

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ORTAÖĞRETİM FEN VE MATEMATİK ALANLARI EĞİTİMİ ANABİLİM DALI

BAZI 3-ALKİL(ARIL)-4-(3,4-DİHİDROKSİBENZİLİDENAMİNO)-4,5-DİHİDRO-1H-
1,2,4-TRİAZOL-5-ON BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ

T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ

Canan (KÖKSAL) SUN

109852

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde
Yüksek Lisans (Kimya Eğitimi)
Ünvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 01.06.2001

Tezin Sözlü Savunma Tarihi : 24.07.2001

Tez Danışmanı

: Yrd. Doç. Dr. Şule BAHÇECİ

Jüri Üyesi

: Doç. Dr. Alipaşa AYAS

Jüri Üyesi

: Prof. Dr. Nurettin YAYLI

Enstitü Müdürü

: Prof Dr. Asım KADIOĞLU

Temmuz- 2001

TRABZON

ÖNSÖZ

Bu yüksek lisans tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Ortaöğretim Fen ve Matematik Alanları Eğitimi Anabilim Dalı Yüksek Lisans Programında yapılmıştır.

Çalışmada, öncelikle nitrillerden başlanarak literatürde kayıtlı yöntemlerin uygulanması ile 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşikleri elde edilmiş ve daha sonra bu bileşiklerin 3,4-dihidroksi benzaldehid ile reaksiyonundan ele geçen 3-alkil(aril)-4-(3',4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinden bazılarının asetik anhidrid ile açillendirme ve bazik ortamda dimetil sulfat ile metillendirme reaksiyonları incelenmiştir. Yeni bileşiklerin yapıları mikroanaliz, IR, NMR ve UV spektroskopik yöntemleri kullanılarak aydınlatılmıştır.

Tez çalışmam süresince her zaman yakın ilgi ve desteğini gördüğüm tez danışmanım değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Şule BAHÇECİ'ye şükran ve teşekkürlerimsunarım. Yine tezimi planlayan ve Kafkas Üniversitesine atanıncaya kadar danışmanlığımı yürüten değerli bilgi ve tecrübelerinden faydalandığım hocam, Kafkas Üniversitesi Eğitim Fakültesi Kurucu Dekan Vekili Prof. Dr. Haydar YÜKSEK'e saygı ve teşekkürlerimi sunmayı bir borç bilirim.

Tez çalışmalarımın her aşamasında yardımlarını esirgemeyen Dr. Muzaffer ALKAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Trabzon, Ağustos 2001

Canan KÖKSAL

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ.....	II
İÇİNDEKİLER.....	III
ÖZET.....	V
SUMMARY.....	VI
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VII
TABLolar DİZİNİ.....	IX
SEMBOLLER DİZİNİ.....	X
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1. 1. Giriş.....	1
2. YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	25
2. 1. Etil imidoasetat hidroklorür (5a).....	26
2. 2. Etil imidofenilasetat hidroklorür (5b).....	26
2. 3. Etil imido-p-metilfenilasetat hidroklorür (5c).....	27
2. 4. Etil imido-p-klorofenilasetat hidroklorür (5d).....	27
2. 5. Etil imidobenzoat hidroklorür (5e).....	28
2. 6. Etil asetat etoksikarbonilhidrazon (21a).....	28
2. 7. Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21b).....	29
2. 8. Etil imido-p-metilfenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21c).....	29
2. 9. Etil p-klorofenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21d).....	30
2. 10. Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (21e).....	30
2. 11. 3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1a).....	31
2. 12. 3-Benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1b).....	31
2. 13. 3-p-Metilbenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1c).....	32
2. 14. 3-p-Klorobenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1d).....	32
2. 15. 3-Fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1e).....	33
2. 16. 3-Metil-4-(3',4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (65).....	33

2. 17.	3-Benzil-4-(3',4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (66)	34
2. 18.	3-p-Metilbenzil-4-(3',4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (67)	34
2. 19.	3-p-Klorobenzil-4-(3',4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (68)	35
2. 20.	3-Fenil-4-(3',4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (69)	35
2. 21.	1-Asetil-3-metil-4-(3',4'-diasetiloksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (71)	36
2. 22.	1-Asetil-3-benzil-4-(3',4'-diasetiloksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (72)	36
2. 23.	1-Asetil-3-p-klorobenzil-4-(3',4'-diasetiloksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (73)	37
2. 24.	1,3-Dimetil-4-(3',4'-dimetoksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (75)	37
2. 25.	1,3-Dimetil-4-(3',4'-dimetoksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (76)	38
3.	BULGULAR.....	39
4.	TARTIŞMA.....	45
5.	SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	47
6.	KAYNAKLAR.....	48
7.	EKLER.....	54
	ÖZGEÇMİŞ.....	89

ÖZET

Bu çalışmada bazı 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinin 3,4-dihidroksibenzaldehid ile reaksiyonları incelenmiş ve 5 adet yeni 3-alkil(aril)-4-(3',4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşikleri elde edilmiştir. Ayrıca bu yeni bileşiklerin asetik anhidrid ile açillendirme ve bazik ortamda dimetil sülfat ile metillendirme reaksiyonları incelenmiştir.

Çalışmada sentezlenen 10 yeni bileşiğin yapı aydınlatmaları için mikroanaliz, IR ^1H NMR, ^{13}C NMR ve UV spektroskopisi yöntemleri kullanılmıştır.

Anahtar Kelimeler: 3-Alkil(aril)-4-(3',4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1-H-1,2,4-triazol-5-on, 3,4-dihidroksi benzaldehid, asetik anhidrid, dimetil sülfat

SUMMARY

Synthesis and Investigation of Some 3-Alkyl(aryl)-4-(3',4'-dihydroxybenzylidenamino)-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one Compounds.

In this study, the reaction of some 3-Alkyl(aryl)-4-amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one compounds were investigated with 3,4-dihydroxybenzaldehyde and five new 3-alkyl(aryl)-4-(3',4'-dihydroxybenzylidenamino)-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one compounds were obtained. Furthermore acylation reaction with acetic anhydride and in basic media methylation with dimethyl sulphate of these new compounds investigated.

For detection of 10 new compounds structure, microanalysis, IR, ^1H NMR, ^{13}C NMR and UV spectroscopic methods were used.

Keywords: 3-Alkyl(aryl)-4-(3',4'-dihydroxybenzylidenamino)-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one, 3,4-dihydroxy benzaldehyde, acetic anhydride, dimethyl sulphate.

ŞEKİLLER DİZİNİ

		<u>Sayfa No:</u>
Ek Şekil 1.	65 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	55
Ek Şekil 2.	65 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	56
Ek Şekil 3.	65 Bileşiğinin ¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	57
Ek Şekil 4.	66 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	58
Ek Şekil 5.	66 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	59
Ek Şekil 6.	66 Bileşiğinin ¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	60
Ek Şekil 7.	67 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	61
Ek Şekil 8.	67 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	62
Ek Şekil 9.	67 Bileşiğinin ¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	63
Ek Şekil 10.	68 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	64
Ek Şekil 11.	68 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	65
Ek Şekil 12.	68 Bileşiğinin ¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	66
Ek Şekil 13.	69 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	67
Ek Şekil 14.	69 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	68
Ek Şekil 15.	69 Bileşiğinin ¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	69
Ek Şekil 16.	71 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	70
Ek Şekil 17.	71 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	71
Ek Şekil 18.	71 Bileşiğinin ¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	72
Ek Şekil 19.	72 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	73
Ek Şekil 20.	72 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	74
Ek Şekil 21.	72 Bileşiğinin ¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	75
Ek Şekil 22.	73 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	76
Ek Şekil 23.	73 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	77
Ek Şekil 24.	73 Bileşiğinin ¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	78
Ek Şekil 25.	75 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	79
Ek Şekil 26.	75 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	80
Ek Şekil 27.	75 Bileşiğinin ¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	81
Ek Şekil 28.	76 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	82

Ek Şekil 29.	76 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	83
Ek Şekil 30.	76 Bileşiğinin ¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu.....	84
Ek Şekil 31.	65 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	85
Ek Şekil 32.	66 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	85
Ek Şekil 33.	67 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	85
Ek Şekil 34.	68 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	85
Ek Şekil 35.	69 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	86
Ek Şekil 36.	71 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	86
Ek Şekil 37.	72 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	86
Ek Şekil 38.	73 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	86
Ek Şekil 39.	75 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	87
Ek Şekil 40.	76 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	87



TABLÖLAR DİZİNİ

	<u>Sayfa No:</u>
Tablo 1. Formüller Tablosu.....	1
Tablo 2. 65 Bileşiminin IR, ¹ H NMR, ¹³ C NMR ve UV Verileri.....	39
Tablo 3. 66 Bileşiminin IR, ¹ H NMR, ¹³ C NMR ve UV Verileri.....	40
Tablo 4. 67 Bileşiminin IR, ¹ H NMR, ¹³ C NMR ve UV Verileri.....	40
Tablo 5. 68 Bileşiminin IR, ¹ H NMR, ¹³ C NMR ve UV Verileri.....	41
Tablo 6. 69 Bileşiminin IR, ¹ H NMR, ¹³ C NMR ve UV Verileri.....	41
Tablo 7. 71 Bileşiminin IR, ¹ H NMR, ¹³ C NMR ve UV Verileri.....	42
Tablo 8. 72 Bileşiminin IR, ¹ H NMR, ¹³ C NMR ve UV Verileri.....	42
Tablo 9. 73 Bileşiminin IR, ¹ H NMR, ¹³ C NMR ve UV Verileri.....	43
Tablo 10. 75 Bileşiminin IR, ¹ H NMR, ¹³ C NMR ve UV Verileri.....	43
Tablo 11. 76 Bileşiminin IR, ¹ H NMR, ¹³ C NMR ve UV Verileri.....	44
Tablo 12. 65 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu.....	88

SEMBOLLER DİZİNİ

A	:	Absorbans
NMR	:	Nükleer Magnetik Rezonans
IR	:	Infrared
UV	:	Ultraviyole
M	:	Molarite



1. GENEL BİLGİLER

1. 1. Giriş

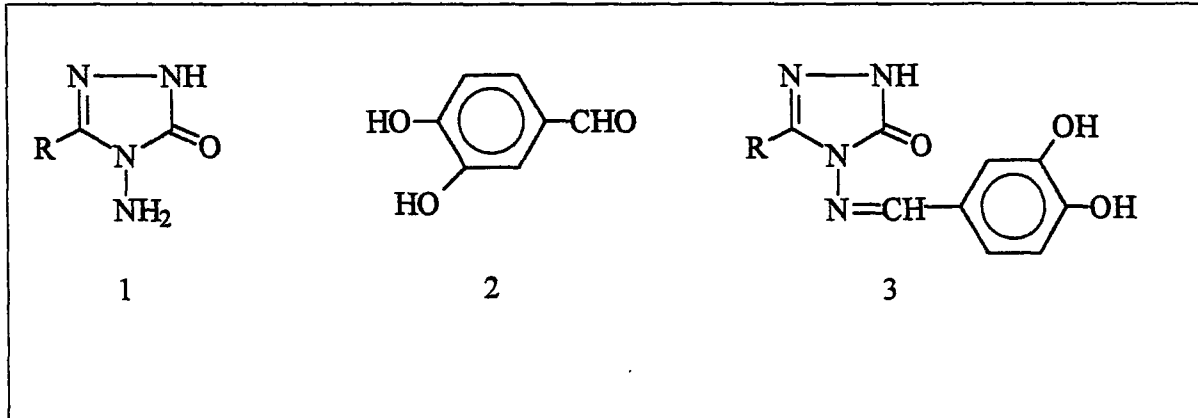
“Bazı 3-alkil(aril)-4-(3',4'-dihidroksibenzildenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiklerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi” başlıklı bu çalışmada öncelikle, çalışma için gerekli olan literatürde kayıtlı 5 adet 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiğinin sentezi gerçekleştirilmiştir.

Bu amaçla literatürde kayıtlı yöntemlerini uygulanması ile öncelikle 5 adet alkil imidat hidroklorür bileşiği elde edilmiş, sonra bu bileşiklerden sentezlenen 5 adet ester etoksikarbonilhidrazon bileşiği hidrazin hidrat ile muamele edilmiştir.

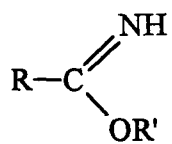
Çalışmanın orijinal bölümünde ise literatürde kayıtlı 5 adet 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiğinin 3,4-dihidroksibenzaldehid ile reaksiyonları incelenerek potansiyel biyolojik aktif bileşikler olan 5 yeni 3-alkil(aril)-4-(benzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiği sentez edilmiştir. Çalışmanın bundan sonraki bölümünde ise bu yeni bileşiklerin bazılarının ayrı ayrı asetik anhidrid ve dimetil sülfat ile reaksiyonları incelenerek 5 adet yeni bileşik daha elde edilmiştir. Böylece toplam 10 yeni bileşiğin sentezi yapılmış ve yapıları spektroskopik yöntemler kullanılarak aydınlatılmıştır.

Çalışma ile ilgili olan ve çalışmada sentezi yapılan yeni bileşiklerin formülleri “Formüller Tablosu” başlığı altında verilmiştir.

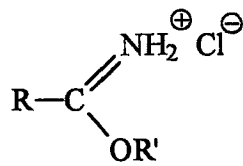
Tablo 1 Formüller Tablosu



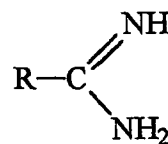
Tablo 1'in devamı



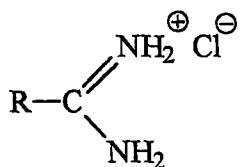
4



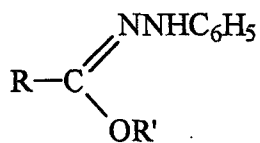
5



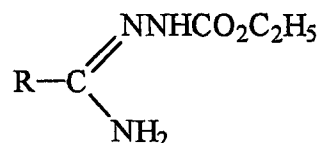
6



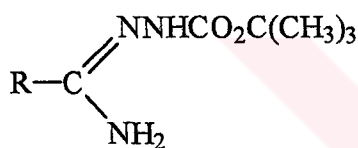
7



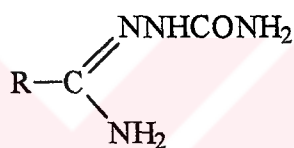
8



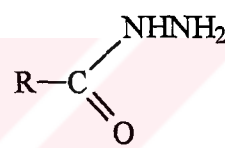
9



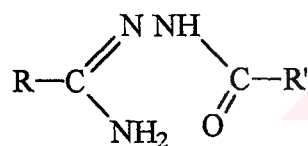
10



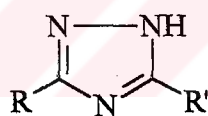
11



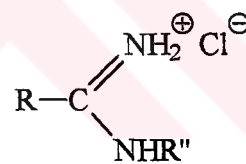
12



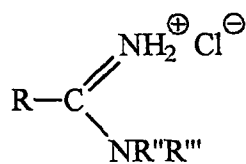
13



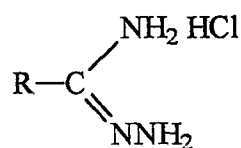
14



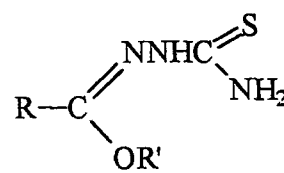
15



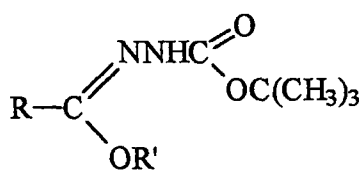
16



17



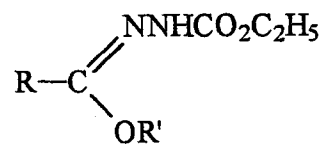
18



19

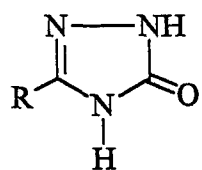


20

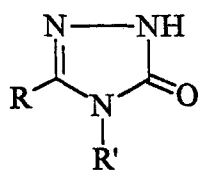


21

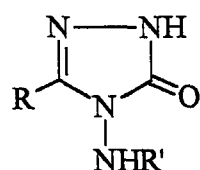
Tablo 1'in devamı



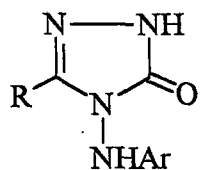
22



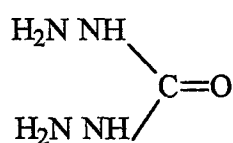
23



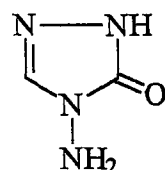
24



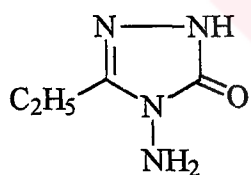
25



26



27



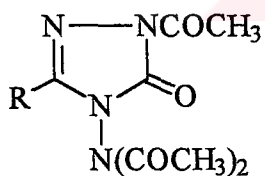
28



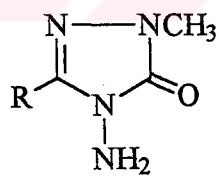
29



30



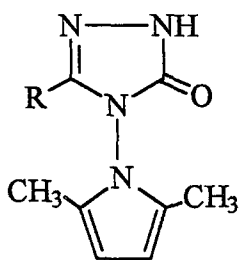
31



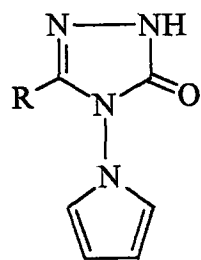
32



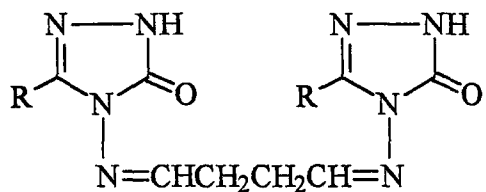
33



34

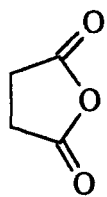


35

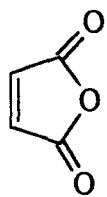


36

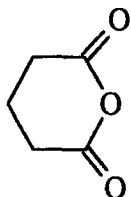
Tablo 1'in devamı



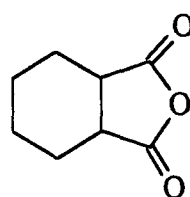
37



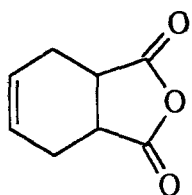
38



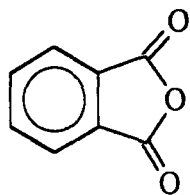
39



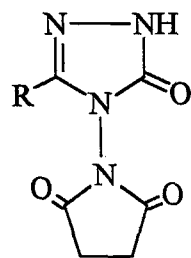
40



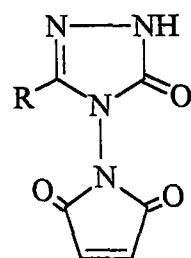
41



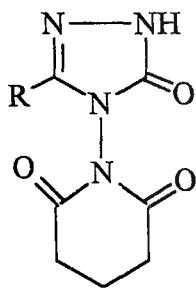
42



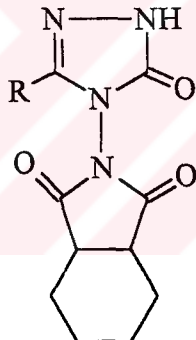
43



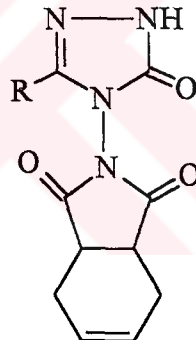
44



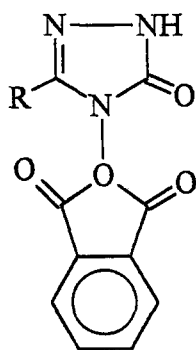
45



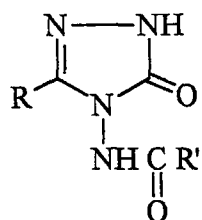
46



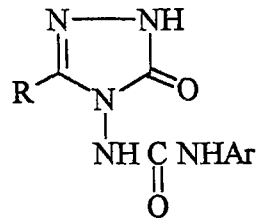
47



48

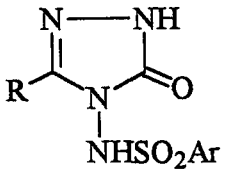


49

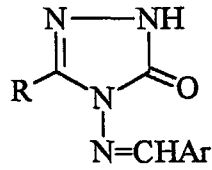


50

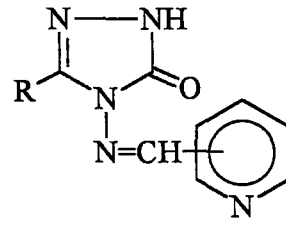
Tablo 1'in devamı



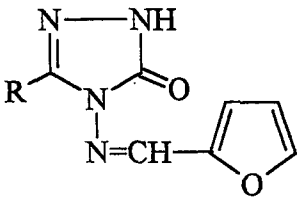
51



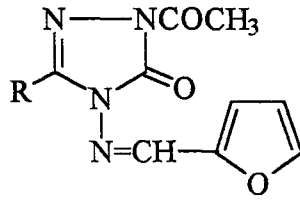
52



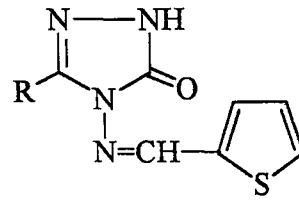
53



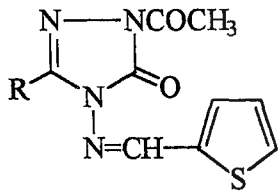
54



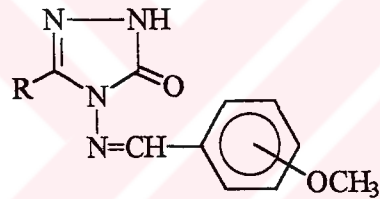
55



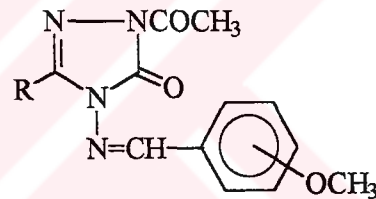
56



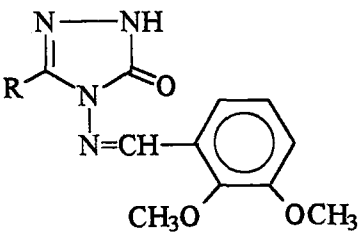
57



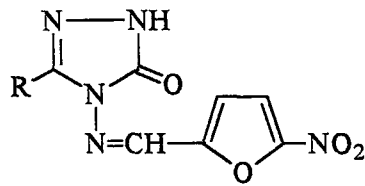
58



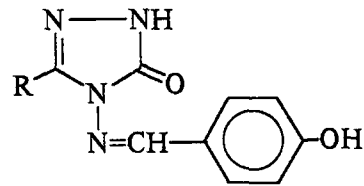
59



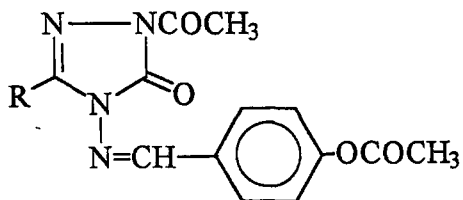
60



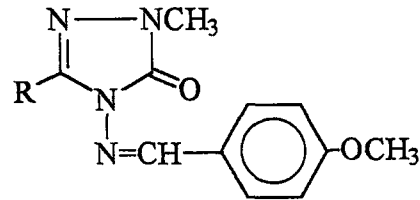
61



62

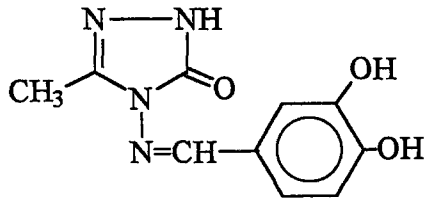


63

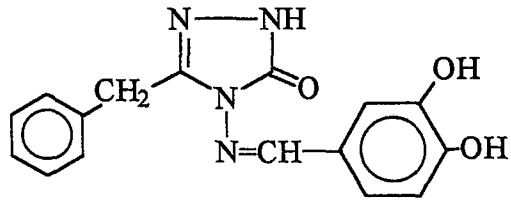


64

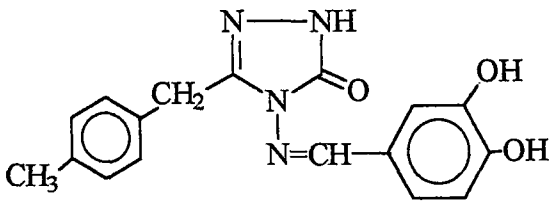
Tablo 1'in devamı



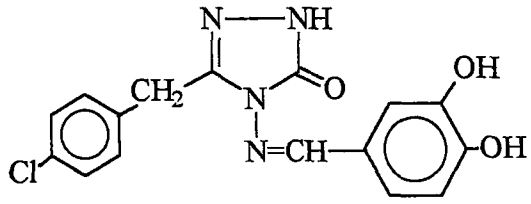
65



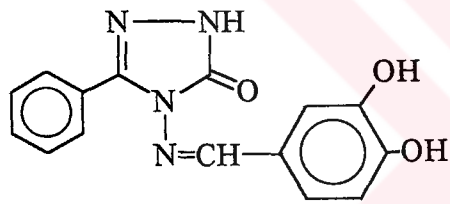
66



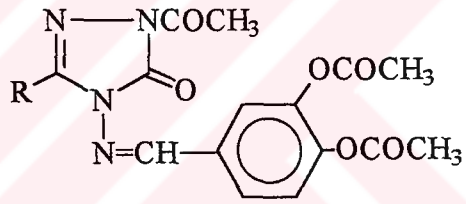
67



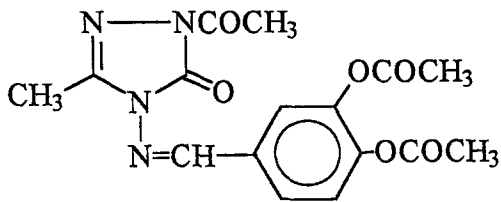
68



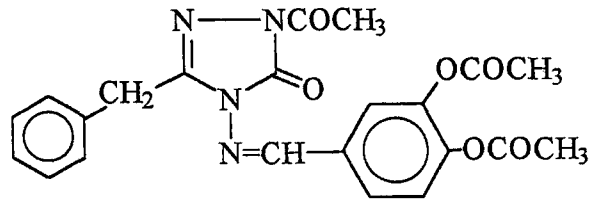
69



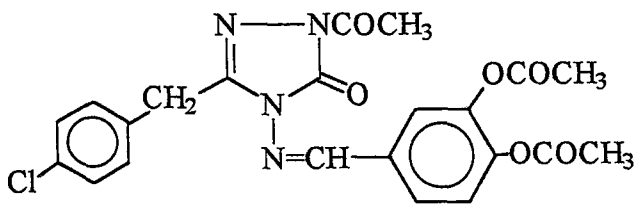
70



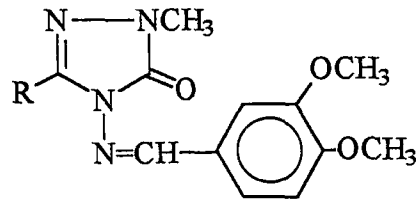
71



72

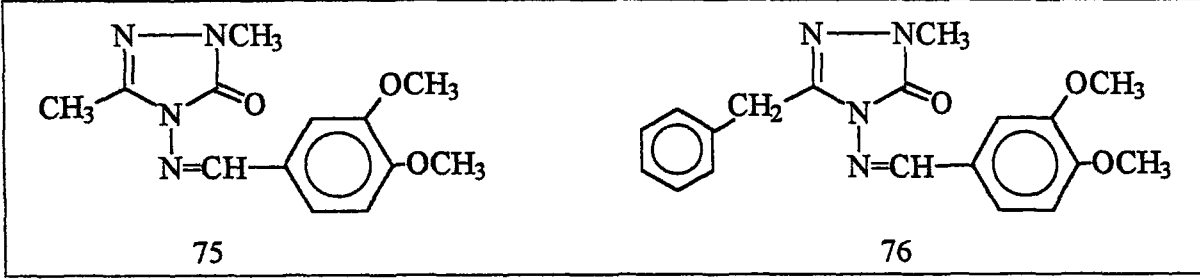


73



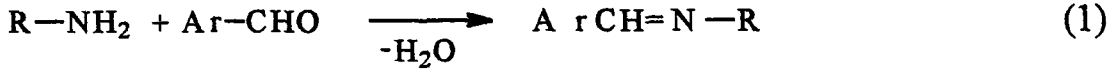
74

Tablo 1'in devamı

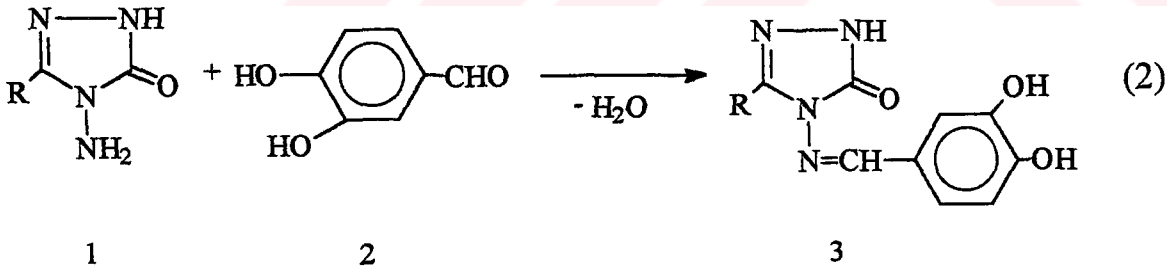


Heterohalkalı birer bileşik olan 1,2,4-triazol ve 4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on türevlerinin biyolojik aktivite gösterdiği yapılan bazı çalışmalarla ortaya konmuştur [1-11].

Heterohalkalı amino bileşiklerinin bazı aromatik veya heteroaromatik aldehydlerle reaksiyonlarından sentezlenen birçok Schiff bazı tipinden arilidenamino bileşiklerinin biyolojik aktiviteye sahip oldukları bildirilmiştir (Denklem 1) [12-15].



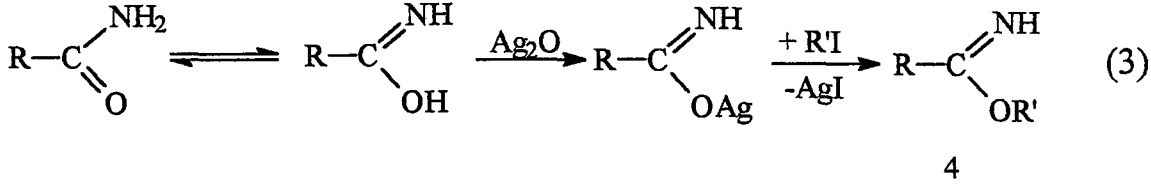
Bu çalışmada, bir 4,5-dihidro-1,2,4-triazol türevi olan 3-alkil(aril)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşiklerinin 3,4-dihidroksibenzaldehid (2) ile reaksiyonları incelenerek potansiyel biyolojik aktif yeni bileşikler olan 3-alkil(aril)-4-(3',4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (3) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 2).



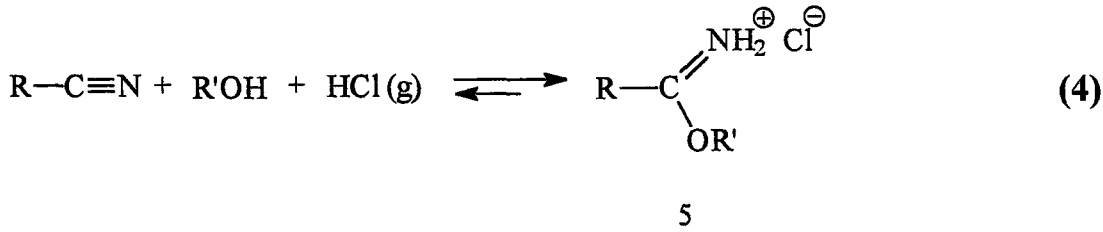
Çalışmada N-arilidenamino bileşiklerinin sentezinde kullanılan 1 tipi bileşiklerin sentezi için çeşitli yöntemler bildirilmiştir. Bunlardan biri çalışmada da kullanılan ve bu bileşiklerin sentezinde en uygun yöntem olan alkil imidat hidroklorürlerden (5) başlanarak geliştirilen yöntemdir.

Alkil imidat (iminoester) (4) ların sentezi için bugüne kadar çeşitli yöntemler geliştirilmiştir. Bunlar arasında amitlerden, ortoesterlerden, karbonil bileşiklerinden, iminoklorürlerden ve bazı doymamış sistemlerden başlayan sentez yöntemleri bilinmekte

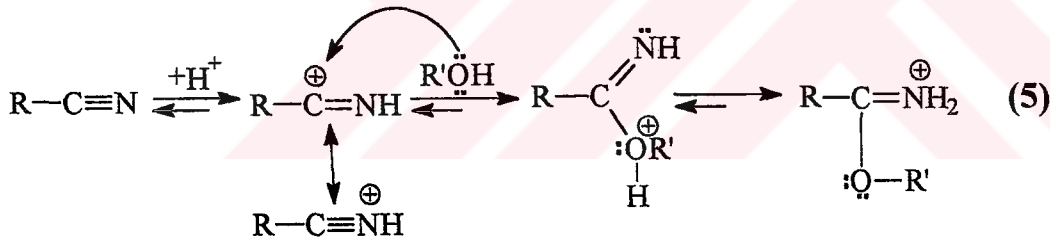
ise de amitlerden başlayan sentez yöntemi dışındakiler oldukça sınırlı kullanım alanına sahiptirler (Denklemler 3) [16].



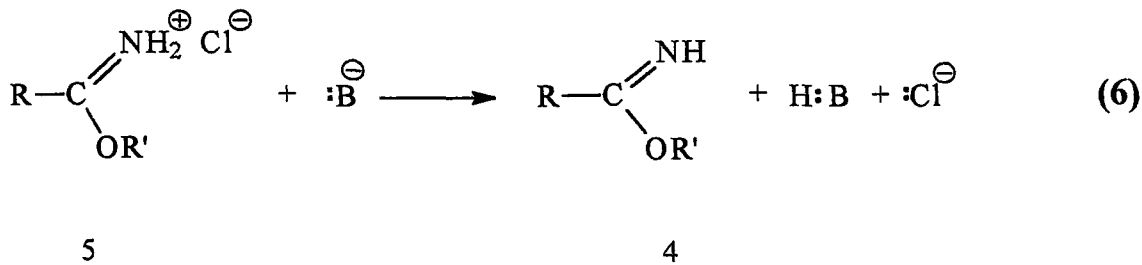
5 Tipinden bileşiklerin sentezinde en çok kullanılan yöntem Pinner Yöntemi [17] olup, çalışmada da bu yöntem kullanılmıştır (Denklemler 4).



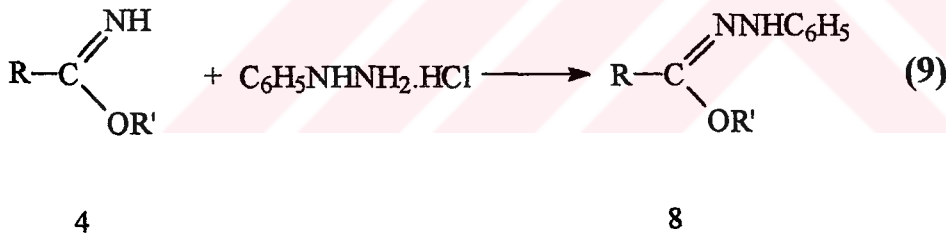
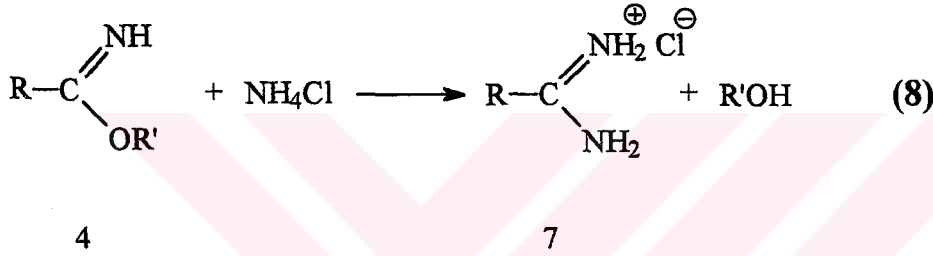
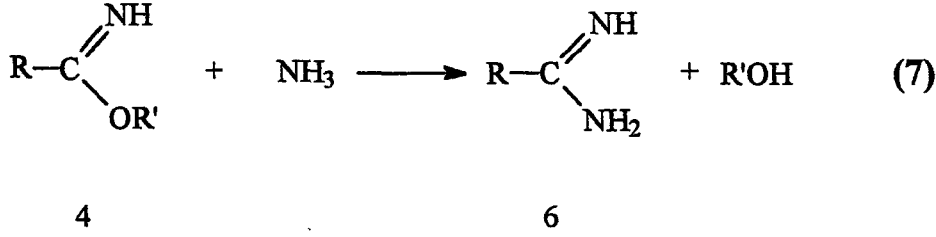
Bu yöntemde bir nitril bir alkol, susuz bir çözücü (genellikle etil eter) içinde HCl gazı ile soğukta reaksiyona sokulmaktadır. Reaksiyon bir alkolün protonlanmış nitrile nükleofilik katılması üzerinden gerçekleşmektedir (Denklemler 5) [18].



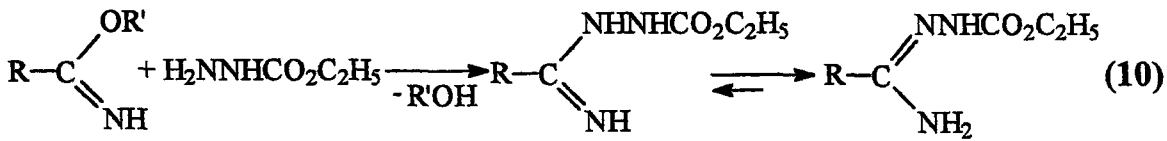
Pinner Yöntemi ile, hidroklorürleri halinde ele geçen 5 tipi alkil amidat hidroklorürleri uygun koşullarda ve NaOH, KOH, sodium etoksit gibi uygun bazlar etkisiyle 4 tipi serbest alkil imidatlar ele geçer (Denklemler 6) [16, 19-23].

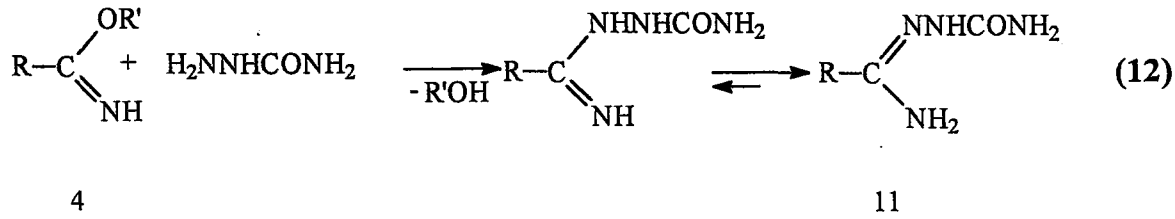
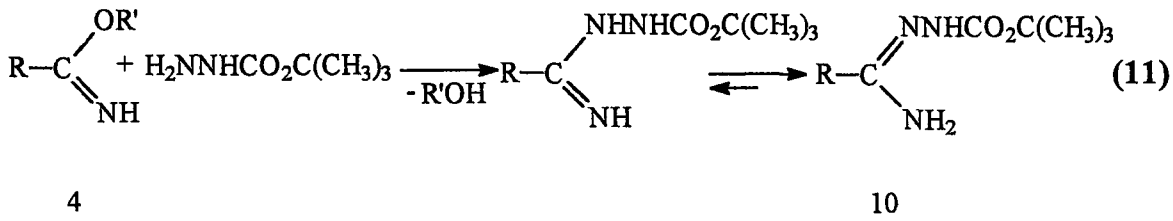


Uygun bir baz etkisiyle hidroklorürlerinden serbest hale geçirilen alkil imidatlar (4) reaksiyonlarında bifonksiyonel bileşikler olarak hareket ederler. Nitekim 4 tipi alkil imidatların NH_3 , NH_4Cl ve fenil hidrazin hidroklorürler ile reaksiyonlarından sırasıyla amidinler (6), amidin hidroklorürler (7) ve ester fenilhidrazonlar (8) in oluştuğu bildirilmiştir (Denklem 7, Denklem 8 ve Denklem 9) [16].

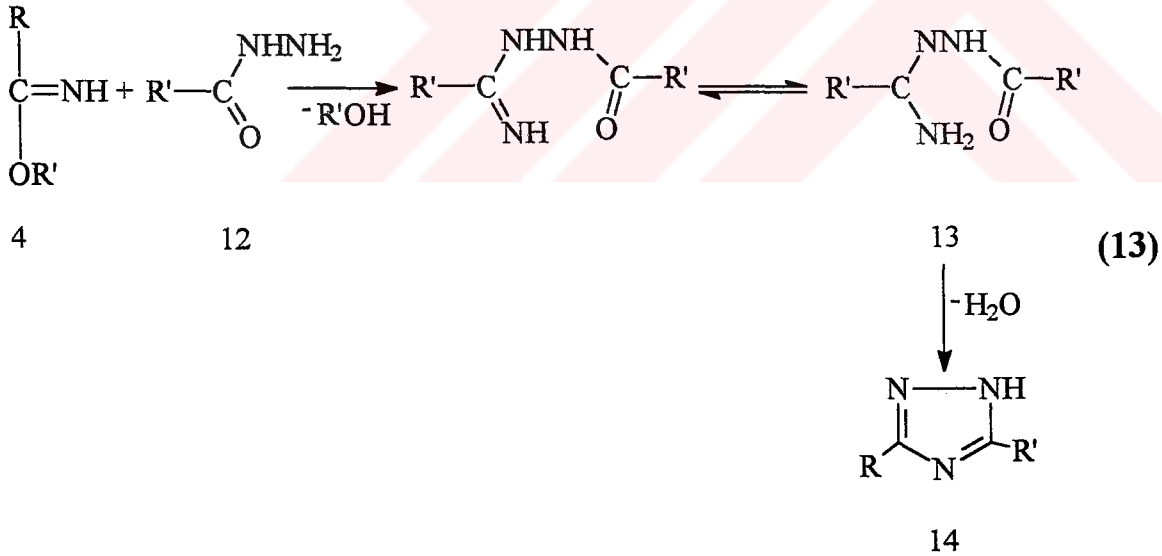


Alkil imidatların (4) etil karbazat, tert-butil karbazat ve semikarbazit ile reaksiyonlarının incelendiği üç ayrı çalışmada karşın olan sırasıyla, amid etoksikarbonilhidrazonlar (9), amid tert-butoksikarbonilhidrazonlar (10) ve amid semikarbazonlar (11) in sentezlendiği bildirilmiştir (Denklem 10, Denklem 11 ve Denklem 13) [19, 20, 22].

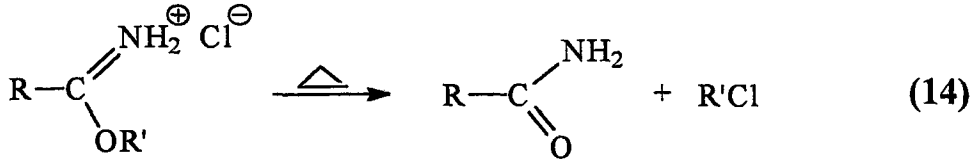




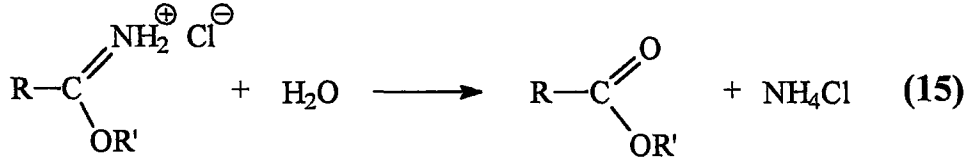
Alkil imidat (4) ların monokarboksilli asid hidrazidleri (12) ile reaksiyonlarının açıl amidrazonlar (13) üzerinden 1,2,4-triazoller (14) verdiği bazı çalışmalarla ortaya konulmuştur (Denklem 13) [24, 25-27].



Alkil imidat hidroklorürler (5) kuru kuruya ısıtıldıklarında bir amid ve bir alkil halojenür, hidrolize uğratıldıklarında ise esterleri verirler (Denklem 14 ve Denklem 15) [16, 17].



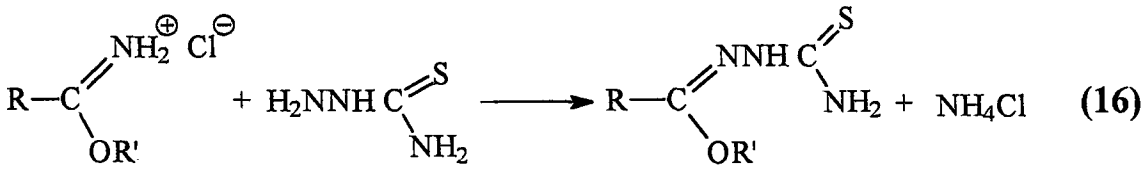
5



5

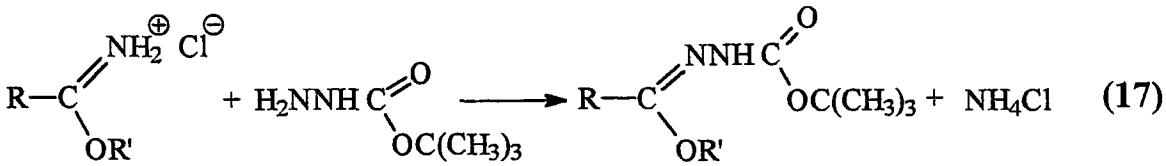
Alkil imidat hidroklorürler (5) lerin amonyak, primer amin, sekonder amin ve hidrazin ile reaksiyonlarından alkol (R'OH) ayrılması sonucu sırasıyla, amidin hidroklorürler (7), N-substitue amidin hidroklorürler (15), N,N'-disubstitue amidin hidroklorürler (16) ve amidrazon hidroklorürler (17) ele geçmiştir [16].

Alkil imidat hidroklorürlerin (5) içerdikleri -OR' grubu korunarak, NH₄Cl ayrılması sonucu verdikleri ilginç iki reaksiyondan birinde tiyosemikarbazit ile estertiyosemikarbazon (18) ların diğerinde ise tert-butil karbazat ile ester tert-butoksikarbonil hidrazonlar (19) ın oluştuğu bildirilmiştir (Denklem 16 ve Denklem 17) [22, 28].



5

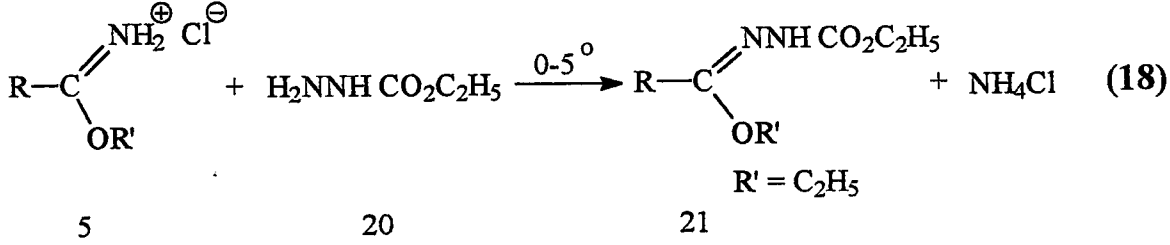
18



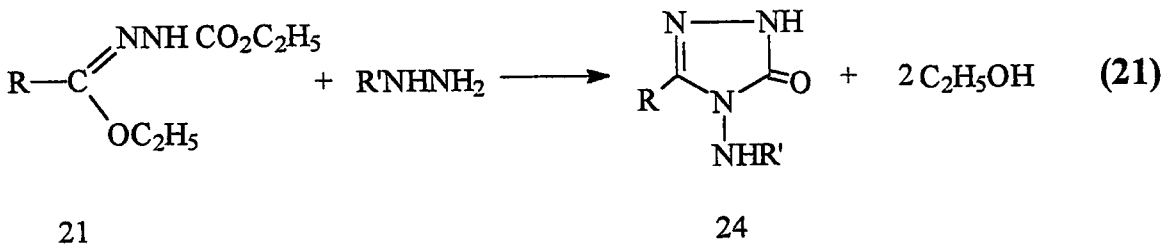
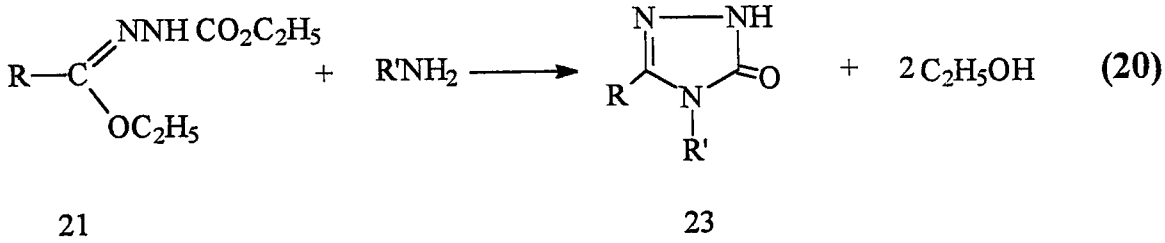
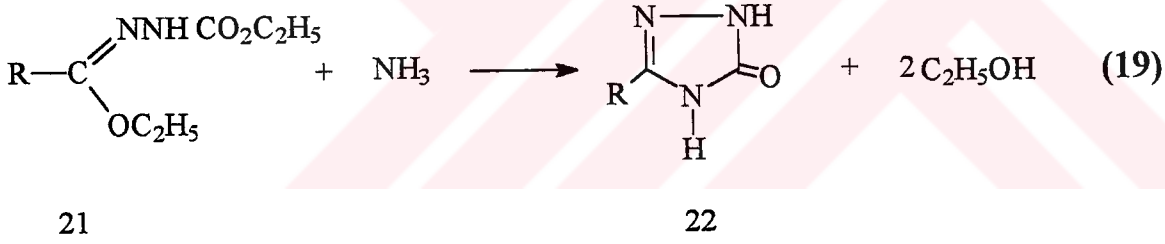
5

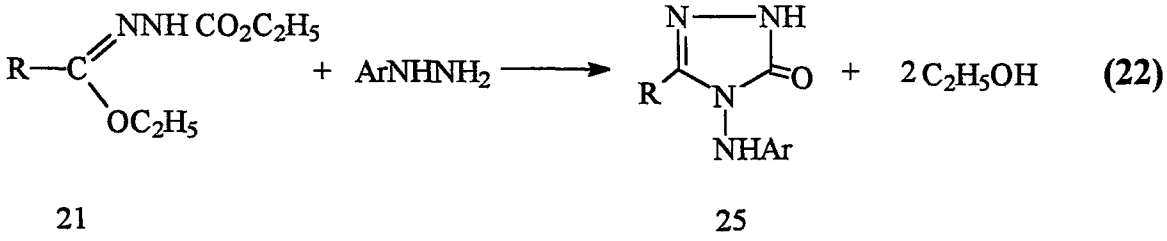
19

Alkil imidat hidrklörürlerin (5) hidrazin türevi olarak kullanılan etil karbazat (20) ile düşük sıcaklıkta muamelesinden NH_4Cl ayrılmasıyla ester etoksikarbonilhidrazonların (21) oluştuğu bildirilmiştir (Denklem 18) [19, 24].

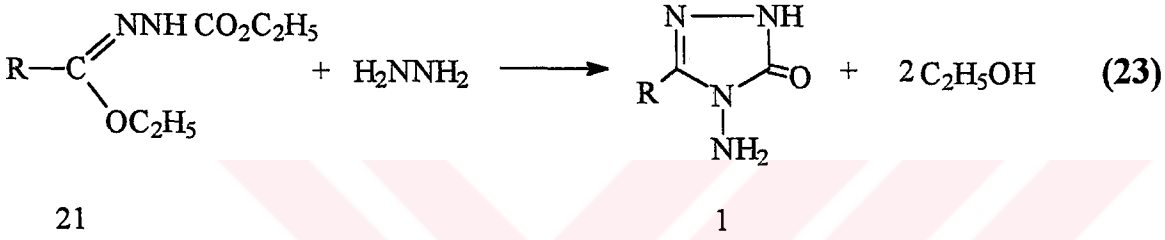


Denklem 18'e göre elde edilen ester etoksikarbonil hidrazonlar (21) reaksiyon verme yatkınlıkları fazla olan bileşiklerdir. Nitekim amonyak ile 3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (22) ları, primer aminler ile 3,4-dialkil(diaryl)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (23) ları, alkil hidrazinler ile 3-alkil(aril)-4-alkilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (24) ları ve aril hidrazinler ile 3-alkil(aril)-4-arilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (25) ları verdiği bildirilmiştir (Denklem 19-22) [19, 24, 29-35].

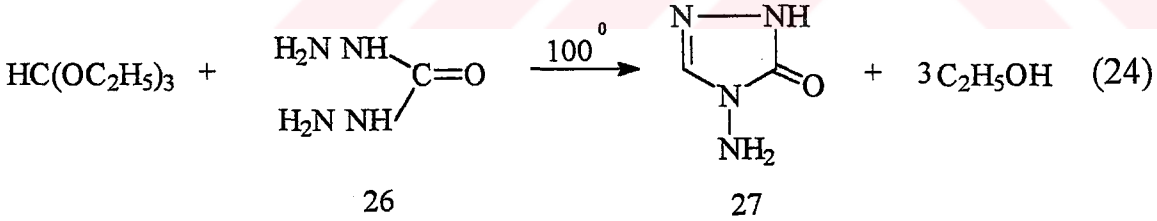




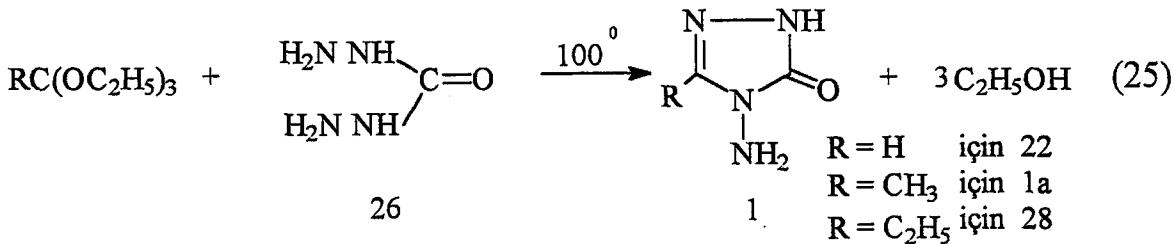
Çalışmada orijinal bileşiklerin sentezinde kullanılan 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşikleri de ester etoksikarbonilhidrazonların (21) hidrazin hidrat ile muamelesinden elde edilmiştir (Denklem 23) [34].



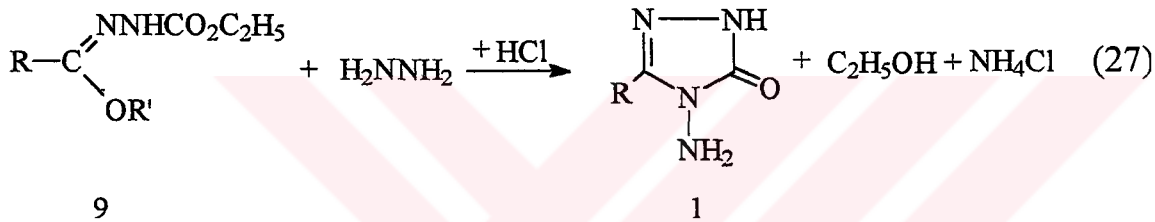
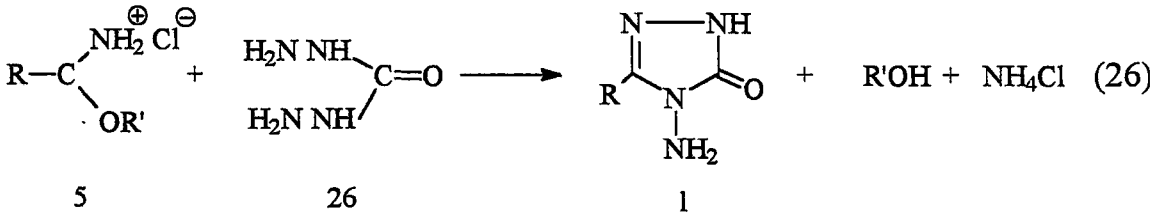
1 Tipi bileşiklerin ilk üyesi olan 4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (27) bileşiği ilk kez etil ortoformatın karbohidrazid (26) ile reaksiyonundan elde edilmiştir (Denklem 24) [36].



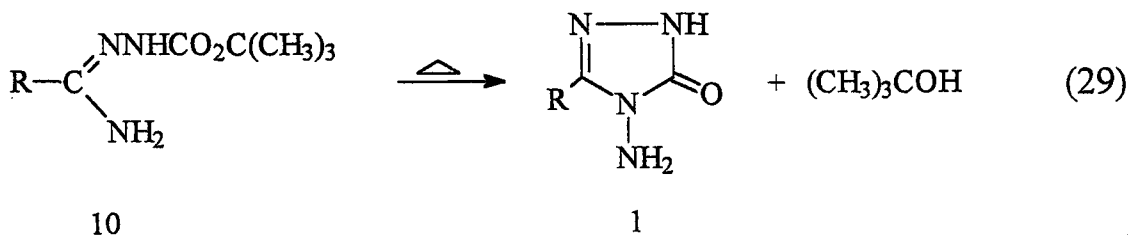
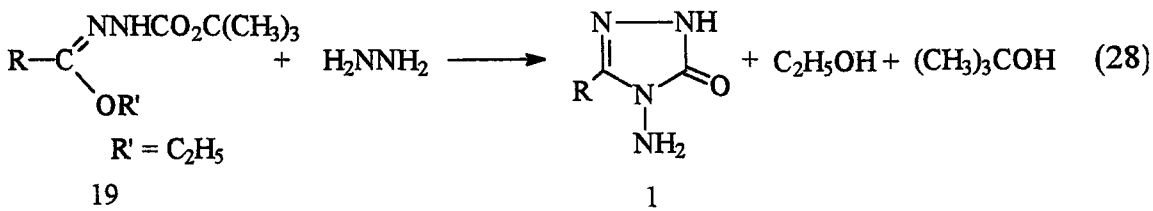
Bu çalışmanın benzeri çalışmalar daha sonraki yıllarda yapılmış ve karbohidrazidin etil ortoasetat ve etilortopropiyonat ile de reaksiyonları incelenerek sırasıyla 1 tipi 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1a) ve 3-etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (28) sentezlenmiştir (Denklem 25) [37].



1 Tipi bileşiklerin sentezi için son yıllarda geliştirilen iki yöntemden birinde alkil imidat hidroklorürler (5) karbohidrazid (26) ile reaksiyona sokulmuş (Denklem 26) [34, 38-40] diğerinde ise 9 tipi amid etoksi karbonilhidrazonlar başlangıç maddesi olarak kullanılmıştır (Denklem 27) [38].

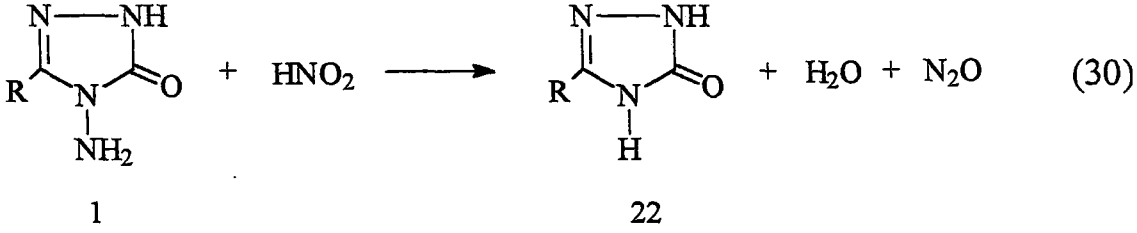


1 Tipi bileşiklerin eldesinde çok yakın bir zamanda yapılan bir diğer çalışmada ise iki yöntem daha geliştirilmiş olup, bunlardan birinde 19 tipi ester tert-butoksikarbonilhidrazonlar hidrazin ile reaksiyona sokulmuş diğerinde ise 10 tipi amid etoksikarbonil hidrazonlar kullanılmıştır (Denklem 28 ve Denklem 29) [22].

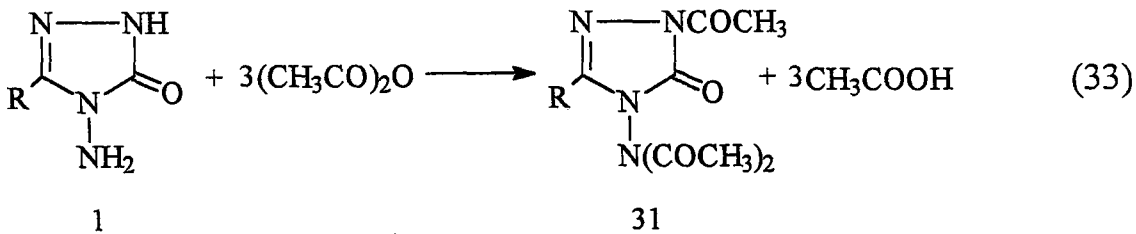
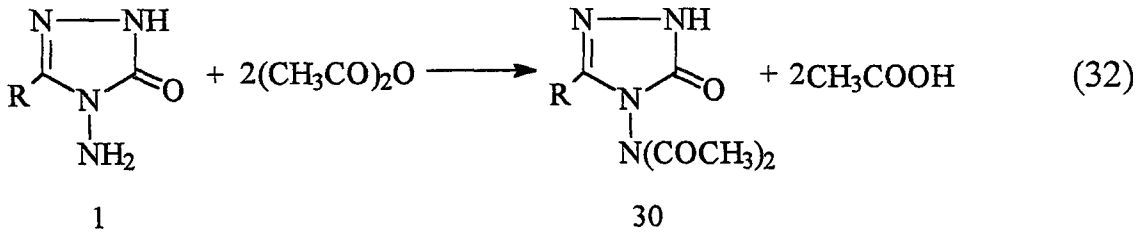
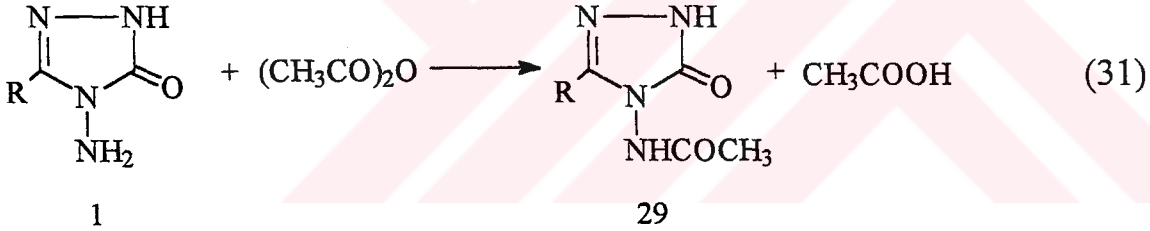


3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşiklerinden dikkate değer ölçüde biyolojik aktivite gözlenmesi [1-11] bu bileşiklere olan ilgiyi artırmıştır. Özellikle son yıllarda literatüre geçen bu tür bileşik sayısında önemli bir artış olmuştur.

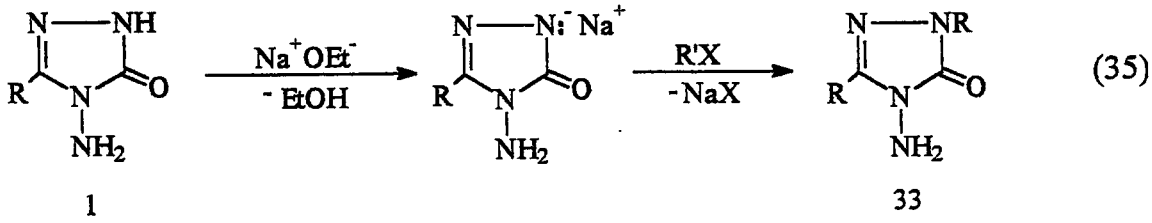
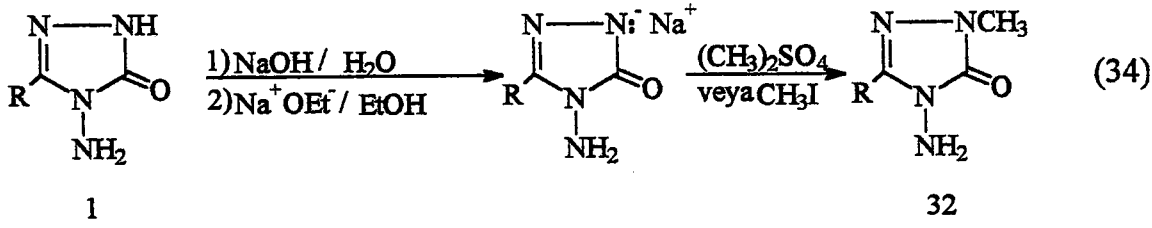
1 Tipi bileşiklerin nitrit asidi ile deaminasyonu sonucu 29 tipi bileşikleri oluşturmaları incelenen ilk reaksiyonlarından biridir (Denklem 30) [35, 37, 39].



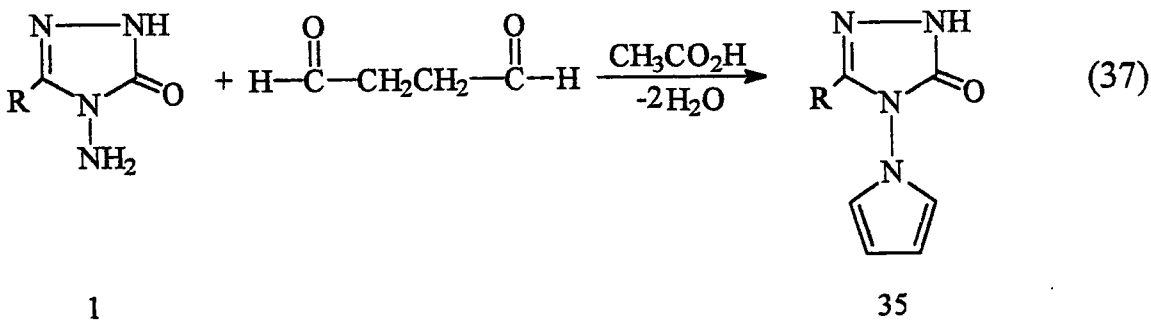
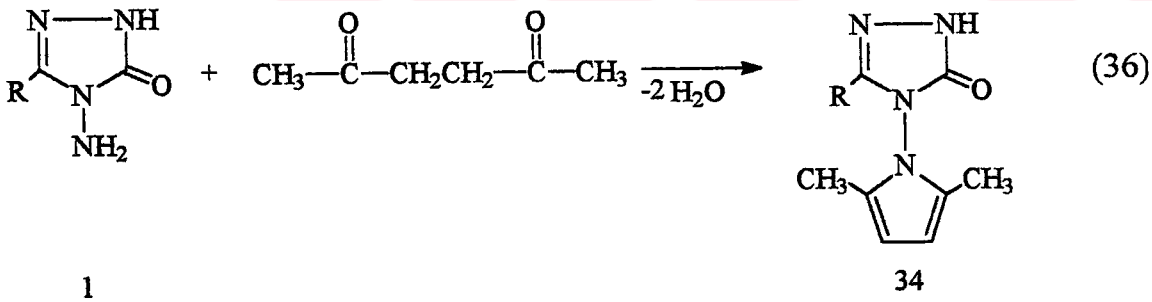
1 Tipi bileşiklerin asetik anhidrid ile reaksiyonlarının incelendiği ve reaksiyon şartlarına bağlı olarak 29 tipi mono-, 30 tipi di- ve 31 tipi triasetil türevlerinin ele geçtiği bildirilmiştir (Denklem 31-33) [39, 40].

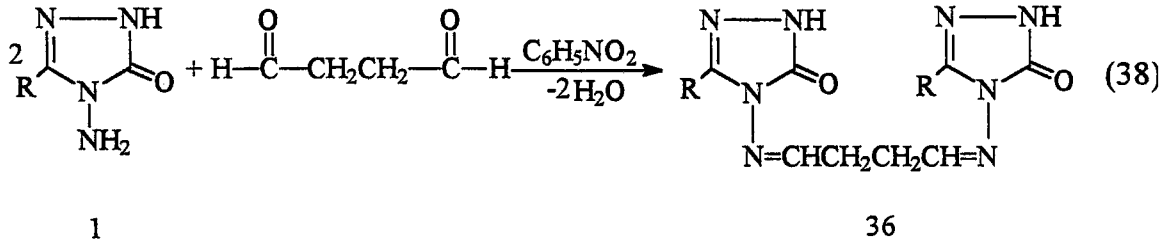


1 Tipi bileşiklerin N-1'de alkilendirme reaksiyonları da incelenerek karşın olan N-metil ve N-alkil türevleri elde edilmiştir (Denklem 34 ve Denklem 35) [11,39, 41-43].



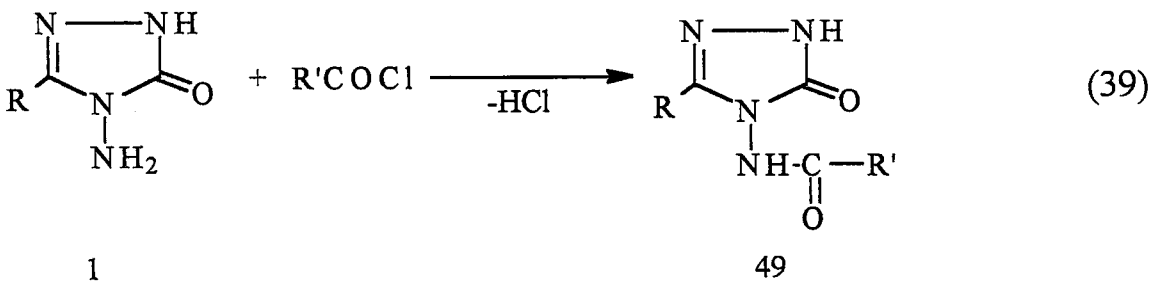
3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşiklerinin yakın zamanlarda iki ilginç reaksiyonu incelenmiş ve asetonil aseton ile reaksiyonlarından 3-alkil(aril)-4-(2',5'-dimetilpirrol-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (34) bileşikleri elde edilmiş (Denklem 36) [39, 42, 44], suksindialdehid eşdeğeri 2,5-dimetoksitetrahydrofuran ile reaksiyon şartlarına bağlı olarak 3-alkil(aril)-4-(pirrol-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (35) ve N,N'-bis-(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-1,4-butandiimin (36) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 37 ve Denklem 38) [41, 45].

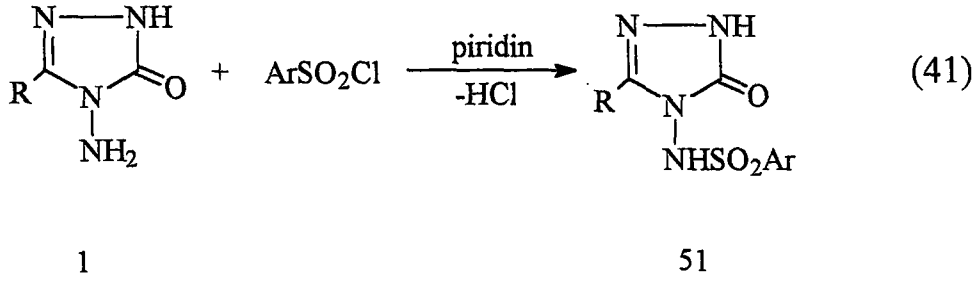
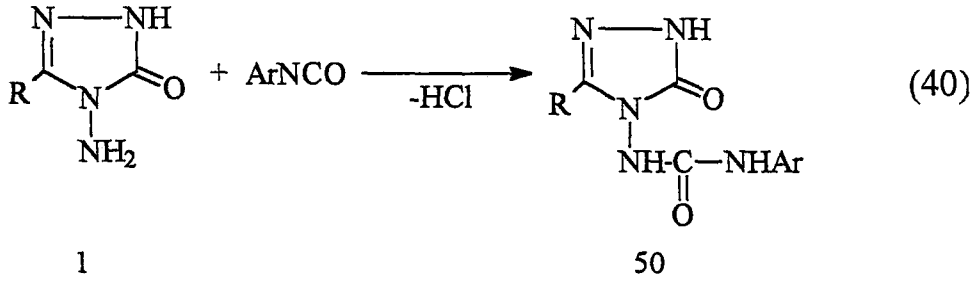




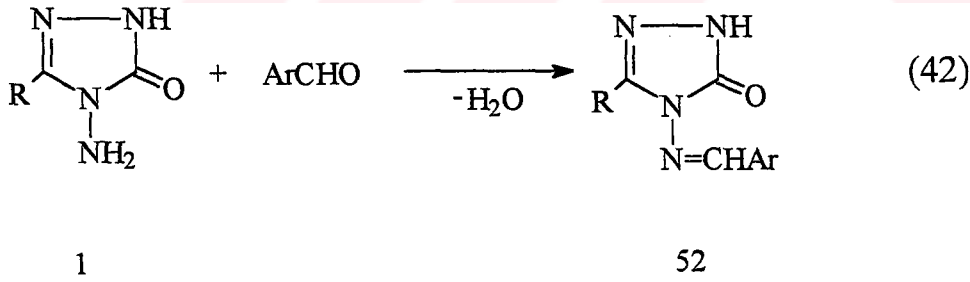
1 Tipi bileşiklerin dikarboksilli asit anhidritleri ile de reaksiyonları farklı çalışmalarda incelenmiş ve suksinik anhidrid (37), maleik anhidrid (38), glutamik anhidrid (39), cis-hekzahidroftalik anhidrid (40), cis-1,2,3,6-tetrahidroftalik anhidrid (41), ftalik anhidrid (42) ile reaksiyonları sonucu N,N'-bağlı bileşikler olan sırasıyla, 3-alkil(aril)-4-suksinimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (43), 3-alkil(aril)-4-(2,5-dihidropirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (44), 3-alkil(aril)-4-(piperidin-2,6-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (45), 3-alkil(aril)-4-(cis-hekzahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (46), 3-alkil(aril)-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (47) ve 3-alkil(aril)-4-ftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (48) bileşikleri sentezlenmiştir [39, 41, 42, 46-50].

3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1), bileşiklerinin son yıllarda üç farklı reaksiyonunun incelendiği bir çalışmada 1 bileşiklerinin bazı alifatik ve aromatik açil halojenürler, fenil izosyanat ve aresulfonil klorür ile reaksiyonlarından sırasıyla, karşın olan 3-alkil(aril)-4-açilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (49), N-aril-N-[3-alkil(aril)-4-açilamino]-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (50) ve N-[3-alkil(aril)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il]-aresulfonamid (51) bileşikleri elde edilmiş ve biyolojik aktiviteleri incelenmiştir (Denklemler 39-41) [9, 51, 52].

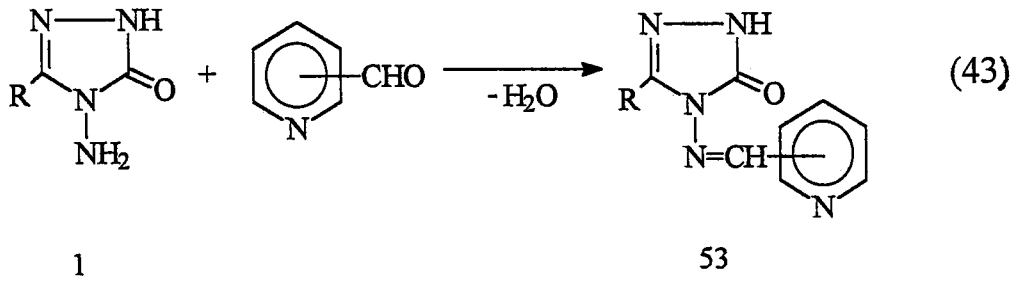




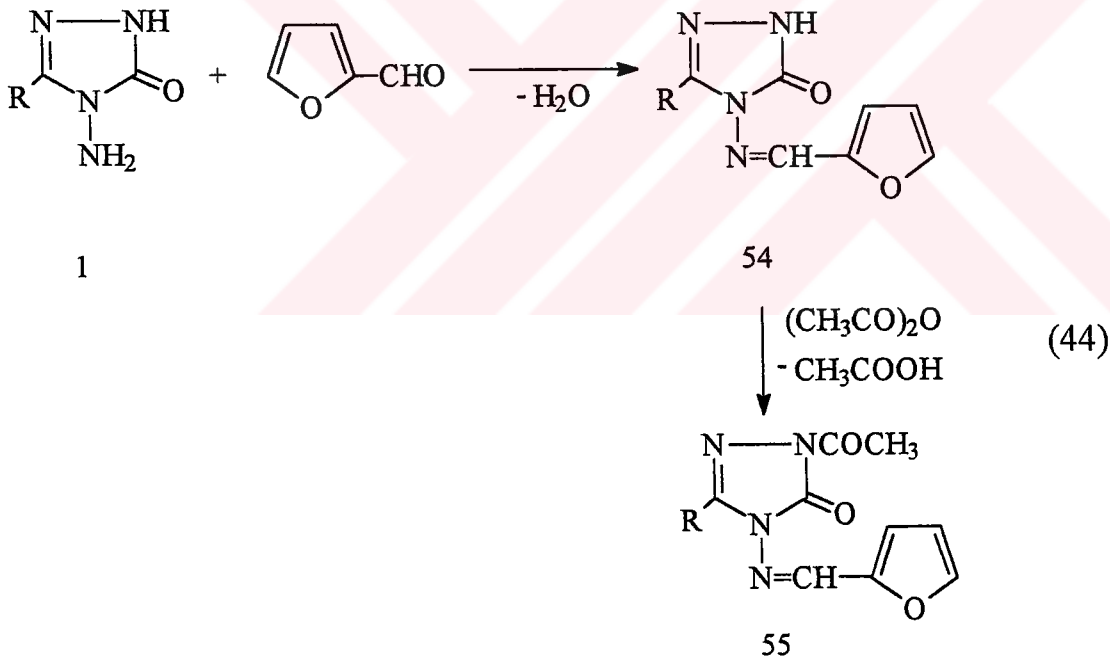
3-Alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşiklerinin bazı aromatik aldehidler ile 52 tipi Schiff Bazları verdiği bilinmektedir (Denklemler 42) [53, 54].

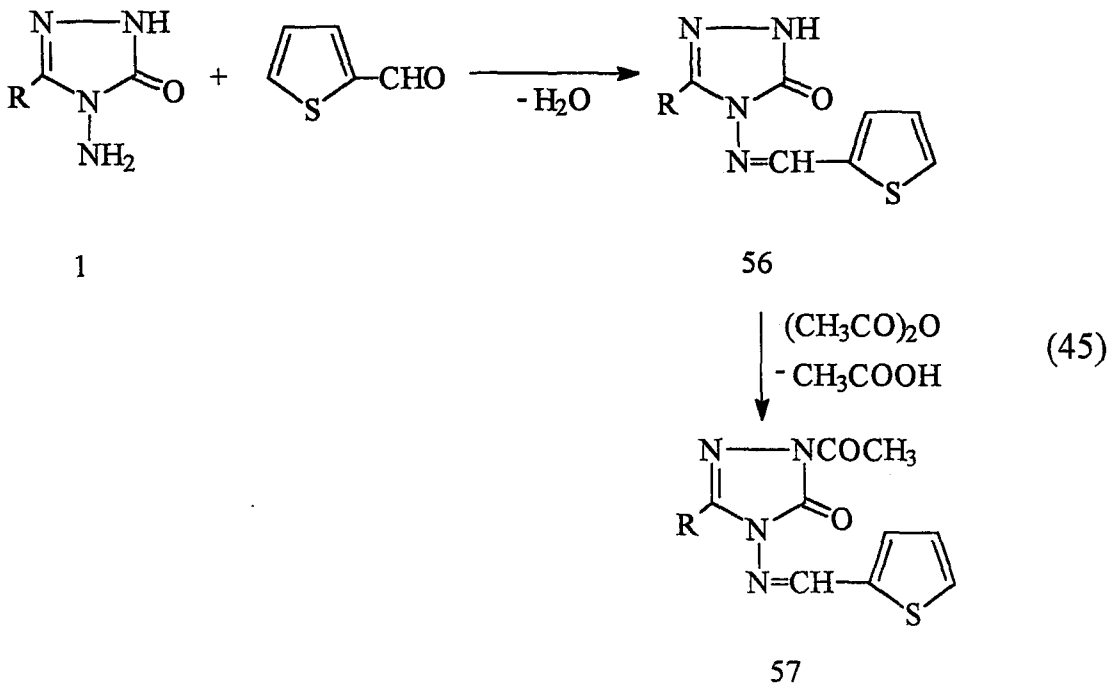


Benzer bir çalışmada 1 bileşiklerinin piridin-2-, piridin-3- ve piridin-4-karboksialdehid ile reaksiyonları incelenmiş ve ele geçen 53 tipi arilidenamino bileşiklerinin antifungal aktivite gösterdikleri bildirilmiştir (Denklemler 43) [15].

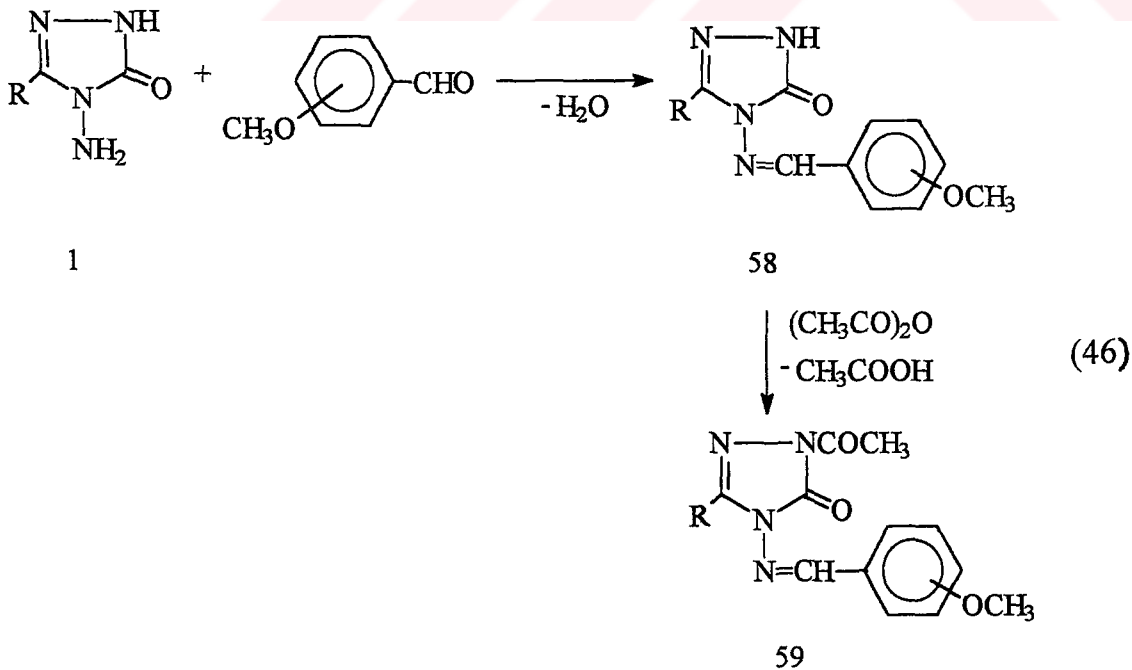


1 Bileşiklerinden potansiyel biyolojik aktiviteye sahip yeni arilidenamino bileşiklerinin elde edildiği bir diğer çalışmada ise heteroaromatik aldehid olan furan-2-karboksialdehid ve tiyofen-2-karboksialdehid kullanılarak karşın olan 3-alkil(aril)-4-(2-furilmetilenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (54) ve 3-alkil(aril)-4-(2-tiyenilmetilenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (56) bileşikleri elde edilmiştir [55]. Bir başka çalışmada ise 54 ve 56 tipi bileşiklerin asetik anhidrid ile muamelesinden N-asetil türevleri olan 55 ve 57 bileşikleri sentezlenmiştir (Denklem 44 ve 45) [56].

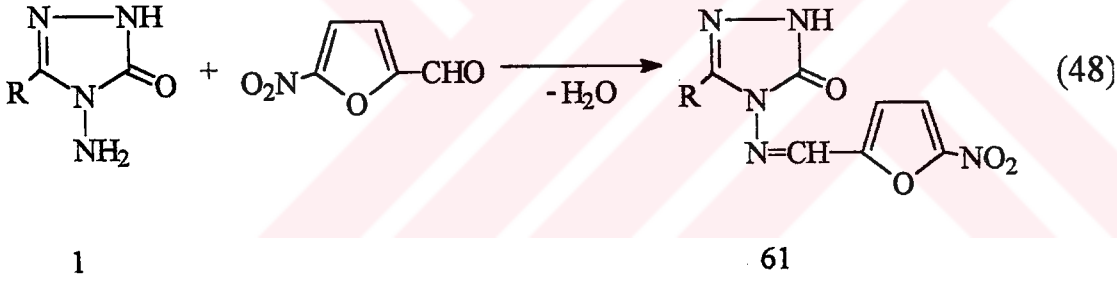
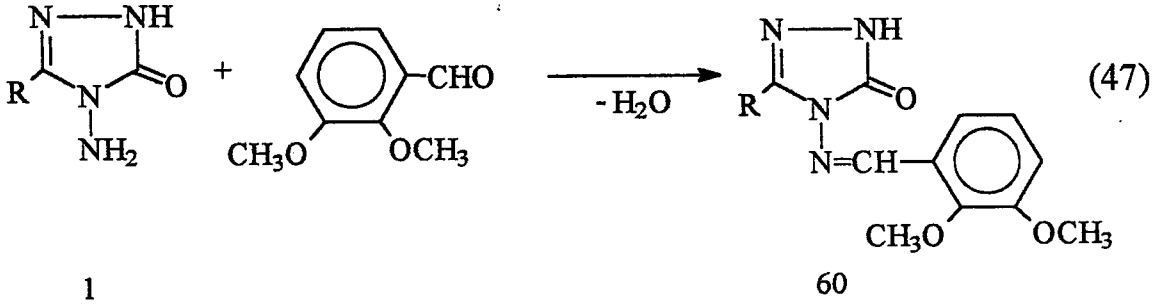




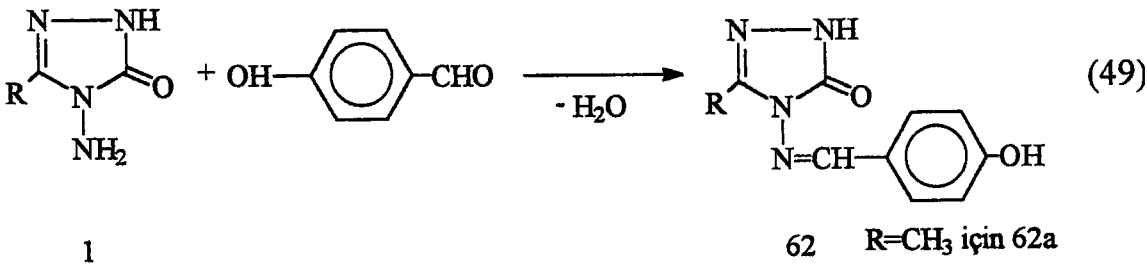
Yakın zamanlarda yapılan bir çalışmada ise 1 bileşiklerinin 4-metoksi (3-metoksi) benzaldehid ile reaksiyonları incelenerek karşın olan 3-alkil(aril)-4-[4-metoksi (3-metoksi)-benzilidenamino]-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (58) bileşikleri elde edilmiş ve bir başka çalışmada ise bu bileşiklerin N-asetil türevleri (59) sentezlenmiştir (Denklemler 46) [57, 58].



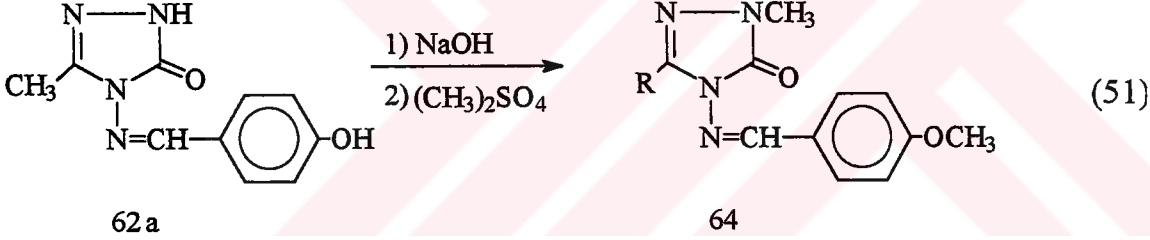
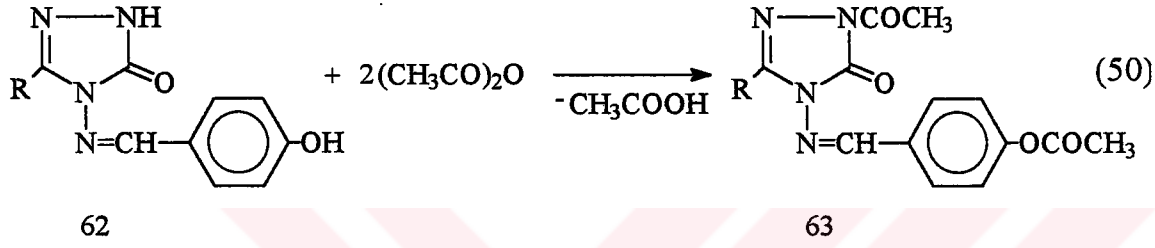
Yakın zamanlarda yapılan bir diğer çalışmada ise 1 bileşiklerinin 2,3-dimetoksibenzaldehid ve 5-nitro-2-furfural ile reaksiyonları incelenerek karşın olan 3-alkil(aril)-4-(2,3-dimetoksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (60) ve 3-alkil(aril)-4-(5-nitro-2-furilmetilenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (61) bileşikleri sentezlenmiştir (Denklem 47 ve 48) [59, 60]. 1 Tipi bileşiklerin benzer reaksiyonları diğer dimetoksibenzaldehidler ve 3,4,5-trimetoksibenzaldehid ile incelenerek , karşın olan arilidenamino bileşiklerinin elde edildiği bildirilmiştir [60].



Çok yakın zamanda yapılan bir çalışmada ise 1 tipi bileşiklerin 4-hidroksi benzaldehid ile reaksiyonları incelenerek 62 tipi 3-alkil(aril)-4-(4'-hidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşikleri sentezlenmiştir (Denklem 49) [52].



Literatürde N-açillendirme reaksiyonları yanında O-açillendirme reaksiyonları da oldukça fazla incelenmiş ve esterlerin eldesinde genel bir metot olarak kullanılmıştır [61-69]. Ayrıca N- ve O- metillendirme reaksiyonları da NaOH'li ortamda dimetil sulfat ile denenmiştir [67]. 62 Bileşiklerinin elde edildiği çalışmada bu bileşikler asetik anhidrid ile muamele edilerek N- ve O-asetil türevleri olan 63 tipi 1-asetil-3-alkil(aril)-4-(4-asetiloksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 50). Ayrıca bu çalışmada 62a bileşiği NaOH'li ortamda $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$ ile muamele edilerek N- ve O- metil türevi olan 1,3-dimetil-4-(4-metoksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (64) bileşiği sentezlenmiştir (Denklem 51) [52].



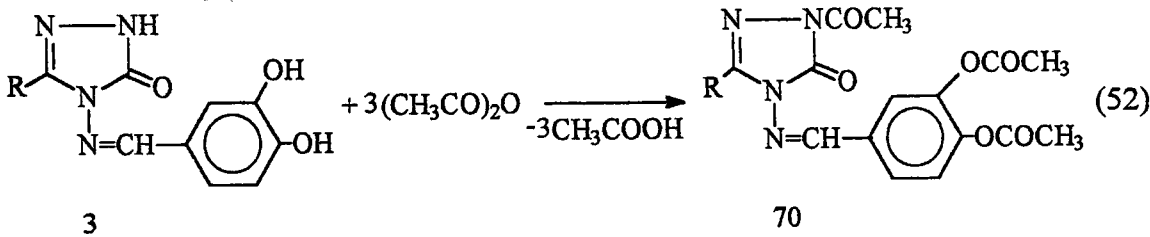
Bu çalışmada ise Denklem 2 uyarınca biyolojik aktif yeni bileşikler olan 3 tipi 5 adet bileşik sentezlenmiştir. Bu amaçla, öncelikle Pinner Yönteminin [17] uygulanmasıyla literatürde kayıtlı bileşikler olan etil imidoasetat hidroklorür (5a), etil imidofenilasetat hidroklorür (5b), etil imido-p-metilfenilasetat hidroklorür (5c), etil imido-p-klorofenilasetat hidroklorür (5d) ve etil imidobenzoat hidroklorür (5e) bileşikleri Denklem 4 uyarınca elde edilmiştir.

Çalışmada daha sonra 5 tipi bileşiklerin etil karbazat ile muamelesinden Denklem 18 uyarınca düşük sıcaklıkta muamelesinden literatürde kayıtlı bileşikler olan [19, 24, 32, 40] etil asetat etoksikarbonilhidrazon (21a), etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21b), etil p-metilfenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21c), etil p-klorofenil asetat etoksi karbonilhidrazon (21d) ve etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (21e) bileşikleri elde edilmiştir.

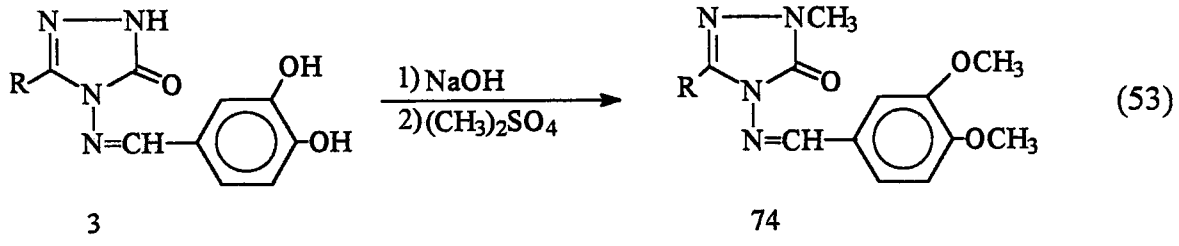
Çalışmanın bundan sonraki bölümünde ise, 21 tipi bileşiklerin hidrazin hidrat ile Denklem 23 uyarınca reaksiyonundan literatürde kayıtlı bileşikler olan [31, 39] 1 tipi 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1a), 3-benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1b), 3-p-metilbenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1c), 3-p-klorobenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1d) ve 3-fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1e) bileşikleri elde edilmiştir.

Çalışmanın orijinal bölümünde ise 1 tipi bileşiklerin 3,4-dihidroksibenzaldehid ile reaksiyonları incelenmiş Denklem 2 uyarınca 3 tipi 3-metil-4-(3',4'-dihidroksi benzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (66), 3-(p-metilbenzil)-4-(3',4'-dihidroksi benzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (67), 3-(p-klorobenzil)-4-(3',4'-dihidroksi benzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (68) ve 3-fenil-4-(3',4'-dihidroksi benzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (69) bileşikleri sentezlenmiştir.

Çalışmanın ikinci orijinal bölümünde ise, 3 tipi 65, 66 ve 68 bileşiklerinin ayrı ayrı asetik anhidrid ile reaksiyonlarından, sırasıyla, 70 tipi potansiyel biyolojik aktif yeni bileşikler olan 1-asetil-3-metil-4-(3',4'-diasetiloksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (71), 1-asetil-3-benzil-4-(3',4'-diasetiloksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (72) ve 1-asetil-3-p-klorobenzil-4-(3',4'-diasetiloksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (73) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 52).



Çalışmanın orijinal kısmının sonunda ise 3 tipi 65 ve 66 bileşiklerinin ayrı ayrı NaOH'li ortamda dimetil sulfat ile reaksiyonları incelenmiş ve 74 tipi biyolojik aktif 1,3-dimetil-4-(3',4'-dimetoksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (75) ve 1-metil-3-benzil-4-(3',4'-dimetoksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (76) bileşiği sentezlenmiştir (Denklem 53).



2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

Bu tez kapsamında yapılan bütün deneysel çalışmalar KTÜ Fatih Eğitim Fakültesi Ortaöğretim Fen ve Matematik Alanları Eğitimi Bölümü Kimya Eğitimi Anabilim Dalı Lisansüstü Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Çalışmada kullanılan kimyasal maddeler Merck ve Fluka firmalarından, çözücülerin bir kısmı ise yerli firmalardan temin edilmiştir.

Çalışmada sentezi gerçekleştirilen yeni bileşiklerin erime noktaları Electrothermal dijital erime noktası tayin cihazında tayin ettirilmiştir. Yapı aydınlatması için gerekli olan IR spektrumları çalışmanın yürütüldüğü laboratuvardaki Shimadzu 408 infrared spektrofotometresinde KBr tabletleri halinde alınmıştır. ¹H NMR ve ¹³C NMR spektrumları ise KTÜ Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Enstrümental Analiz Laboratuvarında Varian Mercury marka 200 MHz lik NMR cihazında kaydedilmiştir. UV spektrumları çalışmanın yapıldığı laboratuvardaki Shimadzu-1201 UV-VIS spektrofotometresinde % 95 lik etanolde 10⁻⁴-10⁻⁵ M çözeltileri halinde 1 cm kuvars hücreleri kullanılarak alınmıştır. 65 bileşiğinin mikroanalizi ise TÜBİTAK Marmara Bilimsel ve Endüstriyel Araştırma Merkezi Enstrümental Analiz Laboratuvarında Carlo-Erba 1106 Elementel Analiz cihazında gerçekleştirilmiştir.

Çalışmada öncelikle, nitrillerden başlanarak literatürde kayıtlı 5 alkil imidat hidroklorür bileşiğinin sentezi gerçekleştirilmiştir. Sonra sentezi yapılan bu bileşiklerin 0-5 °C de etil karbazat ile muamelesinden literatürde kayıtlı 5 ester etoksikarbonilhidrazon bileşiği ve bunlarında hidrazin hidrat ile muamelesinden yine literatürde kayıtlı 5 adet 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiği elde edilmiştir. Çalışmanın bundan sonraki bölümünde bu bileşiklerin 3,4-dihidroksi benzaldehid ile muamelesinden 5 yeni 3-alkil(aril)-4-(3',4'-dihidroksibenzildenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiği sentezlenmiştir.

Çalışmanın bundan sonraki bölümünde ise 3-alkil(aril)-4-(3',4'-dihidroksi-benzildenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinden bazılarının ayrı ayrı asetik anhidrid ile ve sodyum hidroksitli ortamda dimetil sulfat ile reaksiyonları incelenmiştir.

Literatürde kayıtlı 15 bileşiğin sentezi ile 10 orijinal yeni bileşiğin sentezi aşağıda verilmiştir.

2. 1. Etil imidoasetat hidroklorür (Asetimino etil ester hidroklorür) (5a)

Bu bileşik kaynak [17] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde sentezlendi.

Asetonitril (5.26 ml, 0.1 mol) in susuz eter (3.84 ml) deki çözeltisine mutlak alkol (6.40 ml) ilave edildi ve karışım 0 °C de CaCl₂ tüpü takılı bir sistemde kuru HCl gazı ile doyurulduktan sonra bir gece derin dondurucuda bekletildi. Sonra karışıma susuz eter ilave edilerek 5a bileşiği çöktürüldü. Bir gece daha derin dondurucuda bekletildikten sonra süzülde ve susuz eter ile yıkanıp vakumda CaCl₂ üzerinden kurutuldu.

Verim : 9.86 g (% 79.15)

E. n : 98 °C (boz)

2. 2. Etil imidofenilasetat hidroklorür (Fenilasetimino etil ester hidroklorür) (5b)

Bu bileşik kaynak [17] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde sentezlendi.

Fenilasetonitril (11.60 ml, 0.1 mol) in susuz eter (5.80 ml) deki çözeltisine mutlak alkol (5.75 ml) ilave edildi ve karışım 0 °C de CaCl₂ tüpü takılı bir sistemde kuru HCl gazı ile doyurulduktan sonra bir gece derin dondurucuda bekletildi. Sonra karışıma susuz eter ilave edilerek 5b bileşiği çöktürüldü. Bir gece daha derin dondurucuda bekletildikten sonra süzülde ve susuz eter ile yıkanıp vakumda CaCl₂ üzerinden kurutuldu.

Verim : 16.28 g (% 90.22)

E. n : 83 °C (boz)

2. 3. Etil imido-p-metilfenilasetat hidroklorür (p-metilfenilasetimino etil ester hidroklorür) (5c)

Bu bileşik kaynak [17] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde sentezlendi.

p-Tolilasetonitril (13.21 ml, 0.1 mol) in susuz eter (6.80 ml) deki çözeltisine mutlak alkol (6.40 ml) ilave edildi ve karışım 0 °C de CaCl₂ tüpü takılı bir sistemde kuru HCl gazı ile doyurulduktan sonra 12 saat derin dondurucuda bekletildi. Sonra karışıma susuz eter ilave edilerek 5c bileşiği çöktürüldü. Bir gece daha derin dondurucuda bekletildikten sonra süzüldü ve susuz eter ile yıkayıp vakumda CaCl₂ üzerinden kurutuldu.

Verim : 18.20 g (% 86.55)

E. n : 181 °C (boz)

2. 4. Etil imido-p-klorofenilasetat hidroklorür (p-klorofenilasetimino etil ester hidroklorür) (5d)

Bu bileşik kaynak [17] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde sentezlendi.

p-Klorofenilasetonitril (13.18 ml, 0.1 mol) in susuz eter (6.53 ml) deki çözeltisine mutlak alkol (6.40 ml) ilave edildi ve karışım 0 °C de CaCl₂ tüpü takılı bir sistemde kuru HCl gazı ile doyurulduktan sonra 12 saat derin dondurucuda bekletildi. Sonra karışıma susuz eter ilave edilerek 5d bileşiği çöktürüldü. Bir gece daha derin dondurucuda bekletildikten sonra süzüldü ve susuz eter ile yıkayıp vakumda CaCl₂ üzerinden kurutuldu.

Verim : 19.75 g (% 84.40)

E. n : 178 °C (boz)

2. 5. Etil imidobenzoat hidroklorür (Benzimino etil ester hidroklorür) (5e)

Bu bileşik kaynak [17] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde sentezlendi.

Benzonitril (10.00 ml, 0.1 mol) in susuz eter (5.20 ml) deki çözeltisine mutlak alkol (5.60 ml) ilave edildi ve karışım 0 °C de CaCl_2 tüpü takılı bir sistemde kuru HCl gazı ile doyurulduktan sonra 1 gün derin dondurucuda bekletildi. Sonra karışıma susuz eter ilave edilerek 5e bileşiği çöktürüldü. Bir gece daha derin dondurucuda bekletildikten sonra süzüldü ve susuz eter ile yıkayıp vakumda CaCl_2 üzerinden kurutuldu.

Verim : 13.82 g (% 75.90)

E. n : 126 °C (boz)

2. 6. Etil asetat etoksikarbonilhidrazon (21a)

Bu bileşik kaynak [24] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde elde edildi.

Etil imidoasetat hidroklorür (6.175 g, 0.05 mol) (5a) bileşiğinin bir magnetik karıştırıcı üzerinde ağzı kapalı dibi yuvarlak bir balonda mutlak etanol (75 ml) deki çözeltisine 0-5 °C de etil karbazat (5.205 g, 0.05 mol) in mutlak etanol (200 ml) deki çözeltisi ilave edildi. Karışım 0-5 °C de 4 saat karıştırıldıktan sonra çöken amonyum klorür süzülerek uzaklaştırıldı. Süzüntü 30-35 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldıktan sonra ele geçen kalıntı petrol eteri (40-60 °C) nden kristallendirildi, süzüldü ve vakumda CaCl_2 üzerinde kurutuldu.

Verim : 5.68 g (% 65.28)

E. n : 68 °C

2. 7. Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21b)

Bu bileşik kaynak [24] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde elde edildi.

Etil imidofenilasetat hidroklorür (9.975 g, 0.05 mol) (5b) bileşiğinin bir magnetik karıştırıcı üzerinde ağzı kapalı dibi yuvarlak bir balonda mutlak etanol (75 ml) deki çözeltisine 0-5 °C de etil karbazat (5.205 g, 0.05 mol) ın mutlak etanol (200 ml) deki çözeltisi ilave edildi. Karışım 0-5 °C de 4 saat karıştırıldıktan sonra çöken amonyum klorür süzülerek uzaklaştırıldı. Süzüntü 30-35 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldıktan sonra ele geçen kalıntı petrol eteri (40-60 °C) nden kristallendirildi, süzüldü ve vakumda CaCl₂ üzerinde kurutuldu.

Verim : 10.45 g (% 61.30)

E. n : 90 °C

2. 8. Etil imido-p-metilfenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21c)

Bu bileşik kaynak [24] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde elde edildi.

Etil imido-p-metilfenilasetat hidroklorür (10.675 g, 0.05 mol) (5c) bileşiğinin bir magnetik karıştırıcı üzerinde ağzı kapalı dibi yuvarlak bir balonda mutlak etanol (75 ml) deki çözeltisine 0-5 °C de etil karbazat (5.205 g, 0.05 mol) ın mutlak etanol (200 ml) deki çözeltisi ilave edildi. Karışım 0-5 °C de 4 saat karıştırıldıktan sonra çöken amonyum klorür süzülerek uzaklaştırıldı. Süzüntü 30-35 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldıktan sonra ele geçen kalıntı petrol eteri (40-60 °C) nden kristallendirildi, süzüldü ve vakumda CaCl₂ üzerinde kurutuldu.

Verim : 10.14 g (% 76.80)

E. n : 77 °C

2. 9. Etil p-klorofenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21d)

Bu bileşik kaynak [24] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde elde edildi.

Etil imido-p-klorofenilasetat hidroklorür (11.70 g, 0.05 mol) (5d) bileşiğinin bir magnetik karıştırıcı üzerinde ağzı kapalı dibi yuvarlak bir balonda mutlak etanol (75 ml) deki çözeltisine 0-5 °C de etil karbazat (5.205 g, 0.05 mol) ın mutlak etanol (200 ml) deki çözeltisi ilave edildi. Karışım 0-5 °C de 4 saat karıştırıldıktan sonra çöken amonyum klorür süzülerek uzaklaştırıldı. Süzüntü 30-35 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldıktan sonra ele geçen kalıntı petrol eteri (40-60 °C) nden kristallendirildi, süzüldü ve vakumda CaCl₂ üzerinde kurutuldu.

Verim : 10.03 g (% 75.66)

E. n : 78 °C

2. 10. Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (21e)

Bu bileşik kaynak [24] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde elde edildi.

Etil imidobenzoat hidroklorür (9.275 g, 0.05 mol) (5e) bileşiğinin bir magnetik karıştırıcı üzerinde ağzı kapalı dibi yuvarlak bir balonda mutlak etanol (75 ml) deki çözeltisine 0-5 °C de etil karbazat (5.205 g, 0.05 mol) ın mutlak etanol (200 ml) deki çözeltisi ilave edildi. Karışım 0-5 °C de 4 saat karıştırıldıktan sonra çöken amonyum klorür süzülerek uzaklaştırıldı. Süzüntü 30-35 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldıktan sonra ele geçen kalıntı petrol eteri (40-60 °C) nden kristallendirildi, süzüldü ve vakumda CaCl₂ üzerinde kurutuldu.

Verim : 9.00 g (% 76.27)

E. n : 80 °C

2. 11. 3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1a)

Bu bileşik kaynak [31] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde elde edildi.

Etil asetat etoksikarbonilhidrazon (21a) (8.70 g, 0.05 mol) yuvarlak dipli bir balonda hidrazin hidrat (6.25 ml) ın 300 ml sudaki çözeltisi ile geri soğutucu altında 4-5 saat kaynatıldıktan sonra düşük basınç altında 40-45 °C de buharlaştırıldı. Geri kalan katı madde desikatörde, vakumda kurutulduktan sonra etanol (%95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller süzüldü ve vakumda CaCl₂ üzerinde kurutuldu.

Verim : 4.62 g (% 81.36)

E. n : 227 °C

2. 12. 3-Benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1b)

Bu bileşik kaynak [31] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde elde edildi.

Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21b) (12.50 g, 0.05 mol) yuvarlak dipli bir balonda hidrazin hidrat (6.25 ml) ın 300 ml sudaki çözeltisi ile geri soğutucu altında 5 saat kaynatıldıktan sonra soğutulup buzdolabında bir gece bekletildi. Çöken 1b bileşiği süzülüp soğuk su ile yıkandı. Vakumda kurutulduktan sonra etil asetatın kristallendirildi. Ele geçen kristaller süzüldü ve vakumda CaCl₂ üzerinde kurutuldu.

Verim : 7.80 g (% 82.10)

E. n : 167 °C

2. 13. 3-p-Metilbenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1c)

Bu bileşik kaynak [31] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde elde edildi.

Etil p-metilfenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21c) (13.20 g, 0.05 mol) yuvarlak dipli bir balonda hidrazin hidrat (6.25 ml) ın 300 ml sudaki çözeltisi ile geri soğutucu altında 5 saat kaynatıldıktan sonra soğutulup buzdolabında bir gece bekletildi. Çöken 1c bileşiği süzülüp soğuk su ile yıkandı. Vakumda kurutulduktan sonra etanol (%95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller süzüldü ve vakumda CaCl₂ üzerinde kurutuldu.

Verim : 8.55 g (% 83.82)

E. n : 185 °C

2. 14. 3-p-klorobenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1d)

Bu bileşik kaynak [31] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde elde edildi.

Etil p-klorofenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21d) (14.25 g, 0.05 mol) yuvarlak dipli bir balonda hidrazin hidrat (6.25 ml) ın 300 ml sudaki çözeltisi ile geri soğutucu altında 5 saat kaynatıldıktan sonra soğutulup buzdolabında bir gece bekletildi. Çöken 1d bileşiği süzülüp soğuk su ile yıkandı. Vakumda kurutulduktan sonra etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller süzüldü ve vakumda CaCl₂ üzerinde kurutuldu.

Verim : 8.09 g (%72.07)

E. n : 181 °C

2. 15. 3-fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1e)

Bu bileşik kaynak [31] de önerilen yöntemin uygulanması ile aşağıdaki şekilde elde edildi.

Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (21e) (11.80 g, 0.05 mol) yuvarlak dipli bir balonda hidrazin hidrat (6.25 ml) in 300 ml sudaki çözeltisi ile geri soğutucu altında 5 saat kaynatıldıktan sonra soğutulup buzdolabında bir gece bekletildi. Çöken 1e bileşiği süzülüp soğuk su ile yıkandı. Vakumda kurutulduktan sonra etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller süzüldü ve vakumda CaCl₂ üzerinde kurutuldu.

Verim : 5.62 g (% 63.87)

E. n : 236 °C

2. 16. 3-Metil-4-(3,4-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (65)

Bir balonda 1.14 g (0.01 mol) 1a bileşiğinin 20 ml asetik asitteki çözeltisine 1.38 g (0.01 mol) 3,4-dihidroksibenzaldehid ilave edildi ve geri soğutucu altında bir saat kaynatıldı. Soğutulduktan sonra su ilavesi ile çöktürülüp, süzülerek desikatörde kurutuldu ve etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.88 g, % 80.35 verim) aynı çözücüden birkaç kez daha kristallendirilerek saflaştırıldıktan sonra vakumda kurutuldu ve 65 bileşiği olarak tanımlandı.

E.n : 276 °C

IR (KBr) Ek Şekil 1	: Tablo 2
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 2	: Tablo 2
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 3	: Tablo 2
UV (Etanol % 95) Ek Şekil 31	: Tablo 2
Elementel Analiz	: C ₁₀ H ₁₀ N ₄ O ₃ (234,21) için
Hesaplanan	: C: 51,28; H: 4,30; N: 23,92
Bulunan	: C: 51,15; H: 4,38; N: 23,73

Elementel analiz raporu sayfa 85'te verilmiştir.

2. 17. 3-Benzil-4-(3,4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (66)

Bir balonda 1.190 g (0.01 mol) 1b bileşiğinin 20 ml asetik asitteki çözeltisine 1.38 g (0.01 mol) 3,4-dihidroksibenzaldehid ilave edildi ve geri soğutucu altında bir saat kaynatıldı. Soğutulduktan sonra su ilavesi ile çöktürülüp, süzülerek desikatörde kurutuldu ve etanol-su (1:3) dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.65 g, % 85.40 verim) aynı karışımdan birkaç kez daha kristallendirilerek saflaşıldıktan sonra vakumda kurutuldu ve 66 bileşiği olarak tanımlandı.

E.n : 266 °C

IR (KBr) Ek Şekil 4	: Tablo 3
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 5	: Tablo 3
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 6	: Tablo 3
UV (Etanol % 95) Ek Şekil 32	: Tablo 3

2. 18. 3-p-Metilbenzil-4-(3,4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (67)

Bir balonda 2.04 g (0.01 mol) 1c bileşiğinin 20 ml asetik asitteki çözeltisine 1.38 g (0.01 mol) 3,4-dihidroksibenzaldehid ilave edildi ve geri soğutucu altında bir saat kaynatıldı. Soğutulduktan sonra su ilavesi ile çöktürülüp, süzülerek desikatörde kurutuldu ve etanol-su (1:3) dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.48 g, % 76.54 verim) aynı karışımdan birkaç kez daha kristallendirilerek saflaşıldıktan sonra vakumda kurutuldu ve 67 bileşiği olarak tanımlandı.

E.n : 267 °C

IR (KBr) Ek Şekil 7	: Tablo 4
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 8	: Tablo 4
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 9	: Tablo 4
UV (Etanol % 95) Ek Şekil 33	: Tablo 4

2. 19. 3-p-Klorobenzil-4-(3,4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (68)

Bir balonda 2.25 g (0.01 mol) 1d bileşiminin 20 ml asetik asitteki çözeltisine 1.38 g (0.01 mol) 3,4-dihidroksibenzaldehid ilave edildi ve geri soğutucu altında bir saat kaynatıldı. Soğutulduktan sonra su ilavesi ile çöktürülüp, süzülerek desikatörde kurutuldu ve etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.35 g, % 68.12 verim) aynı çözücüden birkaç kez daha kristallendirilerek saflaştırıldıktan sonra vakumda kurutuldu ve 68 bileşiği olarak tanımlandı.

E.n : 291 °C

IR (KBr) Ek Şekil 10	:	Tablo 5
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 11	:	Tablo 5
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 12	:	Tablo 5
UV (Etanol % 95) Ek Şekil 34	:	Tablo 5

2. 20. 3-Fenil-4-(3,4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (69)

Bir balonda 1.76 g (0.01 mol) 1e bileşiminin 20 ml asetik asitteki çözeltisine 1.38 g (0.01 mol) 3,4-dihidroksibenzaldehid ilave edildi ve geri soğutucu altında bir saat kaynatıldı. Soğutulduktan sonra su ilavesi ile çöktürülüp, süzülerek desikatörde kurutuldu ve etanol-su (1:3) dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.14 g, % 72.22 verim) aynı karışımdan birkaç kez daha kristallendirilerek saflaştırıldıktan sonra vakumda kurutuldu ve 69 bileşiği olarak tanımlandı.

E.n : 277 °C

IR (KBr) Ek Şekil 13	:	Tablo 6
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 14	:	Tablo 6
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 15	:	Tablo 6
UV (Etanol % 95) Ek Şekil 35	:	Tablo 6

2. 21. 1-Asetil-3-metil-4-(3,4-diasetiloksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (71)

Yuvarlak dipli bir balonda 65 bileşiği (2.34 g, 0.01 mol) 20 ml asetik anhidrid ile CaCl_2 takılı geri soğutucu altında 30 dakika kaynatıldıktan sonra üzerine 60 ml mutlak etanol ilave edildi ve 30 dakika daha kaynatıldı. Nihai çözelti 40-45 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.95 g, % 81.94 verim) aynı çözücünden birkaç kez daha kristallendirilerek saflaştırıldıktan sonra vakumda kurutularak 71 bileşiği olarak tanımlandı.

E. n : 195 °C

IR (KBr) Ek Şekil 16	:	Tablo 7
^1H NMR (DMSO- d_6) Ek Şekil 17	:	Tablo 7
^{13}C NMR (DMSO- d_6) Ek Şekil 18	:	Tablo 7
UV (Etanol % 95) Ek Şekil 36	:	Tablo 7

2. 22. 1-Asetil-3-benzil-4-(3,4-diasetiloksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (72)

Yuvarlak dipli bir balonda 66 bileşiği (3.10 g, 0.01 mol) 20 ml asetik anhidrid ile CaCl_2 takılı geri soğutucu altında 30 dakika kaynatıldıktan sonra üzerine 60 ml mutlak etanol ilave edildi ve 30 dakika daha kaynatıldı. Nihai çözelti 40-45 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (3.72 g, % 85.32 verim) aynı çözücünden birkaç kez daha kristallendirilerek saflaştırıldıktan sonra vakumda kurutularak 72 bileşiği olarak tanımlandı.

E. n : 130 °C

IR (KBr) Ek Şekil 19	:	Tablo 8
^1H NMR (DMSO- d_6) Ek Şekil 20	:	Tablo 8
^{13}C NMR (DMSO- d_6) Ek Şekil 21	:	Tablo 8
UV (Etanol % 95) Ek Şekil 37	:	Tablo 8

2. 23. 1-Asetil-3-p-klorobenzil-4-(3,4'-diasetiloksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (73)

Yuvarlak dipli bir balonda 68 bileşiği (3.45 g, 0.01 mol) 20 ml asetik anhidrid ile CaCl₂ takılı geri soğutucu altında 30 dakika kaynatıldıktan sonra üzerine 60 ml mutlak etanol ilave edildi ve 30 dakika daha kaynatıldı. Nihai çözelti 40-45 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (3.55 g, % 75.37 verim) aynı çözücünden birkaç kez daha kristallendirilerek saflaştırıldıktan sonra vakumda kurutularak 73 bileşiği olarak tanımlandı.

E. n : 168 °C

IR (KBr) Ek Şekil 22	:	Tablo 9
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 23	:	Tablo 9
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 24	:	Tablo 9
UV (Etanol % 95) Ek Şekil 38	:	Tablo 9

2. 24. 1,3-Dimetil-4-(3,4'-dimetoksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (75)

65 Bileşiği (2.34 g, 0.01 mol) ağzı kapalı bir balonda 2N NaOH (10 ml) de çözüldü. Bunun üzerine magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak dimetil sulfat (1.51 ml, 0.016 mol) damla damla ilave edildi. Karışım oda sıcaklığında 3 saat karıştırıldı. Çöken ham ürün süzülüp soğuk su ile yıkandı ve desikatörde kurutularak etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.88 g, % 68.12 verim) aynı çözücünden birkaç kez daha kristallendirilerek saflaştırıldıktan sonra vakumda kurutuldu ve 75 bileşiği olarak tanımlandı.

E. n : 138 °C

IR (KBr) Ek Şekil 25	:	Tablo 10
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 26	:	Tablo 10
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 27	:	Tablo 10
UV (Etanol % 95) Ek Şekil 39	:	Tablo 10

2. 25. 1-Metil-3-benzil-4-(3,4-dimetoksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (76)

66 Bileşiđi (3.10 g, 0.01 mol) ađzı kapalı bir balonda 2N NaOH (10 ml) de çözüldü. Bunun üzerine magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak dimetil sulfat (1.51 ml, 0.016 mol) damla damla ilave edildi. Karışım oda sıcaklığında 3 saat karıştırıldı. Çöken ham ürün süzülüp sođuk su ile yıkandı ve desikatörde kurutularak etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geöen kristaller (2.30 g, % 65.34 verim) aynı çözücüden birkaç kez daha kristallendirilerek saflaştırıldıktan sonra vakumda kurutuldu ve 76 bileşiđi olarak tanımlandı.

E. n : 151 °C

IR (KBr) Ek Şekil 28	: Tablo 11
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 29	: Tablo 11
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 30	: Tablo 11
UV (Etanol % 95) Ek Şekil 40	: Tablo 11

3. BULGULAR

Bu çalışmada, birçok bileşiğinin biyolojik aktivite gösterdiği bilinen Schiff bazları ve türevlerinin sentezi gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla 15'i literatürde kayıtlı ve 10'ü yeni bileşikler olmak üzere toplam 25 bileşiğin sentezi gerçekleştirilmiştir. Sentezi yapılan yeni bileşiklerin yapılarını aydınlatmak için IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve UV spektrumları alınmış ve bu spektrumlarda gözlenen veriler değerlendirilerek tablolar halinde verilmiştir.

Çalışmada sentezlenen yeni bileşiklerin IR spektrumları KBr tabletleri halinde, ¹H NMR spektrumları ise DMSO-d₆ da alınmıştır. ¹H NMR spektrumlarında δ 2,40 ppm civarında DMSO-d₆ dan, δ 3,40 ppm civarında DMSO-d₆ nun içerdiği sudan ileri gelen karakteristik pikler gözlenmiştir. ¹³C NMR spektrumlarında ise δ 40 ppm civarında DMSO-d₆ dan ileri gelen karakteristik pikler gözlenmiştir. Sentezlenen yeni bileşiklerin ayrıca UV spektrumları da % 95 lik etanol içinde alınmış ve gözlenen λ_{max} değerleri belirlenerek karşın olan ε_{max} değerleri hesaplanmıştır.

Elde edilen yeni bileşiklere ait IR, NMR ve UV spektral verileri tablolar halinde aşağıda verilmiştir.

Tablo 2. 65 Bileşiğinin IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve UV Verileri

IR (KBr) Ek Şekil 1	3440, 3150, 3050 (OH, NH) cm ⁻¹ 1710 (C=O) cm ⁻¹ 1610, 1580 (C=N) cm ⁻¹	
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 2	δ 2,25 (s, 3H, CH ₃) δ 6,84 (d, 1H, aromatik H) J=8.24 Hz δ 7,10 (d, 1H, aromatik H) J=8.20 Hz δ 7,30 (s, 1H, aromatik H)	δ 9,45 (s, 2H, CH, OH) δ 9,73 (s, 1H, OH) δ 11,78 (s, 1H, NH)
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 3	δ 11,11 (Alifatik C) δ 112,79 (Aromatik C) δ 115,54 (Aromatik C) δ 121,76 (Aromatik C) δ 124,66 (Aromatik C)	δ 144,09 (Aromatik C) δ 145,72 (Aromatik C) δ 149,20 (Triazol C ₃) δ 151,30 (N=CH) δ 154,81 (Triazol-C ₅)
UV (Etanol % 95) λ _{max} (ε) Ek Şekil 31	322 (20086) nm; 237 (12086) nm; 214 (16623) nm	

Tablo 3. 66 Bileşiminin IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve UV Verileri

IR (KBr) Ek Şekil 4	3585, 3196 (OH, NH) cm ⁻¹ 1715 (C=O) cm ⁻¹ 1595, 1580 (C=N) cm ⁻¹ 768, 700 (monosubstitue aromatik halka) cm ⁻¹	
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 5	δ 4,02 (s, 2H, CH ₂) δ 6,83 (d, 1H, ar. H) J=8.00 Hz δ 7,03-7,08 (m, 1H, aromatik H) δ 7,20-7,34 (m, 6H, ar. H)	δ 9,43 (s, 2H, CH, OH) δ 9,52 (s, 1H, OH) δ 11,93 (s, 1H, NH)
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 6	δ 30,00 (Alifatik C) δ 112,83 (Aromatik C) δ 115,52 (Aromatik C) δ 121,77 (Aromatik C) δ 124,64 (Aromatik C) δ 126,64 (Aromatik C) δ 128,38 (Aromatik 2C)	δ 128,75 (Aromatik 2C) δ 135,77 (Aromatik C) δ 145,72 (Aromatik C) δ 146,07 (Aromatik C) δ 149,24 (Triazol C ₃) δ 151,26 (N=CH) δ 154,51 (Triazol-C ₅)
UV (Etanol % 95) λ _{max} (ε) Ek Şekil 32	323 (14783) nm; 213 (16556) nm	

Tablo 4. 67 Bileşiminin IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve UV Verileri

IR (KBr) Ek Şekil 7	3455, 3350, 3100 (OH, NH) cm ⁻¹ 1700 (C=O) cm ⁻¹ 1610, 1580 (C=N) cm ⁻¹ 800 (1,4-disubstitue aromatik halka) cm ⁻¹	
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 8	δ 2,24 (s, 3H, CH ₃) δ 3,95 (s, 2H, CH ₂) δ 6,82 (d, 1H, ar. H) J=8.00 Hz δ 7,02-7,27 (m, 6H, arom. H)	δ 9,41 (s, 2H, CH, OH) δ 9,72 (s, 1H, OH) δ 11,90 (s, 1H, NH)
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 9	δ 20,51 (Alifatik C) δ 30,59 (Alifatik C) δ 112,79 (Aromatik C) δ 115,49 (Aromatik C) δ 121,74 (Aromatik C) δ 124,63 (Aromatik C) δ 128,59 (Aromatik C) δ 128,92 (Aromatik 2C)	δ 132,64 (Aromatik 2C) δ 135,66 (Aromatik C) δ 145,70 (Aromatik C) δ 146,19 (Aromatik C) δ 149,20 (Triazol C ₃) δ 151,25 (N=CH) δ 154,41 (Triazol-C ₅)
UV (Etanol % 95) λ _{max} (ε) Ek Şekil 33	320 (11813) nm; 213 (15767) nm	

Tablo 5. 68 Bileşinin IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve UV Verileri

IR (KBr) Ek Şekil 10	3536, 3150 (OH, NH) cm ⁻¹ 1715 (C=O) cm ⁻¹ 1590, 1580 (C=N) cm ⁻¹ 805 (1,4-disubstitue aromatik halka) cm ⁻¹	
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 11	δ 4,02 (s, 2H, CH ₂) δ 6,82 (d, 1H, ar. H) J=7.80 Hz δ 7,04 (d, 1H, ar. H) J=7.60 Hz δ 7,25-7,37 (m, 5H, ar. H)	δ 9,42 (s, 2H, CH, OH) δ 9,75 (s, 1H, OH) δ 11,95 (s, 1H, NH)
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 12	δ 30,35 (Alifatik C) δ 112,86 (Aromatik C) δ 115,53 (Aromatik C) δ 121,75 (Aromatik C) δ 124,57 (Aromatik C) δ 128,59 (Aromatik 2C) δ 130,69 (Aromatik 2C)	δ 131,31 (Aromatik C) δ 134,72 (Aromatik C) δ 145,71 (Aromatik 2C) δ 149,25 (Triazol C ₃) δ 151,240 (N=CH) δ 154,57 (Triazol-C ₅)
UV (Etanol % 95) λ _{max} (ε) Ek Şekil 34	323 (15663) nm; 217 (20945) nm	

Tablo 6. 69 Bileşinin IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve UV Verileri

IR (KBr) Ek Şekil 13	3427, 3232 (OH, NH) cm ⁻¹ 1700 (C=O) cm ⁻¹ 1610, 1590 (C=N) cm ⁻¹ 765, 700 (monosubstitue aromatik halka) cm ⁻¹	
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 14	δ 6,84 (d, 1H, ar. H) J=8.00 Hz δ 7,09 (d, 1H, ar. H) J=7.60 Hz δ 7,26 (s, 1H, aromatik H) δ 7,53 (s, 3H, aromatik H)	δ 7,89 (s, 2H, ar. H) δ 9,3 (s, 1H, CH) δ 9,52 (s, 1H, OH) δ 12,32 (s, 1H, NH)
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 15	δ 112,84 (Aromatik C) δ 115,57 (Aromatik C) δ 122,20 (Aromatik C) δ 124,40 (Aromatik C) δ 126,73 (Aromatik C) δ 127,68 (Aromatik 2C) δ 128,44 (Aromatik 2C)	δ 129,92 (Aromatik C) δ 144,35 (Aromatik C) δ 145,76 (Aromatik C) δ 149,50 (Triazol C ₃) δ 151,39 (N=CH) δ 158,00 (Triazol-C ₅)
UV (Etanol % 95) λ _{max} (ε) Ek Şekil 35	326 (17811) nm; 282 (13297) nm; 239 (18564) nm; 216 (20366) nm	

Tablo 7. 71 Bileşiminin IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve UV Verileri

IR (KBr) Ek Şekil 16	1780, 1760, 1705 (C=O) cm ⁻¹ 1630, 1610 (C=N) cm ⁻¹	
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 17	δ 2,32 (s, 9H, 3CH ₃) δ 2,49 (s, 3H, CH ₃) δ 7,42-7,47 (m, 1H, arom. H)	δ 7,80-7,83 (m, 2H, ar. H) δ 9,61 (s, 1H, CH)
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 18	δ 11,13 (Alifatik C) δ 20,28 (Alifatik 2C) δ 23,39 (Alifatik C) δ 122,25 (Aromatik C) δ 124,25 (Aromatik C) δ 126,90 (Aromatik C) δ 131,69 (Aromatik 2C) δ 142,46 (Aromatik C)	δ 144,59 (Aromatik C) δ 146,63 (Triazol C ₃) δ 147,73 (N=CH) δ 153,74 (Triazol-C ₅) δ 165,959 (C=O) δ 167,96 (C=O) δ 168,14 (C=O)
UV (Etanol % 95) λ _{max} (ε) Ek Şekil 36	293 (17500) nm; 254 (18738) nm; 216 (21784) nm	

Tablo 8. 72 Bileşiminin IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve UV Verileri

IR (KBr) Ek Şekil 19	1780, 1760, 1700 (C=O) cm ⁻¹ 1610, 1590 (C=N) cm ⁻¹ 770, 715 (monosubstitue aromatik halka) cm ⁻¹	
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 20	δ 2,23 (s, 6H, 2CH ₃) δ 2,40 (s, 3H, CH ₃) δ 4,06 (s, 2H, CH ₂)	δ 7,26 (m, 6H, aromatik H) δ 7,68 (s, 2H, aromatik H) δ 9,55 (s, 1H, CH)
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 21	δ 20,26 (Alifatik 2C) δ 23,48 (Alifatik C) δ 30,92 (Alifatik C) δ 122,34 (Aromatik C) δ 124,35 (Aromatik C) δ 126,81 (Aromatik C) δ 126,88 (Aromatik C) δ 128,42 (Aromatik 2C) δ 128,93 (Aromatik 2C) δ 131,68 (Aromatik C)	δ 134,56 (Aromatik C) δ 142,39 (Aromatik C) δ 144,53 (Aromatik C) δ 147,89 (Triazol C ₃) δ 148,21 (N=CH) δ 153,26 (Triazol-C ₅) δ 165,90 (C=O) δ 167,98 (C=O) δ 168,10 (C=O)
UV (Etanol % 95) λ _{max} (ε) Ek Şekil 37	295 (17296) nm; 254 (18252) nm; 217 (23879) nm	

Tablo 9. 73 Bileşiminin IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve UV Verileri

IR (KBr) Ek Şekil 22	1780, 1760, 1700 (C=O) cm ⁻¹ 1610, 1590 (C=N) cm ⁻¹ 810 (1,4-disubstitue aromatik halka) cm ⁻¹	
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 23	δ 2,32 (s, 6H, 2CH ₃) δ 2,50 (s, 3H, CH ₃) δ 4,17 (s, 2H, CH ₂)	δ 7,42 (d, 5H, ar. H) J=10.6 Hz δ 7,76 (d, 2H, ar. H) J=9.40 Hz δ 9,58 (s, 1H, CH)
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 24	δ 20,29 (Alifatik 2C) δ 23,48 (Alifatik C) δ 30,92 (Alifatik C) δ 122,36 (Aromatik C) δ 124,38 (Aromatik C) δ 126,82 (Aromatik C) δ 128,34 (Aromatik 3C) δ 130,90 (Aromatik 3C) δ 131,85 (Aromatik C)	δ 133,95 (Aromatik C) δ 142,35 (Aromatik C) δ 144,55 (Triazol C ₃). δ 148,20 (N=CH) δ 153,24 (Triazol-C ₅) δ 165,90 (C=O) δ 167,98 (C=O) δ 168,10 (C=O)
UV (Etanol % 95) λ _{max} (ε) Ek Şekil 38	295 (8846) nm; 257 (9186) nm; 219 (17571) nm	

Tablo 10. 75 Bileşiminin IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve UV Verileri

IR (KBr) Ek Şekil 25	1710 (C=O) cm ⁻¹ 1600, 1580 (C=N) cm ⁻¹	
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 26	δ 2,19 (s, 3H, CH ₃) δ 3,22 (s, 3H, CH ₃) δ 3,80 (s, 6H, 2CH ₃)	δ 6,96 (d, 1H, ar. H) J=8.00 Hz δ 7,25-7,35 (m, 2H, arom. H) δ 9,45 (s, 1H, CH)
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 27	δ 10,83 (Alifatik C) δ 31,70 (Alifatik C) δ 55,35 (Alifatik C) δ 55,52 (Alifatik C) δ 108,73 (Aromatik C) δ 111,37 (Aromatik C) δ 122,76 (Aromatik C)	δ 125,75 (Aromatik C) δ 142,66 (Aromatik C) δ 148,95 (Aromatik C) δ 149,35 (Triazol C ₃) δ 151,72 (N=CH) δ 154,31 (Triazol-C ₅)
UV (Etanol % 95) λ _{max} (ε) Ek Şekil 39	315 (21065) nm; 235 (15144) nm; 215 (17657) nm	

Tablo 11. 76 Bileşiminin IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve UV Verileri

IR (KBr) Ek Şekil 28	1715 (C=O) cm ⁻¹ 1610, 1580 (C=N) cm ⁻¹ 760, 720 (monosubstitue aromatik halka) cm ⁻¹	
¹ H NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 29	δ 3,22 (s, 3H, CH ₃) δ 3,82 (s, 6H, 2CH ₃) δ 4,07 (s, 2H, CH ₂)	δ 7,05 (d, 1H, ar. H) J=7.80 Hz δ 7,34 (s, 7H, aromatik H) δ 9,54 (s, 1H, CH)
¹³ C NMR (DMSO-d ₆) Ek Şekil 30	δ 30,97 (Alifatik C) δ 31,83 (Alifatik C) δ 55,31 (Alifatik C) δ 55,51 (Alifatik C) δ 108,18 (Aromatik C) δ 111,29 (Aromatik C) δ 123,03 (Aromatik C) δ 125,78 (Aromatik C) δ 126,66 (Aromatik C)	δ 128,37 (Aromatik 2C) δ 128,72 (Aromatik 2C) δ 135,64 (Aromatik C) δ 144,56 (Aromatik C) δ 148,93 (Aromatik C) δ 149,45 (Triazol C ₃) δ 151,70 (N=CH) δ 153,46 (Triazol-C ₃)
UV (Etanol % 95) λ _{max} (ε) Ek Şekil 40	318 (34597) nm; 216 (25068) nm	

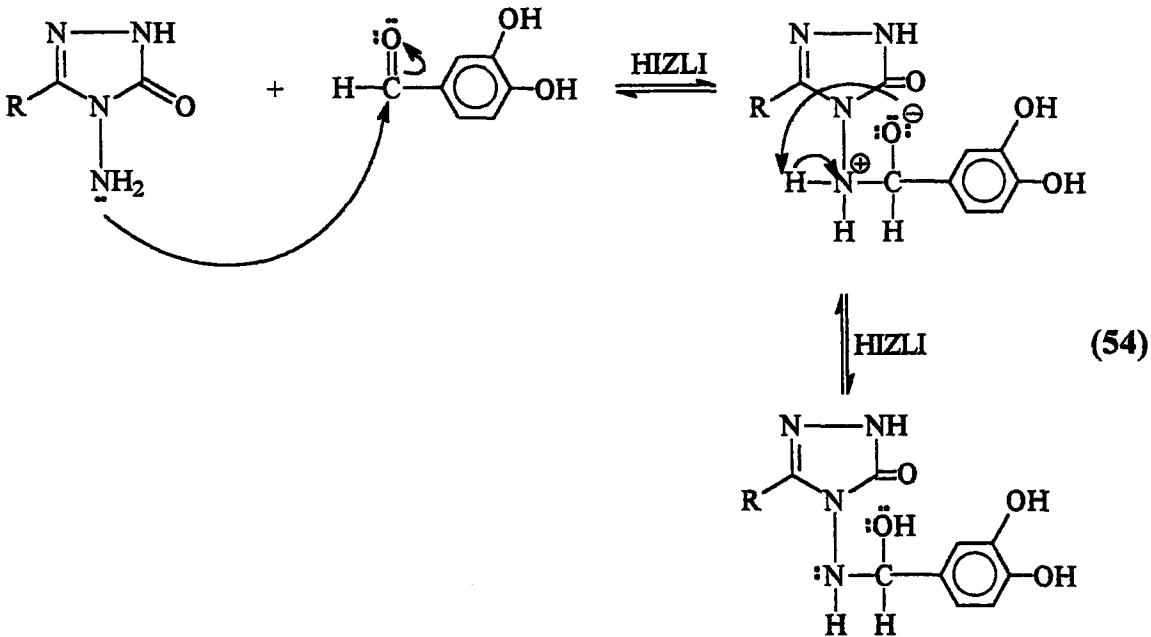
4. TARTIŞMA

Aldehidlerin (özellikle aromatik aldehidlerin) 1° aminler ile reaksiyonundan karakteristik nitelikte Schiff Bazları olarak da adlandırılan iminlerin oluştuğu bilinmektedir [61, 62]. Bu reaksiyonun 1,2,4-triazol halka azotuna bağlı -NH₂ grupları için de karakteristik olduğu ve karşın olan Schiff Bazlarının oluştuğu bildirilmiştir [15, 53, 54, 57].

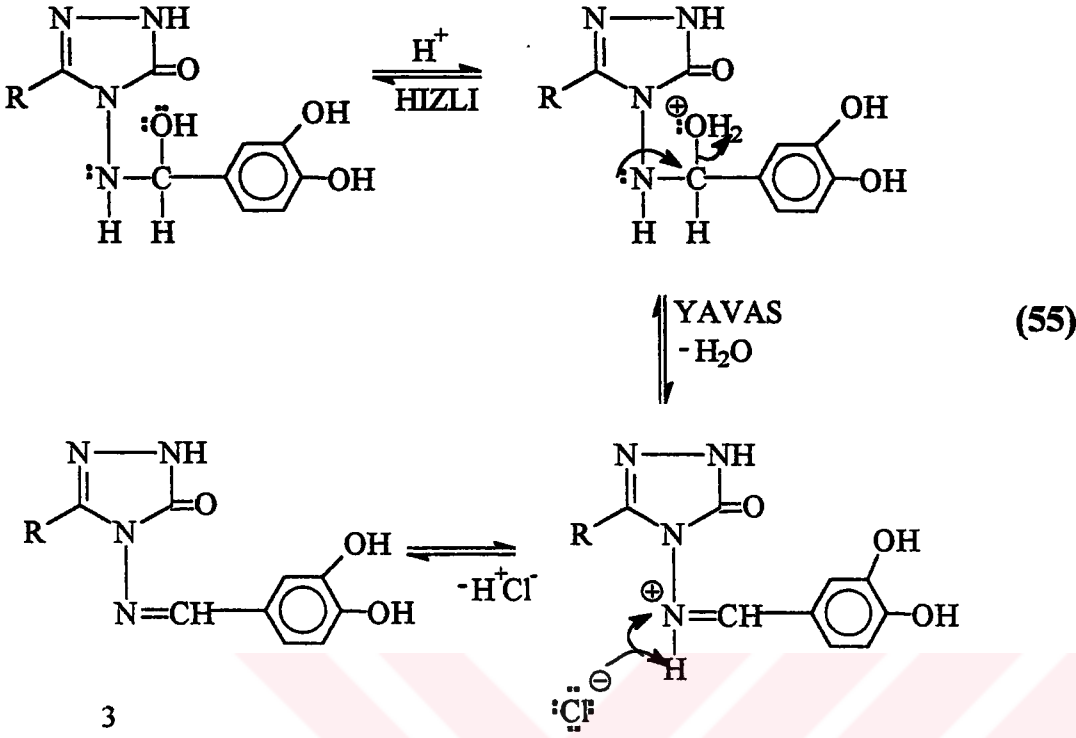
Bu çalışmada da 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşiklerinin 3,4-dihidroksibenzaldehid ile reaksiyonları incelenerek 3 tipi 5 yeni potansiyel biyolojik aktif 3-alkil(aril)-4-(3',4'-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiği elde edilmiştir.

Aldehidlerin primer aminlerle iminleri oluşturduğu reaksiyonun asidik ortamda daha kolay olduğu bilinmektedir [61, 62]. İncelenen reaksiyonun muhtemel mekanizması 2 basamağı içerir. Birinci basamakta heterohalka azotuna bağlı amino grubunun azotu aldehidin karbonil karbonuna nükleofilik olarak saldırır. İkinci basamakta ise oluşan katılma ürününden su kaybı ile Schiff Bazı oluşumu gerçekleşir [61,63] (Denklem 54 ve 55).

1. Basamak; karbonil grubuna nükleofilik katılma:



2. Basamak; Eliminasyon



Aktif hidrojen atomarı içeren bileşiklerin (oksijen, azot veya kükürt atomuna bağlı hidrojen taşıyan alkol, fenol, 1° veya 2° aminler, tiyol gibi) asetillendirme reaksiyonları uzun yıllardır bilinmektedir [61, 70].

Çalışmada sentezlenen 3 tipi 3-alkil(aril)-4-(3,4-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinde aktif hidrojen atomlarını içeren üç pozisyon mevcuttur. Bunlar; 1,2,4-triazol halkasının 1 pozisyonundaki azot atomu ile 3,4-dihidroksibenzilidenamino kısmında yer alan 3 ve 4 pozisyonlarındaki -OH gruplarıdır. Asetillendirme reaktifi olarak asetik anhidrid kullanılarak 3 tipi bileşiklerden olan 65, 66 ve 68 bileşiklerinin asetillendirme reaksiyonları gerçekleştirilmiştir. Asetillendirme reaksiyonu sonucunda aktif hidrojen atomlarını taşıyan bu üç pozisyonda asetillenerek N-asetil ve O-asetil türevleri olan 71, 72 ve 73 bileşikleri elde edilmiştir.

Çalışmada ayrıca 3 tipi 65 ve 66 bileşiklerinin NaOH'li ortamda $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$ ile reaksiyonları da incelenmiştir. Bu reaksiyonlar sonucunda da 3 tipi Schiff Bazında aktif hidrojen taşıyan üç pozisyonunda metillendirilmesi sonucu N-metil ve O-dimetillendirme ürünleri olan 75 ve 76 bileşikleri sentezlenmiştir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

“Bazı 3-alkil(aril)-4-(3',4'-dihidroksibenzildenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiklerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi” başlıklı bu çalışmada öncelikle 3 tipi bileşiklerin sentezinde gerekli olan 1 tipi bileşikler, literatürde kayıtlı yöntemlerin uygulanması ile sentezlenmiştir. Bu çalışmayı 3 tipi bileşiklerin sentezi izlemiştir ve çalışmanın son kısmında ise 3 tipi bileşiklerden bazılarının asetillendirme ve metillendirme reaksiyonları incelenmiştir. Böylece toplam 10 bileşiğin sentezi gerçekleştirilmiştir. Sentezi yapılan yeni bileşiklerin IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve UV spektrumları alınarak karakteristik pikler yorumlanmış ve sonuçlar tablolar halinde verilmiştir.

Çalışmada yeni bileşiklerin sentezi ile organik kimya literatürüne katkı sağlanmıştır. Aynı zamanda bu çalışmada sentezi gerçekleştirilen yeni bileşiklere benzer bileşiklerin biyolojik aktivite incelemelerinde oldukça iyi sonuçlar alındığı literatürde belirtilmiştir [4, 9-11, 15, 43, 65]. Bunun sonucunda çalışmada sentezi gerçekleştirilen yeni bileşiklerinde biyolojik aktivite incelemeleri önerilmekte ve daha ileri bir çalışma olarak planlanmaktadır.

6. KAYNAKLAR

1. Clemense, F., Joliveau-Maushart, C., Meier, I., Cerede, J., Delevallee, F., Benzoni, J. ve Deroedt, R., Synthese und Alangetische Aktivitat von 1,2,4-Triazolen, Eur. J. Med. Chem.-Ther., 20 (1985) 257-266.
2. Amine, F., El – Zalfally, S., Khalifa, M., Synthesis of Certain New 4-Acylamino-s-triazoles for Pharmacological Study, Pharmazie, 32 (1977) 538-540.
3. Wade, P. C., Vogt, B. R., Kissick, T. P., Simpkins, L. M., Palmer, D. M., Millonig, R. C., 1-Acyltriazoles as Antiinflammatory Agents, J. Med. Chem., 25 (1982) 331-333.
4. İkizler, A., Gümüş, F., Özden, S., Abbasoğlu, U., Biological Activities of Some 1,2,4-Triazoles and 1,2,4-Triazolin-5-ones, Pharmazie, 44 (1989) 506-507.
5. İkizler, A. A., Kahveci, B., Johansson, B., Çelik, C. ve Yüksek, H., A Study on Ester Thiosemicarbazones, Acta Polon. Pharm.-Drug Res., 54 (1997) 307-312.
6. Gupta, A. K., Bhargava, K. P., Some Triazole Analogs as Antiinflammatory Agents. Pharmazie, 33 (1978) 430-431.
7. Malbec, F., Milcent, R., Vicart, R., Bure, A. M. Synthesis of New Derivatives of 4-Amino-2,4-Dihydro-1,2,4-Triazol-3-One as Potential Antibacterial Agents. J. Heterocycl. Chem., 21 (1984) 1769-1774.
8. Milcent, R., Vicart, P., Synthese et Activite Antibacterienne D'amino-4-Triazol-1,2,4-Ones, 5-Substituees. Eur. J. Med. Chem.-Chim. Ther., 18 (1983) 215-220.
9. Doğan, N., İkizler, A., Johansson, C. B., İkizler, A. A., Synthesis and Antibacterial Activities of Some New Arenesulfonamides and Urea Derivatives, Acta Pol. Pharm., 53 (1996) 277-281.
10. Demirbaş, A., Johansson, C. B., Duman, N. ve İkizler, A. A., Synthesis and Biological Activities of Some New 4,5-Dihydro-1H-1,2,4-Triazol-5-Ones, Acta Polon. Pharm.-Drug Res., 53 (1996) 117-121.
11. Yüksek, H., Demirbaş, H., İkizker, A., Johansson, C. B., Çelik, C., İkizler, A. A., Synthesis and Antibacterial Activities of Some 4,5-Dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, Arzneim-forsch/Drug Res., 47 (1997) 405-409.
12. Dash, B., Mahapatra, P. K., Pand, D. ve Pattnaik, J. M., Fungicidal Activities and Mass Spectral Studies of Some Schiff Bases Derived from p-Hydroxybenzaldehyde and Their Derivatives, J. Indian Chem. Soc., 61 (1984) 1061-1064.

13. Dash, B., Patra. M. ve Mahapatra, P. K., Some New Schiff Base Derivatives Derived from Vanillin as Possible Fungicides, J. Indian Chem. Soc., 60 (1983) 772-774.
14. Emilsson, H., Selander, H., Gaarder, J., Synthesis and Antihypertensive Activity of Some 3-Amino-4-(aryldenamino)-4-H-1,2,4-Triazoles, Eur. J. Med. Chem.-Chim. Ther., 20 (1985) 333-337.
15. İkizler, A. A., Uçar, F., Yüksek, H., Aytin, A., Yaşa, I., Gezer, T., Synthesis and Antifungal Activity of Some New Arylidenamino Compounds, Acta. Polon. Pharm.-Drug Res., 54 (1997) 135-140.
16. Roger, R., Neilson, O.G., The Chemistry of Imidates, Chem. Rev., 61 (1961) 179-211.
17. Pinner, A., Die Imidoather und Ihre Derivate, 1. Auflage, Oppenheim, Berlin, 1892.
18. Sykes, P., A Guidebook to Mechanizm in Organic Chemistry, Fourth Edition, Great Britain, 1977.
19. Ün, R., İkizler, A., Preparations of Aliphatic Amide Carbethoxyhydrazones, Aliphatic Amide Carbonylhydrazones, Aliphatic Ester Carbethoxyhydrazones and the Corresponding 3-Alkyl- and 3,4-Dialkyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta Turc., 3 (1975) 113-132.
20. Ün, R., İkizler, A. A., Preparations of Aromatic Amide Carbetoxy-hydrazones, Aromatic Amide Carbonylhydrazones and Related 3-Aryl- Δ^2 -1,2,4-Triazoline-5-ones, Chim. Acta Turc., 3 (1975) 1-22.
21. İkizler, A., İkizler, A. A., Yüksek, H., Adipik Asit Dihidrazin Bazı İminoesterler İle Reaksiyonu, Doğa TU Kim. O. C., 13 (1989) 7-12.
22. İkizler, A. A., İkizler, A., Yüksek, H., Bahçeci, Ş., Sancak, K., Synthesis of Some tert-Buthoxyhydrazones and Related 4,5-Dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, Tr. J. of Some Chemistry, 18 (1994) 51-56.
23. İkizler, A., İkizler, A. A., Yüksek, H., Bahçeci, Ş., ^1H NMR Spectra of Some Ditrizolylsalkanes, Monatsh. Chem., 123 (1992) 191-198.
24. Pesson, M., Dupin, S., Antoine, M., Emploi de l'hydrazinocarbonate D'ethyle Pour la Synthèse des Hydroxy-3 Triazoles-1,2,4, Bull. Soc. Chim. France, (1962) 1364-1371.
25. Petersen, S., Tietze, E., Reaktionen Cyclischer Lactimather mit Acyliester Hydrazin Derivaten, Chem. Ber., 90 (1957) 909-921.
26. Browne, E. J., Polya, J. B., Triazoles, Past VII, J. Chem. Soc., /1962) 5149-5152.

27. İkizler, A., Bazı 1,2,4-Triazol Türevlerinin Sentezi, Doğa Bilim Dergisi, Temel Bil., 7 (1983) 31-36.
28. Ayça, E., İkizler, A. A., Aslan, R., Preparations and Some Reactions of Aromatic Ester Thiosemicarbazones, Chim. Acta Turc., 12 (1984) 305-314.
29. Ayça, E., İkizler, A. A., Serdar, M., Preparation of 3-Alkyl(Aryl)-4-aryl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta Turc., 9 (1981) 99-108.
30. İkizler, A. A., Serdar, M., Uzunismail, N., Bazı 1,2,4-Triazolin-5-on Türevlerinin Elde Edilmesi, Doğa TU Kim. D. C., 12 (1988) 271-275.
31. İkizler, A. A., 3-Substitue-4-amino- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-on'ların Ester Karbetoksi Hidrazon'lardan Elde Edilmeleri ve Reaksiyonlarının İncelenmesi, Doçentlik Tezi, İstanbul Üniversitesi, Kimya Fakültesi, İstanbul, 1975.
32. İkizler, A. A., Ün, R., Reactions of Ester Ethoxycarbonylhydrazones with Some Amine Type Compounds, Chim. Acta Turc., 7 (1979) 269-290.
33. Ayça, E., İkizler, A. A., Serdar, M., Preparation of 3-Alkyl(Aryl)-4-Alkylamino(Arylamino)- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta Turc., 9 (1981) 381-388.
34. Milcent, R., Redeuilh, C., Synthese d'amino-4 aryl-3 triazol-1,2,4 ones-5, J. Heterocycl. Chem., 16(1979) 403-407.
35. İkizler, A. A., İkizler, A. ve Yüksek, H., ^1H NMR Spectra of Some 4,5-Dihydro-1,2,4-Triazol-5-Ones, Magn. Reson. Chem., 31 (1993) 1088-1094.
36. Stollé, R., Über Führung von Hydrazinabkommelingen, J. Prakt. Chem. [2], 75 (1907) 416-432.
37. Kröger, C. F., Hummel, L., Mutscher, M., Beyer, H., Synthesen und Reaktionen von 4-Amino-1,2,4-triazolonen-(5), Chem. Ber., 98 (1965) 3025-3033.
38. İkizler, A. A., İkizler, A., Yüksek, H., ^1H -NMR Spectra of Some 4,5-Dihydro-1,2,4-triazol-5-ones, Magn. Reson. Chem., 31 (1993) 1088-1094.
39. Yüksek, H., 3-Alkil (Ari) - 4-amino-4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on'ların Bazı Reaksiyonlarının İncelenmesi, Doktora Tezi, KTÜ. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1992.
40. İkizler, A. A., Yüksek, H., Acetylation of 4-Amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, Org. Prep. Proced. Int., 25 (1993) 99-104.
41. Karabacak, E., 3-m-Klorobenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on ve Bazı Türevlerinin Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, KTÜ. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1998.

42. Karabacak, M., 3-p-Metoksi-4-Amino-4,5-Dihidro-1H-1,2,4-Triazol-5-On Üzerine Bir Çalışma, Yüksek Lisans Tezi, KTÜ,, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1998.
43. İkizler, A. A., Demirbaş, A., Johansson, C. B., Çelik, C., Serdar, M., Yüksek, H., Synthesis and Biological Activities of Some 4,5-Dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one Derivatives, Acta Polon. Pharm. –Drug Res., 55 (1998) 117-123.
44. İkizler, A. A., Yüksek, H., Synthesis of Some N,N'-Linked Biheteroaryles, Doğa Tr. J. of Chemistry, 17 (1993) 150-153.
45. İkizler, A. A., Yüksek, H., Reaction of 4-Amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones with 2,5-Dimetoxytetrahydrofuran, Collect. Czech. Chem. Commun., 59 (1994) 731-735.
46. İkizler, A. A., Yüksek, H., A Study on 4,5-Dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, Revue Roumanie de Chimie, 41 (1996) 585-590.
47. Bahçeci, Ş., Bazı Biheteroaril Bileşiklerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1994.
48. Yüksek, H., İkizler, A. A., Synthesis of 4-Succinimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, Tr. J. of Chemistry, 18 (1994) 57-61.
49. İkizler, A., Bahçeci, Ş., İkizler, A. A., Synthesis of New 4,5-Dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, Indian J. Chem., Sect. B, 35 (1996) 137-140.
50. İkizler, A., Bahçeci, Ş., İkizler, A. A., Synthesis of Some New N,N'-Linked Biheteroaryls, Polish J. Chem., 69 (1995) 1492-1502.
51. Doğan, N., Bazı 4,5-Dihidro-1H-1,2,4-Triazol-5-on Türevlerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1995.
52. Alkan, M., Bazı Potansiyel Biyolojik Aktif 3,4-Disubstitue-4,5-Dihidro-1H-1,2,4-Triazol-5-On Bileşiklerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, KTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 2001.
53. İkizler, A. A., İkizler A., Yıldırım, N., Synthesis of Some Benzyliden-amino Compounds, Monatsh. Chem., 122 (1991) 557-563.
54. İkizler, A. A., Yıldırım, N., Yüksek, H., Synthesis of Some Aryliden-amino Compounds, Modelling, Measurement & Control C, 54 (1996) 21-30.
55. Bekar, M., Bazı 4-Arilidenamino-4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on'ların Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1996.

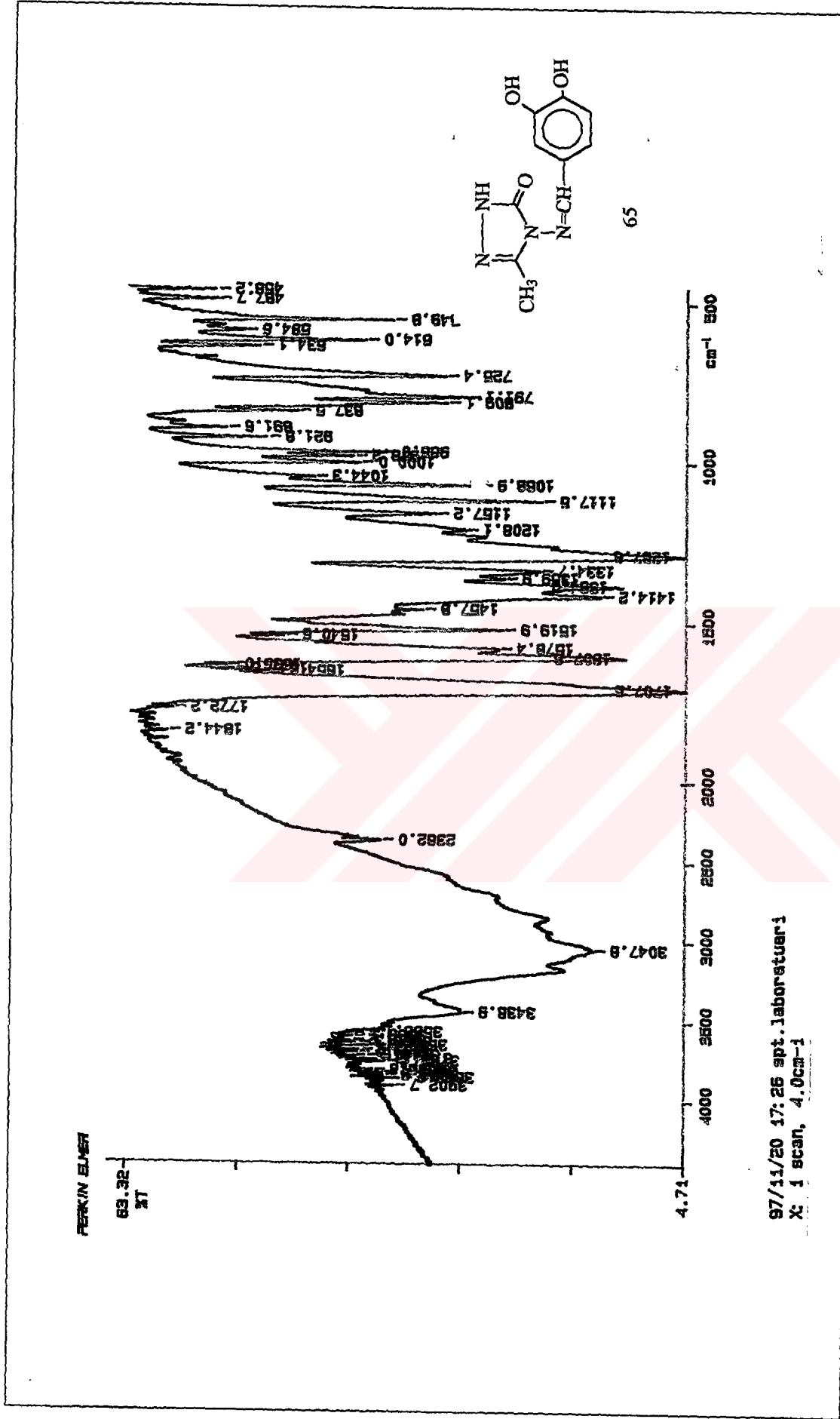
56. Aksoy, M., Bazı 3,4-Disubstitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiklerinin N-Asetil Türevlerinin Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1997.
57. Ermiş, B., Bazı İmino Triazollerden Arilidenamino Türevlerinin Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1996.
58. Mutlu, T., Bazı 4,5-Dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Türevlerinin Asetik Anhidrid ile Reaksiyonları, Yüksek Lisans Tezi, K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1998.
59. Özmen, H., Bazı Yeni Potansiyel Biyolojik Aktif Schiff Bazlarının Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, KTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1998.
60. Yüksek, H., Özmen, H., İkizler, A. A., Bazı 3-Alkil-4-Benzilidenamino-4,5-Dihidro-1H-1,2,4-Triazol-5-On Türevlerinin Sentezi, Kimya 97, XI. Ulusal Kimya Kongresi, Haziran 1997, Van, Kongre Özetler Kitabı, 571.
61. İkizler, A. A., Organik Kimyaya Giriş, Dördüncü Baskı, K.T.Ü. Basımevi, Trabzon, 1996.
62. Fessenden, R. J., Fessenden, J. S., Organic Chemistry, Third Edition, Brooks, Cole Publishing Company, California, 1986.
63. Ternary, A. L., Contemporary Organic Chemistry, Second Edition, W. B. Saunders, Company, Philadelphia, 1979.
64. Ishihara, K., Kubota, M., Kurihara, H., Yamamoto, H., Sandium Trifluoromethanesulfonate as an Extremely Active Acylation Catalyst, J. Am. Chem. Soc., 117 (1995) 4413-4414.
65. Choi, S. Y., Lee, S. G., Yoon, Y. T., Kim, K. W., Synthesis of N-Acylsaccharins and N-(Saccharinylmethyl) Aliphatic Carboxylates, J. Heterocycl. Chem., 26 (1989) 1073-1076.
66. Schenone, S., Bruno, O., Ranise, A., Bondavalli, F., Filippelli, W., Rossi, F., Falcone, G., Synthesis and Antiinflammatory Activity of Esters Derived from 5-Aryl-1,2-dihydro-2-(2-hydroxyethyl)-3H-1,2,4-triazole-3-thiones, Farmaco, 53 (1998) 590-593.
67. Boans, G. J., Castle, G. H., Clase, J. A., Grice, P., Ley, S. V., Pinel, C., Selective Acylation Reactions of Diols Using Dibutyltin Dimethoxide, Synlett, 12 (1993) 913-914.
68. Yurubov, N. N., Acylation of Phenols with γ -Chlorobutyryl Chloride and Transformation of the Reaction Products, Izv. Akad. Nauk. Ser. Khim., 4 (1996) 1023-1025.
69. Dsa, B. A., Verkade, T. G., Superbase-Promoted Acylation of Hindered Alcohols, J. Org. Chem., 61 (1996) 2963-2966.

70. Finar, I. L., *Organic Chemistry, Volume 1, Sixty Edition, Longman, England, 1994.*

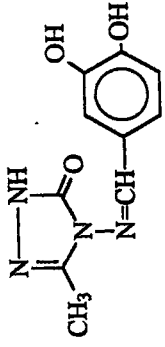


7. EKLER





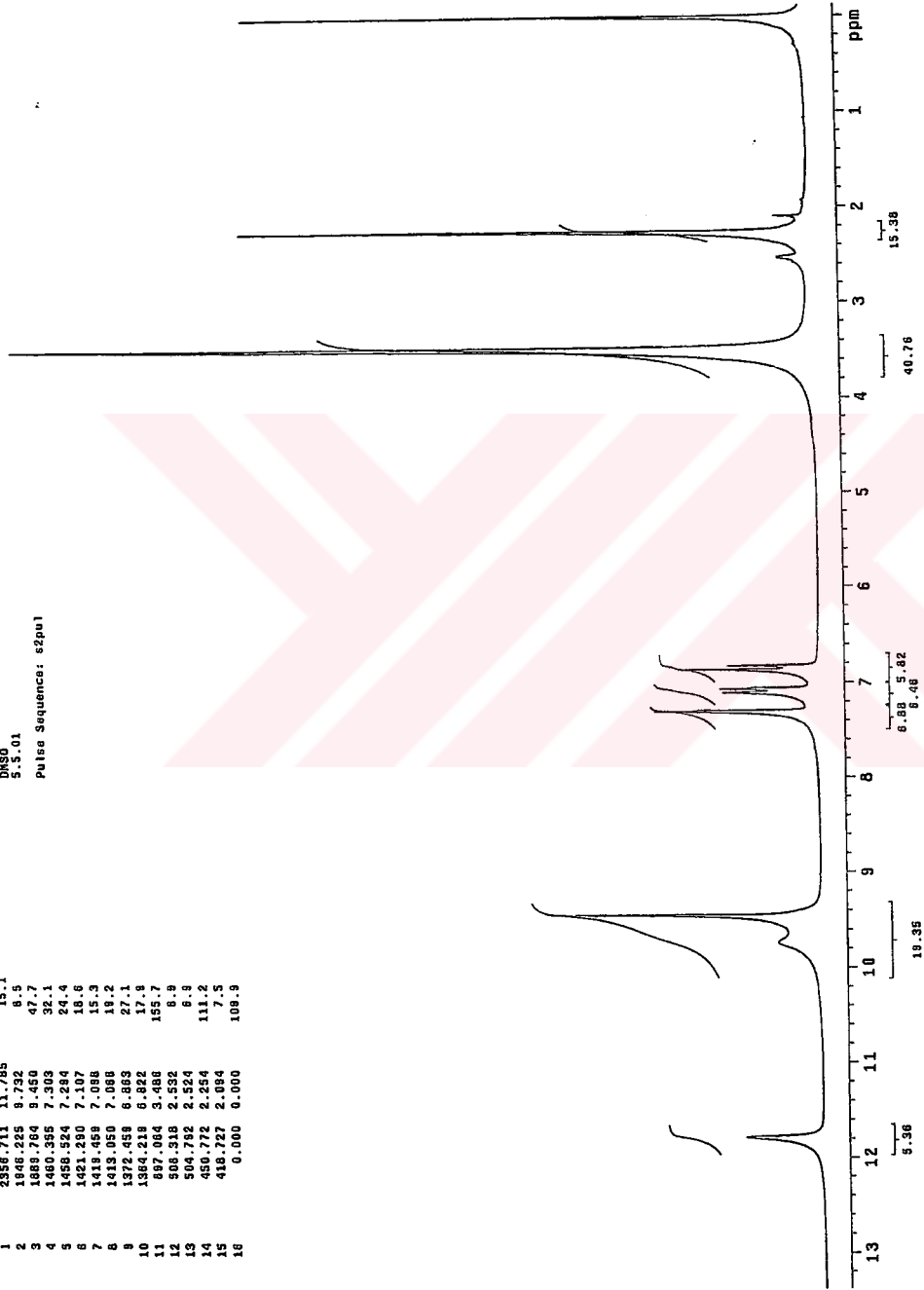
Ek Şekil 1. 65 Bileşiğinin IR Spektrumu



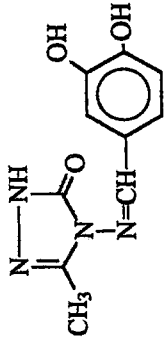
65

HR1
DMSO
2.55.01
Pulse Sequence: e2pu1

INDEX	FREQUENCY	PPM	HEIGHT
1	2386.745	11.785	15.1
2	1946.764	9.732	8.5
3	1880.395	9.456	47.7
4	1458.524	7.303	32.1
5	1458.260	7.284	24.4
6	1413.459	7.107	18.6
7	1413.050	7.088	15.3
8	1372.458	6.863	18.2
9	1367.218	6.822	17.8
10	1367.064	6.866	155.7
11	881.318	2.532	8.9
12	584.782	2.524	8.9
13	450.772	2.254	111.2
14	418.727	2.084	7.5
15	0.000	0.000	109.9



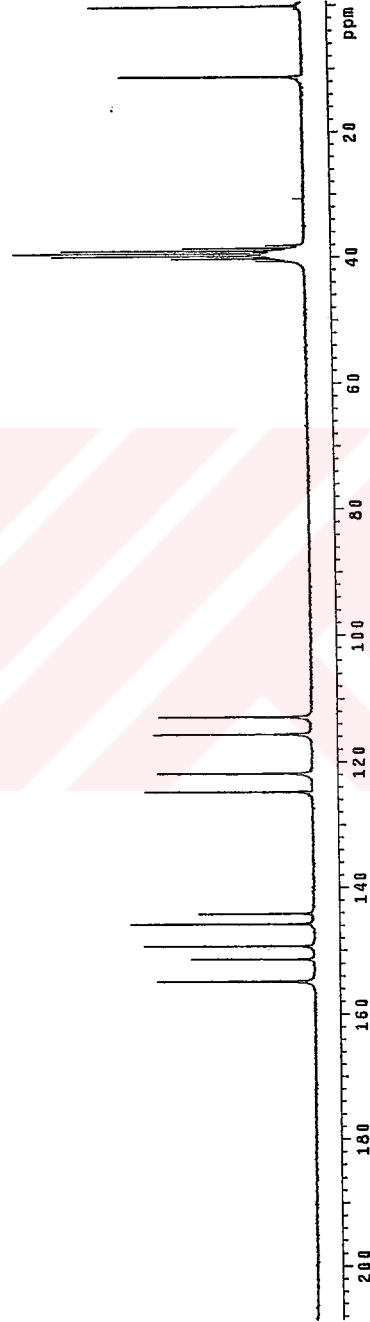
Ek Şekil 2. 65 Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



65

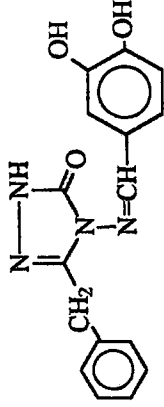
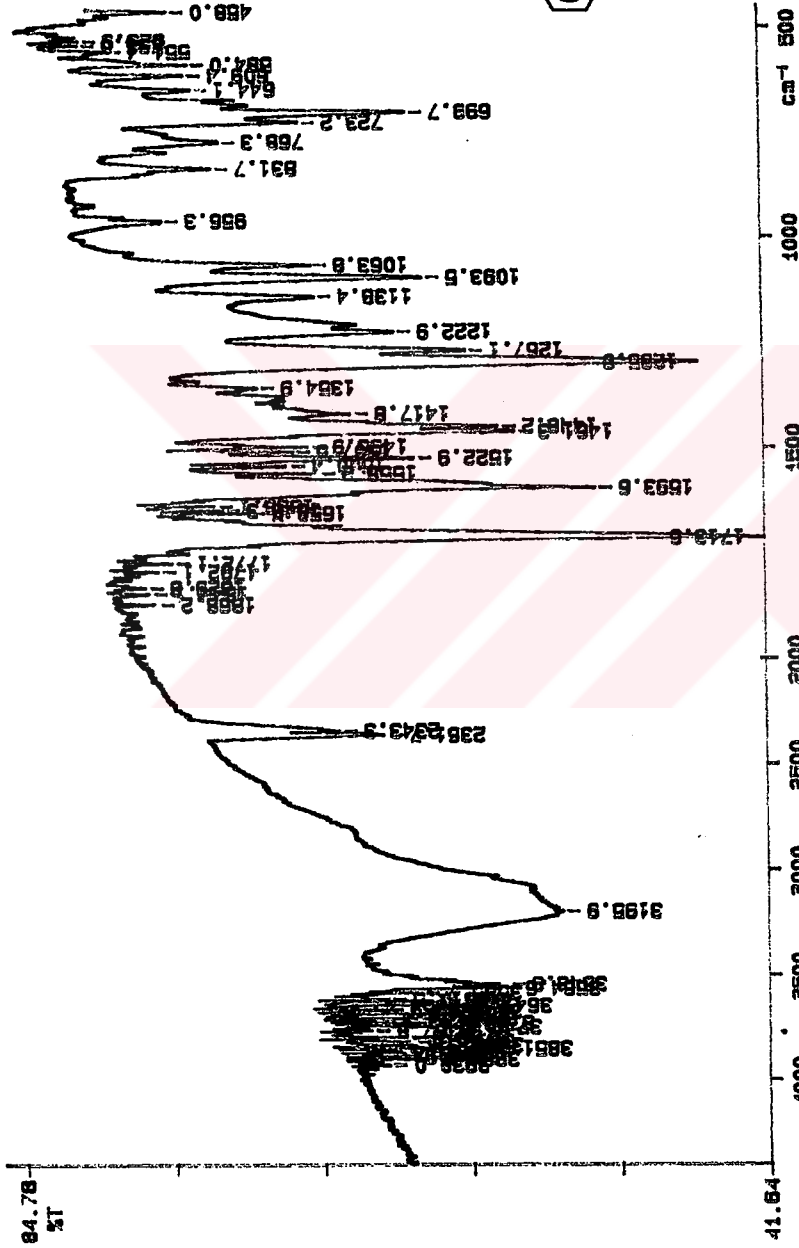
HN1...
DMSO
8.5.01
Pulse Sequence: s2pul

INDEX	FREQUENCY	PPM	HEIGHT
1	7784.508	154.814	29.9
2	7607.883	151.301	23.3
3	7502.213	149.200	32.3
4	7327.113	145.717	34.3
5	7245.094	144.088	21.8
6	6266.502	124.664	31.3
7	6122.384	121.789	23.4
8	5888.981	115.545	30.3
9	5671.484	112.781	25.0
10	2039.781	40.566	9.2
11	2019.161	40.156	25.2
12	1997.818	39.731	47.9
13	1989.425	39.565	9.7
14	1976.836	39.314	55.0
15	1868.444	38.147	8.0
16	1855.855	38.897	46.0
17	1834.874	38.480	23.1
18	1813.892	38.062	7.4
19	1531.277	30.812	2.2
20	558.488	11.107	34.7
21	0.000	0.000	40.1

Ek Şekil 3. 65 Bileşiğinin ¹³C NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

PERKIN ELMER

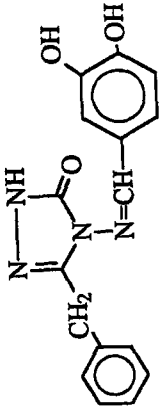
84.78
%T



66

97/11/20 17:38 spt.laboratuari
Z: 1 scan, 4.0cm-1

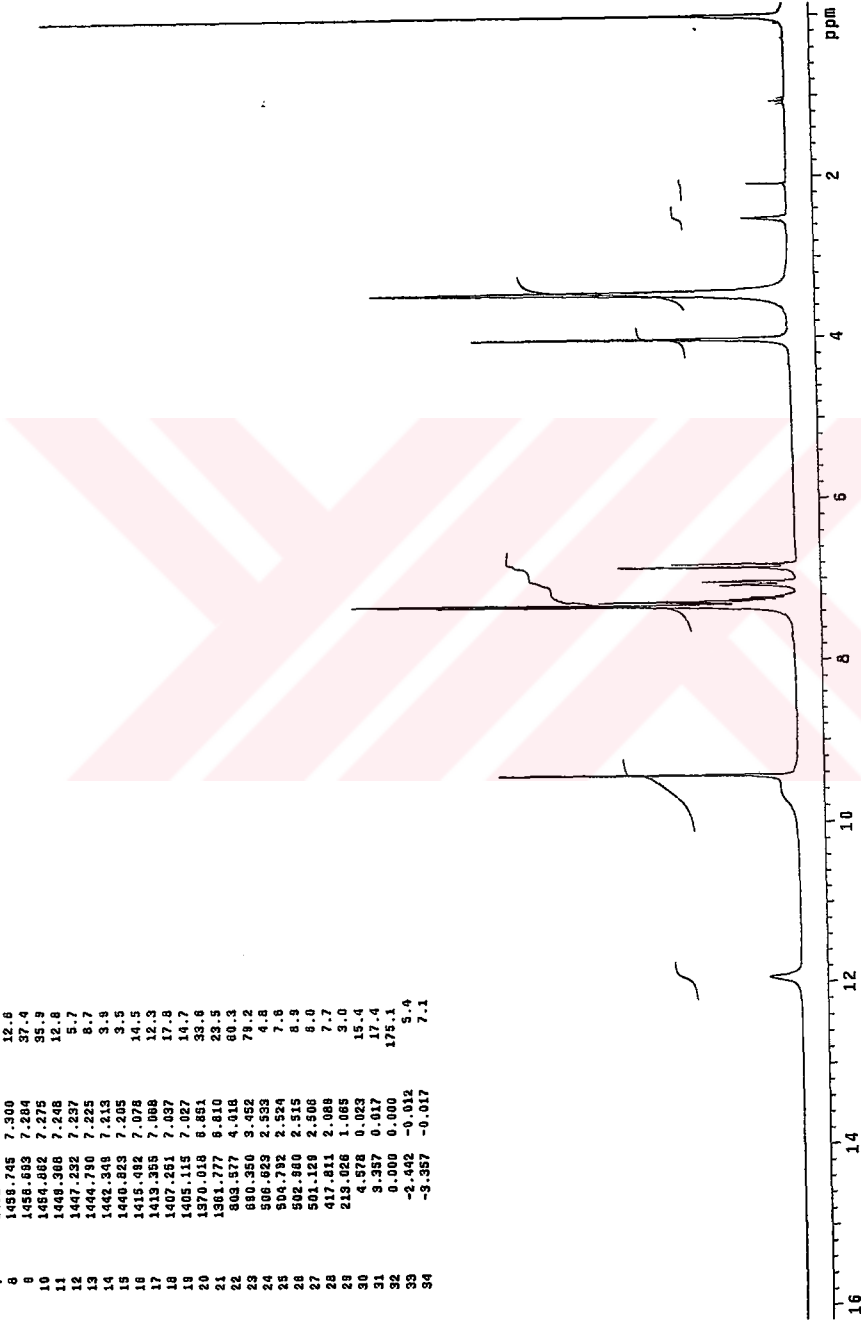
Ek Şekil 4. 66 Bileşiğinin IR Spektrumu



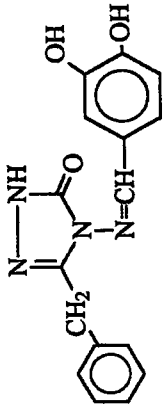
66

HHS
DMSO
5.5.01
Pulse Sequence: s2pu1

INDEX	FREQUENCY	PPM	HEIGHT
1	2386.820	11.935	6.3
2	1904.108	9.522	3.7
3	1884.881	9.426	56.7
4	1487.880	7.338	68.0
5	1487.070	7.336	64.8
6	1485.907	7.318	85.6
7	1482.787	7.315	85.8
8	1458.745	7.300	12.6
9	1456.683	7.284	37.4
10	1454.882	7.275	35.9
11	1448.368	7.248	12.8
12	1447.232	7.237	5.7
13	1446.790	7.225	8.7
14	1442.348	7.213	3.8
15	1440.823	7.205	3.5
16	1415.482	7.078	14.5
17	1413.355	7.068	12.3
18	1407.251	7.037	17.8
19	1405.115	7.027	14.7
20	1370.018	6.851	33.6
21	1361.777	6.810	23.5
22	803.577	4.018	60.3
23	800.350	3.952	78.2
24	506.829	2.533	4.8
25	504.792	2.524	7.6
26	502.560	2.515	6.9
27	501.128	2.506	6.0
28	417.811	2.088	7.7
29	219.026	1.065	3.0
30	4.578	0.023	15.4
31	3.357	0.017	17.4
32	0.000	0.000	175.1
33	-2.442	-0.012	5.4
34	-3.357	-0.017	7.1



Ek Şekil 5. 66 Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



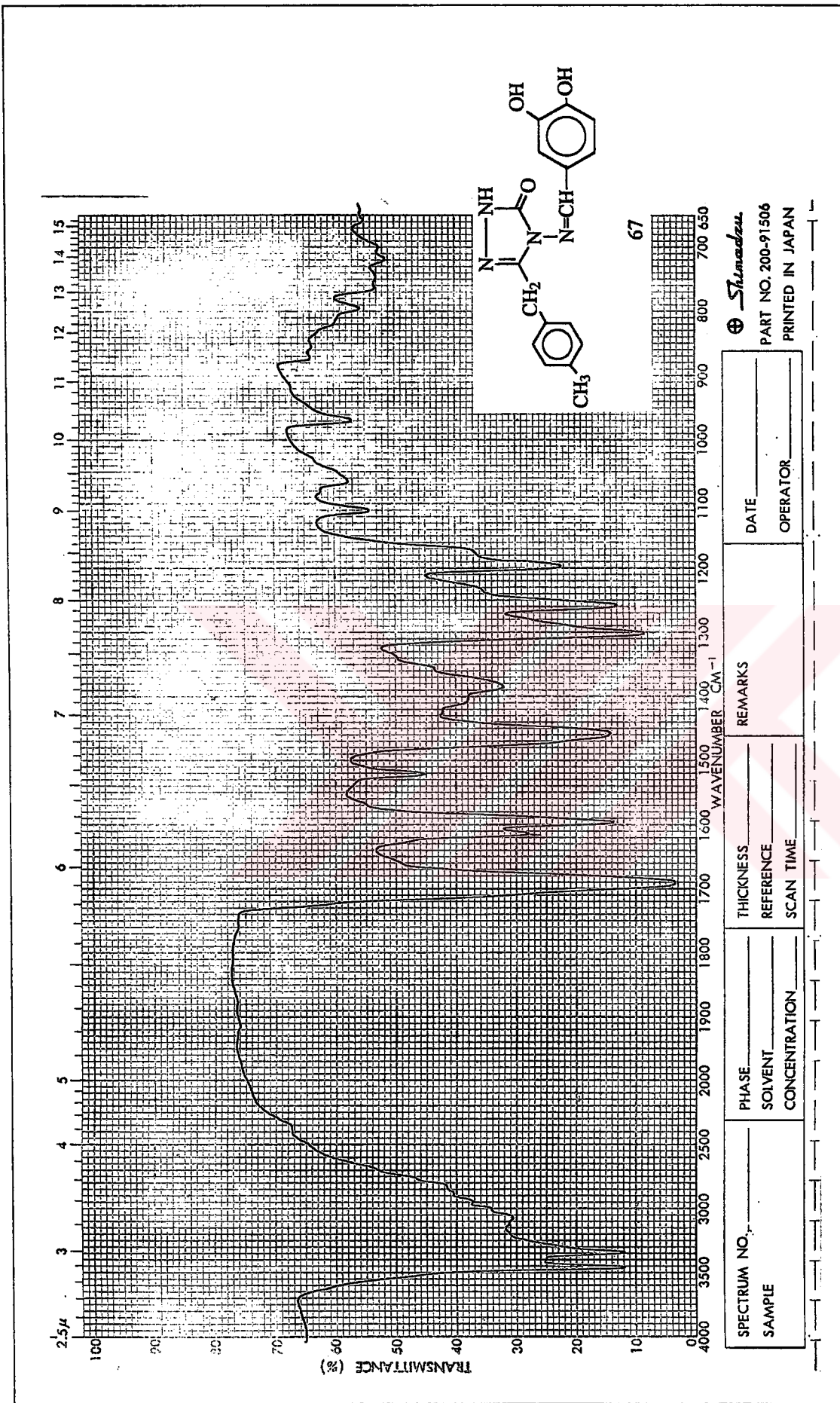
66

MHS
DMSO
0.3.01
Pulse Sequence: s2pu1

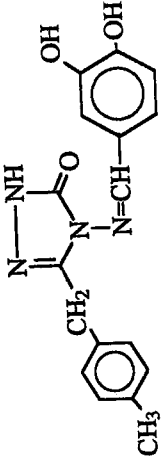
INDEX	FREQUENCY PPM	HEIGHT
1	7789.250	154.510
2	7605.376	151.263
3	7504.120	149.238
4	7345.042	148.074
5	7327.113	145.717
6	6826.391	135.771
7	6473.738	128.746
8	6455.428	128.382
9	6368.068	126.644
10	6267.357	124.642
11	6122.776	121.786
12	5608.435	115.515
13	5673.772	112.837
14	2040.925	40.588
15	2019.562	40.184
16	2011.551	40.005
17	1998.581	39.747
18	1880.570	38.587
19	1877.598	38.328
20	1858.818	38.312
21	1835.638	38.495
22	1814.855	38.078
23	1558.351	30.582
24	0.000	0.000



Ek Şekil 6. 66 Bileşiğinin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu



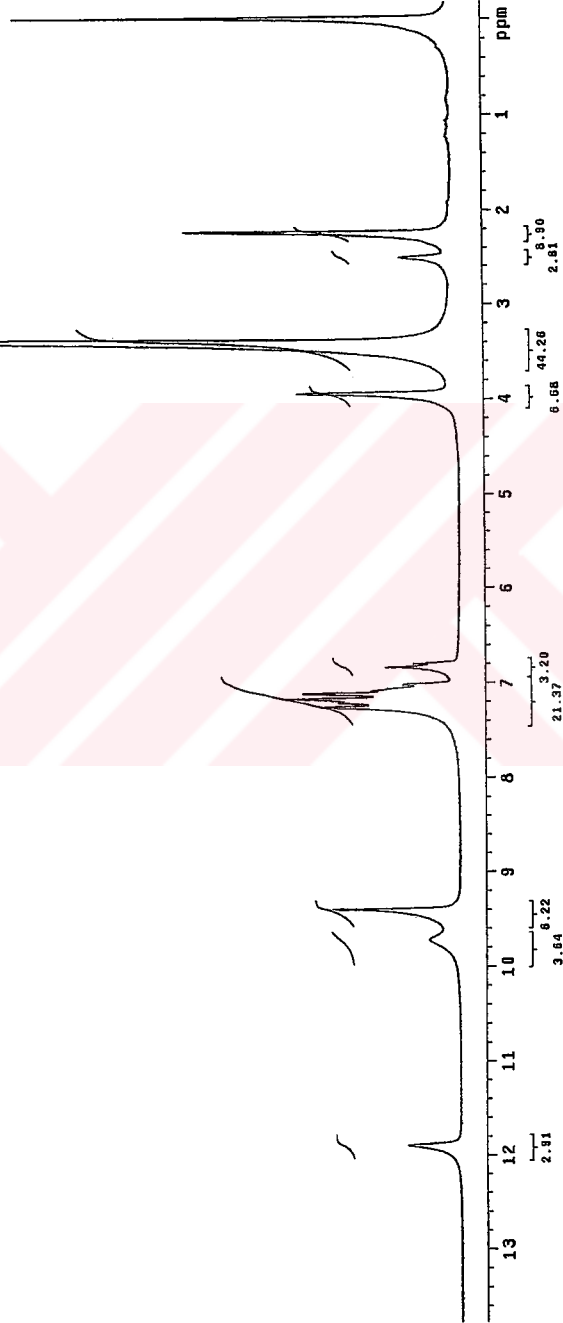
Ek Şekil 7. 67 Bileşiğinin IR Spektrumu



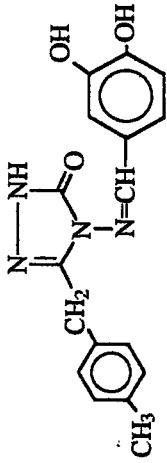
67

HH6
 DMSO
 5.5.01
 Pulse Sequence: s2pu1

INDEX	FREQUENCY PPM	HEIGHT
1	2378.601	11.300
2	1844.088	9.722
3	1881.524	9.408
4	1453.338	7.268
5	1444.485	7.223
6	1438.855	7.185
7	1425.583	7.128
8	1417.823	7.091
9	1403.588	7.018
10	1405.420	7.028
11	1388.187	6.842
12	1380.251	6.802
13	790.454	3.953
14	682.720	3.414
15	502.045	2.511
16	449.246	2.247
17	82.585	0.313
18	-0.000	-0.000



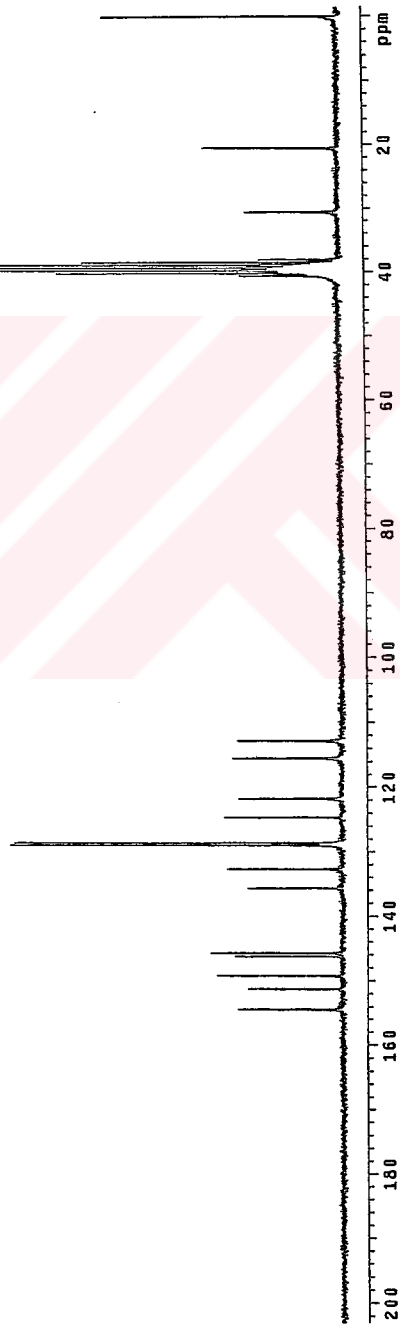
Ek Şekil 8. 67 Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



67

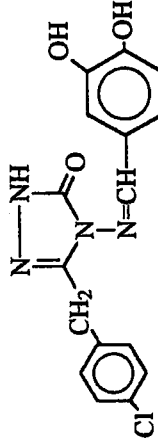
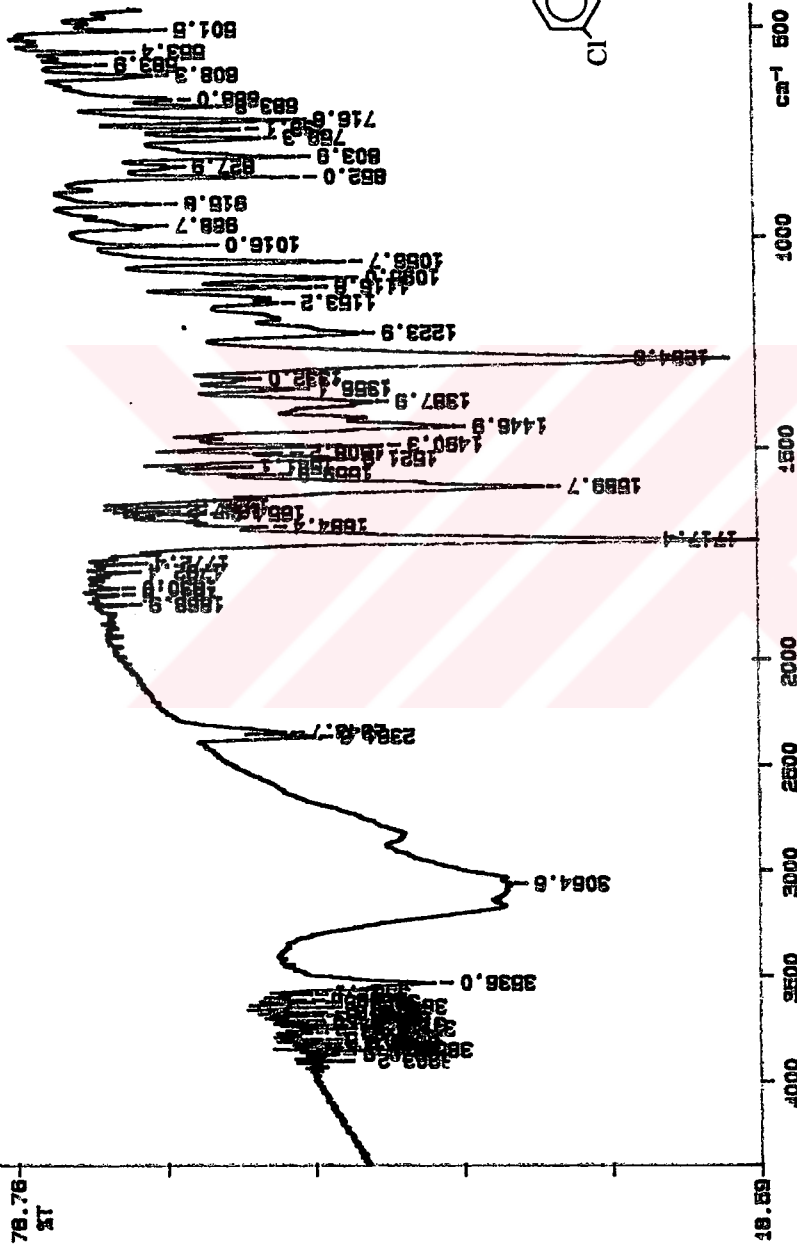
HNH
DMSO
8.5.01
Pulse Sequence: s2pu1

INDEX	FREQUENCY PPM	HEIGHT
1	7766.290	154.412
2	7605.219	151.298
3	7502.213	149.200
4	7351.146	146.185
5	7325.350	145.702
6	6821.266	135.857
7	6668.438	132.638
8	6482.513	128.850
9	6466.109	128.594
10	6280.378	124.654
11	6121.632	121.783
12	5807.291	115.492
13	5671.484	112.791
14	2040.325	40.568
15	2018.844	40.171
16	2011.551	40.005
17	1998.862	38.754
18	1880.370	33.597
19	1877.538	33.329
20	1856.618	31.812
21	1835.638	31.495
22	1515.038	30.085
23	1538.133	30.589
24	1031.528	21.514
25	-0.000	-0.000



Ek Şekil 9. 67 Bileşiğinin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu

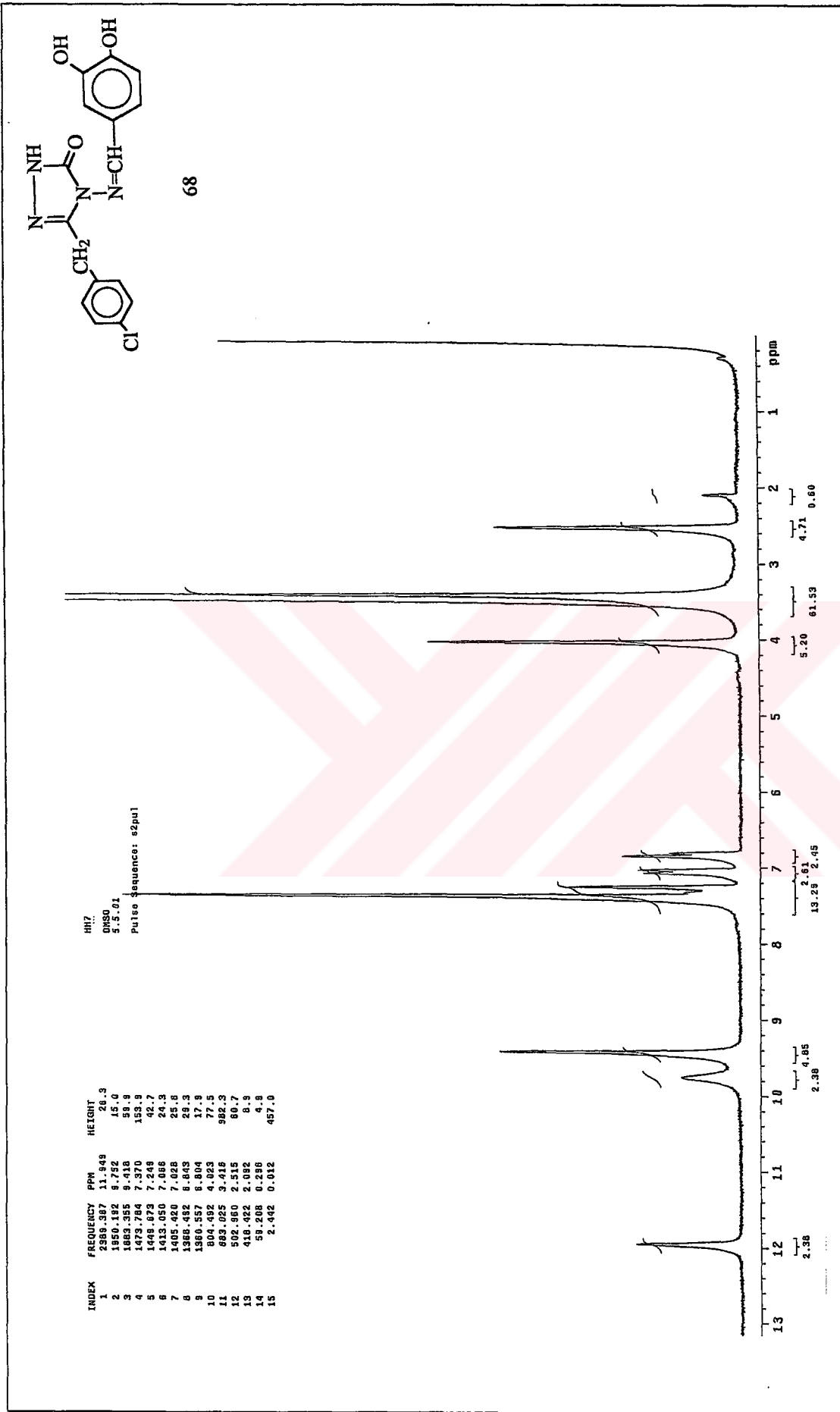
PERKIN ELMER

78.76
ST

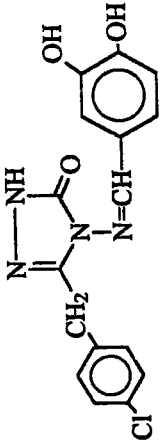
68

97/11/20 17:44 opt.laboratuvar1
X: 1 scan, 4.0cm⁻¹

Ek Şekil 10. 68 Bileşiminin IR Spektrumu



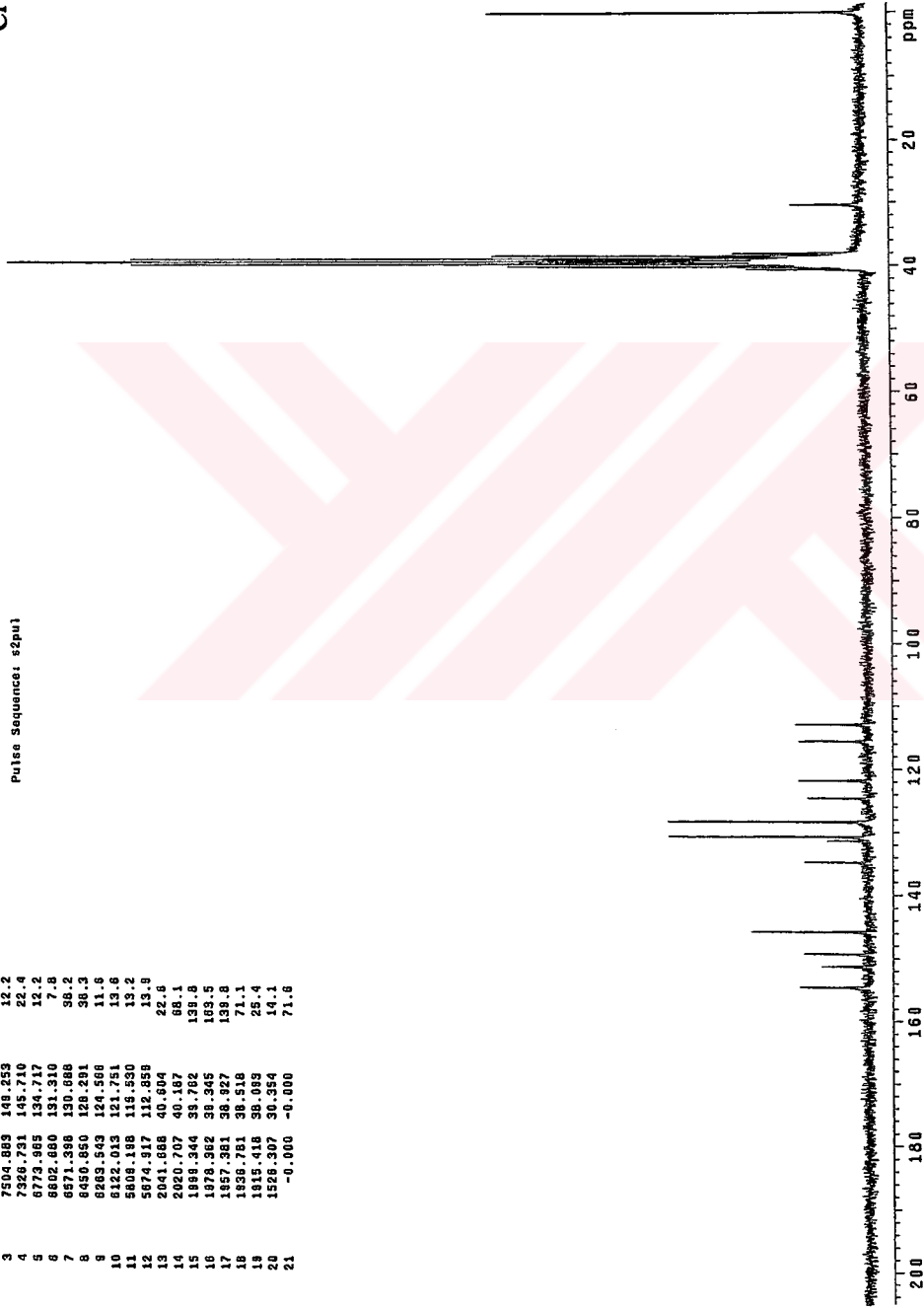
Ek Şekil 11. 68 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

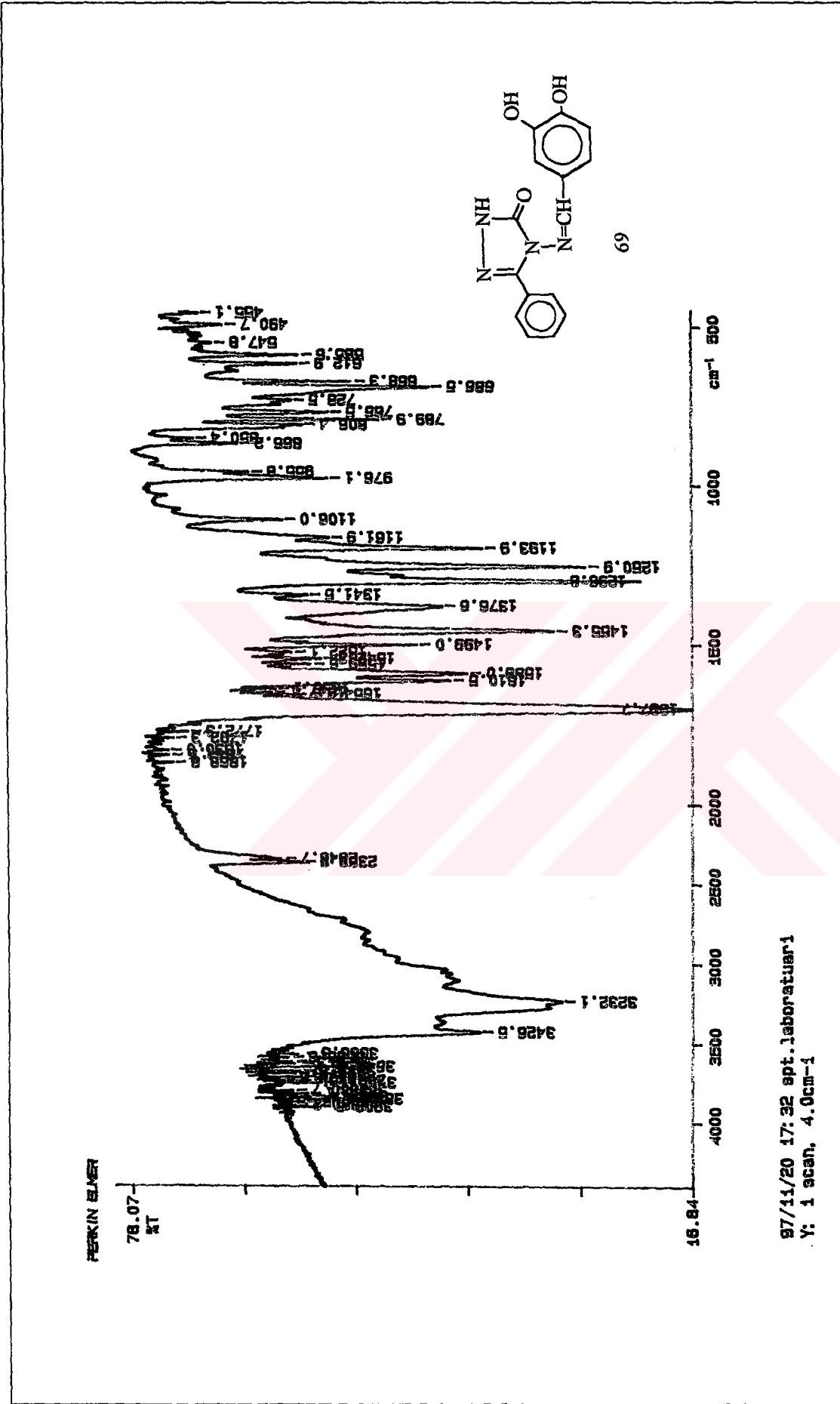


68

HN7
DMSO
3.3.01
Pulse Sequence: s2pu1

INDEX	FREQUENCY PPM	HEIGHT
1	7772.301	13.1
2	7604.831	8.9
3	7504.883	148.253
4	7326.731	145.710
5	6773.965	134.717
6	6602.680	131.310
7	6571.388	130.668
8	6456.850	128.291
9	6122.013	121.751
10	5609.188	115.530
11	5674.917	112.858
12	2041.688	40.604
13	2020.707	40.187
14	1898.344	33.782
15	1878.362	33.345
16	1857.381	36.827
17	1836.781	38.518
18	1815.418	38.083
19	1528.307	30.354
20	-0.000	-0.000
21	-0.000	-0.000

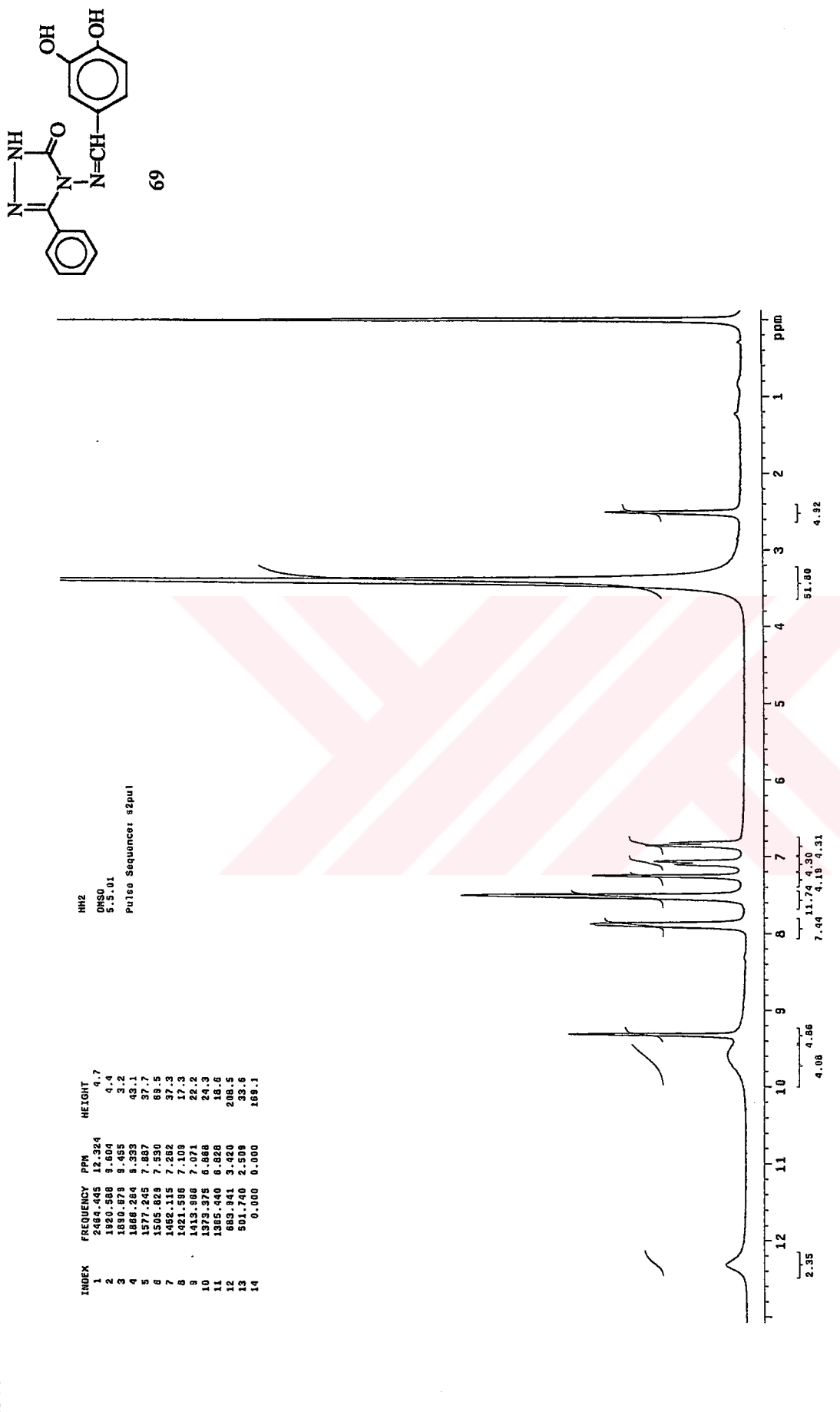
Ek Şekil 12. 68 Bileşinin ¹³C NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

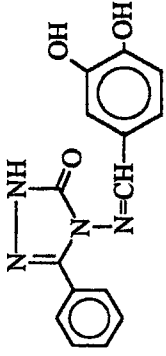


Ek Şekil 13. 69 Bileşiğinin IR Spektumu

97/11/20 17:32 opt. Laboratuvar1

Y: 1 scan, 4.0cm⁻¹


 Ek Şekil 14. 69 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO-d_6) Spektrumu

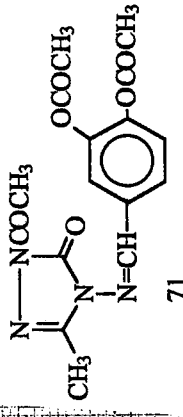


69

HM2
DMSO
6.5.01
Pulse Sequence: s2pul

INDEX	FREQUENCY PPM	HEIGHT
1	7894.349	197.303
2	7612.461	151.392
3	7517.472	149.503
4	7329.402	146.763
5	7255.466	144.352
6	6932.868	128.322
7	6485.088	126.635
8	6480.351	127.864
9	6372.265	126.728
10	6254.766	124.391
11	6194.520	122.189
12	5811.106	115.568
13	5673.772	112.837
14	2040.544	40.581
15	2019.181	40.156
16	2011.551	40.905
17	1888.189	39.739
18	1877.218	39.322
19	1856.238	38.895
20	1855.255	38.487
21	1314.274	38.070
22	-0.000	-0.000
22	-0.000	21.3

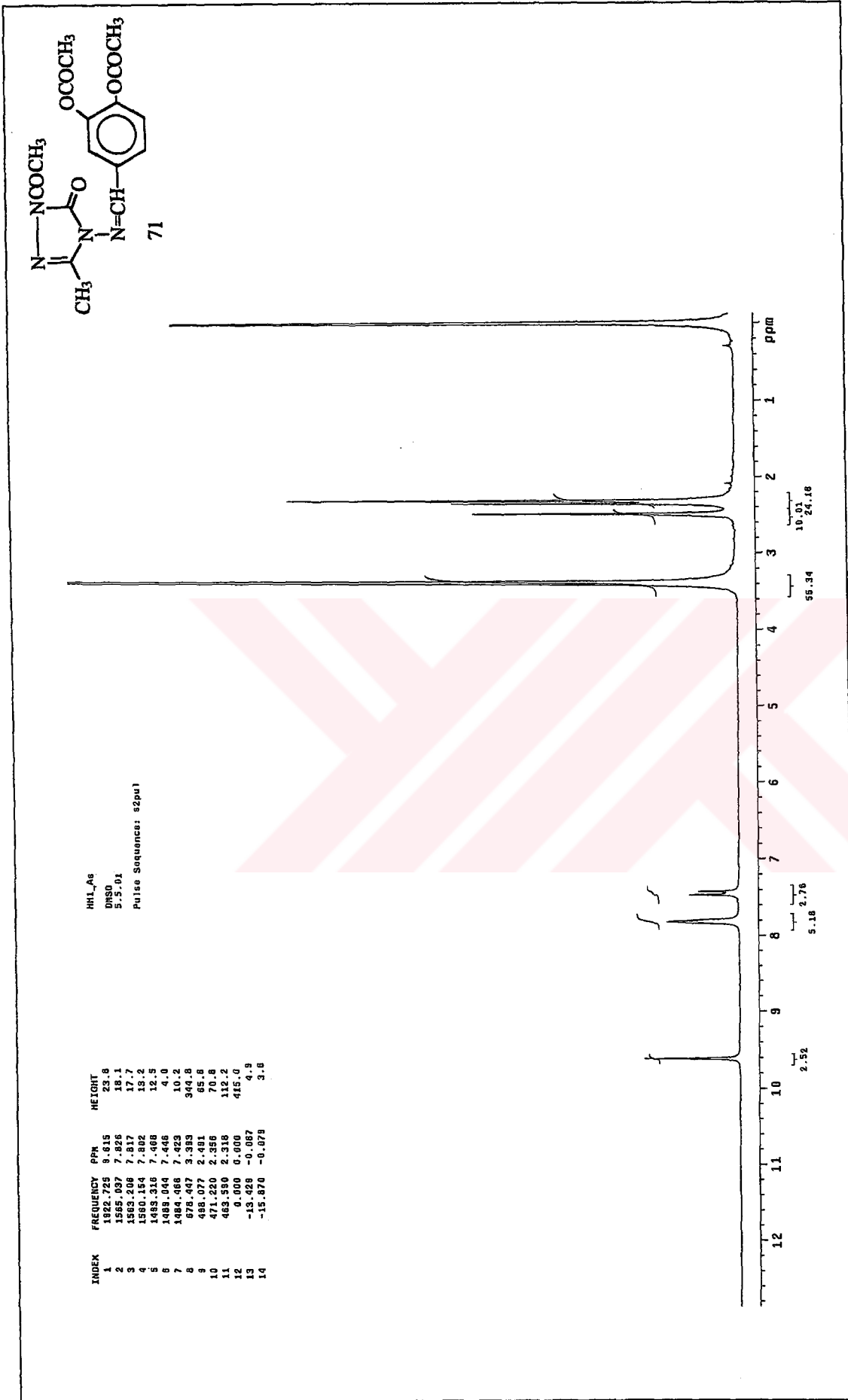
Ek Şekil 15. 69 Bileşiğinin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu

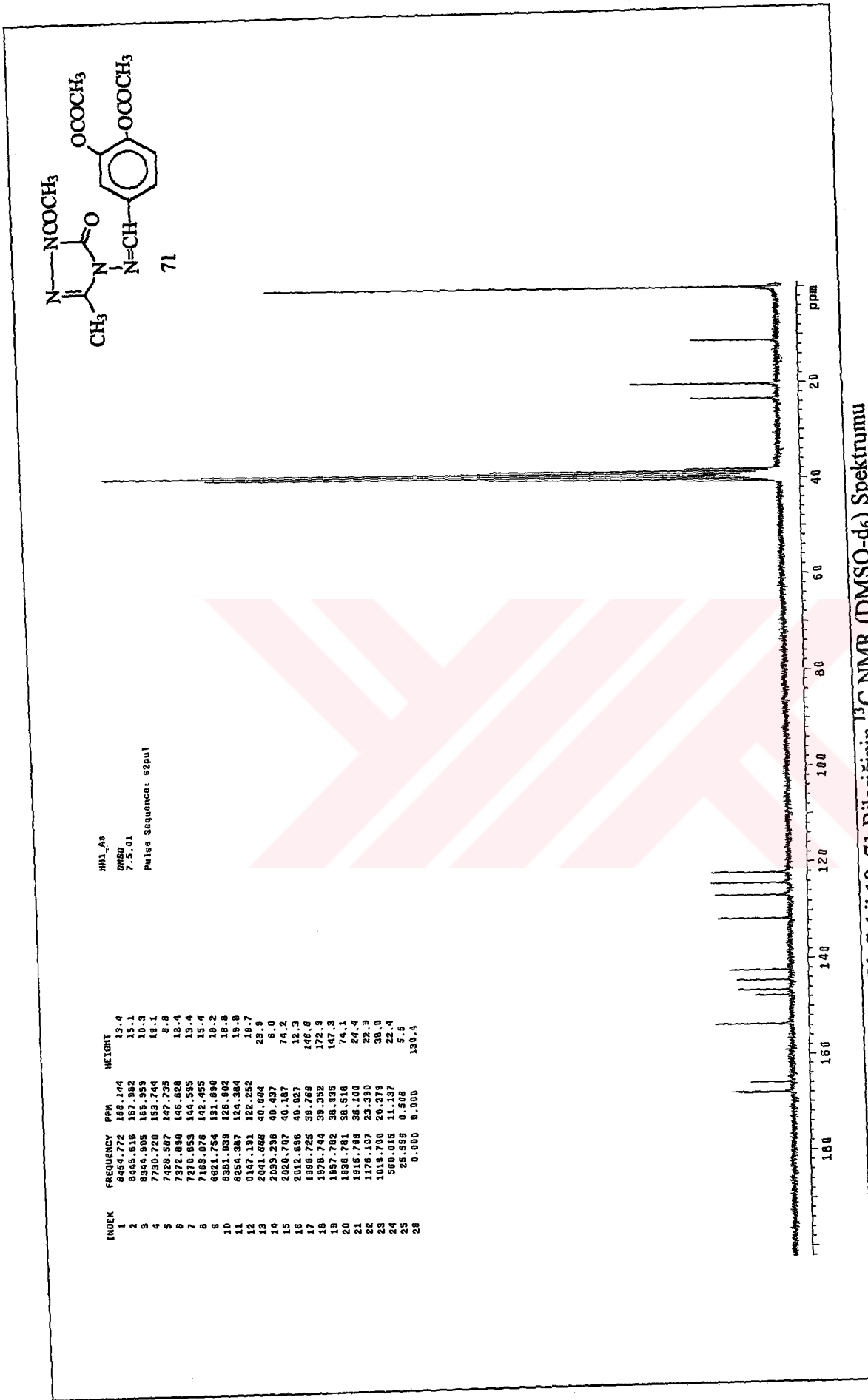


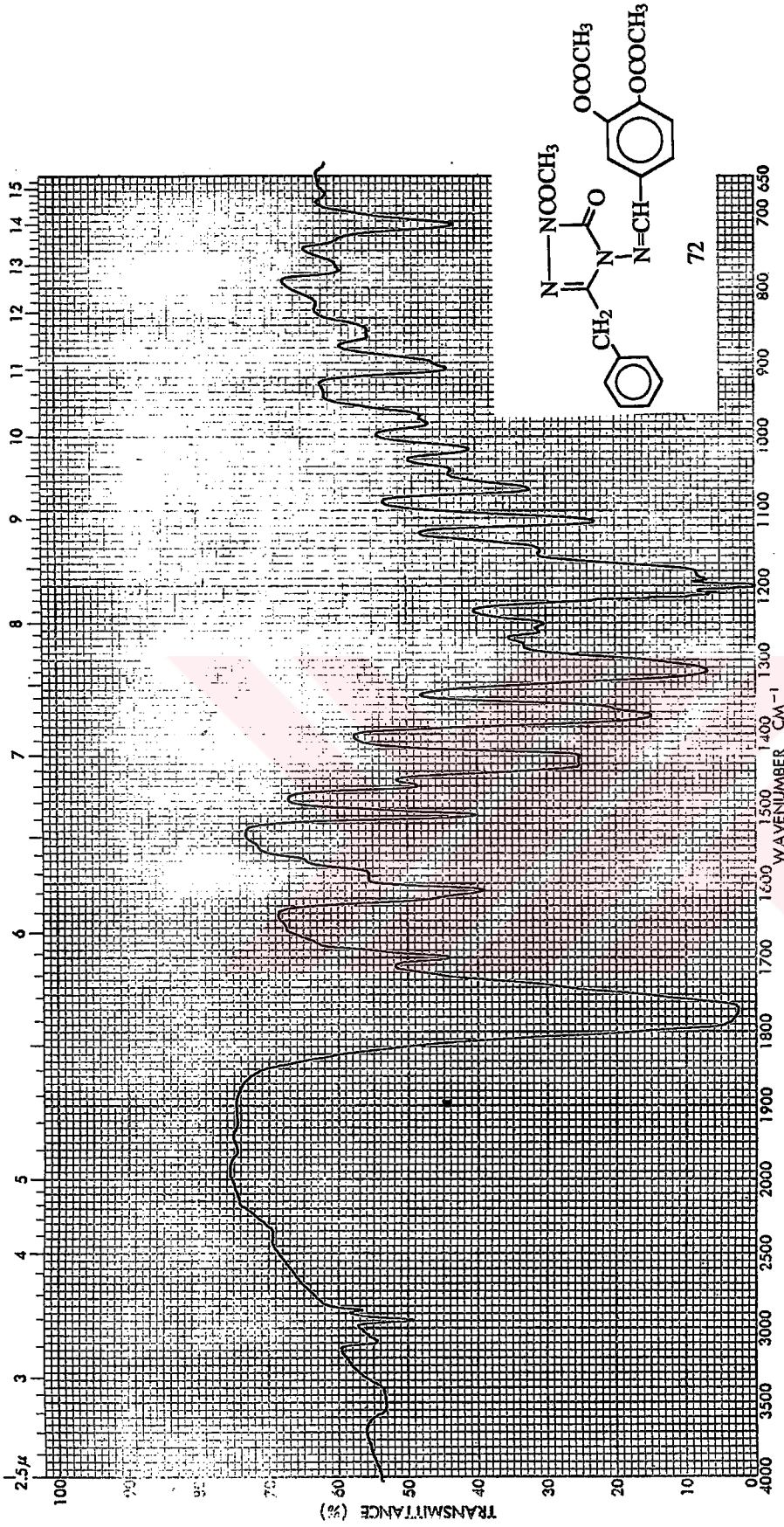
SPECTRUM NO SAMPLE	PHASE	THICKNESS	REMARKS	DATE
	SOLVENT	REFERENCE		OPERATOR
	CONCENTRATION	SCAN TIME		

⊕ Shimadzu
PART NO. 200-91506
PRINTED IN JAPAN

Ek Şekil 16. 71 Bileşiğinin IR Spektrumu


 Ek Şekil 17. 71 Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

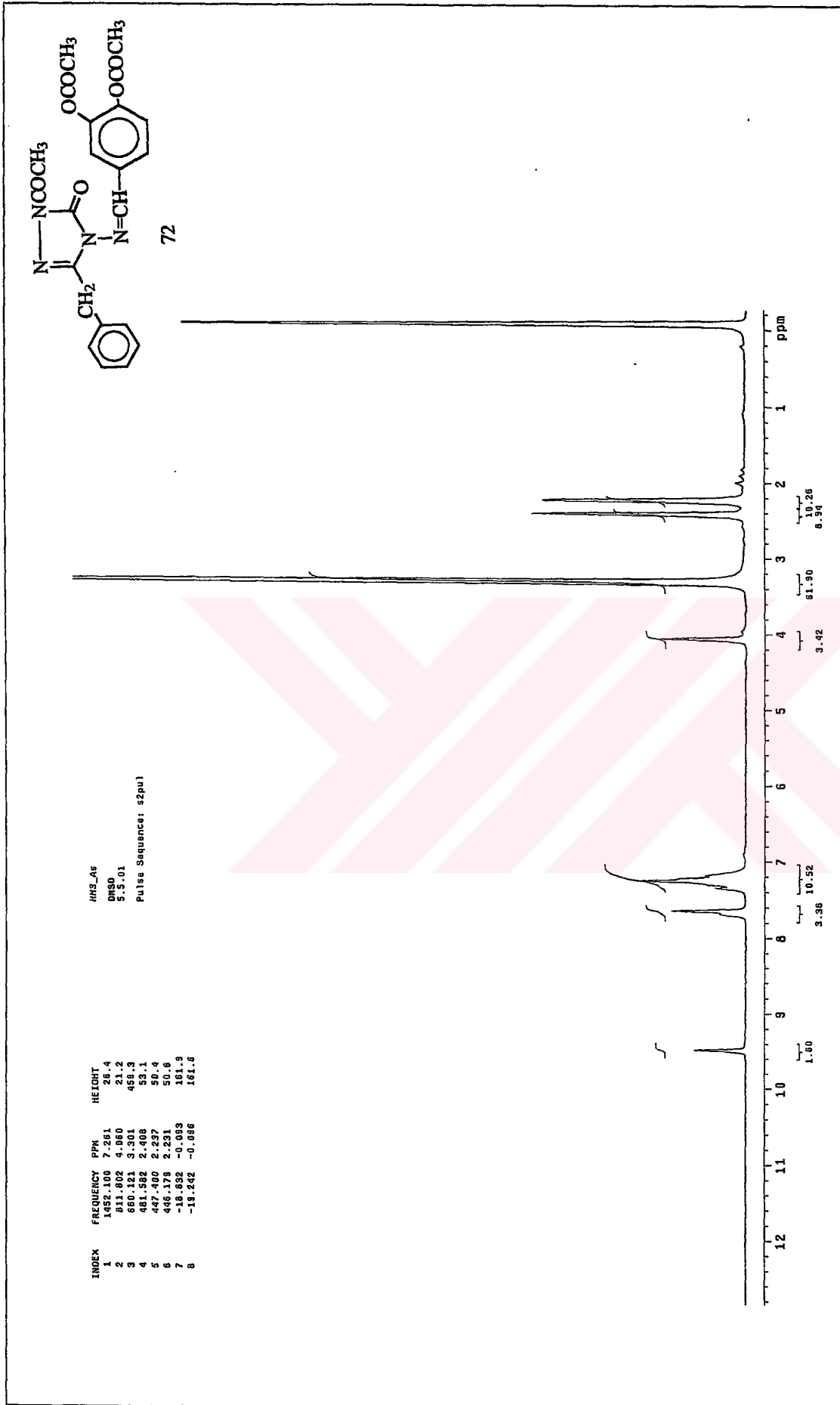


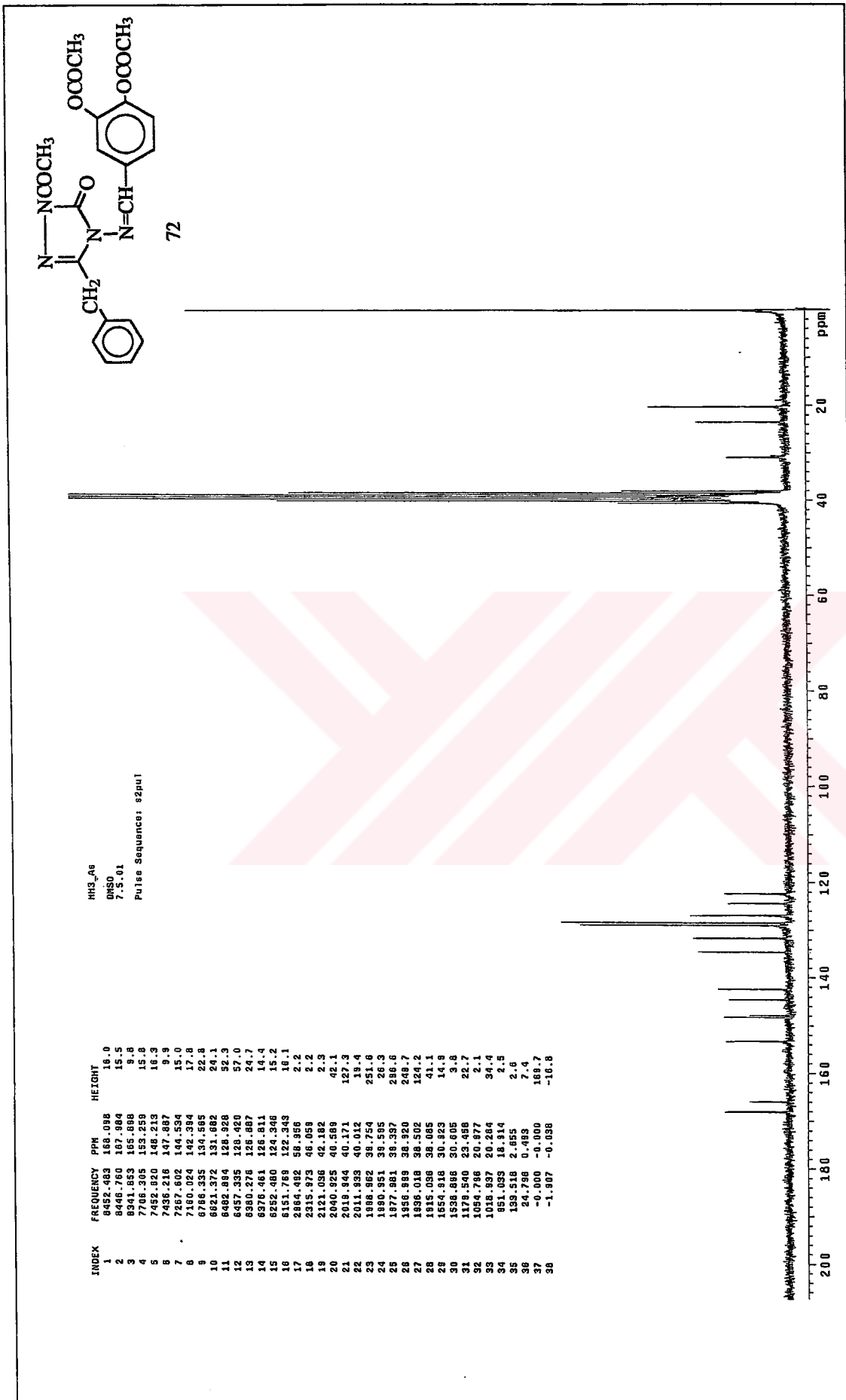


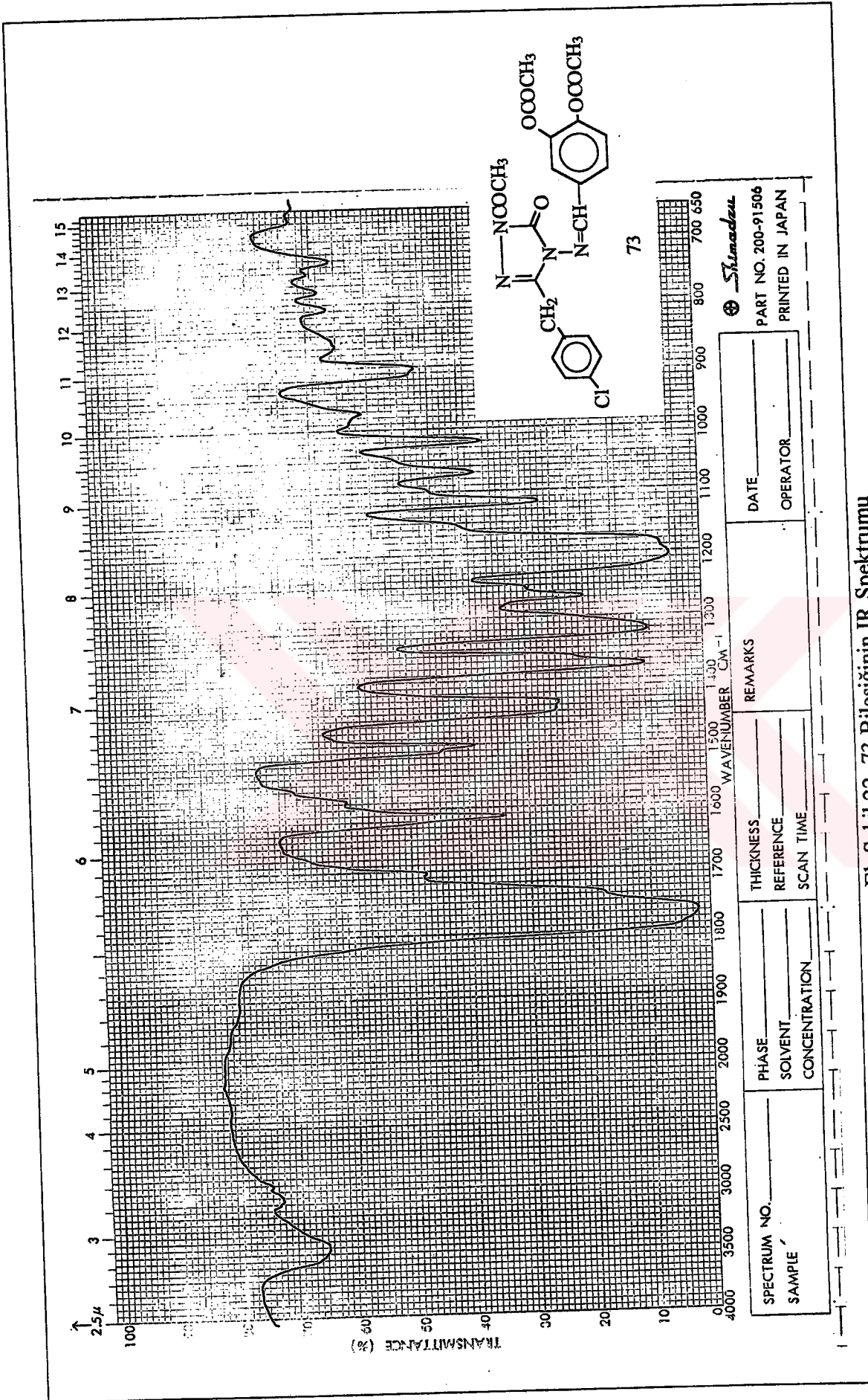
⊕ Shimadzu
 PART NO. 200-91506
 PRINTED IN JAPAN

SPECTRUM NO. _____	PHASE _____	THICKNESS _____	REMARKS _____	DATE _____
SAMPLE _____	SOLVENT _____	REFERENCE _____	SCAN TIME _____	OPERATOR _____
	CONCENTRATION _____			

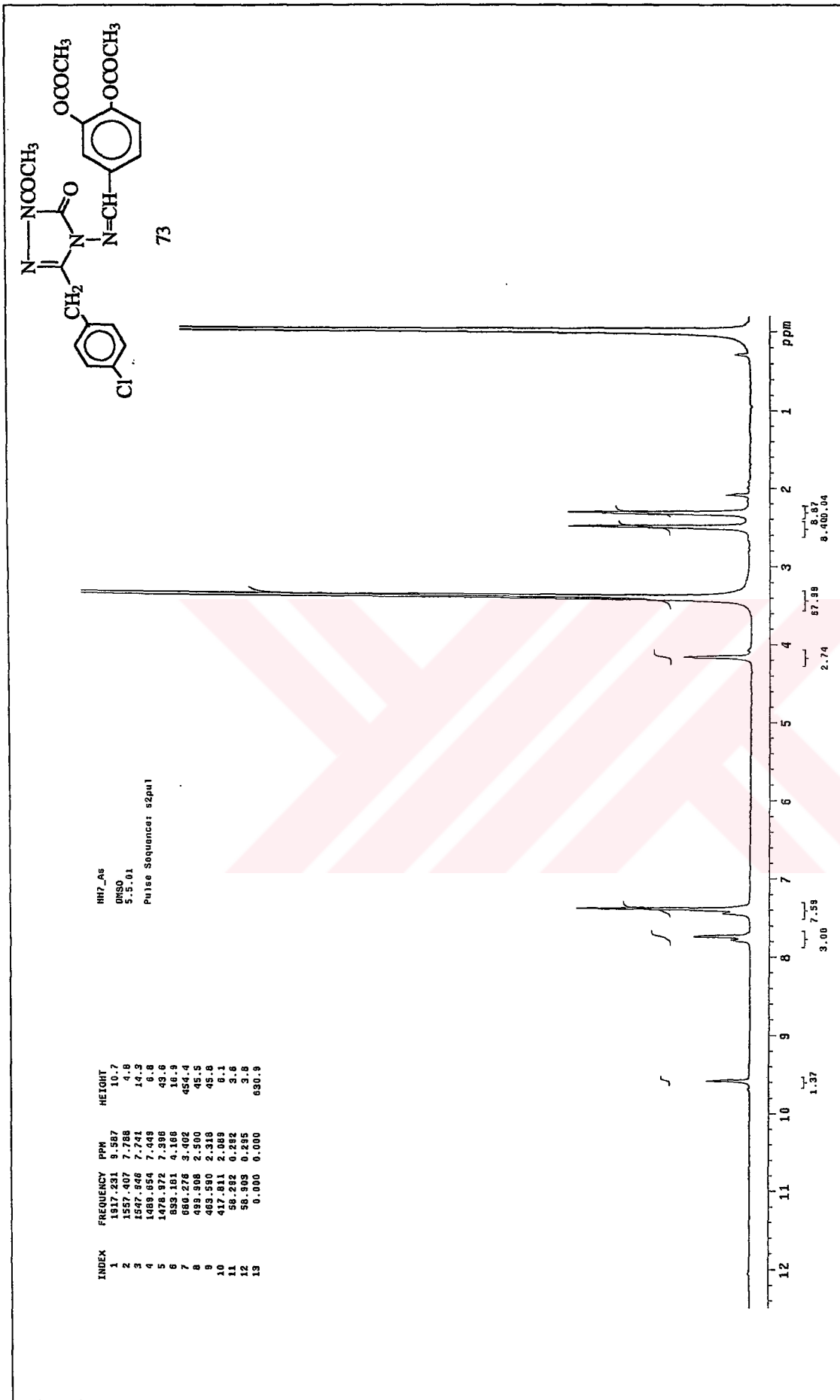
Ek Şekil 19. 72 Bileşiğinin IR Spektrumu

Ek Şekil 20. 72 Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

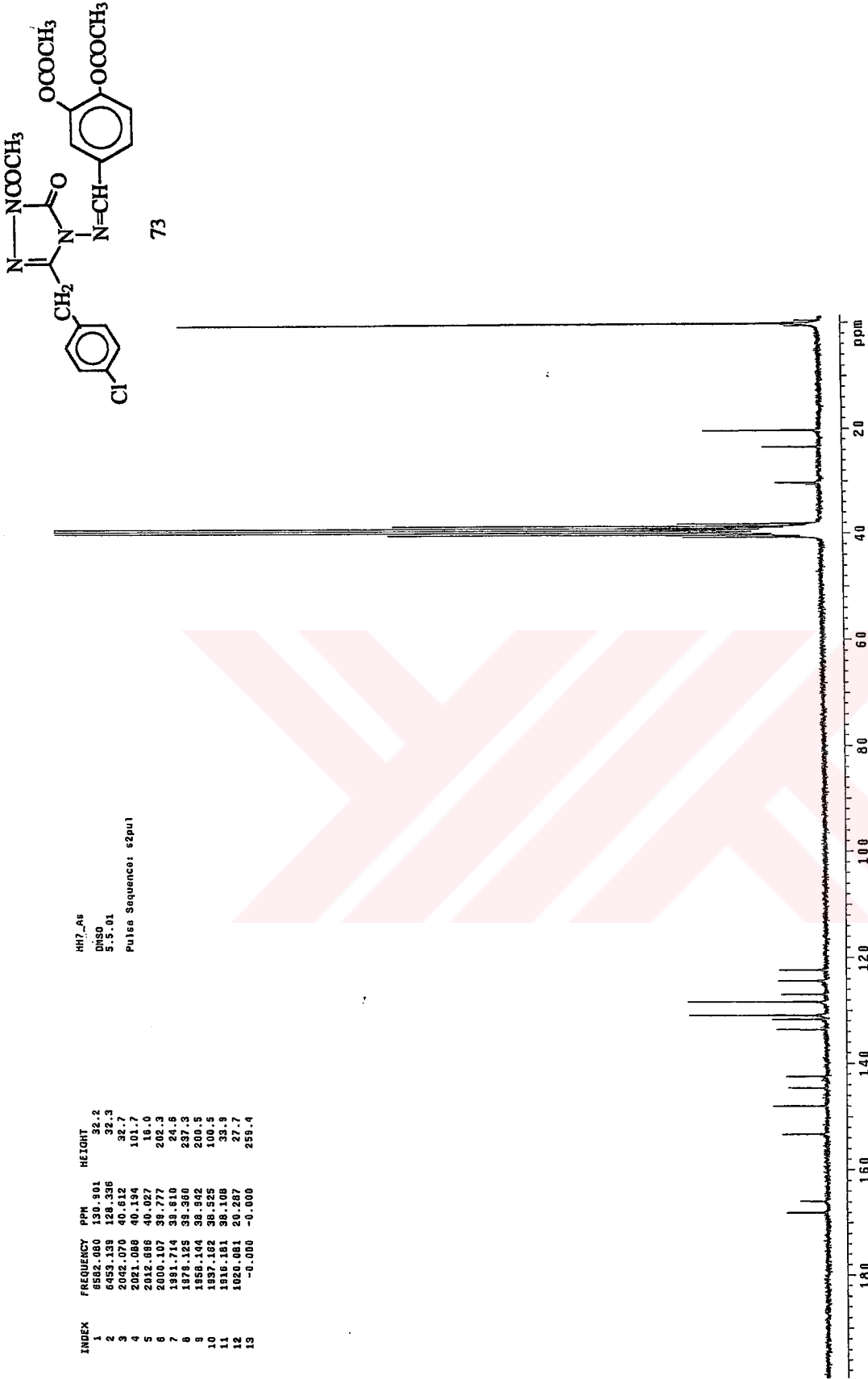
Ek Şekil 21. 72 Bileşiminin ¹³C NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

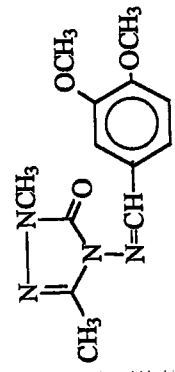
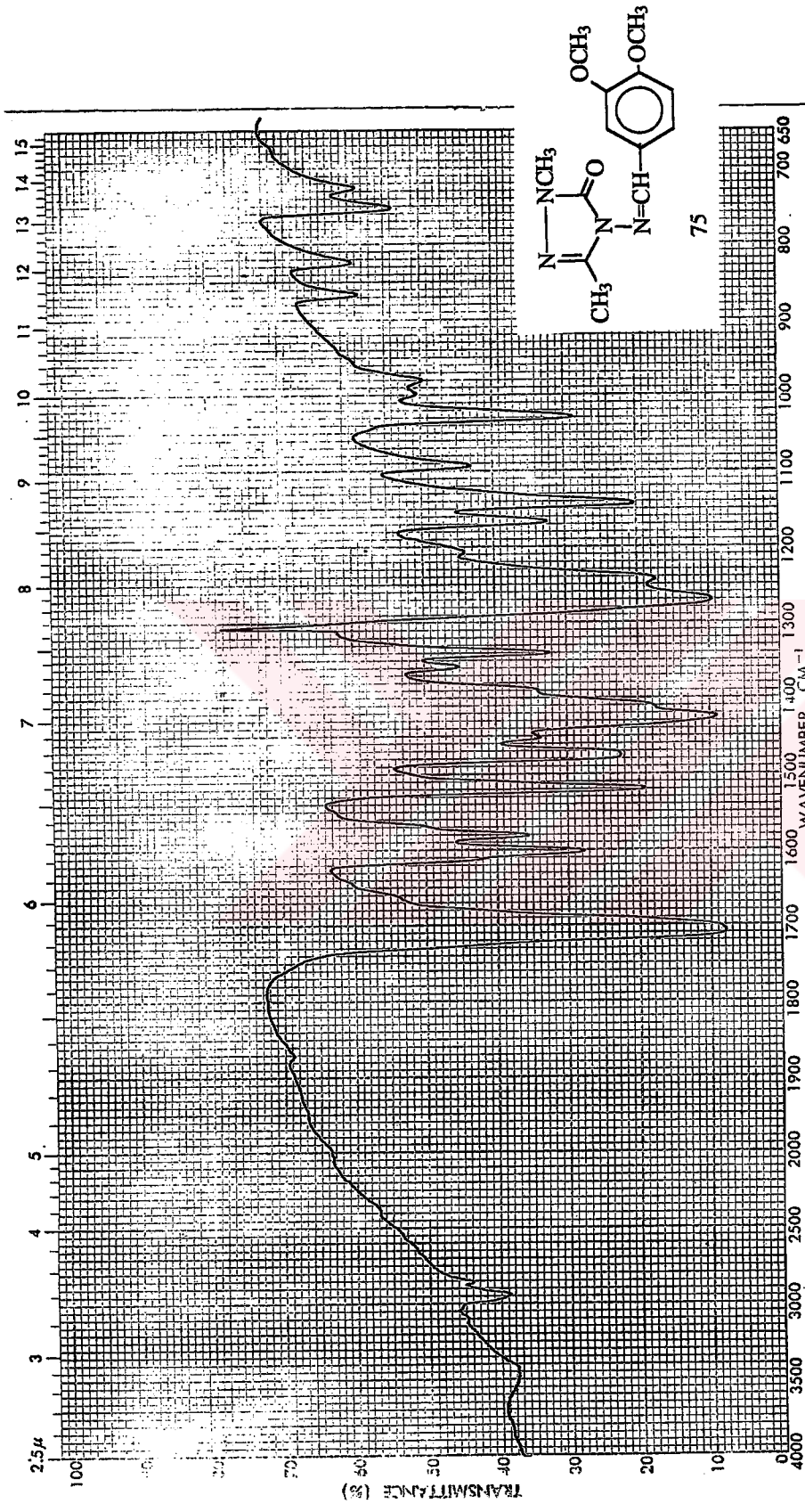


Ek Şekil 22. 73 Bileşinin IR Spektrumu



Ek Şekil 23. 73 Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

Ek Şekil 24. 73 Bileşiğinin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu

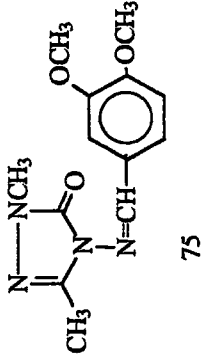


75

SPECTRUM NO. _____		DATE _____	
SAMPLE _____		OPERATOR _____	
PHASE _____	THICKNESS _____	REMARKS _____	
SOLVENT _____	REFERENCE _____		
CONCENTRATION _____	SCAN TIME _____		

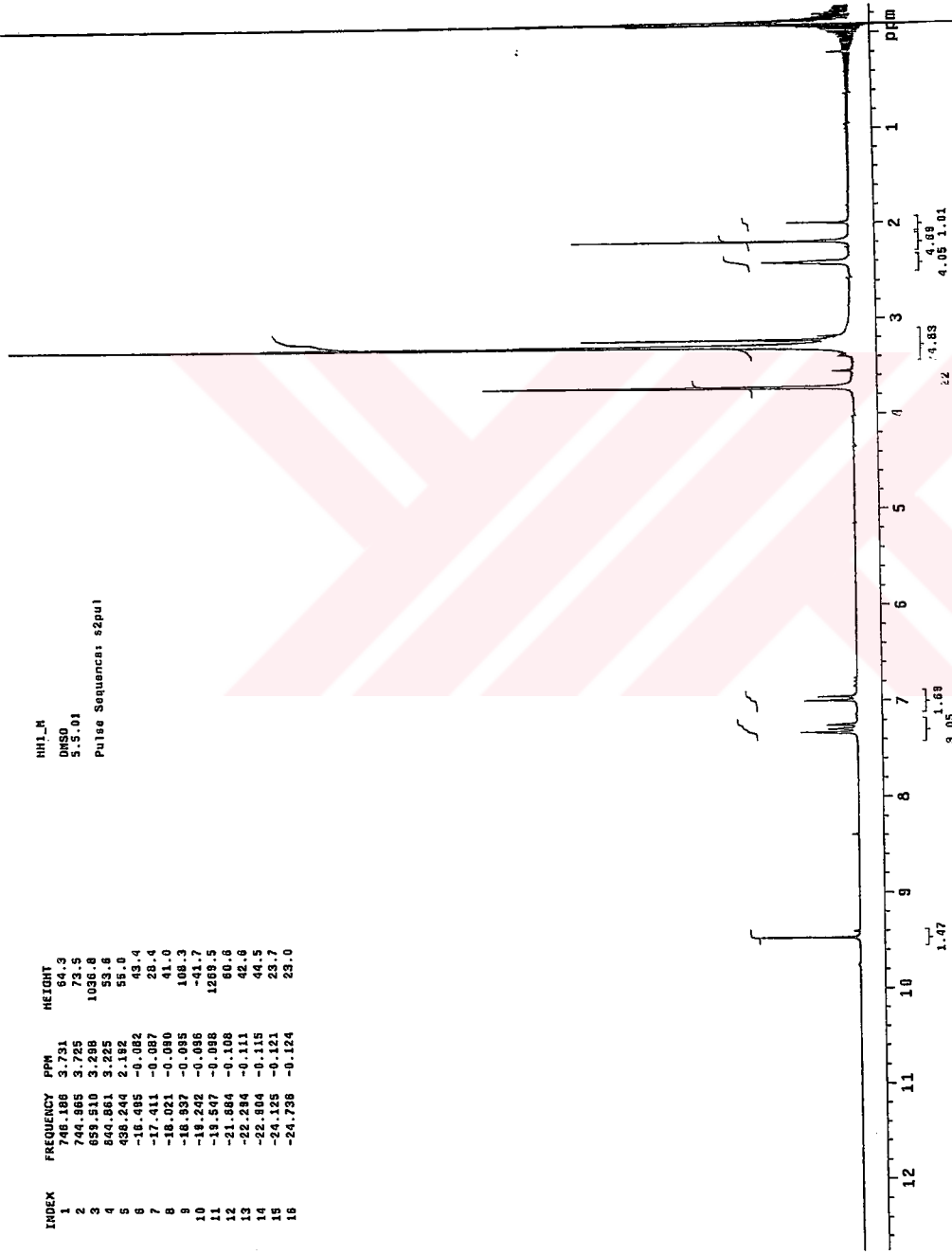
⊕ Shimadzu
PART NO. 200-91506
PRINTED IN JAPAN

Ek Şekil 25. 75 Bileşiğinin IR Spektrumu

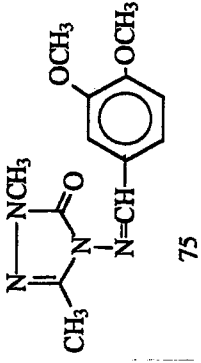


HN1_M
DMSO
5.5.01
Pulse Sequence: s2pul

INDEX	FREQUENCY	PPM	HEIGHT
1	746.186	3.731	64.3
2	744.865	3.725	73.5
3	659.510	3.298	1036.8
4	644.661	3.225	53.6
5	436.244	2.182	55.0
6	-16.485	-0.082	43.4
7	-17.411	-0.087	23.4
8	-18.021	-0.090	41.0
9	-18.537	-0.095	108.3
10	-19.242	-0.096	-41.7
11	-19.547	-0.098	1269.5
12	-21.684	-0.108	60.8
13	-22.284	-0.111	42.8
14	-22.804	-0.115	44.5
15	-24.125	-0.121	23.7
16	-24.738	-0.124	23.0

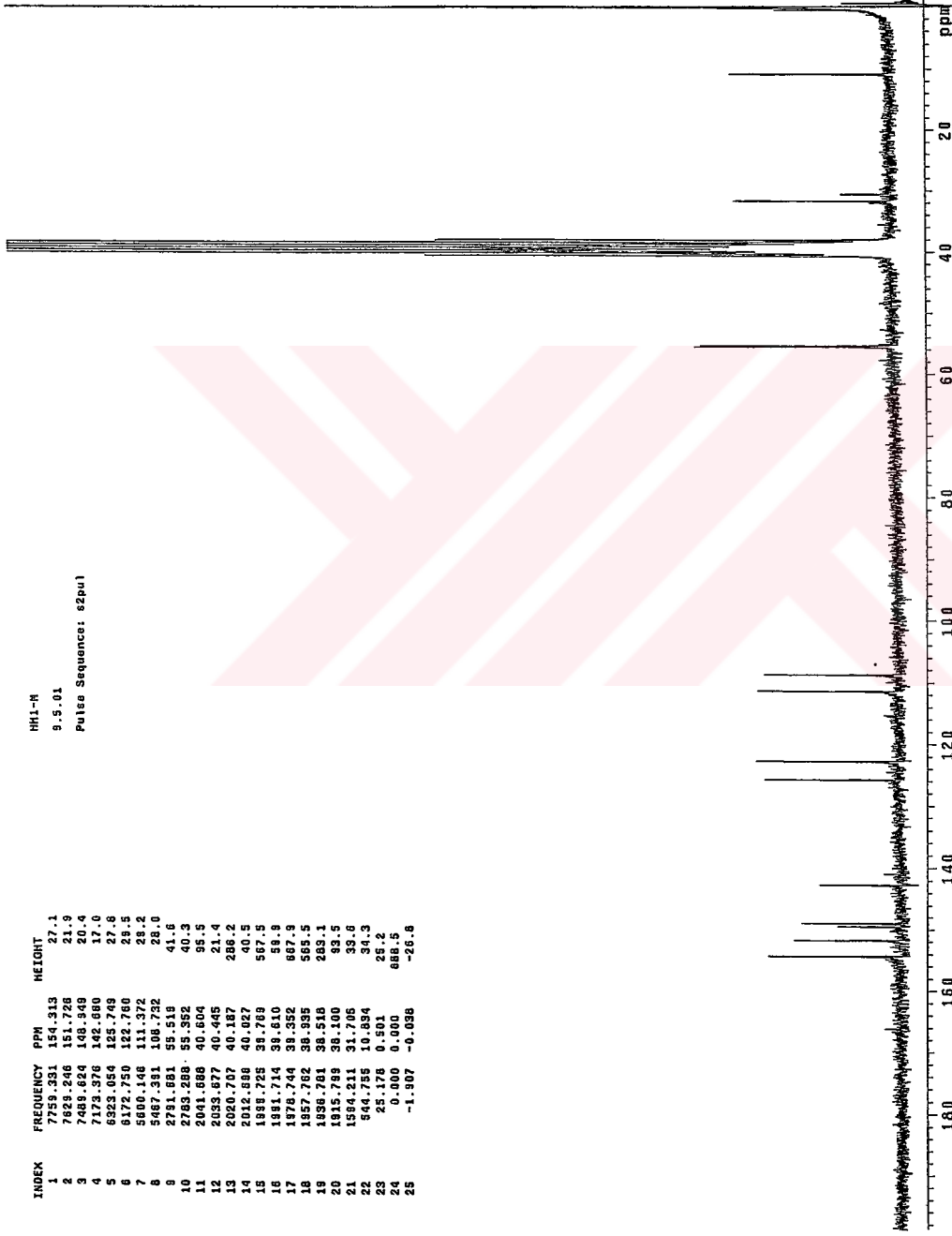


Ek Şekil 26. 75 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu

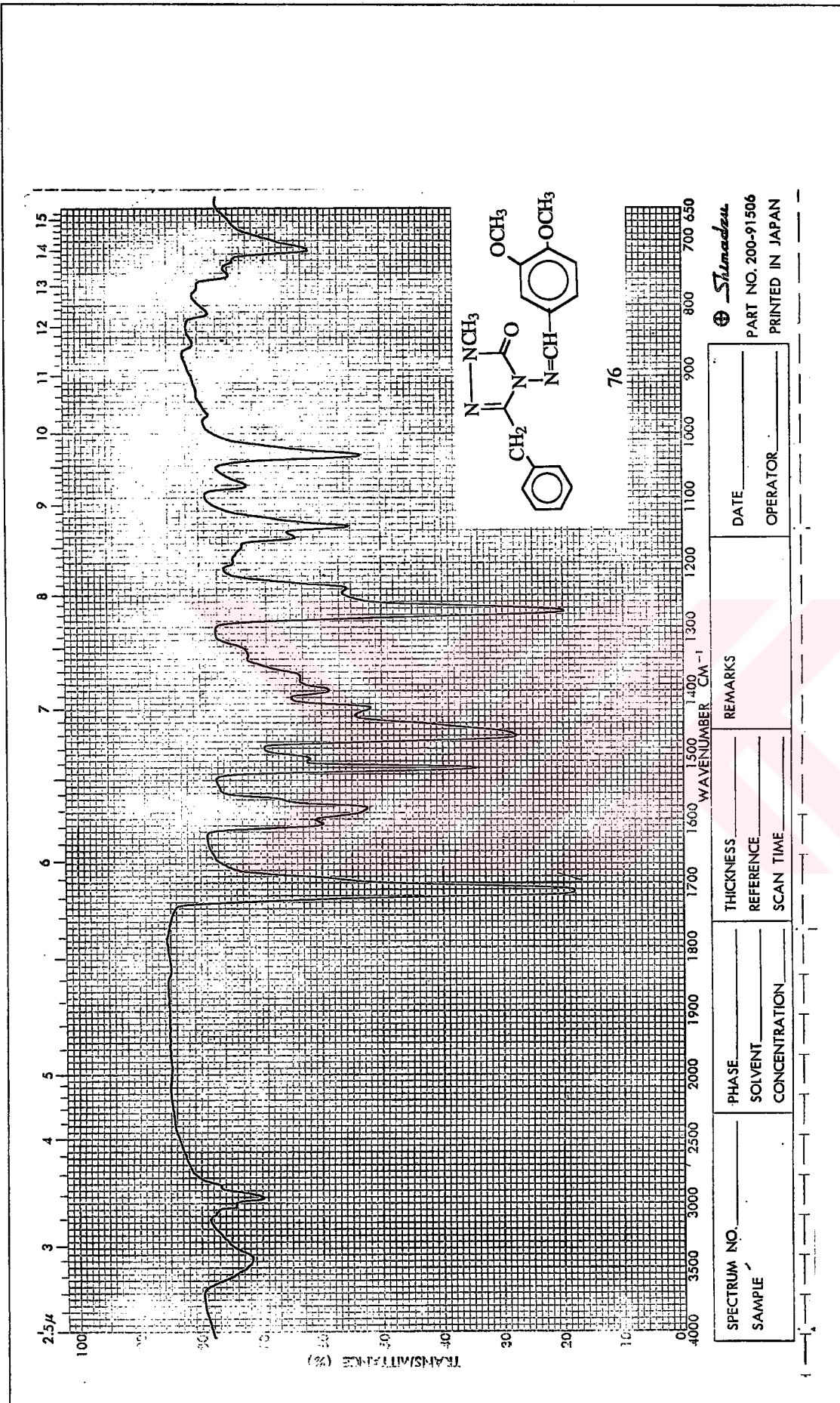


HN1-N
9.5.01
Pulse Sequence: s2pu1

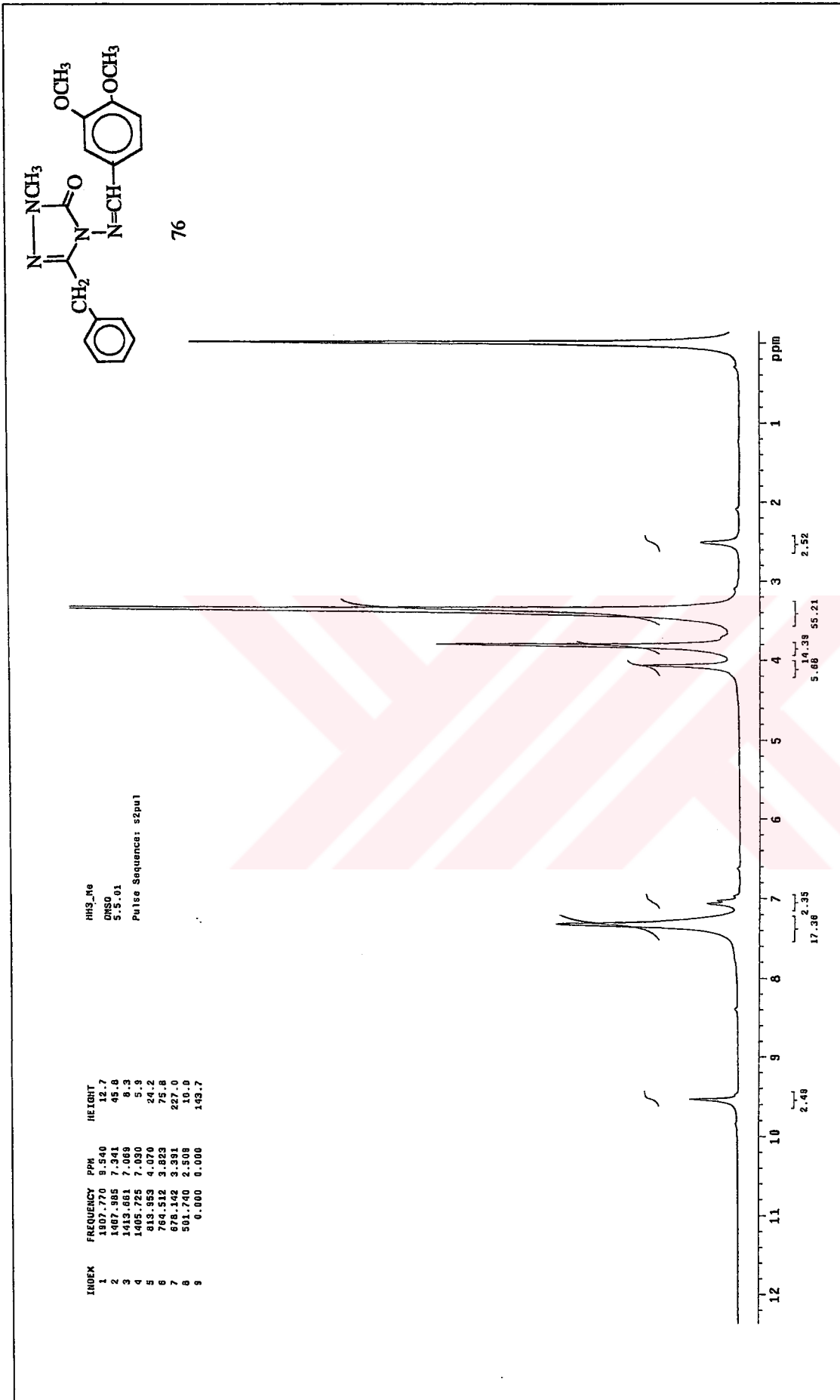
INDEX	FREQUENCY PPM	HEIGHT
1	7759.331	154.313
2	7829.246	151.728
3	7489.624	148.949
4	7173.376	142.680
5	6323.054	125.749
6	6172.750	122.760
7	5800.148	111.372
8	5487.381	108.732
9	2791.681	55.519
10	2783.288	55.352
11	2041.668	40.604
12	2033.677	40.445
13	2020.707	40.187
14	2012.688	40.027
15	1938.725	38.789
16	1931.714	38.610
17	1974.744	39.352
18	1957.762	38.935
19	1936.781	38.518
20	1915.789	38.100
21	1594.211	31.705
22	544.755	10.834
23	25.178	0.501
24	0.000	0.000
25	-1.307	-0.038



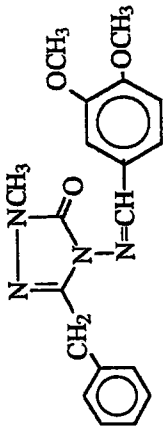
Ek Şekil 27. 75 Bileşiminin ^{13}C NMR (DMSO- d_6) Spektrumu



Ek Şekil 28. 76 Bileşiğinin IR Spektrumu



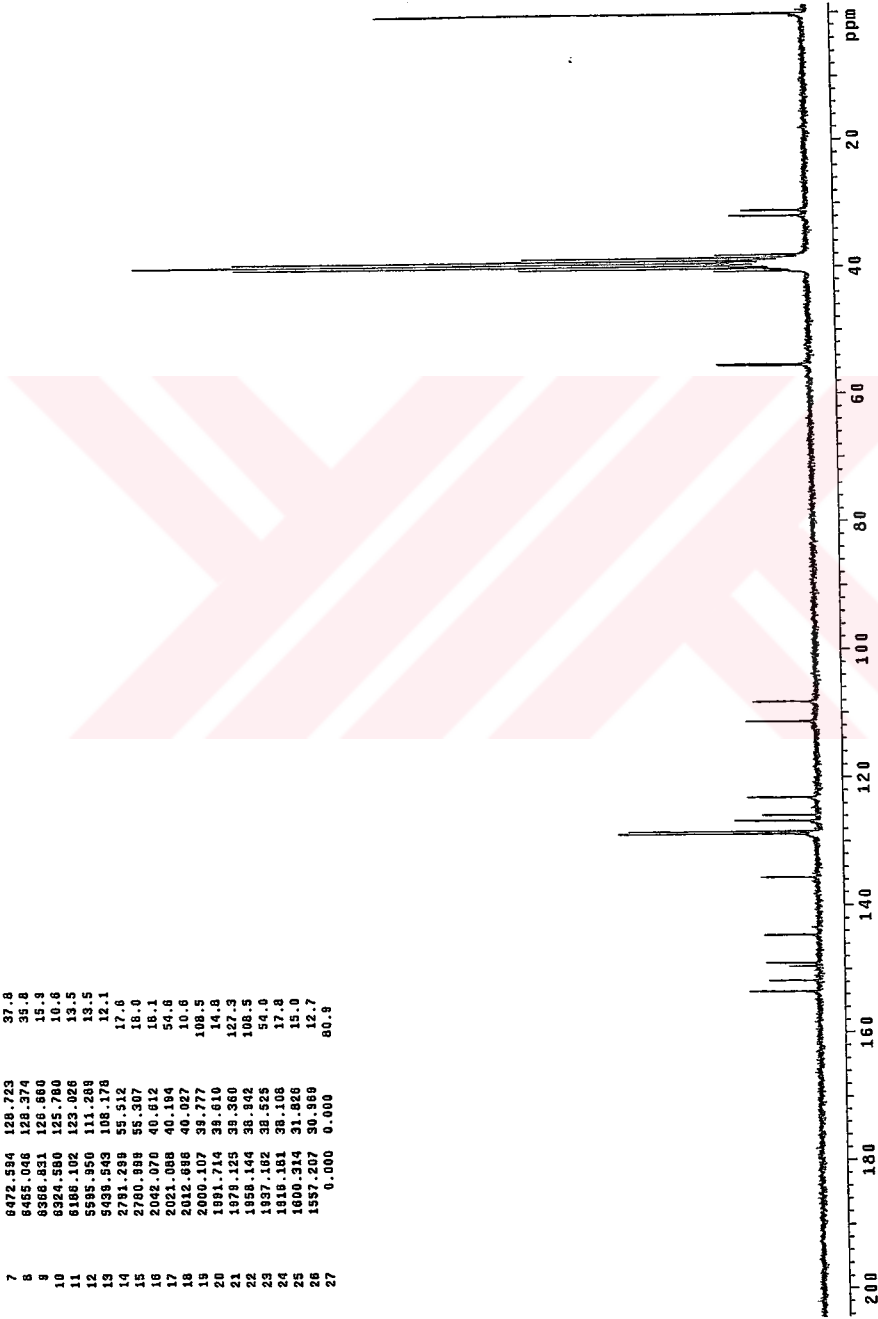
Ek Şekil 29. 76 Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



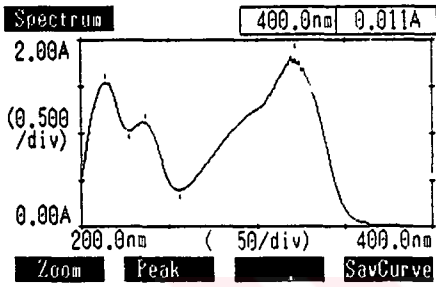
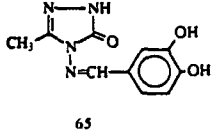
76

HNS-46
9.5.01
Pulse Sequence: s2pul

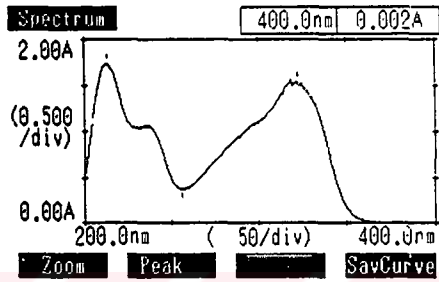
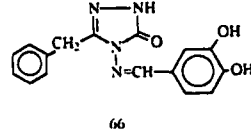
INDEX	FREQUENCY PPM	HEIGHT
1	7716.665	153.483
2	7828.101	151.703
3	7514.801	148.450
4	7488.881	148.834
5	7289.127	144.864
6	6820.565	135.842
7	6472.594	128.723
8	6465.048	128.374
9	6368.831	128.860
10	6324.580	125.780
11	6186.102	123.028
12	5595.950	111.208
13	5438.543	108.178
14	2781.288	55.512
15	2780.888	55.307
16	2042.070	40.612
17	2021.088	40.184
18	2012.688	40.027
19	2000.107	39.777
20	1991.714	39.610
21	1978.129	39.360
22	1958.144	38.842
23	1937.182	38.523
24	1918.181	38.108
25	1600.314	31.828
26	1587.207	30.988
27	0.000	0.000



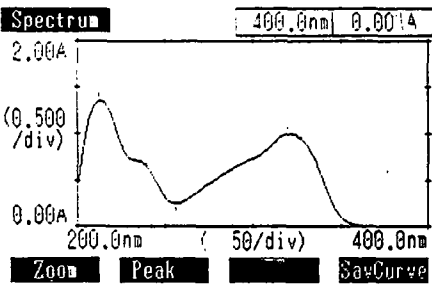
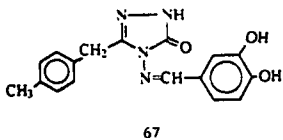
Ek Şekil 30. 76 Bileşiğinin ^{13}C NMR ($\text{DMSO-}d_6$) Spektrumu



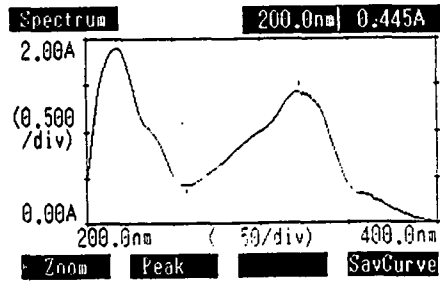
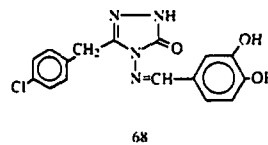
Ek Şekil 31. 65 Bileşiğinin UV Spektrumu



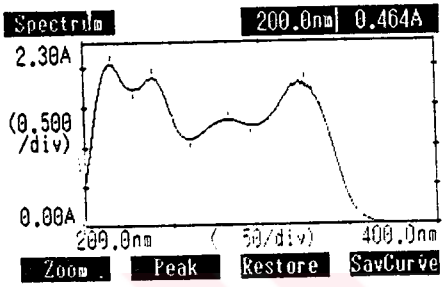
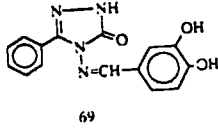
Ek Şekil 32. 66 Bileşiğinin UV Spektrumu



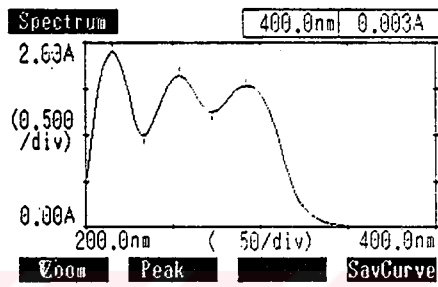
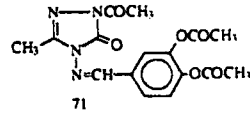
Ek Şekil 33. 67 Bileşiğinin UV Spektrumu



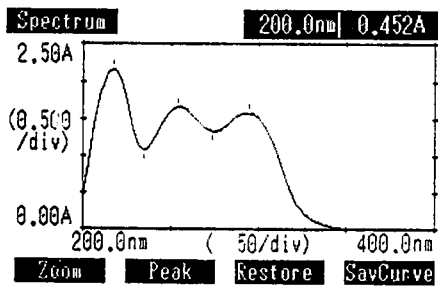
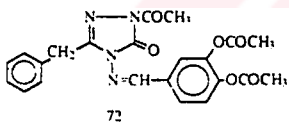
Ek Şekil 34. 68 Bileşiğinin UV Spektrumu



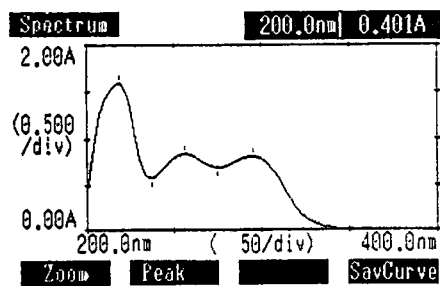
Ek Şekil 35. 69 Bileşiğinin UV Spektrumu



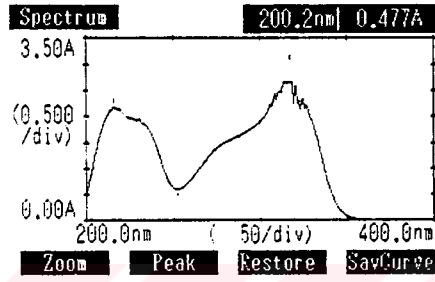
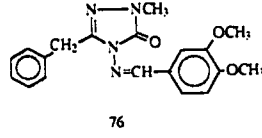
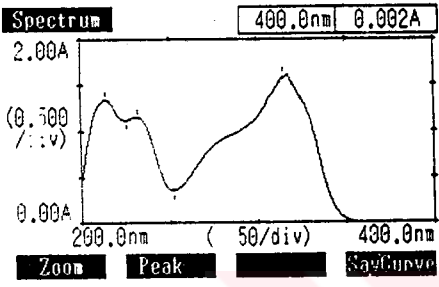
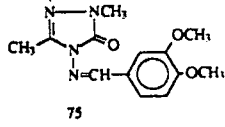
Ek Şekil 36. 71 Bileşiğinin UV Spektrumu



Ek Şekil 37. 72 Bileşiğinin UV Spektrumu



Ek Şekil 38. 73 Bileşiğinin UV Spektrumu



Ek Şekil 39. 75 Bileşiğinin UV Spektrumu

Ek Şekil 40. 76 Bileşiğinin UV Spektrumu

Tablo 12. 65 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu

İKİ NÜSHA DOLDURUNUZ □□.



Marmara Araştırma Merkezi
ENSTRÜMENTAL ANALİZ LABORATUVARLARI
P.K. 21, 41470 GEBZE - KOCAELİ
Tel: 0 (262) 641 23 00 / 4100

ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU

Analizi isteyen kişi/ŞİRKET : Doç.Dr.Haydar YÜKSEK K.T.Ü.Fatih Eğitim Fak. Kimya Eğitimi ABD Başkanı Adres, tel : T1F:0462 2487300/1064 61335 Söğütü/ TRABZON					Örnek tanıma kodu 30	
Analizi istenen elementler : C, H, N Örneğin kapalı formülü : $C_{10}H_{10}N_4O_3$ Erime veya bozunma noktası : Nem çabıcılığı : -- Kurutuldu ise şartları : Vakumda					TÜBİTAK İşl Proje no :	
	(%) C	(%) H	(%) N	(%) S	(%) O	<input checked="" type="checkbox"/> Üniversite <input type="checkbox"/> Endüstri <input checked="" type="checkbox"/> Normal Analiz <input type="checkbox"/> Acil Analiz
Teorik değerler	51.28	4.30	23.92			
Analiz sonuçları	51.15	4.38	23.73			
Analiz ücretini ödeyenin Adı, Soyadı, Ünvanı : KTÜ Araştırma Fonu Adres, tel : 61080 TRABZON İmzası:					Örnek geri isteniyor mu? <input type="checkbox"/> Evet <input checked="" type="checkbox"/> Hayır	
BÖLÜM TARAFINDAN DOLDURULACAK						
EAL KAYIT NO	GELİŞ TARİHİ	BİTİŞ TARİHİ		ANALİZ TUTARI		
07410				2.750.000		
Analiz yapanın imzası :				Bölüm Başkanının imzası :		

ÖZGEÇMİŞ

20. 06. 1976 tarihinde Kırşehir’de doğdu. İlkokulu Kırşehir’de, ortaokulu Sivas’ta ve liseyi Sivas Şarkışla ilçesinde tamamladı. 1992-93 ders yılında KTÜ Fatih Eğitim Fakültesi Fen Bilimleri Eğitimi Bölümü, Kimya Öğretmenliği Programını kazandı. 1996-97 Güz döneminde bu programdan mezun oldu.

Aynı yıl KTÜ Fen Bilimleri Enstitüsünün açmış olduğu yüksek lisans sınavında başarılı olarak yüksek lisans eğitimine başladı. Halen Samsun’da öğretmen olarak görev yapmaktadır.

