

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

134820

ARİL, ARİLEN, ALKİLEN GRUPLARI İÇEREN MONO VE BİS(2-AMİNO-1,3,4-TİYADİAZOLİL)'LERİN SENTEZİ VE TÜREVLERİ

Halit MUĞLU

T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ

DOKTORA TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI

134820

ELAZIĞ - 2003

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ARIL, ARİLEN, ALKİLEN GRUPLARI İÇEREN MONO VE BİS(2-AMİNO-1,3,4-TİYADİAZOLİL)'LERİN SENTEZİ VE TÜREVLERİ

Halit MUĞLU

**DOKTORA TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI**

Bu çalışma, Fırat Üniversitesi Araştırma Projeleri Yönetim Birimi (FÜBAP) tarafından desteklenmiştir
(FÜBAP-Proje No : 649)

ELAZIĞ - 2003

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ARIL, ARİLEN, ALKİLEN GRUPLARI İÇEREN MONO VE BİS(2-AMİNO-1,3,4-TİYADİAZOLİL)'LERİN SENTEZİ VE TÜREVLERİ

Halit MUĞLU

DOKTORA TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI

Bu tez, tarihinde aşağıda belirtilen jüri tarafından oybirliği /oyçokluğu ile başarılı / başarısız olarak değerlendirilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Misir AHMEDZADE

Üye: Prof. Dr. Hasan KÜÇÜKBAY

Üye: Yrd. Doç. Dr. Süleyman Serri

Bu tezin kabulü; Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun ..19/03/2003 tarih ve11/1..... kararıyla onaylanmıştır.

ÖZET

DOKTORA TEZİ

ARİL, ARİLEN, ALKİLEN GRUPLARI İÇEREN MONO VE BİS(2-AMİNO-1,3,4-TİYADİAZOLİL)'LERİN SENTEZİ VE TÜREVLERİ

Halit MUĞLU

Fırat Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı
2003, Sayfa: 101

Bu doktora tez çalışmasında alifatik ve aromatik mono ve dikarboksilli asitler (malonik, oksalik, benzoik, ftalik ve terftalik) tiyosemikarbazit, POCl_3 ile etkileştirilerek 2-amino-1,3,4-tiyadiazoller sentezlendi. Sentezlenen 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol, 1,1-, 1,2- ve 1,4-di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil)'ler asetil, klorasetil klorürlerle etkileştirilerek uygun amit klorür türevlerine dönüştürüldü. Sentezlenen bu bileşikler ditiyokarbamat tuzları ile reaksiyona sokularak 2-amino-1,3,4-tiyadiazollerin asetilaminoditiyokarbamat türevleri elde edildi.

Sentezlenen bu bileşiklerin karakterizasyonları erime noktaları, elementel analiz, $^1\text{H-NMR}$ (200 MHz) ve FT-IR ile yapıldı.

Anahtar Kelimeler : 2-Amino-1,3,4-Tiyadiazol, Sentez, Ditiyokarbamat

ABSTRACT

PhD Thesis

SYNTHESIS AND DERIVATIVES MONO AND BIS(2-AMINO-1,3,4-THIADIAZOLYL)'S CONTAINING ARYL, ARYLENE AND ALKYLENE GROUPS

Halit MUĞLU

Firat University
Graduate School of Natural and Applied Sciences,,
Department of Chemistry
2003, Page: 101

In this work, 2-amino-1,3,4-thiadiazoles have been synthesized from the reaction of aliphatic and aromatic mono and dicarboxylic acids (malonic, oxalic, benzoic, phthalic and terephthalic acids) with thiosemicarbazide and POCl_3 . By the reaction of 2-amino-5-phenyl-1,3,4-thiadiazole and 1,1-, 1,2-, 1,4-di(2-amino-1,3,4-thiadiazoles) with acetyl and chloroacetylchlorides, the appropriate amide chloride derivatives were obtained. Then, compounds synthesised here were reacted with dithiocarbamate salts and thus 2-amino-1,3,4-thiadiazoles acetyl amino dithiocarbamate derivatives were obtained.

Characterizations of these compounds were performed by elemental analysis, $^1\text{H-NMR}$, FT-IR and melting point.

Key Words : 2-Amino-1,3,4-Thiadiazole, Synthesis, Dithiocarbamate

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının planlanmasında, yürütülmesinde ve çalışmalarım süresince destek ve ilgisini esirgemeyen bilgi, tecrübe ve hoşgörülerinden yararlandığım Sayın Hocam Prof. Dr. Misir AHMEDZADE'ye sonsuz saygı ve şükranlarımı sunarım.

Çalışmalarım süresince yardımlarını gördüğüm Kimya Bölümü elamanlarından Sayın Prof. Dr. Mehmet COŞKUN, Prof. Dr. Alaaddin ÇUKUROVALI, Doç. Dr. Sinan SAYDAM, Doç. Dr. Ali ÖLÇÜCÜ, Doç. Dr. Memet ŞEKERCİ, Yrd. Doç. Dr. Süleyman SERVİ, Yrd. Doç. Dr. Ahmet CANSIZ, Yrd. Doç. Dr. Vahit KONAR,, Öğr. Gör. Metin KOPARIR, Arş. Gör. Cumhur KIRILMIŞ, Arş. Gör. Dr. İbrahim YILMAZ, Arş. Gör. Dr. Orhan GÖRGÜLÜ, Arş. Gör. Fatih COŞKUN, Arş. Gör. Erdal CANPOLAT, Arş. Gör. Demet COŞKUN, Murat KOCA ve Arş. Gör. Erol Çil'e teşekkür ederim.

Ayrıca çalışmalarım sırasında NMR spektrumlarının alınmasında yardımlarını gördüğüm Doç. Dr. Kadir DEMİRELLİ ve Atatürk Üniversitesi'nden Yrd. Doç. Dr. Cavit GAZAZ'a ve laboratuvar malzemelerinin yapımında emeği geçen Bekir ÇINAR ve Abdurrahman ÖKSÜZ ile bölüm sekreteri Mehmet ORHAN'a teşekkür ederim.

Çalışmalarım boyunca her türlü manevi desteğini gördüğüm değerli eşime teşekkürü bir borç bilirim.

Halit MUĞLU

**T.C. YÜKSEK ÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ**

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖZET	I
SUMMARY	II
TEŞEKKÜR	III
İÇİNDEKİLER	IV
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	VII
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	3
2.1. Mono ve Bis 2-Amino-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi ve Türevleri	3
2.1.1. Tiyadiazoller	3
2.1.2. 1,3,4-Tiyadiazol'ün Genel Elde Ediliş Metotları	3
2.2. Literatürde Konu İle İlgili Çalışmalar	5
3. MATERYAL ve METOT	35
3.1. Kullanılan Araç ve Gereçler	35
3.2. Kullanılan Kimyasal Maddeler	35
3.2.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler	35
3.2.2. Kullanılan Çözücüler	35
3.3. Deneyleler	37
3.3.1. 2-Amino-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi	37
3.3.2. 2-Kloroasetamit-5-fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi	37
3.3.3. 2-Siyanoetilamin-5-fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi	37
3.3.4. 2-(Pirolidinditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyazol'ün Sentezi	38
3.3.5. 2-(N,N-Dietilaminoditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi	38
3.3.6. 2-(Etilksantat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi	39
3.3.7. 1,2-Di(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi	39
3.3.8. 1,2-Di(2-Klorasetoamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi	40
3.3.9. Bis(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil) Metan'ın Sentezi	40
3.3.10. Bis(2-Klorasetamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Metan'ın Sentezi	40
3.3.11. 1,4-Di(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi	41
3.3.12. 1,4-Di(2-Klorasetamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi	41
3.3.13. 1,2-Di(2-Benzoasetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi	42
3.3.14. 2-Amino-5-(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil)-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi	42
3.3.15. 2-(2-Hidroksibenzalamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi	42
3.3.16. 1,2-Di(2-N,N-Dietilaminoditiyokarbamat Asetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi	43

3.3.17. 1,2-Di(2-Asetatasetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi	43
3.3.18. 1,2-Di(2-Pirolidin-Ditiyokarbamat Asetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi	44
3.3.19. 2-(Piperidin Ditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi.....	44
3.3.20. 2-(N-Sikloheksil Karbomil Metilditiyokarbamat)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi	45
3.3.21. 1,2-Di(2-Piperidinditiyokarbamat Asetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi	45
3.3.22. 2-Allilditiyokarbamat-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi	46
3.3.23. 2-(N-Metilpiperazinditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi	46
3.3.24. 3-Fenil-1-(5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazolil) Tiyöüre'nin Sentezi	47
3.3.25. 1,2-Di(2-Asetamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi.....	47
3.3.26. 2-Klorasetamido-5-(2-Klorasetamido-1,3,4-Tiyadiazolil)-1,3,4-Tiyadiazol'un Sentezi	47
3.3.27. Dibenzil-N-(5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol-2-İl) Ditiyokarbamid'in Sentezi	48
3.3.28. Difenasil-N-(5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol-2-İl) Ditiyokarbamid'in Sentezi	48
3.3.29. 1,3-Di(2-Ditiyokarbamat-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol) Propan'ın Sentezi	49
4. SONUÇLAR.....	50
4.1. 2-Amino-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu	50
4.2. 2-Kloroasetamit-5-fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu	51
4.3. 2-Siyanoetilamin-5-fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu	52
4.4. 2-(Pirolidinditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyazol'ün Karakterizasyonu.....	54
4.5. 2-(N,N-Dietilaminoditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu	56
4.6. 2-(Etilsntat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu.....	57
4.7. 1,2-Di(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu.....	58
4.8. 1,2-Di(2-Klorasetoamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu	60
4.9. Bis(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil) Metan'ın Karakterizasyonu	61
4.10. Bis(2-Klorasetamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Metan'ın Karakterizasyonu.....	62
4.11. 1,4-Di(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu.....	63
4.12. 1,4-Di(2-Klorasetamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu	65
4.13. 1,2-Di(2-Benzoatasetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu	66
4.14. 2-Amino-5-(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil)-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu.....	68
4.15. 2-(2-Hidroksibenzalamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu	69
4.16. 1,2-Di(2-N,N-Dietilaminoditiyokarbamat Asetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu	70

4.17. 1,2-Di(2-Asetatasetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu	72
4.18. 1,2-Di(2-Pirolidin-Ditiyokarbamat Asetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu	74
4.19. 2-(Piperidin Ditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu	76
4.20. 2-(N-Sikloheksil Karbomil Metilditiyokarbamat)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu	77
4.21. 1,2-Di(2-Piperidinditiyokarbamat Asetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu	78
4.22. 2-Alliditiyokarbamat-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu	80
4.23. 2-(N-Metilpiperazinditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu	81
4.24. 3-Fenil-1-(5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazolil) Tiyoüre'nin Karakterizasyonu	83
4.25. 1,2-Di(2-Asetamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu.....	84
4.26. 2-Klorasetamido-5-(2-Klorasetamido-1,3,4-Tiyadiazolil)-1,3,4-Tiyadiazol'un Karakterizasyonu	85
4.27. Dibenzil-N-(5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol-2-İl) Ditiyokarbamid'in Karakterizasyonu.....	87
4.28. Difenasil-N-(5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol-2-İl) Ditiyokarbamid'in Karakterizasyonu.....	88
4.29. 1,3-Di(2-Ditiyokarbamat-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol) Propan-2-on'un Karakterizasyonu	89
5. TARTIŞMA.....	91
6. KAYNAKLAR.....	99

SEKİLLERİN LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 4.1.	2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu	50
Şekil 4.2.	2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	51
Şekil 4.3.	2-(Kloroasetamit)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu	51
Şekil 4.4.	2-(Kloroasetamit)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	52
Şekil 4.5.	2-siyanoetilamin-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu	53
Şekil 4.6.	2-siyanoetilamin-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	54
Şekil 4.7.	2-(Pirolidinditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu ...	55
Şekil 4.8.	2-(Pirolidinditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	55
Şekil 4.9.	2-(N,N-dietilaminoditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu	56
Şekil 4.10.	2-(N,N-dietilaminoditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	57
Şekil 4.11.	2-(etilksantat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu	57
Şekil 4.12.	2-(etilksantat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	58
Şekil 4.13.	1,2-di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu	59
Şekil 4.14.	1,2-di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹ H-NMR spektrumu	59
Şekil 4.15.	1,2-di(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu	60
Şekil 4.16.	1,2-di(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹ H-NMR spektrumu	61
Şekil 4.17.	Bis (2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) metan'ın IR spektrumu	61
Şekil 4.18.	Bis (2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) metan'ın ¹ H-NMR spektrumu	62
Şekil 4.19.	Bis (2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) metan'ın IR spektrumu	62
Şekil 4.20.	Bis (2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) metan'ın ¹ H-NMR spektrumu	63
Şekil 4.21.	1,4-di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu	64
Şekil 4.22.	1,4-di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹ H-NMR spektrumu	64
Şekil 4.23.	1,4-di(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu	65
Şekil 4.24.	1,4-di(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹ H-NMR spektrumu	66
Şekil 4.25.	1,2-di(2-benzoatasetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu	67
Şekil 4.26.	1,2-di(2-benzoatasetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹ H-NMR spektrumu	67
Şekil 4.27.	2-amino-5-(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil)-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu	68
Şekil 4.28.	2-amino-5-(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil)-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	69
Şekil 4.29.	2-(2-hidroksibenzalamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu	69
Şekil 4.30.	2-(2-hidroksibenzalamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	70

Şekil 4.31.	1,2-di(2-N,N-dietilaminoditiyokarbamat asetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu	71
Şekil 4.32.	1,2-di(2-N,N-dietilaminoditiyokarbamat asetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹ H-NMR spektrumu	72
Şekil 4.33.	1,2-di(2-asetatasetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu	73
Şekil 4.34.	1,2-di(2-asetatasetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹ H-NMR spektrumu	74
Şekil 4.35.	1,2-di(2-pirolidin ditiyokarbamat asetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu	75
Şekil 4.36.	1,2-di(2-pirolidin ditiyokarbamat asetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹ H-NMR spektrumu	75
Şekil 4.37.	2-(piperidin ditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu	76
Şekil 4.38.	2-(piperidin ditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	77
Şekil 4.39.	2-(N-sikloheksil karbomil metilditiyokarbamat)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu	77
Şekil 4.40.	2-(N-sikloheksil karbomil metilditiyokarbamat)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	78
Şekil 4.41.	1,2-di(2-piperidinditiyokarbamat asetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu	79
Şekil 4.42.	1,2-di(2-piperidinditiyokarbamat asetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹ H-NMR spektrumu	79
Şekil 4.43.	2-allilditiyokarbamat-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu	80
Şekil 4.44.	2-allilditiyokarbamat-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	81
Şekil 4.45.	2-(N-metilpiperazinditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu	81
Şekil 4.46.	2-(N-metilpiperazinditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	82
Şekil 4.47.	3-fenil-1-(5-fenil-1,3,4-tiyadiazolil) tiyoüre'nin IR spektrumu	83
Şekil 4.48.	3-fenil-1-(5-fenil-1,3,4-tiyadiazolil) tiyoüre'nin ¹ H-NMR spektrumu	84
Şekil 4.49.	1,2-di(2-asetamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu	84
Şekil 4.50.	1,2-di(2-asetamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹ H-NMR spektrumu	85
Şekil 4.51.	2-Klorasetamido-5-(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil)-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu	86

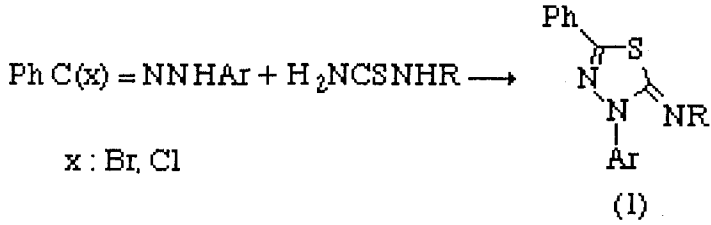
Şekil 4.52.	2-Klorasetamido-5-(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil)-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹ H-NMR spektrumu	86
Şekil 4.53.	Dibenzil-N-(5-fenil-1,3,4-tiyadiazol-2-il)-ditiyokarbamit'in IR spektrumu	87
Şekil 4.54.	Dibenzil-N-(5-fenil-1,3,4-tiyadiazol-2-il)-ditiyokarbamit'in ¹ H-NMR spektrumu	88
Şekil 4.55.	Difenasil-N-(5-fenil-1,3,4-tiyadiazol-2-il) ditiyokarbamit'in IR spektrumu	88
Şekil 4.56.	Difenasil-N-(5-fenil-1,3,4-tiyadiazol-2-il) ditiyokarbamit'in ¹ H-NMR spektrumu	89
Şekil 4.57.	1,3-di(2-ditiyokarbamat-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol) propan-2-on'un IR spektrum	90
Şekil 4.58.	1,3-di(2-ditiyokarbamat-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol) propan-2-on'un ¹ H-NMR spektrumu	90



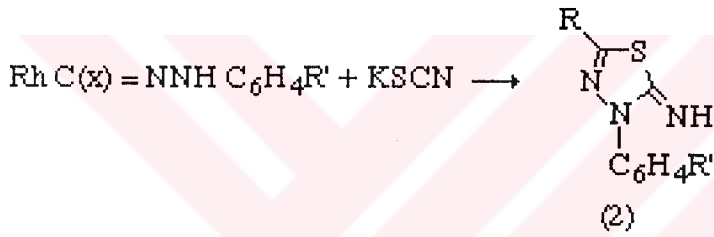
**T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ**

1. GİRİŞ

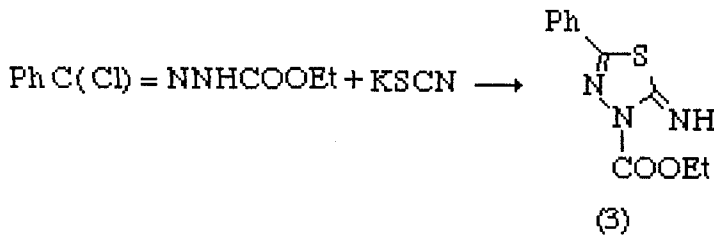
Shawali ve diğ. (1), hidrazidoil halojenürler ile baz kataliz olarak tiyüreyi etanolde etkileştirerek 5-amino-1,3,4-tiyadiazolinleri elde etmişlerdir.



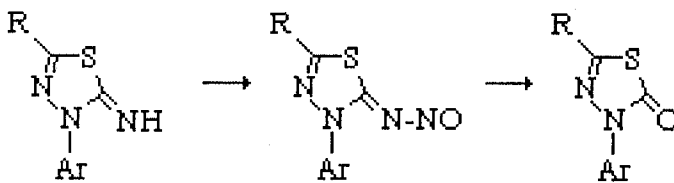
Ayrıca bu bileşik hidrazidoil halojenürleri ile potasyum tiyosiyanatın etkileştirilmesinden elde edilir. Aynı yolu kullanarak Δ^2 -1,3,4-tiyadiazolin 5-alkil ve saroil türevlerini sentezlemişlerdir.



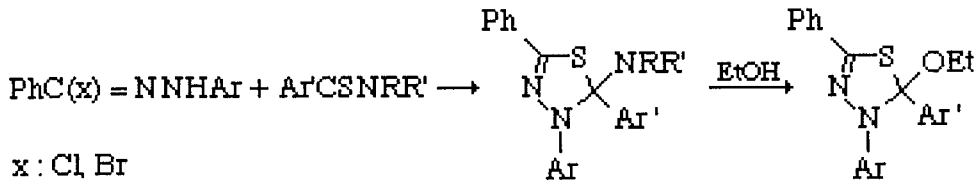
Benzer şekilde N-etoksikarbonil benzhidrazidoil klorür potasyum tiyosiyanatla tiyadiazolin türevlerini verir.



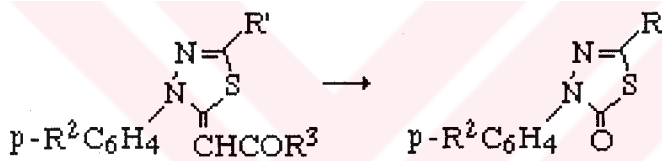
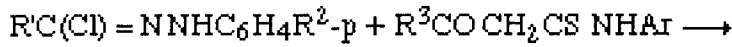
1 ve 2 bileşiklerinin önce nitrolanması ve daha sonra da oluşan N-nitrazo ara ürünün termal bozunmasıyla 1,3,4-tiyadiazolin-5-eton elde etmiştir.



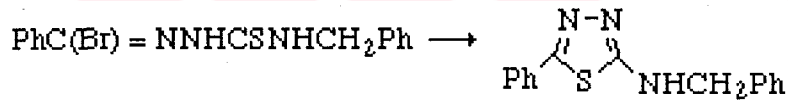
Tiyobenzanilid ve üçüncül tiyoamitler hidrazidoil halojenürler ile reaksiyona girer ve 5-amino-2,4,5-triaril-1,3,4-tiyadiazolinleri verir. Daha sonra bileşiğin alkolizi ile 5-alkoksil-1,3,4-tiyadiazolinler elde edilir.



β -ketotiyooanilidler hidrazidoil klorür ile trietilamin veya sodyum asetat yanında etkileştirilerek 1,3,4-tiyadiazolin türevleri ve daha sonra da asetik asit içinde hidrojen peroksit ile yükseltgenmesiyle veya ozonlanmasıyla 2-okso- Δ^2 - 1,3,4-tiyadiazolin-5-ke-ton bileşikleri sentezlenmiştir.



Aldehit 4-benziltiyosemikarbazanların bromlanmasıyla 2-aril-5-benzilamino-1,3,4-tiyadiazoller elde edilmiştir.

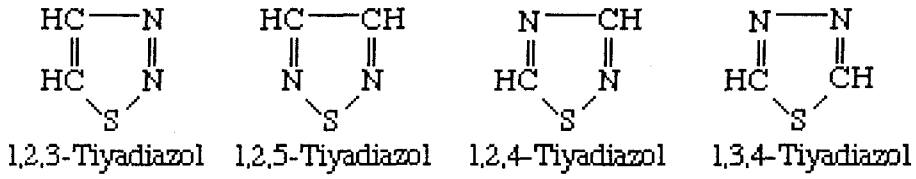


2. GENEL BİLGİLER

2.1. Mono ve Bis 2-Amino-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi ve Türevleri

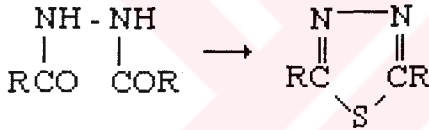
2.1.1. Tiyadiazoller

Beş üyeli halkalı bir bileşik olan tiyadiazollerde bir kükürt ve iki azot atomu vardır. Tiyadiazoller genel olarak dört sınıfa ayrılırlar.

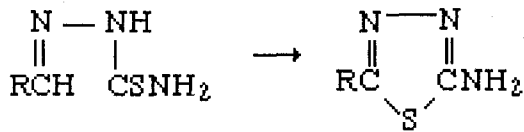


2.1.2. 1,3,4-Tiyadiazol'ün Genel Elde Ediliş Metotları

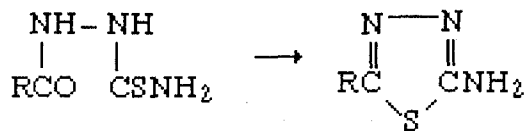
1) S-diaçilhidrazinler ile fosforpenta sülfürün reaksiyonu ile elde edilirler.



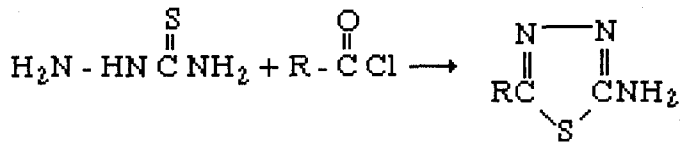
2) Tiyosemikarbazonların yükseltgenerek halka oluşumuyla elde edilirler.



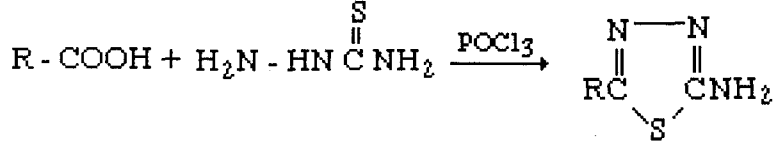
3) I-açiltiyosemikarbazitlerin asitler ile halka oluşumuyla elde edilirler.



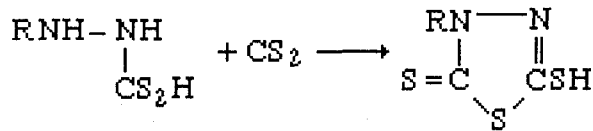
4) Tiyosemikarbazitlerin açılklorür ile etkileşmesiyle elde edilir.



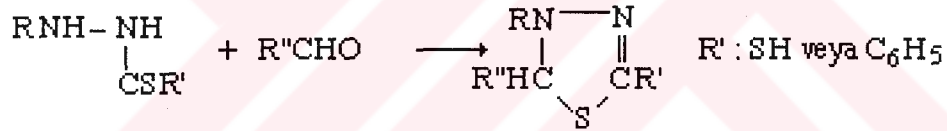
5) Tiyosemikarbazitler ile karboksilli asitlerin etkileşmesiyle elde edilir.



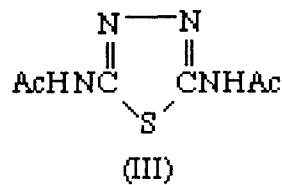
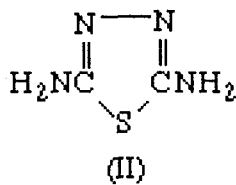
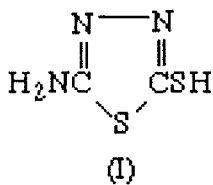
6) Ditiyokarbazinik asit türevlerinin karbon disülfür veya karbonil klorür ile etkileşmesiyle elde edilir.



7) Ditiyokarbazinik asitler veya tiyobenzoilhidrazin türevleri ile alifatik aldehytlerin kondense olmasıyla ditiyo-1,3,4-tiyadiazoller (tiyadiazolinler) elde edilir.

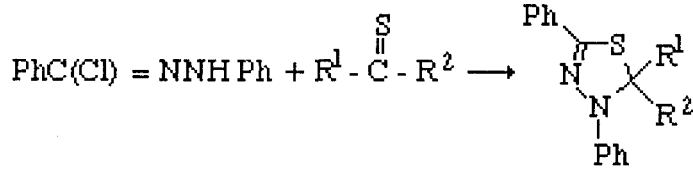


8) Hidrazin -N:N'-ditiyokarboksilik asidin türevlerinin halka oluşumu reaksiyon koşullarına bağlı olarak bir 1,3,4-tiyadiazol veya 1,2,4-triazol türevi verebilir. Böylece diamid, $\text{H}_2\text{NCS.NHNH.CSNH}_2$ asidik reaksiyon koşullarında bir tiyadiazoller karışımı (I) ve (II) ve (II)'nin asetik anhidrit ile diasetil türevi (III) elde edilir.

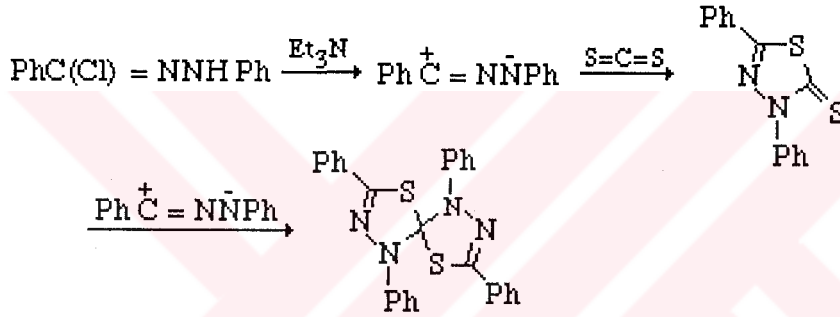


2.2. Literatürde Konu İle İlgili Çalışmalar

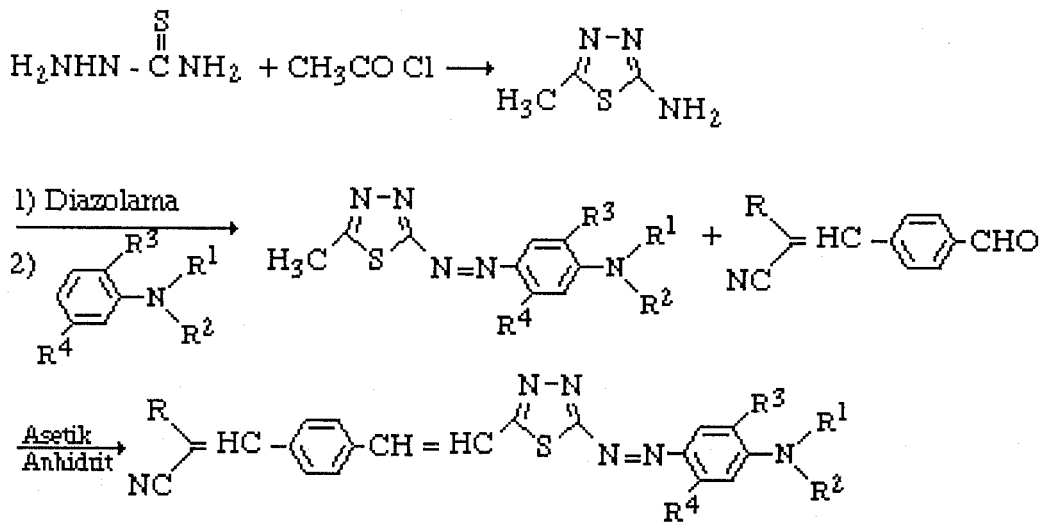
Shawali ve diğ. [1], N-fenilbenzhidrazidoil klorür ile tiyobenzofenonun benzene trietilen varlığında reaksiyonundan 2,2,3,5-tetrafenil-2,3-dihidro-1,3,4-tiyadiazolu sentezlemişlerdir.



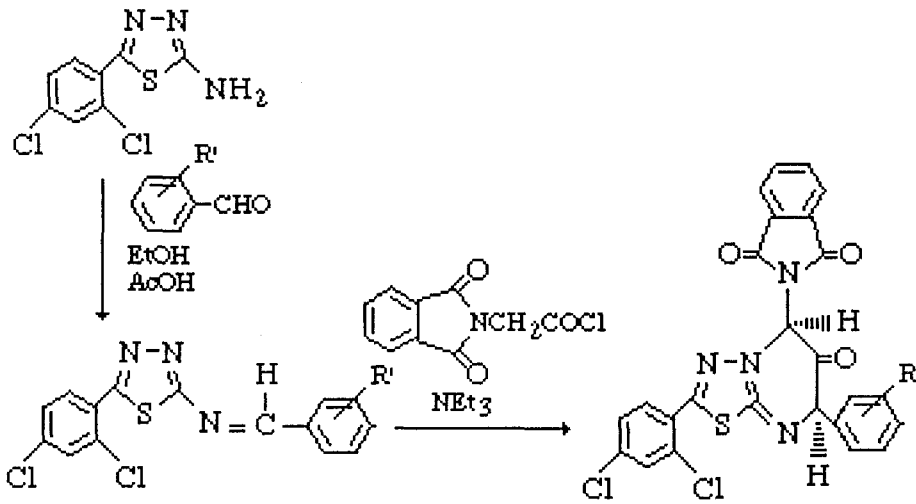
N-fenilbenzhidrazidoil klorür ile karbon disülfürün trietilamin ortamında reaksiyonundan 2,2'-spiro-bis-[3,5-difenil-2,3-dihidro-1,3,4-tiyadiazol] elde edilmiştir.



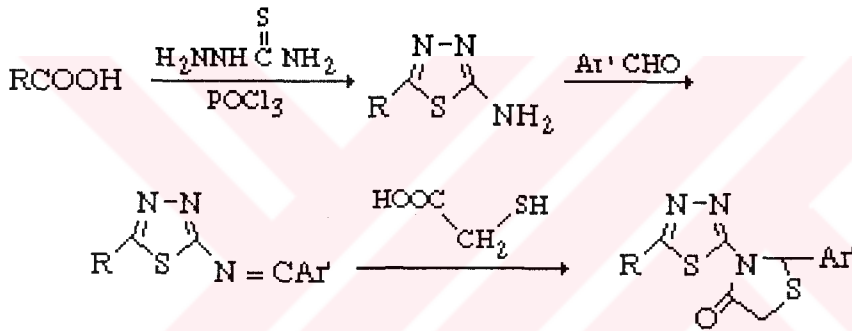
Rangnekar ve diğ. [2], tiyosemikarbazit ile asetil klorürün tepkimesinden elde edilen 2-amino-5-metil-1,3,4-tiyadiazolün diazolama yöntemi ile türevlerini sentezlemişlerdir.



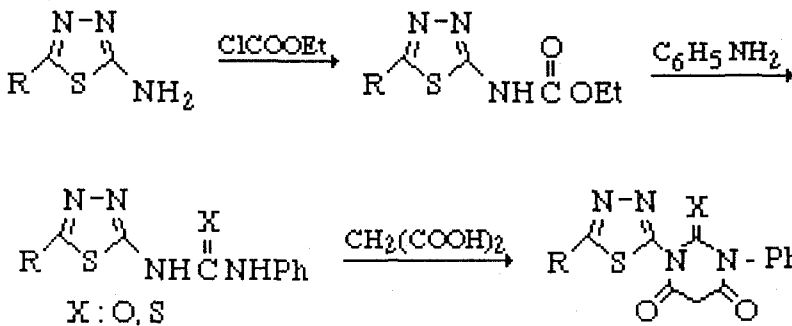
Dutta ve diğ., [3], arilidinamino-1,3,4-tiyadiazol ve aril ketenlerin siklo katılma reaksiyonu ile 5-sübstitüe-1,3,4-tiyadiazolopirimidin-6-keton bileşiklerini sentezlemişlerdir.



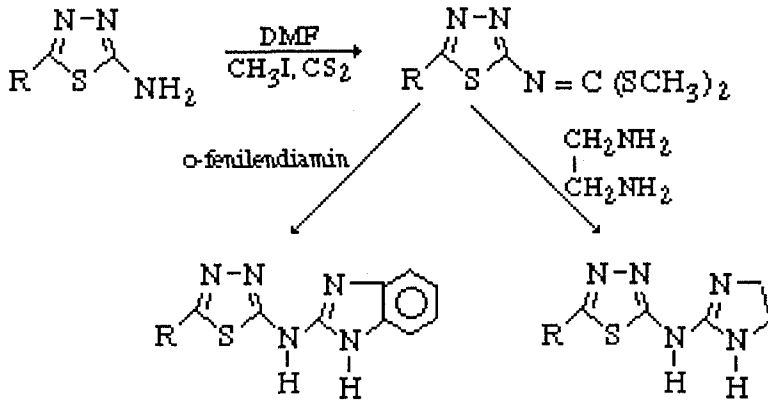
Wasfy ve diğ. [4], biyolojik aktif bileşikler elde etmek amacıyla tiyadiazol kısmı içeren piridazinlerin yeni serilerini sentezlemişlerdir.



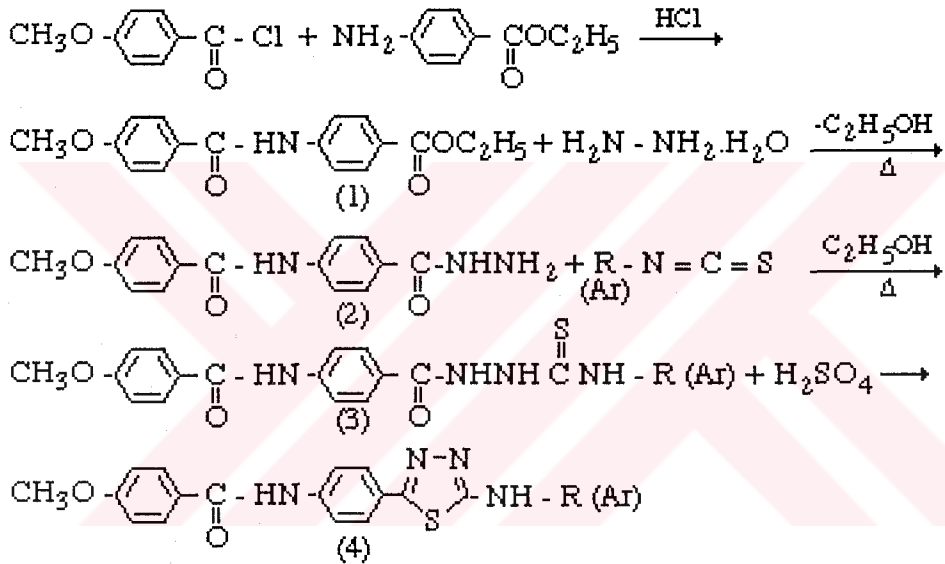
Üre türevlerinin antibakteriyel, tiyöüre türevlerinin antikonvulsant aktivitelerini gözönüne alarak tiyadiazol - üre ve tiyöüre türevlerini sentezlemişlerdir.



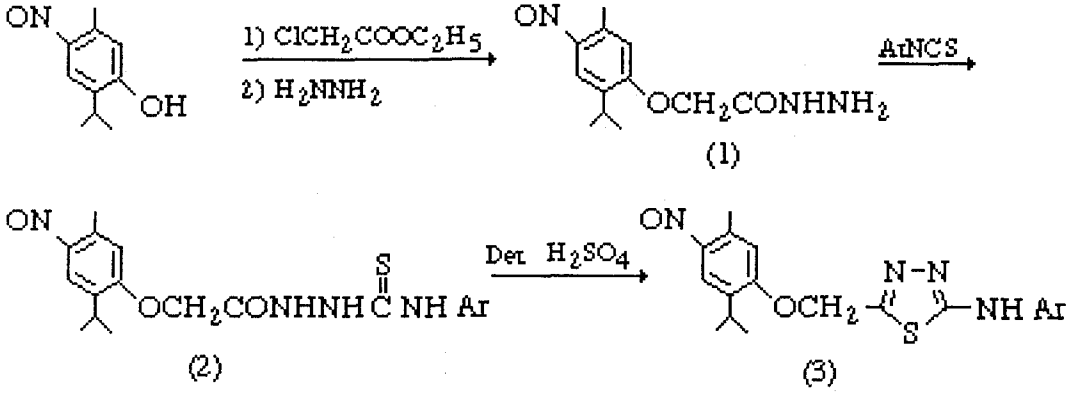
Bir kısım tiyazolilamino - benzoksazol, benzimidazol ve imidazolinlerin antibakteriyel aktiviteleri gözönüne alınarak, ditiyokarbamit, -aminobenzimidazol ve -imidazolin türevlerini elde etmişlerdir.



Rollas ve diğ. [5], bir kısım 1,4-disüstitüetiyosemikarbazit ve 2,5-disüstitü 1,3,4-tiyadiazol türevleri sentezleyerek antimikrobiyal aktivitelerini incelemişlerdir.

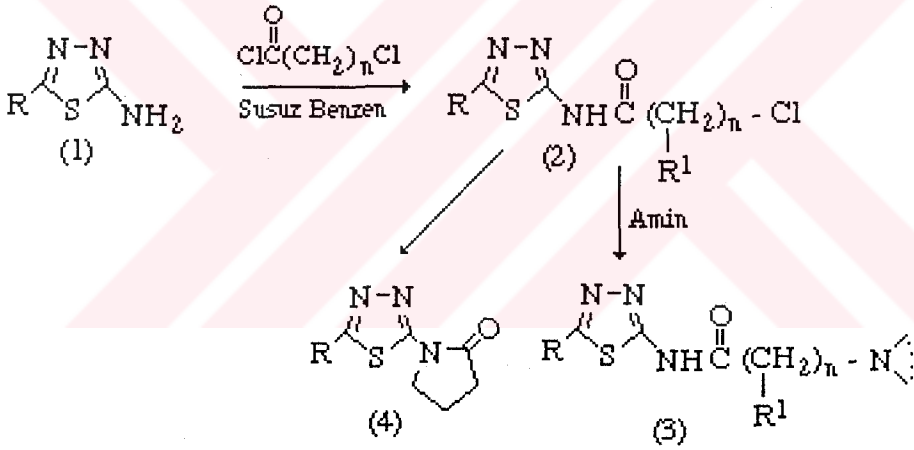


Vashi ve diğ. [6], etil p-nitrosotimoksi asetatın hidrazin hidrat ile kondenzasyonundan p-nitrosotimoksiasetik asit hidrazid (1) elde edilmiştir. (1) bileşiğinin arilozotiyosiyanatlar ile reaksiyonuyla onun tiyosemikarbazitlerini (2) sentezlemişlerdir. Daha sonra con. H₂SO₄ ile heterosiklikleşme sonucu 2-arilamino-5-(p-nitrosotimoksi metil)-1,3,4-tiyadiazollerini (3) elde etmişlerdir.



1,3,4-tiyadiazol türevleri muhtemelen toksoforik -N=C-S gruplarından dolayı biyolojik aktivite içerdiği bilindiğinden Vashi ve diğ. (1996) sentezledikleri 2,5-disübstitüe-1,3,4-tiyadiazol türevlerinin biyolojik aktivitelerini de incelemişlerdir.

Mazzone ve diğ. [7], 2-amino-5-alkoksifenil-1,3,4-tiyadiazol (1) susuz benzende kloro açil klorürler ile etkileştirerek 5-alkoksifenil-2-(kloro açil amido)-1,3,4-tiyadiazoller (2) sentezlemişlerdir.

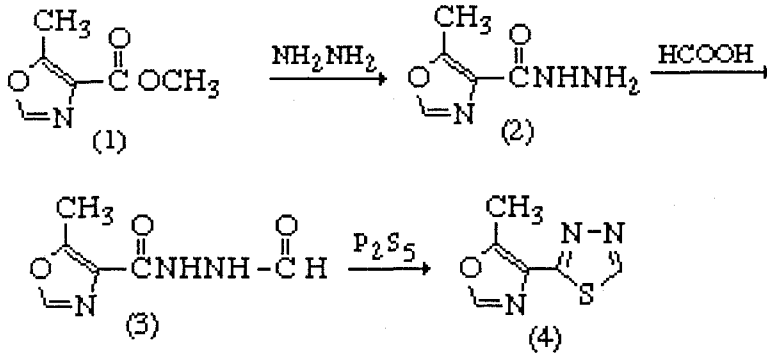


(2) bileşiğinin primer ve sekonder aminler ile kondenzasyonundan N,N-disübstitüe 2-(aminoaçil) amino-5-alkoksifenil-1,3,4-tiyadiazoller sentezlenmiştir.

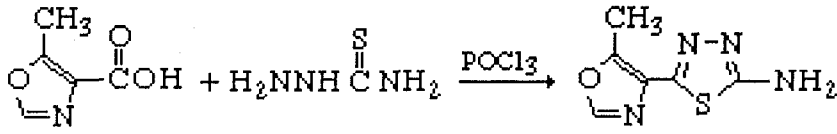
2-[4-klorobutirilamido]-5-alkoksifenil-1,3,4-tiyadiazolün çeşitli aminlerle etanol ortamında ısıtılmasıyla 2-tiyadiazolil-5-pirolidinonun türevleri elde edilmiştir.

Mazzone ve diğ. (1993) , sentezledikleri bu bileşiklerin lokal anestetik aktifliklerini incelemişlerdir.

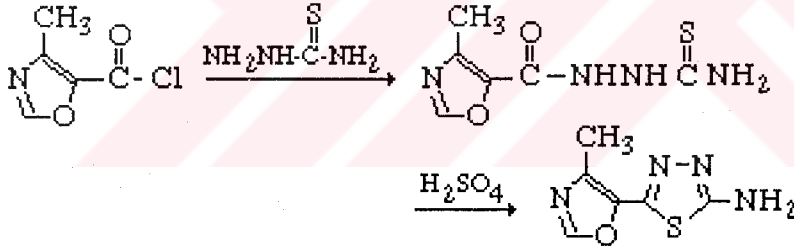
Shafiee ve diğ. [8], metil-5-metiloksazol-4-karboksilat (1) ile hidrazin hidratın reaksiyonu ile 5-metiloksazol-4-karboksilik asit hidrazid (2) sentezlemiştir. (2) bileşiği ile formik asidin kaynatılmasıyla da 1-formil-2-(5-metiloksazol-4-karboksil) hidrazin (3)'e dönüştürülmüş, daha sonra da (3) bileşiği fosfor pentasülfür ile kaynatılmasından 2-(5-metil-4-oksazolil)-1,3,4-tiyadiazol (4) elde edilmiştir.



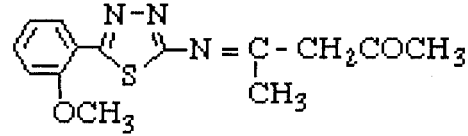
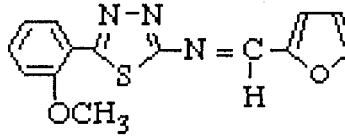
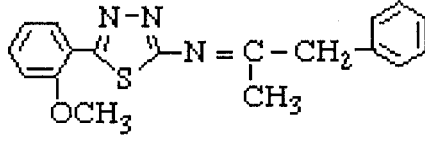
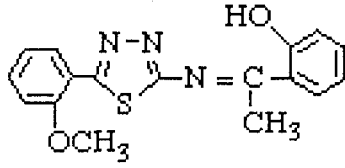
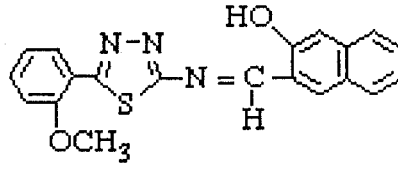
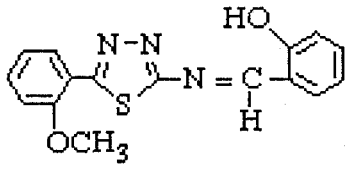
5-metiloksazol-4-karboksilik asidi fosforoksiklorür ve tiyosemikarbazitle ısıtarak 2-amino-5-(5-metil-4-oksazolil)-1,3,4-tiyadiazol'u elde etmişlerdir.



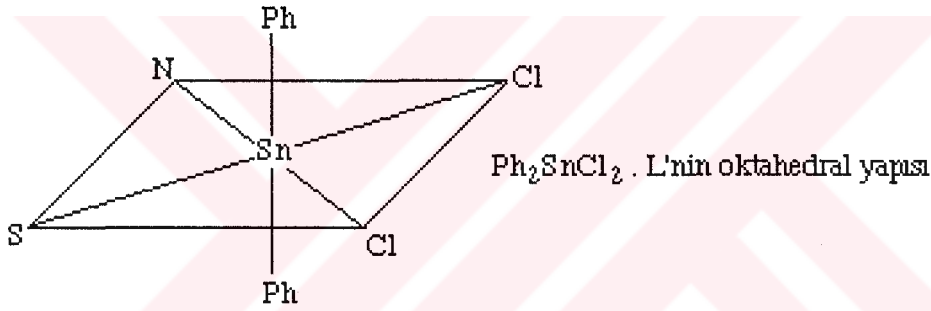
4-metil-5-oksazolkarbonil klorür piridin ortamında tiyosemikarbazit ile reaksiyonundan elde edilen ürün daha sonar derişik. H_2SO_4 yanında ısıtılarak 2-amino-5-(4-metil-5-oksazolil)-1,3,4-tiyadiazole dönüştürülmüştür.



Nath ve diğ. [9], 2-amino-5-(o-metoksifenil)-1,3,4-tiyadiazol ile salisilaldehit, 2-hidroksi-1-naftaldehit, 2'-hidroksiasetofenon, benzil metil keton, asetilaseton ve furankarbaldehidin kondenzasyonundan elde edilen Schiff bazlarının kompleksleri sentezlenmiştir.

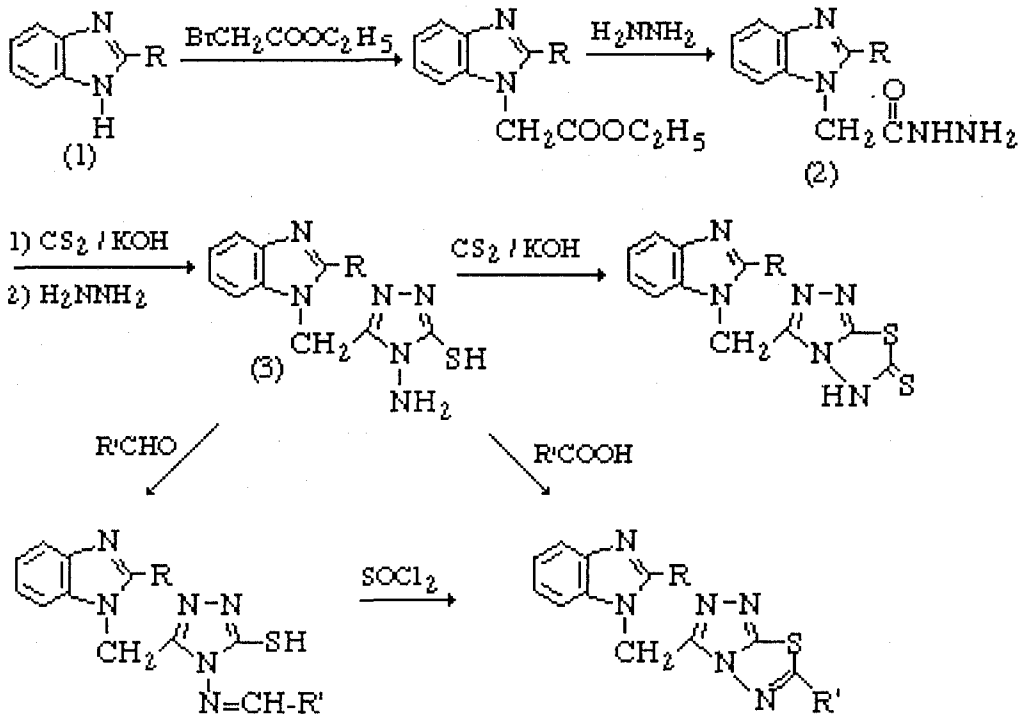


Ligand (L) olarak ifade edilen yukarıdaki Schiff bazların komplekslerini hazırlamışlardır.

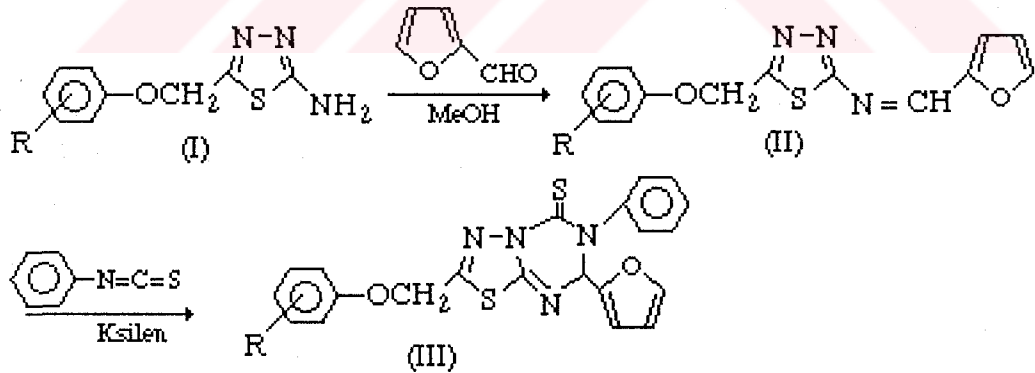


2,5-disübstitüe-1,3,4-tiyadiazol bileşiklerinin biyolojik aktiflikleri bilindiğinden elde edilen komplekslerin biyolojik aktiviteleri araştırılmıştır.

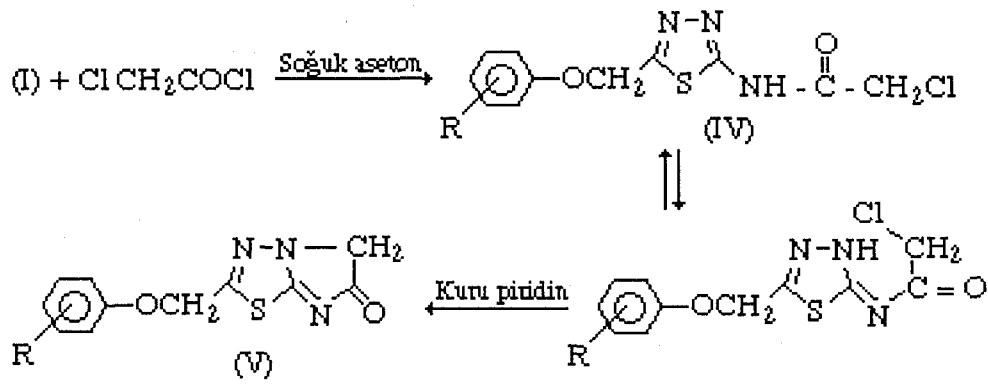
Habib ve diğ. [10], 2-alkil-1H benzimidazollerin (1) etilbromoasetat ile reaksiyonundan oluşan ester ile hidrazinhidratın etkileşmesiyle 2-alkilbenzimidazol-1-asetik asit hidrazidleri (2) elde etmişlerdir. Daha sonra bu bileşiği önce CS₂ / KOH ile ardından hidrazin hidrat ile etkileştirerek 1-[(4-amino-5-merkpto-4H-1,2,4-triazol-3-il) metil]-2-alkil-1H benzimidazol (3)'ü sentezlemişlerdir. (3) bileşiği POCl₃ ortamında karboksilik asit ile veya CS₂ / KOH ile halkalaştırılarak triazolotiyadiazoller sentezlenmiştir. (3) bileşiğinin aldehit ile reaksiyonundan arilidin türevlerini, arilidin türevleri de SOCl₂ ortamında halkalaştırılarak triazolotiyadiazollere dönüştürülmüştür. Sentezlenen bileşiklerin antimikrobal özelliklerini araştırmışlardır.



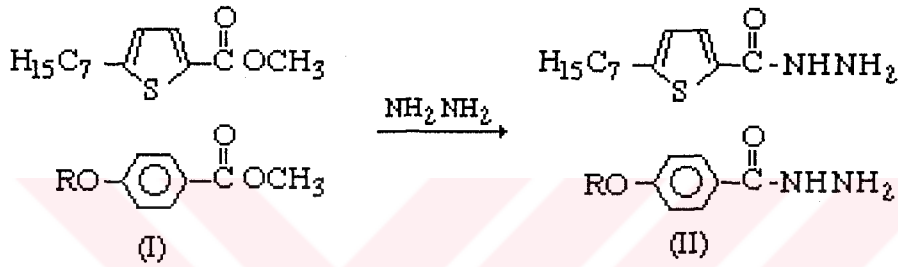
Chaturvedi ve diğ. [11], 2-amino-5-ariloksimetil-1,3,4-tiyadiazoller ile furfuraldehit metanolde kaynatılarak 5-(2,4-diklorofenoksimetil)-2-(furalidenimino)-1,3,4-tiyadiazoller (II) elde edilmiş ve sonradan da fenil izotiyosiyanatla kuru ksilen ortamında kaynatılmasıyla 7-furano-2-(2,4-diklorfenoksimetil)-6-fenil-1,3,4-tiyadiazolo (3,2-a)-S-triazin-5-tiyonlar (III) sentezlenmiştir.



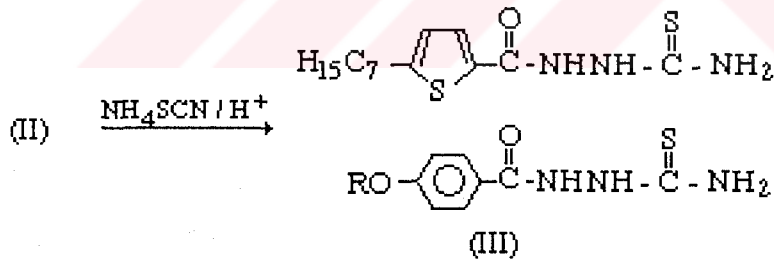
Yine 2-amino-5-ariloksimetil-1,3,4-tiyadiazollerden çıkarak asetonunda klorasetil klorür ile amid klorürleri (IV) elde etmişler ve sonradan da kuru piridinde oda sıcaklığında karıştırılmasıyla bileşiği halkalaştırmışlardır (V). Aynı zamanda bu bileşiklerin pestisidal aktifliklerini incelemişlerdir.



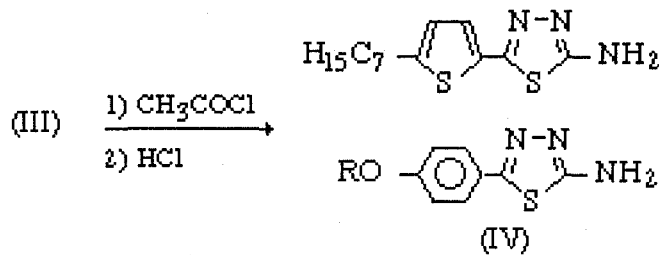
Parra ve diğ. [12], karboksilat içeren bileşiklerin hidrazin hidrat ile kondenzasyonundan hidrazidler (II) elde etmişlerdir.



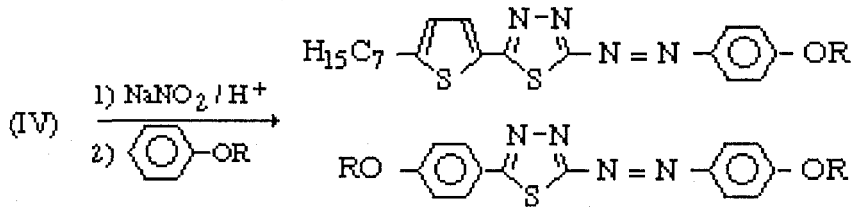
Hidrazidler con. HCl ortamında amonyum tiyosiyanatla etkileştirilerek tiyosemikarbazitlere (III) dönüştürülmüştür.



Tiyosemikarbazidler (III) asetil klorür ile etkileştirilmesiyle asetamido bileşiklerini, daha sonra hidrolizi sonucu amino tiyadiazollerini (IV) elde edilmiştir.

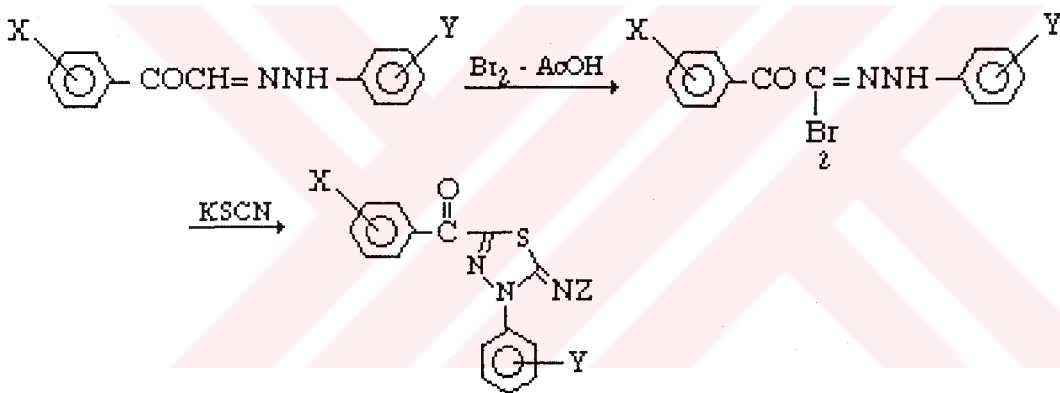


n-alkoksibenzenler ile aminotiyadiazollerin diazonyum tuzlarının kenetlenmesiyle azo bileşikleri elde edilmiştir.

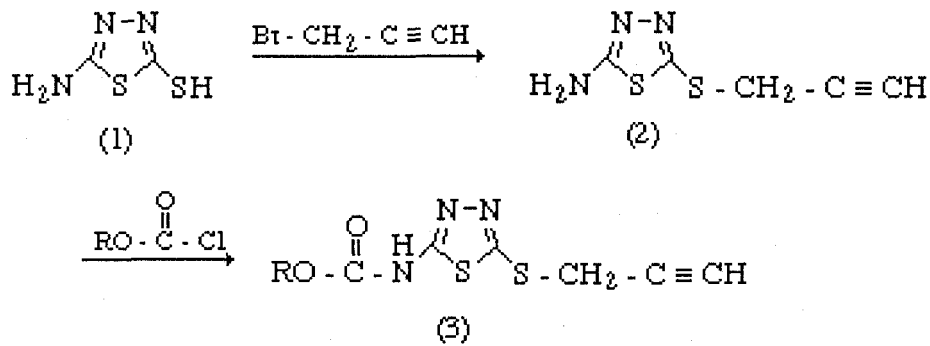


Parra ve diğ. [12], sentezlenen bu azo bileşiklerinin mezomerlik özelliklerini incelemiştir.

Joshi ve diğ. [13], hidrazonoil bromür (2) ile potasyum tiyosiyanatın etanoldeki çözeltisinde flor içeren (4-aril-4,5-dihidro-5-imino-1,3,4-tiyadiazol-2-ilaril) metanon (3) sentezlenmiştir.

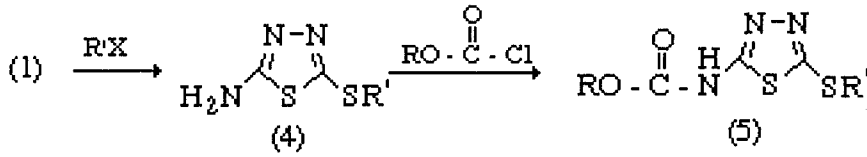


Zuhair ve diğ. [14], 2-amino-5-merkpto-1,3,4-tiyadiazol (1)'in 3-brom propin ile alkilasyonundan propinil tiyo (2) bileşikleri elde edilmiş ve daha sonra etil veya allil kloroformat ile etkileşmesinden karbamat türevleri sentezlenmiştir.

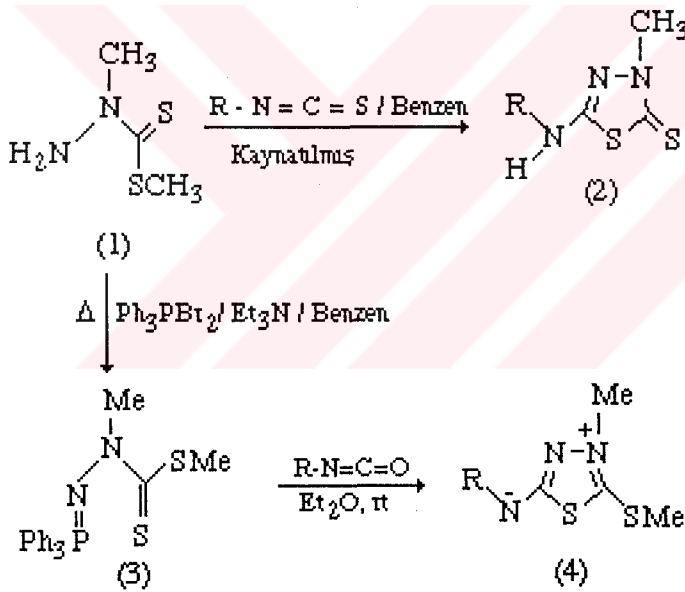


TC İZMİR EKİLEMLERİ KURULU
FENİLİNERGİLERİ BÖLÜMÜ

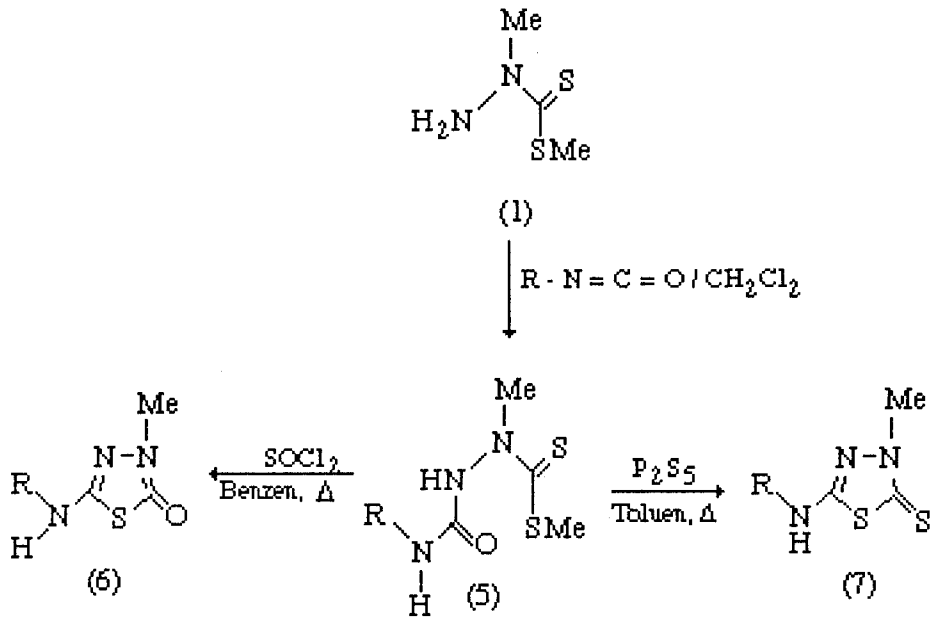
(1) bileşiğinin çeşitli alkil veya alkenil halojenürlerle reaksiyonu ile 2-amino-5-alkiltiyo-1,3,4-tiyadiazoller (4) sonradan da etil, allil - kloroformat ile etkileşmesiyle karbamat türevleri (5) elde edilmiş ve antimikrobiyal aktiflikleri incelenmiştir.



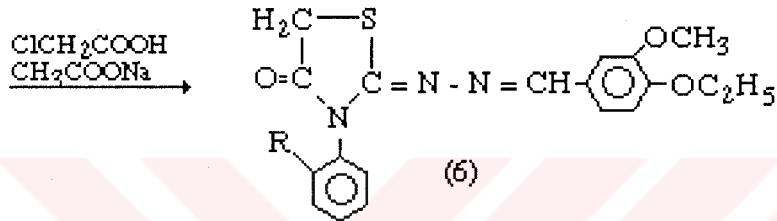
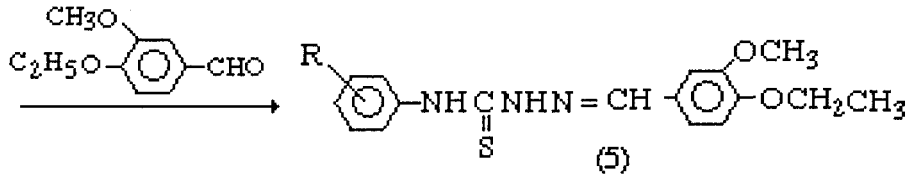
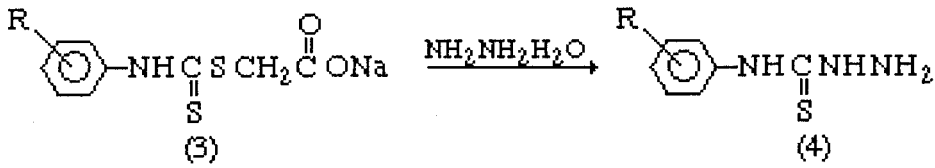
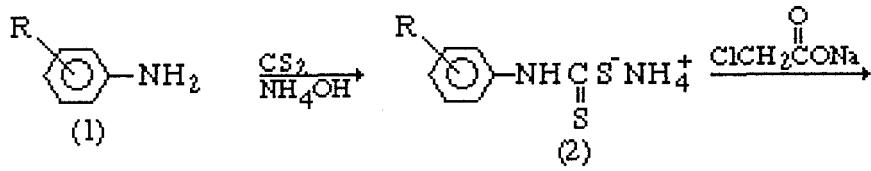
Molina ve diğ. [15], metil-2-metilditiyokarbazat (1) izotiyosiyanatlar ile etkileştirilerek 5-arilamino-3-metil-2-tiyokso-2,3-dihidro-1,3,4-tiyadiazoller (2) sentezlenmiştir. (1) bileşiğinin trifenilfosfin dibrom ile kuru benzende kaynatılmasıyla da iminofosforanlar (3) sentezlenmiştir. Sonradan da iminofosforanlar aromatik izosiyanatlar ile oda sıcaklığında kuru dietilerde etkileştirilmiş, anhidro-2-arilamino-4-metil-5-metiltiyo-1,3,4-tiyadiazolyum hidroksit (4) elde edilmiştir.



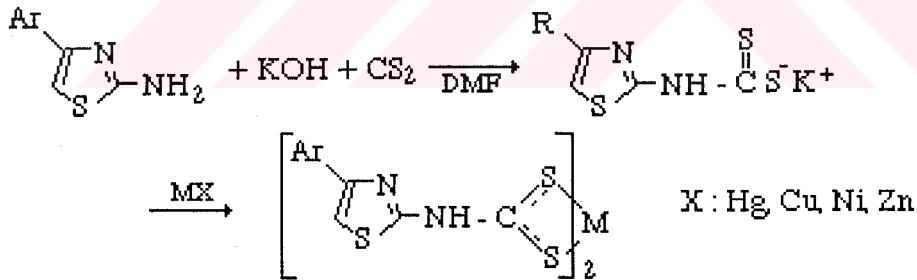
(1) bileşiği izosiyanatlarla kuru diklormetanda oda sıcaklığında reaksiyonundan metil 3-aminokarbonil-2-metilditiyokarbazatlar (5), (5)'in de tiyoniklorür ile kuru benzende azot altında ısıtılmasıyla 5-arilamino-3-metil-2-okso-2,3-dihidro-1,3,4-tiyadiazol (6), P₂S₅ ile toluende kaynatılmasıyla da 5-arilamino-3-metil-2-tiyokso-2,3-dihidro-1,3,4-tiyadiazoller (7) sentezlenmiştir.



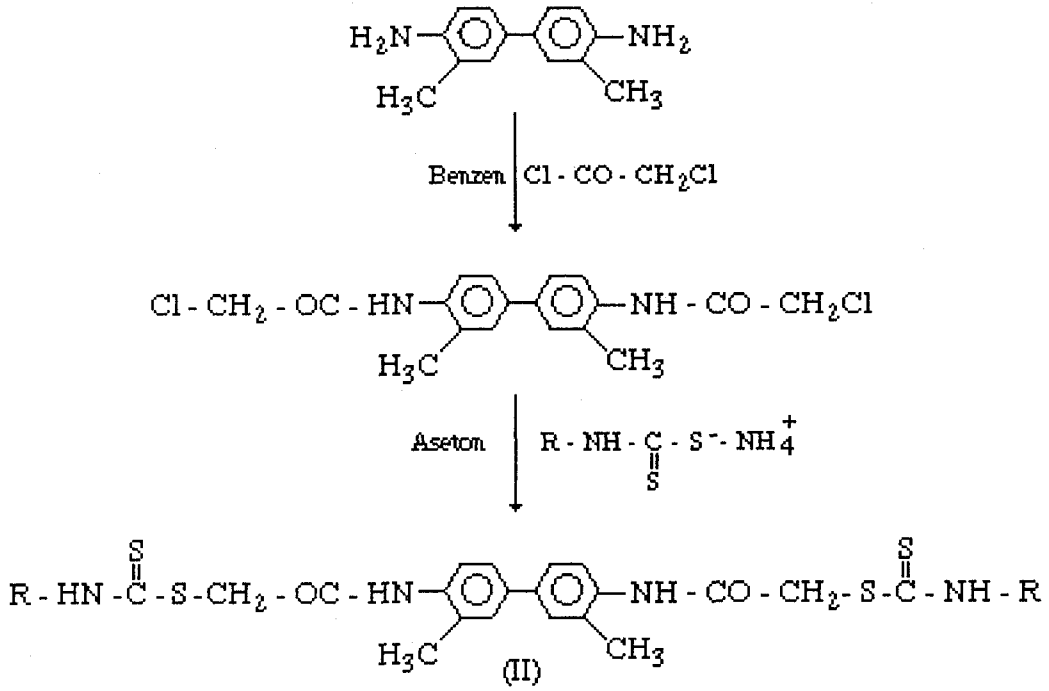
Dimri ve Pormer [16], uygun primer aminlerin derişik NH_4OH 30°C 'nin altında CS_2 ile etkileştirerek amonyum ditiyokarbamatlarını hazırlamışlardır. Daha sonra monoklor asetik asitin sodyum tuzu ile etkileştirilmiş, oluşan bileşiğin de hidrazin hidrat ile etkileştirilmesinden tiyosemikarbazitler elde edilmiş, oradan da aldehitler ile etkileştirilmesinden Schiff bazlarına dönüştürülmüştür. Schiff bazlarının da klorasetik asit ve sodyum asetat ile reaksiyonundan tiyosemikarbazonlar hazırlanmıştır. Sentezlenen bileşiklerin antikonsuluvant aktiviteleri incelenmiştir.



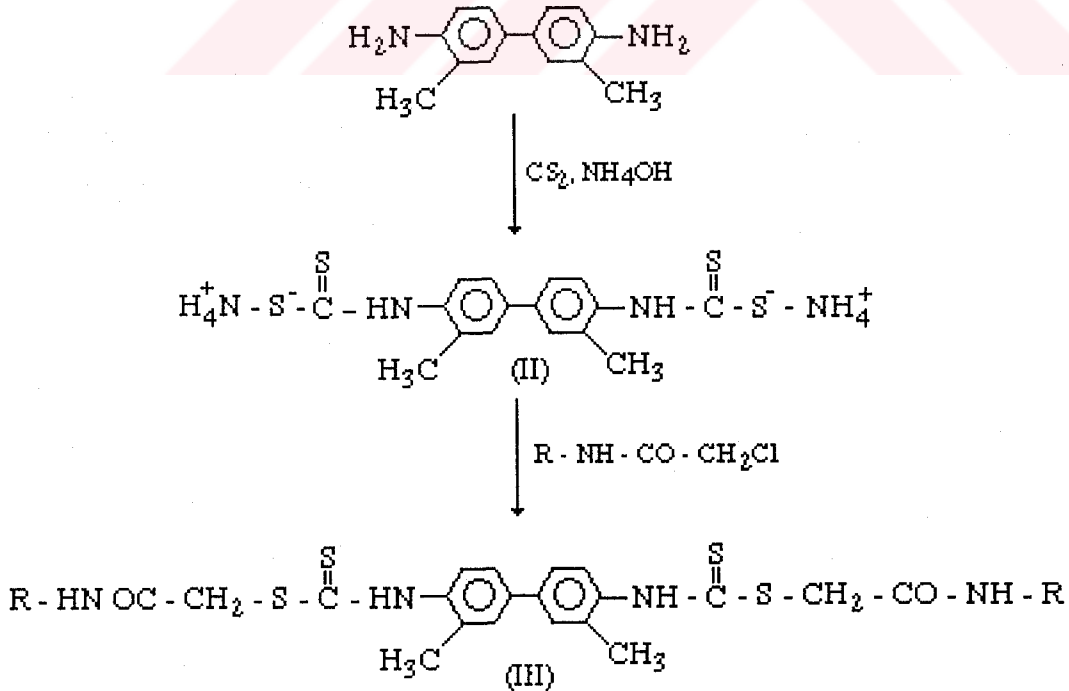
Ahluwalia ve diğ. [17], tiyazolilditiyokarbamat türevleri ve onların metal komplekslerini sentezleyip, potansiyel antifungal ve antibakteriyal aktivitelerini incelemişlerdir.



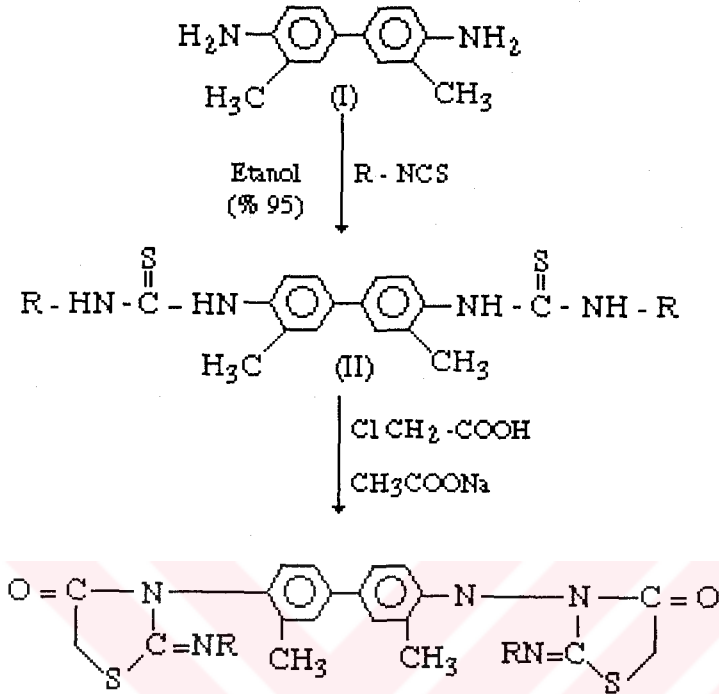
Desai [18], 3,3'-dimetil-4,4'-diaminobifenil ile klorasetil klorürün kuru benzende reaksiyonundan 3,3'-dimetil-4,4'-bis(kloroasetamid) bifenil (I) elde edilmiş ve sonradan da N-arilamonyum ditiyokarbamatlar ile kuru asetonda ısıtılarak 3,3'-dimetil-4,4'-bis(N-arilditiyokarbamat asetilamino) bifenil türevleri sentezlenmiştir.



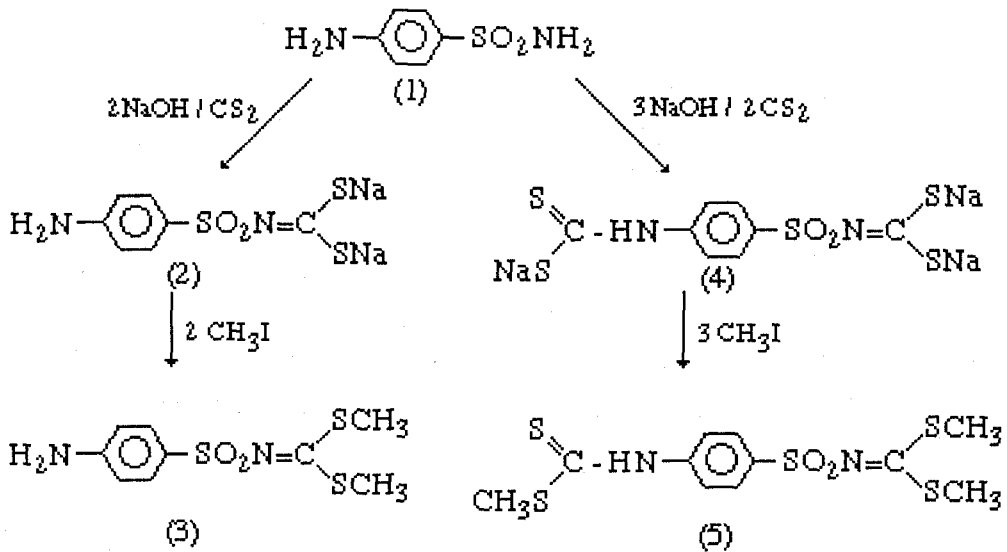
3,3-dimetil-4,4'-diaminobifenil ile NH_4OH ve CS_2 'nin reaksiyonundan 3,3'-dimetil-4,4'-bis(amonyum ditiyokarbamat) bifenil elde edilmiş ve sonradan da kuru benzende N-aril-kloroasetamidler ile reaksiyona sokularak 3,3'-dimetil-4,4'-bis (N-fenilkarbamoylditiyokarbamat) bifenil türevlerine dönüştürülmüştür. Sentezlenen bu bileşiklerin antimikrobiyal aktiviteleri incelenmiştir.



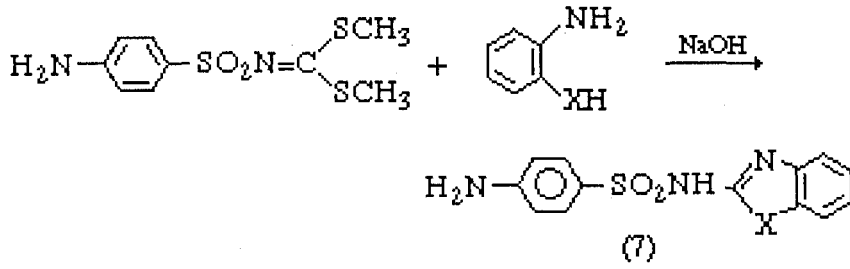
Desai [18], I. bileşimini aril izotiyosiyanatlar ile etanolde kaynatarak 3,3'-dimetil-4,4'-bis(N³-aril-2-tiyoureido) bifenil türevleri elde etmiş, sonradan da klorasetik asit ve sodyum asetatla halkalaştırmıştır.



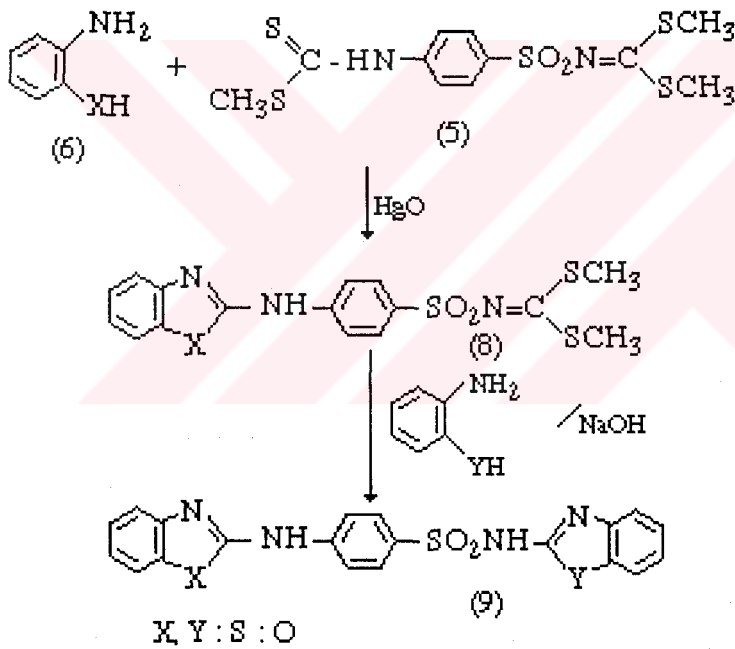
Meléndez ve diğ. [19], sülfonilamid (1)'i sırasıyla NaOH, CS₂ ve CH₃I ile etkileştirerek reaksiyonda ortam şartlarına göre dimetil N-(4-aminofenilsülfonil) ditiyokarbamonimid (3) veya dimetil N-(4-tiyometiltiyokarbonilaminofenilsülfonil) ditiyokarbonimid (5) elde etmiştir.



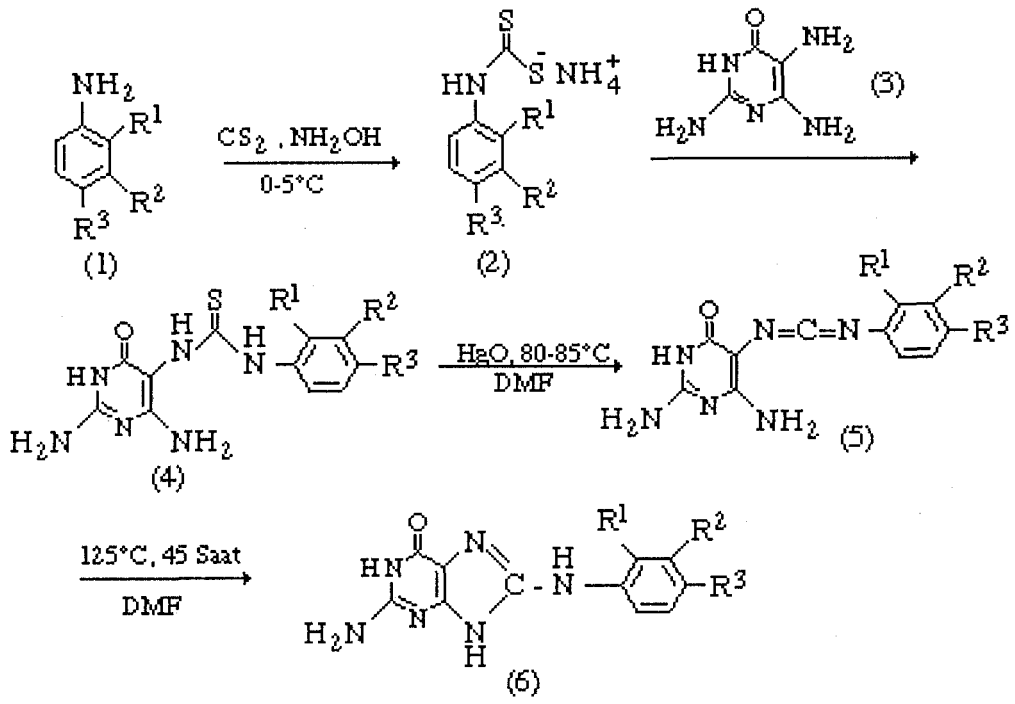
(3) bileşiği o-aminotiyofenol veya o-aminofenol ile bazik ortamda reaksiyonundan (7) elde edilmişlerdir.



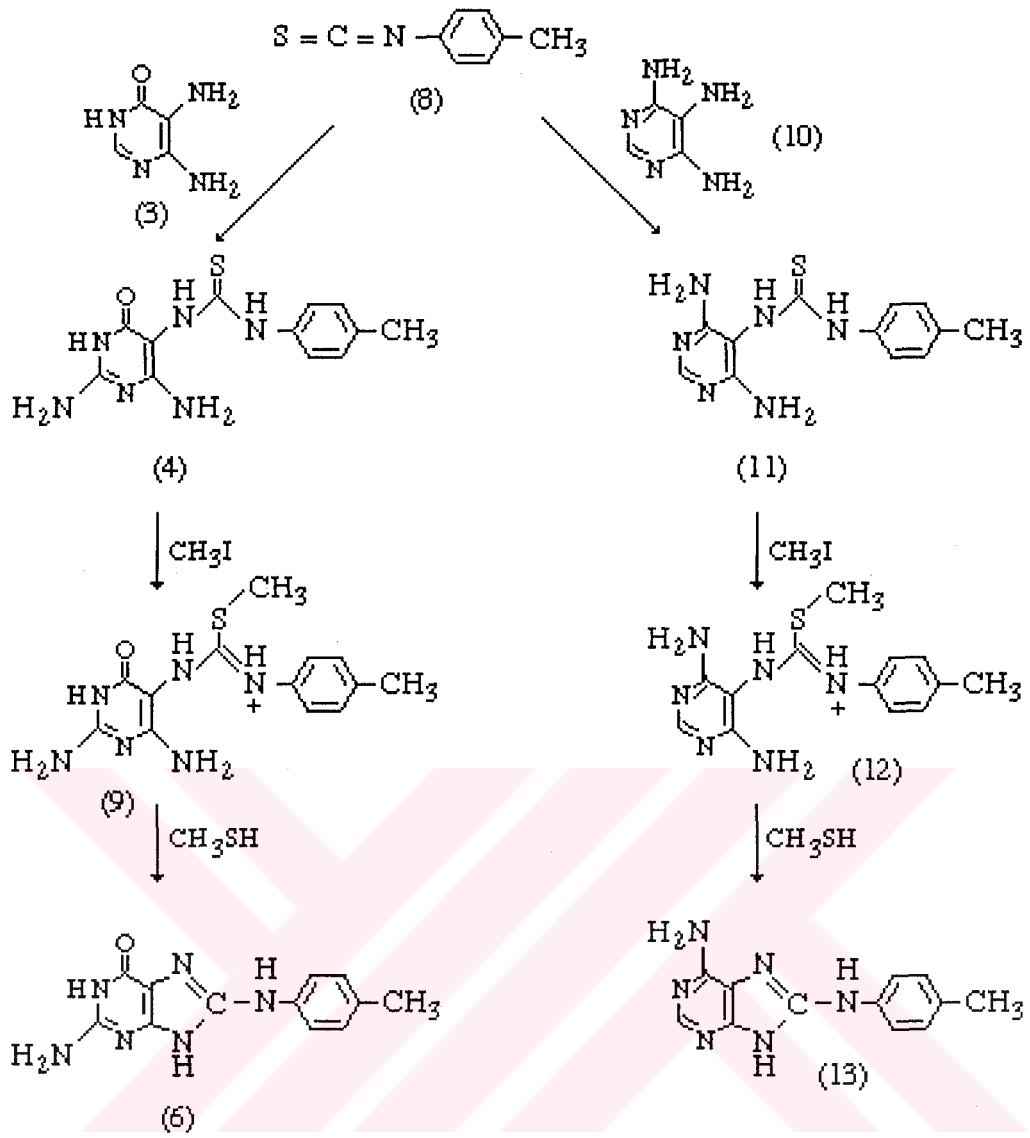
(5) bileşiği o-süstitüeanilinle kırmızı civa (II) oksit ortamında ısıtıldığında reaksiyonun seçici olarak ditiyokarbamat kısmında gerçekleştiği görülmüştür. Daha sonra da reaksiyona girmeyen karbonimid kısmının bazik ortamda o-aminotiyofenol veya o-aminofenol ile etkileşmesiyle simetrik olmayan N¹,N⁴-bis(2-benzazolil) sülfonilamidler sentezlenmiştir.



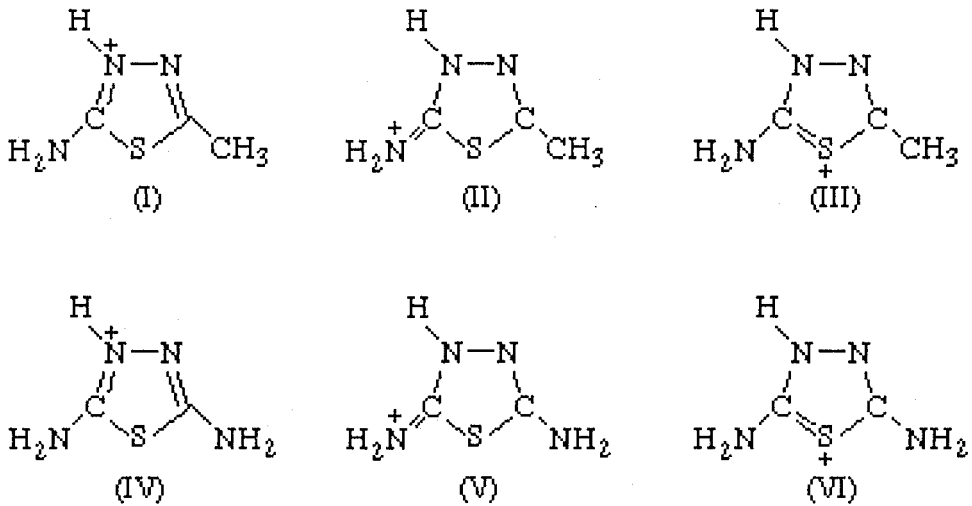
Swenson ve diğ. [20], toluidinlerden hazırlanan amonyum tolilditiyokarbamatlar (2), 6-hidroksi-2,4,5-triaminopirimidin sülfat (3) ile reaksiyonundan 2,4-diamino-5-(toliltiyüreido) aminopirimidin-6-keton (4) sentezlenmiştir. Sonradan da HgO ile indirgeyerek karbodiimidleri, karbodiimidlerin de 125°C'de DMF'de 40-45 saat azot atmosferinde ısıtılmasından N-(guanin-8-il) toliidinleri (6) sentezlemişlerdir.



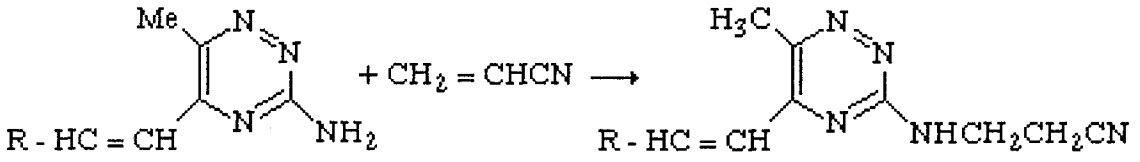
p-Tolil izotiyosiyanat (8), 6-hidroksi-2,4,5-triaminopirimidin sülfat (3) ile DMF içinde trietilamin yanında reaksiyonundan tiyoüre türevi (4) elde edilmiştir. Sonradan da metil iyodürle etkileştirilmesinden metilizotiyouüronyum (9), bu bileşiğin de DMF'de ısıtılmasıyla halkalaşmaya gitmesi sonucu (6) bileşiği sentezlenmiştir.



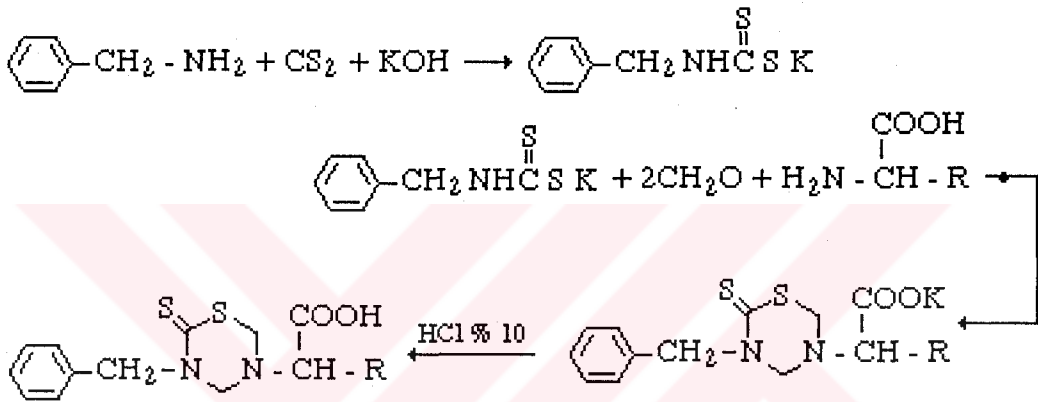
Antolini ve diğ. [21], 1,3,4-tiyadiazolün 2-amino türevlerinin sentezi, kristal ve molekül yapısı ve infrared karakterizasyonunu incelemiştirlerdir.



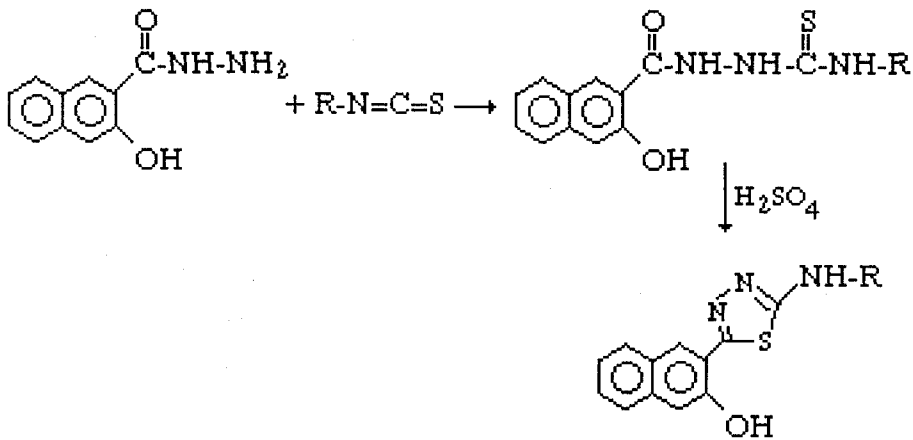
Abdel - Rahman [22], 3-amino-6-metil-5-stiril-1,2,4-triazin ile akrilonitrili piridin-su karışımında kaynatarak 3-siyanoetilamino-1,3,4-triazin elde etmişlerdir.



Ertan ve diğ. [23], benzilaminden ditiyokarbamat tuzları elde etmişler, sonra formaldehit ve amino asitler ile etkileştirerek bazı 3,5-disüb.-tetrahidro-2H-1,3,5-tiyadiazin-2-tiyon türevleri sentezleyerek antifungal aktivitelerini incelemişlerdir.

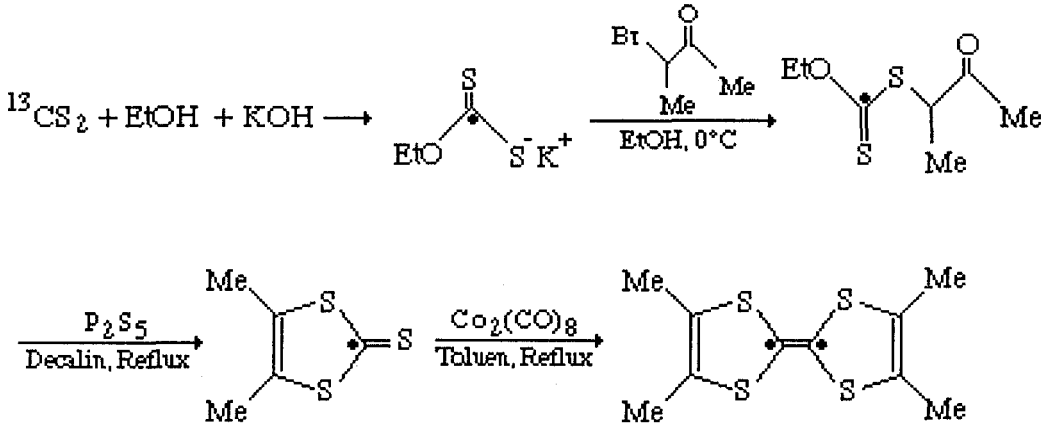


Doğan ve diğ. [24], 3-hidroksi-2-naftoik asit hidrazitten çıkarak 1,4-bisüstitüe karbazit ve 1,3,4-tiyadiazol türevlerini sentezleyerek antimikrobiyal ve antikonvulsant aktivitelerini incelemişlerdir.

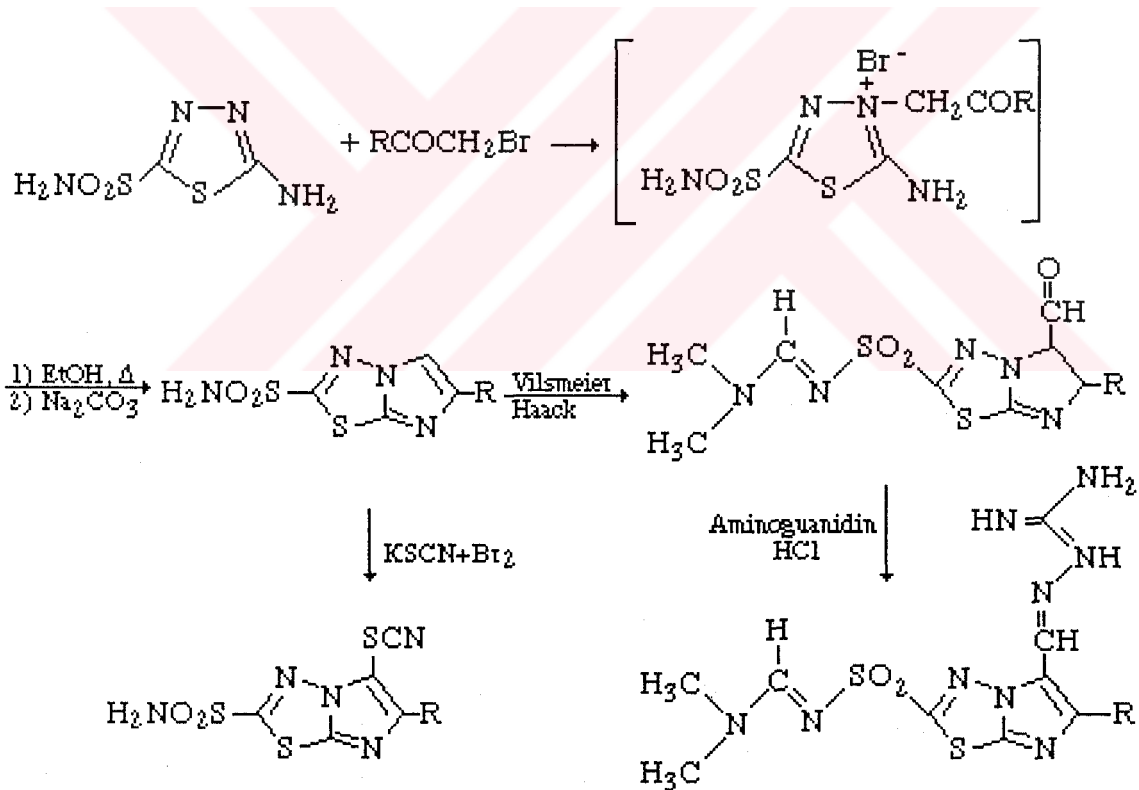


Merlik ve diğ. [25], CS₂ ve KOH'i etanolde 0°C'de etkileştirerek potasyum o-etil 1-¹³C-ditiyokarbonat elde etmişlerdir. Sonra da potasyum o-etil 1-¹³C-ditiyokarbonat ile 3-brom-2-bütanonu etkileştirmesinden o-etil-S-3-oksobut.-2-il-1-¹³C-ditiyokarbonat bileşimini

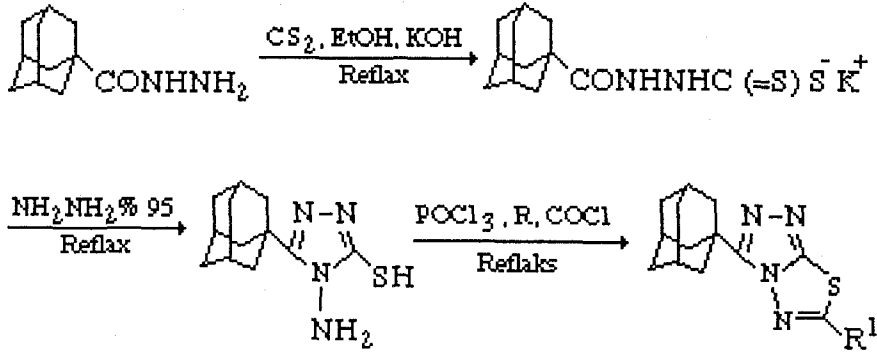
sentezlemişlerdir. Daha sonra da 2-¹³C-4,5-dimetil-1,3-ditiyol-2-tiyon ve 2,2'-¹³C-tetrametil(2,2') bi (1,3) ditiyolidene dönüştürmüşlerdir.



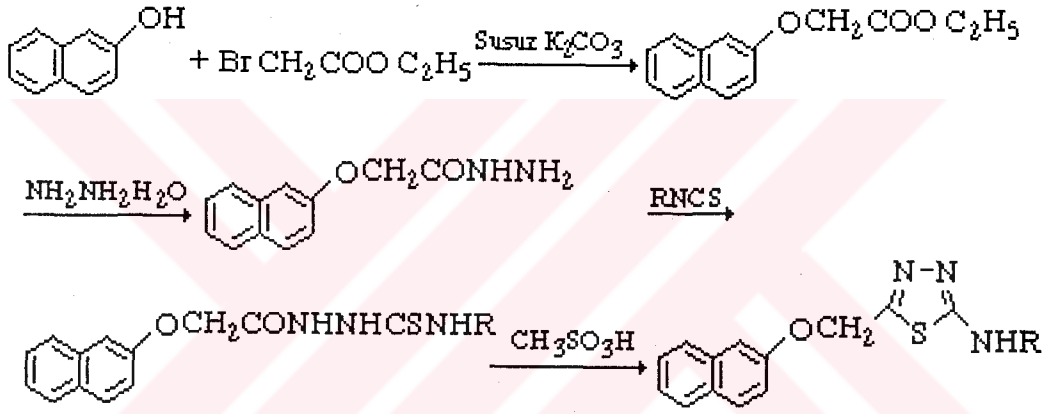
Gadad ve diğ. [26], bazı 5-guanil hidrazon / tiyosiyano-6-arilimidazo (2,1-b)-1,3,4-tiyadiazol-2-sülfonamid türevlerini sentezleyerek antimikrobiyal aktifliklerini incelemişlerdir.



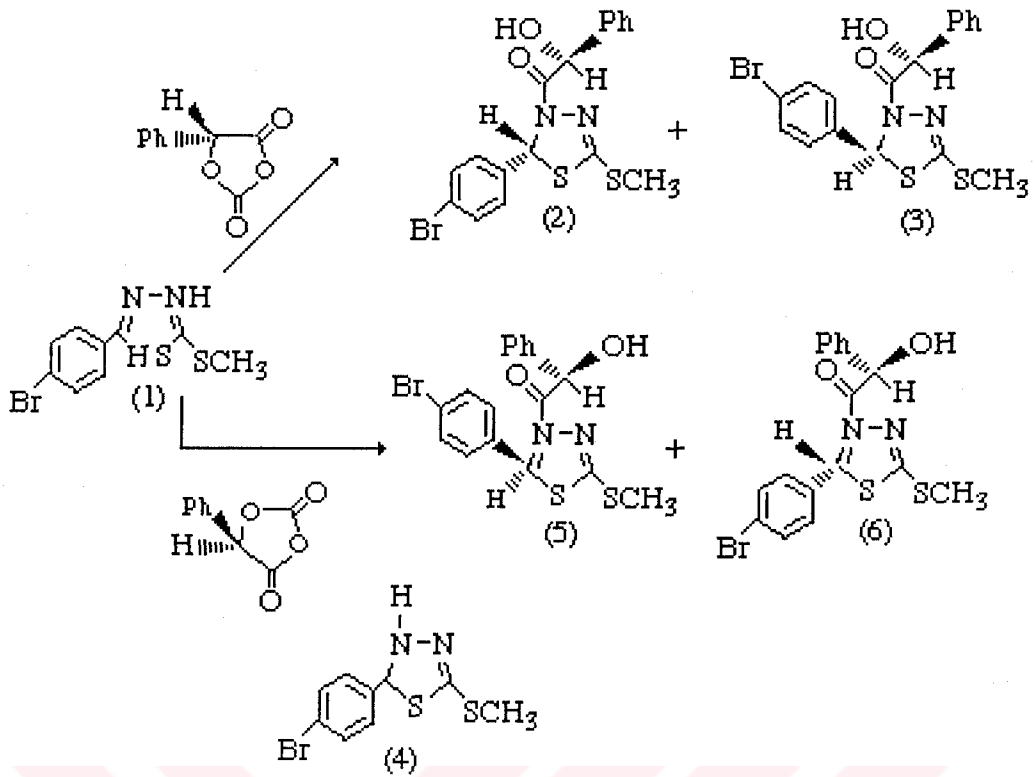
Kritsanida ve diğ. [27], adamantan karboksilik asidi hidrazite dönüştürüp ditiyokarbamat tuzlarını sentezlemişlerdir. Ditiyokarbamat tuzlarını triazollere ve sonra da 3,6-disüstitüe 1,2,4-triazolo-[3,4-b] [1,3,4]-tiyadiazol türevlerine dönüştürerek antiviral etkisini araştırmışlardır.



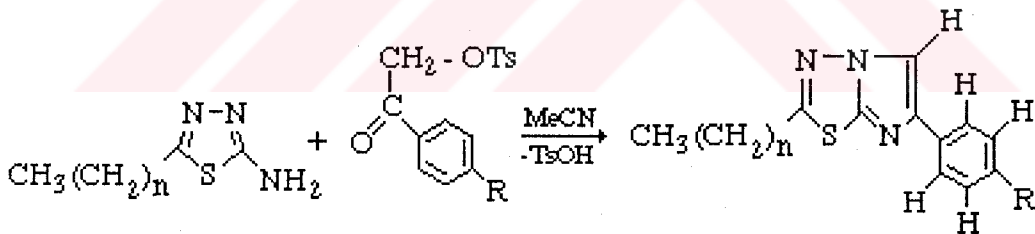
Palaska ve diğ. [28], 2-naftolden çıkarak uygun reaktifler ve koşullarda 1-açiltiyosemikarbazitleri sentezlemişlerdir. 1-açiltiyosemikarbazitleri toluene ve metansülfanik asit içinde etkileştirilmesiyle 1,3,4-tiyadiazollerini elde edip sakinleştirici etkilerini araştırmışlardır.



Toyooka diğ. [29], kiral 1,3-dioksalan-2,4-dion bileşiğini kullanarak kiral 2-substitüe 2,3-dihidro-1,3,4-tiyadiazol türevlerini sentezlemişlerdir.

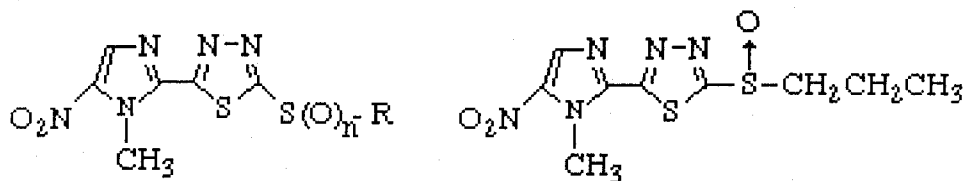


Mohan ve diğ. [30], imidazo [2,1-b]-1,3,4-tiyadiazollerini, 2-amino-1,3,4-tiyadiazollerle α -haloketonların reaksiyonundan ya da direk olarak 2-amino-1,3,4-tiyadiazollerinin [hidroksi (tosiloksi) iyodo] benzenin varlığında asetofenonlar ile etkileşmesinden elde etmişlerdir.

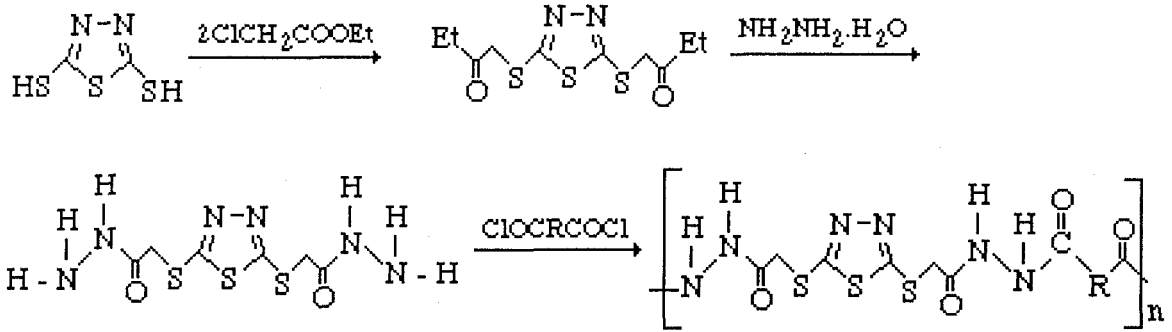


Malik ve diğ. [31], ditiyokarbamat pertisitlerinin analizinin metotlarını incelemişlerdir.

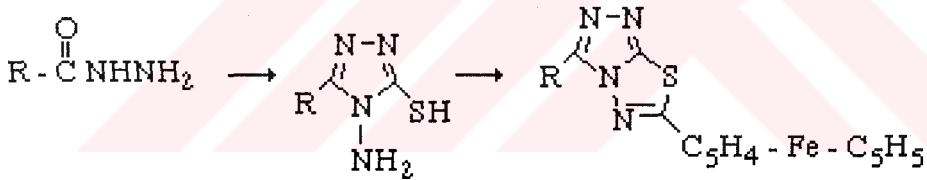
Foroumadi ve diğ. [32], 2-(1-metil-5-nitro-2-imidazolil)-1,3,4-tiyadiazol-5-alkilsülfidler, alkilsülfoksitler ve alkilsülfonların sitotoksite ve invitro antituberküloz aktivitelerini araştırmışlardır.



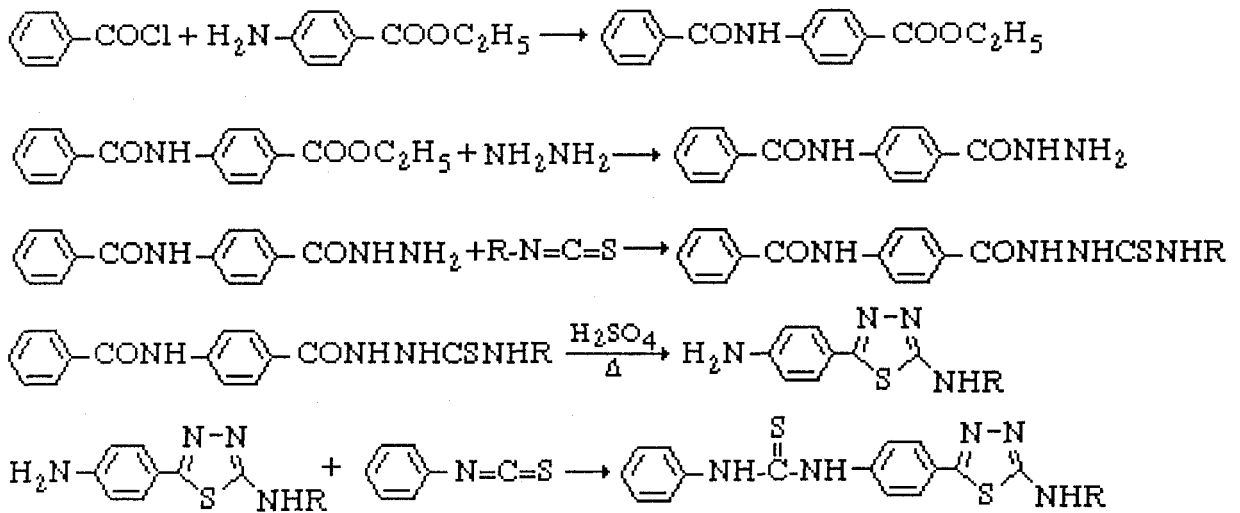
Al-Muaikel ve diğ. [33], 2,5-dimerkapto-1,3,4-tiyadiazol ile etilkloroasetatın nükleofilik yerdeğiştirme reaksiyonuyla ve sonra da hidrazin hidrat ile etkileştirilmesiyle 2,5-bis (merkaptto-asetikhidrazit)-1,3,4-tiyadiazol'ü sentezlemiştir. Bu bileşiği daha sonra dibenzoil klorür ve 4,4'-azobenzoil klorürler ile etkileştirerek polihidrazitleri elde etmiştir.



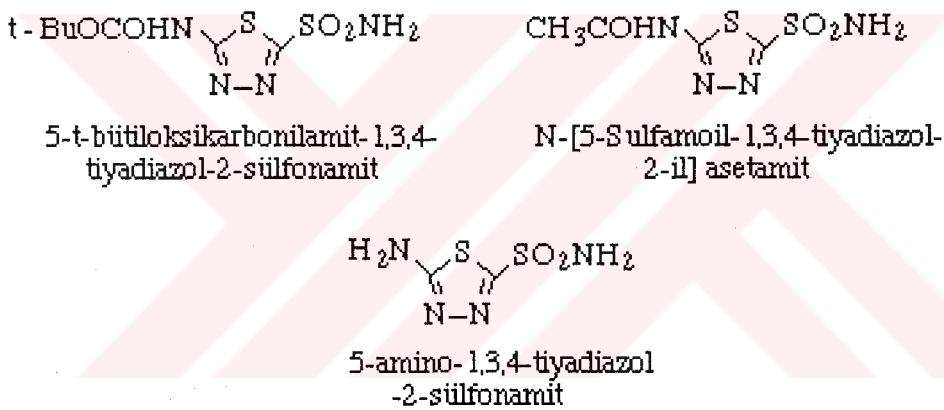
Kidwai ve diğ. [34], uygun hidrazitlerden çıkarak 5-substitüe-4-amino-3-merkaptto-1,2,4-s-triazoller sentezlemiştir. Bunların da mikro dalga ışın altında fosfor oksiklorür ortamında ferrosen karboksilik asit ile kondenzasyonu ile 3-sub.-6-ferrosenil-1,2,4--s-triazolo-[3,4-b]-1,3,4-tiyadiazoller elde etmiştir.



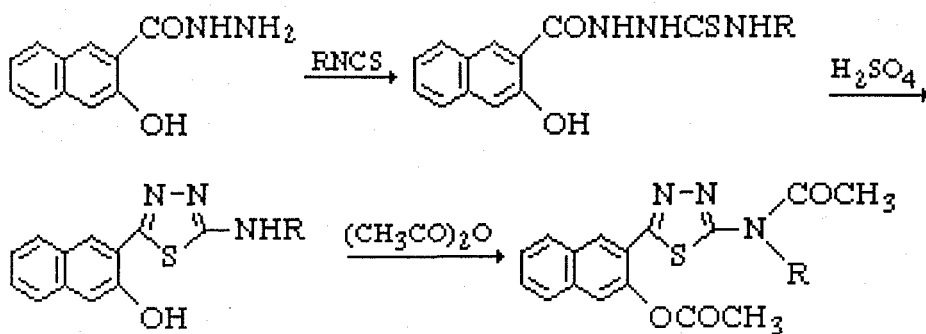
Karakuş ve Rolla [35], yeni N-fenil-N'-[4-(5-alkil / arilamino-1,3,4-tiyadiazol-2-il)fenil] tiyüre türevlerini sentezleyerek antitüberküloz aktivitelerini araştırmışlardır.



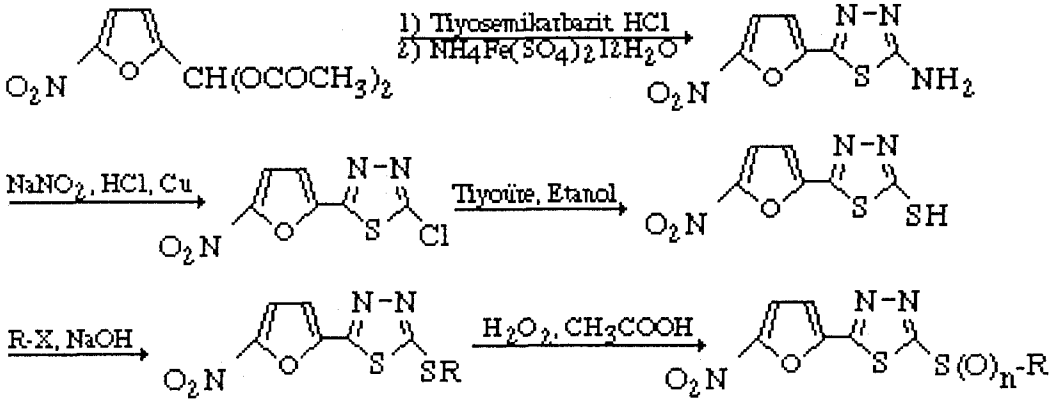
Chufâin ve diğ. [36], 5-tert-bütüloksikarbonilamid-1,3,4-tiyadiazol-2-sülfonamit ve 5-amino-1,3,4-tiyadiazol-2-sülfonamit bileşiklerinin çarpıntı giderici etkilerini araştırmışlardır.



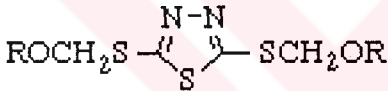
Doğan ve diğ. [37], 3-hidroksi-2-naftoik asit hidrazit'i izotiyosiyanat ile etkileştirerek tiyosemikarbazitlere dönüştürmüşlerdir. Tiyosemikarbazitlerin asidik ortamda halkalaşmasıyla 1,3,4-tiyadiazol türevlerini sentezlemişlerdir. Elde ettikleri bu bileşiklerin antikonsulvant, antibakteriyal ve antifungal aktivitelerini araştırmışlardır.



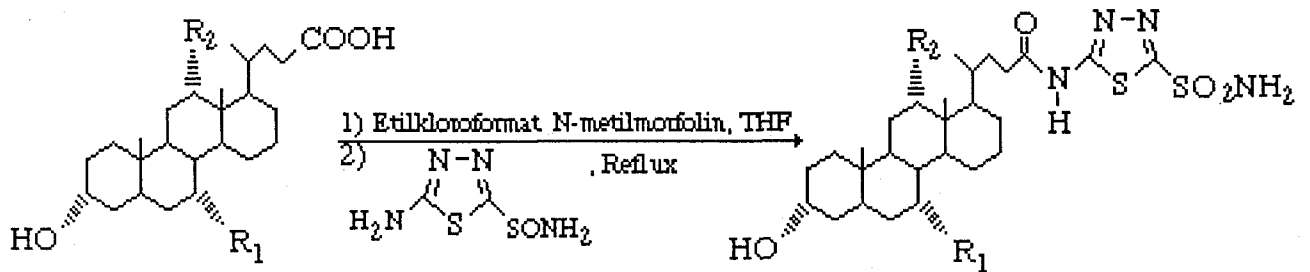
Foroumadi ve diğ. [38], 2-(5-nitro-2-furil)-1,3,4-tiyadiazol-2-sülfid, sülfoksit ve sülfon bileşiklerini sentezleyerek sitotoksisite ve invitro antitüberküloz aktivitelerini araştırmışlardır.



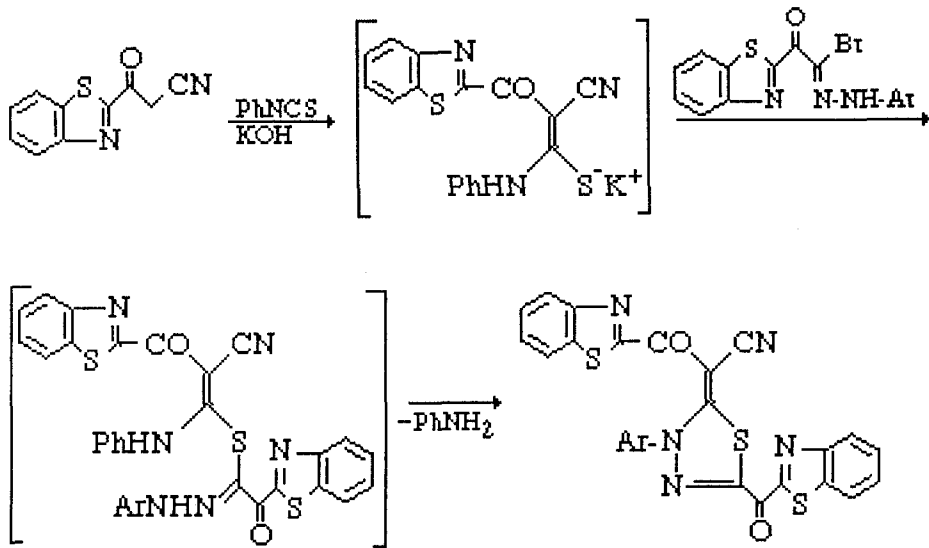
Gao ve diğ. [39], 1,3,4-tiyadiazol türevlerinin yağ katkı maddesi olarak kullanıldığında termal kararlı, antioksidatif, antikorozyf ve aşınmaya karşı etkili olduğunu tespit etmişlerdir.



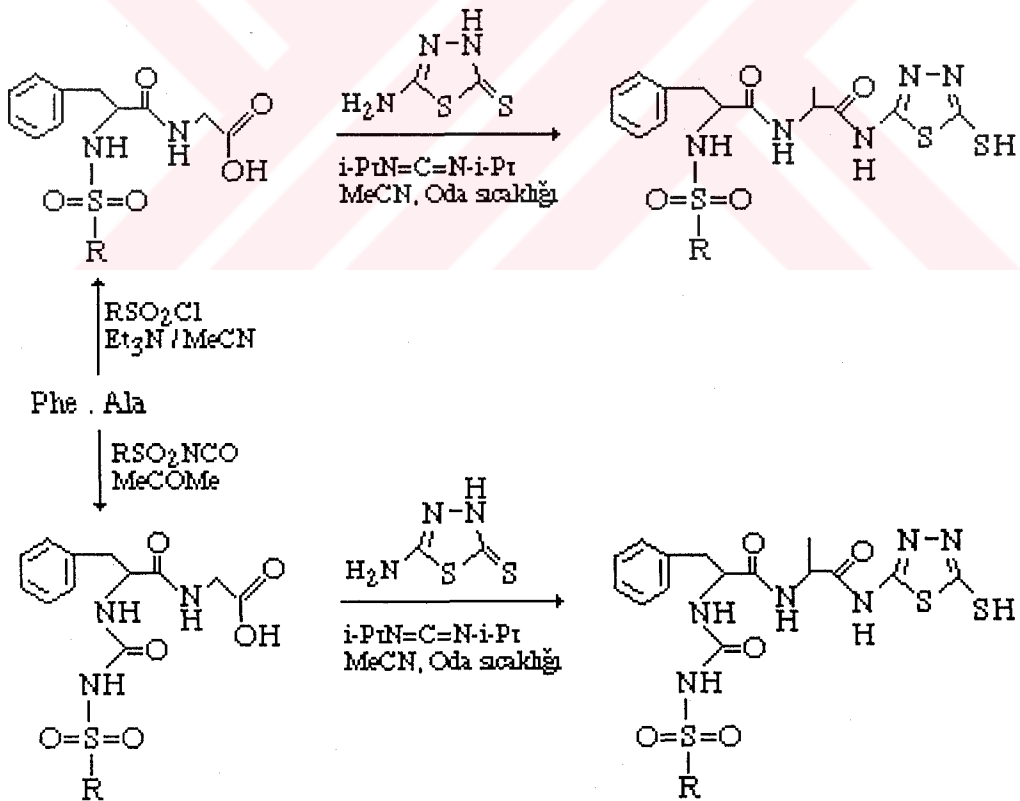
Bülbül ve diğ. [40], 2-asetilamino-1,3,4-tiyadiazol-5-sülfonamidin asidik hidroliz ile 2-amino-1,3,4-tiyadiazol-5-sülfonamidi hazırlamışlardır. Daha sonra da bileşikleri aktifleştirmek için N-metil morfolin ortamında etil kloroformat ile etkileştirdikten sonra 2-amino-1,3,4-tiyadiazol-5-sülfonamid ile de etkileştirerek bileşik amitleri elde etmişler ve bu bileşikleri karbonik anhidraz inhibitörleri olarak engelleyici etkilerini araştırmışlardır.



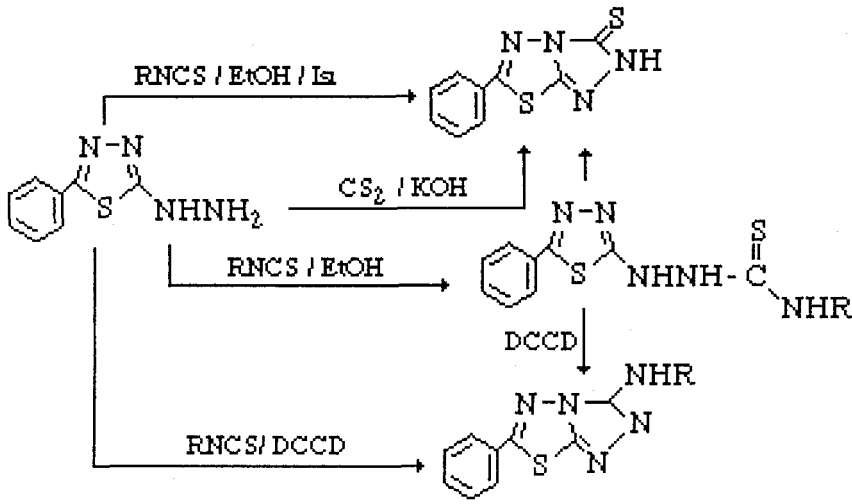
Farag ve diğ. [41], 3-(benzotiyazol-2-il)-3-oksopropannitril, potasyum hidroksit yanında fenilzotiyosiyanat ile etkileştirilmesi ve sonradan da hidrazonoil bromürü katılmasıyla 1,3,4-tiyadiazol türevlerini sentezlemişlerdir.



Scozzafava ve Supuran [42], fenilalanin alanin ile arilizosiyanatlar veya arilsülfonil halojenürlerin reaksiyonuyla ve sonra da karbodeimid yanında 5-amino-2-merkпто-1,3,4-tiyadiazol ile birleşmesiyle 1,3,4-tiyadiazol türevlerini sentezleyerek enzim inhibitör etkilerini araştırmışlardır.

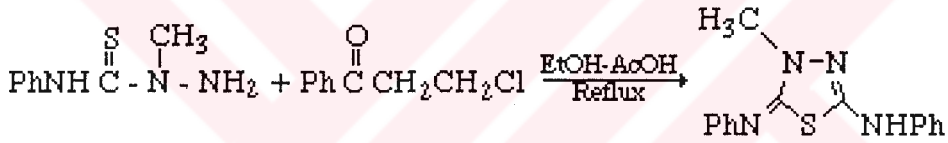


Mohsen ve diğ. [43], 2-hidrazin-5-fenil-1,3,4-tiyadiazolün türevlerini sentezleyerek invitro antimikrobiyal ve antifungal özelliklerini incelemişlerdir.

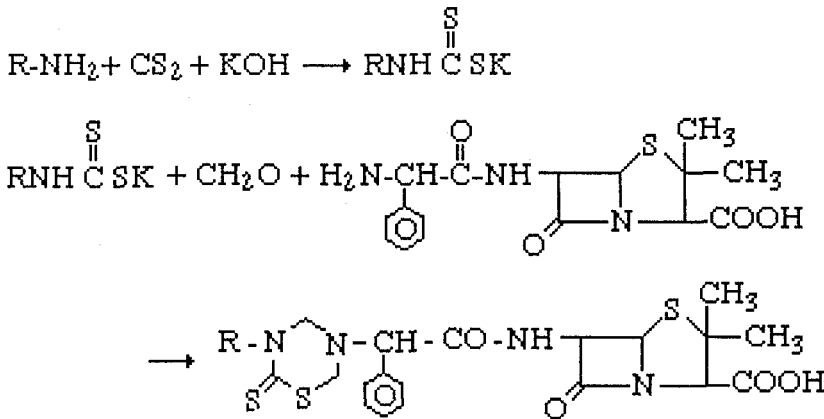


DCCD (Disikloheksilkarbodimid)

Tomita ve diğ. [44], 2-metil-4-feniltiyosemikarbazit β -kloropropiyefenon ile etanolde az miktar asetik asit ortamında kaynatılarak 5-anilin-3-metil-2-fenilimin-2,3-dihidro-1,3,4-tiyadiazol bileşiklerini sentezlemişlerdir.

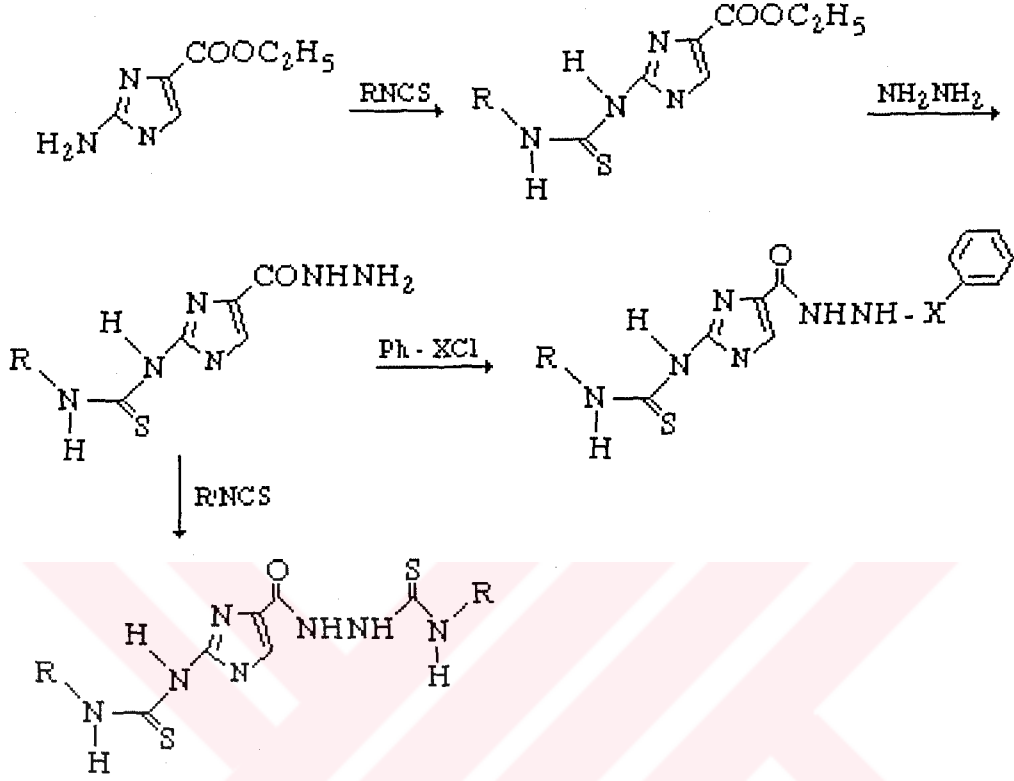


Ertan ve diğ. [45], primer aminlerden ditiyokarbamat tuzlarını sentezlemişler, sonra da formaldehit ve ampisilin trihidrat ile etkileştirerek ampisilinin bazı yeni tetrahidro-2H-1,3,5-tiyadiazin-2-tiyon türevlerini sentezlemişlerdir. Sentezlenen bu bileşiklerin antimikrobiyal aktifliklerini incelemişlerdir.



El-Subbagh ve diğ. [46], etil 2-aminotiyazol-4-karboksilat'ı n-butil veya sikloheksil izotiyosiyanatlar ile piridin ortamında etkileştirilerek 2-tiyoüre türevlerine, sonra da hidrazin

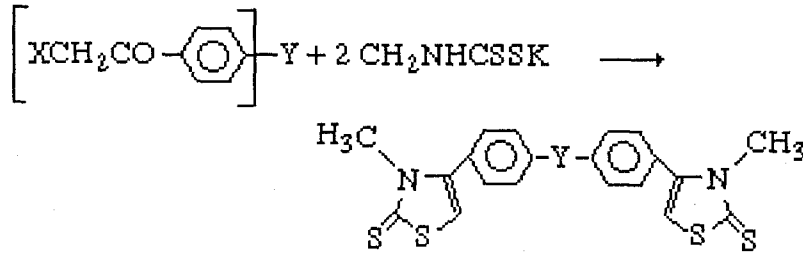
hidrat ile asit hidrazitlere dönüştürülmüştür. Asit hidrazitler de piridin ortamında benzen sülfonüklorür ve benzoil klorür ile sülfonilhidrazonlara ve benzoil hidrazonlara sonra da alkil ya da aril izotiyosiyanatlar ile de tiyosemikarbazit türevlerine dönüştürmüşlerdir.



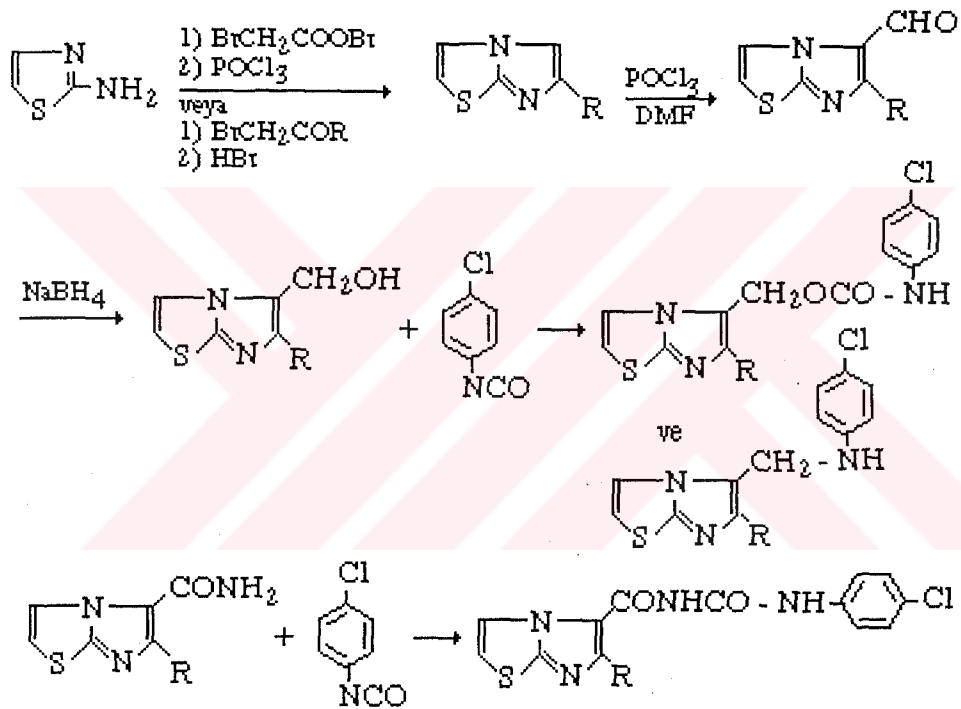
Hameurlaine ve diğ. [47], azot nükleofilleri ile alkitiyolatların molekül içi halkalaşmaya uğramasıyla yeni heterosiklik bileşikler sentezlemiştir.



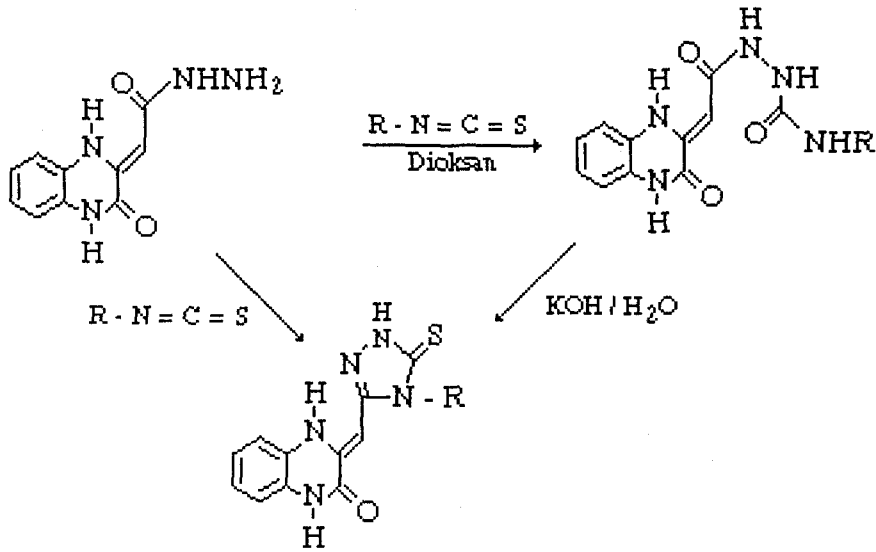
Katritzky ve diğ. [48], ditiyokarbamit tuzları ile α -haloketonları etkileştirerek [3]-tiyazol-2-tiyonları elde etmişler sonra da polimerleştirerek poly(3H) tiyazol-2-tiyonları elde edip karakterize etmişlerdir.



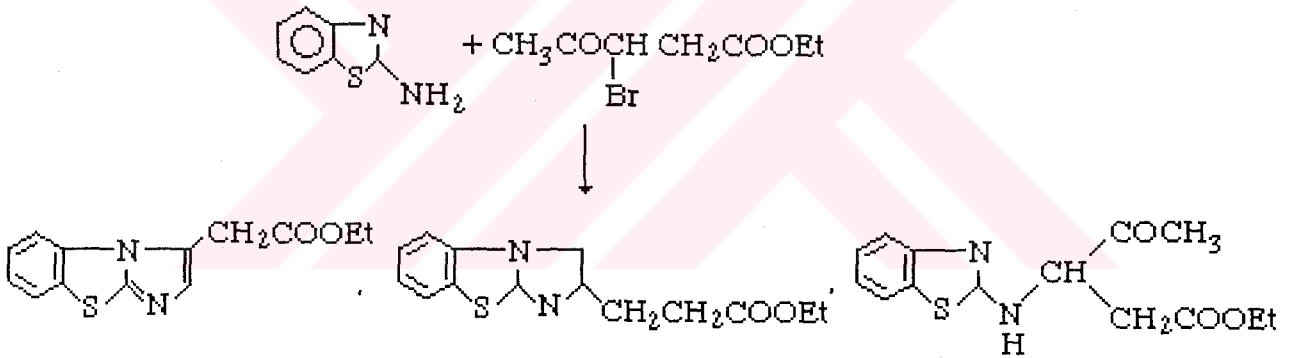
Andreani ve diğ. [49], arilzosiyanatlar ile 5-hidroksi metilimidazo [2,1-b] tiyazol ve imidazo [2,1-b] tiyazol-5-karboksamit reaksiyonundan imidazo [2,1-b] tiyazol karbamatlar ve açıl üreleri sentezlenmiştir. Bu bileşiklerin insektisit özellikleri bilinmektedir.



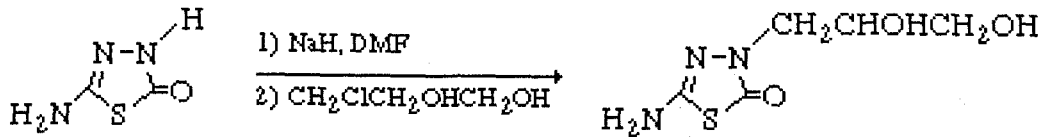
Kurusawa ve diğ. [50], 3-hidrazinokarbonilmetilen-2-okso-1,2,3,4-tetranitrokinoksalin ile allil veya metil izotiyosiyanatı dioksanda etkileştirerek tiyosemikarbazitlere dönüştürmüş sonra da KOH çözeltisinde kaynatıp triazol türevlerini sentezlemiştir.



Abignente ve diğ. [51], 2-amino tiyazoller ile 3-brom-4-oksopentanoatı etkileştirdiklerinde 2-metilimidazo [2,1-b] benzotiyazol-3-asetat ve ayrıca bunun yanında etil imidazo [2,1-b]benzotiyazol-2-propiyonat ile etil-3-(benzotiyazol-2-il) amino-4-oksopentanoatı da elde etmişlerdir.



Woodhase ve diğ. [52], 5-amino-3H-1,3,4-tiyadiazol-2-on'la 3-klor-1,2-propandiolun DMF ortamında NaH yanında reaksiyonundan 3-(2'-3'-dihidroksipropil)-5-amino-1,3,4-tiyadiazol-2-on sentezlenmiştir.



Saito ve diğ. [53], 2-metil-1,3,4-tiyadiazol-5-il asitetik asiti, 2,5-dimetil-1,3,4-tiyadiazolu n-butillityum ile etkileştirerek ve sonradan da CO₂ ile reaksiyona sokarak elde etmişlerdir.

3. MATERYAL ve METOT

3.1. Kullanılan Araç ve Gereçler

- Cam malzeme olarak; çeşitli ebatlarda balonlar, soğutucular, damlatma hunileri, ayırma hunileri, huniler, erlen mayerler, beherler, bütretler ve kılcal borular,
- Tartım için; Gec Avery ve Chyo JL 180 model terazi,
- IR spektrumları için Mattson 1000 FT-IR spektrometre (Fırat Üniv., Elazığ),
- ¹H-NMR spektrumu için GEMINI VARIAN 200 MHz spektrometre (Atatürk Üniversitesi, Erzurum),
- Elementel analiz için (TÜBİTAK),
- Erime noktası tayin cihazı (Gallenkamp),
- Mağnetik ve mekanik karıştırıcılar,
- Kurutma işlemi için Elektro - Mag M 50 model etüv,
- Isıtma için; su banyoları, ısıtıcı mantolar, termostat ve yağ banyosu,
- Döner buharlaştırıcı,

3.2. Kullanılan Kimyasal Maddeler

3.2.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler

Bu çalışmada benzoik asit, tiyosemikarbazit (% 99), NaOH, NaHCO₃, amonyum N-N'-dietil-ditiyokarbamat, KOH, KCH₃COO, ftalik asit, malonik asit, tere-ftalik asit (% 99), oksalik asit, pirolidinditiyokarbamat, diklor aseton, POCl₃, DMF, klorasetil klorür, piridin, aseton CS₂, salisilaldehit, asetik asit, izopropil alkol, hekzan, piperidin, sikloheksilamin, allil bromür, N-metilpiperazin, asetil klorür, fenasil bromür, benzen ve DMSO maddeler kullanılmıştır.

3.2.2. Kullanılan Çözücüler

i) Etil Alkol

Ticari olarak 600°C'de kurutulmuş CaO ilave edilip 24 saat bekletildikten sonra yine CaO üzerinden iki kere damıtılarak kullanıldı (Perrin ve Armarego, 1966).

ii) Eter

Eterdeki başlıca safsızlıklar su, etanol ve peroksit olabilir. Bir miktar eteri aynı hacimde % 2 KI ve birkaç damla seyreltik HCl ile çalkalamakla ele geçen karışım nişasta çözeltisi ile bir renk verirse eterde peroksit olduğu anlaşılır. Peroksitleri eterden uzaklaştırmak için 60 g FeSO₄, 6 cm³ derişik H₂SO₄ ve 110 cm³ su ile elde edilen çözeltinin 20 cm³'ü 1 Lt eter ile çalkalandı. Eter fazı alınıp içerisine susuz CaCl₂ ilave edildi. Daha sonra karışım süzülerek süzüntünün herbir litresine 3 g Na preslendi. Atmosfer basıncında destillenip mutlak eter olarak reaksiyonlarda kullanıldı.

iii) Kloroform

Ticari çözücüde stabilizör olarak % 1 etil alkol vardır. Bu aşağıdaki işlemlerden biri ile uzaklaştırılır.

1) Kloroform; 5-6 defa hacminin yarısı kadar su ile çalkalanır. En az bir gün CaCl₂ üzerinde kurutulur ve damıtılır.

2) Kloroform; 2-3 defa bir miktar % 5'lik sülfirik asit ile çalkalanır, suyla yıkanır, susuz CaCl₂ veya K₂CO₃ ile kurutulur ve damıtılır. Kloroform, Na ile damıtılmaz, bir patlama olabilir. Saf kloroform 61°C (760 mm Hg)'de kaynar.

iv) Aseton

En çok kullanılan yöntem kuru K₂CO₃ ile birgün bekletilip destillemektir. Daha ileri saflıkta aseton için kuru fosfor pentaoksit üzerinden damıtılır.

v) Hekzan ve Benzen

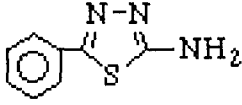
Hekzan ve benzen gibi maddelerin kurutulmasında susuz CaCl₂ ilave edilip bir gece bekletildikten sonra metalik Na üzerinden damıtılarak saflaştırma yapılır.

vi) Asetonitril

Asetonitril % 59.5 saflıktadır. Saflık olarak su, asetamit, amonyum asetat ve amonyak içerebilir. CaSO₄ veya CaCl₂ ile suyu giderilebilir. Yüksek derecede saflığı gidermek için CaH₂ ile karıştırılarak folyolu damıtmayla damıtılır.

3.3. Deneyler

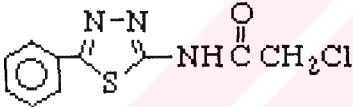
3.3.1. 2-Amino-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi



2 ağızlı 250 ml'lik reaksiyon balonuna 6.10 g (0.05 mol) benzoik asit, 5.92 g (0.065 mol) tiyosemikarbazit konulur ve üzerine 5.9 ml (0.065 mol) POCl₃ ilave edilir. Karışım yağ banyosunda 60°C'de 2 saat 95-105°C'de 6 saat ısıtılır. Reaksiyon tamamlandıktan sonra soğutulur, üzerine kırılmış buz katılır. 10 M NaOH çözeltisi ile pH : 10-11'e ayarlanır. Bazik ortamda çöken ürün süzülür, su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 75, E.n. : 229-230°C, MA : 177.24.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 54.21 (55.04), H : 3.98 (3.72), N : 23.71 (23.18), S : 18.09 (17.85).

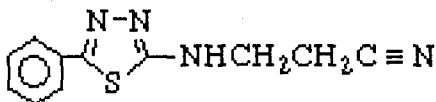
3.3.2. 2-Kloroasetamit-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi



1.77 g (0.01 mol) 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1) 100 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilip 0°C'de karıştırılır. Sonradan 0.80 ml (0.01 mol) klorasetil klorür damla damla verilir. Reaksiyon karışımı 3 saat da oda sıcaklığında karıştırıldıktan sonra % 10'luk NaHCO₃ çözeltisi ile nötrleştirilir, süzülür, su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 67, E.n. : 233-234°C, MA : 253.71.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 47.34 (46.38), H : 3.18 (3.08), N : 16.56 (16.19), S : 12.64 (12.03).

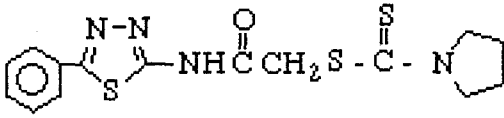
3.3.3. 2-Siyanoetilamin-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi



1.77 g (0.01 mol) 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1) tartılır. 100 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur. Üzerine 1 : 1 piridin : su karışımı ilave edilir, karıştırılır. Üzerine 4.5 ml akrilonitril damla damla ilave edilir, reaksiyon karışımı 24 saat kaynatılır. Tamamlanan reaksiyon soğutulur, su ile çöktürülür, süzülür, süzüntü su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 69, E.n. : 153-154°C, MA : 230.30.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 57.37 (57.48), H : 4.38 (4.18), N : 24.33 (23.75), S : 13.93 (14.52).

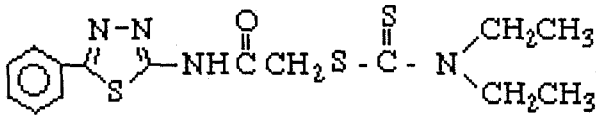
3.3.4. 2-(Pirolidinditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyazol'ün Sentezi



0.51 g (0.003 mol) 2-kloroasetamit-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (2), 0.49 g (0.003 mol) amonyum pirolidinditiyokarbamat, 100 ml'lik reaksiyon balonuna konur. Karışım üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilir. Manyetik karıştırıcıda 3 saat karıştırılarak kaynatılır. asetonun fazlası döner buharlaştırıcıda geri kazanılır. Geriye kalan kısım su katılarak çöktürülür. Süzülür, süzüntü su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 65, E.n. : 243-244°C, MA : 364.53.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 49.43 (48.87), H : 4.42 (4.19), N : 15.37 (15.19), S : 26.39 (25.23).

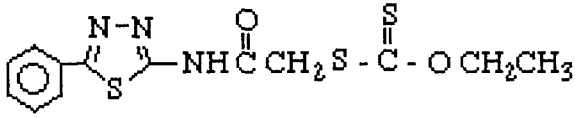
3.3.5. 2-(N,N-Dietilaminoditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi



0.51 g (0.002 mol) 2-kloroasetamit-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (2), 0.50 g (0.003 mol) amonyum N,N-dietilditiyokarbamat 100 ml'lik reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilir. Manyetik karıştırıcıda 3 saat karıştırılarak kaynatılır. asetonun fazlası döner buharlaştırıcıda geri kazanılır. Geriye kalan kısım su katılarak çöktürülür. Süzülür, süzüntü su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 68, E.n. : 206-207°C, MA : 366.54.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 49.15 (48.62), H : 4.95 (4.79), N : 15.29 (15.96), S : 26.25 (26.83).

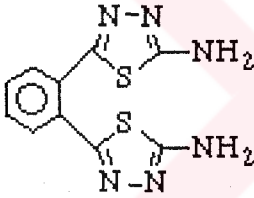
3.3.6. 2-(Etilksantat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi



0.51 g (0.002 mol) 2-kloroasetamit-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (2), 0.48 g (0.003 mol) potasyum ditiyoksantat tuzu tartılır, 100 ml'lik reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilir. Manyetik karıştırıcıda 3 saat karıştırılarak kaynatılır. asetonun fazlası döner buharlaştırıcıda geri kazanılır. Geriye kalan kısım su katılarak çöktürülür. Süzülür, süzöntü su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 61, E.n. : 188-189°C, MA : 339.46.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 46.00 (46.83), H : 3.86 (3.53), N : 12.38 (12.04), S : 28.34 (28.13).

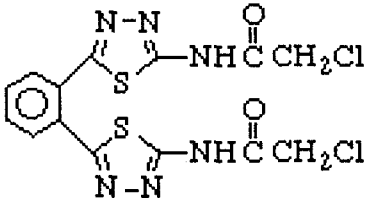
3.3.7. 1,2-Di(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi



6.6 g (0.04 mol) ftalik asit, 9.5 g (0.104 mol) tiyosemikarbazit beherde iyice karıştırılır. 2 ağızlı 250 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur, üzerine 9.6 ml (0.104 mol) POCl₃ ilave edilir. Yağ banyosunda 60°C'de 2 saat 95-105°C'de 6 saat ısıtılır. Reaksiyon tamamlandıktan sonra soğutulur, üzerine kırılmış buz katılır. 10 M NaOH çözeltisi ile pH : 10-11'e ayarlanır. Bazik ortamda çöken ürün süzülür, su ile yıkanır, kurutulur, DMF'de kristallendirilir. Verim : % 22, E.n. : 215-216°C, MA : 276.34.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 43.47 (43.16), H : 2.92 (2.88), N : 30.41 (29.53), S : 23.21 (22.04).

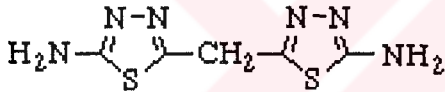
3.3.8. 1,2-Di(2-Klorasetoamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi



2.76 g (0.01 mol) 1,2-di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen (7) 250 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilip 0°C'de karıştırılır. 1.6 ml (0.02 mol) klorasetil klorür damla damla eklenir. Çözelti 3 saat oda sıcaklığında karıştırıldıktan sonra % 10'luk NaHCO₃ çözeltisi ile nötrleştirilir, süzülür, su ile yıkanır, kurutulur, DMF'de kristallendirilir. Verim : % 56, E.n. : 262-263°C, MA : 429.31.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 39.18 (39.32), H : 2.34 (2.978), N : 19.58 (17.63), S : 14.94 (15.47).

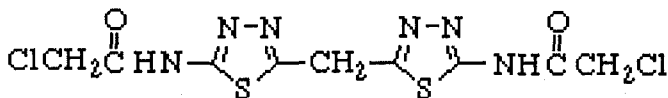
3.3.9. Bis(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil) Metan'ın Sentezi



2.08 g (0.02 mol) malonik asit, 4.74 g (0.52 mol) tiyosemikarbazit beherde iyice karıştırılır. 2 ağızlı 250 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur, üzerine 4.8 ml (0.52 mol) POCl₃ ilave edilir. Yağ banyosunda 60°C'de 2 saat 95-105°C'de 6 saat ısıtılır. Reaksiyon tamamlandıktan sonra soğutulur, üzerine kırılmış buz katılır. 10 M NaOH çözeltisi ile pH : 10-11'e ayarlanır. Bazik ortamda çöken ürün süzülür, su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 13, E.n. : 251-252°C, MA : 214.28.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 28.03 (28.78), H : 2.82 (2.53), N : 39.22 (37.16), S : 29.93 (28.90).

3.3.10. Bis(2-Klorasetamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Metan'ın Sentezi



2.14 g (0.01 mol) bis-(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) metan (9) 250 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilip 0°C'de karıştırılır. 1.6 ml (0.02 mol) klorasetil klorür damla damla eklenir. Çözelti 3 saat oda sıcaklığında karıştırıldıktan sonra % 10'luk NaHCO₃ çözeltisi ile nötrleştirilir, süzülür, su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 51, E.n. : 260-261°C, MA : 367.24.

Elementel Analiz : Teorik (Deneyssel); C : 29.44 (29.91), H : 2.19 (2.50), N : 22.88 (22.82), S : 17.46 (16.25).

3.3.11. 1,4-Di(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi



6.61 g (0.04 mol) tereftalik asit, 9.47 g (0.104 mol) tiyosemikarbazit beherde iyice karıştırılır. 2 ağızlı 250 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur, üzerine 9.6 ml (0.104 mol) POCl₃ ilave edilir. Yağ banyosunda 60°C'de 2 saat 95-105°C'de 6 saat ısıtılır. Reaksiyon tamamlandıktan sonra soğutulur, üzerine kırılmış buz katılır. 10 M NaOH çözeltisi ile pH : 10-11'e ayarlanır. Bazik ortamda çöken ürün süzülür, su ile yıkanır, kurutulur, DMF'de kristallendirilir. Verim : % 22, E.n. : 343-344°C, MA : 276.34.

Elementel Analiz : Teorik (Deneyssel); C : 43.47 (42.33), H : 2.92 (3.11), N : 30.41 (31.26), S : 23.21 (22.44).

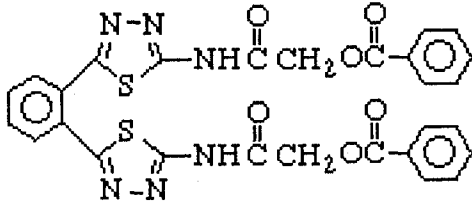
3.3.12. 1,4-Di(2-Klorasetamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi



5.52 g (0.02 mol) 1,4-di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen (11) 100 ml'lik reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilip 0°C'de karıştırılır. 3.2 ml (0.04 mol) klorasetil klorür damla damla eklenir. Çözelti 3 saat oda sıcaklığında karıştırıldıktan sonra % 10'luk NaHCO₃ çözeltisi ile nötrleştirilir, süzülür, su ile yıkanır, kurutulur, DMF'de kristallendirilir. Verim : % 64, E.n. : 318-319°C, MA : 429.31.

Elementel Analiz : Teorik (Deneyssel); C : 29.17 (28.32), H : 2.35 (2.23), N : 19.58 (20.42), S : 14.94 (15.26).

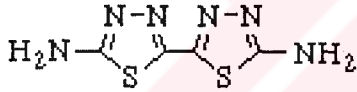
3.3.13. 1,2-Di(2-Benzoatasetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi



0.43 g (0.001 mol) 1,2-di(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen (8), 0.43 g (0.003 mol) sodyum benzoat 100 ml'lik reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilir. Manyetik karıştırıcıda 3 saat karıştırılarak kaynatılır. asetonun fazlası döner buharlaştırıcıda geri kazanılır. Geriye kalan kısım su katılarak çöktürülür. Süzülür, süzüntü su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 53, E.n. : 182-183°C, MA : 600.64.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 55.99 (56.79), H : 3.36 (3.27), N : 13.99 (13.16), S : 10.68 (10.25).

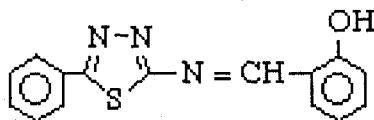
3.3.14. 2-Amino-5-(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil)-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi



5.04 g (0.04 mol) oksalik asit, 9.48 g (0.104 mol) beherde iyice karıştırılır. 2 ağızlı 250 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur, üzerine 9.5 ml (0.104 mol) POCl₃ ilave edilir. Reaksiyon oda sıcaklığında başlar, sıcaklık 1 saat sonra 60°C'ye yükseltilir. 60°C'de 1 saat, 95°C'de 3 saat sürdürülür, soğutulur, üzerine kırılmış buz katılır. 10 M NaOH çözeltisi ile pH : 10-11'e ayarlanır. Bazık ortamda çöken ürün süzülür, su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 25, E.n. : 325-326°C, MA : 200.24.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 23.99 (23.31), H : 2.01 (2.13), N : 41.97 (40.82), S : 32.03 (31.66).

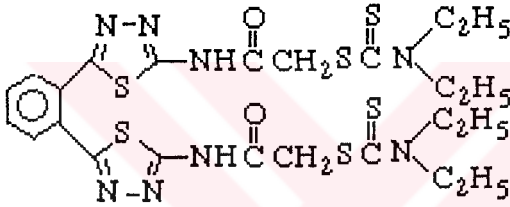
3.3.15. 2-(2-Hidroksibenzalamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi



0.35 g (0.002 mol) 2 amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1) 250 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur, üzerine 25 ml izopropil alkol ilave edilir. 0.2 ml (0.002 mol) salisilaldehit damla damla eklenir. 0.7 ml buzlu asetik asit katıldıktan sonra 12 saat kaynatılır. Soğutulan çözeltiye su katılır, oluşan yağimsı madde kloroform ile ekstrakte edilir. Kloroform fazı MgSO₄ ile kurutulur. Çözücünün fazı döner buharlaştırıcıda 10 ml kalana kadar uzaklaştırılır, susuz heksanda çöktürülür, süzülür ve etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 52, E.n.: 187-188°C, MA : 281.35.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 64.04 (64.71), H : 3.94 (4.03), N : 14.94 (14.27), S : 11.40 (11.86).

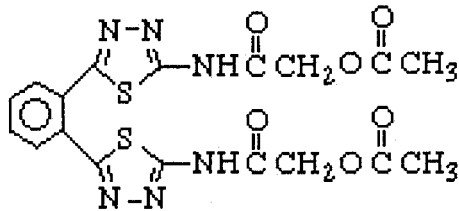
3.3.16. 1,2-Di(2-N,N-Dietilaminoditiyokarbamat Asetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi



0.43 g (0.001 mol) 1,2-di(2-kloroasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen (8), 0.5 g (0.003 mol) amonyum N,N-dietilditiyokarbamat tuzu 100 ml'lik reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilir. Manyetik karıştırıcıda 3 saat karıştırılarak kaynatılır. Çözücünün fazlası döner buharlaştırıcıda 10 ml kalana kadar uzaklaştırılır. Geriye kalan kısım su katılarak çöktürülür. Süzülür, süzüntü su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 53, E.n. : 233-234°C, MA : 654.95.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 44.01 (44.28), H : 4.62 (4.08), N : 17.11 (16.65), S : 29.38 (27.53).

3.3.17. 1,2-Di(2-Asetasetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi

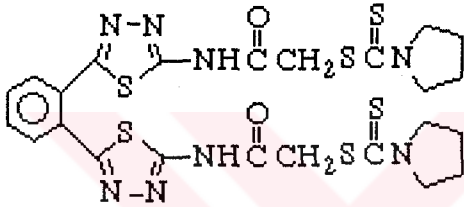


**T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ**

0.43 g (0.001 mol) 1,2-di(2-kloroasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen (8), 0.3 g (0.003 mol) potasyum asetat 100 ml'lik reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilir. Manyetik karıştırıcıda 3 saat karıştırılarak kaynatılır. Asetonun fazlası döner buharlaştırıcıda geri kazanılır. Geriye kalan kısım su katılarak çöktürülür. Süzülür, süzöntü su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 55, E.n. : 287-288°C, MA : 476.50.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 45.37 (46.18), H : 3.39 (3.21), N : 17.64 (17.89), S : 13.46 (13.72).

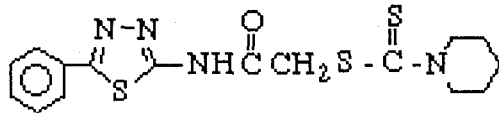
3.3.18. 1,2-Di(2-Pirolidin-Ditiyokarbamat Asetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi



0.43 g (0.001 mol) 1,2-di(2-kloroasetamido-1,3,4-tiyadiazol) benzen (8), 0.5 g (0.003 mol) amonyum pirolidin ditiyokarbamat 100 ml'lik reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilir. Manyetik karıştırıcıda 3 saat karıştırılarak kaynatılır. asetonun fazlası döner buharlaştırıcıda geri kazanılır. Geriye kalan kısım su katılarak çöktürülür. Süzülür, süzöntü su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 54, E.n. : 290-291°C, MA : 650.92.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 44.29 (44.10), H : 4.03 (4.29), N : 17.21 (17.94), S : 29.56 (29.18).

3.3.19. 2-(Piperidin Ditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi

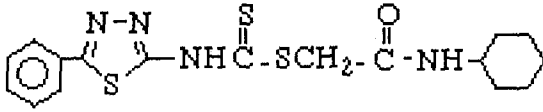


0.51 g (0.002 mol) 2-kloroasetamit-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (2), 0.6 g (0.003 mol) piperidin ditiyokarbamat tuzu 100 ml'lik reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilir. Manyetik karıştırıcıda 3 saat karıştırılarak kaynatılır. Asetonun fazlası döner

buharlaştırıcıda geri kazanılır. Geriye kalan kısım su katılarak çöktürülür. Süzülür, süzüntü su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 66, E.n. : 236-237°C, MA : 378.55.

Elementel Analiz : Teorik (DeneySEL); C : 50.76 (51.13), H : 4.79 (4.31), N : 14.80 (14.11), S : 25.41 (25.89).

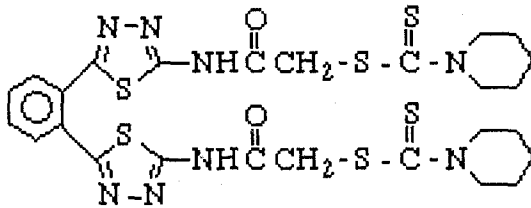
3.3.20. 2-(N-Sikloheksil Karbomil Metilditiyokarbamat)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi



0.44 g (0.0025 mol) 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1), 0.14 g (0.0025 mol) KOH 100 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml aseton ilave edilir. 0°C'de 0.3 ml (0.005 mol) CS₂ damla damla 15 dakikada verilir. 30 dakika oda sıcaklığında karıştırıldıktan sonra 0.44 g (0.0025 mol) sikloheksilamidklorür katılarak 3 saat kaynatılır. Soğutulan çözelti su ile çöktürülür, yıkanır ve kurutulur. Etil alkolde kristallendirilir. Verim % 70, E.n.: 215-216°C, MA : 392.58.

Elementel Analiz : Teorik (DeneySEL); C : 52.01 (51.75), H : 5.13 (4.71), N : 14.27 (14.89), S : 24.50 (24.21).

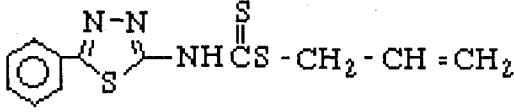
3.3.21. 1,2-Di(2-Piperidinditiyokarbamat Asetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi



0.43 g (0.001 mol) 1,2-di(2-2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen 0.6 g (0.003 mol) piperidin ditiyokarbamat tuzu 100 ml'lik reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilir. Manyetik karıştırıcıda 3 saat karıştırılarak kaynatılır. Asetonun fazlası döner buharlaştırıcıda geri kazanılır. Geriye kalan kısım su katılarak çöktürülür. Süzülür, süzüntü su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 54, E.n. : 253-254°C, MA : 678.98.

Elementel Analiz : Teorik (DeneySEL); C : 45.99 (46.11), H : 4.45 (4.82), N : 16.50 (15.89), S : 28.34 (28.73).

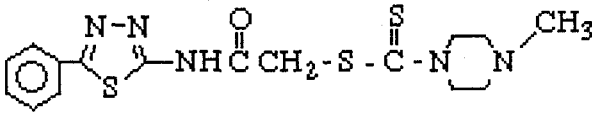
3.3.22. 2-Allilditiyokarbamat-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi



0.44 g (0.0025 mol) 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1), 0.14 g (0.0025 mol) KOH 100 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml aseton ilave edilir. 0°C'de 0.3 ml (0.005 mol) CS₂ damla damla 15 dakikada verilir. 30 dakika oda sıcaklığında karıştırıldıktan sonra 0.22 ml (0.0025 mol) allil bromür damla damla eklenir, 3 saat kaynatılır, soğutulan çözeltiye su katılır, oluşan yağimsı madde kloroform ile ekstrakte edilir. Kloroform fazı MgSO₄ ile kurutulur. Çözücünün fazlası döner buharlaştırıcıda 10 ml kalana kadar uçurulur. Sonra hekzanda çöktürülür, katı süzülür ve etil alkolde kristallendirilir. Verim % 65, E.n.: 193-194°C, MA : 293.44.

Elementel Analiz : Teorik (DeneySEL); C : 49.12 (50.02), H : 3.78 (4.04), N : 14.32 (14.38), S : 32.78 (33.06).

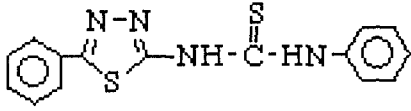
3.3.23. 2-(N-Metilpiperazinditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Sentezi



0.51 g (0.002 mol) 2-kloroasetamit-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (2), 0.56 g (0.003 mol) N-metilpiperazin ditiyokarbamat tuzu 100 ml'lik reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilir. Manyetik karıştırıcıda 3 saat karıştırılarak kaynatılır. Asetonun fazlası döner buharlaştırıcıda geri kazanılır. Geriye kalan kısım su katılarak çöktürülür. Süzülür, süzöntü su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 71, E.n. : 208-209°C, MA : 393.56.

Elementel Analiz : Teorik (DeneySEL); C : 48.83 (47.94), H : 4.87 (4.61), N : 17.79 (17.35), S : 24.44 (24.18).

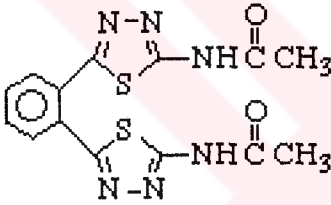
3.3.24. 3-Fenil-1-(5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazolil) Tiyüre'nin Sentezi



1.77 g (0.01 mol) 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1) 100 ml'lik reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml izopropil alkol ilave edilir. 1.2 ml (0.01 mol) fenil izotiyosiyanat karışmakta olan çözeltiye damla damla eklenir. 24 saat kaynatılır, soğutulur, süzülür, kurutulur ve etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 66, E.n.: 232-233°C, MA : 312.42.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 57.67 (57.33), H : 3.87 (3.91), N : 17.93 (18.01), S : 20.53 (20.11).

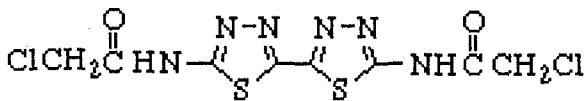
3.3.25. 1,2-Di(2-Asetamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Sentezi



1.38 g (0.005 mol) 1,2-di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen (7) 100 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilip 0°C'de karıştırılır. 0.78 ml (0.01 mol) asetil klorür damla damla eklenir. Çözelti 3 saat oda sıcaklığında karıştırıldıktan sonra % 10'luk NaHCO₃ çözeltisi ile nötrleştirilir, süzülür, su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 56, E.n. : 348-349°C, MA : 360.41.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 46.66 (45.89), H : 3.35 (3.47), N : 23.32 (23.19), S : 17.79 (17.56).

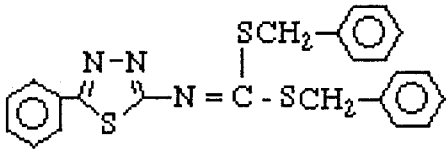
3.3.26. 2-Klorasetamido-5-(2-Klorasetamido-1,3,4-Tiyadiazolil)-1,3,4-Tiyadiazol'un Sentezi



2 g (0.01 mol) 2-amino-5-(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil)-1,3,4-tiyadiazol (14) 100 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml susuz aseton ilave edilip 0°C'de karıştırılır. 0.78 ml (0.02 mol) klor asetil klorür damla damla eklenir. Çözelti 3 saat oda sıcaklığında karıştırıldıktan sonra % 10'luk NaHCO₃ çözeltisi ile nötrleştirilir, süzülür, su ile yıkanır, kurutulur, etil alkolde kristallendirilir. Verim : % 57, E.n.: 320-321°C, MA : 353.22.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 27.20 (27.34), H : 1.71 (1.80), N : 23.79 (23.39), S : 18.16 (17.22).

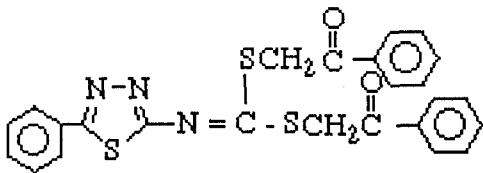
3.3.27. Dibenzil-N-(5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol-2-İl) Ditiyokarbamid'in Sentezi



0.44 g (0.0025 mol) 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1), 0.28 g (0.005 mol) KOH tartılır. 100 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml aseton eklenir. 0°C'de 0.3 ml (0.005 mol) CS₂ damla damla 15 dakikada eklenir. 30 dak. oda sıcaklığında karıştırıldıktan sonra üzerine 0.6 ml (0.005 mol) benzil klorür damla damla eklenerek 3 saat kaynatılır. Soğutulan çözelti su ile çöktürülür, yıkanır ve kurutulur. Etil alkolde kristallendirilir. Verim % 58, E.n.: 209-210°C, MA : 433.62.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 63.71 (64.44), H : 4.42 (4.58), N : 9.69 (9.37), S : 22.19 (21.01).

3.3.28. Difenasil-N-(5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol-2-İl) Ditiyokarbamid'in Sentezi

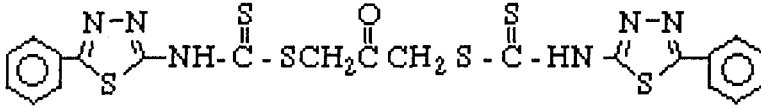


0.44 g (0.0025 mol) 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1), 0.28 g (0.005 mol) KOH tartılır. 100 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml aseton ilave edilir. 0°C'de 0.3 ml (0.005 mol) CS₂ damla damla 15 dakikada eklenir. 30 dak. oda sıcaklığında karıştırıldıktan sonra üzerine 0.88 g (0.0025 mol) fenasil bromür eklenir, 3 saat kaynatılır, soğutulan çözeltiye su katılır, oluşan yağimsı madde kloroform ile ekstrakte edilir. Kloroform fazı MgSO₄ ile

kurutulur. Çözücünün fazlası döner buharlaştırıcıda 10 ml kalana kadar uçurulur. Sonra hegzanda çöktürülür, katı süzülür ve etil alkolde kristallendirilir. Verim % 54, E.n.: 155-156°C, MA: 489.65.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 61.33 (60.17), H : 3.91 (3.61), N : 8.58 (8.14), S : 19.65 (20.01).

3.3.29. 1,3-Di(2-Ditiyokarbamat-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol) Propan'ın Sentezi

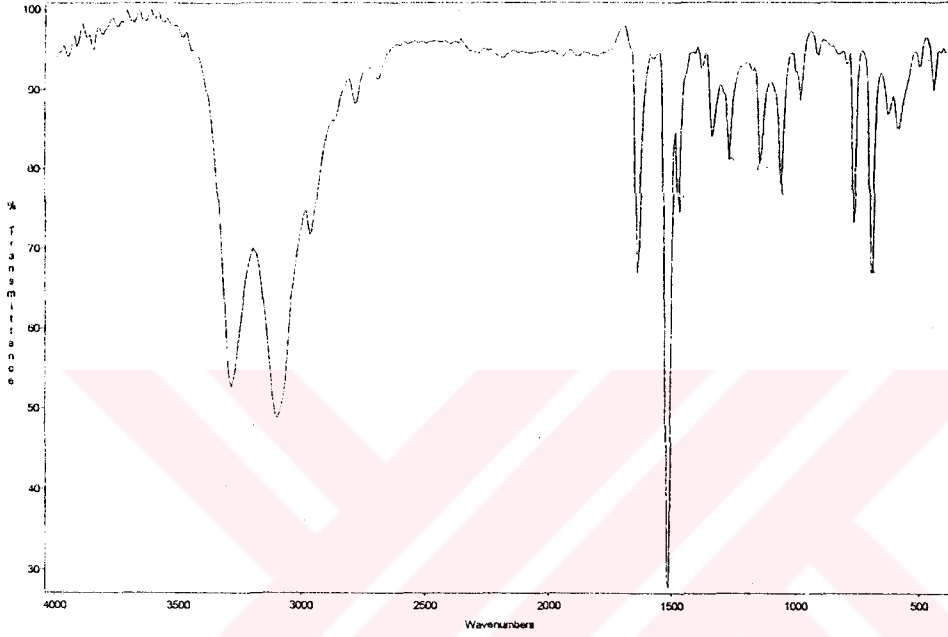
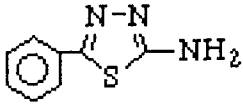


0.44 g (0.0025 mol) 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1), 0.14 g (0.025 mol) KOH 100 ml'lik bir reaksiyon balonuna konur. Üzerine 25 ml aseton ilave edilir. 0°C'de 0.3 ml (0.005 mol) CS₂ damla damla 15 dakikada eklenir. 30 dak. oda sıcaklığında karıştırıldıktan sonra 0.16 g (0.00125 mol) dikloraseton katılır, 3 saat kaynatılır. Soğutulan çözelti su ile çöktürülür, yıkanır ve kurutulur. Etil alkolde kristallendirilir. Verim % 64, E.n.: 141-142°C, MA : 560.80.

Elementel Analiz : Teorik (Deneysel); C : 44.98 (43.71), H : 2.88 (2.70), N : 14.99 (13.72), S : 34.31 (33.54).

4. SONUÇLAR

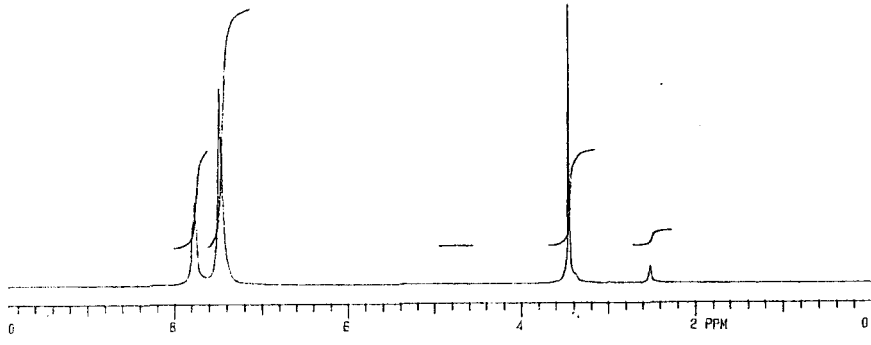
4.1. 2-Amino-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu



Şekil 4.1. 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

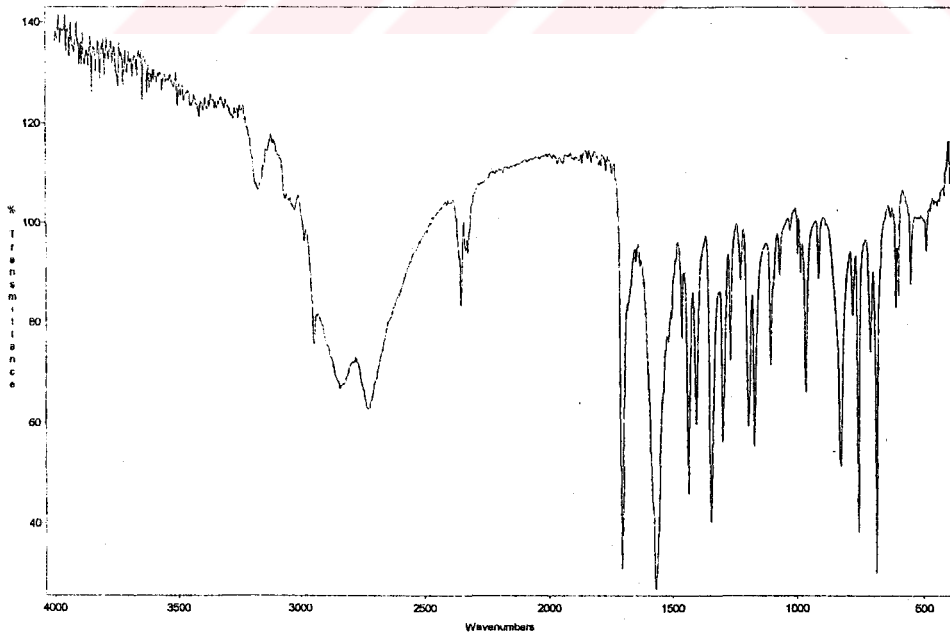
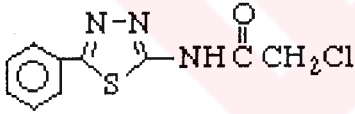
3278	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3090	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
1634	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1513	cm ⁻¹	N - H eğilme titreşimi
1139	cm ⁻¹	C - N gerilme titreşimi
624	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil 4.2. 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 7.92 - 7.42 (m, 5H, aromatik protonlar).

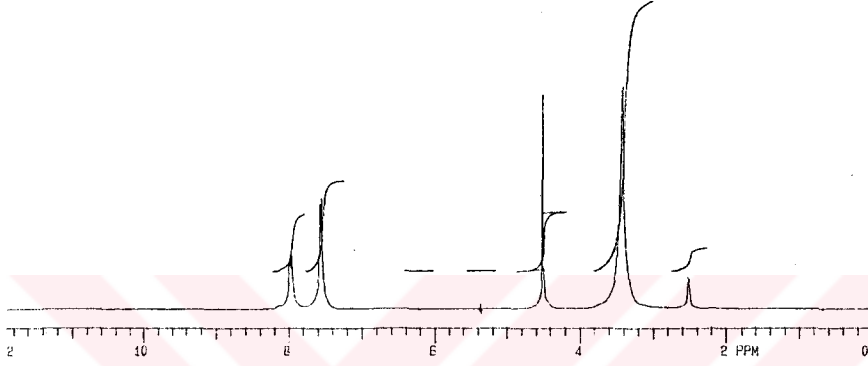
4.2. 2-Kloroasetamit-5-fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu



Şekil 4.3. 2-(Kloroasetamit)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

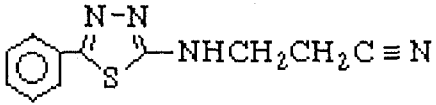
3171	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3030	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2942, 2846	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1726	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1570	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
606	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi

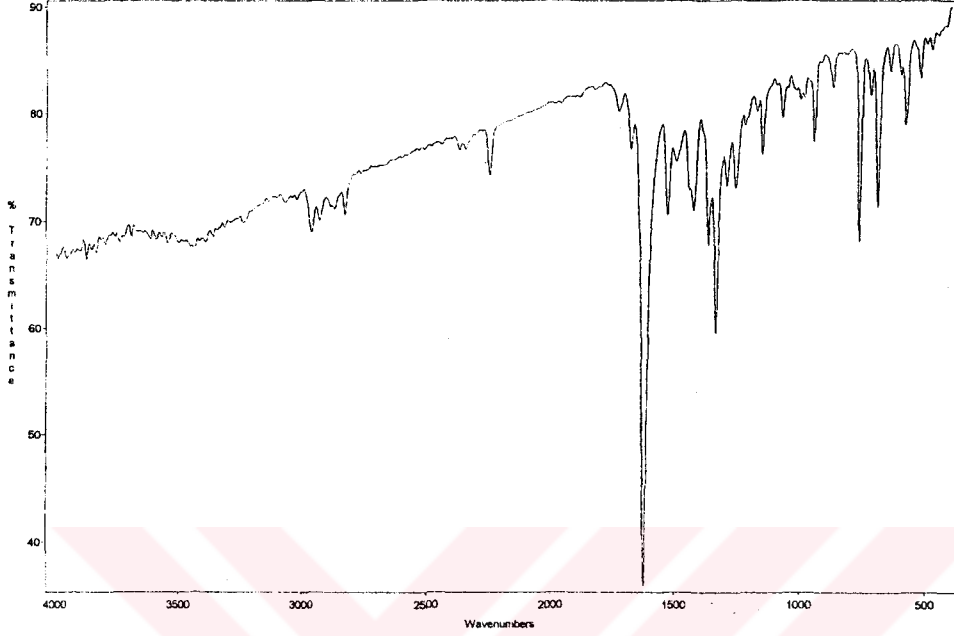


Şekil 4.4. 2-(Kloroasetamit)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO_{d6}, ppm) : δ 7.99 - 7.53 (m, 5H, aromatik protonlar), 4.49 (s, 2H, -CH₂-protonları).

4.3. 2-Siyanoetilamin-5-fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu

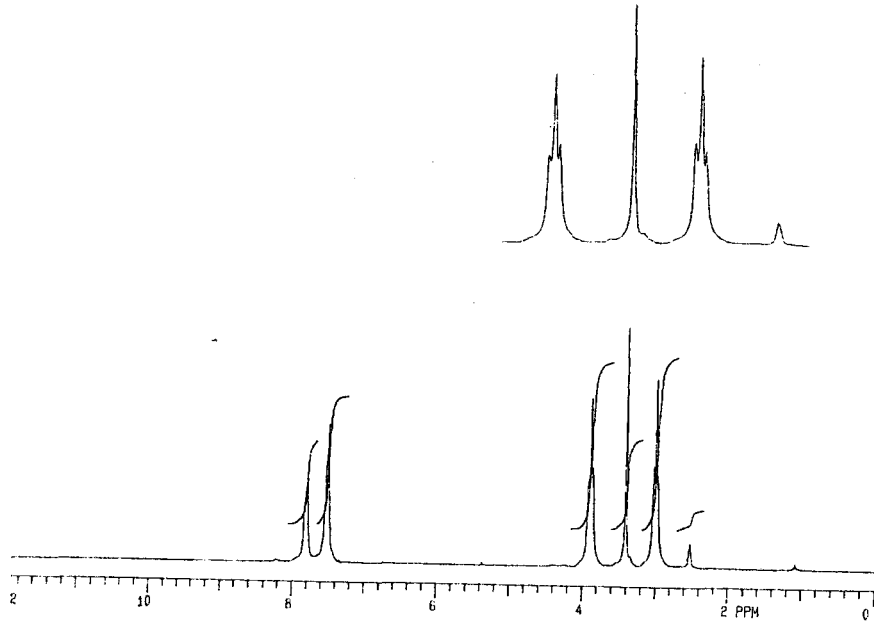




Şekil 4.5. 2-siyanoetilamin-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

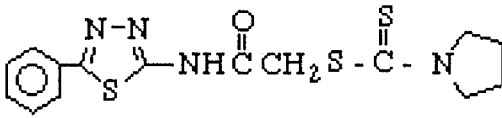
3230	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3064	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2962	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
2247	cm ⁻¹	C ≡ N gerilme titreşimi
1625	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1530	cm ⁻¹	N - H eğilme titreşimi
688	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi

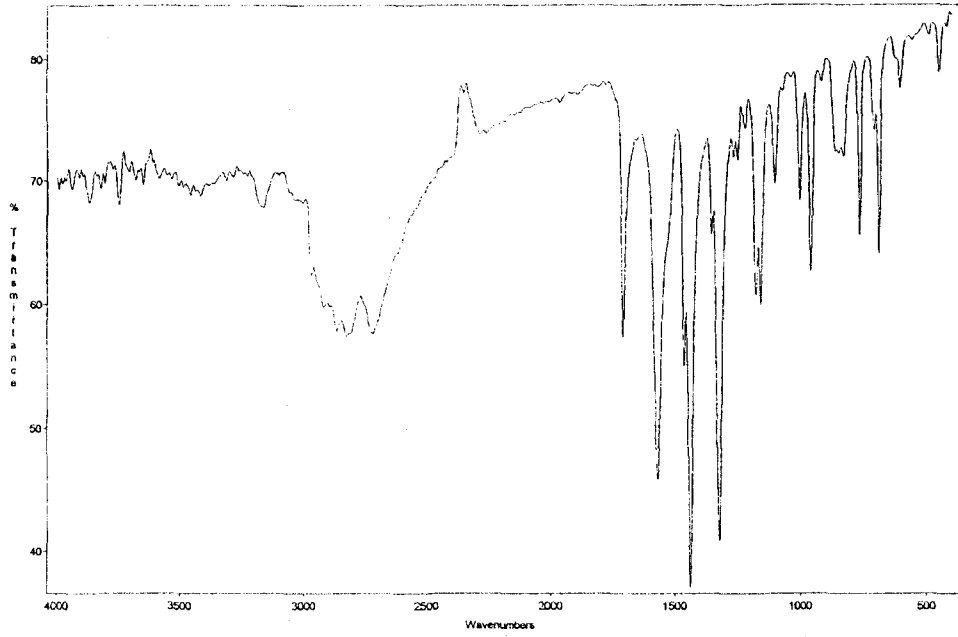


Şekil 4.6. 2-siyanoetilamin-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 7.81 - 7.48 (m, 5H, aromatik protonlar), 3.92 - 3.85 (t, 2H, $-\text{CH}_2\text{-N}$ protonları), 3.02 - 2.96 (t, 2H, $-\text{CH}_2\text{-CN}$ protonları).

4.4. 2-(Pirolidinditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyazol'ün Karakterizasyonu

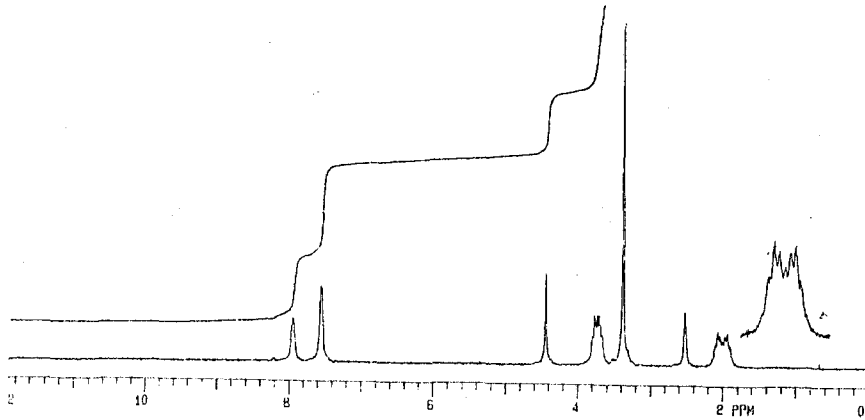




Şekil 4.7. 2-(Pirolidinditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

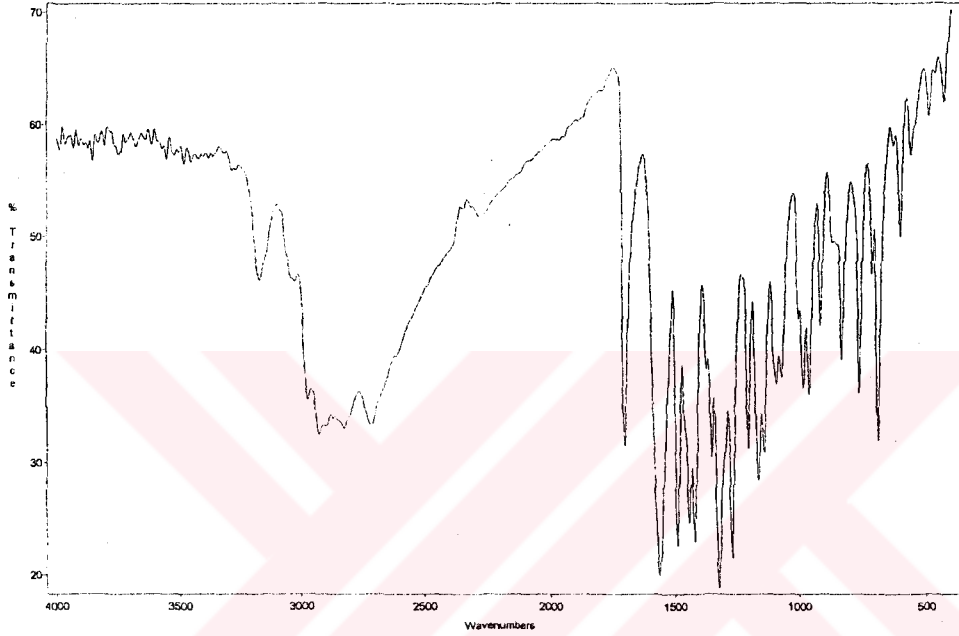
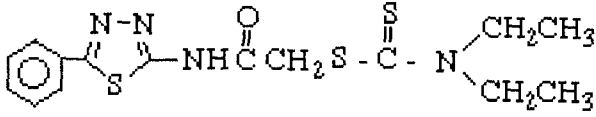
3169	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
2914	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1705	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1570	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1170	cm ⁻¹	C = S eğilme titreşimi
957	cm ⁻¹	CH ₂ - S - C gerilme titreşimi
688	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil 4.8. 2-(Pirolidinditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO_{d6}, ppm) : δ 7.96 - 7.54 (m, 5H, aromatik protonlar), 4.44 (s, 2H, -CH₂-S- protonları), 3.80 - 3.65 (m, 4H, -CH₂-N protonları), 2.11 - 1.90 (m, 4H, -CH₂-protonları).

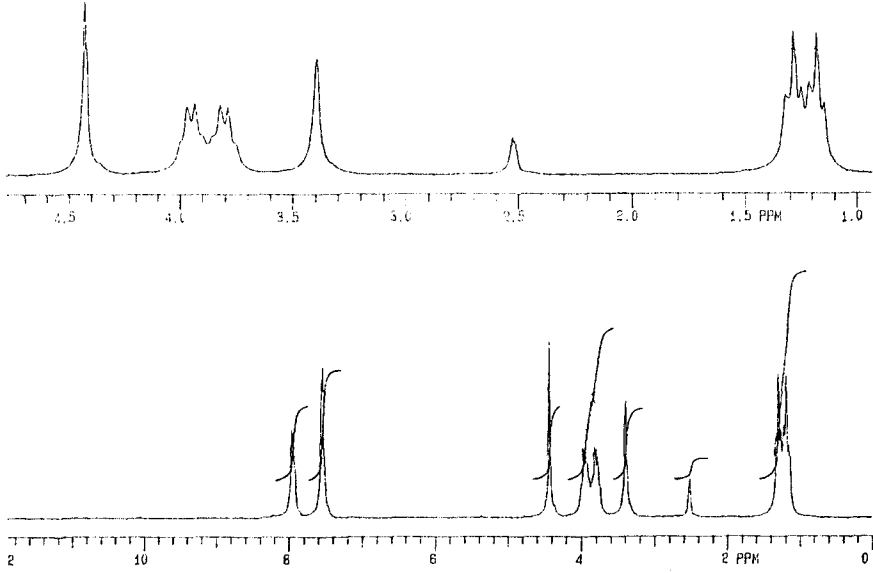
4.5. 2-(N,N-Dietilaminoditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu



Şekil 4.9. 2-(N,N-dietilaminoditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

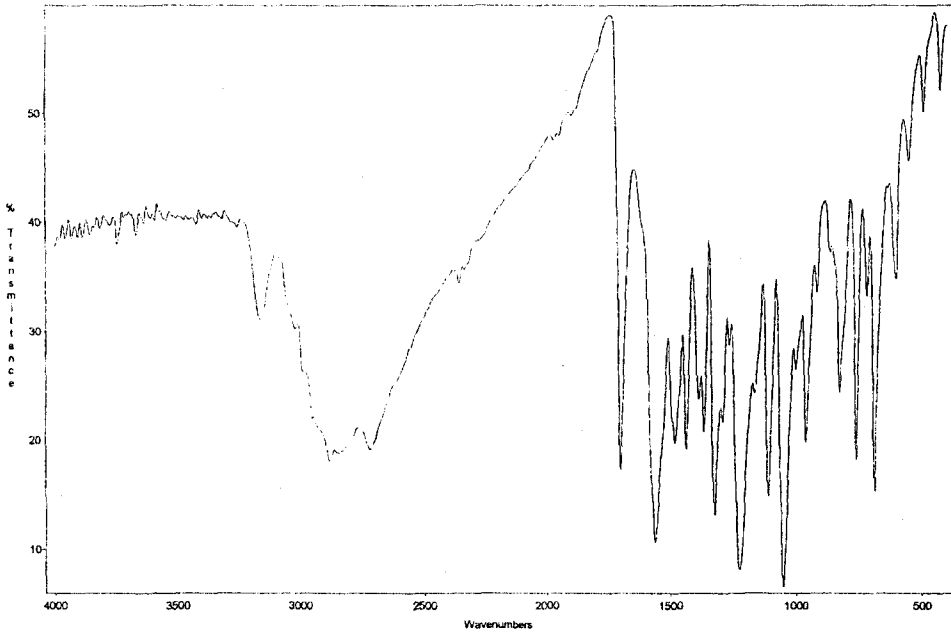
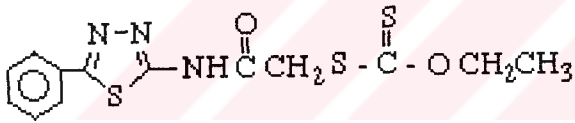
3167	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3031	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2967,2923	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1703	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1567	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1070	cm ⁻¹	C = S eğilme titreşimi
983	cm ⁻¹	CH ₂ - S - C eğilme titreşimi
682	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil 4.10. 2-(N,N-diethylaminoditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 7.95 - 7.48 (m, 5H, aromatik protonlar), 4.42 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{-S-}$ protonları), 3.99 - 3.72 (m, 4H, $-\text{CH}_2\text{-N}$ protonları), 1.32 - 1.14 (m, 6H, $-\text{CH}_3$ protonları).

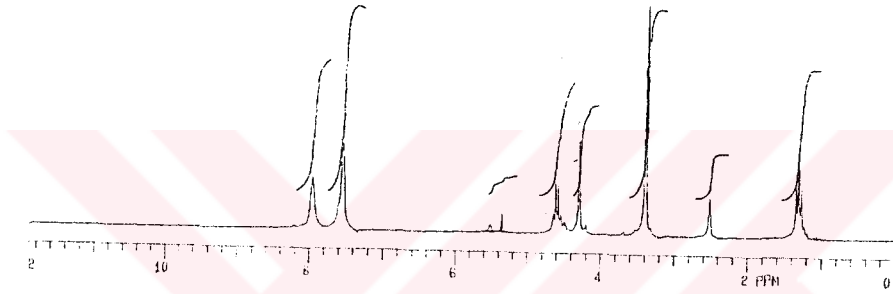
4.6. 2-(Etilksantat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu



Şekil 4.11. 2-(etilksantat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

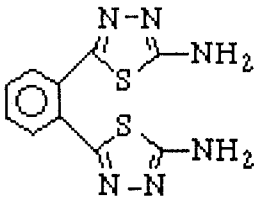
3163	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3025	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2882	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1702	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1565	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1051	cm ⁻¹	C = S eğilme titreşimi
960	cm ⁻¹	O - C - S - C eğilme titreşimi
682	cm ⁻¹	N = C - S - C gerilme titreşimi

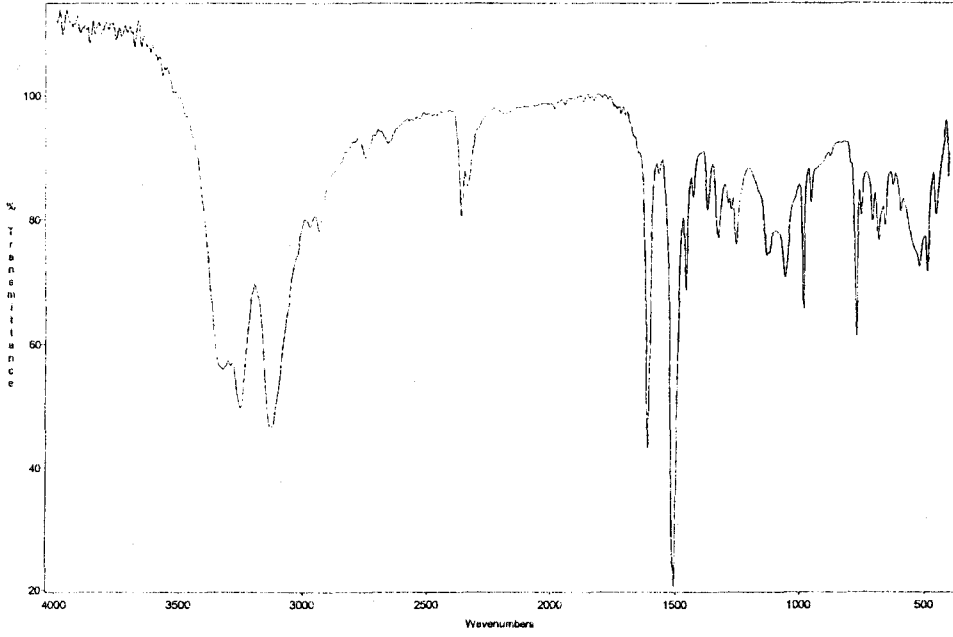


Şekil 4.12. 2-(etilksantat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO_{d6}, ppm) : δ 7.97 - 7.53 (m, 5H, aromatik protonlar), 4.61 - 4.57 (m, 2H, -O-CH₂- protonları), 4.3 (s, 2H, -CH₂-S- protonları), 1.34 - 1.26 (t, 3H, -CH₃ protonları).

4.7. 1,2-Di(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu

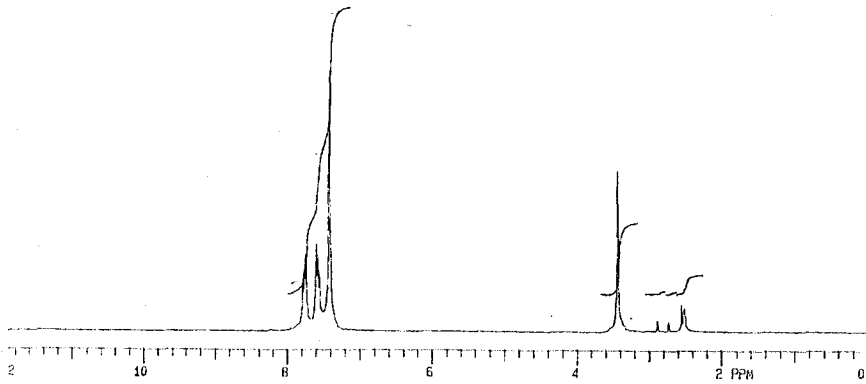




Şekil 4.13. 1,2-di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

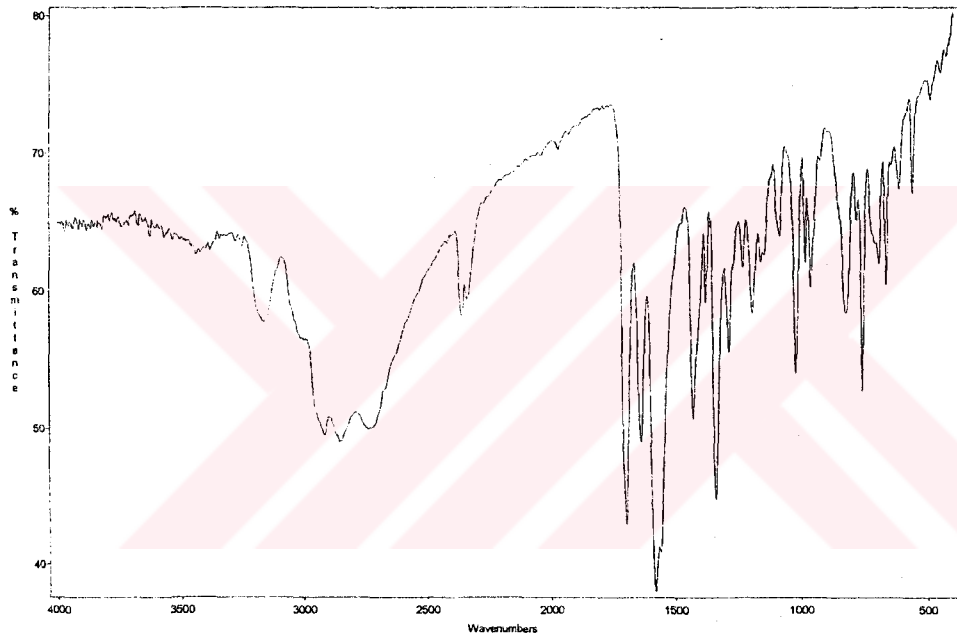
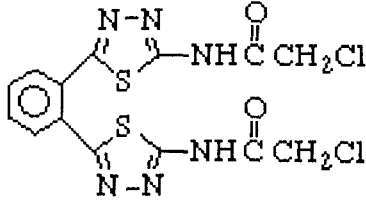
3323, 3250	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3125	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
1610	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1508	cm ⁻¹	N - H eğilme titreşimi
683	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil 4.14. 1,2-di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹H-NMR spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 7.78 - 7.75 (m, 4H, aromatik protonlar), 7.41 (s, 4H,- NH_2 - protonları).

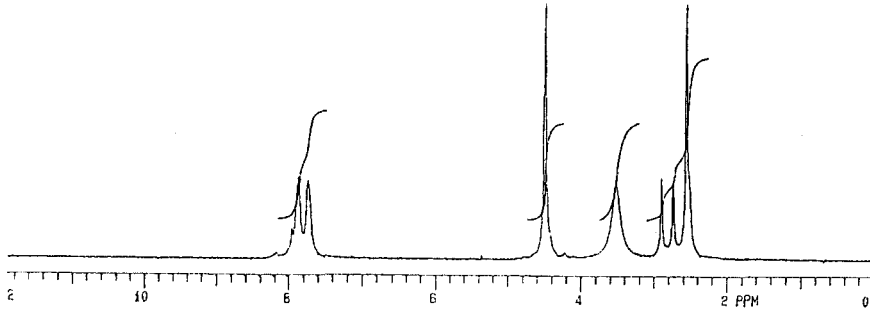
4.8. 1,2-Di(2-Klorasetoamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu



Şekil 4.15. 1,2-di(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

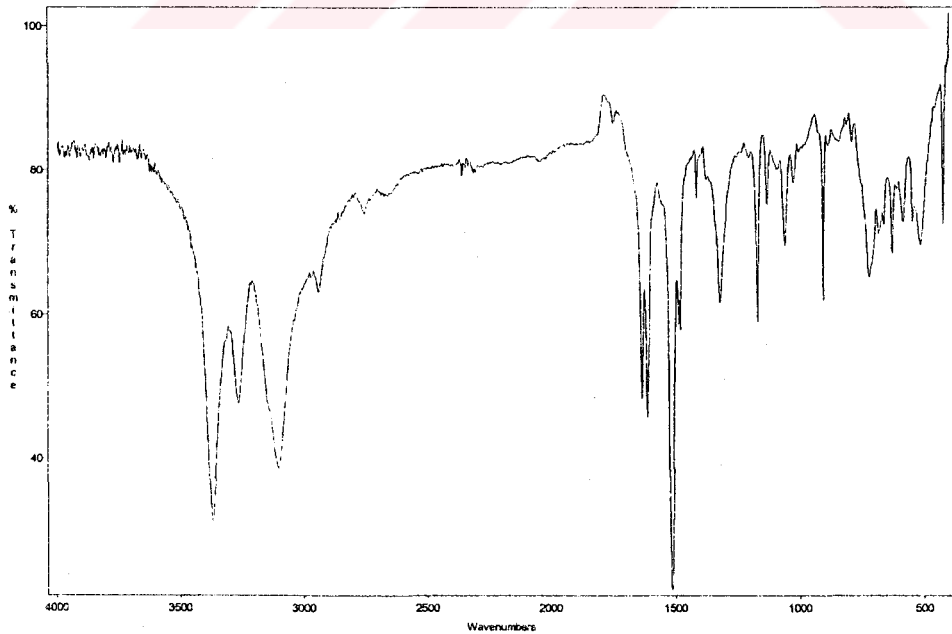
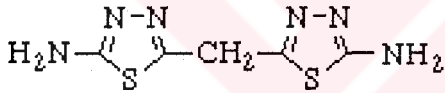
3177	cm^{-1}	N - H gerilme titreşimi
3015	cm^{-1}	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2918, 2850	cm^{-1}	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1700	cm^{-1}	C = O gerilme titreşimi
1643	cm^{-1}	C = N gerilme titreşimi
1585	cm^{-1}	N - H eğilme titreşimi
669	cm^{-1}	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil 4.16. 1,2-di(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 7.96 - 7.71 (m, 4H, aromatik protonlar), 4.49 - 4.43 (s, 4H, $-\text{CH}_2-$ protonları), 2.9 (s, 2H, NH protonları).

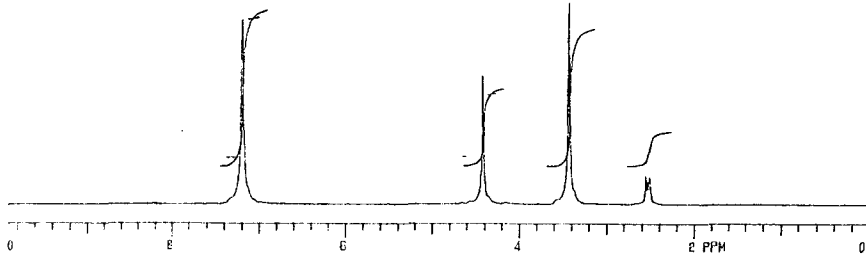
4.9. Bis(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil) Metan'ın Karakterizasyonu



Şekil 4.17. Bis (2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) metan'ın IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

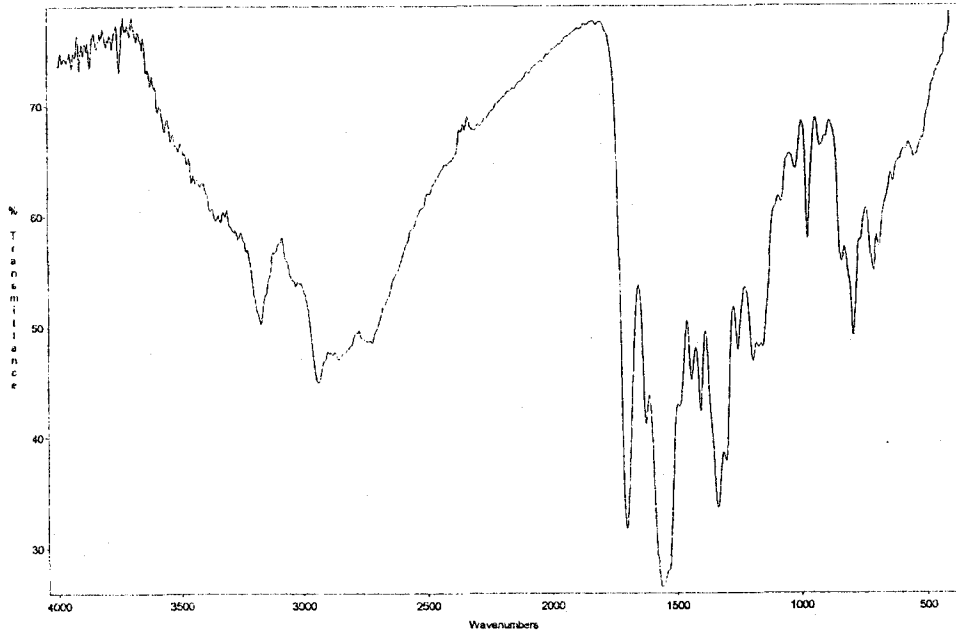
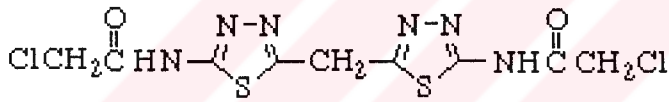
3370, 3264	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
2941	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1636	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1516	cm ⁻¹	N - H eğilme titreşimi



Şekil 4.18. Bis (2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) metan'ın ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO_{d6}, ppm) : δ 7.19 (s, 4H, NH₂ protonları), 4.42 (s, 2H, -CH₂- protonları).

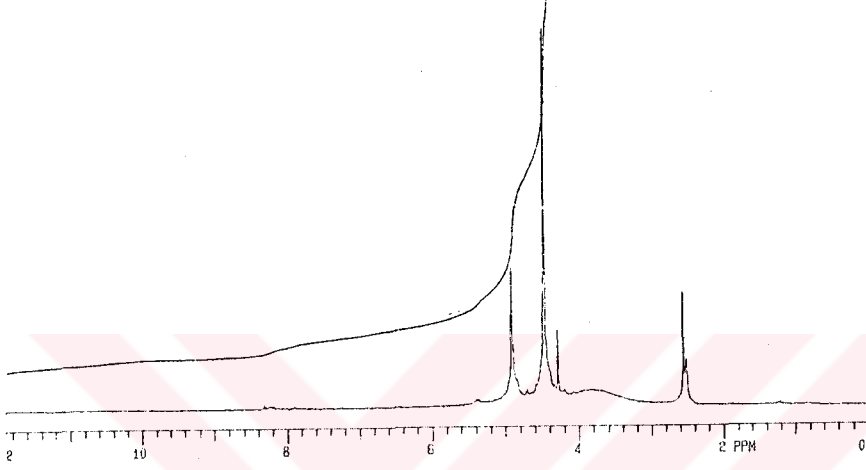
4.10. Bis(2-Klorasetamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Metan'ın Karakterizasyonu



Şekil 4.19. Bis (2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) metan'ın IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

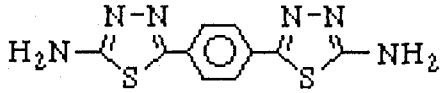
3169	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
2938	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1700	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1640	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1550	cm ⁻¹	N - H eğilme titreşimi



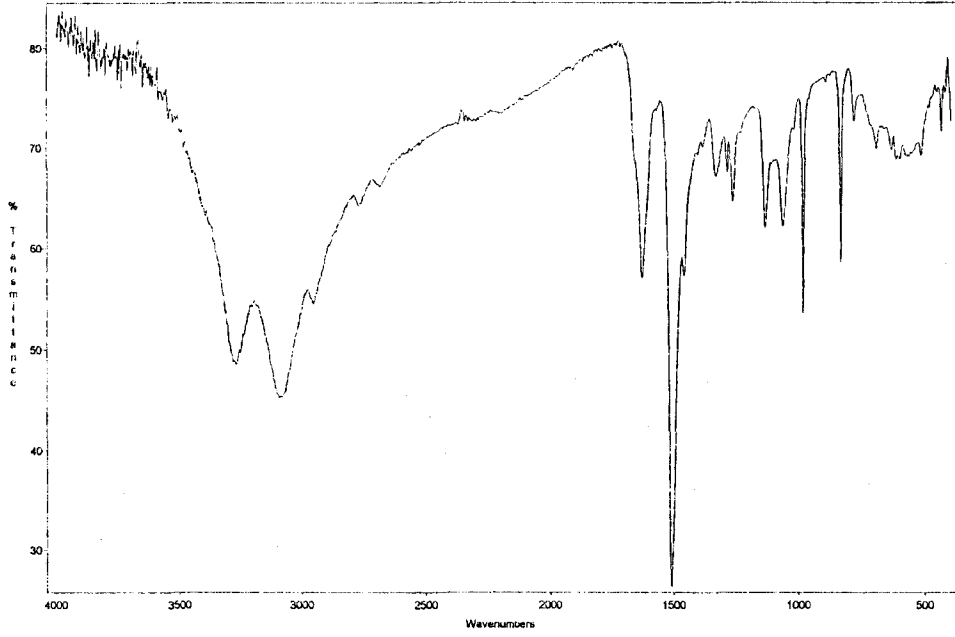
Şekil 4.20. Bis (2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) metan'ın ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO_{d6}, ppm) : δ 4.46 (s, 4H, -CH₂-Cl protonları), 4.09 (s, 2H, -CH₂- protonları).

4.11. 1,4-Di(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu



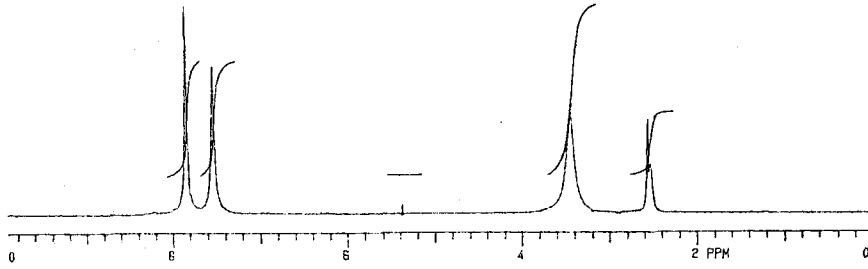
T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
BOKÜMANTASYON MERKEZİ



Şekil 4.21. 1,4-di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

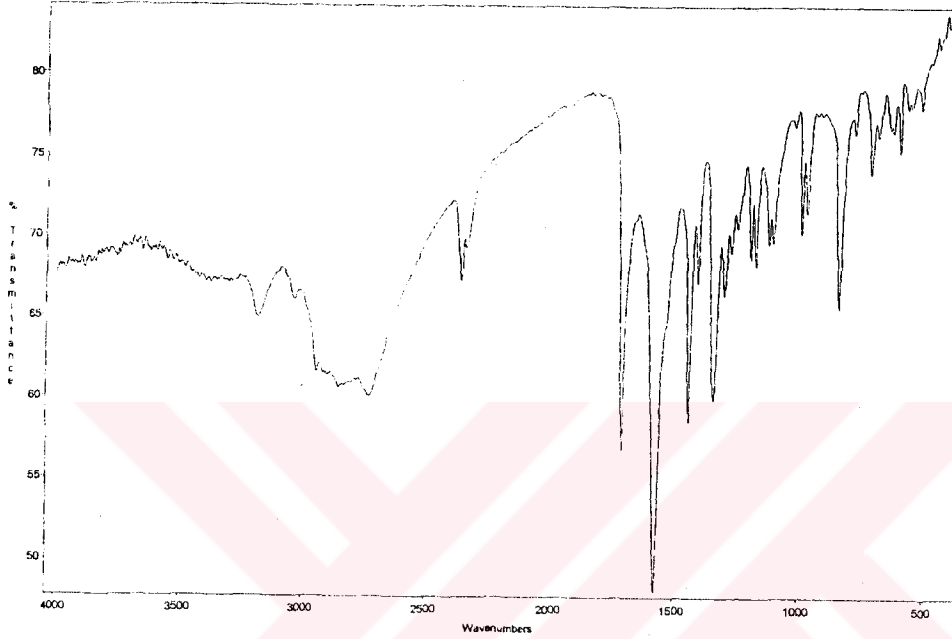
3266	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3083	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
1629	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1510	cm ⁻¹	N - H eğilme titreşimi
685	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil 4.22. 1,4-di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO_{d6}, ppm) : δ 7.85 - 7.83 (s, 4H, aromatik protonlar), 7.55 (s, 4H, NH₂- protonları).

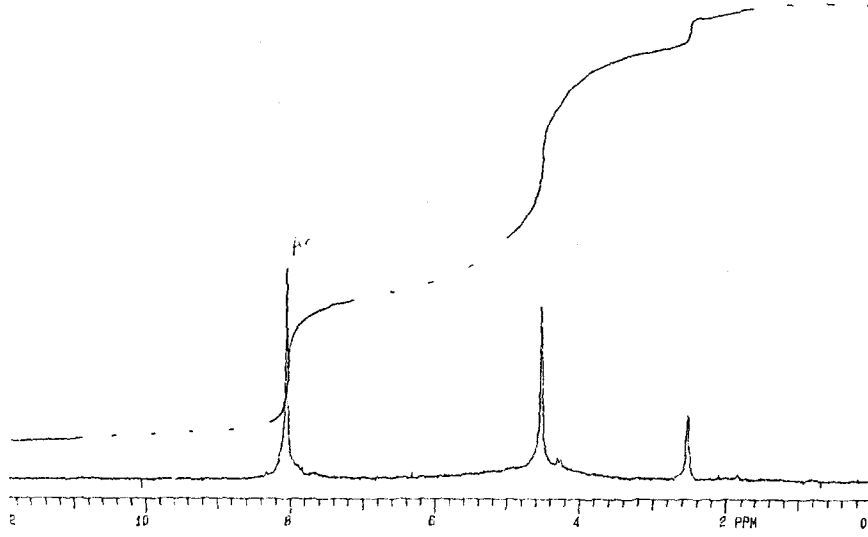
4.12. 1,4-Di(2-Klorasetamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu



Şekil 4.23. 1,4-di(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

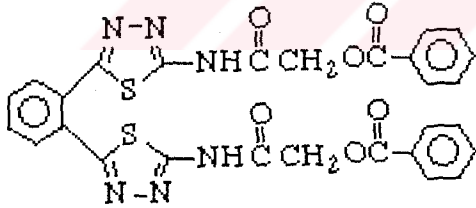
3170	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3027	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2940	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1704	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1573	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
630	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi

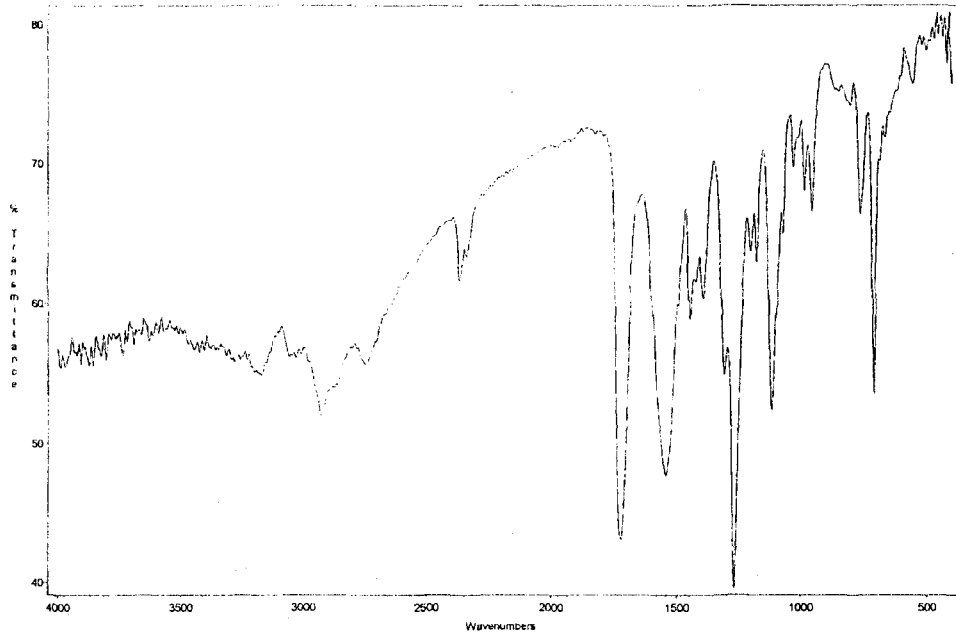


Şekil 4.24. 1,4-di(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 8.05 (s, 4H, aromatik protonlar), 4.51 (s, 4H, $\text{CH}_2\text{-Cl}$ protonları).

4.13. 1,2-Di(2-Benzoatasetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu

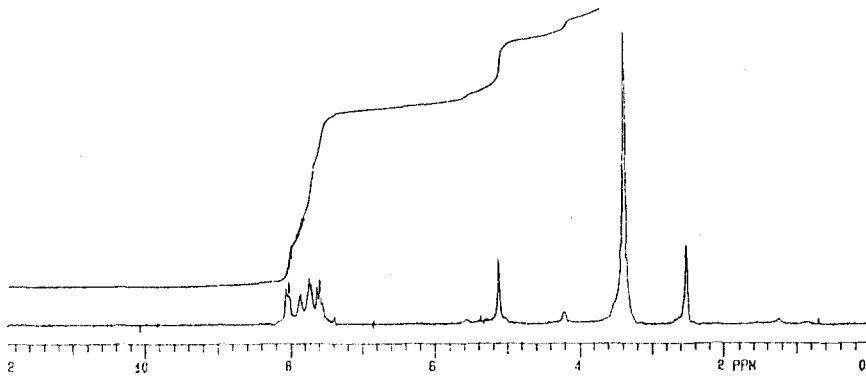




Şekil 4.25. 1,2-di(2-benzoatsetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

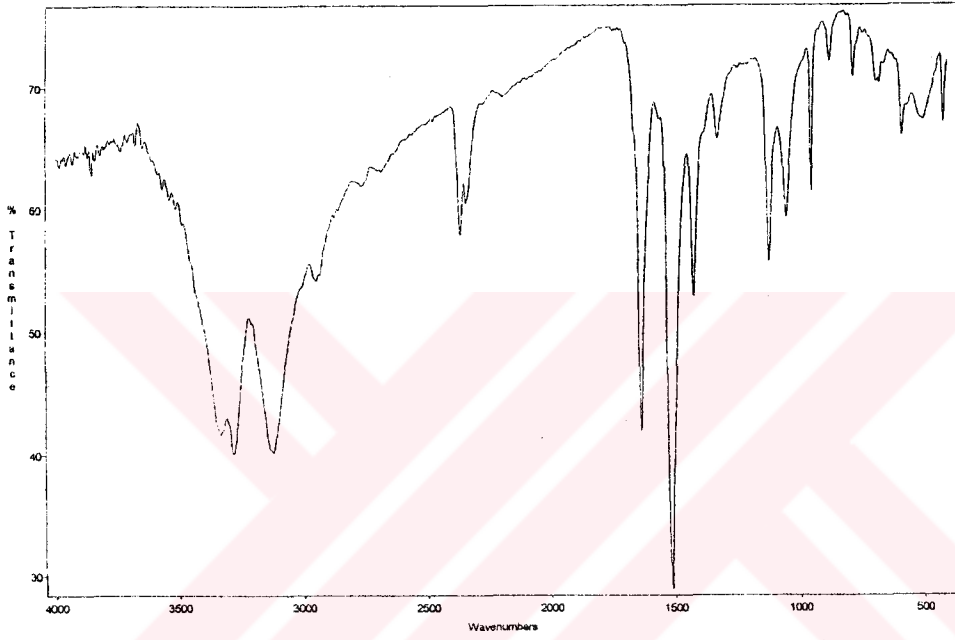
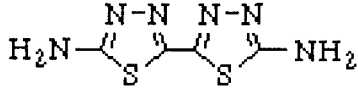
3174	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3045	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2929	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1720	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1542	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1270	cm ⁻¹	C - O - C gerilme titreşimi



Şekil 4.26. 1,2-di(2-benzoatsetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹H-NMR spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 8.05 - 7.53 (m, 14H, aromatik protonlar), 5.11 (s, 4H, CH_2 protonları), 4.21 (s, 2H, NH protonları).

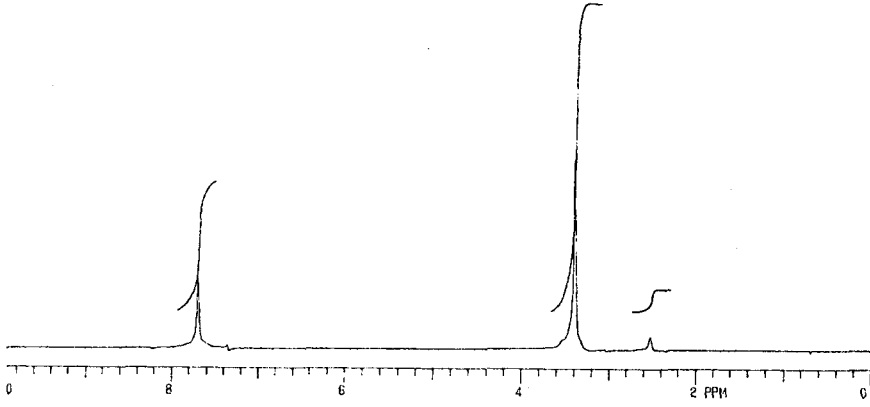
4.14. 2-Amino-5-(2-Amino-1,3,4-Tiyadiazolil)-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu



Şekil 4.27. 2-amino-5-(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil)-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

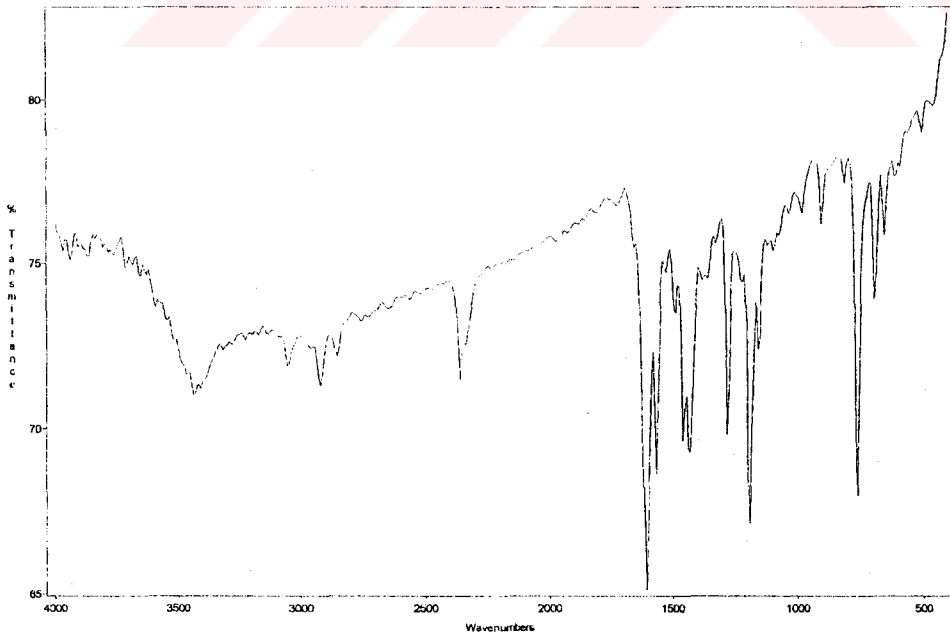
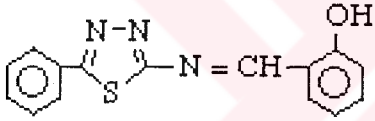
3336, 3284	cm^{-1}	N - H gerilme titreşimi
1633	cm^{-1}	C = N gerilme titreşimi
1513	cm^{-1}	N - H eğilme titreşimi



Şekil 4.28. 2-amino-5-(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil)-1,3,4-tiyadiazol'ün $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ d 7.70 (s, 4H, NH_2 protonları).

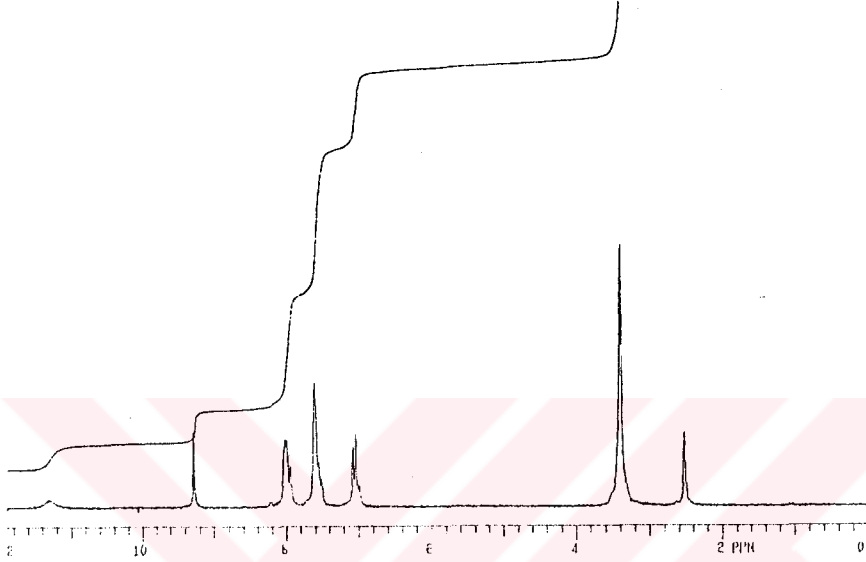
4.15. 2-(2-Hidroksibenzalamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu



Şekil 4.29. 2-(2-hidroksibenzalamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

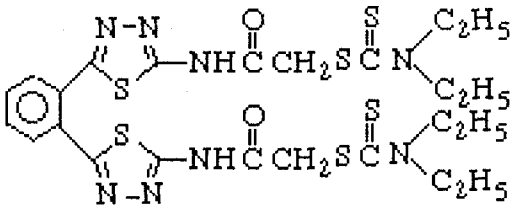
3336, 3284	cm ⁻¹	O - H gerilme titreşimi
3048	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
1619	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1529	cm ⁻¹	N - H eğilme titreşimi

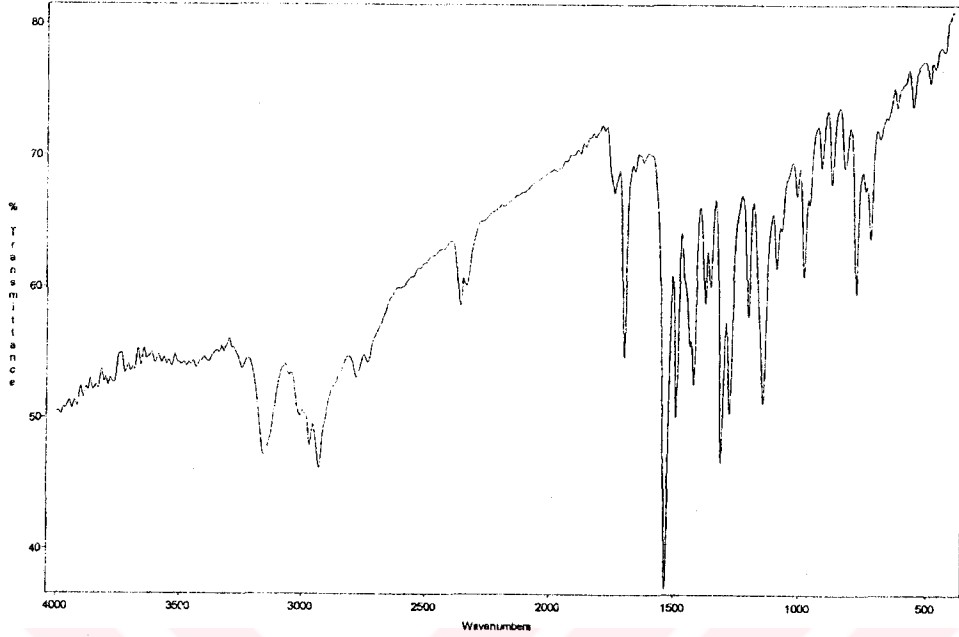


Şekil 4.30. 2-(2-hidroksibenzalamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO_{d6}, ppm) : δ 11.38 - 11.21 (1H, OH protonu), 9.27 (s, 1H, =CH protonu), 7.99 - 7.02 (m, 9H, aromatik protonlar).

4.16. 1,2-Di(2-N,N-Dietilaminoditiyokarbamat Asetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu

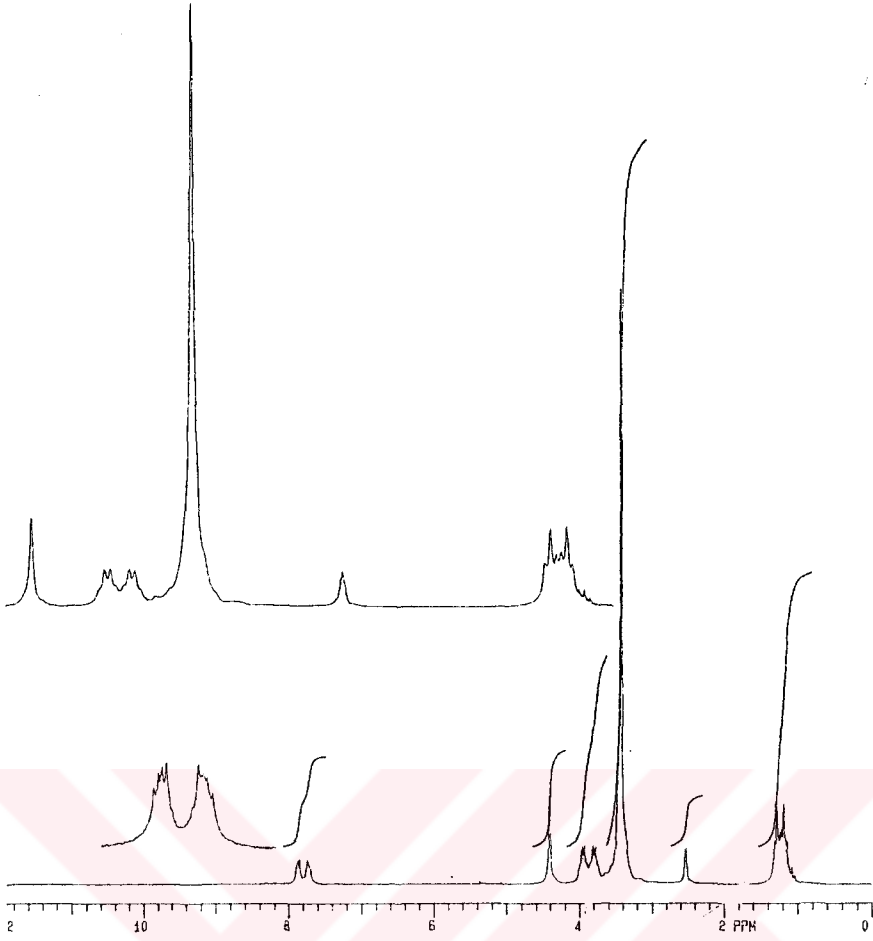




Şekil 4.31. 1,2-di(2-N,N-diethylaminoditiyokarbamat asetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

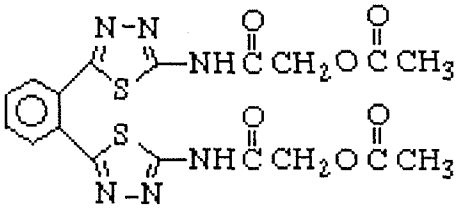
3185	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3008	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2929	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1700	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1535	cm ⁻¹	N - H eğilme titreşimi
1089	cm ⁻¹	C = S gerilme titreşimi
983	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi

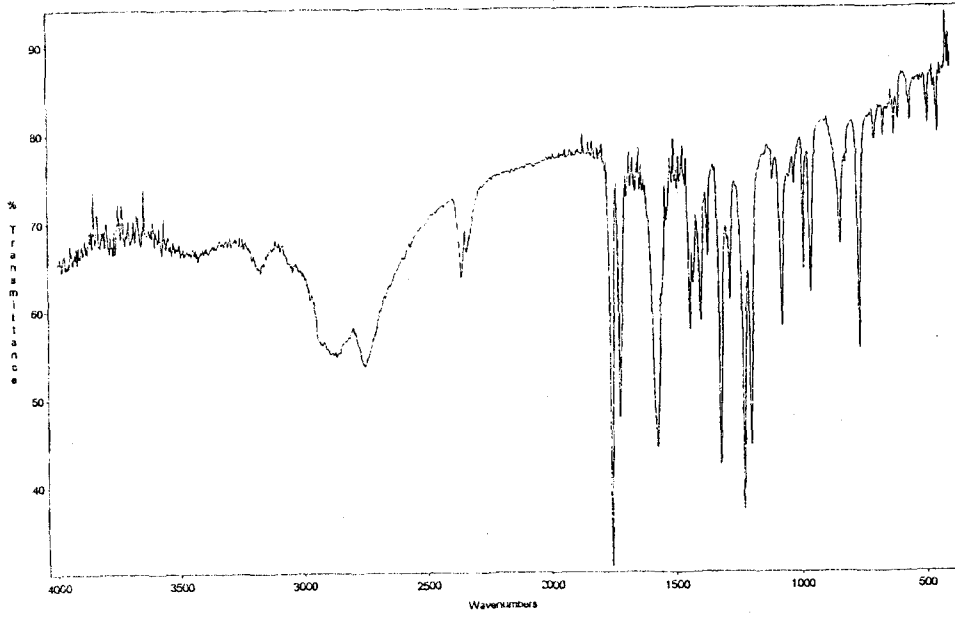


Şekil 4.32. 1,2-di(2-N,N-diethylaminoditiyokarbamat asetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ^1H -NMR spektrumu

^1H -NMR (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ d 7.88 - 7.69 (s, 4H, aromatik protonlar), 4.40 (s, 4H, $-\text{CH}_2\text{-S}$ protonları), 3.96 - 3.73 (m, 8H, $-\text{CH}_2\text{-}$ protonları), 1.31 - 1.06 (m, 12H, $-\text{CH}_3$ protonları).

4.17. 1,2-Di(2-Asetatasetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu

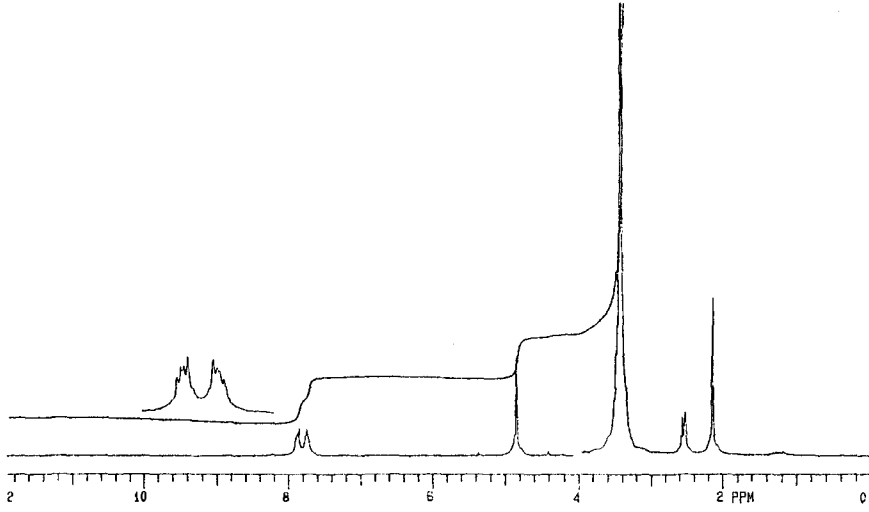




Şekil 4.33. 1,2-di(2-asetatasetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

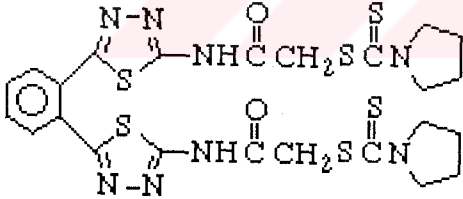
3180	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3034	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2934	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1752	cm ⁻¹	- O - C = O - gerilme titreşimi
1720	cm ⁻¹	C = O - gerilme titreşimi
1571	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1018	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi

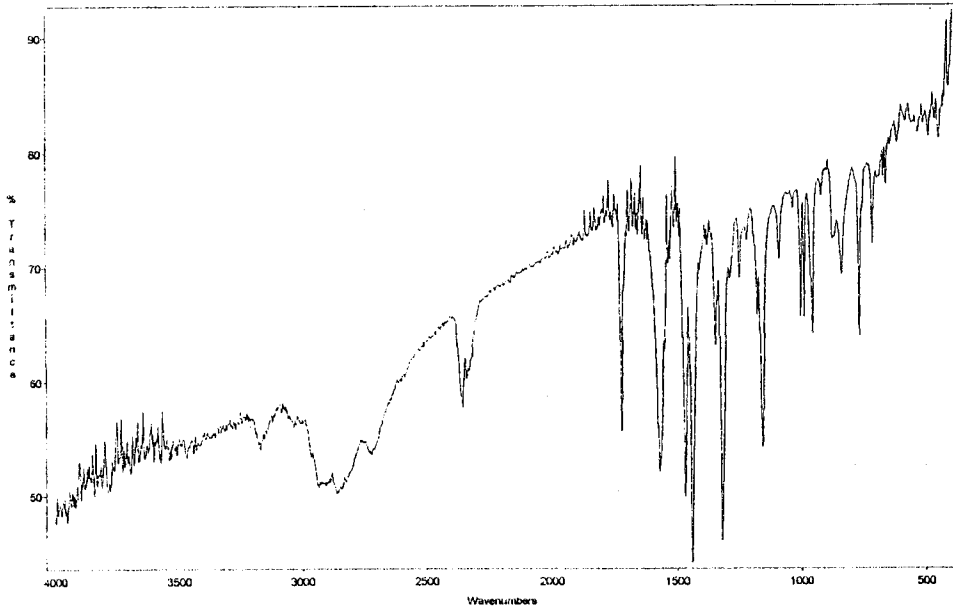


Şekil 4.34. 1,2-di(2-asetatasetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 7.88 - 7.70 (m, 4H, aromatik protonlar), 4.84 (s, 4H, $-\text{CH}_2-$ protonları), 2.14 (s, 6H, $-\text{CH}_3$ protonları).

4.18. 1,2-Di(2-Pirolidin-Ditiyokarbamat Asetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu

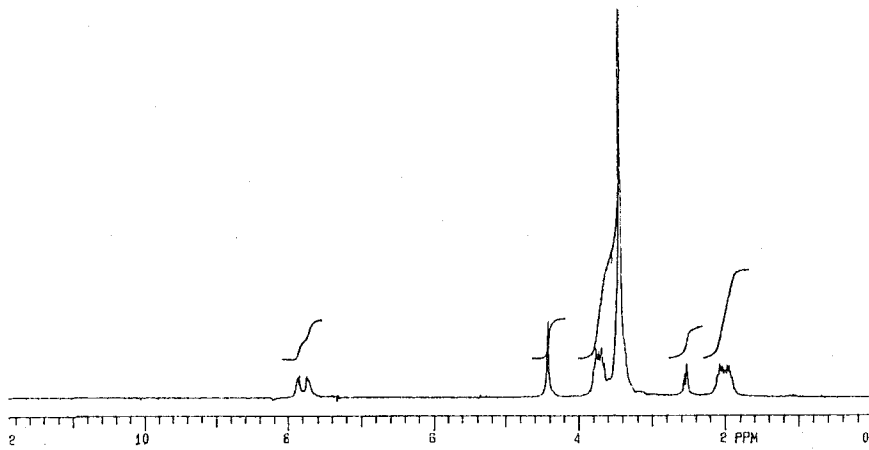




Şekil 4.35. 1,2-di(2-pirolidin ditiyokarbamat asetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

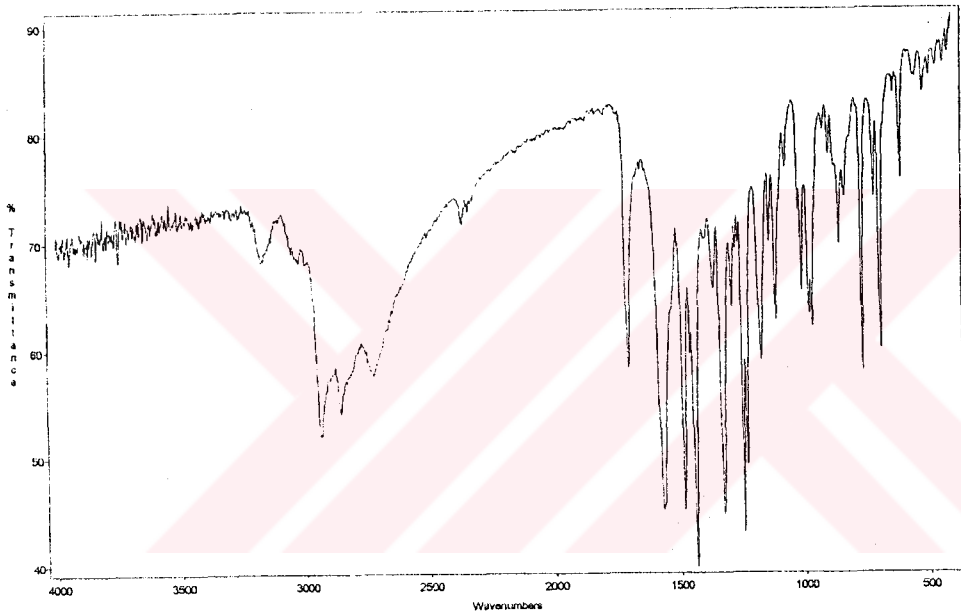
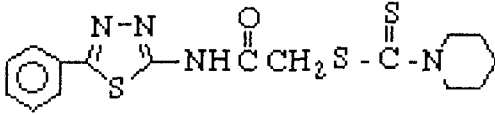
3175	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3036	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2932	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1720	cm ⁻¹	C = O - gerilme titreşimi
1571	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi



Şekil 4.36. 1,2-di(2-pirolidin ditiyokarbamat asetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹H-NMR spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 7.87 - 7.69 (m, 4H, aromatik protonlar), 4.42 (s, 4H, $-\text{CH}_2\text{-S}$ protonları), 3.79 - 3.58 (m, 8H, $-\text{N-CH}_2\text{-}$ protonları), 2.09 - 1.89 (m, 8H, $\text{C-CH}_2\text{-C}$ protonları).

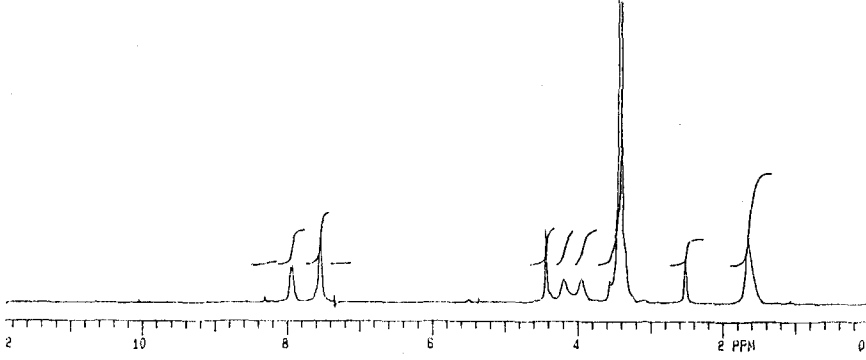
4.19. 2-(Piperidin Ditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu



Şekil 4.37. 2-(piperidin ditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

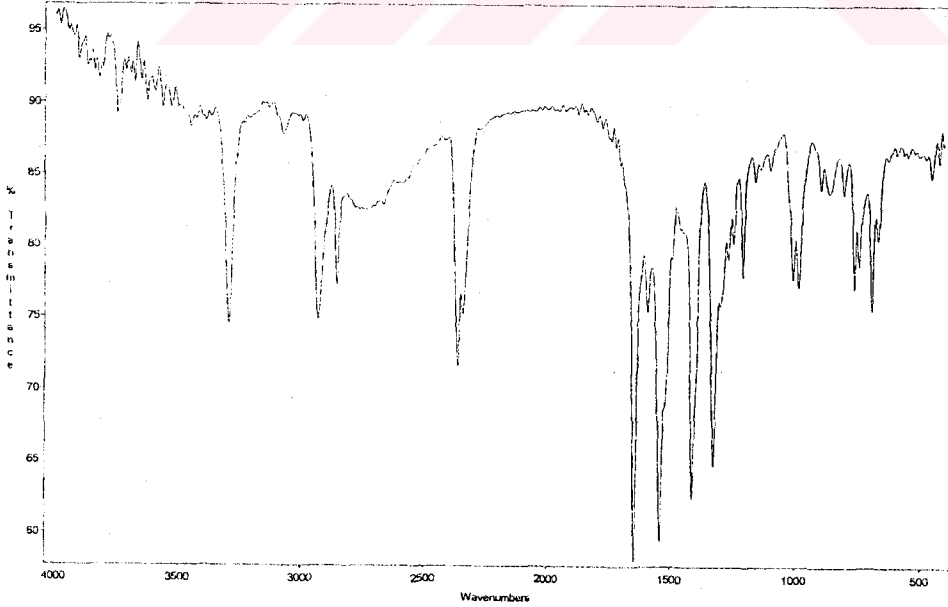
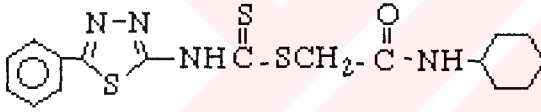
3174	cm^{-1}	N - H gerilme titreşimi
3052	cm^{-1}	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2937	cm^{-1}	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1704	cm^{-1}	C = O gerilme titreşimi
1566	cm^{-1}	C = N gerilme titreşimi
1108	cm^{-1}	C = S gerilme titreşimi
1018	cm^{-1}	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil 4.38. 2-(piperidin ditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 7.95 - 7.52 (m, 5H, aromatik protonlar), 4.43 (s, 2H, $-\text{CH}_2-$ protonları), 4.42 - 3.91 (d, 4H, $-\text{CH}_2-\text{N}$ protonları), 1.65 (s, 6H, $\text{C-CH}_2-\text{C}$ protonları).

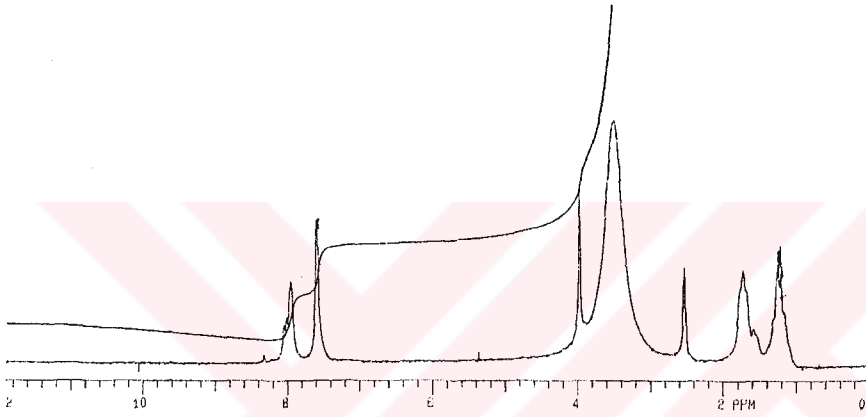
4.20. 2-(N-Sikloheksil Karbomil Metilditiyokarbamat)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu



Şekil 4.39. 2-(N-sikloheksil karbomil metilditiyokarbamat)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

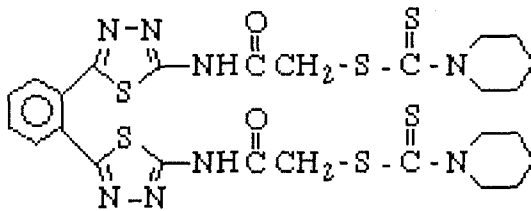
3293	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3064	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2929, 2854	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1653	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1589	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1542	cm ⁻¹	N - H eğilme titreşimi
1036	cm ⁻¹	C = S gerilme titreşimi
981	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi

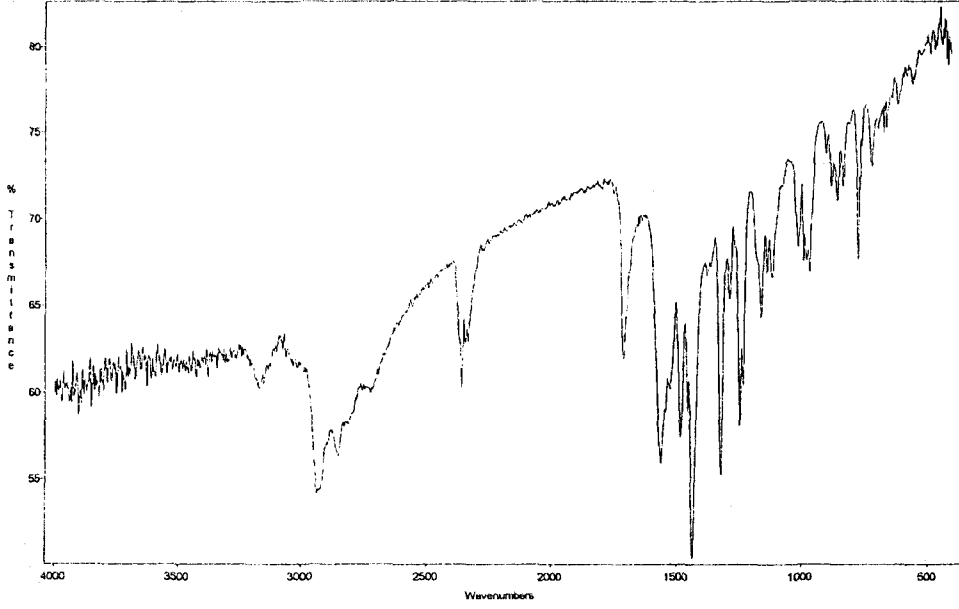


Şekil 4.40. 2-(N-sikloheksil karbomil metilditiyokarbamat)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO_{d6}, ppm) : δ d 8.04 - 7.58 (m, 5H, aromatik protonlar), 3.95 (s, 2H, -S-CH₂- protonları), 1.70 - 1.15 (m, 11H, -CH₂- protonları).

4.21. 1,2-Di(2-Piperidinditiyokarbamat Asetilamino-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu

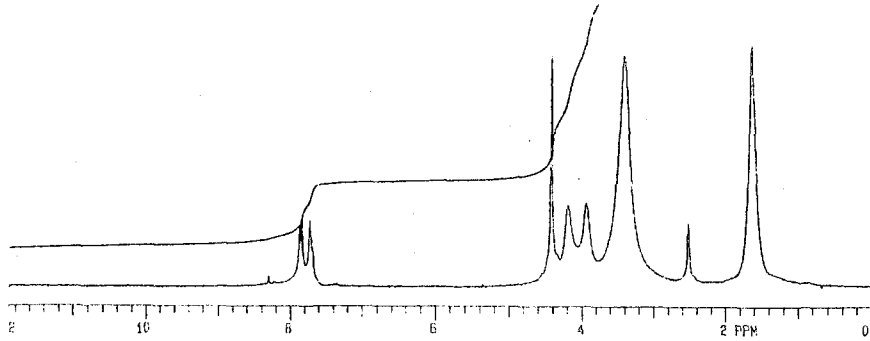




Şekil 4.41. 1,2-di(2-piperidinditiyokarbamat asetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

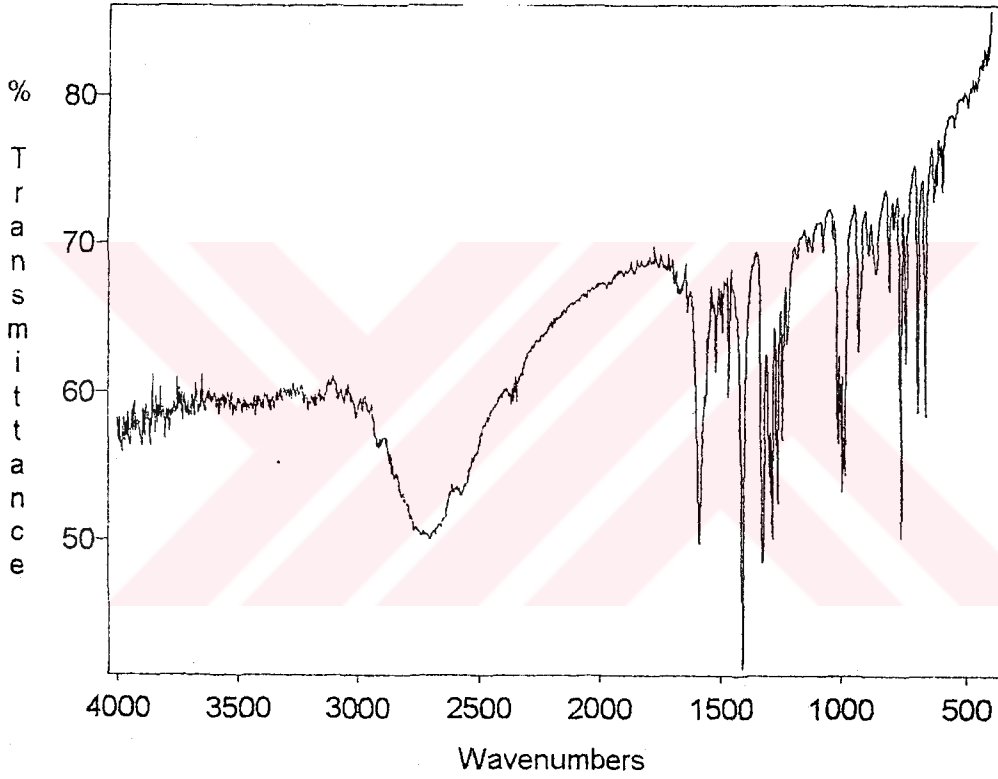
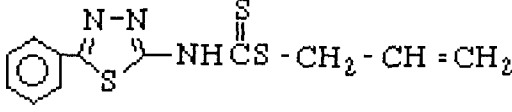
3179	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3030	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2936, 2851	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1710	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1560	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1111	cm ⁻¹	C = S gerilme titreşimi
1010	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil 4.42. 1,2-di(2-piperidinditiyokarbamat asetilamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹H-NMR spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 7.87 - 7.68 (m, 4H, aromatik protonlar), 4.41 (s, 4H, $-\text{CH}_2-\text{S}$ protonları), 4.18 - 3.87 (d, 8H, $-\text{N-CH}_2-\text{C}$ protonları), 1.63 (s, 12H, $\text{C-CH}_2-\text{C}$ protonları).

4.22. 2-Allilditiyokarbamat-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu

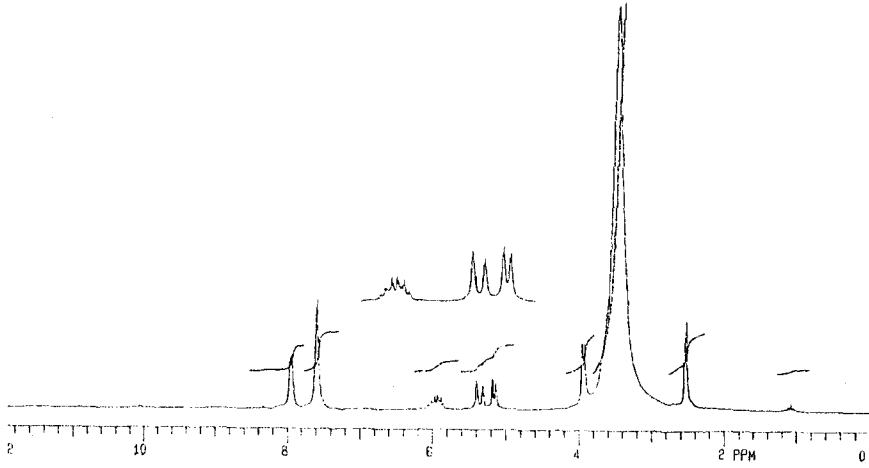


Şekil 4.43. 2-allylditiyokarbamat-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

3005	cm^{-1}	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2918	cm^{-1}	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1592	cm^{-1}	C = N veya C = C gerilme titreşimi
1521	cm^{-1}	N - H eğilme titreşimi
1244	cm^{-1}	C = S gerilme titreşimi
987	cm^{-1}	C - S - C gerilme titreşimi

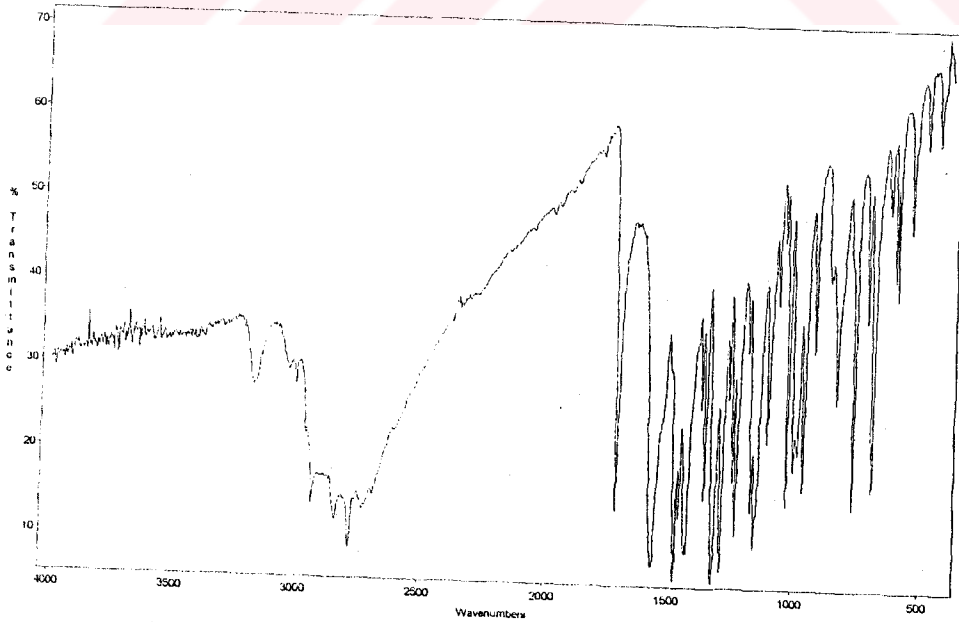
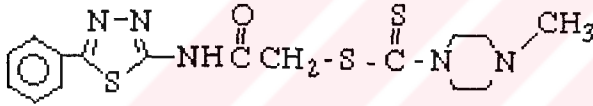
T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
TEKNOLOJİ VE ARAŞTIRMA BAKANLIĞI



Şekil 4.44. 2-allylditiyokarbamat-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 8.01 - 7.50 (m, 5H, aromatik protonlar), 6.01 - 5.87 (m, 1H, =CH- protonu), 5.39 - 5.12 (d, 2H, C = CH_2 protonları), 3.95 - 3.91 (d, 2H, - CH_2 - protonları).

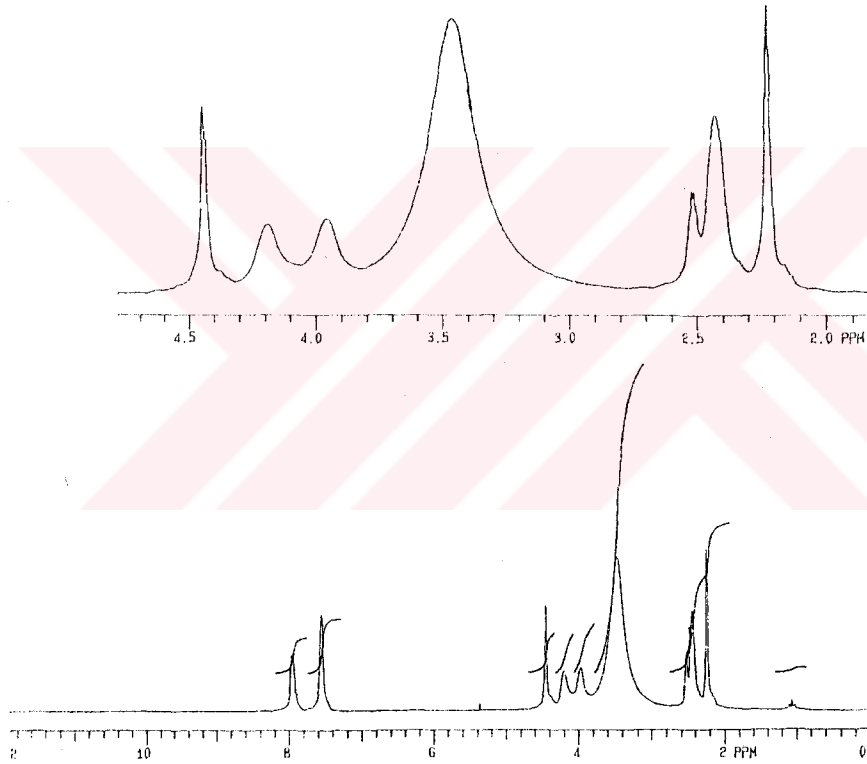
4.23. 2-(N-Metilpiperazinditiyokarbamat Asetilamino)-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol'ün Karakterizasyonu



Şekil 4.45. 2-(N-metilpiperazinditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

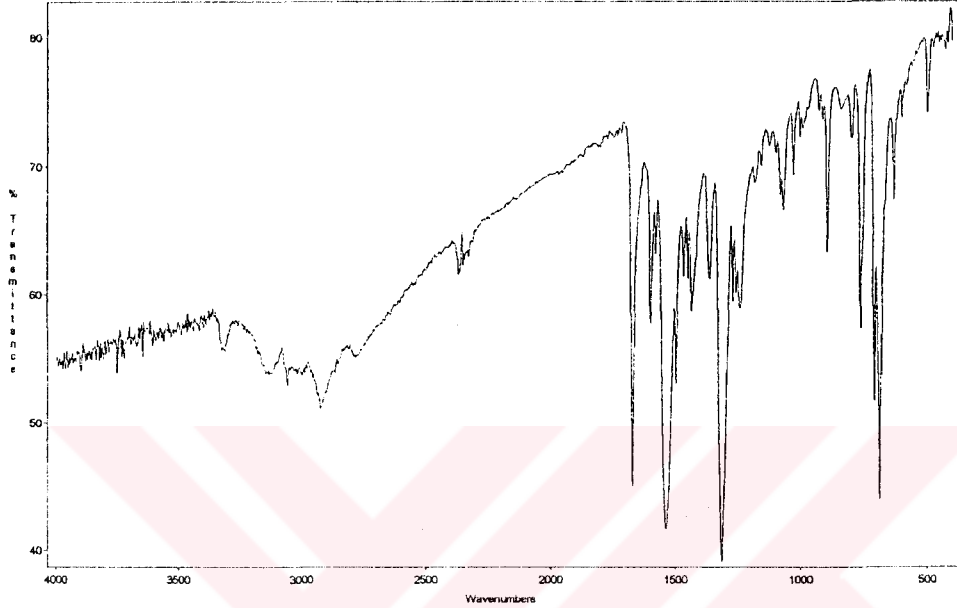
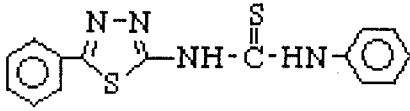
3165	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3027	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2923, 2840	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1708	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1567	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1151	cm ⁻¹	C = S gerilme titreşimi
995	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil 4.46. 2-(N-metilpiperazinditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO_{d6}, ppm) : δ 7.95 - 7.52 (m, 5H, aromatik protonlar), 4.44 (s, 2H, -CH₂- protonları), 4.19 - 3.89 (d, 4H, -N-CH₂- protonları), 2.42 - 2.34 (s, 4H, -CH₂-N protonları), 2.23 (s, 3H, N-CH₃ protonları).

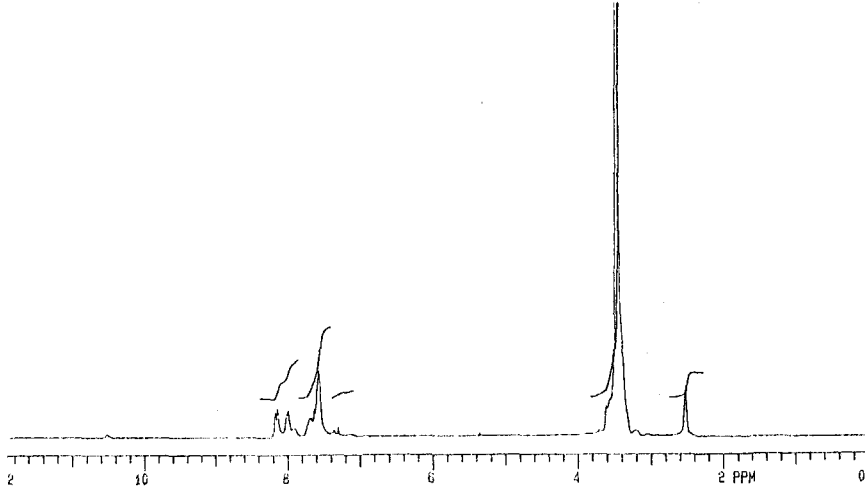
4.24. 3-Fenil-1-(5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazolil) Tiyöüre'nin Karakterizasyonu



Şekil 4.47. 3-fenil-1-(5-fenil-1,3,4-tiyadiazolil) tiyöüre'nin IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

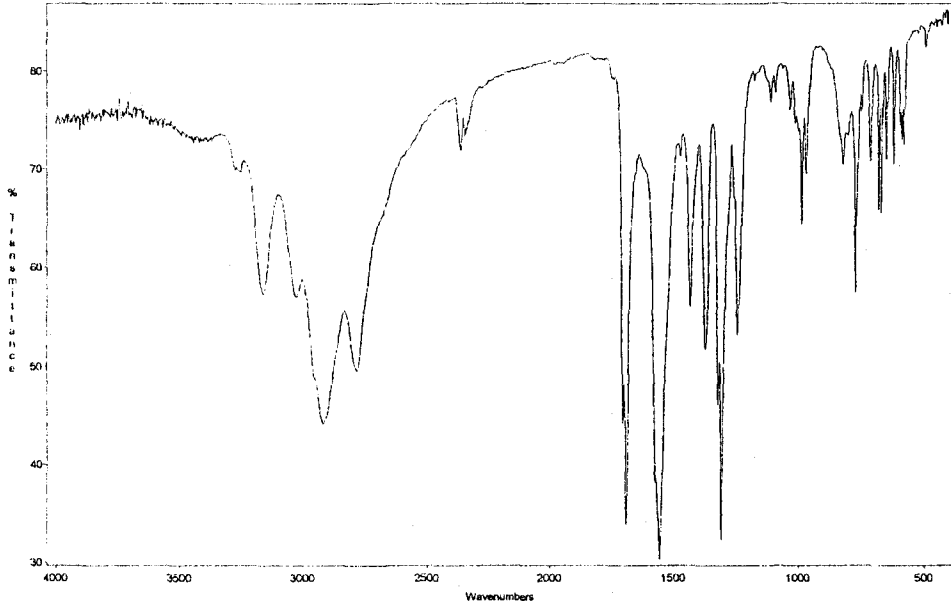
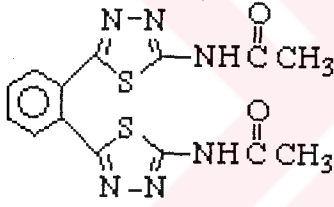
3319	cm ⁻¹	Ar - N - H gerilme titreşimi
3132	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3063	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
1670	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1535	cm ⁻¹	N - H eğilme titreşimi
1074	cm ⁻¹	C = S gerilme titreşimi
680	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil 4.48. 3-fenil-1-(5-fenil-1,3,4-tiyadiazolil) tiyüre'nin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 8.18 - 7.54 (m, 10H, aromatik protonlar).

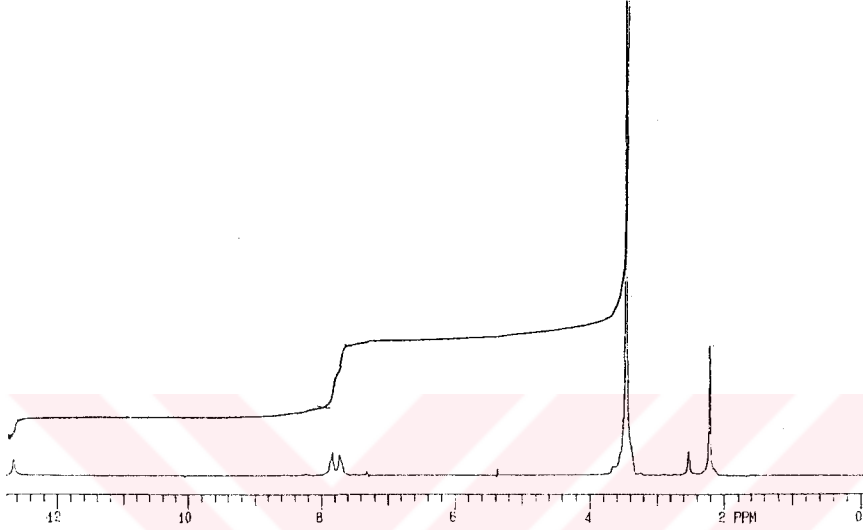
4.25. 1,2-Di(2-Asetamido-1,3,4-Tiyadiazolil) Benzen'in Karakterizasyonu



Şekil 4.49. 1,2-di(2-asetamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

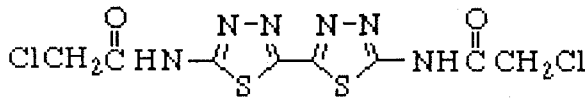
3159	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
2916	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1697	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1548	cm ⁻¹	N - H eğilme titreşimi



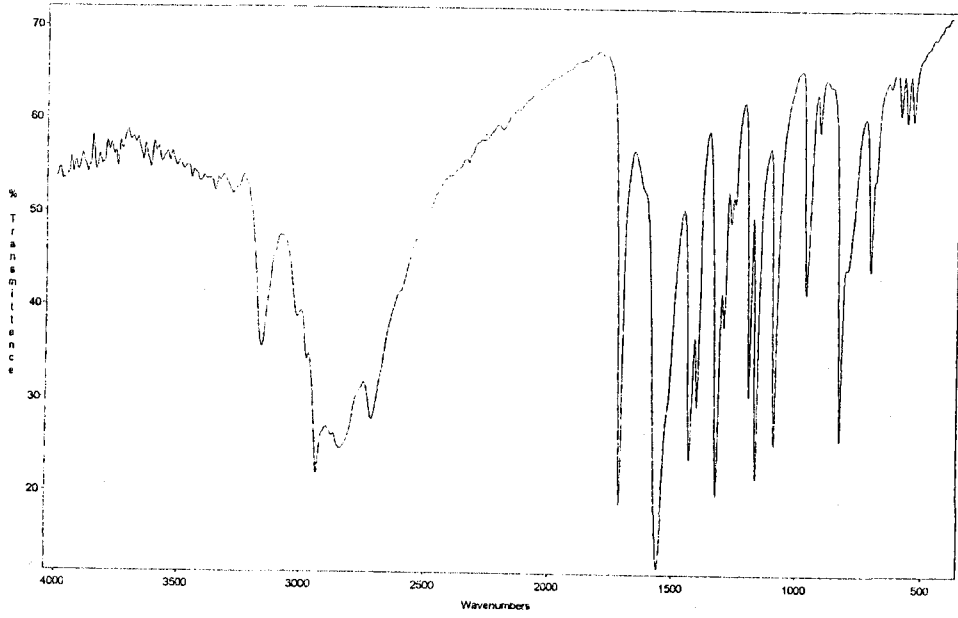
Şekil 4.50. 1,2-di(2-asetamino-1,3,4-tiyadiazolil) benzen'in ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO_{d6}, ppm) : δ 12.7 (s, 2H, N - H protonları), 7.87 - 7.68 (m, 4H, aromatik protonlar), 2.20 (s, 6H, -CH₃ protonları).

4.26. 2-Klorasetamido-5-(2-Klorasetamido-1,3,4-Tiyadiazolil)-1,3,4-Tiyadiazol'un Karakterizasyonu



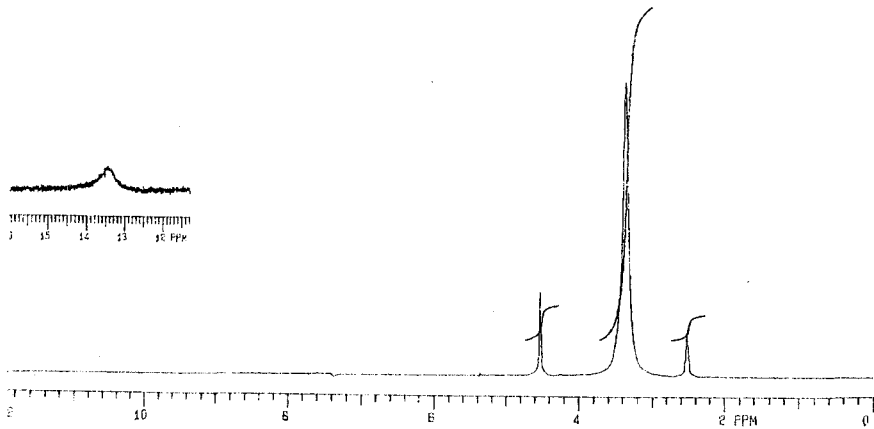
T.C. YURTTANLIK KURUMU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ



Şekil 4.51. 2-Klorasetamido-5-(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil)-1,3,4-tiyadiazol'ün IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

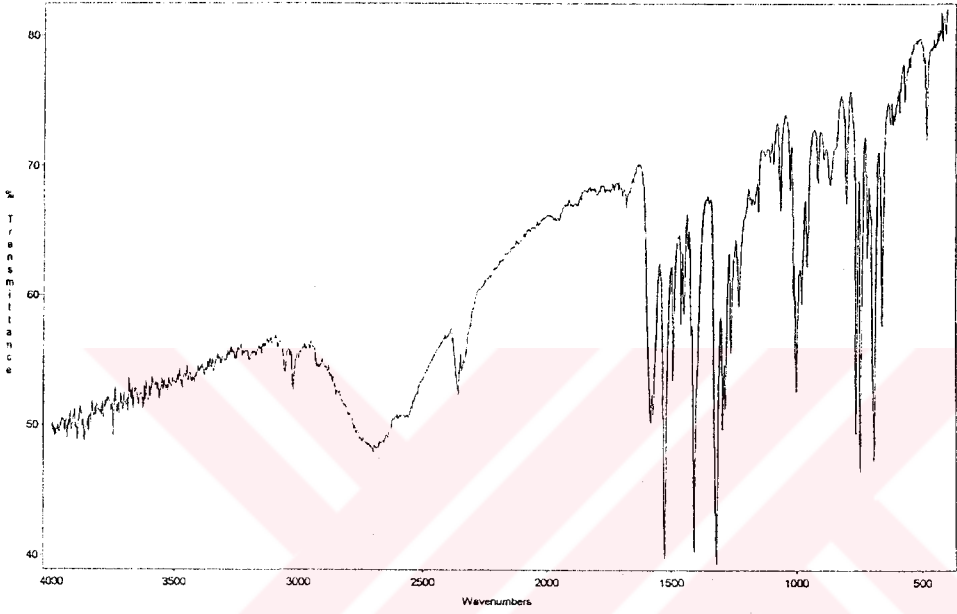
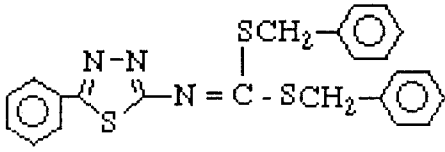
3156	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3016, 2937	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1712	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1560	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi



Şekil 4.52. 2-Klorasetamido-5-(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil)-1,3,4-tiyadiazol'ün ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO_{d6}, ppm) : δ 4.52 - 4.50 (s, 4H, -CH₂- protonları), 1.38 - 1.32 (2H, N - H protonları).

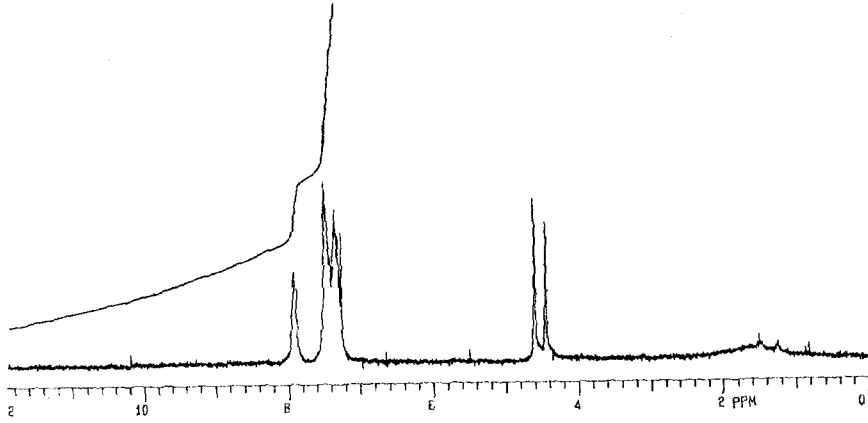
4.27. Dibenzil-N-(5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol-2-İl) Ditiyokarbamid'in Karakterizasyonu



Şekil 4.53. Dibenzil-N-(5-fenil-1,3,4-tiyadiazol-2-il)-ditiyokarbamid'in IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

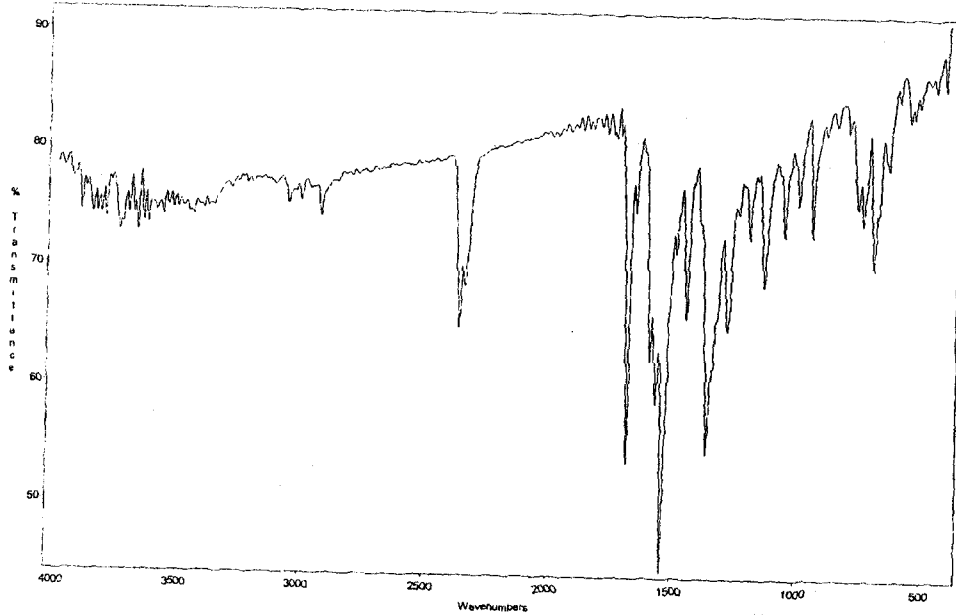
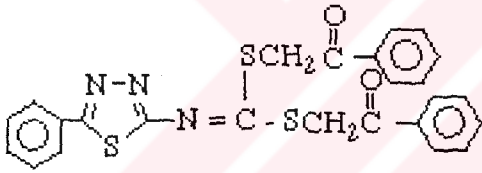
3036	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2967	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1583	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi



Şekil 4.54. Dibenzil-N-(5-fenil-1,3,4-tiyadiazol-2-il)-ditiyokarbamid'in $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO-d_6 , ppm) : δ 7.93 - 7.25 (m, 15H, aromatik protonlar), 4.60 (s, 2H, $-\text{CH}_2-$ protonları), 4.45 - 4.44 (s, 2H, $-\text{CH}_2-$ protonları).

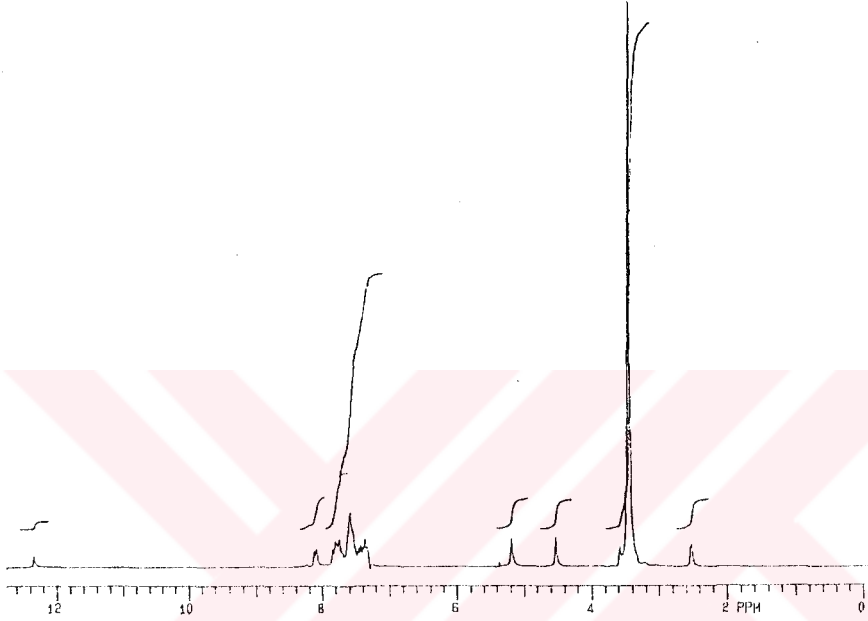
4.28. Difenasil-N-(5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol-2-İl) Ditiyokarbamid'in Karakterizasyonu



Şekil 4.55. Difenasil-N-(5-fenil-1,3,4-tiyadiazol-2-il) ditiyokarbamid'in IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

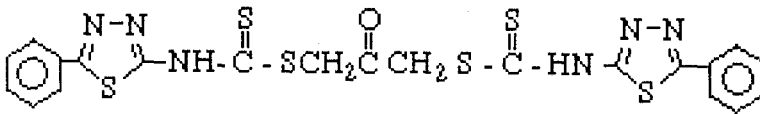
3050	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2923	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1683	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1592	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi

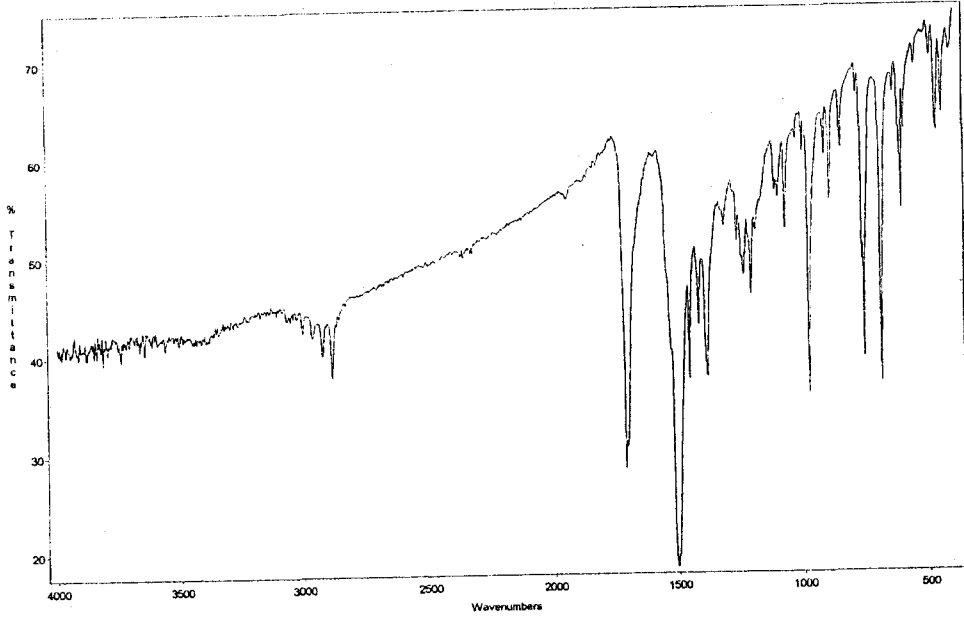


Şekil 4.56. Difenasil-N-(5-fenil-1,3,4-tiyadiazol-2-il) ditiyokarbamat'in ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO_{d6}, ppm) : δ 12.35 (s, 1H, N - H protonları), 8.12 - 7.30 (m, 15H, aromatik C - H protonları), 5.19 (s, 2H, -CH₂- protonları), 4.53 - 4.51 (s, 2H, CH₂ - protonları).

4.29. 1,3-Di(2-Ditiyokarbamat-5-Fenil-1,3,4-Tiyadiazol)Propan-2-On'un Karakterizasyonu

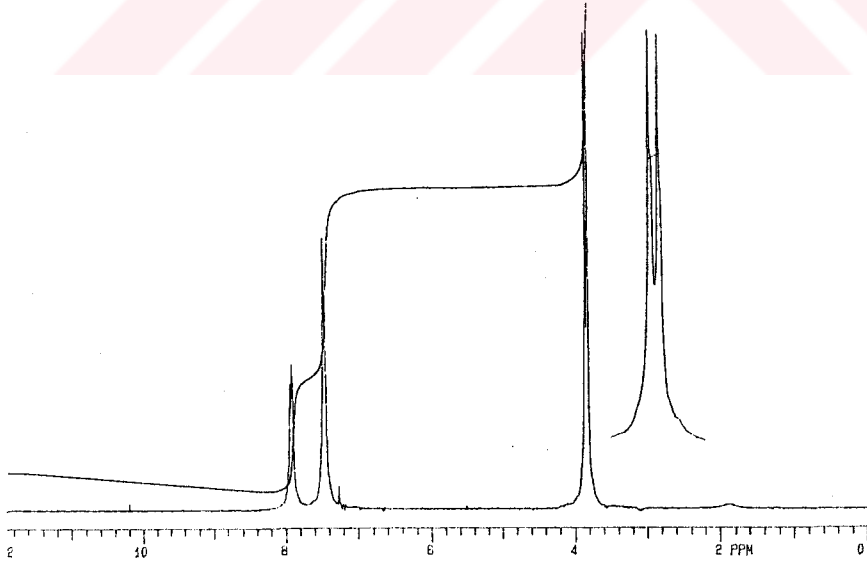




Şekil 4.57. 1,3-di(2-ditiyokarbamat-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol) propan-2-on'un IR spektrumu

IR Spektrumu (KBr diskinde alındı)

3063	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2959, 2920, 2886	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1712	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1506	cm ⁻¹	N - H eğilme titreşimi
1070	cm ⁻¹	C = S gerilme titreşimi
976	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi

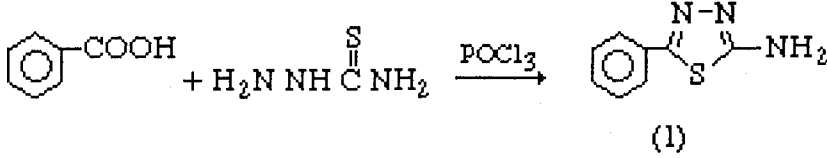


Şekil 4.58. 1,3-di(2-ditiyokarbamat-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol) propan-2-on'un ¹H-NMR spektrumu

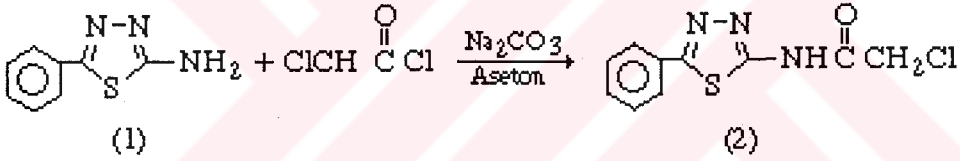
¹H-NMR (200 MHz, CDCl₃, ppm) : δ 7.94 - 7.44 (m, 10H, aromatik protonlar), 3.85 (d, 4H, -CH₂- protonları).

5. TARTIŞMA

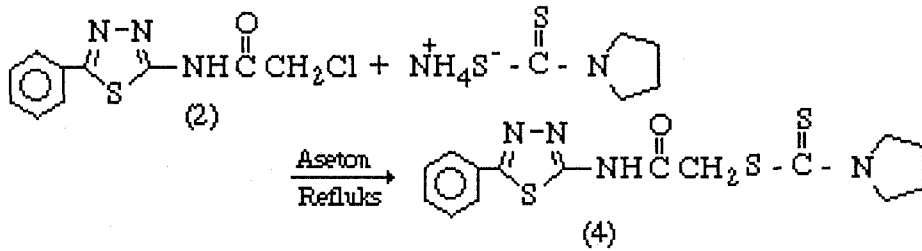
Benzoik asit tiyosemikarbazit ile POCl_3 yanında ısıtılarak reaksiyona sokuldu. % 70 verimle 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1) elde edildi. IR spektrumunda 3278 cm^{-1} 'de N-H, 1634 cm^{-1} 'de C=N gerilme ve 1513 cm^{-1} 'de N-H eğilme titreşim bantlarının görülmesi 1. bileşiğinin sentezini doğrulamaktadır.



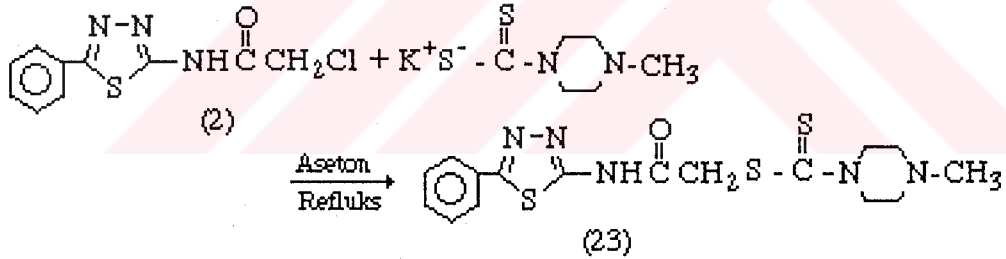
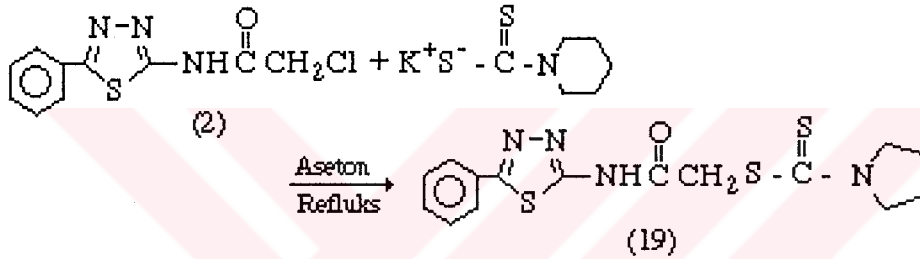
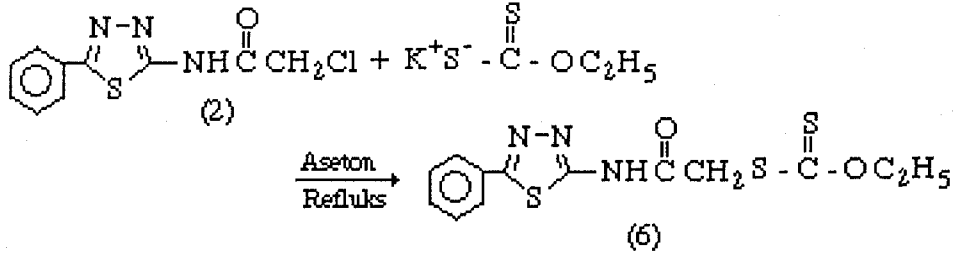
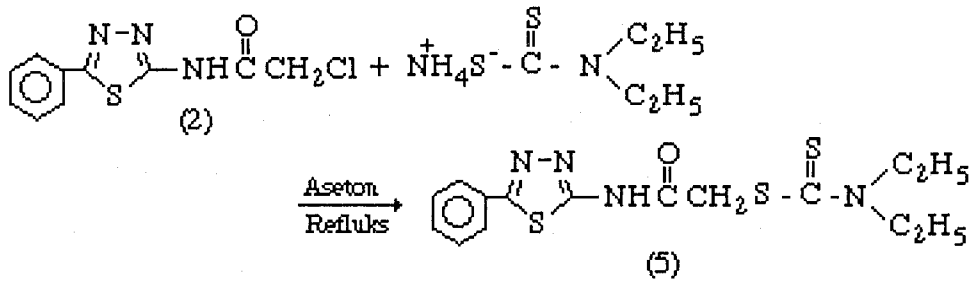
Elde edilen 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1) klorasetil klorür ile Na_2CO_3 yanında aseton ortamında oda sıcaklığında etkileştirilerek % 60-70 verimle amit klorüre (2) dönüştürüldü. IR spektrumunda 1726 cm^{-1} 'de C=O ve 3171 cm^{-1} 'de N-H gerilme titreşim bantlarının ortaya çıkması ve $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda 4.49 ppm 'de CH_2 protonlarının görülmesi bu bileşiğin yapısını desteklemektedir.



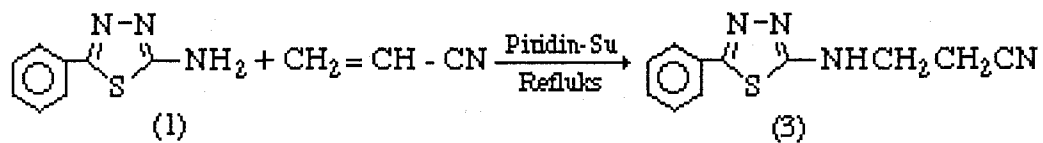
Amit klorür türevi daha sonra ditiyokarbamat tuzları ile kuru asetonu kaynatılarak % 60-70 verimle 2-(N,N-dialkil aminoditiyokarbamat asetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol türevlerine dönüştürüldü. Bu dönüşüm sırasında amit klorür bileşiğinin IR spektrumundaki 781 cm^{-1} 'deki C-Cl gerilme titreşim bandının kaybolmuş olması ve $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda N-alkil grubu protonlarının görülmesi (4, 5, 6, 19, 23) bileşiklerinin oluştuğunu göstermektedir.



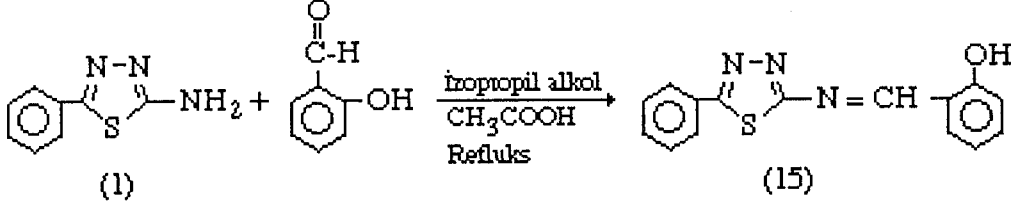
**T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU'NUN
DOKÜMANİSYON MERKEZİ**



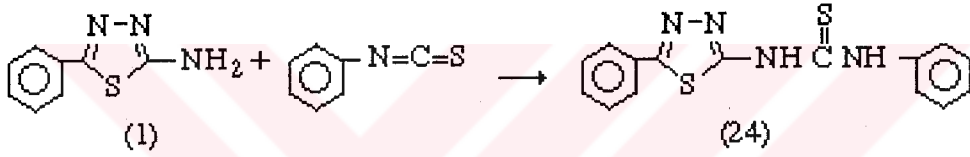
2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1), akrilonitril ile piridin-su karışımında kaynatılarak % 69 verimle 2-(2-siyanoasetilamino)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (3) elde edildi. IR spektrumunda 2247 cm^{-1} 'deki $\text{C}\equiv\text{N}$, 2962 cm^{-1} 'de alifatik C-H gerilme titreşim bandlarının görülmesi ve ^1H -NMR spektrumunda 3.02-2.96 ppm'de $-\text{CH}_2-\text{C}\equiv\text{N}$ protonlarının varlığı (3) bileşiğinin eldesini kanıtıyor.



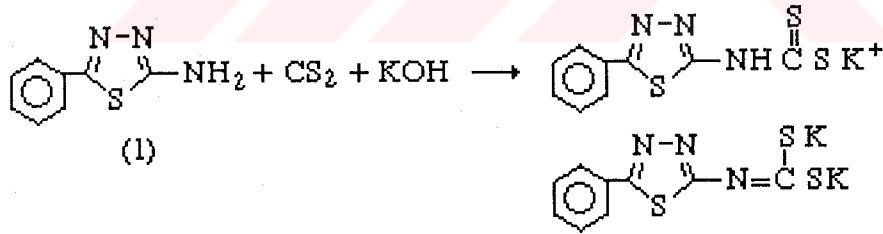
2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (15) salisilaldehitle buzlu asetik asit yanında izopropil alkolde kaynatılarak Schiff bazına dönüştürüldü. IR spektrumunda 3336-3284 cm^{-1} 'de O-H gerilme titreşim bandı ve $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda 11.38, 11.21 ppm'de O-H protonu ve 9.27 ppm'de =CH protonlarının görülmesi (15) bileşiğinin varlığını desteklemektedir.



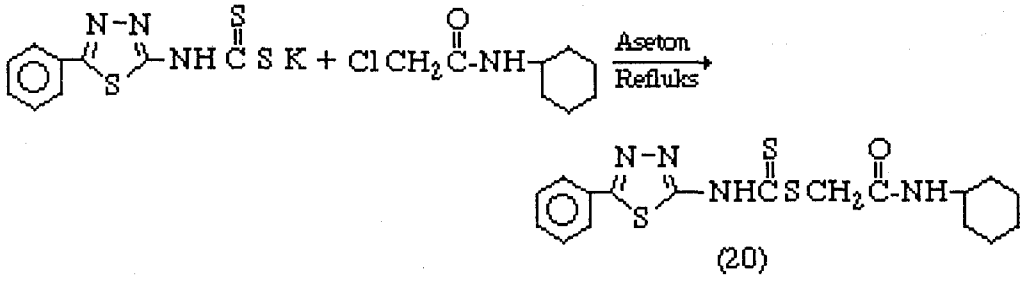
2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1) fenilizotiyosiyanatla alkolde kaynatılarak % 65-70 verimle tiyoüre türevi elde edildi. IR spektrumunda 3319, 3132 cm^{-1} 'de görülen iki ayrı N-H gerilme titreşim bandları (24) bileşiğinin oluştuğunu göstermektedir.



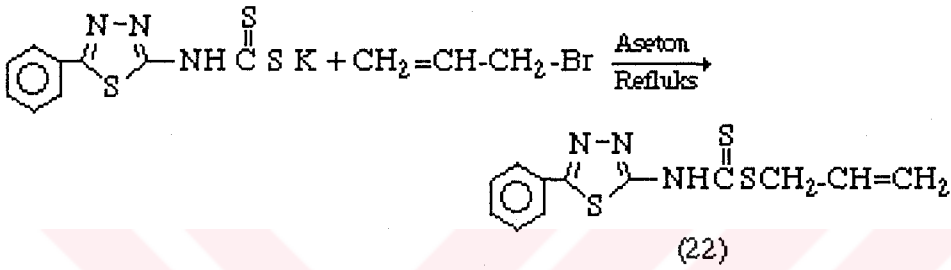
2-amino-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol (1), KOH, CS_2 ile asetonda oda sıcaklığında potasyum ditiyokarbamat tuzuna ve ditiyokarbamid tuzuna dönüştürülür.



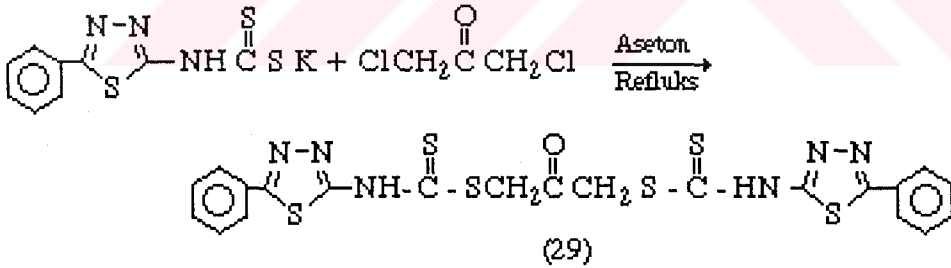
Ditiyokarbamat tuzlarının alkil, aril, allil halojenürlerle etkileştirilmesinden % 60-70 verimle türevleri elde edildi. Ditiyokarbamat tuzu sikloheksilamit klorür ile asetonda etkileştirilmesiyle 2-(N-sikloheksil karbomil metilditiyokarbamat)-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol elde edildi. IR spektrumunda 3293 cm^{-1} 'de N-H, 1653 cm^{-1} 'de C=O gerilme titreşim bandları ve $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda 3.95 ppm'de CH_2 protonu ve 1.70-1.15 ppm'de sikloheksan halkasının CH_2 protonları (20) bileşiğinin yapısını desteklemektedir.



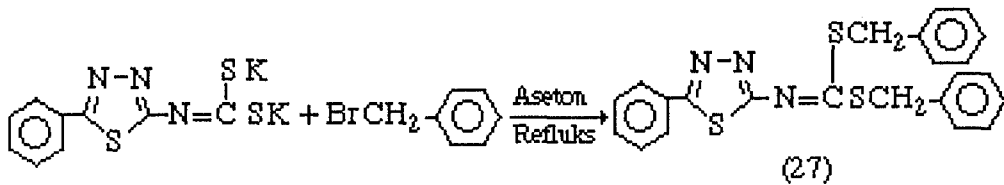
Ditiyokarbamat tuzu alil bromür ile etkileştirilerek 2-allil ditiyokarbamat-5-fenil-1,3,4-tiyadiazole dönüştürüldü. IR spektrumunda 2918 cm^{-1} 'de alifatik C-H gerilme titreşimi ve $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda $6.01\text{-}5.87 \text{ ppm}$ 'de =CH protonu ve $3.95\text{-}3.91 \text{ ppm}$ CH_2 protonunun bulunması (22) bileşiğini desteklemektedir.



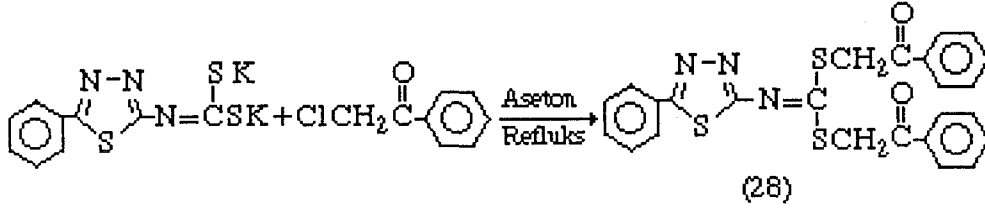
Ditiyokarbamat tuzu diklor asetonla etkileşmesinden 1,3-di(2-ditiyokarbamat-5-fenil-1,3,4-tiyadiazol) propan-2-on elde edildi. IR spektrumunda 1712 cm^{-1} 'de C = O gerilme titreşimi, $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda 3.85 ppm 'de CH_2 protonları yapıyı desteklemektedir.



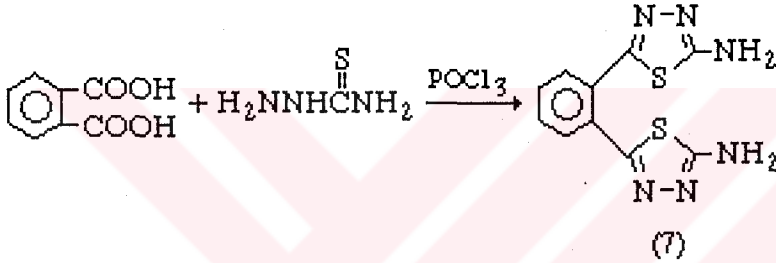
$^1\text{H-NMR}$ spektrumunda 4.60 ppm ve 4.45 ppm 'de görülen CH_2 protonları (27) bileşiğin yapısını desteklemektedir.



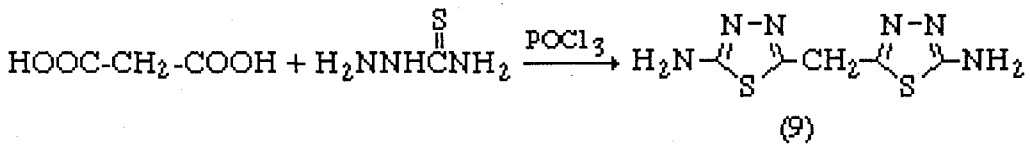
IR spektrumunda 1683 cm^{-1} 'de C=O gerilme titreşim bandı ve $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda 5.19 ppm ve 4.52 ppm 'de görülen $-\text{CH}_2-$ protonlarının varlığı (28) bileşiğinin yapısını destekliyor



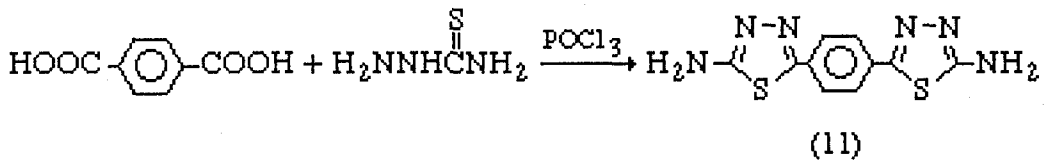
İlk kez dikarboksilli asitler (oksalik, ftalik, tereftalik, malonik) tiyosemikarbazitle POCl_3 yanında reaksiyona sokularak di(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil)'ler sentezlendi. IR spektrumunda 3323 cm^{-1} 'de N-H, 1610 cm^{-1} 'de C=N gerilme titreşim bandları ve 1508 cm^{-1} 'de N-H eğilme titreşim bandı (7) yapısını destekliyor.



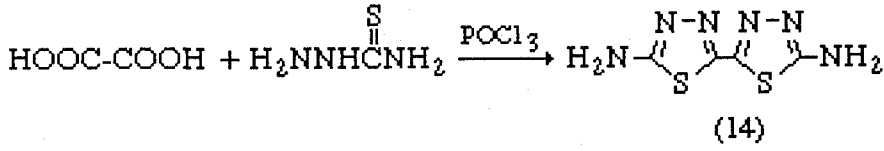
IR spektrumunda $3370, 3264\text{ cm}^{-1}$ 'de N-H ve 2941 cm^{-1} 'de alifatik C-H, 1636 cm^{-1} 'de C=N gerilme titreşim bandları ve 1516 cm^{-1} 'de N-H eğilme titreşim bandı, $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda 4.42 ppm 'de CH_2 protonları (9) yapısını destekliyor.



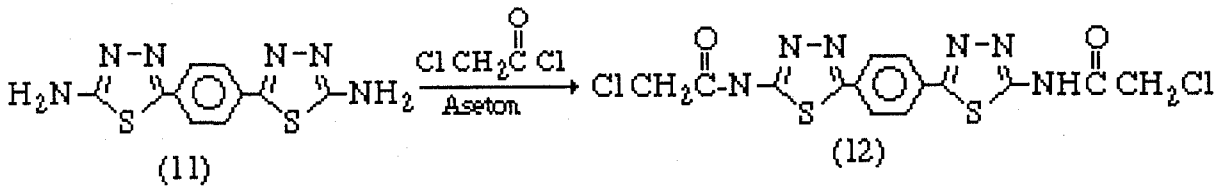
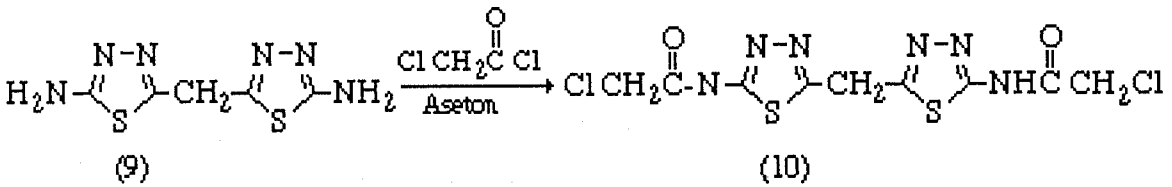
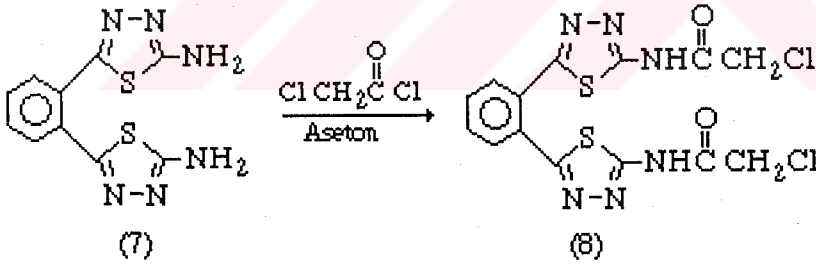
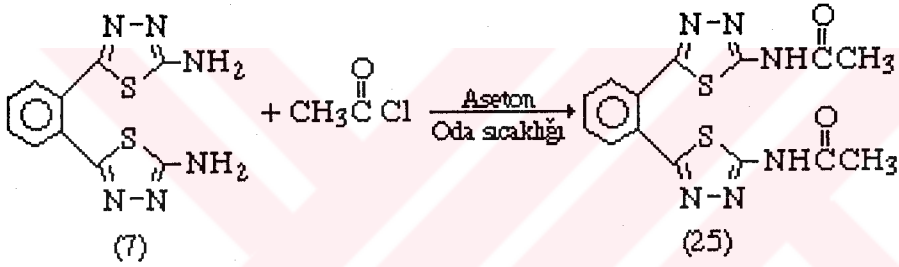
IR spektrumunda 3266 cm^{-1} 'de N-H, 1629 cm^{-1} 'de C=N gerilme titreşim bandları ve 1510 cm^{-1} 'de N-H eğilme titreşim bandı, $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda 7.55 ppm 'de NH_2 protonları (11) yapısını destekliyor.

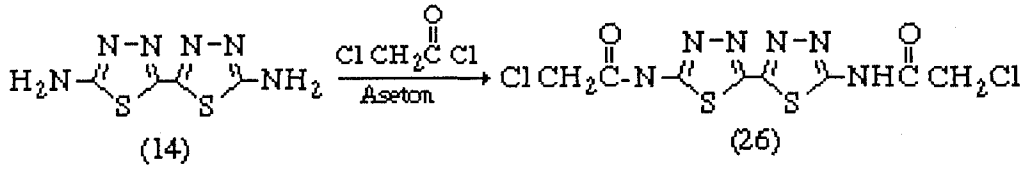


IR spektrumunda 3336, 3284 cm^{-1} 'de N-H, 1633 cm^{-1} 'de C=N gerilme titreşim bandları ve 1513 cm^{-1} 'de N-H eğilme titreşim bandı, $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda 7.70 ppm'de NH_2 protonları (14) yapısını destekliyor.

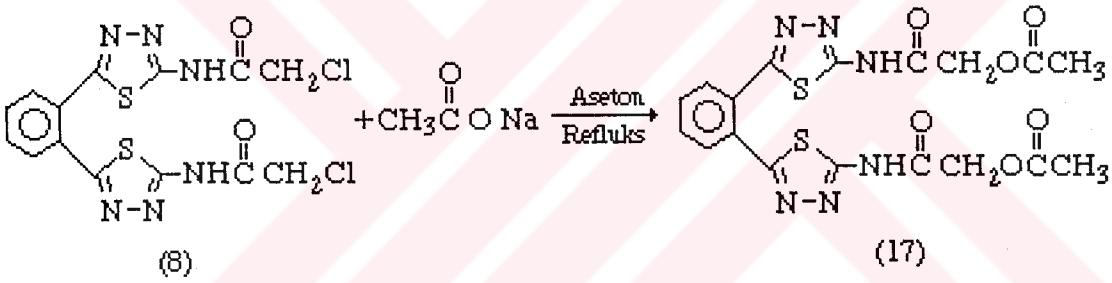
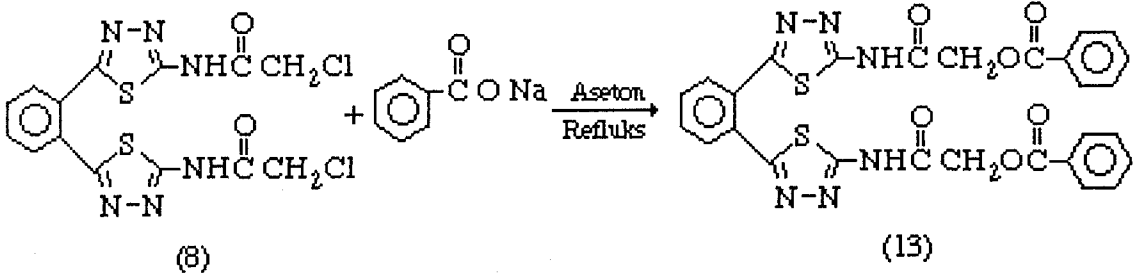


Sentezlenen 1,1-, 1,2- ve 1,4-bis(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil) (arilen) alkilenler asit klorürlerle etkileştirilerek amit türevleri elde edildi. IR spektrumunda 781 cm^{-1} 'de C-Cl titreşim bandının kaybolması ve 1720 cm^{-1} civarında C=O titreşim bandlarının görülmesi ve $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda $-\text{CH}_3$, $-\text{CH}_2-$ protonlarının görülmesi amit, amitklorür türevlerinin oluştuğunu gösteriyor

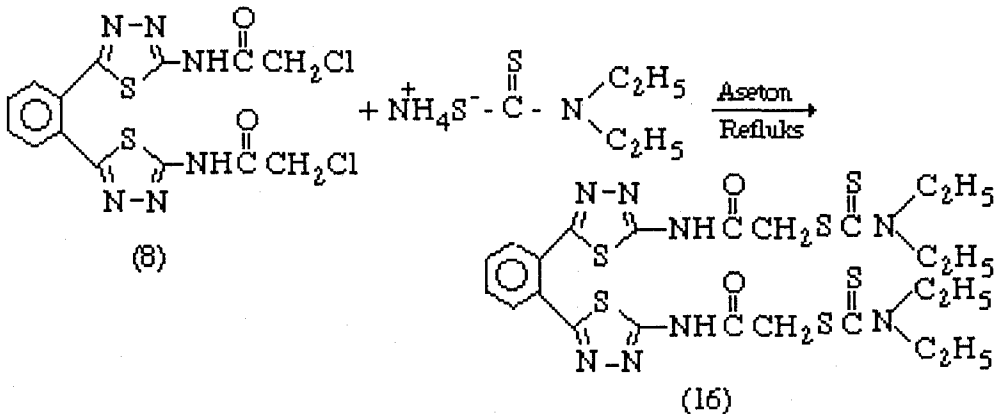


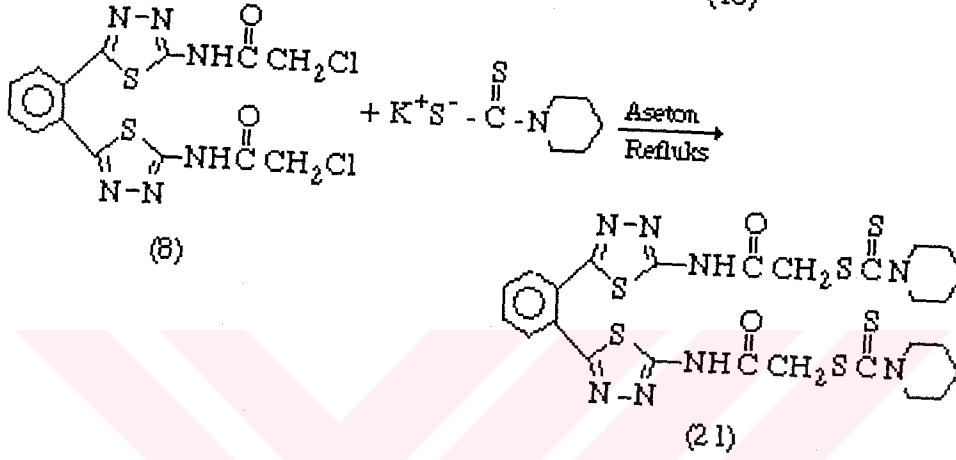
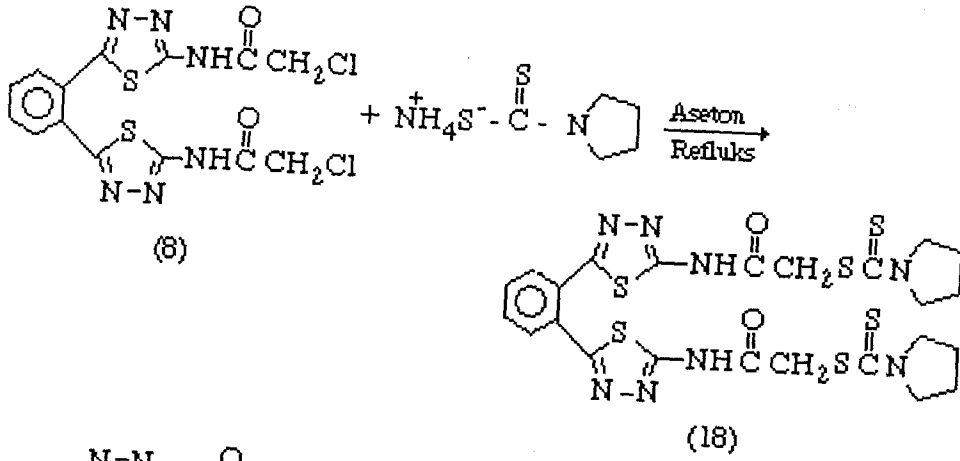


Bis(2-amino-1,3,4-tiyadiazolil)'ler sodyum asetat ve sodyum benzoatla asetonu kaynatılarak % 50-55 verimle türevlerine dönüştürüldü. IR spektrumunda 781 cm^{-1} 'de C-Cl titreşim bandının kaybolması ve $1720, 1750\text{ cm}^{-1}$ civarında iki C=O titreşim bandlarının görülmesi (13 ve 17) bileşiklerinin elde edildiğini destekliyor



1,2-di(2-klorasetamido-1,3,4-tiyadiazolil) benzen (8) ditiyokarbamat tuzları ile kuru asetonu kaynatılarak % 50-55 verimle türevlerine dönüştürüldü. IR spektrumunda 781 cm^{-1} 'de C-Cl titreşim bandının ve $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda N-alkil protonlarının görülmesi (16., 18, 21) bileşiklerinin oluştuğunu gösteriyor





$^1\text{H-NMR}$ spektrumunda NH ve NH_2 protonlarının yerleri deęişken olması ve DMSO'da bulunan su ile aminlerin etkileşmesi sebebiyle yerleri tam olarak görülememiştir. $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda DMSO sinyali 2.5 ppm ve DMSO+ H_2O sinyali 3.5 ppm civarında görülmektedir.

Sentezlenen bu bileşiklerin erime noktaları, elementel analiz, IR ve $^1\text{H-NMR}$ analizleri yapıldı.

6. KAYNAKLAR

- [1] Shawali, A.S. and Parkanyi, C., 1980, *J. Heterocyclic Chemistry*, 17, 833-856.
- [2] Rangnekar, D.W., Kanettar, V.R., Shankarling, G.S. and Malanker, J.V., 1999, *J. Het. Chem.*, 36, 95.
- [3] Dutta, B.C., Das, K.K. and Goswami, B.N., 1999, *J. Chem. Research (S)*, 36-37.
- [4] Wasfy, A.A.F., Nassar, S.A. and Eissa, A.M.F., 1996, *Indian Journal of Chem*, 35B, 1218-1220.
- [5] Rollas, S., Karakuş, Ş., Durgun, B.B., Kiraz, M. and Erdeniz, H., 1996, *IL Farmaco*, 51(12), 811-814.
- [6] Vashi, B.S., Mehta, D.S. and Shah, Y.H., 1996, *Indian J. of Chemistry*, 35B, 111-115.
- [7] Mazzone, G., Pignatello, R., Mozzone, S., Panico, A., Pennisi, G., Castana, R. and Mazzone, P., 1993, *IL Farmaco*, 48 (9), 1207-1224.
- [8] Shafee, A., Naimi, E., Mansobi, P., Foroumadi, A. and Shekari, M., 1995, *J. Het. Chem.*, 32, 1235-1239.
- [9] Nath, M., Goyal, S., Eng, G. and Whalen, D., 1996, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, 69, 605-612.
- [10] Habib, N.S., Soliman, R., Ashour, F.A. and El-Taiebi, W., 1997, *Pharmazie*, 52, (11), 844-847.
- [11] Chaturvedi, B., Tiwari, N. and Nizameddin, 1989, *Indian Journal of Chemistry*, 28B, 358-367.
- [12] Parra, M., Villouta, Sh., Vera, Y., Belmar, J., Zuniga, C. and Zunza, H., 1997, *Verlag der Zeitschrift Für Naturforschung*, 52B, 1533-1538.
- [13] Joshi, K.C., Pathak, V.N. and Sharma, S., 1986, *J. Het. Chem.*, 23, 775-779.
- [14] Zuhair, M.E., Al-Temam, A.A., Hussein, F.A., Salman, S.R., Al-Dujaili, D. and Rocha, V.F., 1992, *Eur. J. Med. Chem.*, 27, 93-99.
- [15] Molina, P., Tarraga, a. and Espinoca, A., 1989, *Synthesis*, 923-929.
- [16] Dimri, M. and Parmar, S.S., 1978, *J. Het. Chem.*, 15, 335-336.
- [17] Ahluwalia, V.K., Arora, K.K. and Gurvinder, K., 1986, *Synt. React. Inorg. Met.-Org. Chem.*, 16(1), 127-136.
- [18] Desai, N.C., 1993, *Indian J. of Chemistry*, 32B, 343-346.
- [19] Melendez, E., Merchan, F.L., Merino, P., Ortuna, J. and Urchegui, R., 1991, *J. Het. Chem.*, 28, 653.
- [20] Sewenson, D.H., El-Bayoumy, K., Shuie, G.H., Hecht, S.S., Fiala, E., Kadlubar, F.F. and Freeman, J.P., 1993, *Chem. Res. Toxicol.* 6 (4), 480-485.
- [21] Antolini, L., Cornia, A., Fabretti, A.C. and Malavasi, W., 1993, *Journal of Crystallographic and Spectroscopic Research*, 23 (12), 967-971.
- [22] Abdel-Rahman, R.M., 2001, *Pharmazie*, 56 (4), 275-286.

- [23] Ertan, M., Ayyıldız, H.G. and Yulug, N., 1991, *Arzneim.-Forsch / Drug Res.*, 41(II), 11, 1182-1185.
- [24] Doğan, H.N., Rollas, S. and Erdeniz, H., 1998, *IL Farmaco*, 53, 462-467.
- [25] Merlic, C.A., Baur, A., Tantillo, D.J. and Brown, S.E., 1999, *Synthetic Communications*, 29(17), 2953-2958.
- [26] Gadad, A.K., Mahajanshetti, C.S., Nimbalkar, S. and Raichrkar, A., 2000, *Eur. J. Med. Chem.*, 35, 853-857.
- [27] Kritsanida, M., Mouroutsou, A., Marakos, P., Pouli, M., Garoufalios, S.P., Pannecouque, C., Witvrouw, M. and Clerca, E.D., 2002, *IL Farmaco*, 57, 253-257.
- [28] Palaska, E., Şahin, G., Kehcen, P., Durlu, N.T. and Altnok, G., 2002, *IL Farmaco*, 57, 101-107.
- [29] Toyooka, K., Takeuchi, Y., Taira, Z. and Kubota, S., 1989, *Heterocycles*, 29 (7), 1233-1236.
- [30] Mohan, J., Singh, V., Kumor, V., Kataria, S., 1994, *J. Chem. Research (S)*, 38-39.
- [31] Malik, A.K. and Faubel, W., 1999, *Pesticide Science*, 55, 965-970.
- [32] Foroumadi, A., Mirzaei, M. and Shafiee, A., 2001, *IL Farmaco*, 56, 621-623.
- [33] Al-Muaikel, N.S. and El-Emary T.I., 2003, *European Polymer Journal*, 39, 211-218.
- [34] Kidwai, W., Bhushan, K.R. and kumar, P., 1999, *Monatshefte Für Chemie*, 130, 585-588.
- [35] Karakuş, S. and Rollas, S., 2002, *IL Farmaco*, 57, 577-581.
- [36] Chufan, E.E., Pedregosa, J.C., Baldini, O.N. and Bruno-Blanch, L., 1999, *IL Farmaco*, 54, 838-841.
- [37] Doğan, H.N., Duran, A., Rollas, S., Şener, G., Uysal, M.K. and Gülen, D., 2002, *Biorganic & Medicinal Chemistry*, 10, 2893-2898.
- [38] Foroumadi, A., Asadigour, A., Mirzaei, M., Karimi, J. and Emami, S., 2002, *IL Farmaco*, 57, 765-769.
- [39] Gao, Y., Zhang, Z. and Xue, K., 1999, *Materials Research Bulletin*, 34 (12/13), 1867-1874.
- [40] Bülbül, M., Saraçoğlu, N., Küfrevioğlu, Ö.İ. and Çiftçi, M., 2002, *Biorganic & Medicinal Chemistry*, 10, 2561-2567.
- [41] Farag, A.M., Dawood, K.M. and Kandeel, Z.E., 1997, *Tetrahedron*, 53 (1), 161-166.
- [42] Scozzafava, A. and Suguran, C.T., 2002, *Biorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 12, 2667-2672.
- [43] Mohsen, A., Omar, M.E. and Aboulwafa, O.M., 1986, *J. Het. Chem.*, 23, 1339-1341.
- [44] Tomita, Y., Kabashima, S., Okawara, T., Yamasaki, T. and Furukawa, M., 1990, *J. Het. Chem.*, 27, 707-709.
- [45] Ertan, M., Tayhan, A.B. and Yulug, N., 1990, *Arch. Pharm.*, 323, 605-609.
- [46] El-Subbagh, H.I. and Al-Obaid, A.M., 1996, *Eur. J. Med. Chem.* 31, 1017-1021.

- [47] Hameurlaine, A., Abramov, M.A. and Dehaen, W., 2002, Tetrahedron Letters, 43, 1015-1017.
- [48] Katritzky, A. and Tarr, R.D., 1987, J. of Polymer Science, 25, 3205-3214.
- [49] Andreani, A. and Rambaldi, M., 1989, J. Het. Chem., 26, 525-527.
- [50] Kurasawa, Y., Suzuki, K. and Nakamuna, S., 1984, Heterocycles, 21 (4), 695-699.
- [51] Abignente, E., Caprariis, P. de, Martino, G. de, and Patscot, R., 1987, J. Het. Chem., 24, 155-158.
- [52] Woodhouse, T., Yuan, H.L., Cho, N.S. and Jaw, J.J., 1989, Het. Chem., 26, 1331-1335.
- [53] Saito, T., Saheki, Hatanaka, M. and Isimaru, T., 1983, J. Het. Chem., 20, 73-78.
- [54] Santagati, A., Santagati, M. and Russo, F., 1988, J. Het. Chem., 25, 949-952.

**Y.C. YÖREKÖCÜRETTİM KURUMU
DOKÜMANASYON MERKEZİ**

