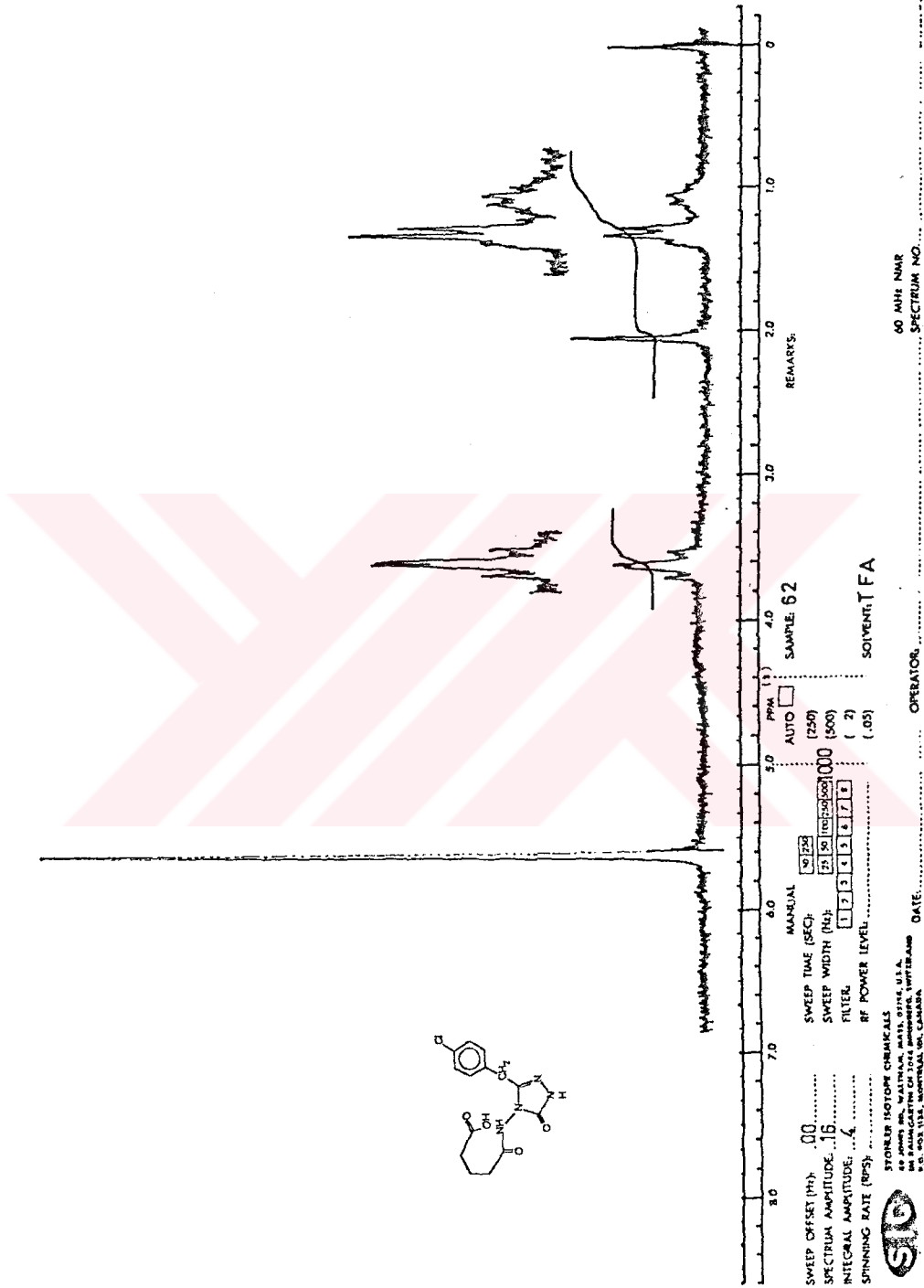


SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRA AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL AUTO SAMPLE: 62
 SWEEP TIME (SEC): 30 25
 SWEEP WIDTH (Hz): 22 30 100 250 500
 FILTER: 1 2 3 4 5 6 7 8
 RF POWER LEVEL: (7) (.05)
 SOLVENT: DMSO-d₆
 OPERATOR: DATE:
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.

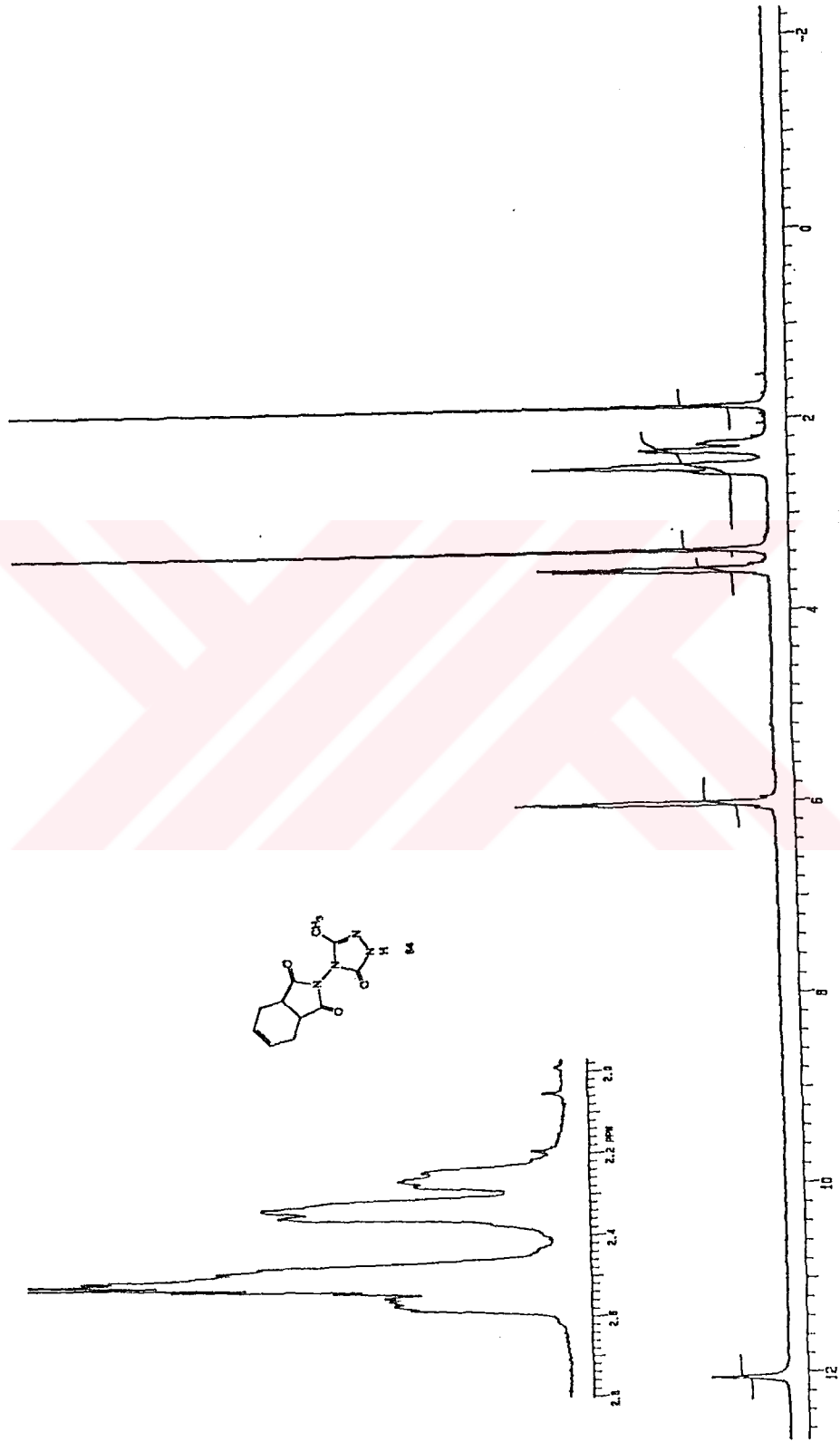


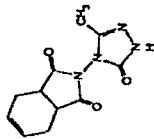
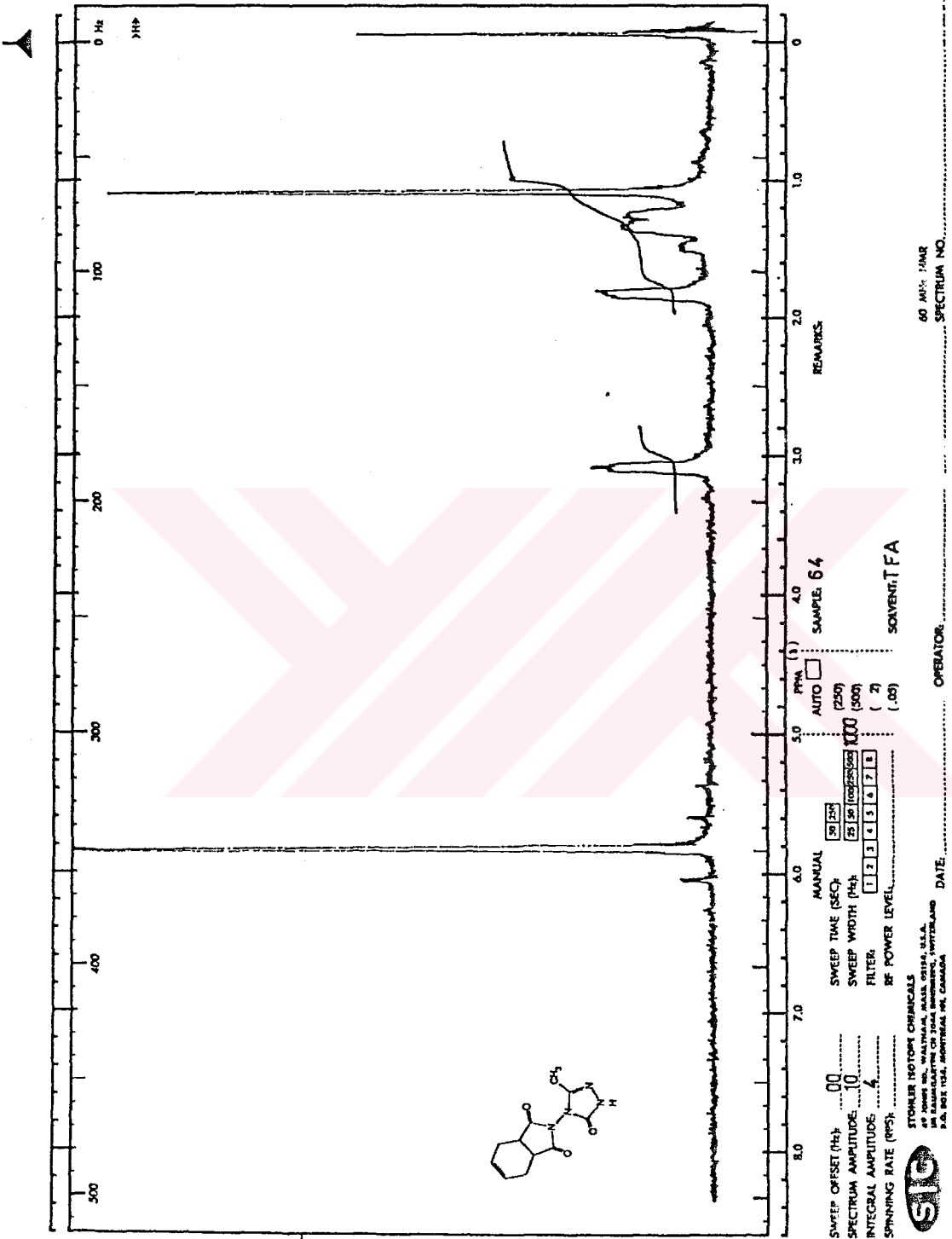
STONER ISOTOPE CHEMICALS
 45 JONES RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 100 SAUGERTON CH. JOLA, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1134, MONTREAL 101, CANADA

Ek Spektrum 66. 62 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Spektrum 67. 62 Bileşinin ¹H NMR (TFA) Spektrumu

Ek Spektrum 69. 64 Bileşinin ^1H NMR (DMSO-d_6) Spektrumu



SWEEP OFFSET (Hz) 00
 SWEPT TIME (SEC) 250
 SPECTRUM AMPLITUDE 10
 SWEPT WIDTH (Hz) 2500
 INTEGRAL AMPLITUDE 1000
 FILTER 1 2 3 4 5 6 7 8
 SPINNING RATE (RPS) 6
 RF POWER LEVEL 1.00
 SOLENT TFA

MANUAL SWEEP TIME (SEC) 250
 AUTO SWEPT WIDTH (Hz) 2500
 PPM (1) 5.0 FILTER 1 2 3 4 5 6 7 8
 SAMPLE 64
 SOLENT TFA

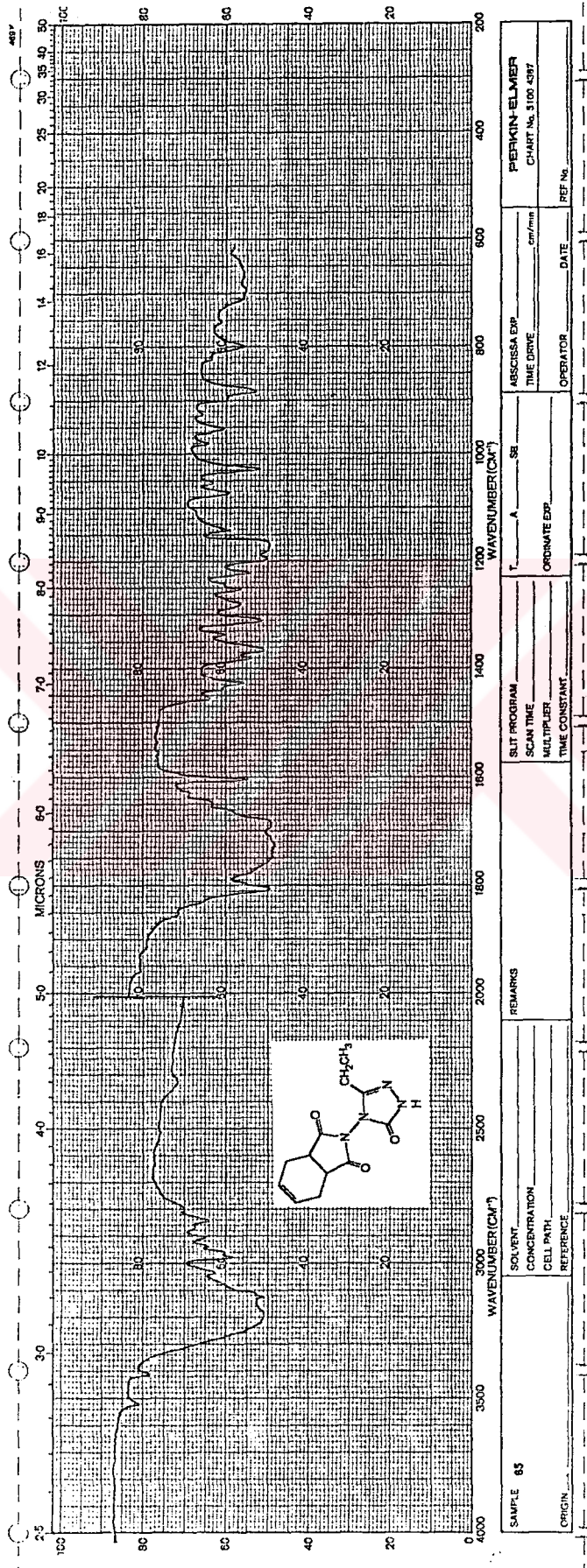


STOWLER ISOTOPE CHEMICALS
 40 STOWER RD. WALTHAM, MASS. 01981, U.S.A.
 AN AFFILIATE OF ILLIUM, INC., WILMINGTON, MASS.
 P.O. BOX 1054, MONTREAL, P.Q. CANADA

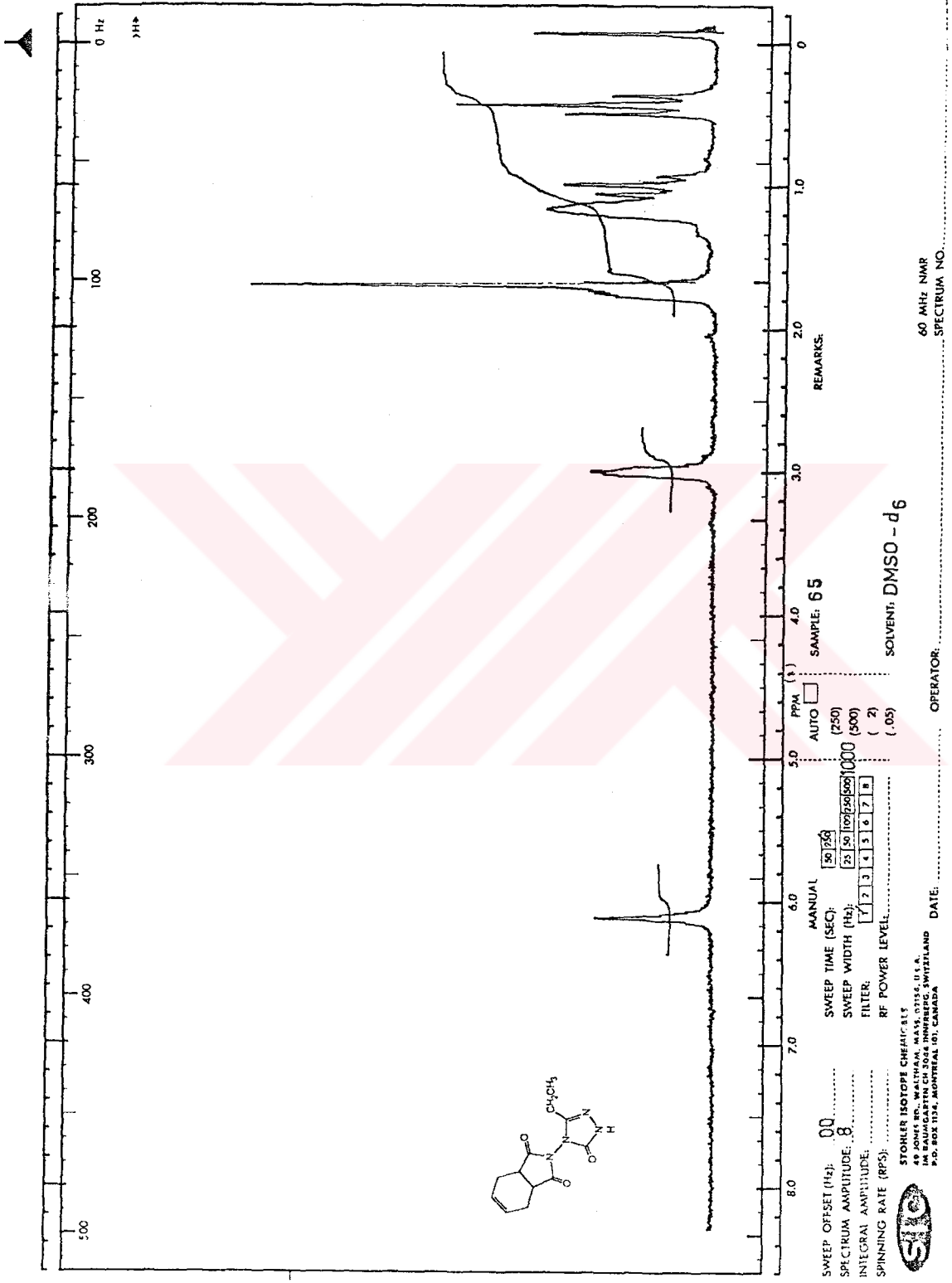
OPERATOR _____ DATE _____
 REMARKS _____

60 MHz 1HMR
 SPECTRUM NO. _____

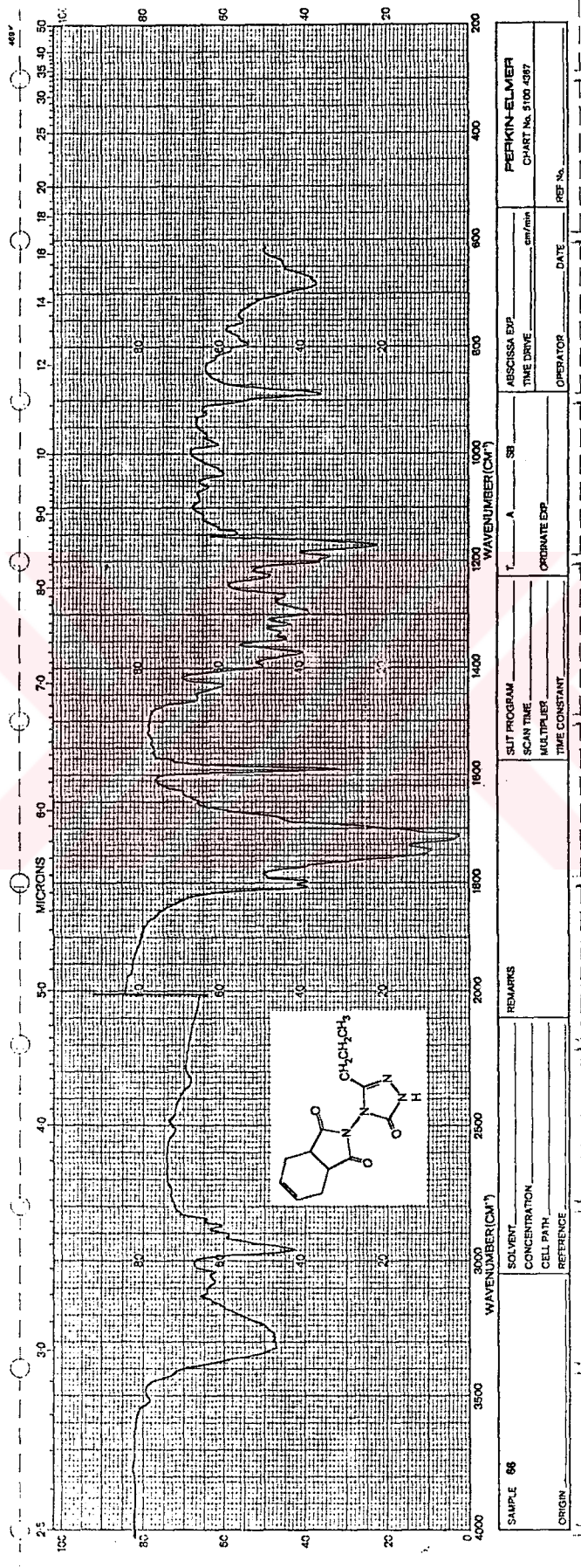
Ek Spektrum 70. 64 Bileşinin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



Ek Spektrum 71. 65 Bileşğinin IR Spektrumu

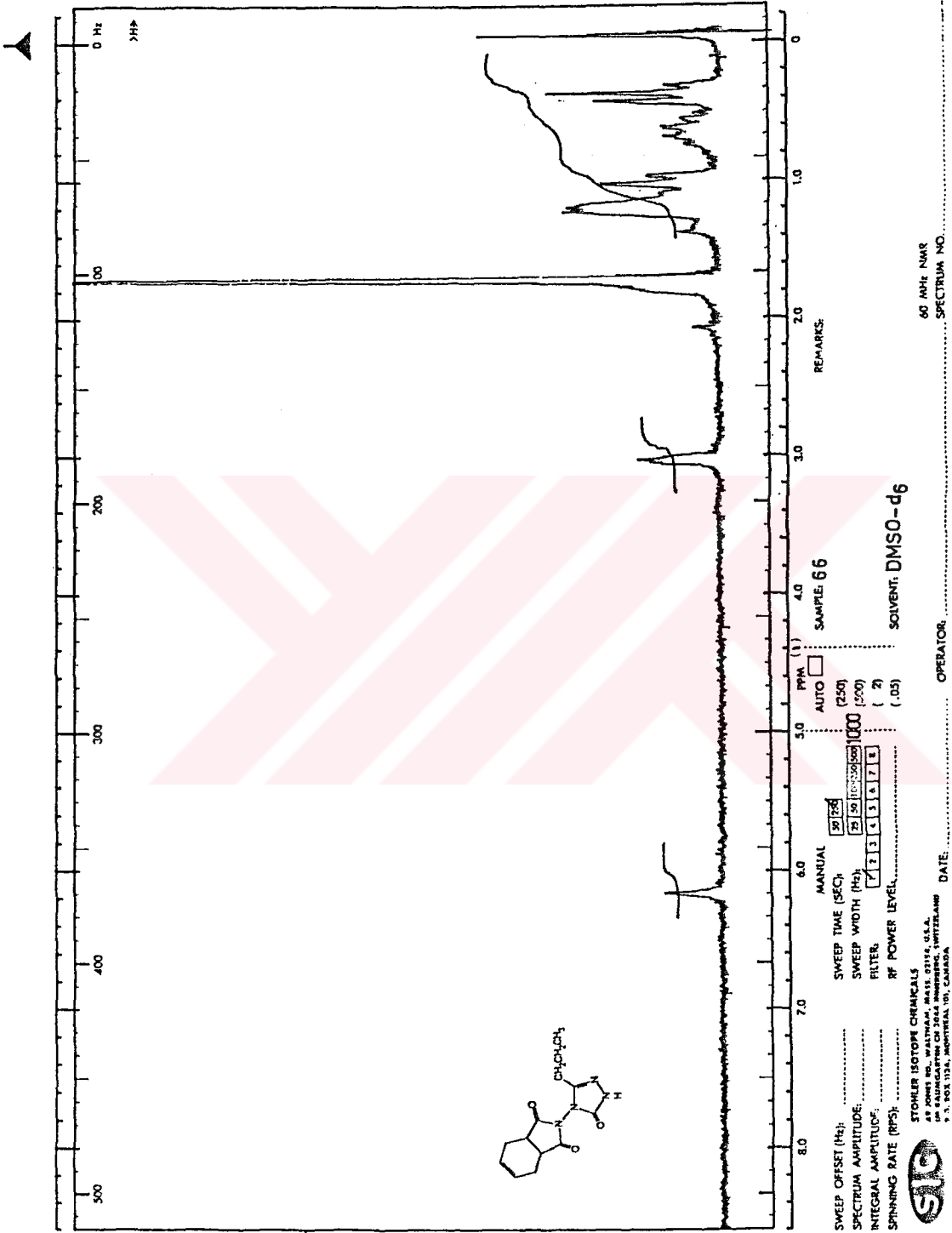


Ek Spektrum 72. 65 Bileşğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

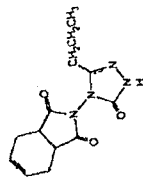
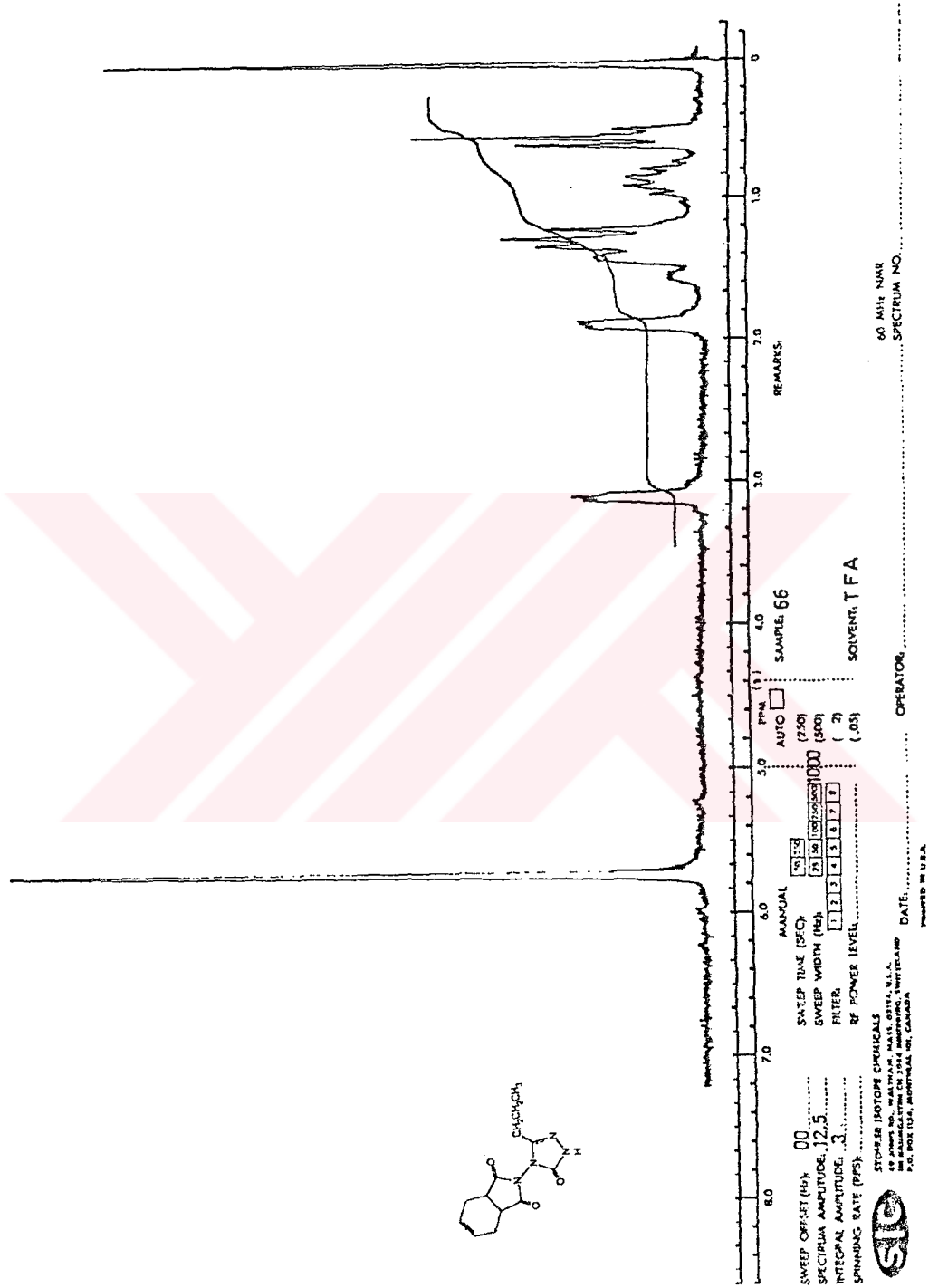


Ek Spektrum 74. 66 Bileşinin IR Spektrumu

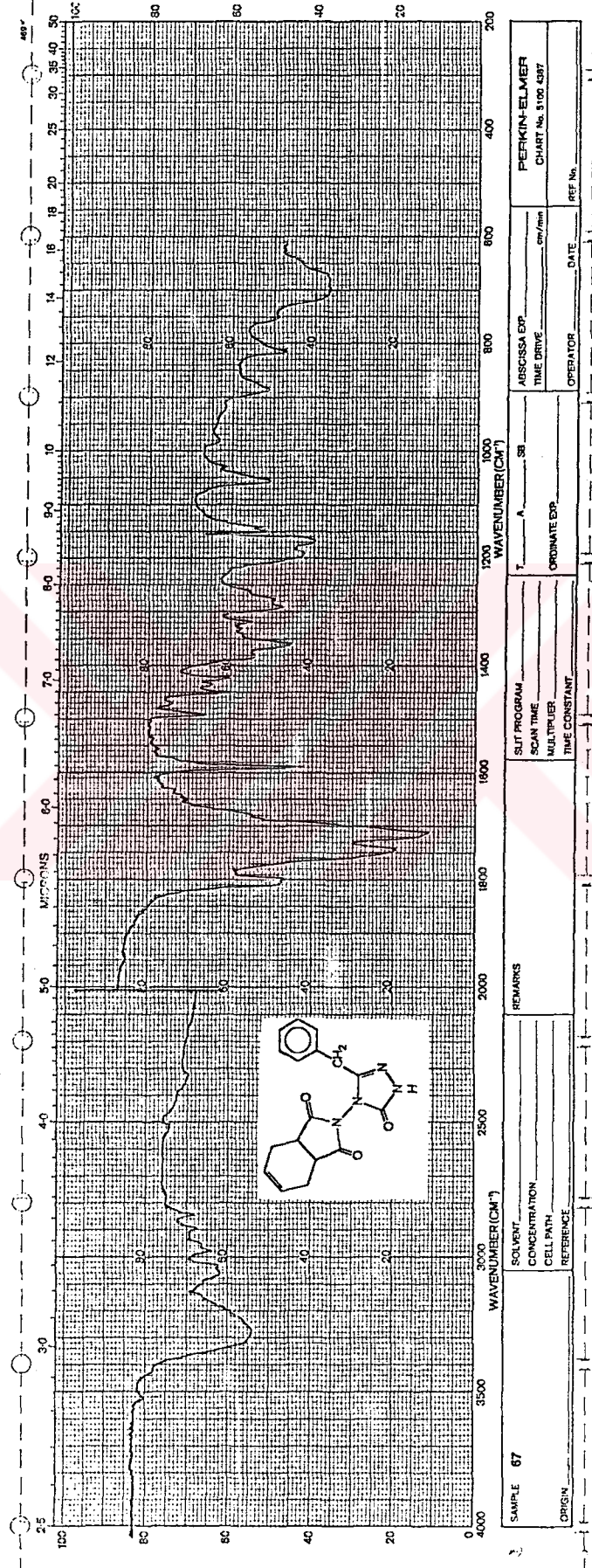
SAMPLE 66	SOLVENT	CONCENTRATION	CELL PATH	REFERENCE	REMARKS	SUT PROGRAM		ABSCISSA DRIVE		PERKIN-ELMER	
						SCAN TIME	MULTIPLIER	TIME CONSTANT	TIME DRIVE	cm/min	CHART No. 5102 4387
ORIGIN								OPERATOR	DATE	REF No.	



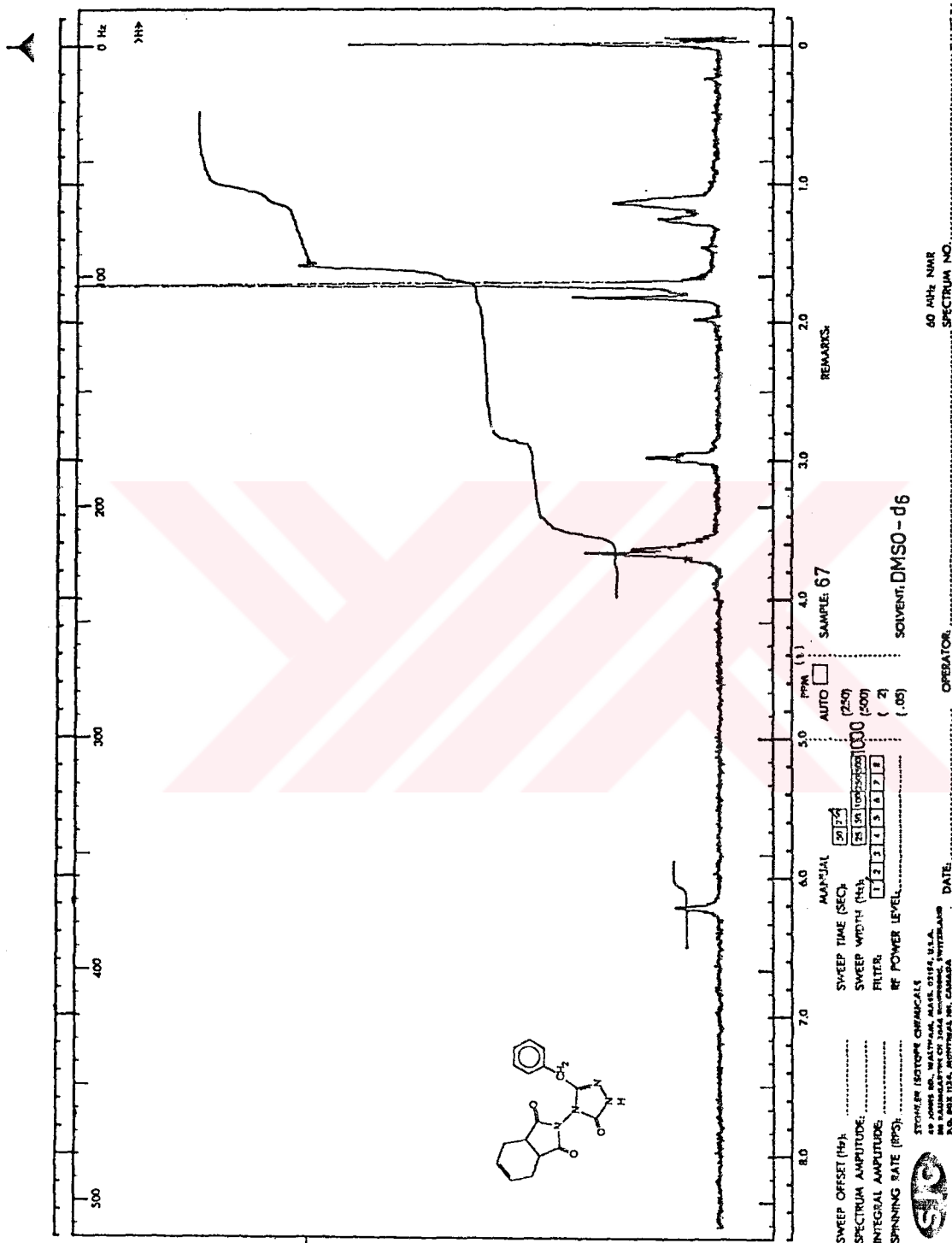
Ek Spektrom 75. 66 Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektromu



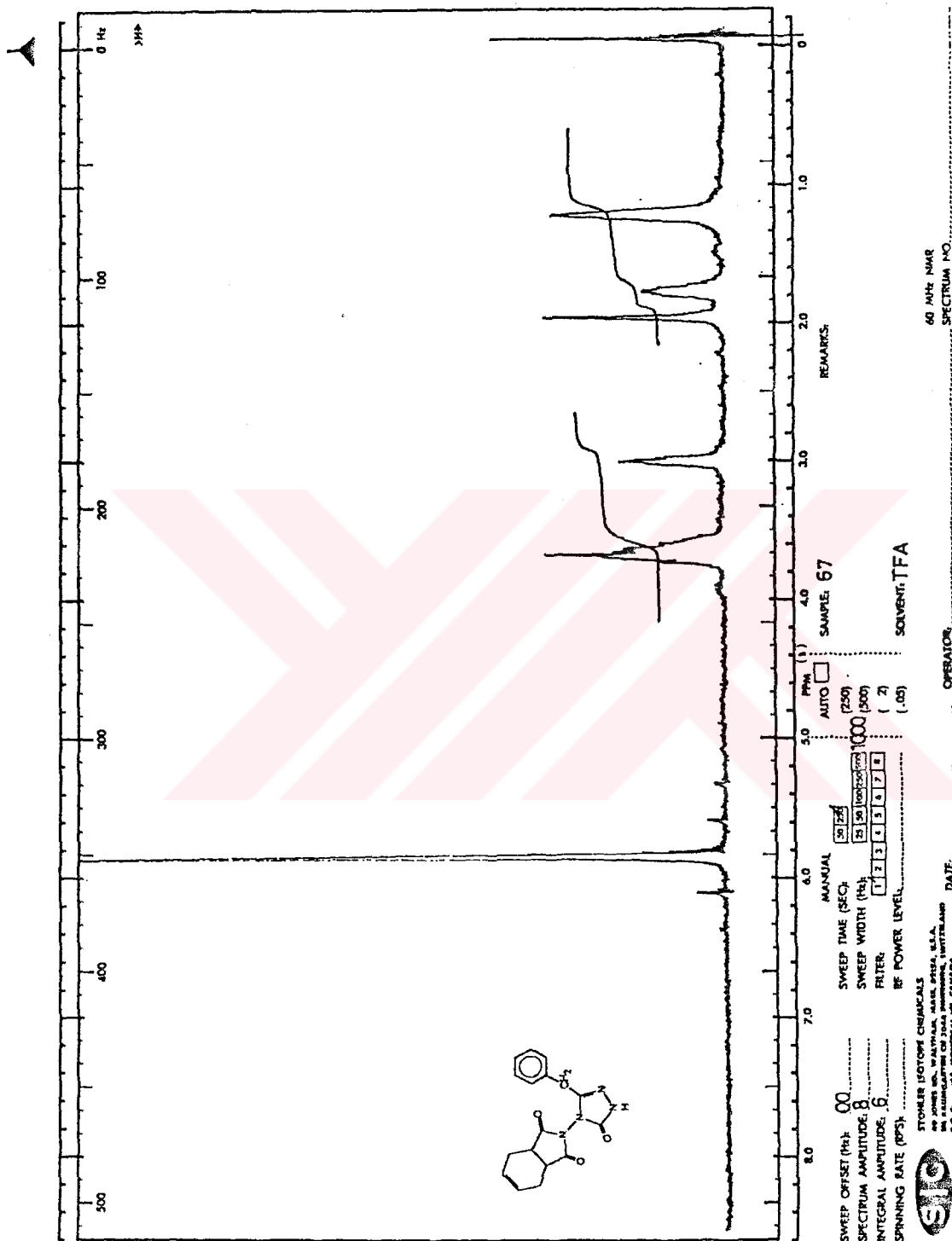
Ek Spektrum 76. 66 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



Ek Spektrum 77. 67 Bileşiminin IR Spektrumu



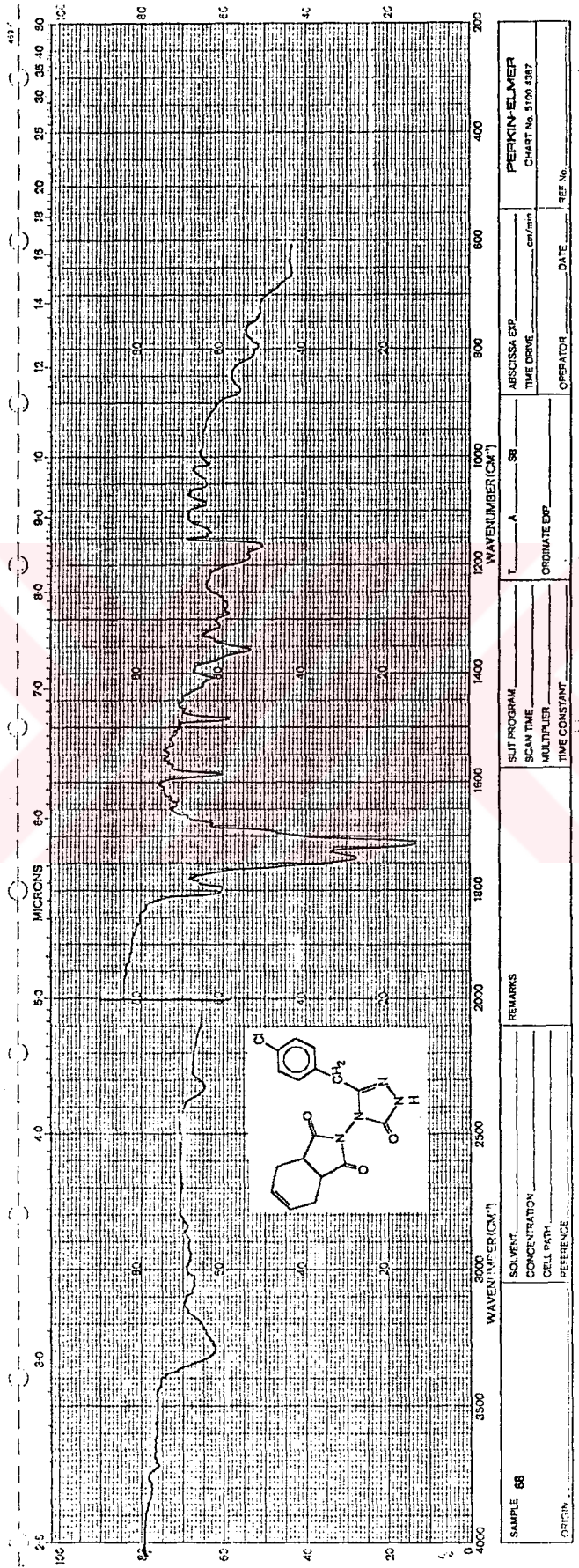
Ek Spektrum 78. 67 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



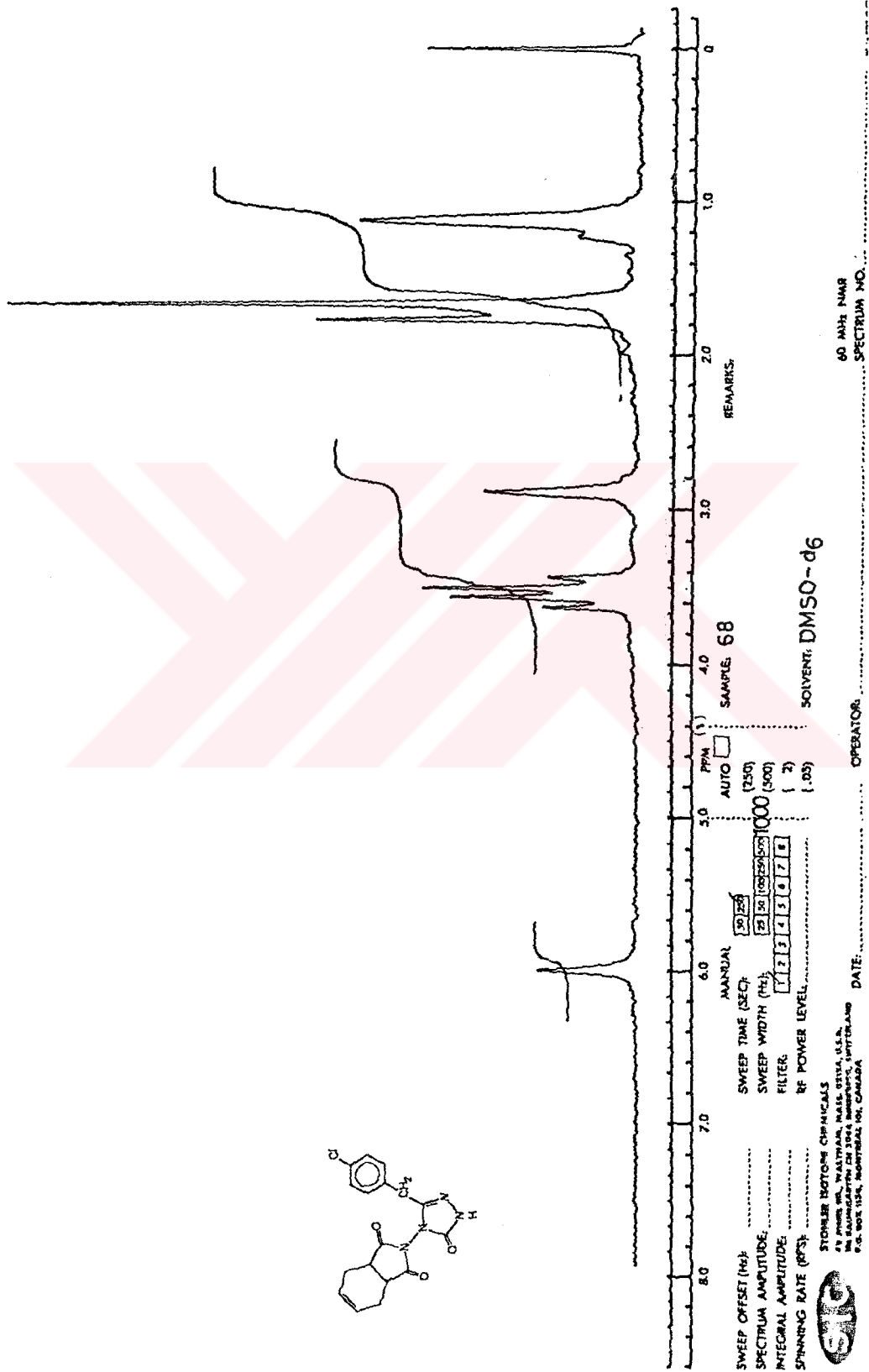
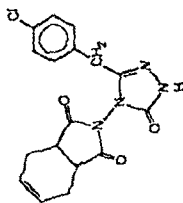
Ek Spektrum 79. 67 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



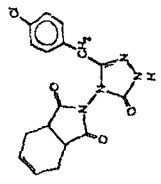
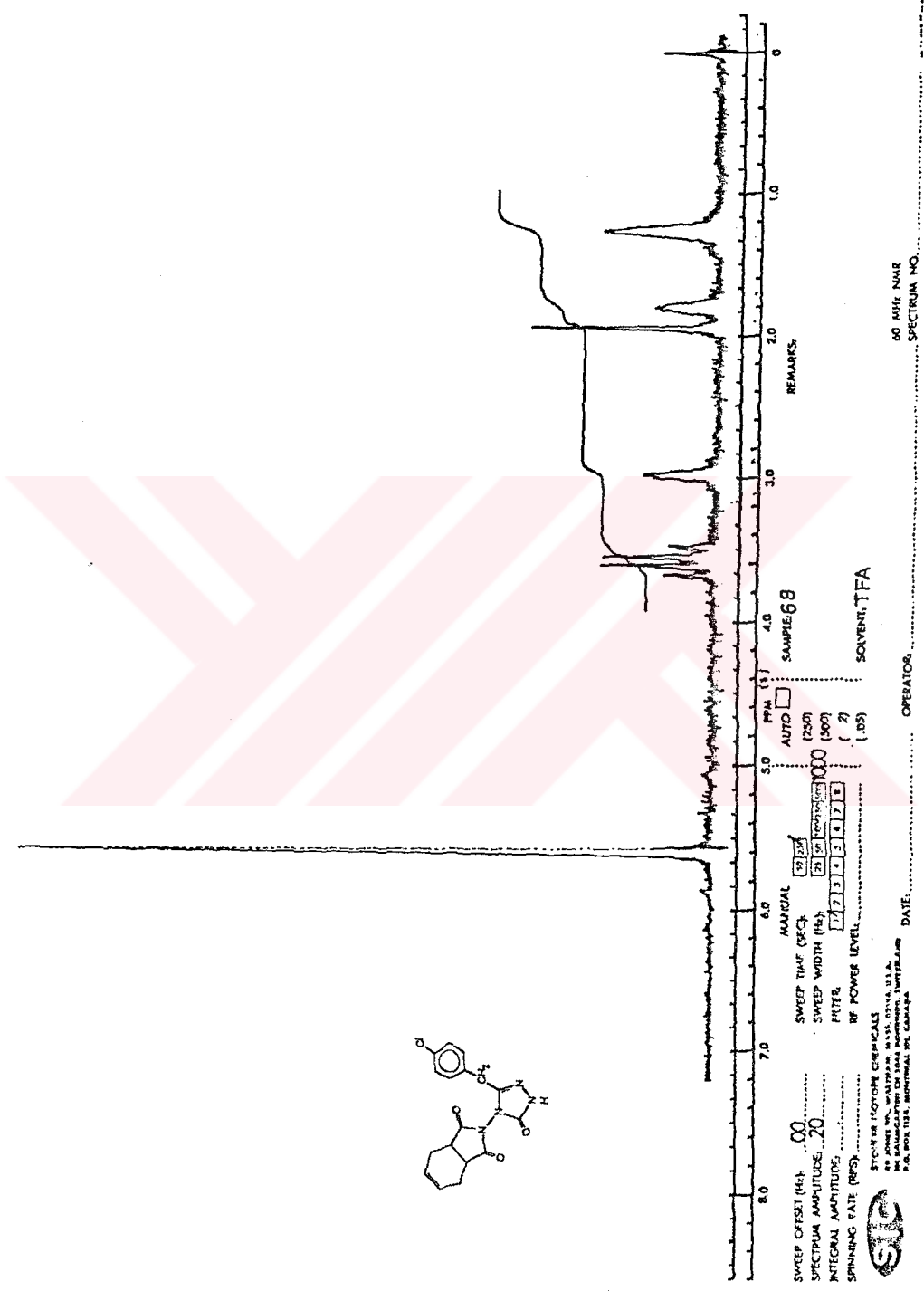
STOLLER ISOTOPE CHEMICALS
 40 JONES RD. WALTHAM, MASS. 01981, U.S.A.
 40 SAUGHAMPTON CT JAMAICA, CONNECTICUT
 P.O. B. 151, INDUSTRIAL INC. CANADA



Ek Spektrum 80. 68 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Spektrum 81. 68 Bileşiginin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



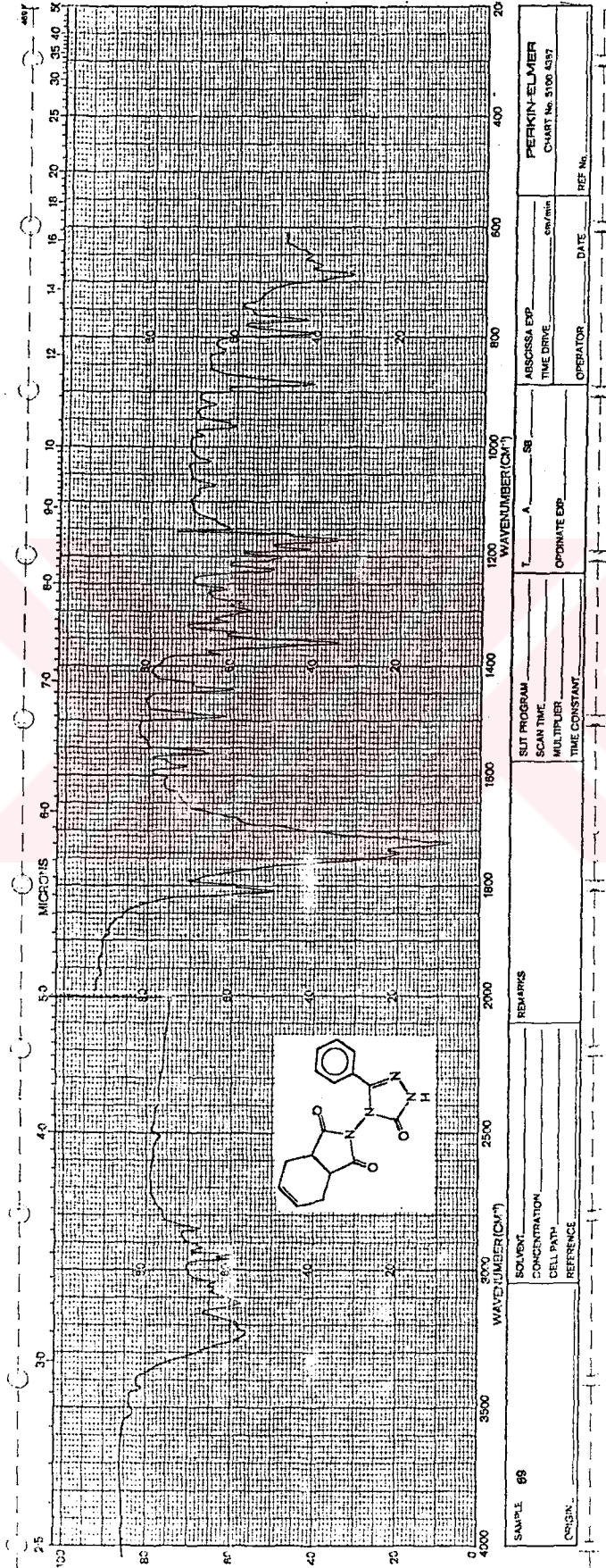
SWEEP OFFSET (Hz) 00 AMPLITUDE 12
 SPECTRUM AMPLITUDE 20 SWEEP WIDTH (Hz) 1200
 INTEGRAL AMPLITUDE 1000 FILTER 1000
 SPINNING RATE (RPS) 10 RF POWER LEVEL 1.05

AUTO SAMPLE 68
 SOLVENT TFA

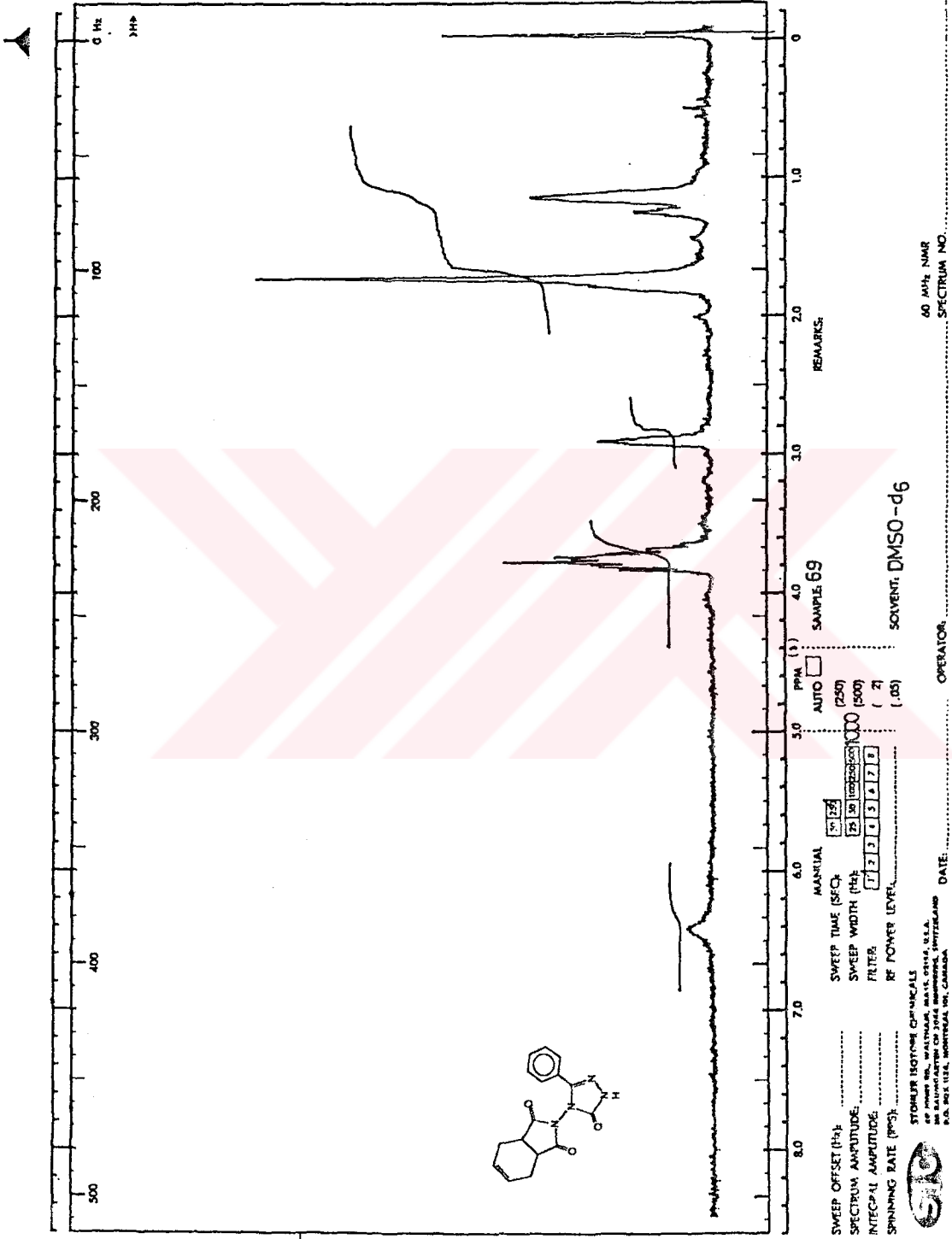
STURTEWANT CHEMICALS
 40 JONES WAY, WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 TEL. (617) 852-1000
 P.O. BOX 118, INTERNATIONAL ST., CAMBRIDGE, MASS. 02142, U.S.A.

OPERATOR: GO JUNE NAIR
 DATE: _____
 SPECTRUM NO. _____

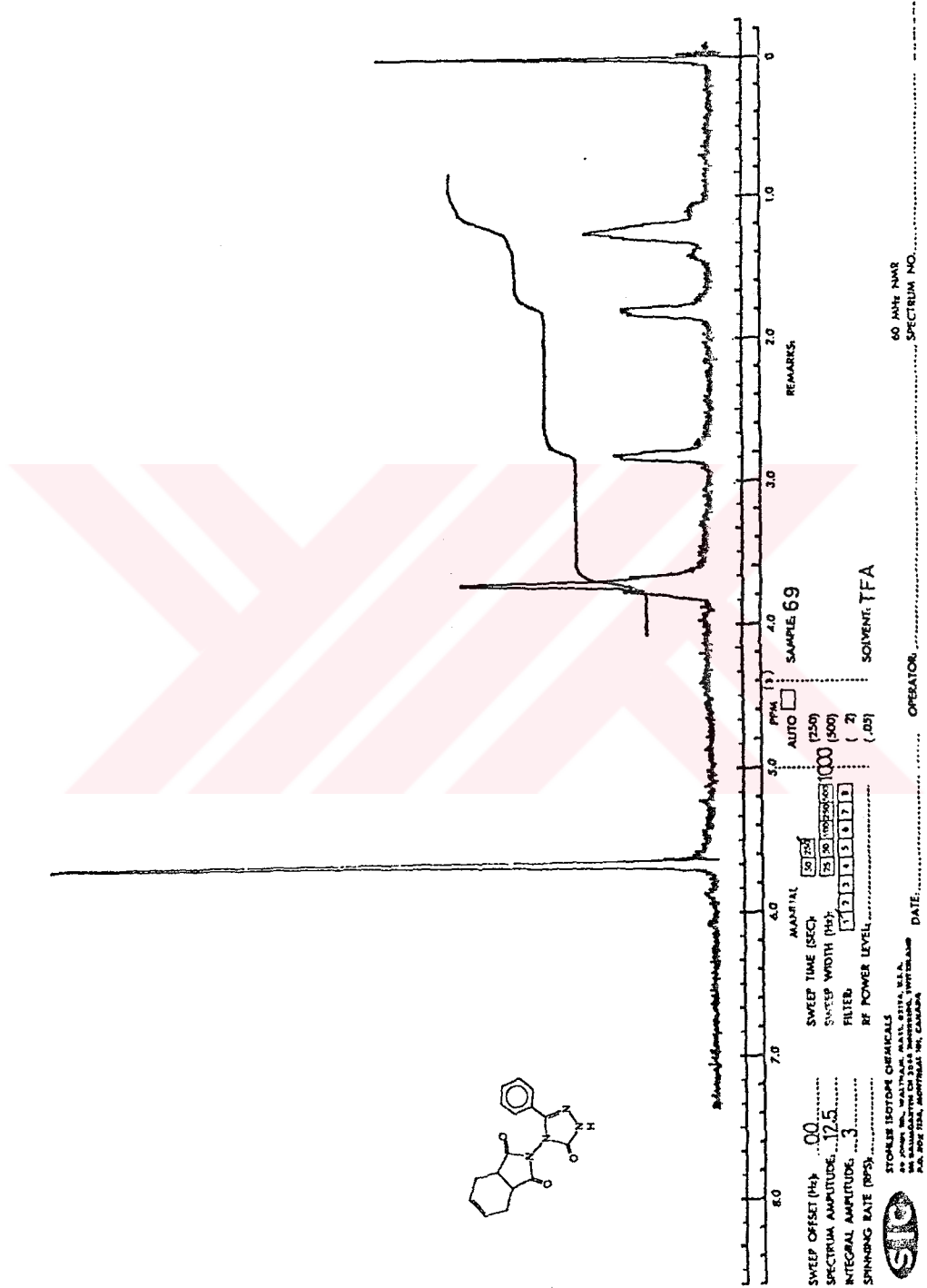
Ek Spektrum 82. 68 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



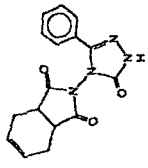
Ek Spektrum 83. 69 Bileşiminin IR Spektrumu

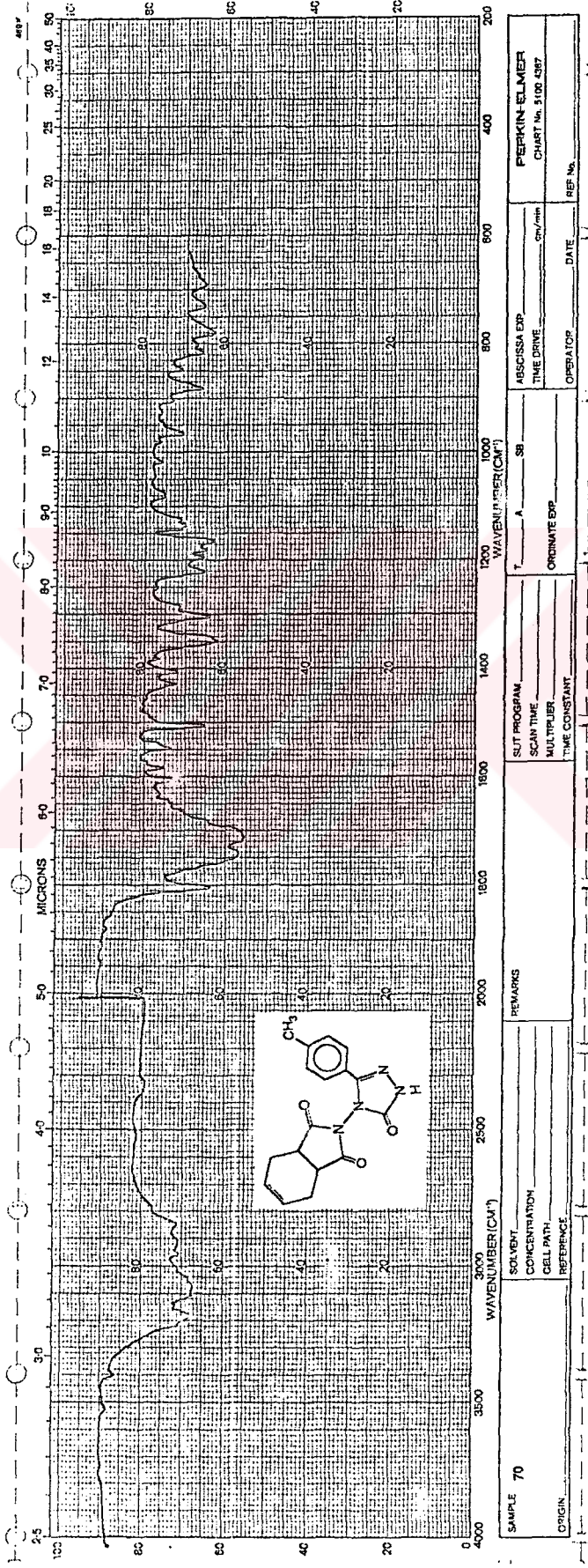


Ek Spektrum 84. 69 Bilesigimin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

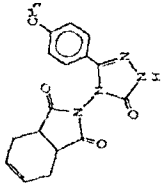
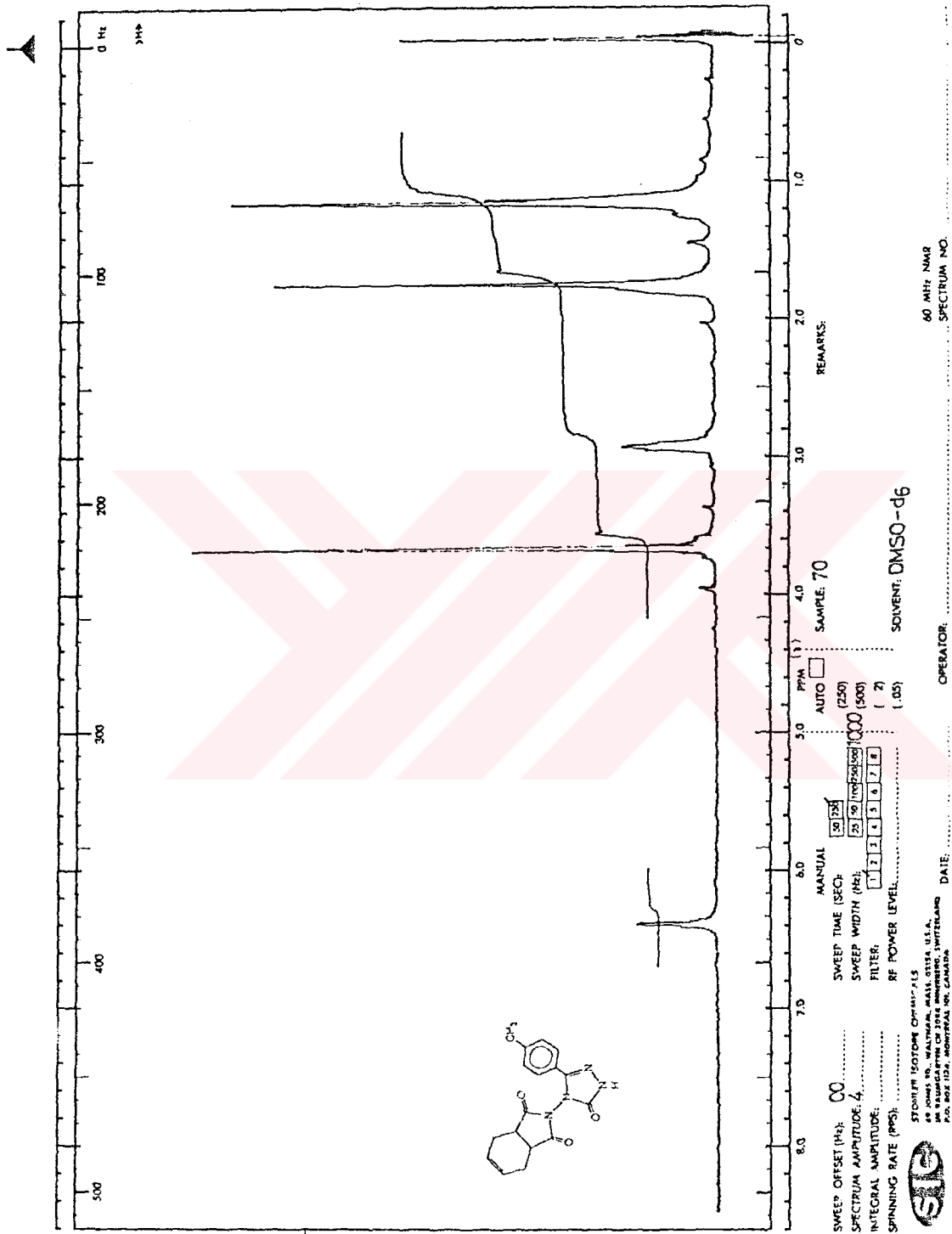


Ek Spektrum 85. 69 Bitesiginin ¹H NMR (TFA) Spektrumu





Ek Spektrum 86. 70 Bileşiminin IR Spektrumu



SWEEP OFFSET (Hz): 00
 SPECTRUM AMPLITUDE: 4
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):

MANUAL AUTO SAMPLE: 70
 SWEEP TIME (SEC): 50 (35) (250)
 SWEEP WIDTH (Hz): 25 (50) (100) (200) (500)
 FILTER: 1 2 3 4 5 6 7 8
 RF POWER LEVEL: (1.05)

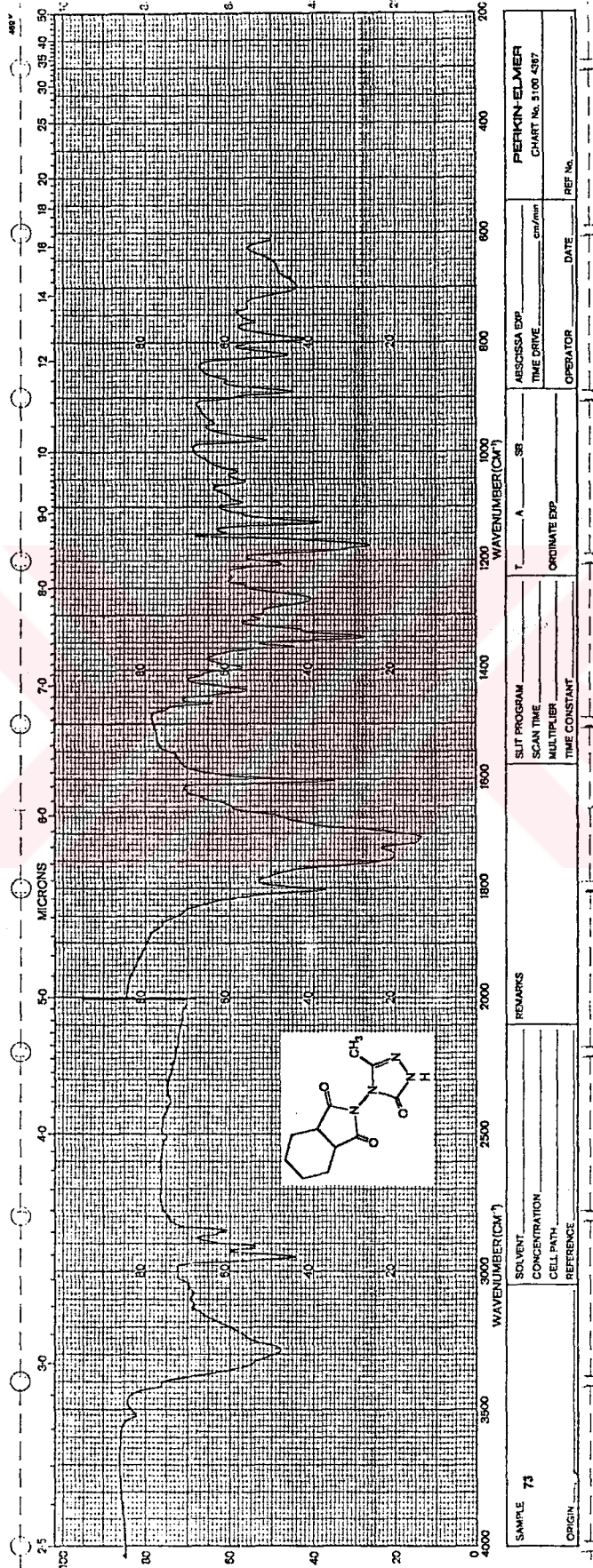
SOVENT: DMSO-d6



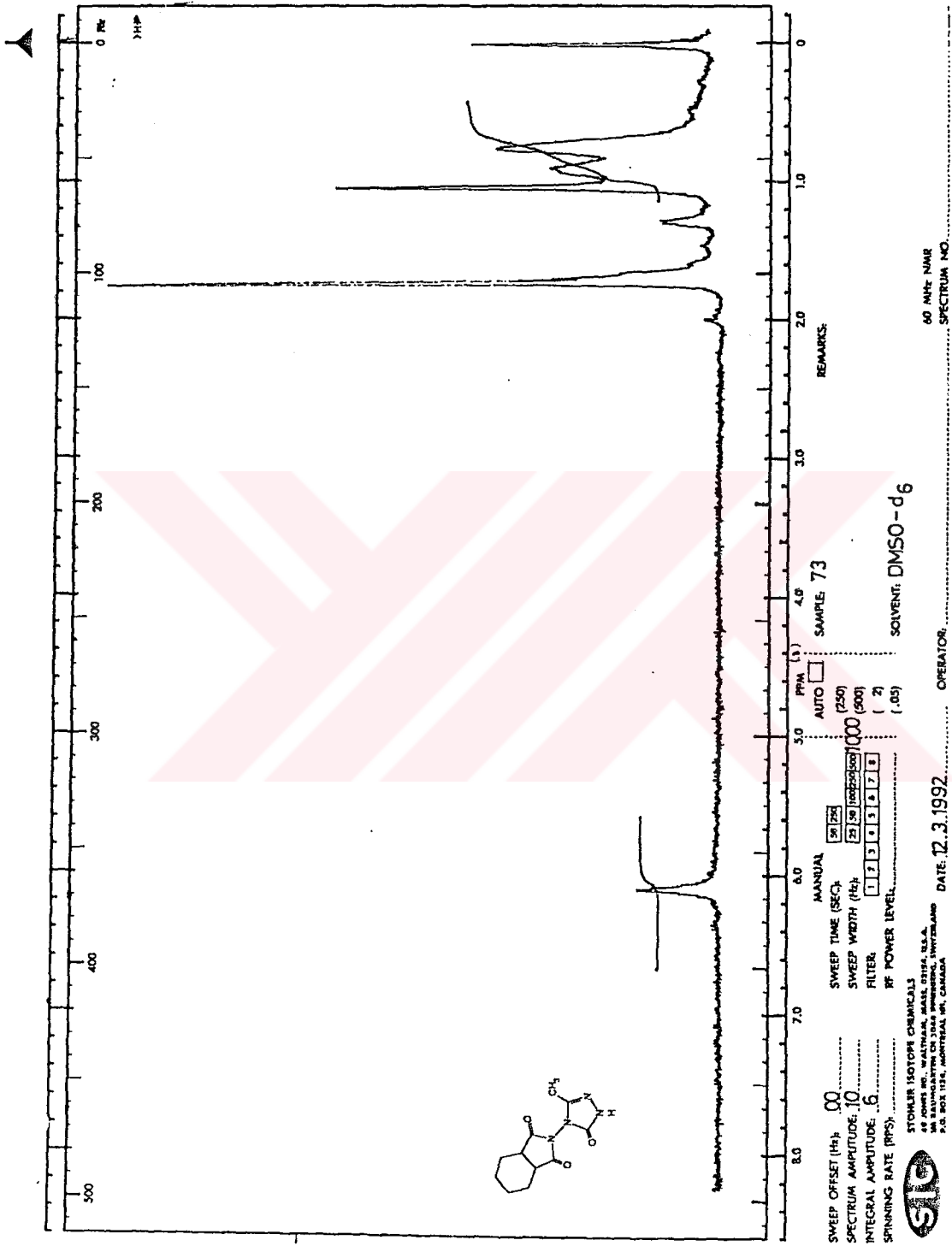
STROUER ISOTONE OPTIM-715
 44 JONES RD., WALTHAM, MASS. 01264, U.S.A.
 AN BRANCH OF THE BRUNNEN, SWITZERLAND
 P.O. BOX 100, BIRMINGHAM 20, ALABAMA

OPERATOR: DATE:
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.

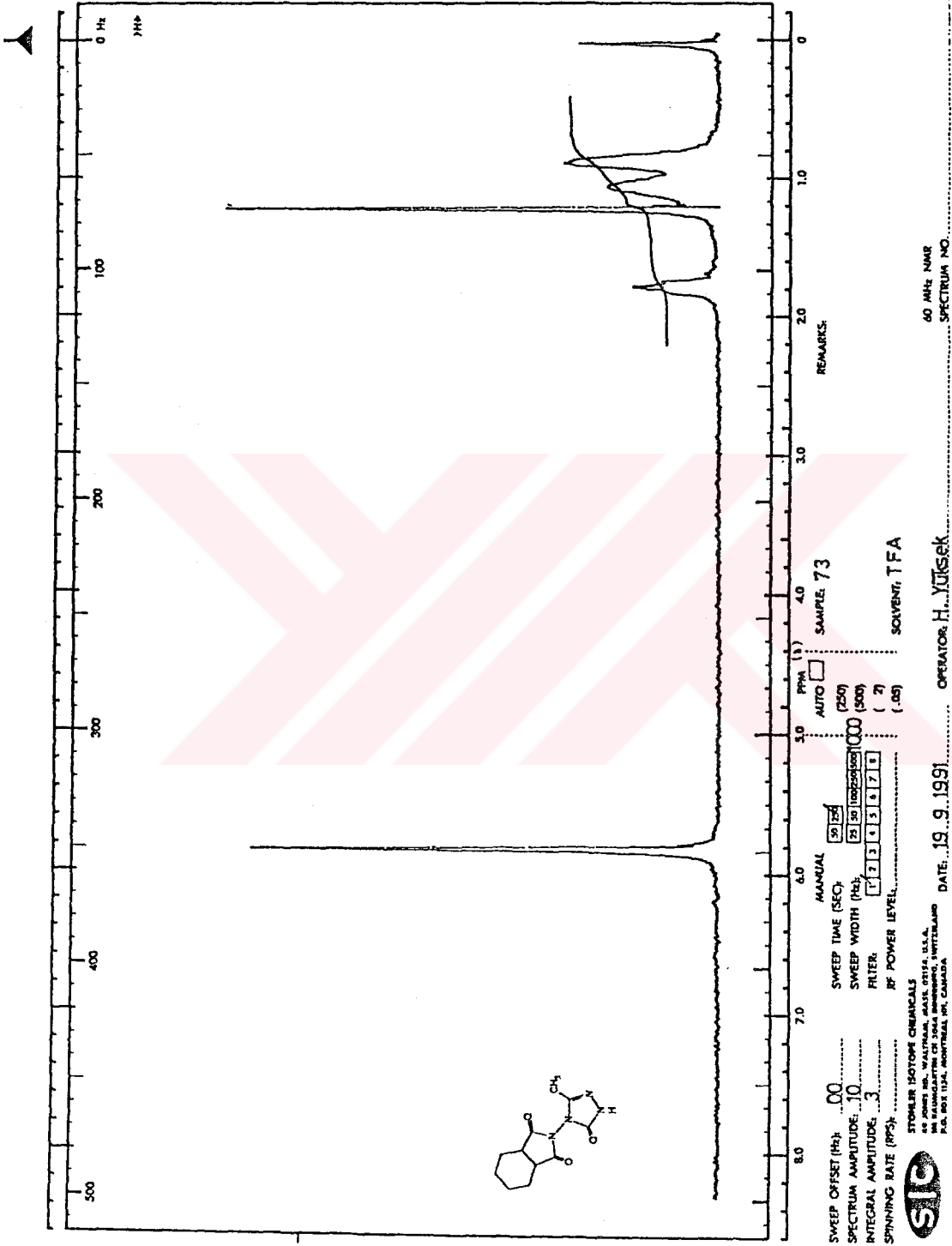
Ek Spektrum 87. 70 Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



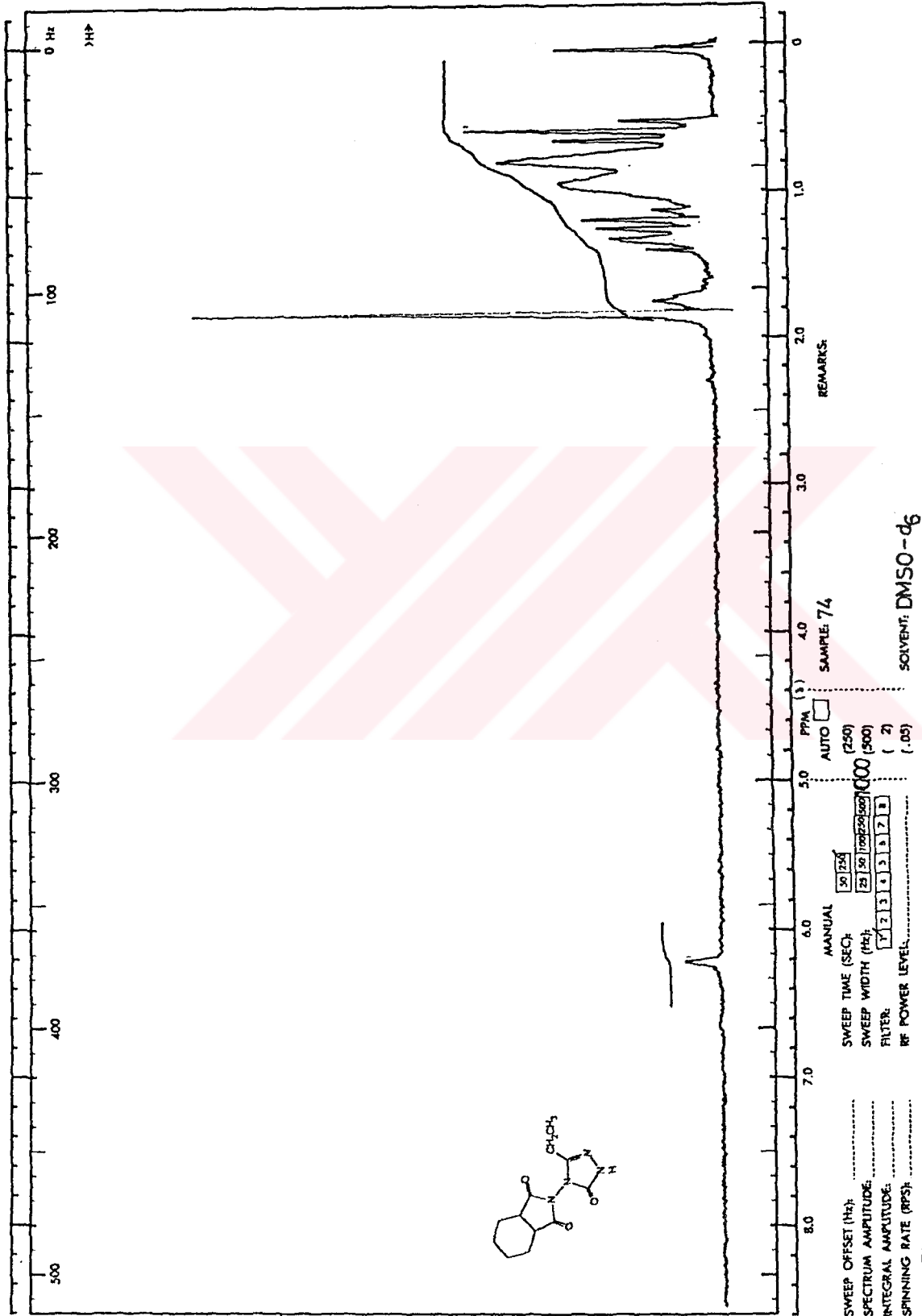
Ek Spektrum 89. 73 Bileşinin IR Spektrumu



Ek Spektrum 90. 73 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



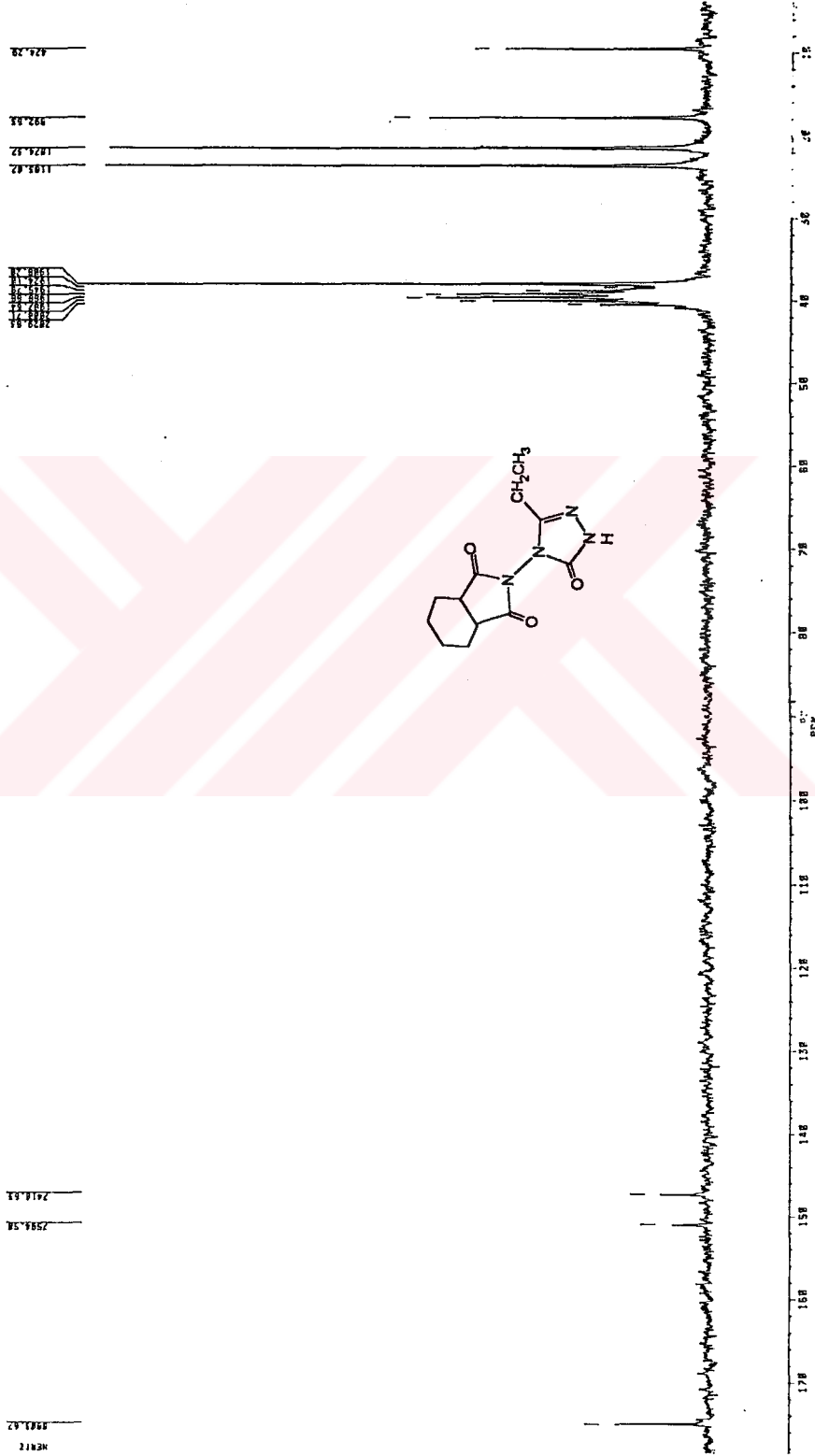
Ek Spektrum 91. 73 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



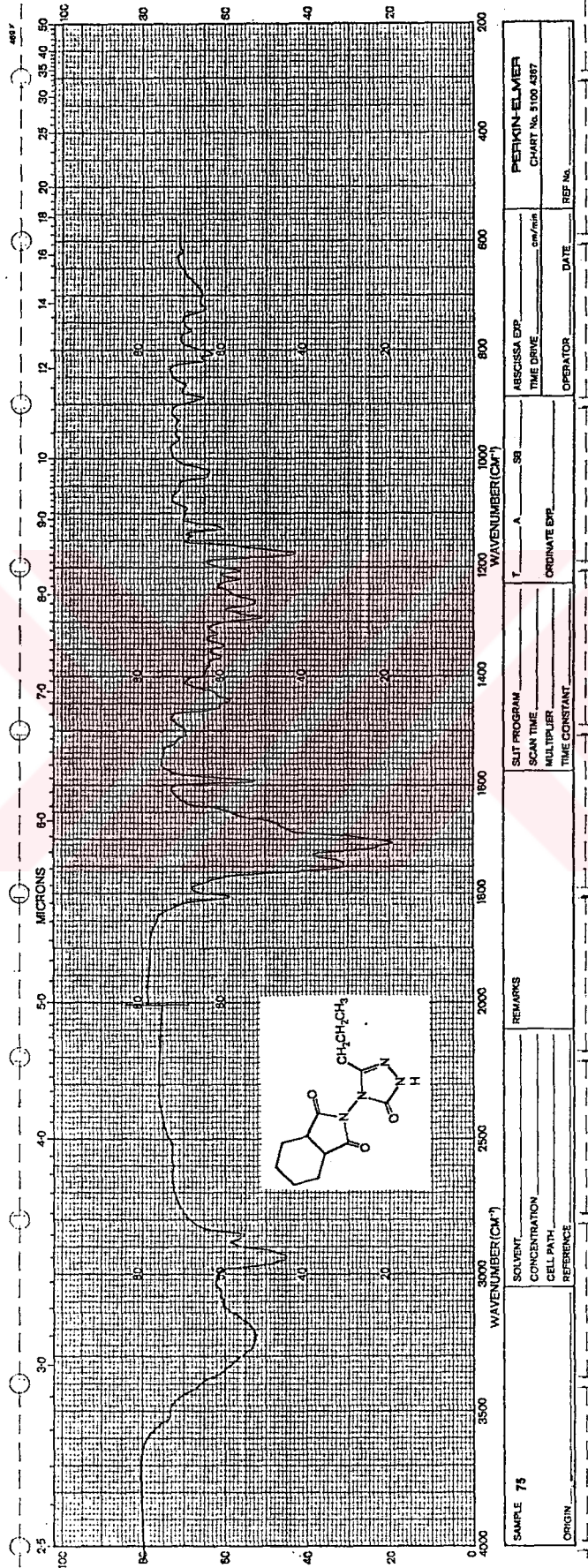
Ek Spektrum 94. 74 Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

13C NMR DECOUPLED - 4.1KHZ
 178.62
 158.54
 148.61

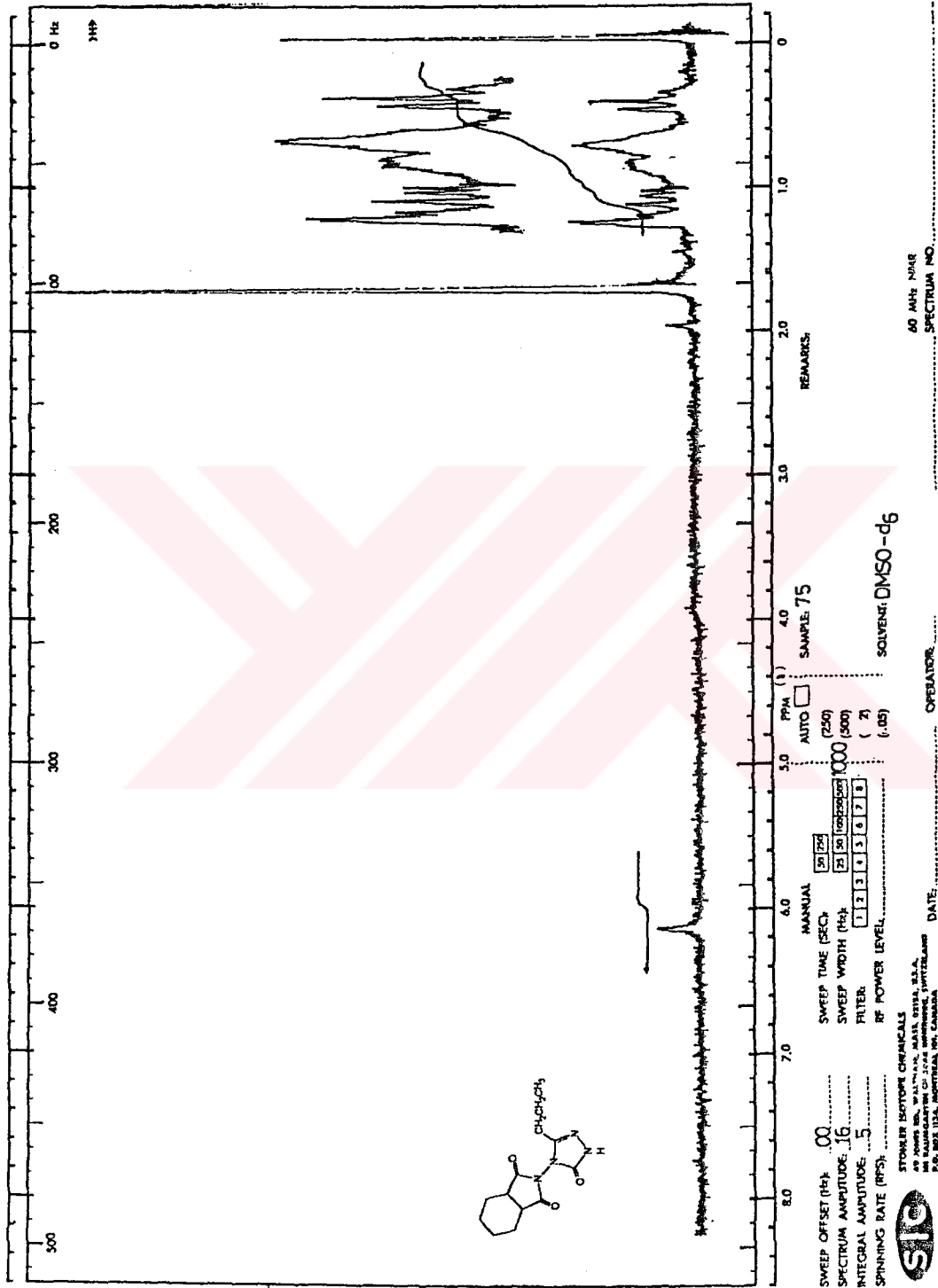
BRUKER
 DATE 27.11.91
 ST 58.124
 SV 12586.000
 MZ/P1 1.126
 PW 9.5
 RD 188.8
 NS 2880
 LB 3.500



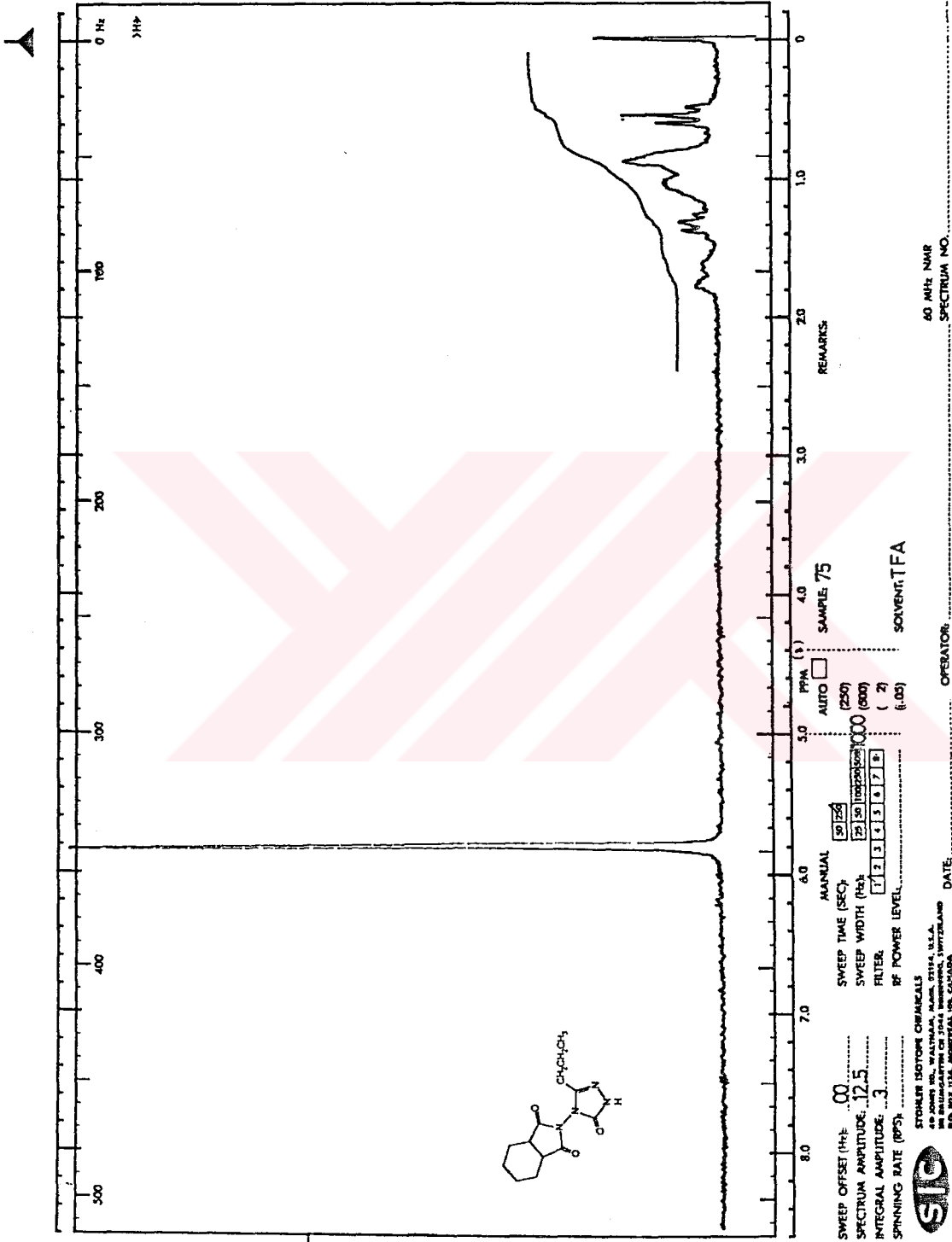
Ek Spektrum 96. 74 Bileşinin ¹³C NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Spektrum 97. 75 Bileşinin IR Spektrumu



Ek Spektrum 98. 75 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Spektrum 99. 75 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu

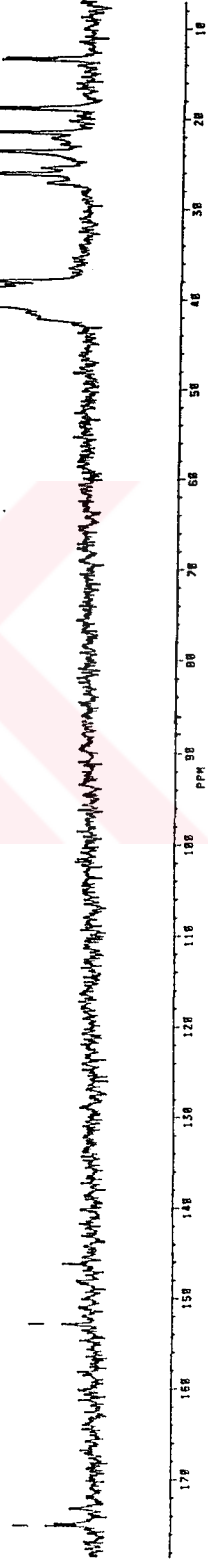
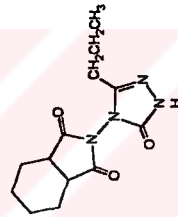
* CDMSO1 13C DECOUPLED R. İKİZLER

8346.93

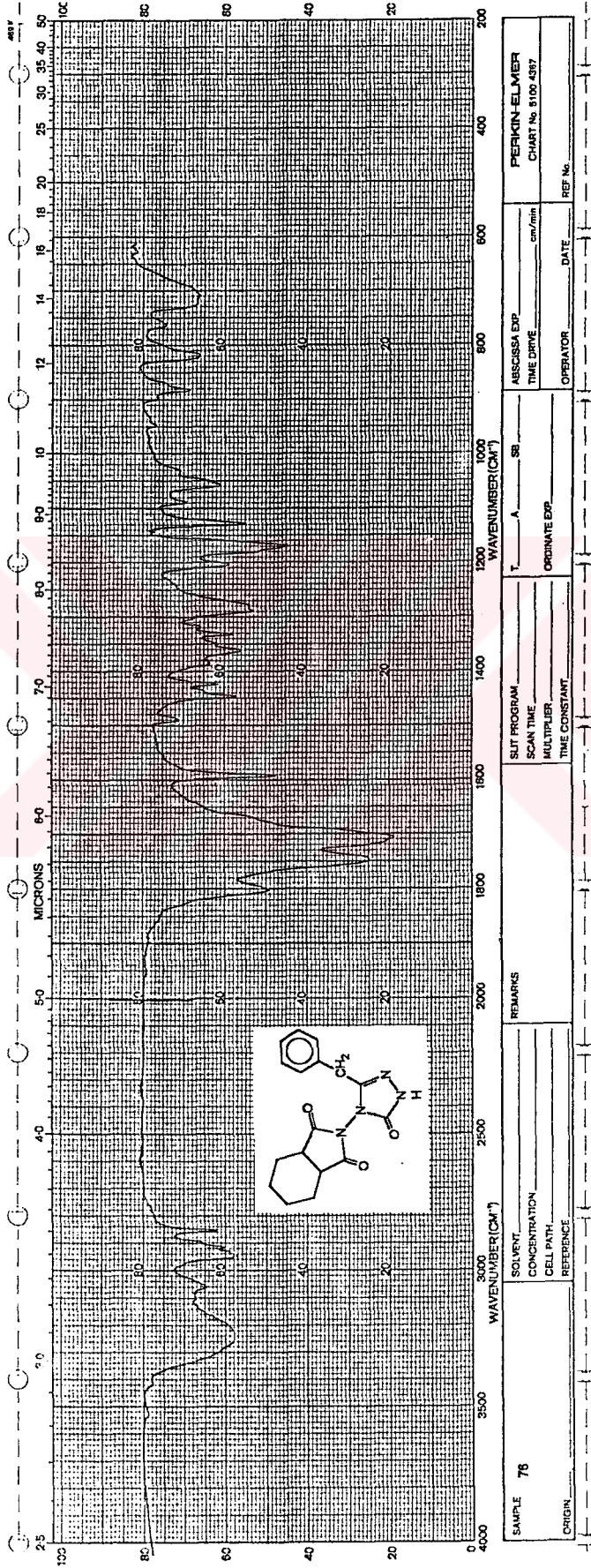
7838.28

1388.98
1186.58
1023.98
838.22
824.32

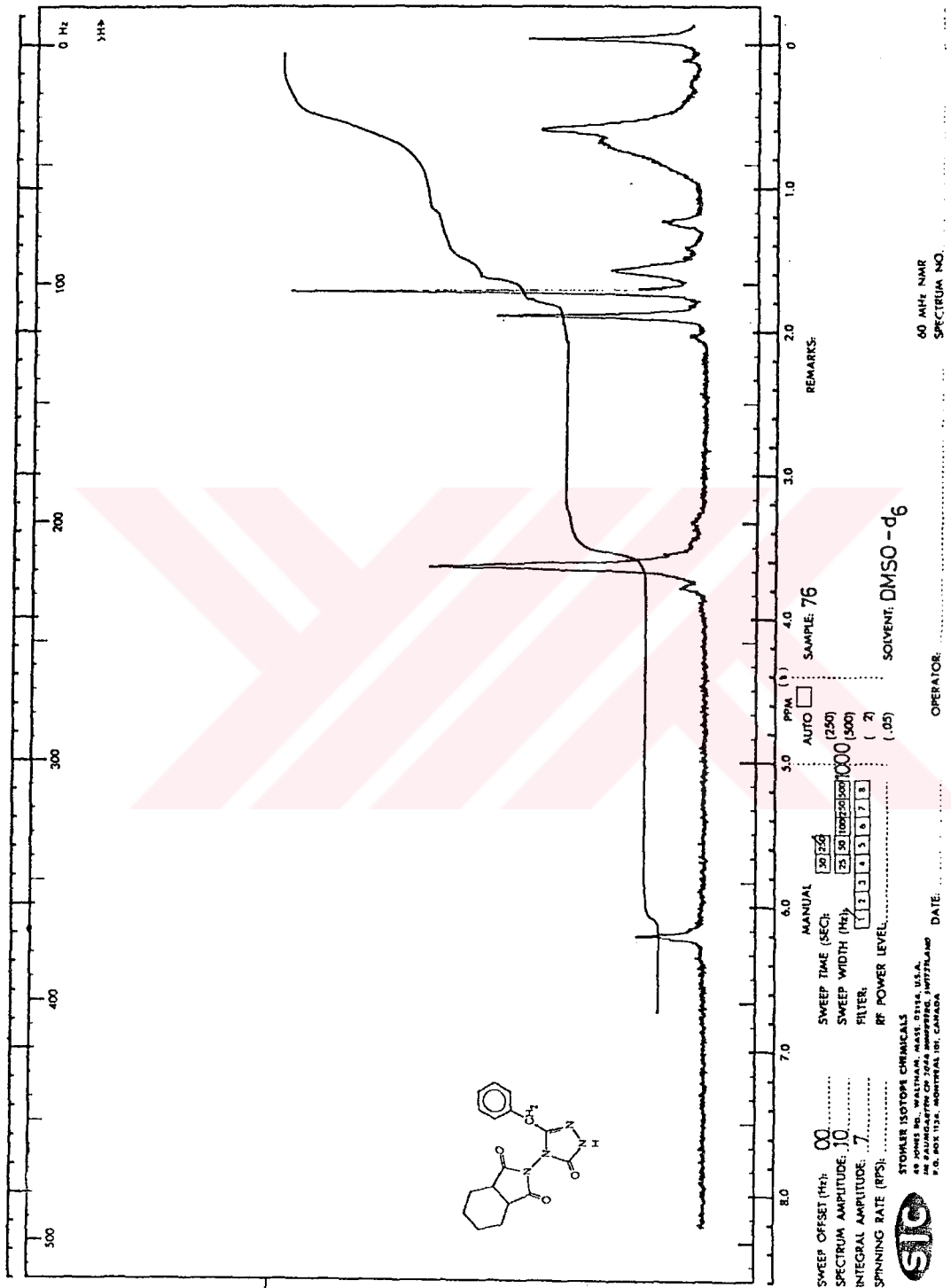
REZEPZİL
DATE 29-11-91
SF 50.424
SA 1358.008
MZ/PI 1.526
PV R 5
RD R 6
RC 490
RS 3750
LB 3.500



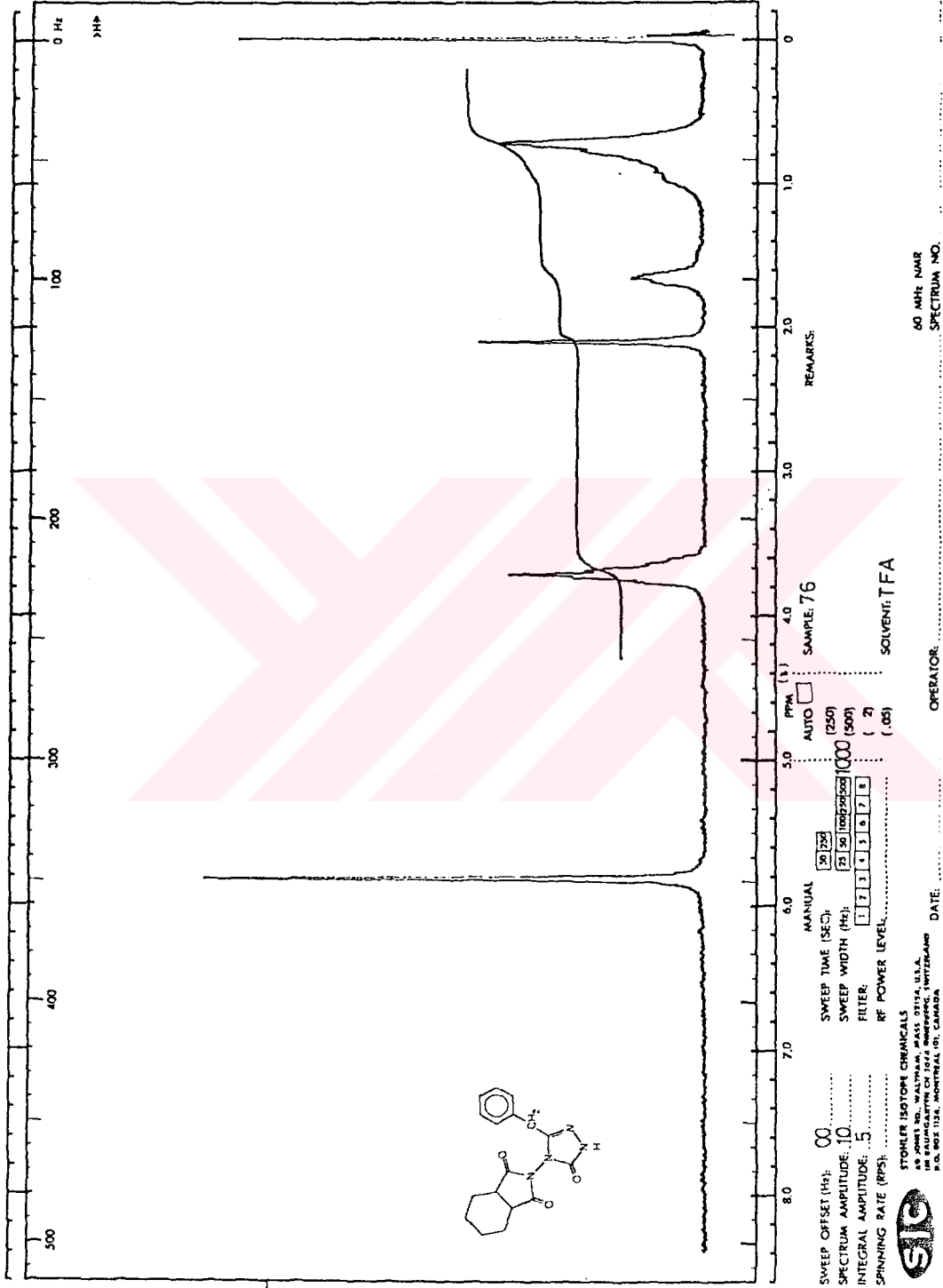
Ek Spektrum 100. 75 Bileşiminin ¹³C NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



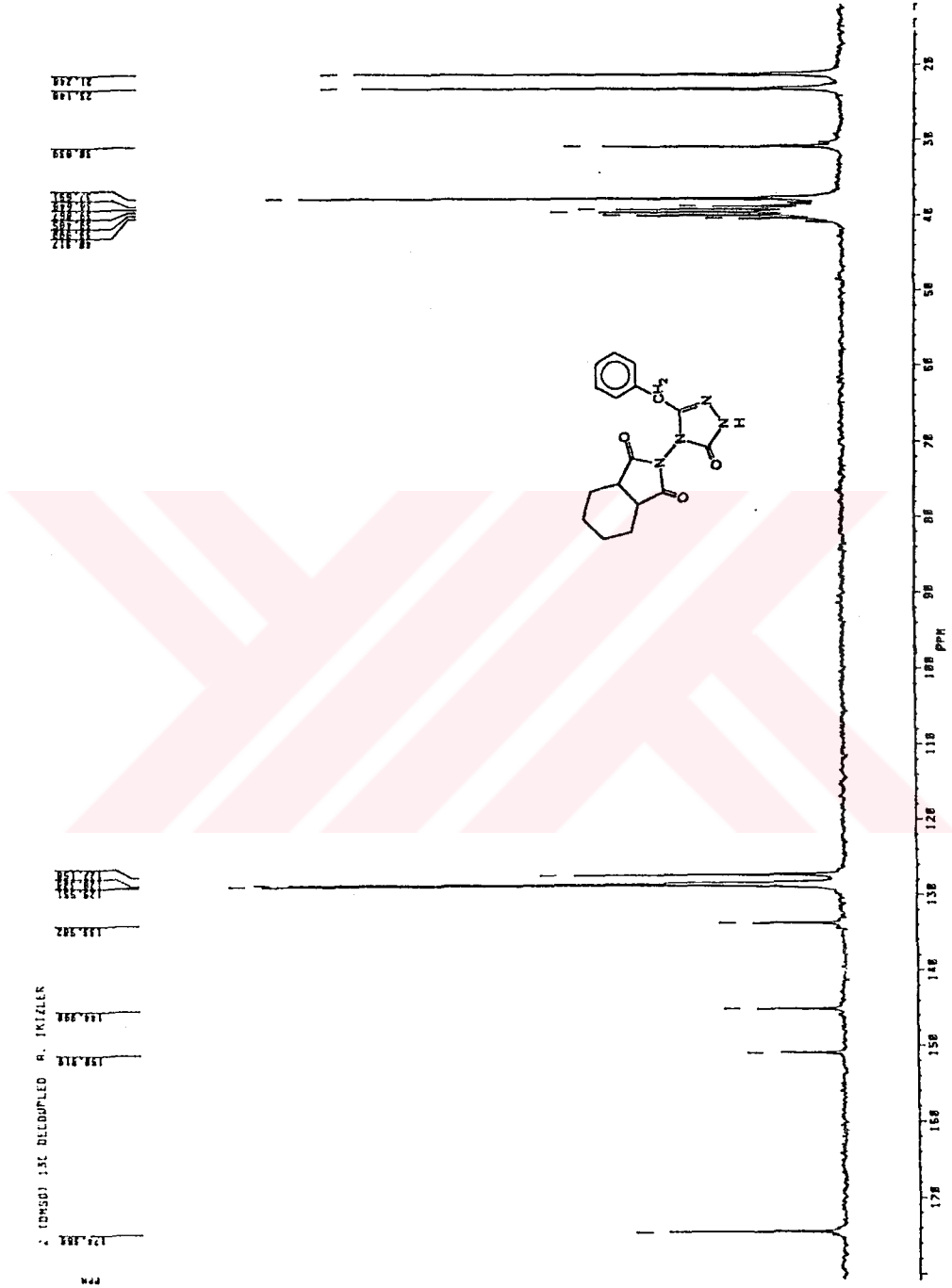
Ek Spektrum 101.76 Bileşiminin IR Spektrumu

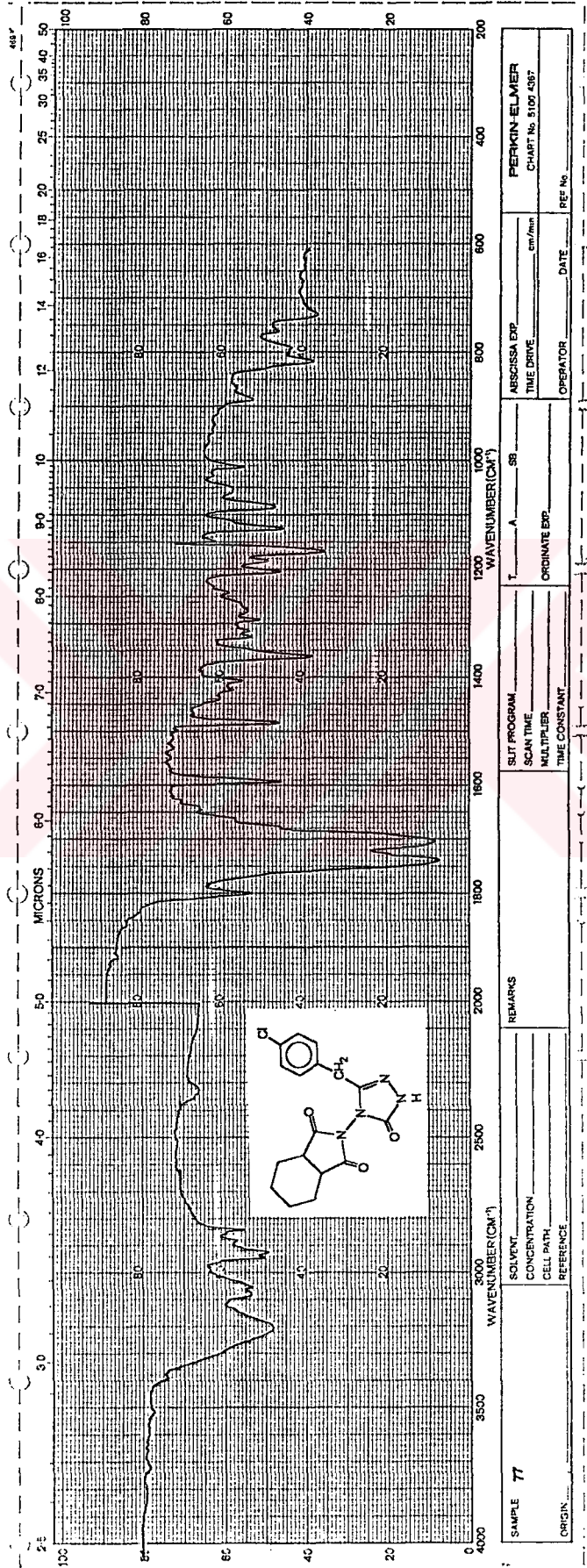


Ek Spektrum 102. 76 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



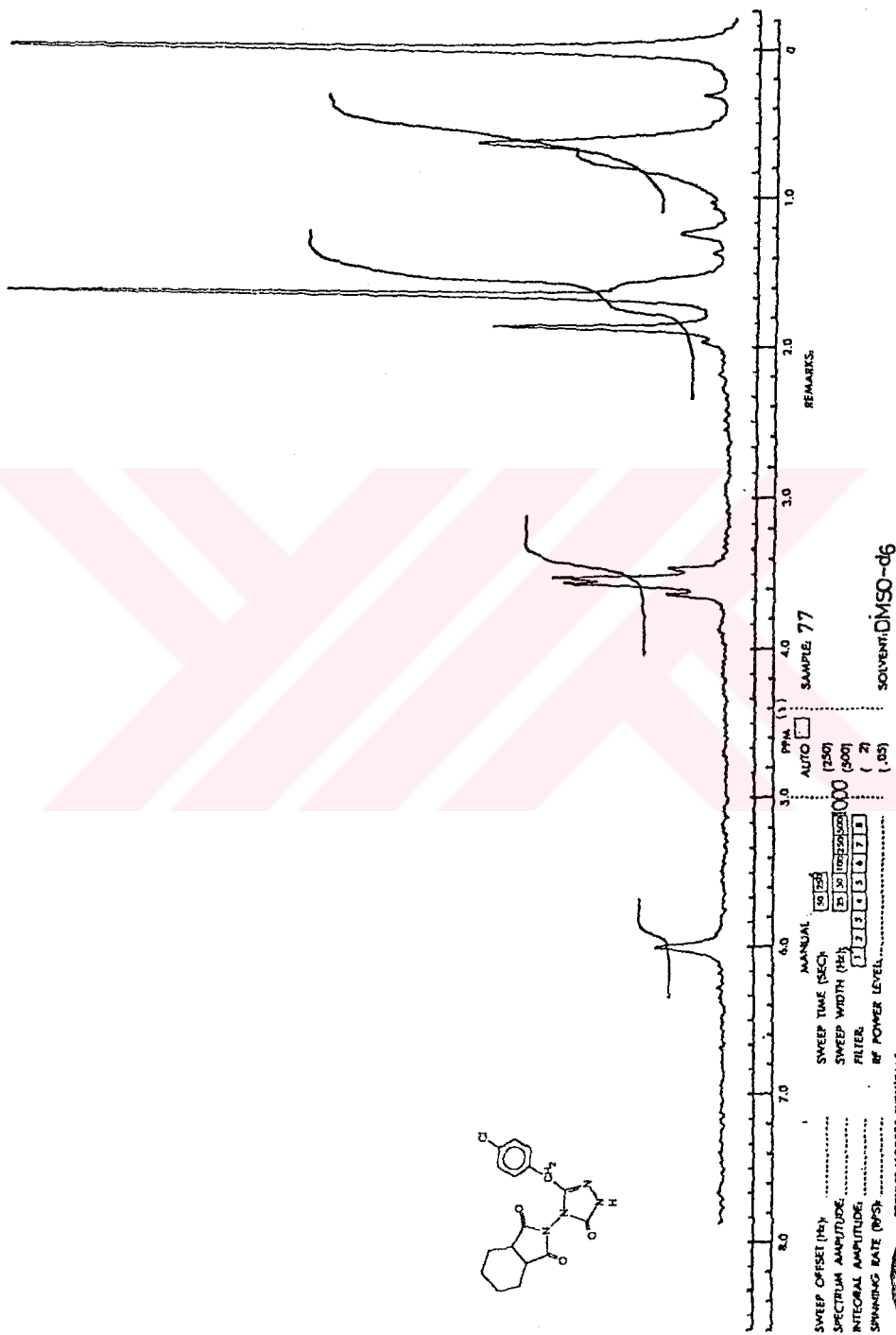
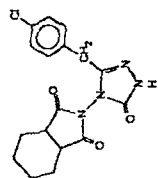
Ek Spektrum 103. 76 Bileşinin ¹H NMR (TFA) Spektrumu





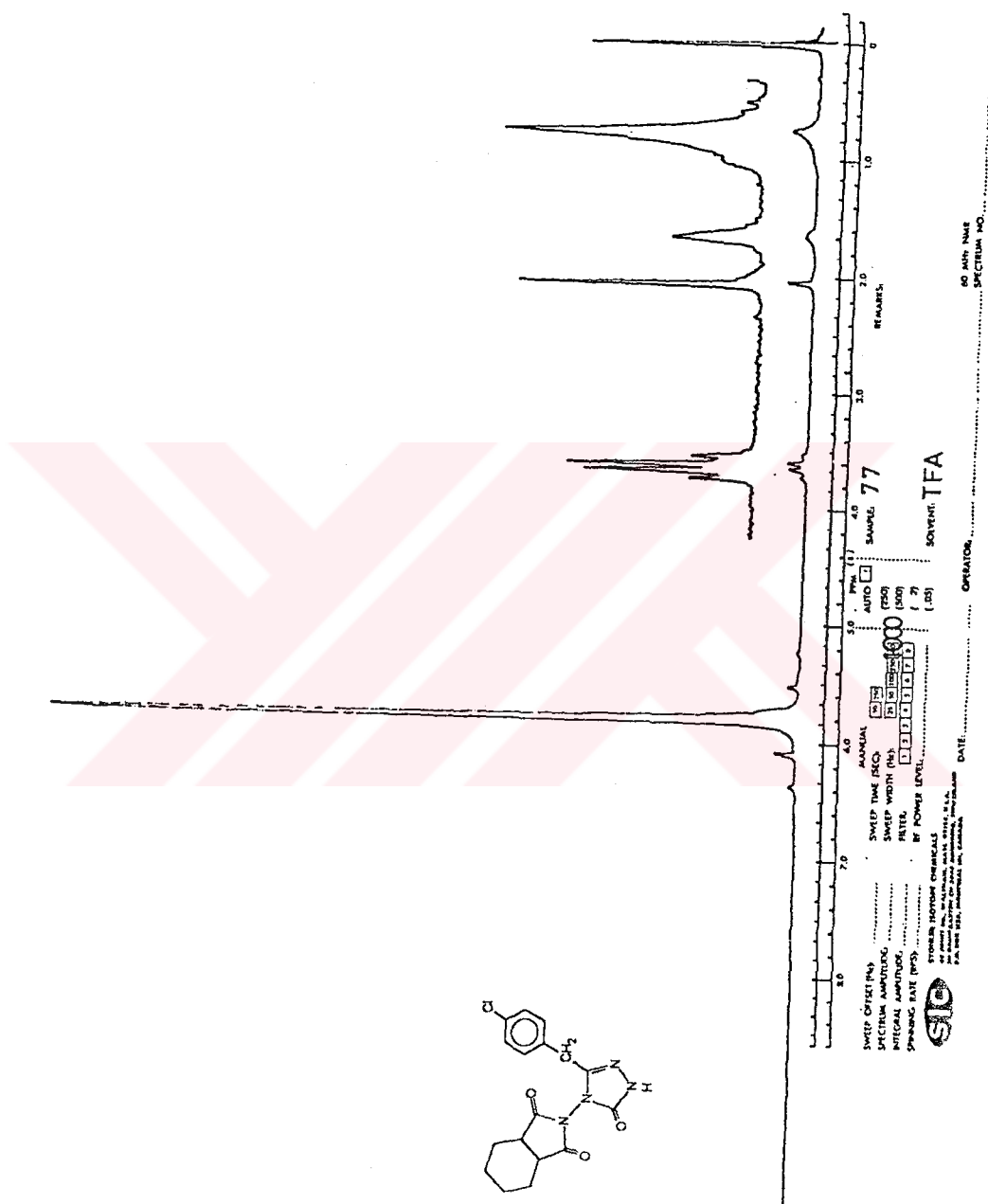
SAMPLE 77	SOLVENT		REMARKS		PERKIN-ELMER	
	CONCENTRATION				CHART No. 5100-497	
ORIGIN	CELL PATH				ABSCISSA EXP	REF No
	REFERENCE				TIME DRIVE	DATE
					cm/min	
					OPERATOR	
					ORDINATE EXP	
					T. A. SB	
					SLIT PROGRAM	
					SCAN TIME	
					MULTIPLIER	
					TIME CONSTANT	

Ek Spektrum 105. 77 Bileşinin IR Spektrumu

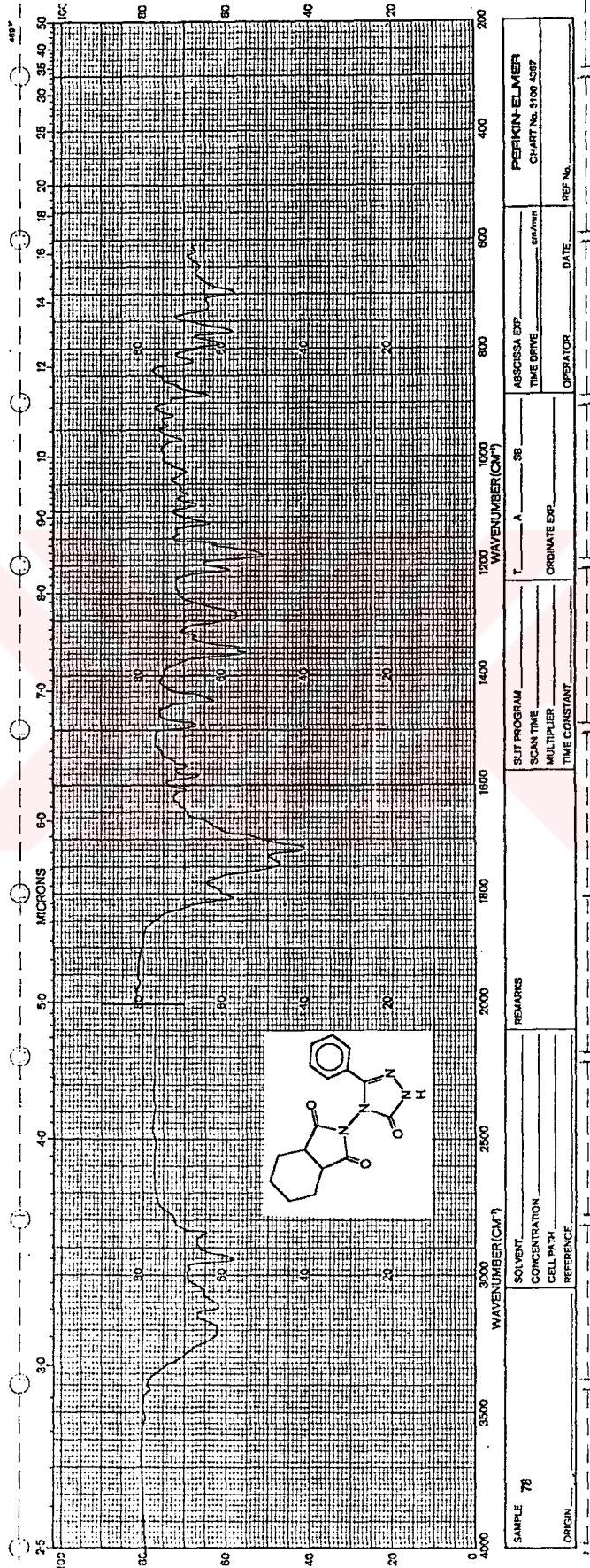


SWEEP OFFSET (Hz)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SPANNING RATE (PPM)
 MANUAL
 SWEEP TIME (SEC)
 SWEEP WIDTH (Hz)
 FILTER
 RF POWER LEVEL
 AUTO SAMPLE 77
 (250) (500)
 (2)
 (05)
 SOLVENT: DMSO-d6
 STONER ISOTOPRE CHEMICALS
 14000 WILLOW CREEK DRIVE, SUITE 100
 WILLOW CREEK, COLORADO 80151
 P.O. BOX 1154, MONTROSE, CO, COLORADO
 DATE OPERATOR
 50 MHz NMR SPECTRUM NO.

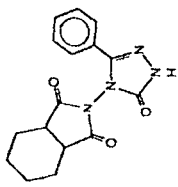
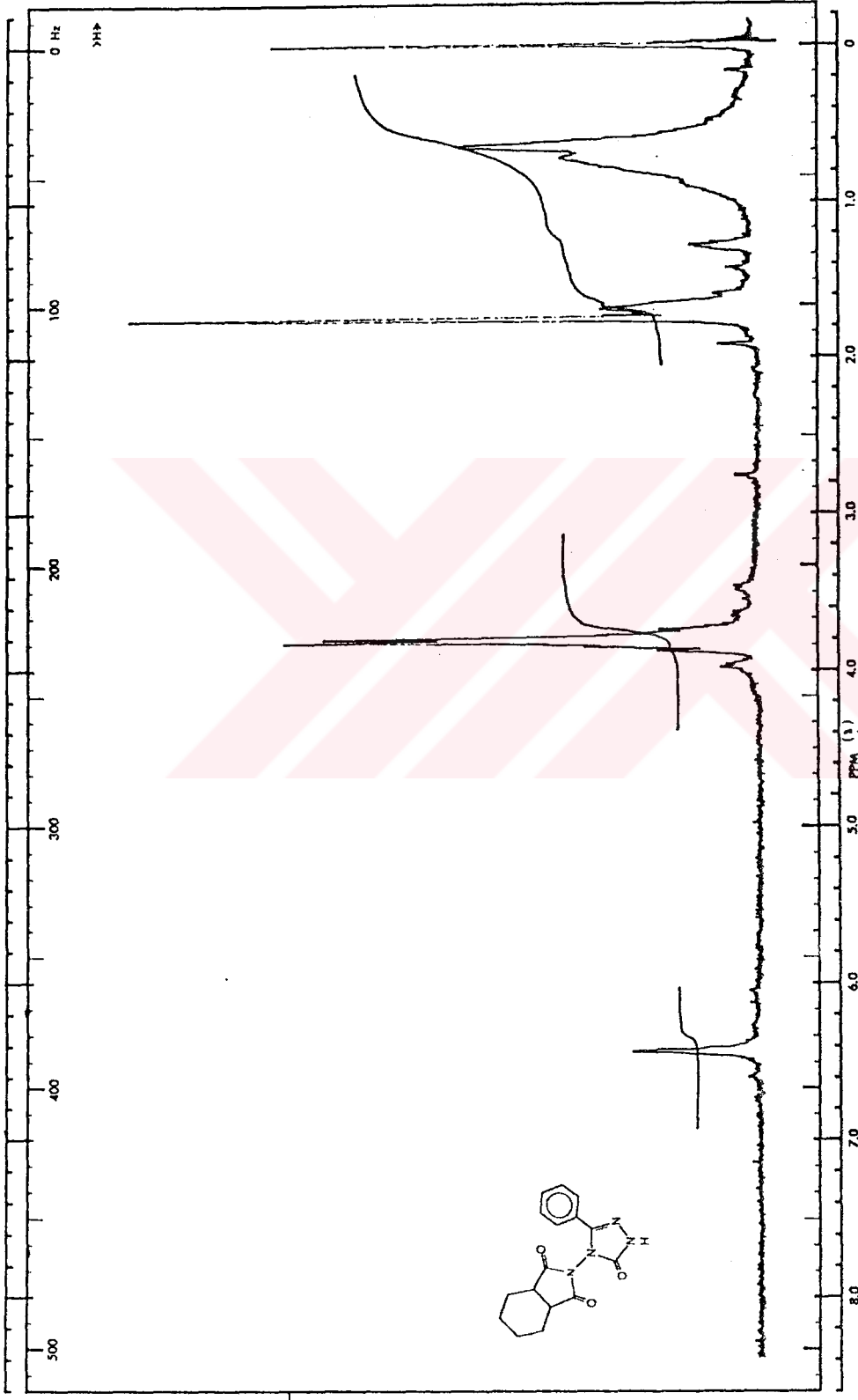
Ek Spektrum 106. 77 Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Spektrum 107. 77 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu



Ek Spektrum 108. 78 Bileşiminin IR Spektrumu



SWEEP OFFSET (Hz): 00
 SPECTRUM AMPLITUDE: 10
 INTEGRAL AMPLITUDE: 1000
 SPINNING RATE (RPS): (05)

MANUAL SWEEP TIME (SEC): 50
 AUTO SWEEP WIDTH (Hz): 20
 FILTER: 72345678
 RF POWER LEVEL: (05)

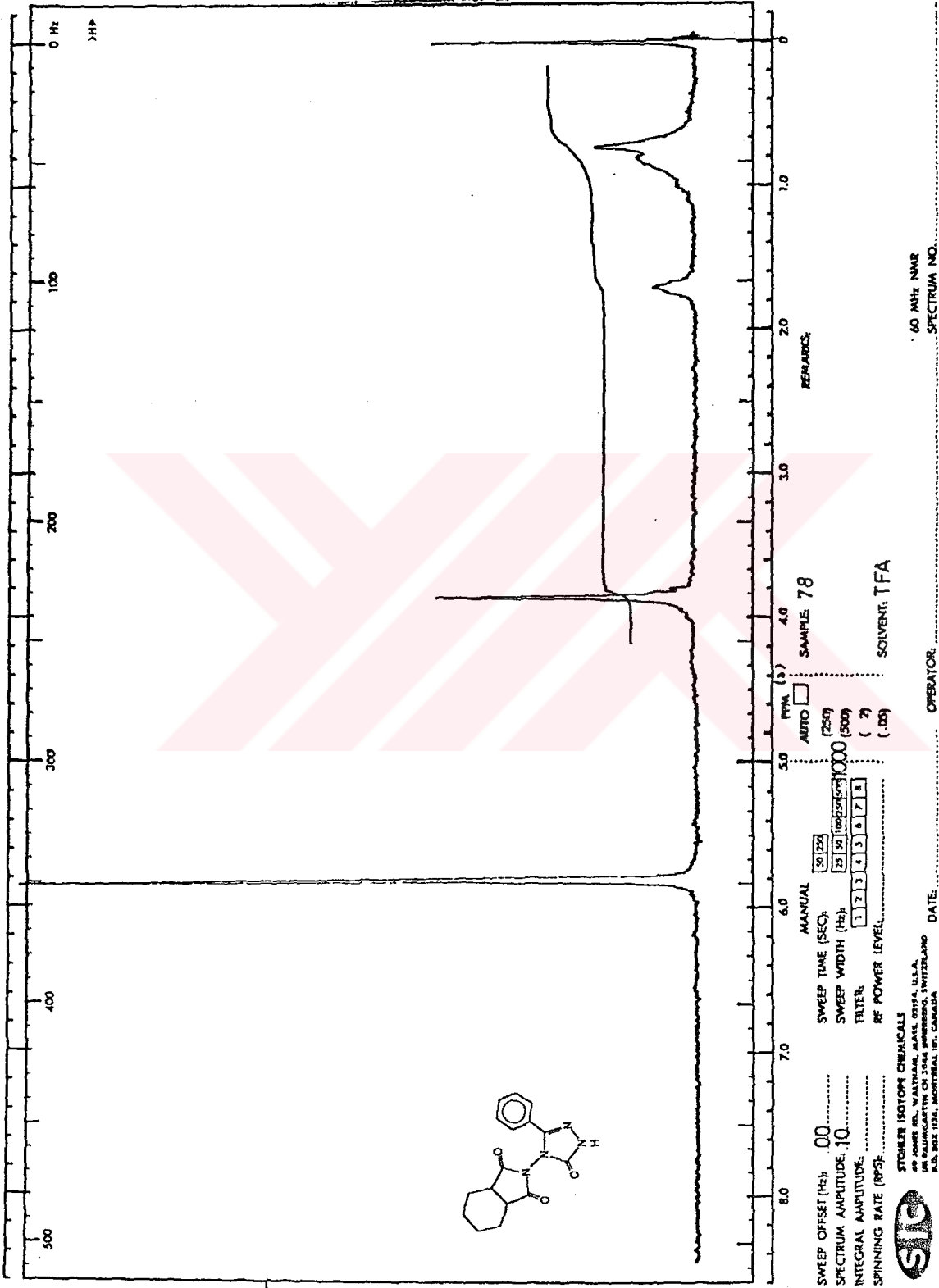
REMARKS: SAMPLE: 78
 SOLVENT: DMSO-d6

OPERATOR: DATE:

STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 85 JOHN F. WALTHAM, WALKER, MASS. 01913, U.S.A.
 IM FAHNGARTEN CH 3014 MÜNCHEN, SWITZERLAND
 P.O. BOX 132, MONTREAL, PQ, CANADA

60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

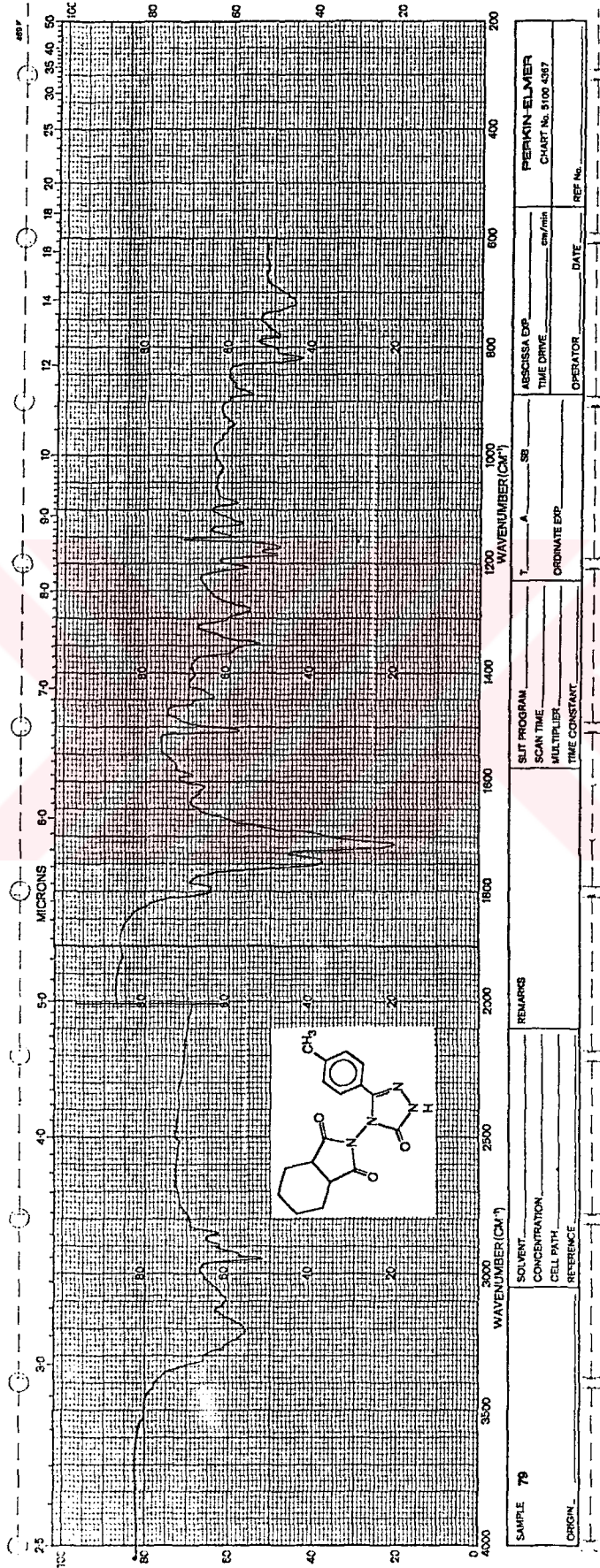
Ek Spektrum 109.78 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Spektrum 110. 78 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu

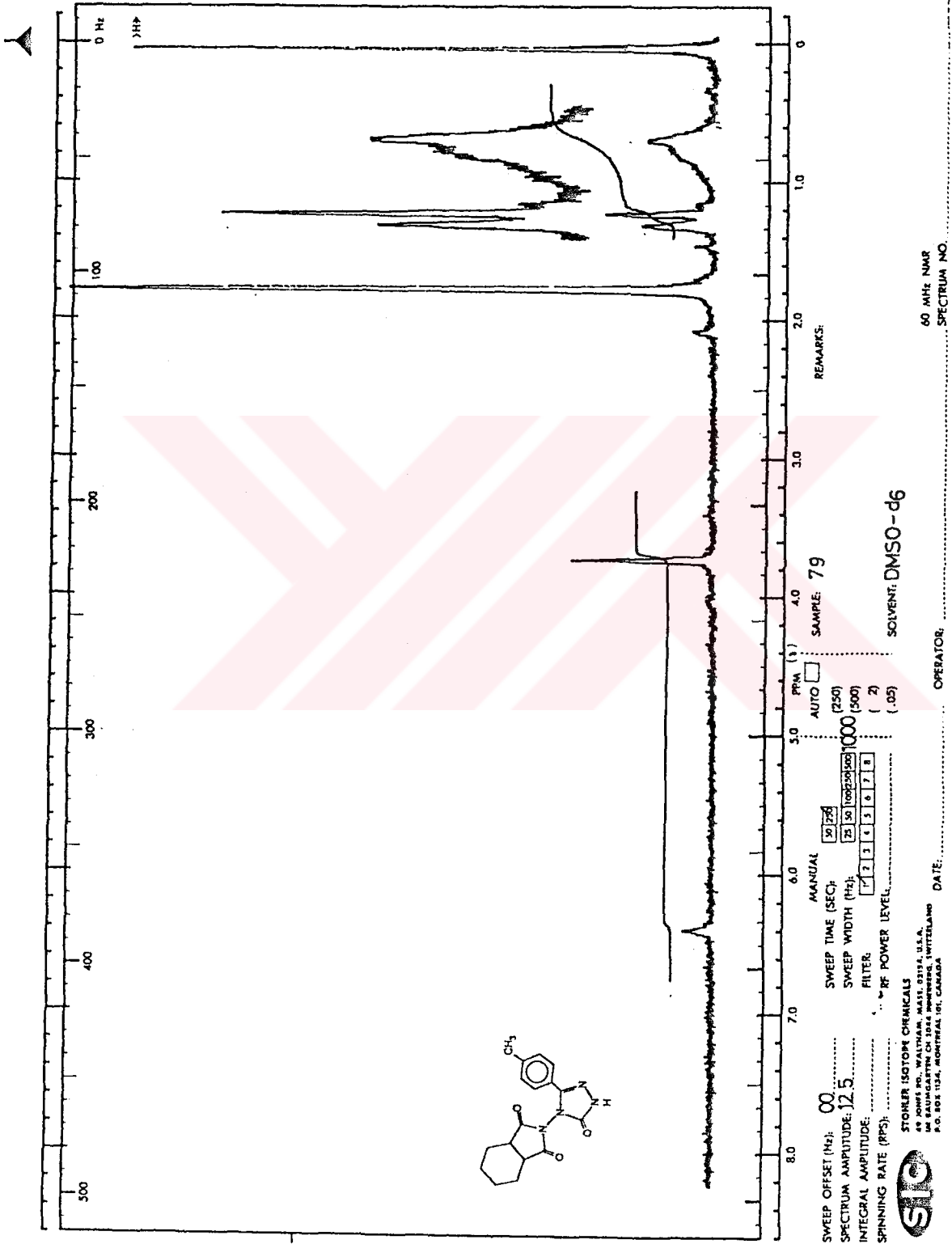


Ek Spektrum 111. 78 Bileşğinin 13C NMR (DMSO-d6) Spektrumu

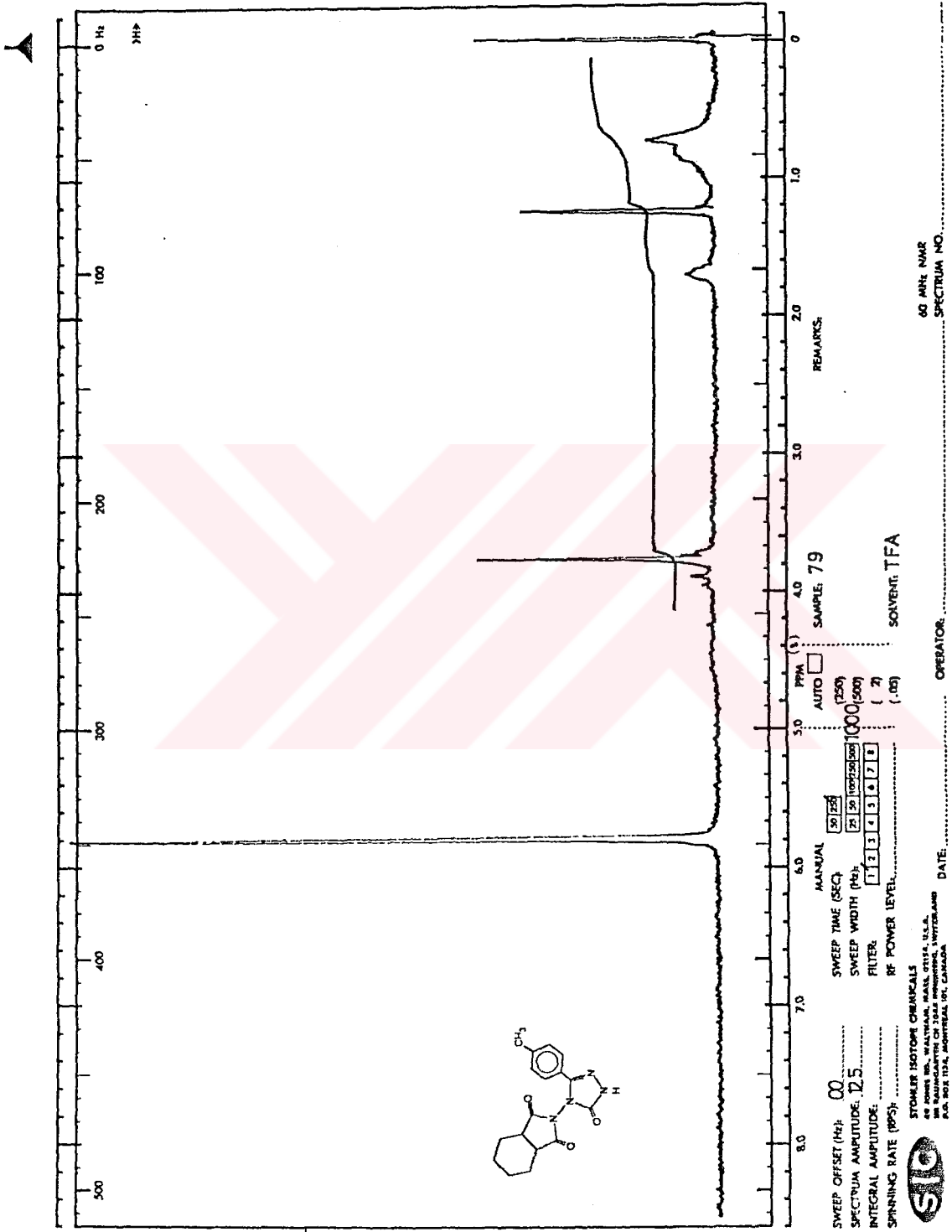


Ek Spektrum 112. 79 Bileşiminin IR Spektrumu

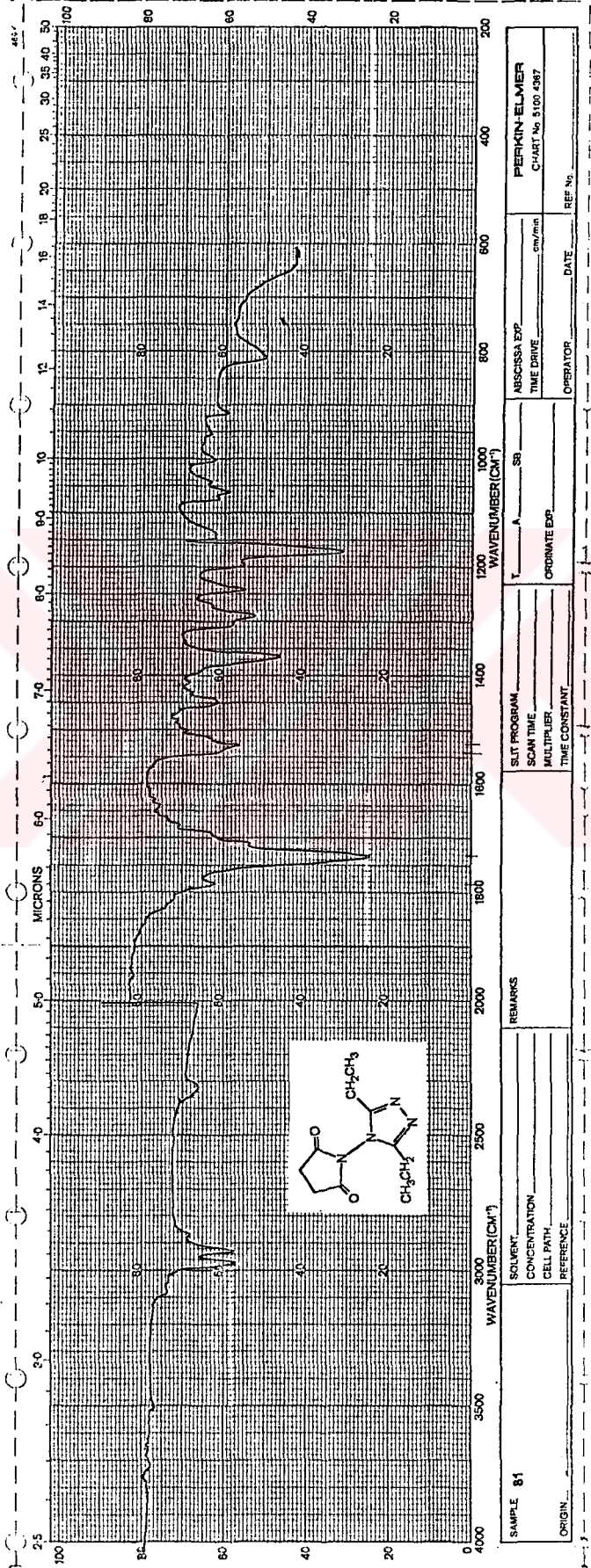
SAMPLE 79	SOLVENT CONCENTRATION CELL PATH REFERENCE	REMARKS	SLIT PROGRAM		PERKIN-ELMER CHART No. 5100 4387
			SCAN TIME	TIME DRIVE	
ORIGIN	MULTIPLIER	TIME CONSTANT	T. A. 80		OPERATOR
			ORDINATE EXP.		
			ABSCISSA EXP.	cm/min	REF No.
			DATE		



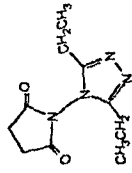
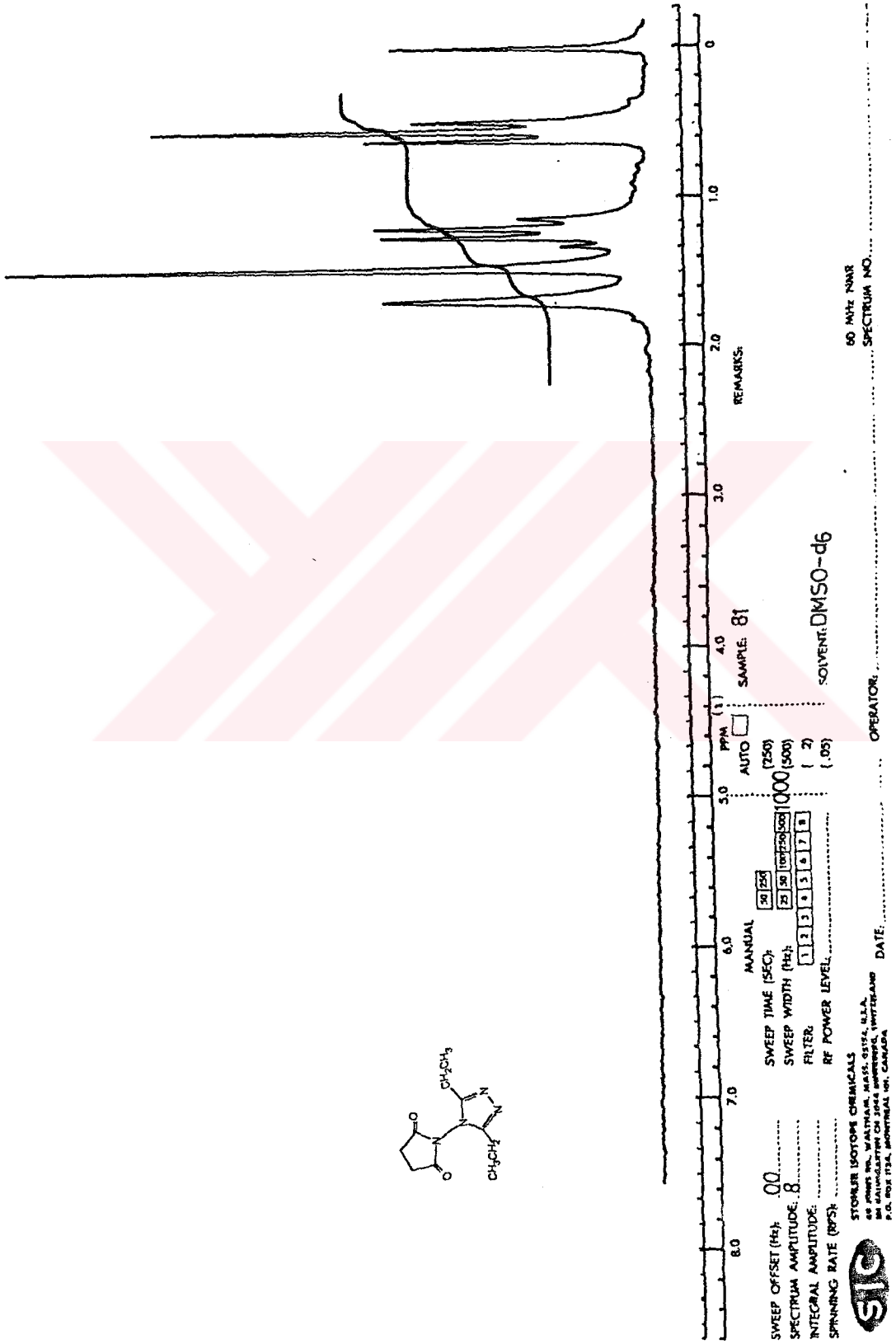
Ek Spektrum 113. 79 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Spektrum 114. 79 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



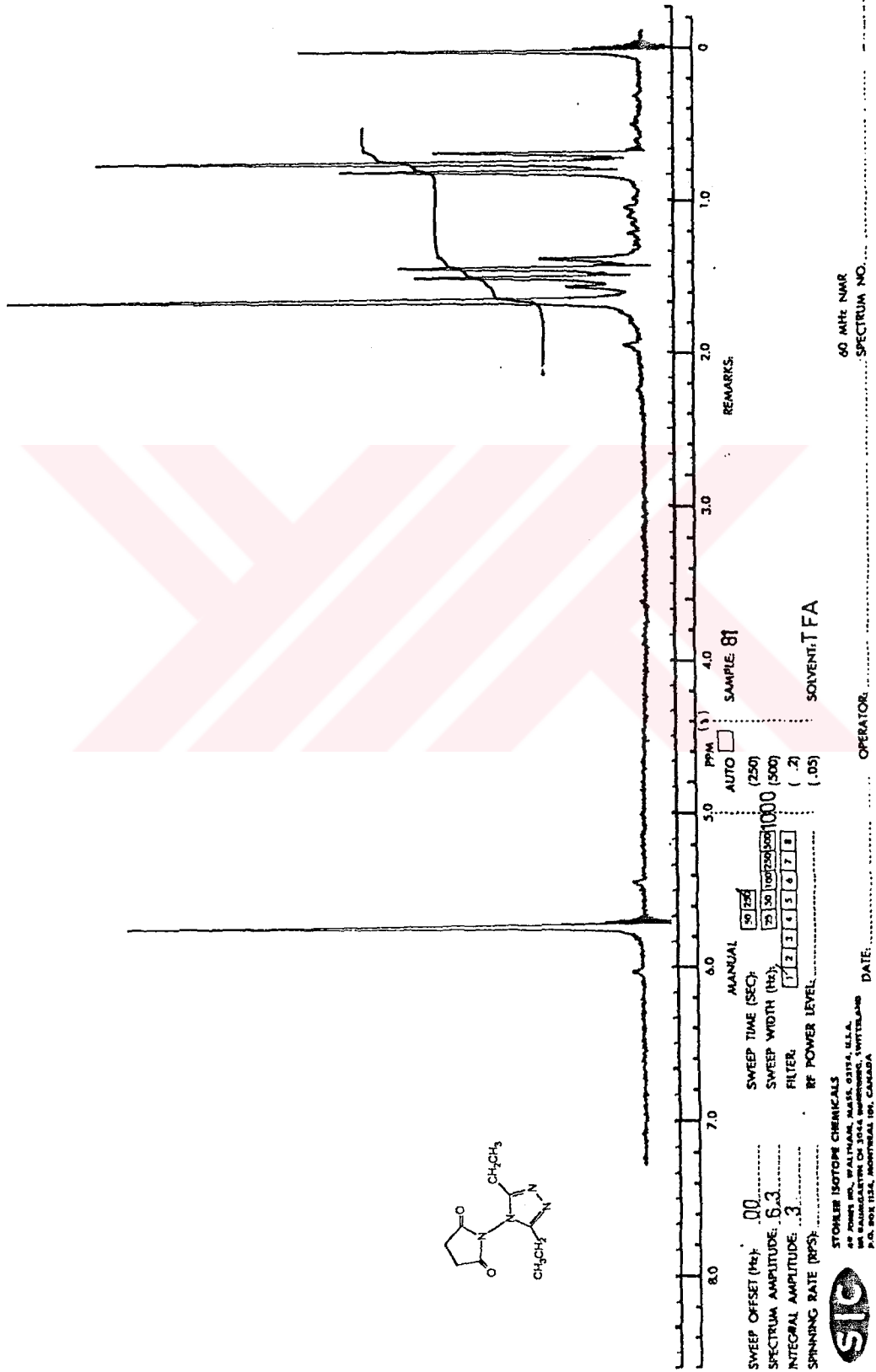
Ek Spektrum 116. 81 Bileşğinin IR Spektrumu



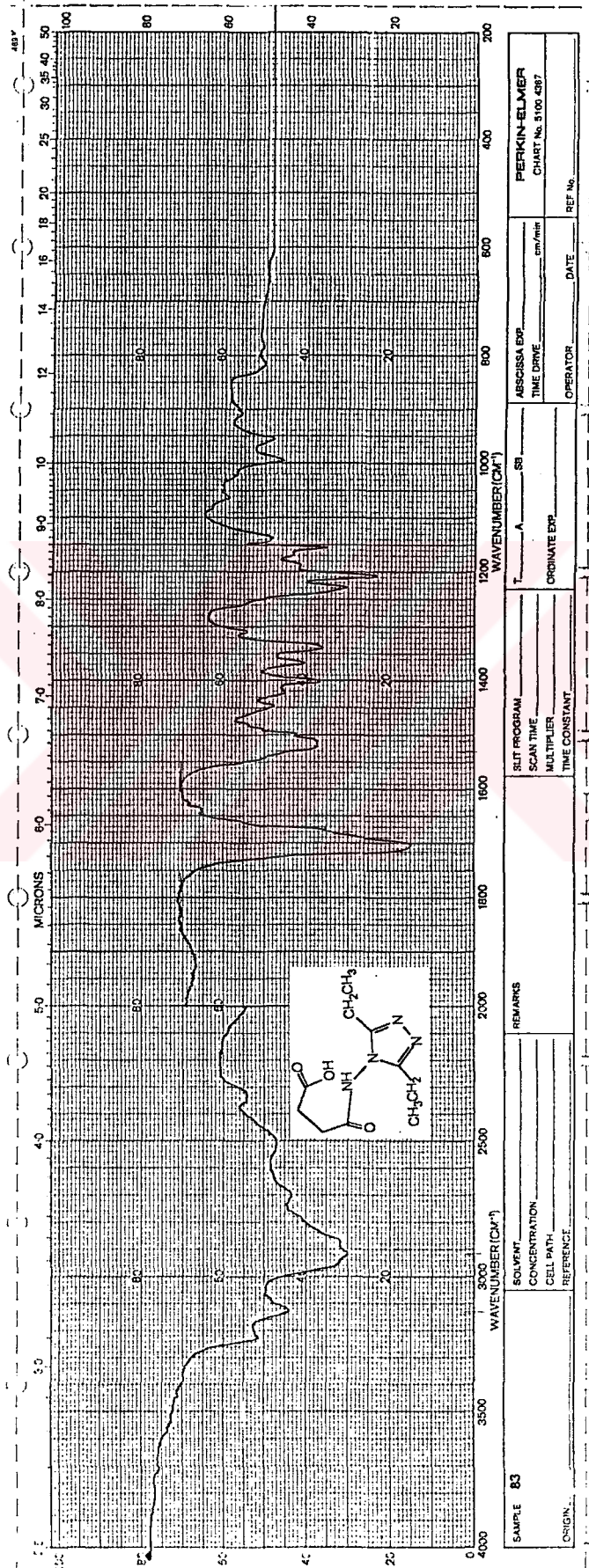
Ek Spektrum 117. 81 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



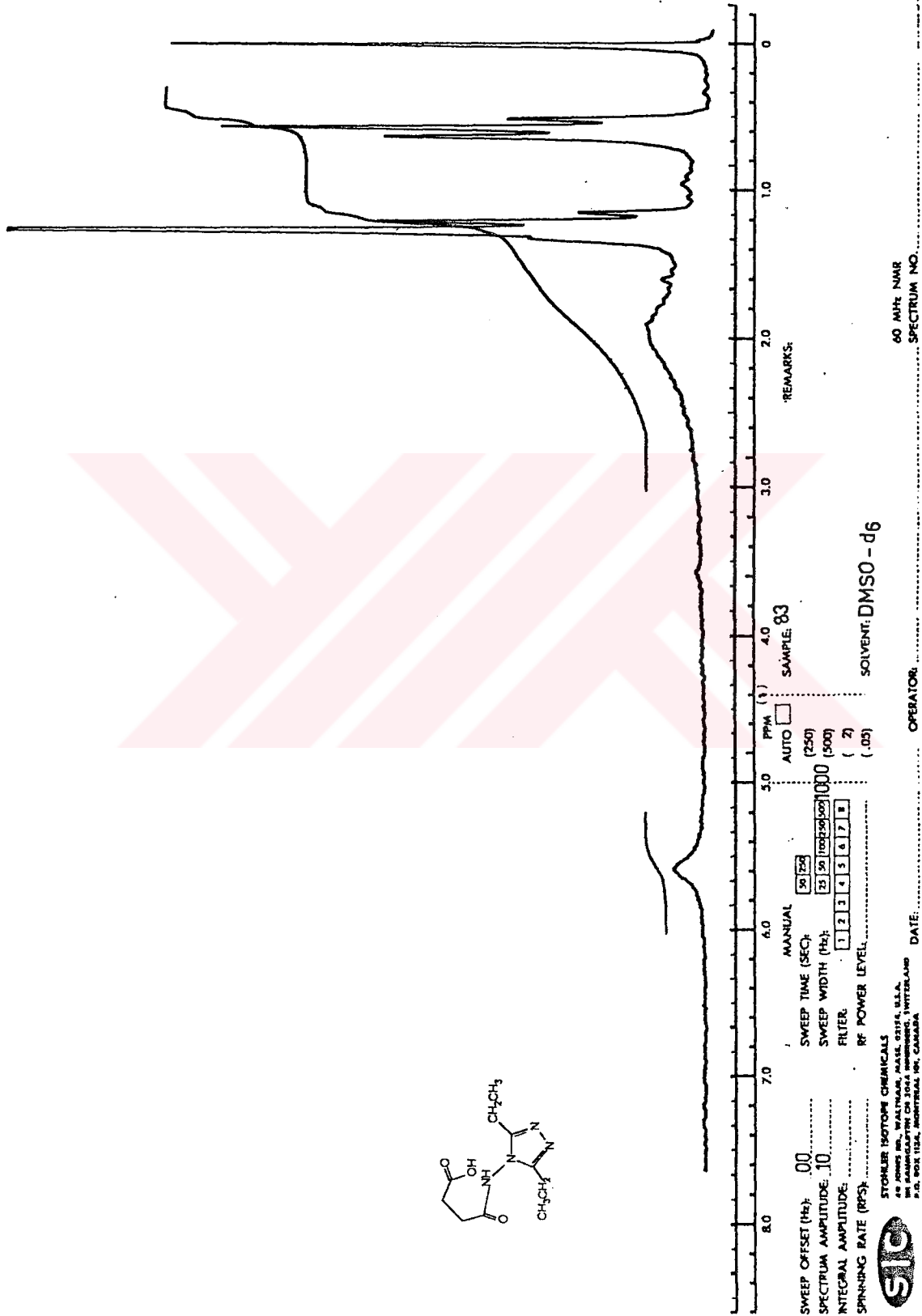
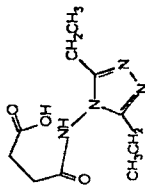
STORER ISOTOPIC CHEMICALS
 40 JONES BL., WALTHAM, MASS. 01572, U.S.A.
 36 SAUNDERS ST. 1064 AMSTERDAM, HOLLAND
 P.O. BOX 1154, AMSTERDAM 1000, CANADA



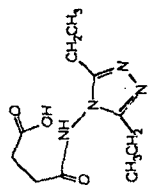
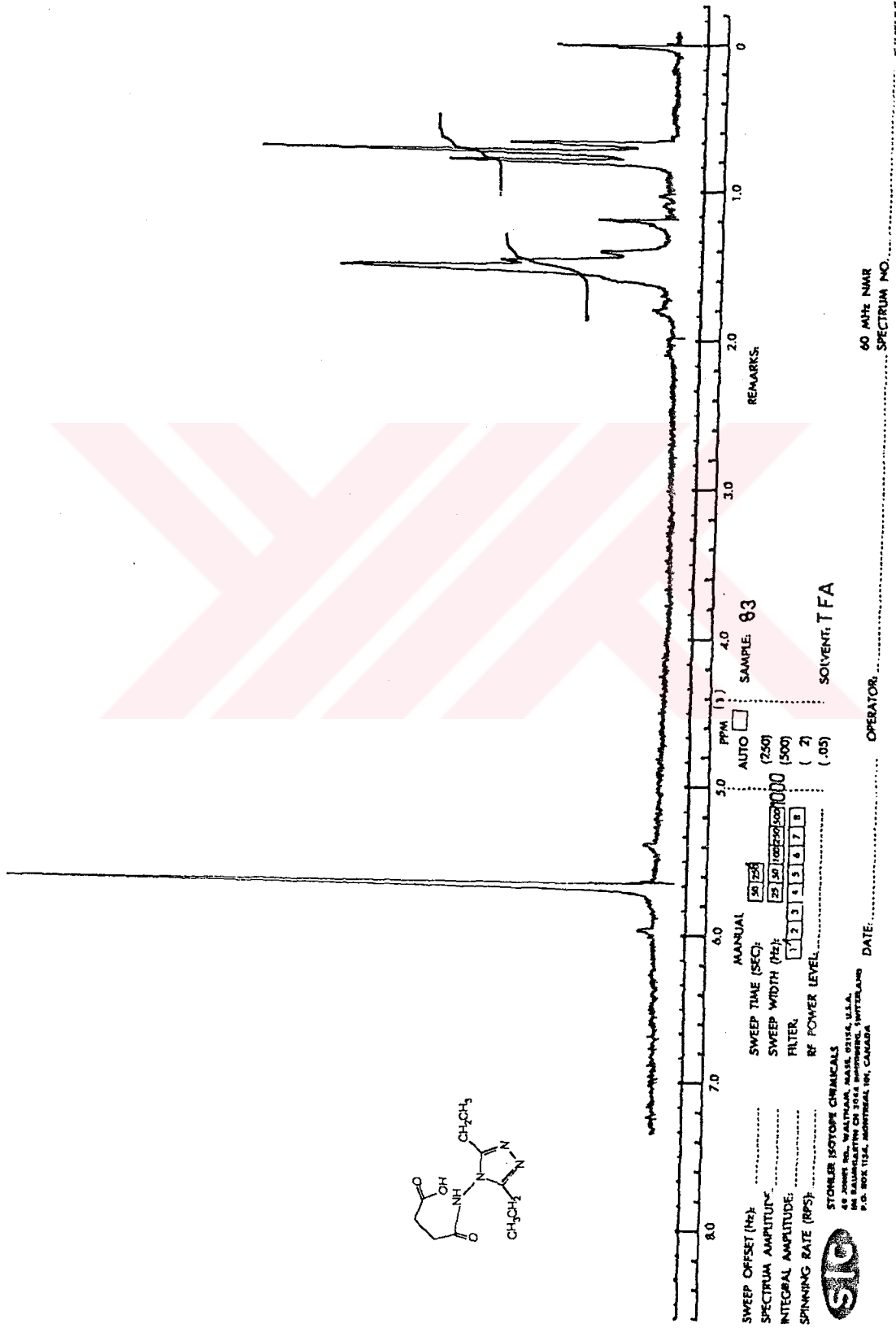
Ek Spektrum 118. 81 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



Ek Spektrum 119. 83 Bileşiminin IR Spektrumu

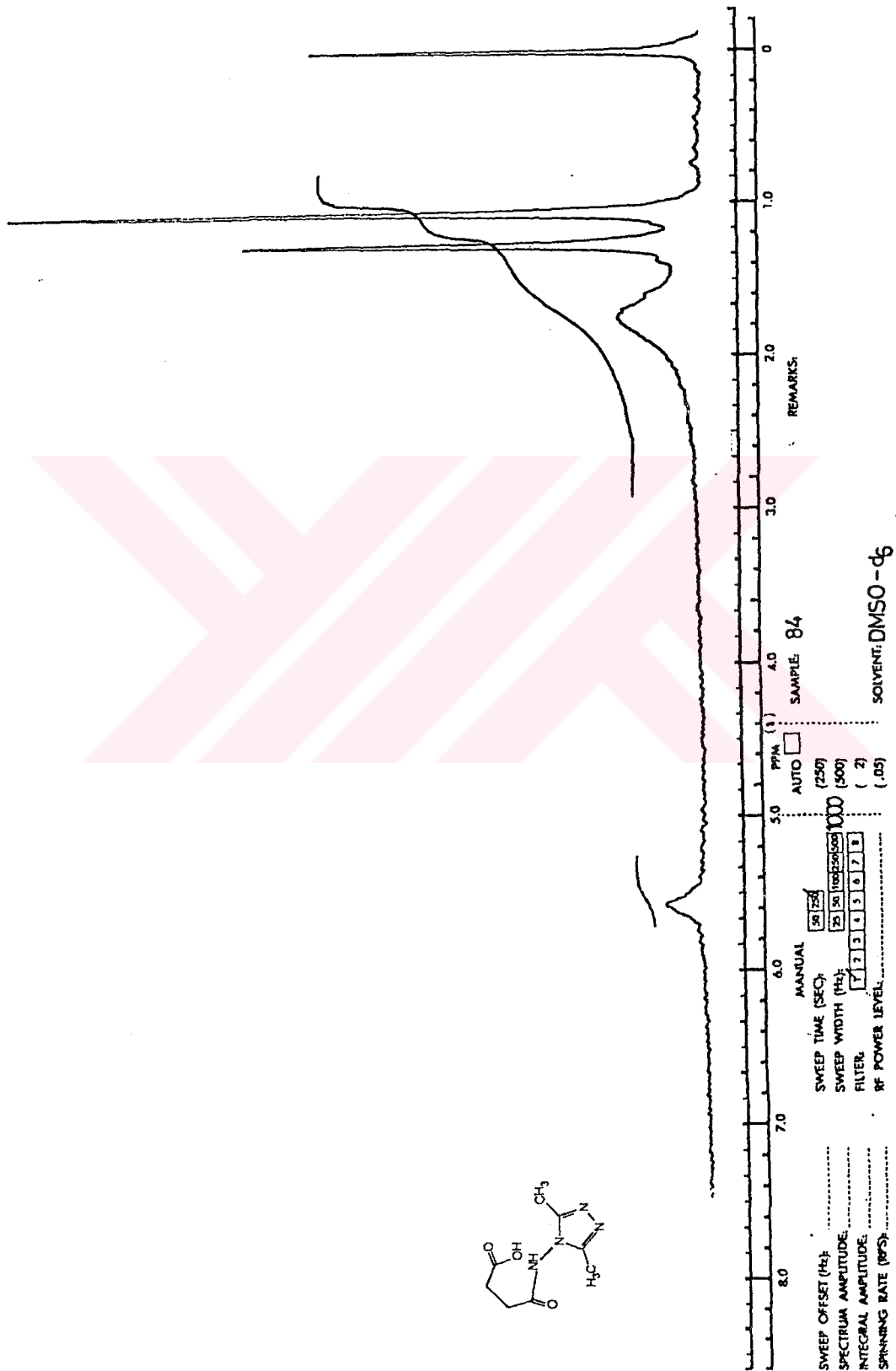
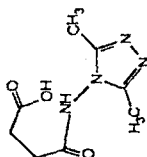


Ek Spektrum 120. 83 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



STONER ISOTOPE CHEMICALS
 49 JONES RD. WALTHAM, MASS 01981, U.S.A.
 88 SALMAGLÉRYN CH 3014, CHAMBRÉ, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1124, MONTREAL 101, CANADA

Ek Spektrum 121. 83 Bileşiginin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



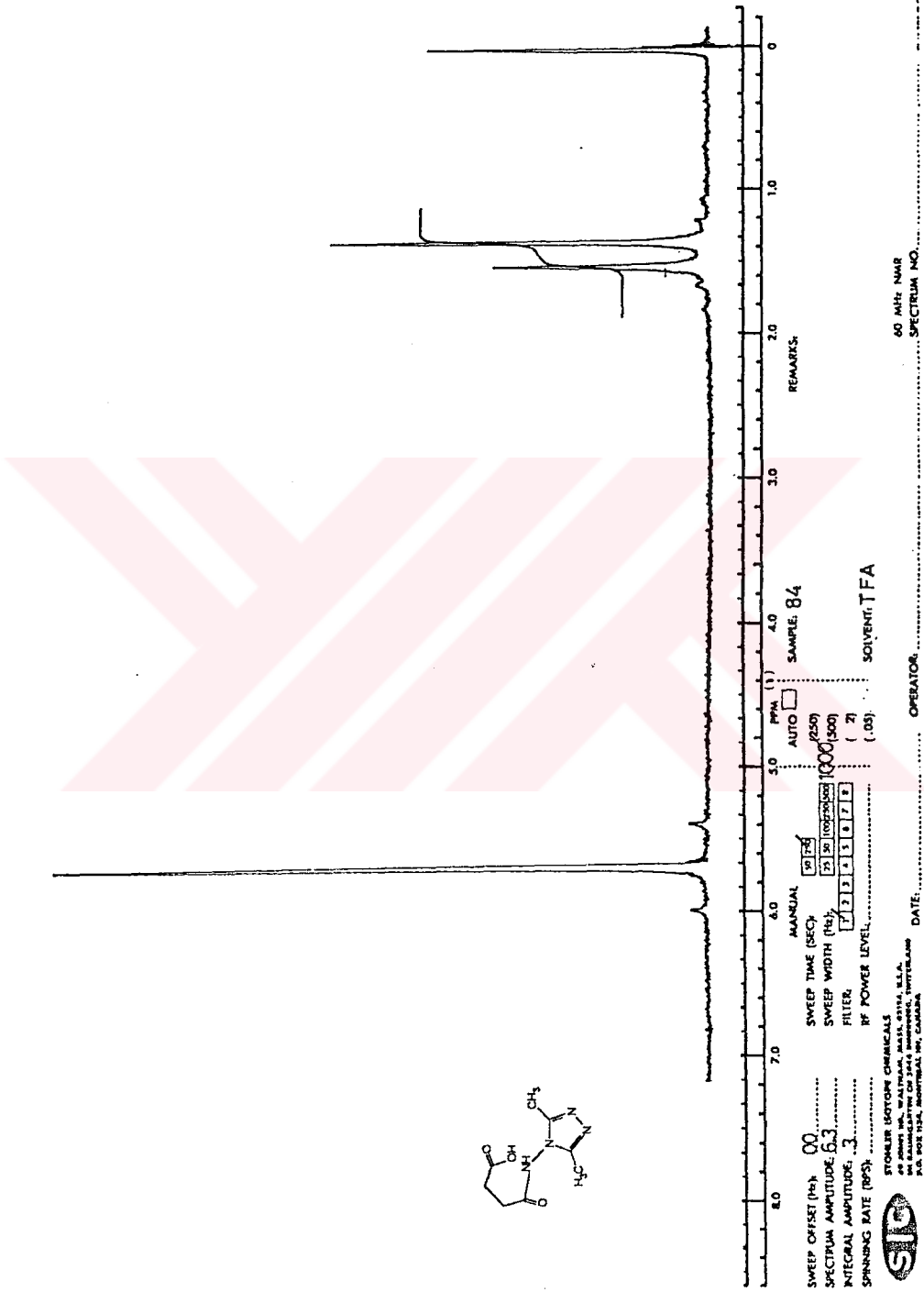
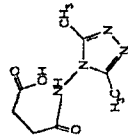
SWEEP OFFSET (Hz)
 SWEEP TIME (SEC) 56 (250)
 SPECTRUM AMPLITUDE 25 (500)
 INTEGRAL AMPLITUDE 100 (500)
 SPINNING RATE (RPS) 7333 (2)
 RF POWER LEVEL 000 (.05)

MANUAL AUTO SAMPLE: 84
 SOLVENT: DMSO-d₆

STORER ISOTOPE CHEMICALS
 4800 JAMES ST., WILMINGTON, DELAWARE, U.S.A.
 P.O. BOX 1154, MONTREAL 101, CANADA

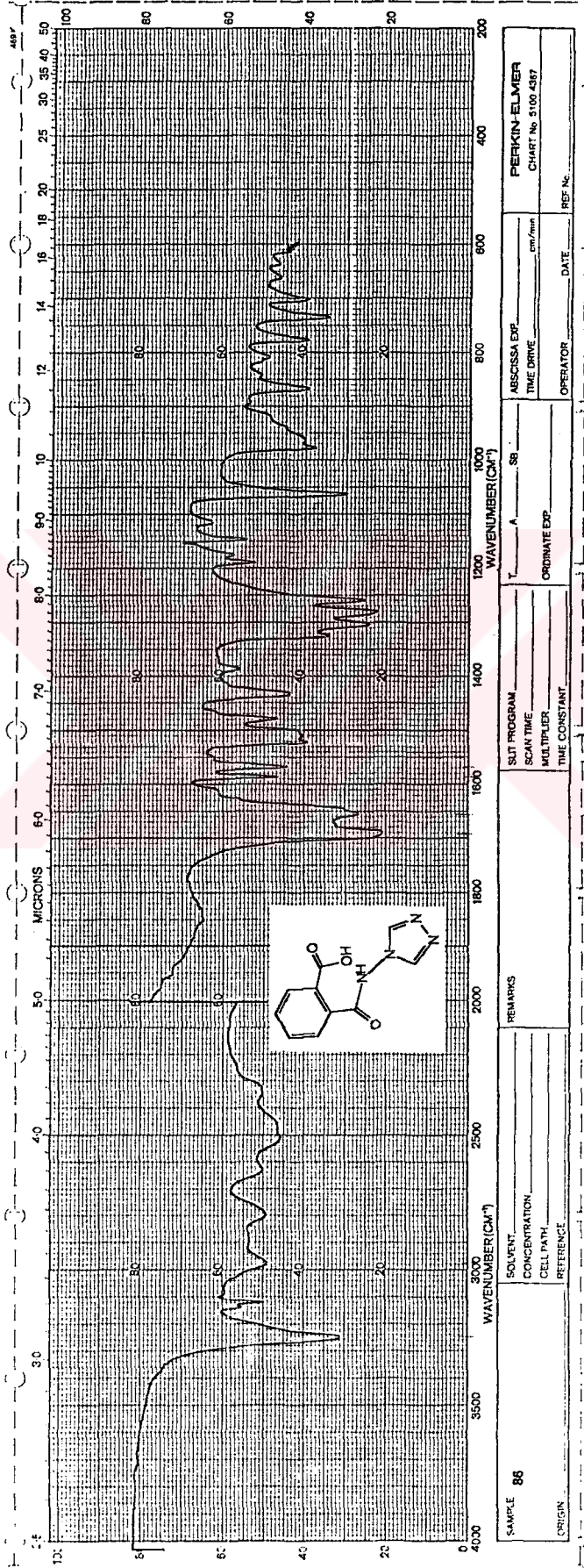
OPERATOR: DATE:
 60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

Ek Spektrum 123. 84 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

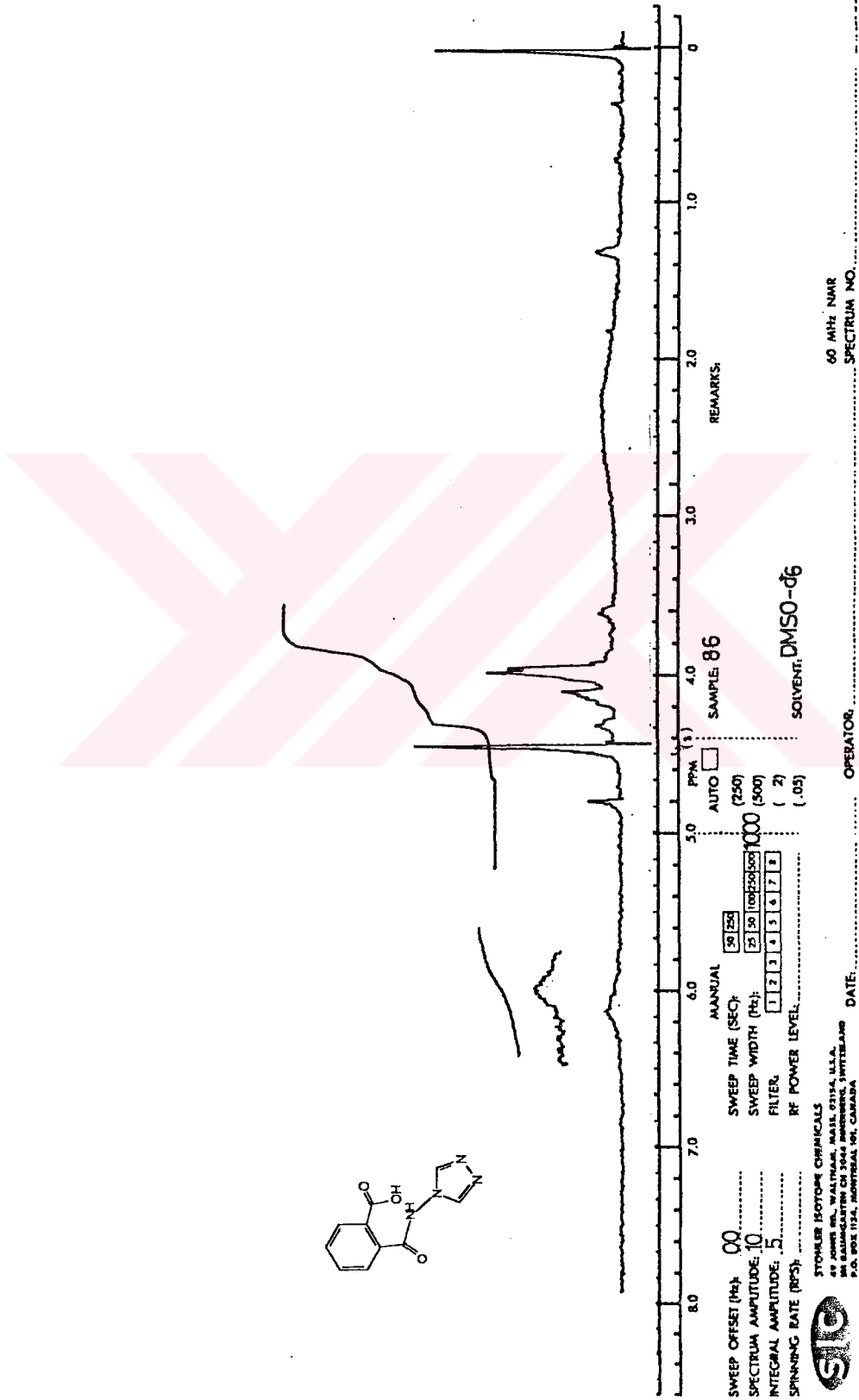
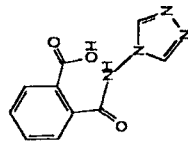


Ek Spektrum 124. 84 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu

E.C. YUKSEKÖZETİMİNİN
DOKÜMANIYON MEKKEZİ



Ek Spektrum 125. 86 Bileşiminin IR Spektrumu



SWEEP OFFSET (Hz) 00
 SPECTRUM AMPLITUDE 10
 INTEGRAL AMPLITUDE .5
 SPINNING RATE (RPS)

MANUAL AUTO
 SWEEP TIME (SEC) 20 250
 SWEEP WIDTH (Hz) 25 30 100 250 500
 FILTER 1 2 3 4 5 6 7 8
 RF POWER LEVEL (.05)

REMARKS

SAMPLE 86

SOVENT: DMSO-d6



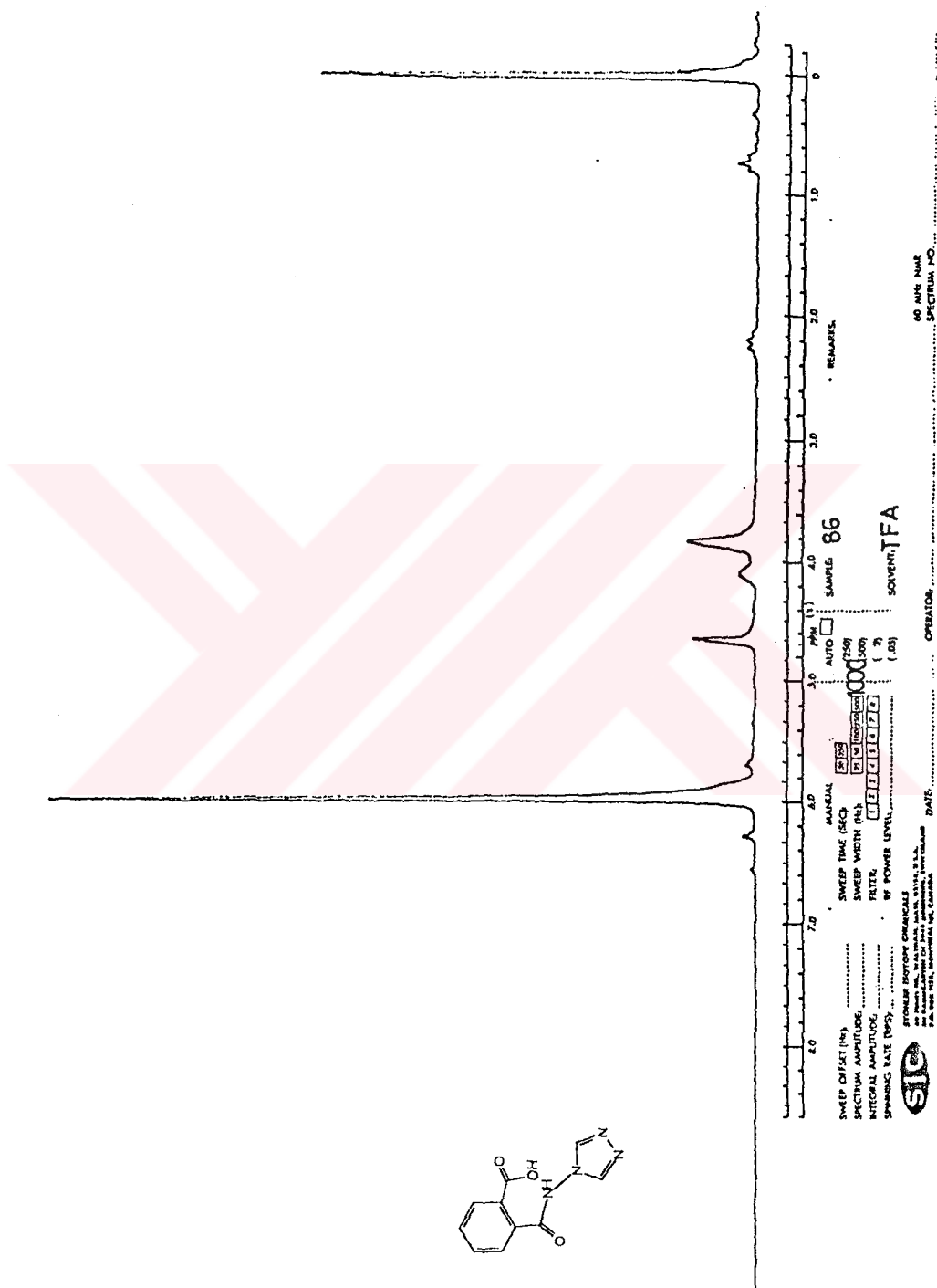
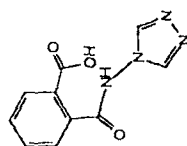
STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 87 JONES RD., WALTHAM, MASS 02154, U.S.A.
 88 SAUMERSTR. CH 3004 JONGNEN, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1134, MONTREAL, PQ, CANADA

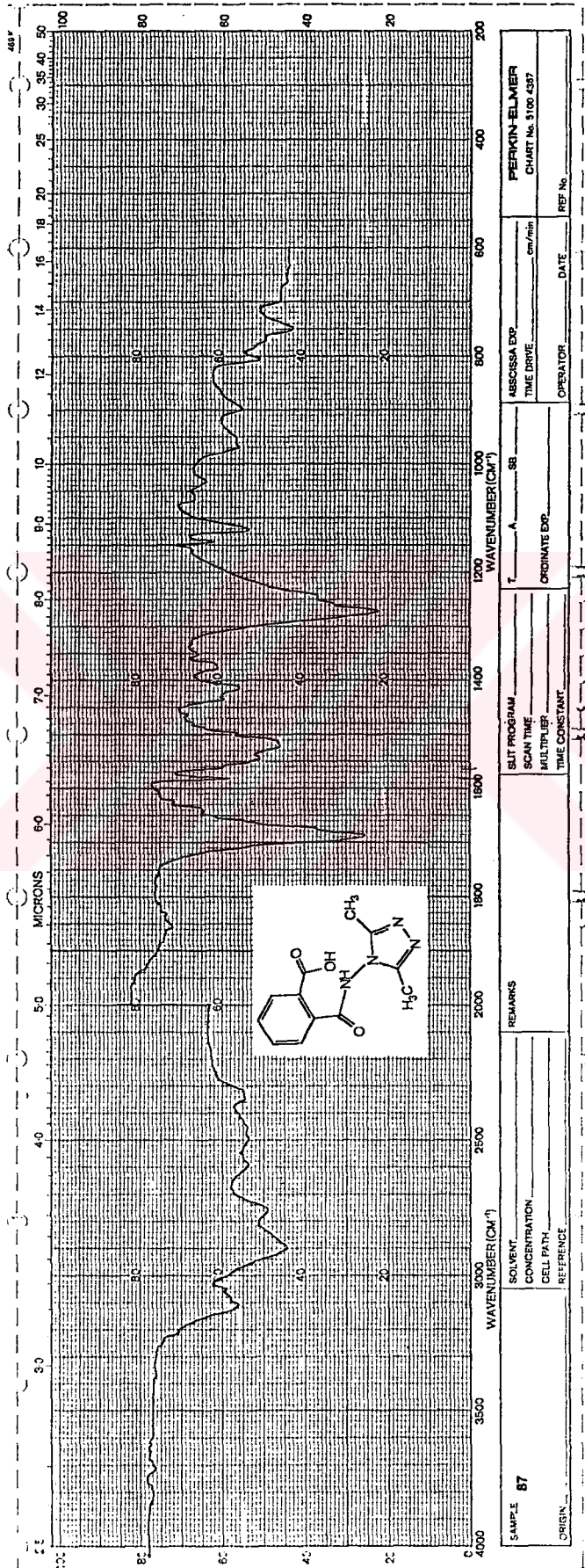
DATE:

OPERATOR:

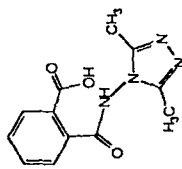
60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

Ek Spektrum 126. 86 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu


 Ek Spektrum 127. 86 Bileşiminin ^1H NMR (TFA) Spektrumu



Ek Spektrum 128. 87 Bileşiminin IR Spektrumu



REMARKS: 60 MHz NMR SPECTRUM NO. _____

PPM (1) 5.0 6.0 7.0 8.0

MANUAL AUTO SAMPLE 87

SWEEP TIME (SEC): 36 (25) SOLENT: DMSO-d6

SPECTRUM AMPLITUDE: 25 (50) (250)

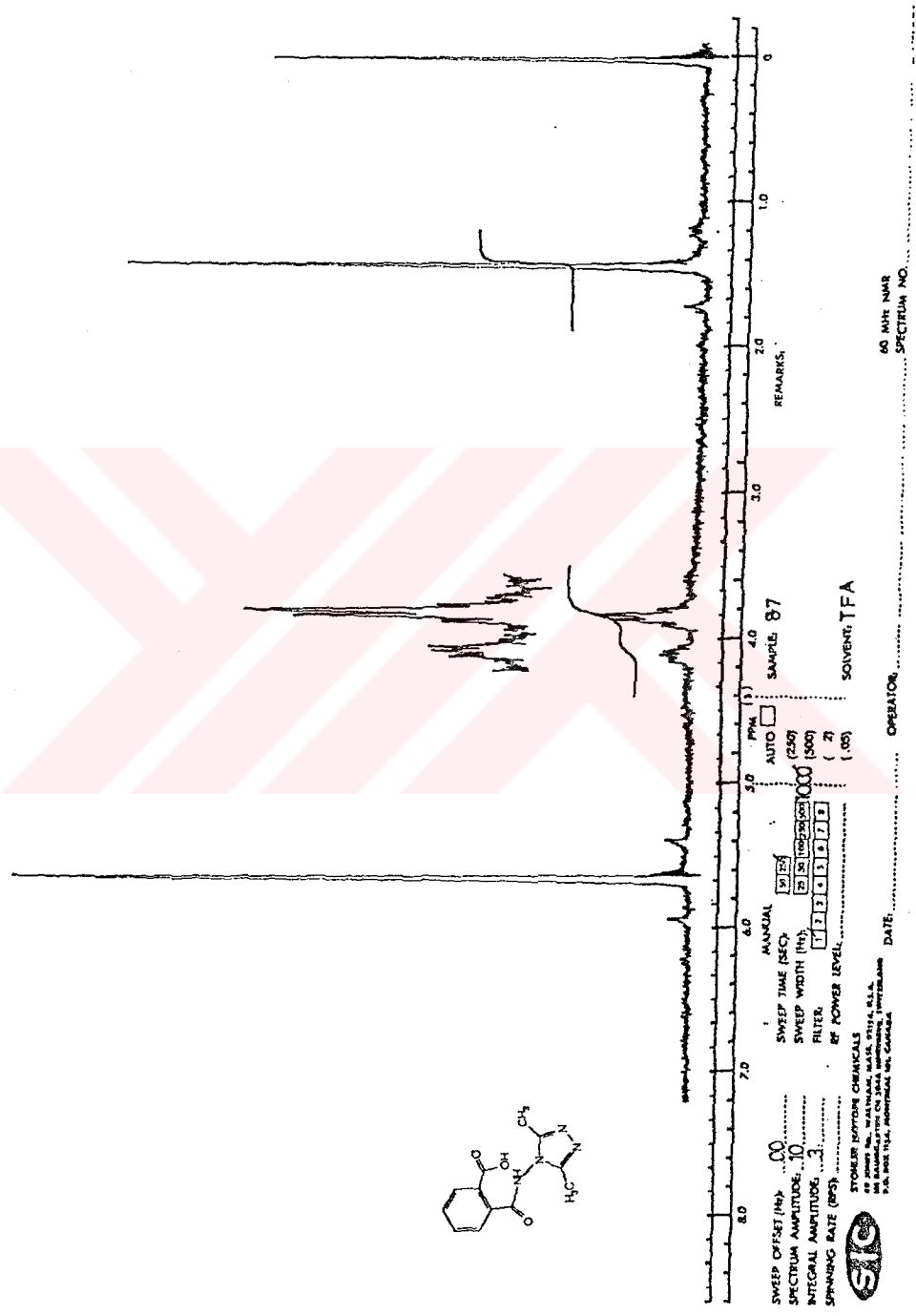
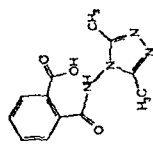
INTEGRAL AMPLITUDE: 1000 (500)

SPINNING RATE (RPS): 1 2 3 4 5 6 7 8 (2) (.05)

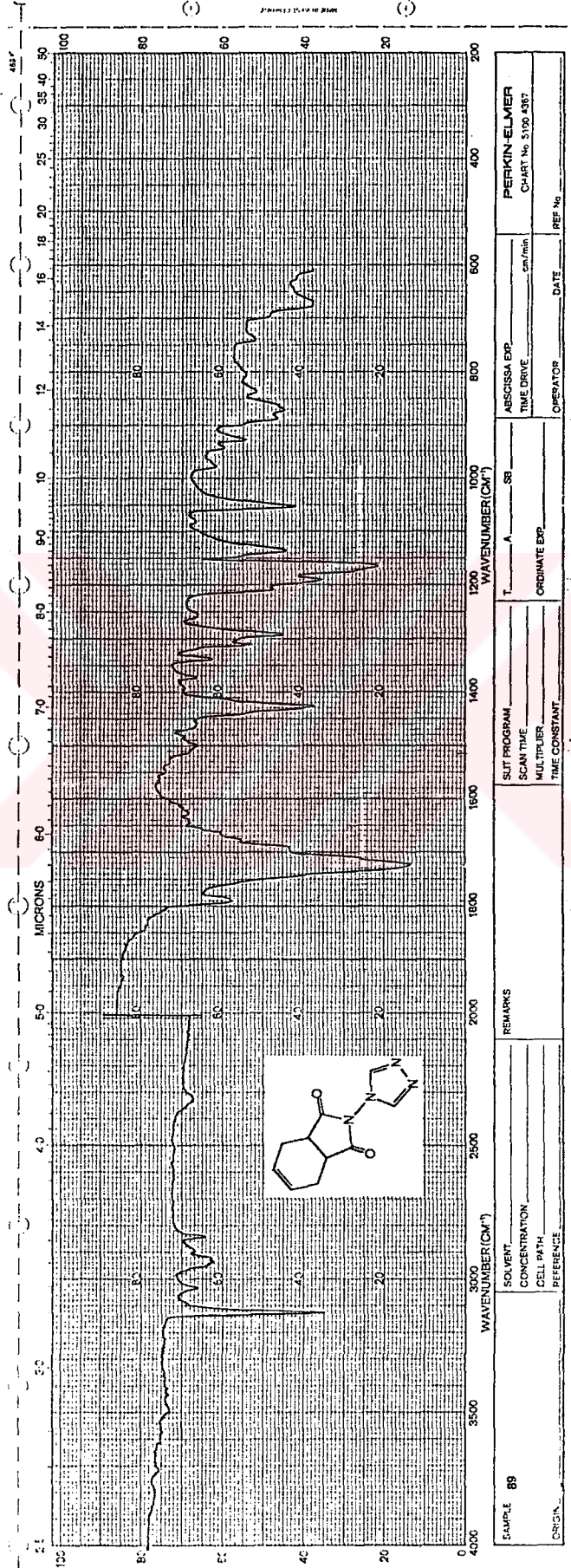
RF POWER LEVEL: _____ OPERATOR: _____ DATE: _____

STORER ISOTOPE CHEMICALS
 80 JONES RD., WALTHAM, MASS. 01974, U.S.A.
 80 KUNGLIGEN CH 3044 GROSSEPO, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1184, MONTREAL, PQ, CANADA

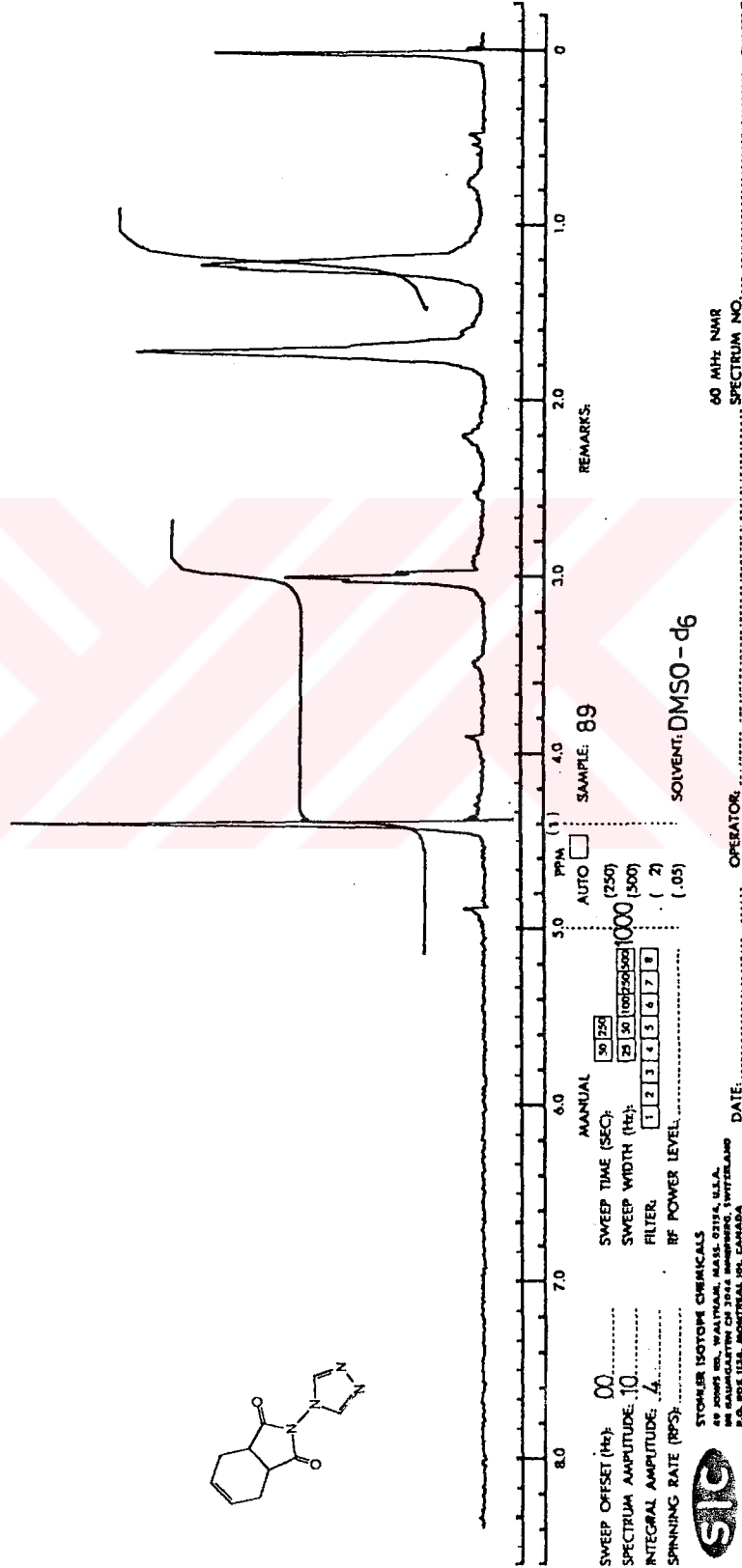
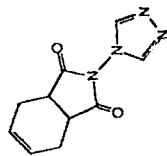
Ek Spektrum 129. 87 Bileşginin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Spektrum 130. 87 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu

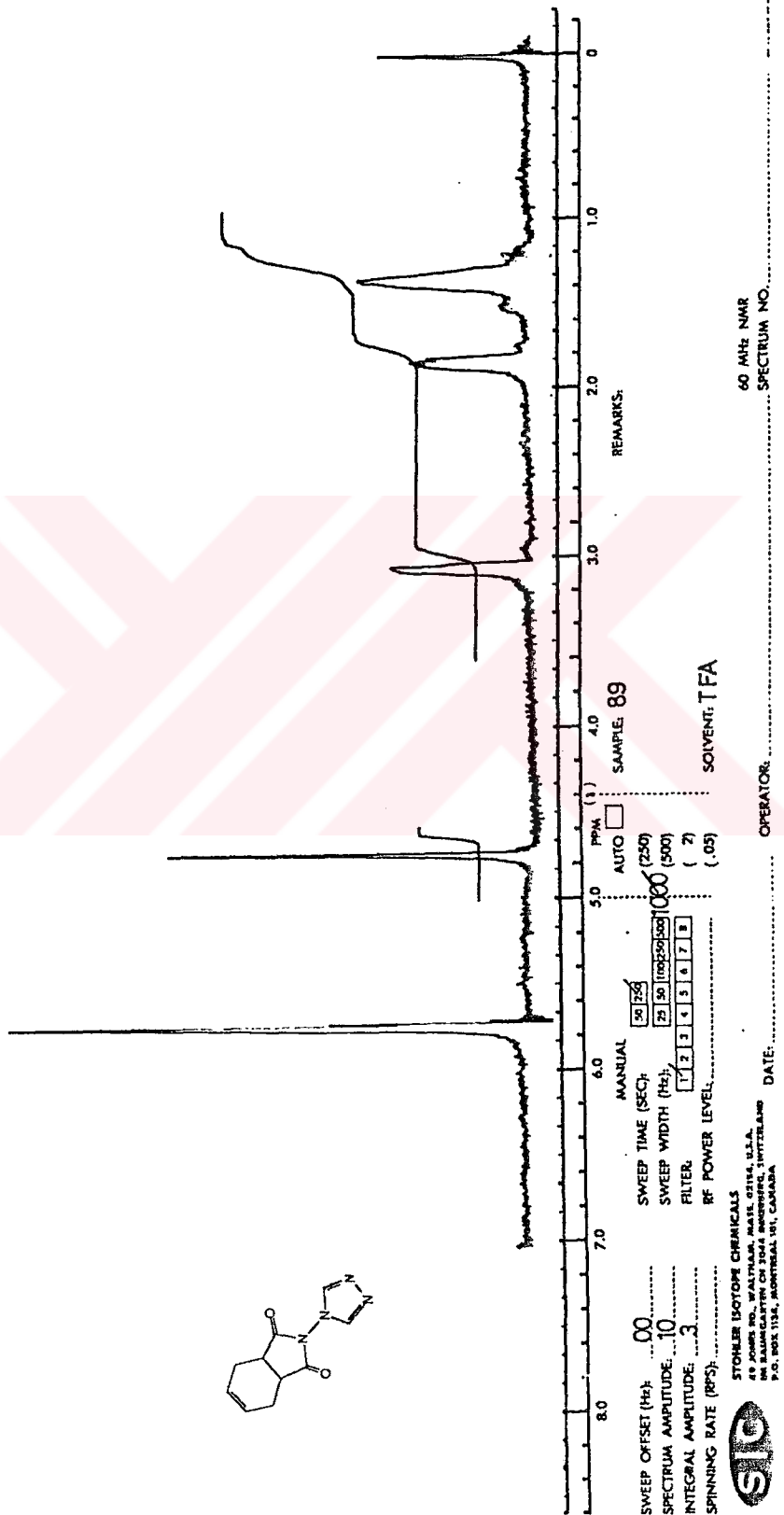
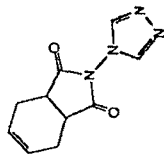


Ek Spektrum 131. 89 Bileşiminin IR Spektrumu

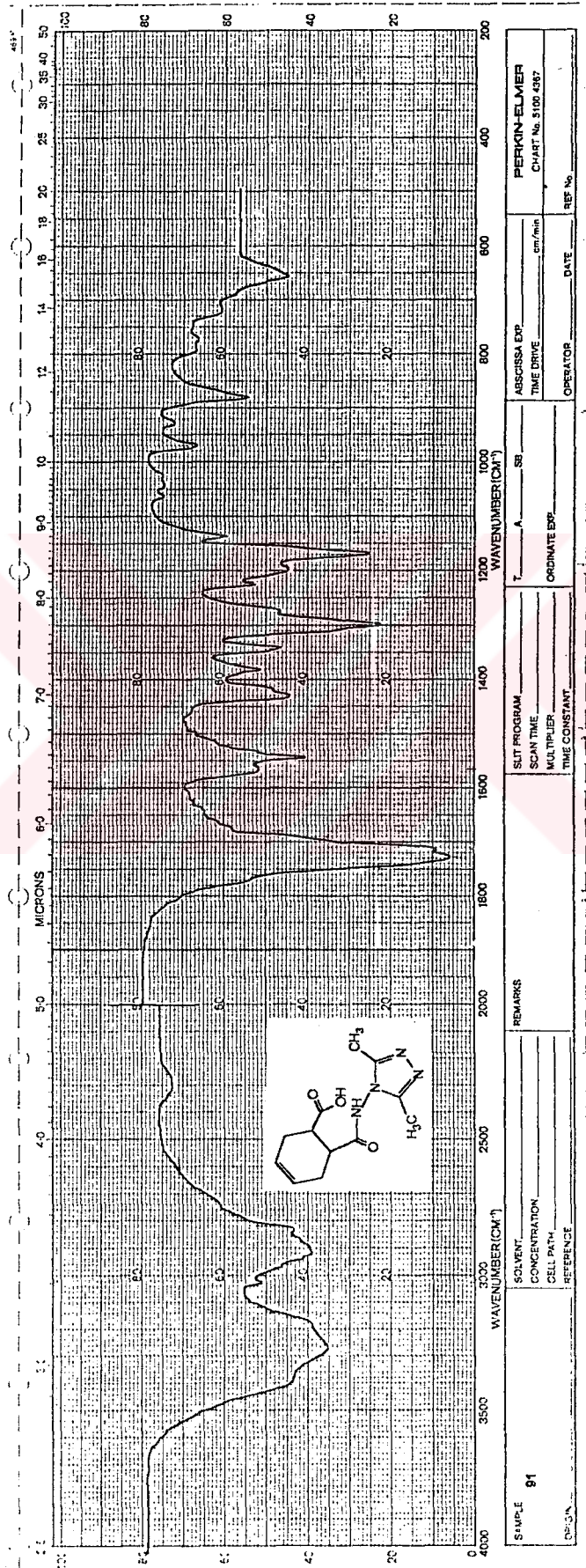


STOKER ISOTOP CHEMICALS
 49 JONES RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 18 SAUGELSTEIN CH 3044 MORGINS, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1154, MONTREAL 104, CANADA

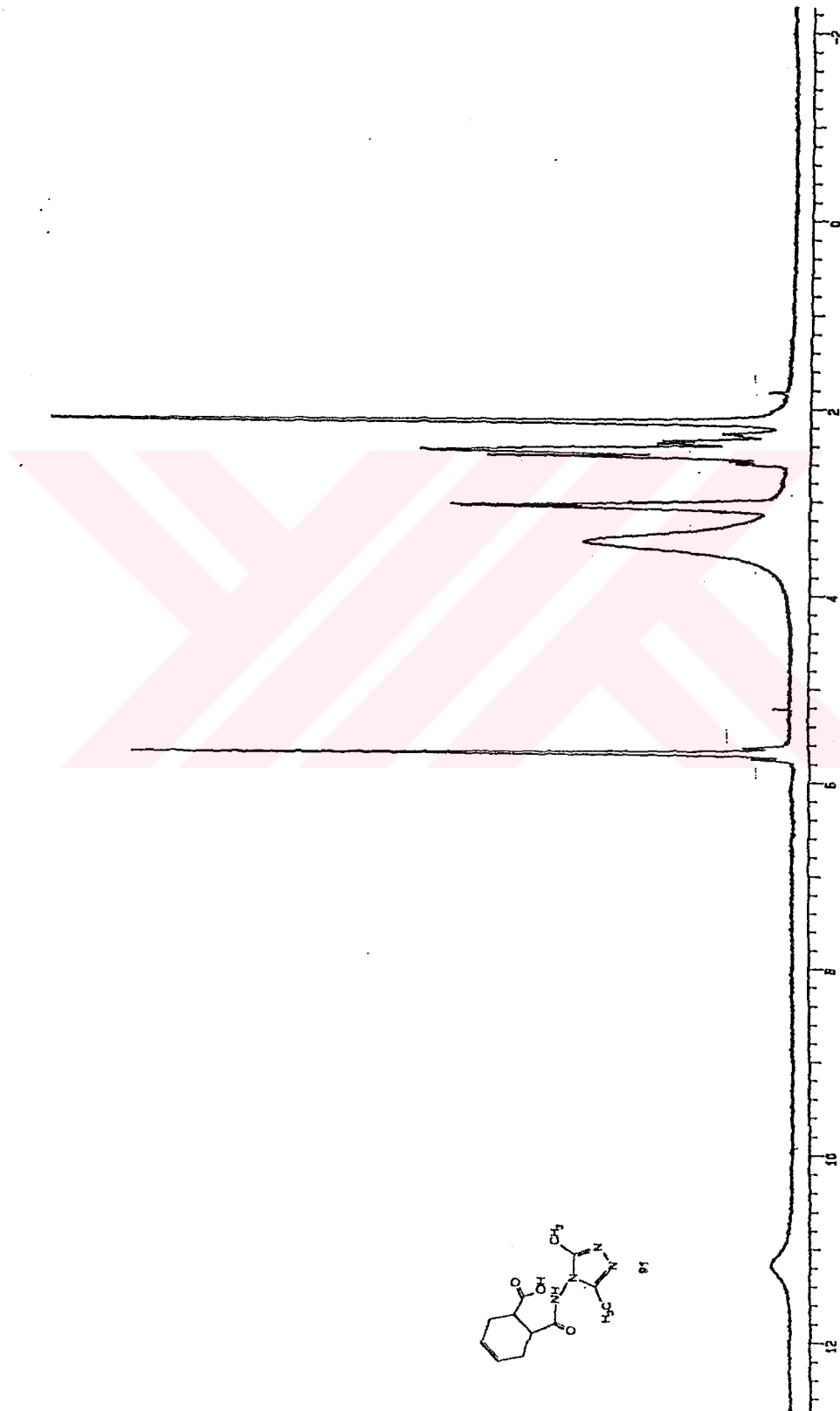
Ek Spektrum 132. 89 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

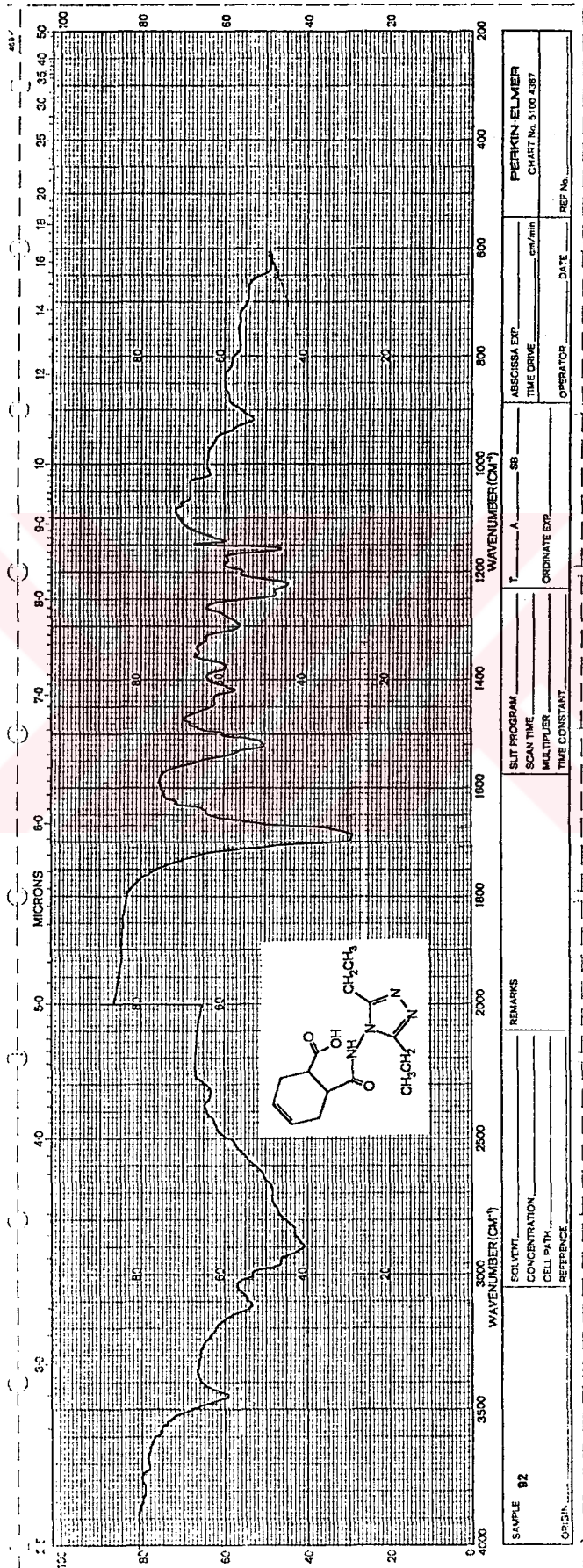


Ek Spektrum 133. 89 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu

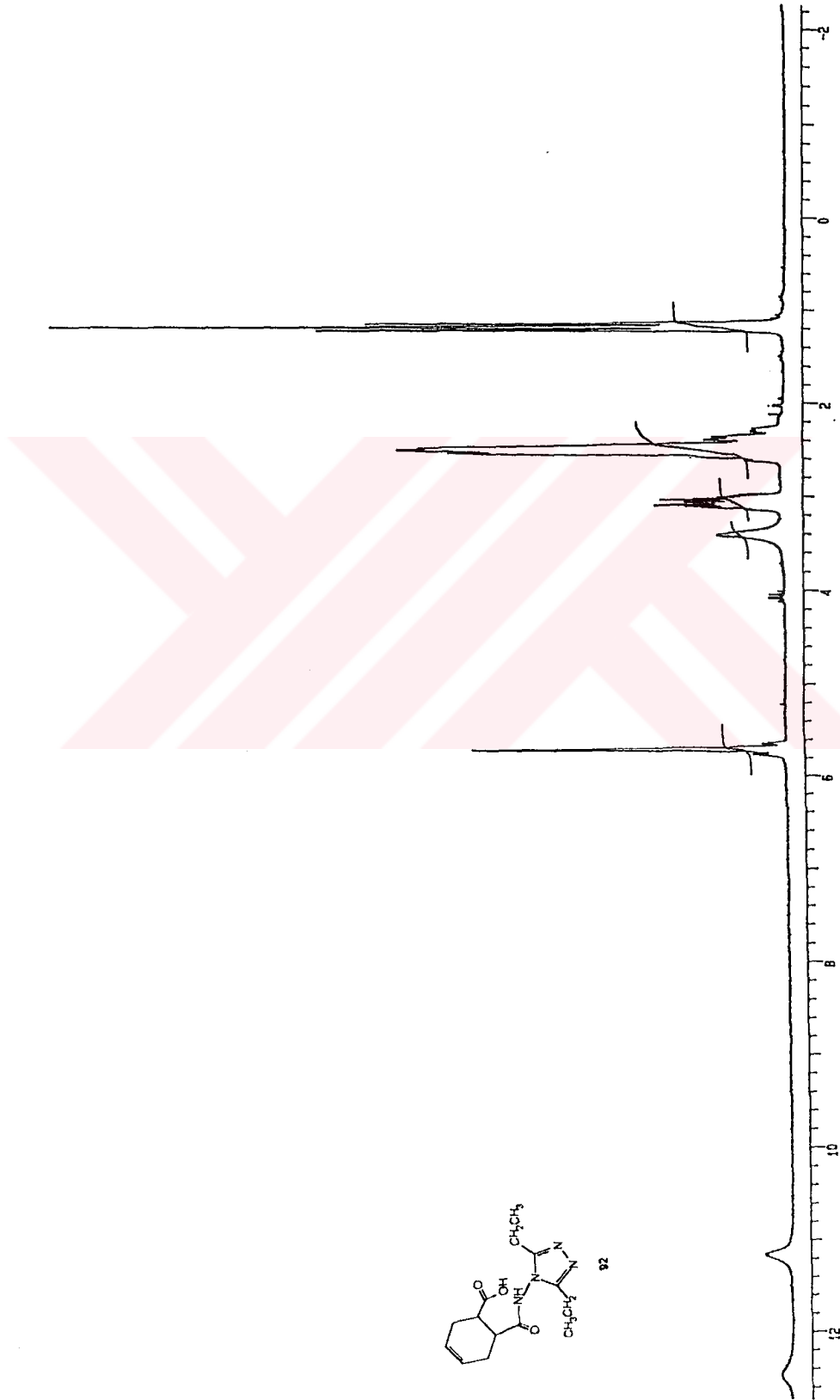


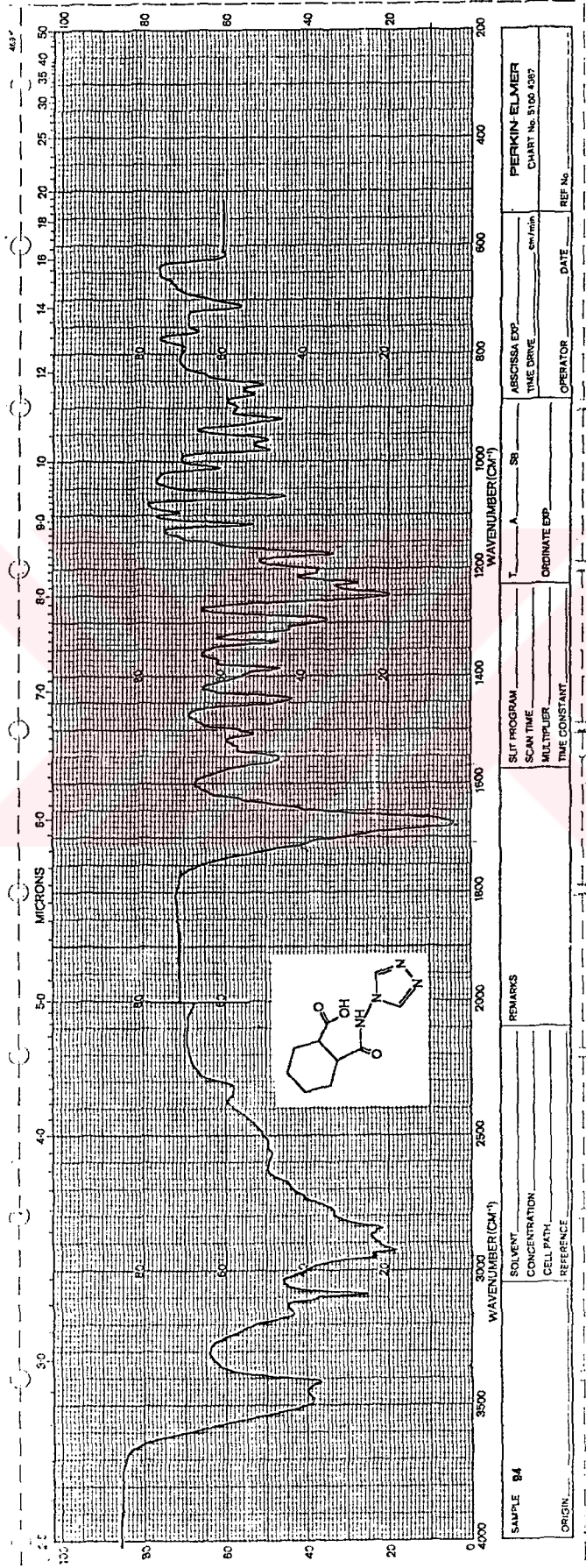
Ek Spektrum 134. 91 Bileşğinin IR Spektrumu

Ek Spektrum 135. 91 Bileşiginin ^1H NMR (DMSO-d_6) Spektrumu

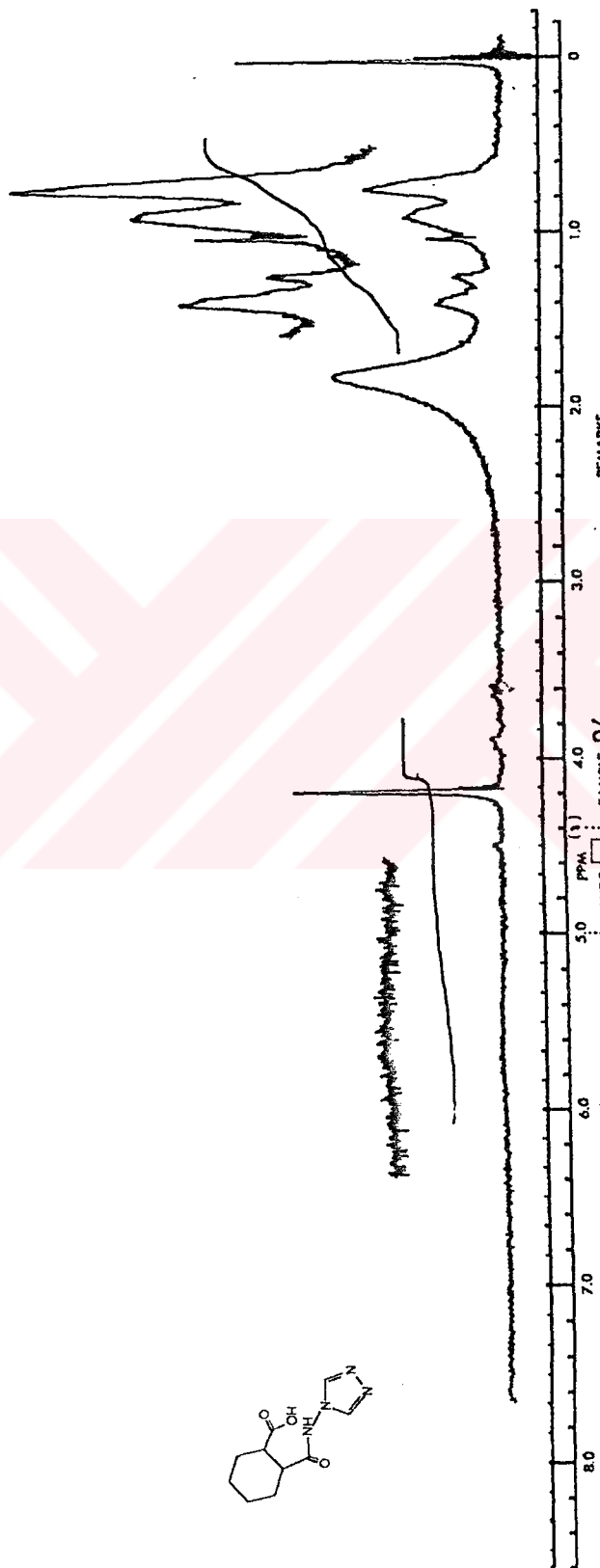
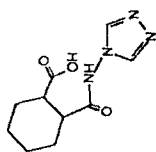


Ek Spektrum 137. 92 Bileşiminin IR Spektrumu

Ek Spektrum 138. 92 Bileşiminin ^1H NMR (DMSO-d_6) Spektrumu



Ek Spektrum 140. 94 Bileşiminin IR Spektrumu

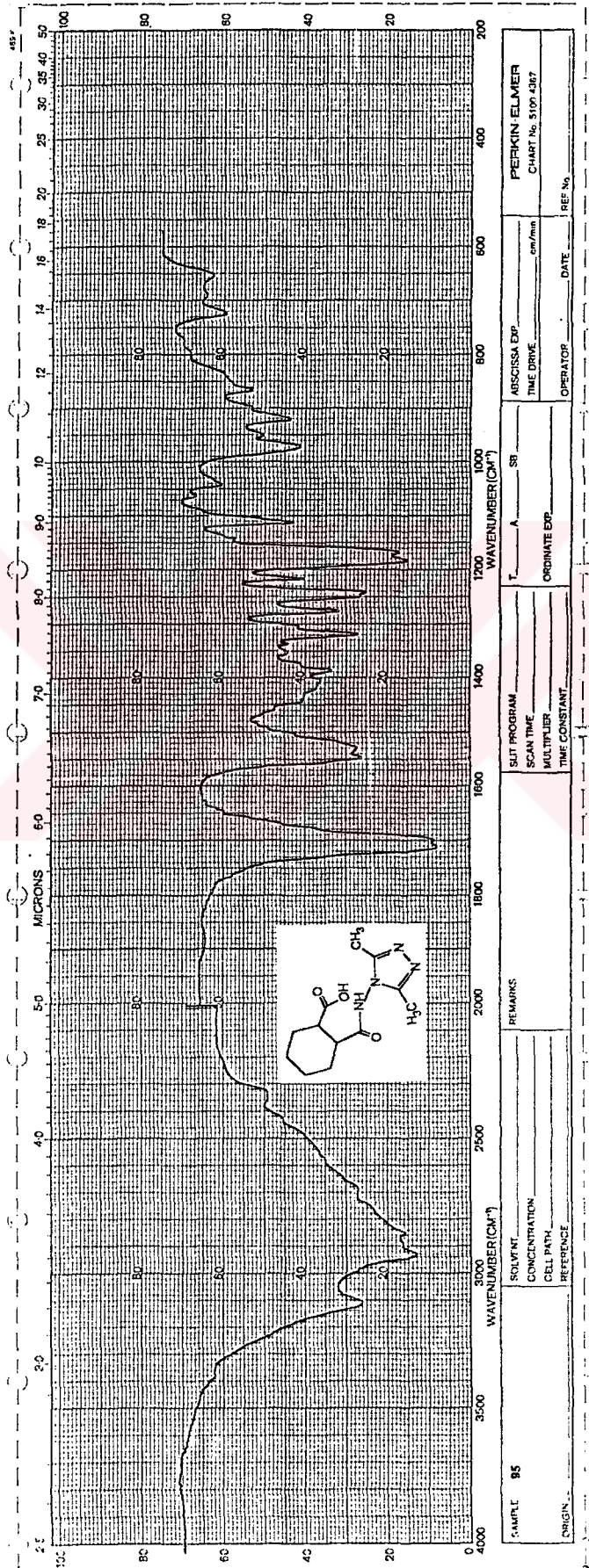


SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL AUTO REMARKS:
 SWEEP TIME (SEC): 50 (25)
 SWEEP WIDTH (Hz): 25 (100) (250)
 FILTER: 1 2 3 4 5 6 7 8 (1) (2)
 RF POWER LEVEL: (0.05)
 SAMPLE: 94
 SOLVENT: DMSO-d₆
 OPERATOR:
 DATE:
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.

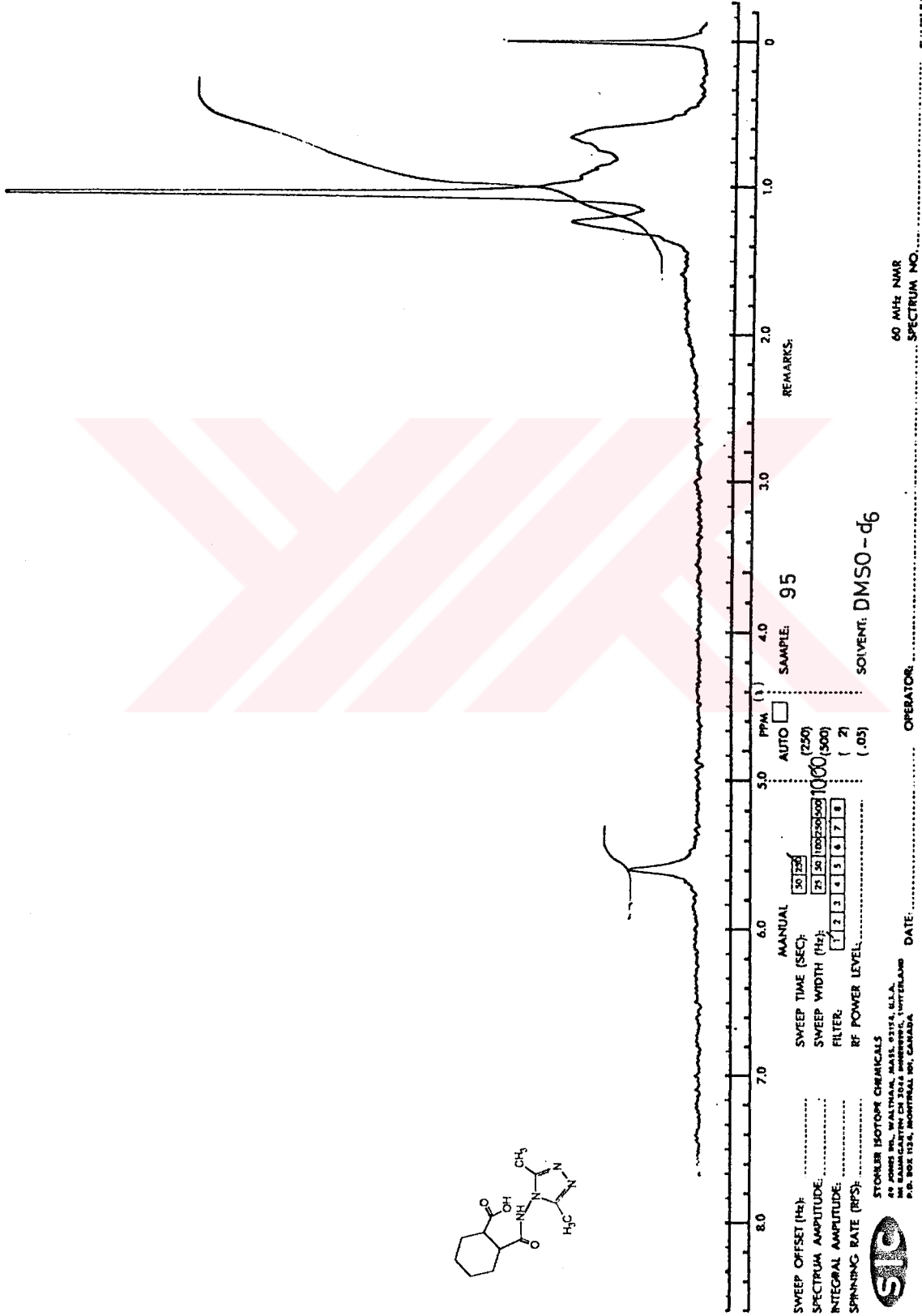
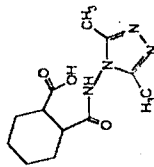


STOHLER ISOTOPE CHEMICALS
 49 JONES RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 18 SAUBERGARTEN CH 3044 MÖRPHEG, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1124, MONTREAL 101, CANADA

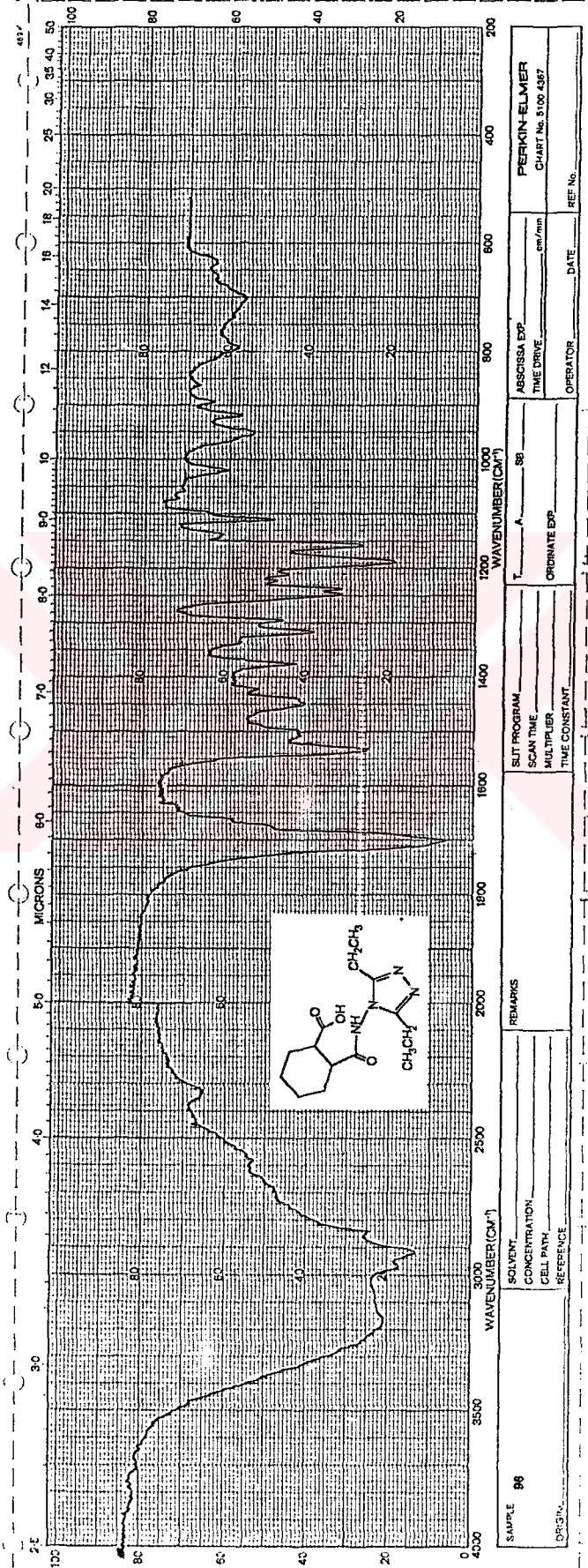
Ek Spektrum 141. 94 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



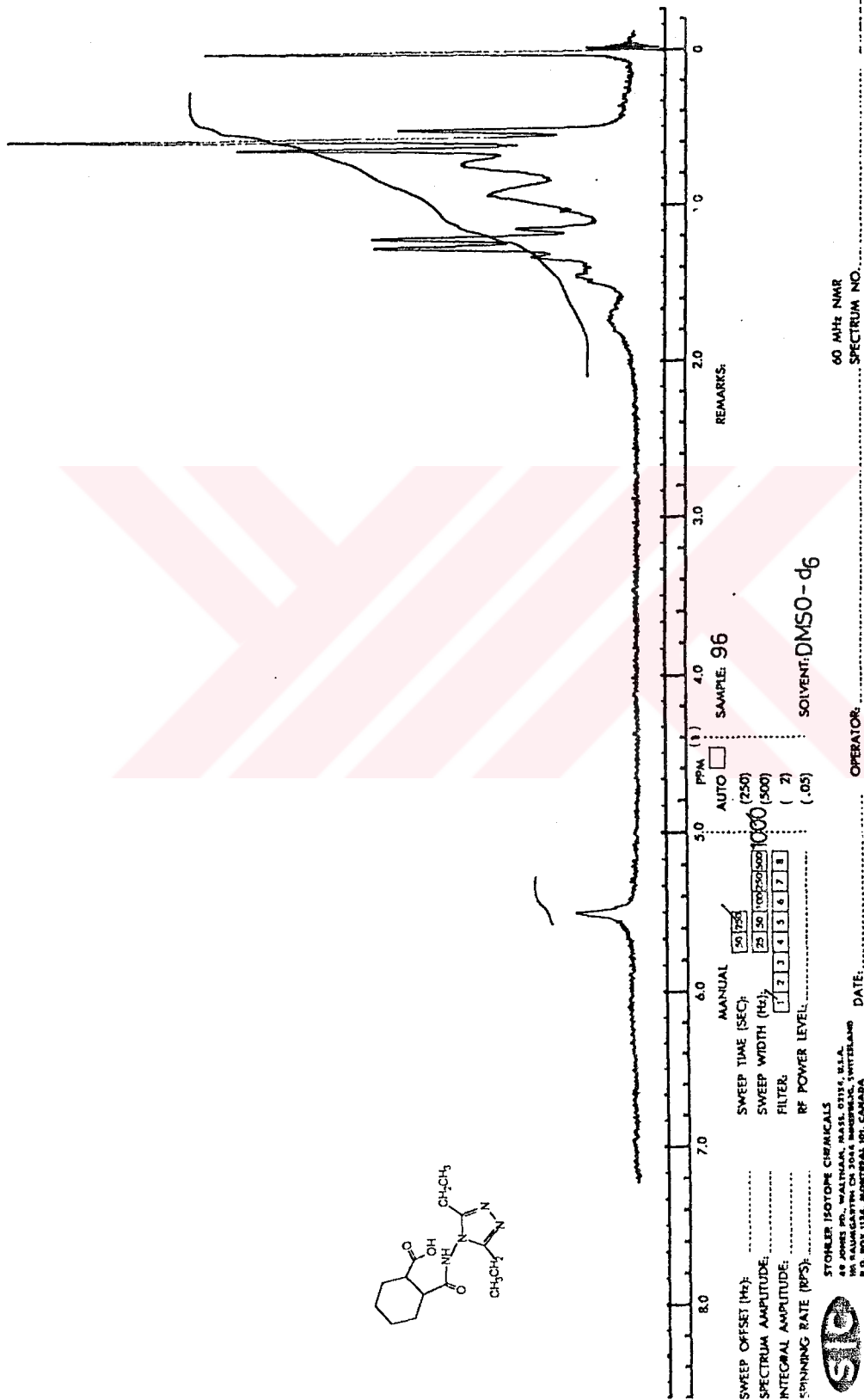
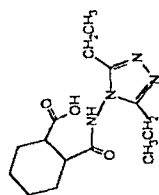
Ek Spektrum 143.95 Bileşiminin IR Spektrumu



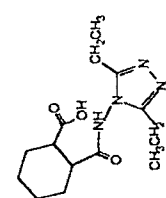
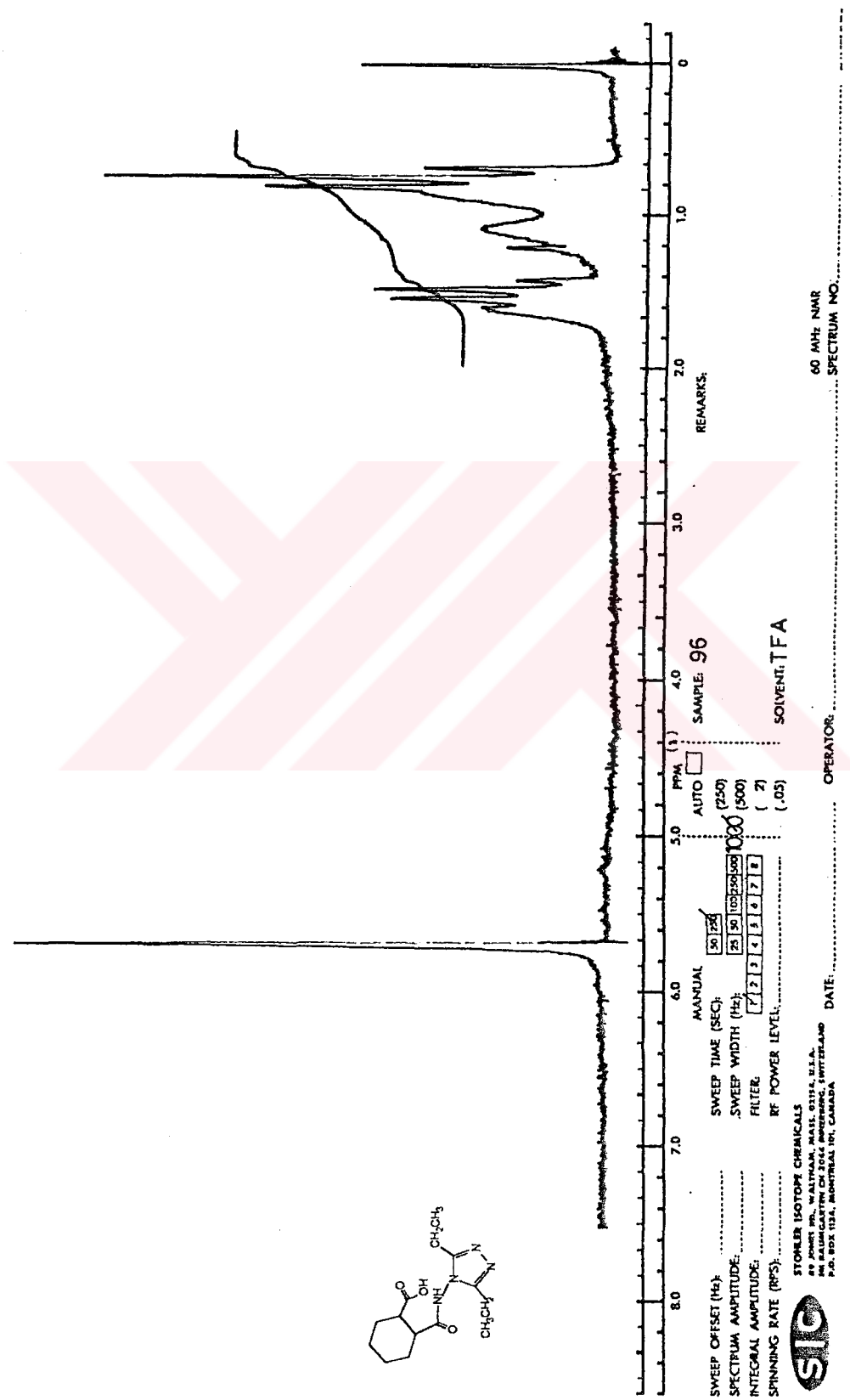
Ek Spektrum 144. 95 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Spektrum 146. 96 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Spektrum 147. 96 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

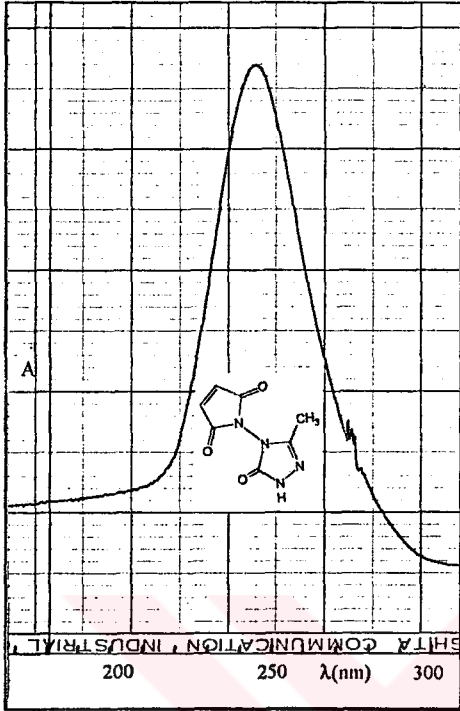


SWEET OFFSET (Hz)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SPINNING RATE (RPS)
 MANUAL AUTO SAMPLE: 96
 SWEEP TIME (SEC): 30 [25] (250)
 SWEEP WIDTH (Hz): 25 [50] (500)
 FILTER: [7] [2] [3] [4] [5] [6] [7] [8] (500)
 RF POWER LEVEL: (.05)
 SOLVENT: TFA
 OPERATOR: DATE:
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.

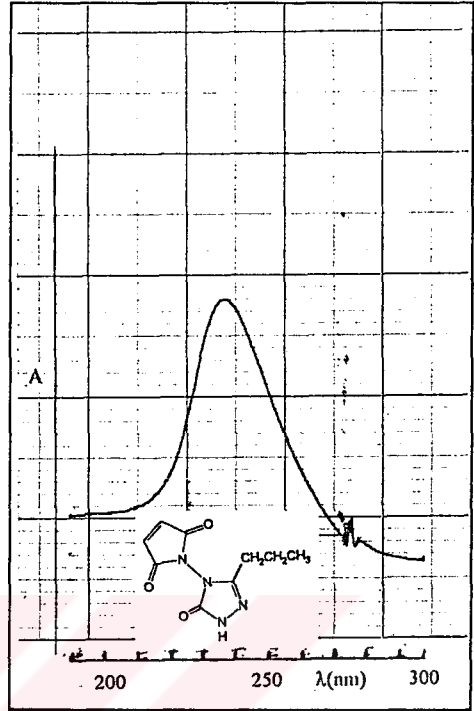


STONER ISOTOPE CHEMICALS
 89 JOHNSTON RD., WALTHAM, MASS. 01154, U.S.A.
 40 BALMIGLIATTO CH 3004 BRENNORE, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1124, MONTREAL 101, CANADA

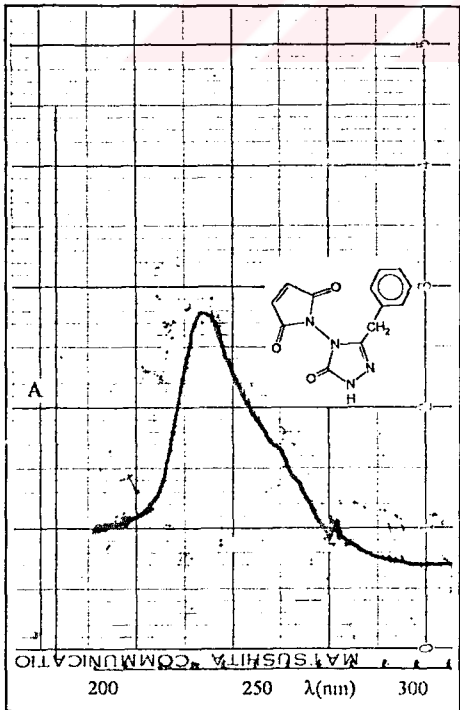
Ek Spektrum 148. 96 Bileşiminin ¹H NMR (TFA) Spektrumu



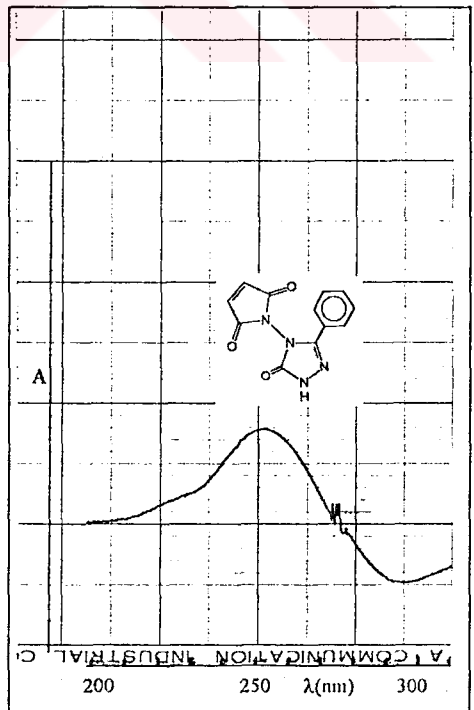
Ek Spektrum 149. 37 Bileşğinin
UV Spektrumu



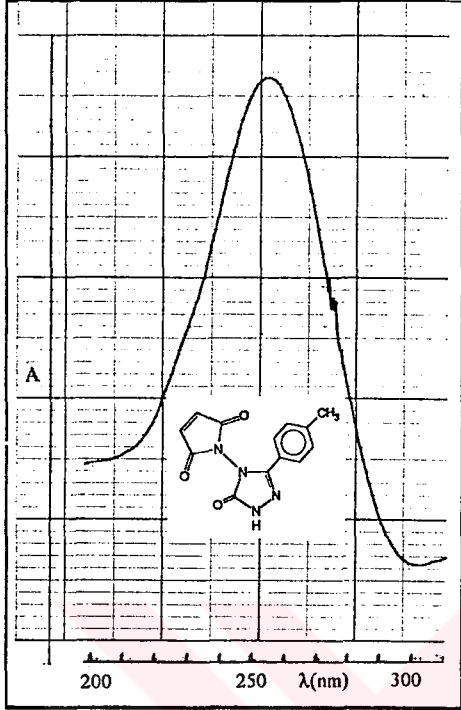
Ek Spektrum 150. 38 Bileşğinin
UV Spektrumu



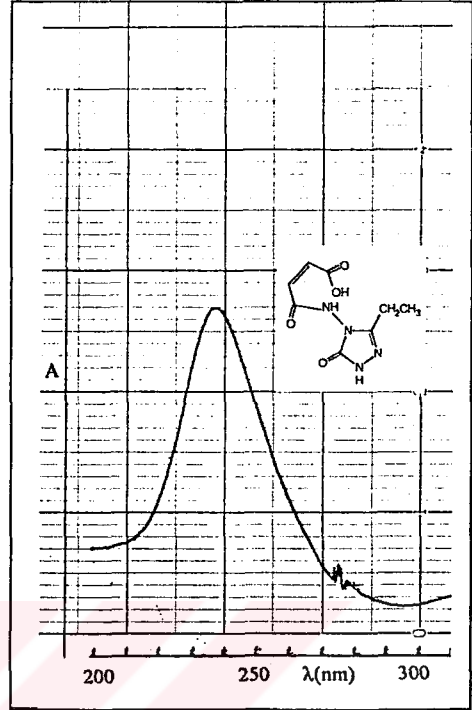
Ek Spektrum 151. 39 Bileşğinin
UV Spektrumu



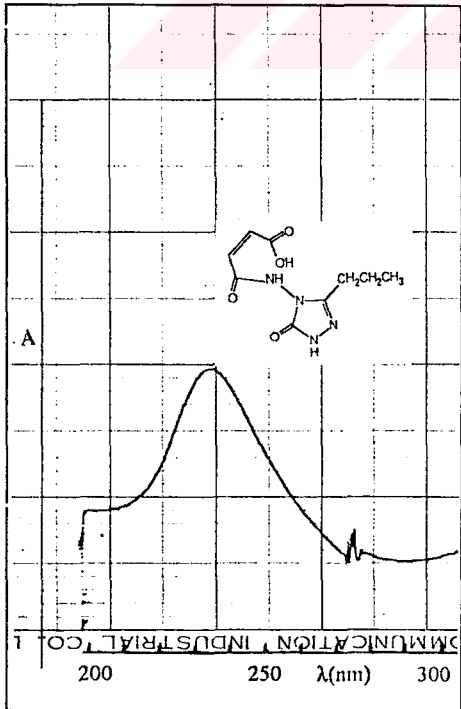
Ek Spektrum 152. 40 Bileşğinin
UV Spektrumu



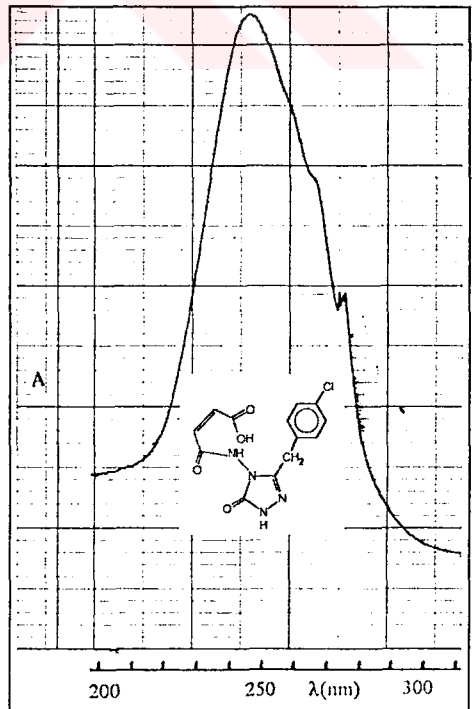
Ek Spektrum 153. 41 Bileşığının
UV Spektrumu



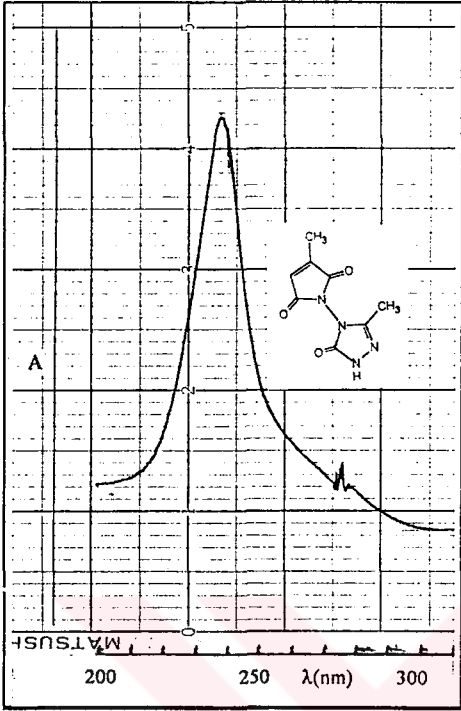
Ek Spektrum 154. 43 Bileşığının
UV Spektrumu



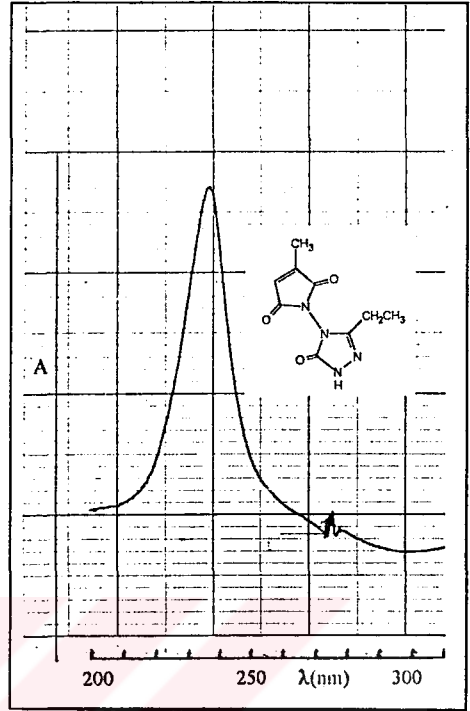
Ek Spektrum 155. 44 Bileşığının
UV Spektrumu



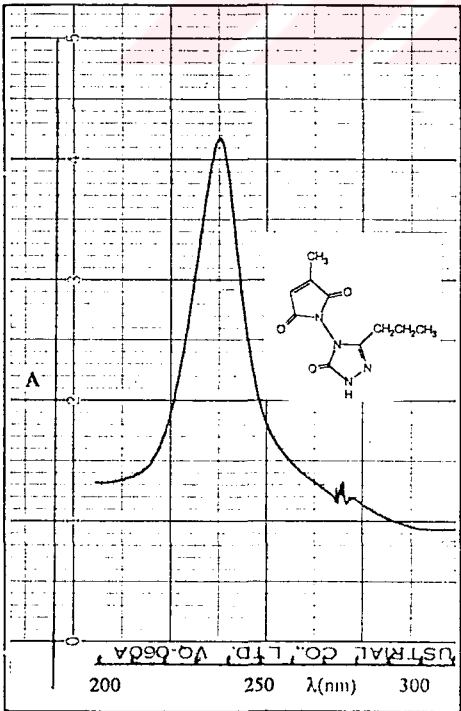
Ek Spektrum 156. 45 Bileşığının
UV Spektrumu



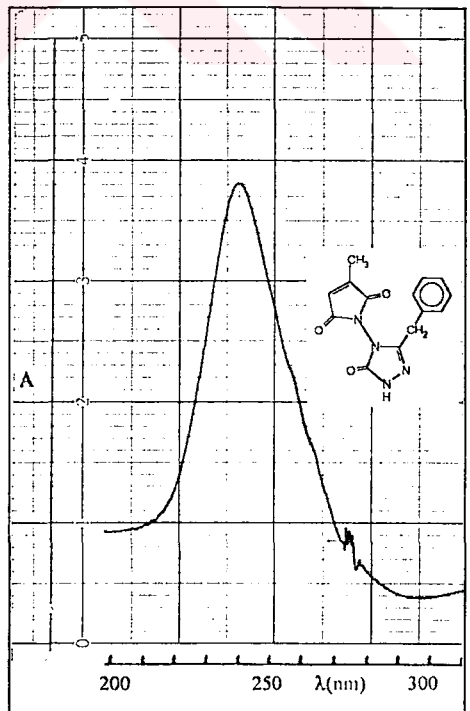
Ek Spektrum 157. 47 Bileşiğinin
UV Spektrumu



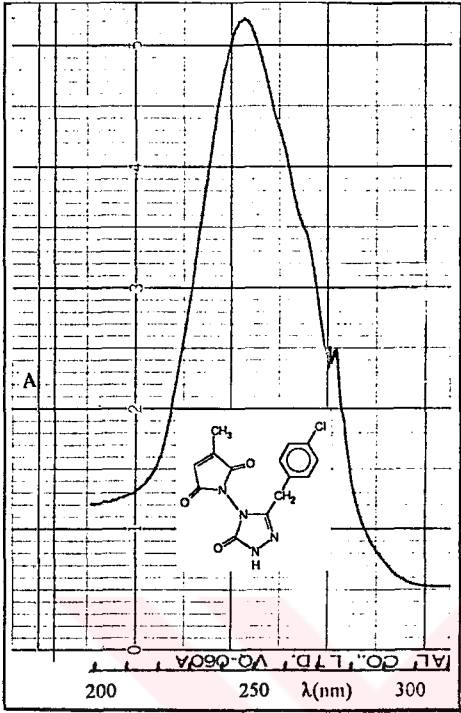
Ek Spektrum 158. 48 Bileşiğinin
UV Spektrumu



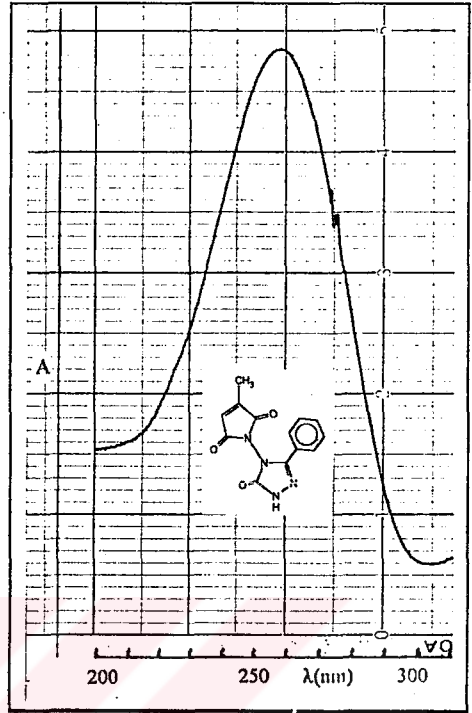
Ek Spektrum 159. 49 Bileşiğinin
UV Spektrumu



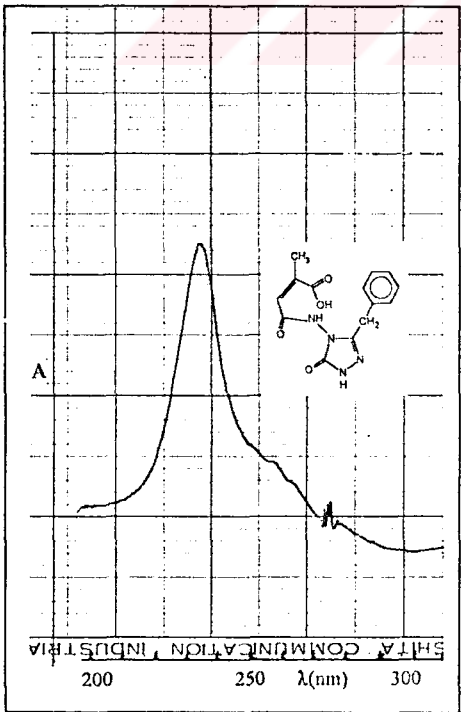
Ek Spektrum 160. 50 Bileşiğinin
UV Spektrumu



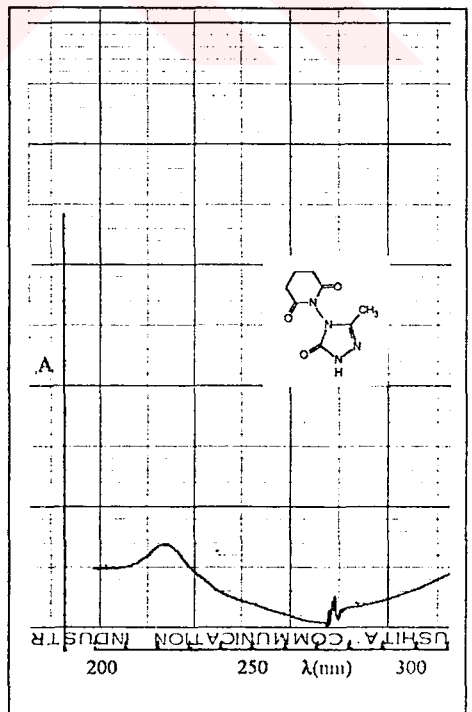
Ek Spektrum 161. 51 Bileşğinin
UV Spektrumu



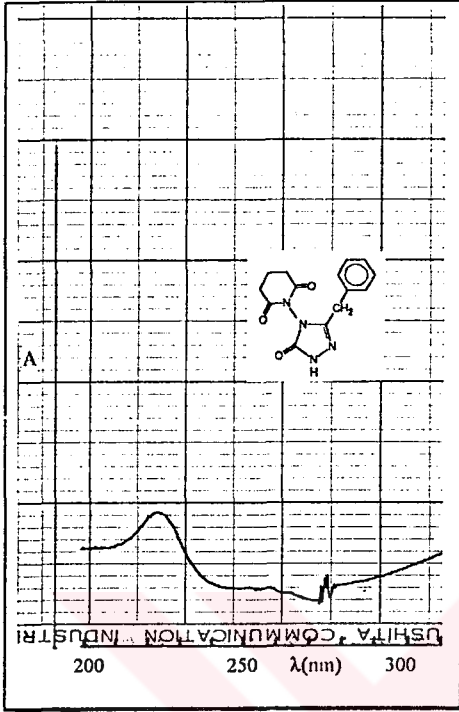
Ek Spektrum 162. 52 Bileşğinin
UV Spektrumu



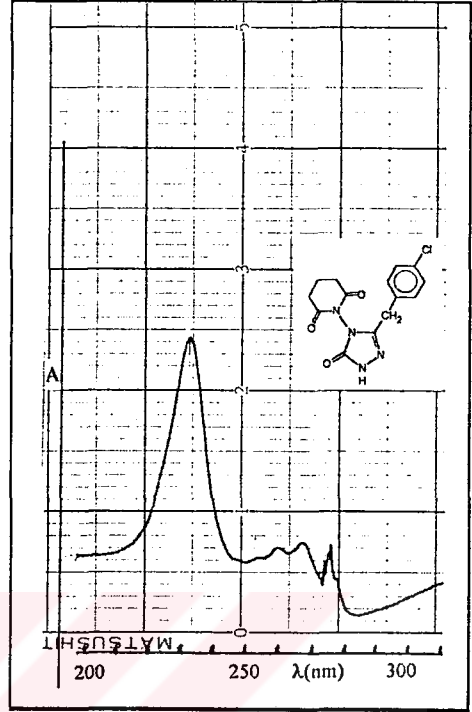
Ek Spektrum 163. 54 Bileşğinin
UV Spektrumu



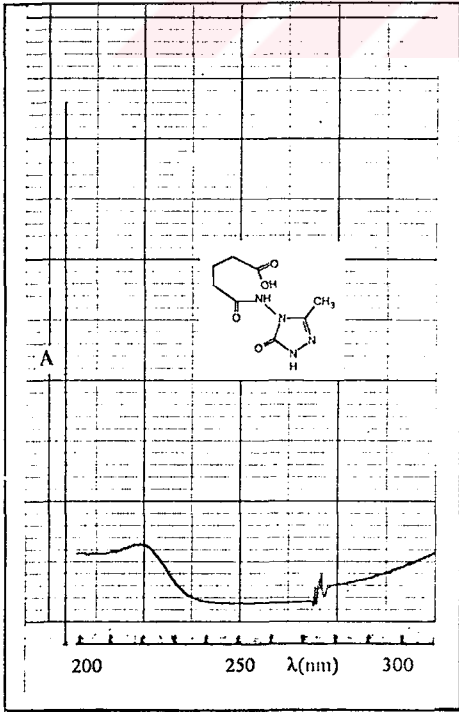
Ek Spektrum 164. 56 Bileşğinin
UV Spektrumu



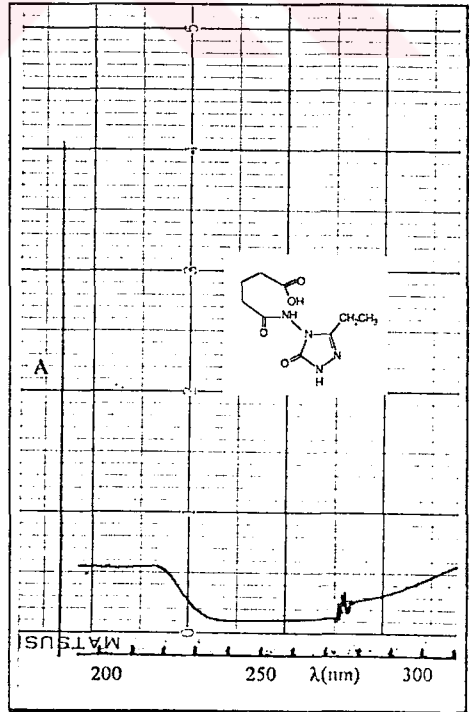
Ek Spektrum 165. 57 Bileşğinin
UV Spektrumu



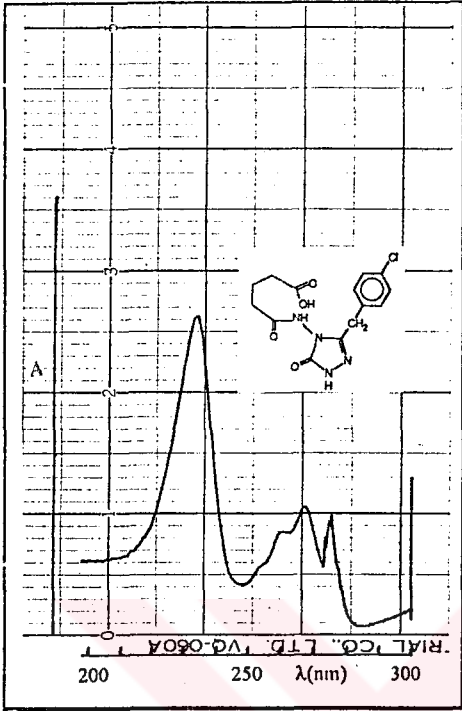
Ek Spektrum 166. 58 Bileşğinin
UV Spektrumu



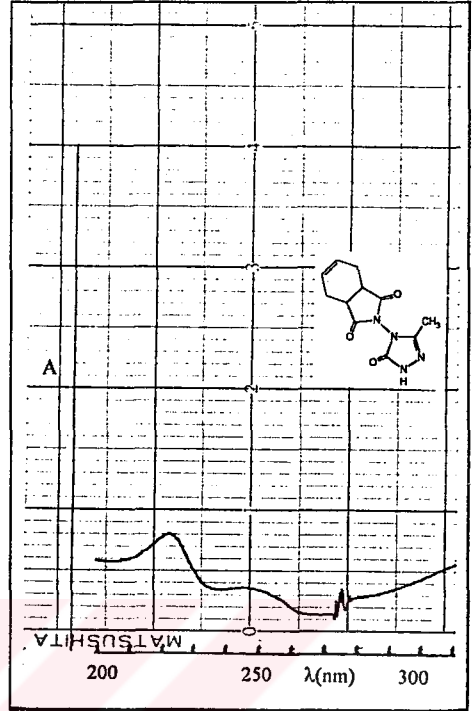
Ek Spektrum 167. 60 Bileşğinin
UV Spektrumu



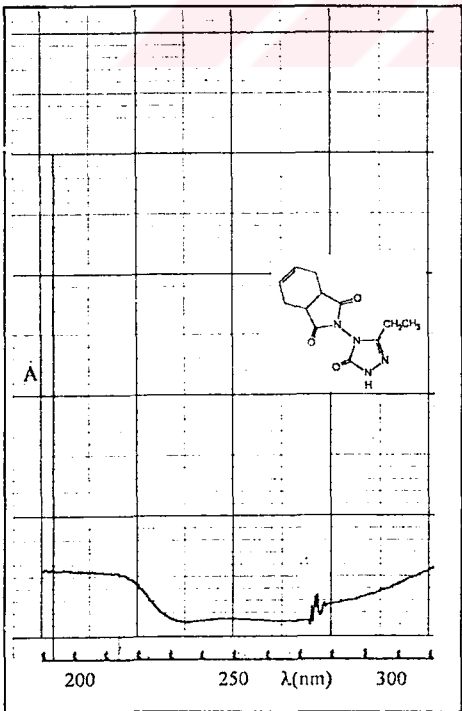
Ek Spektrum 168. 61 Bileşğinin
UV Spektrumu



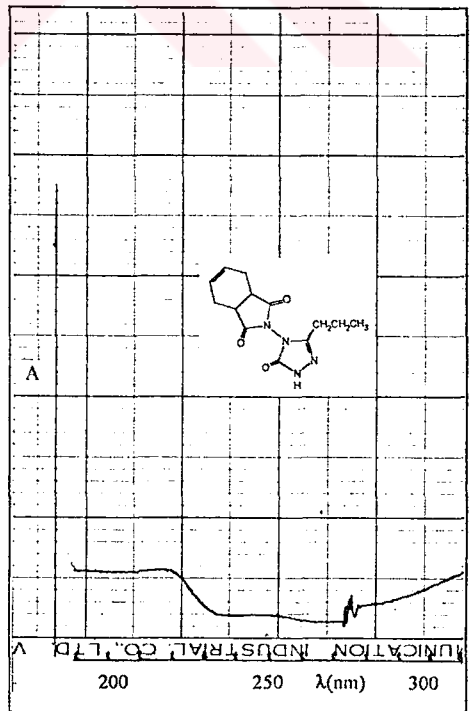
Ek Spektrum 169. 62 Bileşiğinin
UV Spektrumu



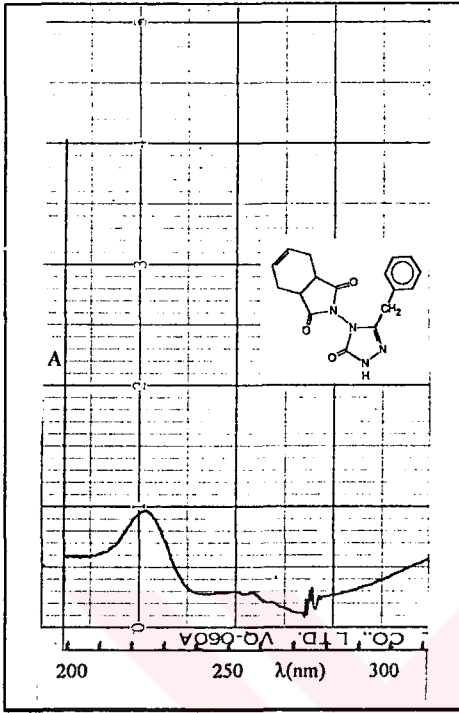
Ek Spektrum 170. 64 Bileşiğinin
UV Spektrumu



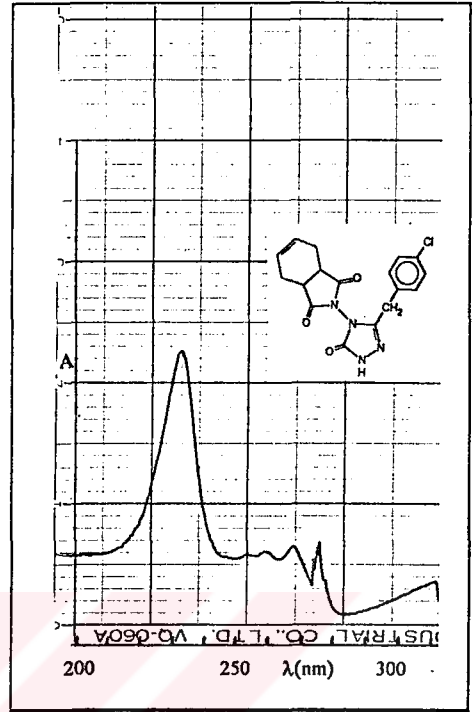
Ek Spektrum 171. 65 Bileşiğinin
UV Spektrumu



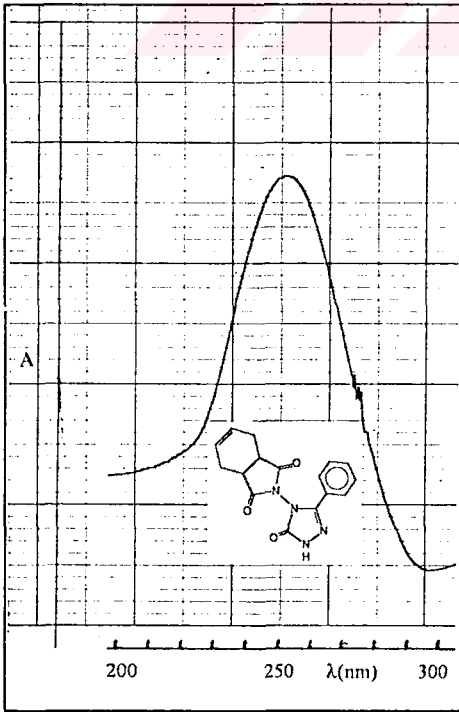
Ek Spektrum 172. 66 Bileşiğinin
UV Spektrumu



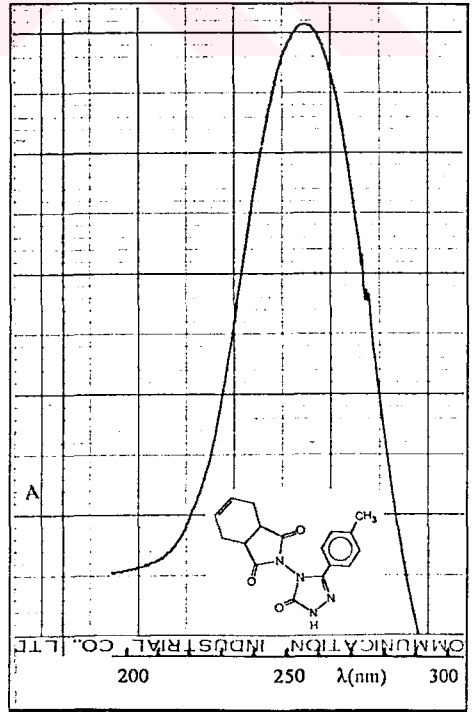
Ek Spektrum 173. 67 Bileşğinin
UV Spektrumu



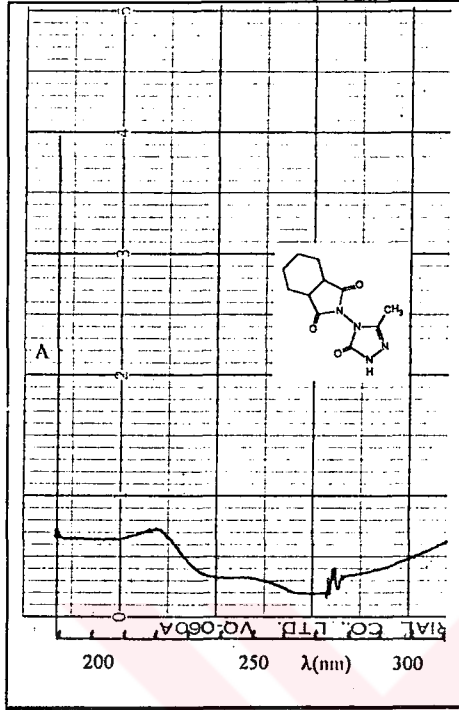
Ek Spektrum 174. 68 Bileşğinin
UV Spektrumu



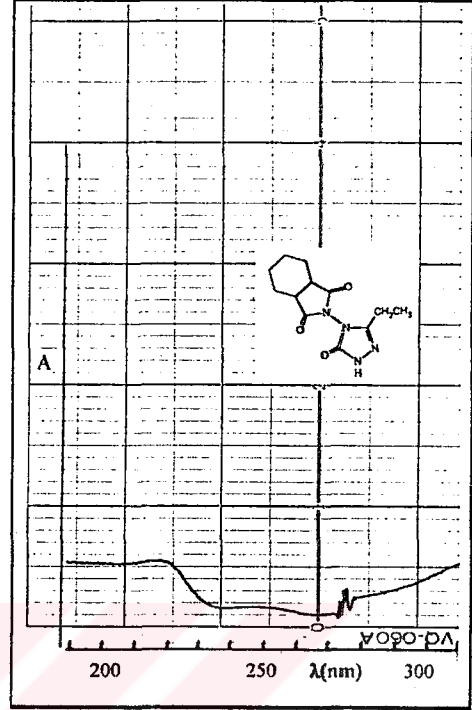
Ek Spektrum 175. 69 Bileşğinin
UV Spektrumu



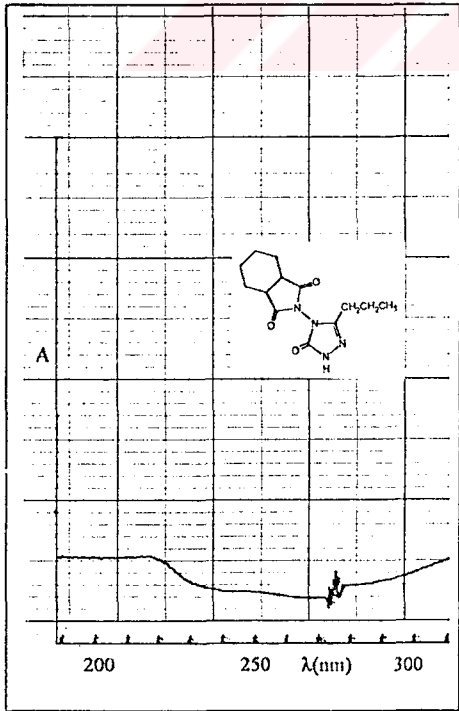
Ek Spektrum 176. 70 Bileşğinin
UV Spektrumu



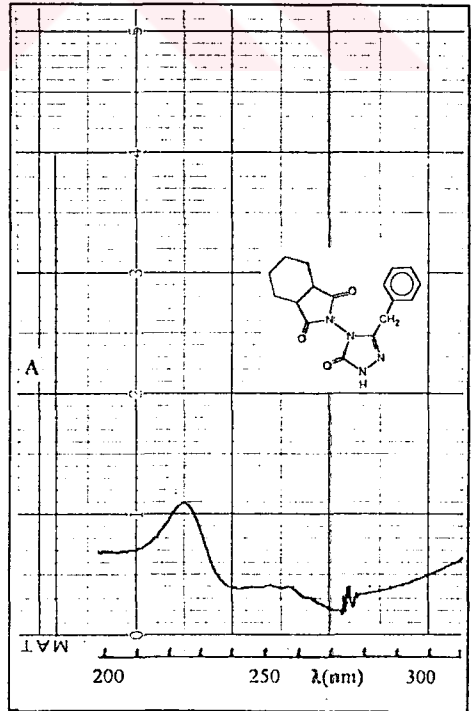
Ek Spektrum 177. 73 Bileşğinin
UV Spektrumu



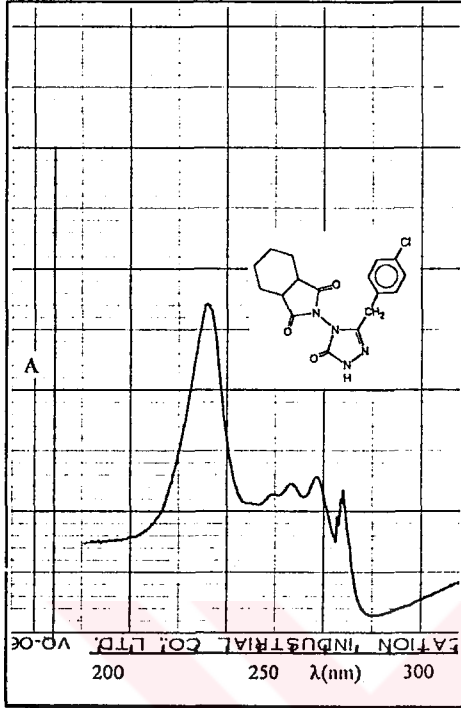
Ek Spektrum 178. 74 Bileşğinin
UV Spektrumu



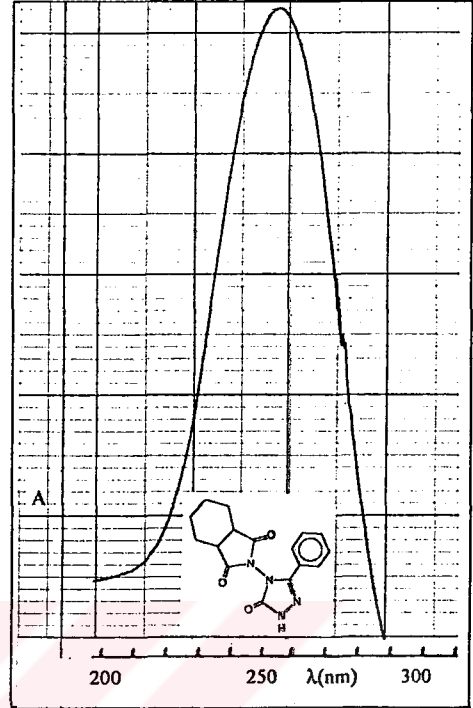
Ek Spektrum 179. 75 Bileşğinin
UV Spektrumu



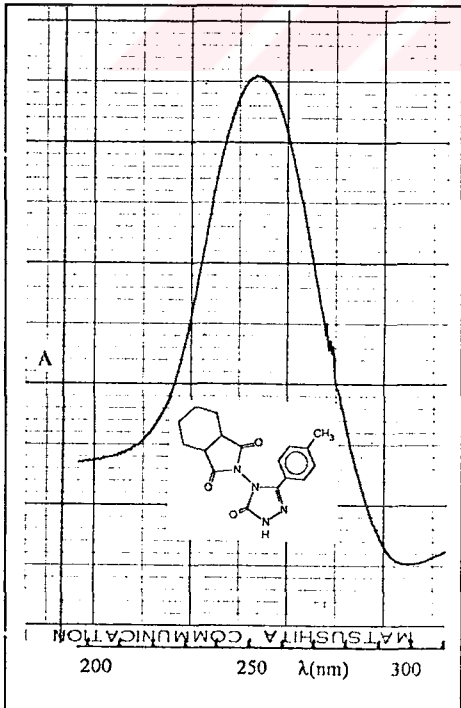
Ek Spektrum 180. 76 Bileşğinin
UV Spektrumu



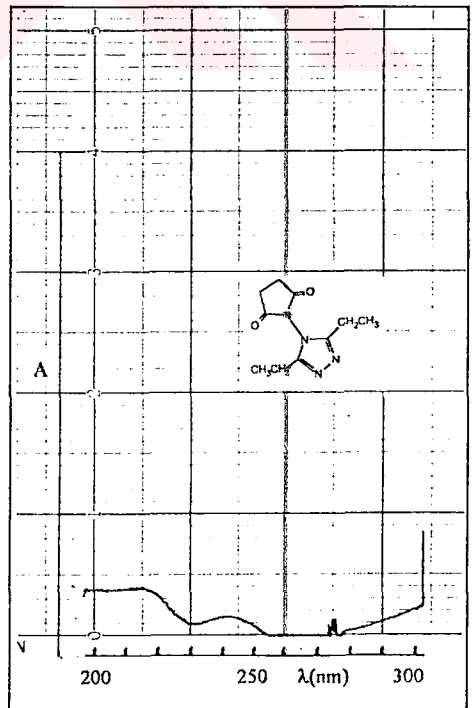
Ek Spektrum 181. 77 Bileşğinin
UV Spektrumu



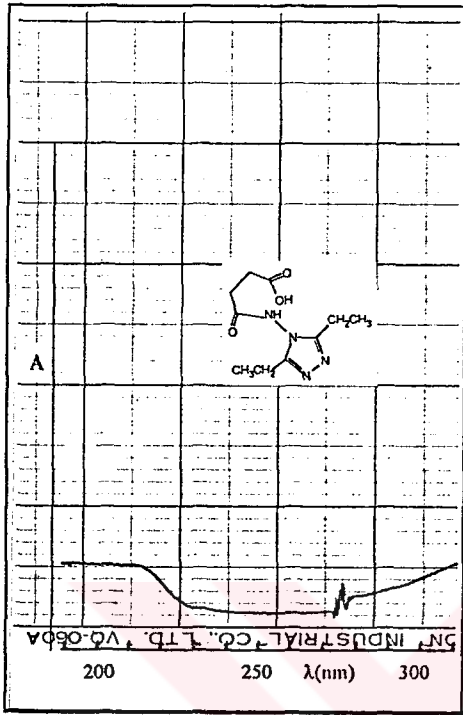
Ek Spektrum 182. 78 Bileşğinin
UV Spektrumu



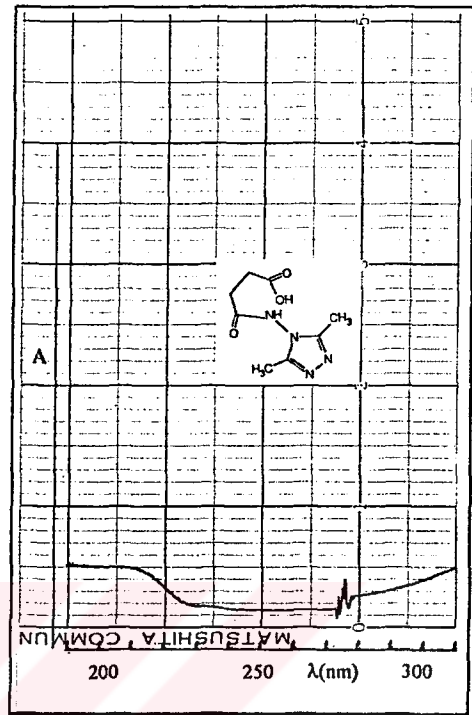
Ek Spektrum 183. 79 Bileşğinin
UV Spektrumu



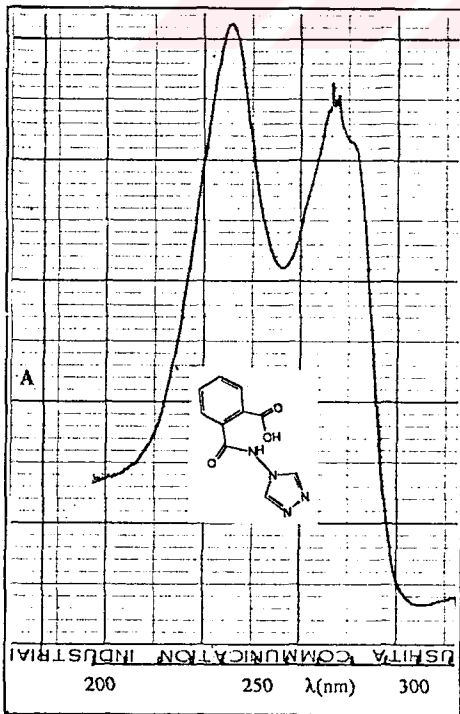
Ek Spektrum 184. 81 Bileşğinin
UV Spektrumu



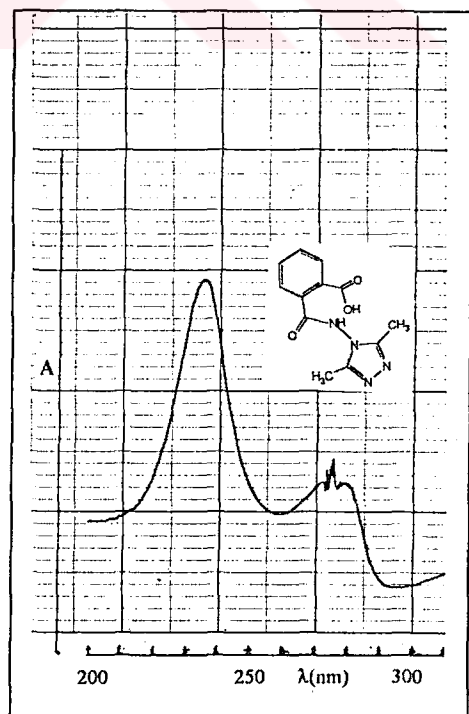
Ek Spektrum 185. 83 Bileşğinin
UV Spektrumu



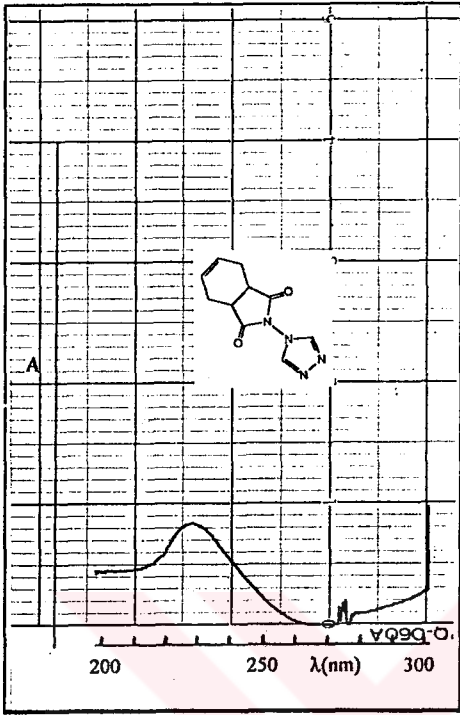
Ek Spektrum 186. 84 Bileşğinin
UV Spektrumu



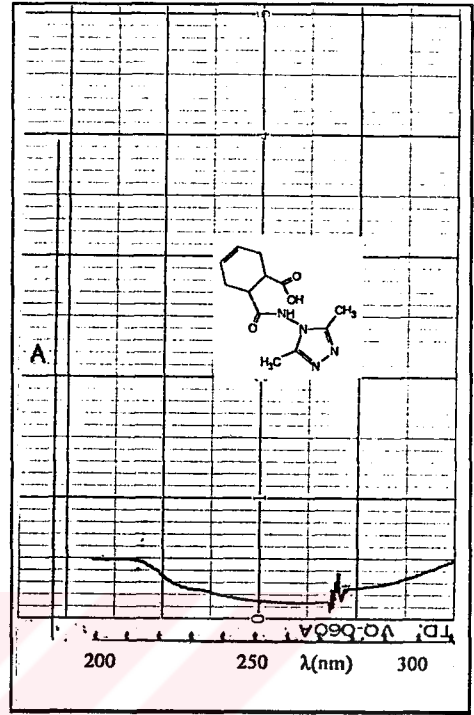
Ek Spektrum 187. 86 Bileşğinin
UV Spektrumu



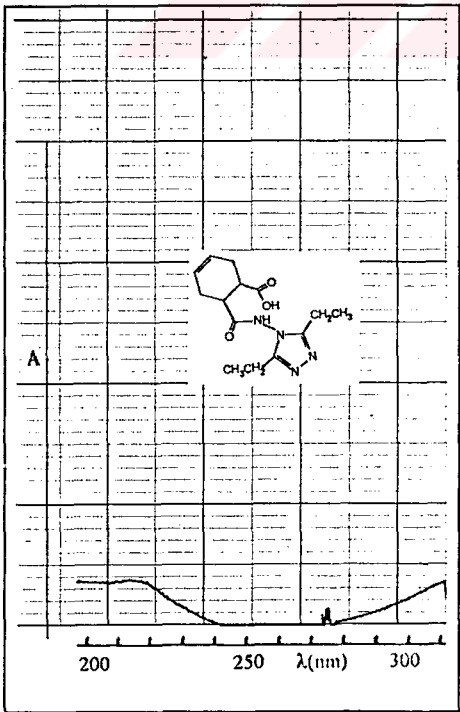
Ek Spektrum 188. 87 Bileşğinin
UV Spektrumu



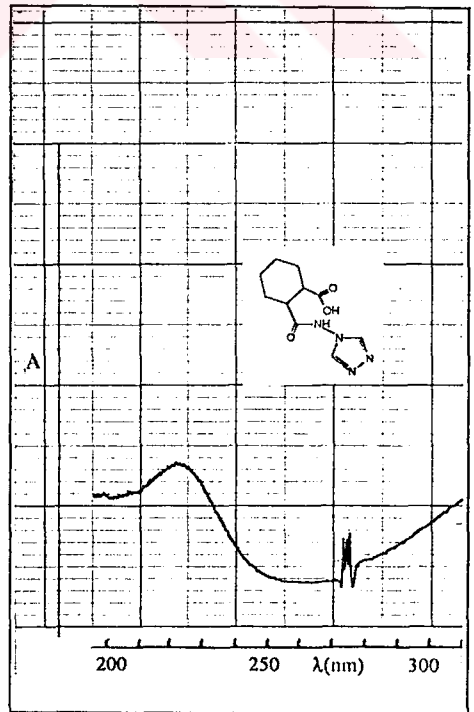
Ek Spektrum 189. 89 Bileşğinin
UV Spektrumu



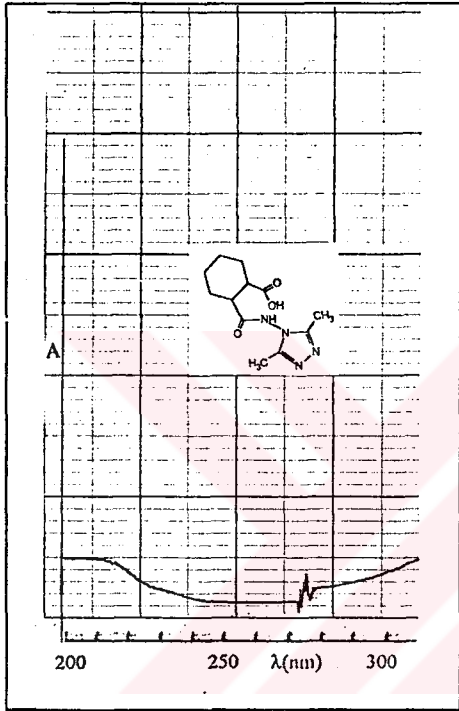
Ek Spektrum 190. 91 Bileşğinin
UV Spektrumu



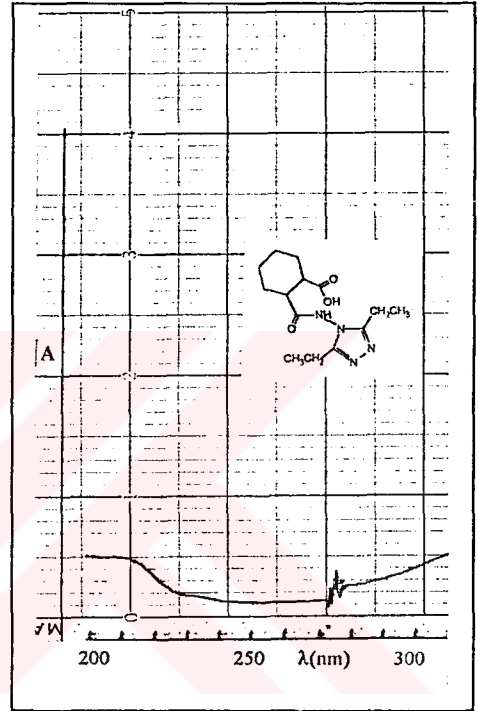
Ek Spektrum 191. 92 Bileşğinin
UV Spektrumu



Ek Spektrum 192. 94 Bileşğinin
UV Spektrumu



Ek Spektrum 193. 95 Bileşğinin
UV Spektrumu



Ek Spektrum 194. 96 Bileşğinin
UV Spektrumu

ÖZGEÇMİŞ

19.7.1963 de Ardanuç'da doğdu. 1973 yılında Trabzon 24 Şubat İlkokulu'nu ve 1976 yılında Trabzon Cumhuriyet Ortaokulu' nu bitirdikten sonra 1976 yılında Trabzon Lisesi'ne girdi ve bu okulu 1979'da bitirdi. Aynı yıl Karadeniz Teknik Üniversitesi Temel Bilimler Fakültesi Kimyagerlik Bölümü'ne girdi. 1983 yılında bu bölümden mezun oldu.

19.2.1985 de K.T.Ü. Kimya Bölümünde Araştırma Görevlisi olarak göreve başladı. K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsünde 1987 de yüksek lisansını tamamlayarak, aynı Enstitünün Doktora programına girdi. Halen Kimya Bölümü Organik Kimya Anabilim Dalında Araştırma Görevlisi olarak çalışmakta olup, evli ve iki çocuk annesidir.

T.C. YÜSEKÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ