

57704

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

57704

KİMYA ANABİLİM DALI

BAZI 4,5-DİHİDRO-1H-1,2,4-TRIAZOL-5-ON TÜREVLERİNİN

SENTEZİ VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Neşe DOĞAN.

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde

"Doktor"

Ünvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 13. 07. 1995

Tezin Sözlü Savunma Tarihi : 12. 10. 1995

Tezin Danışmanı : Prof. Dr. Aysun İKİZLER

Jüri Üyesi : Prof. Dr. Aykut İKİZLER

Jüri Üyesi : Prof. Dr. Süheyla ÖZERİŞ

Enstitü Müdürü : Prof. Dr. Temel SAVAŞKAN

Temmuz 1995

TRABZON

ÖNSÖZ

Bu çalışma K.T.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı Doktora Programında gerçekleştirilmiştir.

Çalışmada potensiyel biyolojik aktiviteye sahip ve bu yönden incelemeye açık bazı "4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on" türevlerinin sentezlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla oluşturulan genel yöntemler uygulanarak 54 yeni bileşik elde edilmiş, yapıları aydınlatılmış ve özellikleri incelenmiştir.

Çalışmalarım süresince yakın ilgisini esirgmeyen engin bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım danışman hocam K.T.Ü Kimya Bölüm Başkanı ve Biyokimya Anabilim Dalı Başkanı Sayın Prof.Dr.Aysun İKİZLER'e ve her zaman yakın ilgi ve desteğini gördüğüm Değerli Hocam K.T.Ü Fatih Eğitim Fakültesi Dekanı Sayın Prof.Dr.Aykut İKİZLER'e en derin saygılarımla, minnet ve şükranlarımı sunarım.

Bu çalışmaya sağladığı maddi destekten dolayı K.TÜ Araştırma Fonu Yönetici ve ilgililerine, ¹H NMR spektrumlarını özenle alan Arş.Gör.Dr.Ahmet DEMİRBAŞ ve Y.Doç.Dr. Haydar YÜKSEK'e, tez yazımını büyük dikkat ve titizlikle yapan Arş.Gör. Sinan NOHUT'a teşekkür etmeyi bir borç bilirim.

Trabzon, Temmuz 1995

Neşe DOĞAN

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ	II
ÖZET	VI
SUMMARY	VII
ŞEKİL LİSTESİ	VIII
TABLO LİSTESİ	XIII
SEMBOL LİSTESİ	XV
1. GENEL BİLGİLER	1
1.1. Giriş	1
2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	27
2.1. 3-Etil-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (41)	28
2.2. 3-Benzil-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (42)	28
2.3. 3-p-Klorobenzil-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (43)	29
2.4. 3-p-Tolil-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (44)	29
2.5. 3-Metil-4-propionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (46)	30
2.6. 3-Etil-4-propionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (47)	30
2.7. 3-Benzil-4-propionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (48)	30
2.8. 3-p-Klorobenzil-4-propionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (49)	31
2.9. 3-Metil-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (51)	31
2.10. 3-Benzil-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (52)	32
2.11. 3-p-Klorobenzil-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (53)	32
2.12. 3-p-Tolil-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (54)	32
2.13. 3-Metil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (56)	33
2.14. 3-Etil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (57)	33
2.15. 3-Benzil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (58)	33
2.16. 3-p-Klorobenzil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (59)	34
2.17. 3-Fenil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (60)	34
2.18. 3-p-Tolil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (61)	35
2.19. 3-Etil-4-(3-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (63)	35
2.20. 3-Benzil-4-(3-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (64)	35

2.21. 3-p-Klorobenzil-4-(3-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (65)	36
2.22. 3-Fenil-4-(3-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (66)	36
2.23. 3-Etil-4-(2,4-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (68)	36
2.24. 3-Benzil-4-(2,4-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (69)	37
2.25. 3-p-Klorobenzil-4-(2,4-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (70)	37
2.26. 3-Benzil-4-(2,6-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (72)	38
2.27. 3-p-klorobenzil-4-(2,6-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (73)	38
2.28. 3-Metil-4-(1-naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (75)	38
2.29. 3-Benzil-4-(1-naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (76)	39
2.30. 3-p-Klorobenzil-4-(1-naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (77)	39
2.31. 3-Fenil-4-(1-naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (78)	39
2.32. 3-Fenil-4-dipropionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (83)	40
2.33. 3-p-Tolil-4-dipropionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (84)	40
2.34. 3-Fenil-4-di(2,4-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (85)	41
2.35. 3-Metil-4-diasetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (87)	41
2.36. 3-Etil-4-diasetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (88)	41
2.37. 3-Benzil-4-diasetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (89)	42
2.38. 3-Metil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (91)	42
2.39. 3-Etil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (92)	42
2.40. 3-Benzil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (93)	43
2.41. 3-p-Klorobenzil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (94)	43
2.42. 3-p-Tolil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (95)	44
2.43. 3-Metil-4-p-metilbenzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (97)	44
2.44. 3-Etil-4-p-metilbenzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (98)	44
2.45. 3-Benzil-4-p-metilbenzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (99)	45

2.46.	3-p-Klorobenzil-4-p-metilbenzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (100)	45
2.47.	3-p-Tolil-4-p-metilbenzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (101)	46
2.48.	3-Metil-4-(naftalen-2-sulfonilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (103)	46
2.49.	3-Benzil-4-(naftalen-2-sulfonilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (104)	46
2.50.	3-p-Klorobenzil-4-(naftalen-2-sulfonilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (105)	47
2.51.	3-Fenil-4-(naftalen-2-sulfonilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (106)	47
2.52.	N-fenil-N'-(3-p-klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-üre (108)	48
2.53.	N-fenil-N'-(3-fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-üre (109)	48
2.54.	N-(4-klorofenil)-N'-(3-p-klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-üre (110)	48
3.	BULGULAR	50
4.	TARTIŞMA	66
5.	SONUÇLAR	69
6.	KAYNAKLAR	70
7.	EKLER	75
8.	ÖZGEÇMİŞ	197

ÖZET

Bu çalışmada bazı 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinin bazı reaksiyonları incelenerek bazı türevlerinin sentezi için genel yöntemler oluşturulmuş, ayrıca elde edilen yeni bileşiklerin yapıları aydınlatılmış ve özellikleri incelenmiştir.

3-Alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinin asetil klorür, propionil klorür, benzoil klorür, 2-klorobenzoil klorür, 3-klorobenzoil klorür, 2,4-diklorobenzoil klorür, 2,6-diklorobenzoil klorür, 1-naftoil klorür ve asetik anhidrid ile reaksiyonları incelenmiş ve bu reaksiyonlar sonucunda bu bileşiklerin 4-açilamino veya 4-diaçilamino türevleri elde edilmiştir. Aynı bileşiklerin benzensulfonil klorür, p-metilbenzensulfonil klorür ve naftalen-2-sulfonil klorür ile reaksiyonları da incelenerek 4-sulfonil amino türevlerinin elde edilmesi için genel yöntemler oluşturulmuştur. 3-Alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinin fenilizosiyanat ve p-klorofenilizosiyanat ile reaksiyonlarından ise 4-arilüreido türevlerinin oluştuğu kanıtlanmış ve reaksiyon koşulları belirlenmiştir.

Bu reaksiyonlar sonucunda elde edilen 54 yeni bileşiğin yapılarının aydınlatılması için mikroanaliz, IR ve ¹H-NMR spektroskopisi yöntemleri kullanılmıştır. Bu bileşiklerin UV spektrumları ve bazı fiziksel özellikleri belirlenmiştir. Ayrıca çalışmada gerçekleştirilen yeni ve genel sentez yöntemleri için reaksiyon mekanizmaları önerilmiştir.

Anahtar kelimeler: 1,2,4-triazol, 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol, açil klorürler, sulfonil klorürler, izosiyanatlar, karboksilli asit anhidridleri, açillendirme, katılma.

SUMMARY

SYNTHESIS OF SOME DERIVATIVES OF 4,5-DIHYDRO-1H-1,2,4-TRIAZOL-5-ONES AND INVESTIGATION OF THEIR PROPERTIES

In this study, some new reactions of some 3-alkyl(aryl)-4-amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones were investigated and general methods were established for synthesis of some derivatives of these compounds. In addition, the structures of the new compounds obtained were identified and their properties were investigated.

The reactions of 3-alkyl(aryl)-4-amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones with acetyl chloride, propionyl chloride, benzoyl chloride, 2-chlorobenzoyl chloride, 3-chlorobenzoyl chloride, 2,4-dichlorobenzoyl chloride, 2,6-dichlorobenzoyl chloride, 1-naphthoyl chloride and acetic anhydride were studied, and as a result of these reactions 4-acylamino or 4-diacylamino derivatives of these compounds were obtained. The reactions of the same compounds with benzenesulfonyl chloride, p-methylbenzenesulfonyl chloride and naphthalene-2-sulfonyl chloride were also investigated and general methods were established for obtaining 4-sulfonylamino derivatives. From the reactions of 3-alkyl(aryl)-4-amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones compounds with phenyl isocyanate and p-chlorophenyl isocyanate led to the formation of 4-acylamino derivatives and the reaction conditions were determined.

In order to identify the structure of 54 new compounds obtained in the study, combustion analyses and spectroscopic methods including IR and ^1H NMR were used. Some physical properties of these compounds were determined and the UV spectra were recorded. Reaction mechanisms were also proposed for the new and general methods of synthesis established in this study.

Key words: 1,2,4-triazole, 4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazole, acyl chlorides, sulfonyl chlorides, isocyanates, carboxylic acid anhydrides, acylation, addition.

ŞEKİL LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Ek Şekil 1. 41 Bileşiğinin IR Spektrumu	75
Ek Şekil 2. 41 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	76
Ek Şekil 3. 42 Bileşiğinin IR Spektrumu	77
Ek Şekil 4. 42 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	78
Ek Şekil 5. 43 Bileşiğinin IR Spektrumu	79
Ek Şekil 6. 43 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	80
Ek Şekil 7. 44 Bileşiğinin IR Spektrumu	81
Ek Şekil 8. 44 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	82
Ek Şekil 9. 46 Bileşiğinin IR Spektrumu	83
Ek Şekil 10. 46 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	84
Ek Şekil 11. 47 Bileşiğinin IR Spektrumu	85
Ek Şekil 12. 47 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	86
Ek Şekil 13. 48 Bileşiğinin IR Spektrumu	87
Ek Şekil 14. 48 Bileşiğinin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	88
Ek Şekil 15. 49 Bileşiğinin IR Spektrumu	89
Ek Şekil 16. 49 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	90
Ek Şekil 17. 51 Bileşiğinin IR Spektrumu	91
Ek Şekil 18. 51 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	92
Ek Şekil 19. 52 Bileşiğinin IR Spektrumu	93
Ek Şekil 20. 52 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	94
Ek Şekil 21. 53 Bileşiğinin IR Spektrumu	95
Ek Şekil 22. 53 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	96
Ek Şekil 23. 54 Bileşiğinin IR Spektrumu	97
Ek Şekil 24. 54 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	98
Ek Şekil 25. 56 Bileşiğinin IR Spektrumu	99
Ek Şekil 26. 56 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	100
Ek Şekil 27. 57 Bileşiğinin IR Spektrumu	101
Ek Şekil 28. 57 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	102
Ek Şekil 29. 58 Bileşiğinin IR Spektrumu	103
Ek Şekil 30. 58 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	104
Ek Şekil 31. 59 Bileşiğinin IR Spektrumu	105
Ek Şekil 32. 59 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	106
Ek Şekil 33. 60 Bileşiğinin IR Spektrumu	107

Ek Şekil 34.	60 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	108
Ek Şekil 35.	61 Bileşiğinin IR Spektrumu	109
Ek Şekil 36.	61 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	110
Ek Şekil 37.	63 Bileşiğinin IR Spektrumu	111
Ek Şekil 38.	63 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	112
Ek Şekil 39.	64 Bileşiğinin IR Spektrumu	113
Ek Şekil 40.	64 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	114
Ek Şekil 41.	65 Bileşiğinin IR Spektrumu	115
Ek Şekil 42.	65 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	116
Ek Şekil 43.	66 Bileşiğinin IR Spektrumu	117
Ek Şekil 44.	66 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	118
Ek Şekil 45.	68 Bileşiğinin IR Spektrumu	119
Ek Şekil 46.	68 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	120
Ek Şekil 47.	69 Bileşiğinin IR Spektrumu	121
Ek Şekil 48.	69 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	122
Ek Şekil 49.	70 Bileşiğinin IR Spektrumu	123
Ek Şekil 50.	70 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	124
Ek Şekil 51.	72 Bileşiğinin IR Spektrumu	125
Ek Şekil 52.	72 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	126
Ek Şekil 53.	73 Bileşiğinin IR Spektrumu	127
Ek Şekil 54.	73 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	128
Ek Şekil 55.	75 Bileşiğinin IR Spektrumu	129
Ek Şekil 56.	75 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	130
Ek Şekil 57.	76 Bileşiğinin IR Spektrumu	131
Ek Şekil 58.	76 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	132
Ek Şekil 59.	77 Bileşiğinin IR Spektrumu	133
Ek Şekil 60.	77 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	134
Ek Şekil 61.	78 Bileşiğinin IR Spektrumu	135
Ek Şekil 62.	78 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	136
Ek Şekil 63.	83 Bileşiğinin IR Spektrumu	137
Ek Şekil 64.	83 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	138
Ek Şekil 65.	84 Bileşiğinin IR Spektrumu	139
Ek Şekil 66.	84 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	140
Ek Şekil 67.	85 Bileşiğinin IR Spektrumu	141
Ek Şekil 68.	85 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	142
Ek Şekil 69.	87 Bileşiğinin IR Spektrumu	143
Ek Şekil 70.	87 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	144
Ek Şekil 71.	88 Bileşiğinin IR Spektrumu	145

Ek Şekil 72.	88 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	146
Ek Şekil 73.	89 Bileşiğinin IR Spektrumu	147
Ek Şekil 74.	89 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	148
Ek Şekil 75.	91 Bileşiğinin IR Spektrumu	149
Ek Şekil 76.	91 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	150
Ek Şekil 77.	92 Bileşiğinin IR Spektrumu	151
Ek Şekil 78.	92 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	152
Ek Şekil 79.	93 Bileşiğinin IR Spektrumu	153
Ek Şekil 80.	93 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	154
Ek Şekil 81.	94 Bileşiğinin IR Spektrumu	155
Ek Şekil 82.	94 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	156
Ek Şekil 83.	95 Bileşiğinin IR Spektrumu	157
Ek Şekil 84.	95 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	158
Ek Şekil 85.	97 Bileşiğinin IR Spektrumu	159
Ek Şekil 86.	97 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	160
Ek Şekil 87.	98 Bileşiğinin IR Spektrumu	161
Ek Şekil 88.	98 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	162
Ek Şekil 89.	99 Bileşiğinin IR Spektrumu	163
Ek Şekil 90.	99 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	164
Ek Şekil 91.	100 Bileşiğinin IR Spektrumu	165
Ek Şekil 92.	100 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	166
Ek Şekil 93.	101 Bileşiğinin IR Spektrumu	167
Ek Şekil 94.	101 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	168
Ek Şekil 95.	103 Bileşiğinin IR Spektrumu	169
Ek Şekil 96.	103 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	170
Ek Şekil 97.	104 Bileşiğinin IR Spektrumu	171
Ek Şekil 98.	104 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	172
Ek Şekil 99.	105 Bileşiğinin IR Spektrumu	173
Ek Şekil 100.	105 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	174
Ek Şekil 101.	106 Bileşiğinin IR Spektrumu	175
Ek Şekil 102.	106 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	176
Ek Şekil 103.	108 Bileşiğinin IR Spektrumu	177
Ek Şekil 104.	108 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	178
Ek Şekil 105.	109 Bileşiğinin IR Spektrumu	179
Ek Şekil 106.	109 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	180
Ek Şekil 107.	110 Bileşiğinin IR Spektrumu	181
Ek Şekil 108.	110 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	182
Ek Şekil 109.	41 Bileşiğinin UV Spektrumu	183

Ek Şekil 110.	42 Bileşiğinin UV Spektrumu	183
Ek Şekil 111.	43 Bileşiğinin UV Spektrumu	183
Ek Şekil 112.	44 Bileşiğinin UV Spektrumu	183
Ek Şekil 113.	46 Bileşiğinin UV Spektrumu	184
Ek Şekil 114.	47 Bileşiğinin UV Spektrumu	184
Ek Şekil 115.	48 Bileşiğinin UV Spektrumu	184
Ek Şekil 116.	49 Bileşiğinin UV Spektrumu	184
Ek Şekil 117.	51 Bileşiğinin UV Spektrumu	185
Ek Şekil 118.	52 Bileşiğinin UV Spektrumu	185
Ek Şekil 119.	53 Bileşiğinin UV Spektrumu	185
Ek Şekil 120.	54 Bileşiğinin UV Spektrumu	185
Ek Şekil 121.	56 Bileşiğinin UV Spektrumu	186
Ek Şekil 122.	57 Bileşiğinin UV Spektrumu	186
Ek Şekil 123.	58 Bileşiğinin UV Spektrumu	186
Ek Şekil 124.	59 Bileşiğinin UV Spektrumu	186
Ek Şekil 125.	60 Bileşiğinin UV Spektrumu	187
Ek Şekil 126.	61 Bileşiğinin UV Spektrumu	187
Ek Şekil 127.	63 Bileşiğinin UV Spektrumu	187
Ek Şekil 128.	64 Bileşiğinin UV Spektrumu	187
Ek Şekil 129.	65 Bileşiğinin UV Spektrumu	188
Ek Şekil 130.	66 Bileşiğinin UV Spektrumu	188
Ek Şekil 131.	68 Bileşiğinin UV Spektrumu	188
Ek Şekil 132.	69 Bileşiğinin UV Spektrumu	188
Ek Şekil 133.	70 Bileşiğinin UV Spektrumu	189
Ek Şekil 134.	72 Bileşiğinin UV Spektrumu	189
Ek Şekil 135.	73 Bileşiğinin UV Spektrumu	189
Ek Şekil 136.	75 Bileşiğinin UV Spektrumu	189
Ek Şekil 137.	76 Bileşiğinin UV Spektrumu	190
Ek Şekil 138.	77 Bileşiğinin UV Spektrumu	190
Ek Şekil 139.	78 Bileşiğinin UV Spektrumu	190
Ek Şekil 140.	83 Bileşiğinin UV Spektrumu	190
Ek Şekil 141.	84 Bileşiğinin UV Spektrumu	191
Ek Şekil 142.	85 Bileşiğinin UV Spektrumu	191
Ek Şekil 143.	87 Bileşiğinin UV Spektrumu	191
Ek Şekil 144.	88 Bileşiğinin UV Spektrumu	191
Ek Şekil 145.	89 Bileşiğinin UV Spektrumu	192
Ek Şekil 146.	91 Bileşiğinin UV Spektrumu	192
Ek Şekil 147.	92 Bileşiğinin UV Spektrumu	192

Ek Şekil 148.	93 Bileşiminin UV Spektrumu	192
Ek Şekil 149.	94 Bileşiminin UV Spektrumu	193
Ek Şekil 150.	95 Bileşiminin UV Spektrumu	193
Ek Şekil 151.	97 Bileşiminin UV Spektrumu	193
Ek Şekil 152.	98 Bileşiminin UV Spektrumu	193
Ek Şekil 153.	99 Bileşiminin UV Spektrumu	194
Ek Şekil 154.	100 Bileşiminin UV Spektrumu	194
Ek Şekil 155.	101 Bileşiminin UV Spektrumu	194
Ek Şekil 156.	103 Bileşiminin UV Spektrumu	194
Ek Şekil 157.	104 Bileşiminin UV Spektrumu	195
Ek Şekil 158.	105 Bileşiminin UV Spektrumu	195
Ek Şekil 159.	106 Bileşiminin UV Spektrumu	195
Ek Şekil 160.	108 Bileşiminin UV Spektrumu	195
Ek Şekil 161.	109 Bileşiminin UV Spektrumu	196
Ek Şekil 162.	110 Bileşiminin UV Spektrumu	196



TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 1. Formüller Tablosu	1-11
Tablo 2. 40 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	50
Tablo 3. 45 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	50
Tablo 4. 50 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	50
Tablo 5. 55 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	51
Tablo 6. 62 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	51
Tablo 7. 67 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	51
Tablo 8. 71 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	51
Tablo 9. 74 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	52
Tablo 10. 82 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	52
Tablo 11. 86 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	52
Tablo 12. 90 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	52
Tablo 13. 96 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	53
Tablo 14. 102 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	53
Tablo 15. 107 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları	53
Tablo 16. 40 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	54
Tablo 17. 45 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	54
Tablo 18. 50 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	54
Tablo 19. 55 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	55
Tablo 20. 62 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	55
Tablo 21. 67 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	55
Tablo 22. 71 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	56
Tablo 23. 74 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	56
Tablo 24. 82 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	56
Tablo 25. 86 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	57
Tablo 26. 90 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	57
Tablo 27. 96 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	57
Tablo 28. 102 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	58
Tablo 29. 107 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H-NMR (DMSO-d ₆) Bulguları	58
Tablo 30. 40 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	59
Tablo 31. 45 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	59
Tablo 32. 50 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	60
Tablo 33. 55 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	60

Tablo 34.	62 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	61
Tablo 35.	67 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	61
Tablo 36.	71 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	61
Tablo 37.	74 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	62
Tablo 38.	82 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	62
Tablo 39.	86 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	63
Tablo 40.	90 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	63
Tablo 41.	96 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	64
Tablo 42.	102 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	64
Tablo 43.	107 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları	65



SEMBOL LİSTESİ

A: Absorbans

Δ : Kısmen doymuş hetero halkalı bileşiklerde çifte bağın yerini belirtmekte kullanılır

δ : Kimyasal kayma (ppm)

ϵ : Molar absorbtiflik katsayısı ($\text{lt.mol.}^{-1}\text{cm}^{-1}$)

λ : Dalga boyu (nm)

ν : Dalga sayısı (cm^{-1})

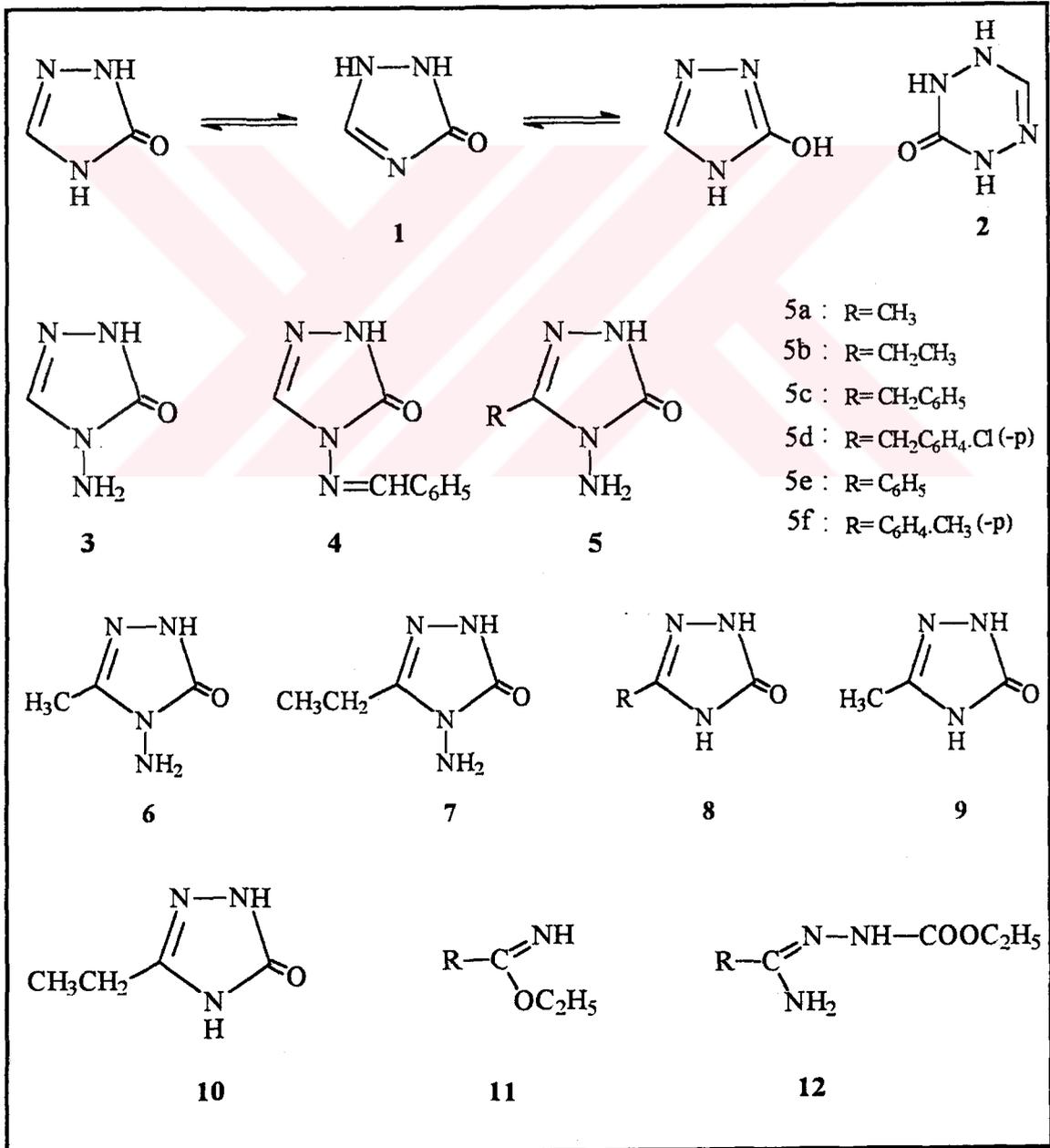


1. GENEL BİLGİLER

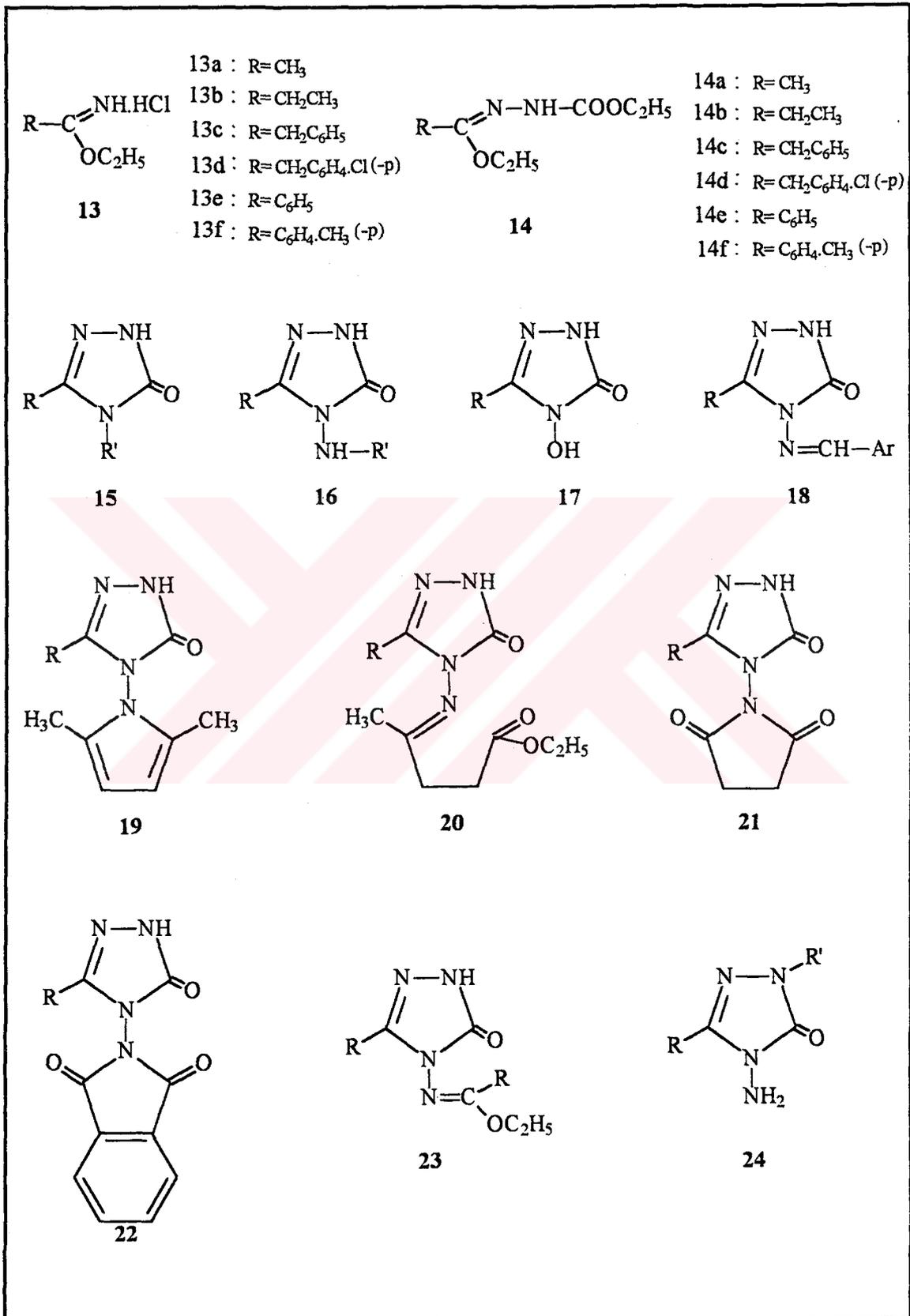
1.1. Giriş

"Bazı 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Türevlerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi" başlıklı bu çalışmada çalışma ile ilgili olan ve çalışmada sentezi yapılan bileşiklerin formülleri "Formüller Tablosu" başlığı altında aşağıda verildikten sonra konuya ilişkin genel bilgiler bir bütün halinde sunulmuştur.

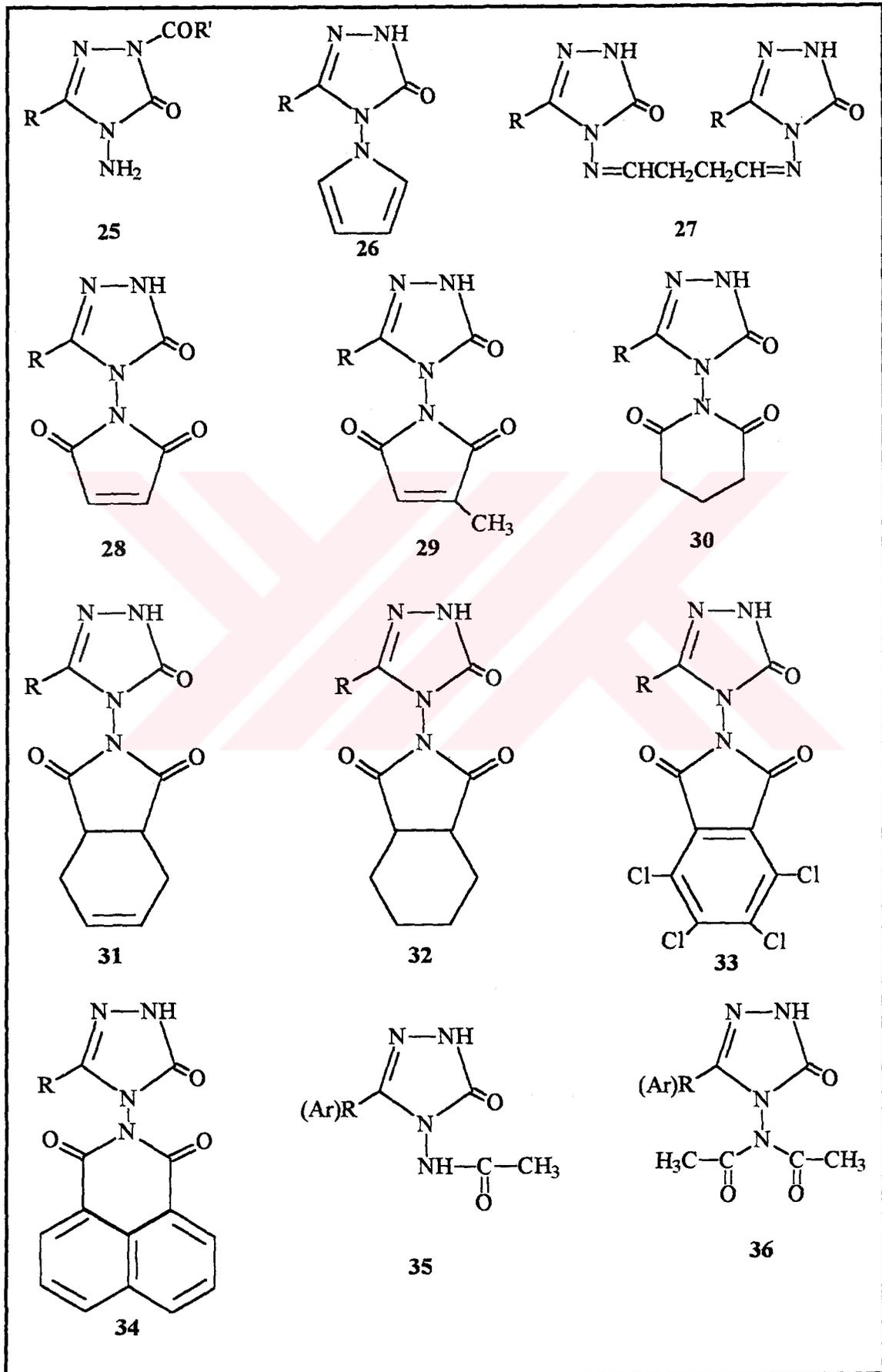
Tablo 1. Formüller Tablosu.



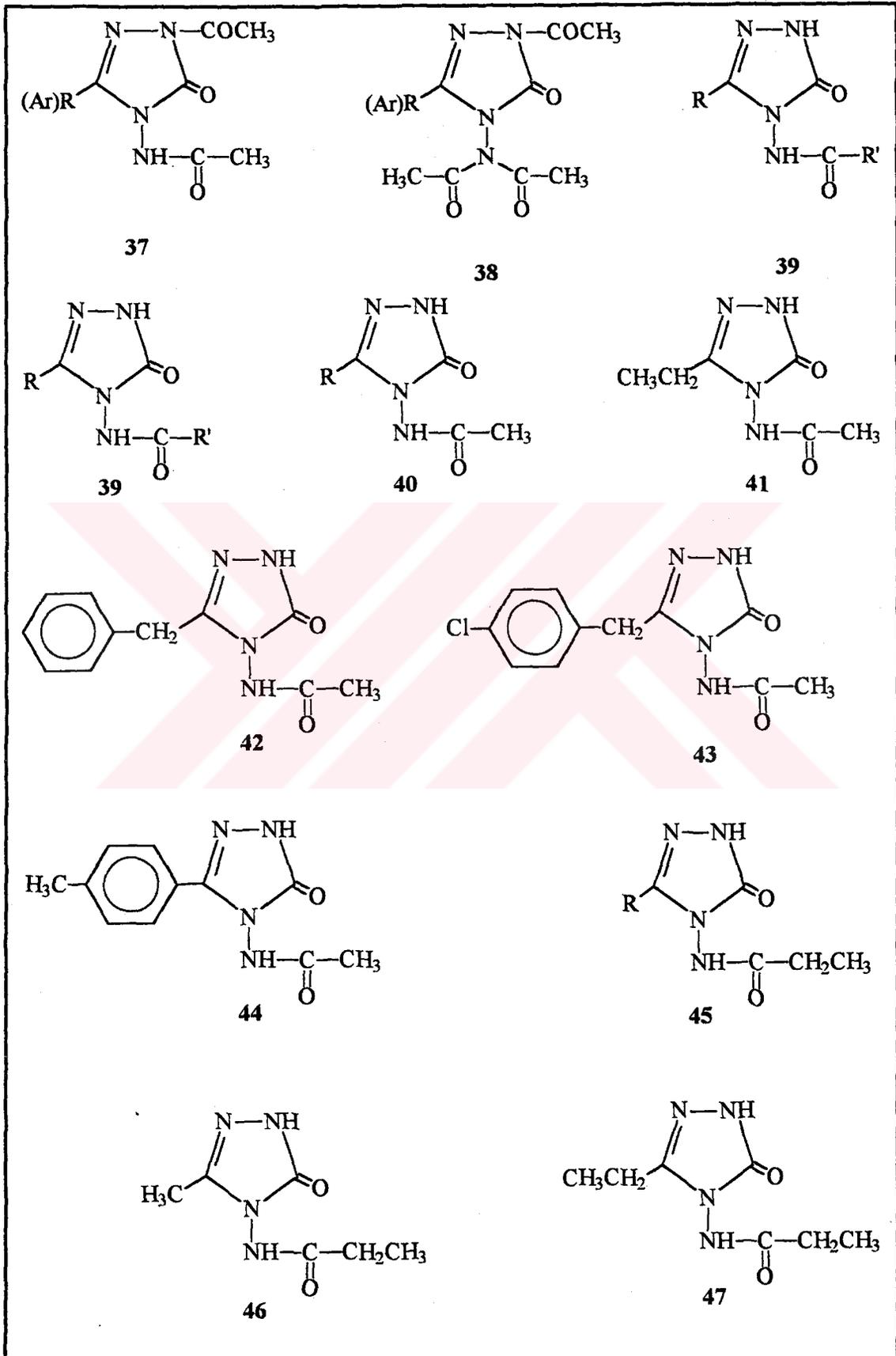
Tablo 1'in devamı.



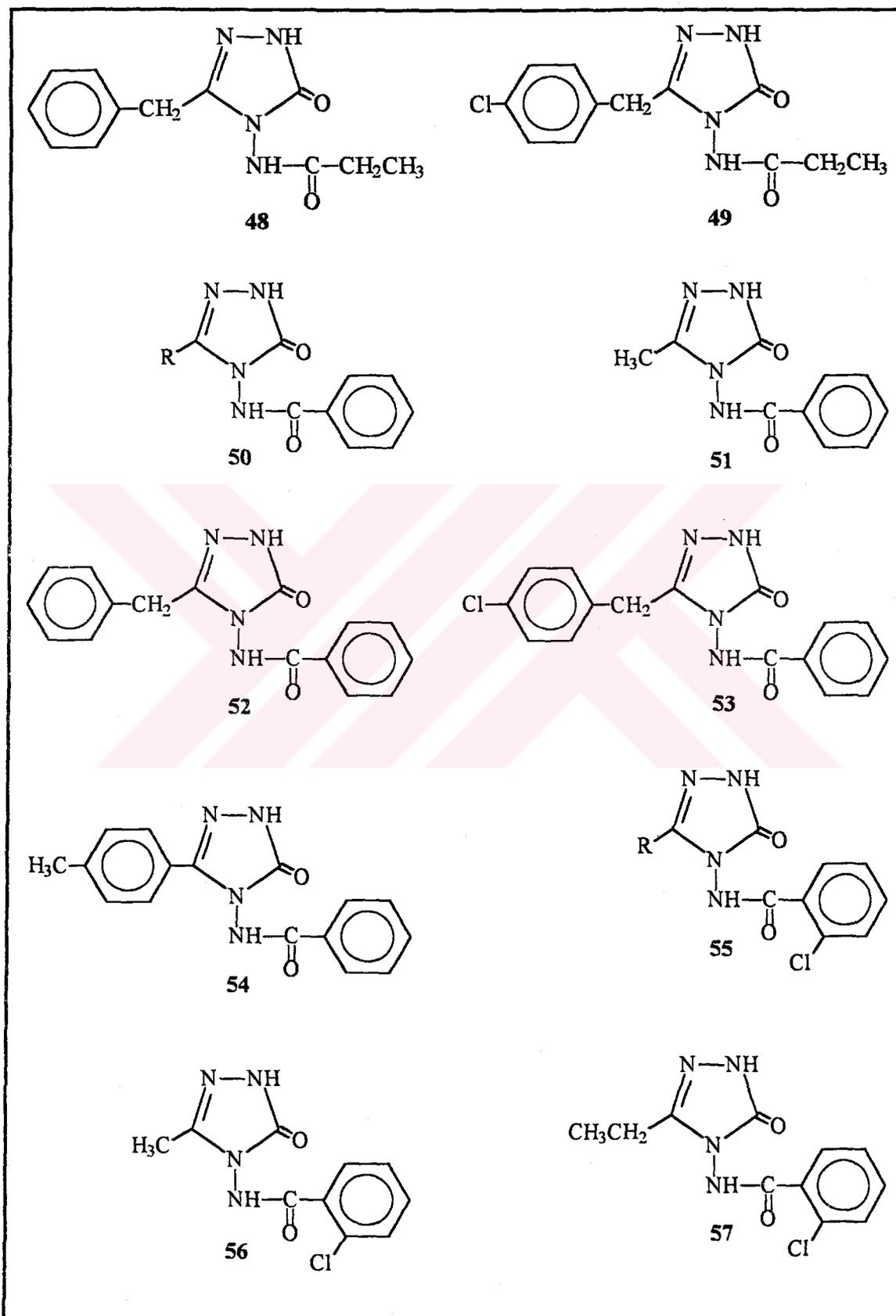
Tablo 1'in devamı.



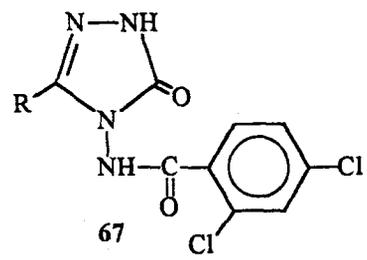
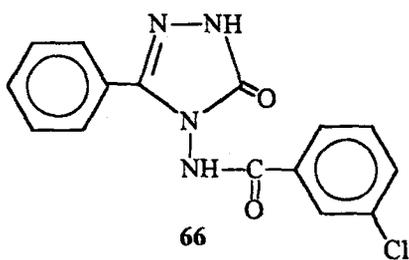
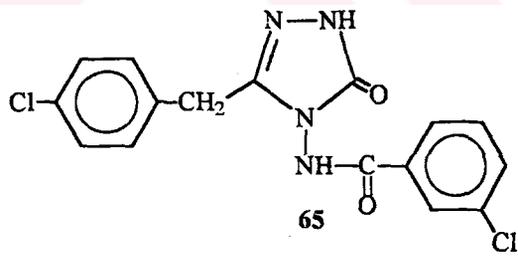
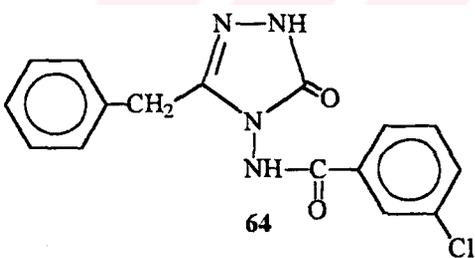
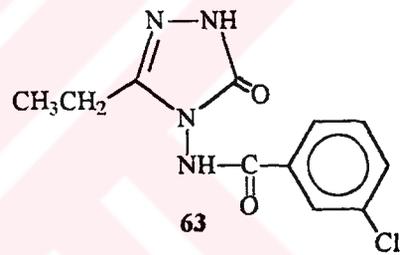
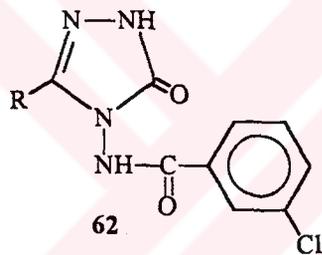
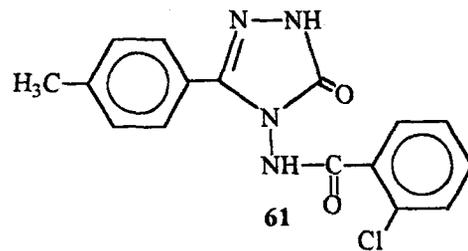
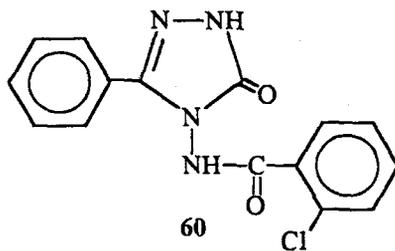
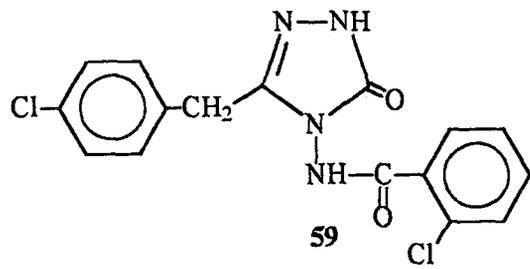
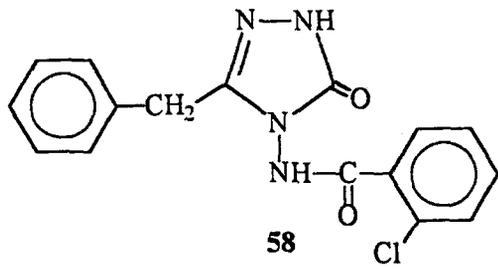
Tablo 1'in devamı.



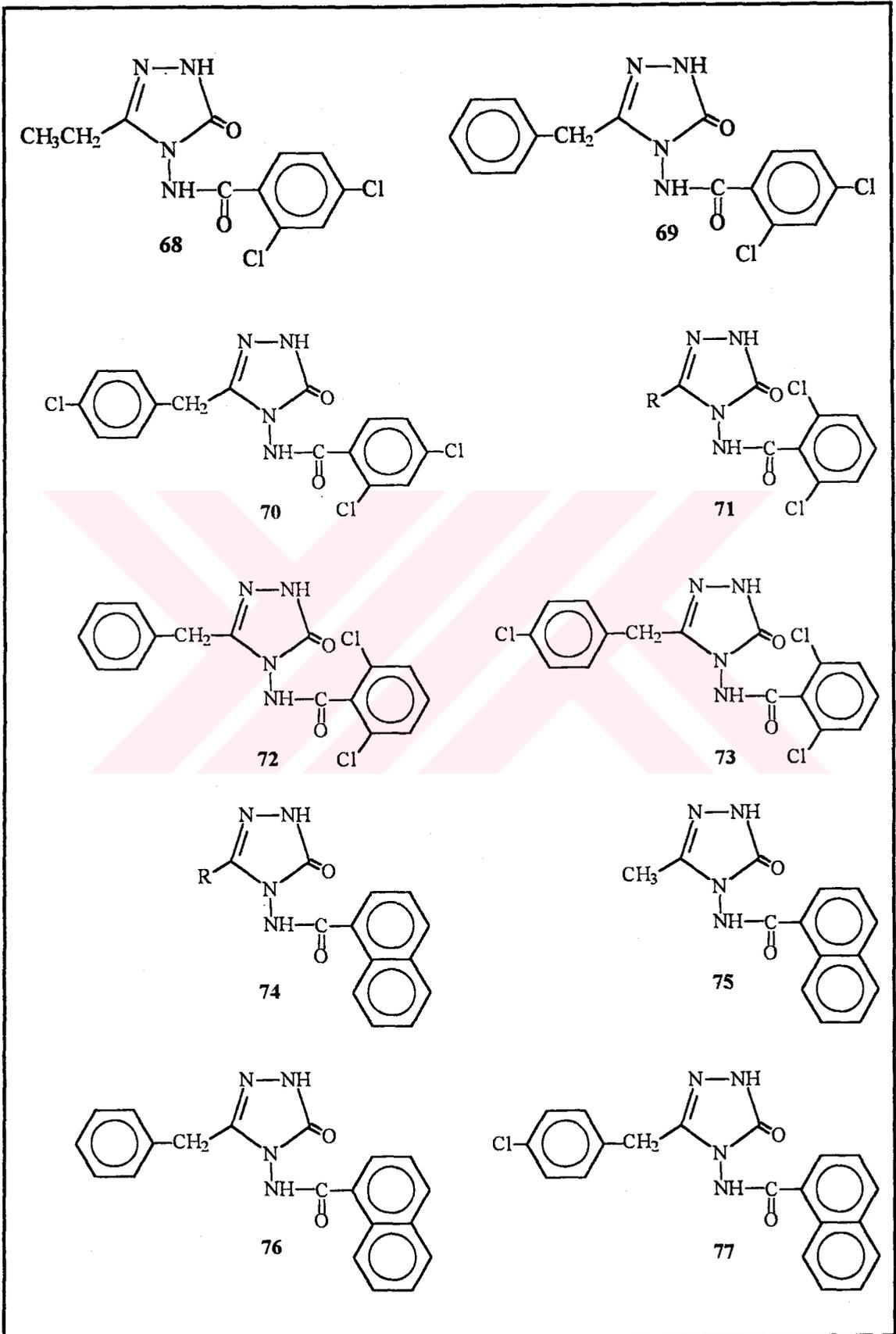
Tablo 1'in devamı.



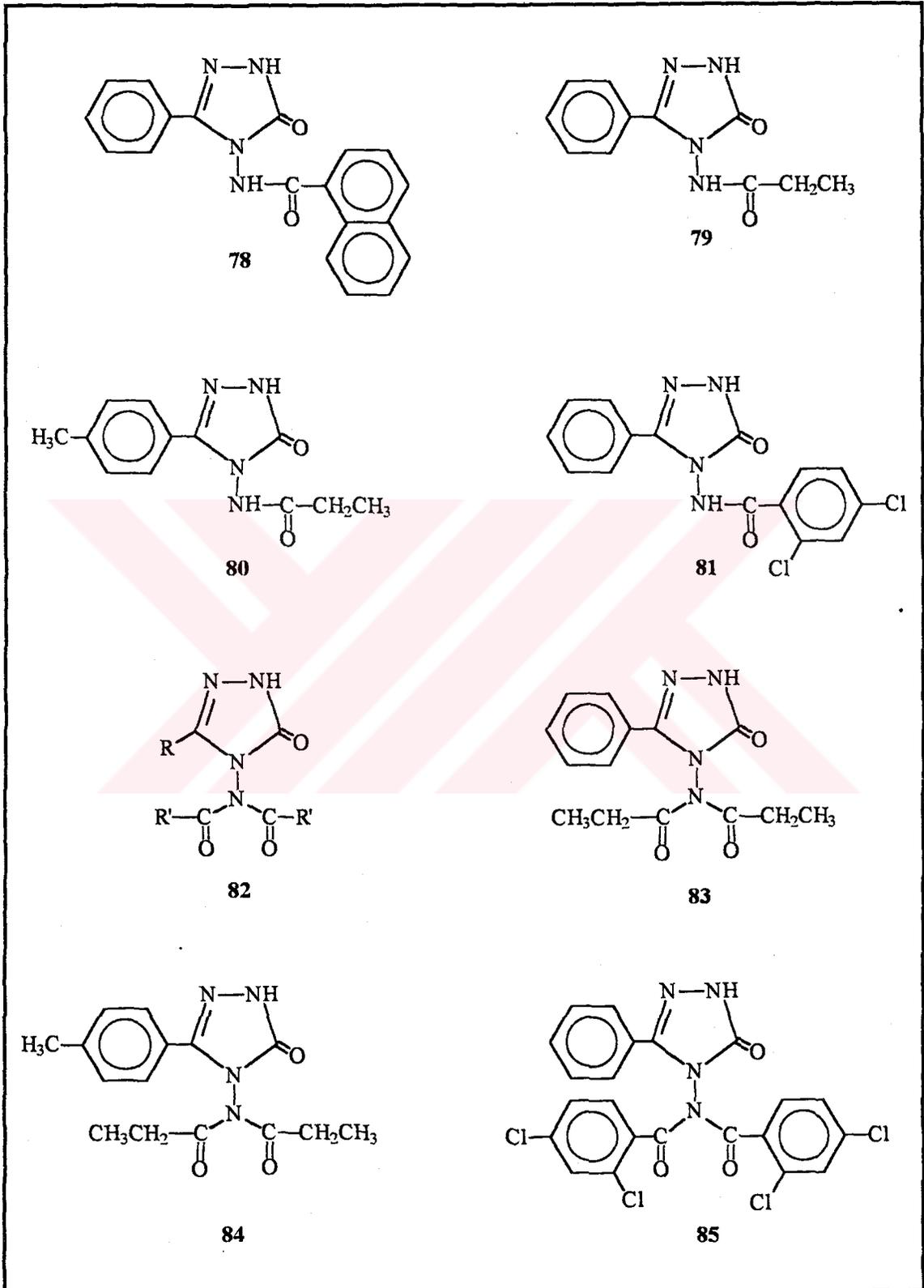
Tablo 1'in devamı.



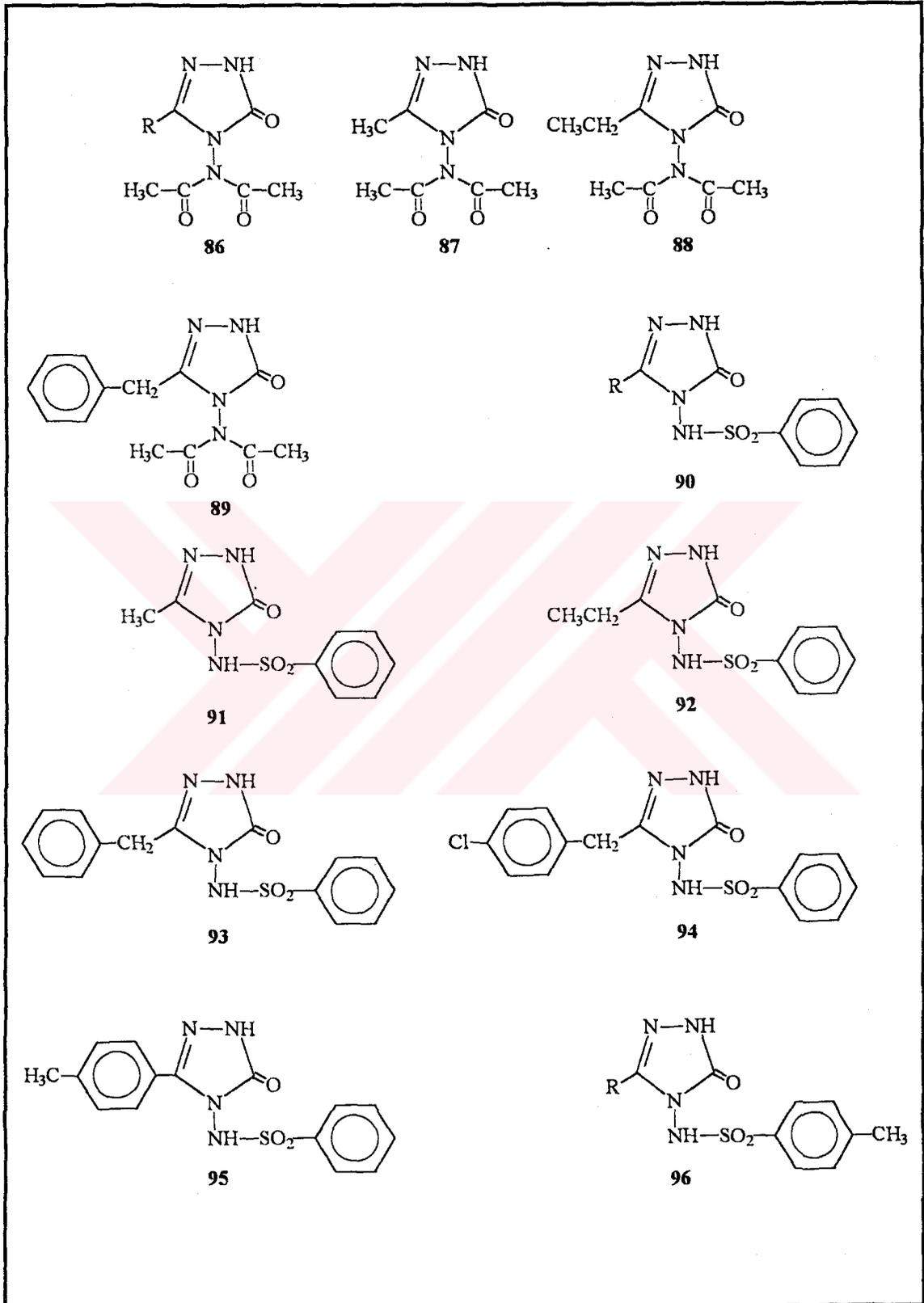
Tablo 1'in devamı.



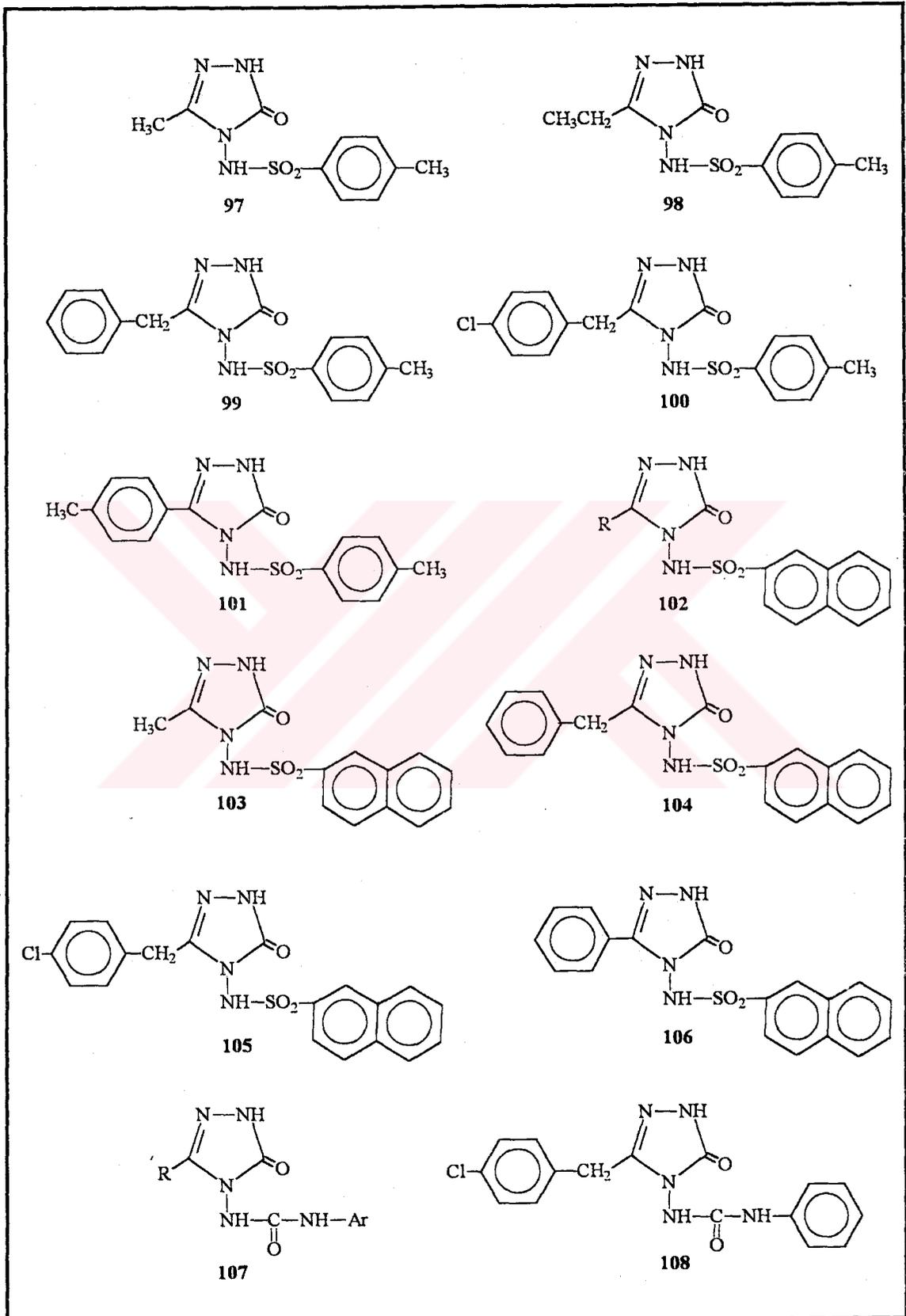
Tablo 1'in devamı.



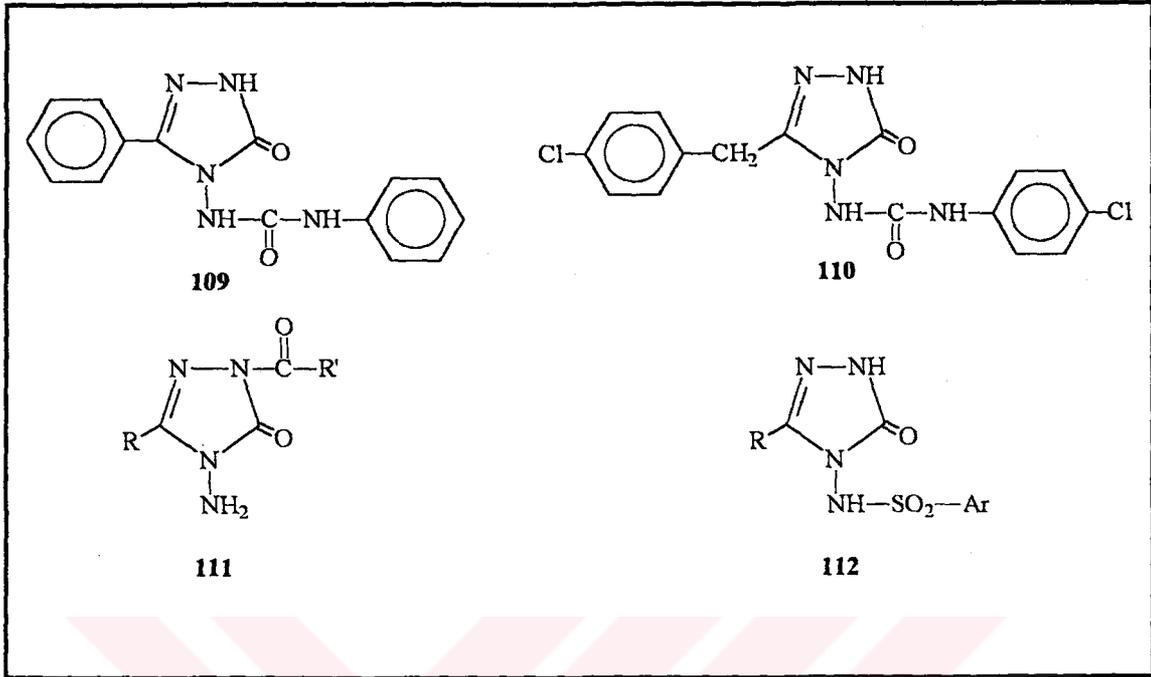
Tablo 1'in devamı.



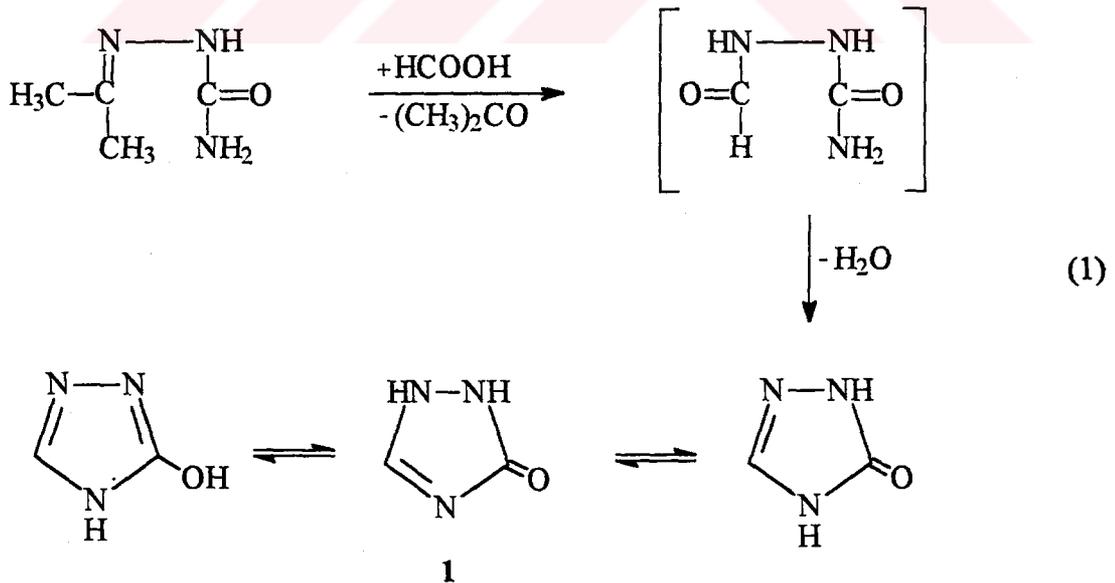
Tablo 1'in devamı.



Tablo 1'in devamı.

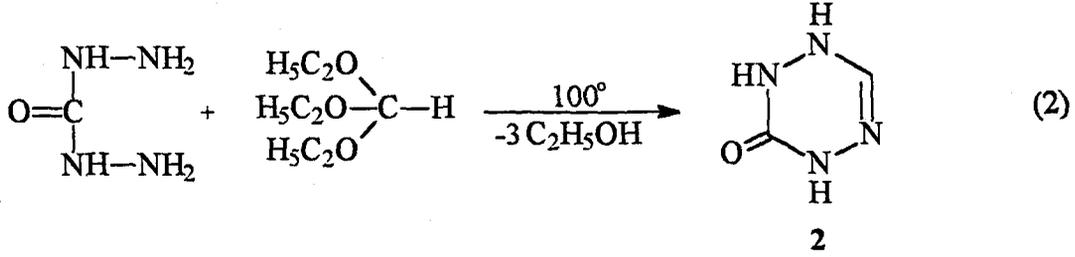


4,5-Dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (Δ^2 -1,2,4-triazol-5-on) (1) bileşiği ilk kez aseton semikarbazon'un susuz formik asid ile ısıtılmasından elde edilmiş ve özellikleri tanımlanmıştır [1] (Denklem 1).

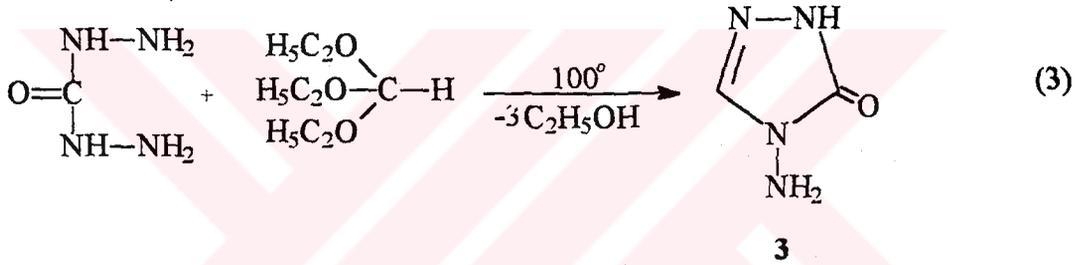


Diğer taraftan, karbohidrazid ile etil ortoformat arasındaki reaksiyonun ilk incelenmesinde ele geçen bileşiğin, önceleri, 1,4,5,6-tetrahidro-1,2,4,5-tetrazin-6-on(2) yapısında olduğu kabul edilmiş [2,3], 2 formülü atfedilen bu bileşiğin nitrit asidi ile reaksiyon vererek

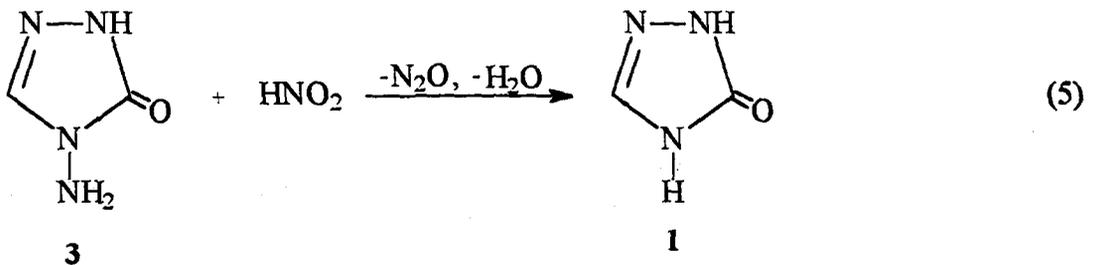
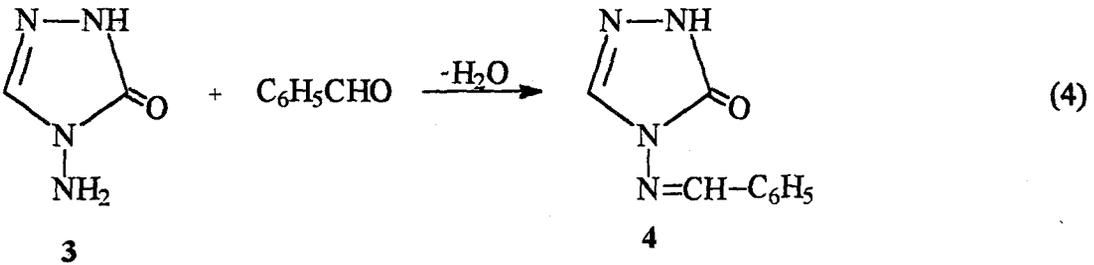
1 bileşiğine dönüştüğünün saptanmasına rağmen 2 formülünde ısrar edilmiştir [4] (Denklem 2).



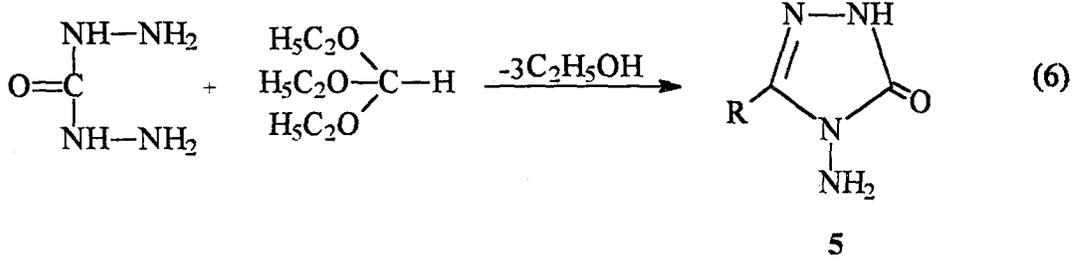
Bununla birlikte, daha sonraki yıllarda, 2 formülü atfedilen bileşiğin benzaldehid ile bir benzilidenamino bileşiğine dönüştüğü belirlenerek, 1,4,5,6-tetrahidro-1,2,4,5-tetrazin-6-on(2) formülünün yanlışlığı ortaya konulmuş ve karbohidrahid'in etilortoformat ile reaksiyonunda oluşan bileşiğin gerçek yapısının 4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (3) olduğu kanıtlanmıştır [5] (Denklem 3).



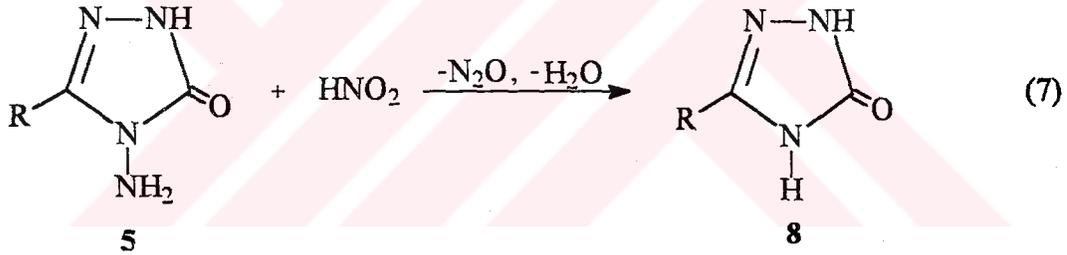
Nitekim, (3) formülüne sahip bir bileşiğin, benzaldehid ile reaksiyon verecek bir benzilidenamino türevi olan 4-benzilidenamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(4) bileşiğini oluşturabileceği ve bir amino bileşiği olarak nitrit asidi ile deaminasyona uğramak suretiyle 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(1) a dönüşebileceği, Denklem 4 ve Denklem 5 de kolaylıkla görülebilmektedir.



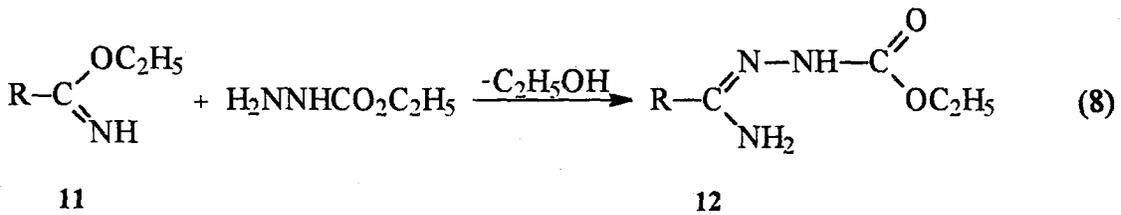
Yakın zamanlarda alkil ortoformat'ların karbohidrazid ile reaksiyonları daha geniş bir kapsamda incelenmiştir [6]. Bu incelemede, karbohidrazid'in etil ortoformat, etil ortoasetat ve etil ortopropionat ile reaksiyonundan, sırasıyla, karşın olan 5 tipi 4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(3), 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(6) ve 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(7) bileşiklerinin oluştuğu saptanmıştır (Denklem 6). Bu bileşiklerin nitrit asidi ile muamelesinden ise, deaminasyon sonucu,

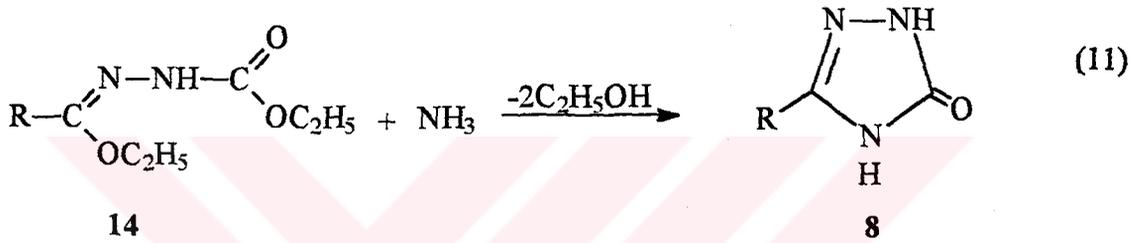
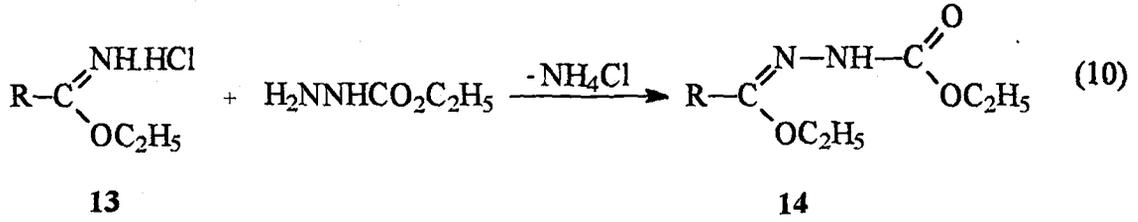
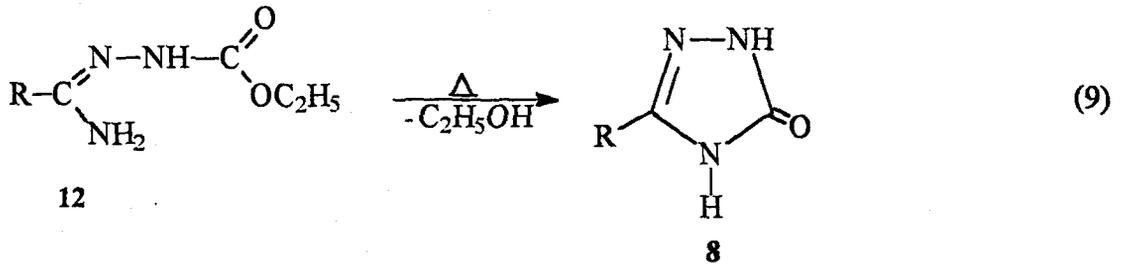


sırasıyla, 8 tipi 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(1), 3-metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(9) ve 3-etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(10) bileşiklerinin ele geçtiği belirlenmiştir [6] (Denklem 7).

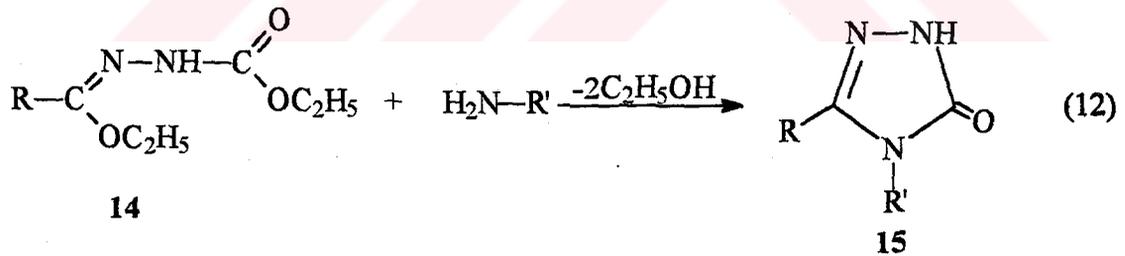


3-Alkil (aril)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(8) bileşiklerinin ve bu arada 9 ve 10'un elde edilmesine olanak sağlayan iki diğer çalışma nispeten yakın zamanlarda yapılmıştır [7,8]. Bu çalışmalarda, alkil imidat (11)'lar ile etil karbazat'ın reaksiyonundan elde edilen amid etoksikarbonilhidrazon (12)'ların kuru kuruya ısıtılması yanında, alkil imidat hidroklorür (13)'lerin etil karbazat ile reaksiyonundan oluşan ester etoksikarbonilhidrazon (14)'ların amonyak ile muamelesinden de 8 tipi bileşiklerin teşekkül ettiği belirlenmiştir (Denklem 8, Denklem 9, Denklem 10, Denklem 11).

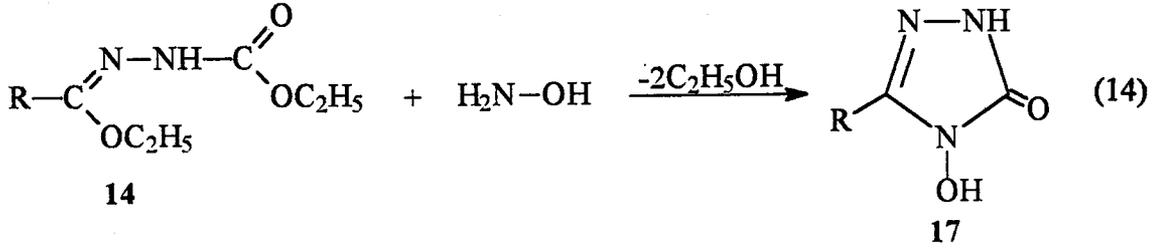
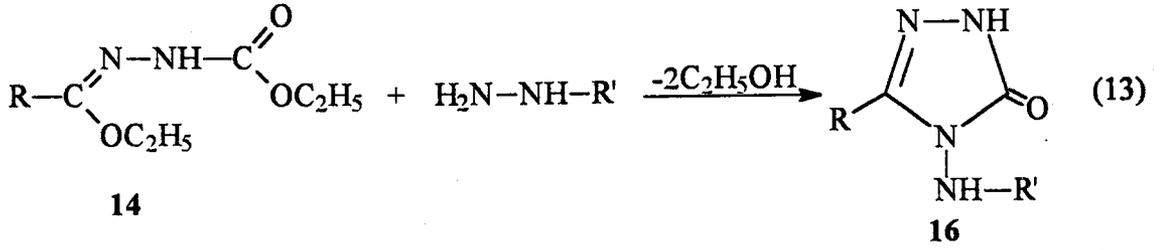




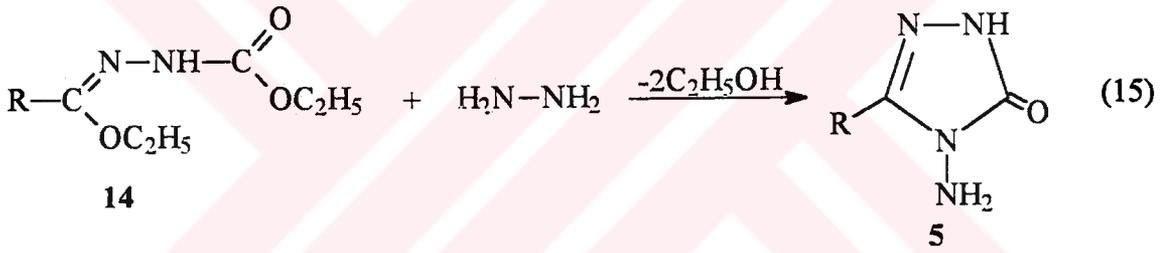
Ester etoksikarbonilhidrazoni (14)'ların amonyak yerine alifatik veya aromatik primer aminlerle reaksiyonundan ise, 3,4-dialkil(aril)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (15)'lerin oluştuğu da bildirilmiştir [8-13] (Denklem 12).



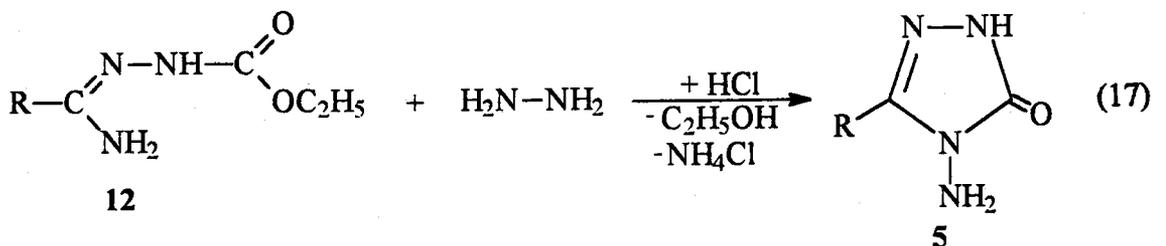
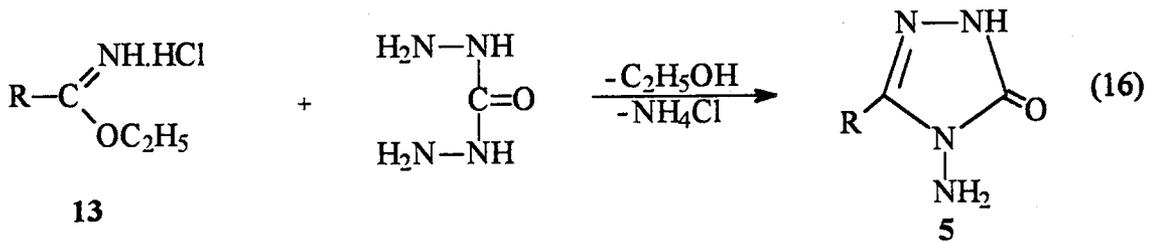
Yakın zamanlarda gerçekleştirilen birkaç çalışmada ise 14 tipi bileşiklerin açıl- ya da alkilhidrazin'ler ile reaksiyonu incelenmiş [14-16], bir diğer çalışmada ise 14 bileşiklerinin hidroksilamin ile muamelesine başvurulmuştur [17]. Bu reaksiyonlarda, sırasıyla 3-alkil (aril)-4-arilamino(alkilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(16)'lar ve 3-alkil (aril)-4-hidroksi-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(17)'lar elde edilmiştir (Denklem 13 ve Denklem 14).

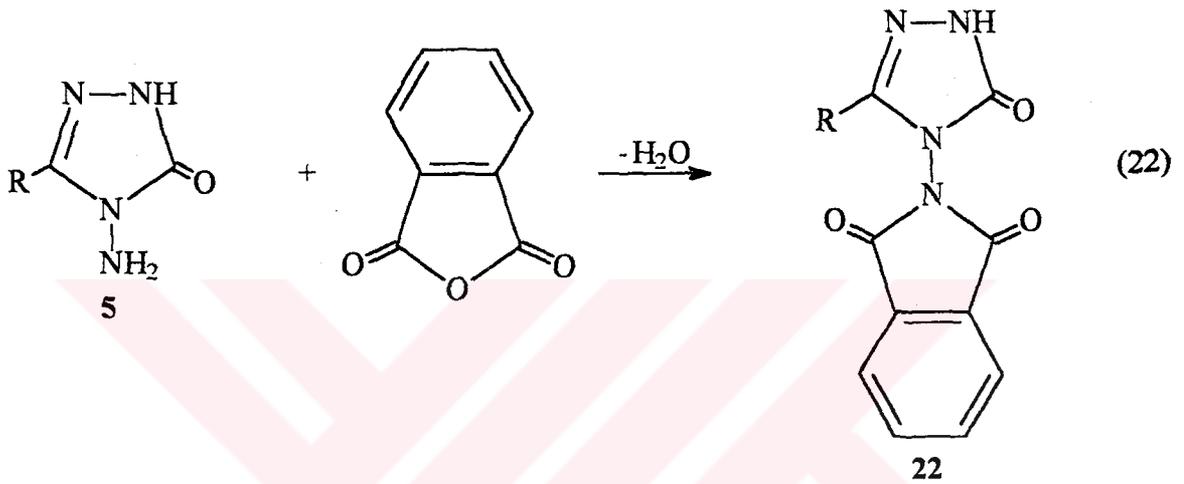
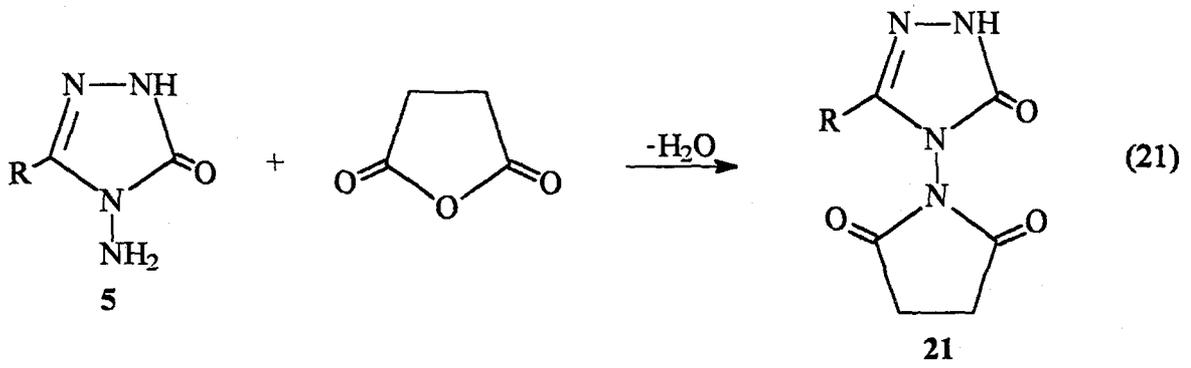


Ester etoksikarbonilhidrazon (14)'ların hidrazin ile reaksiyonunun ise, 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(5)'ların oluşumuna yol açtığı bildirilmiştir [14,15] (Denklem 15).

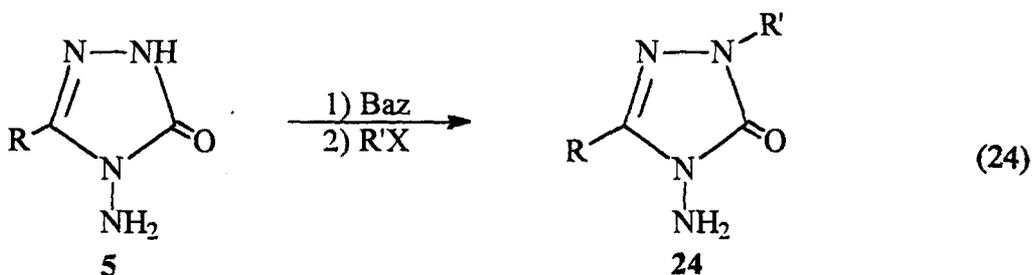
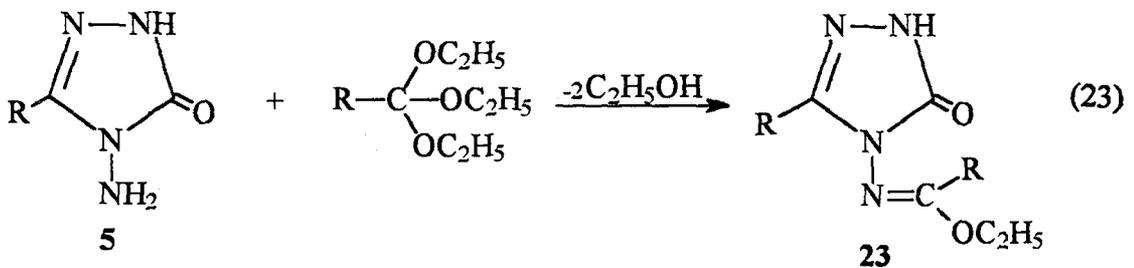


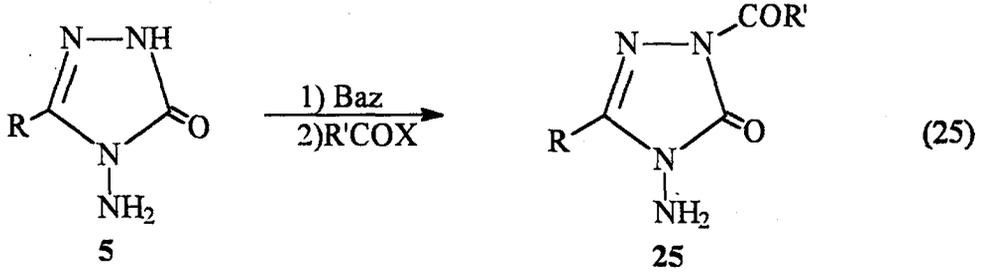
5 tipi bileşiklerin sentezi için Denklem 6 ve Denklem 15 ile gösterilen yöntemlere ilaveten, son zamanlarda gerçekleştirilen bir yöntemde, alkil imidat hidroklorür(13)'ler karbohidrazid ile muamele edilmiş [18,19] (Denklem 16), bir diğer yöntemde ise amid etoksikarbonilhidrazon(12)'lar asidik ortamda hidrazin ile reaksiyona sokulmuştur [19] (Denklem 17).



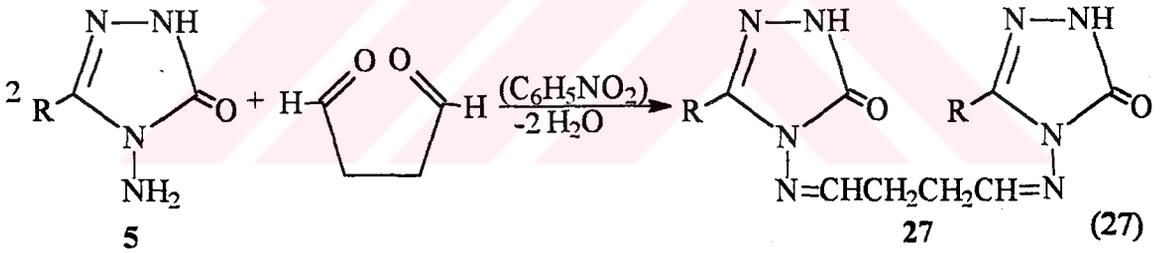
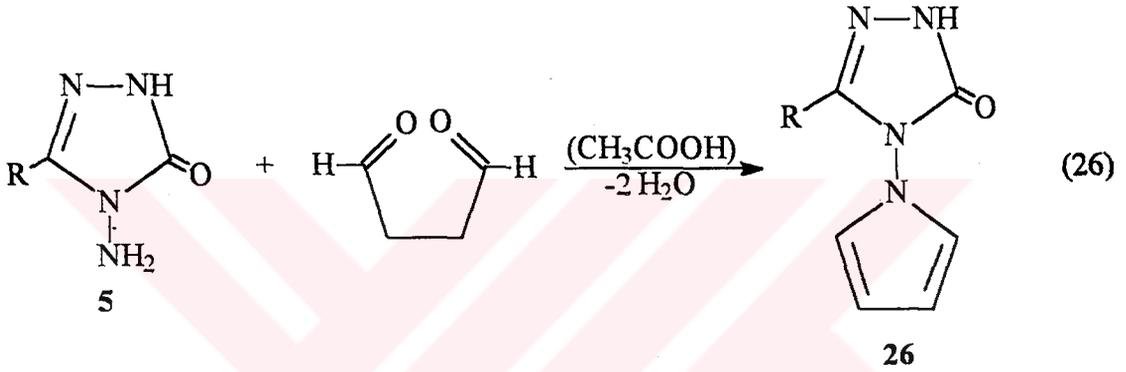


Kaynak 24'de gösterilen çalışmada 22 tipi bir tek bileşiğin sentezi yanında, 5e bileşiğinin Denklem 7 uyarınca deaminasyonu bildirilmiş olup, ayrıca, 5 tipi bileşiklerin ortoesterlerle reaksiyonu ile N-1 de alkilendirme ve açillendirilmeleri de incelenmiştir (Denklem 23, Denklem 24 ve Denklem 25).





Bir diğer çalışmada ise 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(5)'ların, süksindialdehid eşdeğeri olan 2,5-dimetoksitetrahydrofuran ile reaksiyonları incelenerek farklı koşullarda 26 ve 27 tipi bileşiklerin oluştuğu belirlenmiştir [27] (Denklem 26 ve Denklem 27).

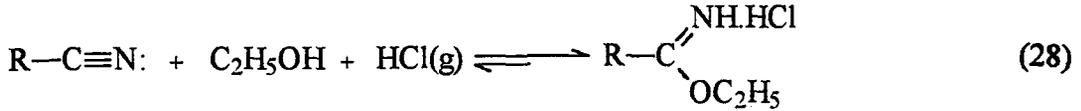


Çok yakın zamanlarda yapılan iki başka çalışmada da 5 tipi bileşiklerin maleik anhidrid, sitrakonik anhidrid, glutarik anhidrid, cis-1,2,3,6-tetrahydroftalik anhidrid, cis-hegzahidroftalik anhidrid, tetrakloroftalik anhidrid ve 1,8-naftilik anhidrid ile reaksiyonları incelenmiş, bu reaksiyonların Denklem 21 ve Denklem 22 ile gösterilen reaksiyonlara benzer şekilde gerçekleştiği belirlenmiş ve bu anhidridlerin kullanılması sonucu, sırasıyla, 28,29,30,31,32,33 ve 34 tipi N,N'-biheteroaril bileşiklerinin oluştuğu saptanmıştır [28,29].

Diğer iki çalışmada ise, 5 tipi bazı bileşiklerin asetik anhidrid ile değişik koşullarda reaksiyonları incelenmiş ve 35,36,37 ve 38 tipi bazı bileşiklerin sentezi bildirilmiştir [14,30].

Bu çalışmada 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(5) bileşiklerinin henüz bildirilmemiş olan bazı reaksiyonlarının incelenmesi amaçlanmıştır. Bunun için

de öncelikle gerekli 5 bileşiklerinin sentezi öngörülmüştür. 5 bileşiklerinin sentezi için en uygun yöntem olarak Denklem 15 ile gösterilen yöntem seçilmiştir [14,15]. Bu yöntemin uygulanması için ester etoksikarbonilhidrazon (14)'ların sentezi [8,9] ve bunun için de alkil imidat hidroklorür (13)'lerin elde edilmesi yolu izlenmiştir. Çalışmada 13 tipi hidroklorürlerin sentezi için en uygun yol olarak bilinen Pinner Metodu [31] uygulanmıştır (Denklem 28).



13

Pinner Metodunun uygulanmasıyla bilinen bileşikler olan etil imidoasetat hidroklorür (13a), etil imidopropionat hidroklorür (13b), etil imidofenilasetat hidroklorür (13c), etil imido-p-klorofenilasetat hidroklorür (13d), etil imidobenzoat hidroklorür (13e), etil imido-p-metilbenzoat hidroklorür (13f) bileşikleri elde edilmiştir.

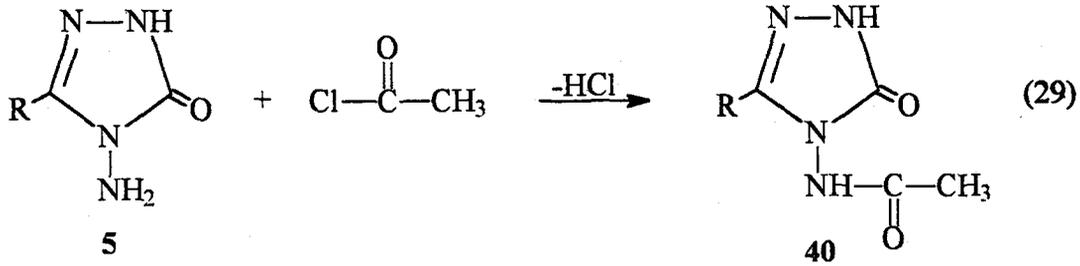
Bunu izleyerek, çalışmada, 5 tipi bileşiklerin sentezi için gerekli 14 tipi bileşiklerin sentezine geçilmiştir. Bu amaçla da Denklem 10 uyarınca daha önce elde ettiğimiz alkil imidat hidroklorür (13)'ler ayrı ayrı etil karbazat ile reaksiyona sokulmuştur. Bunun sonucunda, 13a, 13b, 13c, 13d, 13e ve 13f bileşiklerinden, sırasıyla, etil asetat etoksikarbonilhidrazon (14a), etil propionat etoksikarbonilhidrazon (14b), etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (14c), etil p-klorofenilasetat etoksikarbonilhidrazon (14d), etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (14e) ve etil p-metilbenzoat etoksikarbonilhidrazon (14f) bileşikleri elde edilmiştir [8].

14 bileşiklerinin sentezinden sonra Denklem 15 uyarınca literatürde kayıtlı 5 bileşiklerinin sentezi gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla 14a, 14b, 14c, 14d, 14e ve 14f bileşikleri uygun koşullarda ayrı ayrı hidrazin hidrat ile muamele edilmiş ve bunun sonucunda, sırasıyla, 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(5a), 3-etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(5b), 3-benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(5c), 3-p-klorobenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(5d), 3-fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(5e) ve 3-p-tolil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (5f) bileşikleri elde edilmiştir [14, 15, 30].

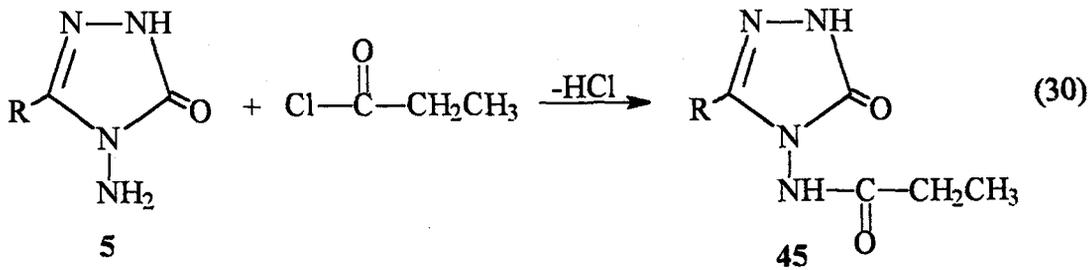
1,2,4-triazol sisteminin çeşitli amino türevleri üzerinde karboksilli asid anhidridleri veya karboksilli asid klorürleriyle yapılan açillendirme çalışmalarının oldukça fazla sayıda olduğu dikkati çekmektedir [32-38]. 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (5), bileşiklerinin ise asetik anhidrid ile incelenen [14,30] açillendirme reaksiyonları dışında, sadece 5e bileşiğinin asetil klorür, benzoil klorür ve 2-naftoil klorür ile reaksiyonları bildirilmiştir [26]. Bu nedenle şimdiki çalışmada öncelikle 5 tipi bileşiklerin açıl klorürleri ile geniş bir çerçevede incelenmesi ve potansiyel biyolojik aktif 39 tipi bileşiklerin

elde edilmesi öngörölmüş bu çerçevede yapılan açillendirme reaksiyonları yüksek kaynama noktalı uygun çözücüler içinde kaynama sıcaklığında gerçekleştirilmiştir.

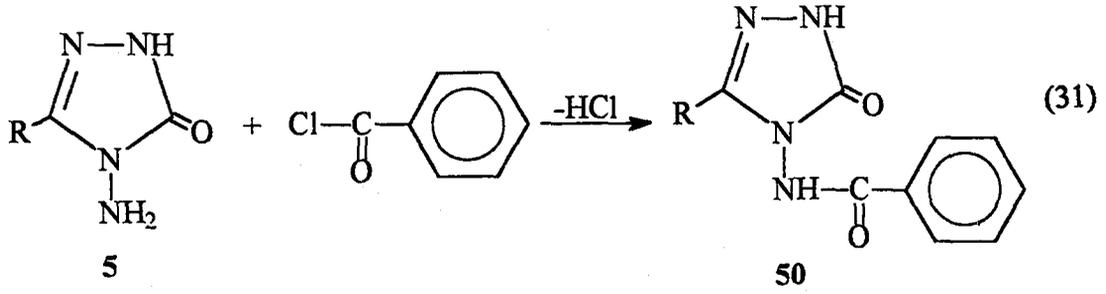
Bu amaçla, çalışmada ilk orijinal bölüm olarak 5 bileşiklerinin asetil klorür ile reaksiyonu incelenmiş ve Denklem 29 uyarınca 5b, 5c, 5d ve 5f bileşiklerinin ayrı ayrı ekivalent miktarda asetil klorür ile muamelesinden, sırasıyla, 40 tipi 3-etil-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(41), 3-benzil-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(42), 3-p-klorobenzil-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(43) ve 3-p-tolil-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(44) bileşikleri sentez edilmiştir.



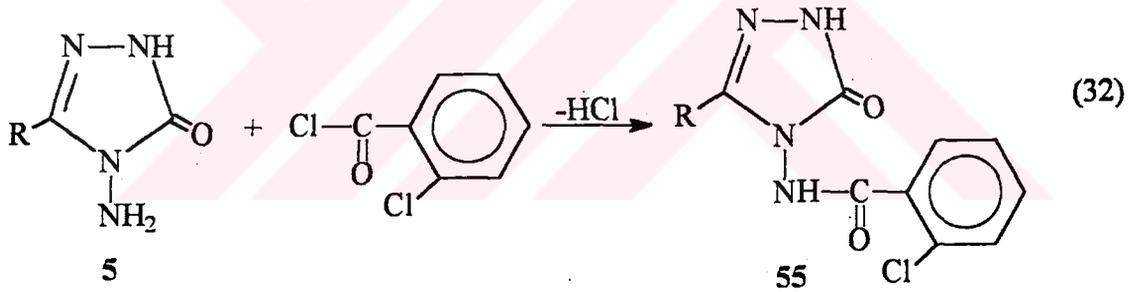
Çalışmanın bundan sonraki orijinal bölümünde 5 bileşiklerinin propionil klorür ile reaksiyonları incelenerek 45 tipi bileşiklerin sentezleri gerçekleştirilmiştir. Bu çerçevede 5a, 5b, 5c ve 5d bileşiklerinin ayrı ayrı ekivalent miktarda propionil klorür ile reaksiyonundan sırasıyla 45 tipi 3-metil-4-propionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(46), 3-etil-4-propionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(47), 3-benzil-4-propionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(48) ve 3-p-klorobenzil-4-propionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(49), bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 30).



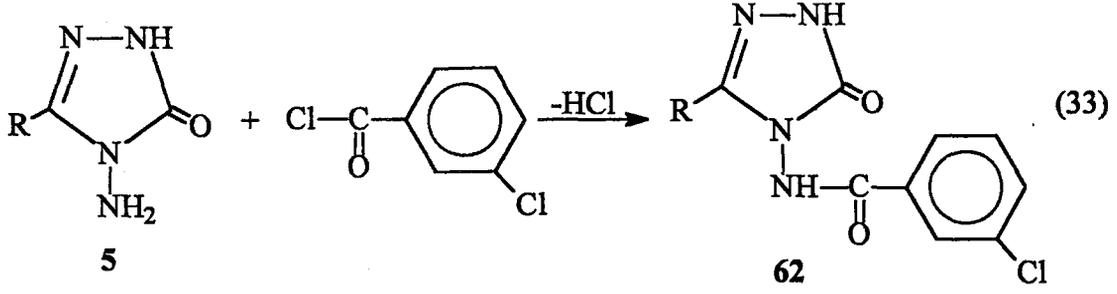
Çalışmanın üçüncü orijinal bölümünde 5 bileşikleri ekivalent oranda benzoil klorür ile muamele edilerek 50 tipi bileşiklerin sentezi yapılmıştır. Nitekim, 5a, 5c, 5d ve 5f bileşiklerinin benzoil klorür ile reaksiyonundan, sırasıyla, 3-metil-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(51), 3-benzil-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(52), 3-p-klorobenzil-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(53) ve 3-p-tolil-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(54) bileşikleri sentez edilmiştir (Denklem 31).



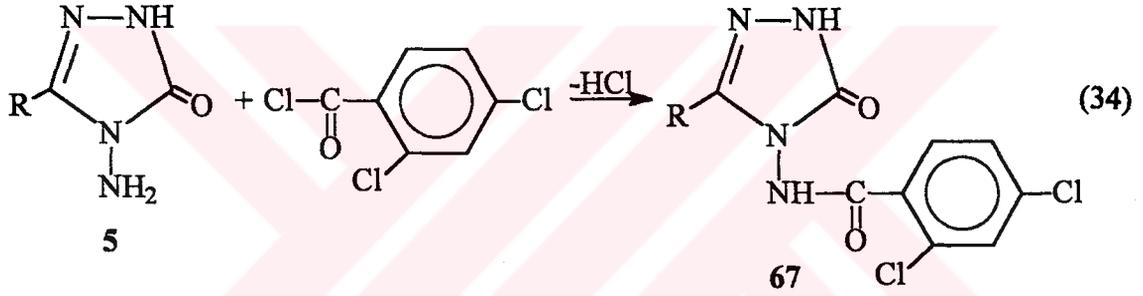
Çalışmanın orijinal ve dördüncü bölümünde 5 tipi bileşikler ile ekivalent oranda 2-klorobenzoil klorür reaksiyona sokulmuş ve bu reaksiyonda 55 tipi bileşiklere varılmıştır. Bu kapsamda, 5a, 5b, 5c, 5d, 5e ve 5f bileşiklerinden Denklem 1.32 uyarınca ve sırasıyla 3-metil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(56), 3-etil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(57), 3-benzil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(58), 3-p-klorobenzil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(59), 3-fenil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(60) ve 3-p-tolil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (61) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 32).



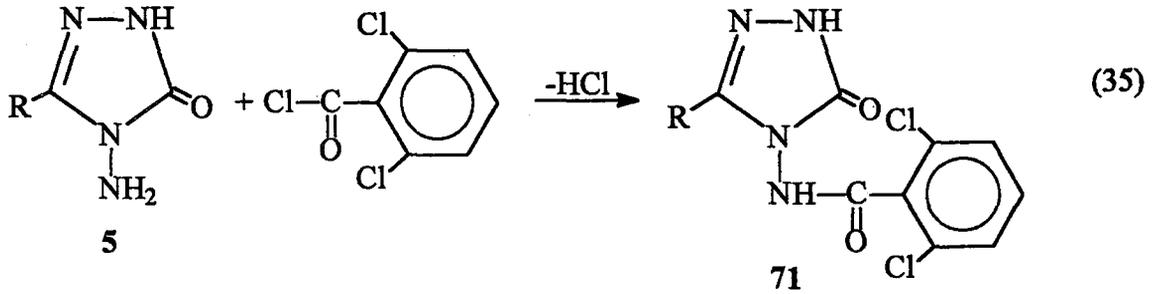
Çalışmanın bundan sonraki orijinal beşinci bölümünde 62 tipi bileşiklerin sentezi öngörülmüş ve bu amaçla 5 tipi bileşikler 3-klorobenzoil klorür ile reaksiyona sokulmuştur. Bu çerçevede 5b, 5c, 5d ve 5e bileşiklerinin ekivalent oranda 3-klorobenzoil klorür ile reaksiyonundan, sırasıyla, 62 tipi 3-etil-4-(3-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(63), 3-benzil-4-(3-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(64), 3-p-klorobenzil-4-(3-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(65) ve 3-fenil-4-(3-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(66) bileşiklerinin sentezleri gerçekleştirilmiştir (Denklem 33).



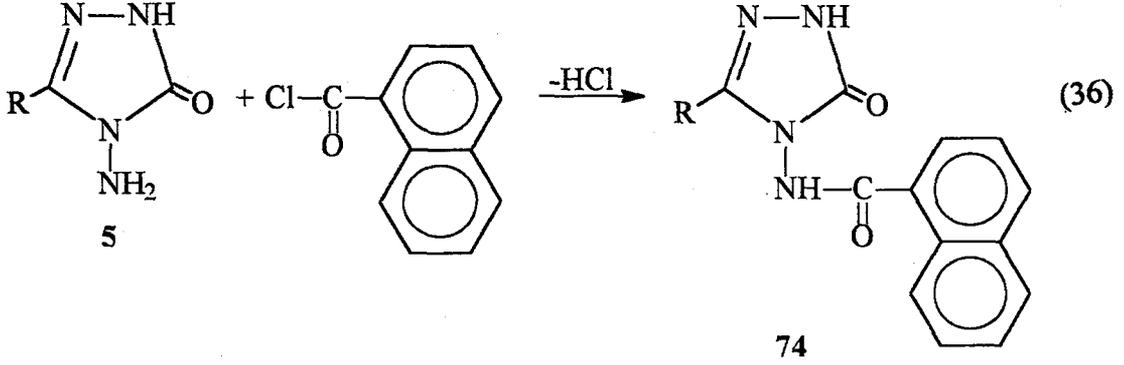
Çalışmanın orijinal altıncı bölümünde 5 tipi bileşiklerin 2,4-diklorobenzoil klorür ile reaksiyonlarının incelenmesi öngörülmüştür. Bu amaçla 5b, 5c ve 5d bileşikleri ayrı ayrı 2,4-diklorobenzoil klorür ile ekivalent oranda muamele edilmiş ve Denklem 34 uyarınca vukubulan reaksiyonlar sonucunda, sırasıyla, 67 tipi 3-etil-4-(2,4-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(68), 3-benzil-4-(2,4-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(69) ve 3-p-klorobenzil-4-(2,4-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(70) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 34).



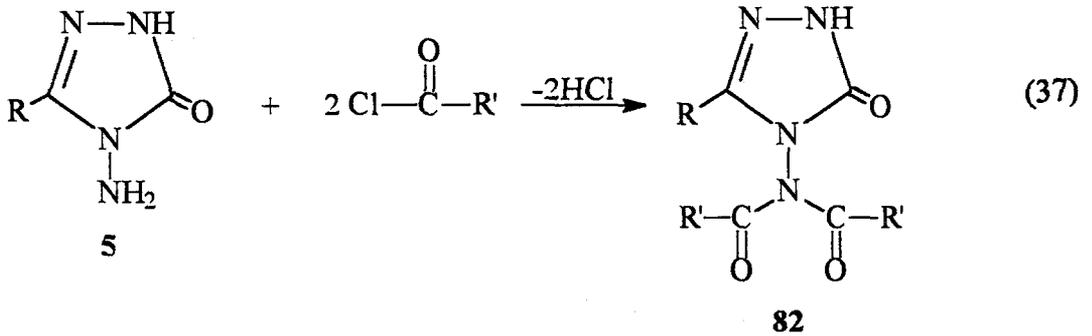
Bu orijinal çalışmanın yedinci bölümünde 71 tipi açilamino bileşiklerin sentezi öngörülmüş ve bunun için de 5c ve 5d bileşikleri ayrı ayrı ekivalent oranlarda 2,6-diklorobenzoil klorür ile reaksiyona sokulmuş ve böylece, Denklem 35 uyarınca 3-benzil-4-(2,6-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(72) ve 3-p-klorobenzil-4-(2,6-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(73) bileşiklerinin sentezi gerçekleştirilmiştir (Denklem 35).



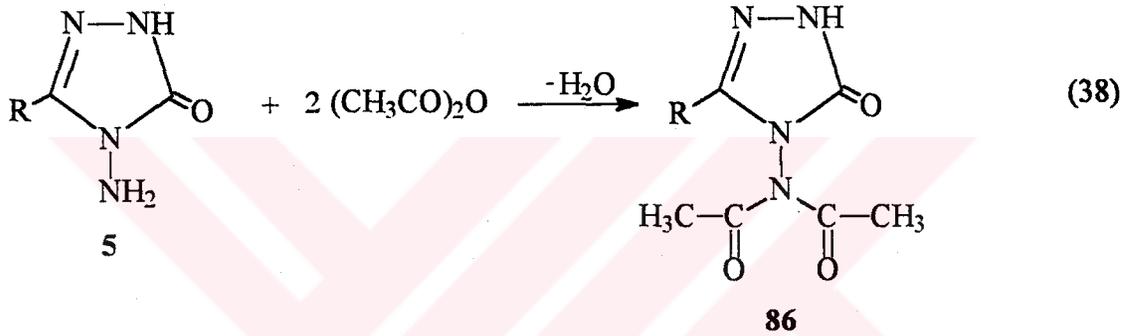
Çalışmanın bundan sonraki sekizinci orijinal bölümünde 5 tipi bileşikler ekivalent oranda 1-naftoil klorür ile reaksiyona sokulmuştur. Bu kapsamda 5a, 5c, 5d ve 5f bileşiklerinden sırasıyla, 74 tipi 3-metil-4-(1-naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (75), 3-benzil-4-(1-naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(76), 3-p-klorobenzil-4-(1-naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(77) ve 3-fenil-4-(1-naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(78) bileşikleri sentez edilmiştir (Denklem 36).



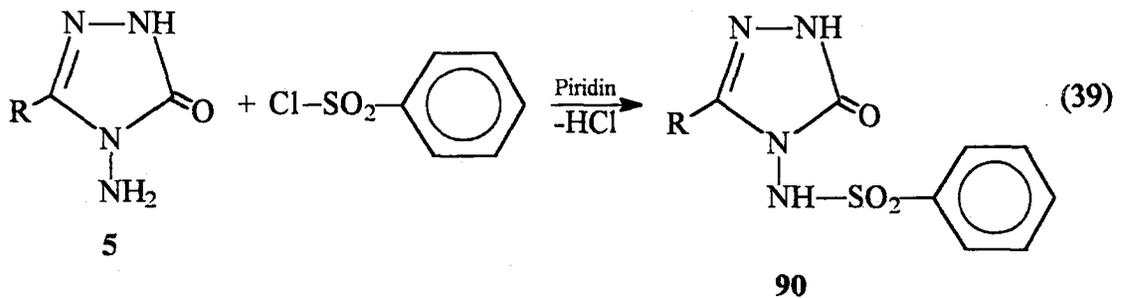
Açıl klorürlerle yukarıda gösterdiğimiz 4-açilamino bileşiklerinin sentezleri sırasında propionil klorür ile ekivalent oranda çalışmak üzere 5e ve 5f bileşiklerinden 79 ve 80 bileşiklerinin 2,4-diklorobenzoil klorür ile çalışmak suretiyle 5e bileşiğinden 81 bileşiğinin elde edilmesi öngörülmüş, ancak, bu çalışmalarda kristalize hale dönüştürülemeyen yağlı ürünler ele geçmiştir. Bunun üzerine, bu çalışmalar 2-3 ekivalent oranda asit klorürleri kullanılarak tekrarlanmış, ancak bu denemelerde beklenen 4-monoaçilamino bileşikleri yerine 4-diaçilamino bileşikleri ele geçmiştir. Bu çerçevede, 5a ve 5b bileşiklerinin aşırı oranda propionil klorür ile muamelesinden, sırasıyla, 82 tipi 3-fenil-4-dipropionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(83) ve 3-p-tolil-4-dipropionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(84), 5a bileşiğinin aşırı oranda 2,4-diklorobenzoil klorür ile muamelesinden ise 82 tipi 3-fenil-4-(di-2,4-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (85) bileşikleri ele geçmiştir (Denklem 37).



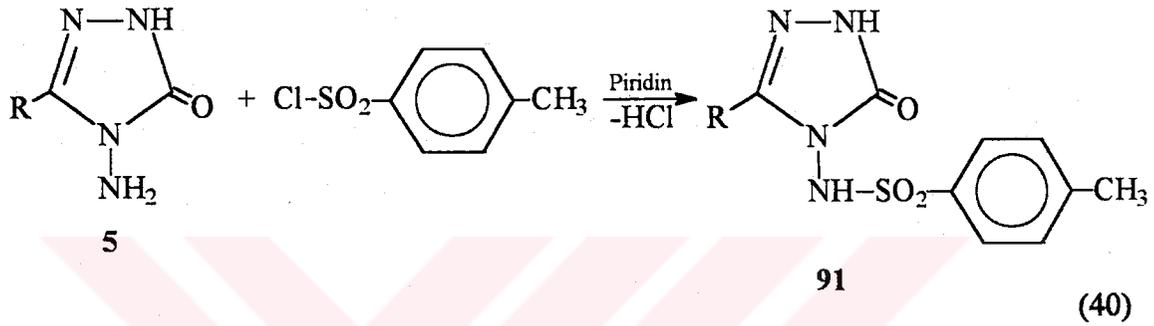
82 tipi olup 86 formülü ile gösterilebilen 4-diasetilamino bileşiklerine bazı 5 tipi bileşiklerin kaynar sıcaklıkta asetik anhidrid ile muamelesinden varılabildiği literatürde kayıtlıdır [14,30]. Bu çalışmada henüz incelenmemiş olan 5a, 5b ve 5c bileşiklerinin asetik anhidrid ile kaynar sıcaklıktaki reaksiyonları da, dokuzuncu orijinal bölüm olarak incelenmiş ve Denklem 38 uyarınca ve sırasıyla, 86 tipi 3-metil-4-diasetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(87), 3-etil-4-diasetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(88) ve 3-benzil-4-diasetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(89) bileşikleri sentez edilmiştir. 5d bileşiğinin benzer şekilde asetik anhidrid ile muamelesinden, beklenen 86 tipi 4-dasetilamino bileşiği, muhtemelen p-klorobenzil grubunun sterik etkisi nedeniyle, oluşmamış; ancak bunun yerine, bir 4-asetilamino türevi olarak Denklem 29 ile daha önce elde edilmiş olan 43 bileşiği ele geçmiştir.



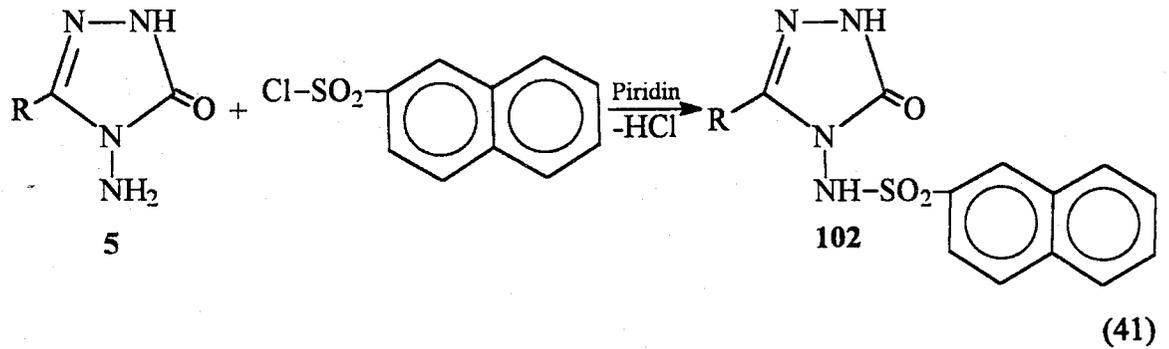
Kimya literatüründe amino grubu içeren bazı heterosiklik bileşiklerin sulfonik asitler veya klorürleri ile sulfonilamino bileşiklerine dönüştükleri kayıtlıdır [39-41]. Bu çerçevede bazı aminotriazollerin de sulfonilamino türevlerini oluşturduğu bildirilmiştir [42,43]. Şimdiki çalışmanın onuncu orijinal bölümünde ise 5 tipi N-NH₂ bileşiklerinin benzensulfonil klorür ile reaksiyonu incelenmiştir. Bu kapsamda, 5a, 5b, 5c, 5d ve 5f bileşiklerinin piridin içinde ve uygun sıcaklıklarda ayrı ayrı benzensulfonil klorür ile muamelesinden, sırasıyla, 90 tipi 3-metil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (91), 3-etil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(92), 3-benzil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(93), 3-p-klorobenzil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(94) ve 3-p-tolil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(95) bileşikleri sentez edilmiştir (Denklem 39).



Çalışmanın bundan sonraki onbirinci orijinal bölümünde 5 tipi bileşiklerin p-toluensulfonyl klorür ile reaksiyonları incelenmiştir. Bu çerçevede 5a, 5b, 5c, 5d ve 5f bileşiklerinin ayrı ayrı ve piridin içinde uygun sıcaklıklarda p-toluensulfonyl klorür ile reaksiyonları gerçekleştirilerek, sırasıyla, 96 tipi 3-metil-4-p-toluensulfonylamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(97), 3-etil-4-p-toluensulfonylamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(98), 3-benzil-4-p-toluensulfonylamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (99), 3-p-klorobenzil-4-p-toluensulfonylamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(100) ve 3-p-tolil-4-p-toluensulfonylamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(101) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 40).



Çalışmanın bundan sonraki onikinci bölümünde Denklem 39 ve Denklem 40'da gösterilen reaksiyonlara benzer şekilde piridin içinde ve uygun sıcaklıklarda 5a, 5c, 5d ve 5e bileşiklerinin ayrı ayrı naftalen-2-sulfonyl klorür ile muamelesine başvurulmuş ve bunun sonucunda, sırasıyla, 102 tipi 3-metil-4-(naftalen-2-sulfonylamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(103), 3-benzil-4-(naftalen-2-sulfonylamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (104), 3-p-klorobenzil-4-(naftalen-2-sulfonylamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (105) ve 3-fenil-4-(naftalen-2-sulfonylamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (106) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 41).



2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışma K.T.Ü. Kimya Bölümü Organik Kimya Lisansüstü Laboratuvarında yapıldı. Elde edilen bileşiklerin erime noktaları aynı laboratuvarında Büchi erime noktası cihazında tayin edildi.

IR ve ^1H NMR spektrumları K.T.Ü. Kimya Bölümü Spektroskopi Laboratuvarında alındı. IR spektrumları için Perkin Elmer 377 spektrofotometresi, ^1H NMR spektrumları için ise Varian 60A spektrometresi kullanıldı.

Ultraviole spektrumları K.T.Ü. Fatih Eğitim Fakültesi Fen Laboratuvarında Shimatzu UV-1201 cihazında alındı. UV tayinleri %95'lik etanolde 10^{-5} - 10^{-4} M çözeltileri halinde yapıldı ve kuartz hücreler kullanılarak 200-400 nm bölgesinde çalışıldı.

Elementel analizler TÜBİTAK Marmara Bilimsel ve Endüstriyel Araştırma Merkezi Enstrumental Analiz Laboratuvarında yaptırıldı.

Çalışmada gerekli kimyasal maddeler Fluka ve Merck firmalarından sağlandı.

Çalışmada gerekli 13 tipi bileşiklerin sentezleri Pinner Metodu [31]'na göre gerçekleştirildi. Aşağıda, çalışmada sentezlenen 13 tipi bileşiklerin tayin edilen erime noktaları literatürdeki değerleriyle karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

Etil imidoasetat hidroklorür(13a)	: e.n. 99°C (boz.)(kaynak [45]'de e.n. 98-100°C(boz.))
Etil imidopropionat hidroklorür(13b)	: e.n. 91°C (boz.)(kaynak [46]'de e.n. 92°C(boz.))
Etil imidofenilasetat hidroklorür(13c)	: e.n. 85°C (boz.)(kaynak [47]'de e.n. 85°C(boz.))
Etil imido-p-klorofenilasetat hidroklorür(13d)	: e.n. 178°C (boz.)(kaynak [13]'de e.n. 179°C(boz.))
Etil imidobenzoat hidroklorür(13e)	: e.n. 124°C (boz.)(kaynak [13]'de e.n. 126°C(boz.))
Etil imido-p-metilbenzoat hidroklorür(13f)	: e.n. 130°C (boz.)(kaynak [48]'de e.n. 131°C(boz.))

Çalışmada bundan sonra 13 tipi bileşiklerin kullanılmasıyla literatürde kayıtlı yöntemlere göre [8,9] 14 tipi bileşiklerin sentezi gerçekleştirildi. Aşağıda, sentezlenen 14 tipi bileşiklerin tayin edilen erime noktaları literatürdeki değerleriyle karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Ayrıca elde edilen bu bileşiklerin IR spektrumları alınarak literatürde verilen tipik IR pikleri ile identik oldukları belirlenmiştir.

Etil asetat etoksikarbonilhidrazon (14a)	: e.n. 67°C (kaynak [9]'da e.n. 68°C)
Etil propionat etoksikarbonilhidrazon (14b)	: e.n. 57°C (kaynak [8]'de e.n. 57-58°C)
Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (14c)	: e.n. 90°C (kaynak [9]'da e.n. 90°C)
Etil p-klorofenil asetat etoksikarbonilhidrazon (14d)	: e.n. 77°C (kaynak [13]'de e.n. 78°C)
Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (14e)	: e.n. 80°C (kaynak [9]'da e.n. 80°C)
Etil p-metil benzoat etoksikarbonilhidrazon (14f)	: e.n. 86°C (kaynak [14]'de e.n. 86.5°C)

14 tipi bileşikler hidrazin hidrat ile muamele edilerek [15] çalışma için gerekli 5 tipi bileşikler elde edildi. Sentezlenen bu bileşiklerin IR spektrumları alındı ve literatürde verilen tipi IR pikleri ile karşılaştırılarak maddelerin identik oldukları saptandı. Aşağıda sentezlenen 5 tipi bileşiklerin tayin edilen erime noktaları literatürdeki değerleriyle karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (5a)	: e.n. 227°C (Kaynak [15] de e.n. 227°C)
3-Etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (5b)	: e.n. 166°C (Kaynak [15] de e.n. 167°C)
3-Benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (5c)	: e.n. 167°C (Kaynak [15] de e.n. 167°C)
3-p-Klorobenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(5d)	: e.n. 180°C (Kaynak [13] de e.n.181°C)
3-Fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (5e)	: e.n. 236°C (Kaynak [15] de e.n. 236°C)
3-p-Tolil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (5f)	: e.n. 260°C (Kaynak [15] de e.n. 260.5°C)

2.1. 3-Etil-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (41)

5b bileşiği (1.28 g, 0.01 mol) nemden korunarak asetil klorür (0.72 ml, 0.01 mol) ile 100 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 6 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde etil asetatdan birkaç kez kristallendirilerek (1.21 g, %71.10 verim) saflaştırıldı ve 41 bileşiği elde edildi. e.n. 100.5°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 1
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 2
Elementel Analiz	: C ₆ H ₁₀ N ₄ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 42.35; H: 5.92; N: 32.92
Bulunan	: C: 41.60; H: 5.98; N: 33.21

2.2. 3-Benzil-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (42)

5c bileşiği (1.90 g, 0.01 mol) nemden korunarak asetil klorür (0.72 ml, 0.01 mol) ile 200 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 6 saat kaynatıldı. Nihai çözelti 40-45°C'de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etil asetat-etanol (3:1)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.74 g, %74.92 verim) saflaştırıldı ve 42 bileşiği elde edildi. e.n. 194.5°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 3
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 4
Elementel Analiz	: C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 56.89; H: 5.21; N: 24.12

Bulunan : C: 56.72; H: 5.11; N: 23.97

2.3. 3-p-Klorobenzil-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (43)

Yöntem 1:

5d bileşiği (0.123 g, 0.005 mol) nemden korunarak asetilklorür (0.35 ml, 0.005 mol) ile 150 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 6 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol-su (3:1)'dan birkaç kez kristallendirilerek (1.10 g, %82.49 verim) saflaştırıldı ve 43 bileşiği elde edildi. e.n. 218°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 5
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 6
Elementel Analiz	: C ₁₁ H ₁₁ N ₄ O ₂ Cl için,
Hesaplanan	: C: 49.54; H: 4.16; N: 21.01
Bulunan	: C: 49.07; H: 4.18; N: 21.18

Yöntem 2:

5d bileşiği (1.123 g, 0.005 mol) nemden korunarak asetik anhidrid (10 ml) ile geri soğutucu altında 20 dakika kaynatıldı. 40 ml mutlak etanol ilâve ederek 30 dakika daha kaynatıldı. Nihai çözelti 35-40°C'de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde eter-petrol eteri (2:1)'nden birkaç kez kristallendirilerek (0.82 g, %61.50 verim) saflaştırıldı ve 43 bileşiği elde edildi. e.n. 218°C.

Yöntem 2 ile elde edilen bileşiğin Yöntem 1 ile elde edilen (43) bileşiğine identik olduğu karışık erime noktası tayini, IR ve ¹H NMR spektrumlarının karşılaştırılmasıyla saptandı.

2.4. 3-p-Tolil-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (44)

5f bileşiği (1.90 g, 0.01 mol) nemden korunarak asetil klorür (0.72 ml, 0.01 mol) ile 10 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 6 saat kaynatıldı. Kaynama esnasında beyaz katı bir madde oluştu. Nihai karışım oda sıcaklığında 1 gece bekletildikten sonra süzüldü. Ele geçen katı madde etanol-benzen (1:2)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.90 g, %81.81 verim) saflaştırıldı ve 44 bileşiği elde edildi. e.n. 246°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 7
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 8

Elementel Analiz	: C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 56.89; H: 5.21; N: 24.12
Bulunan	: C: 56.45; H: 5.11; N: 23.78

2.5. 3-Metil-4-propionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (46)

5a bileşiği (1.14 g, 0.01 mol) nemden korunarak asetil klorür (1.00 ml, 0.01 mol) ile 150 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 6 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol-benzen (1:5)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.16 g, %68.17 verim) saflaştırıldı ve 46 bileşiği elde edildi. e.n. 87°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 9
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 10
Elementel Analiz	: C ₆ H ₁₀ N ₄ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 42.35; H: 5.92; N: 32.92
Bulunan	: C: 42.31; H: 6.14; N: 33.75

2.6. 3-Etil-4-propionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (47)

5b bileşiği (1.28 g, 0.01 mol) nemden korunarak asetil klorür (1.00 ml, 0.01 mol) ile 150 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 6 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etilasetat-benzen (3:1)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.33 g, %72.21 verim) saflaştırıldı ve 47 bileşiği elde edildi. e.n. 156°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 11
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 12
Elementel Analiz	: C ₇ H ₁₂ N ₄ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 45.65; H: 6.57; N: 30.42
Bulunan	: C: 45.08; H: 6.58; N: 31.19

2.7. 3-Benzil-4-propionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (48)

5c bileşiği (0.95 g, 0.005 mol) nemden korunarak asetil klorür (0.50 ml, 0.005 mol) ile 100 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 6 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde etanol-benzen (1:5)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.07 g, %86.90 verim)

saflaştırıldı ve 48 bileşiği elde edildi. e.n. 167°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 13
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 14
Elementel Analiz	: C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 58.53; H: 5.73; N: 22.75
Bulunan	: C: 58.55; H: 5.78; N: 22.88

2.8. 3-p-Klorobenzil-4-propionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (49)

5d bileşiği (1.123 g, 0.005 mol) nemden korunarak asetil klorür (0.50 ml, 0.005 mol) ile 100 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 6 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol-su (1:2)'dan birkaç kez kristallendirilerek (1.28 g, %91.20 verim) saflaştırıldı ve 49 bileşiği elde edildi. e.n. 193°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 15
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 16
Elementel Analiz	: C ₁₂ H ₁₃ N ₄ O ₂ Cl için,
Hesaplanan	: C: 51.34; H: 4.67; N: 19.96
Bulunan	: C: 51.34; H: 4.48; N: 19.60

2.9. 3-Metil-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (51)

5a bileşiği (1.14 g, 0.01 mol) nemden korunarak benzoil klorür (1.27 ml, 0.01 mol) ile 100 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etil asetat-etanol (2:1)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.65 g, %75.61 verim) saflaştırıldı ve 51 bileşiği elde edildi. e.n. 201°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 17
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 18
Elementel Analiz	: C ₁₀ H ₁₀ N ₄ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 55.04; H: 4.62; N: 25.68
Bulunan	: C: 55.17; H: 4.40; N: 25.38

2.10. 3-Benzil-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (52)

5c bileşiği (1.90 g, 0.01 mol) nemden korunarak benzoil klorür (1.27 ml, 0.01 mol) ile 200 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde n-butil asetatтан birkaç kez kristallendirilerek (2.24 g, %76.11 verim) saflaştırıldı ve 52 bileşiği elde edildi. e.n. 239°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 19
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 20
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₄ N ₄ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 65.30; H: 4.79; N: 19.04
Bulunan	: C: 65.62; H: 5.07; N: 19.14

2.11. 3-p-Klorobenzil-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (53)

5d bileşiği (1.123 g, 0.005 mol) nemden korunarak benzoil klorür (0.64 ml, 0.005 mol) ile 100 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol-su (5:1)'dan birkaç kez kristallendirilerek (1.53 g, %93.08 verim) saflaştırıldı ve 53 bileşiği elde edildi. e.n. 242°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 21
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 22
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₃ N ₄ O ₂ Cl için,
Hesaplanan	: C: 58.46; H: 3.99; N: 17.04
Bulunan	: C: 57.75; H: 3.90; N: 16.82

2.12. 3-p-Tolil-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (54)

5f bileşiği (0.95 g, 0.005 mol) nemden korunarak benzoil klorür (0.64 ml, 0.005 mol) ile 200 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde n-butil asetatтан birkaç kez kristallendirilerek (1.29 g, %87.66 verim) saflaştırıldı ve 54 bileşiği elde edildi. e.n. 279°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 23
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 24

Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₄ N ₄ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 65.30; H: 4.79; N: 19.04
Bulunan	: C: 64.99; H: 4.76; N: 18.75

2.13. 3-Metil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (56)

5a bileşiği (1.14 g, 0.01 mol) nemden korunarak 2-klorobenzoil klorür (1.28 ml, 0.01 mol) ile 200 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol-etilasetat (1:5)'tan birkaç kez kristallendirilerek (2.28 g, %90.24 verim) saflaştırıldı ve 56 bileşiği elde edildi. e.n. 230°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 25
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 26
Elementel Analiz	: C ₁₀ H ₉ N ₄ O ₂ Cl için,
Hesaplanan	: C: 47.53; H: 3.59; N: 22.17
Bulunan	: C: 48.01; H: 3.56; N: 22.15

2.14. 3-Etil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (57)

5b bileşiği (1.28 g, 0.01 mol) nemden korunarak 2-klorobenzoil klorür (1.28 ml, 0.01 mol) ile 120 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol-etilasetat (1:5)'tan birkaç kez kristallendirilerek (2.42 g, %90.74 verim) saflaştırıldı ve 57 bileşiği elde edildi. e.n. 225°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 27
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 28
Elementel Analiz	: C ₁₁ H ₁₁ N ₄ O ₂ Cl için,
Hesaplanan	: C: 49.54; H: 4.16; N: 21.01
Bulunan	: C: 49.21; H: 3.82; N: 20.26

2.15. 3-Benzil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (58)

5c bileşiği (1.90 g, 0.01 mol) nemden korunarak 2-klorobenzoil klorür (1.28 ml, 0.01 mol) ile 150 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol-benzen (1:3)'den birkaç kez kristallendirilerek (2.77 g, %84.26

verim) saflaştırıldı ve 58 bileşiği elde edildi. e.n. 253°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 29
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 30
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₃ N ₄ O ₂ Cl için,
Hesaplanan	: C: 58.46; H: 3.99; N: 17.04
Bulunan	: C: 58.87; H: 4.00; N: 16.15

2.16. 3-p-Klorobenzil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (59)

5d bileşiği (1.123 g, 0.005 mol) nemden korunarak 2-klorobenzoil klorür (0.64 ml, 0.005 mol) ile 100 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Kaynama esnasında beyaz katı bir madde oluştu. Nihai karışım oda sıcaklığında bir gece bekletildikten sonra süzüldü. Ele geçen katı madde DMSO-su (3:1)'dan birkaç kez kristallendirilerek (1.55 g, %85.35 verim) saflaştırıldı ve 59 bileşiği elde edildi. e.n. 279.5°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 31
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 32
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₂ N ₄ O ₂ Cl ₂ için,
Hesaplanan	: C: 52.91; H: 3.33; N: 15.43
Bulunan	: C: 52.43; H: 3.25; N: 15.09

2.17. 3-Fenil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (60)

5e bileşiği (0.86 g, 0.005 mol) nemden korunarak 2-klorobenzoil klorür (0.64 ml, 0.005 mol) ile 100 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de düşük vakum altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde n-butil asetatından birkaç kez kristallendirilerek (1.23 g, %78.16 verim) saflaştırıldı ve 60 bileşiği elde edildi. e.n. 255°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 33
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 34
Elementel Analiz	: C ₁₅ H ₁₁ N ₄ O ₂ Cl için,
Hesaplanan	: C: 57.24; H: 3.52; N: 17.80
Bulunan	: C: 57.33; H: 3.45; N: 17.62

2.18. 3-p-Tolil-4-(2-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (61)

5f bileşiği (1.09 g, 0.0057 mol) nemden korunarak 2-klorobenzoil klorür (0.73 ml, 0.0057 mol) ile 150 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Kaynama esnasında beyaz katı bir madde oluştu. Nihai karışım oda sıcaklığında bir gece bekletildikten sonra süzüldü. Ele geçen katı madde etanol'den birkaç kez kristallendirilerek (1.58 g, %84.32 verim) saflaştırıldı ve 61 bileşiği elde edildi. e.n. 262°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 35
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 36
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₃ N ₄ O ₂ Cl için,
Hesaplanan	: C: 58.46; H: 3.99; N: 17.04
Bulunan	: C: 57.89; H: 3.88; N: 16.69

2.19. 3-Etil-4-(3-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (63)

5b bileşiği (1.28 g, 0.01 mol) nemden korunarak 3-klorobenzoil klorür (1.32 ml, 0.01 mol) ile 50 ml o-ksilen içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 45-50°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol-su (1:1)'dan birkaç kez kristallendirilerek (2.08 g, %73.06 verim) saflaştırıldı ve 63 bileşiği monohidratı halinde elde edildi. e.n. 265°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 37
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 38
Elementel Analiz	: C ₁₁ H ₁₁ N ₄ O ₂ Cl.H ₂ O için,
Hesaplanan	: C: 46.41; H: 4.60; N: 19.68
Bulunan	: C: 47.20; H: 4.22; N: 19.33

2.20. 3-Benzil-4-(3-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (64)

5c bileşiği (0.95 g, 0.005 mol) nemden korunarak 3-klorobenzoil klorür (0.66 ml, 0.005 mol) ile 50 ml o-ksilen içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Kaynama esnasında beyaz katı bir madde oluştu. Nihai karışım oda sıcaklığında bir gece bekletildikten sonra süzüldü. Ele geçen katı madde etil asetat'tan birkaç kez kristallendirilerek (1.10 g, %66.92 verim) saflaştırıldı ve 64 bileşiği elde edildi. e.n. 209.5°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 39
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 40
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₃ N ₄ O ₂ Cl için,

Hesaplanan	: C: 58.46; H: 3.99; N: 17.04
Bulunan	: C: 58.77; H: 3.84; N: 17.22

2.21. 3-p-Klorobenzil-4-(3-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (65)

5d bileşiği (1.123 g, 0.005 mol) nemden korunarak 3-klorobenzoil klorür (0.66 ml, 0.005 mol) ile 50 ml o-ksilen içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Kaynama esnasında beyaz katı bir madde oluştu. Nihai karışım oda sıcaklığında bir gece bekletildikten sonra süzüldü. Ele geçen katı madde etil asetat-izopropil alkol(4:1)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.43 g, %78.74 verim) saflaştırıldı ve 65 bileşiği elde edildi. e.n. 209°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 41
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 42
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₂ N ₄ O ₂ Cl ₂ için,
Hesaplanan	: C: 52.91; H: 3.33; N: 15.43
Bulunan	: C: 52.56; H: 3.41; N: 15.02

2.22. 3-Fenil-4-(3-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (66)

5e bileşiği (0.89 g, 0.005 mol) nemden korunarak 3-klorobenzoil klorür (0.66 ml, 0.005 mol) ile 50 ml o-ksilen içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 45-50°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etilasetat'tan birkaç kez kristallendirilerek (1.27 g, %80.70 verim) saflaştırıldı ve 66 bileşiği elde edildi. e.n. 228°C..

IR (KBr)	: Ek Şekil 43
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 44
Elementel Analiz	: C ₁₅ H ₁₁ N ₄ O ₂ Cl için,
Hesaplanan	: C: 57.24; H: 3.52; N: 17.80
Bulunan	: C: 57.69; H: 3.51; N: 18.13

2.23. 3-Etil-4-(2,4-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (68)

5b bileşiği (1.28 g, 0.01 mol) nemden korunarak 2,4-diklorobenzoil klorür (1.10 ml, 0.01 mol) ile 50 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol-su (1:2)'dan birkaç kez kristallendirilerek (2.23 g, %72.69 verim) saflaştırıldı ve 68 bileşiği monohidratı halinde elde edildi. e.n. 170°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 45
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 46
Elementel Analiz	: C ₁₁ H ₁₀ N ₄ O ₂ Cl ₂ .H ₂ O için,
Hesaplanan	: C: 41.40; H: 3.79; N: 17.56
Bulunan	: C: 41.66; H: 3.54; N: 17.17

2.24. 3-Benzil-4-(2,4-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (69)

5c bileşiği (0.95 g, 0.005 mol) nemden korunarak 2,4-diklorobenzoil klorür (0.72 ml, 0.005 mol) ile 40 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etil asetat-etanol (5:1)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.31 g, %72.14 verim) saflaştırıldı ve 69 bileşiği elde edildi. e.n. 232°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 47
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 48
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₂ N ₄ O ₂ Cl ₂ için,
Hesaplanan	: C: 52.91; H: 3.33; N: 15.43
Bulunan	: C: 52.89; H: 3.07; N: 15.16

2.25. 3-p-Klorobenzil-4-(2,4-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(70)

5d bileşiği (1.12 g, 0.005 mol) nemden korunarak 2,4-diklorobenzoil klorür (1.10 ml, 0.005 mol) ile 40 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Kaynama esnasında beyaz katı bir madde oluştu. Nihai karışım oda sıcaklığında 1 gece bekletildikten sonra süzüldü. Ele geçen katı madde etanol'den birkaç kez kristallendirilerek (1.63 g, %81.98 verim) saflaştırıldı ve 70 bileşiği elde edildi. e.n. 267°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 49
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 50
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₁ N ₄ O ₂ Cl ₃ için,
Hesaplanan	: C: 48.33; H: 2.79; N: 14.09
Bulunan	: C: 48.47; H: 2.56; N: 13.91

2.26. 3-Benzil-4-(2,6-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (72)

5c bileşiği (0.95 g, 0.005 mol) nemden korunarak 2,6-diklorobenzoil klorür (0.72 ml, 0.005 mol) ile 100 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol'den birkaç kez kristallendirilerek (0.47 g, %25.88 verim) saflaştırıldı ve 72 bileşiği elde edildi. e.n. 315°C-boz.

IR (KBr)	: Ek Şekil 51
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 52
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₂ N ₄ O ₂ Cl ₂ için,
Hesaplanan	: C: 52.91; H: 3.33; N: 15.43
Bulunan	: C: 53.74; H: 3.33; N: 15.46

2.27. 3-p-Klorobenzil-4-(2,6-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(73)

5d bileşiği (1.123 g, 0.005 mol) nemden korunarak 2,6-diklorobenzoil klorür (0.72 ml, 0.005 mol) ile 100 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Kaynama esnasında beyaz katı bir madde oluştu. Nihai karışım oda sıcaklığında 1 gece bekletildikten sonra süzüldü. Ele geçen katı madde etanol'den birkaç kez kristallendirilerek (0.65 g, %32.69 verim) saflaştırıldı ve 73 bileşiği elde edildi. e.n. 335°C-boz.

IR (KBr)	: Ek Şekil 53
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 54
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₁ N ₄ O ₂ Cl ₃ için,
Hesaplanan	: C: 48.33; H: 2.79; N: 14.09
Bulunan	: C: 48.59; H: 2.70; N: 14.00

2.28. 3-Metil-4-(1-naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(75)

5a bileşiği (1.14 g, 0.01 mol) nemden korunarak 1-naftoil klorür (1.55 ml, 0.01 mol) ile 100 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Kaynama esnasında beyaz katı bir madde oluştu. Nihai karışım oda sıcaklığında 1 gece bekletildikten sonra süzüldü. Ele geçen katı madde etanol'den birkaç kez kristallendirilerek (0.60 g, %22.37 verim) saflaştırıldı ve 75 bileşiği elde edildi. e.n. 297°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 55
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 56
Elementel Analiz	: C ₁₄ H ₁₂ N ₄ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 62.68; H: 4.51; N: 20.88
Bulunan	: C: 61.73; H: 4.73; N: 20.87

2.29. 3-Benzil-4-(1-naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(76)

5c bileşiği (0.95 g, 0.005 mol) nemden korunarak 1-naftoil klorür (0.77 ml, 0.005 mol) ile 100 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol-etil asetat(1:4)'tan birkaç kez kristallendirilerek (0.60 g, %34.85 verim) saflaştırıldı ve 76 bileşiği elde edildi. e.n. 215°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 57
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 58
Elementel Analiz	: C ₂₀ H ₁₆ N ₄ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 69.76; H: 4.68; N: 16.27
Bulunan	: C: 70.46; H: 4.67; N: 16.43

2.30. 3-p-Klorobenzil-4-(1-naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(77)

5d bileşiği (0.52 g, 0.002 mol) nemden korunarak 1-naftoil klorür (0.35 ml, 0.002 mol) ile 50 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Kaynama esnasında beyaz katı bir madde oluştu. Nihai karışım oda sıcaklığında 1 gece bekletildikten sonra süzülde. Ele geçen katı madde etanol'den birkaç kez kristallendirilerek (0.44 g, %58.08 verim) saflaştırıldı ve 77 bileşiği elde edildi. e.n. 250°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 59
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 60
Elementel Analiz	: C ₂₀ H ₁₅ N ₄ O ₂ Cl için,
Hesaplanan	: C: 63.41; H: 3.99; N: 14.79
Bulunan	: C: 63.43; H: 3.93; N: 15.16

2.31. 3-Fenil-4-(1-naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(78)

5e bileşiği (0.88 g, 0.005 mol) nemden korunarak 1-naftoil klorür (0.77 ml, 0.005 mol) ile 50 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı

madde etanol'den birkaç kez kristallendirilerek (0.41 g, %24.82 verim) saflaştırıldı ve 78 bileşiği elde edildi. e.n. 260°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 61
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 62
Elementel Analiz	: C ₁₉ H ₁₄ N ₄ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 69.08; H: 4.27; N: 16.96
Bulunan	: C: 69.27; H: 4.25; N: 16.84

2.32. 3-Fenil-4-dipropionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (83)

5e bileşiği (1.76 g, 0.01 mol) nemden korunarak asetil klorür (2 ml, 0.02 mol) ile 50 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 6 saat kaynatıldı. Nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde etil asetat-benzen (1:3)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.58 g, %55.59 verim) saflaştırıldı ve 83 bileşiği elde edildi. e.n. 193°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 63
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 64
Elementel Analiz	: C ₁₄ H ₁₆ N ₄ O ₃ için,
Hesaplanan	: C: 58.33; H: 5.55; N: 19.43
Bulunan	: C: 59.11; H: 5.60; N: 19.82

2.33. 3-p-Tolil-4-dipropionilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (84)

5f bileşiği (0.95 g, 0.005 mol) nemden korunarak asetil klorür (2 ml, 0.02 mol) ile 100 ml n-butil asetat içinde ve geri soğutucu altında 6 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti 40-45°C'de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde etil asetat-benzen (1:1)'den birkaç kez kristallendirilerek (0.80 g, %52.92 verim) saflaştırıldı ve 84 bileşiği elde edildi. e.n. 152°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 65
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 66
Elementel Analiz	: C ₁₅ H ₁₈ N ₄ O ₃ için,
Hesaplanan	: C: 59.59; H: 6.00; N: 18.53
Bulunan	: C: 58.75; H: 5.94; N: 18.21

2.34. 3-Fenil-4-(di2,4-diklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(85)

5e bileşiği (0.89 g, 0.005 mol) nemden korunarak 2,4-diklorobenzoil klorür (2.2 ml, 0.01 mol) ile 50 ml o-ksilen içinde ve geri soğutucu altında 8 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda nihai çözelti düşük basınç altında 45-50°C'de buharlaştırıldı. Ele geçen katı madde etil asetat'tan birkaç kez kristallendirilerek (1.60 g, %61.28 verim) saflaştırıldı ve 85 bileşiği elde edildi. e.n. 262°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 67
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 68
Elementel Analiz	: C ₂₂ H ₁₂ N ₄ O ₃ Cl ₄ için,
Hesaplanan	: C: 50.60; H: 2.32; N: 10.73
Bulunan	: C: 50.24; H: 2.13; N: 10.66

2.35. 3-Metil-4-diasetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (87)

5a bileşiği (1.14 g, 0.01 mol) nemden korunarak asetik anhidrid (10 ml) ile geri soğutucu altında 30 dakika kaynatıldı. 40 ml mutlak etanol ilâve ederek 20 dakika daha kaynatıldı. Nihai çözelti 35-40°C'de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde etil asetat'tan birkaç kez kristallendirilerek (1.23 g, %62.06 verim) saflaştırıldı ve 87 bileşiği elde edildi. e.n. 167°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 69
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 70
Elementel Analiz	: C ₇ H ₁₀ N ₄ O ₃ için,
Hesaplanan	: C: 42.42; H: 5.09; N: 28.27
Bulunan	: C: 42.38; H: 5.10; N: 28.74

2.36. 3-Etil-4-diasetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (88)

5b bileşiği (1.28 g, 0.01 mol) nemden korunarak asetik anhidrid (10 ml) ile geri soğutucu altında 30 dakika kaynatıldı. 40 ml mutlak etanol ilâve ederek 20 dakika daha kaynatıldı. Nihai çözelti 35-40°C'de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde benzen-petrol eteri (1:1)'nden birkaç kez kristallendirilerek (1.26 g, %59.38 verim) saflaştırıldı ve 88 bileşiği elde edildi. e.n. 129°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 71
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 72

Elementel Analiz	: C ₈ H ₁₂ N ₄ O ₃ için,
Hesaplanan	: C: 45.28; H: 5.70; N: 26.40
Bulunan	: C: 44.51; H: 5.61; N: 26.67

2.37. 3-Benzil-4-diasetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (89)

5c bileşiği (1.90 g, 0.01 mol) nemden korunarak asetik anhidrid (10 ml) ile geri soğutucu altında 30 dakika kaynatıldı. 40 ml mutlak etanol ilâve ederek 20 dakika daha kaynatıldı. Nihai çözelti 35-40°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde etanol-benzen (1:4)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.40 g, %51.04 verim) saflaştırıldı ve 89 bileşiği elde edildi. e.n. 195°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 73
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 74
Elementel Analiz	: C ₁₃ H ₁₄ N ₄ O ₃ için,
Hesaplanan	: C: 56.93; H: 5.14; N: 20.43
Bulunan	: C: 56.67; H: 5.08; N: 20.58

2.38. 3-Metil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (91)

5a bileşiği (1.14 g, 0.01 mol) nemden korunarak benzensulfonil klorür (1.32ml, 0.01 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri soğutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra nihai çözelti 40-45°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzüldü. Ele geçen katı madde etil asetat'tan birkaç kez kristallendirilerek (1.33 g, %52.31 verim) saflaştırıldı ve 91 bileşiği elde edildi. e.n. 220°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 75
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 76
Elementel Analiz	: C ₉ H ₁₀ N ₄ O ₃ S için,
Hesaplanan	: C: 42.51; H: 3.96; N: 22.03
Bulunan	: C: 42.36; H: 3.88; N: 21.80

2.39. 3-Etil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (92)

5b bileşiği (1.28 g, 0.01 mol) nemden korunarak benzensulfonil klorür (1.32 ml, 0.01 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri soğutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra nihai çözelti 40-45°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye

kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzöldü. Ele geöen katı madde etanol-su(1:5)'dan birkaç kez kristallendirilerek (1.12 g, %41.75 verim) saflaştırıldı ve 92 bileşiđi elde edildi. e.n. 195.5°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 77
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 78
Elementel Analiz	: C ₁₀ H ₁₂ N ₄ O ₃ S için,
Hesaplanan	: C: 44.77; H: 4.51; N: 20.88
Bulunan	: C: 44.75; H: 4.57; N: 21.66

2.40. 3-Benzil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (93)

5c bileşiđi (1.90 g, 0.01 mol) nemden korunarak benzensulfonil klorür (1.32 ml, 0.01 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri sođutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra nihai öözelti 40-45°C' de düşük basınö altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzöldü. Ele geöen katı madde etil asetat-benzen (1:5)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.12 g, %33.90 verim) saflaştırıldı ve 93 bileşiđi elde edildi. e.n. 193°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 79
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 80
Elementel Analiz	: C ₁₅ H ₁₄ N ₄ O ₃ S için,
Hesaplanan	: C: 54.54; H: 4.27; N: 16.96
Bulunan	: C: 53.99; H: 4.25; N: 16.68

2.41. 3-p-Klorobenzil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (94)

5d bileşiđi (1.12 g, 0.005 mol) nemden korunarak benzensulfonil klorür (0.66 g, 0.005 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri sođutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra nihai öözelti 40-45°C' de düşük basınö altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzöldü. Ele geöen katı madde etanol-benzen(1:5)'den birkaç kez kristallendirilerek (0.72 g, %39.47 verim) saflaştırıldı ve 94 bileşiđi elde edildi. e.n. 216°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 81
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 82
Elementel Analiz	: C ₁₅ H ₁₃ N ₄ O ₃ SCl için,
Hesaplanan	: C: 49.39; H: 3.59; N: 15.36
Bulunan	: C: 49.73; H: 3.36; N: 14.87

2.42. 3-p-Tolil-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (95)

5f bileşiği (1.90 g, 0.01 mol) nemden korunarak benzensulfonil klorür (1.32 ml, 0.01 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri soğutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra nihai çözelti 40-45°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzüldü. Ele geçen katı madde etilasetat'tan birkaç kez kristallendirilerek (1.42 g, %42.98 verim) saflaştırıldı ve 95 bileşiği elde edildi. e.n. 257°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 83
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 84
Elementel Analiz	: C ₁₅ H ₁₄ N ₄ O ₃ S için,
Hesaplanan	: C: 54.54; H: 4.27; N: 16.96
Bulunan	: C: 54.34; H: 4.37; N: 16.82

2.43. 3-Metil-4-p-metilbenzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (97)

5a bileşiği (1.14 g, 0.01 mol) nemden korunarak p-metilbenzensulfonil klorür (1.91 g, 0.01 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri soğutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra nihai çözelti 40-45°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzüldü. Ele geçen katı madde etanol-benzen(1:3)'den birkaç kez kristallendirilerek (2.04 g, %76.04 verim) saflaştırıldı ve 97 bileşiği elde edildi. e.n. 211°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 85
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 86
Elementel Analiz	: C ₁₀ H ₁₂ N ₄ O ₃ S için,
Hesaplanan	: C: 44.77; H: 4.51; N: 20.88
Bulunan	: C: 45.11; H: 4.22; N: 20.41

2.44. 3-Etil-4-p-metilbenzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (98)

5b bileşiği (1.28 g, 0.01 mol) nemden korunarak p-metilbenzensulfonil klorür (1.91 g, 0.01 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri soğutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra nihai çözelti 40-45°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzüldü. Ele geçen katı madde etanol-benzen(1:3)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.99 g, %70.49 verim) saflaştırıldı ve 98 bileşiği elde edildi. e.n. 190°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 87
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 88
Elementel Analiz	: C ₁₁ H ₁₄ N ₄ O ₃ S için,
Hesaplanan	: C: 46.80; H: 5.00; N: 19.85
Bulunan	: C: 45.94; H: 4.78; N: 19.50

2.45. 3-Benzil-4-p-metilbenzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (99)

5c bileşiği (1.90 g, 0.01 mol) nemden korunarak p-metilbenzensulfonil klorür (1.91 g, 0.01 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri soğutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra nihai çözelti 40-45°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzüldü. Ele geçen katı madde etanol-benzen(1:3)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.89 g, %54.88 verim) saflaştırıldı ve 99 bileşiği elde edildi. e.n. 210.5°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 89
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 90
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₆ N ₄ O ₃ S için,
Hesaplanan	: C: 55.80; H: 4.68; N: 16.27
Bulunan	: C: 55.21; H: 4.65; N: 16.00

2.46. 3-p-Klorobenzil-4-p-metilbenzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (100)

5d bileşiği (1.12 g, 0.005 mol) nemden korunarak p-metilbenzensulfonil klorür (0.95 g, 0.005 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri soğutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra nihai çözelti 40-45°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzüldü. Ele geçen katı madde benzen'den birkaç kez kristallendirilerek (1.25 g, %65.99 verim) saflaştırıldı ve 100 bileşiği elde edildi. e.n. 252°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 91
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 92
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₅ N ₄ O ₃ SCl için,
Hesaplanan	: C: 50.73; H: 3.99; N: 14.79
Bulunan	: C: 50.72; H: 3.93; N: 14.47

2.47. 3-p-Tolil-4-p-metilbenzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (101)

5f bileşiği (1.90 g, 0.01 mol) nemden korunarak p-metilbenzensulfonil klorür (1.91 g, 0.01 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri soğutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra nihai çözelti 40-45°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzüldü. Ele geçen katı madde etil alkol-benzen(1:3)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.55 g, %45.01 verim) saflaştırıldı ve 101 bileşiği elde edildi. e.n. 253°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 93
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 94
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₆ N ₄ O ₃ S için,
Hesaplanan	: C: 55.80; H: 4.68; N: 16.26
Bulunan	: C: 55.34; H: 4.50; N: 15.02

2.48. 3-Metil-4-(naftalen-2-sulfonilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (103)

5a bileşiği (1.14 g, 0.01 mol) nemden korunarak naftalen-2-sulfonil klorür (2.29 g, 0.01 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri soğutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2.5 saat ısıtıldıktan sonra nihai çözelti 40-45°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzüldü. Ele geçen katı madde aseton-petrol eteri(1:3)'nden birkaç kez kristallendirilerek (2.13 g, %69.08 verim) saflaştırıldı ve 103 bileşiği monohidratı halinde elde edildi. e.n. 204°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 95
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 96
Elementel Analiz	: C ₁₃ H ₁₂ N ₄ O ₃ S.H ₂ O için,
Hesaplanan	: C: 48.44; H: 4.38; N: 17.38
Bulunan	: C: 49.19; H: 4.25; N: 17.49

2.49. 3-Benzil-4-(naftalen-2-sulfonilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (104)

5c bileşiği (0.95 g, 0.005 mol) nemden korunarak naftalen-2-sulfonil klorür (1.15 g, 0.005 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri soğutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2.5 saat ısıtıldıktan sonra nihai çözelti 40-45°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzüldü. Ele geçen katı madde etanol-benzen(1:3)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.26 g, %66.24 verim) saflaştırıldı ve 104 bileşiği elde edildi. e.n. 215°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 97
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 98
Elementel Analiz	: C ₁₉ H ₁₆ N ₄ O ₃ S için,
Hesaplanan	: C: 59.99; H: 4.24; N: 14.73
Bulunan	: C: 60.83; H: 4.13; N: 14.74

2.50. 3-p-Klorobenzil-4-(naftalen-2-sulfonilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (105)

5d bileşiği (1.12 g, 0.005 mol) nemden korunarak naftalen-2-sulfonil klorür (1.15 g, 0.005 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri soğutucu altında karıştırılarak 80°C'de 2.5 saat ısıtıldıktan sonra nihai çözelti 40-45°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzüldü. Ele geçen katı madde DMSO-etanol(1:4)'dan birkaç kez kristallendirilerek (1.74 g, %83.88 verim) saflaştırıldı ve 105 bileşiği elde edildi. e.n. 244.5°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 99
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 100
Elementel Analiz	: C ₁₉ H ₁₅ N ₄ O ₃ SCl için,
Hesaplanan	: C: 55.01; H: 3.64; N: 13.50
Bulunan	: C: 54.56; H: 3.52; N: 13.60

2.51. 3-Fenil-4-(naftalen-2-sulfonilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (106)

5e bileşiği (0.88 g, 0.005 mol) nemden korunarak naftalen-2-sulfonil klorür (1.15 g, 0.005 mol) ile 20 ml piridin içinde ve geri soğutucu altında karıştırılarak 2.5 saat kaynatıldıktan sonra nihai çözelti 40-45°C' de düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan viskoz madde 10 ml su ile muamele edildi ve süzüldü. Ele geçen katı madde benzen'den birkaç kez kristallendirilerek (0.25 g, %13.65 verim) saflaştırıldı ve 106 bileşiği elde edildi. e.n. 250°C-boz.

IR (KBr)	: Ek Şekil 101
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 102
Elementel Analiz	: C ₁₈ H ₁₄ N ₄ O ₃ S için,
Hesaplanan	: C: 59.01; H: 3.85; N: 15.29
Bulunan	: C: 58.70; H: 3.65; N: 14.74

2.52. N-fenil-N'-(3-p-klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-üre(108)

5d bileşiği (1.123 g, 0.005 mol) nemden korunarak fenilizosiyanat (0.50 ml, 0.005 mol) ile yükseltme borusu takılı bir balonda ve yağ banyosu üzerinde 170-175°C sıcaklıkta 2 saat ısıtıldı. Bu süre sonunda ele geçen kalıntı 20 ml etanol ile yıkandıktan sonra vakumda kurutuldu. DMSO-su(1:1)'dan birkaç kez kristallendirilerek (1.17 g, %68.06 verim) saflaştırıldı ve 108 bileşiği elde edildi. e.n. 262°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 103
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 104
Elementel Analiz	: C ₁₆ H ₁₄ N ₅ O ₂ Cl için,
Hesaplanan	: C: 55.90; H: 4.10; N: 20.37
Bulunan	: C: 54.91; H: 4.00; N: 19.85

2.53. N-fenil-N'-(3-fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-üre(109)

5e bileşiği (0.89 g, 0.005 mol) nemden korunarak fenilizosiyanat (0.55 ml, 0.005 mol) ile yükseltme borusu takılı bir balonda ve yağ banyosu üzerinde 185-190°C sıcaklıkta 2 saat ısıtıldı. Bu süre sonunda ele geçen kalıntı 20 ml etanol ile yıkandıktan sonra vakumda kurutuldu. DMSO-etanol(1:3)'dan birkaç kez kristallendirilerek (0.86 g, %58.25 verim) saflaştırıldı ve 109 bileşiği elde edildi. e.n. 253°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 105
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 106
Elementel Analiz	: C ₁₅ H ₁₃ N ₅ O ₂ için,
Hesaplanan	: C: 61.01; H: 4.44; N: 23.72
Bulunan	: C: 61.09; H: 4.37; N: 23.68

2.54. N-(4-klorofenil)-N'-(3-p-klorobenzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-üre (110)

5d bileşiği (1.12 g, 0.005 mol) nemden korunarak 4-klorofenilizosiyanat (0.79 g, 0.005 mol) ile yükseltme borusu takılı bir balonda ve yağ banyosu üzerinde 250-255°C sıcaklıkta 2 saat ısıtıldı. Bu süre sonunda ele geçen kalıntı 20 ml etanol ile yıkandıktan sonra vakumda kurutuldu. DMSO-su(1:2)'den birkaç kez kristallendirilerek (1.69 g, %89.37 verim) saflaştırıldı ve 110 bileşiği elde edildi. e.n. 268°C.

IR (KBr)	: Ek Şekil 107
^1H NMR (DMSO- d_6)	: Ek Şekil 108
Elementel Analiz	: $\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{N}_5\text{O}_2\text{Cl}_2$ için,
Hesaplanan	: C: 50.81; H: 3.46; N: 18.52
Bulunan	: C: 50.89; H: 3.44; N: 18.57



3. BULGULAR

Çalışmada yapı aydınlatılması için spektroskopik yöntemlerden geniş ölçüde faydalanılmıştır. Bu çerçevede, çalışmada sentezi yapılan yeni bileşiklerin tümünün IR spektrumları alınmış, bu spektrumlarda ortaya çıkan karakteristik pikler değerlendirilmiş ve tablolar halinde düzenlenerek aşağıda verilmiştir (Tablo 2-15).

Tablo 2. 40 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	Disubstitue aromatik halka
41	3390 , 3210	1700 , 1670	1580	-	-
42	3200 , 3060	1710 , 1670	1580	760 , 695	-
43	3310 , 3200	1730 , 1690	1590	-	800
44	3280 , 3225	1690 , 1660	1610	-	825

Tablo 3. 45 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	Disubstitue aromatik halka
46	3420 , 3200	1710 , 1680	1595	-	-
47	3430 , 3220	1705 , 1680	1585	-	-
48	3200 , 3180	1720 , 1675	1585	735 , 700	-
49	3380 , 3230	1715 , 1670	1590	-	795

Tablo 4. 50 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	Disubstitue aromatik halka
51	3220 , 3105	1715 , 1650	1595	685	-
52	3200 , 3090	1720 , 1650	1575	690	-
53	3220 , 3100	1725 , 1655	1590	735 , 690	805
54	3310 , 3170	1710 , 1675	1570	705 , 760	825

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

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Disubstitue aromatik halka
56	3140 , 3060	1710 , 1675	1585	765
57	3160 , 3050	1725 , 1680	1590	755
58	3105 , 3040	1715 , 1675	1575	-
59	3130 , 3025	1720 , 1680	1580	735 , 810
60	3150 , 3065	1725 , 1665	1580	750
61	3140 , 3050	1720 , 1680	1580	755 , 810

Tablo 6. 62 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{OH}	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	Disubstitue aromatik halka
63	3410	3240 , 3060	1700 , 1680	1585	-	790
64	-	3270 , 3050	1715 , 1665	1575	740	700
65	-	3250 , 3070	1715 , 1665	1580	-	795
66	-	3200 , 3060	1710 , 1685	1575	745	785

Tablo 7. 67 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{OH}	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	Disubstitue aromatik halka
68	3410	3150 , 3060	1720 , 1680	1595	-	-
69	-	3200 , 3130	1735 , 1675	1585	710 , 770	-
70	-	3180 , 3150	1715 , 1680	1580	-	810

Tablo 8. 71 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	Disubstitue aromatik halka
72	3140 , 3075	1720 , 1680	1575	730 , 705	-
73	3300 , 3200	1725 , 1635	1570	-	830

Tablo 9. 74 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	Disubstitue aromatik halka
75	3180, 3080	1690, 1675	1595	765, 720	-
76	3220, 3120	1705, 1675	1575	745, 700	-
77	3140, 3060	1715, 1680	1590	735, 710	805
78	3220, 3080	1705, 1650	1580	765, 695	-

Tablo 10. 82 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	Disubstitue aromatik halka
83	3220	1735, 1710, 1690	1550	-	-
84	3220	1745, 1710, 1690	1580	-	815
85	3290	1765, 1680, 1675	1580	755, 690	-

Tablo 11. 86 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka
87	3255	1765, 1700, 1675	1610	-
88	3300	1780, 1720, 1700	1610	-
89	3235	1775, 1720, 1695	1595	745, 685

Tablo 12. 90 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	$\nu_{\text{S=O}}$	Monosubstitue aromatik halka	Disubstitue aromatik halka
91	3160, 3080	1710	1575	1170, 1150	-	-
92	3180, 3050	1705	1580	1165, 1135	-	-
93	3230, 3040	1695	1570	1175, 1160	750, 705	-
94	3180, 3080	1710	1575	1170, 1160	725	810
95	3190, 3060	1705	1575	1165, 1150	745	-

Tablo 13. 96 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	$\nu_{\text{S=O}}$	Monosubstitue aromatik halka	Disubstitue aromatik halka
97	3140, 3060	1710	1580	1170, 1155	-	805
98	3210, 3130	1700	1575	1180, 1165	-	810
99	3160, 3100	1695	1570	1165, 1180	745	-
100	3200, 3080	1700	1580	1170, 1160	-	810
101	3190, 3050	1705	1585	1165, 1145	-	815

Tablo 14. 102 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{OH}	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	$\nu_{\text{S=O}}$	Monosubstitue aromatik halka	Disubstitue aromatik halka
103	3580	3090, 3020	1710	1580	1165, 1145	745	-
104	-	3170, 3080	1710	1575	1165, 1145	670	-
105	-	3140, 3040	1720	1580	1155, 1140	-	805
106	-	3200, 3070	1700	1615	1160, 1145	765, 710	-

Tablo 15. 107 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Bulguları (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	Disubstitue aromatik halka
108	3270, 3180, 3050	1715, 1650	1585	740	800
109	3230, 3180, 3070	1710, 1680	1595	745, 680	-
110	3280, 3200, 3070	1730, 1655	1580	-	845, 800

Çalışmada sentezi yapılan yeni bileşiklerin ¹H NMR spektrumları DMSO-d₆ da alınmıştır ve bu spektrumlarda ortaya çıkan piklerin kimyasal kayma değerleri belirlenerek yapı aydınlatılmasında kullanılmıştır. DMSO-d₆'da alınan bu spektrumlarda δ 2.50 civarında çözücünden ileri gelen karakteristik pikler gözlenmiştir [49]. Bu spektrumlarda ayrıca kullanılan DMSO-d₆'nın içerdiği az miktarda H₂O'dan ileri gelen pikler de δ 3.50 civarında gözlenmiştir. Bu piklerin H₂O piki olduğu D₂O ilavesiyle ortaya çıkan D-H değişimi sonucu kimyasal kayma değerlerinde görülen değişim ile kesinleştirilmiştir. Literatürde, bazı hallerde NH protonlarının ¹H NMR spektrumlarında gözlenemediği veya çok yaygın olarak ortaya çıkabildiği bildirilmiştir [49]. Ancak, çalışmamızda elde ettiğimiz tüm bileşiklerin halka ve halka dışı NH protonları ¹H NMR spektrumlarında belirgin şekilde

gözenmiştir. Aşağıdaki tablolarda çalışmamızda elde edilen yeni bileşiklerin ^1H NMR spektrumlarında ele geçen bulgular ayrıntılı olarak ve tablolar halinde gösterilmiştir (Tablo 16-29).

Tablo 16. 40 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Bulguları (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	CH_3	CH_2	Aromatik H	NH	NH
41 ^a	2.10(s)	2.40(q)	-	10.80(s)	11.60(s)
42	2.00(s)	3.68(s)	7.20 (m, 5H)	10.60(s)	11.60(s)
43	1.94(s)	3.68(s)	7.05-7.50 (m, 4H)	10.70(s)	11.70(s)
44 ^b	2.00(s)	-	7.20-7.70 (m, 4H)	11.04(s)	12.10(s)

^a : 1.20 (t, 3H, CH_3);

^b : 2.38 (s, 3H, CH_3)

Tablo 17. 45 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Bulguları (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	CH_3	CH_3	CH_2	CH_2	Aromatik H	NH	NH
46	1.20(t)	2.05(s)	2.40(q)	-	-	10.70(s)	11.55(s)
47	^a	-	^b	-	-	10.76(s)	11.66(s)
48	1.10(t)	-	2.34(q)	3.80(s)	7.30 (m, 5H)	11.68(s)	11.65(s)
49	1.05(t)	-	2.30(q)	3.75(s)	7.00-7.60 (m, 4H)	10.60(s)	11.70(s)

^a : 1.10 (t, 6H, 2 CH_3);

^b : 2.40 (q, 4H, 2 CH_2)

Tablo 18. 50 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Bulguları (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	CH_3	CH_2	Aromatik H	NH	NH
51	2.06(s)		7.50-8.00 (m, 5H)	11.40(s)	11.72(s)
52	-	3.82(s)	7.10-8.05 (m, 10H)	11.42(s)	11.90(s)
53	-	3.74(s)	7.20-7.90 (m, 9H)	11.20(s)	11.74(s)
54	2.46(s)	-	7.20-8.15 (m, 9H)	11.80(s)	12.34(s)

Tablo 19. 55 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Bulguları (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik No	CH ₃	CH ₂	Aromatik H	NH	NH
56	2.16(s)	-	7.60 (m, 4H)	11.40(s)	11.64(s)
57	1.20(t)	2.55(q)	7.55 (m, 4H)	11.40(s)	11.68(s)
58	-	3.88(s)	7.00-7.80 (m, 9H)	11.44(s)	11.96(s)
59	-	3.90(s)	7.20-7.85 (m, 8H)	11.40(s)	11.88(s)
60	-	-	7.25-7.80 (m, 9H)	11.57(s)	12.25(s)
61	2.40(s)	-	7.15-7.65 (m, 8H)	11.56(s)	12.18(s)

Tablo 20. 62 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Bulguları (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik No	CH ₃	CH ₂	Aromatik H	NH	NH
63 ^a	1.20(t)	2.40(q)	7.40-8.00 (m, 4H)	11.40(s)	11.58(s)
64	-	3.76(s)	7.15 (s, 5H)	11.30(s)	11.70(s)
			7.40-7.95 (m, 4H)		
65	-	3.80(s)	7.20 (s, 4H)	11.34(s)	11.80(s)
			7.40-8.00 (m, 4H)		
66	-	-	7.25-8.00 (m, 9H)	11.74(s) ^b	13.20(s)
				12.20(s) ^b	

^a : 3.40 (s, 2H, H₂O);^b : (s, ½H)**Tablo 21. 67 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Bulguları (DMSO-d₆, δ/ppm)**

Bileşik No	CH ₃	CH ₂	Aromatik H	NH	NH
68 ^a	1.20(t)	2.50(q)	7.40-7.80(m, 3H)	11.40(s)	11.64(s)
69	-	3.90(s)	7.20 (s, 5H)	11.40(s)	11.82(s)
			7.40-7.80 (m, 3H)		
70	-	3.84(s)	7.00-7.90 (m, 8H)	11.36(s)	11.80(s)

^a : 3.40 (s, 2H, H₂O)

Tablo 22. 71 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Bulguları (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik No	CH ₂	Aromatik H	NH	NH
72	3.86(s)	7.20 (s, 5H) 7.55 (s, 3H)	11.85(s)	11.90(s)
73	3.90(s)	7.30 (d, 4H) 7.55 (s, 3H)	11.85(s)	11.90(s)

Tablo 23. 74 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Bulguları (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik No	CH ₃	CH ₂	Aromatik H	NH	NH
75	2.20(s)	-	7.40-8.40 (m, 7H)	11.35(s)	11.64(s)
76	-	3.92(s)	7.20 (s, 5H) 7.30-8.30 (m, 7H)	11.20(s)	11.80(s)
77	-	3.95(s)	7.25 (d, 4H) 7.30-8.30 (m, 7H)	11.25(s)	11.85(s)
78	-	-	7.25-8.20 (m, 12H)	11.60(s)	12.30(s)

Tablo 24. 82 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Bulguları (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik No	2CH ₃	2CH ₂	CH ₂	Aromatik H	NH
83	1.00(t)	2.70(q)	-	7.45 (s, 5H)	12.45(s)
84	1.10(t)	a	3.00(q)	7.20-7.70 (m, 4H)	11.20(s)
85	-	-	-	7.30-7.90 (m, 11H)	12.00(s)

a : 2.10-2.70 (m, 5H, CH₃, CH₂)

Tablo 25. 86 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Bulguları (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	CH_3	CH_3	CH_2	Aromatik H	NH
87	a	2.55(s)	-	-	11.16(s)
88 ^b	2.04(s)	c	-	-	11.10(s)
89	2.00(s)	2.50(s)	3.55(s)	7.40 (m, 5H)	11.20(s)

a : 2.14 (s, 6H, 2 CH_3); b : 1.06 (t, 3H, CH_3); c : 2.50 (q, 5H, CH_2 , CH_3)

Tablo 26. 90 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Bulguları (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	CH_3	CH_2	Aromatik H	NH	NH
91	2.10(s)	-	7.40-7.95 (m, 5H)	a	-
92	1.17(t)	2.45(q)	7.30-7.90 (m, 5H)	b	-
93	-	3.92(s)	7.60-8.05 (m, 5H)	11.44(s)	11.80(s)
94	-	3.95(s)	7.20-8.05 (m, 9H)	11.45(s)	11.85(s)
95	2.50(s)	-	7.10-7.95 (m, 9H)	11.50(s)	12.15(s)

a : 11.50 (s, 2H, 2NH); b : 11.44 (s, 2H, 2NH)

Tablo 27. 96 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Bulguları (DMSO- d_6 , δ /ppm)

Bileşik No	CH_3	CH_2	Aromatik H	NH	NH
97 ^a	2.50(s)	-	7.25-7.95 (m, 4H)	b	-
98 ^c	2.40(s)	2.50(q)	7.05-7.70 (m, 4H)	d	-
99	2.48(s)	3.95(s)	7.10-8.00 (m, 9H)	11.30(s)	11.70(s)
100	2.44(s)	3.90(s)	7.05-7.80 (m, 8H)	11.35(s)	11.60(s)
101	e	-	7.00-7.70 (m, 8H)	11.35(s)	11.95(s)

a : 2.16 (s, 3H, CH_3); b : 11.55 (s, 2H, 2NH); c : 1.10(t, 3H, CH_3)
d : 11.45 (s, 2H, 2NH); e : 2.36 (s, 6H, 2 CH_3)

Tablo 28. 102 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Bulguları (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik No	CH ₃	CH ₂	Aromatik H	NH	NH
103 ^a	2.15(s)	-	7.55-8.50 (m, 7H)	b	-
104	-	3.96(s)	7.24 (m, 5H) 7.55-8.50 (m, 7H)	11.40(s)	11.60(s)
105	-	3.95(s)	7.00-8.45 (m, 11H)	11.40(s)	11.60(s)
106	-	-	7.00-8.40 (m, 12H)	11.45(s)	11.90(s)

a : 3.40 (s, 2H, H₂O);

b : 11.50 (s, 2H, 2NH);

Tablo 29. 107 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Bulguları (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik No	CH ₂	Aromatik H	NH	NH	NH
108	3.86(s)	6.90-7.60 (m, 9H)	9.00(s)	9.26(s)	11.70(s)
109	-	6.90-8.00 (m, 10H)	9.30(s)	9.60(s)	12.20(s)
110	3.80(s)	7.10-7.30 (m, 8H)	9.00(s)	9.35(s)	11.50(s)

Organik kimya literatüründe bazı 1,2,4-triazol ve 4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on türevlerinin ultraviyole spektrumlarında ortaya çıkan değerlerin verildiği bazı çalışmalar bildirilmiştir [26,38,50-59]. Ancak, bu çalışmalar incelendiğinde bu türden bileşiklerde UV spektroskopisinin NMR ve IR spektroskopisine nazaran çok daha dar bir çerçevede uygulama alanı bulduğu görülmektedir. Bu nedenle şimdiki çalışmada sentezlenen yeni bileşiklerin UV spektrumları alınmış, yorumlamaları yapılmış ve gözlenen piklerin λ_{\max} değerleri belirlenerek bu değerlere karşı olan ϵ_{\max} değerleri hesaplanmıştır. Bu değerlerin genelde literatürde kayıtlı veriler ile uyum halinde olduğu belirlenmiştir. Aşağıda UV spektrumlarında ortaya çıkan piklerin λ_{\max} ve bunlara karşın olan ϵ_{\max} değerleri tablolar halinde düzenlenerek topluca verilmiştir (Tablo 30-43).

Tablo 30. 40 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
41	207.4	3.45	109
42	258.8 212.6	0.31 19.96	110
43	267.4 222.4 209.4	0.43 17.62 16.09	111
44	246.2 220.0	6.77 5.56	112

Tablo 31. 45 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
46	203.3	4.00	113
47	259.2 211.2	0.52 4.07	114
48	257.6 207.8	0.09 8.21	115
49	266.8 221.8	0.30 12.47	116

Tablo 32. 50 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
51	227.4	10.29	117
	205.8	8.71	
52	207.8	14.88	118
53	226.0	26.62	119
	206.6	22.41	
54	256.0	13.39	120
	233.2	17.44	
	207.0	14.72	

Tablo 33. 55 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
56	268.0	1.41	121
	212.0	26.29	
57	275.0	1.11	122
	207.4	21.30	
58	209.6	18.22	123
59	266.8	1.00	124
	215.0	15.72	
60	257.8	11.48	125
	212.6	14.68	
61	254.4	10.47	126
	210.6	16.59	

Tablo 34. 62 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
63	278.8	1.09	127
	228.0	11.31	
	207.8	15.69	
64	268.0	2.18	128
	220.8	10.83	
65	275.0	1.04	129
	231.6	7.45	
66	236.0	13.41	130

Tablo 35. 67 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
68	256.0	2.91	131
	211.4	14.15	
69	216.6	15.14	132
70	230.0	8.22	133
	213.0	7.29	

Tablo 36. 71 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
72	271.8	0.86	134
	213.0	17.81	
73	271.0	0.64	135
	223.2	15.25	

Tablo 37. 74 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
75	286.6	6.50	136
	231.2	12.41	
76	287.6	5.90	137
	227.8	18.13	
77	288.0	5.88	138
	229.6	15.11	
78	261.4	13.20	139
	229.8	23.98	

Tablo 38. 82 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
83	256.8	5.29	140
	202.8	10.48	
84	260.6	13.49	141
	230.0	11.65	
	203.8	17.22	
85	272.0	19.71	142
	227.2	33.07	

Tablo 39. 86 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
87	234.0	7.21	143
	202.0	4.72	
88	233.5	8.30	144
	203.0	6.68	
89	237.0	3.12	145
	209.4	7.74	

Tablo 40. 90 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
91	266.4	0.68	146
	218.0	7.60	
	203.8	8.51	
92	266.4	0.80	147
	219.4	8.97	
	206.0	8.41	
93	266.2	0.84	148
	211.6	13.30	
94	267.0	0.81	149
	222.0	16.37	
	205.6	14.31	
95	257.6	6.05	150
	223.0	8.26	
	205.0	9.88	

Tablo 41. 96 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
97	227.8	17.84	151
	205.6	14.90	
98	228.6	13.90	152
	204.6	12.37	
99	226.4	10.62	153
	218.0	10.09	
100	224.6	24.07	154
	204.4	20.21	
101	257.8	13.96	155
	233.6	18.87	
	209.0	15.26	

Tablo 42. 102 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

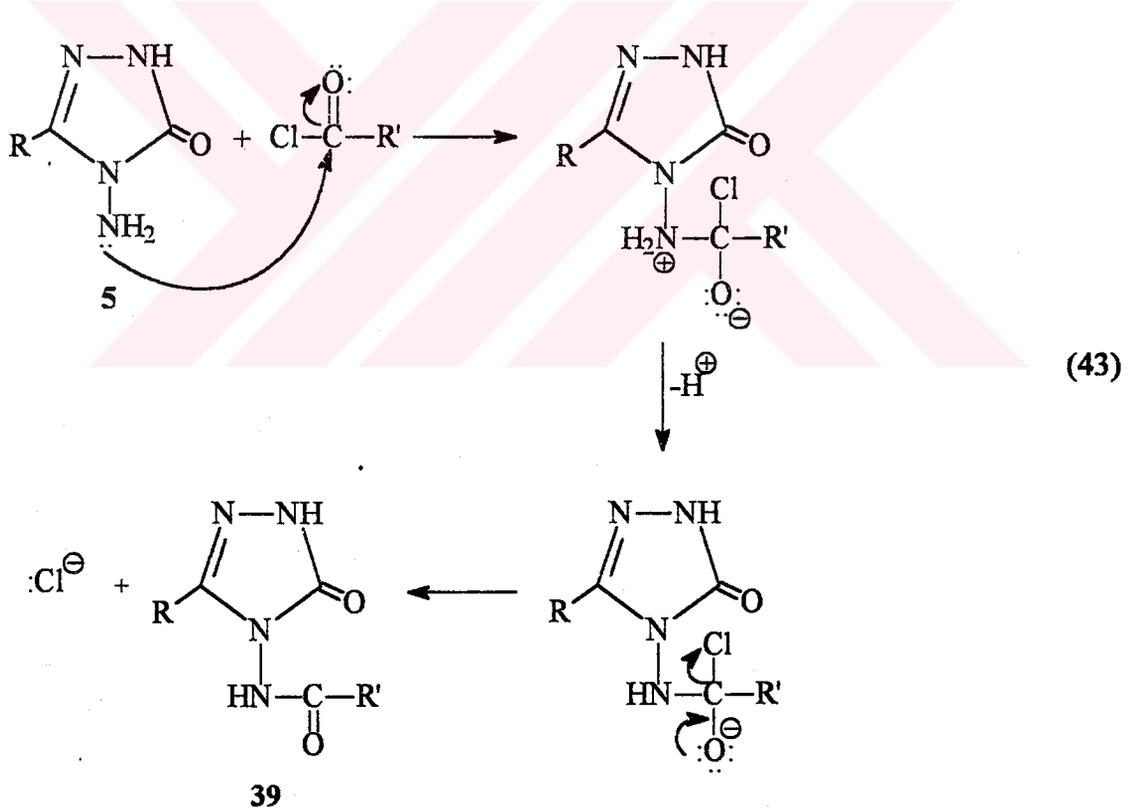
Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
103	326.8	0.98	156
	314.2	0.83	
	276.6	5.17	
	238.8	9.16	
104	327.0	0.80	157
	314.0	0.72	
	276.2	6.08	
	237.4	15.40	
105	327.0	1.23	158
	314.8	1.00	
	276.2	6.80	
	236.8	17.34	
106	327.0	0.55	159
	259.6	11.32	
	234.6	33.89	

Tablo 43. 107 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Bulguları

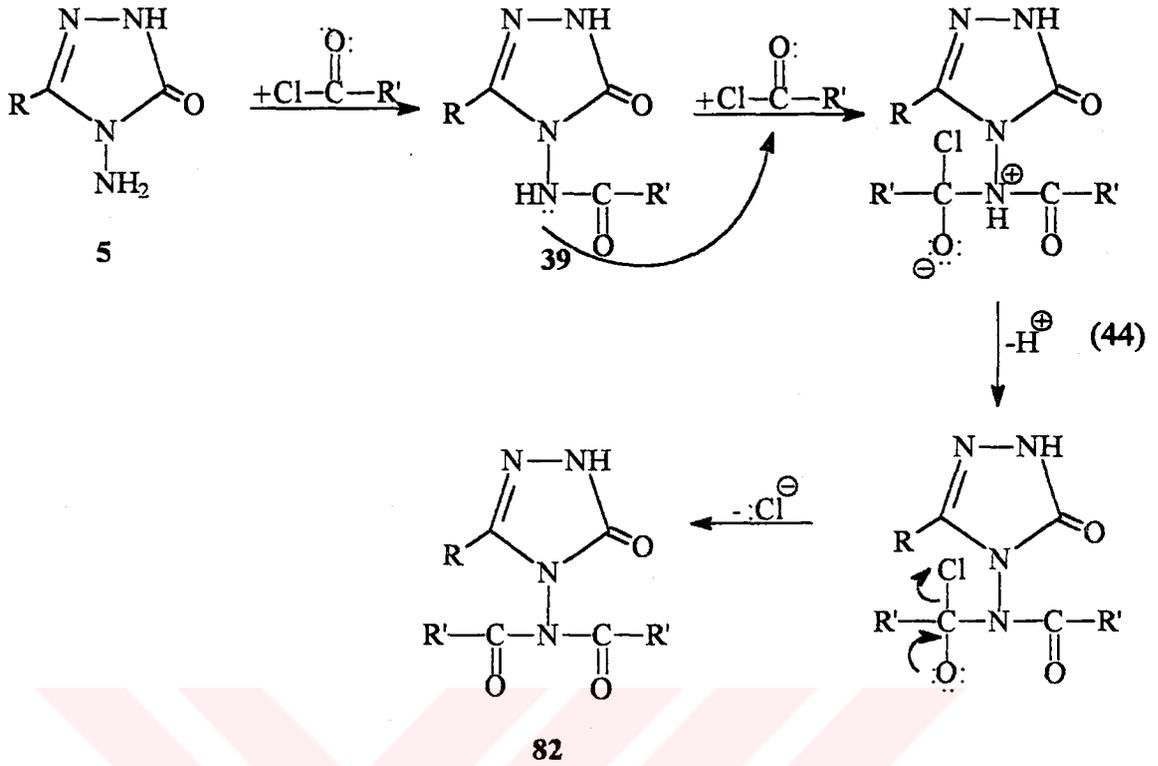
Bileşik No	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	$\epsilon \times 10^{-3}$ (L/mol.cm)	Ek Şekil No
108	226.0	22.85	160
	206.6	19.51	
109	257.8	13.93	161
	238.4	21.58	
	208.4	15.91	
110	243.8	35.64	162
	224.6	28.66	
	202.4	58.45	

4. TARTIŞMA

Çalışmada incelenen 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(5) bileşiklerinin çeşitli açıl klorürler ile reaksiyonlarının 111 tipi 1-açıl türevlerinin oluşumuna da yol açabileceği ihtimali göz önünde bulundurulmuştur. Ancak, yapılan tüm çalışmalarda ele geçen bileşiklerin halka NH protonlarının literatürde kayıtlı [7-9, 18-22] yaklaşık δ 11.0-12.0 bölgesinde gözlenmesi ve buna karşılık NH_2 protonlarının karakteristik bölgede gözlenmemesi, ele geçen açıl bileşiklerinin 111 tipi bileşikler olmayıp izomer 39 tipi bileşikler olduğu kanıtlanmıştır. 39 tipi açıl bileşiklerinin oluşumuna yol açan ve bir nükleofilik açıl substitusyon niteliği taşıyan çalışmanın ilk sekiz bölümüne ilişkin reaksiyonların muhtemel mekanizması aşağıda gösterilmiştir (Denklem 43).

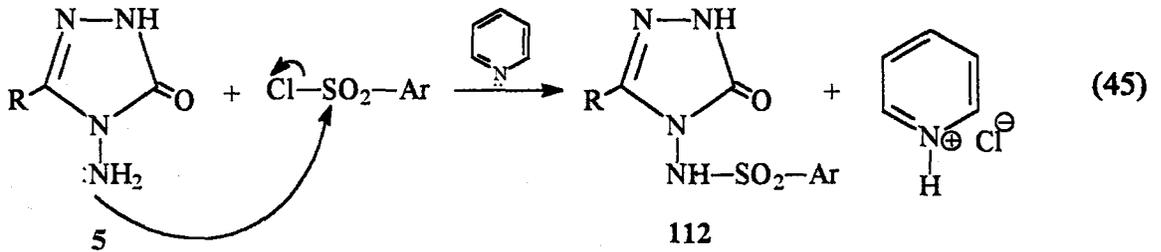


Denklem 37 ile gösterilen 82 tipi diaçilamino bileşiklerinin oluşumu ise, büyük olasılıkla, önce 5 tipi bileşiklerden 39 tipi bileşiklerin oluşumu üzerinden ve aşağıda gösterilen nükleofilik açıl substitusyon mekanizmasına göre gerçekleşmektedir (Denklem 44). Diaçilamino türevlerinin oluşumunda da halka NH'nın korunduğu ^1H NMR spektrumları yardımıyla kanıtlanmıştır.

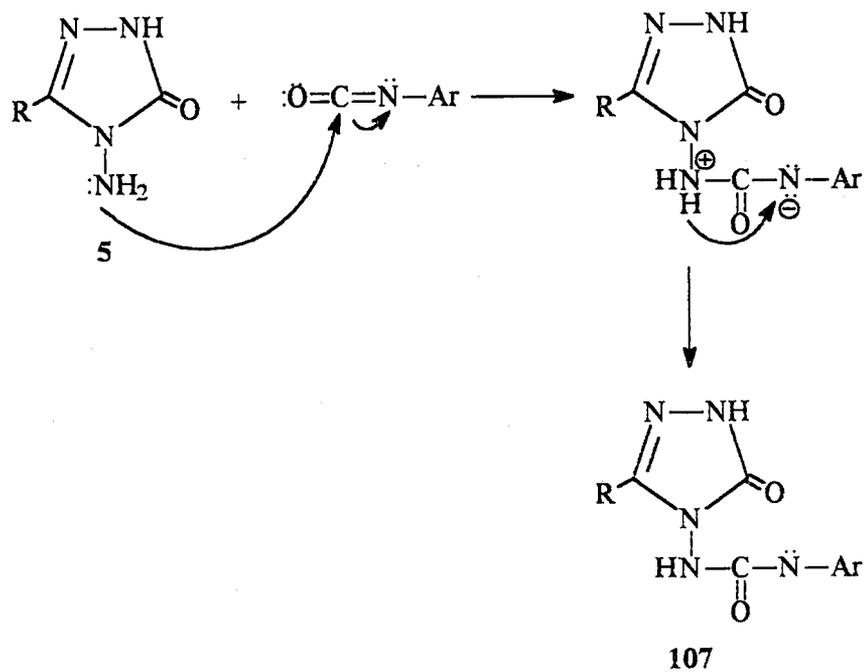


Çalışmanın dokuzuncu bölümünde asetik anhidrid ile Denklem 38 uyarınca ele geçen ve genelde 82 tipi olan 86 tipi bileşiklerin oluşum mekanizması da muhtemelen Denklem 43 ve Denklem 44'e benzer şekilde birer nükleofilik açıl substitusyon ile vukubulmaktadır ($R' = \text{CH}_3$ ve Cl yerine CH_3COO alınmak suretiyle). Asetik anhidrid ile asetilendirmede halka NH 'ının aynen korunduğu ^1H NMR ile kanıtlanmıştır.

Çalışmanın onuncu, onbirinci ve onikinci bölümlerinde gösterilen ve 5 tipi bileşiklerin sulfonil klorürler ile olan reaksiyonları ise keza birer nükleofilik substitusyon niteliği taşımaktadır, ki bu substitusyon reaksiyonlarının genel olarak Denklem 45 ile gösterilmesi olanaklıdır (Denklem 45).



Çalışmanın son bölümünde incelenen ve Denklem 42 ile gösterilen 5 tipi bileşiklerin izosiyanatlarla olan reaksiyonları ise bir nükleofilik katılma niteliği taşımakta olup büyük bir olasılıkla aşağıda gösterildiği şekilde vukubulmaktadır (Denklem 46).



5. SONUÇLAR

"Bazı 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Türevlerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi" başlıklı bu çalışmada öncelikle literatürde kayıtlı ve çalışma için gerekli 18 bileşiğin sentezi yapılarak, 14 farklı genel formülde toplanabilen 54 yeni bileşiğin sentezi -1 bileşiğin sentezi iki farklı metodla olmak üzere gerçekleştirilmiştir. Yeni bileşiklerin yapıları IR ve ¹H NMR spektroskopisi yanında mikroanaliz sonuçlarının kullanılmasıyla aydınlatılmış, UV spektrumları alınarak karakteristik değerler saptanmış ve erime noktaları belirlenmiştir. Genelde 3-alkil(aril)-4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on'ların, 4-açilamino-, 4-diaçilamino-, 4-sulfonilamino- ve 4-arilüreido- türevleri niteliğinde olan bu 54 yeni bileşiğin elde edilmesi için genel sentez metodları oluşturulmuştur. Bu yöntemlerin kullanılmasıyla aynı genel formüllere sahip başka bileşiklerin de sentezlenebileceği aşikardır. Çalışmada oluşturulan sentez yöntemleri için çeşitli denemeler yapılarak en uygun koşullar belirlenmiştir. Verimler genelde oldukça tatminkar görülmektedir.

Çalışma, potansiyel biyolojik aktiviteye sahip ve bu yönden incelemeye açık bileşiklerin sentezlenmesi şeklinde yönlendirilerek gerçekleştirilmiş ve tamamlanmıştır.

6. KAYNAKLAR

1. Widmann, O. ve Cleve, A., Über das 3-Oxy-1,2,4-triazol und einige Acylsemicarbazide, Ber.dtsch.chem.Ges., 31 (1898) 378-381.
2. Curtius, Th. ve Heindenreich, K., Stickstoffkohlenoxyd und Diharnstoff, Ber.dtsch.chem.Ges., 27 (1894) 2684-2685.
3. Curtius, Th. ve Heindenreich, K., Die Hydrazide und Azide der Kohlensäure, J.Prakt.Chem. [2], 52 (1895) 454-489.
4. Busch, M., Festschrift zum 80. Geburtstag des Prinzregenten Luitpold von Bayern, 4, 2 (1901) 937-941.
5. Stollé, R., Über Führung von Hydrazinabkömmlingen, J.Prakt.Chem. [2], 75 (1907) 416-432.
6. Kröger, C. F., Hummel, L., Mutscher, M. ve Beyer, H., Synthesen und Reaktionen von 4-Amino-1,2,4-triazolonen-(5), Chem. Ber., 98 (1965) 3025-3033.
7. Ün, R. ve İkizler, A.A., Preparations of Aromatic Amide Carbethoxyhydrazones, Aromatic Amide Carbamylhydrazones and Related 3-aryl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta Turc., 3 (1975) 1-22.
8. Ün, R. ve İkizler, A., Preparations of Aliphatic Amide Carbethoxyhydrazones, Aliphatic Amide Carbamylhydrazones, 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.
9. Pesson, M., Dupin, S. ve Antoine, M., Emploi de l'hydrazinocarbonate d'ethyle pour la Synthese des Hydroxy-3 triazoles-1,2,4, Bull. Soc. Chim. France, (1962) 1364-1371.
10. Ayça, E., İkizler, A.A. ve Serdar, M., Preparation of 3-Alkyl(Aryl)-4-aryl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta Turc., 9 (1981) 99-108.
11. İkizler, A.A. ve Kırmızıgül, S., Preparation of Some Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, E.U. Faculty of Science Journal, Series A, 7 (1983-1984) 1-6.
12. İkizler, A. A., Serdar, M. ve Uzunismail, N., Bazı 1,2,4-Triazolin-5-on Türevlerinin Elde Edilmesi, Doğa TU Kim. D. C., 12 (1988) 271-275.

13. Yüksek, H., 3-Alkil(Aril)-4-amino-4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on'ların Bazı Reaksiyonlarının İncelenmesi, Doktora Tezi, K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1992.
14. İkizler, A. A. ve Ün, R., Reactions of Ester Ethoxycarbonylhydrazones with Some Amino Type Compounds, Chim. Acta Turc., 7 (1979) 269-290.
15. İkizler, A. A., 3-Substitue-4-amino- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-on'ların Ester Karbetoksihidrazon'lardan Elde Edilmeleri ve Reaksiyonlarının İncelenmesi, Doçentlik Tezi, İstanbul Üniversitesi Kimya Fakültesi, İstanbul, 1975.
16. Ayça, E., İkizler, A. A. ve Serdar, M., Preparation of 3-Alkyl (aryl)-4-alkylamino (arylamino)- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta Turc., 9 (1981) 381-388.
17. İkizler, A. A. ve Sancak, K., Synthesis of 4-Hydroxy-4,5-dihydro-1,2,4-triazol-5-ones, Monatsh. Chem., 123 (1992) 257-263.
18. Milcent, R. ve Redeuilh, C., Synthese d'amino-4-aryl-3 triazol-1,2,4 ones-5, J. Heterocycl. Chem., 16 (1979) 403-407.
19. İkizler, A.A., 1,2,4-Triazolin-5-on'lar ve Hidroksamik Asit Türevleri Üzerine Bir Çalışma, Doğa Tr.Kim.D.C., 10 (1986) 34-39.
20. Milcent, R. ve Vicart, P., Synthèse et activité antibactérienne d'amino-4 triazol-1,2,4 ones-5 substituées, Eur. J. Med. Chem. Chim. Ther., 18 (1983) 215-220.
21. Malbec, F., Milcent, R., Vicart, P. ve 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.
22. İkizler, A. A., İkizler, A. ve Yıldırım, N., Synthesis of Some Benzylidenamino Compounds, Monatsh. Chem., 122 (1991) 557-563.
23. Aytin, A., Bazı 3-Alkil(Aril)-4-Arilidenamino-4,5-Dihidro-1,2,4-Triazol-5-on Bileşiklerinin Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1992.
24. İkizler, A. A. ve Yüksek, H., Synthesis of Some N,N'-Linked Biheteroaryls, Doğa Tr. J. of Chemistry, 17 (1993) 150-153.
25. Yüksek, H. ve İkizler, A. A., Synthesis of 4-Succinimido-4,5-Dihydro-1H-1,2,4-Triazol-5-Ones, Doğa Tr. J. of Chemistry, 18 (1994) 57-61.
26. Milcent, R. ve Rdeuilh, C., Réactivité des amino-4 aryl-3-triazol-1,2,4 ones-5, J. Heterocycl. Chem., 17 (1980) 1691-1696.
27. İkizler, A. A. ve Yüksek, H., Reaction of 4-Amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones with 2,5-Dimethoxytetrahydrofuran, Collect. Czech. Chem. Commun., 59 (1994) 731-735.

28. Bahçeci, Ş., Bazı Biheteroaril Bileşiklerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, K. T. Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1994.
29. İnce, N., 3-Alkil(aril)-4-Amino-4,5-Dihidro-1H-1,2,4-Triazol-5-on'ların Bazı Karboksilli Asid Anhidridleri ile Reaksiyonlarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, K.T.Ü, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1995.
30. İkizler, A. A. ve Yüksek, H., Acetylation of 4-Amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, Org. Prep. Proced. Int., 25 (1993) 99-104.
31. Pinner, A., Die Imidoäther und ihre Derivate, 1.Auflage, Oppenheim, Berlin, 1892.
32. Coburn, M.D., Loughran, E.D. ve Smith, L.C., The Actylation of 3-Amino-1,2,4-Triazole, J.Heterocycl. Chem., 7 (1970) 1149-1151.
33. Amine, F., El. Zanfally, S. ve Khalifa, M., Synthesis of Certain New 4-Acylamino-5-Triazoles for Pharmacological Study, Pharmazie, 32 (1977) 538-540.
34. Fidler, Zh. N., Shibanova, E.F., Makerov, L.V., Kalikhman, I.D., Shulunova, A.M., Sarapulova, G.I., Klyba, L.V., Vithovskii, V.Yu., Chipanina, N.N., Lopyrev, V.A. ve Voronkov, M.G., Acyl Derivatives of 3-Amino,1,2,4-Triazole, Khim.Geterotsikl. Soedin., 10 (1980) 1414-1419.
35. Selassie, C.D., Lien, E.J. ve Khwaja, T.A., Synthesis and Evaluation of Guanazole Prodrugs as Antineoplastic Agents, J.Pharm.Sci., 70 (1981) 1281-1283.
36. Wade, P.C., Vaft, B.R., Kissick, T.P., Simpkins, L.M., Palmer, D.M. ve Millonig, R.C., 1-Acyltriazoles as Antiinflammatory Agents, J.Med.Chem., 25 (1982) 331-333.
37. Somorai, T., Szilagyi, G., Reither, J., Pongó, L., Lang, T., Toldy, L. ve Harváth, S., New Acylated 1,2,4-Triazoles as Antiviral Agents, Arch. Pharm. (Weinheim), 319 (1986) 238-242.
38. Reither, J., Pongó, L. ve Dvortsák, P., The Acylation of 5-Amino-1,2,4-triazoles, J. Heterocycl. Chem., 24 (1987) 127-142.
39. Katritzky, A.R. ve Lagowsky, J.M., The Principles of Heterocyclic Chemistry, First Edition, Chapman and Hall Ltd., London, 1971.
40. Joule, J.A.ve Smith, G.F., Heterocyclic Chemistry, Third Edition, Van Nostrand Reinhold Company, London, 1976.
41. İkizler, A.A., Heterohalkalı Bileşikler, Birinci Baskı, K.T.Ü Basımevi, Trabzon, 1985.

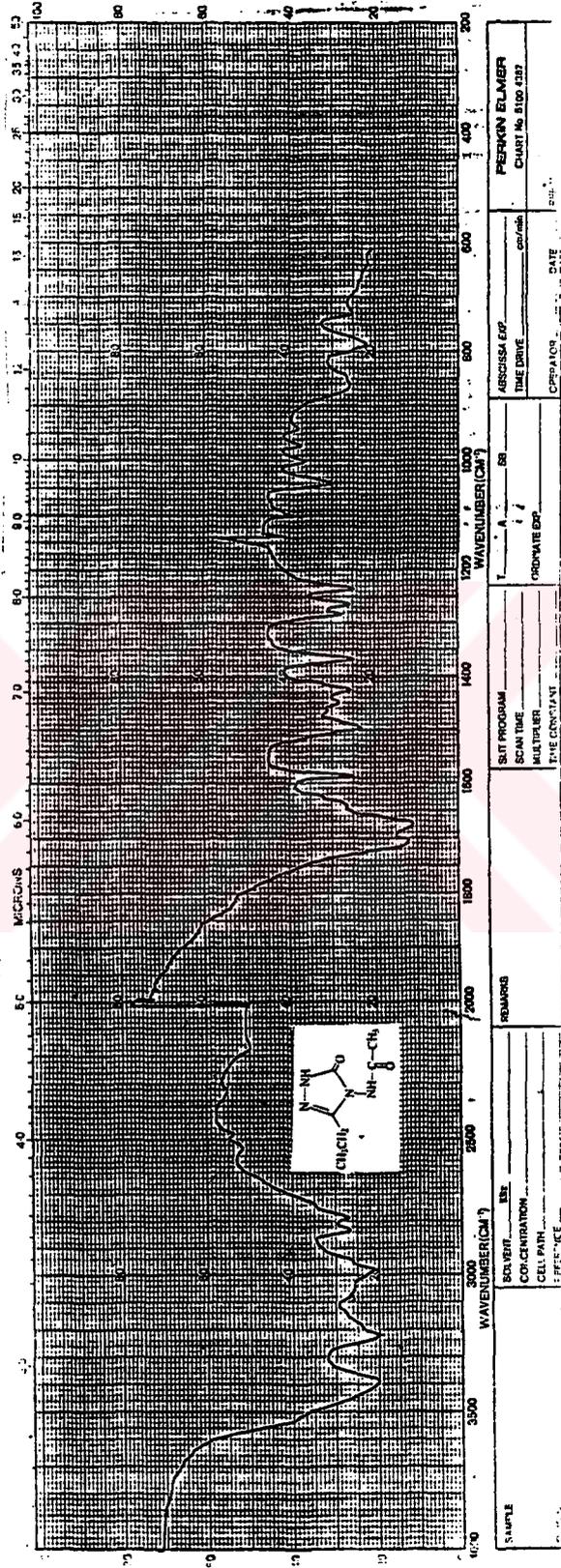
42. Hultguist, M.E., Germann, R.P., Webb, J.S., Wright, W.B., Roth, B., Smith, J.M. ve Subbarow, Y., N-Heterocyclic Benzenesulfonamides, J.Am.Chem.Soc., 73 (1951) 2558-2566.
43. Grunwald, F.A. ve Lacefield, W.B., 3-Sulfonilamido-4-Substituted Triazoles, Chem.Abs. 58 (1962) 5703-5704.
44. Fawzi, M.M. ve Quebedeaux, B., Üreidotriazoles as Yield Increasing Agents for Crop Plants, Chem. Abs. 82 (1975) 130.
45. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Spinger, Berlin, 2 (1920) 182.
46. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Spinger, Berlin, 2 (1920) 245.
47. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Spinger, Berlin, 9 (1932) 440.
48. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Spinger, Berlin, 9 (1932) 488.
49. Kemp, W., Organic Spectroscopy, First Edition, The Macmillan Press Ltd., Great Britain, 1975.
50. Atkinson, M.R., Parkes, E.A. ve Polya, J.B., Ultraviolet Absorption Spectra of 1,2,4-Triazoles, J. Chem. Soc., (1954) 4256-4262.
51. Atkinson, M.R., Komzak, A.A., Parkes, E.A. ve Polya, J.B., Derivatives of 3-Amino-1,2,4-Triazole, J. Chem. Soc., (1954) 4508-4510.
52. Staab, H.A., N-Acyl-Verbindungen Stickstoffhaltiger Heterocyclen, Chem. Ber., 89 (1956) 1927-1940.
53. Regitz, M. ve Eistert, B., Über die Bildung von 1,2,4-Triazolderivaten aus α -Acetamino- β -dicarbonylverbindungen durch Japp-Klingemann-Spaltung mit Diazoniumsalzen, Chem. Ber., 96 (1963) 3120-3132.
54. Gehlen, H. ve Schmidt, J., Der Einfluss von Substituenten auf die Geschwindigkeit der Hydrolyse von 1,2,4-Triazol-onen-(5)-in Halbkonzentrierter Schwefelsäure, Liebigs Ann. Chem., 682 (1965) 123-135.
55. Takimoto, H.H., Denault, G.C. ve Hotta, S., The Thermal Decomposition of 3-Azido-4-benzylidenamino-s-triazoles, J.Heterocycl. Chem., 3 (1966) 119-123.
56. İkizler, A.A., İkizler, A. ve Yüksek, H., Ultraviolet Spectra of Some 1,2,4-Triazoles, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Fen Dergisi, 4 (1992) 89-97.

57. Emilsson, H. ve Selander, H., Spectroscopic Identification of Some Derivatives of 3,4-Diamino-4H-1,2,4-triazol and 3-Hydrazino-4H-1,2,4-triazole, J. Heterocycl. Chem., 25 (1988) 565-570.
58. İkizler, A.A., İkizler, A., Serdar, M. ve Erdoğan, Y., Ultraviolet Spectra of Some 1,2,4-Triazole Derivatives, Doğa-Tr. J. of Chemistry, 16 (1992) 164-170.
59. Atkinson, M.R. ve Polya, J.B., N-Substitution of Some 1,2,4-Triazoles, J.Chem.Soc., (1954) 141-145.

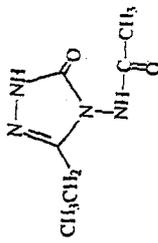
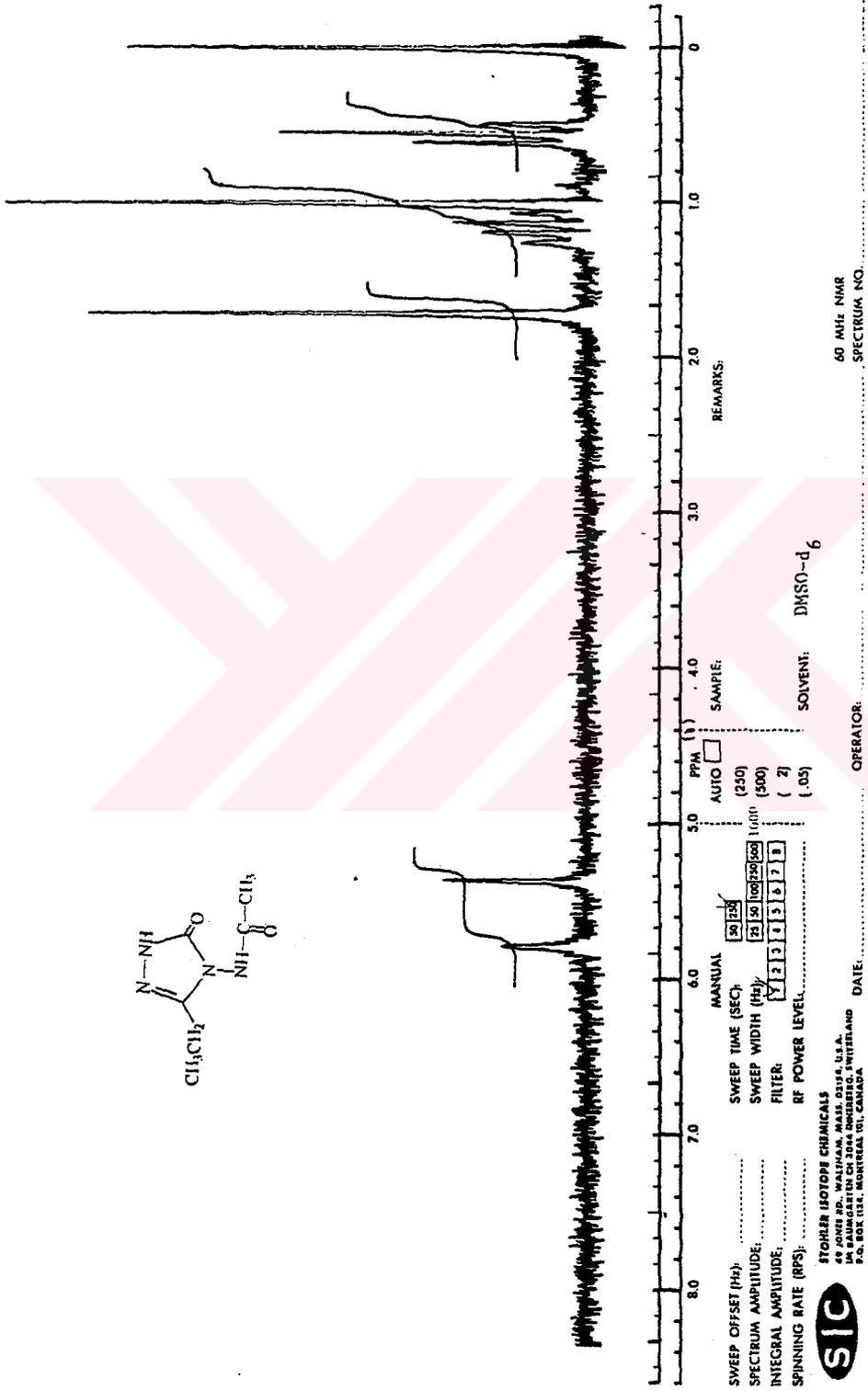


7. EKLER





Ek Şekil 1. 41 Bileşiğinin IR Spektrumu



SWEEP OFFSET (Hz)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SPINNING RATE (RPS)

MANUAL SWEEP TIME (SEC) 30 120
 AUTO SWEEP WIDTH (Hz) 25 50 100 250 500
 FILTER: 2 3 4 5 7 8
 RF POWER LEVEL

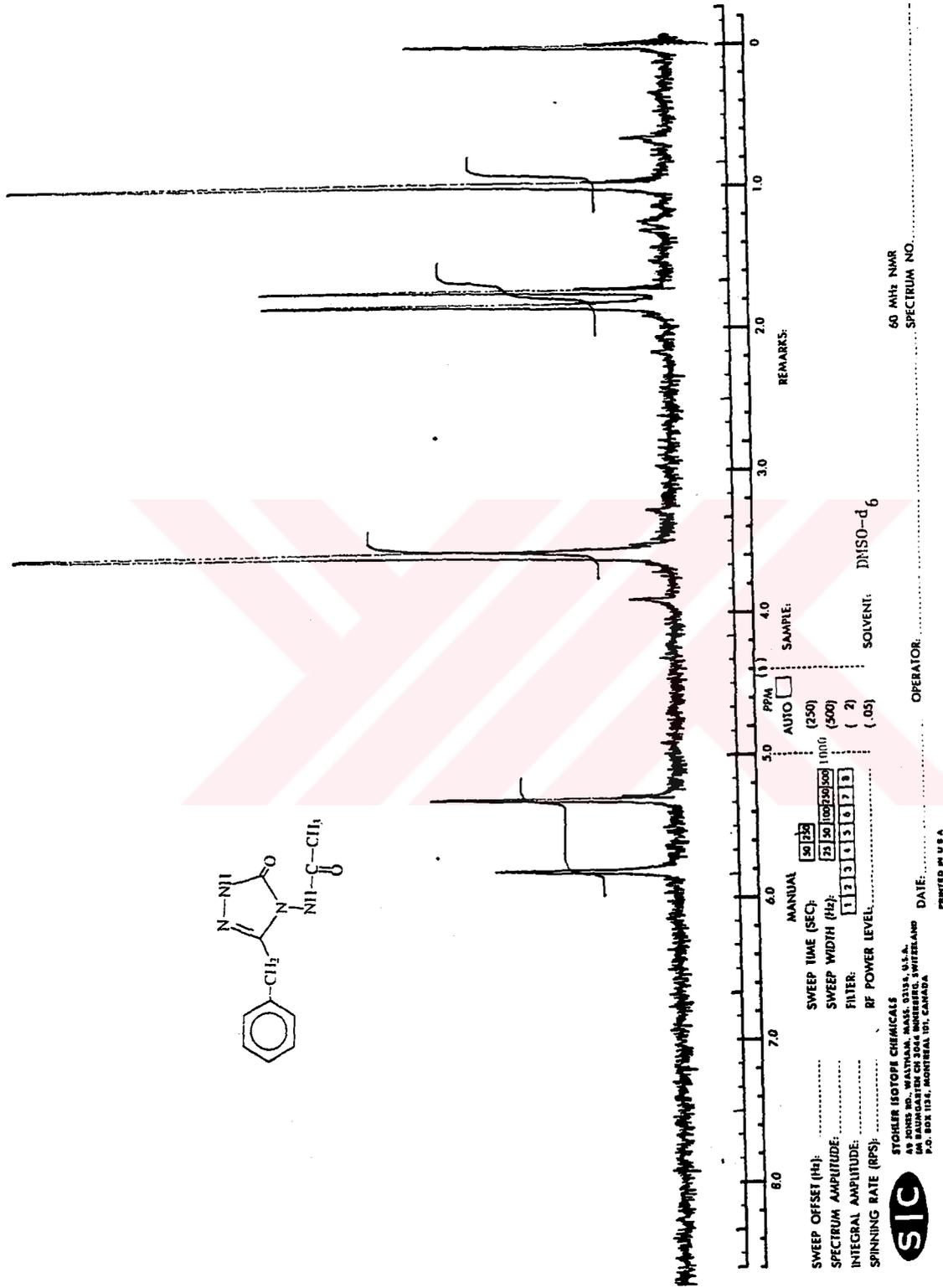
REMARKS:
 SAMPLE:
 SOLVENT: DMSO-d₆

OPERATOR:
 DATE:
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.

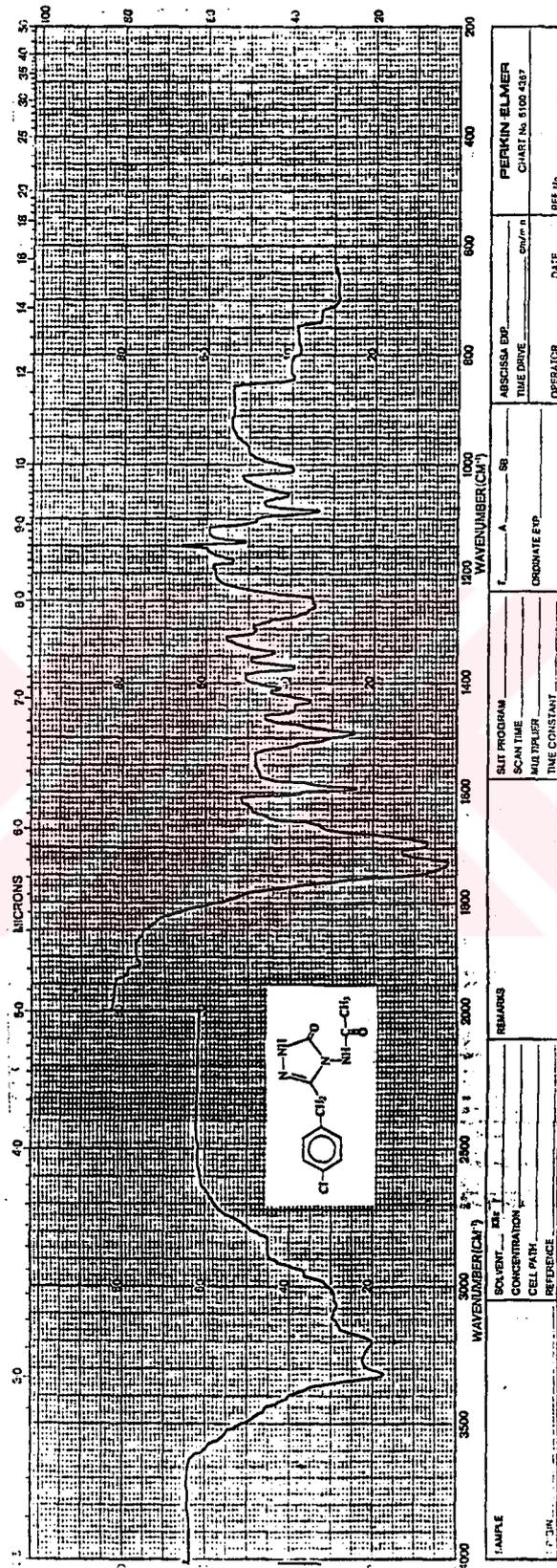
SIC
 STOKER ISOTOPES CHEMICALS
 4001 W. WASHINGTON AVE., U.S.A.
 IN SAUGMARTEN CH 2004 SUHREREG, SWITZERLAND
 P.O. BOX 134, MONTREAL 91, CANADA
 PRINTED IN U.S.A.

CHART S-60T

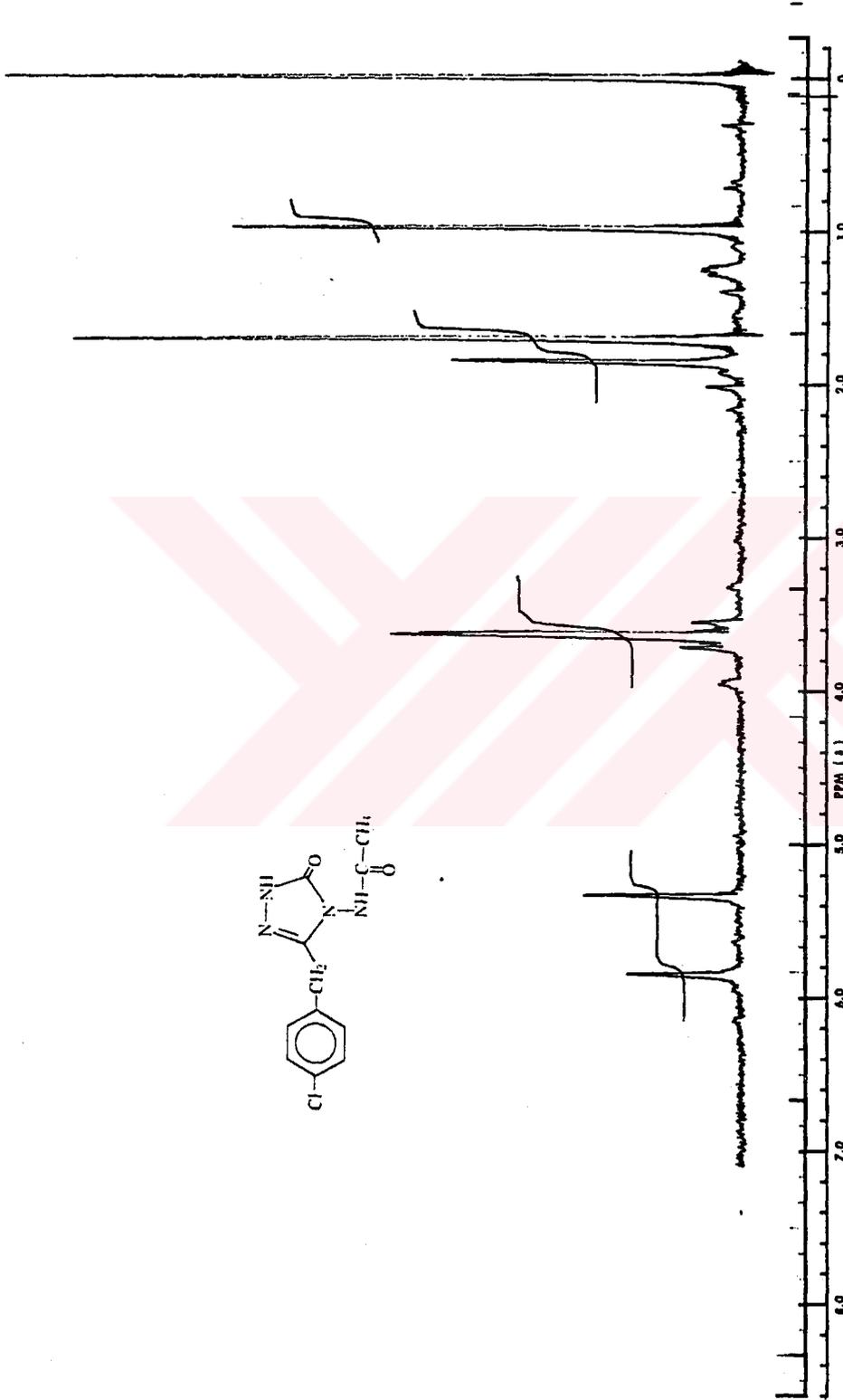
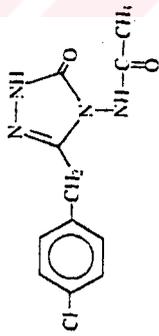
Ek Şekil 2. 41 Bifesiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 4. 42 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

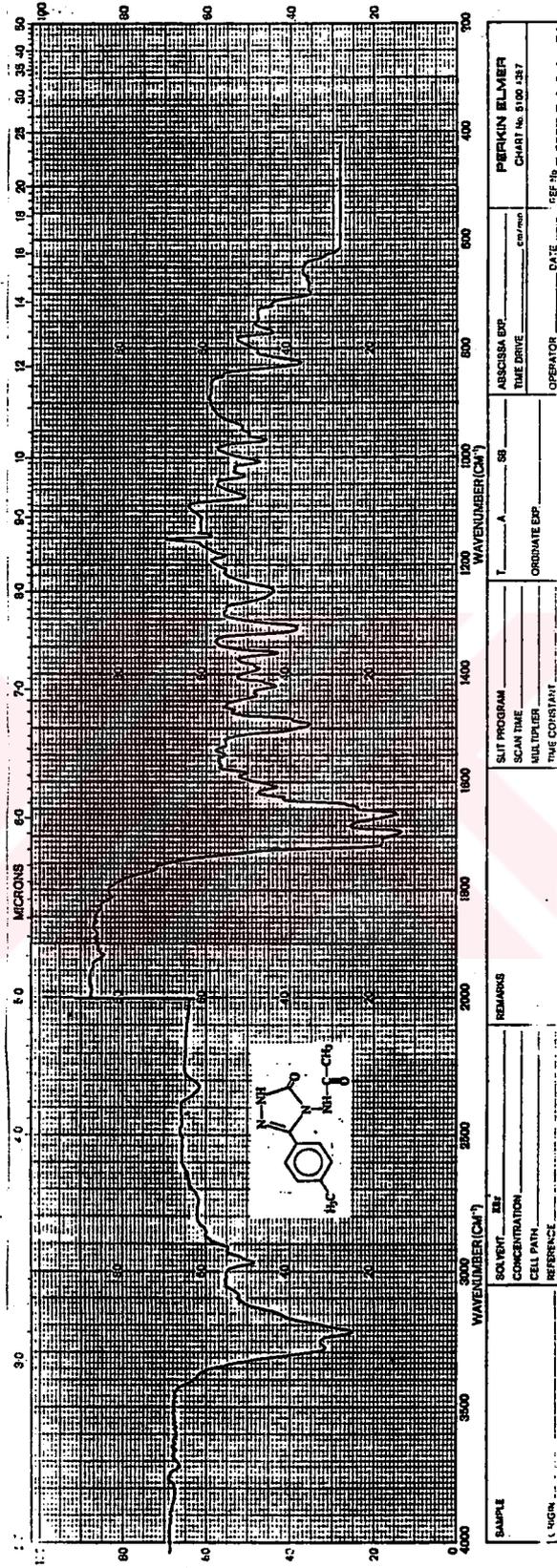


Ek Şekil 5. 43 Bileşiğinin IR Spektrumu

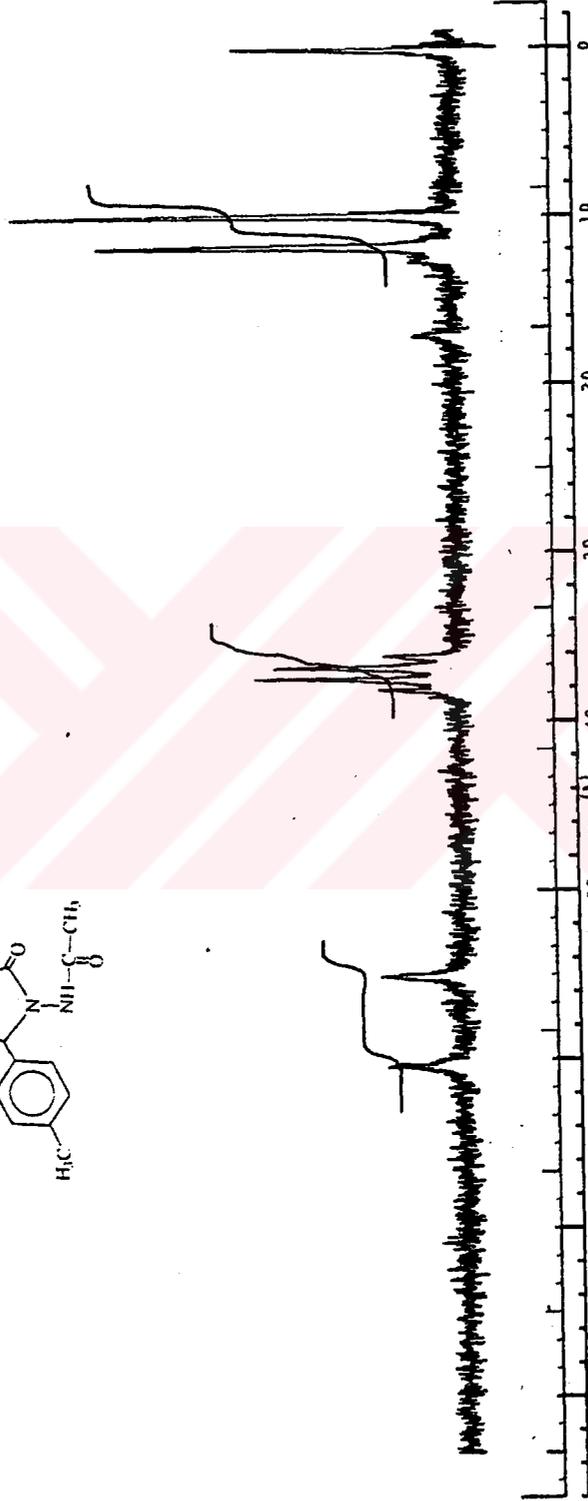
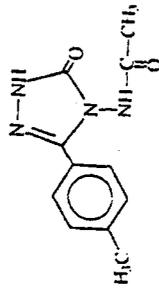


SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL AUTO SAMPLE:
 SWEEP TIME (SEC): (350)
 SWEEP WIDTH (Hz): (500)
 FILTER: (2)
 RF POWER LEVEL: (.05) SOLVENT: DMSO-d₆
 REMARKS:
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.
 OPERATOR: DATE:
 varian analytical instrument division

Ek Şekil 6. 43 Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 7. 44 Bileşiminin IR Spektrumu



REMARKS:

MANUAL AUTO SAMPLE: DMSO-d₆

SWEEP TIME (SEC): 30 750 (250)

SPECTRUM WIDTH (Hz): 28 50 100 300 500 (500)

INTEGRAL AMPLITUDE: 1 2 3 4 5 6 7 8 (2)

SPINNING RATE (RPS): (1.05) SOLVENT: DMSO-d₆

60 MHz NMR SPECTRUM NO.

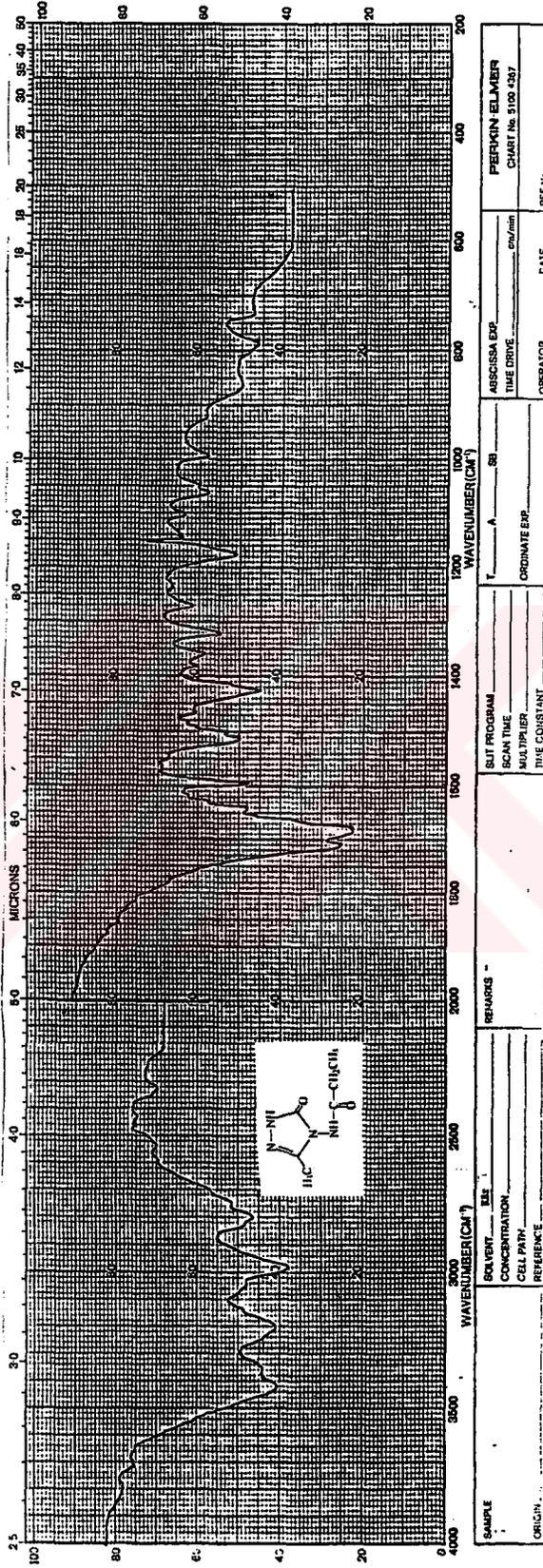
OPERATOR:

CHART S-60T

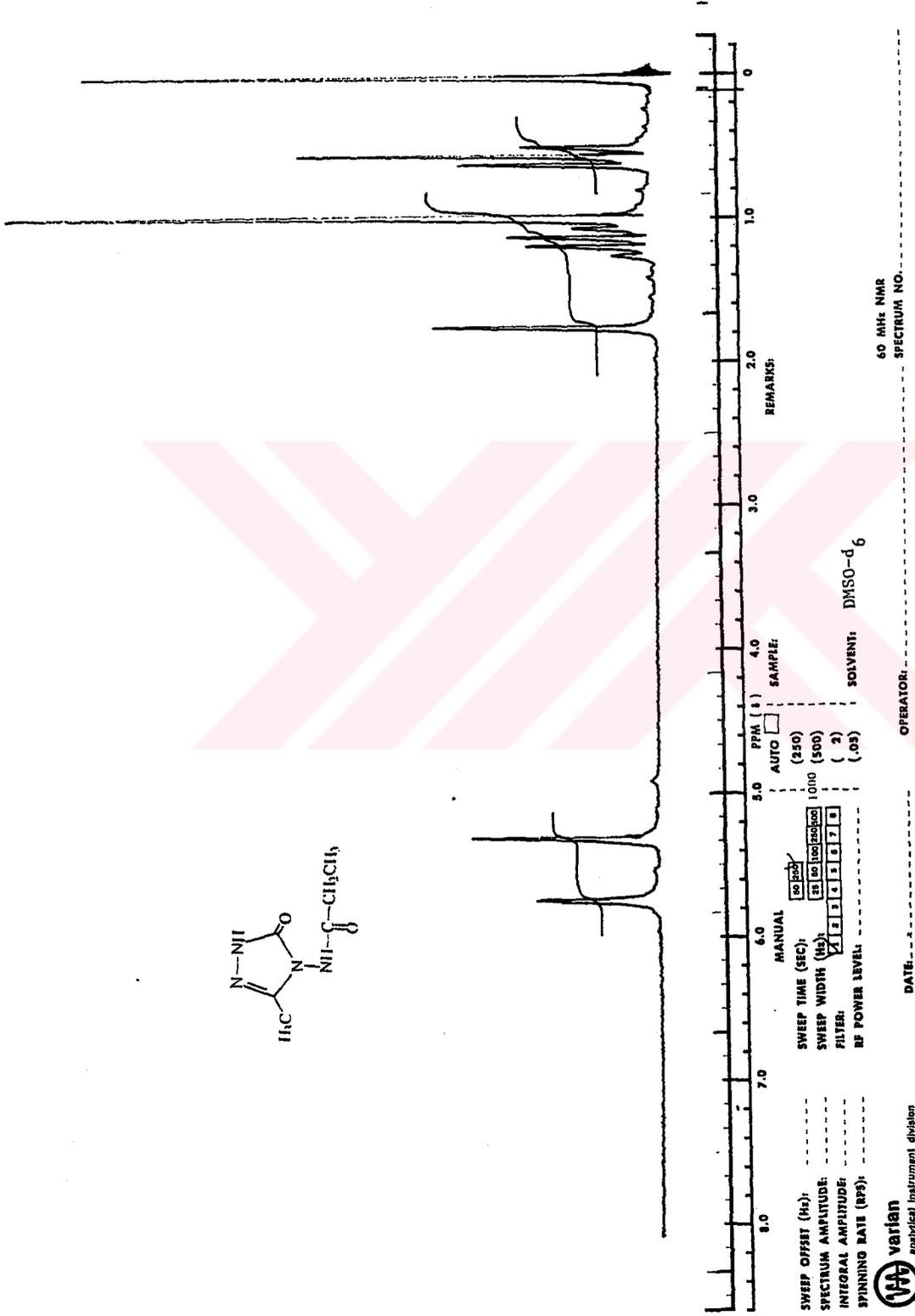
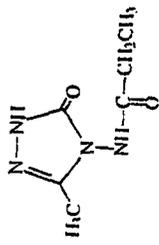
STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 65 JONES RD., WALTHAM, MASS. 01154, U.S.A.
 14 BAUGARTEN CH 3004 BERNBERG, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1122, MONTREAL 101, CANADA



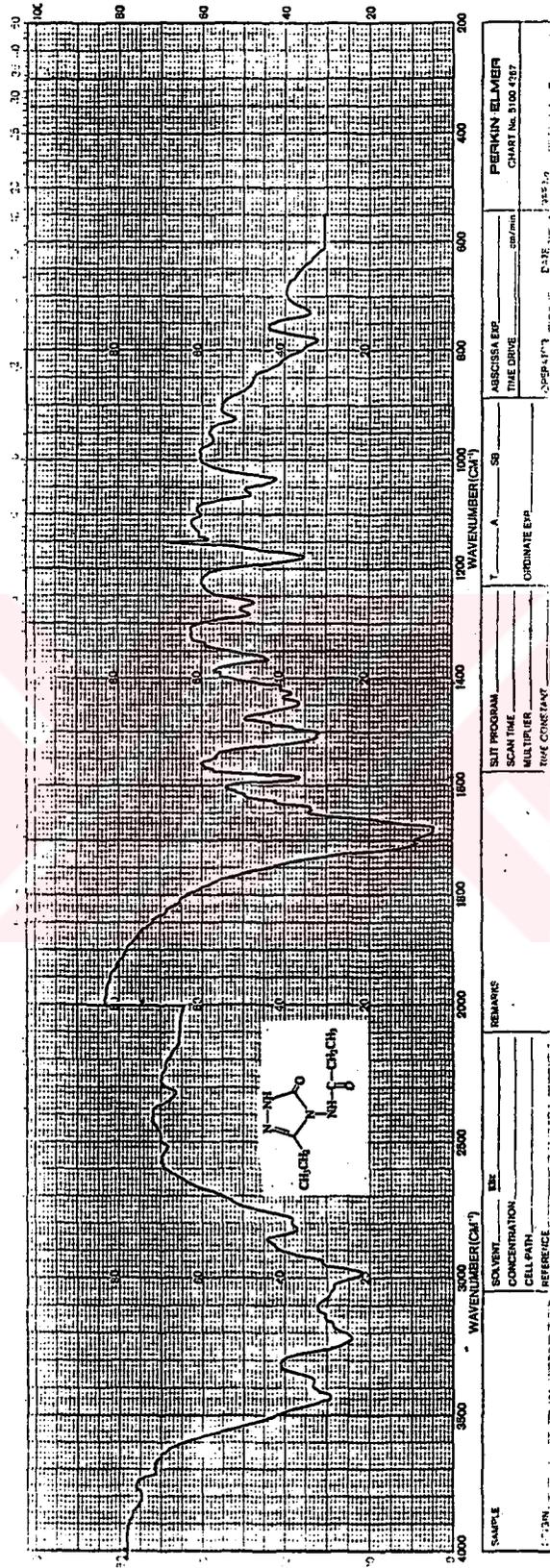
Ek Şekil 8. 44 Bileşinin 1H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



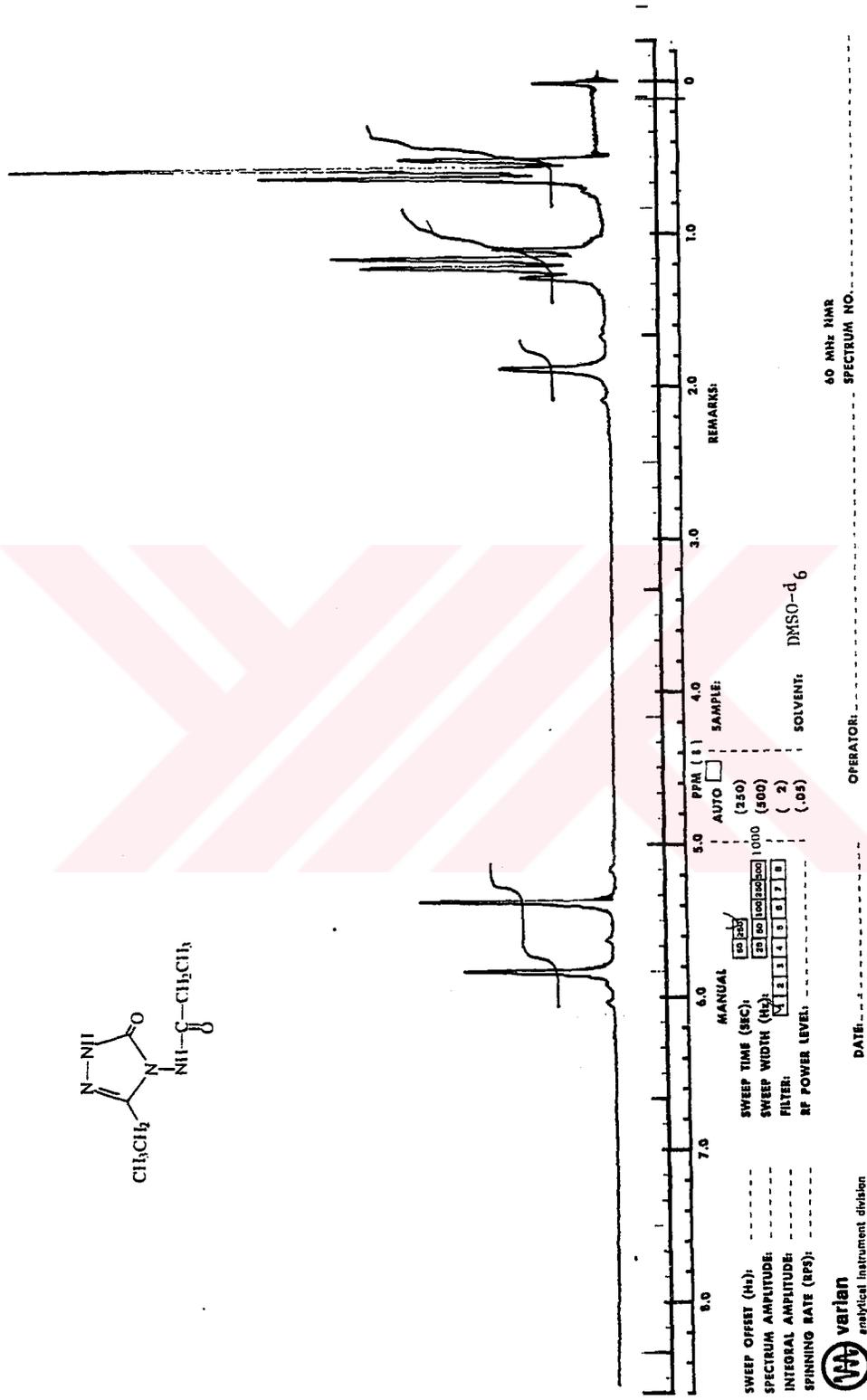
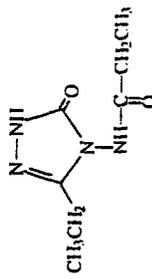
Ek Şekil 9. 46 Bileşinin IR Spektrumu



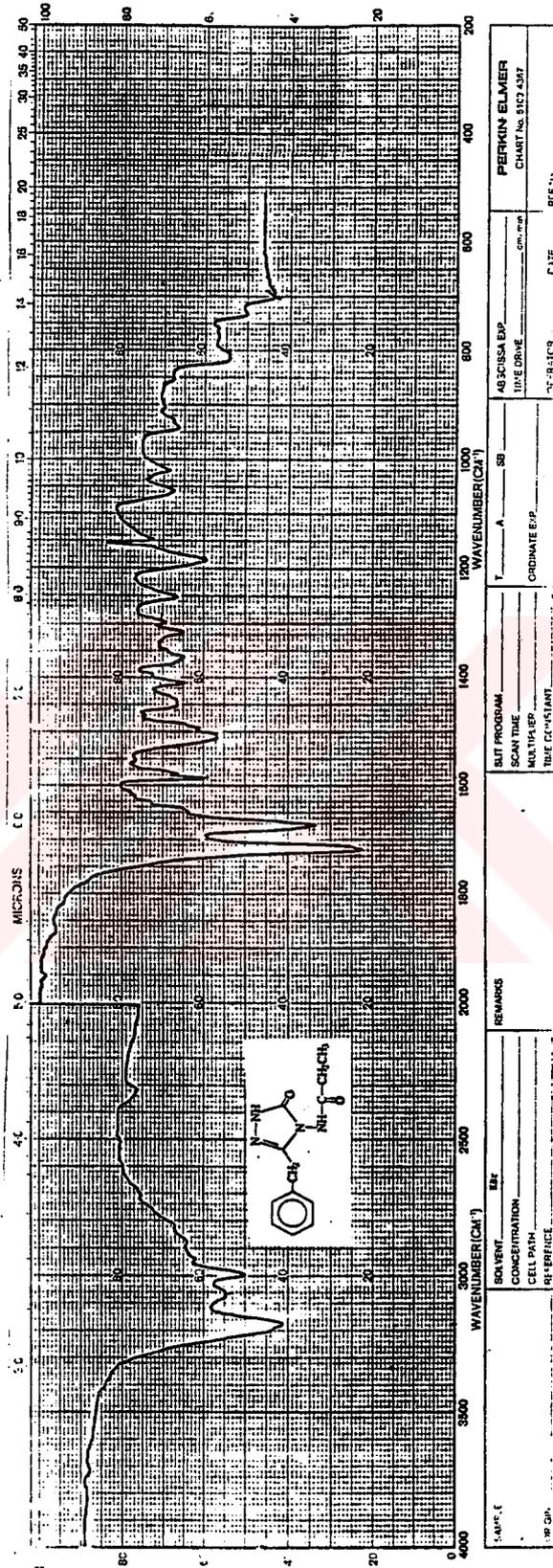
Ek Şekil 10. 46 Bileşinin 1H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



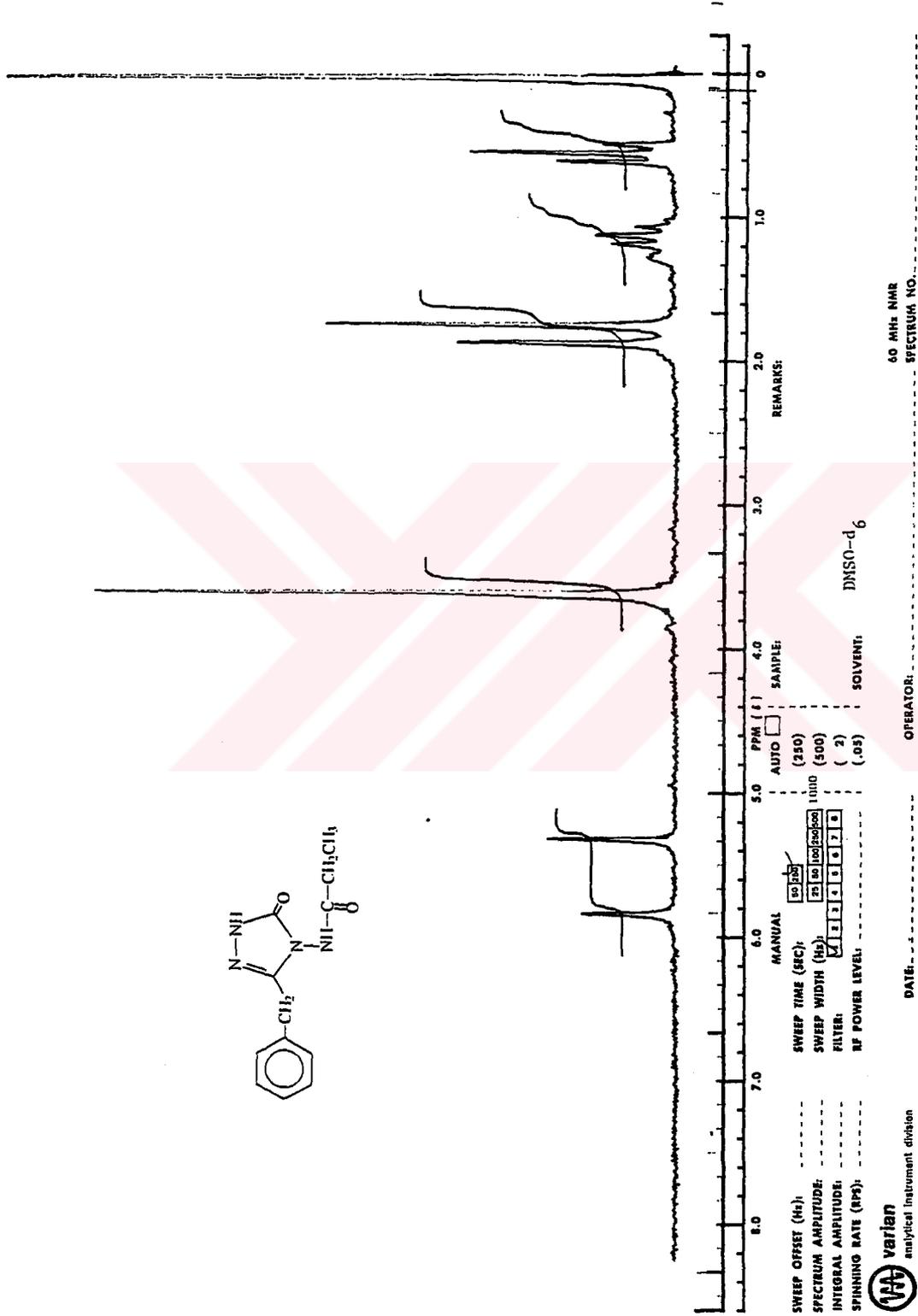
Ek Şekil 11. 47 Bileşiğinin IR Spektrumu



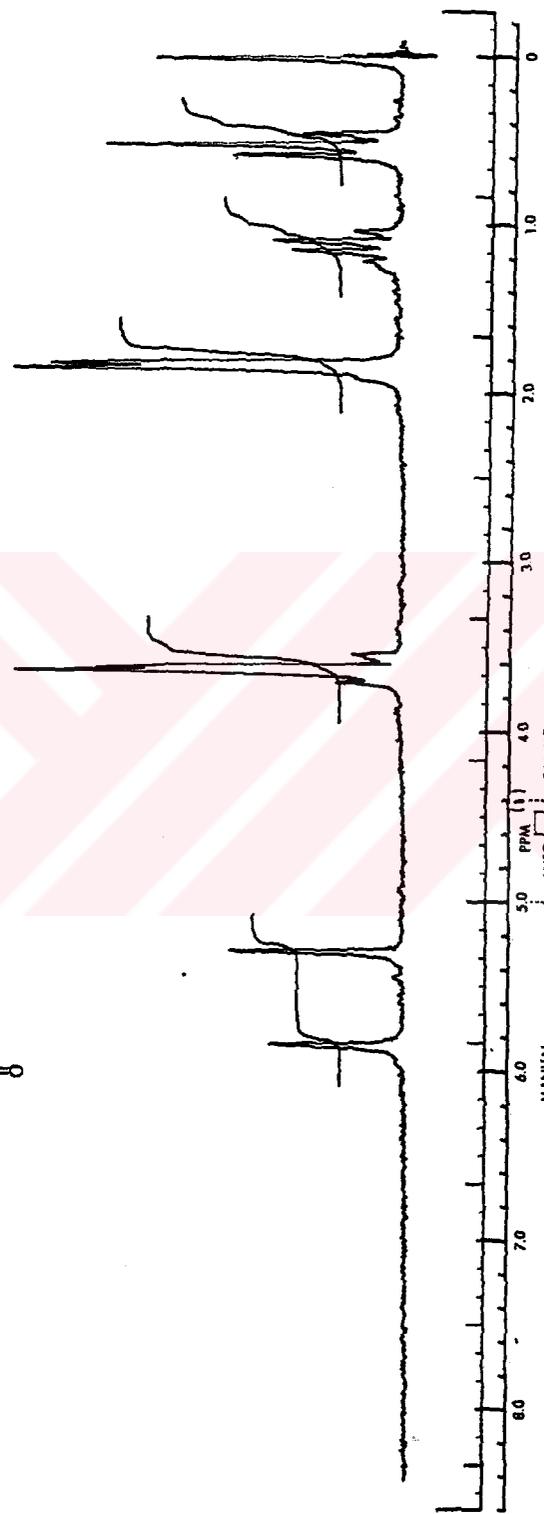
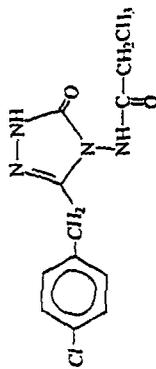
Ek Şekil 12. 47 Bileşiginin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 13. 48 Bileşiğinin IR Spektrumu

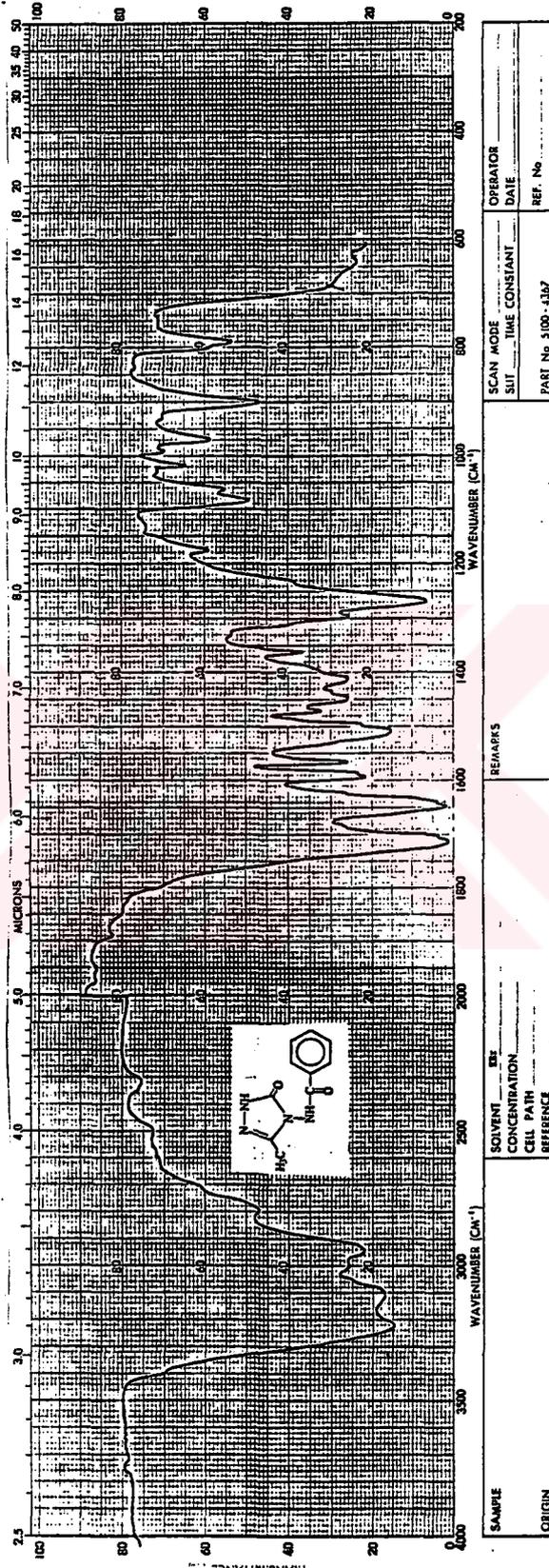


Ek Şekil 14. 48 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

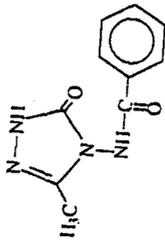
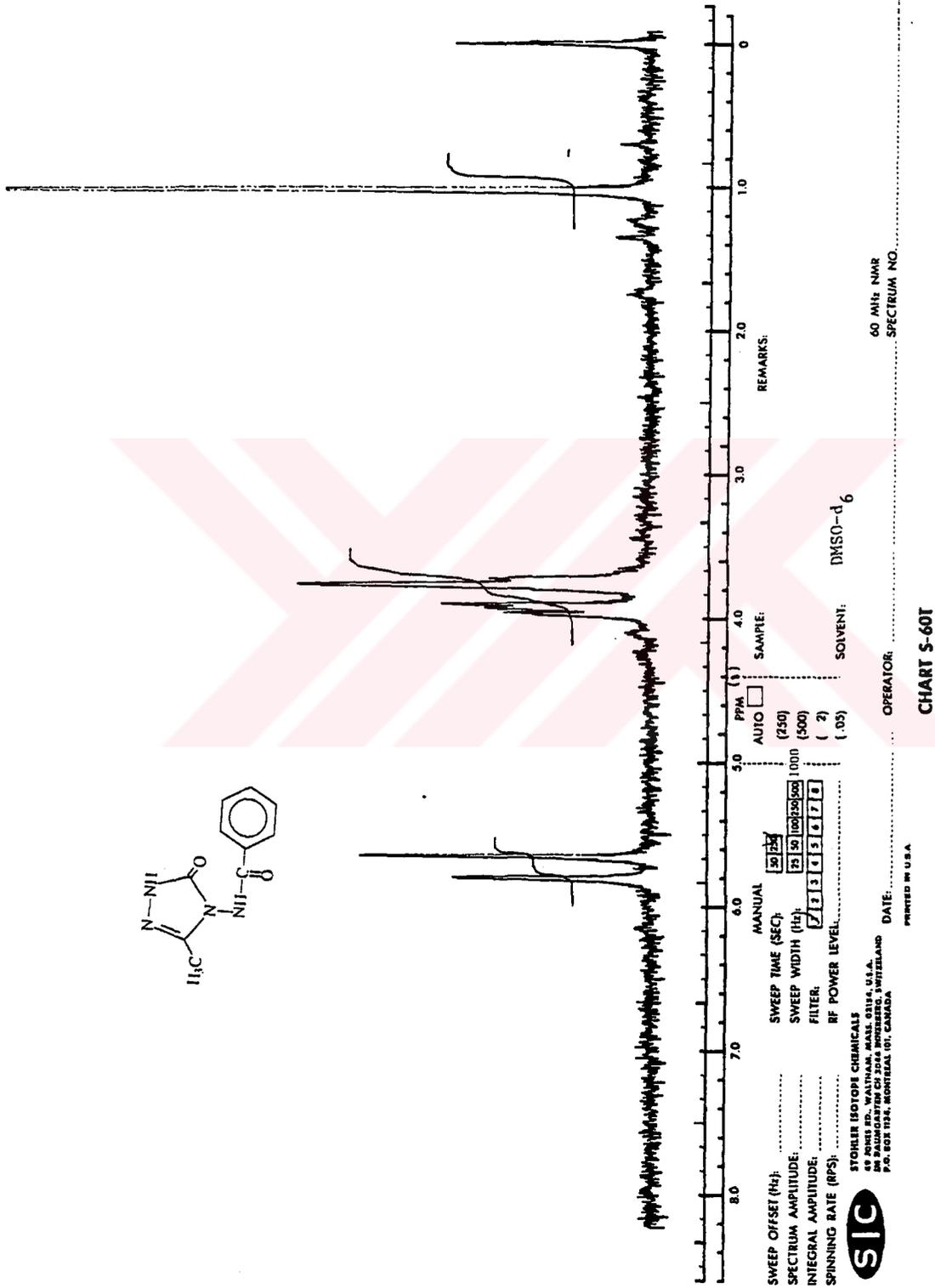


SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL AUTO SAMPLE:
 SWEEP TIME (SEC): 50 (25) (500)
 SWEEP WIDTH (Hz): 20 (100) (500) (1000)
 FILTER: 1 2 3 4 5 6 7 8
 RF POWER LEVEL:
 SOLVENT: DMSO-d₆
 OPERATOR:
 CHART S-60T
 60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.
 STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 47 JONES RD., WALTHAM, MASS. 01984, U.S.A.
 14 BAUMGARTEN CH 1204 DREIEREG, SWITZERLAND
 P.O. BOX 113, MONTREAL, 101, CANADA
 PRINTED IN U.S.A.

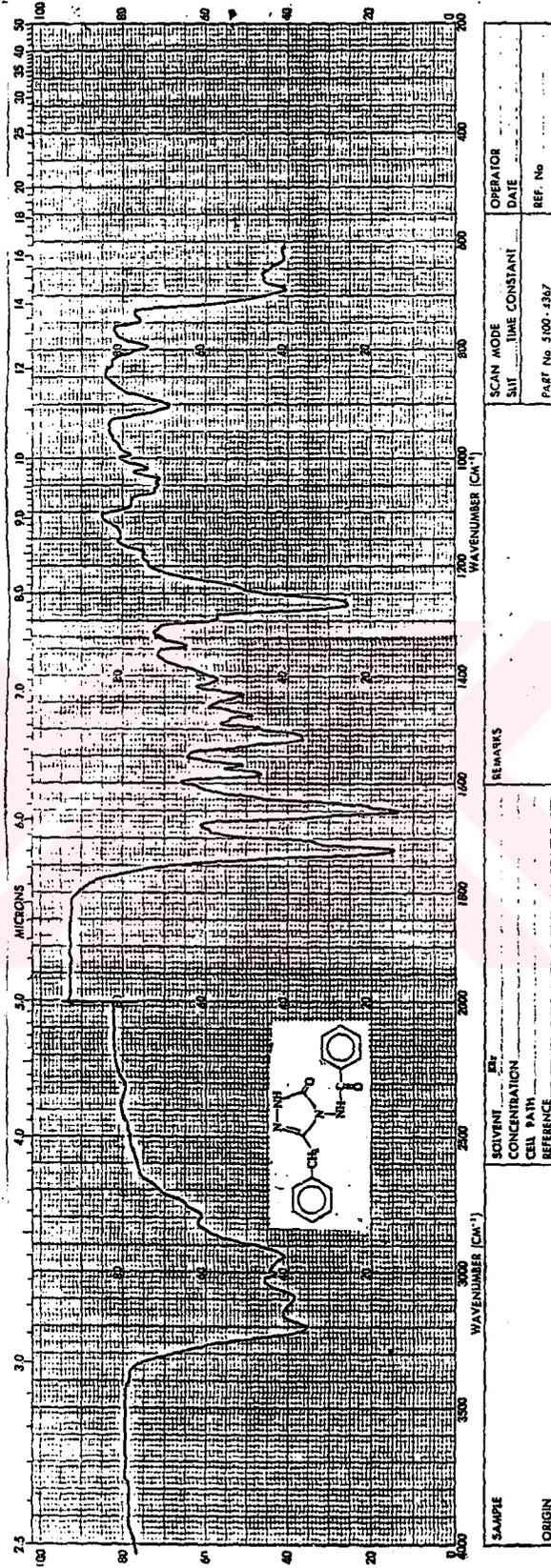
Ek Şekil 16. 49 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



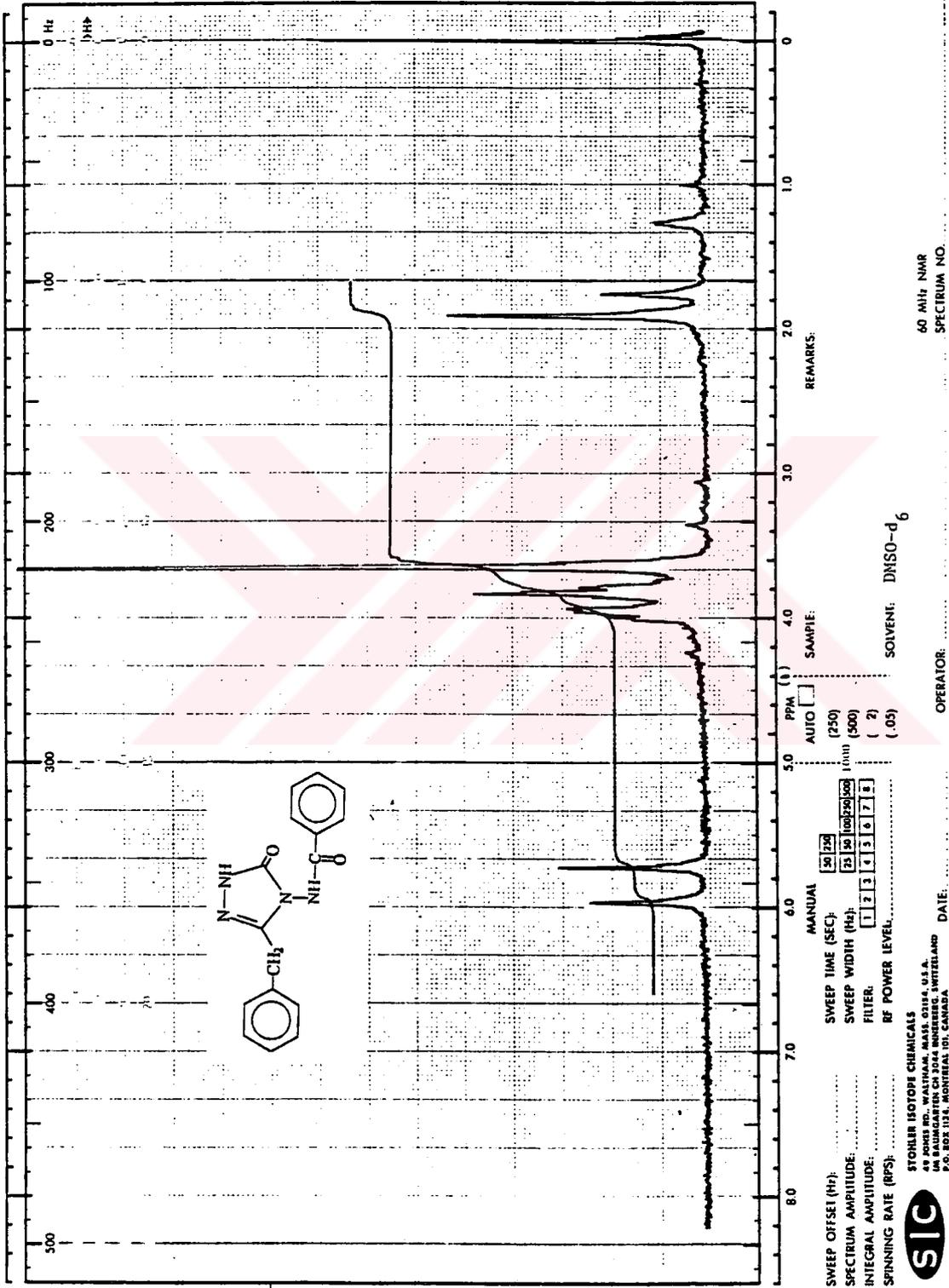
Ek Şekil 17. 51 Bileşiminin IR Spektrumu



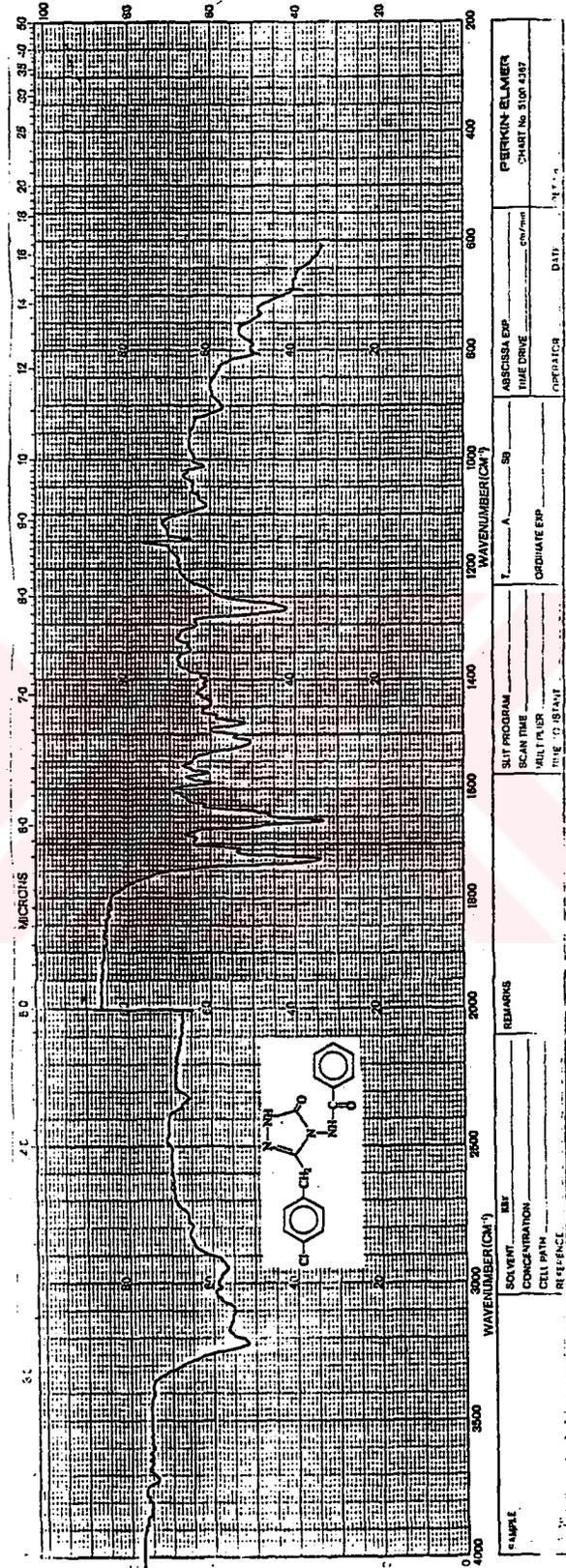
Ek Şekil 18. 51 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



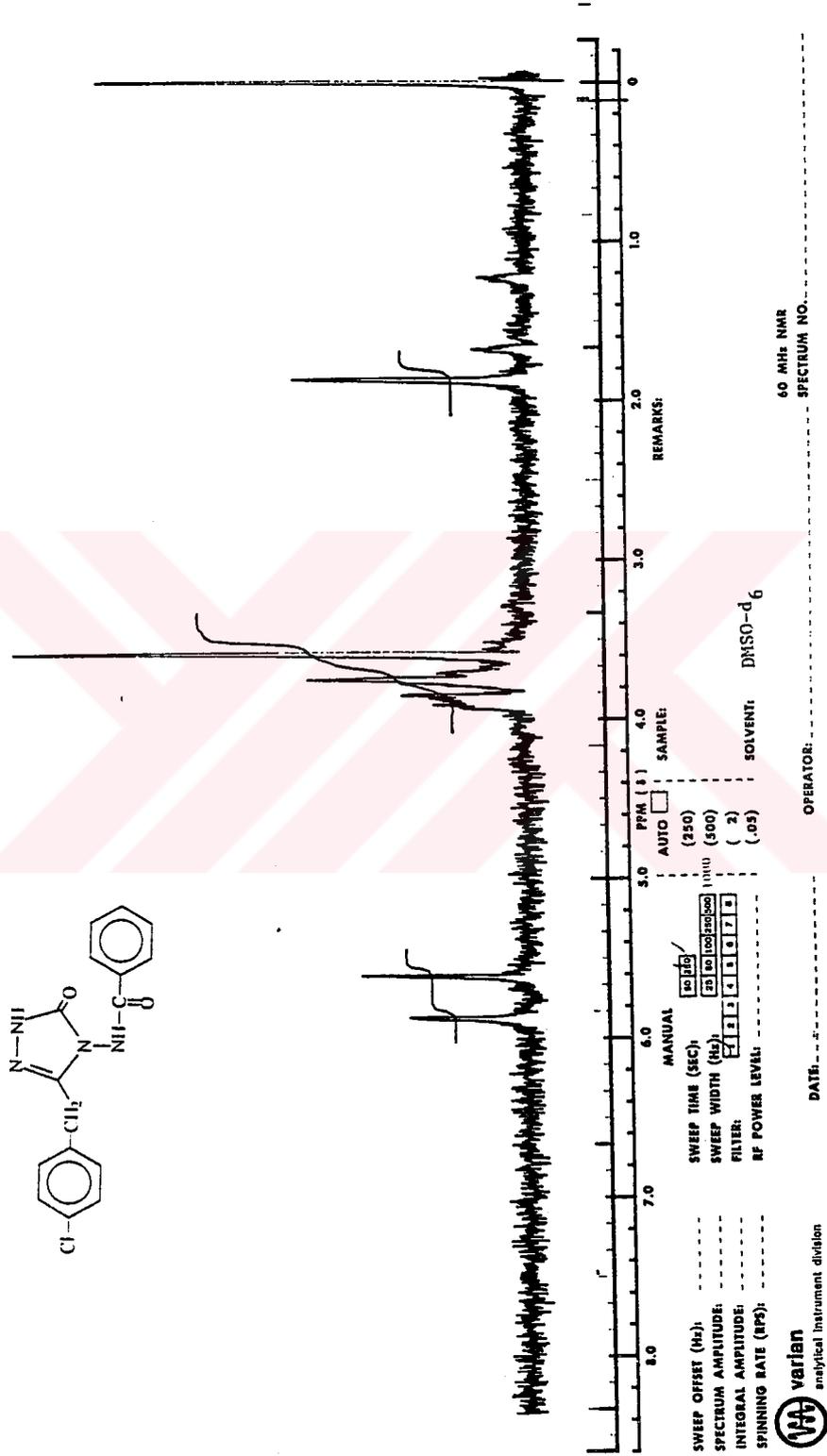
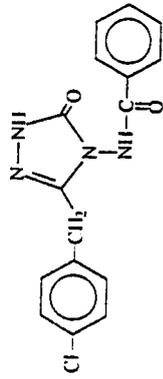
Ek Şekil 19. 52 Bileşiminin IR Spektrumu



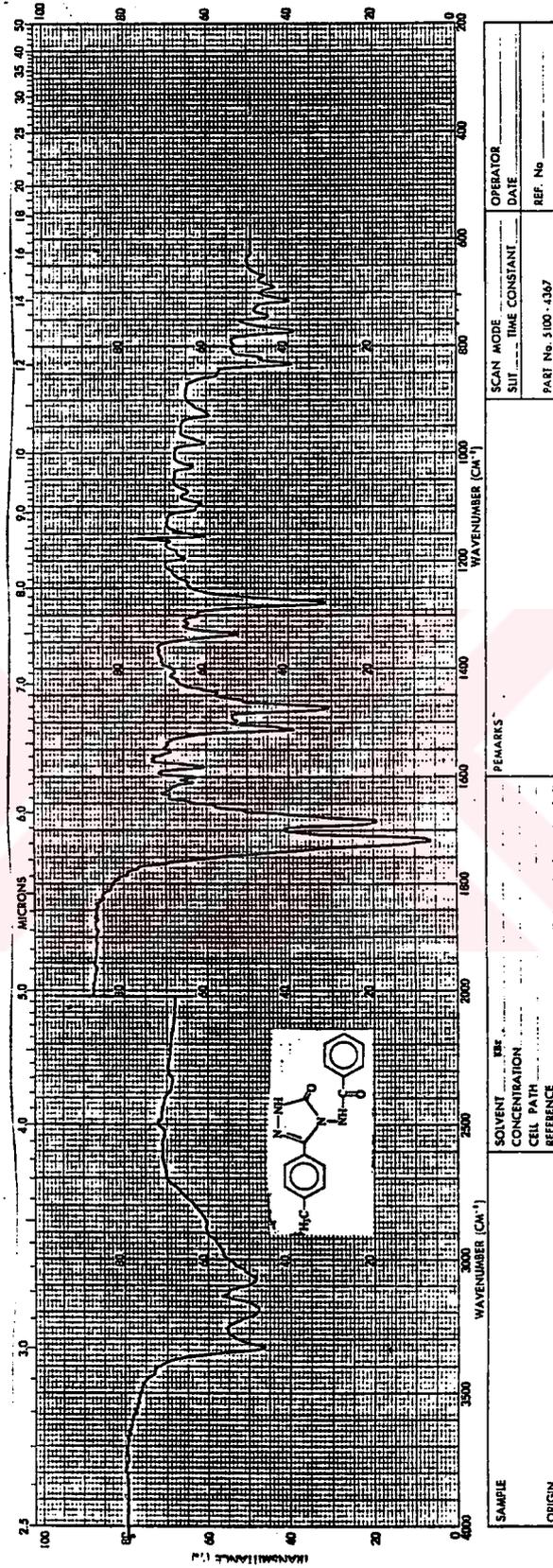
Ek Şekil 20. 52 Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



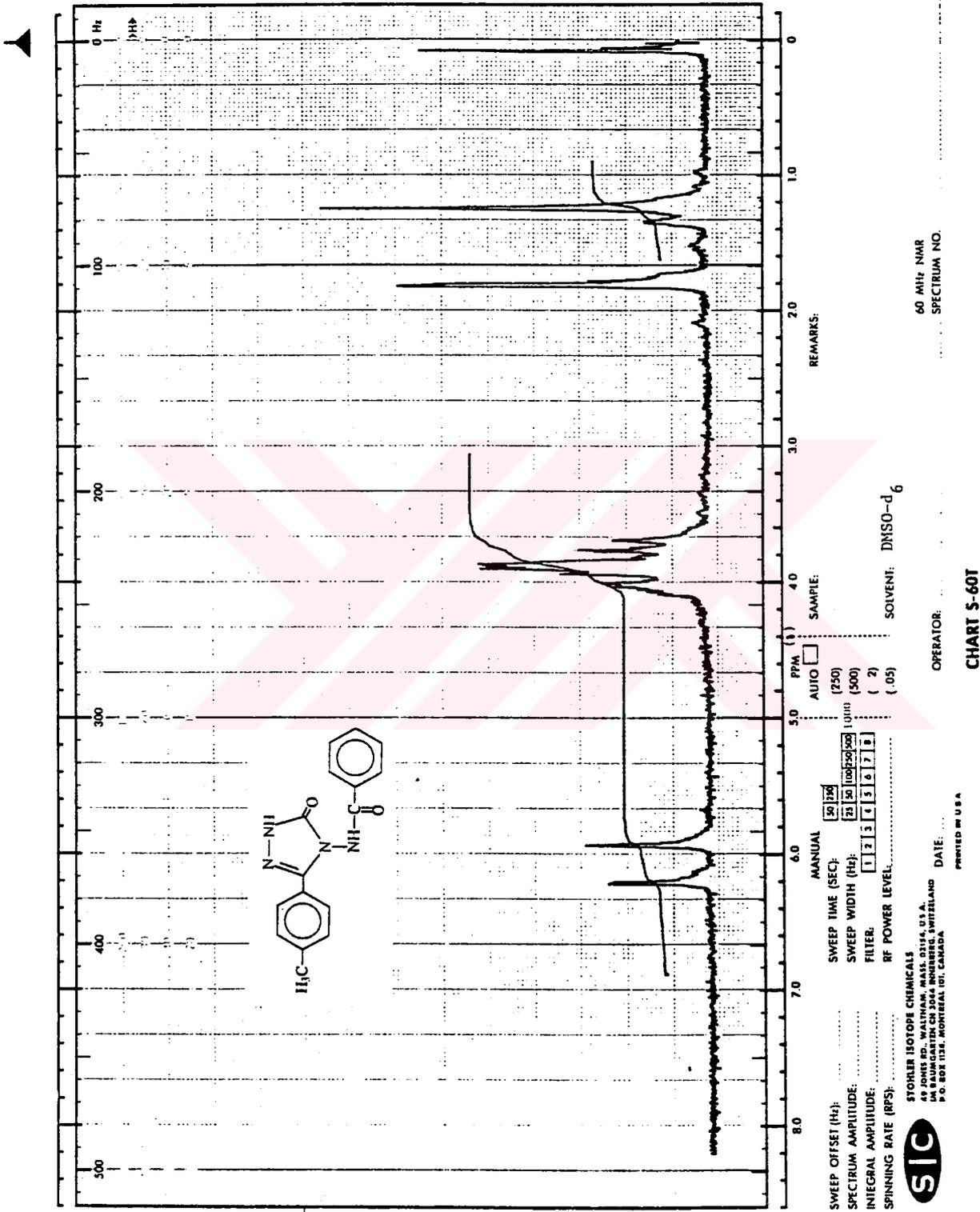
Ek Şekil 21. 53 Bileşiminin IR Spektrumu



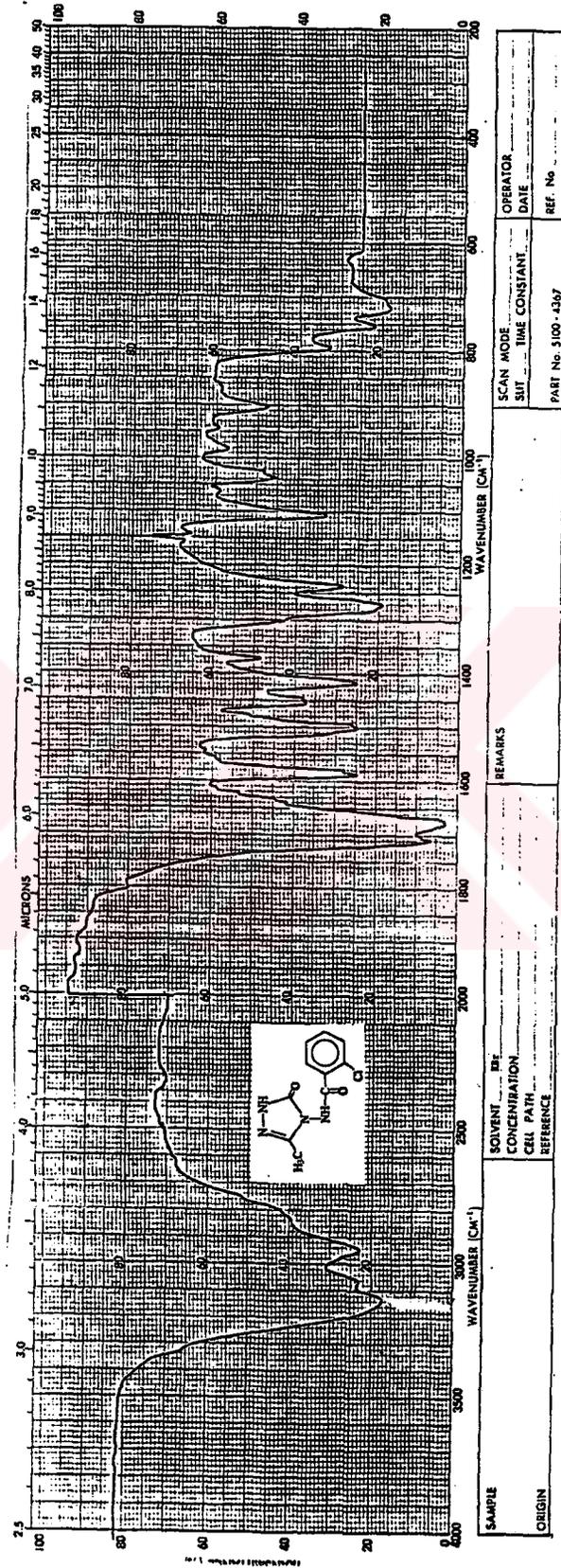
Ek Şekil 22. 53 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



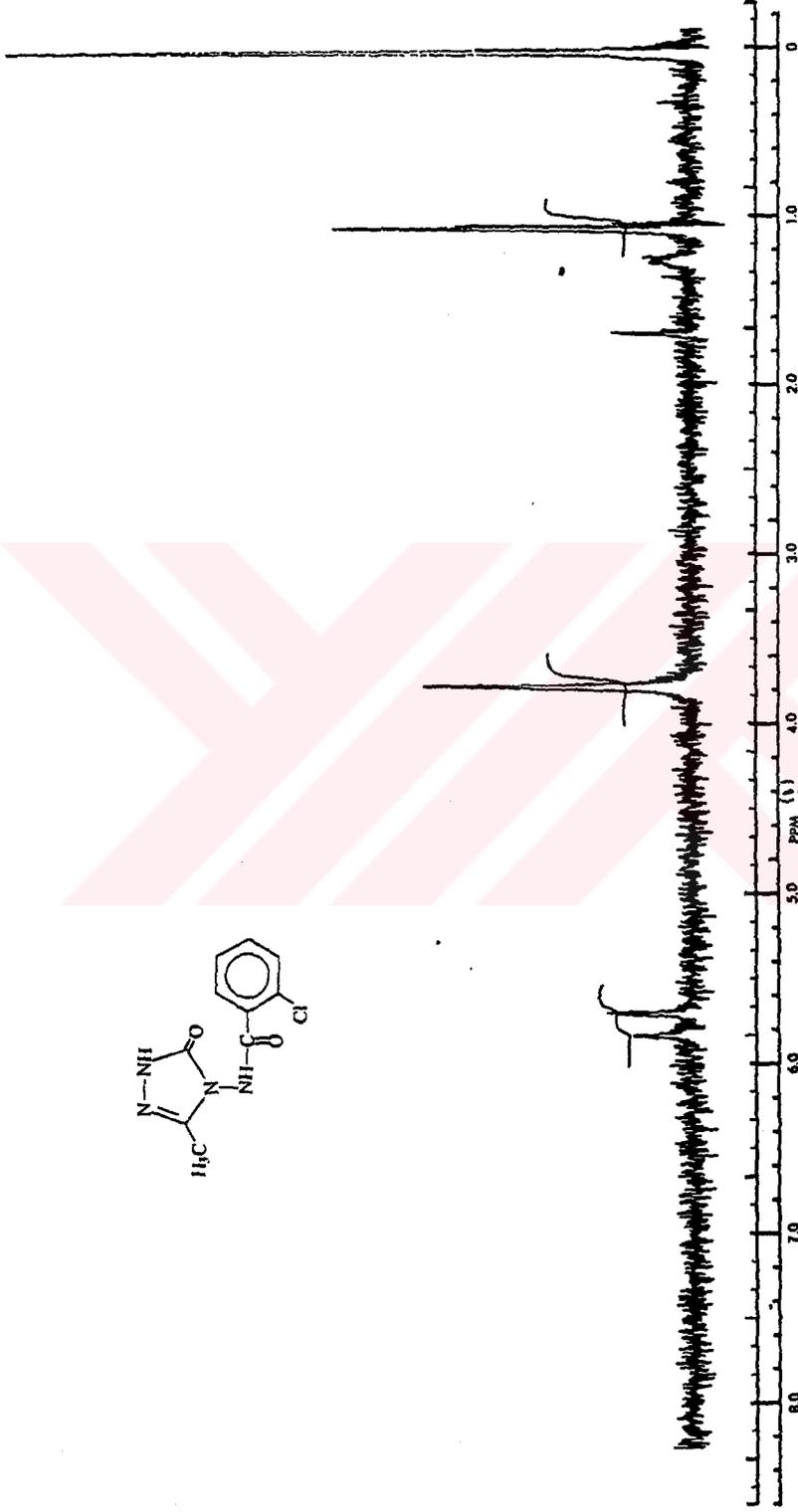
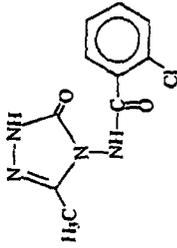
Ek Şekil 23. 54 Bileşiğinin IR Spektrumu



Ek Şekil 24. 54 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



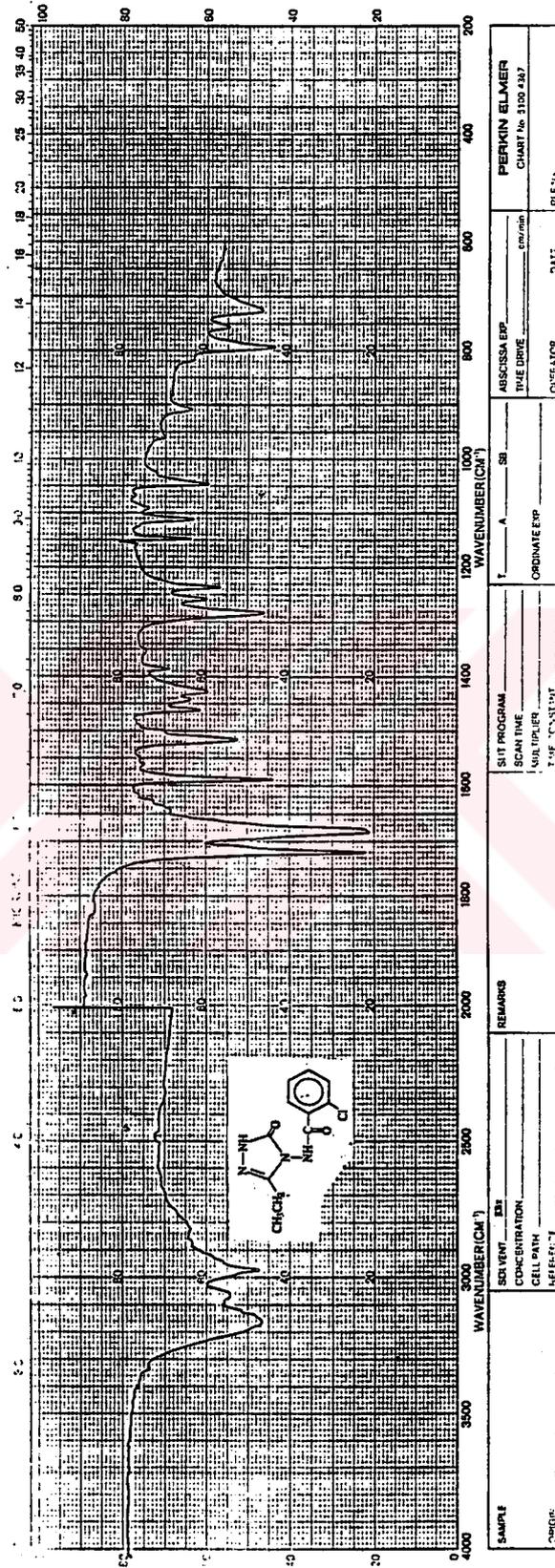
Ek Şekil 25. 56 Bileşiminin IR Spektrumu



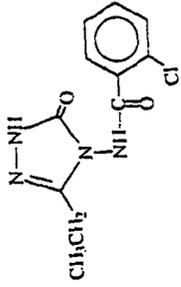
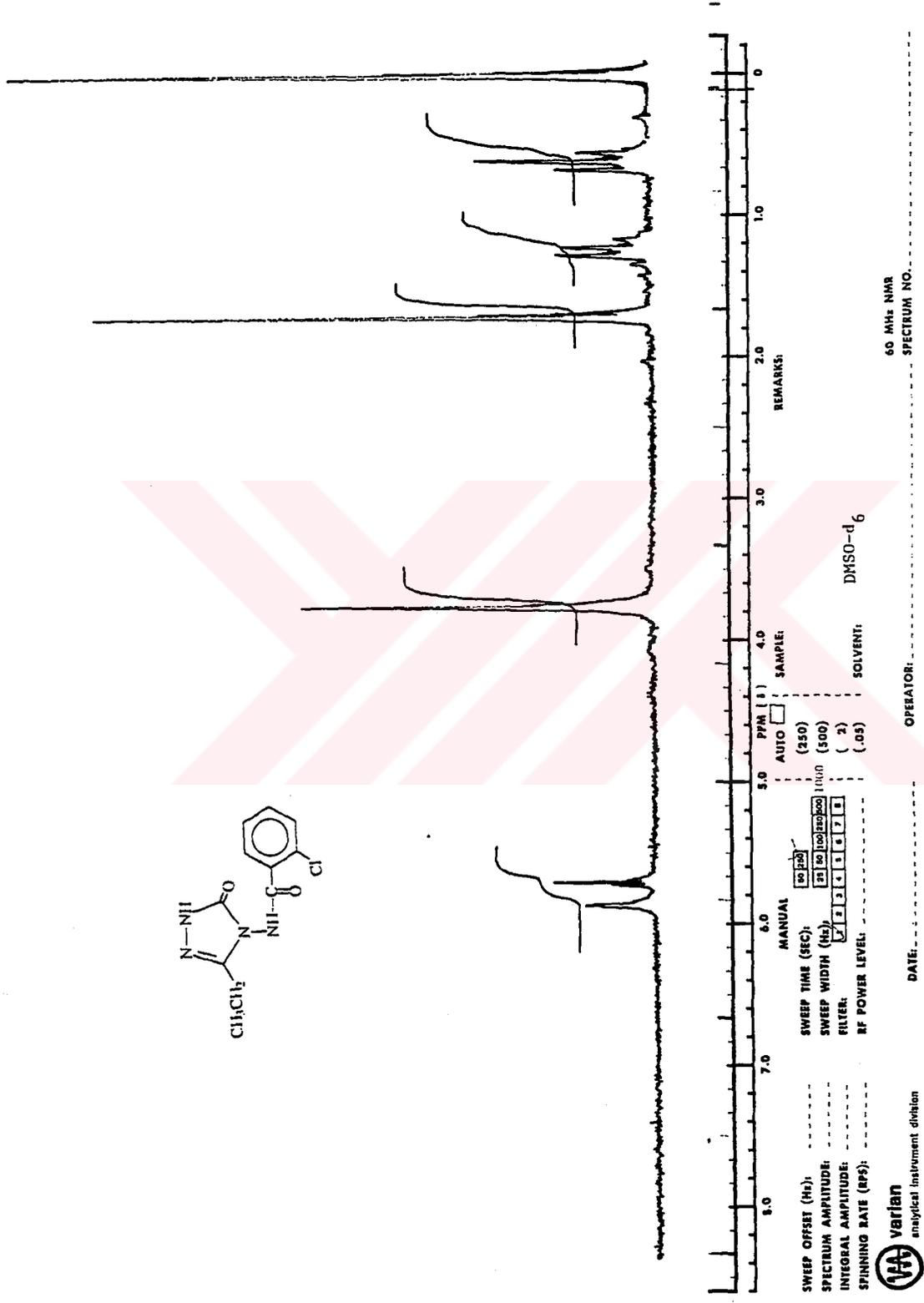
SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 SWEET TIME (SEC): 30 (25)
 SWEET WIDTH (Hz): 20 (100) (200) (500)
 FILTER: V 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1
 RE POWER LEVEL:
 MANUAL AUTO
 SAMPLE: SOLVENT: DMSO-d₆
 OPERATOR: DATE:
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.
 STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 68 JONES RD., WALTHAM, MASS. 01974, U.S.A.
 1000 ROUTE 108, MONTREAL 101, QUEBEC, CANADA
 PRINTED IN U.S.A.

CHART 5-60T

Ek Şekil 26. 56 Bileşiginin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 27. 57 Bileşiminin IR Spektrumu



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

MANUAL
 SWEEP TIME (SEC): (250)
 SWEEP WIDTH (Hz): (500)
 FILTER: (2)
 RF POWER LEVEL: (.05)

AUTO SAMPLE: DMSO-d₆
 SOLVENT: DMSO-d₆

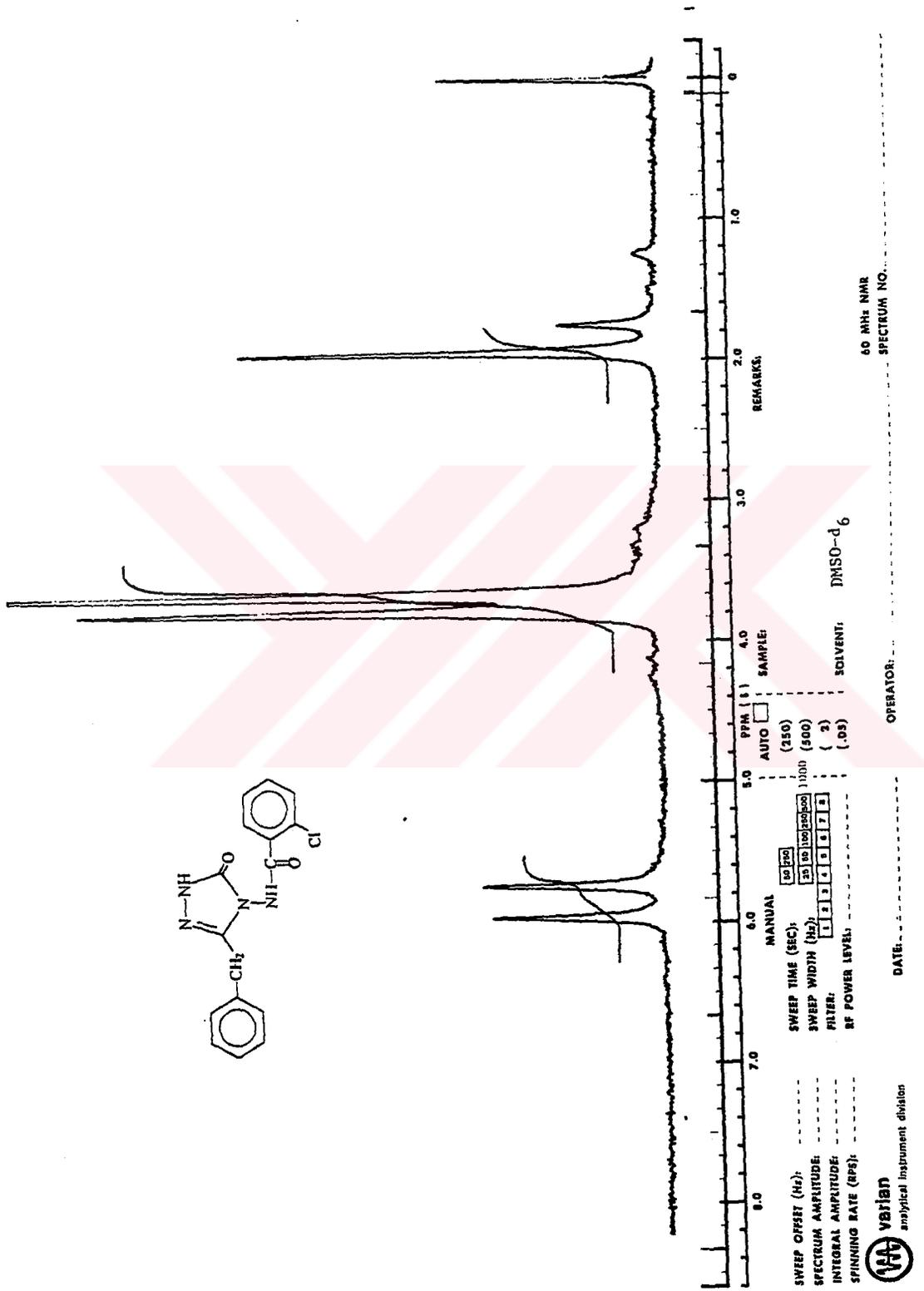
REMARKS:
 60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.:

DATE: _____
 OPERATOR: _____

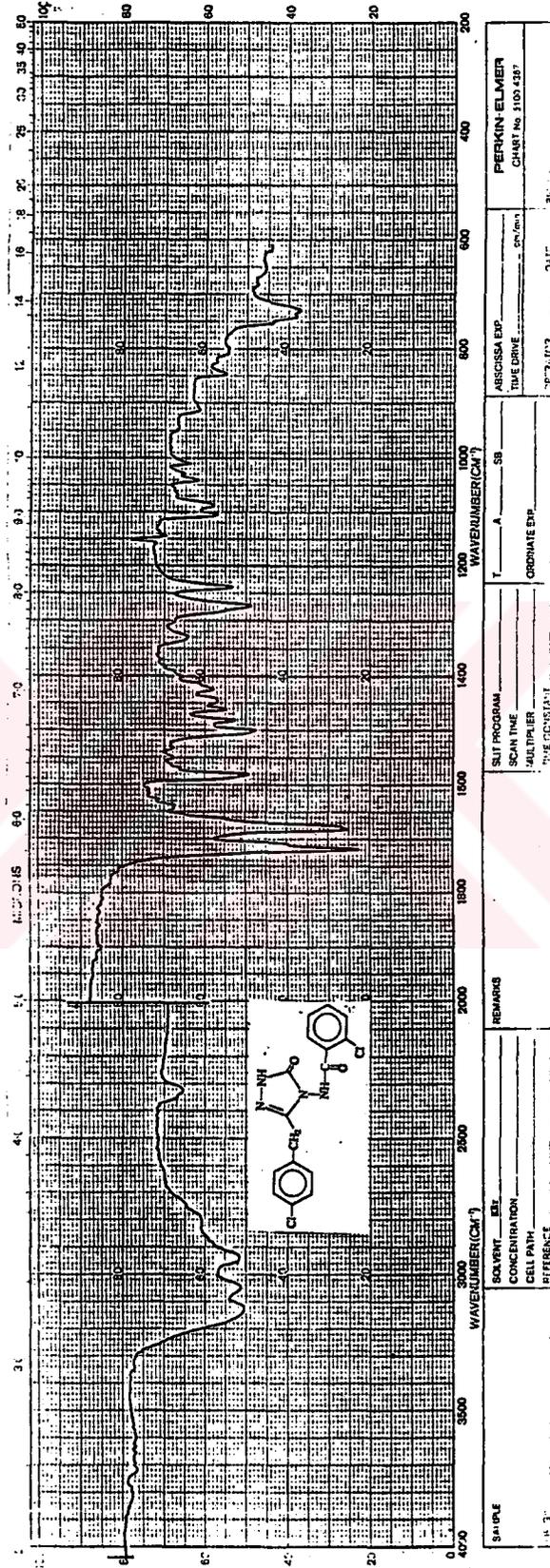


varian
 analytical instrument division

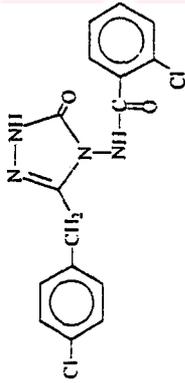
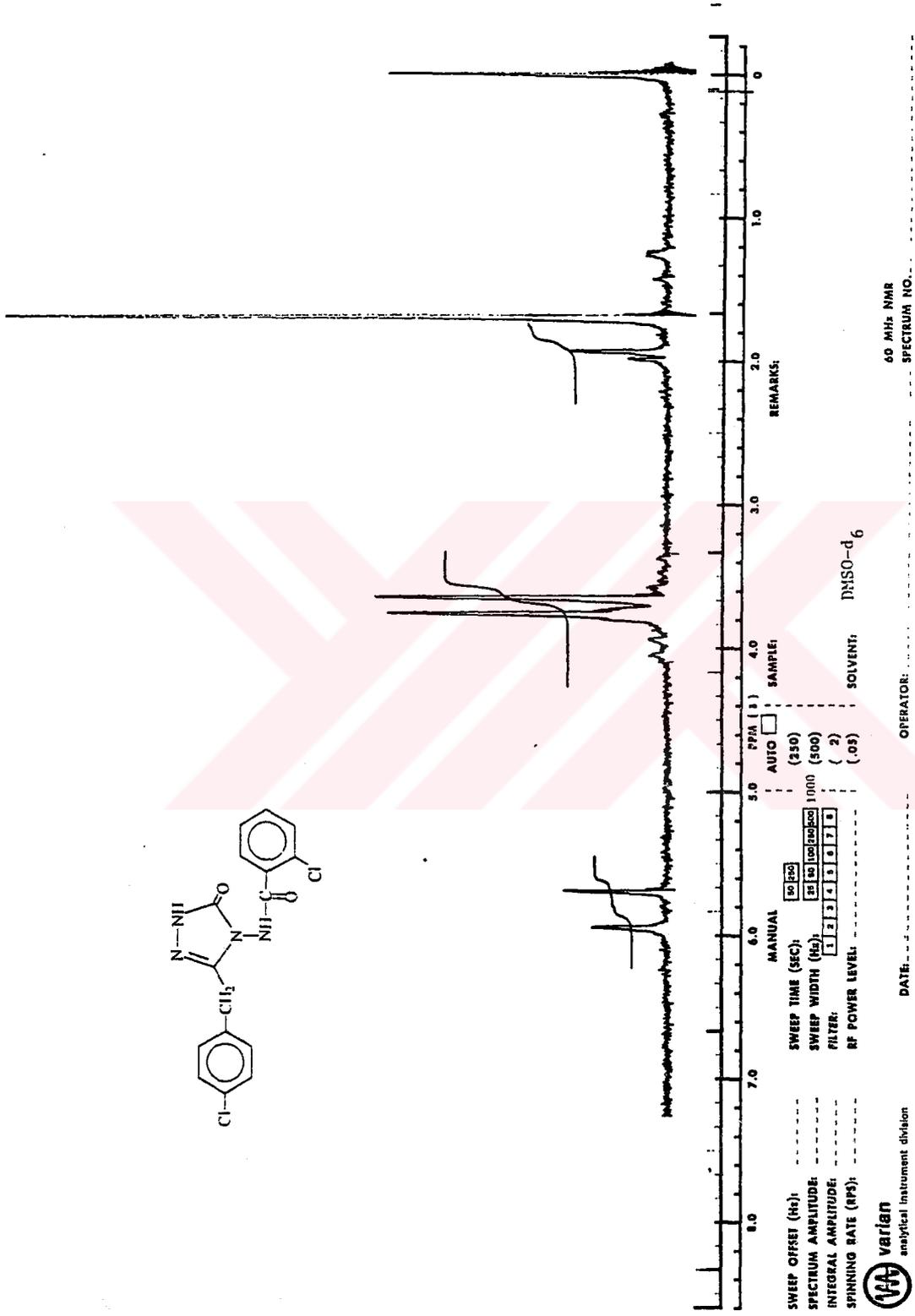
Ek Şekil 28. 57 Bileşiginin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



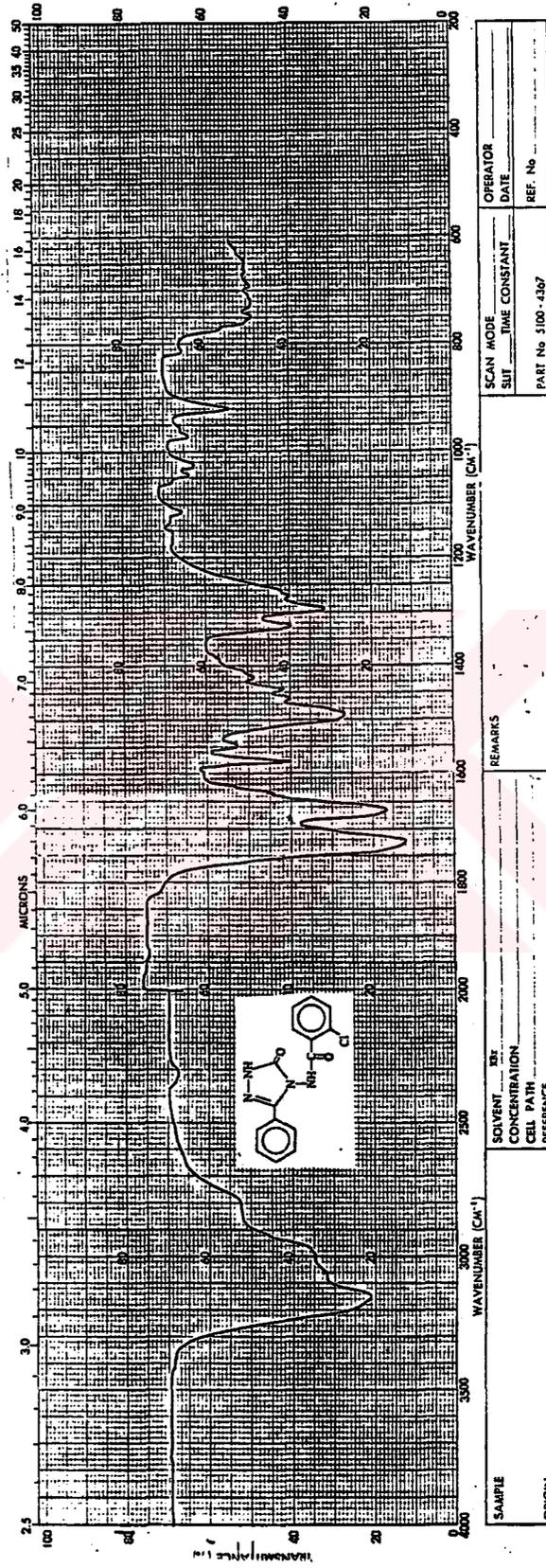
Ek Şekil 30. 58 Bileşiginin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



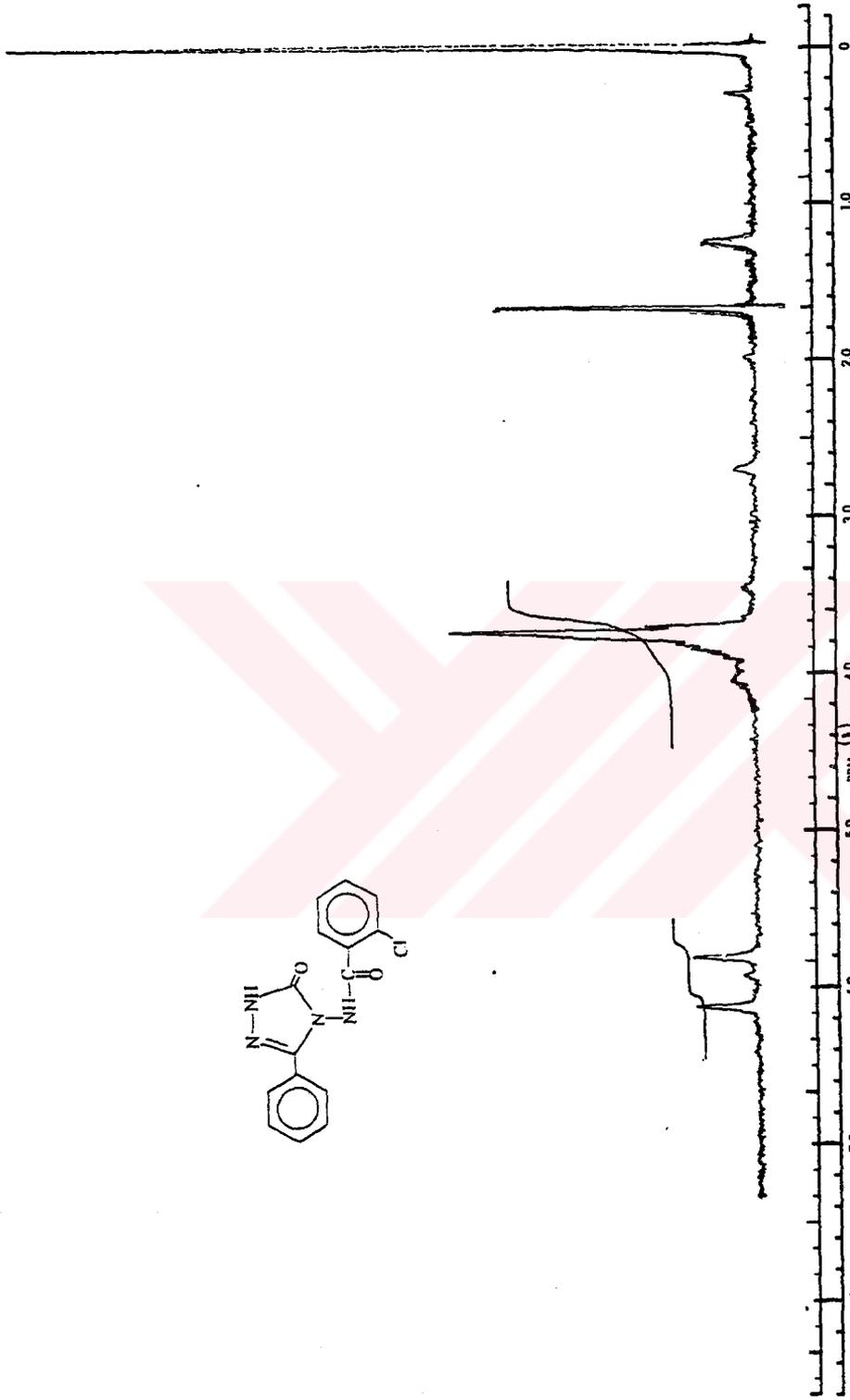
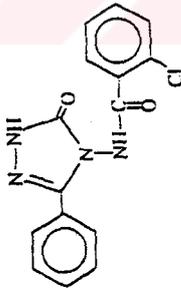
Ek Şekil 31. 59 Bileşinin IR Spektrumu



Ek Şekil 32. 59 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 33. 60 Bileşiğinin IR Spektrumu



SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL AUTO SAMPLE:
 SWEEP TIME (SEC): 30 (30) (250)
 SWEEP WIDTH (Hz): 23 50 100 250 500 (500)
 FILTER: 1 2 3 4 5 6 7 8 (2)
 RF POWER LEVEL: (.05)
 SOLVENT: DMSO-d₆
 OPERATOR:
 DATE:
 PRINTED IN U.S.A.

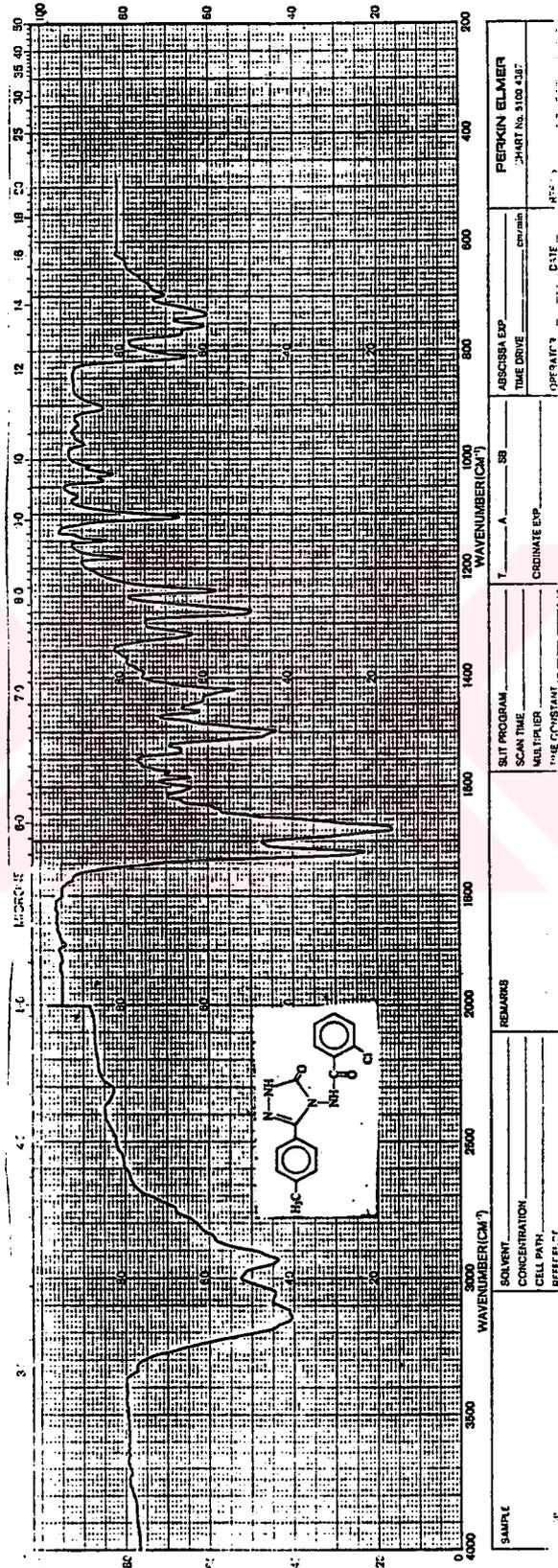


STEHLER ISOTOPE CHEMICALS
 1000 BURNING WOODS ROAD, BAYVIEW, U.S.A.
 1000 BURNING WOODS ROAD, BAYVIEW, U.S.A.
 P.O. BOX 1124, MONTREAL 701, CANADA

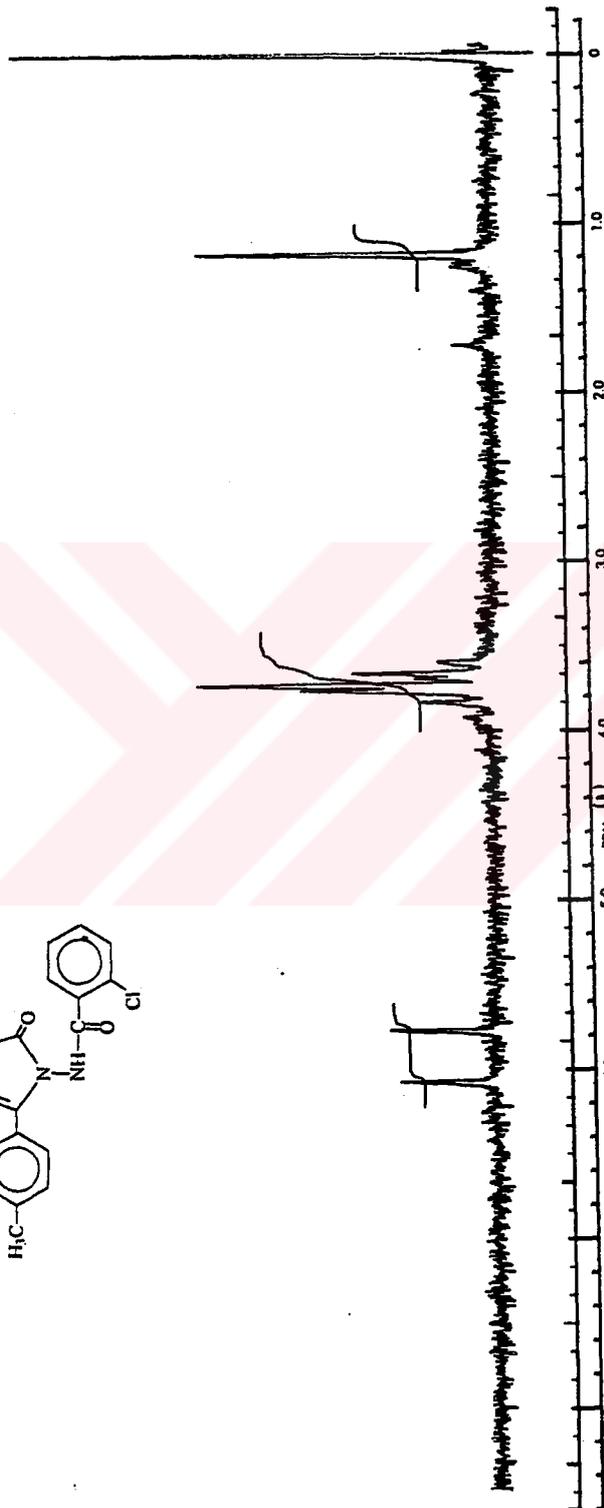
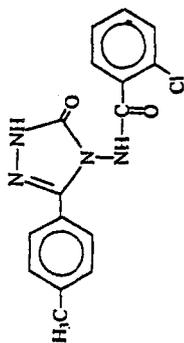
CHART S-60T

60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

Ek Şekil 34. 60 Bileşiminin 1H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 35. 61 Bileşinin IR Spektrumu



REMARKS: _____

60 MHz NMR
SPECTRUM NO. _____

5.0 PPM (1) 4.0 SAMPLE: _____ SOLVENT: DMSO-d₆

MANUAL AUTO

SWEEP TIME (SEC): 50 (250)

SPECTRUM AMPLITUDE: 20 (100) 50 (500) 100 (1000) 200 (5000)

INTEGRAL AMPLITUDE: 1 2 3 4 5 6 7 8

FILTER: (2)

SPINNING RATE (RPS): (.05)

RF POWER LEVEL: _____

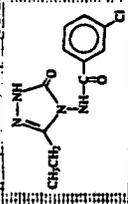
OPERATOR: _____ DATE: _____

STORER ISOTOPE CHEMICALS
4800 SHEPPARD AVE. E. SUITE 1015, U.S.A.
4800 SHEPPARD AVE. E. SUITE 1015, MISSISSAUGA, ONTARIO, CANADA
P.O. BOX 1124, MONTREAL 101, CANADA

PRINTED IN U.S.A.

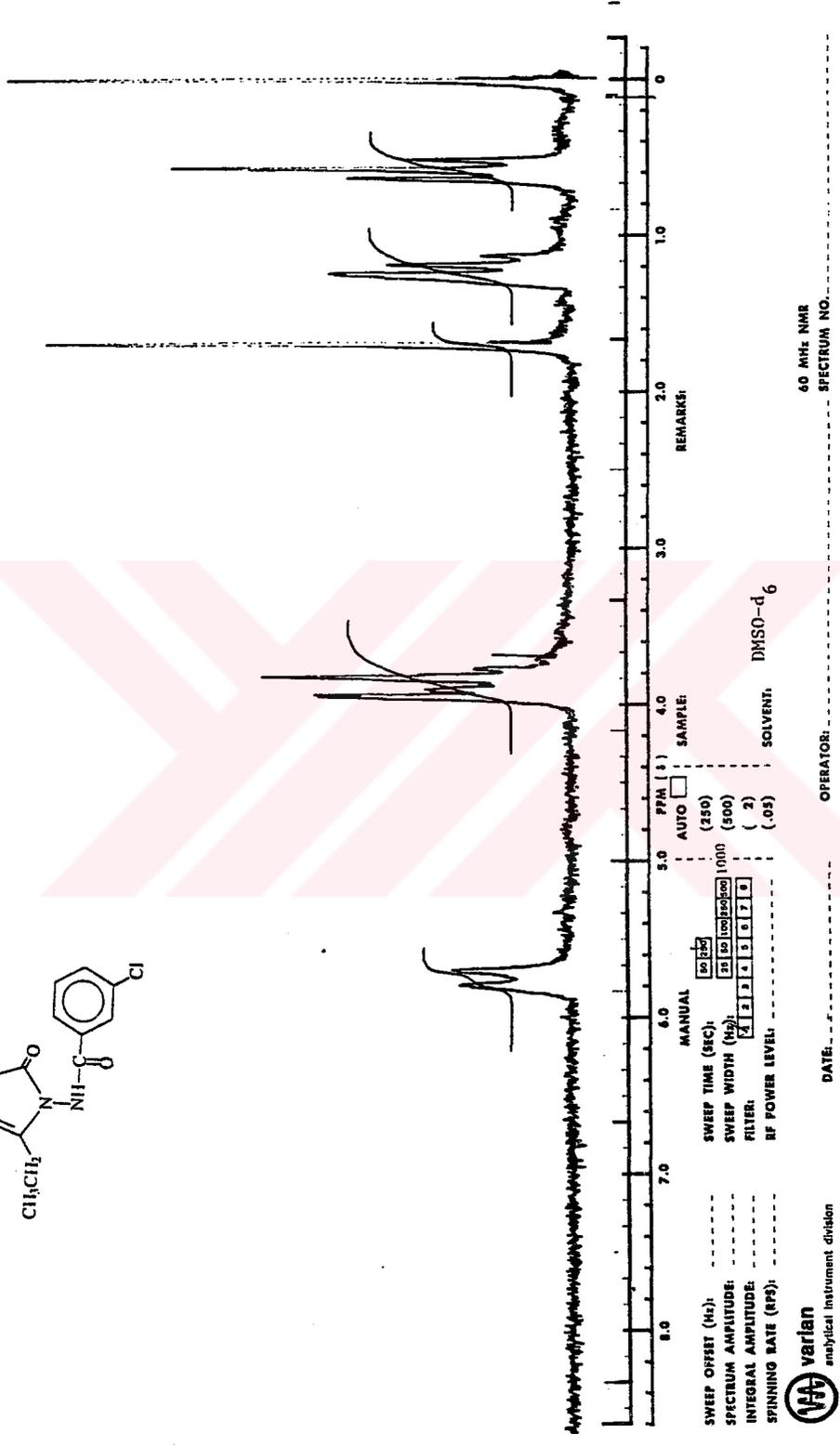
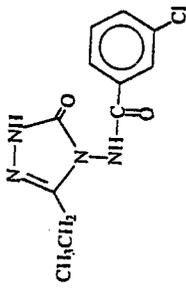
CHART S-60T

Ek Şekil 36. 61 Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



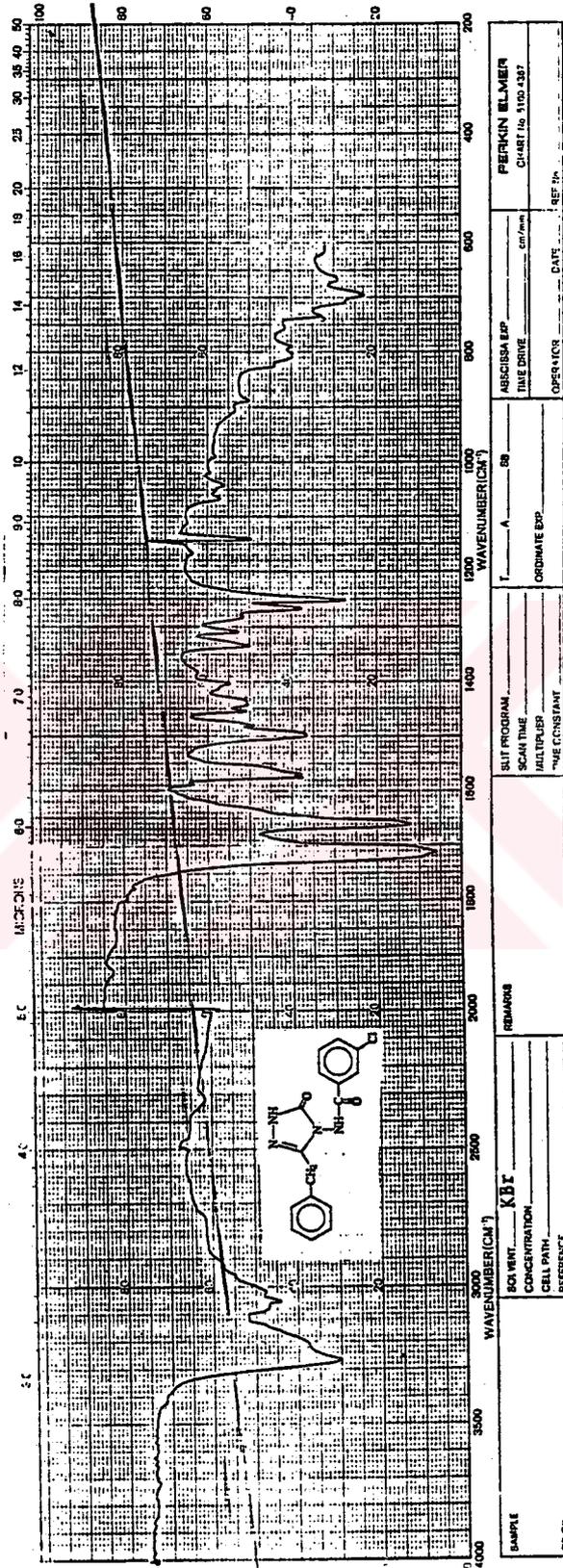
SAMPLE		SOLVENT		REMARKS		PERKINELMER	
KBr		KBr				CHART No. 310 437	
CONCENTRATION		CONCENTRATION				REF. No.	
CELL PATH		CELL PATH				OPERATOR	
REFERENCE		REFERENCE				DATE	
						TIME DRIVE	
						SCAN TIME	
						MULTIPLIER	
						TIME CONSTANT	
						A	
						B	
						C	
						D	
						E	
						F	
						G	
						H	
						I	
						J	
						K	
						L	
						M	
						N	
						O	
						P	
						Q	
						R	
						S	
						T	
						U	
						V	
						W	
						X	
						Y	
						Z	

Ek Şekil 37. 63 Bileşiğinin IR Spektrumu

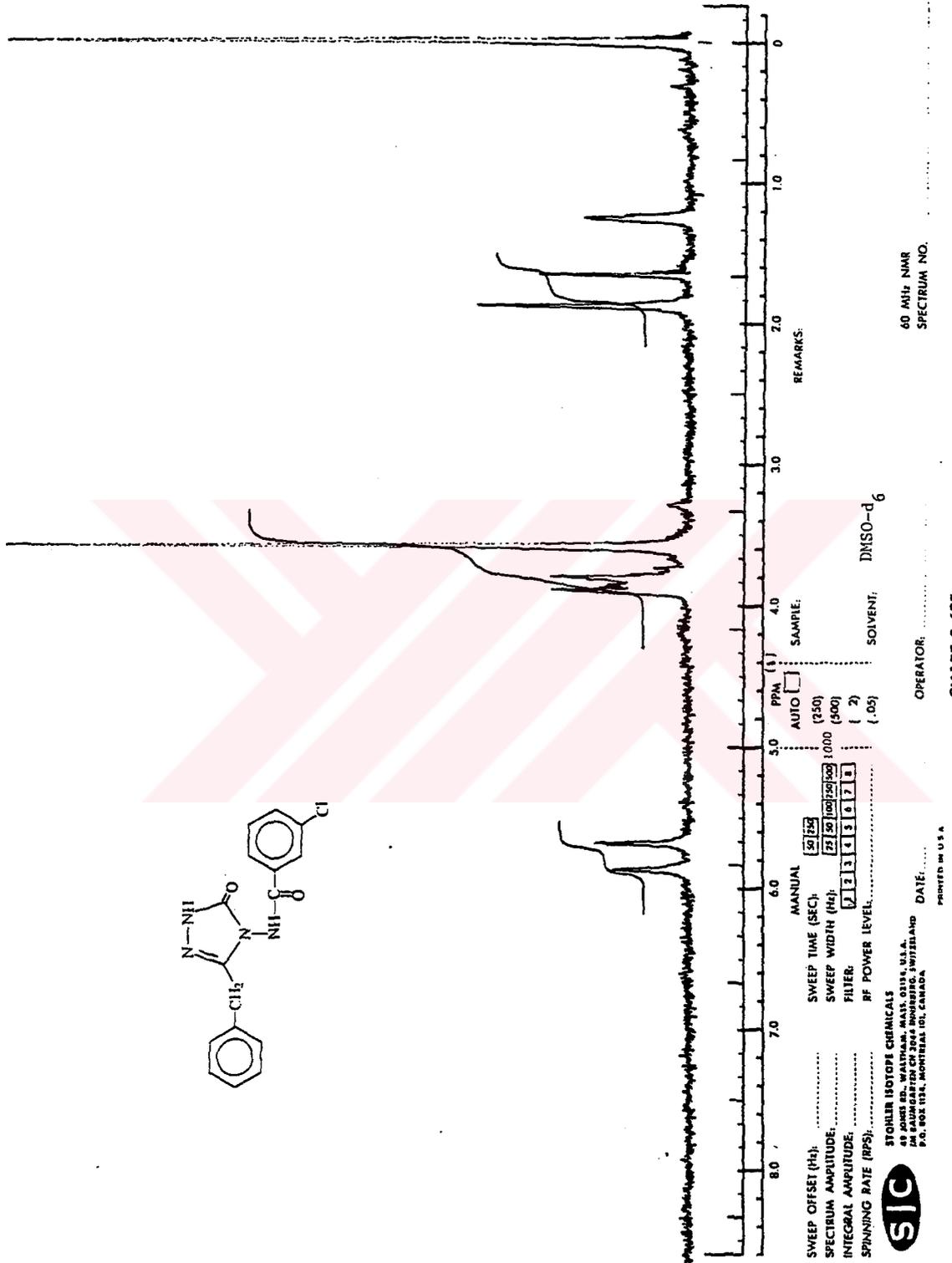


Ek Şekil 38. 63 Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu





Ek Şekil 39. 64 Bileşiminin IR Spektrumu



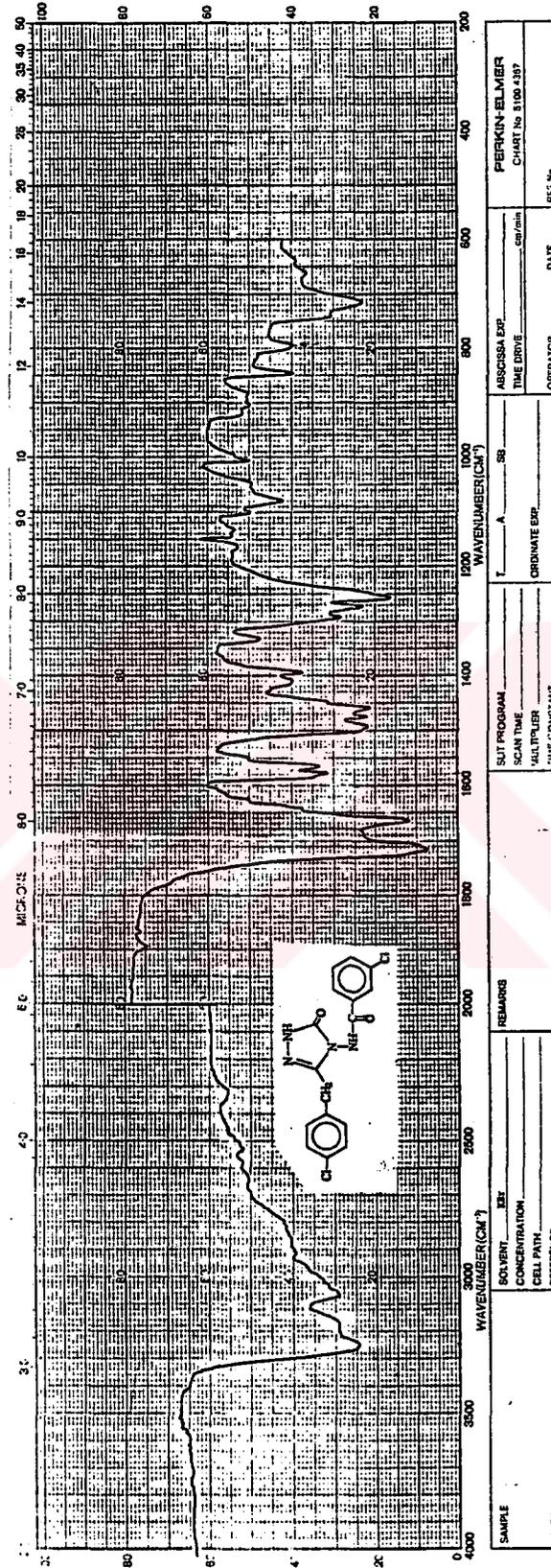
Ek Şekil 40. 64 Bileşinin 1H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

60 MHz NMR
SPECTRUM NO.

OPERATOR:

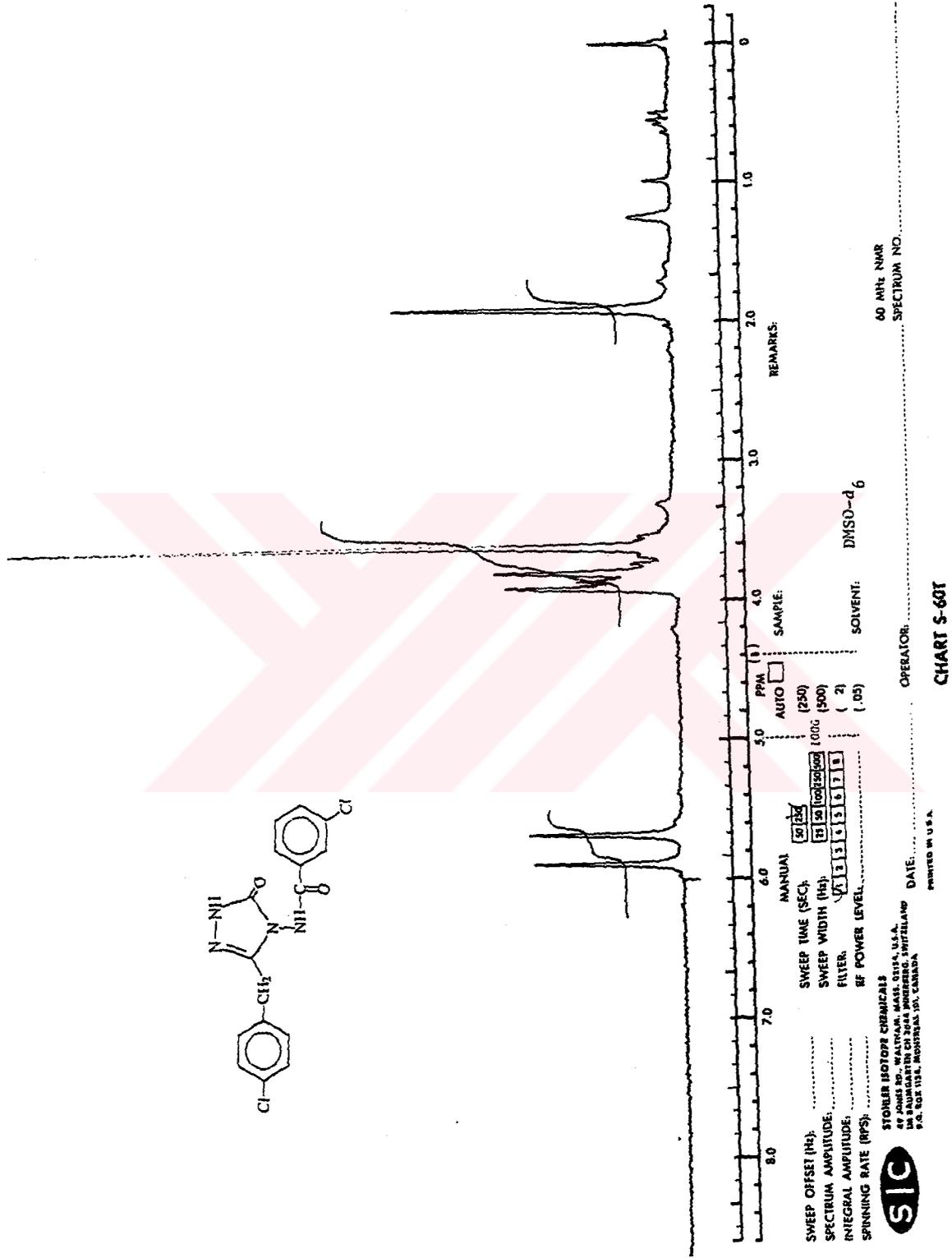
DATE:

CHART S-60T

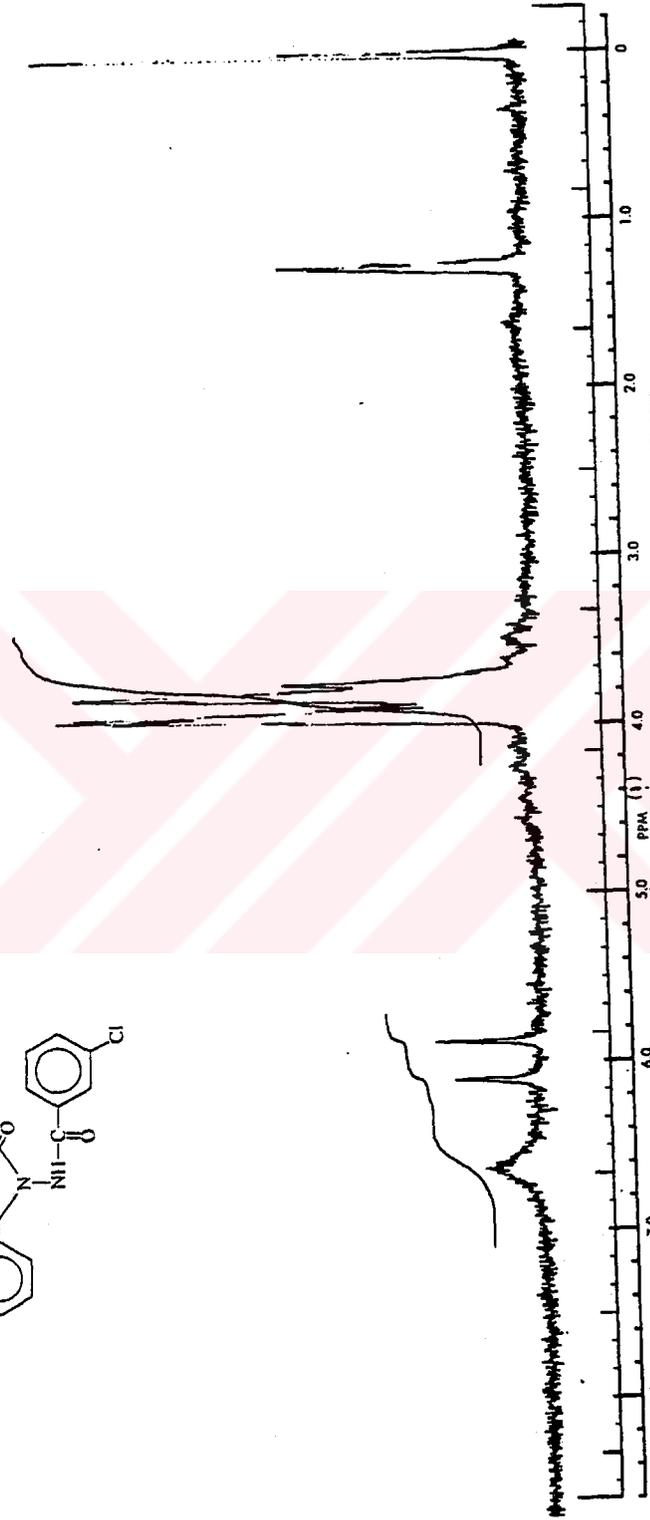
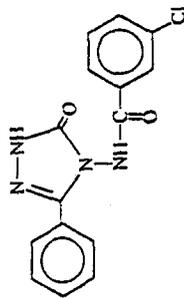


Ek Şekil 41. 65 Bileşiğinin IR Spektrumu

SAMPLE	SOLVENT	REF	REMARKS	SUB PROGRAM		ABSCISSA EXP.		PERKIN-ELMER	
				SCAN TIME	SCALE	TIME DRIVE	CHART No. 3100 4387		
CONCENTRATION	CELL PATH	REFERENCE		WAVENUMBER (CM ⁻¹)	ORIGINATOR	DATE	REF. No.		



Ek Şekil 42. 65 Bileşiginin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



REMARKS: 60 MHz NMR SPECTRUM NO. DMSO-d₆

PPA (1) AUTO (250) SAMPLE: SOLENT: DMSO-d₆

MANUAL SWEEP TIME (SEC) 50 325

SWEEP WIDTH (Hz) 21 50 100 250 500

1000 (500)

FILTER 3 3 5 6 7 8

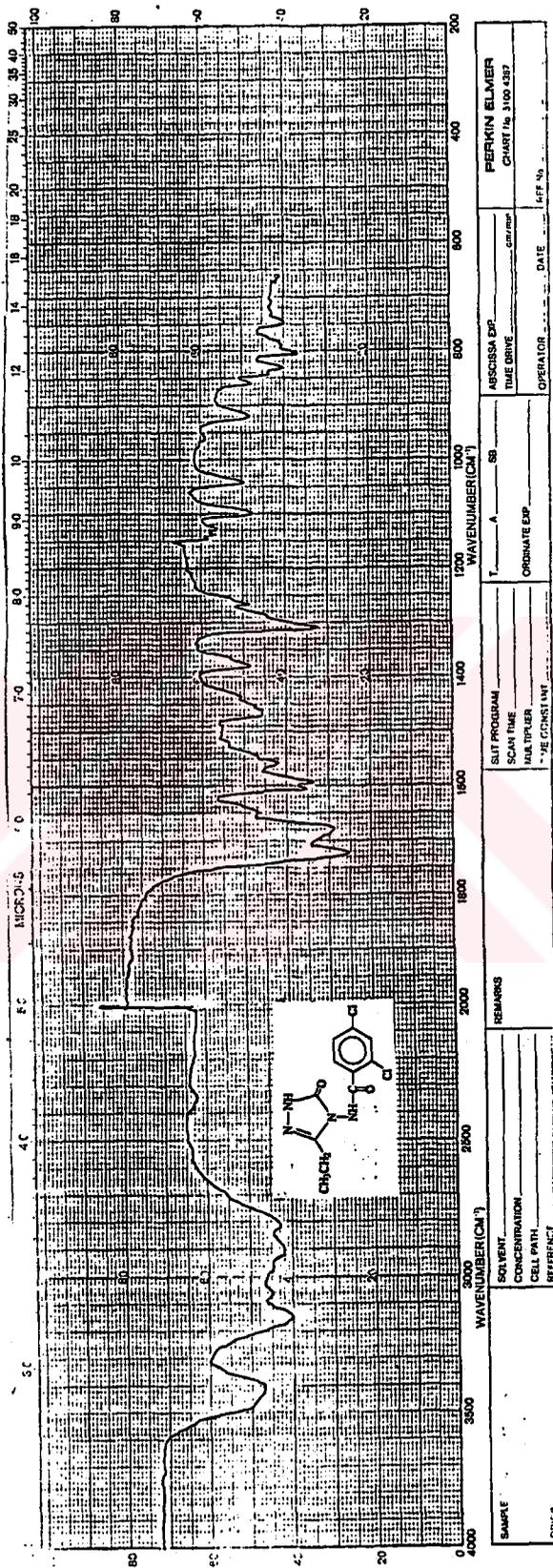
RF POWER LEVEL (2) (.05)

STOHLER ISOTOPE CHEMICALS
 85 JONES RD., WALTHAM, MASS. 01181, U.S.A.
 145 RUE ST-JACQUES, MONTREAL 101, CANADA

DATE: OPERATOR: CHART 5-60T

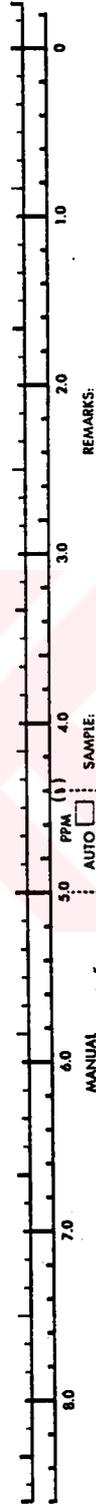
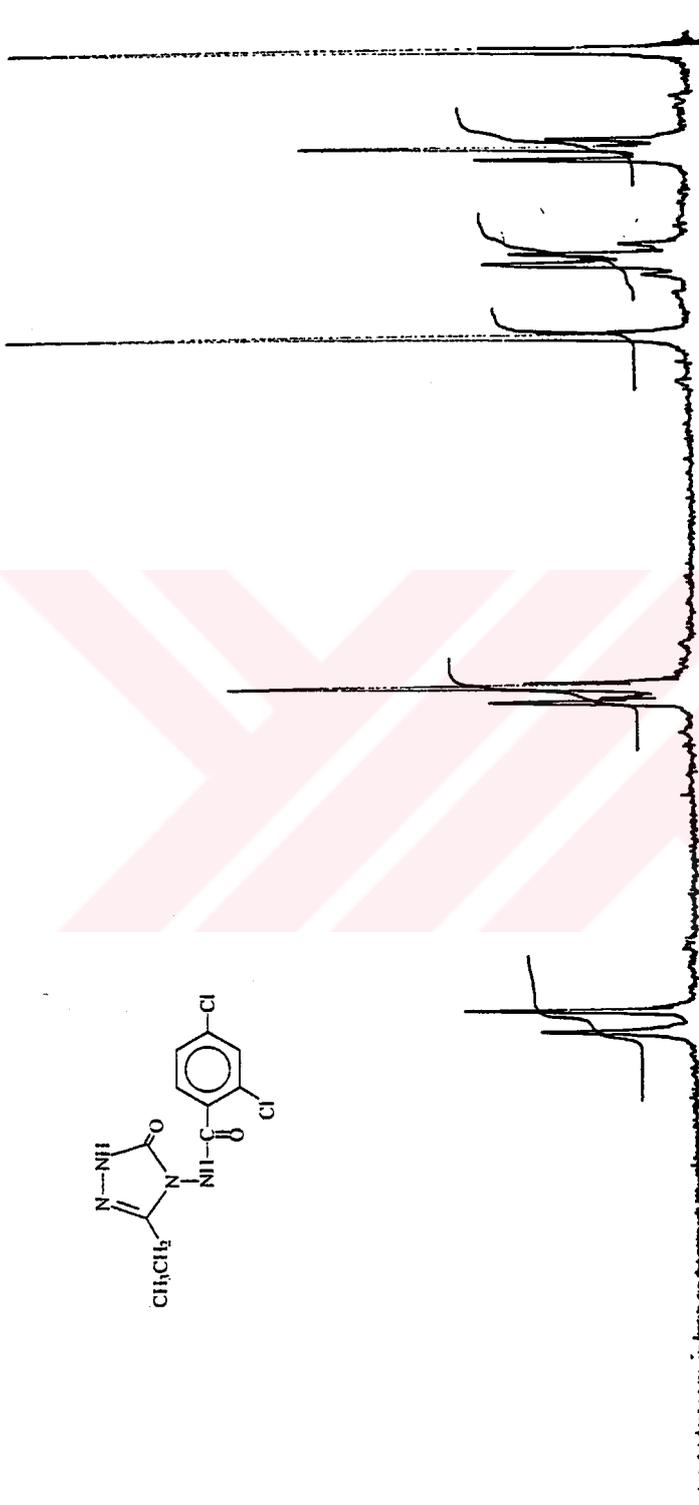
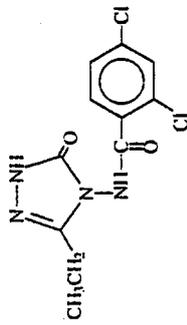
PRINTED IN U.S.A.

Ek Şekil 44. 66 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 45. 68 Bileşinin IR Spektrumu

SAMPLE	SOLVENT	CONCENTRATION	CELL PATH	REFERENCE	REMARKS	SALT PROGRAM	ORDINATE EXP	PERKIN ELMER
						SCAN TIME	DATE	CHART No. 3100-4337
						MULTIPLIER	OPERATOR	
						WAVELENGTH (CM ⁻¹)	DATE	OFF No.
						WAVELENGTH (CM ⁻¹)		



SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL AUTO SAMPLE:
 SWEEP TIME (SEC): 50 (250) (250)
 SWEEP WIDTH (Hz): 25 (50) (100) (200) (500)
 FILTER: 1 2 3 4 5 6 7 8 (2)
 RF POWER LEVEL:
 SOLVENT: DMSO-d₆

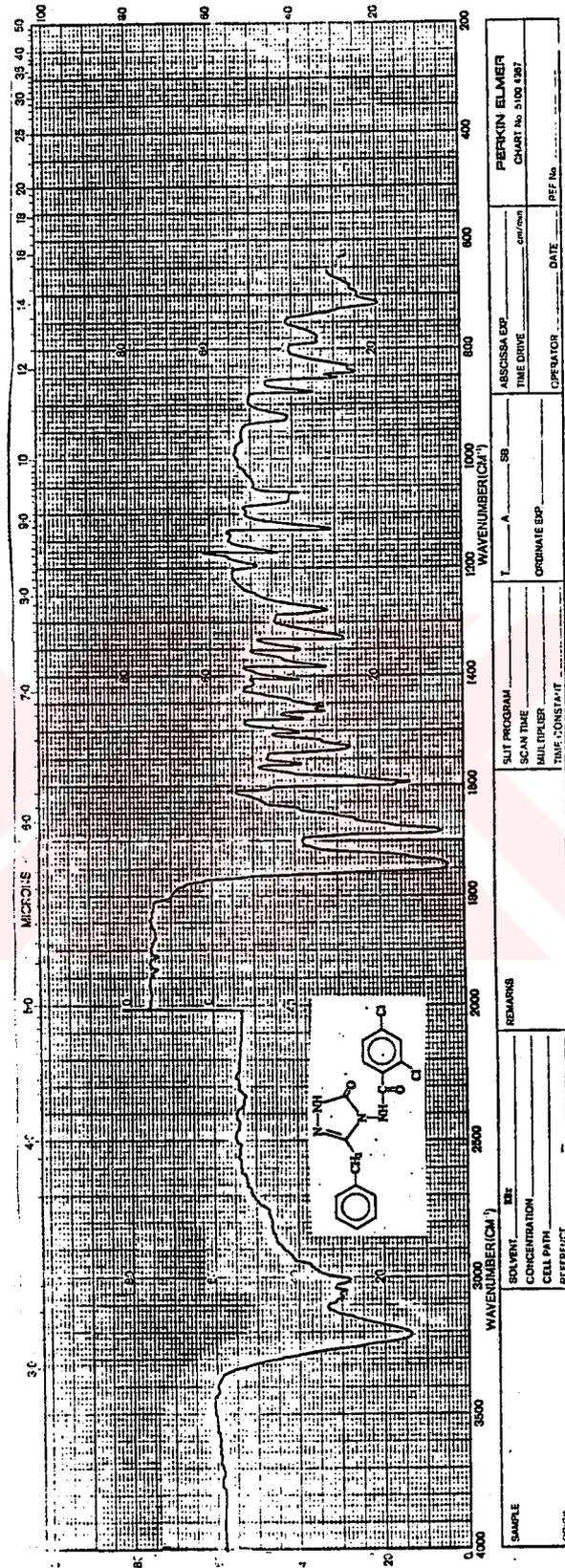


STOLLER ISOTOPE CHEMICALS
 44 JAMES ST., WILMINGTON, MASSACHUSETTS, U.S.A.
 P.O. BOX 1324, MONTREAL 101, CANADA

OPERATOR: DATE:
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.

CHART S-60T

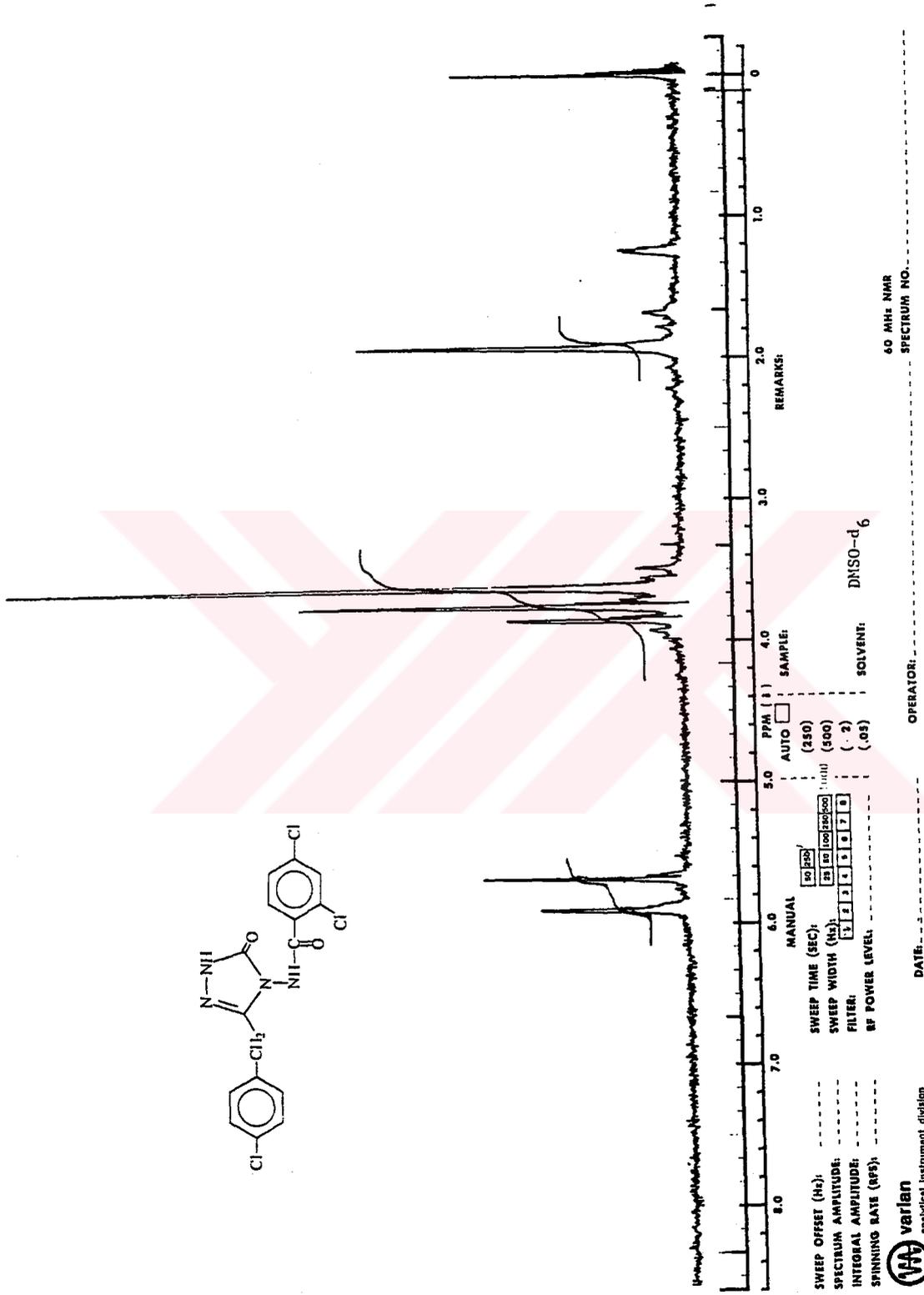
Ek Şekil 46. 68 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



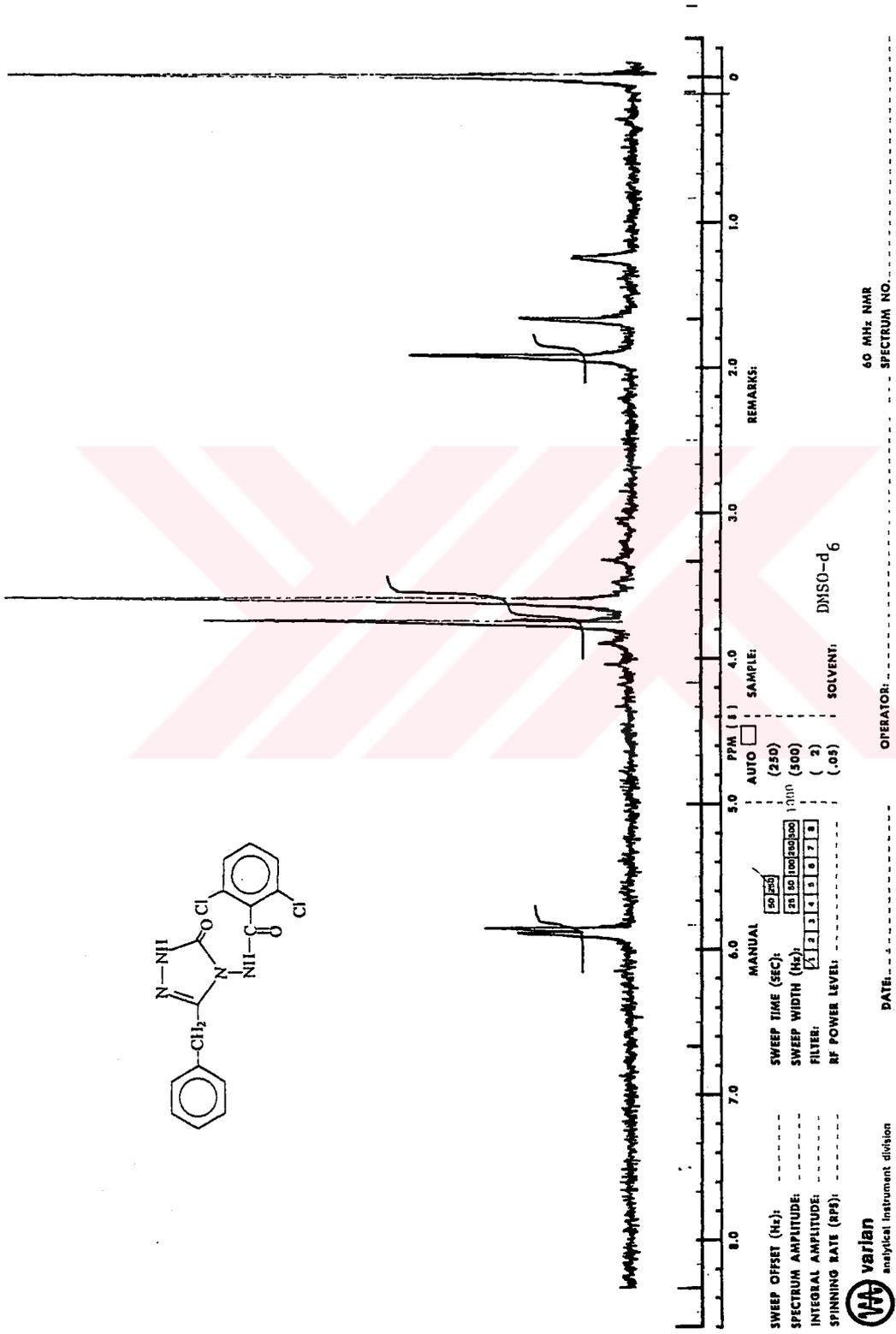
Ek Şekil 47. 69 Bileşinin IR Spektrumu



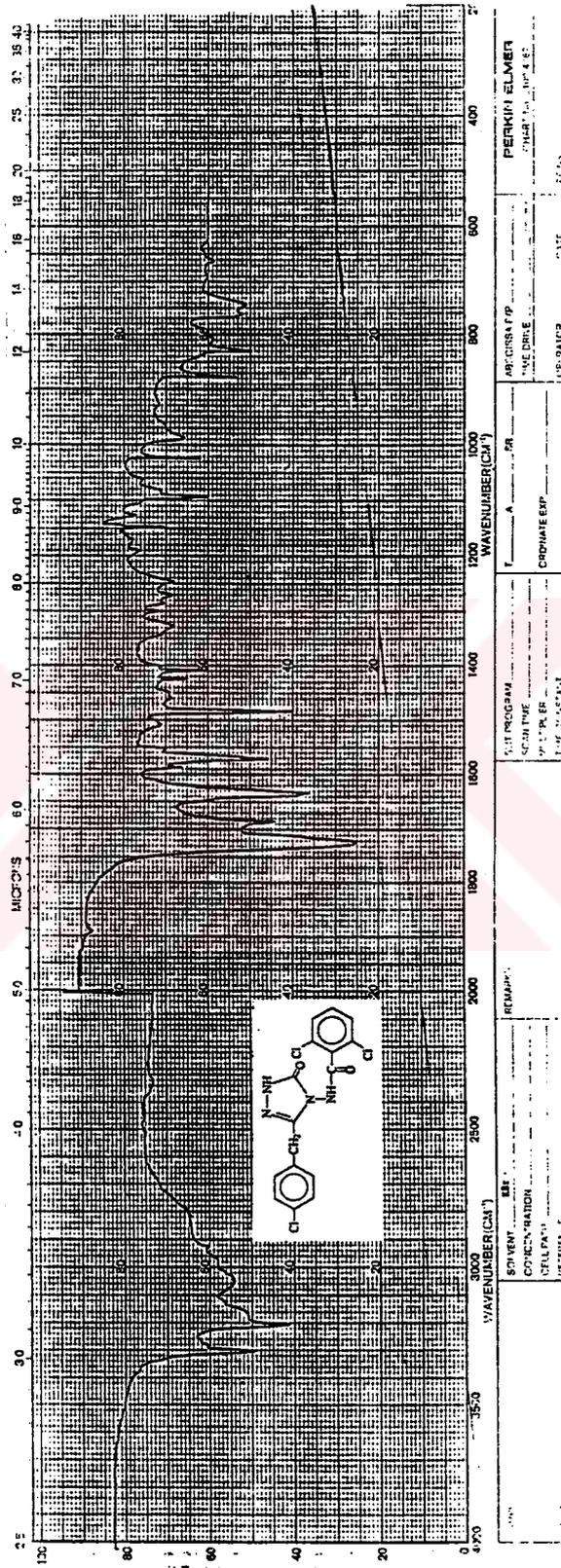
Ek Şekil 48. 69 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



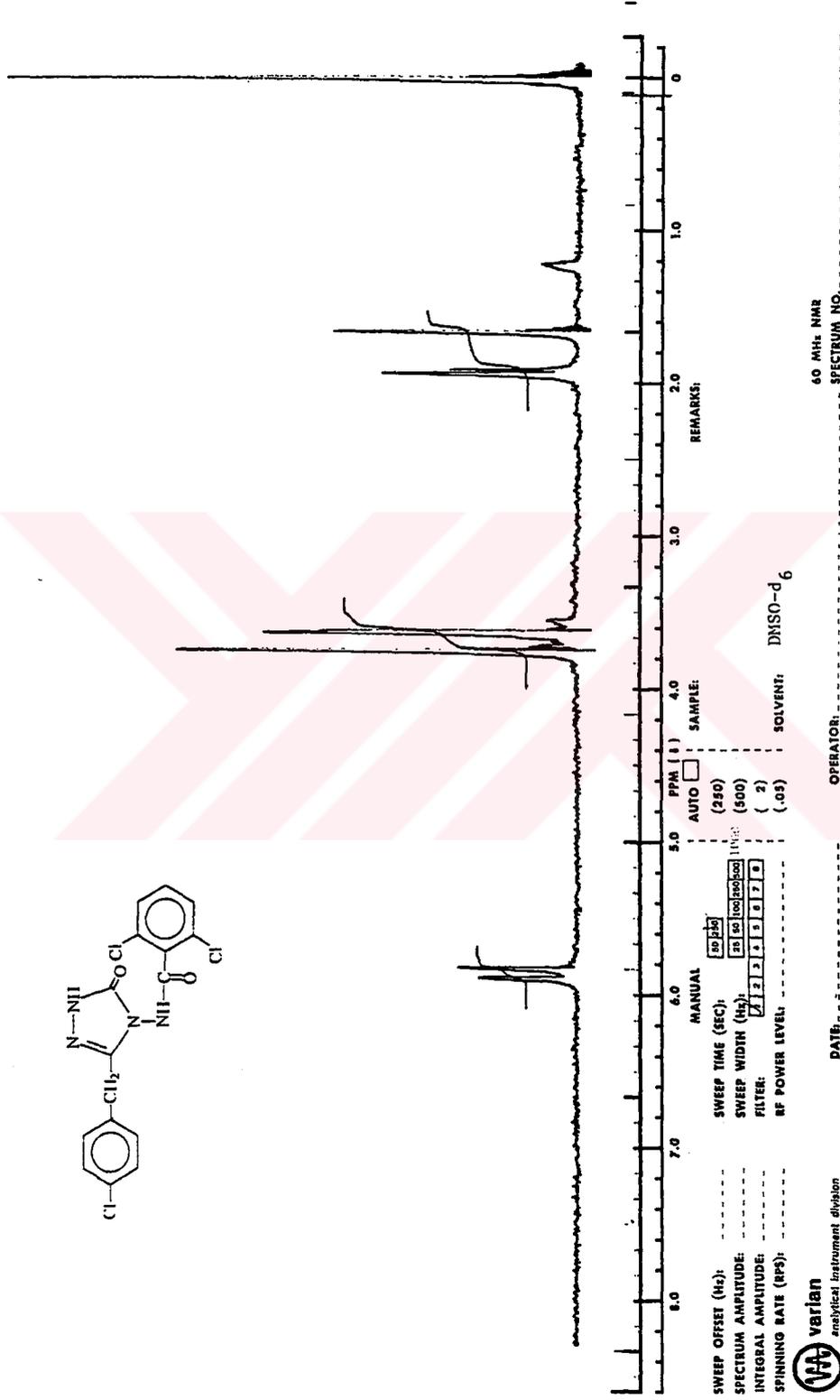
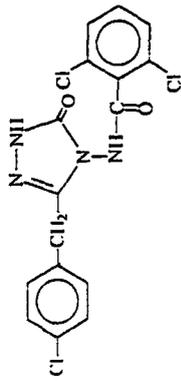
Ek Şekil 50. 70 Bileşinin 1H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 52. 72 Bileşiğinin 1H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



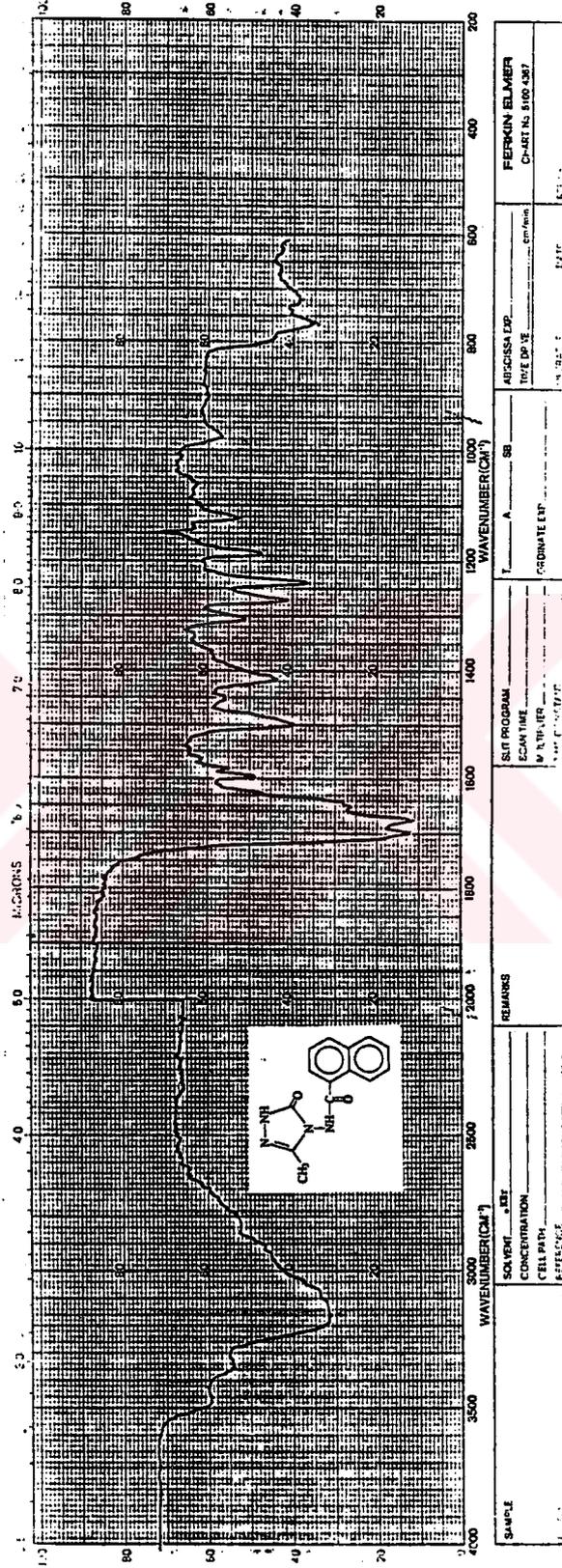
Ek Şekil 53. 73 Bileşiminin IR Spektrumu



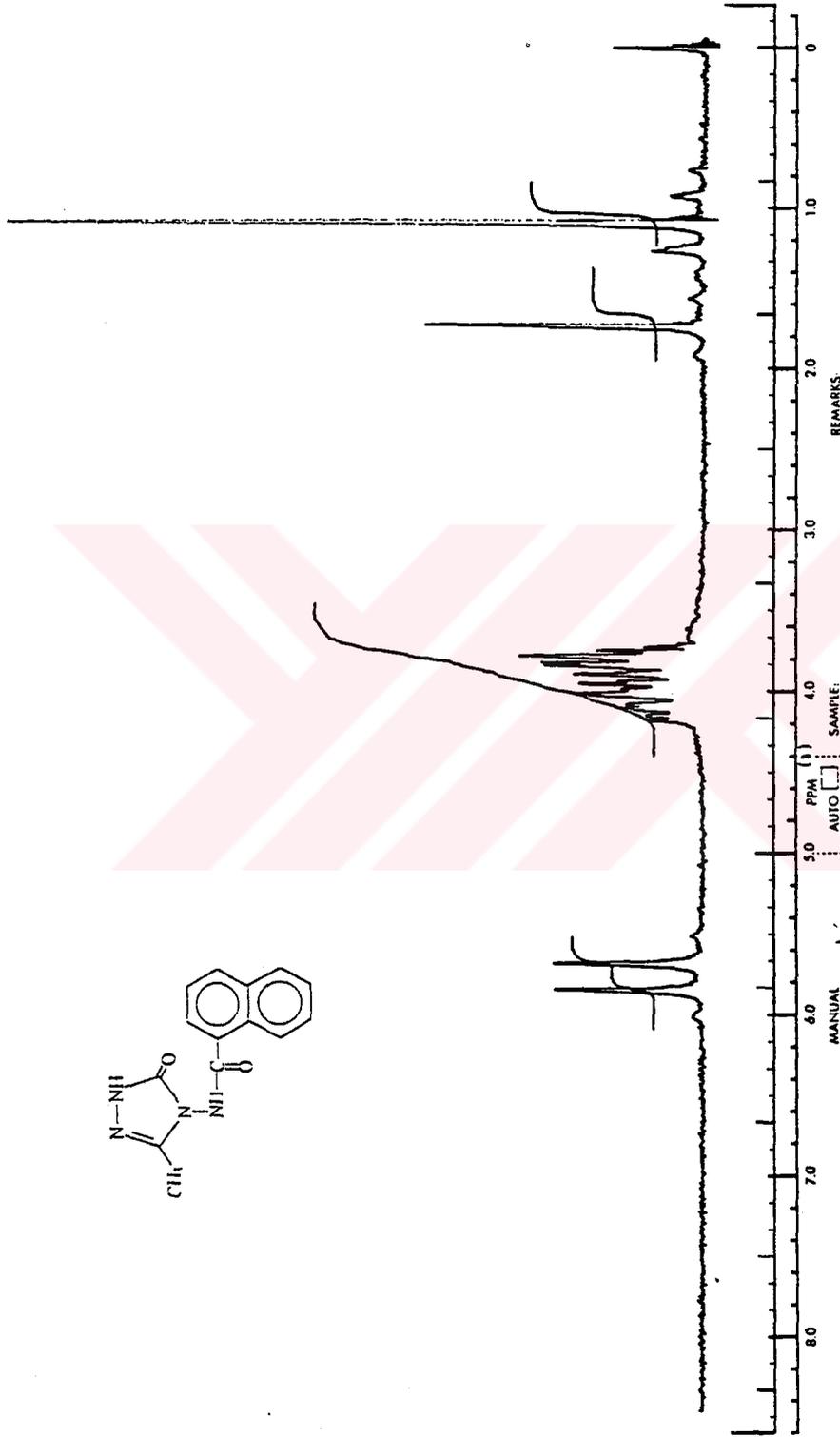
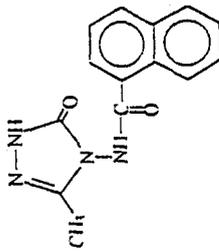
SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL: SWEEP TIME (SEC): 20.00
 AUTO: SWEEP WIDTH (Hz): 515.50
 FILTER: 21212121212121212121
 RF POWER LEVEL:
 SAMPLE: SOLVENT: DMSO-d₆
 OPERATOR: DATE:
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.



Ek Şekil 54. 73 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

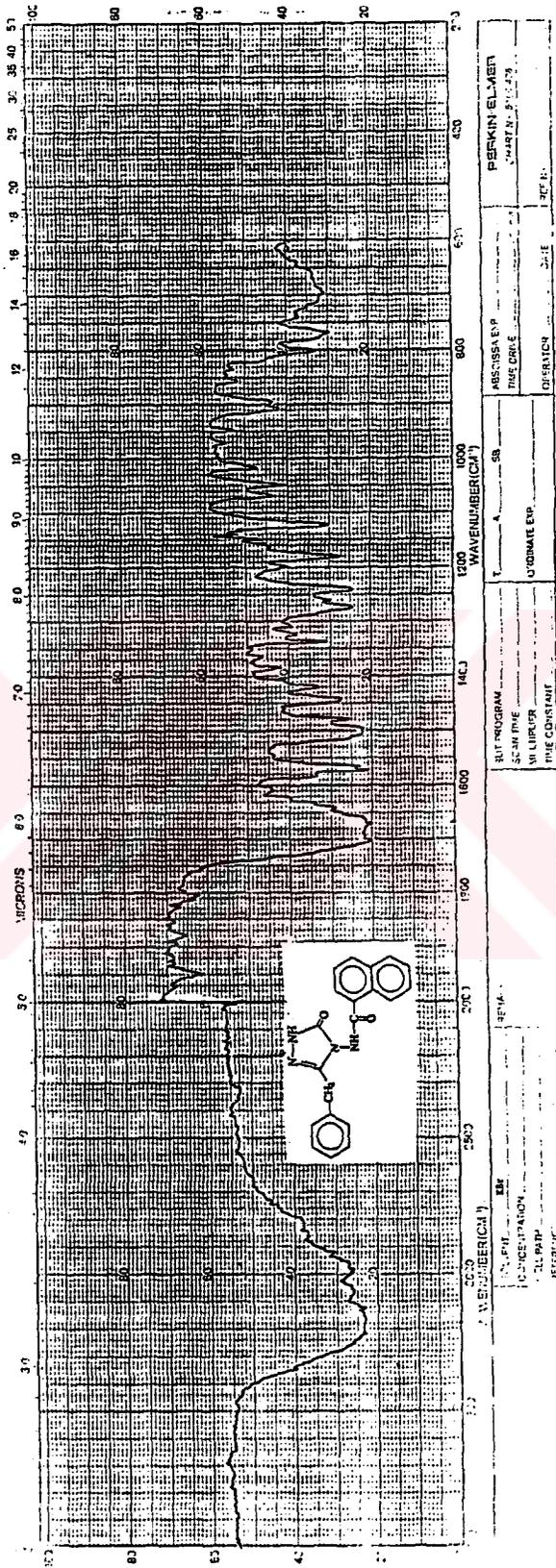


Ek Şekil 55. 75 Bileşiminin IR Spektrumu

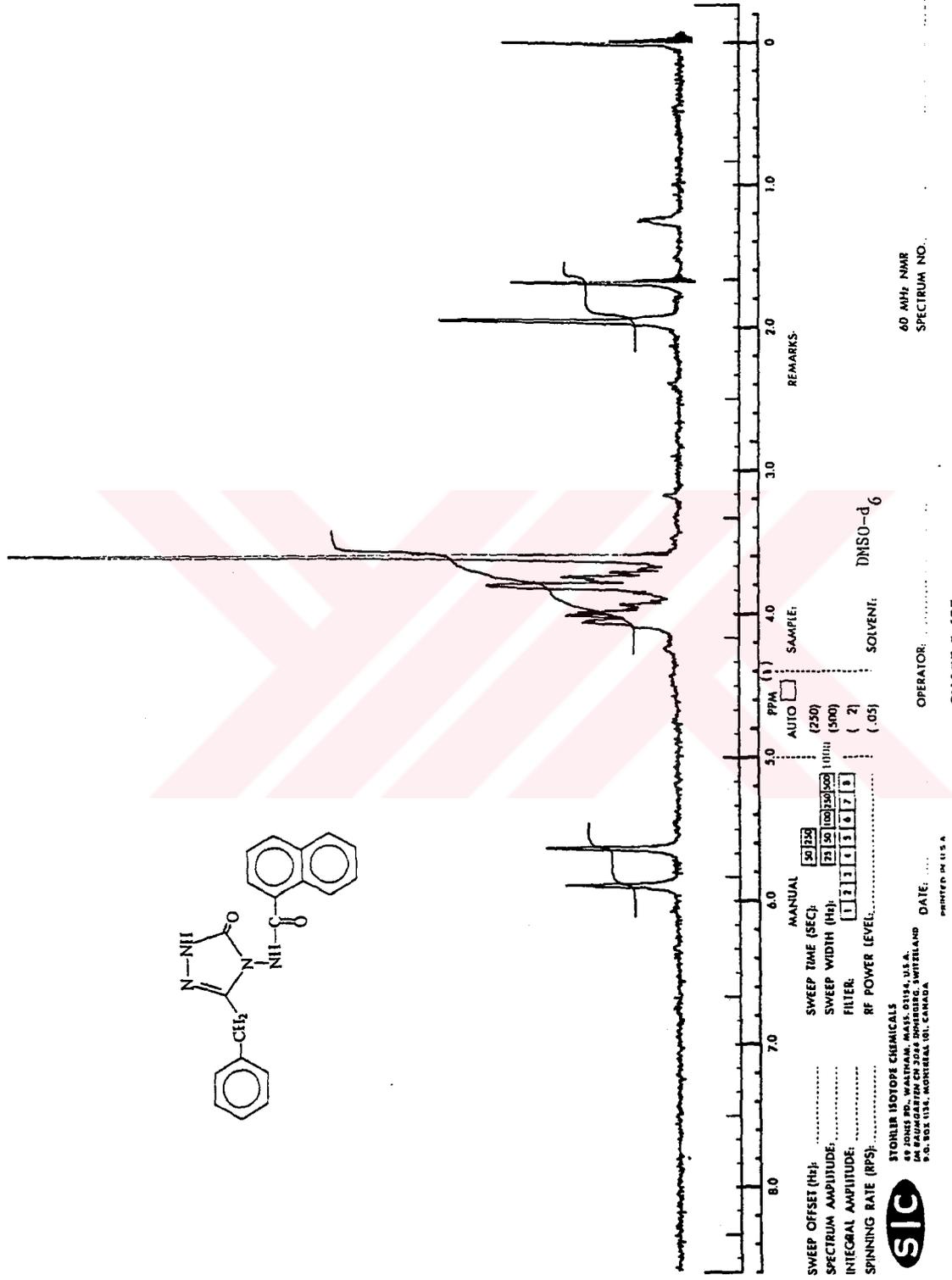


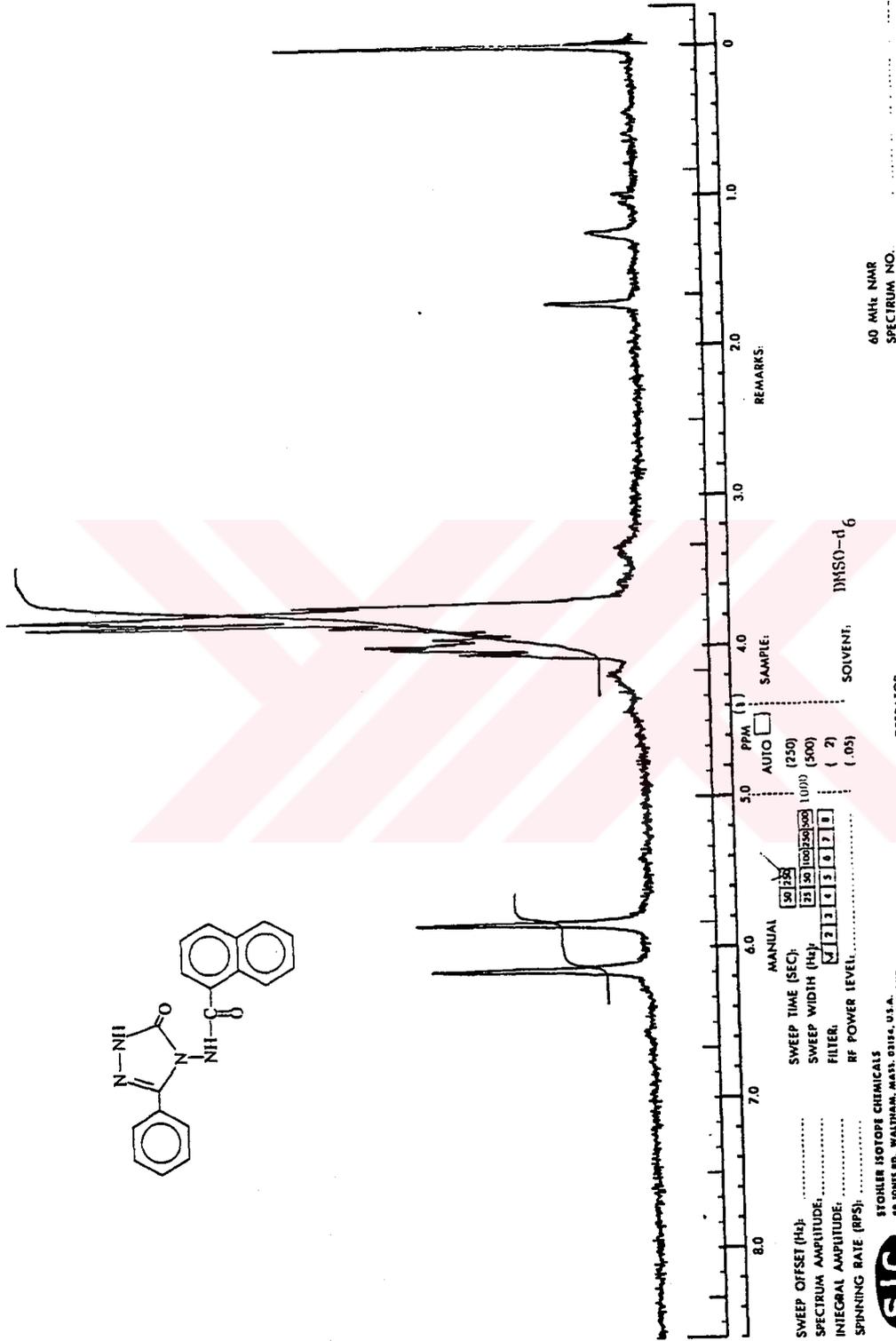
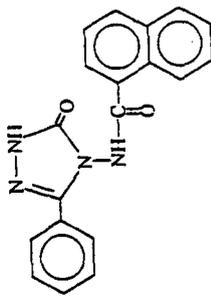
SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL SWEEP TIME (SEC): [20] [25] [30] [35] [40] [45] [50] [55] [60] [65] [70] [75] [80] [85] [90] [95] [100]
 SWEEP WIDTH (Hz): [250] [500] [1000] [2000] [3000] [4000] [5000] [6000] [7000] [8000] [9000] [10000]
 FILTER: [F] [2] [3] [4] [5] [6] [7] [8] [9] [10]
 RF POWER LEVEL:
 AUTO [] SAMPLE: SOLENT: DMSO-d₆
 PPM (τ) 5.0 4.0 3.0 2.0 1.0 0
 REMARKS:
 STOHLER ISOTOPE CHEMICALS
 49 JONES RD., WALTHAM, MASS. 01981, U.S.A.
 49, RUE DE LA CHAUSSEE DE WILHELM, BRUNNEN, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1174, MONTREAL, QUEBEC, CANADA
 DATE: OPERATOR:
 PRINTED IN U.S.A.
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.
 CHART S-60T

Ek Şekil 56. 75 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 57. 76 Bileşiğinin IR Spektrumu





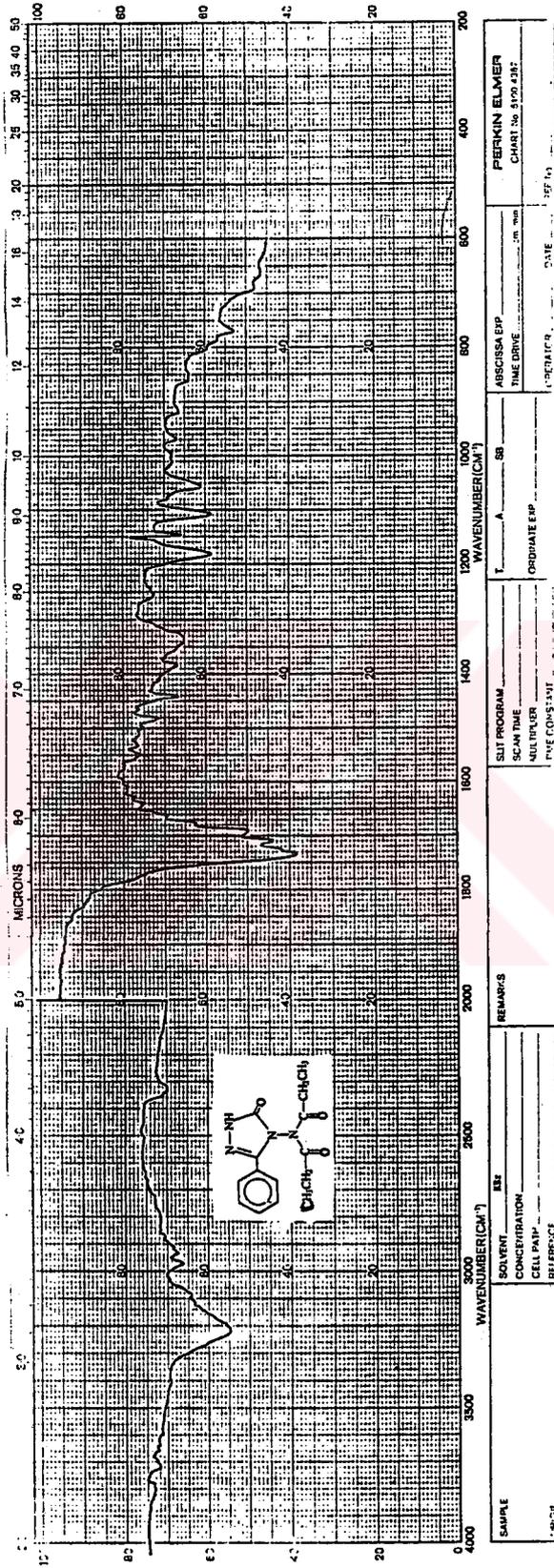
SIC
 STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 45 JONES RD., WALTHAM, MASSACHUSETTS, U.S.A.
 44 BARRINGTON RD., WILMINGTON, ONTARIO, CANADA
 PRINTED IN U.S.A.

SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL SWEEP TIME (SEC): 50 (250)
 AUTO SWEEP WIDTH (Hz): 20 (500)
 FILTER: 1000 (1000)
 RF POWER LEVEL: 23 (2)
 PPIA (1)
 SAMPLE:
 SOLVENT: DMSO-d₆

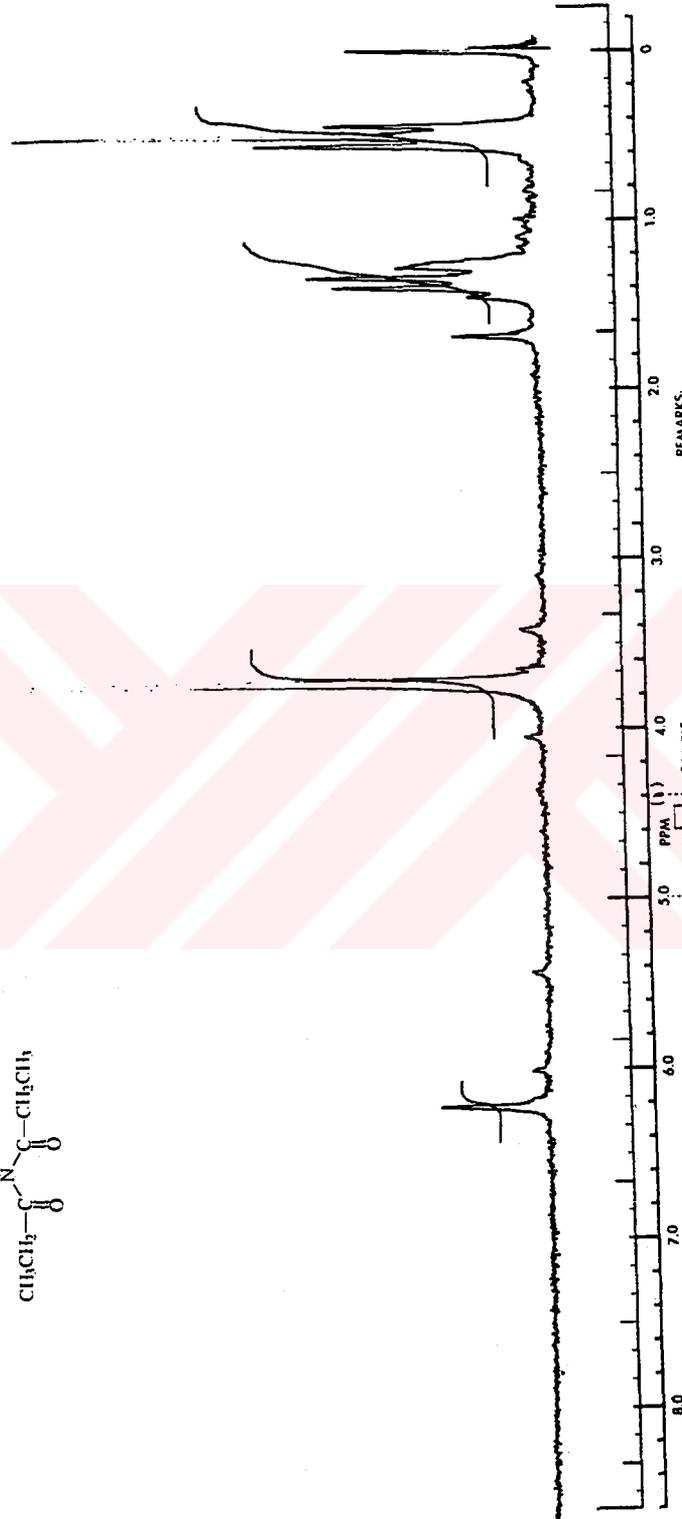
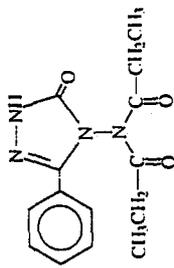
60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

OPERATOR:
 CHART S-60T

Ek Şekil 62. 78 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 63. 83 Bileşğinin IR Spektrumu



REMARKS:

60 MHz NMR SPECTRUM NO.

SOVENT: DMSO-d₆

OPERATOR:

CHART 5-60T

PRINTED IN U.S.A.

MANUAL AUTO SAMPLE:

SWEEP TIME (SEC): 50 (250) (250)

SWEEP WIDTH (Hz): 70 (50) (50) (50) (50) (50) (50) (50) (50) (50)

INTEGRAL AMPLITUDE: 1 2 3 4 5 6 7 8

SPINNING RATE (RPS):

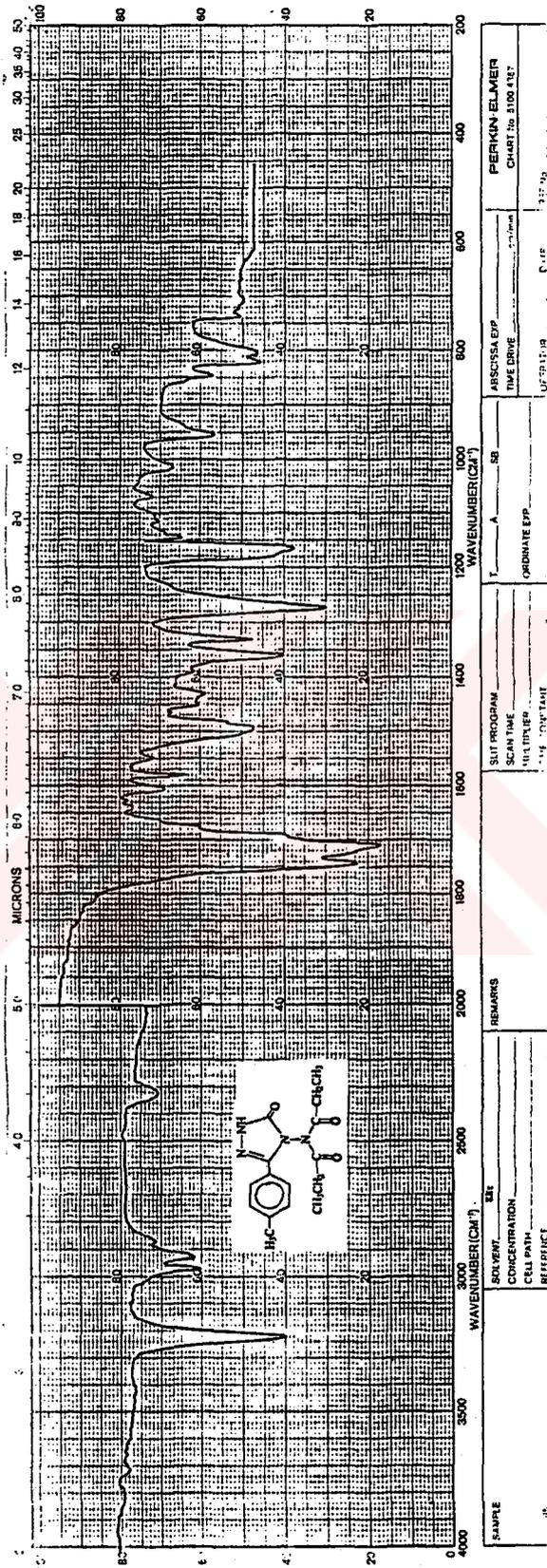
RF POWER LEVEL:

DATE:

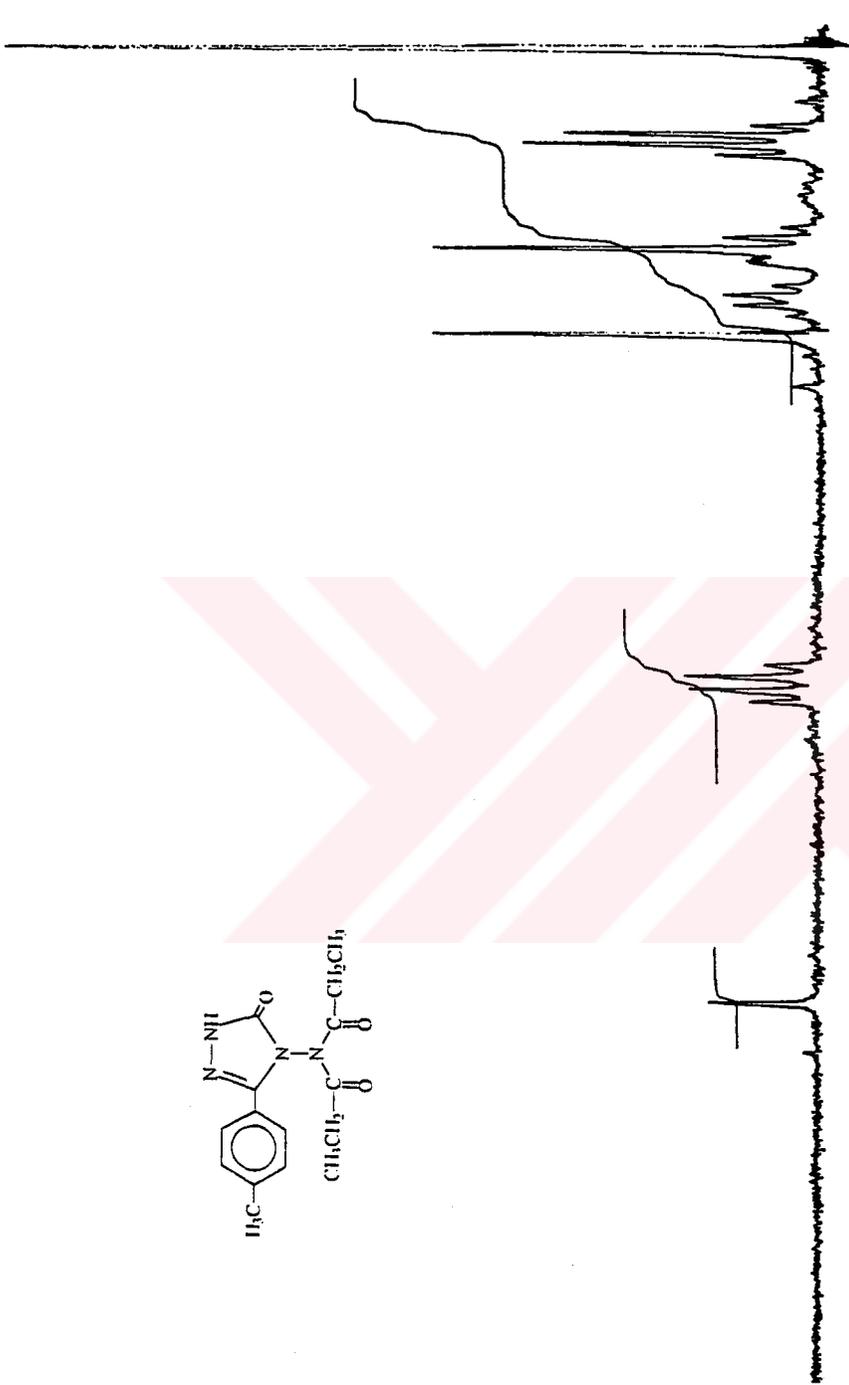
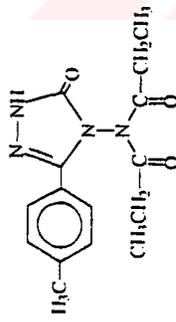


STOEHLE ISOTOPE CHEMICALS
 48 JONES RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 144 FAIRVIEW AVE., MONTREAL 101, CANADA

Ek Şekil 64. 83 Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 65. 84 Bileşiminin IR Spektrumu



8.0 7.0 6.0 5.0 PPM (δ) 4.0 3.0 2.0 1.0 0

REMARKS:

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

MANUAL AUTO

SWEEP TIME (SEC): [5] [2] [5] (230)
 SWEPT WIDTH (Hz): [2] [5] [0] [0] [0] [0] [0] (500)
 FILTER: [5] [2] [3] [4] [5] [6] [7] [8] (- 2)
 RF POWER LEVEL: (.05)

SAMPLE: SOLVENT: DMSO-d₆

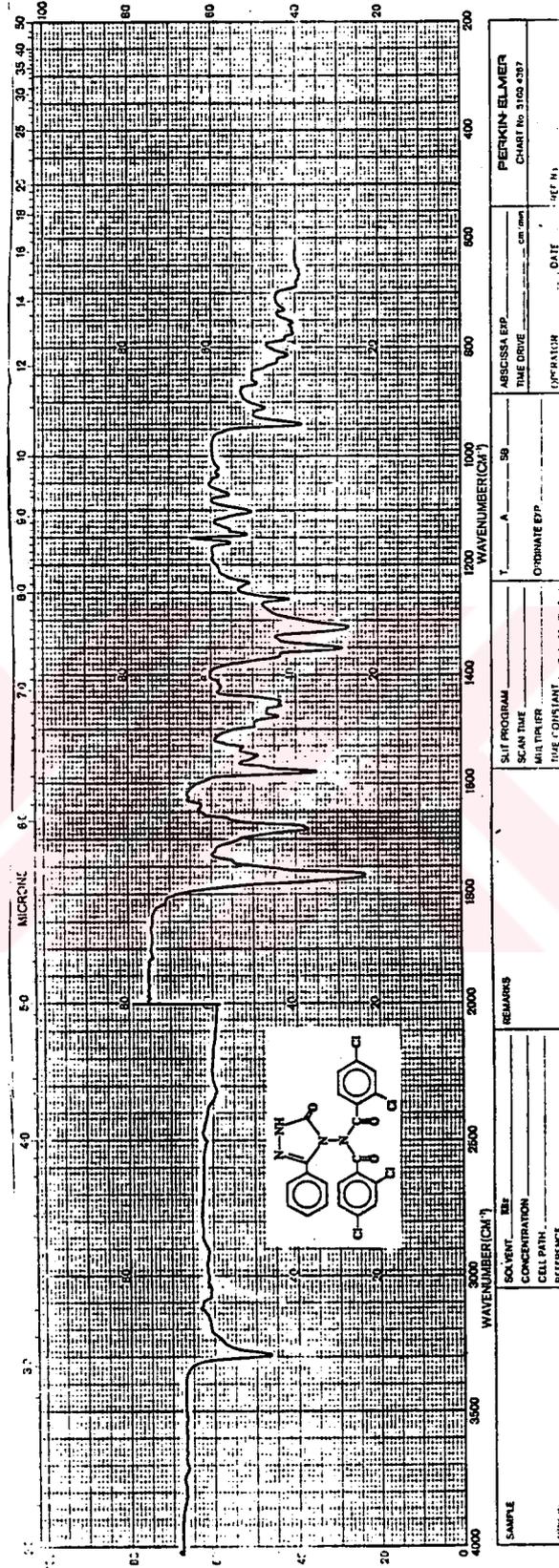
STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 49 JONES RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 100 BAUMGARTEN CH 3004 BERNBERG, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1022, MONTREAL 101, CANADA

DATE: OPERATOR: 60 MHz NMR SPECTRUM NO.

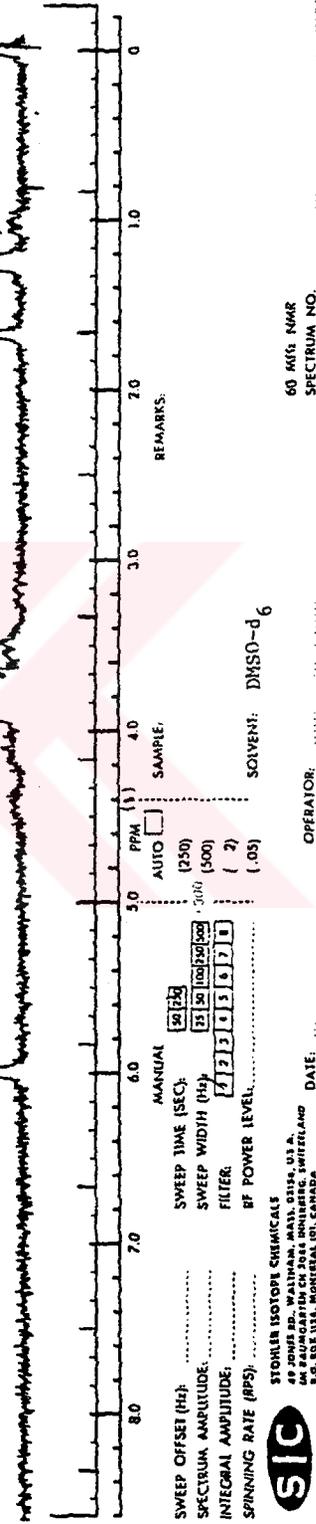
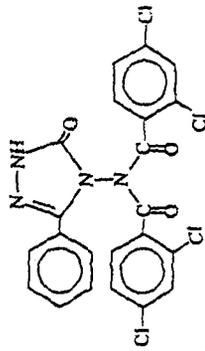
PRINTED IN U.S.A.

CHART S-60T

Ek Şekil 66. 84 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 67. 85 Bileşiminin IR Spektrumu



SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 SWEPT TIME (SEC): 30 [30]
 SWEPT WIDTH (Hz): 25 [25]
 FILTER: 200 [200]
 RF POWER LEVEL: 2 [2]

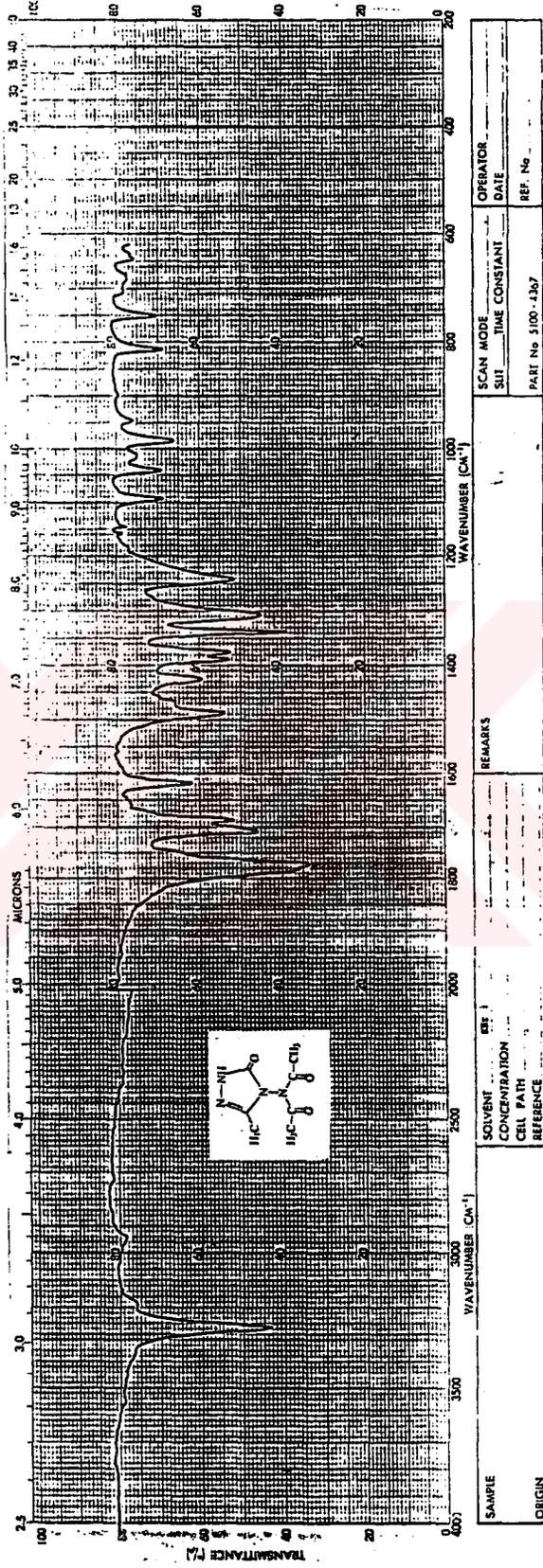


STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 49 JONES RD., WALTHAM, MASS. 01194, U.S.A.
 46 FAUENBERGSTR. CH 2014 HUNZBERG, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1151, MONTREAL, QUEBEC, CANADA

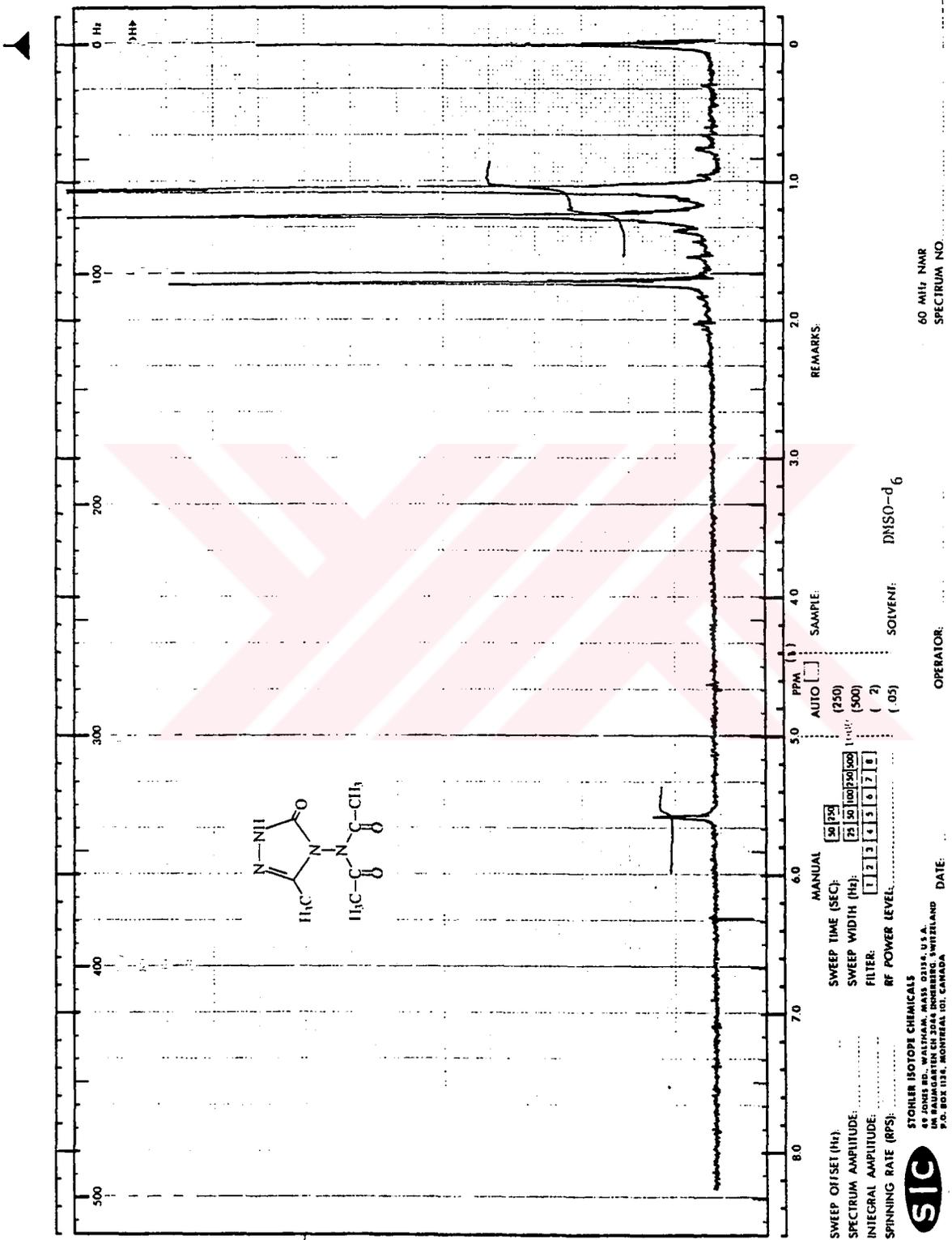
OPERATOR:
 SOLENT: DMSO-d₆
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.

CHART S-60T

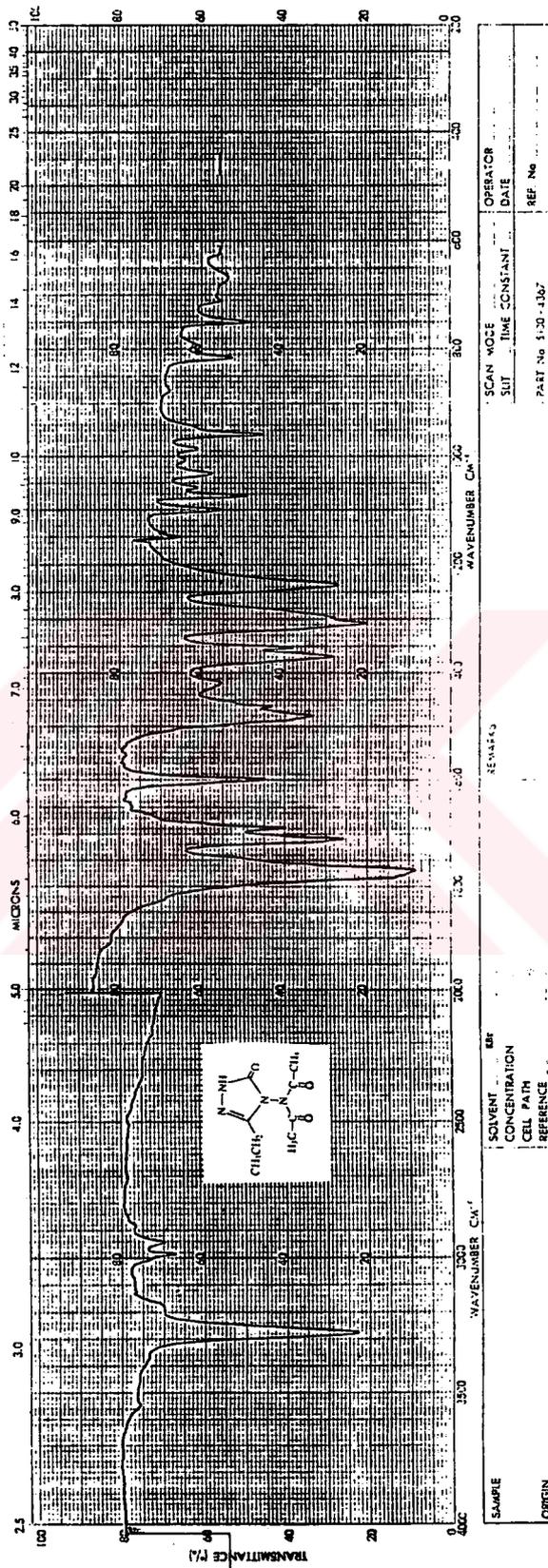
Ek Şekil 68. 85 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



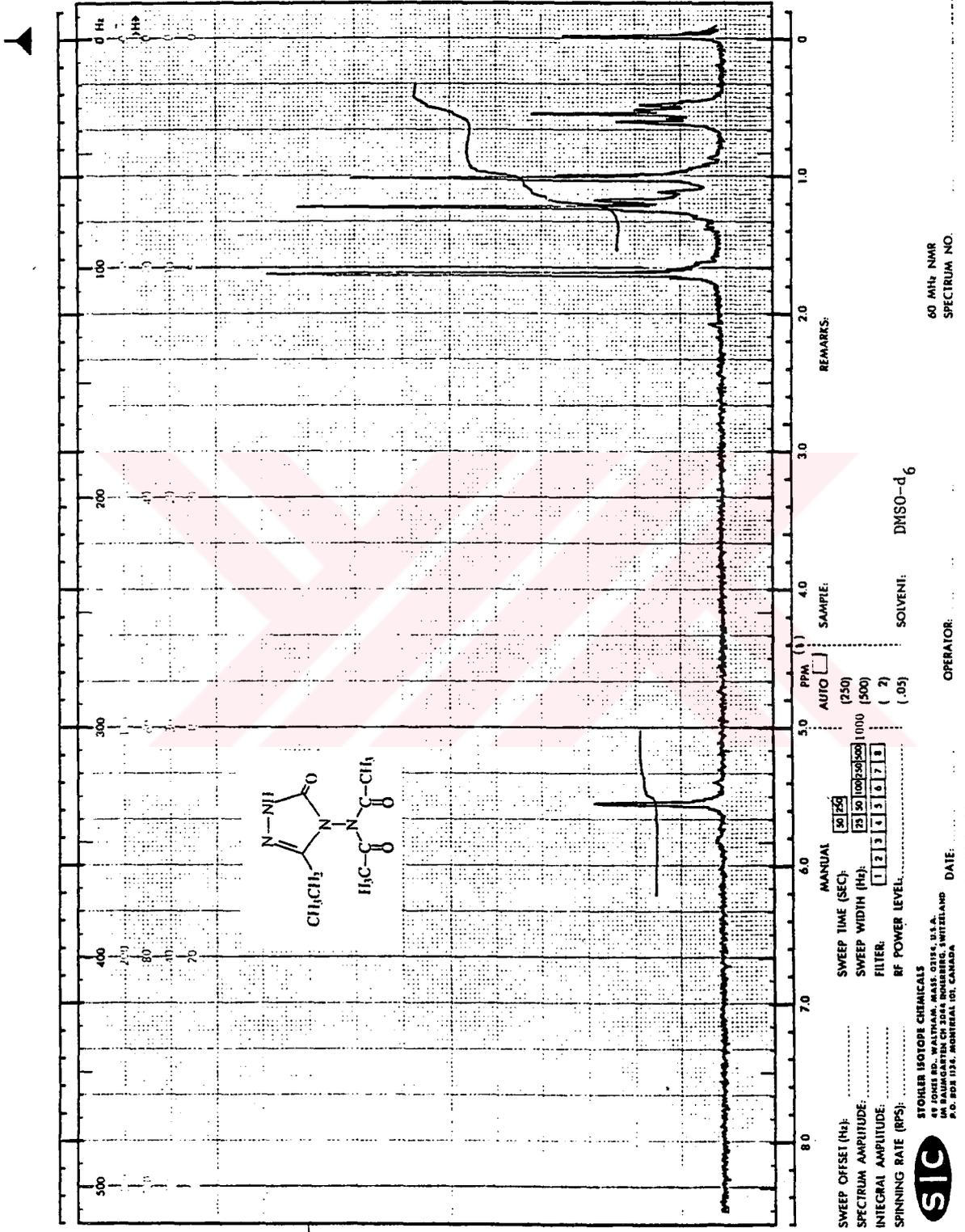
Ek Şekil 69. 87 Bileşiğinin IR Spektrumu



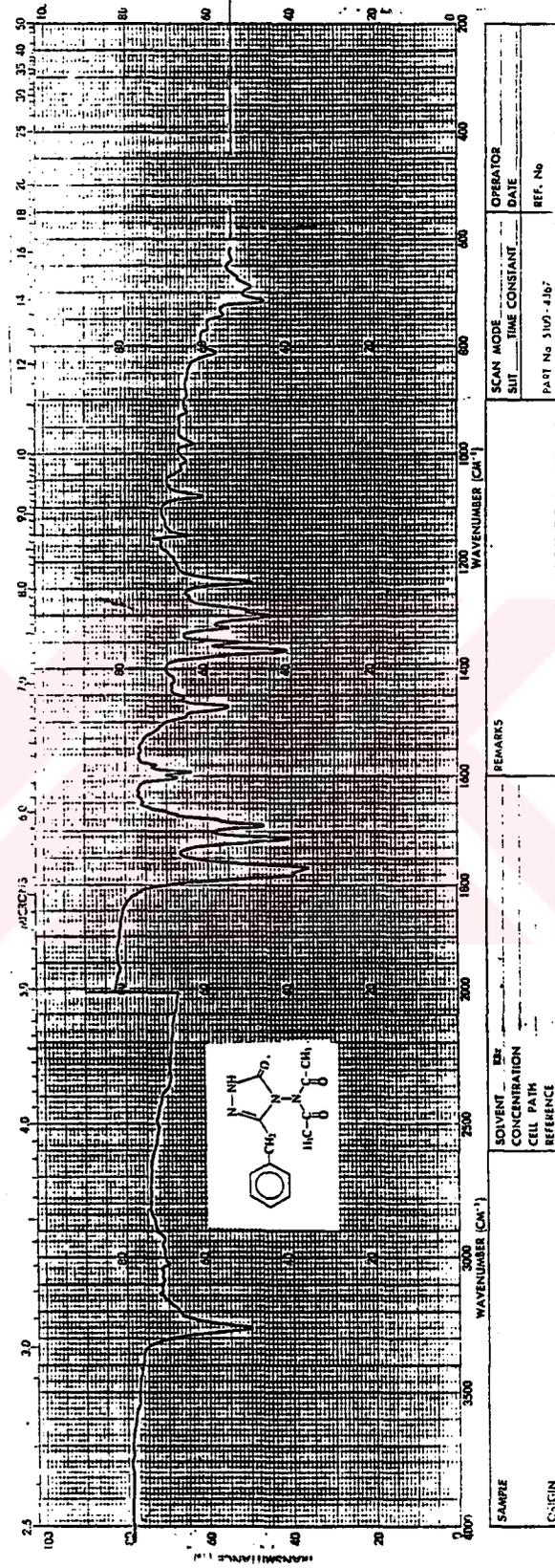
Ek Şekil 70. 87 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



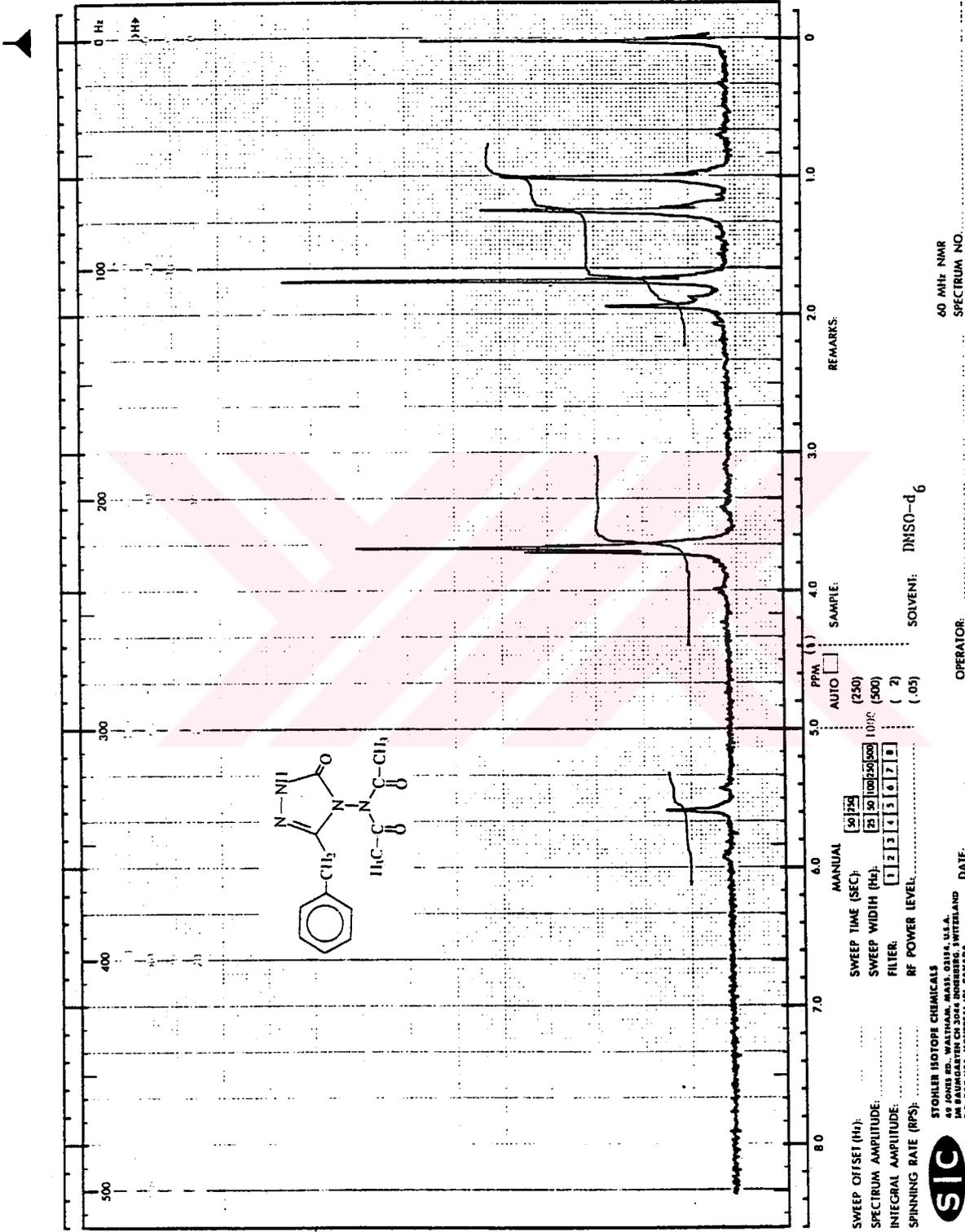
Ek Şekil 71. 88 Bileşiğinin IR Spektrumu



Ek Şekil 72. 88 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



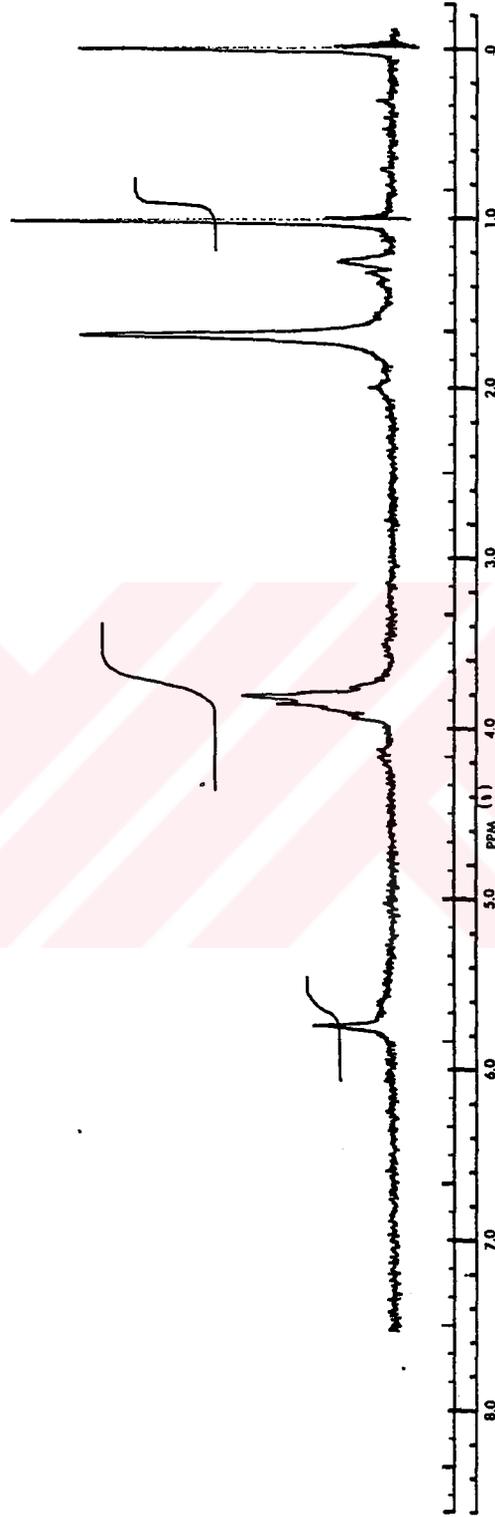
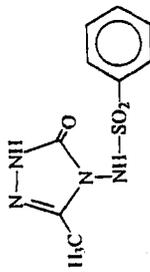
Ek Şekil 73. 89 Bileşiğinin IR Spektrumu



Ek Şekil 74. 89 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



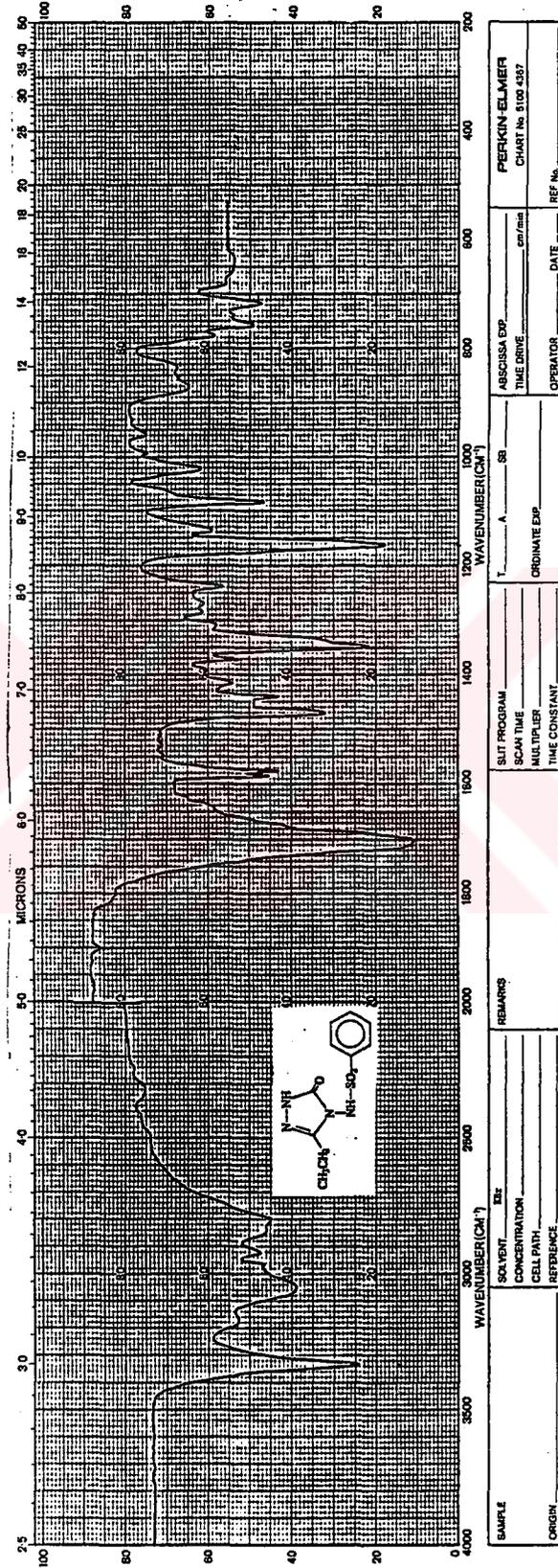
Ek Şekil 75. 91 Bileşiminin IR Spektrumu



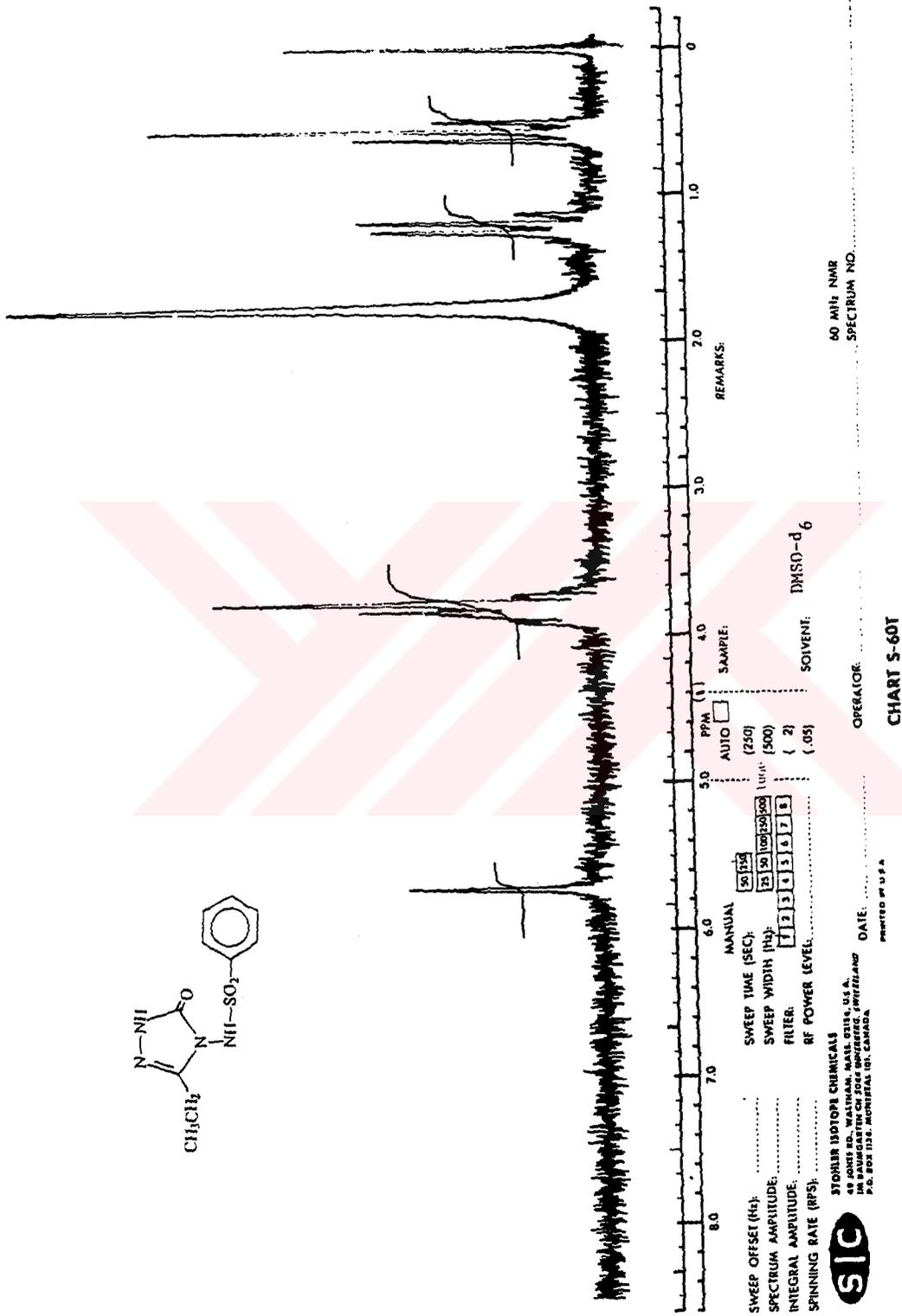
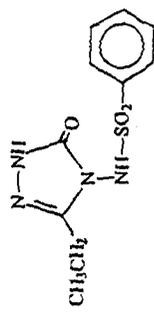
SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL SWEEP TIME (SEC): 50 250
 SWEPT WIDTH (Hz): 23 50 100 250 500
 FILTER: 1 2 3 4 5 6 7 8
 RF POWER LEVEL:
 AUTO () (250)
 (500)
 () (2)
 (05)
 SAMPLE:
 SOLENT: DMSO-d₆
 REMARKS:
 OPERATOR:
 DATE:
 60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.
 STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 45 POND RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 64 EASTGATE CH 2204 BURGESS, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1031, MONTREAL 101, CANADA
 PRINTED IN U.S.A.

CHART S-60T

Ek Şekil 76. 91 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 77. 92 Bileşiminin IR Spektrumu

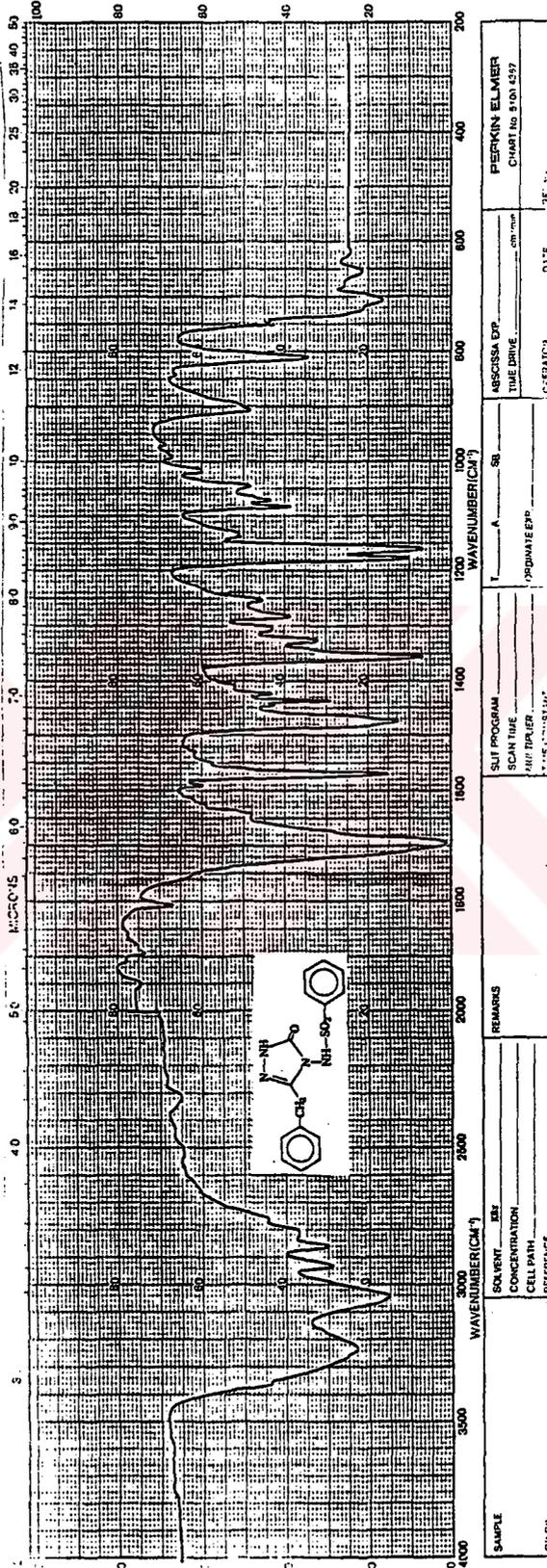


SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL SWEEP TIME (SEC): 50 (50)
 AUTO SWEEP WIDTH (Hz): 25 (25) (500)
 FILTER: 1 2 3 4 5 6 7 8 (2)
 RF POWER LEVEL:
 SAMPLE: SOLENT: DMSO-d₆
 OPERATOR: DATE:
 CHART 5-60T
 60 MHZ NMR
 SPECTRUM NO.

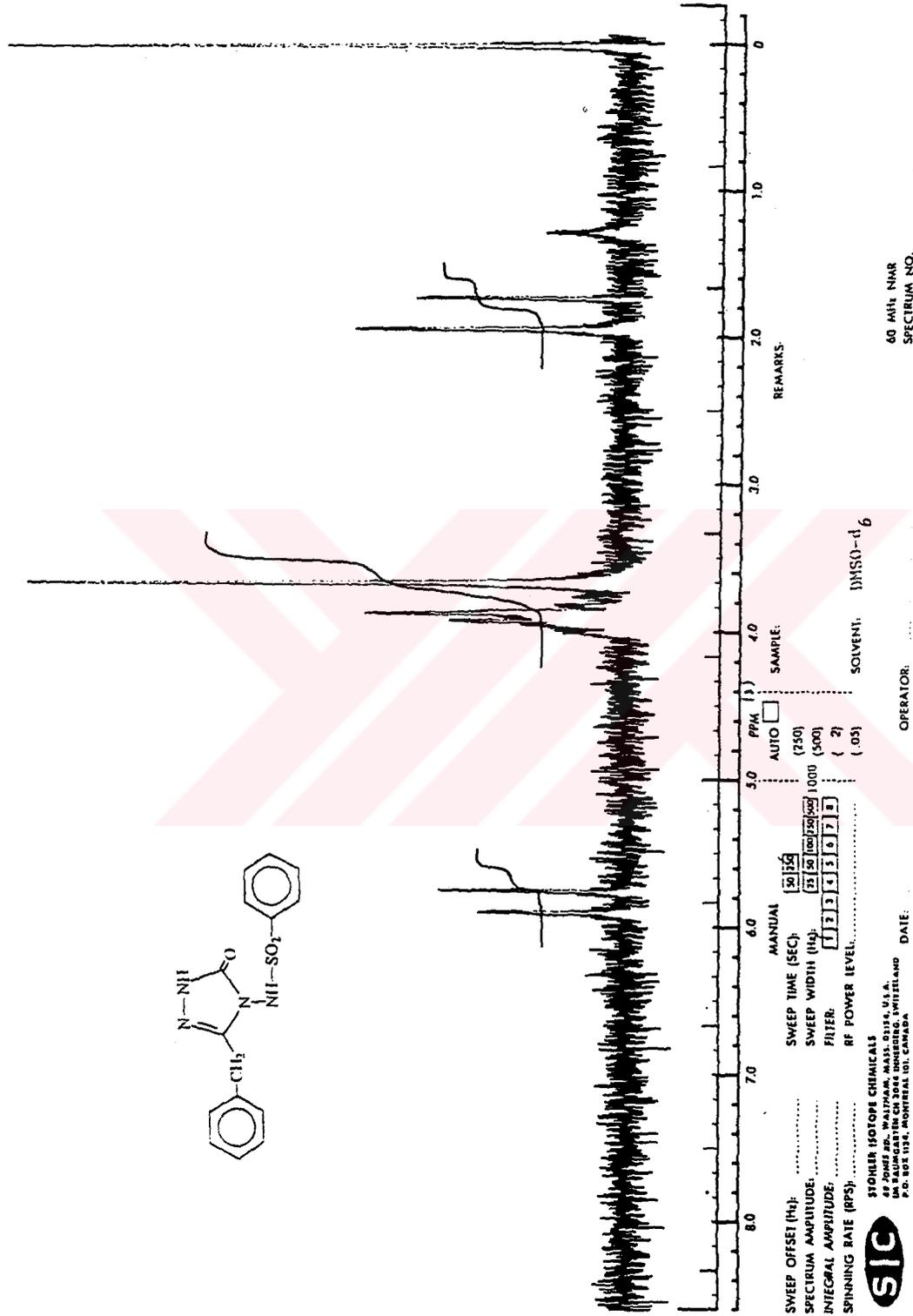
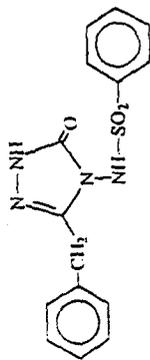


STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 45 JONES RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 14 BAUMGARTEN CH. JOZEFOWICE, POLSKA
 P.O. BOX 1137, MONTREAL, QUEBEC, CANADA
 PRINTED IN U.S.A.

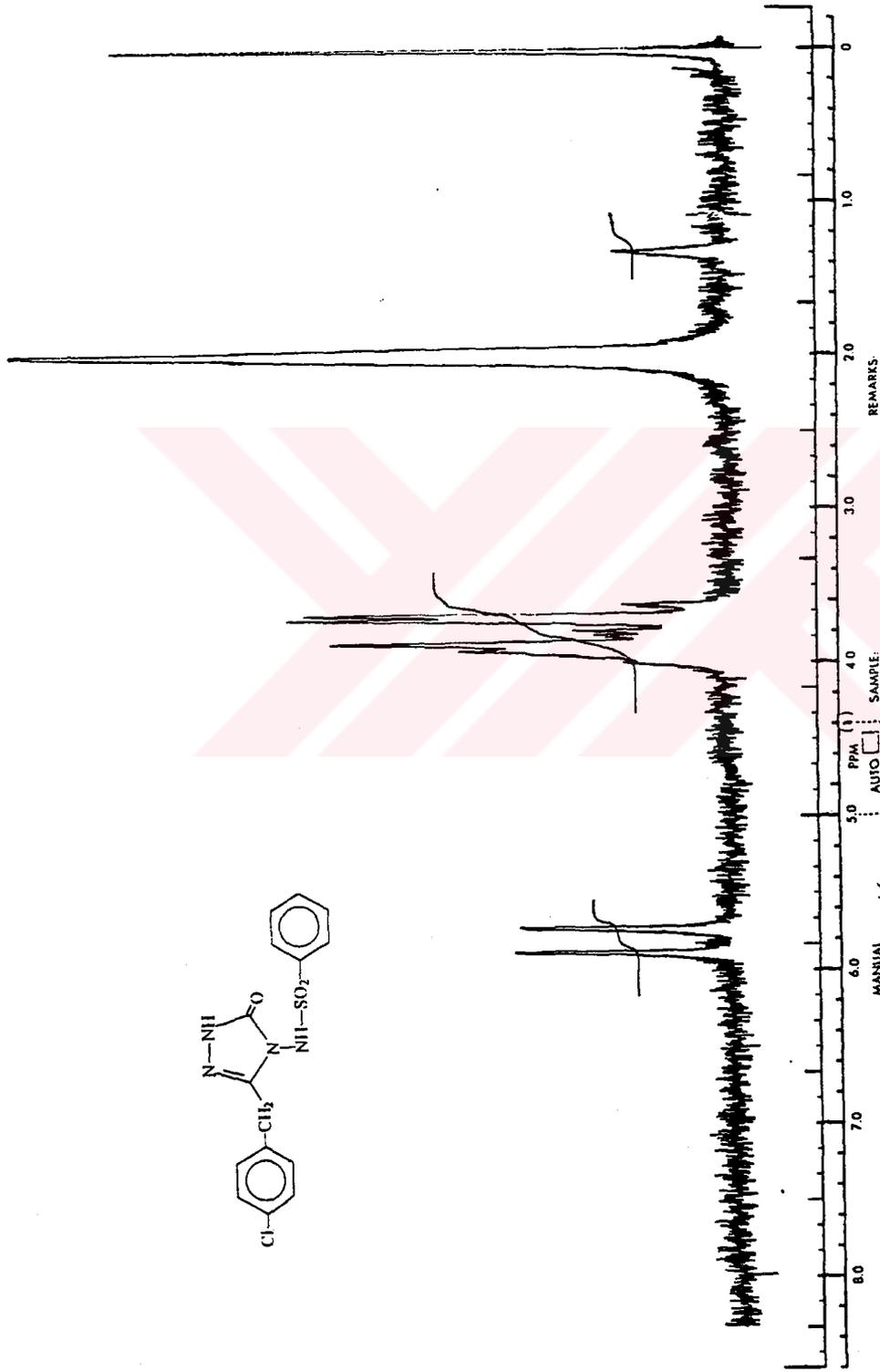
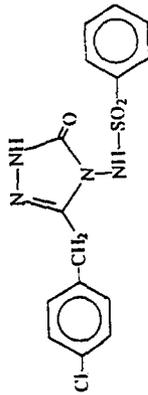
Ek Şekil 78. 92 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 79. 93 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Şekil 80. 93 Bileşiminin 1H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL SWEEP TIME (SEC): 30 (25)
 AUTO SWEEP WIDTH (Hz): 31.5 (100) (500) (1000)
 FILTER: 4 3 3 4 3 2 7 8 (7)
 RF POWER LEVEL:
 SOLENT: DMSO-d₆
 OPERATOR:
 DATE:
 PRINTED IN U.S.A.

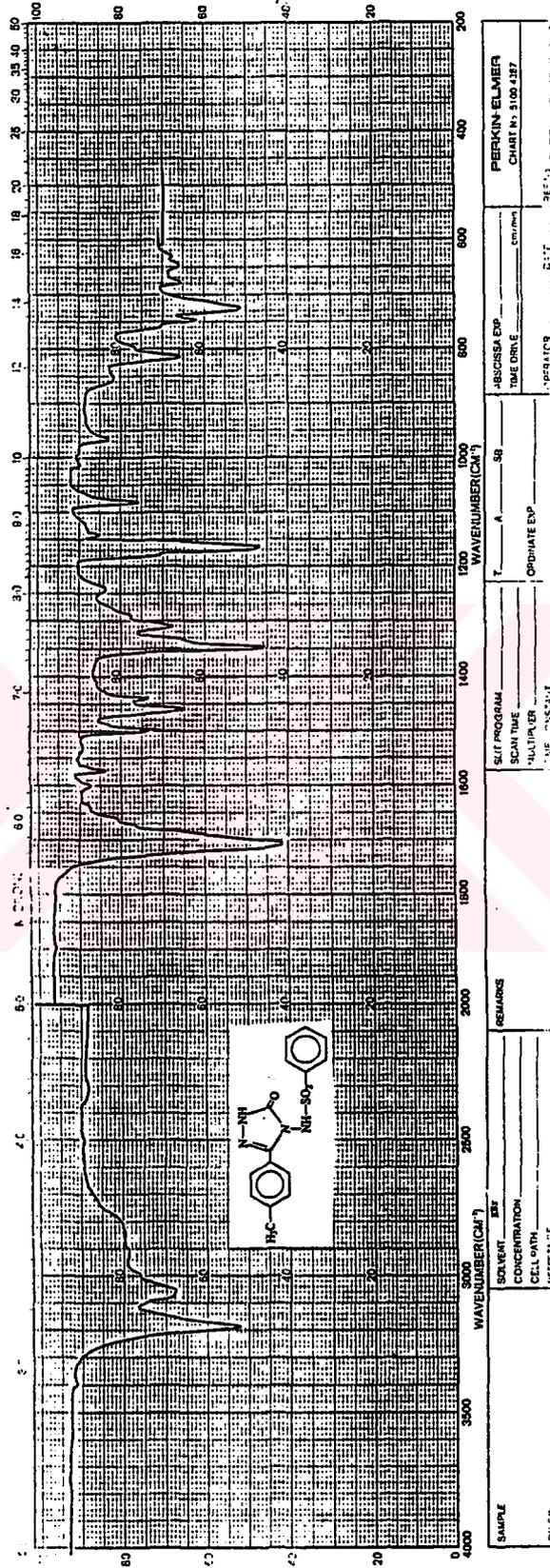


STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 49 JONES RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 14 RAUINGARTEN CH 3004 INHERRING, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1134, MONTREAL 101, CANADA

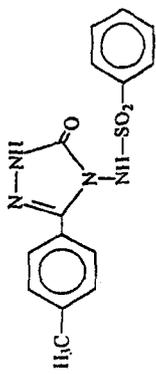
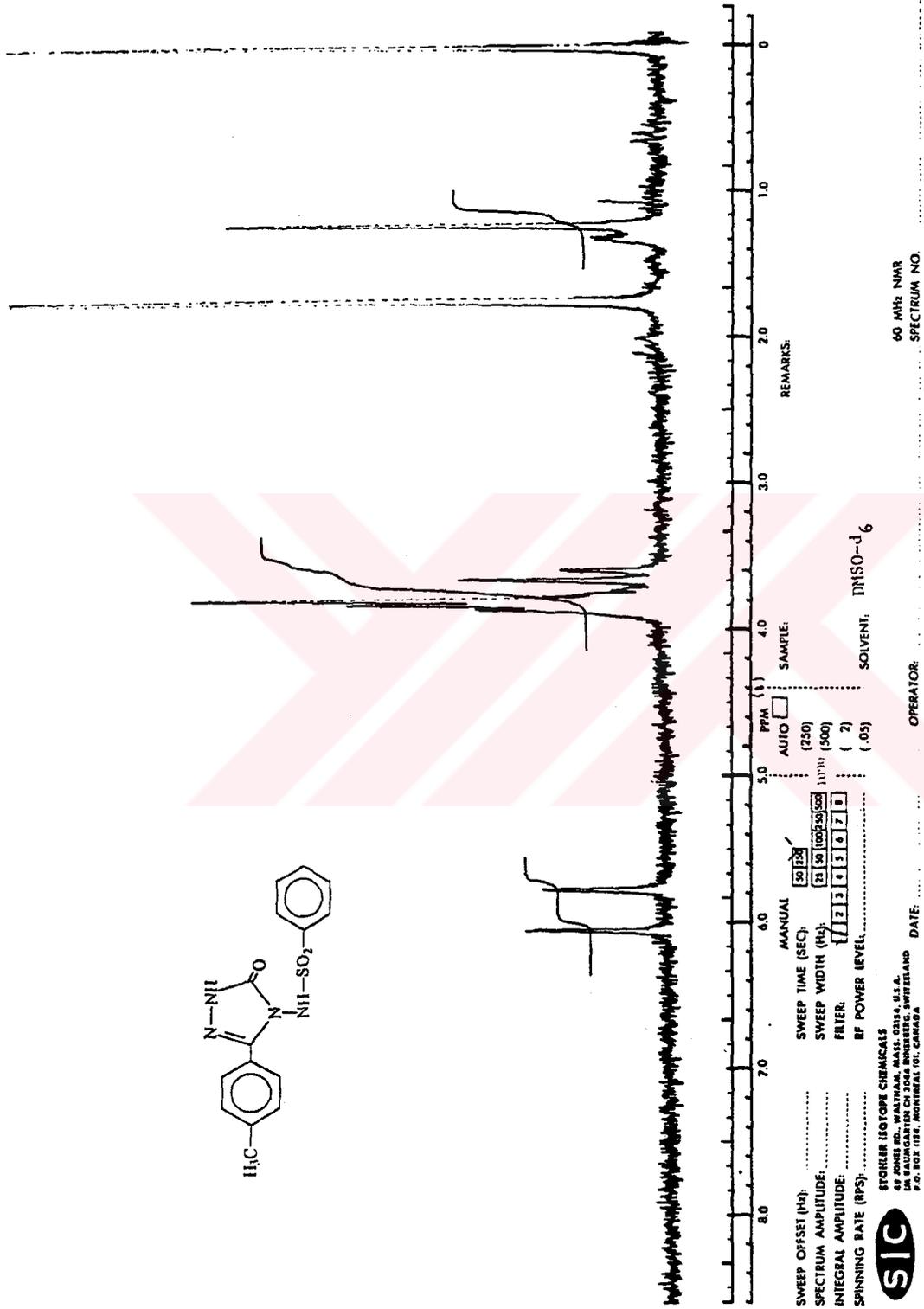
60 MHz NMR
 SPECTRUM NO

CHART S-60T

Ek Şekil 82. 94 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 83. 95 Bileşiminin IR Spektrumu

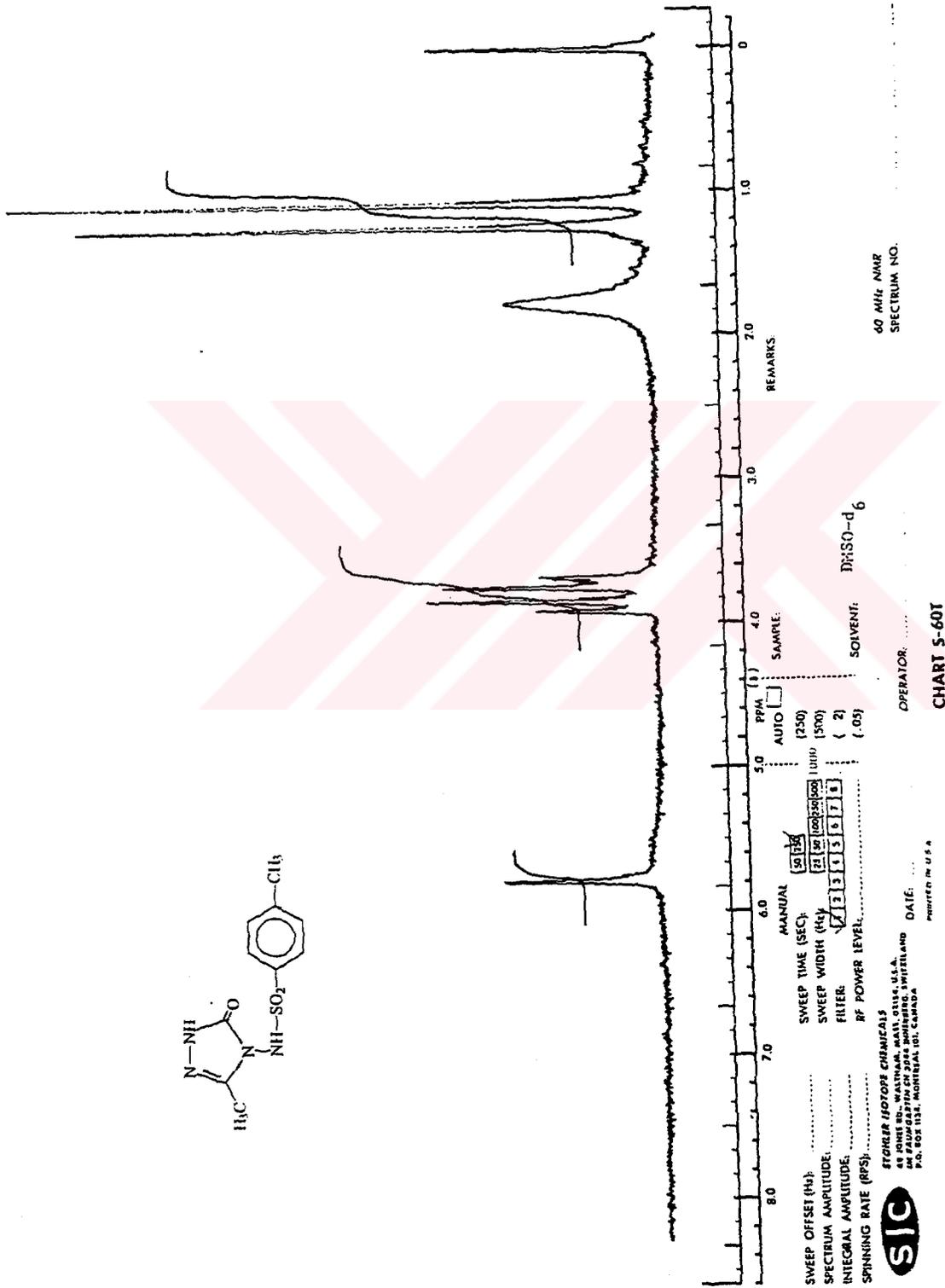
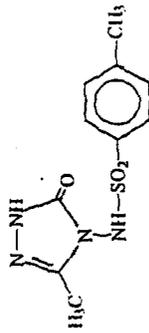


Ek Şekil 84. 95 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 85. 97 Bileşiminin IR Spektrumu

SAMPLE _____ ORIGIN _____	SOLVENT _____ CONCENTRATION _____ CELL PATH _____ REFERENCE _____	REMARKS _____ _____ _____	SPLIT PROGRAM _____ SCAN TIME _____ MULTIPLIER _____ TIME CONSTANT _____	T. _____ A. _____ B. _____ ORIGINATE EXP. _____ OPERATOR _____ DATE _____	PERKIN-ELMER CHART No. 5100 437 REF. No. _____
------------------------------	--	---------------------------------	---	---	--



Ek Şekil 86. 97 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

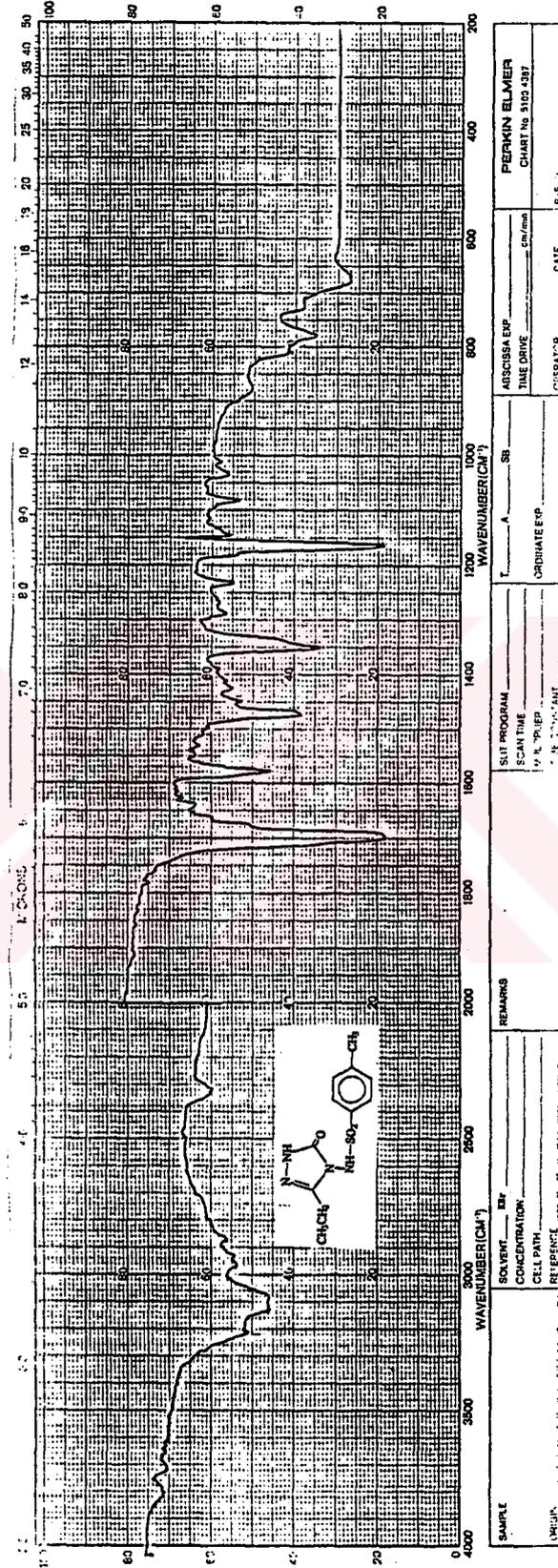


STONER ISOTOPE CHEMICALS
 44 HUME RD. WALTHAM, MASS. 01981, U.S.A.
 AN FAHNGARTEN CH 3504, MÜNCHEN, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1131, MONTREAL 101, CANADA

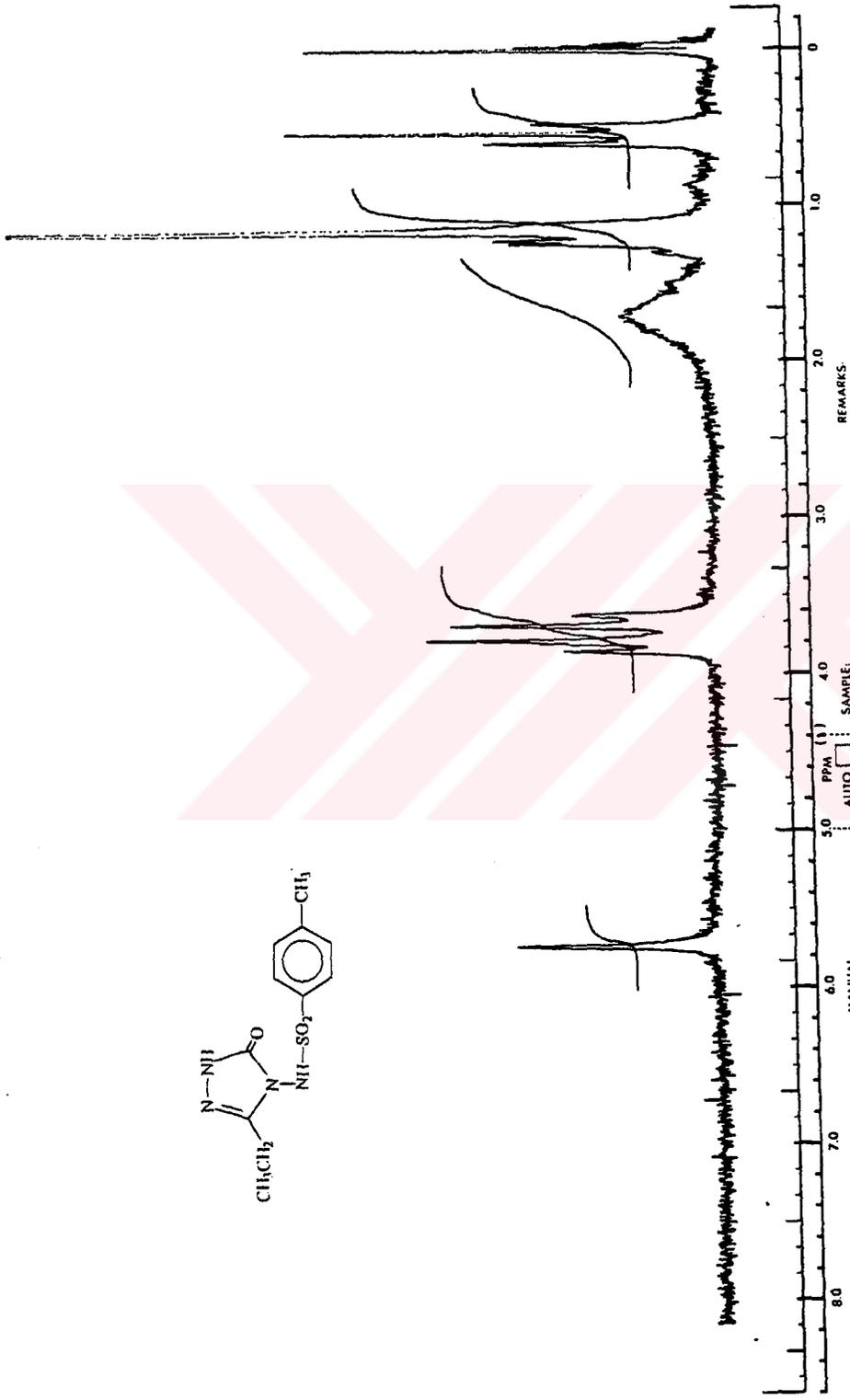
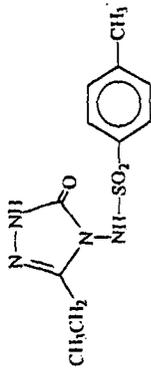
MADE IN U.S.A.

OPERATOR:
 DATE:
 CHART S-60T

60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.



Ek Şekil 87. 98 Bileşiminin IR Spektrumu



REMARKS: 60 MHz NMR SPECTRUM NO.

PPM (τ) 8.0 7.0 6.0 5.0 4.0 3.0 2.0 1.0 0

MANUAL AUTO SAMPLE: DMSO-d₆

SWEEP TIME (SEC) 50 (250)

SWEEP WIDTH (MHz) 25 (500)

FILTER 13343673 (?)

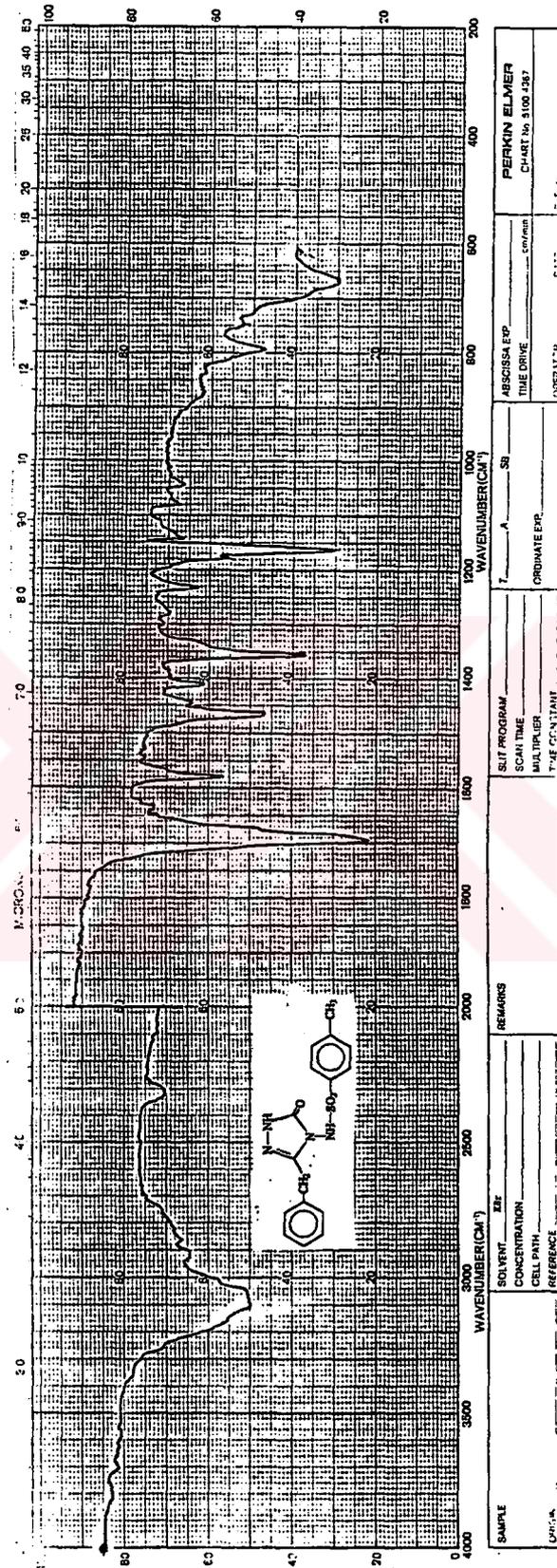
RF POWER LEVEL (?)

SPINNING RATE (RPS) (.05)

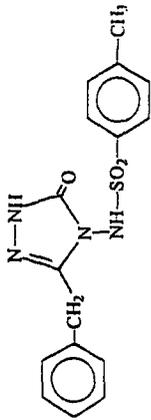
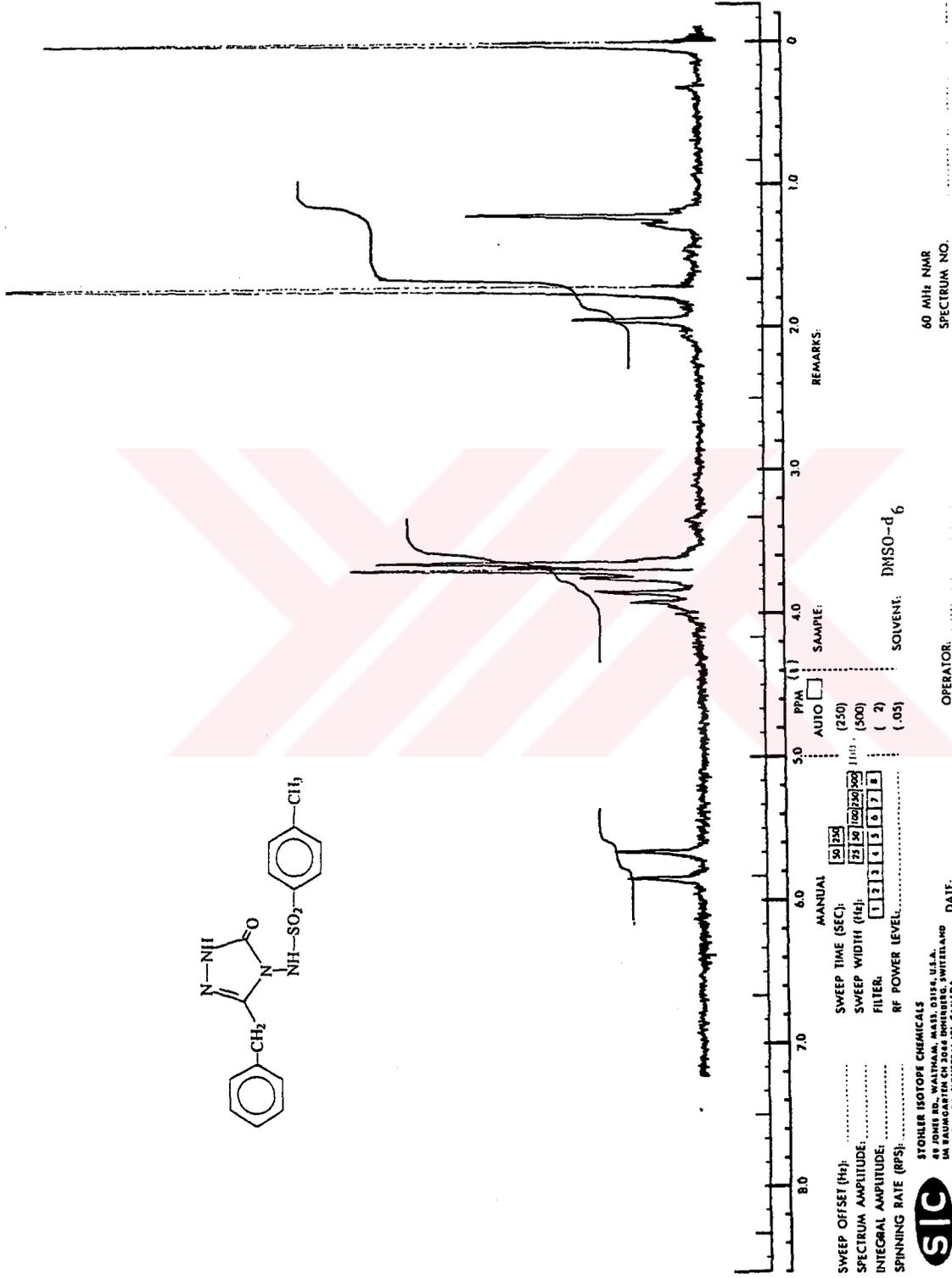
OPERATOR: DATE: CHART S-60T

STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 45 JOHNIE RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 14 BAUMGARTEN CH 3048 DIRMENZ, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1124, MONTREAL, QUEBEC, CANADA
 PRINTED IN U.S.A.

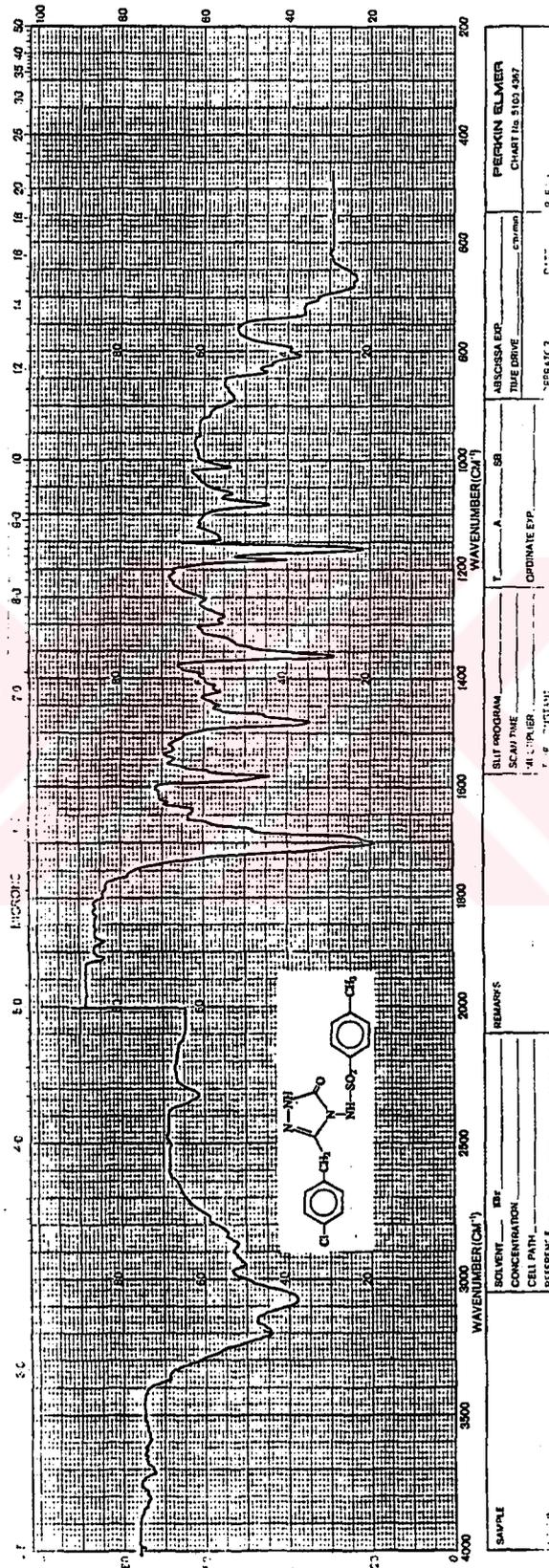
Ek Şekil 88. 98 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



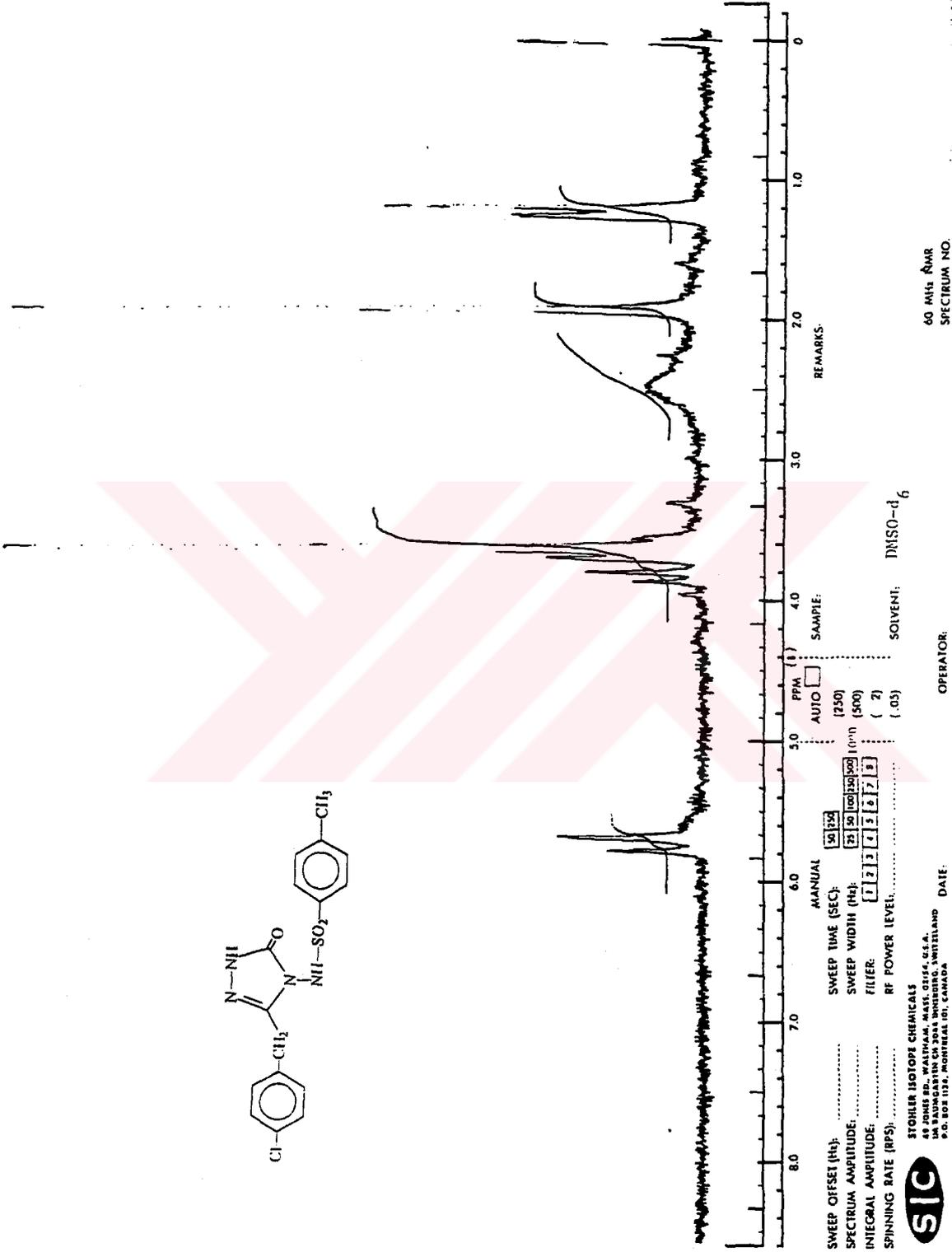
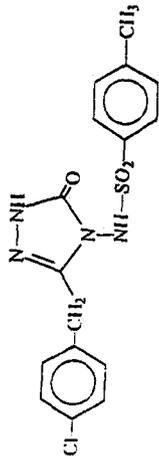
Ek Şekil 89. 99 Bileşiğinin IR Spektrumu



Ek Şekil 90. 99 Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 91. 100 Bileşiğinin IR Spektrumu



SIC STOHLE ISOTOPE CHEMICALS
 49 JONES RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 148 BAUMGARTEN CH 3044 UNTERBURG, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1134, MONTREAL 101, CANADA
 PRINTED IN U.S.A.

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

MANUAL SWEEP TIME (SEC): 50 [34]
 SWEEP WIDTH (MHz): 12 [50] 100 [100] 100 [100]
 FILTER: 1 [2] 3 [4] 5 [2] 7 [8]
 RF POWER LEVEL:

AUTO [] SAMPLE:
 (250)
 (500)
 (2)
 (.05)

SOLVENT: DMSO-d₆

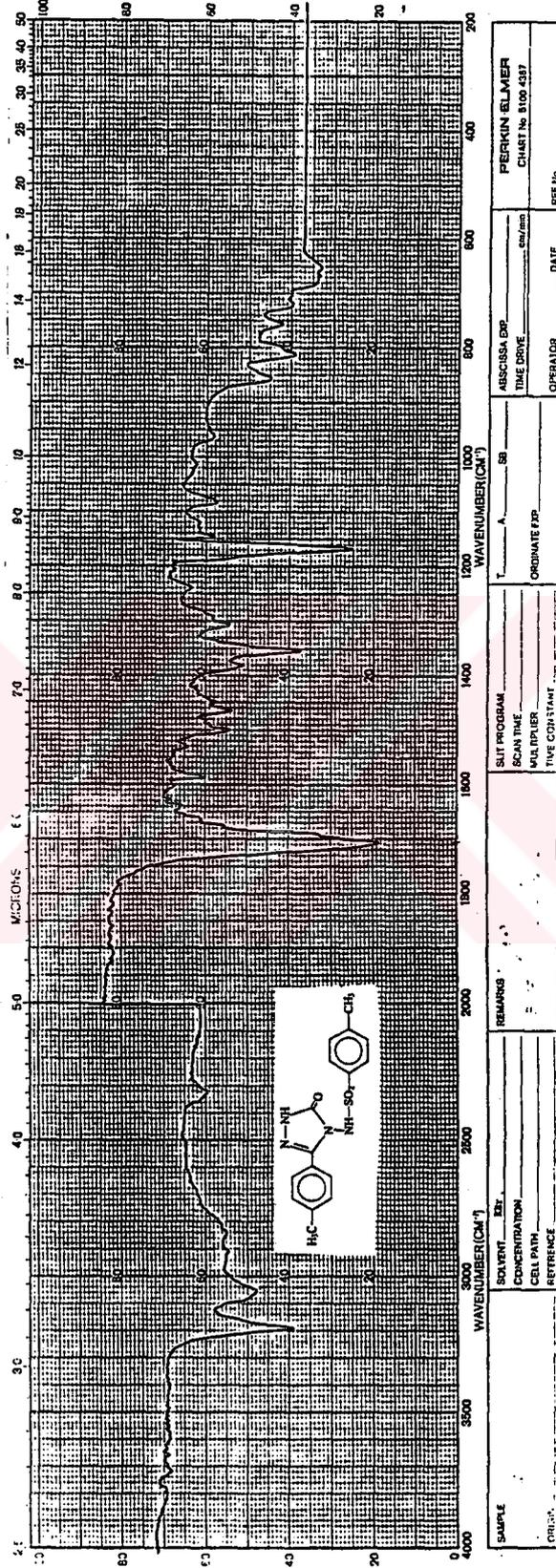
OPERATOR:
 DATE:

60 MHz NMR SPECTRUM NO.

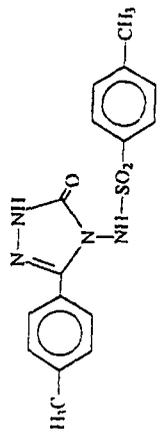
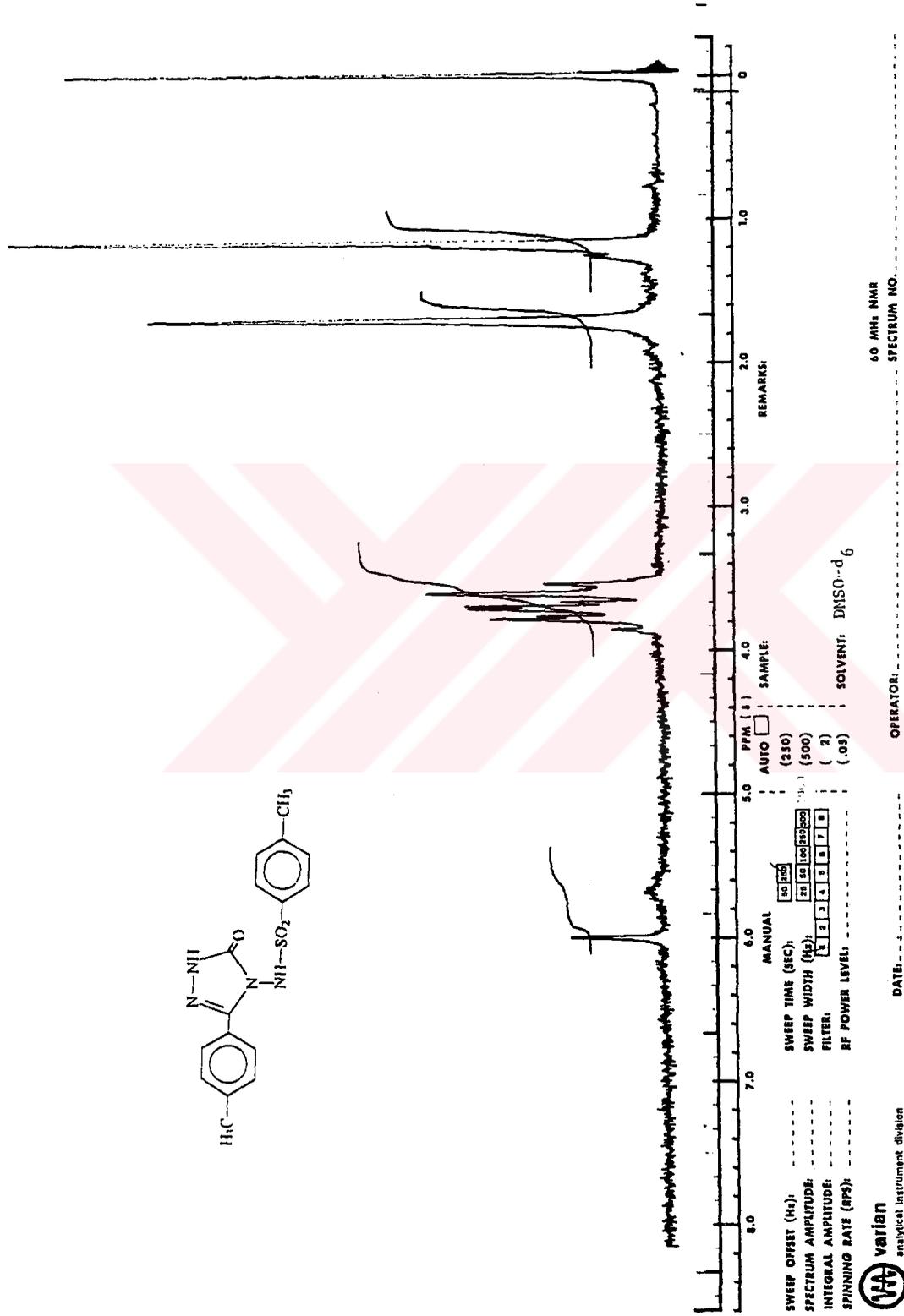
REMARKS:

CHART S-60T

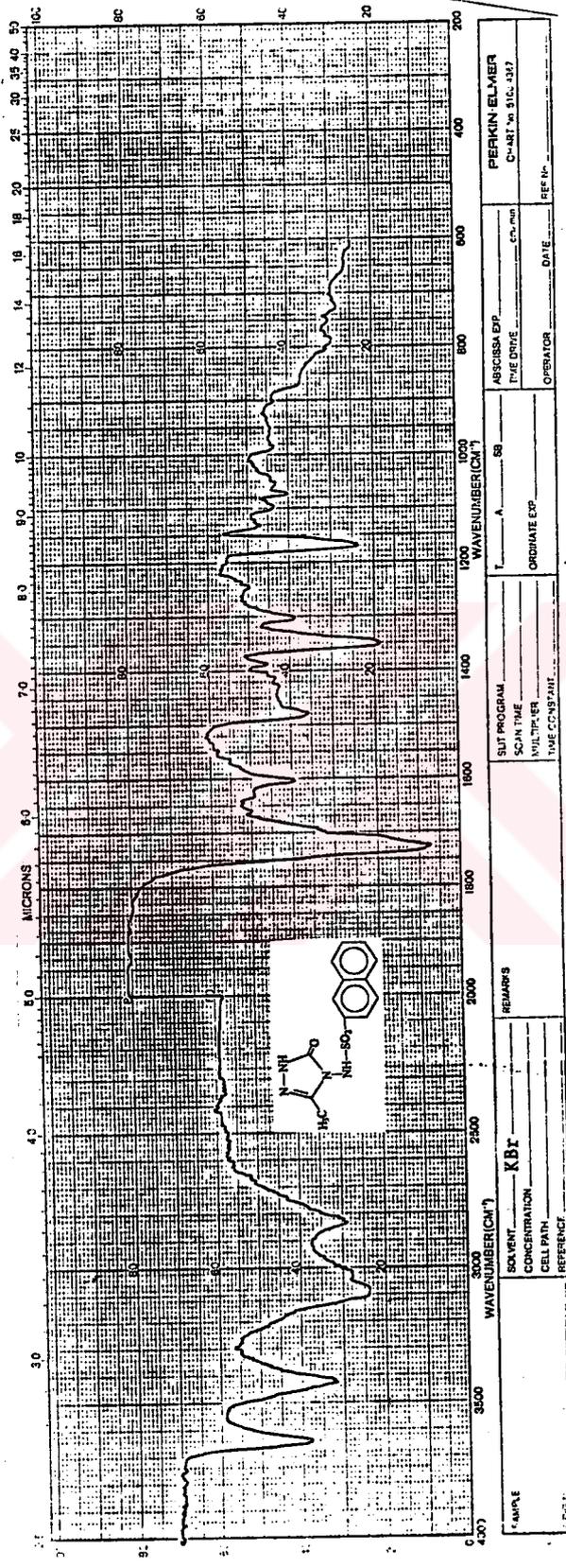
Ek Şekil 92. 100 Bileşiminin 1H NMR (DMSO-d6) Spektrumu



Ek Şekil 93. 101 Bileşiminin IR Spektrumu

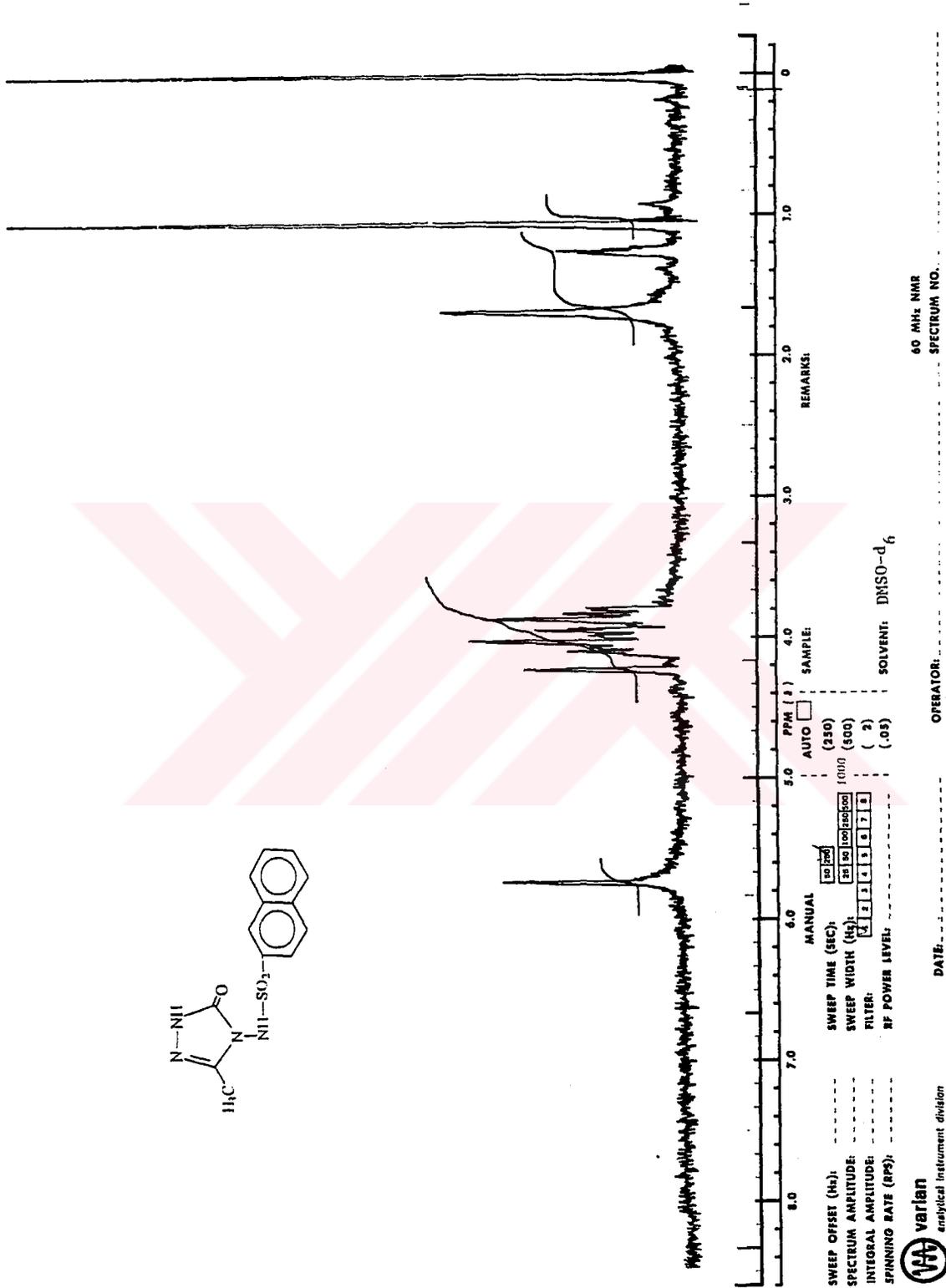
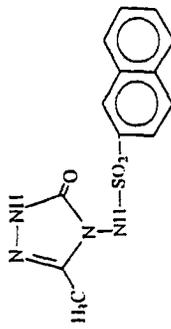


Ek Şekil 94. 101 Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

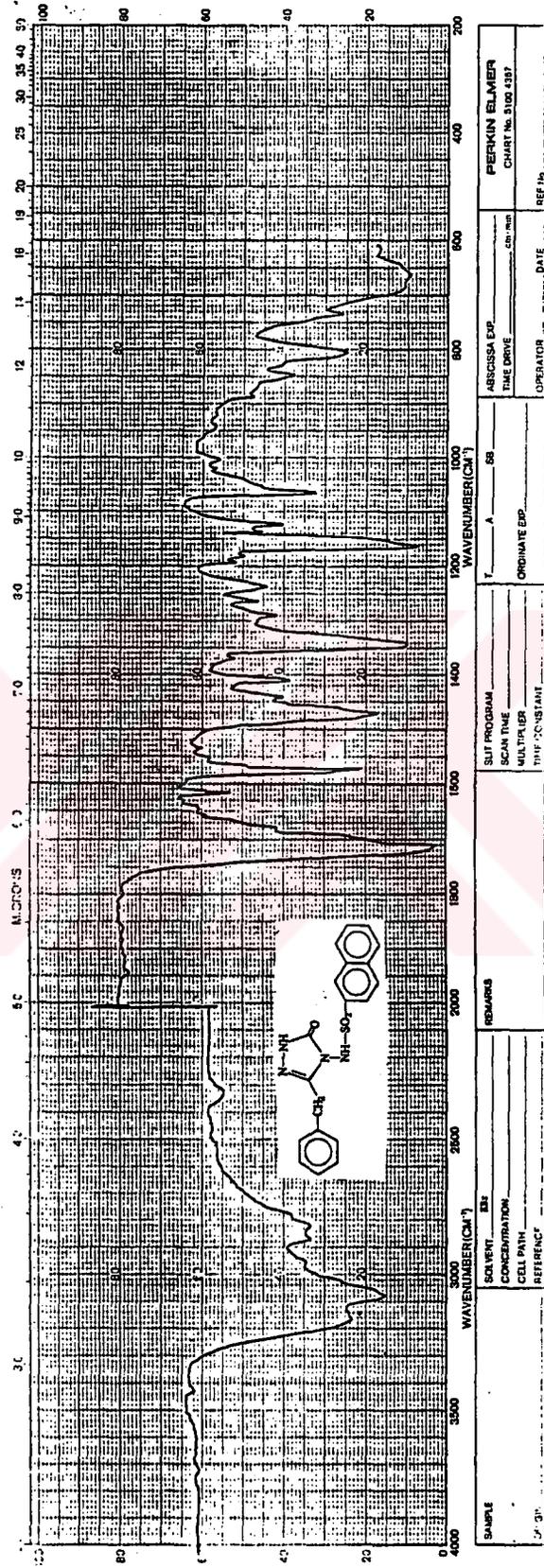


Ek Şekil 95. 103 Bileşiğinin IR Spektrumu

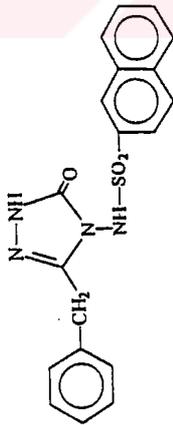
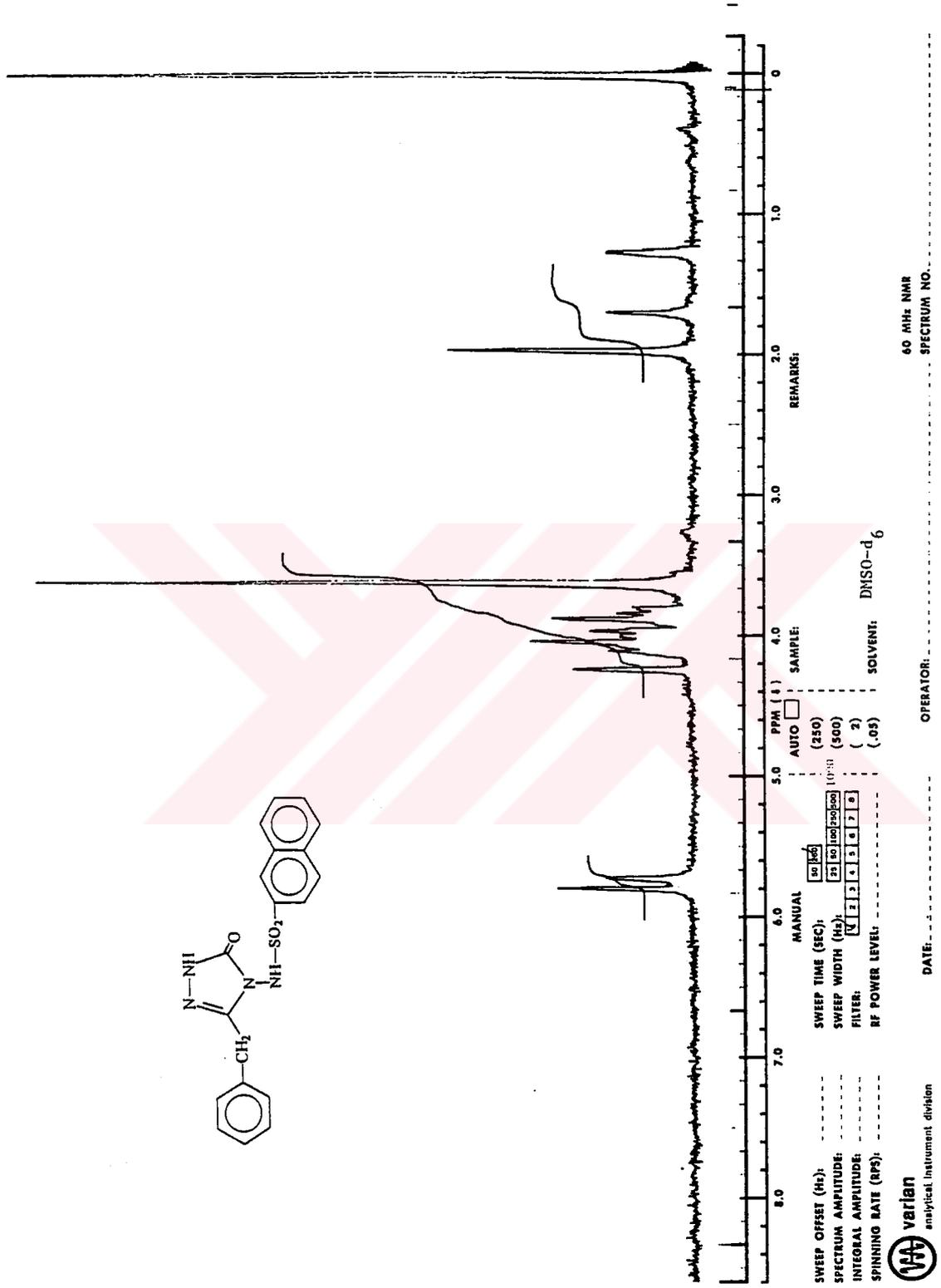
SAMPLE		REMARKS		PERKIN ELMER	
SOLVENT		KBr		C-ART No 810-137	
CONCENTRATION				ABSCISSA EXP.	
CELL PATH				TYPE DRIVE	
REFERENCE				OPERATOR	
				DATE	
				REF No.	
				SLOT PROGRAM	
				SCAN TIME	
				MULTIPLIER	
				ORDINATE EXP.	
				TIME CONSTANT	
				T	
				A	
				80	



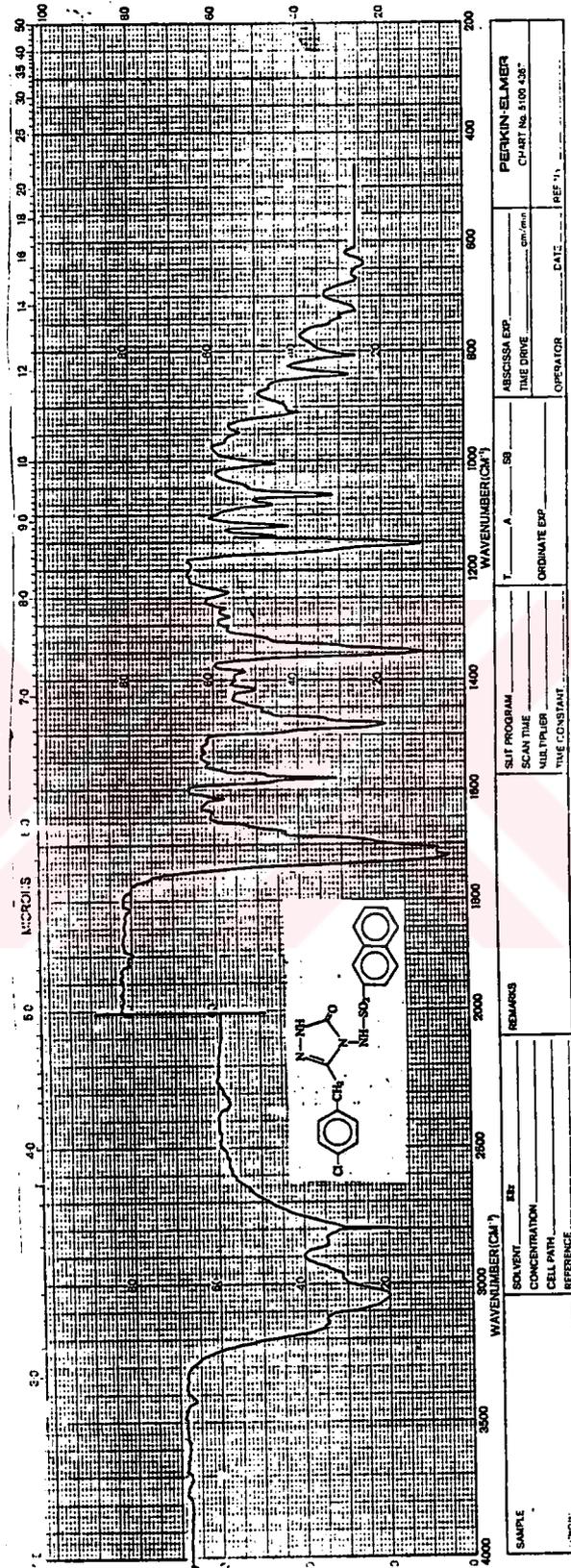
Ek Şekil 96. 103 Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



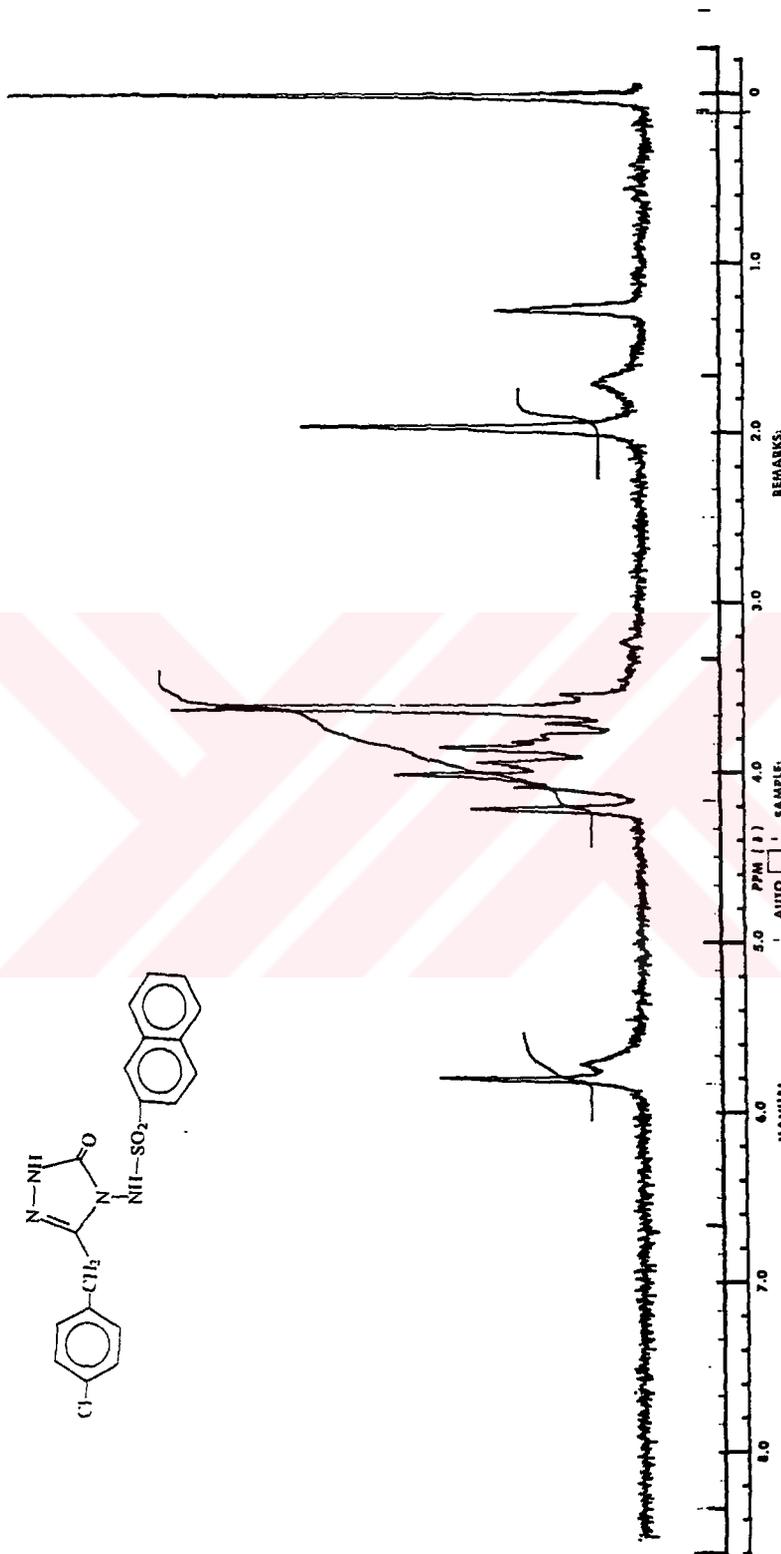
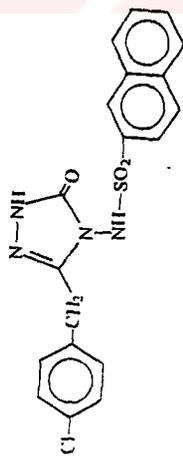
Ek Şekil 97. 104 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Şekil 98. 104 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 99. 105 Bileşinin IR Spektrumu

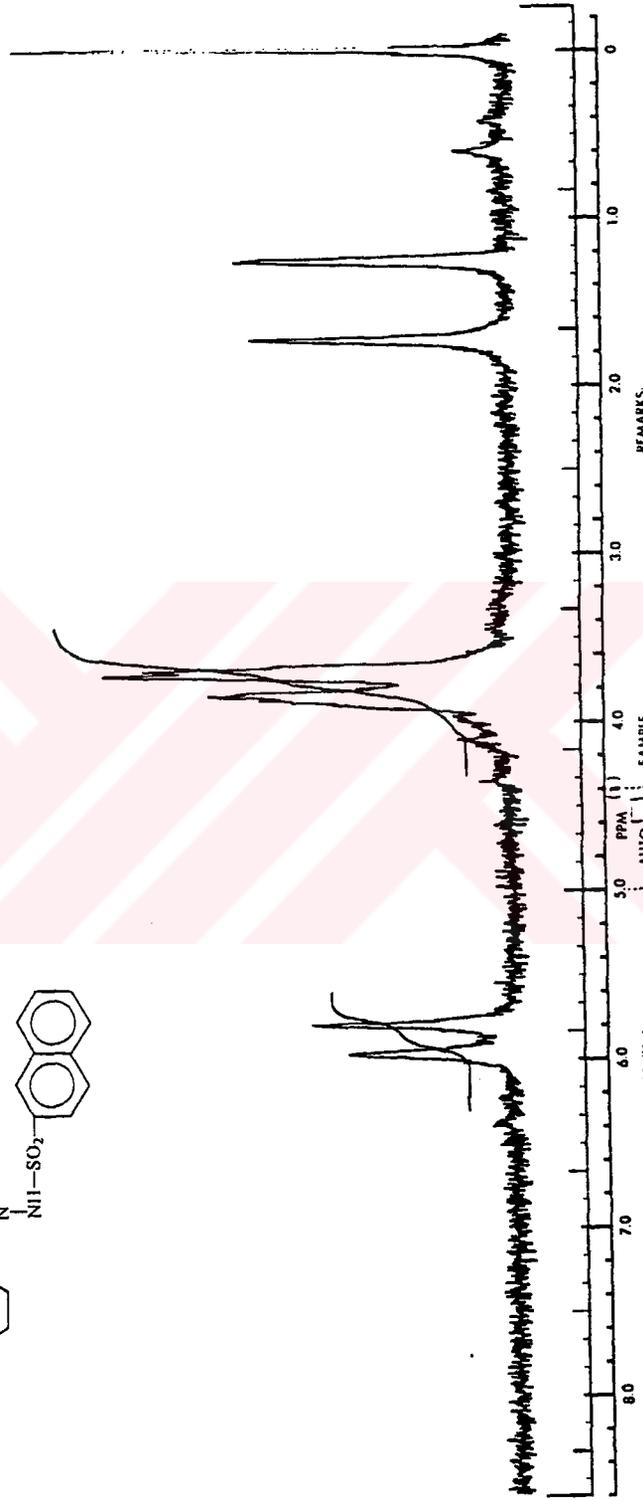
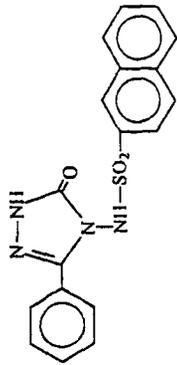


SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL AUTO SAMPLE:
 SWEEP TIME (SEC): (350)
 SWEEP WIDTH (Hz): (500)
 FILTER: (2)
 RF POWER LEVEL: (.05) SOLVENT: DMSO-d₆

 **varian**
 analytical instrument division

DATE: OPERATOR: 60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.:

Ek Şekil 100. 105 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



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

ANNUAL SWEEP TIME (SEC): 20 (20)
 SWEPT WIDTH (Hz): 100 (100) 500 (500)
 FILTER: 2 3 4 5 6 7 8
 RF POWER LEVEL:
 SOLENTS: DMSO-d₆

REMARKS:

60 MHz NMR
SPECTRUM NO.

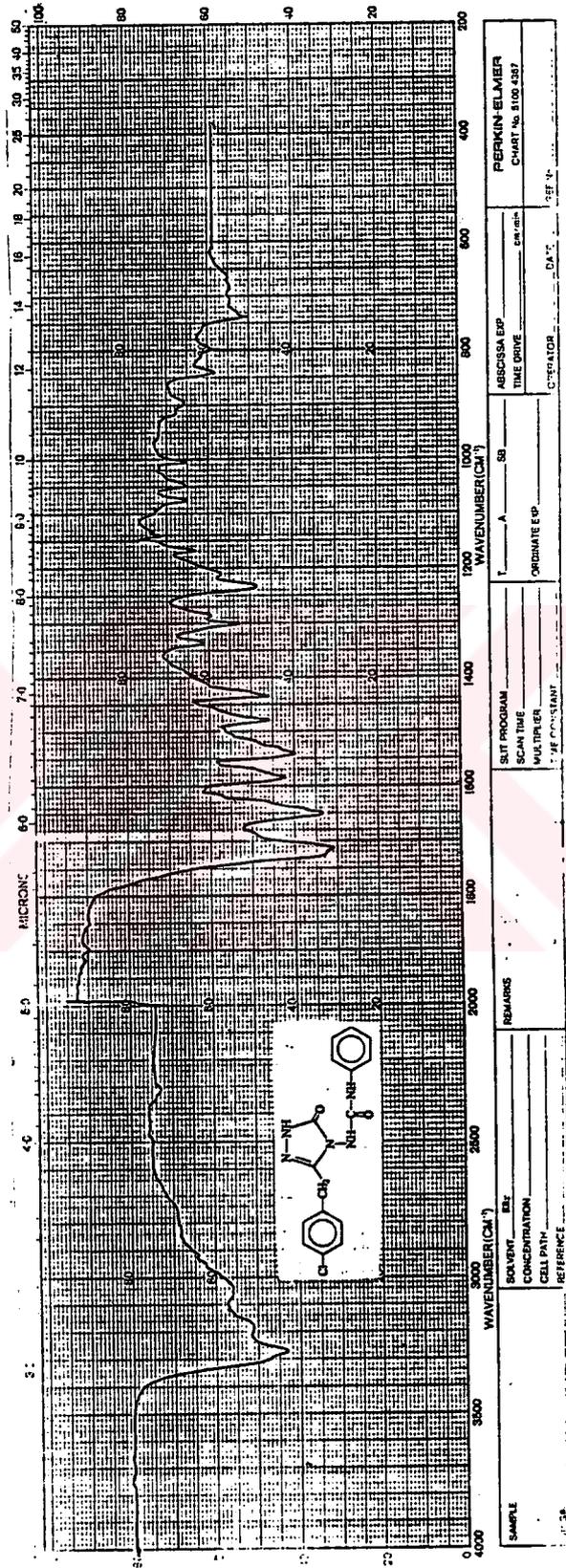
OPERATOR:

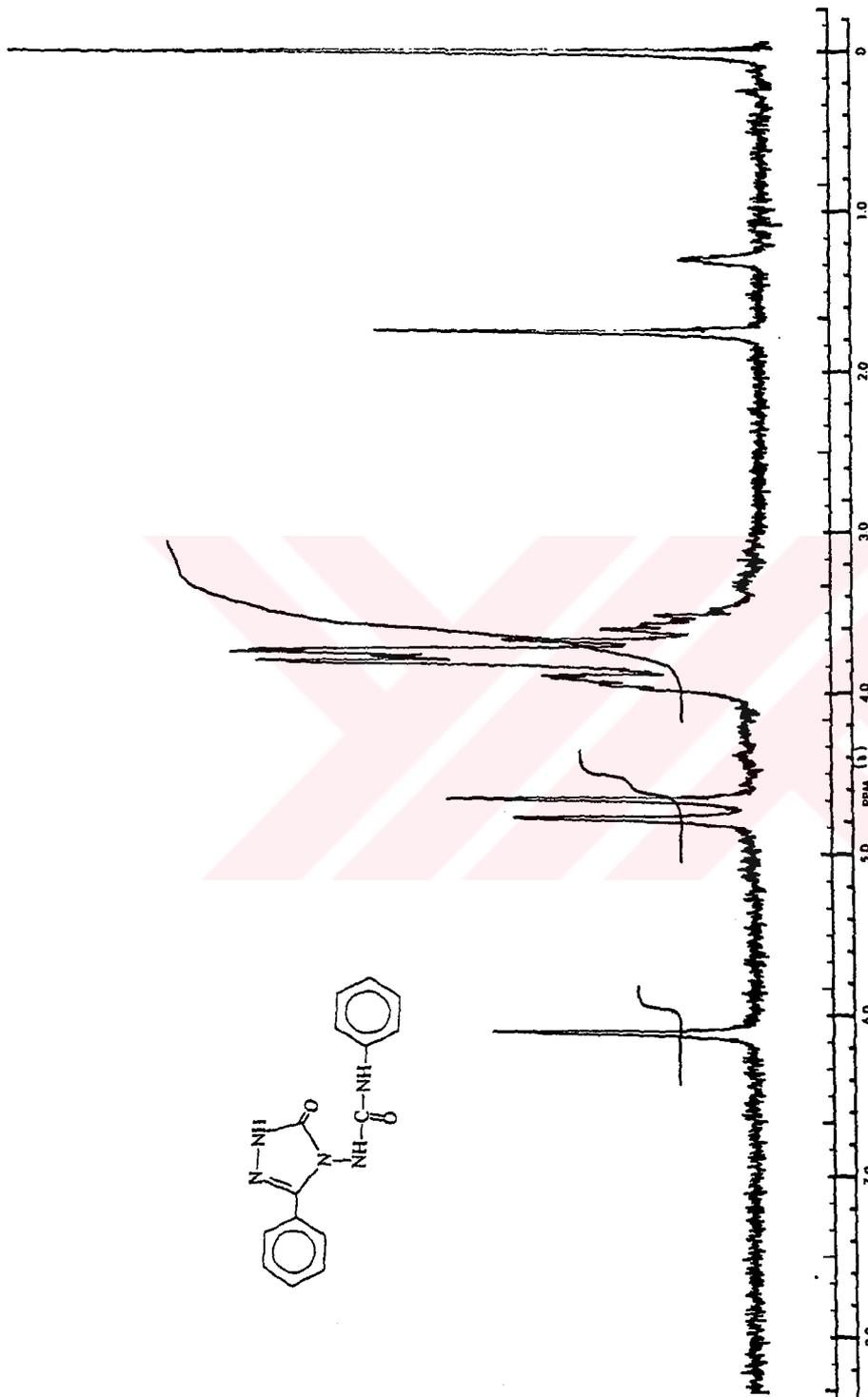
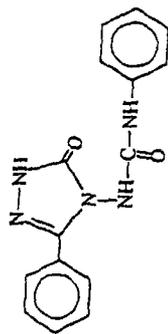
CHART 5-60T

STORLER ISOTOPE CHEMICALS
 47 JONES RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 54 SAUGBRIDGE CH 304, BURLINGAME, CALIFORNIA
 P.O. BOX 1104, MONTREAL, QUEBEC, CANADA



Ek Şekil 102. 106 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

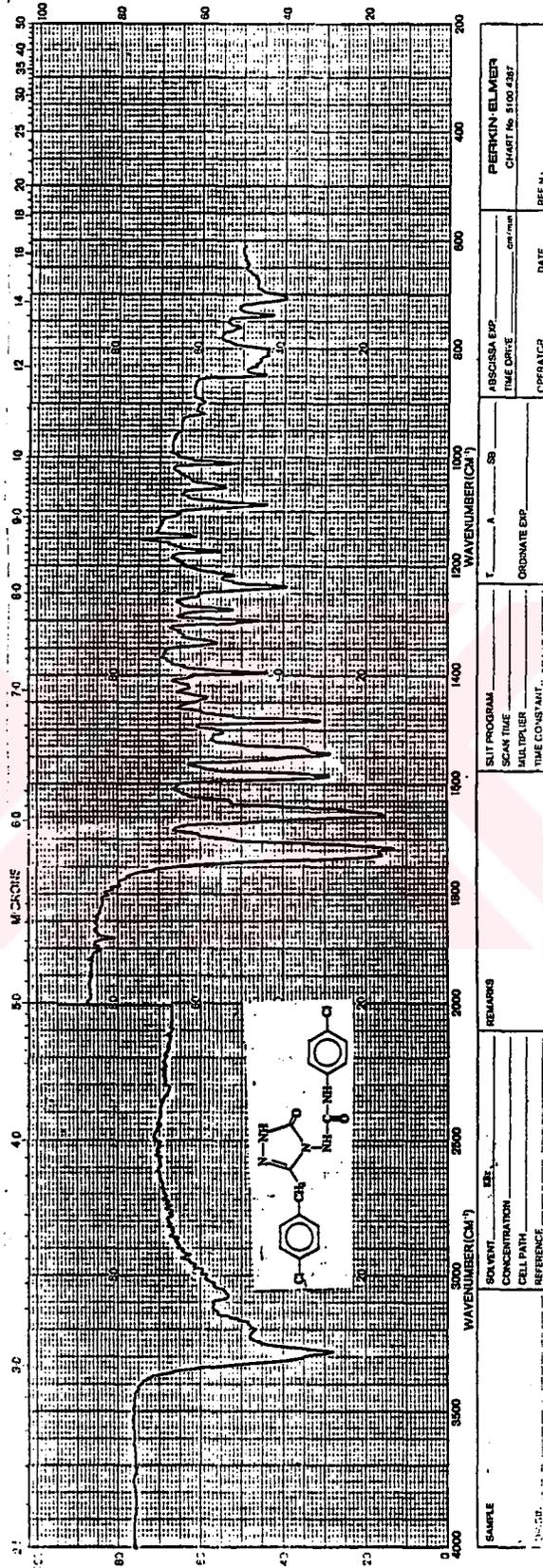




SWEEP OFFSET (Hz):
 SPECTRUM AMPLITUDE:
 INTEGRAL AMPLITUDE:
 SPINNING RATE (RPS):
 MANUAL: SWEEP TIME (SEC): 50 [34]
 AUTO: SWEET WIDTH (Hz): 20 [50] [00] [25] [50]
 FILTER: 2 [1] [3] [1] [3] [0] [7] [0]
 RF POWER LEVEL: (2)
 SAMPLE: SOLVENT: DMSO-d₆
 OPERATOR: DATE:
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.
 STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 47 JONCE RD., WATZHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 144 BAUGARTEN CH 1204 MONTREUX, SWITZERLAND
 P. O. BOX 133, MONTREAL 10, CANADA
 PRINTED IN U.S.A.

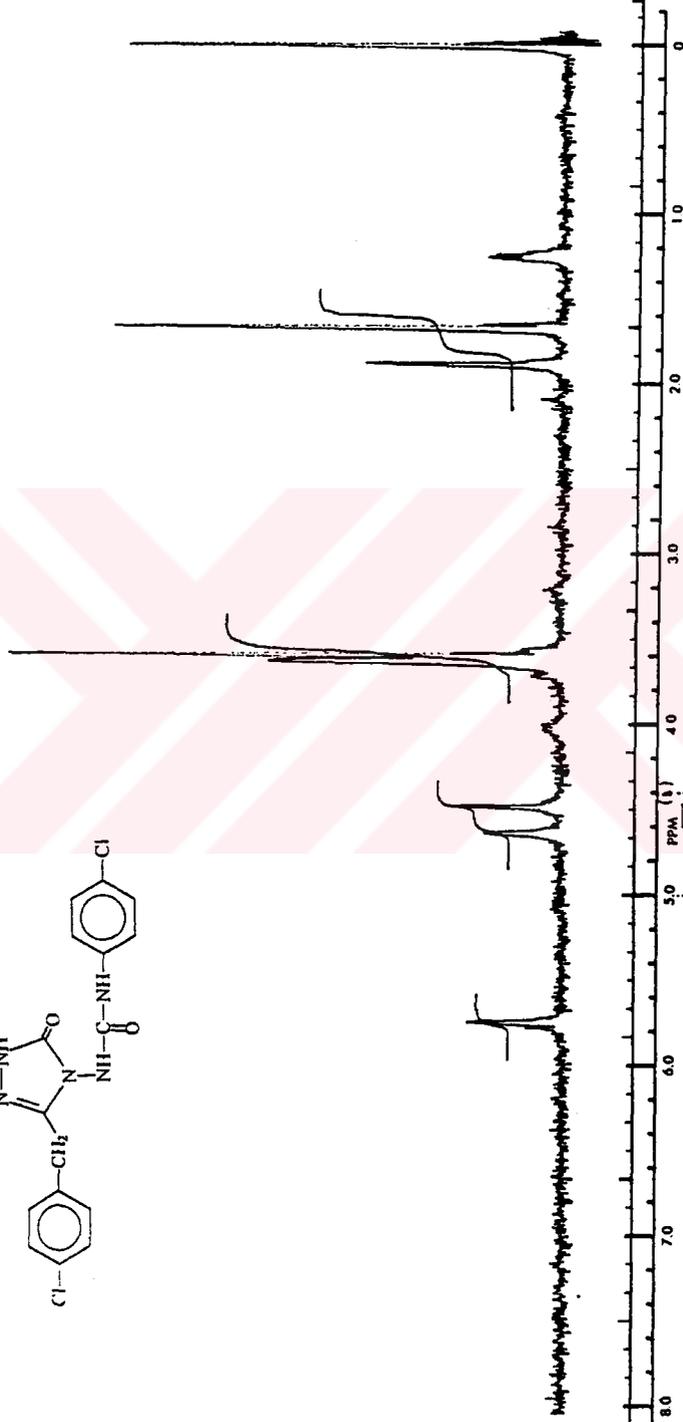
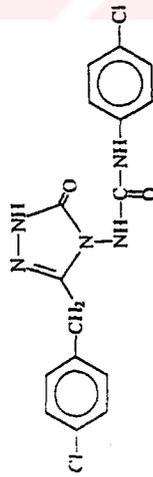
CHART S-60T

Ek Şekil 106. 109 Bileşiminin 1H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 107. 110 Bileşinin IR Spektrumu

SAMPLE NO. _____ DATE _____	SOLVENT _____ CONCENTRATION _____ CELL PATH _____ REFERENCE _____	REMARKS _____ _____ _____	SLIT PROGRAM _____ SCAN TIME _____ MULTIPLIER _____ TIME CONSTANT _____	T _____ A _____ SB _____ ORDINATE EXP _____ C/P/RATIO _____ DATE _____	PERKIN-ELMER CHART No. 5100 4387 REF. No. _____
-----------------------------------	--	------------------------------------	--	--	---

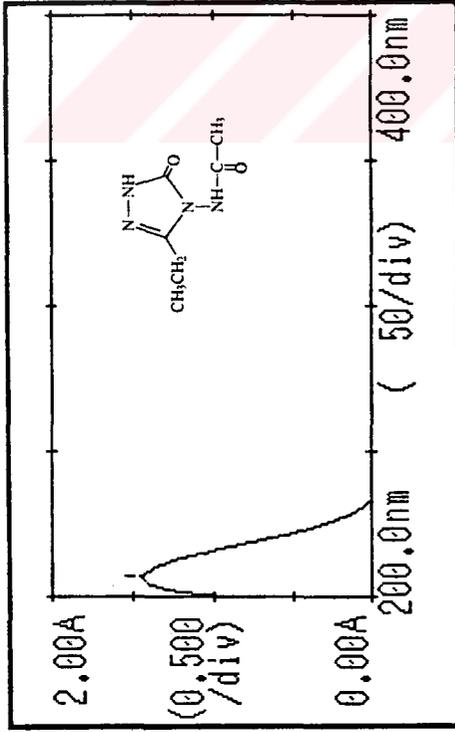


SWEEP OFFSET (Hz)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SPINNING RATE (RPS)
 MANUAL AUTO SAMPLE
 SWEEP TIME (SEC): (250)
 SWEEP WIDTH (Hz): (250) (500)
 FILTER: (1) (2) (3) (4) (5) (6) (7) (8)
 RF POWER LEVEL: (05) SOLVENT: DMSO-d₆
 OPERATOR: DATE:
 60 MHz NMR SPECTRUM NO
 REMARKS:
 CHART 5-60T
 PRINTED IN U.S.A.

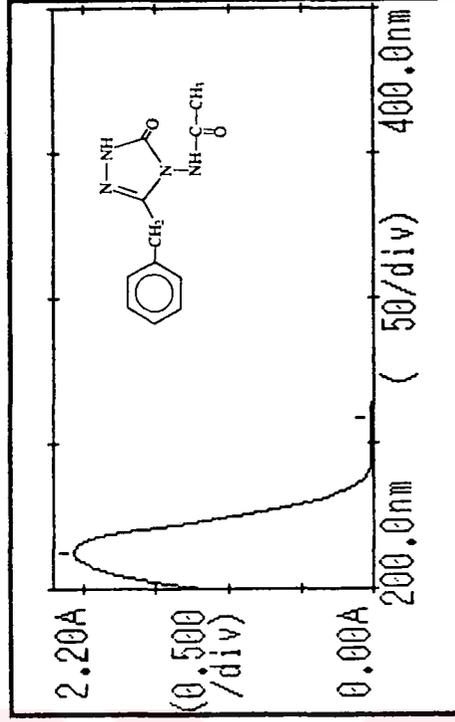


STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 85 JONES RD. WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 IM BAUMGARTEN CH 2024 INDERBERG, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1154, MONTREAL 101, CANADA

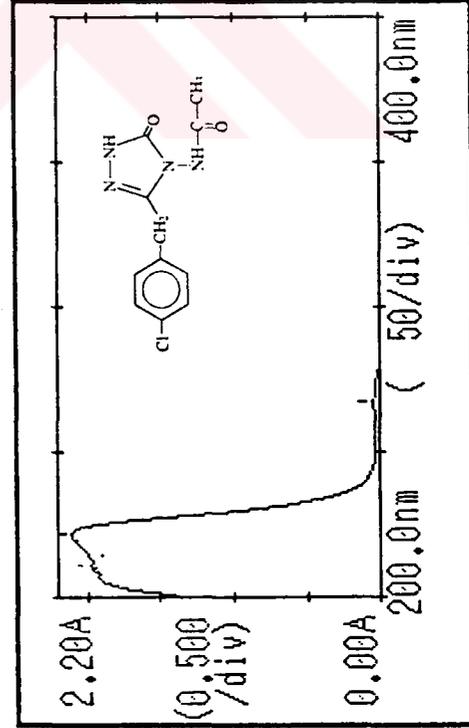
Ek Şekil 108. 110 Bileşiğinin 1H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



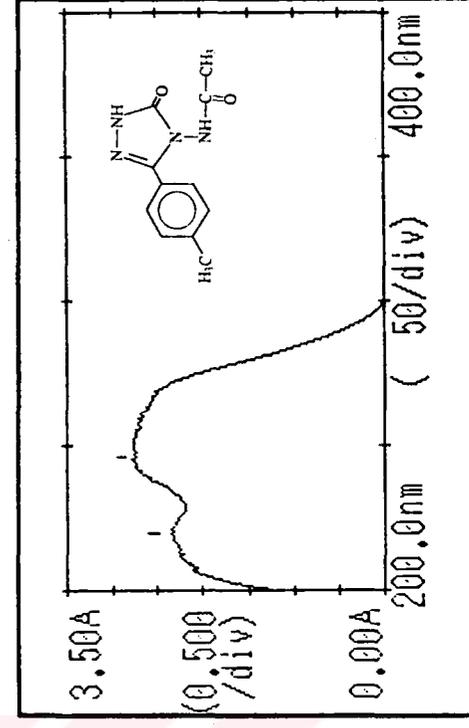
Ek Şekil 109. 41 Bileşiğinin UV Spektrumu



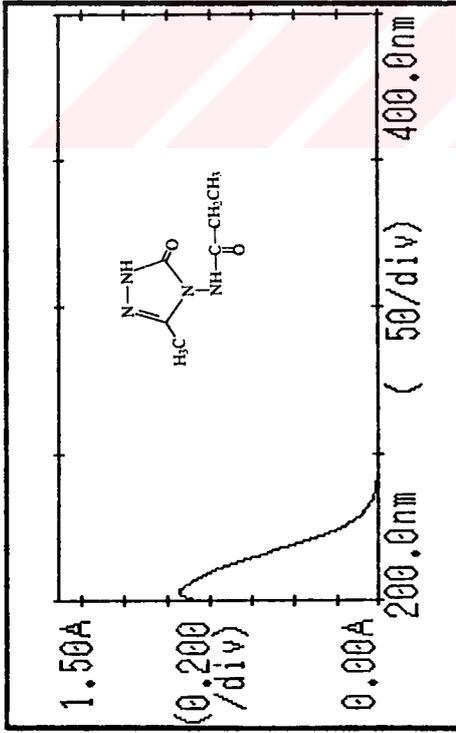
Ek Şekil 110. 42 Bileşiğinin UV Spektrumu



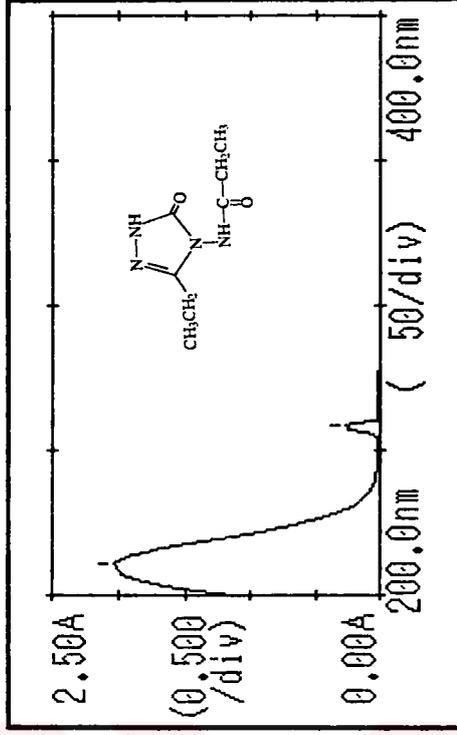
Ek Şekil 111. 43 Bileşiğinin UV Spektrumu



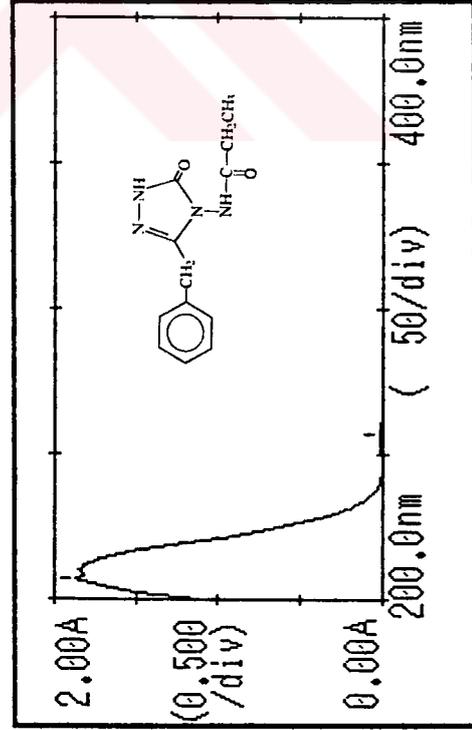
Ek Şekil 112. 44 Bileşiğinin UV Spektrumu



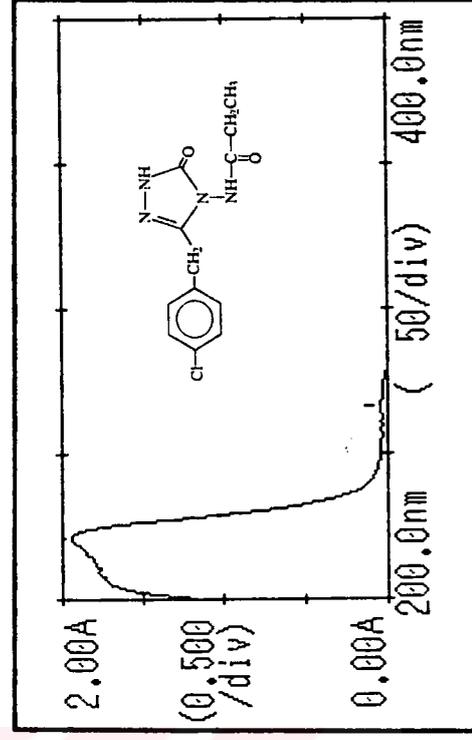
Ek Şekil 113. 46 Bileşiğinin UV Spektrumu



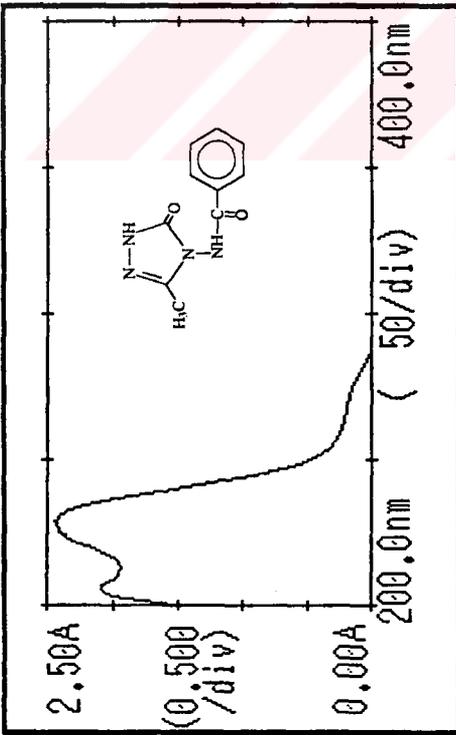
Ek Şekil 114. 47 Bileşiğinin UV Spektrumu



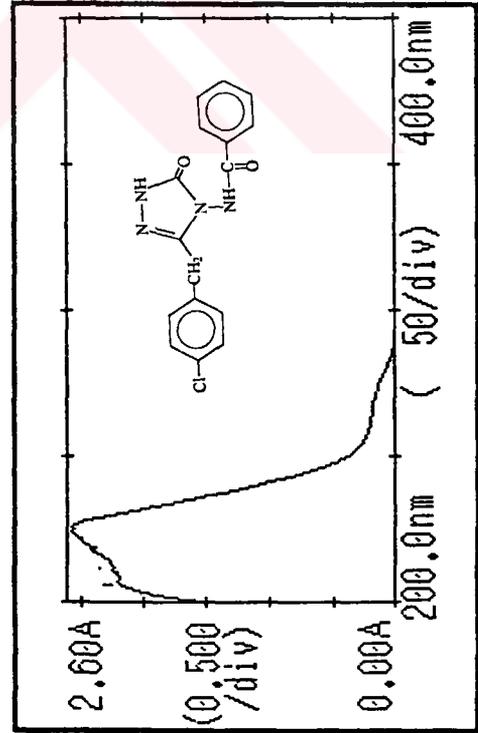
Ek Şekil 115. 48 Bileşiğinin UV Spektrumu



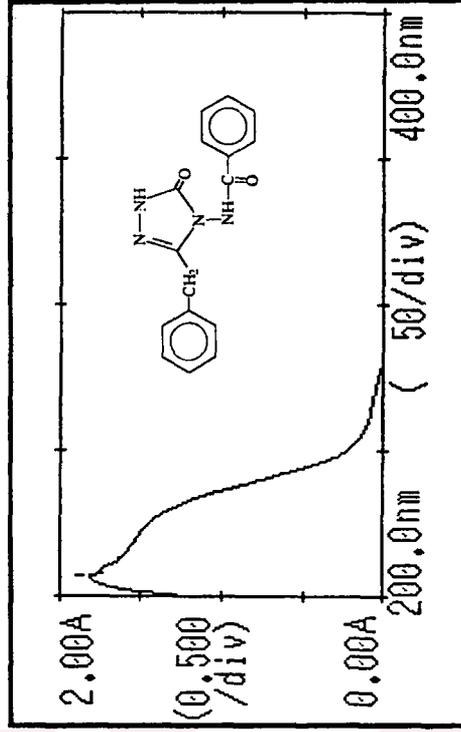
Ek Şekil 116. 49 Bileşiğinin UV Spektrumu



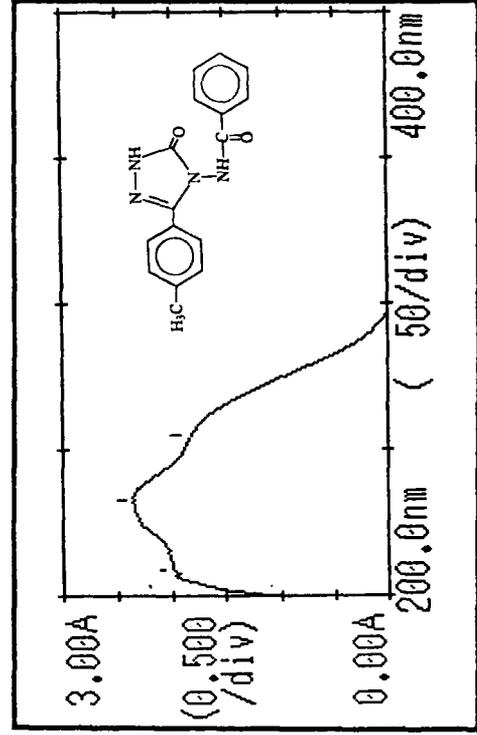
Ek Şekil 117. 51 Bileşiminin UV Spektrumu



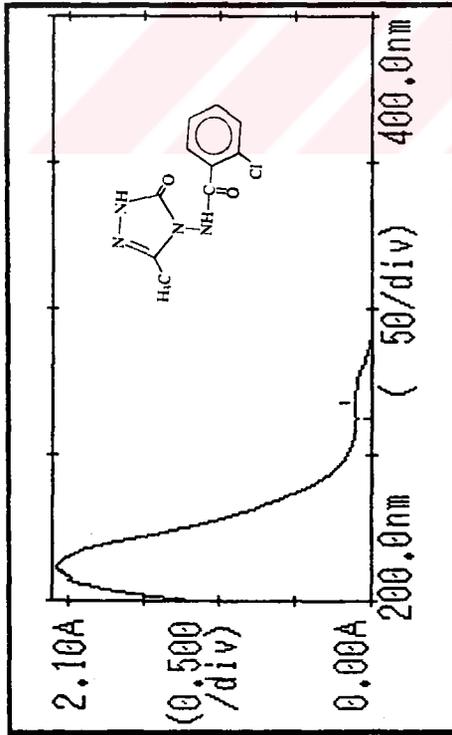
Ek Şekil 119. 53 Bileşiminin UV Spektrumu



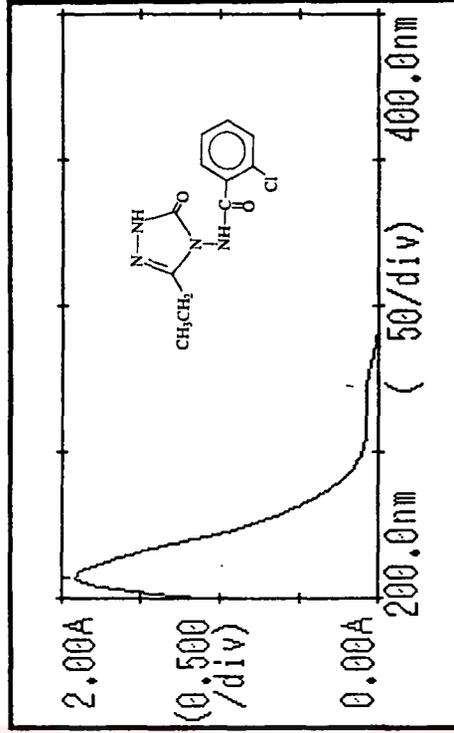
Ek Şekil 118. 52 Bileşiminin UV Spektrumu



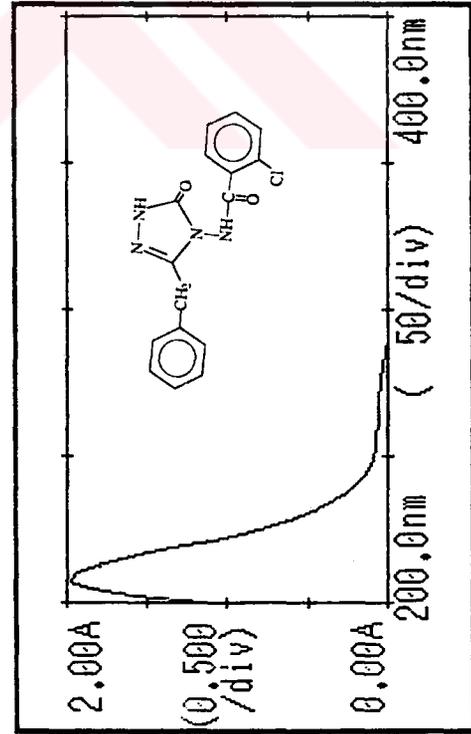
Ek Şekil 120. 54 Bileşiminin UV Spektrumu



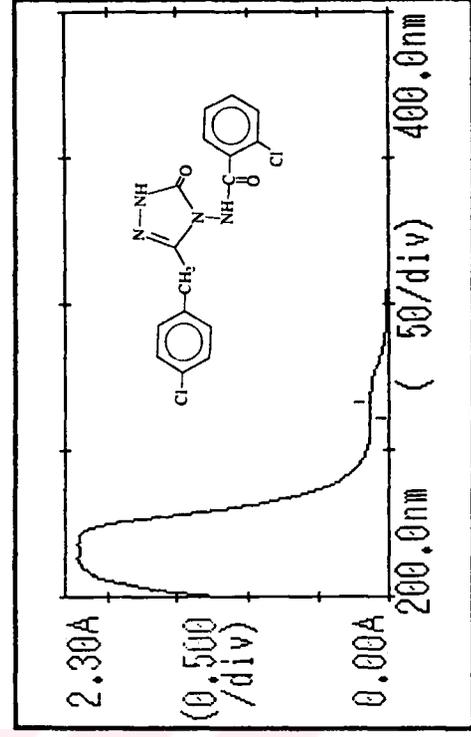
Ek Şekil 121. 56 Bileşinin UV Spektrumu



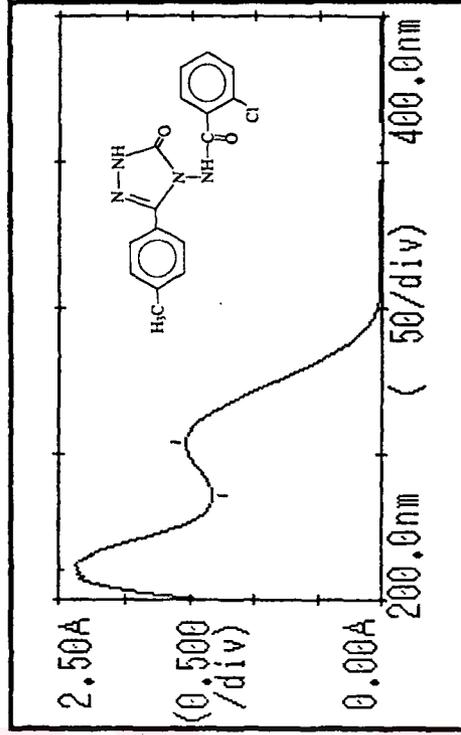
Ek Şekil 122. 57 Bileşinin UV Spektrumu



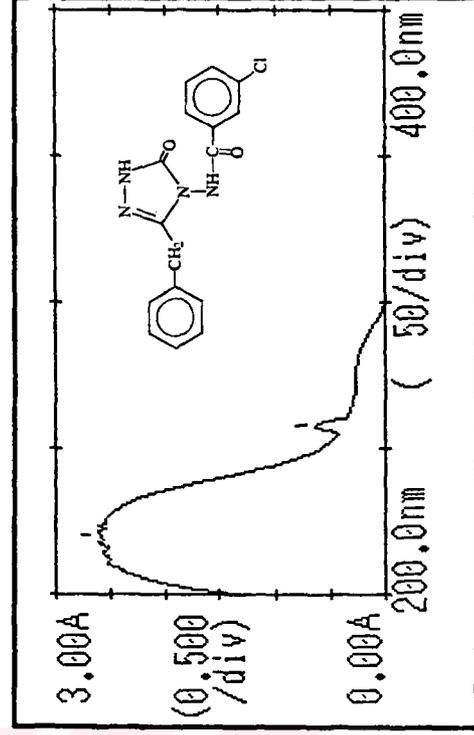
Ek Şekil 123. 58 Bileşinin UV Spektrumu



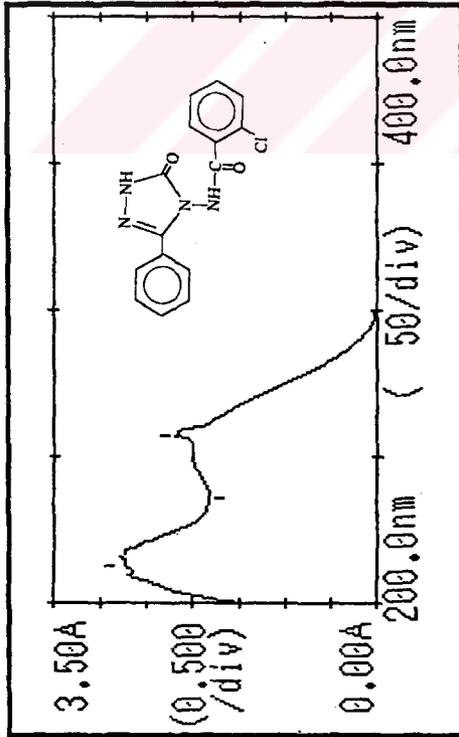
Ek Şekil 124. 59 Bileşinin UV Spektrumu



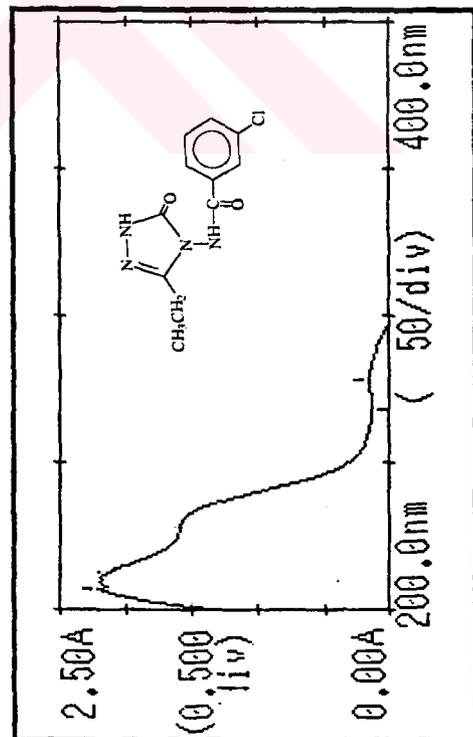
Ek Şekil 126. 61 Bileşiğinin UV Spektrumu



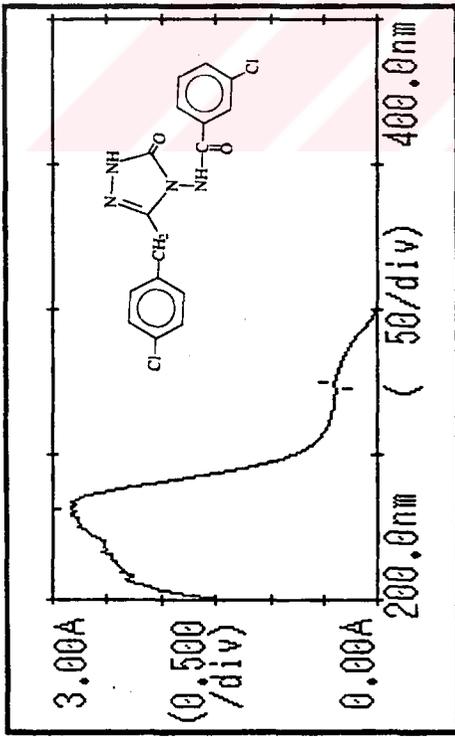
Ek Şekil 128. 64 Bileşiğinin UV Spektrumu



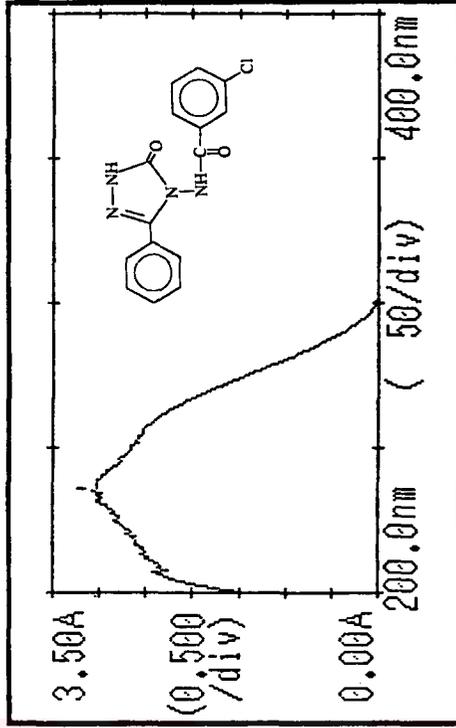
Ek Şekil 125. 60 Bileşiğinin UV Spektrumu



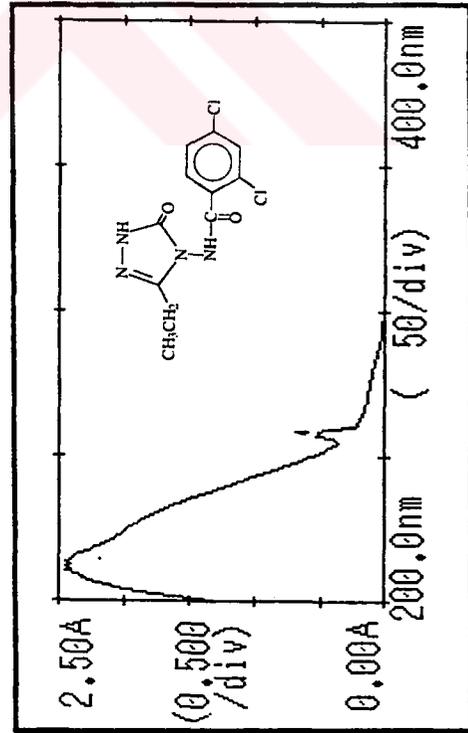
Ek Şekil 127. 63 Bileşiğinin UV Spektrumu



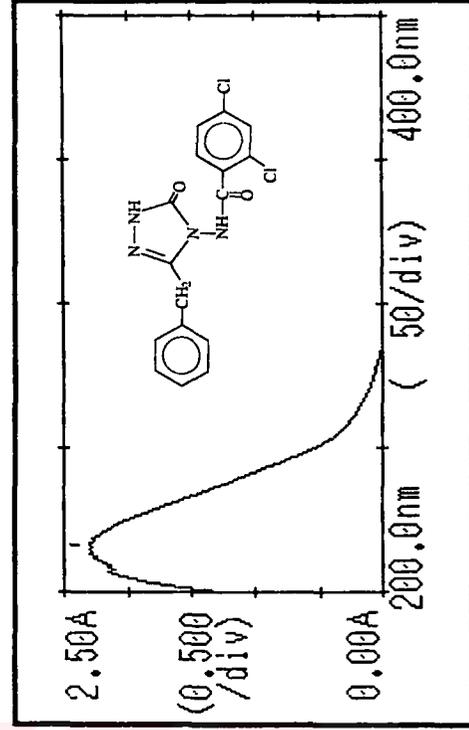
Ek Şekil 129. 65 Bileşiğinin UV Spektrumu



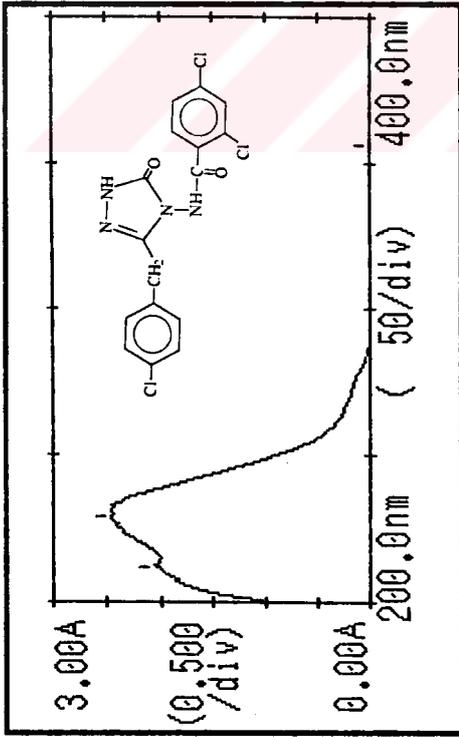
Ek Şekil 130. 66 Bileşiğinin UV Spektrumu



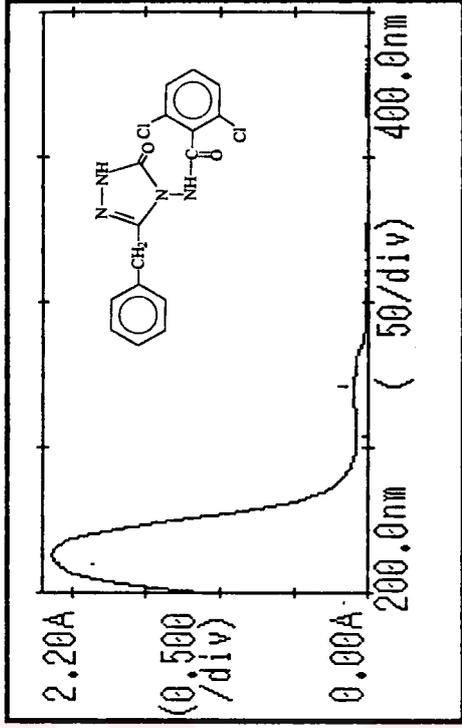
Ek Şekil 131. 68 Bileşiğinin UV Spektrumu



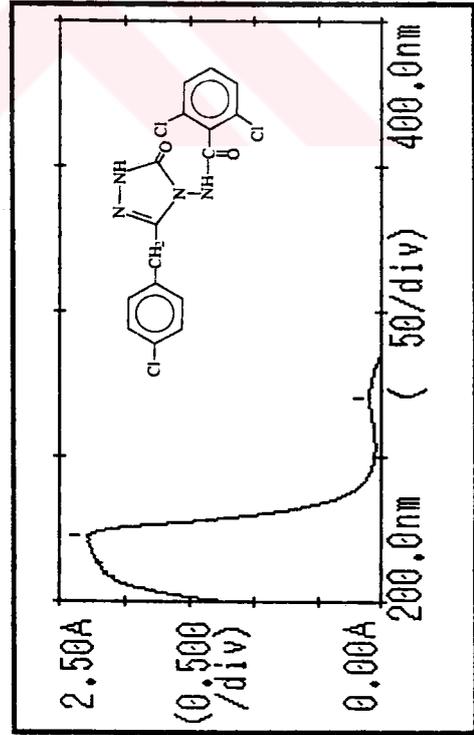
Ek Şekil 132. 69 Bileşiğinin UV Spektrumu



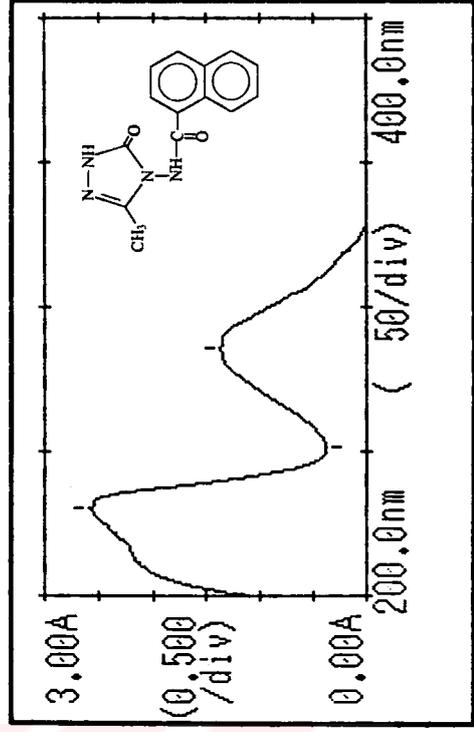
Ek Şekil 133. 70 Bileşinin UV Spektrumu



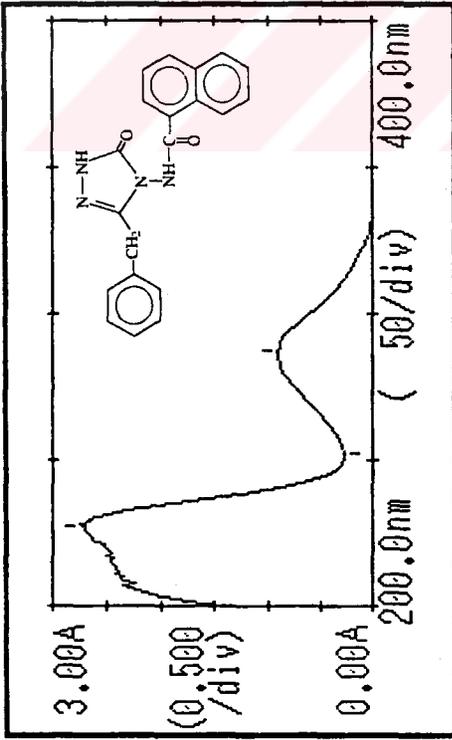
Ek Şekil 134. 72 Bileşinin UV Spektrumu



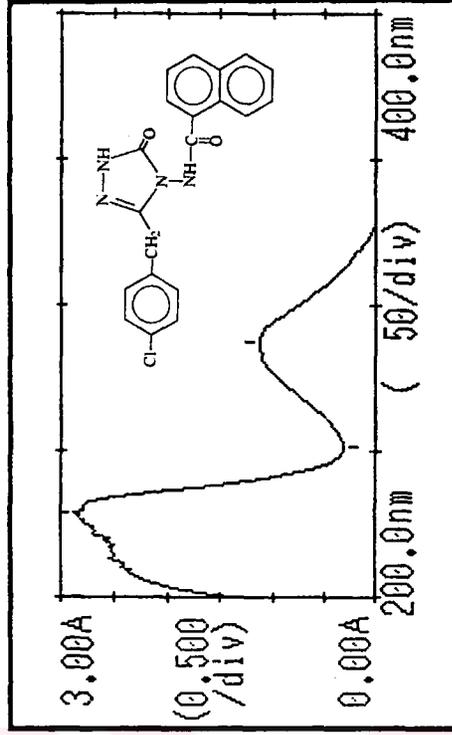
Ek Şekil 135. 73 Bileşinin UV Spektrumu



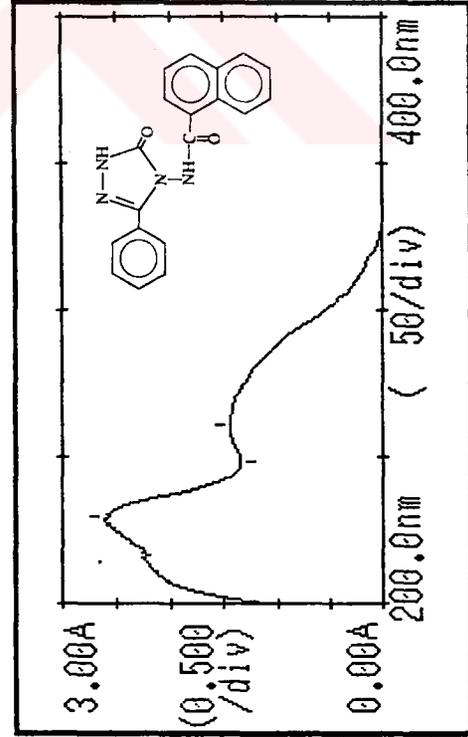
Ek Şekil 136. 75 Bileşinin UV Spektrumu



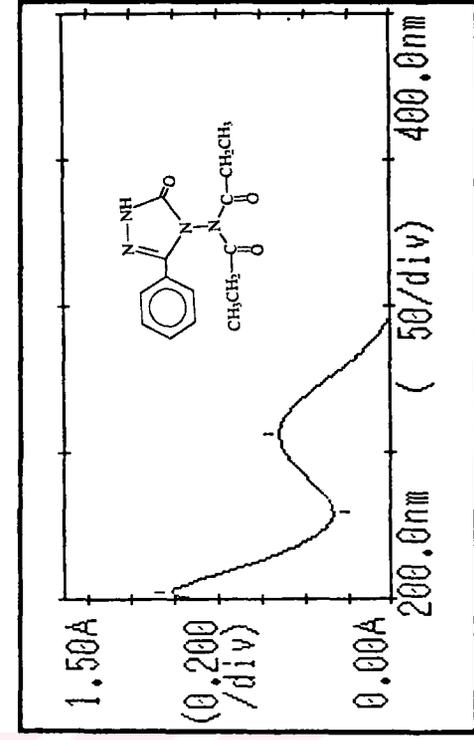
Ek Şekil 137. 76 Bileşiminin UV Spektrumu



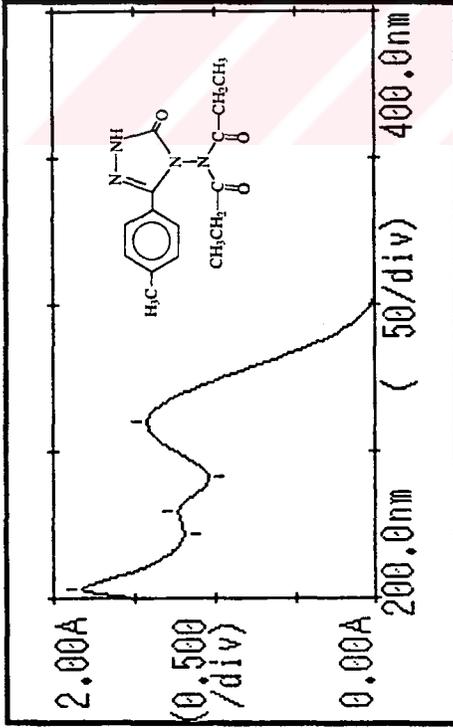
Ek Şekil 138. 77 Bileşiminin UV Spektrumu



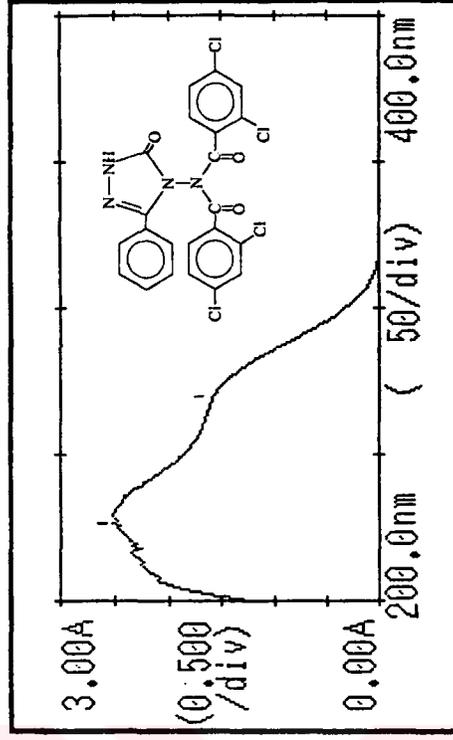
Ek Şekil 139. 78 Bileşiminin UV Spektrumu



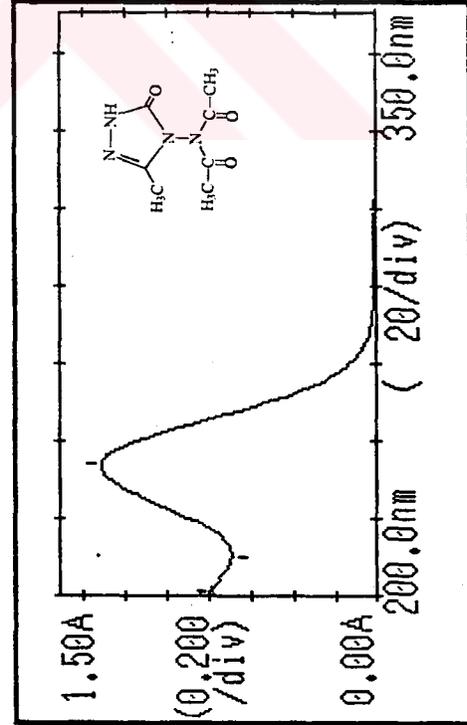
Ek Şekil 140. 83 Bileşiminin UV Spektrumu



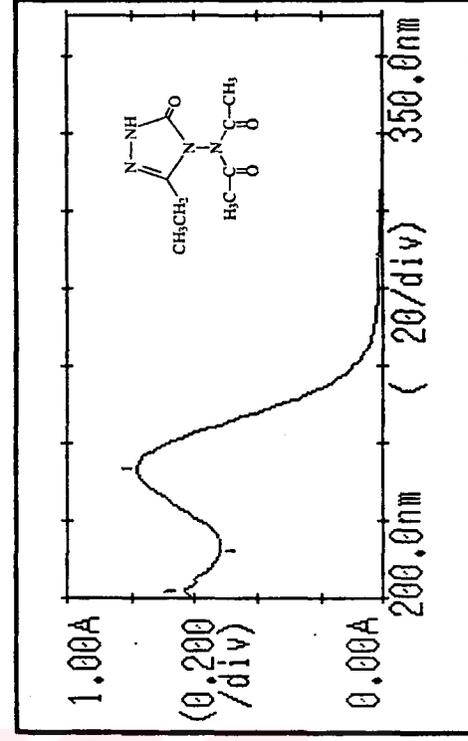
Ek Şekil 141. 84 Bileşinin UV Spektrumu



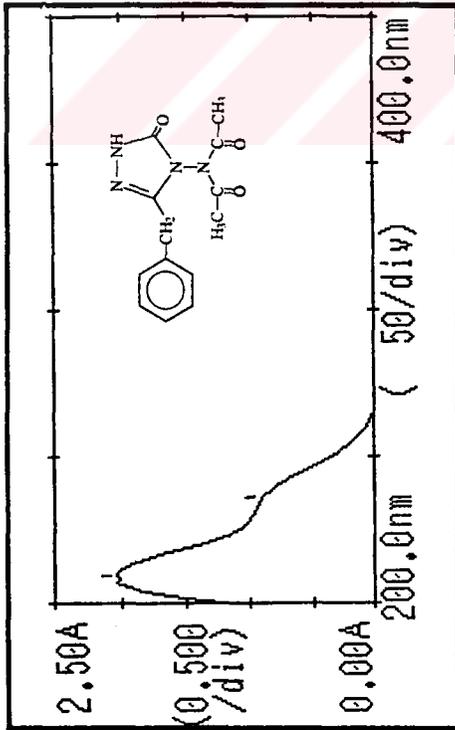
Ek Şekil 142. 85 Bileşinin UV Spektrumu



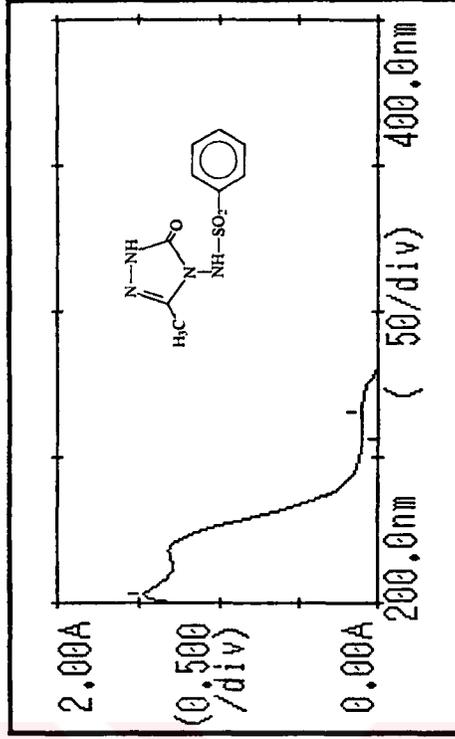
Ek Şekil 143. 87 Bileşinin UV Spektrumu



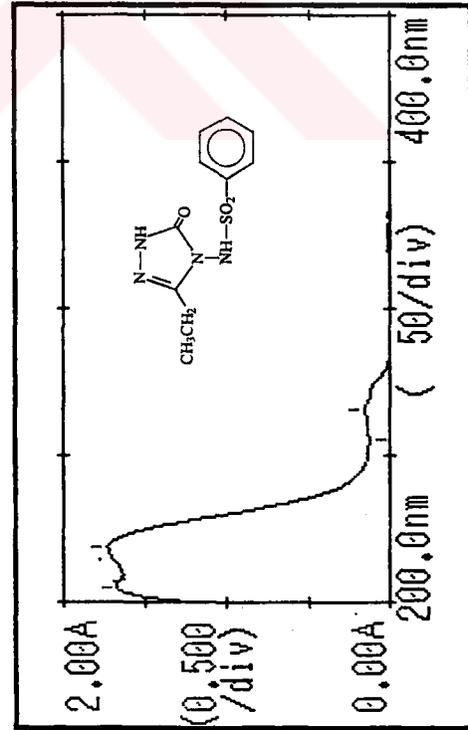
Ek Şekil 144. 88 Bileşinin UV Spektrumu



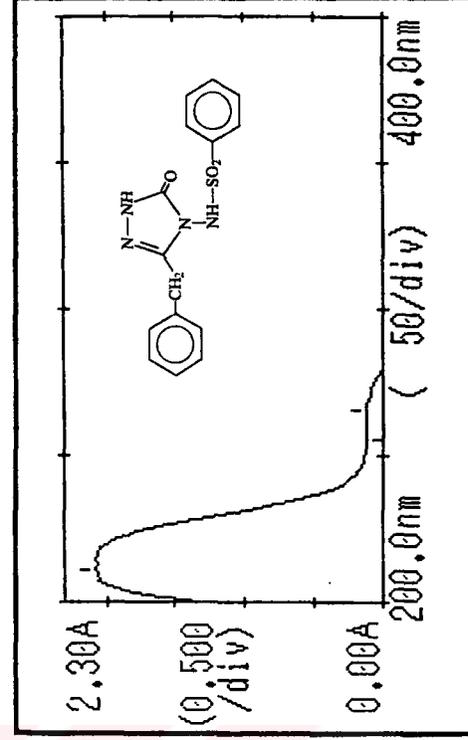
Ek Şekil 145. 89 Bileşiğinin UV Spektrumu



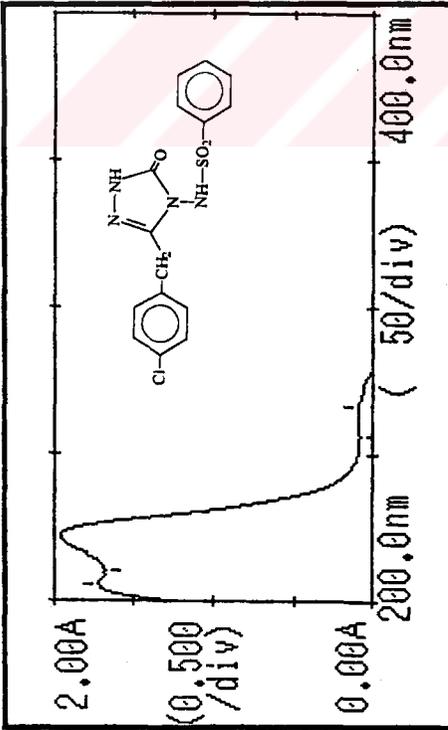
Ek Şekil 146. 91 Bileşiğinin UV Spektrumu



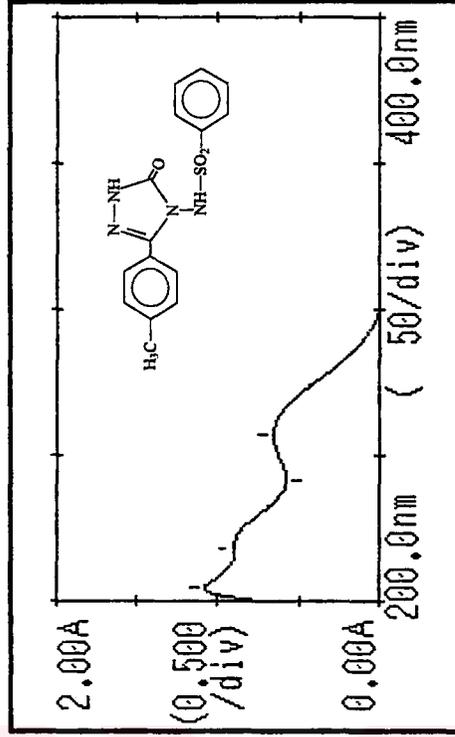
Ek Şekil 147. 92 Bileşiğinin UV Spektrumu



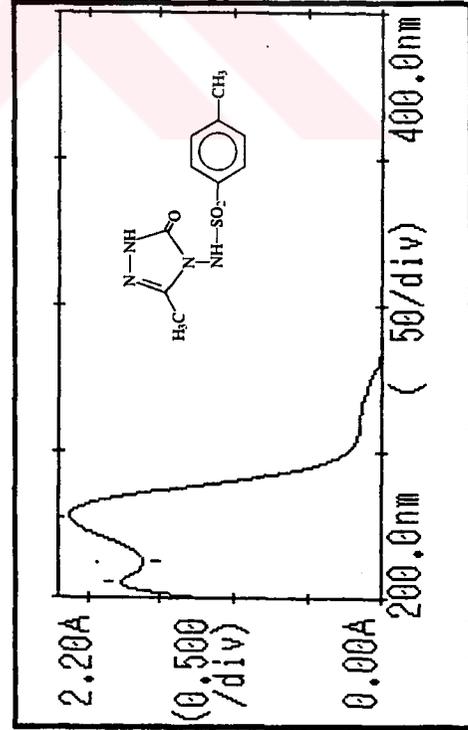
Ek Şekil 148. 93 Bileşiğinin UV Spektrumu



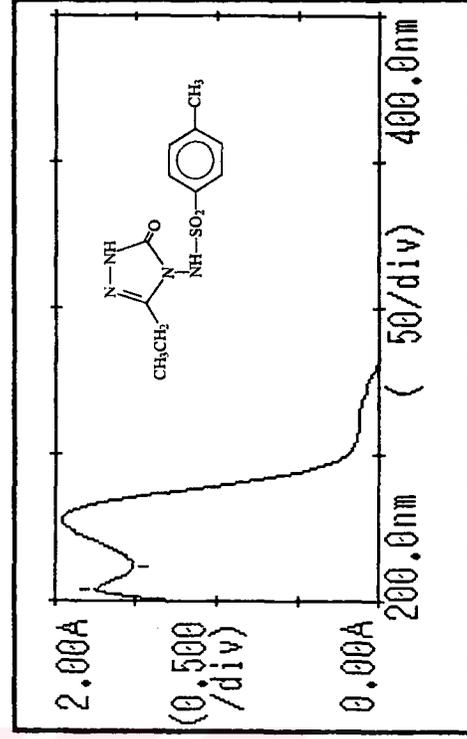
Ek Şekil 149. 94 Bileşiğinin UV Spektrumu



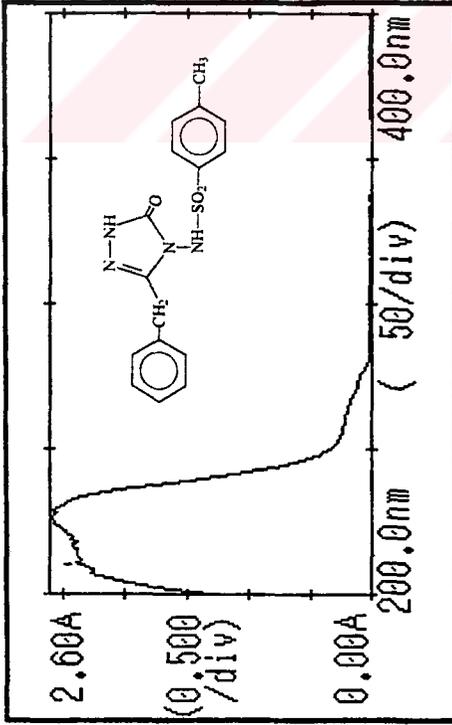
Ek Şekil 150. 95 Bileşiğinin UV Spektrumu



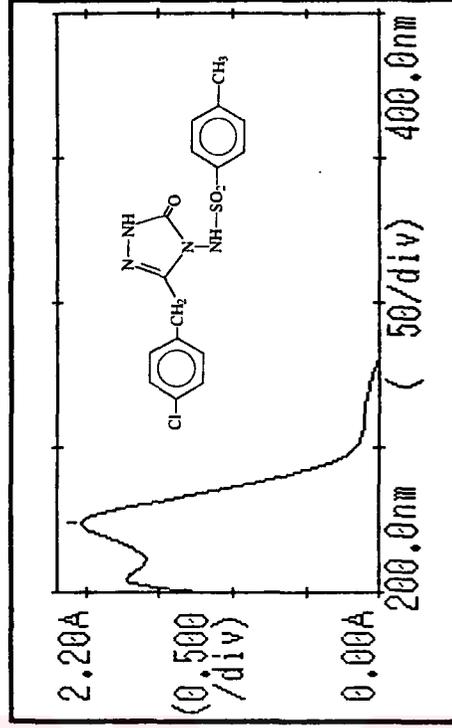
Ek Şekil 151. 97 Bileşiğinin UV Spektrumu



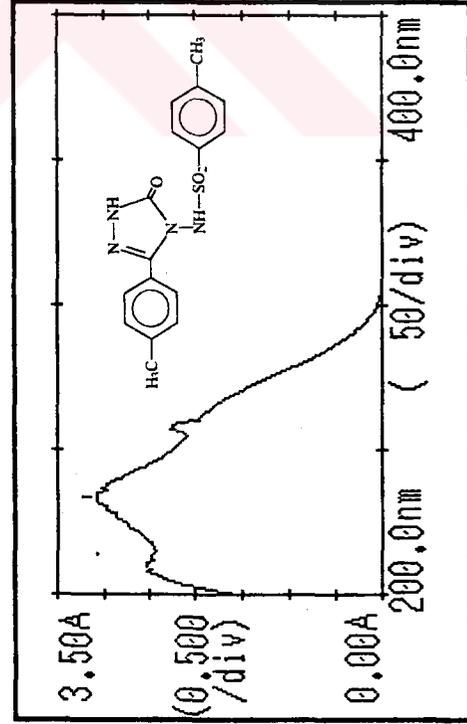
Ek Şekil 152. 98 Bileşiğinin UV Spektrumu



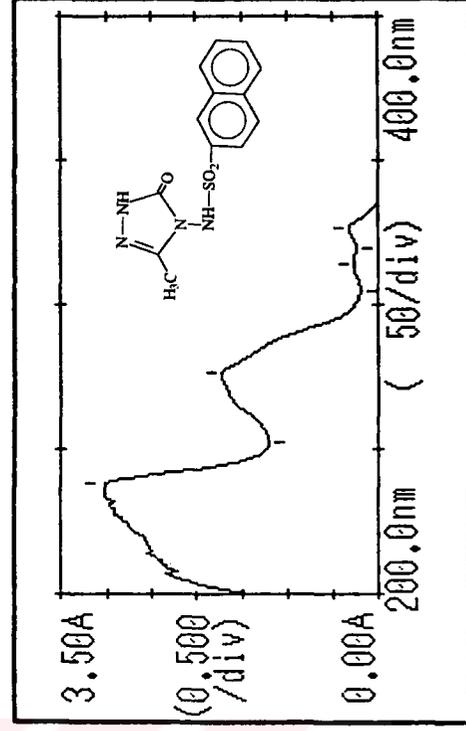
Ek Şekil 153. 99 Bileşiğinin UV Spektrumu



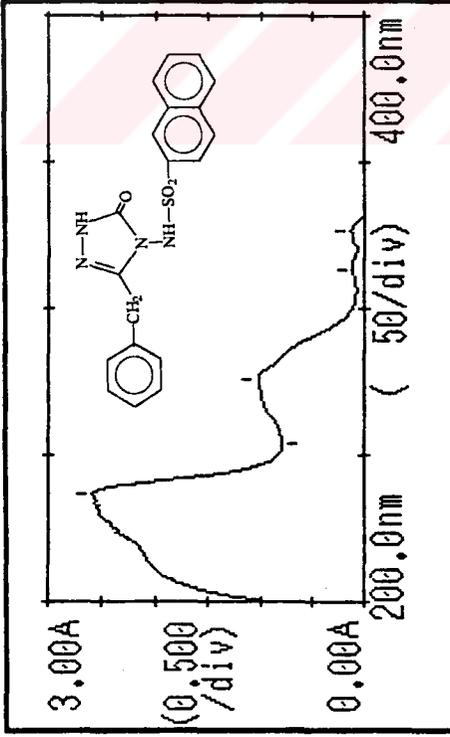
Ek Şekil 154. 100 Bileşiğinin UV Spektrumu



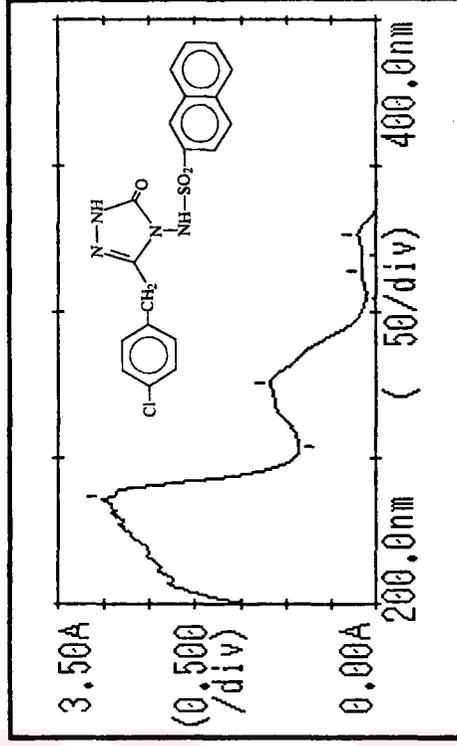
Ek Şekil 155. 101 Bileşiğinin UV Spektrumu



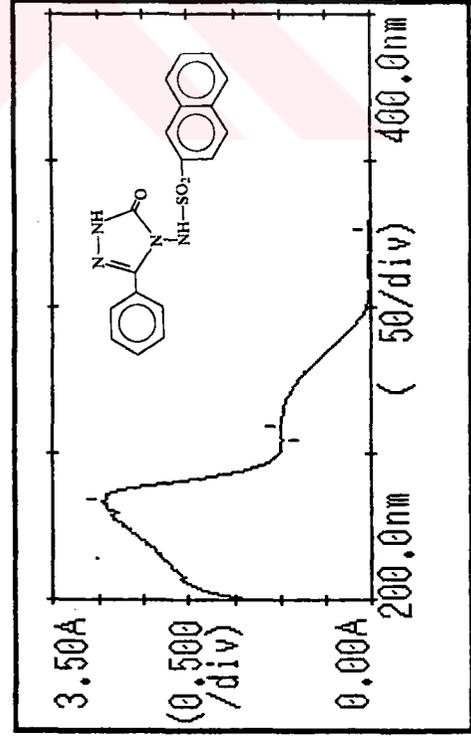
Ek Şekil 156. 103 Bileşiğinin UV Spektrumu



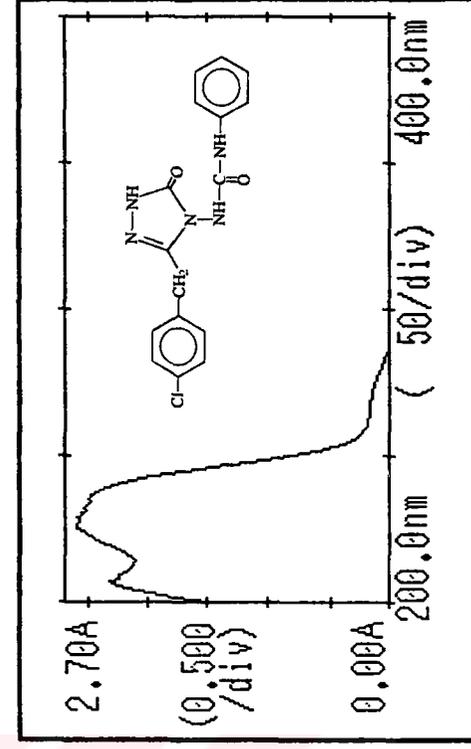
Ek Şekil 157. 104 Bileşiğinin UV Spektrumu



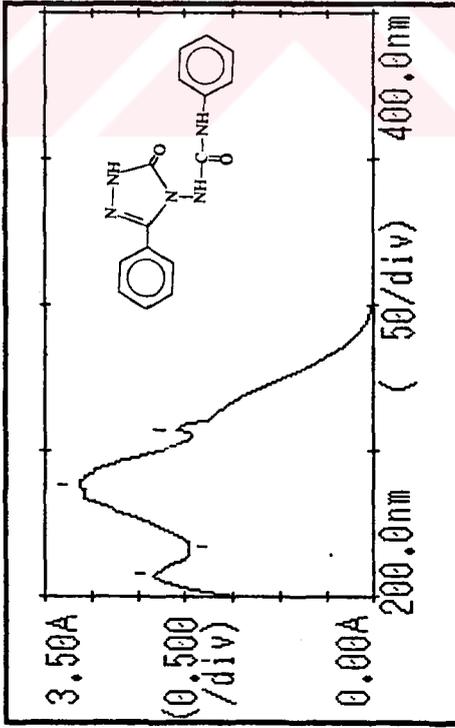
Ek Şekil 158. 105 Bileşiğinin UV Spektrumu



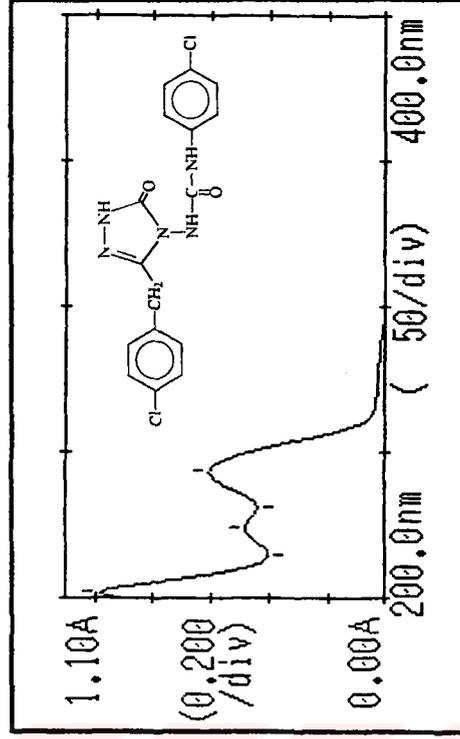
Ek Şekil 159. 106 Bileşiğinin UV Spektrumu



Ek Şekil 160. 108 Bileşiğinin UV Spektrumu



Ek Şekil 161. 109 Bileşiğinin UV Spektrumu



Ek Şekil 162. 110 Bileşiğinin UV Spektrumu

8. ÖZGEÇMİŞ

1957 yılında Ordu'nun Fatsa ilçesinde doğdu. İlk, orta ve lise eğitimini Trabzon'da tamamladı. 1975-76 yılında Hacettepe Üniversitesi Kimya Fakültesi Kimyagerlik Bölümüne girdi. Hazırlık sınıfını bitirdikten sonra 1976-77 yılında K.T.Ü Temel Bilimler Fakültesi Kimya Bölümüne girdi ve 1981 yılında Kimyager olarak mezun oldu. Aynı yıl Trabzon'da Sosyal Sigortalar Kurumu Hastanesi Biyokimya Laboratuvarına Laborant olarak atandı. 1984 yılında bu görevinden ayrılarak K.Ü Fen Edebiyat fakültesi Kimya Bölümü Biyokimya Anabilim dalına Araştırma Görevlisi olarak atandı. 1988 yılında K.T.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalında Yüksek Lisans Eğitimini tamamladı. 1989-90 yılında aynı enstitüde doktora başladı.

Evli ve iki çocuk annesidir.

