

57725

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA ANABİLİM DALI

57725

BAZI 4H-1,2,4-TRİAZOL VE 4,5-DİHİDRO-1H-1,2,4-TRİAZOL-5-ON
TÜREVLERİNİN SENTEZİ VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Neslihan DEMİRBAŞ

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

A. İkizler

Jüri Üyesi : Prof. Dr. Aykut İKİZLER

A. İkizler

Jüri Üyesi : Prof. Dr. Süheyla ÖZERİŞ

S. Özeriş

Enstitü Müdürü : Prof. Dr. Temel SAVAŞKAN

T. Savaşkan

Temmuz 1995
TRABZON

ÖNSÖZ

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilimdalı Doktora Programında hazırlanan "Bazı 4H-1,2,4-Triazol ve 4,5-Dihidro-1H-1,2,4-Triazol-5-on Türevlerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi" başlıklı bu tez çalışması Organik Kimya Lisansüstü Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

Çalışmalarım boyunca beni yönlendiren, yakın ilgi ve desteğini esirgemeyen Sayın Hocam, Kimya Bölüm Başkanı Prof. Dr. Aysun İKİZLER'e ve çalışmalarım sırasında bana her türlü desteği sağlayan, değerli bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım Sayın Hocam, Fatih Eğitim Fakültesi Dekanı Prof.Dr. Aykut İKİZLER'e en derin saygı ve şükranlarımı sunmayı bir borç bilirim.

Bu çalışmaya sağladıkları maddi destekten dolayı K.T.Ü. Araştırma Fonu yönetici ve ilgililerine, NMR spektrumlarımı büyük bir titizlikle alan, tezimin yazımı sırasında yardımlarını esirgemeyen eşim Arş. Gör. Dr. Ahmet Demirbaş'a teşekkürlerimi sunarım.

Trabzon, Temmuz 1995

Neslihan DEMİRBAŞ

İÇİNDEKİLER

	Sayfa No
ÖNSÖZ	II
ÖZET	V
SUMMARY	VI
ŞEKİL LİSTESİ	VII
TABLO LİSTESİ	XI
SEMBOL LİSTESİ	XII
1. GENEL BİLGİLER	1
2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	27
2.1. 3,5-Dimetil-4-etoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol (40)	28
2.2. 3-Benzil-4-etoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (41)	28
2.3. 3-p-Klorobenzil-4-etoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (42) ..	29
2.4. 3-Fenil-4-etoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (43)	29
2.5. 3-p-Tolil-4-etoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (44)	30
2.6. 3-Etil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (46)	30
2.7. 3-n-Propil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (47) ..	31
2.8. 3-Benzil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (48)	31
2.9. 3-p-Klorobenzil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (49)	31
2.10. 3-Fenil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (50)	32
2.11. 3-Metil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (52)	32
2.12. 3-Etil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (53)	33
2.13. 3-n-Propil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (54)	33
2.14. 3-Fenil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (55)	33
2.15. 3-p-Tolil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (56)	34
2.16. Di-(3-benzil-4-etoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol-5-il) metan (58) ...	34
2.17. 3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33a)	35
2.18. 3-Etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33b)	36
2.19. 3-n-Propil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33c)	37
2.20. 3-Benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33d)	37
2.21. 3-Fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33e)	38

2.22.	3,5-Dimetil-4-tert-butoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol (61)	39
2.23.	3-Etil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (62)	39
2.24.	3-Benzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (63) ...	40
2.25.	3-Fenil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (64)	40
2.26.	3-Metil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (66)	41
2.27.	3-Etil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (67) ...	41
2.28.	3-Benzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (68)	41
2.29.	3-p-Klorobenzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5- (3-piridil) -4H-1,2,4 - triazol (69)	42
2.30.	3-Metil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol (71)..	42
2.31.	3-Benzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol (72)	43
2.32.	3-p-Klorobenzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5- (4-piridil) -4H-1,2,4 - triazol (73)	43
2.33.	Di-(3-metil-4-tert-butoksikarbonilamino- 4H-1,2,4- triazol-5-il) metan (75)	43
2.34.	Di-(3-benzil-4-tert-butoksikarbonilamino- 4H-1,2,4- triazol-5-il) metan (76)	44
2.35.	3,5-Dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (80)	44
2.36.	3-Etil-4-amino-5-metil-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (81)	45
2.37.	3-Benzil-4-amino-5-metil-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (82)	45
2.38.	3-Fenil-4-amino-5-metil-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (83)	45
2.39.	3-Metil-4-amino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (85)	46
2.40.	3-Etil-4-amino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (86)	46
2.41.	3-Metil-4-amino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (88)	47
2.42.	3-Benzil-4-amino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (89)	47
2.43.	3-p-Klorobenzil-4-amino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (90)	47
2.44.	3,5-Dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (90)	48
3.	BULGULAR	49
4.	İRDELEME	60
5.	SONUÇLAR	64
6.	KAYNAKLAR	65
7.	EKLER	70
8.	ÖZGEÇMİŞ	168

ÖZET

Bu çalışmada, önce bazı ester etoksikarbonilhidrazon'lar ve ester tert-butoksikarbonilhidrazon'lar sentez edilmiş ve bunların açilhidrazinler ile olan reaksiyonları incelenmiştir. Açilhidrazin olarak asethidrazid, 2-furoikasit hidrazidi, nikotinik asit hidrazidi ve izonikotinik asit hidrazidi kullanılarak gerçekleştirilen reaksiyonlar sonucu 3,5-disubstitue-4-etoksikarbonilamino (veya tert-butoksikarbonilamino)-4H-1,2,4-triazol bileşiklerinin oluştuğu belirlenmiş ve bu reaksiyonların bu tür bileşiklerin elde edilmesinde bir genel metod oluşturabileceği kanıtlanmıştır.

Ester etoksikarbonilhidrazon ve ester tert-butoksikarbonilhidrazon'ların dikarboksilli asit hidrazidleriyle reaksiyonunun ise her iki hidrazid grubunun reaksiyonu üzerinden yürüdüğü, malonohidrazid kullanılmak suretiyle saptanmıştır.

Çalışmada ayrıca, ester etoksikarbonilhidrazon'ların, ester tert-butoksikarbonilhidrazon'ların ve serbest alkil imidat'ların karbohidrazid ile reaksiyonlarının 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'ların oluşumuna yol açtığı belirlenmiş ve bu tür bileşiklerin elde edilmesi için yeni üç sentez yöntemi geliştirilmiştir.

Bunlara ilaveten, 3,5-disubstitue-4-amino-4H-1,2,4-triazol hidroklorür'lerin sentezi için yeni ve genel bir yöntem oluşturulmuştur.

Çalışmada yeni metodla elde edilen 38'i yeni, 6'sı literatürde kayıtlı 44 maddenin yapı aydınlatılmaları için mikroanaliz, IR, ¹H NMR ve UV spektroskopisi yöntemleri kullanılmıştır. Ayrıca çalışmada uygulanan reaksiyonlar için reaksiyon mekanizmaları önerilmiştir.

Anahtar Kelimeler : ester etoksikarbonilhidrazon, ester tert-butoksikarbonilhidrazon, 1,2,4-triazol, 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on, açilhidrazin.

SUMMARY

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

In this study, some of the ester etoxycarbonylhydrazones and ester tert-butoxycarbonylhydrazones were synthesized and reactions of these compounds with acylhydrazines were investigated. Using as acylhydrazine acethydrazide, 2-furoic acide hydrazide, nicotinic acide hydrazide, izonicotinic acide hydrazide, resulting reaction gave 3,5-disubstituted-4-etoxy-carbonyl(or tert-butoxycarbonil)amino-4H-1,2,4-triazole compounds. These reactions can be use as new synthetic methods for preparing of these type compounds.

Reactions of the ester etoxycarbonylhydrazones and ester tert-butoxycarbonylhydrazones with dicarboxylic acide hydrazides were found to be proceed over both hydrazide groups. This situation was supported by using malonohydrazide.

Moreover, reactions of ester etoxycarbonylhydrazones, ester tert-butoxycarbonyl- hydrazones and free alkyl imidates with carbohydrazide were found to afford 3-alkyl(aryl)-4-amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones and so, new three synthetic methodes were developed for the preparation of these type compounds.

In addition to these reactions, a new synthetic methode was developed for the synthesis of 3,5-disubstituted -4-etoxy-carbonylamino-4H-1,2,4-triazole hydrochlorides.

In this study, 38 new and 6 known compounds were synthesized by using new methods. Structures of these 44 compounds were identified by combustion analysis, IR, ^1H NMR and UV spectral techniques. Beside in this study, reaction mechanisms were suggested for used reactions.

Key Words: ester etoxycarbonylhydrazone, ester tert-butoxycarbonylhydrazone, 1,2,4-triazole, 4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one, acylhydrazine.

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa No

Ek Şekil 1.	40 Bileşiğinin IR Spektrumu	71
Ek Şekil 2.	40 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	72
Ek Şekil 3.	41 Bileşiğinin IR Spektrumu	73
Ek Şekil 4.	41 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	74
Ek Şekil 5.	42 Bileşiğinin IR Spektrumu	75
Ek Şekil 6.	42 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	76
Ek Şekil 7.	43 Bileşiğinin IR Spektrumu	77
Ek Şekil 8.	43 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	78
Ek Şekil 9.	44 Bileşiğinin IR Spektrumu	79
Ek Şekil 10.	44 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	80
Ek Şekil 11.	46 Bileşiğinin IR Spektrumu	81
Ek Şekil 12.	46 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	82
Ek Şekil 13.	47 Bileşiğinin IR Spektrumu	83
Ek Şekil 14.	47 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	84
Ek Şekil 15.	48 Bileşiğinin IR Spektrumu	85
Ek Şekil 16.	48 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	86
Ek Şekil 17.	49 Bileşiğinin IR Spektrumu	87
Ek Şekil 18.	49 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	88
Ek Şekil 19.	50 Bileşiğinin IR Spektrumu	89
Ek Şekil 20.	50 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	90
Ek Şekil 21.	52 Bileşiğinin IR Spektrumu	91
Ek Şekil 22.	52 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	92
Ek Şekil 23.	53 Bileşiğinin IR Spektrumu	93
Ek Şekil 24.	53 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	94
Ek Şekil 25.	54 Bileşiğinin IR Spektrumu	95
Ek Şekil 26.	54 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	96
Ek Şekil 27.	55 Bileşiğinin IR Spektrumu	97
Ek Şekil 28.	55 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	98
Ek Şekil 29.	56 Bileşiğinin IR Spektrumu	99
Ek Şekil 30.	56 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	100
Ek Şekil 31.	58 Bileşiğinin IR Spektrumu	101
Ek Şekil 32.	58 Bileşiğinin ¹ H NMR (CDCl ₃) Spektrumu	102
Ek Şekil 33.	33a Bileşiğinin IR Spektrumu	103

Ek Şekil 34.	33a Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	104
Ek Şekil 35.	33b Bileşiğinin IR Spektrumu	105
Ek Şekil 36.	33b Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	106
Ek Şekil 37.	33c Bileşiğinin IR Spektrumu	107
Ek Şekil 38.	33c Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	108
Ek Şekil 39.	33d Bileşiğinin IR Spektrumu	109
Ek Şekil 40.	33d Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	110
Ek Şekil 41.	33e Bileşiğinin IR Spektrumu	111
Ek Şekil 42.	33e Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	112
Ek Şekil 43.	61 Bileşiğinin IR Spektrumu	113
Ek Şekil 44.	61 Bileşiğinin ^1H NMR (CDCl_3) Spektrumu	114
Ek Şekil 45.	62 Bileşiğinin IR Spektrumu	115
Ek Şekil 46.	62 Bileşiğinin ^1H NMR (CDCl_3) Spektrumu	116
Ek Şekil 47.	63 Bileşiğinin IR Spektrumu	117
Ek Şekil 48.	63 Bileşiğinin ^1H NMR (CDCl_3) Spektrumu	118
Ek Şekil 49.	64 Bileşiğinin IR Spektrumu	119
Ek Şekil 50.	64 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	120
Ek Şekil 51.	66 Bileşiğinin IR Spektrumu	121
Ek Şekil 52.	66 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	122
Ek Şekil 53.	67 Bileşiğinin IR Spektrumu	123
Ek Şekil 54.	67 Bileşiğinin ^1H NMR (CDCl_3) Spektrumu	124
Ek Şekil 55.	68 Bileşiğinin IR Spektrumu	125
Ek Şekil 56.	68 Bileşiğinin ^1H NMR (CDCl_3) Spektrumu	126
Ek Şekil 57.	69 Bileşiğinin IR Spektrumu	127
Ek Şekil 58.	69 Bileşiğinin ^1H NMR (CDCl_3) Spektrumu	128
Ek Şekil 59.	71 Bileşiğinin IR Spektrumu	129
Ek Şekil 60.	71 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	130
Ek Şekil 61.	72 Bileşiğinin IR Spektrumu	131
Ek Şekil 62.	72 Bileşiğinin ^1H NMR (CDCl_3) Spektrumu	132
Ek Şekil 63.	73 Bileşiğinin IR Spektrumu	133
Ek Şekil 64.	73 Bileşiğinin ^1H NMR (CDCl_3) Spektrumu	134
Ek Şekil 65.	75 Bileşiğinin IR Spektrumu	135
Ek Şekil 66.	75 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	136
Ek Şekil 67.	76 Bileşiğinin IR Spektrumu	137
Ek Şekil 68.	76 Bileşiğinin ^1H NMR (CDCl_3) Spektrumu	138
Ek Şekil 69.	80 Bileşiğinin IR Spektrumu	139
Ek Şekil 70.	80 Bileşiğinin ^1H NMR (DMSO- d_6) Spektrumu	140
Ek Şekil 71.	81 Bileşiğinin IR Spektrumu	141

Ek Şekil 72.	81 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	142
Ek Şekil 73.	82 Bileşiğinin IR Spektrumu	143
Ek Şekil 74.	82 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	144
Ek Şekil 75.	83 Bileşiğinin IR Spektrumu	145
Ek Şekil 76.	83 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	146
Ek Şekil 77.	85 Bileşiğinin IR Spektrumu	147
Ek Şekil 78.	85 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	148
Ek Şekil 79.	86 Bileşiğinin IR Spektrumu	149
Ek Şekil 80.	86 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	150
Ek Şekil 81.	88 Bileşiğinin IR Spektrumu	151
Ek Şekil 82.	88 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	152
Ek Şekil 83.	89 Bileşiğinin IR Spektrumu	153
Ek Şekil 84.	89 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	154
Ek Şekil 85.	90 Bileşiğinin IR Spektrumu	155
Ek Şekil 86.	91 Bileşiğinin IR Spektrumu	156
Ek Şekil 87.	91 Bileşiğinin ¹ H NMR (DMSO-d ₆) Spektrumu	157
Ek Şekil 88.	40 Bileşiğinin UV Spektrumu	158
Ek Şekil 89.	41 Bileşiğinin UV Spektrumu	158
Ek Şekil 90.	42 Bileşiğinin UV Spektrumu	158
Ek Şekil 91.	43 Bileşiğinin UV Spektrumu	158
Ek Şekil 92.	44 Bileşiğinin UV Spektrumu	159
Ek Şekil 93.	46 Bileşiğinin UV Spektrumu	159
Ek Şekil 94.	47 Bileşiğinin UV Spektrumu	159
Ek Şekil 95.	48 Bileşiğinin UV Spektrumu	159
Ek Şekil 96.	49 Bileşiğinin UV Spektrumu	160
Ek Şekil 97.	50 Bileşiğinin UV Spektrumu	160
Ek Şekil 98.	52 Bileşiğinin UV Spektrumu	160
Ek Şekil 99.	53 Bileşiğinin UV Spektrumu	160
Ek Şekil 100.	54 Bileşiğinin UV Spektrumu	161
Ek Şekil 101.	55 Bileşiğinin UV Spektrumu	161
Ek Şekil 102.	56 Bileşiğinin UV Spektrumu	161
Ek Şekil 103.	58 Bileşiğinin UV Spektrumu	161
Ek Şekil 104.	61 Bileşiğinin UV Spektrumu	162
Ek Şekil 105.	62 Bileşiğinin UV Spektrumu	162
Ek Şekil 106.	63 Bileşiğinin UV Spektrumu	162
Ek Şekil 107.	64 Bileşiğinin UV Spektrumu	162
Ek Şekil 108.	66 Bileşiğinin UV Spektrumu	163
Ek Şekil 109.	67 Bileşiğinin UV Spektrumu	163

Ek Şekil 110.	68 Bileşiğinin UV Spektrumu	163
Ek Şekil 111.	69 Bileşiğinin UV Spektrumu	163
Ek Şekil 112.	71 Bileşiğinin UV Spektrumu	164
Ek Şekil 113.	72 Bileşiğinin UV Spektrumu	164
Ek Şekil 114.	73 Bileşiğinin UV Spektrumu	164
Ek Şekil 115.	75 Bileşiğinin UV Spektrumu	164
Ek Şekil 116.	76 Bileşiğinin UV Spektrumu	165
Ek Şekil 117.	80 Bileşiğinin UV Spektrumu	165
Ek Şekil 118.	81 Bileşiğinin UV Spektrumu	165
Ek Şekil 119.	82 Bileşiğinin UV Spektrumu	165
Ek Şekil 120.	83 Bileşiğinin UV Spektrumu	166
Ek Şekil 121.	85 Bileşiğinin UV Spektrumu	166
Ek Şekil 122.	86 Bileşiğinin UV Spektrumu	166
Ek Şekil 123.	88 Bileşiğinin UV Spektrumu	166
Ek Şekil 124.	89 Bileşiğinin UV Spektrumu	167
Ek Şekil 125.	90 Bileşiğinin UV Spektrumu	167

TABLO LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 1.	Formüller Tablosu	1
Tablo 2.	39 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	49
Tablo 3.	45 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	49
Tablo 4.	51 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	50
Tablo 5.	33 Tipi Bileşiklerin IR Verileri	50
Tablo 6.	60 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	50
Tablo 7.	65 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	51
Tablo 8.	70 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	51
Tablo 9.	57 ve 74 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	51
Tablo 10.	79 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	51
Tablo 11.	84, 87 ve 77 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri	52
Tablo 12.	39 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H NMR Verileri	52
Tablo 13.	45 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H NMR Verileri	53
Tablo 14.	51 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H NMR Verileri	53
Tablo 15.	33 Tipi Bileşiklerin ¹ H NMR Verileri	53
Tablo 16.	60 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H NMR Verileri	54
Tablo 17.	65 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H NMR Verileri	54
Tablo 18.	70 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H NMR Verileri	54
Tablo 19.	57 ve 70 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H NMR Verileri	55
Tablo 20.	79 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H NMR Verileri	55
Tablo 21.	84, 87 ve 77 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹ H NMR Verileri	55
Tablo 22.	39 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	56
Tablo 23.	45 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	56
Tablo 24.	51 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	57
Tablo 25.	60 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	58
Tablo 26.	65 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	58
Tablo 27.	70 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	58
Tablo 28.	57 ve 74 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	59
Tablo 29.	79 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	59
Tablo 30.	84 ve 87 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri	59

SEMBOL LİSTESİ

A: Absorbans

λ : Dalga boyu (nm)

ν : Dalga sayısı (cm^{-1})

δ : Kimyasal kayma (ppm)

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

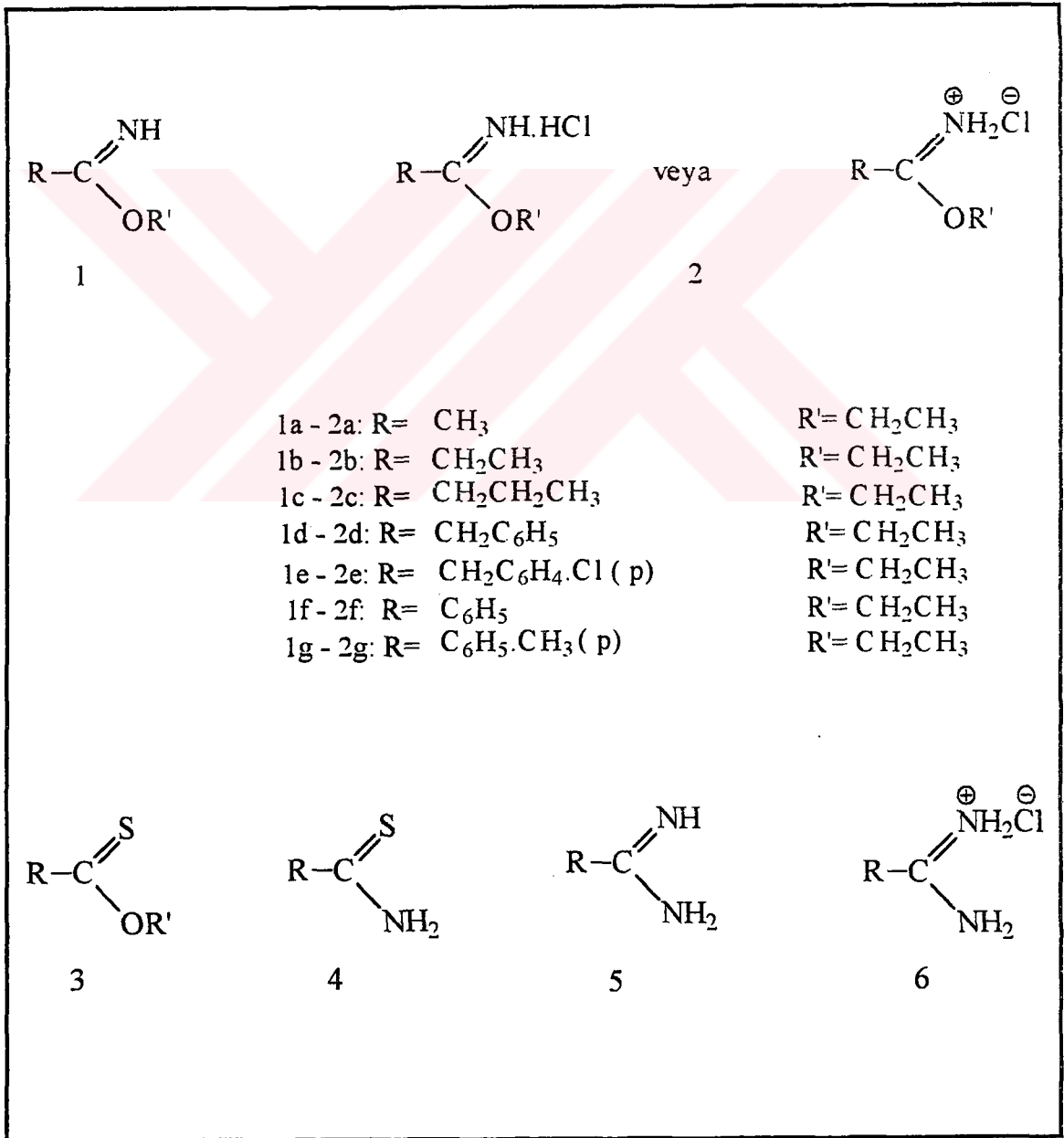
Δ : Kısmen doymuş hetero halkalı bileşiklerde çifte bağın yerini belirtmekte kullanılır



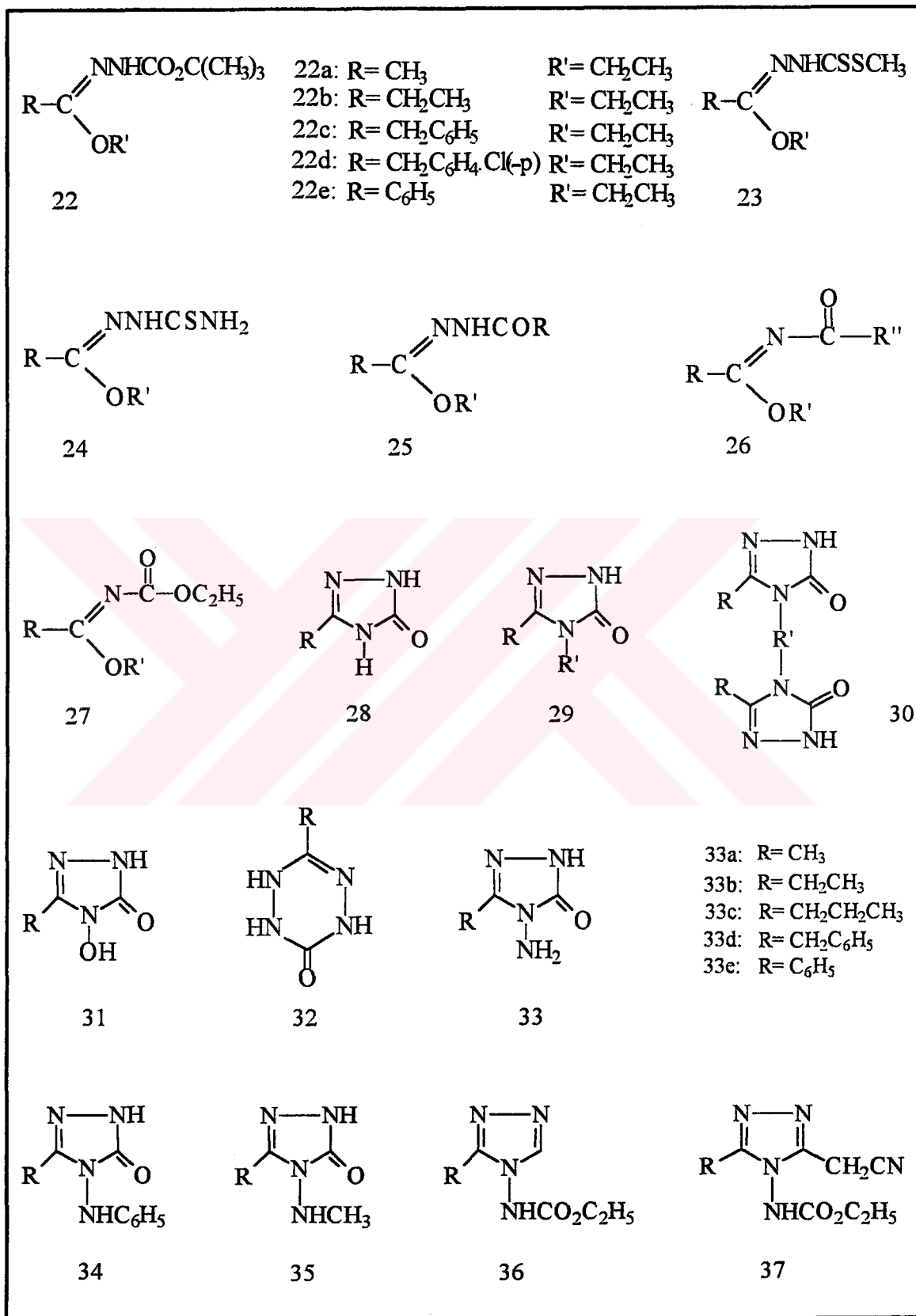
1. GENEL BİLGİLER

"Bazı 4H-1,2,4-Triazol ve 4,5-Dihidro-1H-1,2,4-Triazol-5-on türevlerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi" başlıklı bu çalışmada gerekli ve literatürde kayıtlı bileşikler ile yeni sentezlenen bileşikler yanında ilgili diğer bileşiklerin formülleri "Formüller Tablosu" başlığı altında aşağıda verildikten sonra konuya ilişkin genel bilgiler topluca sunulmuştur.

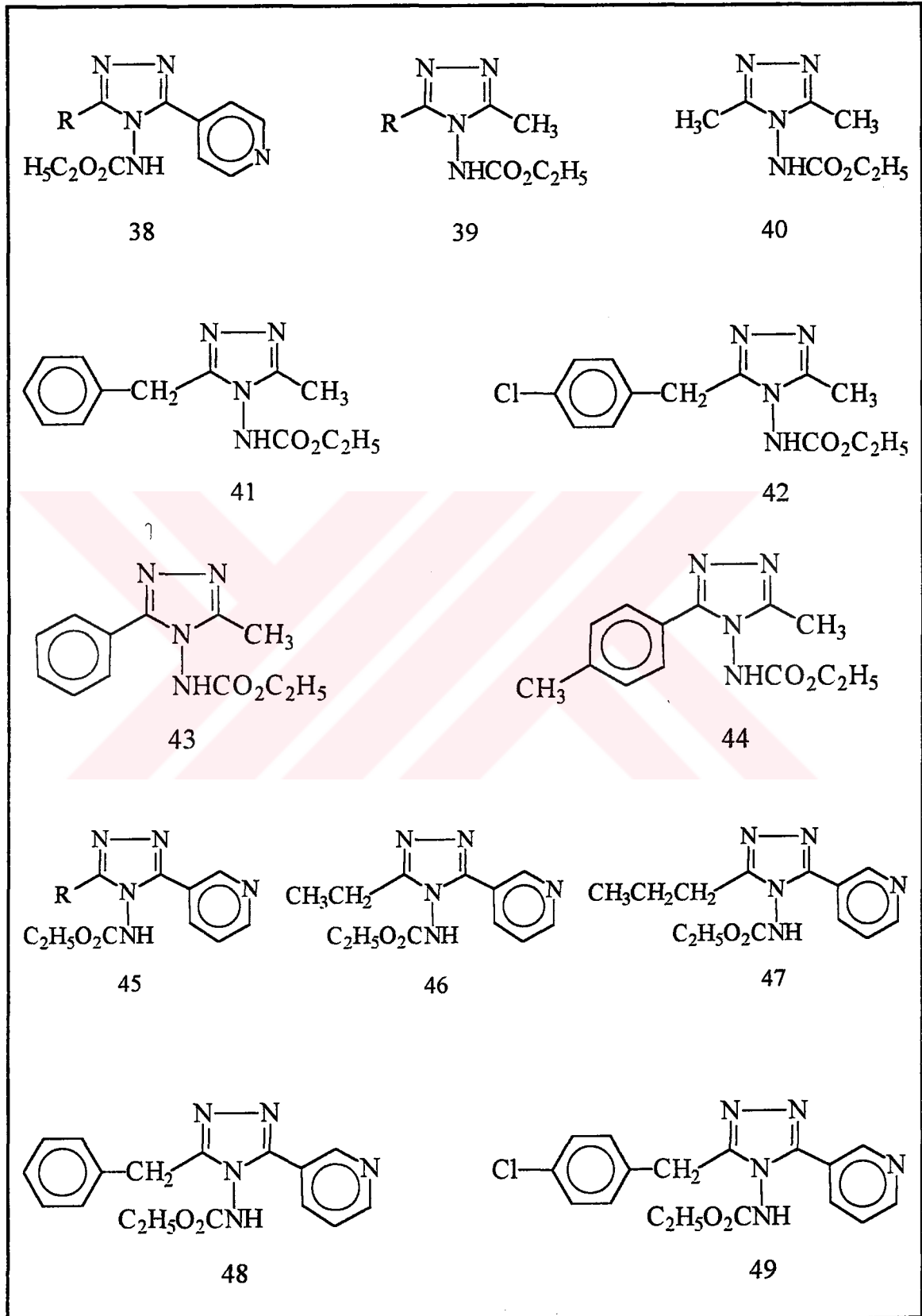
Tablo 1. Formüller Tablosu



Tablo 1'in devamı



Tablo 1'in devamı



Tablo 1'in devamı

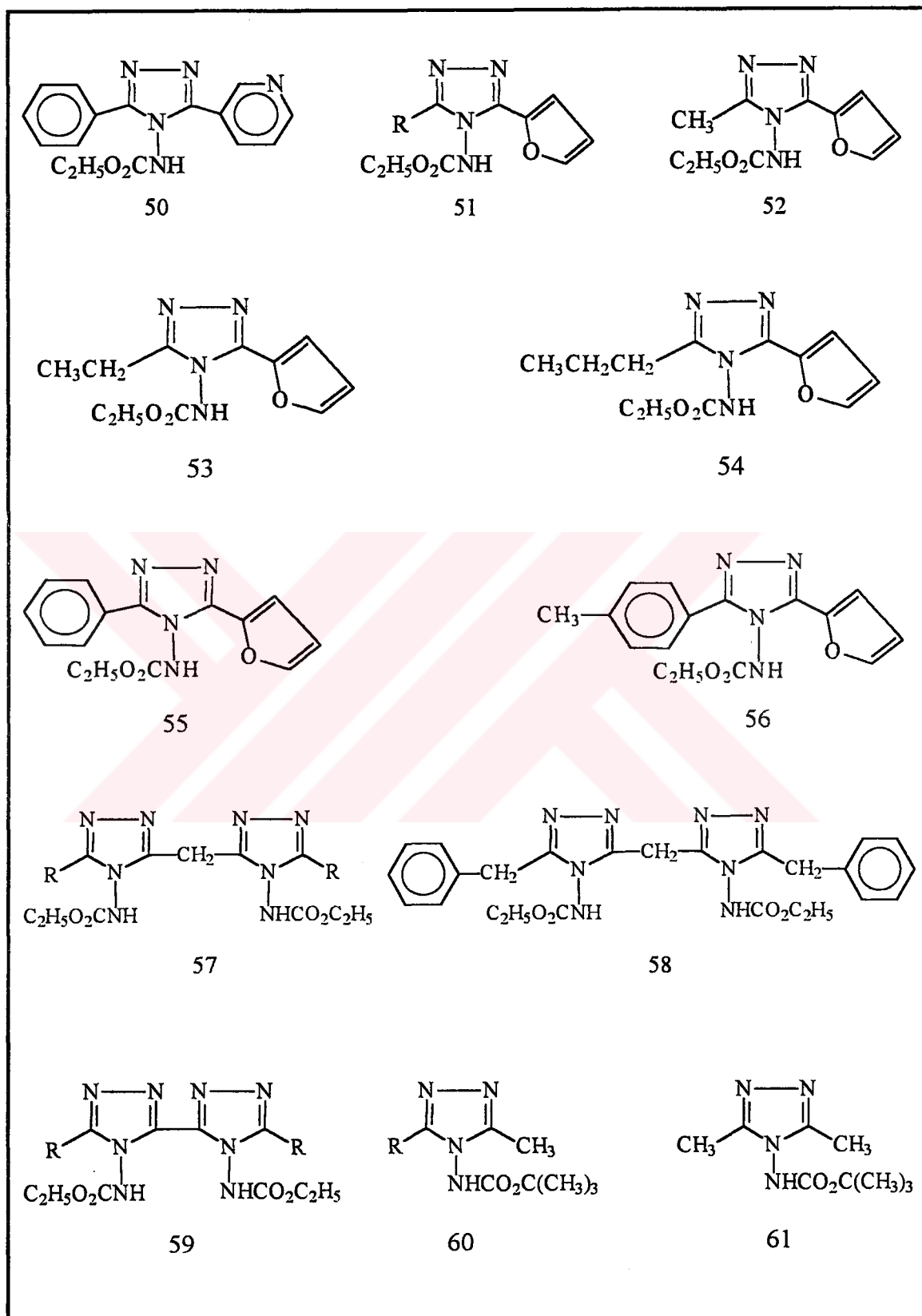
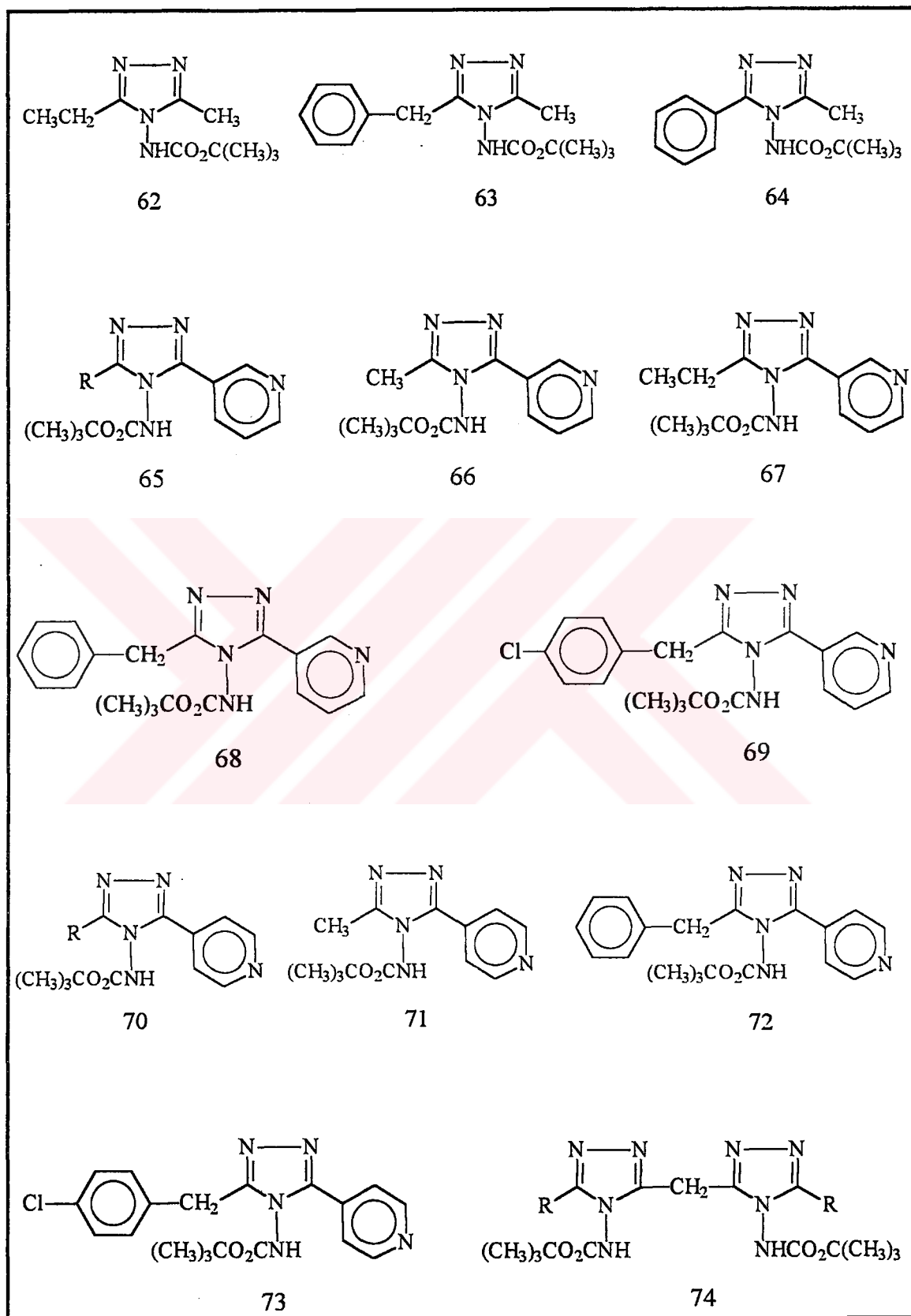
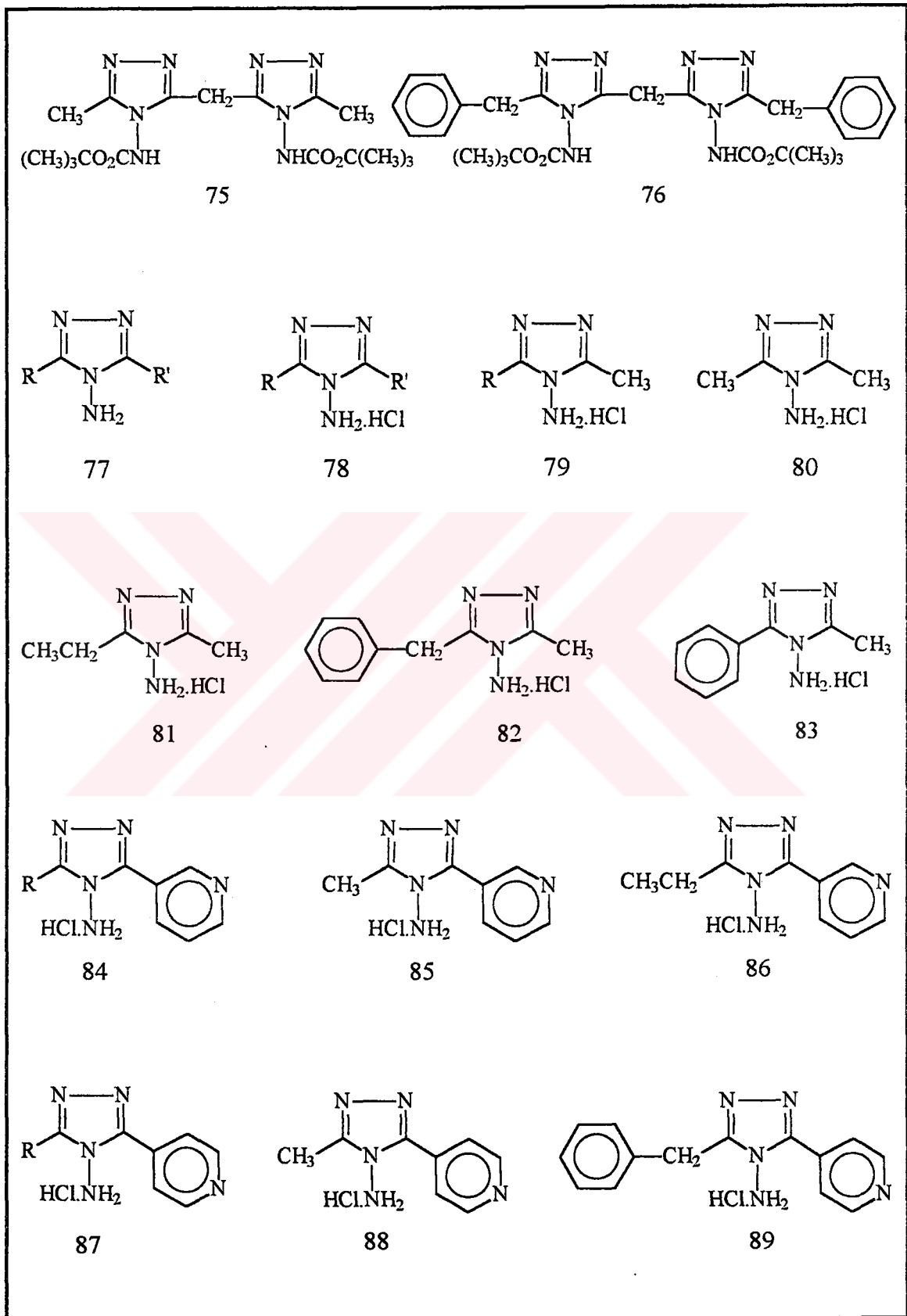


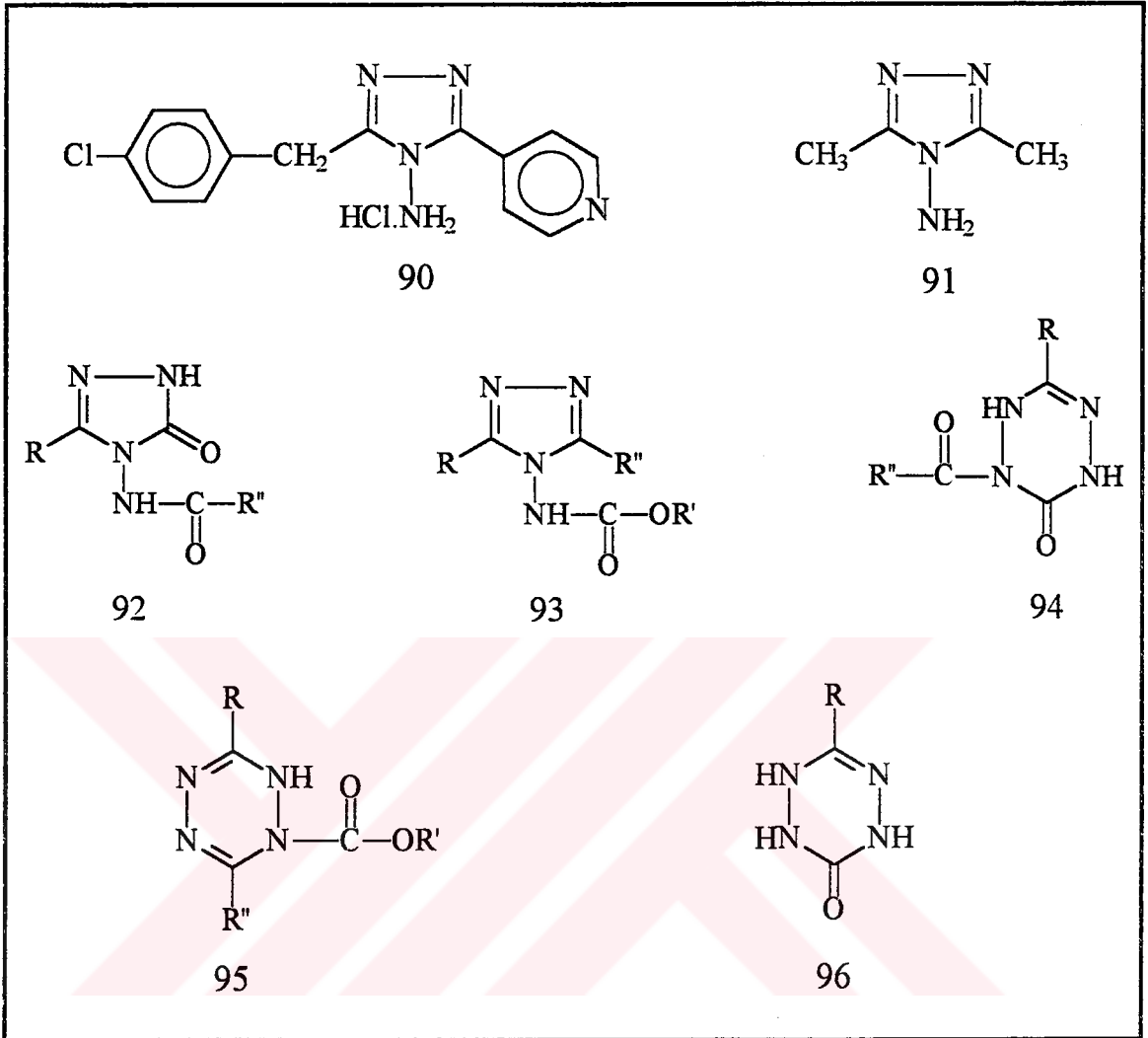
Table 1'in devamı



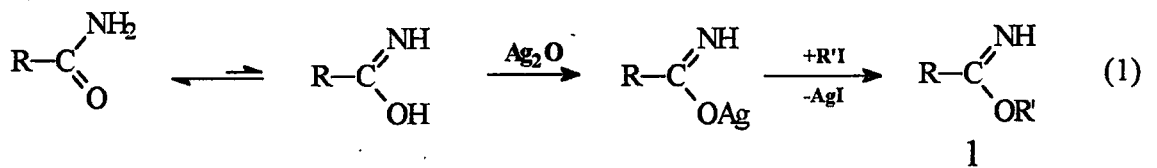
Tablo 1'in devamı



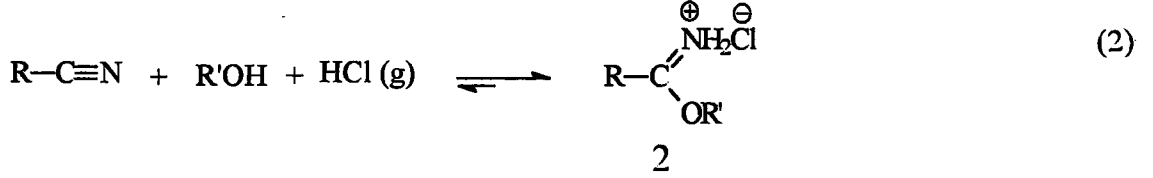
Tablo 1'in devamı



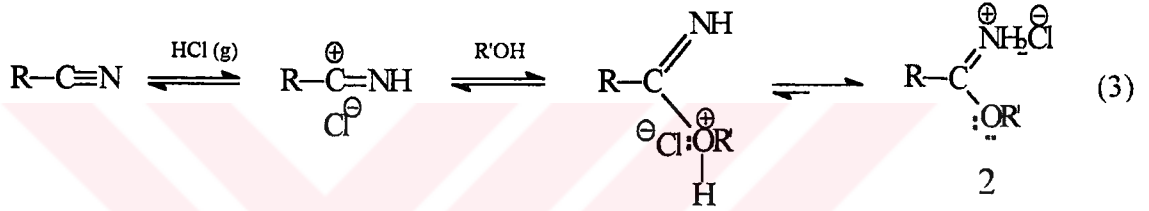
Bugüne kadar çeşitli yöntemlerle elde edilen alkil imidat (1)'lar, imino esterler, imido esterler, imidik esterler ve imidoatlar olarak da adlandırılan bileşiklerdir. Bu bileşiklerin elde edilmeleri için geliştirilen sentez yöntemlerinin bazıları, başlangıç maddesi olarak orto esterleri, bazı karbonil bileşiklerini, imino klorürleri, amidleri ve bazı doymamış sistemleri içermektedir [1]. Birçoğu sınırlı kullanım alanlarına sahip olan bu yöntemler arasında amidlerden başlayan yöntem kısmen daha geniş olarak kullanılmıştır (Denklem 1) [1].



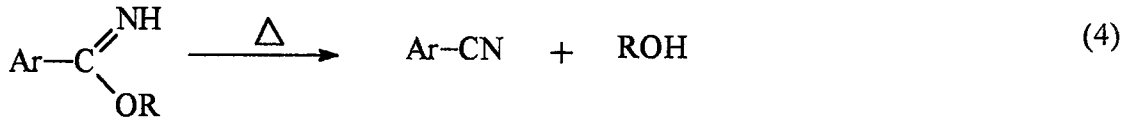
Ancak Pinner yöntemi [2], alkil imidatların elde edilmesinde en geniş kullanım alanına sahip yöntem olup bu metodla alkil imidat hidroklorür (2)'ler elde edilmektedir. Pinner yönteminde bir nitril ve bir alkol, bir susuz çözücü (genellikle susuz etil eter) içinde gaz HCl ile soğukta (genellikle 0-5° de) reaksiyona sokulmaktadır (Denklem 2).



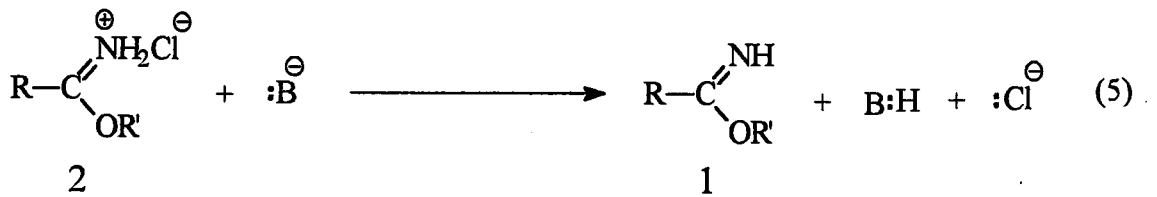
Asidik ortamda protonlanmış nitrile bir alkolün nükleofilik katılmasını içeren bu reaksiyonun mekanizması aşağıda gösterilmiştir (Denklem 3) [3].



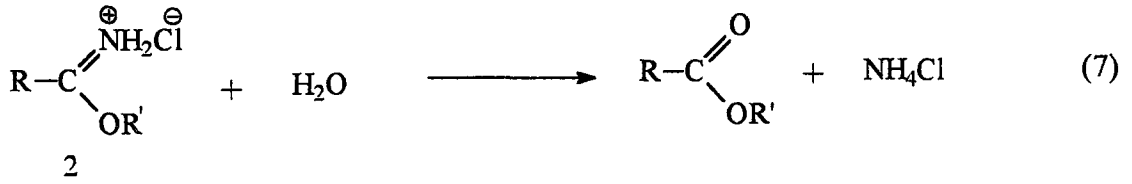
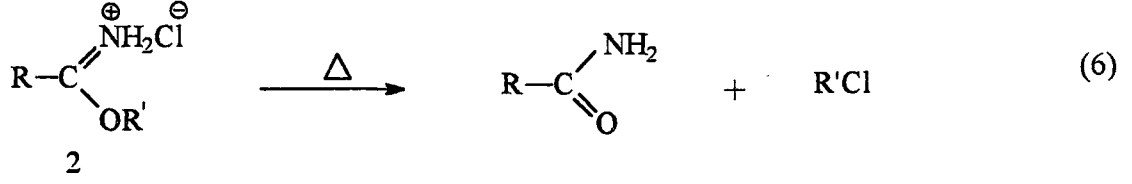
Alkil imidat (1)'lar genellikle sıvı halde bulunurlar veya düşük erime noktasına sahip katılardır. Basit alkil imidatlar genellikle bozunmadan destillenebilirler. Ancak aril imidatlar ısı etkisiyle karşın olan nitril ve alkolü vermek üzere bozunmaya uğrarlar (Denklem 4) [1].



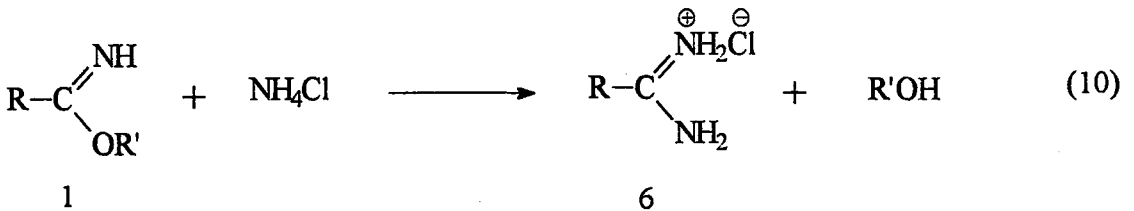
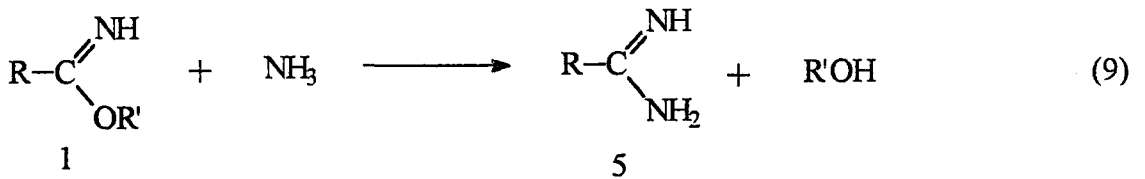
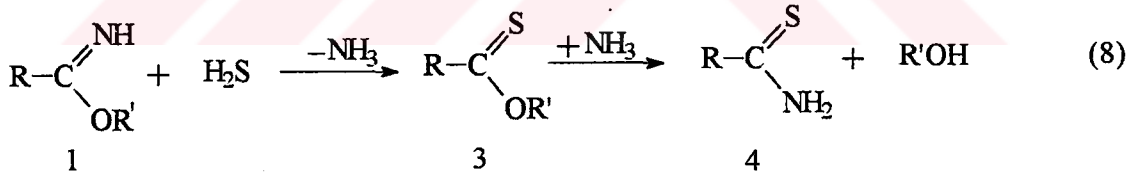
Genellikle hidroklorürleri halinde elde edilen alkil imidatlar, uygun koşullarda sodyum hidroksid ya da sodyum etoksid gibi uygun bazlar etkisiyle serbest hale geçirilebilirler (Denklem 5) [1,4,5].

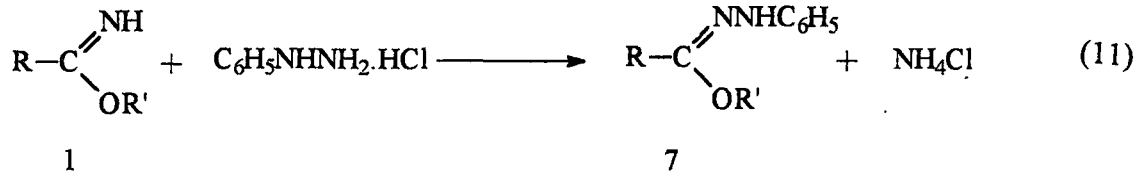


Alkil imidat hidroklorür (2)'ler fazla kararlı olmayan bileşiklerdir. Kuru kuruya ısıtılmaları bir amid ve bir alkil halogenür oluşumu ile sonuçlanmaktadır (Denklem 6). Bu bileşiklerin hidrolizi ise bir ester oluşumuna yol açmaktadır (Denklem 7) [1,2].

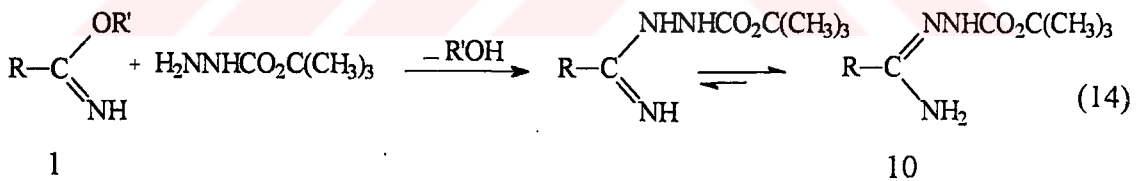
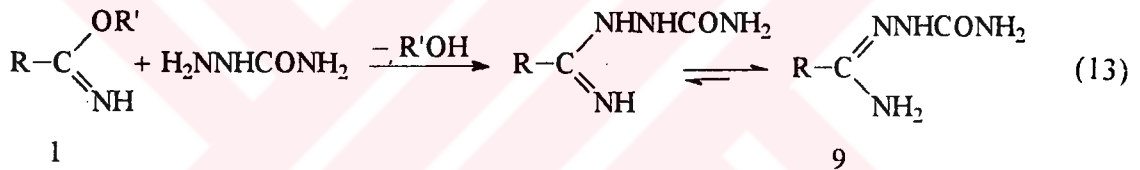
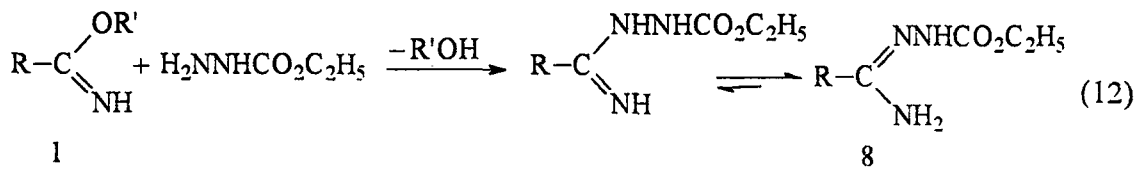


Alkil imidat (1) ve alkil imidat hidroklorür (2)'lerin birçok reaksiyonlarına bakıldığında bunların birer bifonksiyonel bileşik olarak hareket ettiği görülmektedir. Bu reaksiyonlara örnek olarak alkil imidat'ların H_2S ile tionester (3)'leri ve kısmen tioamid (4)'leri, NH_3 ile amidin (5)'leri, NH_4Cl ile amidin hidroklorür (6)'leri ve fenil hidrazin hidroklorür ile ester fenil hidrazon (7)'leri oluşturmaları alınabilir (Denklem 8, Denklem 9, Denklem 10 ve Denklem 11) [1].

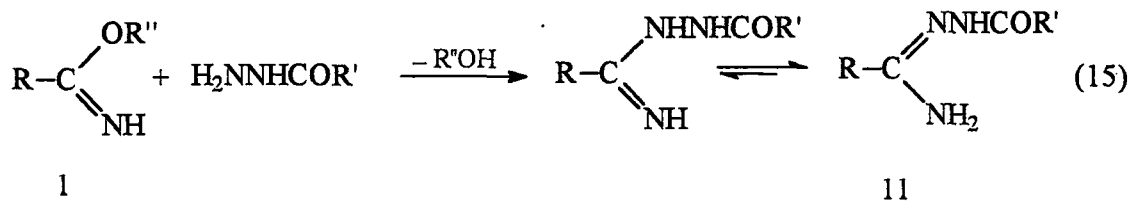




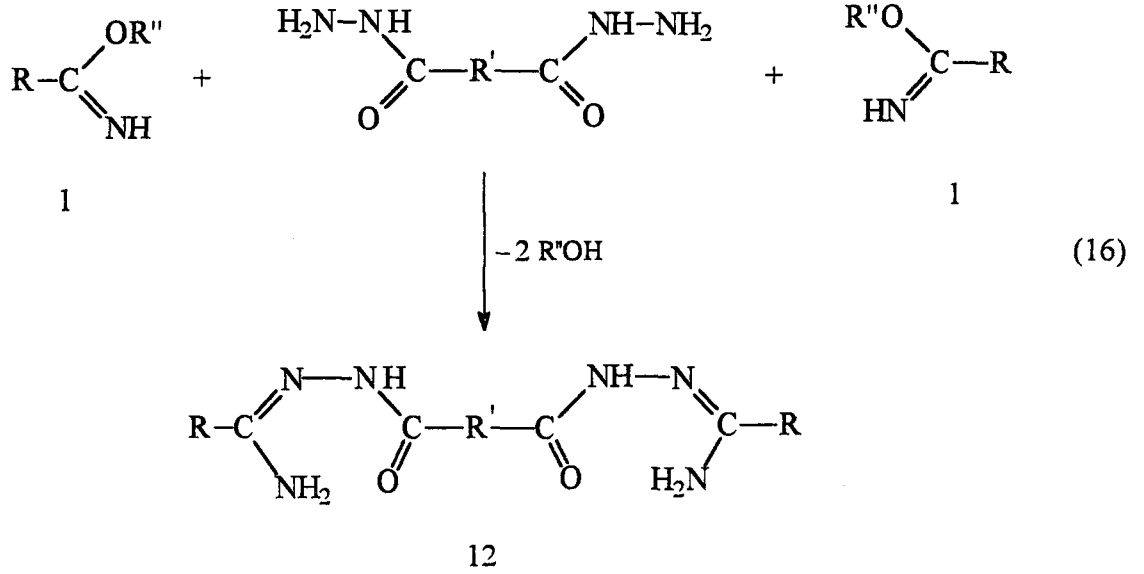
Alkil imidat (1)'ların etil karbazat, semikarbazid ve tert-butil karbazat ile olan reaksiyonları nisbeten yakın zamanlarda incelenmiş ve imino grubunun korunduğu bu reaksiyonlarda, sırasıyla, amid etoksikarbonilhidrazon (8) 'lar , amid semikarbazon (9)'lar ve amid tert-butoksikarbonilhidrazon (10)'lar oluştuğu belirlenmiştir (Denklem 12, Denklem 13 ve Denklem 14) [4 – 6].



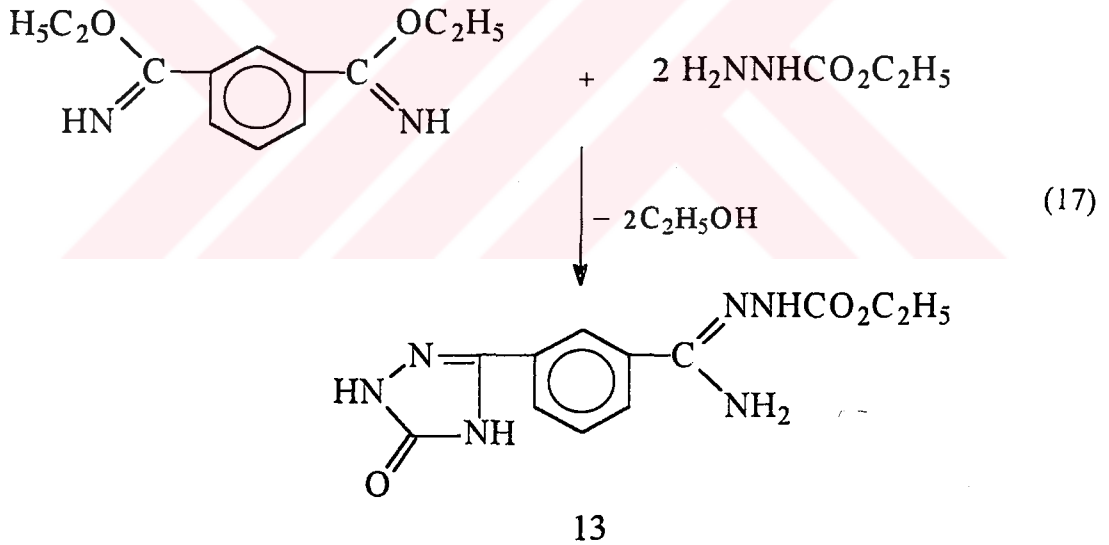
Alkil imidat (1)'ların açilhidrazin'ler ile reaksiyonundan ise açilamidrazon (11) bileşiğine varıldığı bildirilmiştir (Denklem 15) [7-10]. 1 tipi bileşiklerin dihidrazidler ile



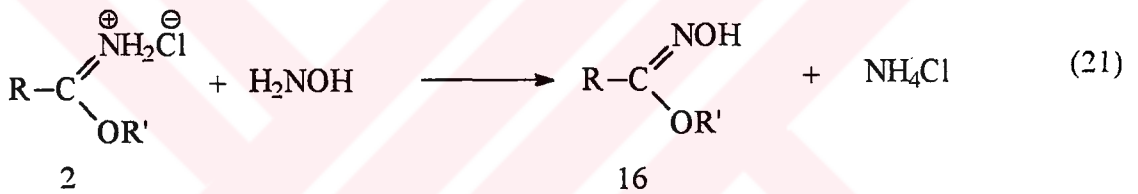
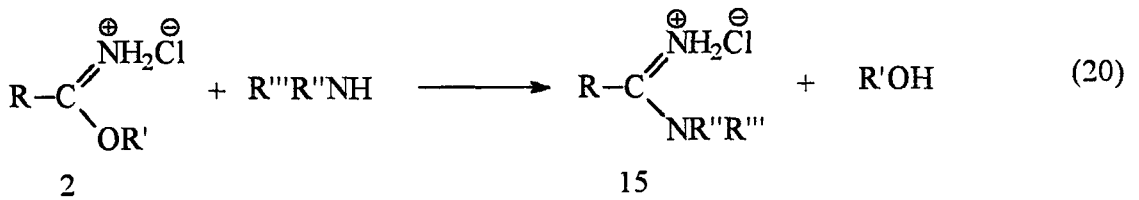
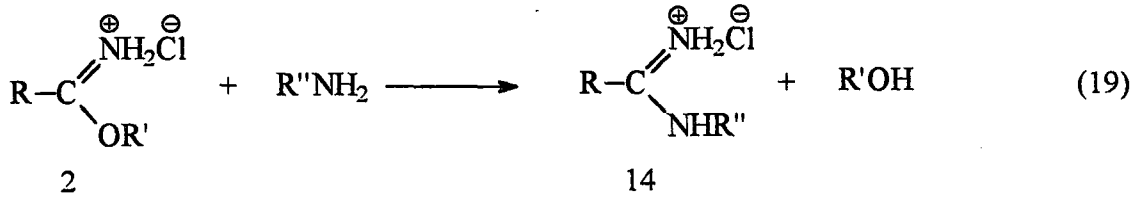
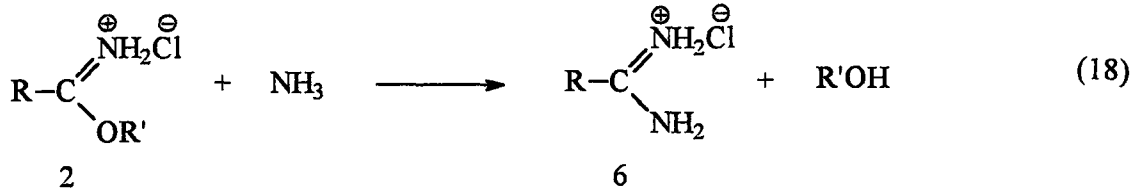
reaksiyonu da incelenmiş ve bu reaksiyonlarda 12 tipi diaçilamidrazon bileşiklerinin oluştuğu saptanmıştır (Denklem 16) [11,12].



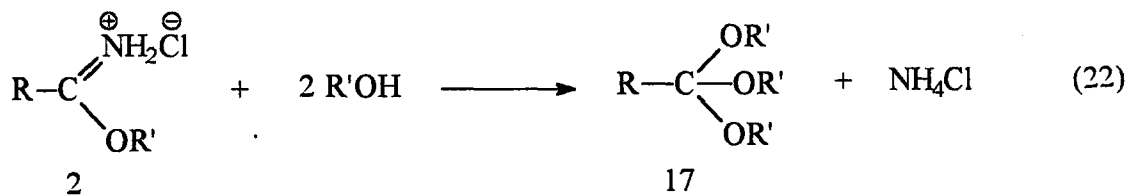
Yakın zamanlarda Denklem 12 ile gösterilen reaksiyon bir dialkil imidat ile incelenmiş ve bu reaksiyonda da 8 tipi bir amid hidrazon türevine (13) varıldığı belirlenmiştir (Denklem 17) [13].



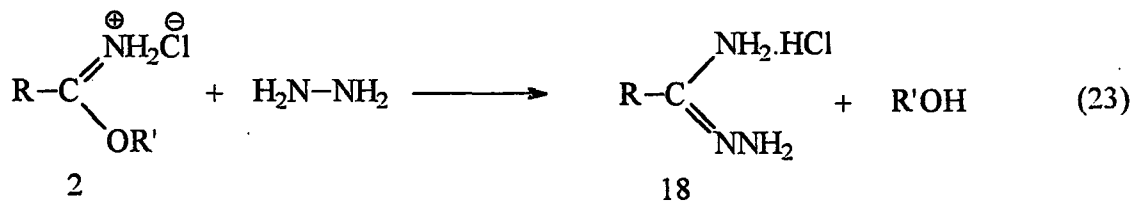
Alkil imidat hidroklorür (2)'lerin de birçok reaksiyonları bilinmektedir, ki bunlar arasında özellikle amonyak ve amonyak türevleriyle olan reaksiyonlar dikkat çekmektedir. Nitekim 2 tipi bileşiklerin NH_3 ile amidin hidroklorür (6)'leri, 1° aminler ile N-substitue amidin hidroklorür (14)'leri 2° aminler ile N,N-disubstitue amidin hidroklorür (15)'leri ve hidrosilamin ile hidrosamik asit ester (16)'lerini oluşturdukları saptanmıştır (Denklem 18-21) [1,2].

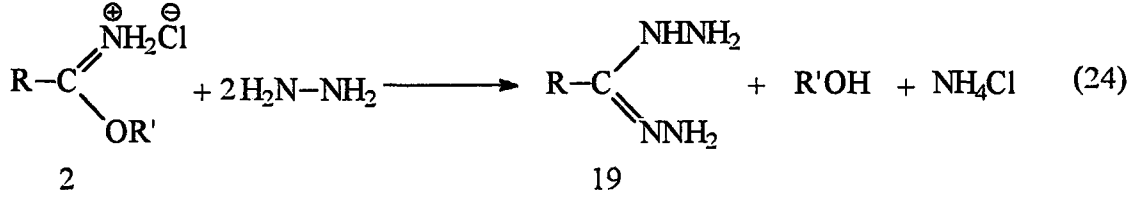


Alkil imidat hidroklorür'lerin aşırı ve sıcak alkol etkisiyle orto ester (17)'leri oluşturduğu da bildirilmiştir (Denklem 22) [2,14].

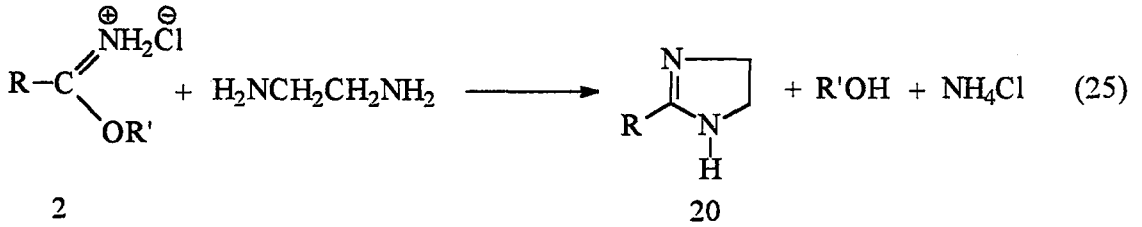


2 tipi bileşiklerin hidrazin ile olan reaksiyonları ise, ekivalent oranda hidrazin kullanıldığı zaman amidrazon hidroklorür (18)'lerin, iki ekivalent miktarda hidrazin kullanıldığı zaman ise hidrazidin (19)'lerin oluşumu ile sonuçlandığı saptanmıştır (Denklem 23 ve Denklem 24) [1,2].

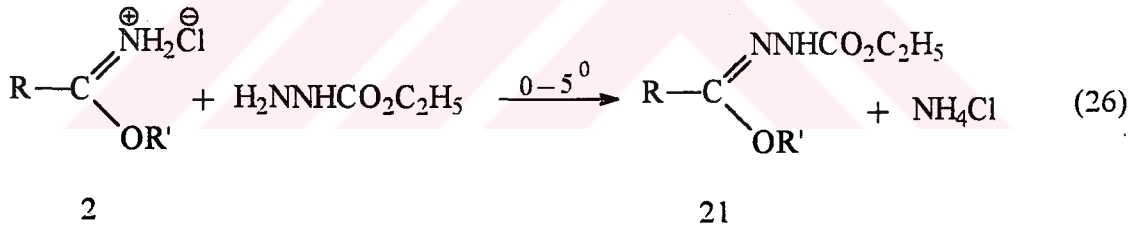




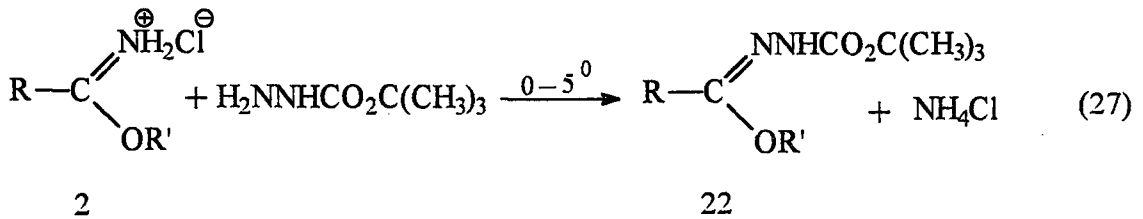
Hidrazin gibi bir bifonksiyonel bileşik olan 1,2-diaminoetan kullanılması halinde, 2 tipi bileşiklerden imidazolin bileşiklerine (20) varıldığı belirlenmiştir (Denklem 25) [1].



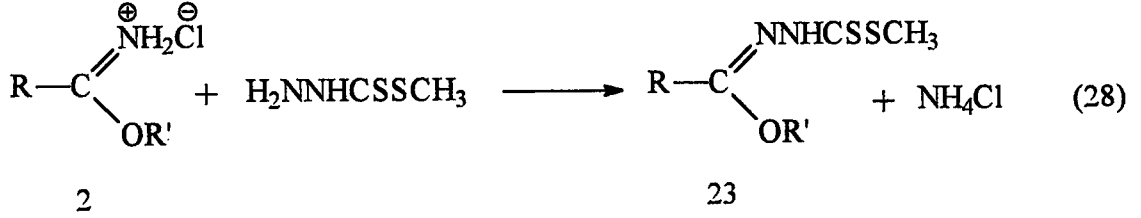
Alkil imidat hidroklorür (2)'lerin bazı monosubstitue hidrazin türevleri ile verdiği reaksiyonlar nisbeten yakın zamanlarda incelenmiştir. Bu reaksiyonlarda da 2 tipi bileşiklerin NH_4Cl ayrılmasıyla reaksiyon verdiği gözlenmiştir. 2 bileşiklerinin düşük sıcaklıklarda etil karbazat ile reaksiyonundan ester etoksikarbonilhidrazon (21)'lar oluştuğu saptanmıştır (Denklem 26) [4,9,15].



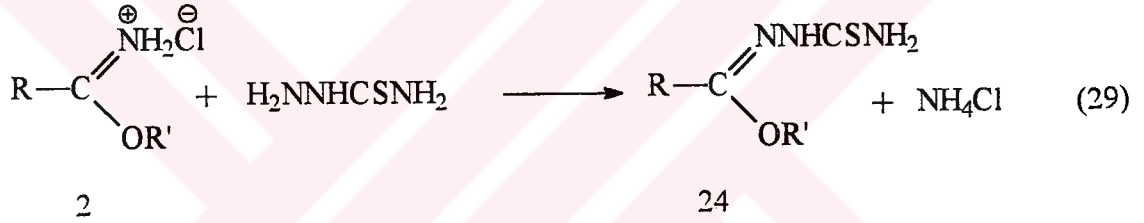
Denklem 26 ile gösterilen reaksiyonda etil karbazat yerine tert-butil karbazat kullanılması halinde ise ester tert-butoksikarbonilhidrazon (22)'lar oluştuğu bildirilmiştir (Denklem 27) [6].



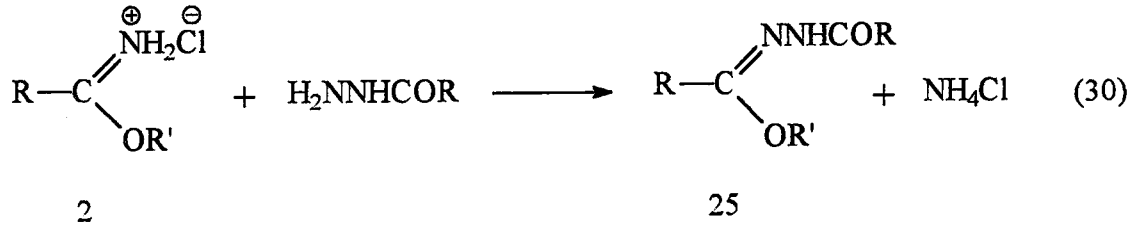
Denklem 26'da gösterilen reaksiyonda etil karbazat yerine metil ditiyokarbazat kullanılması ise ditiyokarbometoksihidrazon (23)'lar oluşumuna yol açtığı da belirlenmiştir (Denklem 28) [16].



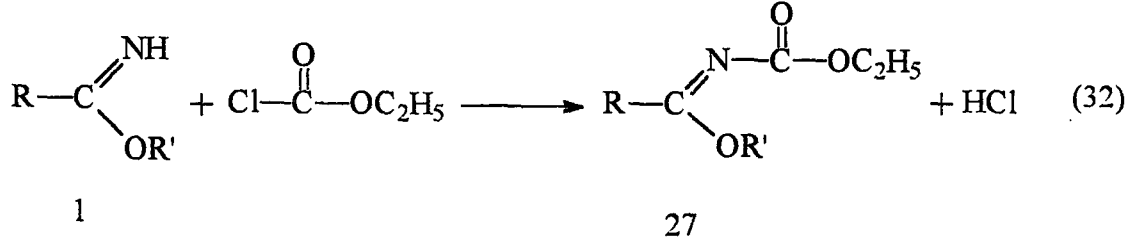
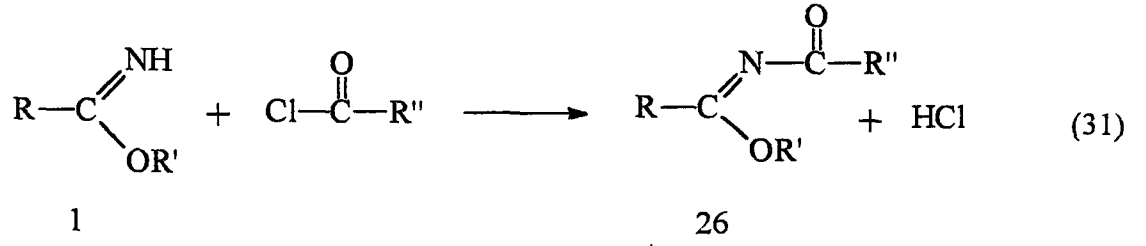
2 tipi bileşiklerin tiyosemikarbazid ile reaksiyonları da incelenmiş olup bu reaksiyonda ester tiyosemikarbazon (24)'lar oluştuğu saptanmıştır (Denklem 29) [16,17].



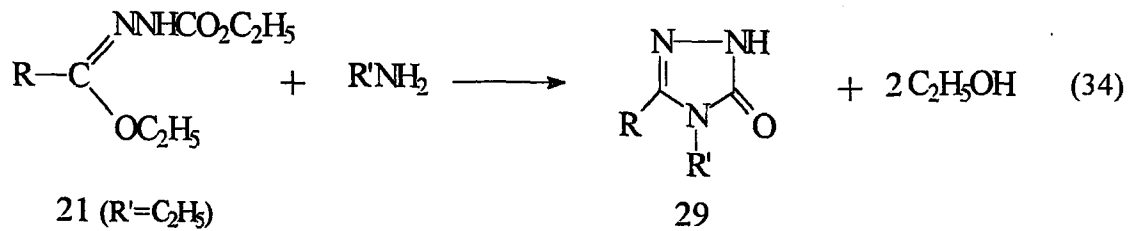
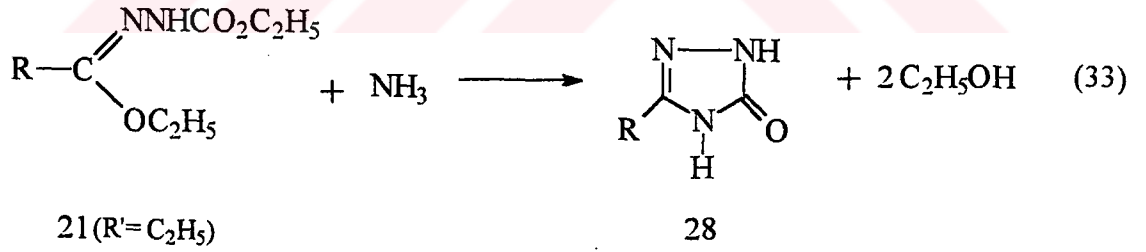
Bir diğer çalışmada ise alkil imidat hidroklorür (2)'lerin açıl hidrazinler ile reaksiyonu birkaç örnek için incelenmiş olup bu incelemede ester açılhidrazon (25)'lara varıldığı bildirilmiştir (Denklem 30) [18].



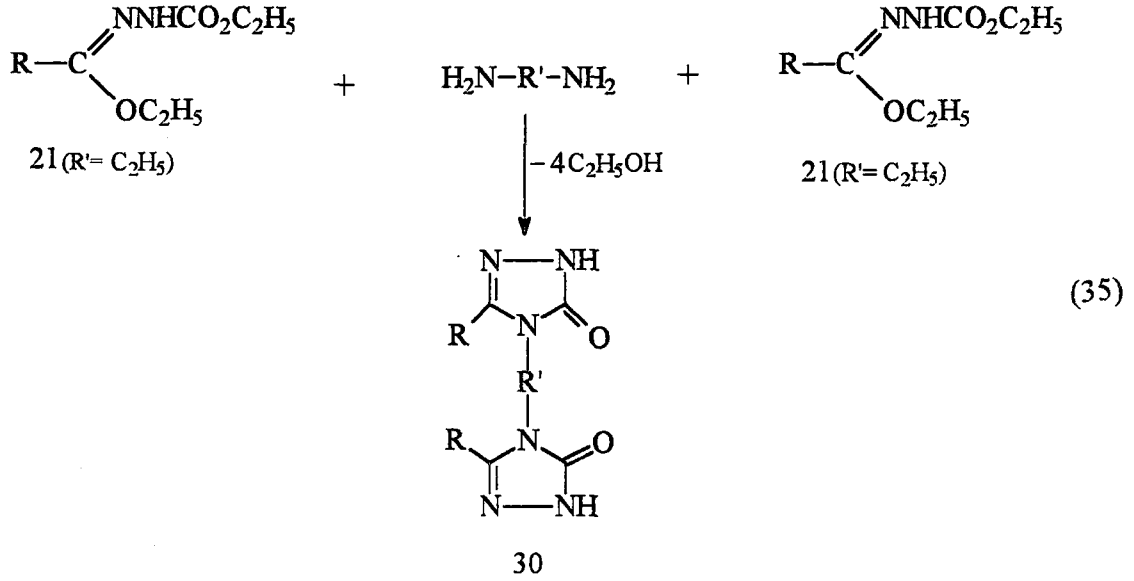
Alkil imidat (1)'ların =NH protonlarının çeşitli gruplarla yer değiştirmesine olanak sağlayan reaksiyonlar literatürde kayıtlıdır. Bunlar arasında özellikle alkil imidatların N-açıl ve N-etoksikarbonil türevlerine (26 ve 27) yol açan reaksiyonlar önem taşımaktadır (Denklem 31 ve Denklem 32) [19].



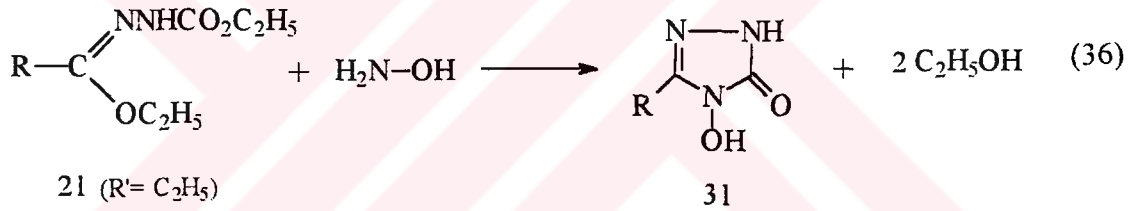
26 ve 27 tipi bileşikler gibi 21, 22, 23, 24 ve 25 tipi bileşiklerin de çeşitli reaktiflerle muamele sonucunda halka kapanması reaksiyonlarına uğrayabildikleri ve bazı heterohalkalı bileşiklere dönüşebildikleri literatürde belirtilmiştir. Bunlar arasında özellikle ester etoksikarbonilhidrazon (21)'ların birçok reaksiyonları incelenmiş olup bu bileşikler nisbeten kolay reaksiyon verebilme yetenekleriyle dikkati çekmektedir. Nitekim 21 tipi bileşiklerin amonyak ve 1° aminlerle reaksiyonundan, sırasıyla, 3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (28)'lar ve 3,4-dialkil(aril)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (29)'lar elde edilmiştir (Denklem 33 ve Denklem 34) [4,9,20-23].



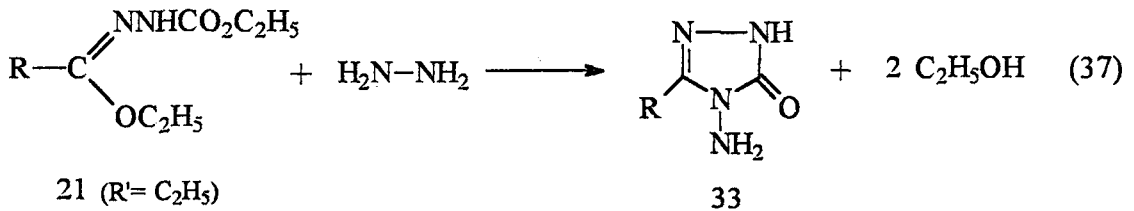
Ester etoksikarbonilhidrazon (21)'ların diaminler ile reaksiyonunun ise 30 tipi bileşiklerin oluşumuna yol açtığı bildirilmiştir (Denklem 35) [24-27].



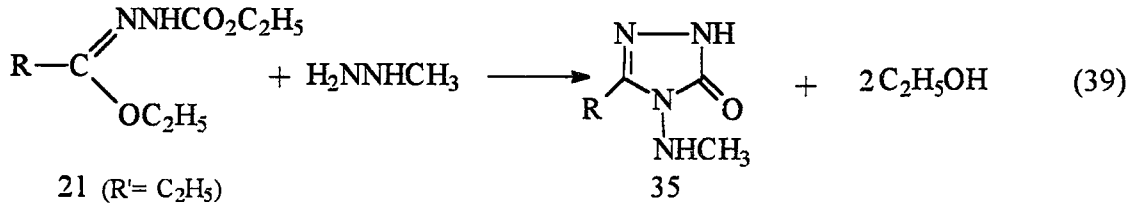
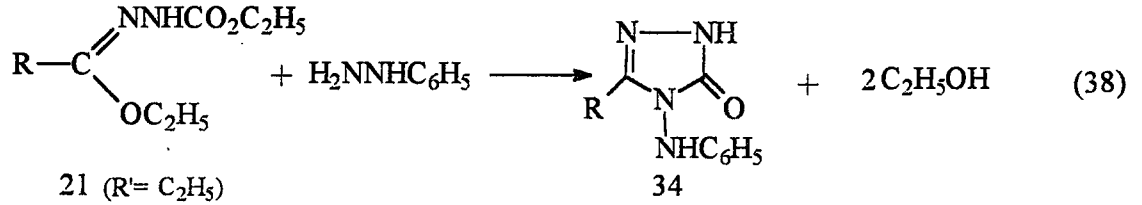
21 tipi bileşiklerin hidroksilamin ile reaksiyonundan ise 3-alkil(aril)-4-hidroksi-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (31) bileşiklerinin teşekkül ettiği bildirilmiştir (Denklem 36) [28,29].



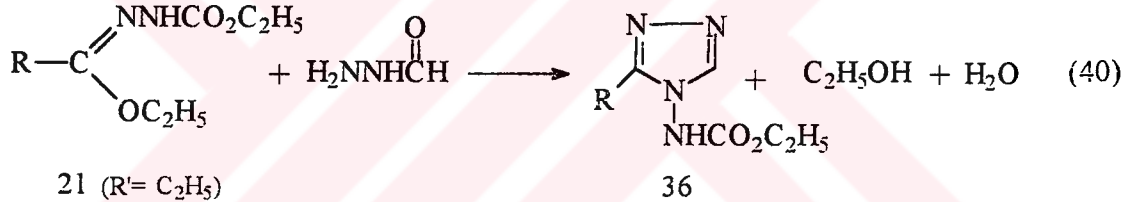
21 tipi bileşiklerin hidrazin ile olan reaksiyonlarının incelenmesi ilginç olup bu reaksiyonlarda muhtemel 1,4,5,6-tetrahidro-1,2,4,5-tetrazin-6-on (32) bileşiklerinin değil ve fakat izomer 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33)'ların oluştuğu saptanmıştır (Denklem 37) [30-32].



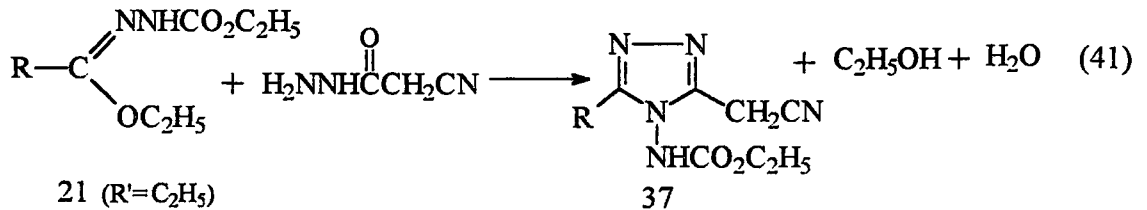
Denklem 37 ile gösterilen reaksiyonda hidrazin yerine fenilhidrazin ve metilhidrazin kullanılması halinde ise, sırasıyla, 3-alkil(aril)-4-fenilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (34) ve 3-alkil(aril)-4-metilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (35) bileşiklerinin oluştuğu belirlenmiştir (Denklem 38 ve Denklem 39) [30,31,33-35].



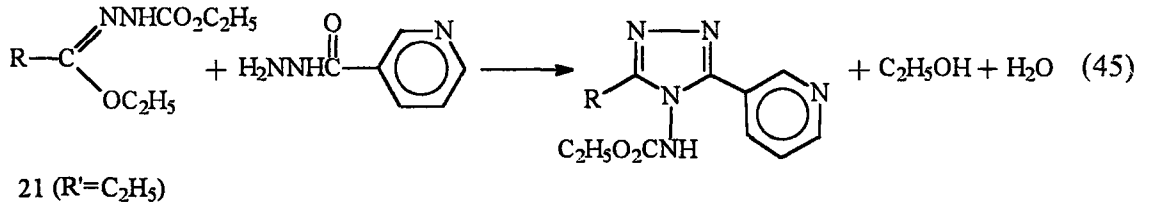
Çok yakın zamanlarda 21 tipi bileşiklerin birkaç açilhidrazin ile reaksiyonu incelenmiştir. Ester etoksikarbonilhidrazon (21)'lerin formilhidrazin ile olan reaksiyonundan 3-alkil-4-etoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol (36)'lerin oluştuğu saptanmıştır (Denklem 40) [36].



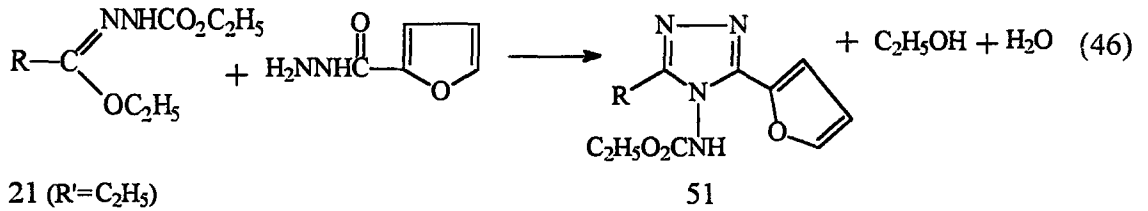
Syanoasetik asit hidrazidi ve izonikotinic asit hidrazidinin 21 tipi bileşiklerle reaksiyonu da iki araştırma grubunca incelenmiş olup, bu reaksiyonlarda, sırasıyla, 3-alkil-4-etoksikarbonilamino-5-syanometil-4H-1,2,4-triazol (37)'lerin ve 3-alkil-4-etoksikarbonilamino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol (38)'lerin oluştuğu belirlenmiştir (Denklem 41 ve Denklem 42) [37-39].



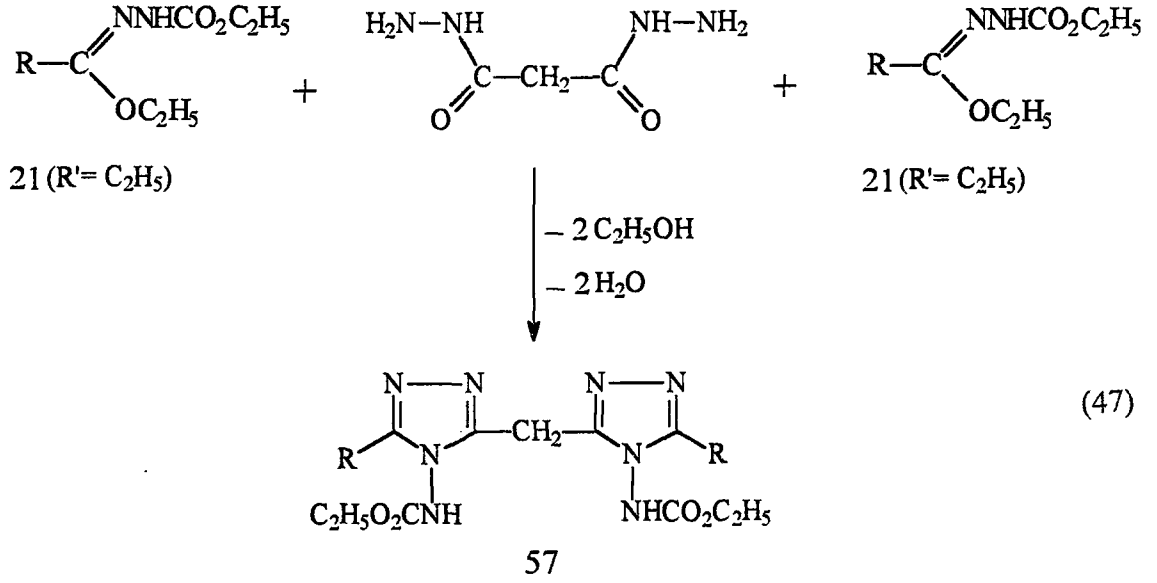
Çalışmanın orijinal olan ikinci bölümünde 21 tipi bileşiklerin nikotinik asit hidrazidi ile reaksiyonu incelenmiştir. Bu çerçevede 21b, 21c, 21d, 21e ve 21f bileşiklerinin ayrı ayrı nikotinik asit hidrazidi ile reaksiyonundan, sırasıyla, 45 tipi 3-etil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (46), 3-n-propil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (47), 3-benzil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (48), 3-p-kloro-benzil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (49) ve 3-fenil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (50) bileşiklerinin sentezi gerçekleştirilmiştir (Denklem 45).



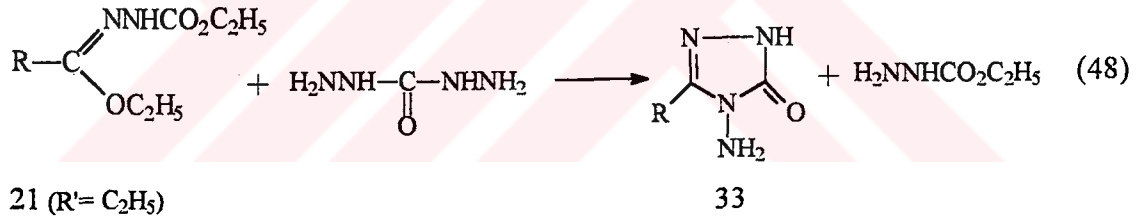
Çalışmanın bundan sonraki orijinal bölümünde, 21 tipi bileşiklerin 2-furoik asit hidrazidi ile muamelesine baş vurulmuştur ve 21a, 21b, 21c, 21f ve 21g bileşiklerinin ayrı ayrı 2-furoik asit hidrazidi ile reaksiyonundan, sırasıyla, 51 tipi 3-metil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (52), 3-etil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (53), 3-n-propil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (54), 3-fenil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (55) ve 3-p-tolil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (56) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 46).



Çalışmanın dördüncü orijinal bölümünde ester etoksikarbonilhidrazon (21)'ların bir dihidrazid olan malonohidrazid (malonik asit dihidrazidi) ile reaksiyon verip vermeyeceğinin incelenmesi öngörülmüş ve bu amaçla örnek olarak 21d bileşiği 2 mol kullanılmak suretiyle malonohidrazid ile reaksiyona sokulmuştur. Bu reaksiyonda beklenen 57 tipi Di-(3-benzil-4-etoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol-5-il)metan (58) bileşiğinin oluştuğu saptanmıştır (Denklem 47).



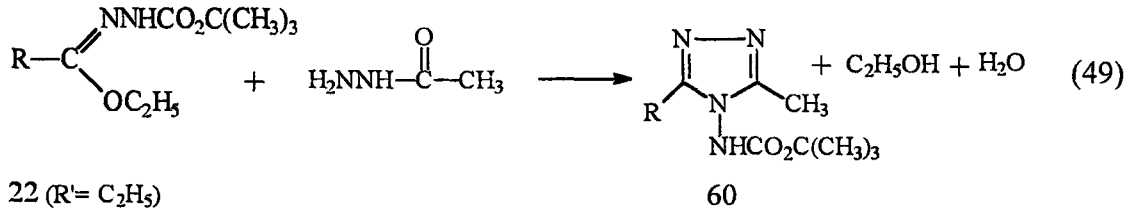
Çalışmanın beşinci orijinal bölümünde malonohidrazid yerine karbohidrazid (karbonik asit hidrazidi) kullanılması ve 58 tipi bileşikler yerine, benzer şekilde, 59 tipi bileşikler elde edilmesi öngörülmüştür. Ancak yapılan çalışmalarda 59 tipi bileşiklerin oluşmadığı ve fakat ekivalent oranda çalışılması halinde ise 33 tipi bileşiklere varıldığı belirlenmiştir (Denklem 48). Nitekim, denklem 48 uyarınca, 21a, 21b, 21c, 21d ve 21f



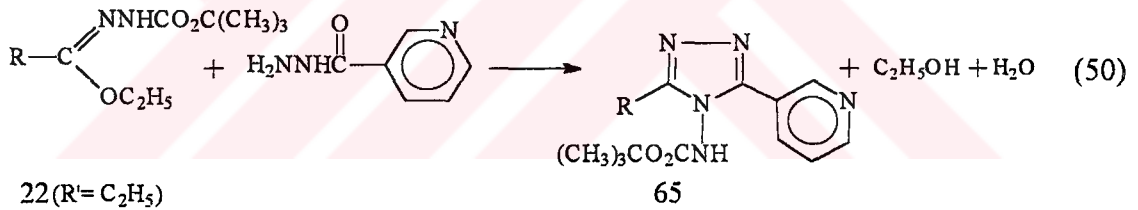
bileşiklerinin ayrı ayrı karbohidrazid ile reaksiyonundan, sırasıyla, literatürde kayıtlı [30, 31] 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33a), 3-etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33b), 3-n-propil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33c), 3-benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33d) ve 3-fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33e) bileşikleri elde edilmiştir.

Çalışmanın bundan sonraki birkaç bölümünde ester tert-butoksikarbonilhidrazon (22)'lerin açilhidrazinler ile reaksiyonları incelenmiştir. Bu incelemede tert-butoksikarbonil grubunun, etoksikarbonil grubuna nazaran daha kolay ayrılan bir grup olması [40] ve sterik etki gösteren bir grup niteliği taşıması dikkate alınarak, reaksiyonun farklı şekilde yürüyebilme olasılığı gözönüne alınmıştır. Ancak uygulanan reaksiyonlarda ele geçen bileşikler 22 tipi bileşiklerin açilhidrazinler ile olan reaksiyonunun, ester etoksikarbonilhidrazon (21)'lerin açilhidrazinler ile olan reaksiyonlarına paralel şekilde

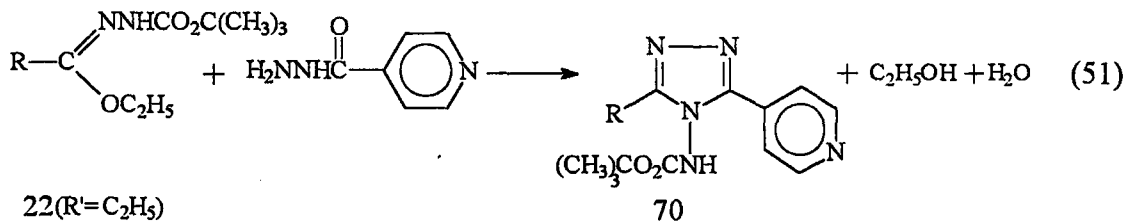
gerçekleştiğini göstermiştir. Nitekim, çalışmanın altıncı orijinal bölümünde 22a, 22b, 22c ve 22e bileşiklerinin ayrı ayrı asetilhidrazin (asethidrazid) ile reaksiyonu sonucunda, sırasıyla, 60 tipi 3,5-dimetil-4-tert-butoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol (61), 3-etil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (62), 3-benzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (63) ve 3-fenil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (64) bileşikleri ele geçmiştir (Denklem 49).



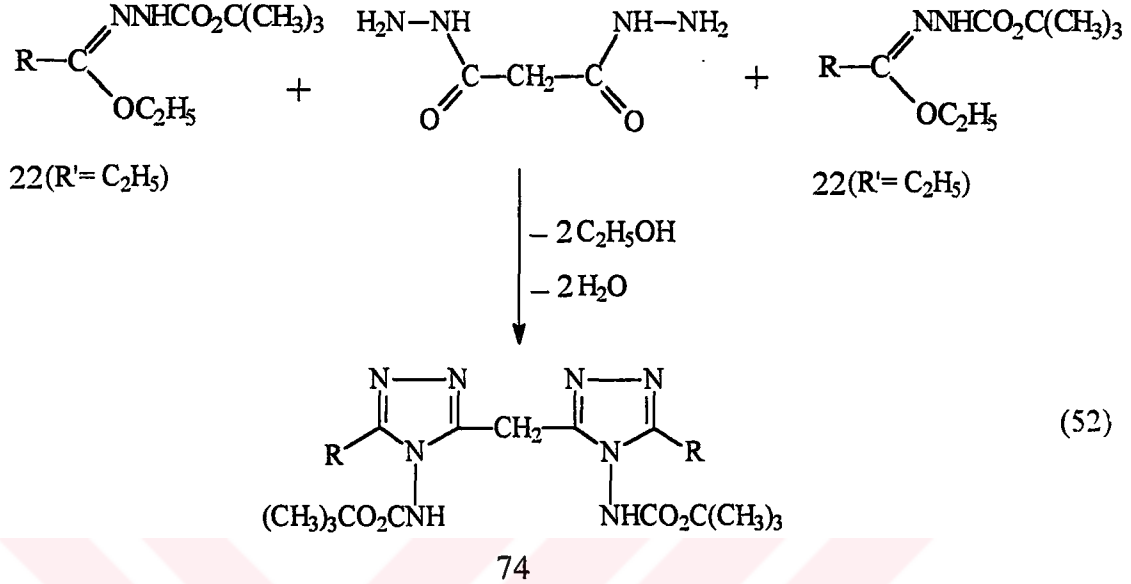
Çalışmanın bundan sonraki orijinal bölümünde 22 tipi bileşiklerin nikotik asit hidrazidi ile reaksiyonu incelenmiştir. Bu çerçevede 22a, 22b, 22c ve 22d bileşiklerinin ayrı ayrı nikotik asit hidrazidi ile muamelesinden, sırasıyla, 65 tipi 3-metil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (66), 3-etil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (67), 3-benzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (68) ve 3-p-klorobenzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (69) bileşikleri sentez edilmiştir (Denklem 50).



Çalışmanın orijinal sekizinci bölümünde 22a, 22c ve 22d bileşikleri ayrı ayrı izonikotik asit hidrazidi ile reaksiyona sokulmuş ve bu reaksiyonda, sırasıyla, 70 tipi 3-metil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol (71), 3-benzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol (72) ve 3-p-klorobenzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol (73) bileşiklerinin oluştuğu belirlenmiştir (Denklem 51).

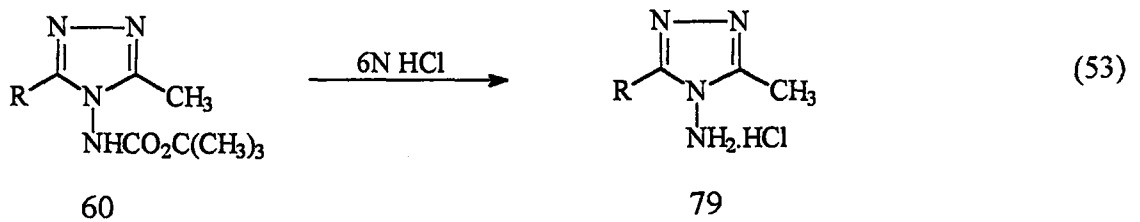


Çalışmanın orijinal dokuzuncu bölümünde 22 tipi bileşiklerin 21 tipi bileşikler gibi bir dihidrazid ile reaksiyon verip vermeyeceği öngörülmüş ve bu amaçla 22a ve 22c bileşiklerinin ikiye molü, ayrı ayrı malonohidrazid ile reaksiyona sokulmuştur. Bu

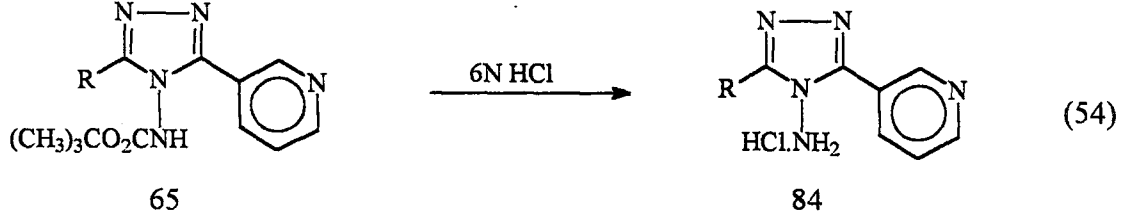


reaksiyonlar sonucunda 74 tipi Di-(3-metil-4-tert-butoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol-5-il) metan (75) ve Di-(3-benzil-4-tert-butoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol-5-il) metan (76) bileşiklerinin oluştuğu saptanmıştır (Denklem 52).

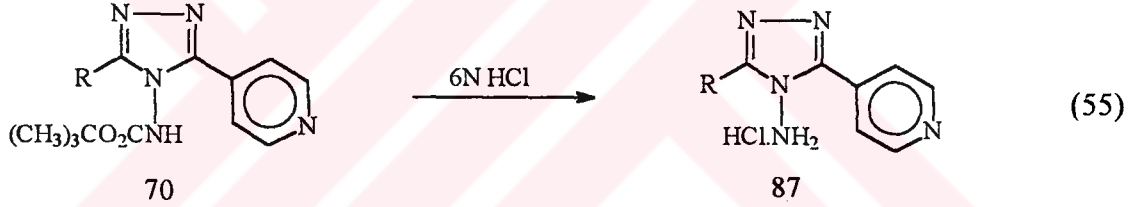
Azota bağlı etoksikarbonil gruplarından farklı olarak tert-butoksikarbonil gruplarının özellikle asidik koşullarda kopabileceği literatürde kayıtlıdır [40, 41]. Çalışmamızda elde edilen ve tert-butoksikarbonilamino grubu içeren 60, 65 ve 70 tipi bileşiklerden bu grubun koparılması ile 77 tipi bileşiklerin oluşabileceği düşünülmüş ve bu amaçla, çalışmanın bu bölümünde çeşitli koşullarda denemeler yapılmıştır. Bu denemeler sonucunda, 6N HCl ile muamele sonucunda ve uygun koşullarda 60, 65 ve 70 bileşiklerinin, 77 tipi bileşiklerin hidroklorürlerine dönüştüğü belirlenmiştir. Bu kapsamda, 60 tipi 61, 62, 63 ve 64 bileşiklerinin 6N HCl ile muamelesinden, sırasıyla, 79 tipi 3,5-dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (80), 3-etil-4-amino-5-metil-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (81), 3-benzil-4-amino-5-metil-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (82) ve 3-fenil-4-amino-5-metil-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (83) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 53).



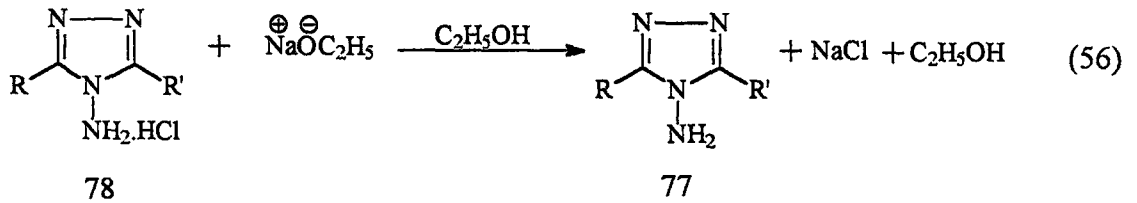
Çalışmanın onbirinci orijinal bölümünde 65 tipi 66 ve 67 bileşikleri ayrı ayrı 6N HCl ile muamele edilerek 84 tipi 3-metil-4-amino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (85) ve 3-etil-4-amino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (86) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 54).



Çalışmanın bundan sonraki orijinal bölümünde 70 tipi bileşiklerin 6N HCl ile muamelesi gerçekleştirilmiştir. Bu çerçevede 71, 72 ve 73 bileşiklerinin ayrı ayrı 6N HCl ile muamelesinden, sırasıyla, 87 tipi 3-metil-4-amino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (88), 3-benzil-4-amino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (89) ve 3-p-klorobenzil-4-amino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (90) bileşikleri ele geçmiştir (Denklem 55).

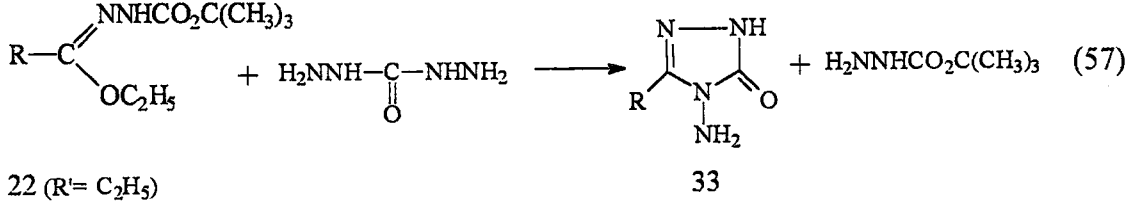


Çalışmanın onüçüncü orijinal bölümünde 78 tipi hidroklorürlerden 77 tipi serbest N-NH₂ bileşiklerinin elde edilip edilemeyeceği incelenmiş ve bu amaçla örnek olarak 80 bileşiğinin serbest amino bileşiğine dönüşümü göz önüne alınmıştır. 80 bileşiğinin mutlak etanolde çözülüp ekivalent oranda sodyum etoksit ile muamelesinden 3,5-dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (91) elde edilmesi, eğer mutlak etanolde çözünme gerçekleşirse 78 tipi bileşiklerden 77 tipi bileşiklerin elde edilebileceğini göstermiştir (Denklem 56).

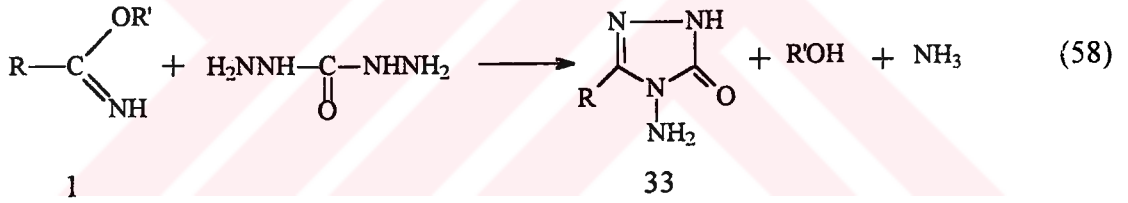


Çalışmanın bundan sonraki bölümünde ester tert-butoksikarbonilhidrazon (22)'ların karbohidrazid ile reaksiyonları incelenmiştir ve bu incelemede denklem 48 ile gösterilen

reaksiyona benzer bir reaksiyonun vuku bulup bulmayacağını araştırılması öngörülmüştür. Bu kapsamda örnek olarak seçilen 22a ve 22e bileşikleri karbohidrazid ile reaksiyona sokulmuş ve bu reaksiyonda denklem 48' deki benzer şekilde 33 tipi bileşiklerin oluştuğu, 33a ve 33e bileşiklerinin elde edilmesi ile kanıtlanmıştır (Denklem 57).



Çalışmanın en son orijinal bölümünde henüz incelenmemiş olan serbest alkil imidat (1)' lar ile karbohidrazidin reaksiyonun incelenmesi düşünülmüş ve bu reaksiyon ile de 33 tipi bileşiklere varılabileceği öngörülmüştür. Nitekim hidroklorür (2)'lerinden mutlak etanollü ortamda sodyum etoksit yardımıyla serbest hale geçirilen 1a, 1b, 1d ve 1f bileşiklerinin ayrı ayrı karbohidrazid ile reaksiyonundan, sırasıyla, 33a, 33b, 33d ve 33e bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 58).



Çalışmada kullanılan 21 ve 22 tipi bileşiklerin sentezi için gerekli alkil imidat hidroklorür (2)'lerin sentezi için denklem 2 ile gösterilen Pinner yöntemine [2,3] başvurulmuştur. Bu yöntemin uygulanmasıyla literatürde kayıtlı bileşikler olan etil imidoasetat hidroklorür (2a), etil imidopropionat hidroklorür (2b), etil imido-n-butirat hidroklorür (2c), etil imidofenilasetat hidroklorür (2d), etil imido-p-klorofenilasetat hidroklorür (2e), etil imidobenzoat hidroklorür (2f) ve etil imido-p-metilbenzoat hidroklorür (2g) bileşikleri elde edilmiştir.

Çalışmada gerekli 21 tipi bileşikler, 2 tipi bileşiklerin etil karbazat ile reaksiyonundan denklem 26 uyarınca oluşturulmuştur. Bu çerçevede literatürde kayıtlı olan etil asetat etoksikarbonilhidrazon (21a), etil propionat etoksikarbonilhidrazon (21b), etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (21c), etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21d), etil p-klorofenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21e), etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (21f) ve etil p-metilbenzoat etoksikarbonilhidrazon (21g) bileşikleri sentez edilmiştir [4,9].

Çalıřmada kullanılan 22 tipi bileřikler ise 2 tipi bileřiklerin tert-butil karbazat ile reaksiyonundan denklem 27' ye gre sentezlenmiřtir. Bu kapsamda literatrde kayıtlı olan etil asetat tert-butoksikarbonilhidrazon (22a), etil propionat tert-butoksikarbonilhidrazon (22b), etil fenilasetat tert-butoksikarbonilhidrazon (22c), etil p-klorofenilasetat tert-butoksikarbonilhidrazon (22d) ve etil benzoat tert-butoksikarbonilhidrazon (22e) bileřikleri elde edilmiřtir [6].



2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Çalışmada kullanılan kimyasal maddeler Fluka ve Merck firmalarından sağlanmış, çözücüler ise yerli ya da yurt dışı kaynaklardan temin edilmiştir.

Elde edilen bileşiklerin erime noktaları Büchi erime noktası tayin cihazında tayin edilmiştir. ^1H NMR spektrumları Varian 60A spektrometresinde alınmıştır. Infrared Spektrumları KBr tabletleri halinde Perkin-Elmer 377 spektrofotometresinde kaydedilmiştir. Ultraviyole absorpsiyon spektrumlarının bir kısmı Shimatzu 1202 UV-VIS spektrofotometresinde, bir kısmı ise Varian Techtron-635 spektrofotometresinde alınmış olup bu tayinlerde 10 mm kuartz hücreler kullanılmış ve ölçümler 200-400 nm bölgesinde gerçekleştirilmiştir. Tüm ultraviyole spektrumları %95'lik etanol içinde 10^{-4} - 10^{-3} M çözeltiler halinde alınmıştır. Mikro analizler ise Carlo Erba 1106 elementel analiz cihazında tayin ettirilmiştir.

Tüm denel çalışmalar K.T.Ü. Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Organik Kimya Lisansüstü Laboratuvarında yapılmıştır. Mikro analizler TÜBİTAK Marmara Bilimsel ve Endüstriyel Araştırma Merkezi Enstrümental Analiz Laboratuvarında yaptırılmıştır. IR ve ^1H NMR spektrumları K.T.Ü. Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya bölümü Enstrümental Analiz Laboratuvarında, UV spektrumlarının bir kısmı K.T.Ü. Eğitim Fakültesi Fen Bilimleri Eğitimi Bölümü Kimya Eğitimi Anabilim Dalı Araştırma Laboratuvarında, bir kısmı ise K.T.Ü. Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Enstrümental Analiz Laboratuvarında alınmıştır.

Çalışmada gerekli 21 ve 22 tipi bileşiklerin elde edilmesi için öncelikle 2 tipi bileşikler Pinner Metodu [2] uyarınca literatürde kayıtlı yöntemlere göre elde edilmiştir. Aşağıda sentezi gerçekleştirilen 2 tipi bileşiklerin erime noktaları literatürdeki kaynaklarla karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

Etil imidoasetat hidroklorür (2a)	: e.n. 99° (boz.) (Kaynak [43]'de e.n. 98 - 100° (boz.))
Etil imidopropionat hidroklorür (2b)	: e.n. 92° (boz.) (Kaynak [44]'de e.n. 92° (boz.))
Etil imidobutirat hidroklorür (2c)	: e.n. 49° (boz.) (Kaynak [34]'de e.n. 49° (boz.))
Etil imidofenilasetat hidroklorür (2d)	: e.n. 84° (boz.) (Kaynak [45]'de e.n. 85° (boz.))
Etil imido-p-klorofenilasetat hidroklorür (2e)	: e.n. 84° (boz.) (Kaynak [42]'de e.n. 85° (boz.))
Etil imidobenzoat hidroklorür (2f)	: e.n. 125° (boz.) (Kaynak [34]'de e.n. 124° (boz.))
Etil imido-p-metilbenzoat hidroklorür (2g)	: e.n. 130° (boz.) (Kaynak [46]'de e.n. 131° (boz.))

Çalışmanın bundan sonraki adımında, ilk adımda elde edilen 2 tipi bileşiklerin kullanılmasıyla literatürde kayıtlı yöntemlere göre [4, 9, 6], 21 ve 22 tipi bileşiklerin sentezi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen bu bileşiklerin IR spektrumları alınmış ve literatürde verilen tipik IR pikleri ile karşılaştırılmıştır. Çalışmada sentezlenen 21 ve 22 tipi bileşiklerin erime noktaları literatürdeki kaynaklarla karşılaştırmalı olarak aşağıda verilmiştir.

Etil asetat etoksikarbonilhidrazon (21a)	: e.n. 68 ⁰ (Kaynak [9]'de e.n. 68 ⁰)
Etil propionat etoksikarbonilhidrazon (21b)	: e.n. 57 ⁰ (Kaynak [4]'de e.n. 57-58 ⁰)
Etil butirat etoksikarbonilhidrazon (21c)	: e.n. 44 ⁰ (Kaynak [4]'de e.n. 46-47 ⁰)
Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21d)	: e.n. 89 ⁰ (Kaynak [9]'de e.n. 90 ⁰)
Etil p-klorofenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21e)	: e.n. 78 ⁰ (Kaynak [42]'de e.n. 78 ⁰)
Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (21f)	: e.n. 80 ⁰ (Kaynak [9]'de e.n. 80 ⁰)
Etil p-metilbenzoat etoksikarbonilhidrazon (21g)	: e.n. 85 ⁰ (Kaynak [31]'de e.n. 86.5 ⁰)
Etil asetat tert-butoksikarbonilhidrazon (22a)	: e.n. 108 ⁰ (Kaynak [6]'de e.n. 108 ⁰)
Etil propionat tert-butoksikarbonilhidrazon (22b)	: e.n. 106 ⁰ (Kaynak [6]'de e.n. 106 ⁰)
Etil fenilasetat tert-butoksikarbonilhidrazon (22c)	: e.n. 84 ⁰ (Kaynak [6]'de e.n. 84 ⁰)
Etil p-klorofenilasetat etoksikarbonilhidrazon (22d)	: e.n. 92 ⁰ (Kaynak [6]'de e.n. 92 ⁰)

2.1. 3,5-Dimetil-4-etoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol (40) :

Etil asetat etoksikarbonilhidrazon (1.7420 g, 0.01 mol) ve asethidrazid (0.7408 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de nemden korunarak 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde izobutil asetatın kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.2120 g, %65.80) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 40 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 117 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 1
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 2
Elementel analiz	: C ₇ H ₁₂ N ₄ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 45.64; H: 6.57; N: 30.42
Bulunan	: C: 45.69; H: 6.54; N: 30.92

2.2. 3-Benzil-4-etoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (41) :

Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (2.5029 g, 0.01 mol) ve asethidrazid (0.7408 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de nemden korunarak 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil

asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.8760 g, %72.07) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 41 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 131 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 3
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 4
Elementel analiz	: C ₁₃ H ₁₆ N ₄ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 59.98; H: 6.20; N: 21.53
Bulunan	: C: 60.11; H: 6.21; N: 21.44

2.3. 3-p-Klorobenzil-4-etoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (42) :

Etil p-klorofenilasetat etoksikarbonilhidrazon (2.8474 g, 0.01 mol) ve asethidrazid (0.7408 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de nemden korunarak 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde izobutil asetatın kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.0917 g, %70.97) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 42 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 111 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 5
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 6
Elementel analiz	: C ₁₃ H ₁₅ N ₄ O ₂ Cl için;
Hesaplanan	: C: 52.97; H: 5.13; N: 19.01
Bulunan	: C: 53.32; H: 5.16; N: 18.88

2.4. 3-Fenil-4-etoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (43) :

Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (2.3626 g, 0.01 mol) ve asethidrazid (0.7408g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de nemden korunarak 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.3598 g, %55.22) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 43 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 145 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 7
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 8
Elementel analiz	: C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 58.52; H: 5.73; N: 22.75
Bulunan	: C: 58.33; H: 5.74; N: 22.56

2.5. 3-p-Tolil-4-etoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (44) :

Etil p-metilbenzoat etoksikarbonilhidrazon (2.5029 g, 0.01 mol) ve asethidrazid (0.7408g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de nemden korunarak 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.5644 g, %60.10) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 44 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 234 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 9
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 10
Elementel analiz	: C ₁₃ H ₁₆ N ₄ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 59.98; H: 6.20; N: 21.53
Bulunan	: C: 60.00; H: 6.49; N: 21.84

2.6. 3-Etil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (46) :

Etil propionat etoksikarbonilhidrazon (1.8822 g, 0.01 mol) ve nikotinik asit hidrazidi (1.3714 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 120-125 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml ksilen ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.9103 g, %34.84) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 46 bileşiği olarak tanımlandı. e.n:85°C

IR (KBr)	: Ek Şekil 11
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 12
Elementel analiz	: C ₁₂ H ₁₅ N ₅ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 55.16; H: 5.79; N: 26.81
Bulunan	: C: 55.86; H: 5.52; N: 26.65

2.7. 3-n-Propil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (47) :

Etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) ve nikotinik asit hidrazidi (1.3714 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 120-125 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml ksilen ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.9865 g, %35.83) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 47 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 102°C

IR (KBr)	: Ek Şekil 13
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 14
Elementel analiz	: C ₁₃ H ₁₇ N ₅ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 56.71; H: 6.22; N: 25.44
Bulunan	: C: 57.36; H: 6.11; N: 25.70

2.8. 3-Benzil-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (48) :

Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (2.5029 g, 0.01 mol) ve nikotinik asit hidrazidi (1.3714 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 120-125 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml ksilen ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde benzenden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.9956 g, %30.79) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 48 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 140 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 15
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 16
Elementel analiz	: C ₁₇ H ₁₇ N ₅ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 63.14; H: 5.30; N: 21.66
Bulunan	: C: 63.02; H: 5.35; N: 21.47

2.9. 3-p-Klorobenzil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (49) :

Etil p-klorofenilasetat etoksikarbonilhidrazon (2.8474 g, 0.01 mol) ve nikotinik asit hidrazidi (1.3714 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 120-125 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml ksilen ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde benzen-petrol eteri (1:1) karışımından kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.9685 g, %27.07) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 49 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 155 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 17
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 18
Elementel analiz	: C ₁₇ H ₁₆ N ₅ O ₂ Cl için;
Hesaplanan	: C: 57.06; H: 4.51; N: 19.57
Bulunan	: C: 56.31; H: 4.51; N: 19.40

2.10. 3-Fenil-4-etoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (50) :

Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (2.3626 g, 0.01 mol) ve nikotinic asit hidrazidi (1.3714 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 140-145 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml ksilen ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde asetondan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.0076 g, %32.57) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 50 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 127 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 19
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 20
Elementel analiz	: C ₁₆ H ₁₅ N ₅ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 62.12; H: 4.89; N: 22.64
Bulunan	: C: 62.65; H: 4.94; N: 22.77

2.11. 3-Metil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (52) :

Etil asetat etoksikarbonilhidrazon (1.7420 g, 0.01 mol) ve 2-furoik asit hidrazidi (1.2611 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 130-135 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat-eter (1:2) karışımı ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.5763 g, %24.40) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 52 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 71 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 21
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 22
Elementel analiz	: C ₁₀ H ₁₂ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 50.84; H: 5.12; N: 23.72
Bulunan	: C: 51.70; H: 5.20; N: 24.24

2.12. 3-Etil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (53) :

Etil propionat etoksikarbonilhidrazon (1.8822g, 0.01 mol) ve 2-furoik asit hidrazidi (1.2611 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 130-135 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen vizkoz maddeye 2-3 ml etil asetat-eter (1:2) karışımı ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde benzenden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.7871 g, %31.45) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 53 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 132 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 23
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 24
Elementel analiz	: C ₁₁ H ₁₄ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 52.79; H: 5.64; N: 22.39
Bulunan	: C: 51.94; H: 5.73; N: 22.33

2.13. 3-n-Propil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (54) :

Etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) ve 2-furoik asit hidrazidi (1.2611 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 130-135 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen vizkoz maddeye 2-3 ml etil asetat-eter (1:2) karışımı ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde benzenden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.5391 g, %20.20) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 54 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 111 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 25
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 26
Elementel analiz	: C ₁₂ H ₁₆ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 54.55; H: 6.10; N: 21.20
Bulunan	: C: 55.20; H: 6.24; N: 21.50

2.14. 3-Fenil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (55) :

Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (2.3626 g, 0.01 mol) ve 2-furoik asit hidrazidi (1.2611 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 130-135 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat-eter (1:2) karışımı ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetatın

kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.2822 g, %42.98) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 55 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 167 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 27
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 28
Elementel analiz	: C ₁₅ H ₁₄ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 60.39; H: 4.73; N: 18.78
Bulunan	: C: 60.13; H: 5.31 ; N: 18.27

2.15. 3-p-Tolil-4-etoksikarbonilamino-5-(2-furil)-4H-1,2,4-triazol (56) :

Etil p-metilbenzoat etoksikarbonilhidrazon (2.5029 g, 0.01 mol) ve 2-furoik asit hidrazidi (1.2611 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 130-135°C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat-eter (1:2) karışımı ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.4154 g, %45.32) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 56 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 155 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 29
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 30
Elementel analiz	: C ₁₆ H ₁₆ N ₄ O ₃ için;
Hesaplanan	: C: 61.53; H: 5.16; N: 17.94
Bulunan	: C: 60.99; H: 5.07; N: 17.54

2.16. Di-(3-benzil-4-etoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol-5-il) metan (58) :

Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (2.5029 g, 0.01 mol) ve malonohidrazid (0.6604 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 100-105 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat-petrol eteri (1:1) karışımı ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde asetondan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.2940 g, %25.65) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 58 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 174 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 31
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 32
Elementel analiz	: C ₂₅ H ₂₈ N ₈ O ₄ için;
Hesaplanan	: C: 59.51; H: 5.59; N: 22.21
Bulunan	: C: 59.14; H: 5.45; N: 21.43

2.17. 3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33a) :

Yöntem 1.

Yuvarlak dipli bir balon içinde etil asetat etoksikarbonilhidrazon (1.7420 g, 0.01 mol) ile karbohidrazid (0.9008 g, 0.01 mol)'in 100 ml sudaki çözeltisi 8 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Bu sürenin sonunda çözücü düşük basınç altında 40-45 °C 'de buharlaştırıldı. Ele geçen viskoz madde üzerine 3-4 ml benzen-petrol eteri (1:1) karışımı ilave edilip buzlukta bir hafta bekletildi. Oluşan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Elde edilen kristaller (0.2510 g, %22.00) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 33a bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 227 °C (Kaynak 31'de 227°C)

IR (KBr)	: Ek Şekil 33
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 34
Elementel analiz	: C ₃ H ₆ N ₄ O için;
Hesaplanan	: C: 31.59; H: 5.30; N: 49.10
Bulunan	: C: 31.71; H: 5.28; N: 49.72

Yöntem 2.

Etil imidoasetat hidroklorür (1.2354 g, 0.01 mol)'ün 30 ml mutlak etanoldeki çözeltisine metalik sodyum (0.23 g, 0.01 mol)'un 20 ml mutlak etanolde çözülmesiyle hazırlanmış sodyum etoksit çözeltisi ilave edildi. Çöken NaCl süzülerek ayrıldı. Süzüntüye karbohidrazid(0.9007 g, 0.01 mol)'in 70 ml etanoldeki çözeltisi ilave edildi ve karışım geri soğutucu altında 5 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda çözücü düşük basınç altında 30-35 °C 'de buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Elde edilen kristaller (0.2246 g, %19.68) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 33a bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 227 °C

Yöntem 2 ile elde edilen bileşiğin yöntem 1 ile elde edilen 33a bileşiğine identik olduğu, karışık erime noktası tayini, IR ve ¹H NMR spektrumlarının karşılaştırılması ile saptandı.

Yöntem 3

Yuvarlak dipli bir balon içinde etil asetat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) ile karbohidrazid (0.9008 g, 0.01 mol)'in 100 ml sudaki çözeltisi 10 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Bu sürenin sonunda çözücü düşük basınç altında 40-45 °C

'de buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Elde edilen kristaller (0.3170 g, %27.78) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 33a bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 226 °C

Yöntem 3 ile elde edilen bileşiğin yöntem 1 ve yöntem 2 ile elde edilen 33a bileşiğine identik olduğu, karışık erime noktası tayini, IR ve ¹H NMR spektrumlarının karşılaştırılması ile saptandı.

2.18 3-Etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33b) :

Yöntem 1.

Yuvarlak dipli bir balon içinde etil propionat etoksikarbonilhidrazon (1.8822 g, 0.01 mol) ile karbohidrazid (0.9008 g, 0.01 mol)'in 100 ml sudaki çözeltisi 8 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Bu sürenin sonunda çözücü düşük basınç altında 40-45°C buharlaştırıldı. Ele geçen viskoz madde üzerine 2-3 ml ksilen ilave edilip vakum uygulandı. Oluşan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Elde edilen kristaller (0.2915g, %22.75) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 33b bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 167 °C (Kaynak 31' de 167°C)

IR (KBr) : Ek Şekil 35

¹H NMR (DMSO-d₆) : Ek Şekil 36

Yöntem 2.

Etil imidopropionat hidroklorür (1.3761 g, 0.01 mol)'ün 30 ml mutlak etanoldeki çözeltisine metalik sodyum (0.23 g, 0.01 mol)'un 20 ml mutlak etanolde çözülmesiyle hazırlanmış sodyum etoksit çözeltisi ilave edildi. Çöken NaCl süzülerek ayrıldı. Süzüntüye karbohidrazid (0.9008 g, 0.01 mol)'in 70 ml etanoldeki çözeltisi ilave edildi ve karışım geri soğutucu altında 5 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda çözücü düşük basınç altında 30-35 °C 'de buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Elde edilen kristaller (0.1482 g, %11.57) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 33b bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 167 °C

Yöntem 2 ile elde edilen bileşiğin yöntem 1 ile elde edilen 33b bileşiğine identik olduğu, karışık erime noktası tayini, IR ve ¹H NMR spektrumlarının karşılaştırılması ile saptandı.

2.19. 3-n-Propil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33c) :

Yöntem 1.

Yuvarlak dipli bir balon içinde etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) ile karbohidrazid (0.9008 g, 0.01 mol)'in 100 ml sudaki çözeltisi 8 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Bu sürenin sonunda çözücü düşük basınç altında 40-45°C buharlaştırıldı. Ele geçen viskoz madde üzerine 2-3 ml ksilen ilave edilip vakum uygulandı. Oluşan katı madde alkolden kristallendirildi. Elde edilen kristaller (0.3588 g, %25.23) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 33c bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 143 °C (Kaynak 31' de 143 °C)

IR (KBr)	: Ek Şekil 37
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 38
Elementel analiz	: C ₅ H ₁₀ N ₄ O için;
Hesaplanan	: C: 42.24; H: 7.09; N: 39.41
Bulunan	: C: 42.53; H: 7.29; N: 40.52

2.20. 3-Benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33d) :

Yöntem 1.

Yuvarlak dipli bir balon içinde etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (2.5029 g, 0.01 mol) ile karbohidrazid (0.9008 g, 0.01 mol)'in 100 ml sudaki çözeltisi 8 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Bu sürenin sonunda çözücü düşük basınç altında 40-45°C buharlaştırıldı. Ele geçen viskoz madde üzerine 2-3 ml ksilen ilave edilip vakum uygulandı. Oluşan katı madde etil asetattan kristallendirildi. Elde edilen kristaller (0.4384 g, %23.04) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 33d bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 168 °C (Kaynak 31' de 169 °C)

IR (KBr)	: Ek Şekil 39
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 40

Yöntem 2.

Etil imidofenilasetat hidroklorür (1.9968 g, 0.01 mol)'ün 50 ml mutlak etanoldeki çözeltisine metalik sodyum (0.23 g, 0.01 mol)'un 20 ml mutlak etanolde çözülmesiyle hazırlanmış sodyum etoksit çözeltisi ilave edildi. Çöken NaCl süzülerek ayrıldı. Süzüntüye karbohidrazid (0.9008 g, 0.01 mol)'in 70 ml etanoldeki çözeltisi ilave edildi ve

karışım geri soğutucu altında 5 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda çözücü düşük basınç altında 30-35 °C' de buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Elde edilen kristaller (0.2802 g, %14.73) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 33d bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 169 °C

Yöntem 2 ile elde edilen bileşiğin yöntem 1 ile elde edilen 33d bileşiğine identik olduğu, karışık erime noktası tayini, IR ve ¹H NMR spektrumlarının karşılaştırılması ile saptandı.

2.21. 3-Fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33e)

Yöntem 1.

Yuvarlak dipli bir balon içinde etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (2.3626 g, 0.01 mol) ile karbohidrazid (0.9008 g, 0.01 mol)'in 100 ml sudaki çözeltisi 8 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Bu sürenin sonunda çözücü düşük basınç altında 40-45°C buharlaştırıldı. Ele geçen viskoz madde üzerine 2-3 ml ksilen ilave edilip vakum uygulandı. Oluşan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Elde edilen kristaller (0.5359 g, %30.42) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 33e bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 236 °C (Kaynak 31' de 236 °C)

IR (KBr)	: Ek Şekil 41
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 42
Elementel analiz	: C ₈ H ₈ N ₄ O için;
Hesaplanan	: C: 54.54; H: 4.58; N: 31.80
Bulunan	: C: 55.43; H: 4.59; N: 32.05

Yöntem 2.

Etil imidobenzoat hidroklorür (1.8565 g, 0.01 mol)'ün 50 ml mutlak etanoldeki çözeltisine metalik sodyum (0.23 g, 0.01 mol)'un 20 ml mutlak etanolde çözülmesiyle hazırlanmış sodyum etoksid çözeltisi ilave edildi. Çöken NaCl süzülerek ayrıldı. Süzüntüye karbohidrazid(0.9007 g, 0.01 mol)'in 70 ml etanoldeki çözeltisi ilave edildi ve karışım geri soğutucu altında 5 saat kaynatıldı. Bu sürenin sonunda çözücü düşük basınç altında 30-35 °C 'de buharlaştırıldı. Elde edilen katı madde etil asetat ile ekstrakte edildi. Geriye çözünmeyen bir kısım kaldı. Maddenin etil asetatta çözünen kısmı (0.5849 g, %33.20), aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 33e bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 236°C

Yöntem 2 ile elde edilen bileşiğin yöntem 1 ile elde edilen 33e bileşiğine identik olduğu, karışık erime noktası tayini, IR ve ^1H NMR spektrumlarının karşılaştırılması ile saptandı.

Yöntem 3

Yuvarlak dipli bir balon içinde etil benzoat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.6432 g, 0.01 mol) ile karbohidrazid (0.9008 g, 0.01 mol)'in 100 ml sudaki çözeltisi 10 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Bu sürenin sonunda çözücü düşük basınç altında 40-45 °C 'de buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etil asetattan kristallendirildi. Elde edilen kristaller (1.0998 g, %62.42) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 33e bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 236 °C

Yöntem 3 ile elde edilen bileşiğin yöntem 1 ve yöntem 2 ile elde edilen 33e bileşiğine identik olduğu, karışık erime noktası tayini, IR ve ^1H NMR spektrumlarının karşılaştırılması ile saptandı.

2.22. 3,5-Dimetil-4-tert-butoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol (61) :

Etil asetat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) ve asethidrazid (0.7408 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de nemden korunarak 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetattan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.9046 g, %42.62) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 61 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 164 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 43
^1H NMR (CDCl_3)	: Ek Şekil 44
Elementel analiz	: $\text{C}_9\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_2$ için;
Hesaplanan	: C: 50.93; H: 7.60; N: 26.40
Bulunan	: C: 50.86; H: 7.77; N: 27.04

2.23. 3-Etil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (62) :

Etil propionat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.1628 g, 0.01 mol) ve asethidrazid (0.7408 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de nemden korunarak 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde izobutil asetattan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.7189 g, %31.77) aynı çözücünden birkaç defa daha

kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 62 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 142 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 45
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 46
Elementel analiz	: C ₁₀ H ₁₈ N ₄ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 53.08; H: 8.02; N: 24.76
Bulunan	: C: 53.90; H: 8.29; N: 25.27

2.24. 3-Benzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (63) :

Etil fenilasetat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.7834 g, 0.01 mol) ve aset-hidrazid (0.7408 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de nemden korunarak 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetattan krkristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.9984 g, %34.63) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 63 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 115 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 47
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 48
Elementel analiz	: C ₁₅ H ₂₀ N ₄ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 62.48; H: 6.99; N: 19.43
Bulunan	: C: 62.27; H: 7.20; N: 19.49

2.25. 3-Fenil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-metil-4H-1,2,4-triazol (64) :

Etil benzoat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.6432 g, 0.01 mol) ve asethidrazid (0.7408 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de nemden korunarak 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen vizkoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etanol-etil asetat (2:1) karışımından kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.1045 g, %37.78) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 64 bileşiği (monohidratı halinde) olarak tanımlandı. e.n. 162 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 49
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 50
Elementel analiz	: C ₁₄ H ₁₈ N ₄ O ₂ .H ₂ O için;
Hesaplanan	: C: 57.52; H: 6.90; N: 19.17
Bulunan	: C: 57.88; H: 7.00; N: 19.26

2.26 3-Metil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (66) :

Etil asetat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) ve nikotinik asit hidrazidi (1.3714 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etanol-etil asetat (2:1) karışımından kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.0029 g, %34.19) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 66 bileşiği (monohidratı halinde) olarak tanımlandı. e.n. 156°C

IR (KBr)	: Ek Şekil 51
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 52
Elementel analiz	: C ₁₃ H ₁₇ N ₅ O ₂ ·H ₂ O için;
Hesaplanan	: C: 53.23; H: 6.53; N: 23.88
Bulunan	: C: 52.78; H: 6.67; N: 23.61

2.27. 3-Etil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (67) :

Etil propionat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.1628 g, 0.01 mol) ve nikotinik asit hidrazidi (1.3714 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde benzenden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.2755 g, %44.08) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 67 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 148 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 53
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 54
Elementel analiz	: C ₁₄ H ₁₉ N ₅ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 58.11; H: 6.62; N: 24.21
Bulunan	: C: 58.72; H: 6.70; N: 24.93

2.28. 3-Benzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol (68) :

Etil fenilasetat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.7834 g, 0.01 mol) ve nikotinik asit hidrazidi (1.3714 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetatın kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.6055 g, %45.69) aynı çözücünden birkaç defa daha

kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 68 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 98 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 55
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 56
Elementel analiz	: C ₁₉ H ₂₁ N ₅ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 64.94; H: 6.02; N: 19.93
Bulunan	: C: 64.84; H: 6.04; N: 20.13

2.29. 3-p- klorobenzil- 4- tert-butoksikarbonilamino-5- (3-piridil)- 4H- 1,2,4-triazol (69) :

Etil p-klorofenilasetat tert-butoksikarbonilhidrazon (3.1279 g, 0.01 mol) ve nikotinik asit hidrazidi (1.3714 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde benzenden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.8103 g, %46.92) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 69 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 167 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 57
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 58
Elementel analiz	: C ₁₉ H ₂₀ N ₅ O ₂ Cl için;
Hesaplanan	: C: 59.14; H: 5.22; N: 18.15
Bulunan	: C: 59.19; H: 5.04; N: 17.84

2.30. 3-Metil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol (71) :

Etil asetat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) ve izonikotinik asit hidrazidi (1.3714 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etanol-etil asetat (2:1) karışımından kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.4420 g, %49.16) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 71 bileşiği olarak (monohidratı halinde) tanımlandı. e.n. 152 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 59
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 60
Elementel analiz	: C ₁₃ H ₁₇ N ₅ O ₂ ·H ₂ O için
Hesaplanan	: C: 53.23; H: 6.53; N: 23.88
Bulunan	: C: 53.51; H: 6.52; N: 24.37

2.31. 3-Benzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol (72) :

Etil fenilasetat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.7834 g, 0.01 mol) ve izonikotinik asit hidrazidi (1.3714 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetattan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.6421 g, %46.73) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 72 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 162 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 61
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 62
Elementel analiz	: C ₁₉ H ₂₁ N ₅ O ₂ için;
Hesaplanan	: C: 64.94; H: 6.02; N: 19.93
Bulunan	: C: 65.35; H: 5.88; N: 20.05

2.32. 3-p-klorobenzil-4-tert-butoksikarbonilamino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol (73) :

Etil p-klorofenilasetat tert-butoksikarbonilhidrazon (3.1279 g, 0.01 mol) ve izonikotinik asit hidrazidi (1.3714 g, 0.01 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 110-115 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml izobutil asetat ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde etil asetattan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.3039 g, %33.83) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 73 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 177 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 63
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 64
Elementel analiz	: C ₁₉ H ₂₀ N ₅ O ₂ Cl için;
Hesaplanan	: C: 59.14; H: 5.22; N: 18.15
Bulunan	: C: 59.80; H: 5.25; N: 18.24

2.33. Di-(3-Metil-4-tert-butoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol-5-il) metan (75) :

Etil asetat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) ve malonohidrazid (0.6606 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 95-100°C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen solid madde kloroform-etil asetat (1:1) karışımından kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.3991 g, %34.25) aynı çözücüden

birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 75 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 199 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 65
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 66
Elementel analiz	: C ₁₇ H ₂₈ N ₈ O ₄ için;
Hesaplanan	: C: 49.99; H: 6.91; N: 27.43
Bulunan	: C: 50.46; H: 7.11; N: 27.97

2.34. Di-(3-benzil-4-tert-butoksikarbonilamino-4H-1,2,4-triazol-5-il)-metan (76) :

Etil fenilasetat tert-butoksikarbonilhidrazon (2.7834 g, 0.01 mol) ve malono hidrazid (0.6606 g, 0.005 mol) karışımı, yükseltme borusu içeren bir balon içinde 100-105 °C'de 2 saat ısıtıldıktan sonra soğutuldu. Elde edilen viskoz maddeye 2-3 ml etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımı ilave edilip buzlukta bekletildi ve oluşan katı madde asetondan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.2540 g, %22.37) aynı çözücünden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 76 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 164 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 67
¹ H NMR (CDCl ₃)	: Ek Şekil 68
Elementel analiz	: C ₂₉ H ₃₆ N ₈ O ₄ için;
Hesaplanan	: C: 62.13; H: 6.47; N: 19.99
Bulunan	: C: 61.94; H: 6.27; N: 19.90

2.35. 3,5-Dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (80) :

61 bileşiği (2.1225 g, 0.01 mol)'nin 50 ml tetrahidrofurandaki çözeltisine 5 ml 6N HCl damla damla ilave edildi. Karışım su banyosu üzerinde 15 dakika ısıtıldıktan sonra düşük basınç altında 40-50 °C de kuruluğa kadar buharlaştırıldı. Ele geçen beyaz madde etanol-etil asetat (1:1) karışımından kristallendirildi. Elde edilen kristaller (1.0419 g, %70.12) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 80 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 225 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 69
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 70
Elementel analiz	: C ₄ H ₉ N ₄ Cl için;
Hesaplanan	: C: 32.33; H: 6.10; N: 37.70
Bulunan	: C: 32.28; H: 6.08; N: 38.25

2.36. 3-Etil-4-amino-5-metil-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (81) :

62 bileşiği (2.2628 g, 0.01 mol)'nin 50 ml tetrahidrofurandaki çözeltisine 5 ml 6N HCl damla damla ilave edildi. Karışım su banyosu üzerinde 15 dakika ısıtıldıktan sonra düşük basınç altında 40-50 °C de kuruluğa kadar buharlaştırıldı. Ele geçen beyaz madde etanol-etil asetat (1:1) karışımından kristallendirildi. Elde edilen kristaller (1.0598 g, %65.17) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 81 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.165 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 71
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 72
Elementel Analiz	: C ₅ H ₁₁ N ₄ Cl için;
Hesaplanan	: C: 36.93; H: 6.82; N: 34.45
Bulunan	: C: 36.16; H: 7.08; N: 34.89

2.37. 3-Benzil-4-amino-5-metil-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (82) :

63 bileşiği (2.8834 g, 0.01 mol)'nin 50 ml tetrahidrofurandaki çözeltisine 5 ml 6N HCl damla damla ilave edildi. Karışım su banyosu üzerinde 15 dakika ısıtıldıktan sonra düşük basınç altında 40-50 °C de kuruluğa kadar buharlaştırıldı. Ele geçen beyaz madde etanol-etil asetat (1:1) karışımından kristallendirildi. Elde edilen kristaller (1.5284 g, %68.02) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 82 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.196 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 73
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 74
Elementel analiz	: C ₁₀ H ₁₃ N ₄ Cl için;
Hesaplanan	: C: 53.45; H: 5.83; N: 24.93
Bulunan	: C: 53.16; H: 5.81; N: 25.23

2.38. 3-Fenil-4-amino-5-metil-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (83) :

64 bileşiği (2.9332 g, 0.01 mol)'nin 50 ml tetrahidrofurandaki çözeltisine 5 ml 6N HCl damla damla ilave edildi. Karışım su banyosu üzerinde 15 dakika ısıtıldıktan sonra düşük basınç altında 40-50 °C de kuruluğa kadar buharlaştırıldı. Ele geçen beyaz madde etanol-etil asetat (1:1) karışımından kristallendirildi. Elde edilen kristaller (1.4157 g, %67.20) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 83 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.171 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 75
^1H NMR (DMSO- d_6)	: Ek Şekil 76
Elementel analiz	: $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{N}_4\text{Cl}$ için;
Hesaplanan	: C: 51.31; H: 5.26; N: 26.59
Bulunan	: C: 50.84; H: 5.08; N: 26.46

2.39. 3-Metil-4-amino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (85) :

66 bileşiği (2.9332 g, 0.01 mol)'nin 150 ml tetrahidrofurandaki çözeltisine 5 ml 6N HCl damla damla ilave edildi. Karışım su banyosu üzerinde 15 dakika ısıtıldıktan sonra düşük basınç altında 40-50 °C de kuruluğa kadar buharlaştırıldı. Ele geçen beyaz madde etanol-etil asetat (1:1) karışımından kristallendirildi. Elde edilen kristaller (1.7474 g, %82.56) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 85 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.175 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 77
^1H NMR (DMSO- d_6)	: Ek Şekil 78
Elementel analiz	: $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_5\text{Cl}$ için;
Hesaplanan	: C: 45.40; H: 4.76; N: 33.09
Bulunan	: C: 45.64; H: 4.86; N: 33.73

2.40. 3-Etil-4-amino-5-(3-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (86) :

67 bileşiği (2.8933 g, 0.01 mol)'nin 150 ml tetrahidrofurandaki çözeltisine 5 ml 6N HCl damla damla ilave edildi. Karışım su banyosu üzerinde 15 dakika ısıtıldıktan sonra düşük basınç altında 40-50 °C de kuruluğa kadar buharlaştırıldı. Ele geçen beyaz madde etanol-etil asetat (1:1) karışımından kristallendirildi. Elde edilen kristaller (1.9006 g, %84.21) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 86 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.162 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 79
^1H NMR (DMSO- d_6)	: Ek Şekil 80
Elementel analiz	: $\text{C}_9\text{H}_{12}\text{N}_5\text{Cl}$ için;
Hesaplanan	: C: 47.90; H: 5.36; N: 31.03
Bulunan	: C: 48.42; H: 4.96; N: 30.26

2.41. 3-Metil-4-amino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (88) :

71 bileşiği (2.9332 g, 0.01 mol)'nin 60 ml tetrahidrofurandaki çözeltisine 5 ml 6N HCl damla damla ilave edildi. Karışım su banyosu üzerinde 15 dakika ısıtıldıktan sonra düşük basınç altında 40-50 °C de kuruluğa kadar buharlaştırıldı. Ele geçen beyaz madde etanolden kristallendirildi. Elde edilen kristaller (1.9660 g, %92.89) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 88 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.280 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 81
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 82
Elementel analiz	: C ₈ H ₁₀ N ₅ Cl için;
Hesaplanan	: C: 45.40; H: 4.76; N: 33.09
Bulunan	: C: 45.70; H: 4.72; N: 33.27

2.42. 3-Benzil-4-amino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (89) :

72 bileşiği (3.5140 g, 0.01 mol)'nin 80 ml tetrahidrofurandaki çözeltisine 5 ml 6N HCl damla damla ilave edildi. Karışım su banyosu üzerinde 15 dakika ısıtıldıktan sonra düşük basınç altında 40-50 °C de kuruluğa kadar buharlaştırıldı. Ele geçen beyaz madde etanolden kristallendirildi. Elde edilen kristaller (2.4048 g, %83.57) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 89 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.243 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 83
¹ H NMR (DMSO-d ₆)	: Ek Şekil 84
Elementel analiz	: C ₁₄ H ₁₄ N ₅ Cl için;
Hesaplanan	: C: 58.44; H: 4.90; N: 24.34
Bulunan	: C: 57.89; H: 4.77; N: 24.32

2.43. 3-p-klorobenzil-4-amino-5-(4-piridil)-4H-1,2,4-triazol hidroklorür (90) :

73 bileşiği (3.8585 g, 0.01 mol)'nin 300 ml tetrahidrofurandaki çözeltisine 5 ml 6N HCl damla damla ilave edildi. Karışım su banyosu üzerinde 15 dakika ısıtıldıktan sonra düşük basınç altında 40-50 °C de kuruluğa kadar buharlaştırıldı. Ele geçen beyaz madde su-etanol (1:1) karışımından kristallendirildi. Elde edilen kristaller (2.8977 g, %89.94) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 90 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.245 °C

IR (KBr)	: Ek Şekil 85
^1H NMR	: Uygun bir çözücüde yeteri kadar çözünmediği için alınamadı.
Elementel analiz	: $\text{C}_{14}\text{H}_{13}\text{N}_5\text{Cl}_2$ için;
Hesaplanan	: C: 52.19; H: 4.07; N: 21.74
Bulunan	: C: 52.34; H: 4.07; N: 21.93

2.44. 3,5-Dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (91) :

80 bileşiği (0.1492 g, 0.01 mol)'nin 50 ml mutlak etanoldeki çözeltisine metalik sodyum (0.23 g, 0.01 mol)'un 20 ml mutlak etanolde çözülmesiyle hazırlanmış sodyum etoksit çözeltisi ilave edildi. Karışım oda sıcaklığında 4 saat karıştırıldı. Bu sürenin sonunda, oluşan NaCl süzülüp ayrıldı. Süzüntü düşük basınç altında 30-35°C de buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol-etil asetat (1:1) karışımından kristallendirildi. Elde edilen kristaller (0.5106 g, %45.54) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 91 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 195°C (Kaynak 47'de 196,5 °C)

IR (KBr)	: Ek Şekil 86
^1H NMR (DMSO- d_6)	: Ek Şekil 87

3. BULGULAR

Bu çalışmada elde edilen yeni bileşikler ile literatürde kayıtlı ve fakat yeni bir metodla elde edilen bileşiklerin yapı aydınlatılmaları için deneysel kısımda verilen mikroanaliz sonuçları yanında IR spektroskopisi ve ^1H NMR spektroskopisi verilerinden de geniş ölçüde yararlanılmıştır.

KBr tabletleri halinde alınan çalışmaya ilişkin bileşiklerin IR spektrumlarında ortaya çıkan karakteristik pikler değerlendirilmiş ve aşağıda topluca tablolar halinde verilmiştir (Tablo 2 - Tablo 11).

Tablo 2. 39 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm^{-1})

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	1,4-Disubstitue aromatik halka
40	3120	1725	1550	-	-
41	3120	1730	1592, 1540	722, 685	-
42	3125	1735	1585, 1525	-	780
43	3100	1720	1540, 1500	760, 685	-
44	3235	1695	1605	-	815

Tablo 3. 45 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm^{-1})

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	1,4-Disubstitue aromatik halka
46	3130	1722	1586, 1565	-	-
47	3080	1726	1584, 1562	-	-
48	3130	1735	1594, 1564	734, 694	-
49	3230	1728	1588, 1560	-	796
50	3250	1730	1588, 1562	765, 692	-

Tablo 4. 51 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	1,4-Disubstitue aromatik halka
52	3130	1680	1600, 1582	-	-
53	3080	1722	1610, 1522	-	-
54	3115	1733	1610, 1572	-	-
55	3093	1725	1572, 1610	735, 685	-
56	3120	1735	1582, 1610	-	750

Tablo 5. 33 Tipi Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH_2}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka
33a	3280, 3185	1685	1585	-
33b	3290, 3190	1680	1560	-
33c	3290, 3190	1670	1560	-
33d	3310, 3160	1715	1560	730, 695
33e	3300, 3180	1710	1615	715, 680

Tablo 6. 60 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka
61	3120	1725	1548	-
62	3085	1730	1540, 1505	-
63	3130	1720	1560, 1530	735-690
64 ^a	3310-3070	1730	1540, 1500	770-690

a: (NH+OH)

Tablo 7. 65 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	1,4-Disubstitue aromatik halka
66 ^a	3450, 3090	1735	1590, 1548	-	-
67	3080	1720	1580, 1565	-	-
68	3080	1732	1586, 1565	735-695	-
69	3070	1718	1590, 1565	-	810

a: (NH+OH)

Tablo 8. 70 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	1,4-Disubstitue aromatik halka
71 ^a	3300, 3070	1730	1595, 1542	-	-
72	3060	1722	1598, 1520	730-690	-
73	3090	1740	1598, 1532	-	830

a: (NH+OH)

Tablo 9. 57 ve 74 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka
58	3100	1728	1535, 1515	715-690
75	3120	1755	1560, 1535	-
76	3110	1725	1520, 1595	690, 720

Tablo 10. 79 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	$\nu_{\text{NH}_3^+}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka
80	3242	1622, 1562	-
81	3260	1622, 1560	-
82	3260	1622, 1562	760, 738
83	3250	1620, 1540	745, 705

Tablo 11. 84, 87 ve 77 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik No	$\nu_{\text{NH}_3^+}$	$\nu_{\text{C=N}}$	Monosubstitue aromatik halka	1,4-Disubstitue aromatik halka
85	3275	1590, 1545	-	-
86	3250	1605, 1568	-	-
88	3235	1642, 1582	-	-
89	3270	1624, 1590	732, 693	-
90	3315	1640, 1610	-	768
91 ^a	-	1615	-	-

a: (NH₂, 3200, 3300)

Çalışmada elde edilen yeni bileşiklerin ¹H NMR spektrumları nötral çözücüler olan CDCl₃ ve DMSO-d₆ da alınmış ve ortaya çıkan piklerin kimyasal kayma değerleri belirlenmiştir. CDCl₃ de alınan spektrumlarında δ 7.00 - 7.50 civarında ve DMSO-d₆ da alınan spektrumlarında δ 2.50 civarında çözücülerden ileri gelen karakteristik pikler gözlenmiştir [48]. DMSO-d₆ da alınan spektrumlarında ayrıca kullanılan çözücünün içerdiği çok az miktardaki H₂O' dan ileri gelen pikler de gözlenmiştir. δ 3.50 civarında ortaya çıkan bu piklerin H₂O piki olduğu D₂O ilavesi ile kanıtlanmıştır. NH protonlarının bir çok hallerde ¹H NMR spektrumlarında çok yaygın olarak ortaya çıktığı ve bazı hallerde gözlenmediği literatürde kayıtlıdır [48]. Bu çalışmada elde edilen ve NH içeren bileşiklerin bu protonları ise, ¹H NMR spektrumlarında genellikle belirgin pikler halinde gözlenmiştir. Aşağıda, çalışmada elde edilen bileşiklere ilişkin ¹H NMR spektrum değerleri ayrıntılı olarak tablolar halinde verilmiştir (Tablo 12 - Tablo 21).

Tablo 12. 39 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Verileri (CDCl₃ δ / ppm)^a

Bileşik No	CH ₃	CH ₃	CH ₂	Aromatik H	NH
40	1.40 (t)	b	4.30 (q)	-	10.92 (s)
41	1.18 (t)	2.31 (s)	c	7.12 (s, 5H)	11.68 (s)
42	1.48 (t)	2.50 (s)	d	7.26 (s, 4H)	11.75 (s)
43	1.25 (t)	2.40 (s)	4.29 (q)	7.10-7.78 (m, 5H)	11.91 (s)
44 ^e	1.25 (t)	2.04 (s)	4.22 (q)	7.62 (q, 4H)	11.50 (s) ^f 11.90 (s) ^f

a: 44 için DMSO-d₆; b: 2.31 (s, 6H, 2CH₃); c: 3.76-4.35 (m, 4H, 2CH₂); d: 3.96-4.48 (m, 4H, 2CH₂); e: 3.56 (s, 3H, CH₃); f: (s, 1/2 H)

Tablo 13. 45 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Verileri (CDCl₃ δ/ ppm)^a

Bileşik No	CH ₃	CH ₂	CH ₂	CH ₂	Aromatik H	NH
46	b	2.85 (q)	4.12 (q)	-	7.20-9.15 (m, 4H)	12.03 (s)
47	c	1.78 (q)	2.68 (t)	4.20 (q)	7.15-9.03 (m, 4H)	11.68 (s)
48	1.08 (t)	-	d	-	6.92-8.91 (m, 9H)	11.08 (s)
49	1.18(t)	-	e	-	6.98-8.91 (m, 8H)	11.10 (s)
50	1.25 (t)	-	4.15 (q)	-	7.55-9.38 (m, 9H)	11.65 (s)

a: 45 için DMSO-d₆; b: 0.95-1.55 (m, 6H, 2 CH₃); c: 0.81-1.51 (m, 6H, 2 CH₃); d: 3.60-4.30 (m, 4H, 2CH₂); e: 3.76-4.42 (m, 4H, 2CH₂)

Tablo 14. 51 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Verileri (CDCl₃ δ/ ppm)^a

Bileşik No	CH ₃	CH ₃	CH ₂	CH ₂	Aromatik H	NH
52	1.22 (t)	2.21 (s)	-	4.20 (q)	6.25-7.62 (m, 3H)	12.50 (s)
53	b	-	2.77 (q)	4.38 (q)	6.38-7.50 (m, 3H)	11.28 (s)
54	0.92 (t)	c	-	4.22 (q)	6.20-7.35 (m, 8H)	11.20 (s)
55	1.48 (t)	-	-	4.38 (q)	6.60-8.35 (m, 8H)	11,22 (s)
56	1.38 (t)	2.37 (s)	-	4.22 (q)	6.13-7.92 (m, 7H)	11.30 (s)

a: 55 için DMSO-d₆ b: 1.22 (t, 6H, 2CH₃) c: 1.12-2.04 (m, 5H, CH₂, CH₃)

Tablo 15. 33 Tipi Bileşiklerin ¹H NMR Verileri (DMSO-d₆ δ/ppm)

Bileşik No	CH ₃	CH ₂	CH ₂	NH ₂	Aromatik H	NH
33a	2.14 (s)	-	-	5.25 (s)	-	11.42 (s)
33b	1.98 (t)	3.33 (q)	-	4.95 (s)	-	11.42 (s)
33c	1.00 (t)	1.26 2.00 (m)	2.41 (t)	5.06 (s)	-	11.25 (s)
33d	-	-	3.86 (s)	5.15 (s)	7.09-7.39 (m, 4H)	11.35 (s)
33e	-	-	-	5.34 (s)	7.35-8.20 (m, 5H)	11.90 (s)

Tablo 16. 60 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (CDCl_3 δ / ppm)^a

Bileşik No	3CH ₃	CH ₃	CH ₂	CH ₂	Aromatik H	NH
61	1.65 (s)	b	-	-	-	11.60 (s)
62 ^c	1.53 (t)	2.31 (s)	2.70 (q)	-	-	11.02 (s)
63	1.45 (s)	2.37 (s)	-	4.10 (s)	7.26 (s, 5H)	10.02 (s)
64 ^d	1.60 (s)	3.40 (s)	-	-	7.32-7.85(m,5H)	10.95 (s)

a: 64 için DMSO-d₆**b:** 2.44 (s, 6H, 2CH₃)**c:** 1.30 (t, 3H, CH₃)**d:** 2.37 (s, 2H, H₂O)**Tablo 17. 65 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (CDCl_3 δ / ppm)^a**

Bileşik No	3CH ₃	CH ₃	CH ₂	CH ₂	Aromatik H	NH
66 ^b	1.58 (s)	2.54 (s)	-	-	7.60-9.18 (m, 5H)	11.18 (s)
67	1.48 (s)	1.32 (t)	2.83 (q)	-	7.20-9.05 (m,4H)	11.22 (s)
68	1.41 (s)	-	-	4.22 (s)	7.06-9.07 (m, 9H)	10.70 (s)
69	1.35 (s)	-	-	4.04 (s)	7.03-8.91 (m, 8H)	10.70 (s)

a: 66 için DMSO-d₆ **b:** 3.60 (s, 2H H₂O)**Tablo 18. 70 Tipi Yeni Bileşiklerin ^1H NMR Verileri (CDCl_3 -d₁ δ / ppm)**

Bileşik No	3CH ₃	CH ₃	CH ₂	Aromatik H	NH
71 ^a	1.60 (s)	2.40 (s)	-	7.65 (d, 2H) 8.60 (d, 2H)	10.95 (s)
72	1.32 (s)	-	4.12 (s)	6.93-7.32 (m, 5H) 7.65 (d, 2H) 8.50 (d, 2H)	10.58 (s)
74	1.38 (s)	-	4.02 (s)	6.89-7.39 (m, 4H) 7.62 (d,2H) 8.52 (d, 2H)	10.38 (s)

a: 3.40 (s, 2H, H₂O)

Tablo 19. 57 ve 74 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Verileri (CDCl₃ δ/ ppm)^a

Bileşik No	6CH ₃	2CH ₃	2CH ₂	CH ₂	Aromatik H	NH
58	-	1.16 (s)	-	b	6.96-7.35 (m, 10H)	10.92 (s)
75	1.51 (s)	2.25 (s)	-	3.96 (s)	-	10.37 (s)
76	1.49 (s)	-	3.98 (s)	4.13 (s)	6.98-7.35 (m, 10H)	10.46 (s)

a: 75 için DMSO-d₆ **b:** 3.70-4.42 (m, 10H, 5CH₂)

Tablo 20. 79 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Verileri (DMSO-d₆ δ/ppm)

Bileşik No	CH ₃	CH ₃	CH ₂	CH ₂	NH ₃ ⁺	Aromatik H
80	-	2.64 (s) ^a	-	-	4.85(s)	-
81	1.20 (t)	2.40 (s)	2.85 (q)	-	4.60(s)	-
82	-	2.50 (s)	-	4.30 (s)	4.75(s)	7.29 (s, 5H)
83	-	2.65 (s)	-	-	4.40(s)	7.40-8.20 (m, 5H)

a: (s, 6H, 2CH₃)

Tablo 21. 84, 87 ve 77 Tipi Yeni Bileşiklerin ¹H NMR Verileri (DMSO-d₆ δ/ ppm)

Bileşik No	CH ₃	CH ₂	CH ₂	NH ₃ ⁺	Aromatik H
85	2.85 (s)	-	-	5.20 (s)	7.92-9.65 (m, 4H)
86	1.50 (t)	3.15 (q)	-	4.75 (s)	7.65-9.60 (m, 5H)
88	2.50 (s)	-	-	4.60 (s)	8.44-8.84 (m, 4H)
89	-	-	4.44 (s)	4.80 (s)	7.22-7.59 (m, 5H) 8.58 (d, 2H) 8.95 (d, 2H)
91	2.37 (s) ^a	-	-	b	-

a: (s, 6H, 2CH₃) **b:** 5.80 (s, 2H, NH₂)

Organik kimya literatürü incelendiğinde, geniş kapsamlı olmamakla birlikte, bazı 1,2,4-triazol ve 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on türevlerinin ultraviyole spektrum verilerinin kaydedildiği bazı çalışmaların bulunduğu görülmektedir [49-60]. Bu nedenle çalışmada sentezlenen yeni bileşiklerin ultraviyole spektrumları alınmış, bu spektrumlarda ortaya çıkan λ_{\max} değerleri saptanmış ve bu değerlere karşın olan ϵ_{\max} değerleri hesaplanmıştır. Bu değerlerin genellikle literatürde kayıtlı veriler ile uyum halinde olduğu belirlenmiş ve λ_{\max} değerleri ile ϵ_{\max} değerleri aşağıda tablolar halinde topluca verilmiştir (Tablo 22-Tablo30).

Tablo 22. 39 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Ek Şekil No
40	267	2.1760	88
	264	1.4506	
	255	1.4506	
41	257	10.3101	89
	277	5.6939	
	208	4.7788	
42	278	7.7531	90
	275	8.5284	
	273	6.2025	
	272	6.5901	
43	251	28.7303	91
44	263,6	11.3130	92
	210.6	10.2668	

Tablo 23. 45 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Ek Şekil No
46	287	1.3216	93
	277	1.4202	
	273	1.3201	
47	279	2,2942	94
	277	2.5237	
	273	2.3359	

Tablo 23'ün devamı

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Ek Şekil No
48	282	0.6762	95
	277	0.7389	
	273	0.6829	
49	287	0.4591	96
	277	0.4955	
	274	0.4563	
50	284	1.0560	97
	277	1.1253	
	274	1.0330	

Tablo 24. 51 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Ek Şekil No
52	282	0.9321	98
	277	1.1303	
	274	0.9750	
53	282	0.8542	99
	277	0.9204	
	274	0.8770	
54	288	1.0217	100
	277	1.0898	
	274	1.0489	
55	295	2.4719	101
	277	2.5852	
	274	2.4443	
56	292	19.562	102
	277	20.371	
	273	19.293	

Tablo 25. 60 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Ek Şekil No
61	202.0	1.0930	104
62	273.6	1.0031	105
63	258.0	0.1709	106
	206.8	9.5226	
64	240.8	11.4997	107
	207.0	9.0489	

Tablo 26. 65 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Ek Şekil No
66	239.4	9.1724	108
	206.8	7.2456	
67	240.2	7.4517	109
	202.8	6.9208	
68	241.4	11.5044	110
	208.0	16.2300	
69	238.8	10.3467	111
	222.6	14.6209	
	206.8	12.8951	

Tablo 27. 70 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Ek Şekil No
71	249.4	9.8811	112
	202.8	7.3404	
72	251.0	10.9958	113
	205.8	13.3138	
73	250.4	1.1432	114
	221.6	1.3305	
	203.8	1.5509	

Tablo 28. 57 ve 74 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Ek Şekil No
58	257.8	0.4161	103
	210.0	20.3026	
75	218.0	3.1971	115
	202.8	6.4453	
76	258.0	0.3181	116
	210.6	16.5181	

Tablo 29. 79 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

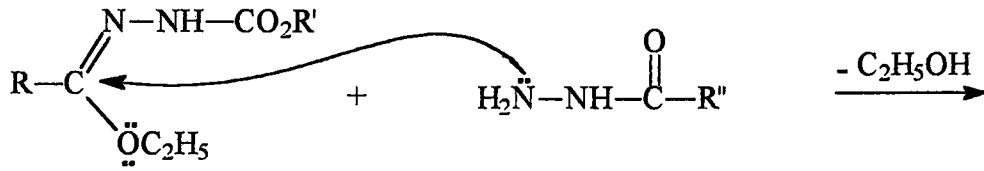
Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Ek Şekil No
80	201.6	1,0000	117
81	273.6	0.9851	118
82	258.0	0.0306	119
	207.8	6.8590	
83	242.4	13.7291	120
	205.6	14.2392	

Tablo 30. 84 ve 87 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik No	λ_{\max} (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Ek Şekil No
85	240.2	10.1942	121
	219.8	10.0980	
	203.4	10.8674	
86	242.6	8.4032	122
	207.8	6.5487	
88	255.6	8.6844	123
	202.8	7.0950	
89	268.8	8.2680	124
	251.6	8.8121	
	212.8	6.9993	
	207.0	6.4148	
90	256.4	11.9327	125
	221.2	12.2128	
	207.2	12.5350	

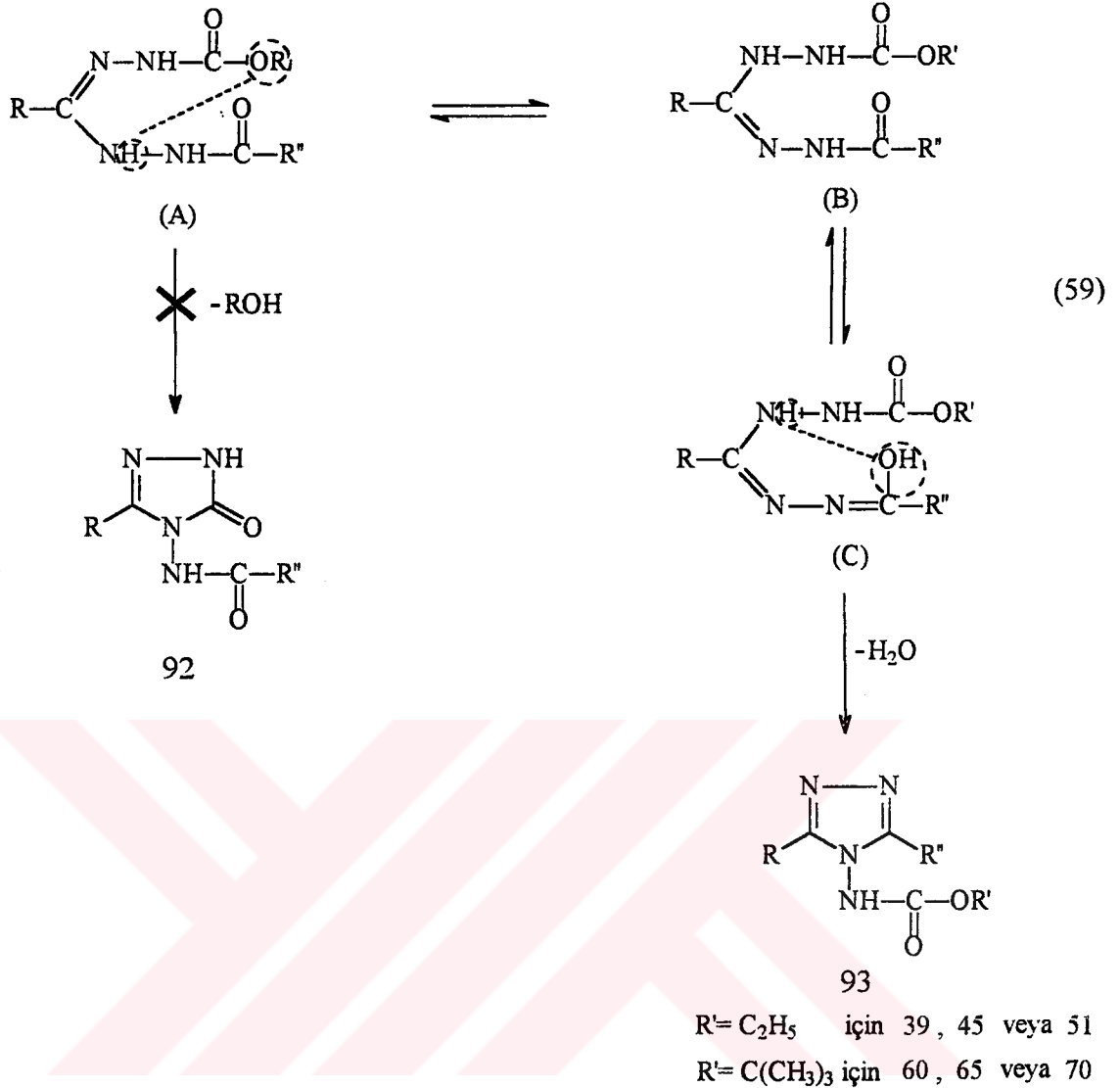
4. İRDELEME

Bir basit esterin oda sıcaklığında amonyum hidroksit ile muamelesinde amidleşmesine karşılık etil karbazat ve dietil dikarbamat (N,N'-Dikarbetoksi hidrazin) gibi hidrazin türevlerinin değişmeden kalmaları, azota bağlı $-\text{COOC}_2\text{H}_5$ gruplarının amidleşmelerinin daha güç vukubulduğunu ifade etmektedir [30]. Bu gerçek gözönüne alınarak, ester etoksikarbonilhidrazon'ların hidrazin ve hidrazin türevleri ile muamelelerinde ilk saldırı merkezinin, azota bağlı $-\text{COOC}_2\text{H}_5$ grubu karbonu olmadığı ve fakat $-\text{OC}_2\text{H}_5$ grubunun bağlı olduğu diğer karbon atomu olduğu bildirilmiştir [30, 31]. Bu çerçevede bu çalışmada incelenen ester etoksikarbonilhidrazon'ların ve ester tert-butoksikarbonilhidrazon'ların bazı karboksilli asid hidrazidleri ile olan reaksiyonlarının, $-\text{OC}_2\text{H}_5$ gurubunun bağlı olduğu karbona bir nükleofilik saldırı ile gerçekleşen ve bir nükleofilik açıl substitusyon niteliği taşıyan bir mekanizma ile başladığı gözönüne alınabilir. Aşağıda muhtemel mekanizması gösterilen bu reaksiyonlarda, oluşumu beklenebilen 3-alkil(aril)-4-açilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (92) bileşiklerinin teşekkül etmediği ve fakat 93 tipi 4H-1,2,4-triazol türevlerinin oluştuğu mikroanaliz sonuçları ve spektroskopik verilerle saptanmıştır (Denklem 59).

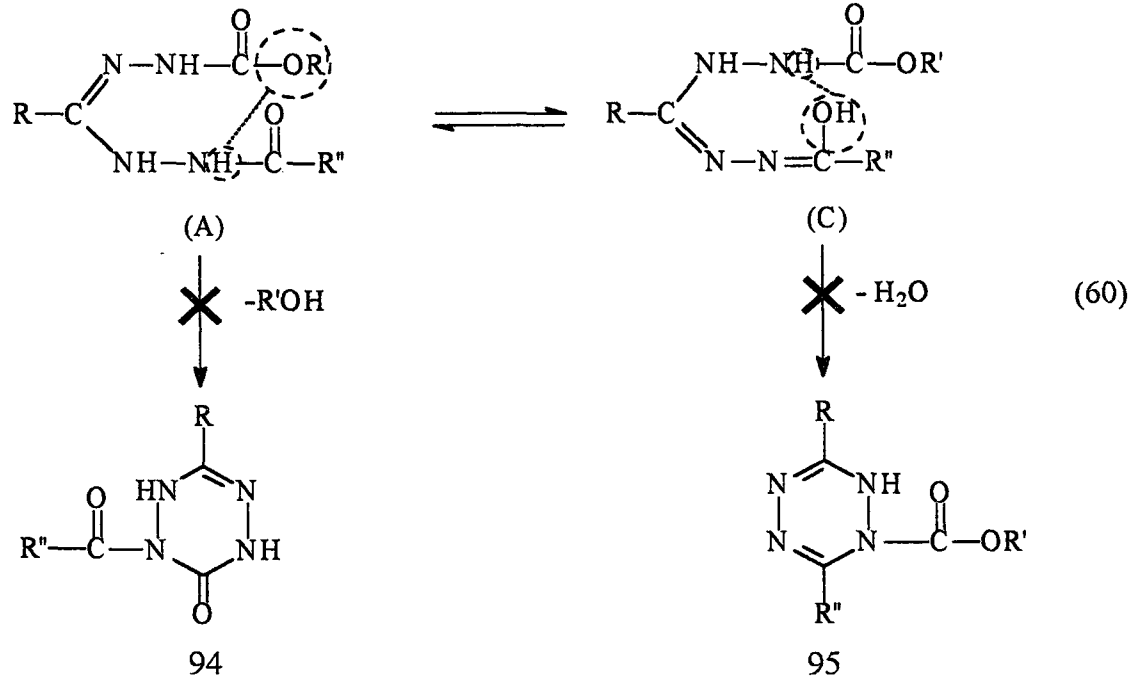


$\text{R}' = \text{C}_2\text{H}_5$ için 21

$\text{R}' = \text{C}(\text{CH}_3)_3$ için 22

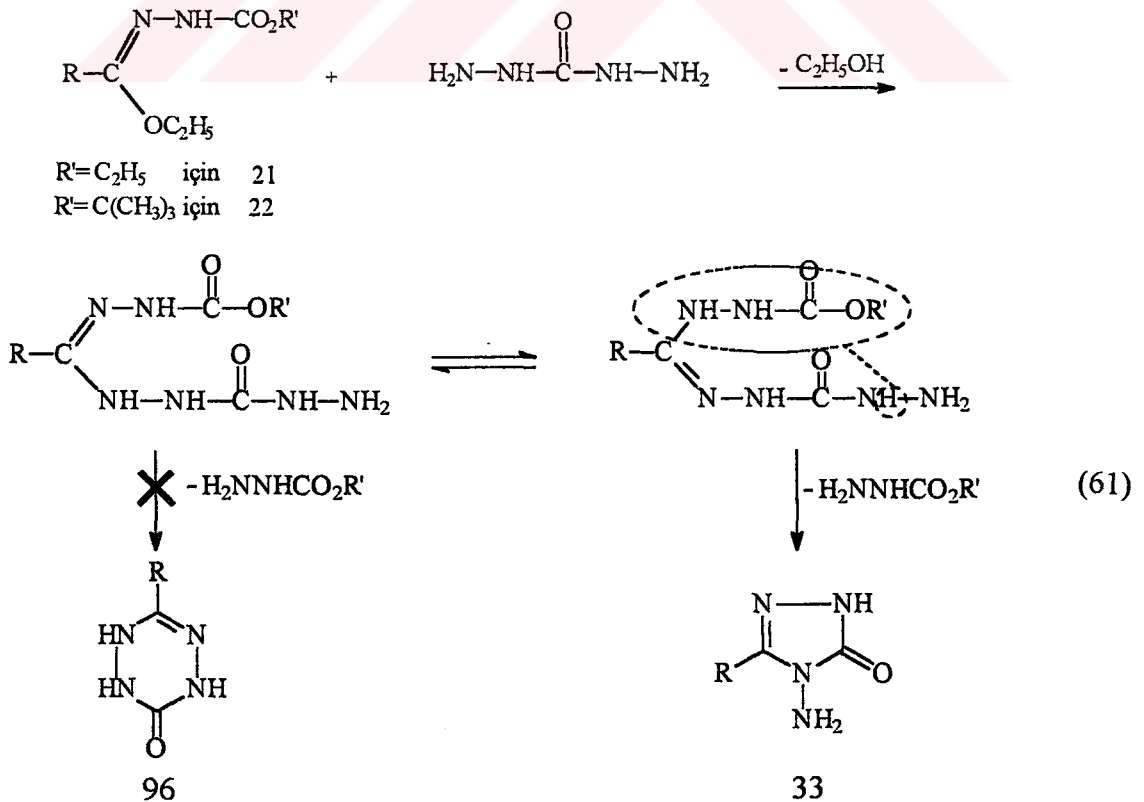


Denklem 59 ile gösterilen mekanizmada A ve C intermediatları üzerinden 94 ve 95 tipi 1,2-dihidro-1,2,4,5-tetrazin türevlerine varılma olasılığı da mevcuttur (Denklem 60). Ancak, 94 ve 95 tipi bileşiklerin genelde kararsız oldukları ve $100^\circ C$ yukarısında ya bozundukları veya 1,2,4-triazol türevlerine dönüştükleri bildirildiğinden [30, 31] ve çalışmada da $100^\circ C$ 'nin yukarısında çalışıldığından böyle bir olasılık ortadan kalkmaktadır. Nitekim mikroanaliz sonuçları ve spektroskopik veriler 92 ile izomer 94 tipi bileşiklerin oluşmadığını gösterdiği gibi, 1H NMR sonuçları da 95 tipi değil ve fakat izomer 93 tipi bileşiklerin oluştuğunu kanıtlamıştır.



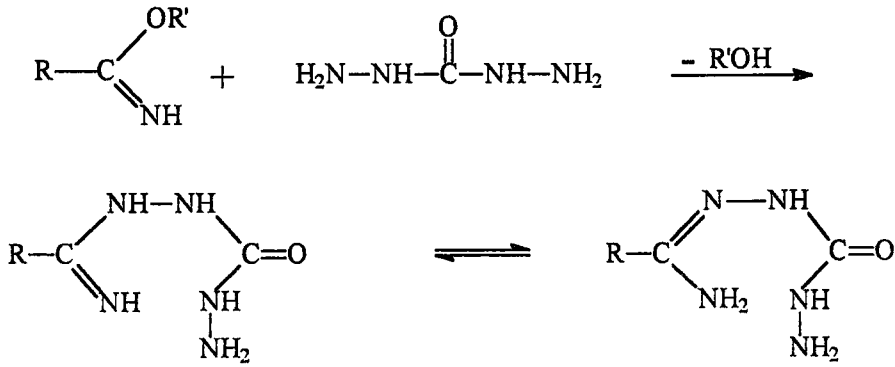
21 ve 22 tipi bileşiklerin malonohidrazid ile vukubulan ve denklem 47 ile denklem 52' de gösterilen reaksiyonlarında, sırasıyla, 57 ve 74 tipi bileşiklere varılma mekanizması da, malonohidrazidin her iki hidrazid grubunun reaksiyona girdiği gözönüne alınarak denklem 59'a benzer şekilde açıklanabilir.

Ester etoksikarbonilhidrazon (21)'lar ile ester tert-butoksikarbonilhidrazon (22)'ların denklem 48 ve denklem 57 ile gösterilen karbohidrazid ile olan reaksiyonları ise

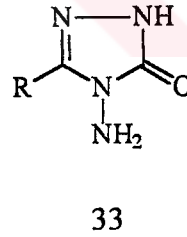
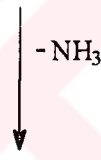
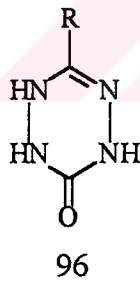
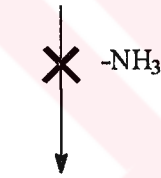


farklı şekilde ilerleyen bir mekanizma ile literatürde kayıtlı 33 tipi bileşiklerin oluşumu ile sonuçlanmış ve oluşması muhtemel 96 tipi bileşiklerin teşekkül etmediği belirlenmiştir (Denklem 61).

Çalışmada incelenen ve denklem 58 ile gösterilen reaksiyonda da muhtemel 96 tipi bileşiklere değil ve fakat literatürde kayıtlı 33 tipi bileşiklere varılması da muhtemelen aşağıdaki mekanizma üzerinden gerçekleşmektedir (Denklem 62).



(62)



5. SONUÇLAR

Literatürde kayıtlı ve çalışma için gerekli 19 bileşiğin öncelikle sentezlendiği bu çalışmada uygulanan sentez metodları ile 6'sı başka yöntemlerle elde edilmiş ve literatürde kayıtlı olan, 38'i yeni, toplam 44 potansiyel biyolojik aktiviteye sahip bileşiğin sentezi gerçekleştirilmiştir.

Ester etoksikarbonilhidrazon (21)'ların açilhidrazinler ile olan reaksiyonunun 1,2-dihidro-1,2,4,5-tetrazin türevlerinin oluşumuna yol açmadığı ayrıca, oluşması muhtemel 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on türevlerinin teşekkül etmediği kanıtlanmış ve 21 tipi bileşiklerin açilhidrazinler ile reaksiyonlarının genelde 39, 45, 51 ve benzeri tipte 3,5-disubstitue-4H-1,2,4-triazol türevlerinin oluşumuna yolaçtığı ve bir genel metod niteliği taşıdığı belirlenmiştir.

Ester tert-butoksikarbonilhidrazon (22)'ların henüz hiçbir örnek için incelenmemiş olan açilhidrazinlerle olan reaksiyonlarının ise 60, 65, 70 ve benzeri tipte 4H-1,2,4-triazol türevlerinin elde edilişi için bir genel yöntem niteliği taşıdığı saptanmıştır.

21 ve 22 tipi bileşiklerin dikarboksilli asit hidrazidleri ile olan reaksiyonlarının da 57, 74 ve benzeri tipte bileşiklerin oluşumuna olanak sağlayacağı malonohidrazid kullanılmak suretiyle kanıtlanmıştır.

Bunlara ilaveten çalışmada 3,5-disubstitue-4-amino-4H-1,2,4-triazol'lerin hidroklorürleri halinde elde edilmesi için yeni ve genel bir yöntem oluşturulmuştur. Ayrıca 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33)'ların sentezi için yeni ve genel üç sentez yöntemi bulunmuştur.

Çalışmada elde edilen bileşiklerin oluşumu için en uygun koşulların saptanması amacıyla çeşitli denemeler yapılmış ve genelde tatminkar nitelikte verimler uygun reaksiyon süreleri sonunda elde edilmiştir.

Çalışmada elde edilen yeni bileşikler biyolojik aktivite incelemelerine açık bir nitelik göstermektedir.

6. KAYNAKLAR

1. Roger, R. ve Neilson, D. G., The Chemistry of Imidates, Chem. Rev. 61 (1961) 179-211
2. Pinner, A., Die Imidoäther und Ihre Derivate, 1. Auflage, Oppenheim, Berlin, 1892
3. Sykes, P., A Guidebook to Mechanism in Organic Chemistry, Fourth Edition, Longman, Great Britain, 1977.
4. 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.
5. 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.
6. İkizler, A.A., İkizler, A., Yüksek, H., Bahceci, Ş. ve Sancak, K., Synthesis of Some tert-Butoxyhydrazones and Related 4,5-Dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, Tr. J. of Chemistry., 18 (1994) 51-56.
7. Petersen, S. ve Tietze, E., Reactionen Cyclischer Lactimether mit Acylierten Hydrazinderivaten, Chem. Ber. 90 (1957) 909-921.
8. Postovskii, I. Ya. ve Vereshchagina, N.N., Synthesis of 3- and 3,5-Substituted Triazoles-1,2,4, J. Gen. Chem. (U.S.S.R.), 29 (1959) 2139-2143.
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. Brown, E. J. ve Polya, J. B., 1,2,4-Triazolyl Ketones, J. Chem. Soc. (c), 12 (1968) 824-830.
11. İkizler, A., Bazı 1,2,4-Triazol Türevlerinin Sentezi, Doğa Bilim Dergisi Temel Bilm. 7 (1983) 31-36.
12. İkizler, A.A., Yüksek, H. ve Bahçeci, Ş., ^1H NMR Spektra of Some Ditriazolyls and Ditriazolylalkanes, Monatsh. Chem. 123 (1992) 191-198.
13. İkizler, A., Etil karbazat'ın Bir Dialkil imidat ile Reaksiyonu, E. Ü. Fen Fakültesi Dergisi, A III (1979) 9-12.

14. Milcent, R. ve Redeuilh, C., Réactivité des amino-4 aryl-3 triazol-1,2,4 ones-5, J. Heterocycl. Chem., 17 (1980) 1691-1696.
15. Pesson, M., Dupin, S. ve Antoine M., Preparation d'oxy Triazoles-1,2,4 à Partir d'iminoéthers, Seanc. Acad. Sci. Paris, 253 (1961) 285-287.
16. Ayça, E., İkizler, A.A. ve Aslan, R., Preparations and Some Reactions of Aromatic Ester Thiosemicarbazones, Chim. Acta. Turc., 12 (1984) 305-314.
17. Malbec, F., Milcent, R. ve Barbier, G., Dérivés de la Dihydro-2,4 Triazole-1,2,4 Thyone-3 et de l'amino-2 Thiadiazole-1,3,4 à partir de nouvelles Thiosemikarbazones d'esters, J. Heterocycl. Chem. 21, (1984) 1689-1698.
18. Milcent, R. ve Redeuilh, C., Synthèse et Propriétés des aroylhydrazones du benzoate d'éthyle, Synthèses d'hétérocycles azotes, J. Heterocycl. Chem., 14 (1977) 53-58.
19. Baccar, B.G. ve Mathis, F., Action des Dérivés N-acilés et N-éthoxycarbonilés des İminoethers Sur les Hydrazines et l'Hydroxylamine, Fac. Sci. Toulouse, France, Compt. Rend., 261 (1965) 174-177.
20. 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.
21. 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.
22. 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.
23. İkizler, A.A. ve Yüksek, H., Synthesis of 3-Aklyl-4-(2-Hydroxyethyl)-and 3-Alkyl-4-(2-Chloroethyl)-4,5-Dihydro-1H-1,2,4-Triazol-5-ones, Doğa-Tr. S. of Chemistry, 16 (1992) 284-288.
24. İkizler, A.A., Ester karbetoksihidrazon'ların Alifatik Diaminler ile Reaksiyonu, E. Ü. Fen Fak. Dergisi, 3-4 (1979) 99-102.
25. İkizler, A.A. ve Toprak M., Ester Karbetoksihidrazon'ların Diaminler ile Reaksiyonu, Tübitak VII. Bilim Kongresi Tebliğleri, Kimya Seksiyonu, 1982 905-912.
26. İkizler, A.A., İkizler, A. ve Sancak K., Bazı 1,2,4- Triazolin-5-on Türevlerinin Sentezi, Doğa Tu. Kim. D.C., 3 (1988) 282-289.
27. Sancak K., Bazı 1,2,4- Triazol Bileşiklerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, K. T. Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1994.
28. İkizler, A.A., Bazı 1,2,4- Triazolin-5-on'ların ve Hidroksamik Asid Türevleri Üzerine Bir Çalışma, Doğa Tu. Kim. D.C., 10 (1986) 34-39.

29. 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.
30. İkizler, A. A., 3-Substitue-4-amino- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-on'ların Ester Karboksitohidrazon'lardan Elde Edilmeleri ve Reaksiyonlarının İncelenmesi , Doçentlik Tezi, İstanbul Üniversitesi Kimya Fakültesi, İstanbul, 1975.
31. İkizler, A. A. ve Ün, R., Reactions of Ester Ethoxycarbonylhydrazones with Some Amino Type Compounds, Chim. Acta Turc., 7 (1979) 269-290.
32. Milcent, R. ve Rdeuilh, C., Synthese d'amino-4-aryl-3-triazol-1,2,4 ones-5, J. Heterocycl. Chem., 16 (1979) 403-407.
33. 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.
34. 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.
35. Demirbaş, A., Bazı 4,5-Dihidro-1H-1,2,4-Triazol-5-on Bileşiklerinin Substitusyon Reaksiyonlarının İncelenmesi, Doktora Tezi, K. T. Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1992.
36. İkizler, A. ve Serdar, M., Bazı 1,2,4- Triazol Türevlerinin Elde Edilmesi, Doğa Tu. Kim. D.C., 12 (1988) 276-281.
37. İkizler, A. A., İkizler, A. ve Uzunismail, N., A Study on Cyanoacetic Acid Hydrazide, Org. Prep. Proc. Int., 24 (1992) 365-368.
38. İkizler, A. A., İkizler, A. ve Demirbaş, N., Syanoasetik Asid Hidrazidi Üzerine Bir Çalışma, IX. Kimya ve Kimya Mühendisliği Sempozyumu Bildiri Özetleri Kitabı, (1993) 113.
39. İkizler, A. A., Demirbaş, A. ve Demirbaş, N., Bazı 1,2,4-Triazol Türevlerinin Sentezi, IX. Kimya ve Kimya Mühendisliği Sempozyumu Bildiri Özetleri Kitabı, (1993) 112.
40. Krause, J. G., Kwon, S. ve George, B., An Improved Synthesis of N-Amino Imides, J. Org. Chem., 37 (1972) 2040-2042.
41. Ghali, N. I., Venton, D. L., Hung, S. C. ve Le Breton, G. C., A High-Yielding Synthesis of Monoalkylhydrazines, J. Org. Chem., 46 (1981) 5413-5414.
42. İkizler, A. A. ve Yüksek, H., Acetilation of 4-Amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-Triazol-5-ones, Org. Prep. Proc. Int., 25 (1993) 99-104.
43. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 2 (1920) 182.

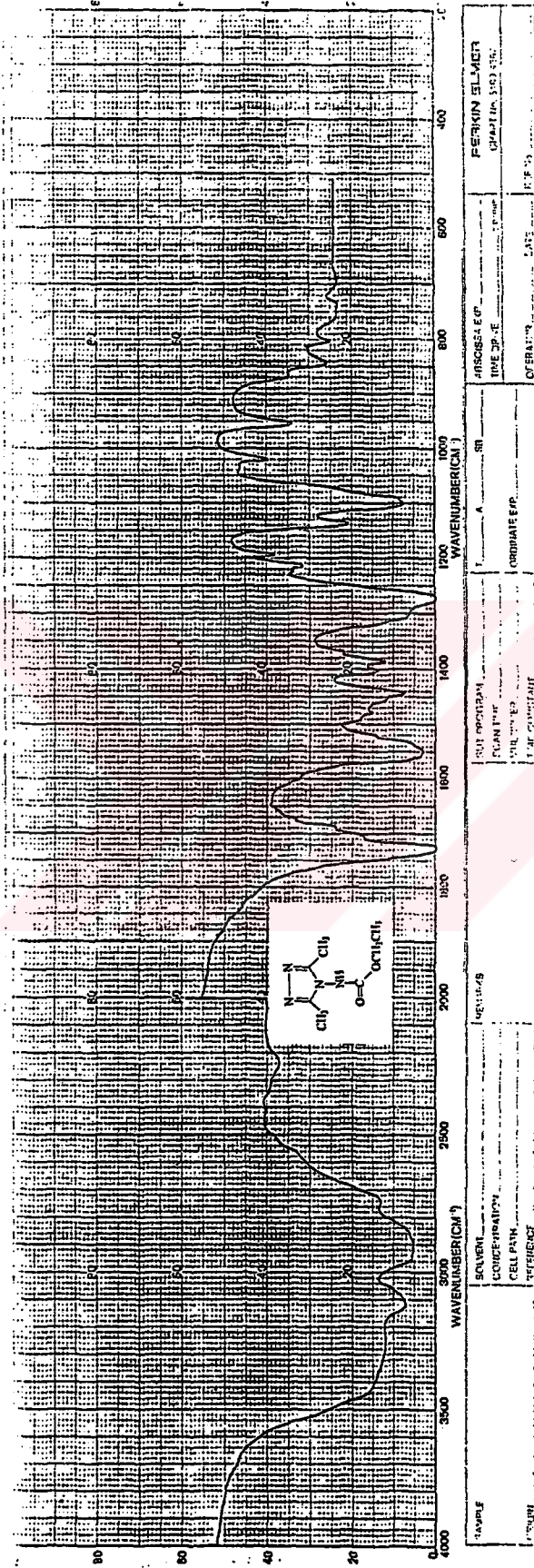
44. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 2 (1920) 245.
45. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 9 (1932) 440.
46. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 9 (1932) 448.
47. Herbst, R. M. ve Garrison, J. A., Studies on the Formation of 4-Aminotriazole Derivatives from Acyl Hydrazides, J. Org. Chem., 18 (1953) 872-877.
48. Kemp, W., Organic Spectroscopy, First Edition, The Macmillan Press Ltd., London, 1975.
49. Atkinson, M. R. ve Polya, J. B., N-Substitution of Some 1,2,4-Triazoles, J. Chem Soc., (1954) 141-145.
50. Atkinson, M. R. Parkes, E. A. ve Polya, J. B., Ultraviolet Absorbption Spectra of 1,2,4-Triazoles, J. Chem. Soc., (1954) 4256-4262.
51. Atkinson, M. R. Kozmak, A. A., Parkes, E. A. ve Polya, J. B., Derivatives of 3-Amino- 1,2,4-Triazoles, 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 Eisert, B., Über die Bildung von 1,2,4-Triazolderivaten aus α -Acetamino- β -dicarbonylverbindungen durc/ Japp-Klingemann-Spaltung mit Diazoniumsalzen, Chem Ber., 96 (1963) 3120-3132. /
54. Gehlen, H. ve Schmidt, Der Einfluss von Substituenten auf die Geschwindigkeit der Hydrolyse von 1,2,4-Triazolonen-5-in Halbkonzentrierter Schwefelsäure, Liebig Ann. Chem., 682 (1965) 123-135.
55. Takimoto, H. H., Denault, G. C. ve Hotta. S., The Thermal Decomposition of 3-Azido-4-benzilidenamino-s-triazoles, J. Heterocycl. Chem., 3 (1966) 119-123.
56. Rieter, J., Ponyo, L. ve Dvortsák, P., The Acylation of 5-Amino-1,2,4-triazoles, J. Heterocycl. Chem., 24 (1987) 127-142.
57. Emilsson, H. ve Selander, H., Spectroscopic Identification of Some Derivatives of 3,4-Diamino-4H-1,2,4-triazole and 3-Hydrazino-4H-1,2,4-triazole, J. Heterocycl. Chem., 25 (1988) 127-142.
58. İközler, A. A., İközler, A. ve Yüksek, H., Ultraviolet Spectra of Some 1,2,4-Triazoles, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Fen Dergisi, 4 (1992) 89-97.
59. İközler, A. A., İközler, A., Serdar, M. ve Erdoğan, Y., Ultraviolet Spectra of Some 1,2,4-Triazole Derivatives, Doğa Tr. J. of Chemistry, 16 (1992) 164-170.

60. İkizler, A. A. ve İkizler, A., TRC Spectral Data Ultraviolet, Suppl., 13 (1994) 884-961.

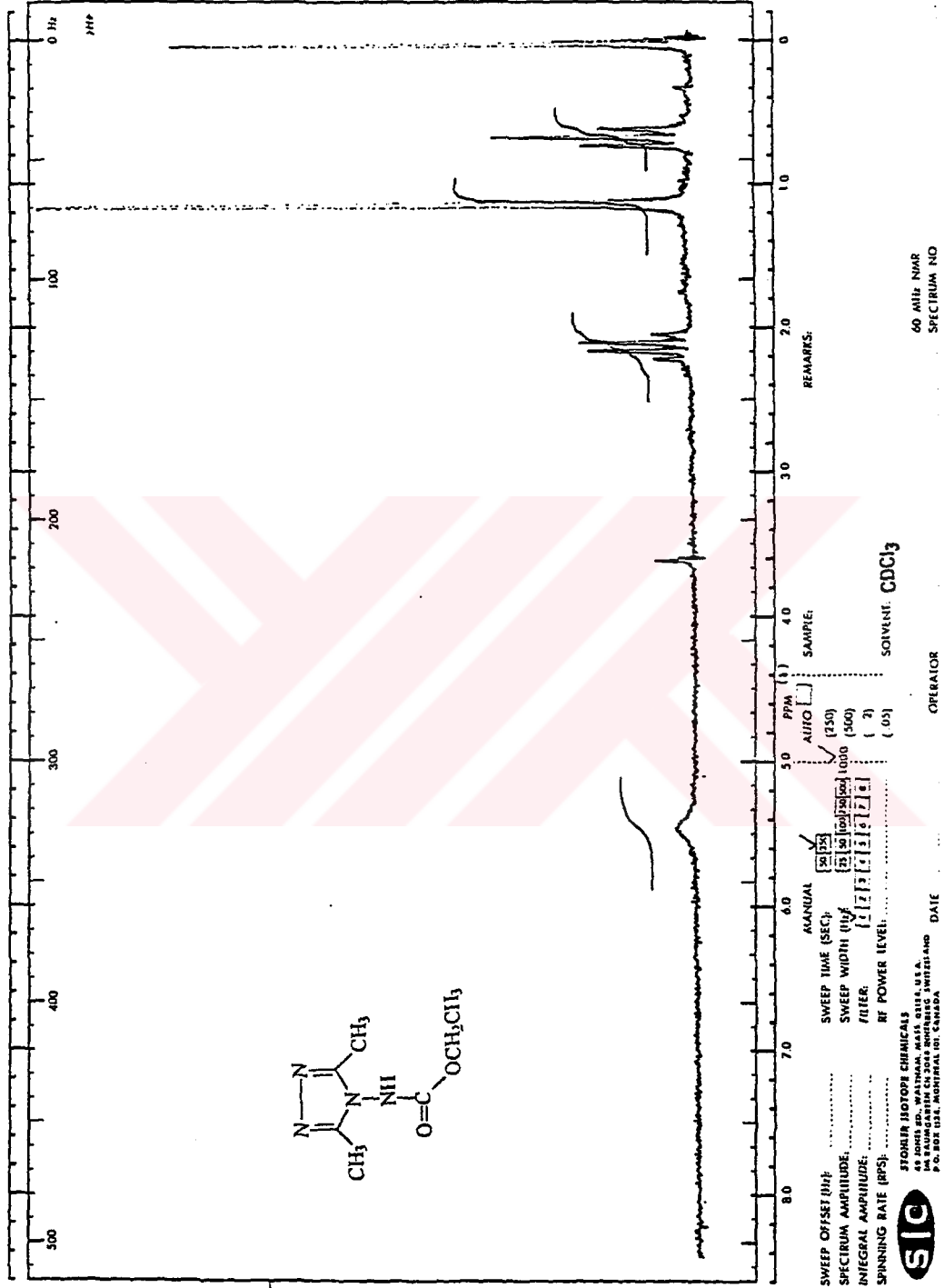


7. EKLER



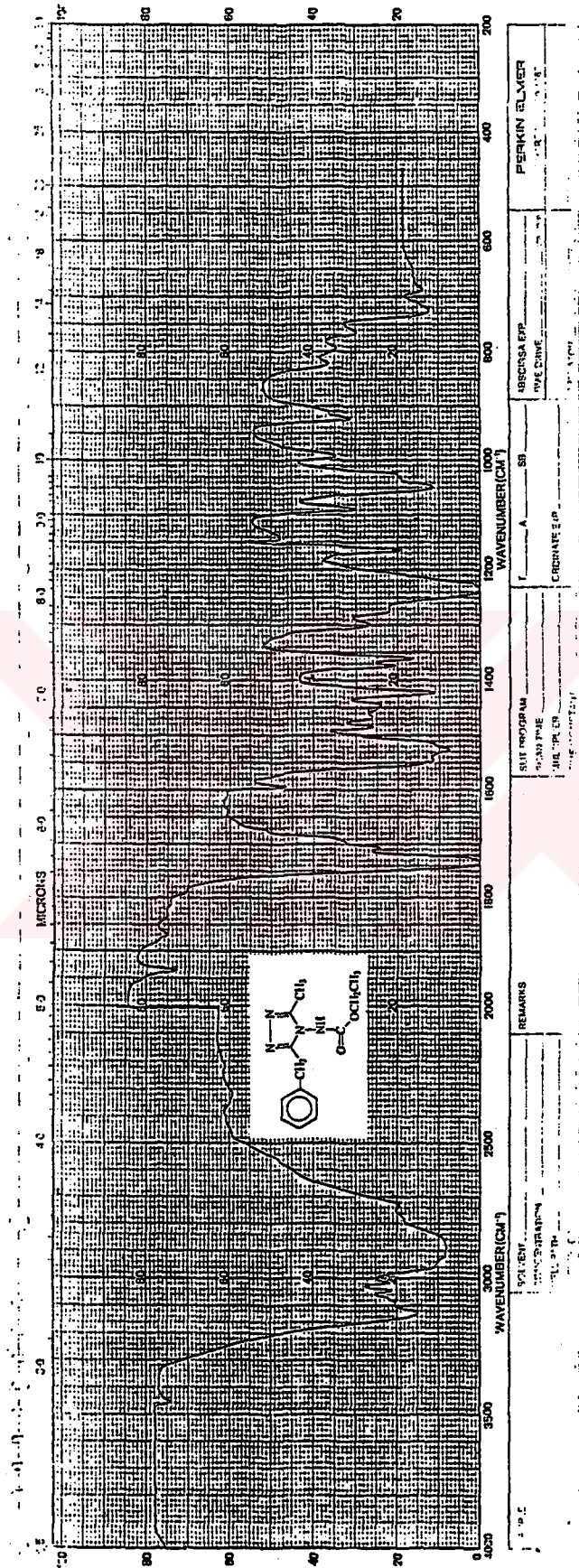


Ek Şekil 1. 40 Bileşiğinin IR Spektrumu

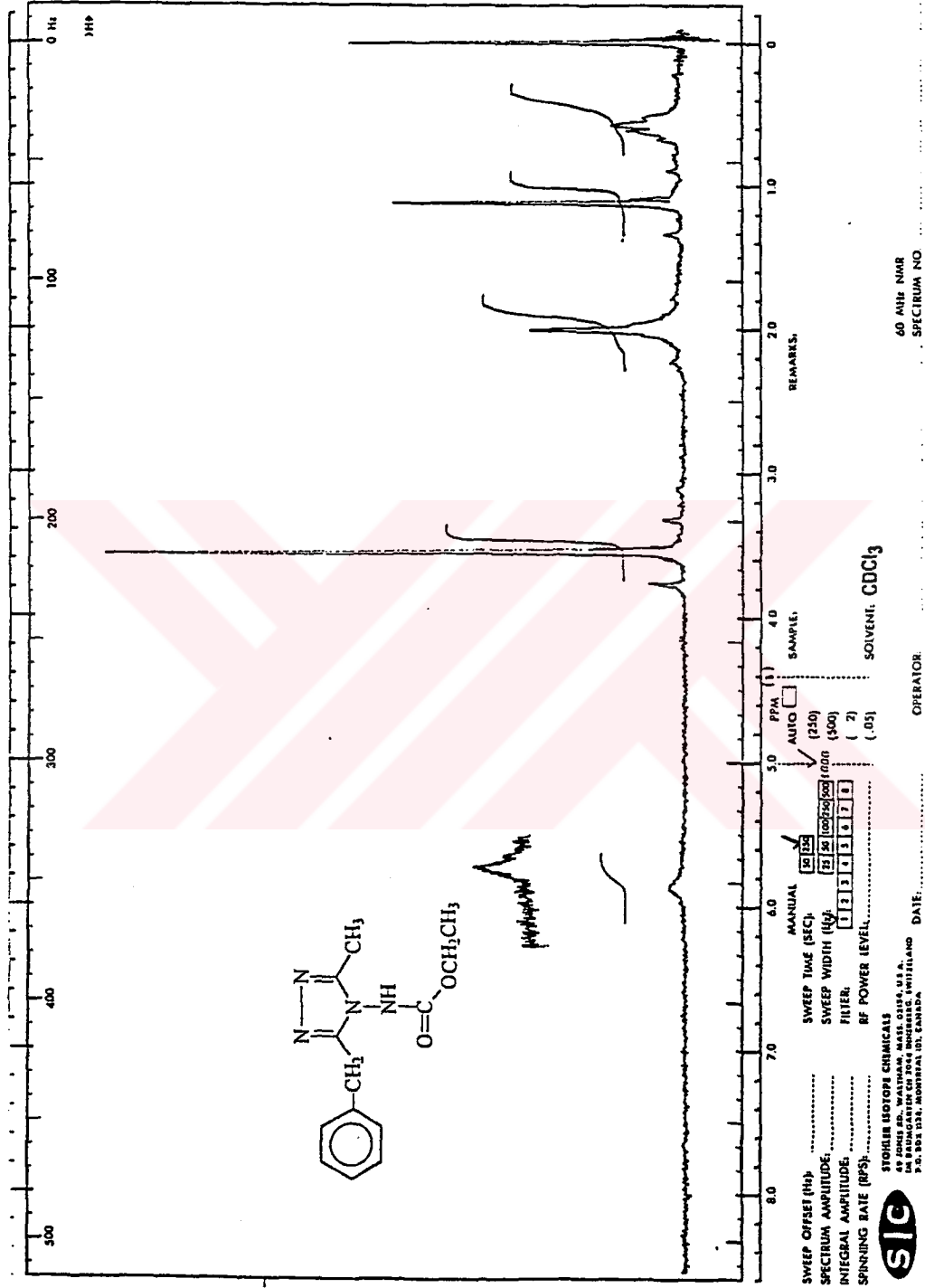


Ek Şekil 2. 40Bileşinin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu

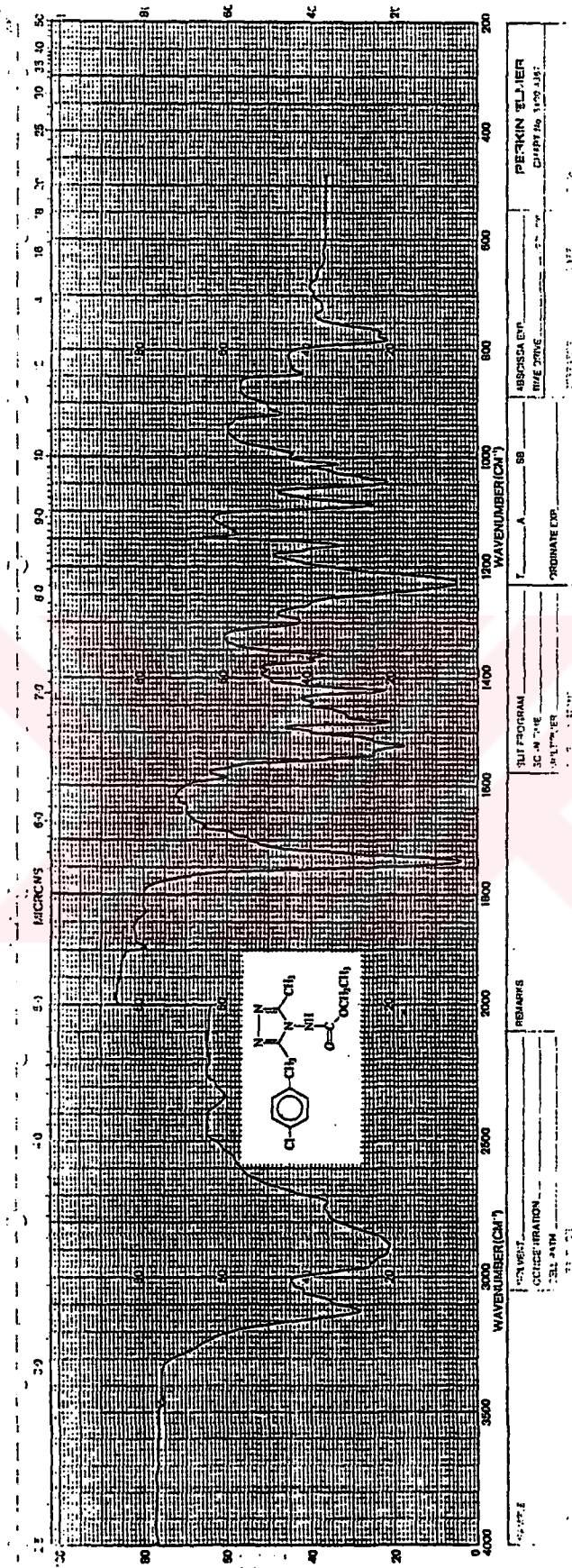
60 MHz NMR
 SPECTRUM NO



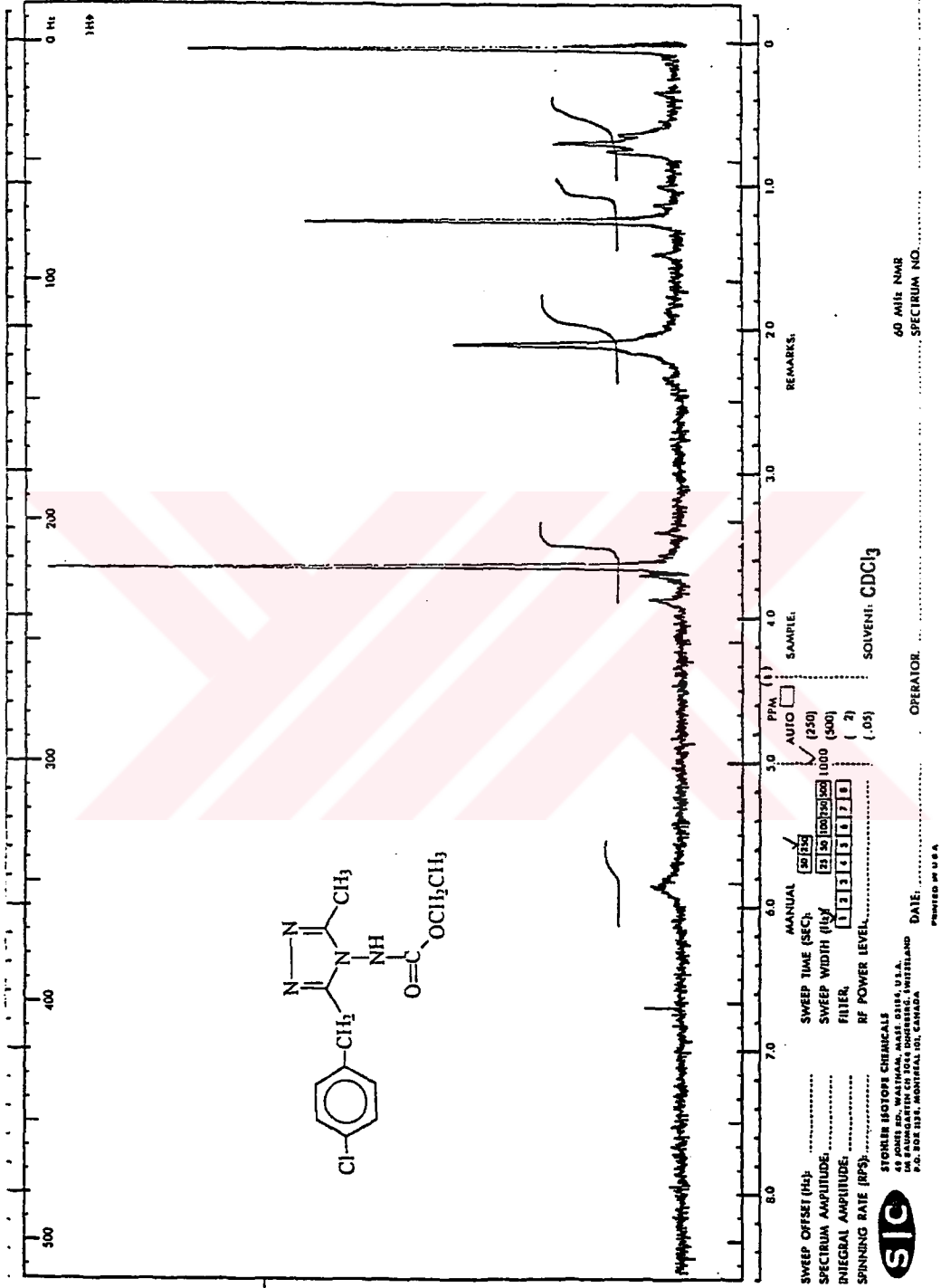
Ek Şekil 3. 41 Bileşiminin IR Spektrumu



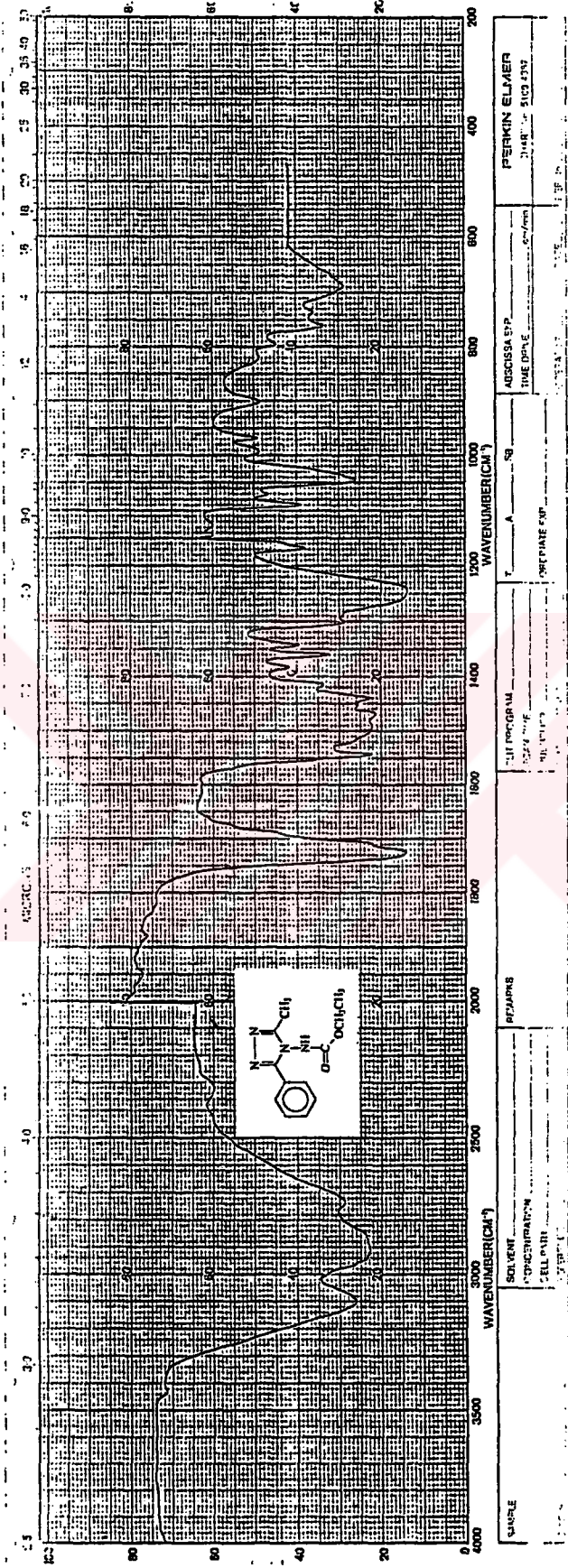
Ek Şekil 4. 41 Bileşiminin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



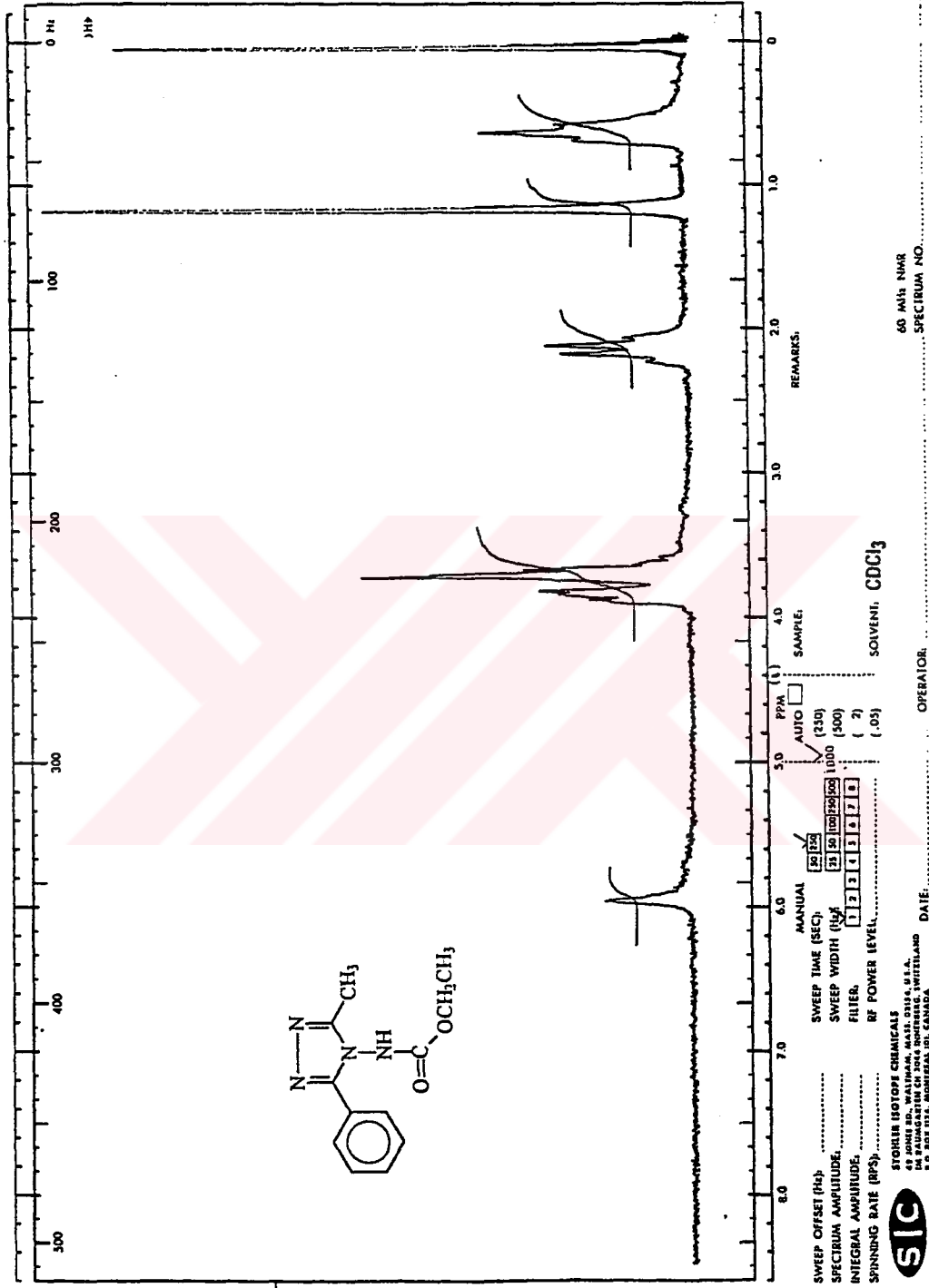
Ek Şekil 5. 42 Bileşiğinin IR Spektrumu



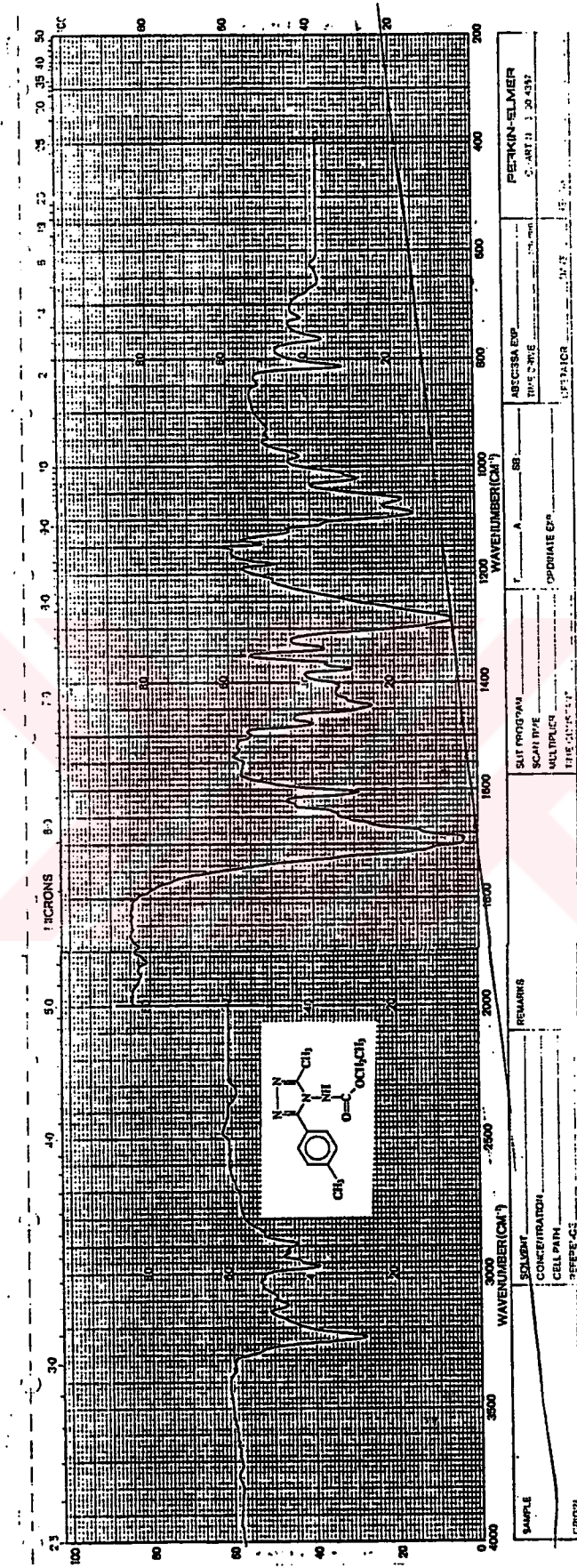
Ek Şekil 6. 42 Bileşiminin 1H NMR (CDCl₃) Spektrumu



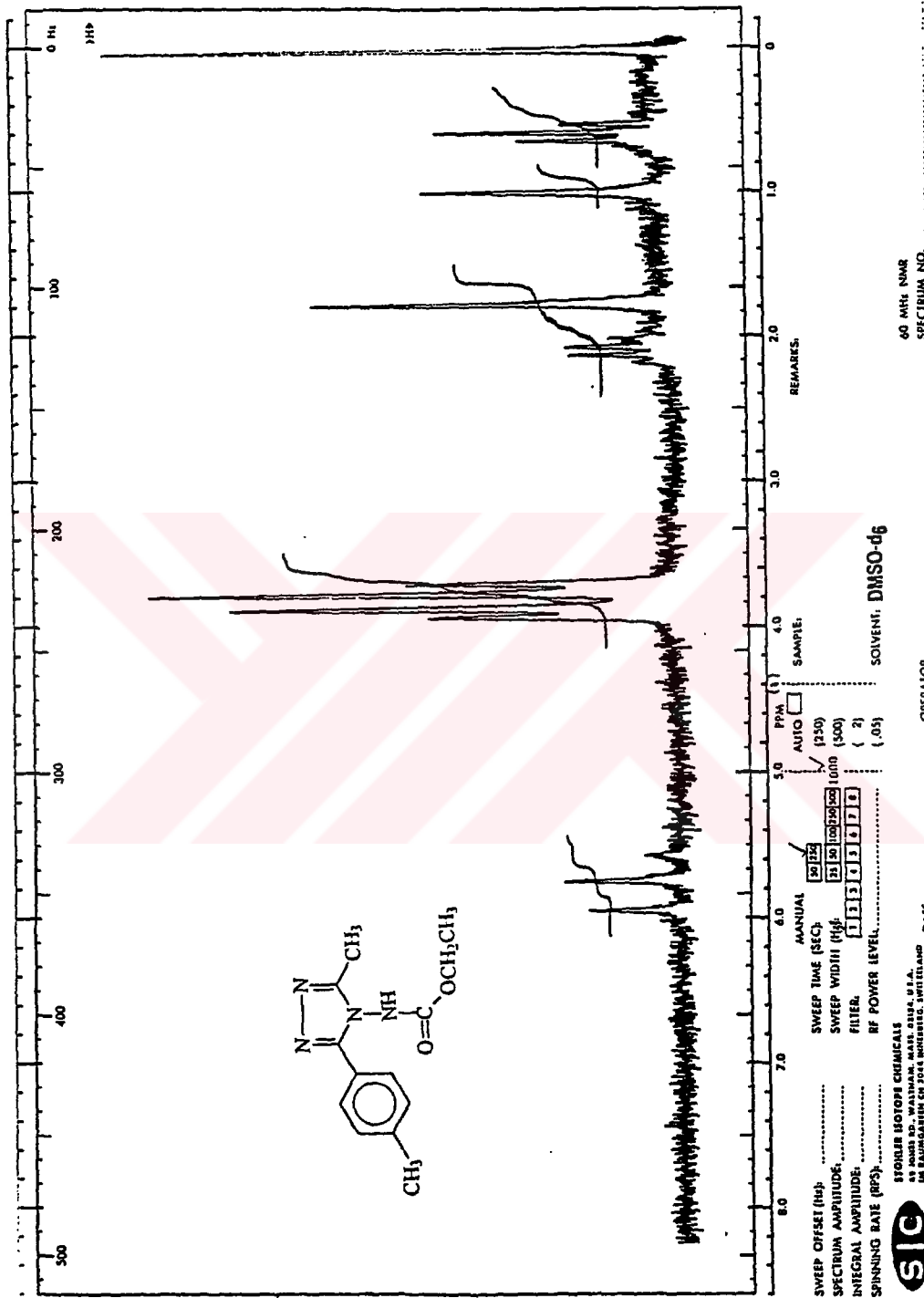
Ek Şekil 7. 43 Bileşiminin IR Spektrumu



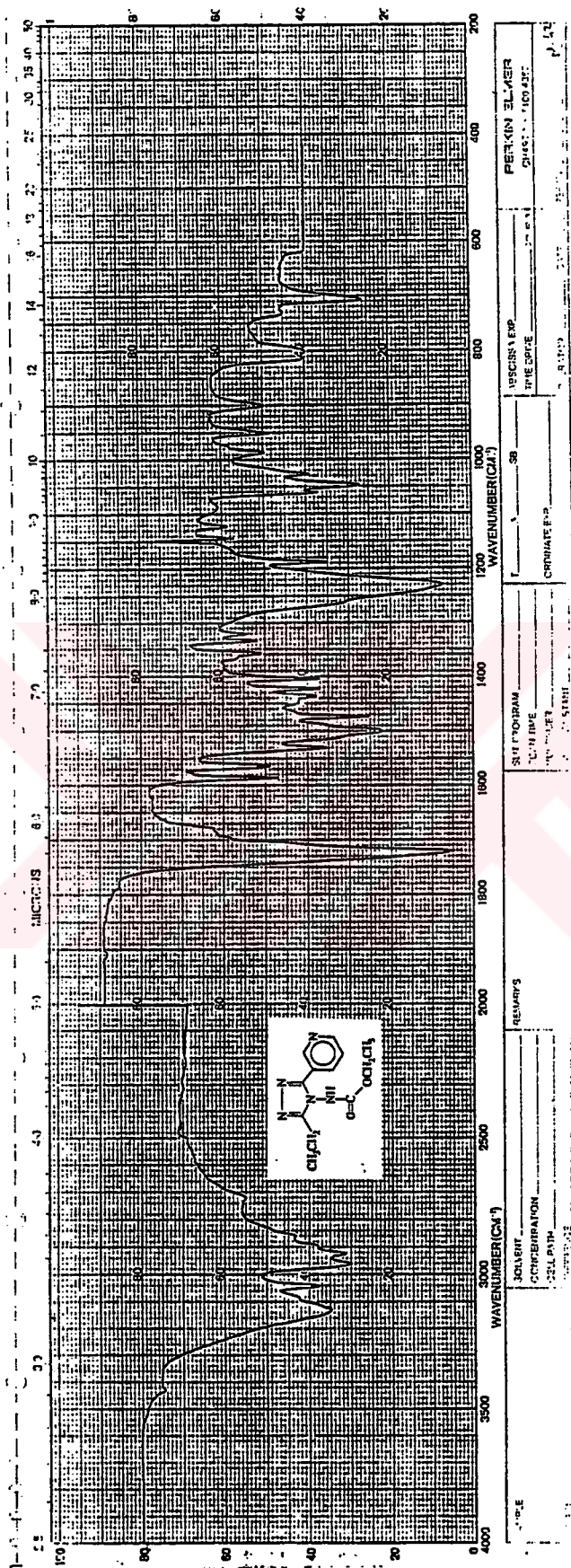
Ek Şekil 8. 43 Bileşiminin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



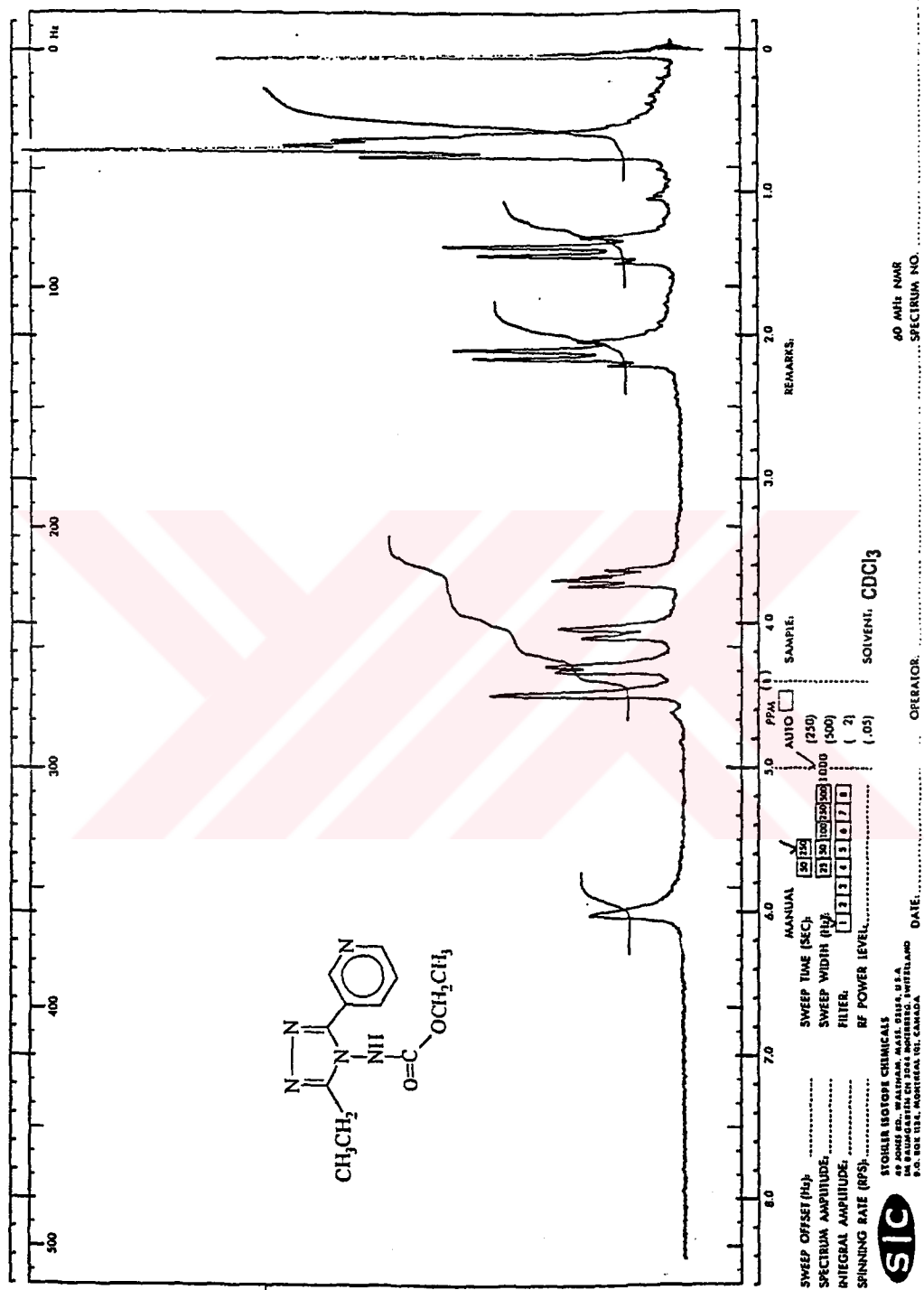
Ek Şekil 9. 44 Bileşiğinin IR Spektrumu



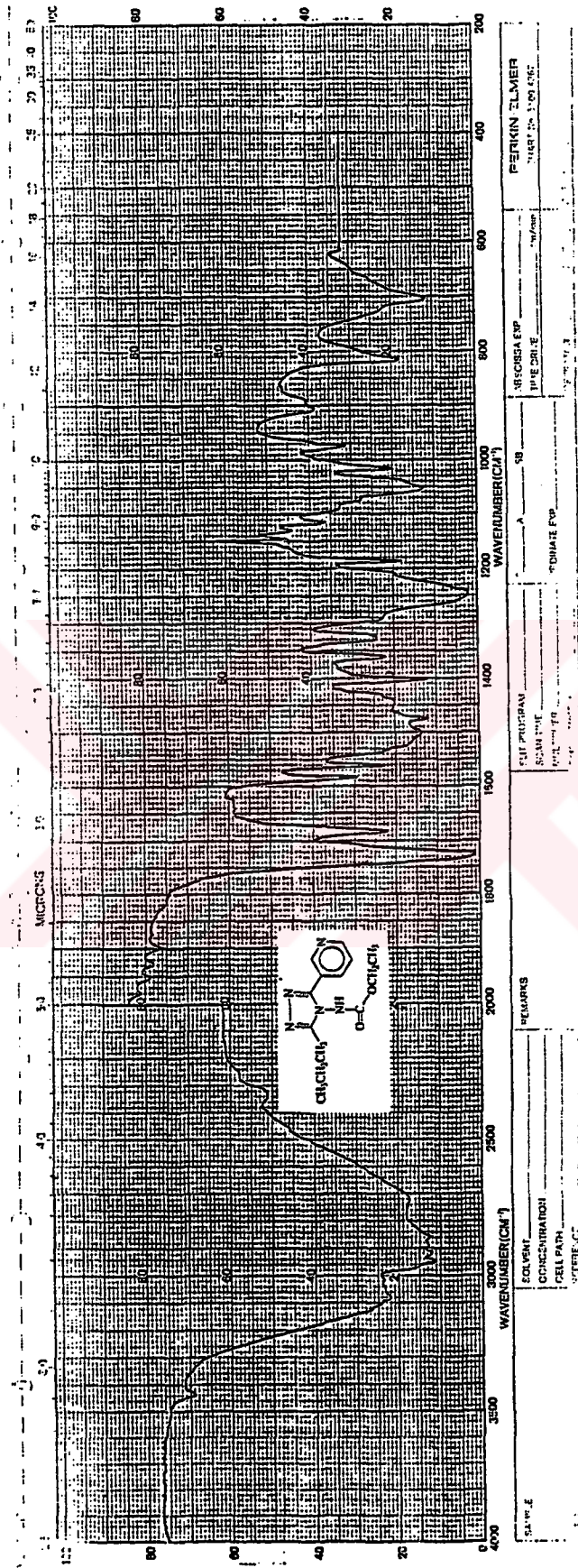
Ek Şekil 10. 44 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



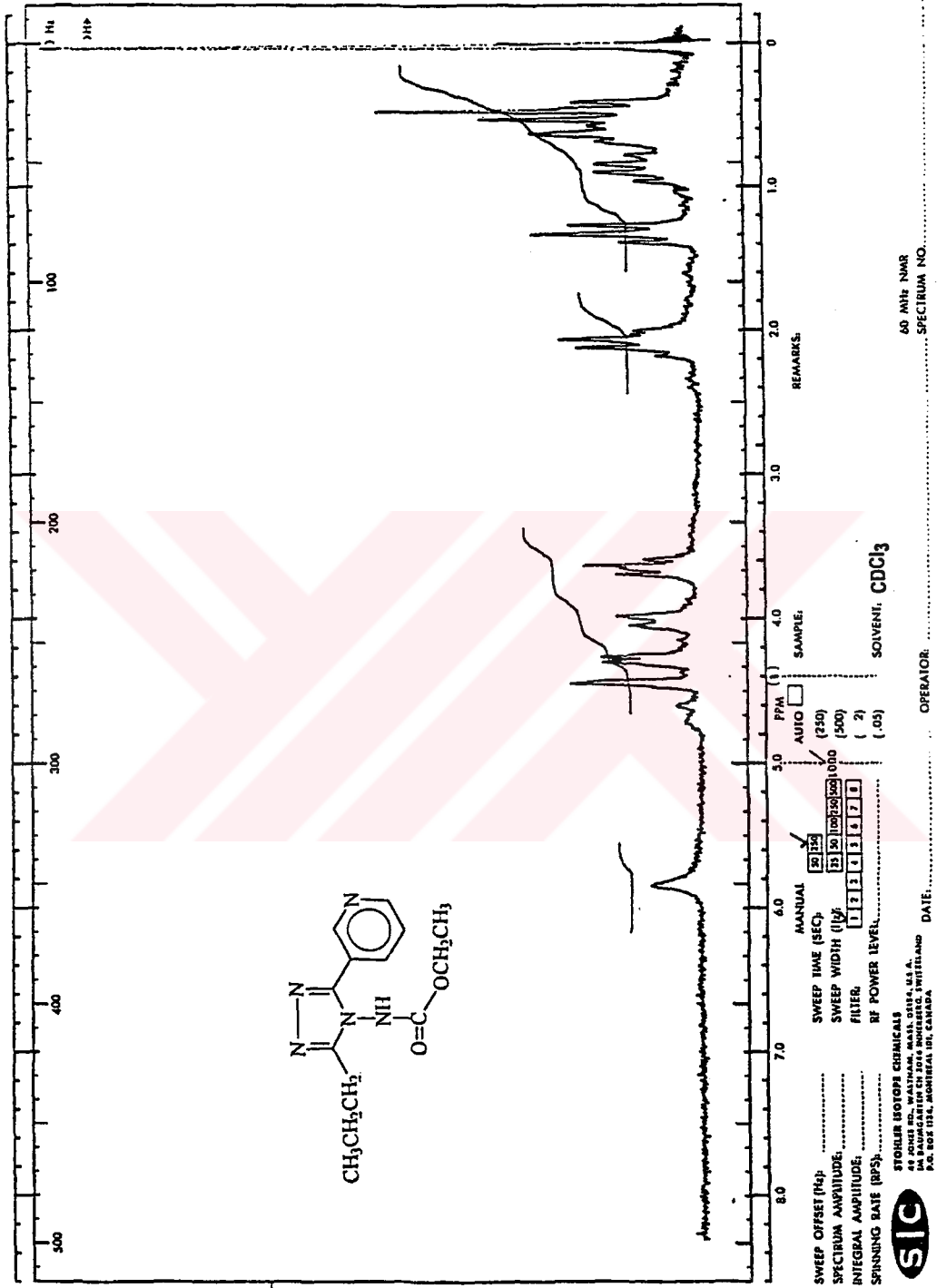
Ek Şekil 11. 46 Bileşinin IR Spektrumu



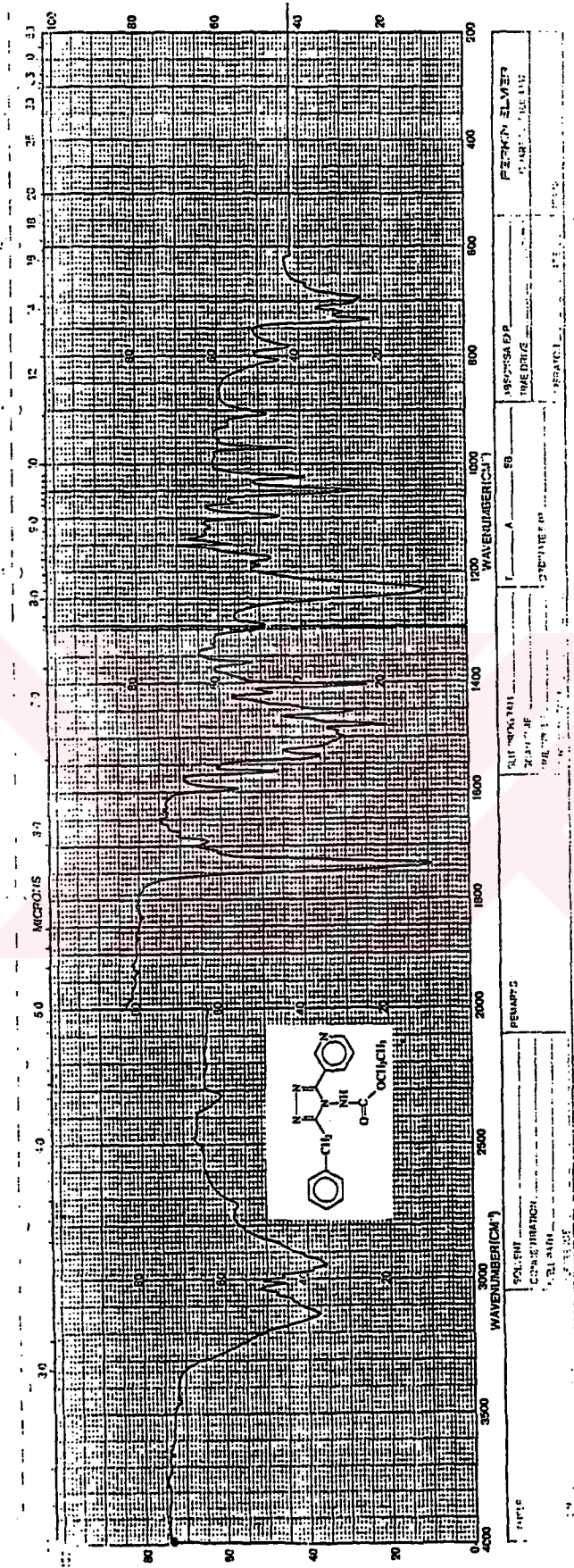
Ek Şekil 12. 46 Bileşimin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



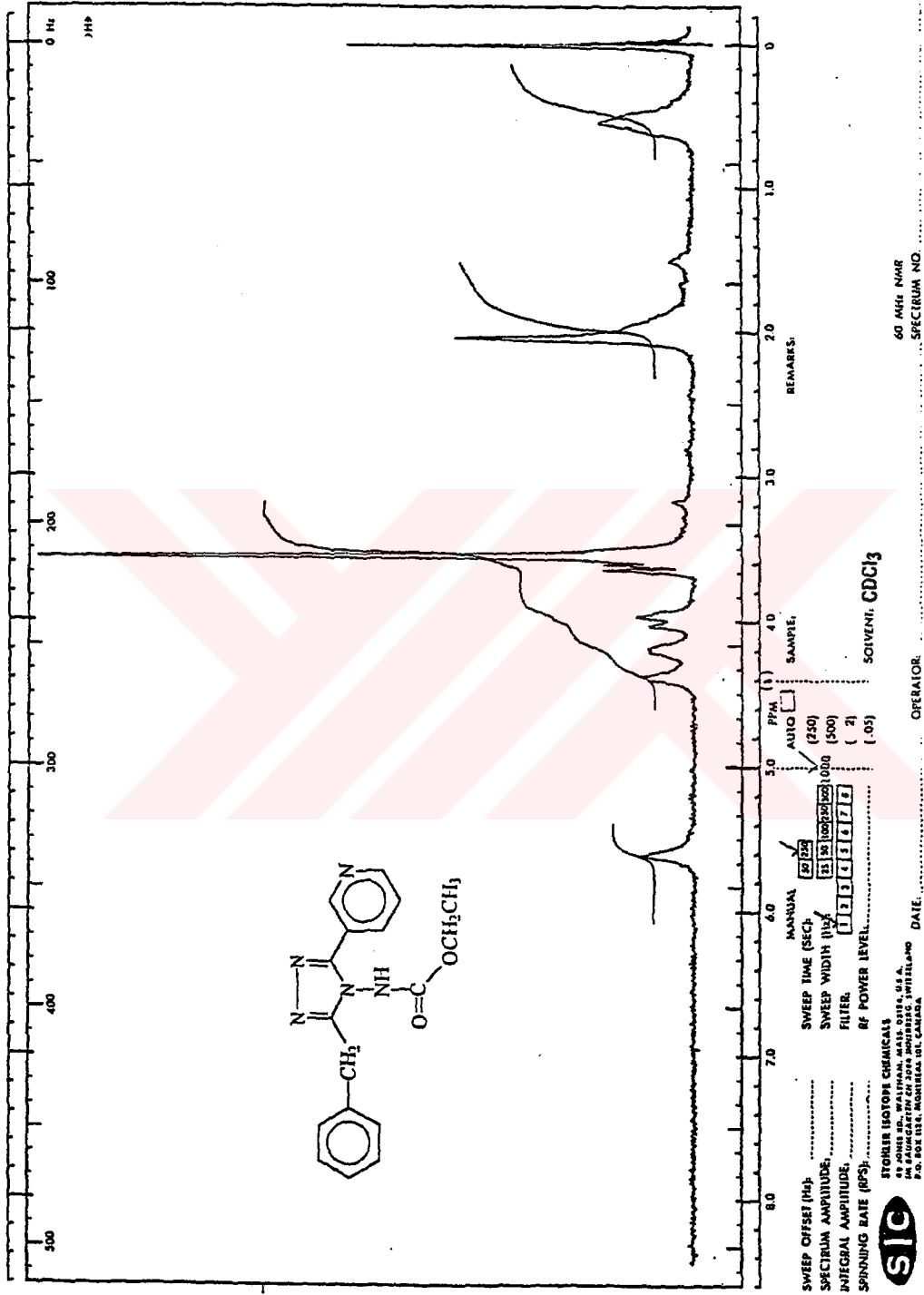
Ek Şekil 13. 47 Bileşiğinin IR Spektrumu



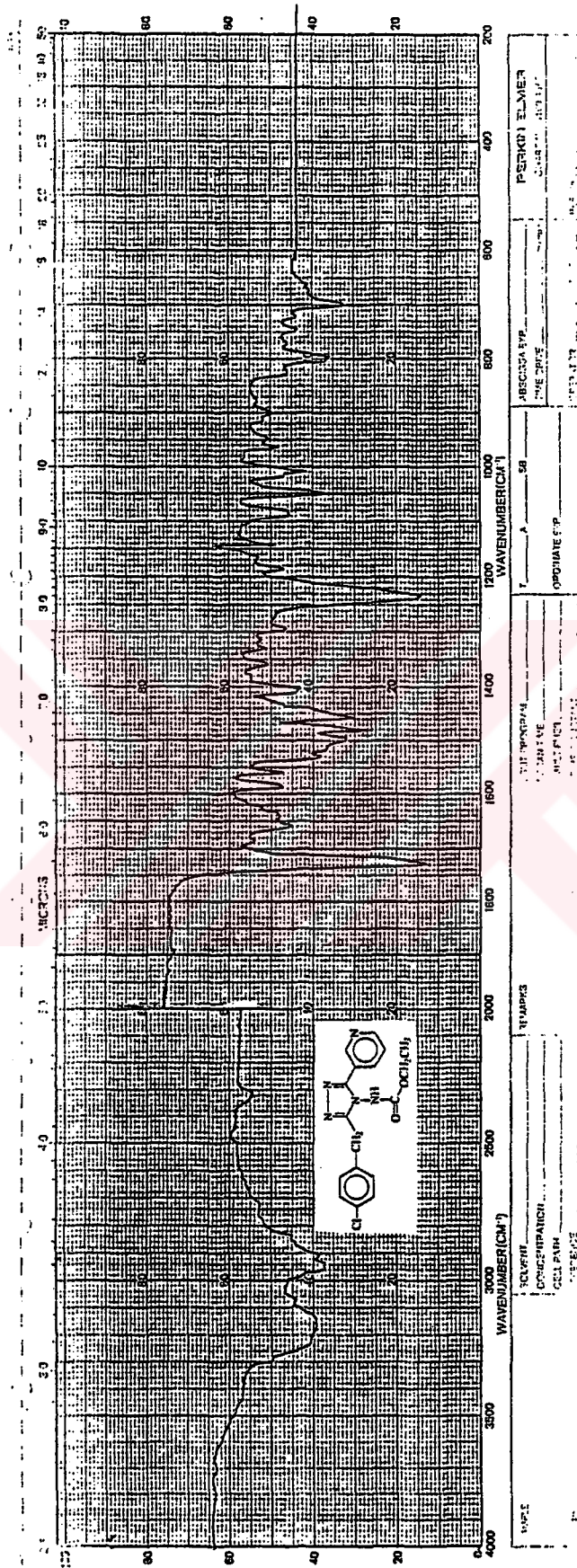
Ek Şekil 14. 47 Bileşiğinin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



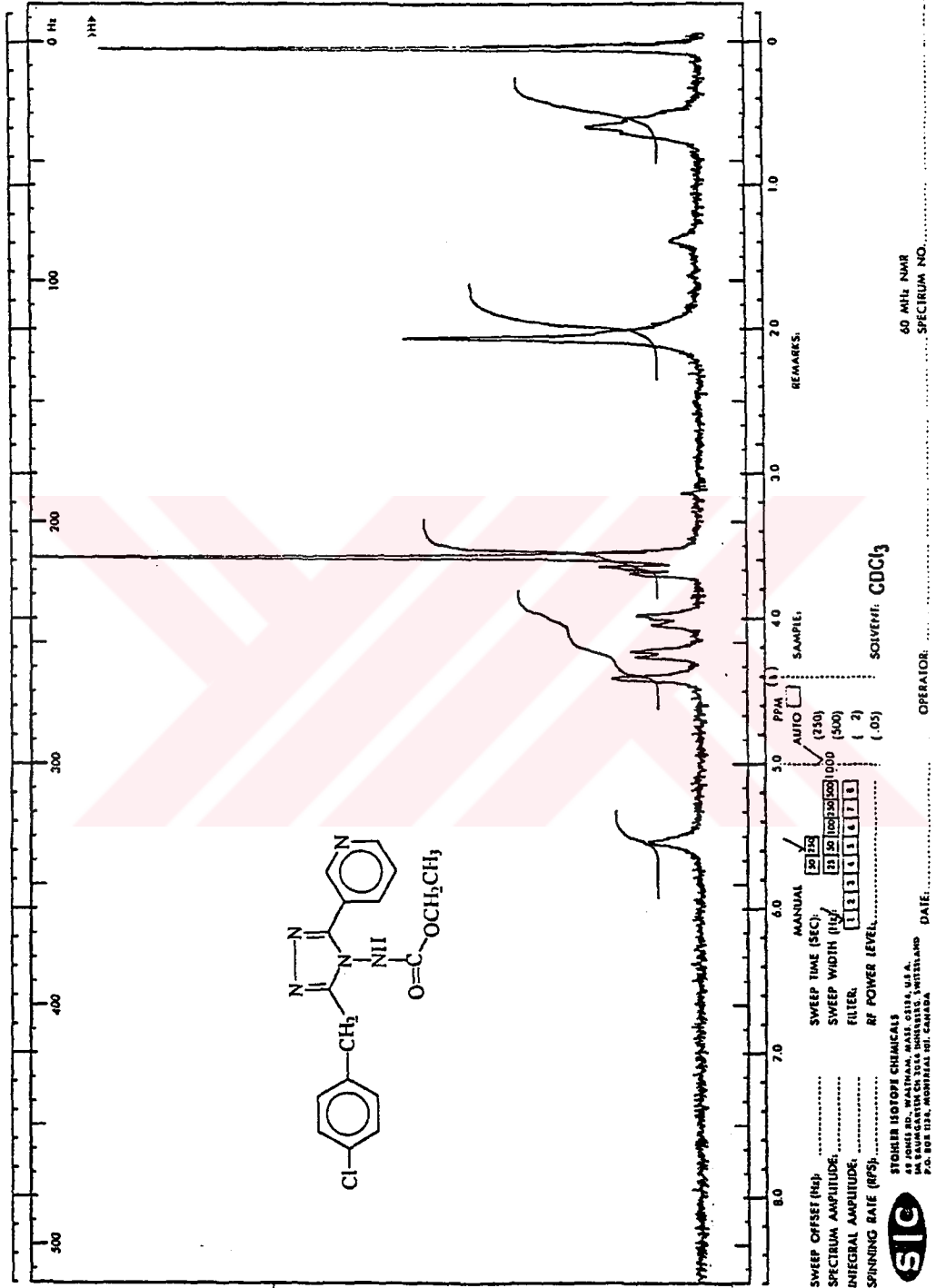
Ek Şekil 15. 48 Bileşiminin IR Spektrumu



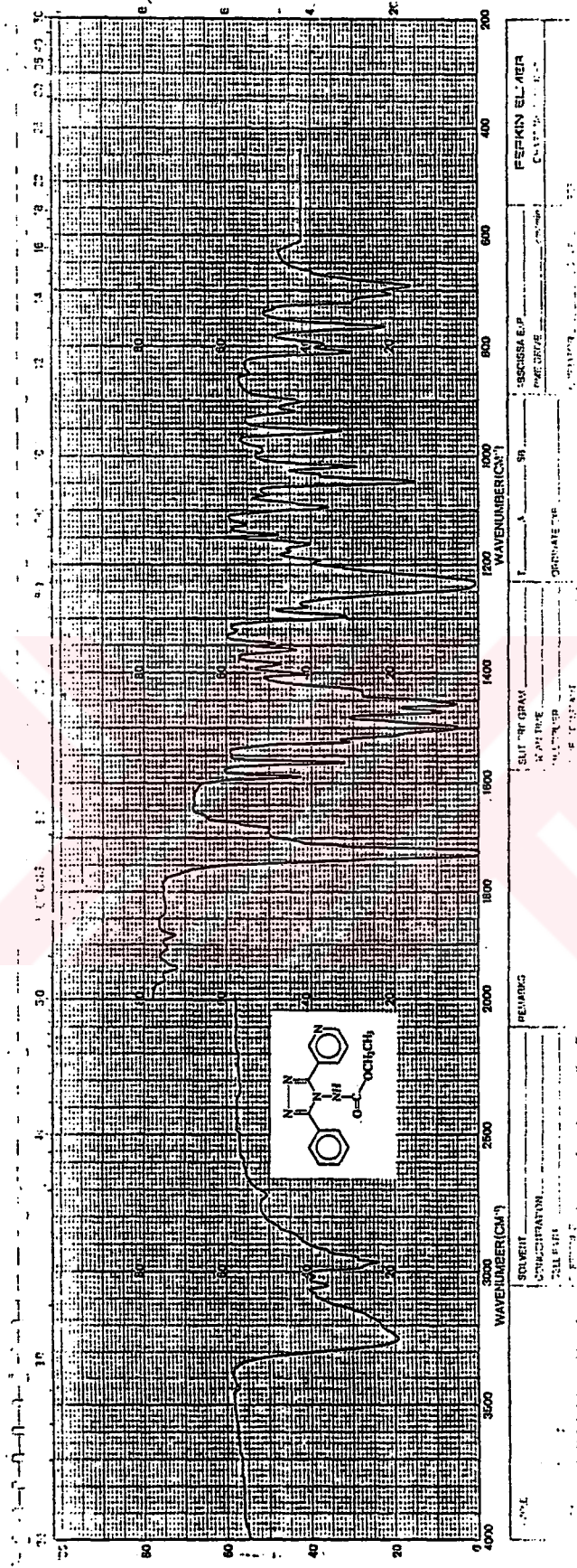
Ek Şekil 16. 48 Bileşiminin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



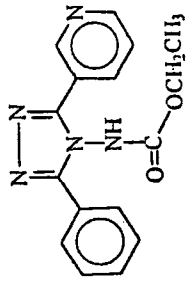
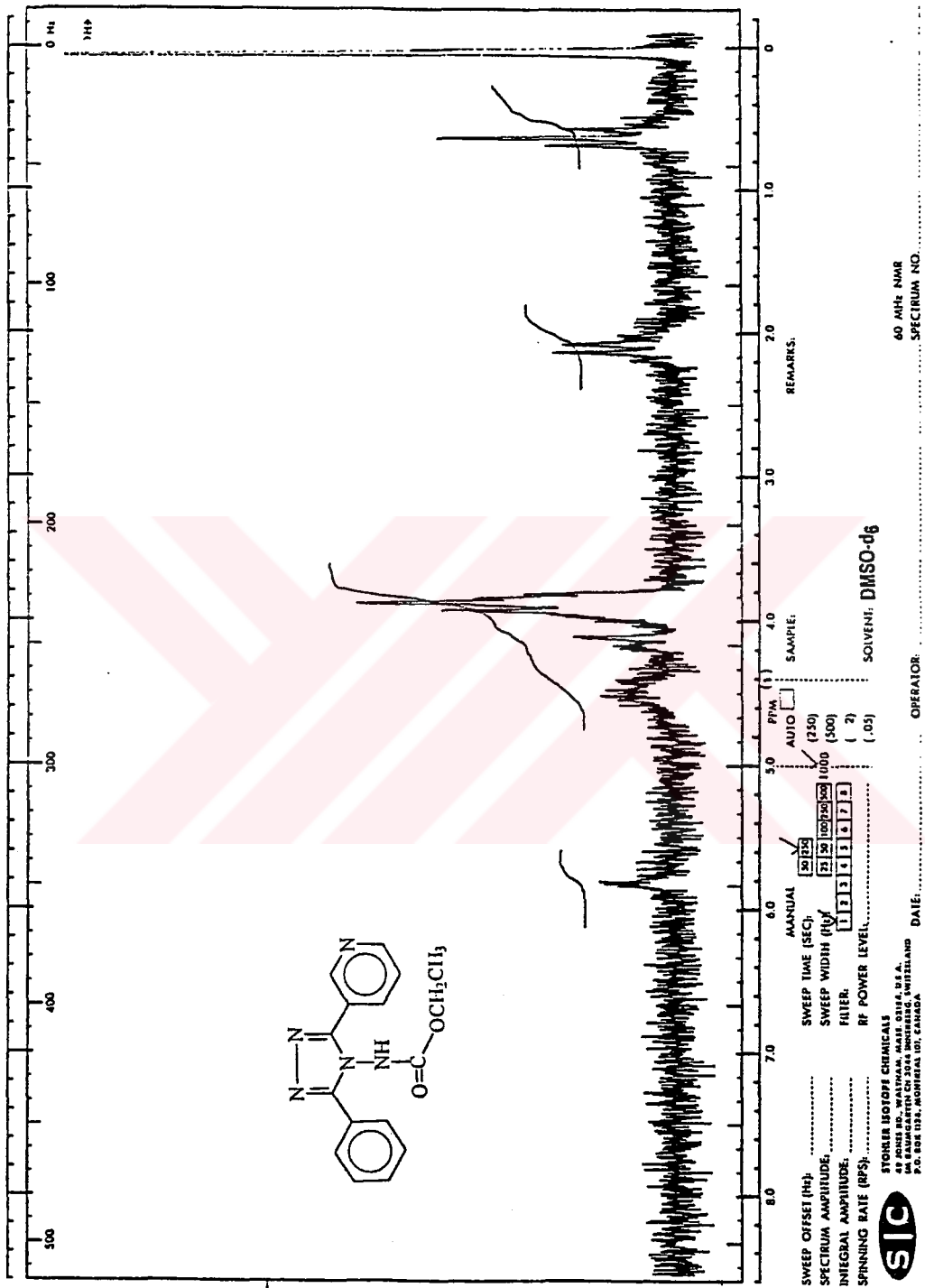
Ek Şekil 17. 49 Bileşiğinin IR Spektrumu



Ek Şekil 18. 49 Bileşinin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



Ek Şekil 19. 50 Bileşiminin IR Spektrogramı



SWEET OFFSET (Hz)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SPINNING RATE (RPS)
 STORIER ISOTOPE CHEMICALS
 49 JONES RD., WALTHAM, MASS. 01981, U.S.A.
 CH. FAHNGARTNER CH 3004 MORGES, SWITZERLAND
 P.O. BOX 1018, MONTREAL, QUEBEC, CANADA

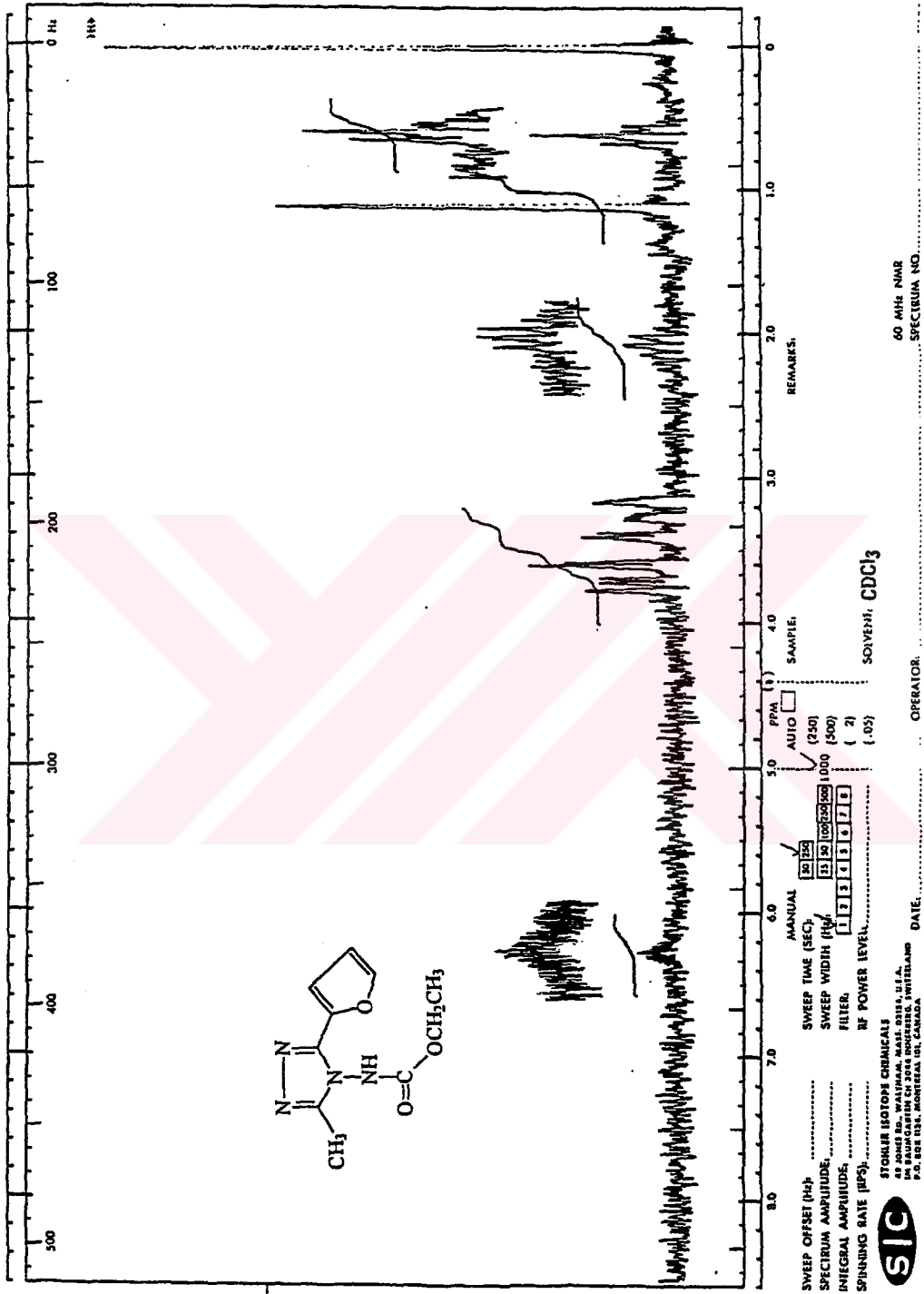


MANUAL AUTO
 SWEEP TIME (SEC) 20 (25) 30 (50) 100 (500)
 SWEEP WIDTH (Hz) 1000
 FILTER 1 1 1 1 1 1 1 1
 RF POWER LEVEL (0.05) (0.1) (0.2) (0.5) (1) (2) (5) (10)

REMARKS:

OPERATOR: DATE:
 60 MHz NMR
 SOLVENT: DMSO-d₆
 SPECTRUM NO.

Ek Şekil 20. 50 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

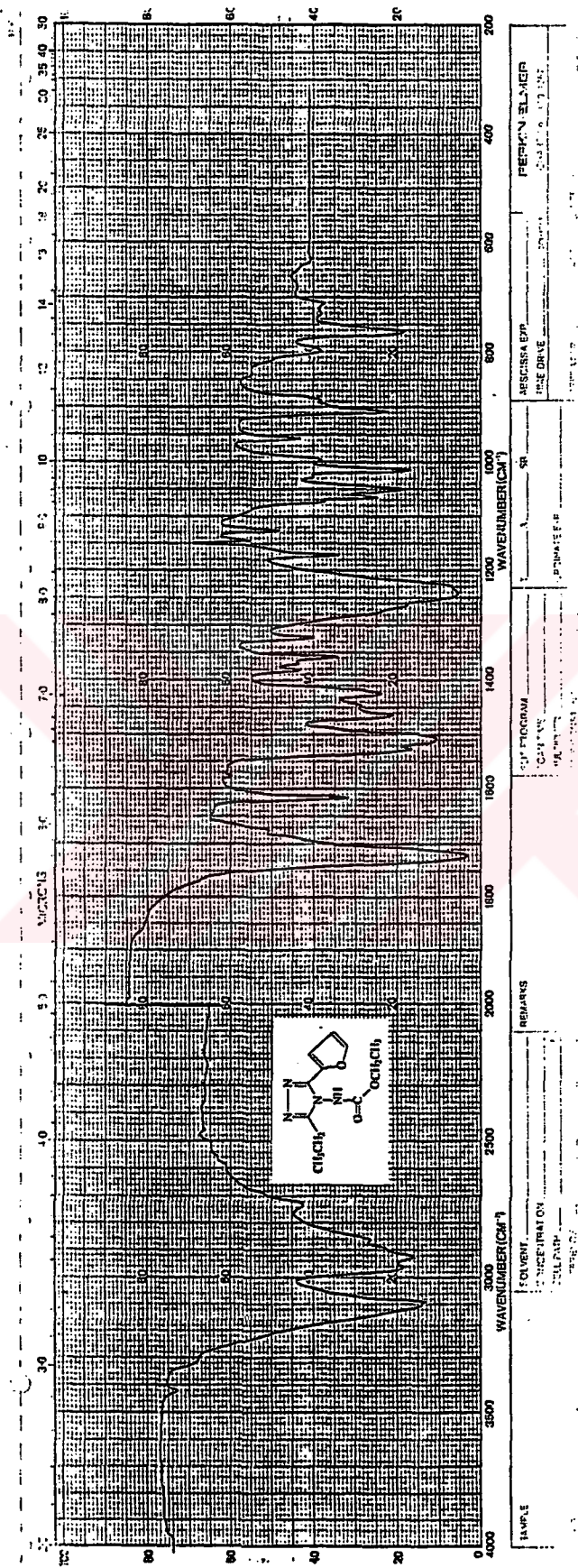


SIC
 STONIER ISOTOPE CHEMICALS
 45 JONES RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 P.O. BOX 1036, MONTREAL 101, CANADA
 PRINTED IN U.S.A.

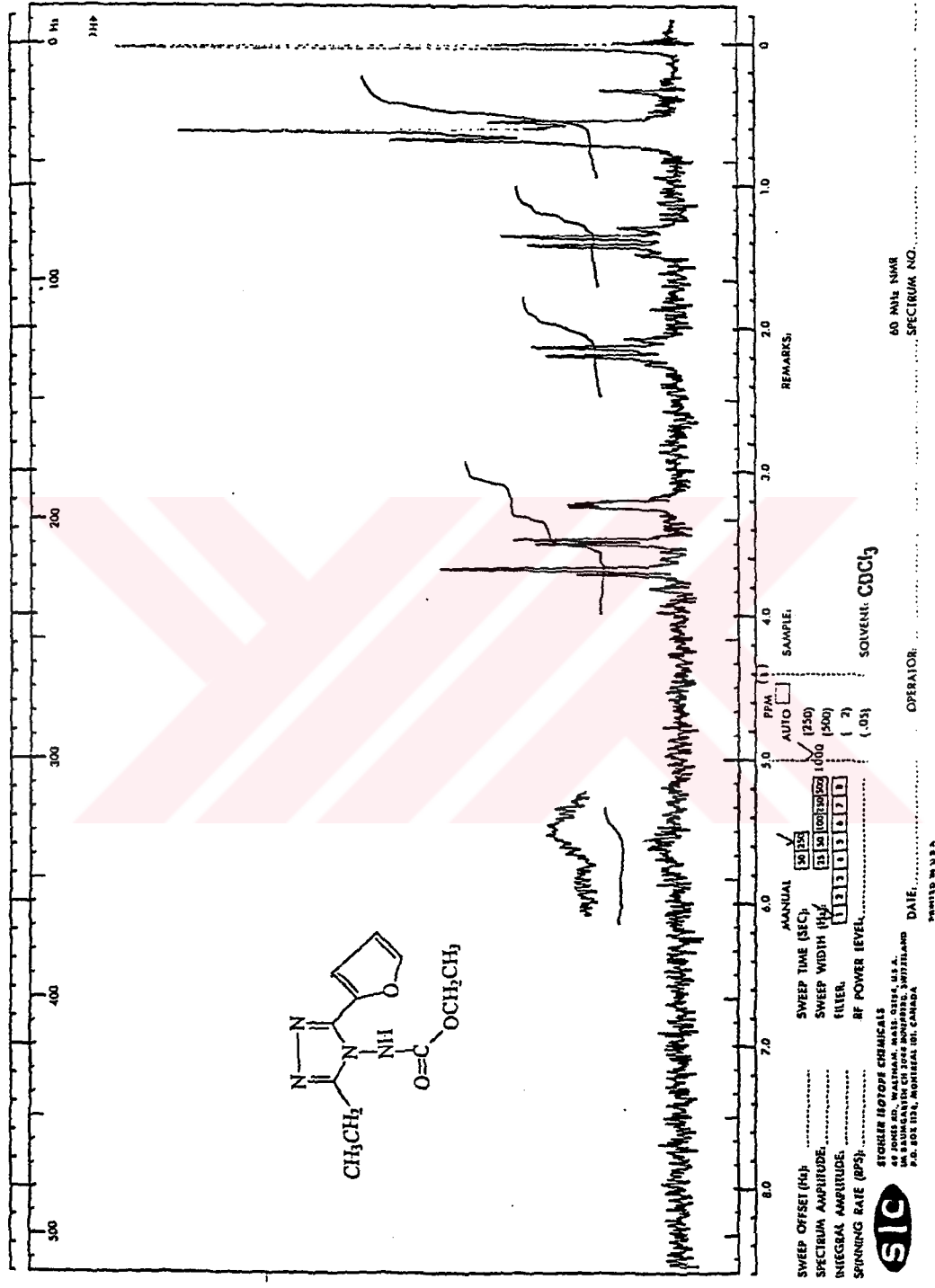
SWEEP OFFSET (Hz)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SPINNING RATE (RPS)
 MANUAL SWEEP TIME (SEC) 120
 AUTO SWEEP WIDTH (Hz) 1000
 FILTER 13343078
 RF POWER LEVEL 0.02
 PPM (τ) 5.0 SAMPLE 4.0
 SOLVENT: CDCl₃

REMARKS:
 60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

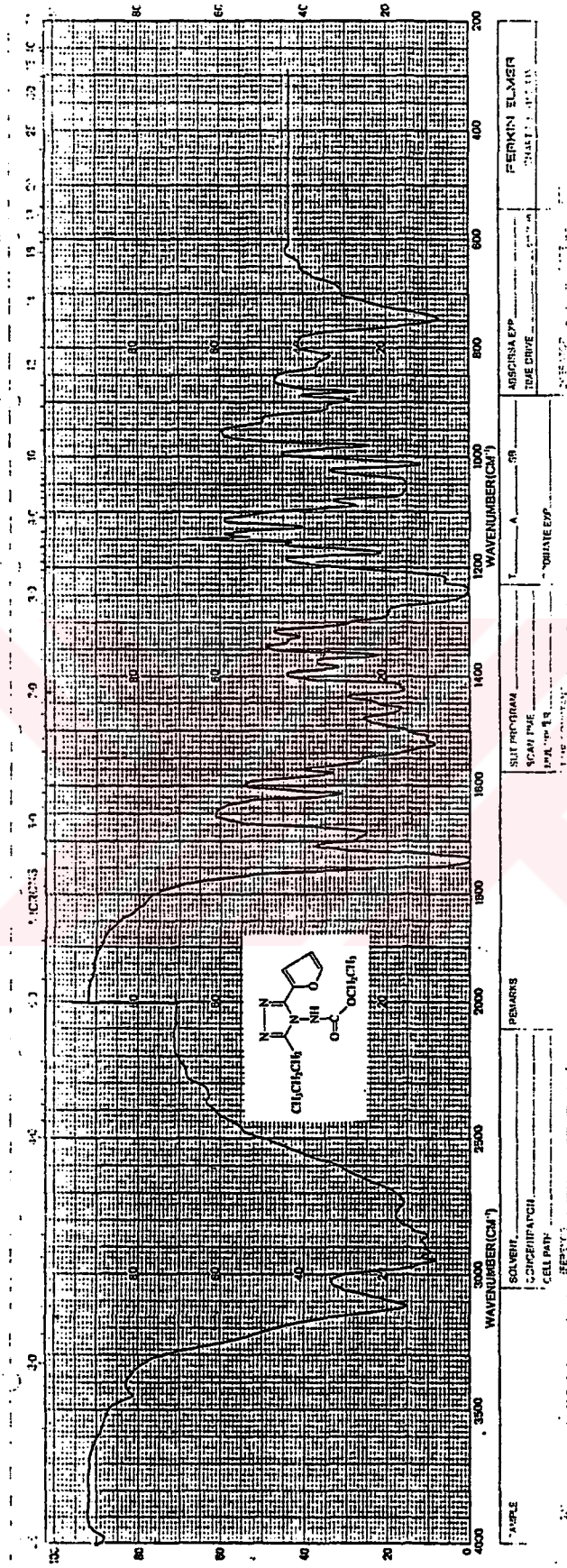
Ek Şekil 22. 52 Bileşiğinin 1H NMR (CDCl₃) Spektrumu



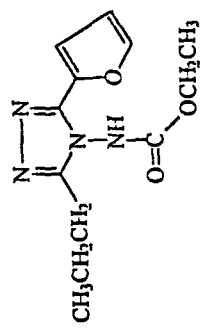
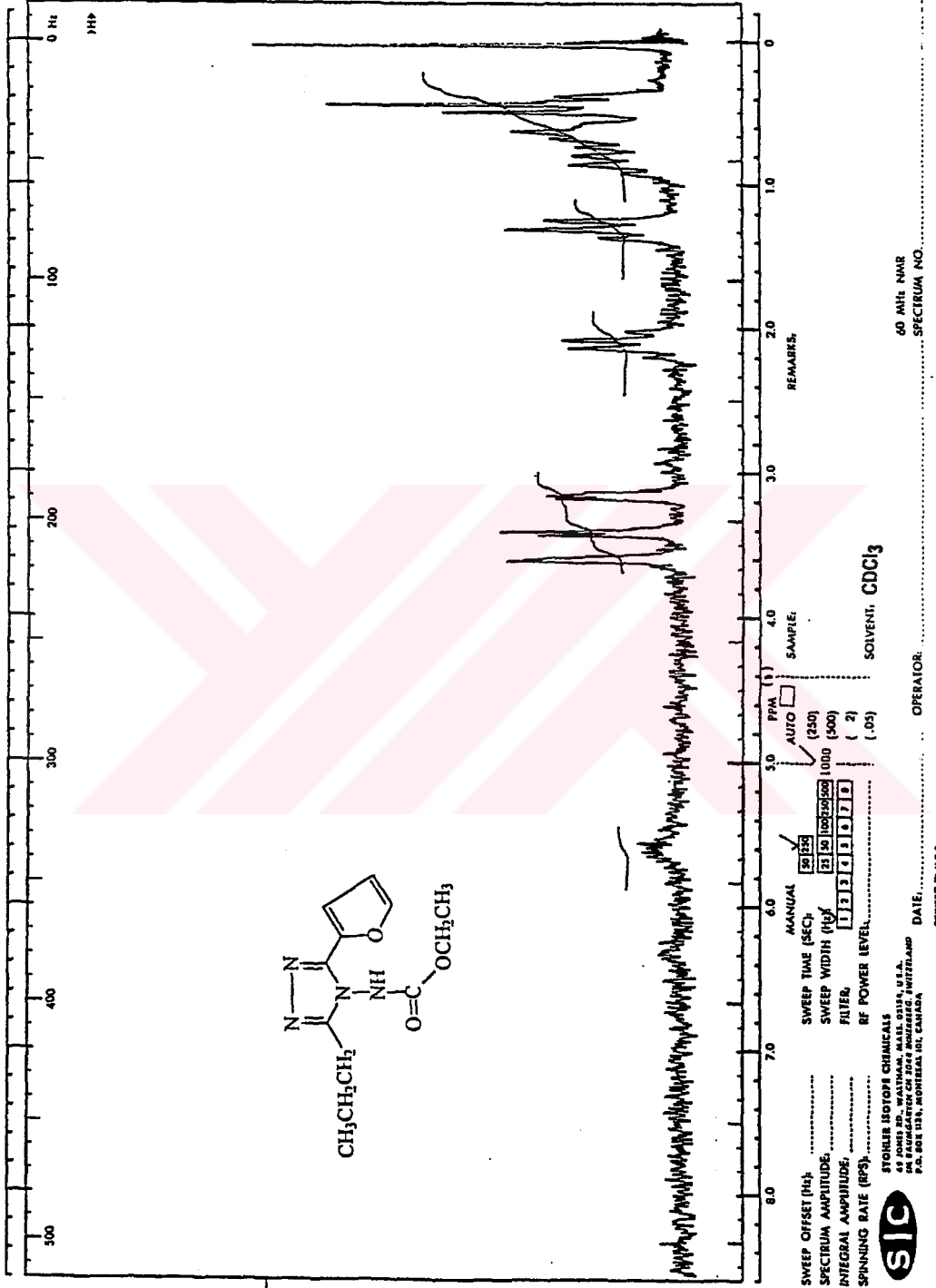
Ek Şekil 23. 53 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Şekil 24. 53 Bileşiğinin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



Ek Şekil 25. 54 Bileşiminin IR Spektrumu

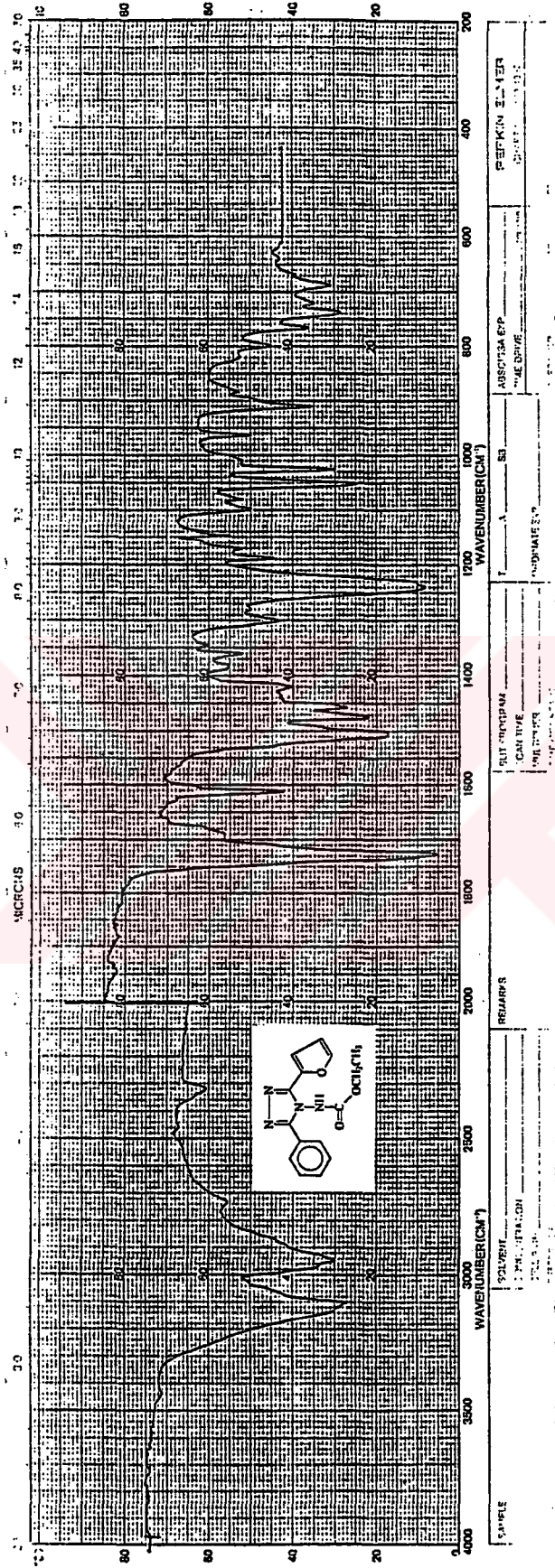


SJC
 STORIER ISOTOP CHEMICALS
 45 JONES RD., WATTHAM, MASS. 02159, U.S.A.
 CH FÄHRGÄRTEN CH 3007 MÜRZEGEN, SWITZERLAND
 P.O. BOX 120, MONTREAL, QUEBEC, CANADA

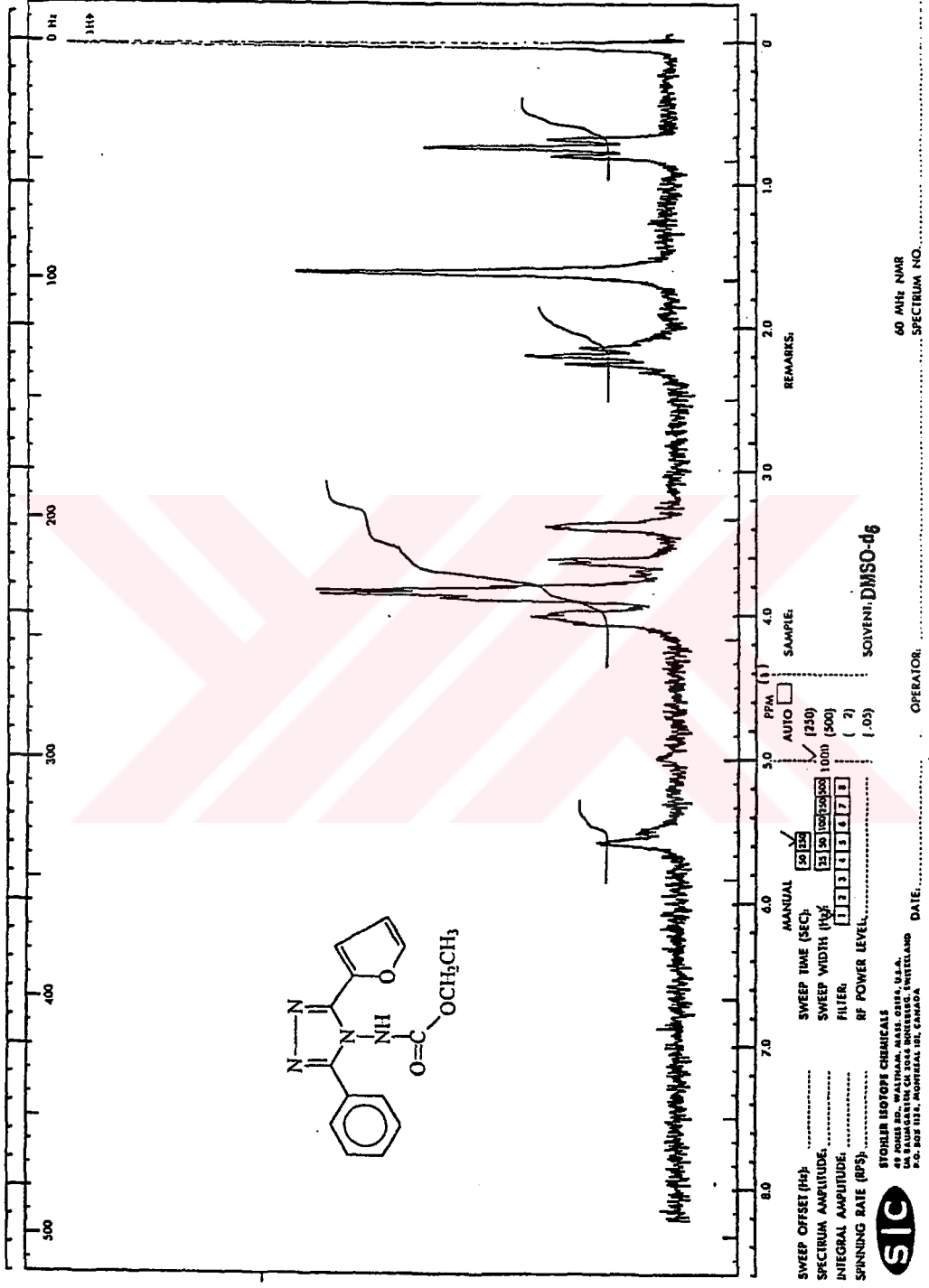
SWEEP OFFSET (Hz)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SPINNING RATE (RPS)
 MANUAL SWEEP TIME (SEC) 20.25
 AUTO SWEEP WIDTH (Hz) 250
 FILTER 1 1 3 3 4 1 0 1 1 0
 RF POWER LEVEL
 SAMPLE:
 SOLVENT: CDCl₃

OPERATOR:
 DATE:
 60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

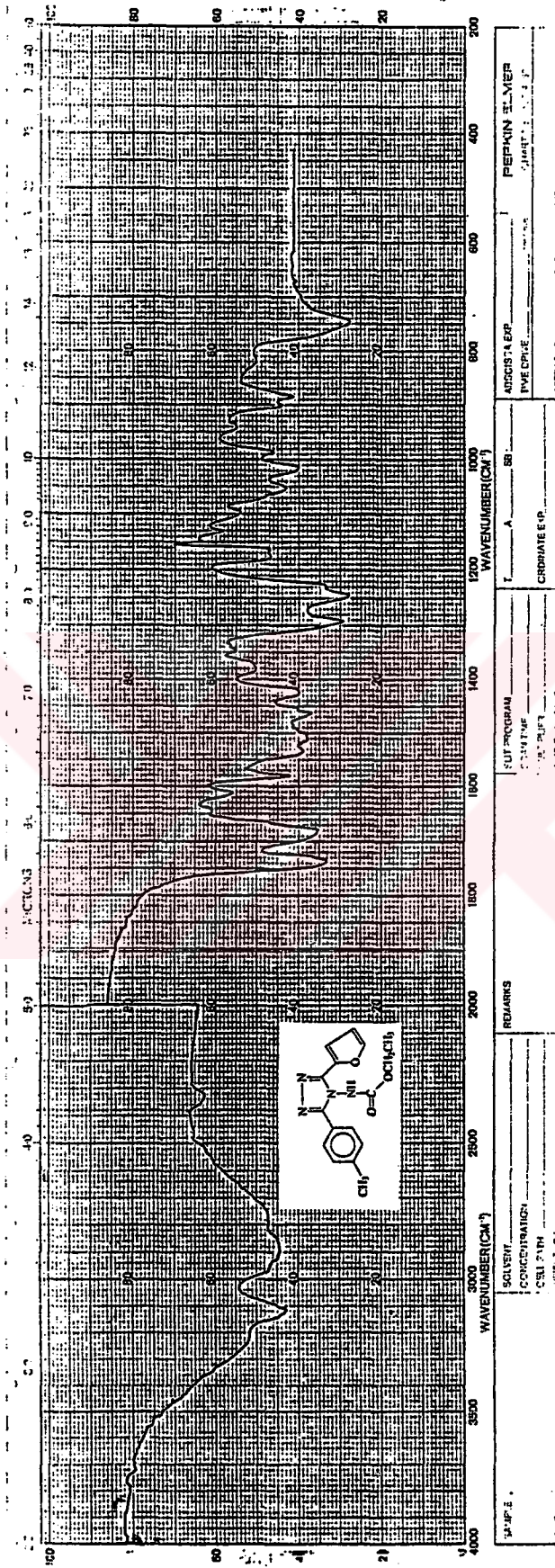
Ek Şekil 26. 54 Bileşiminin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



Ek Şekil 27. 55 Bileşiminin IR Spektrumu

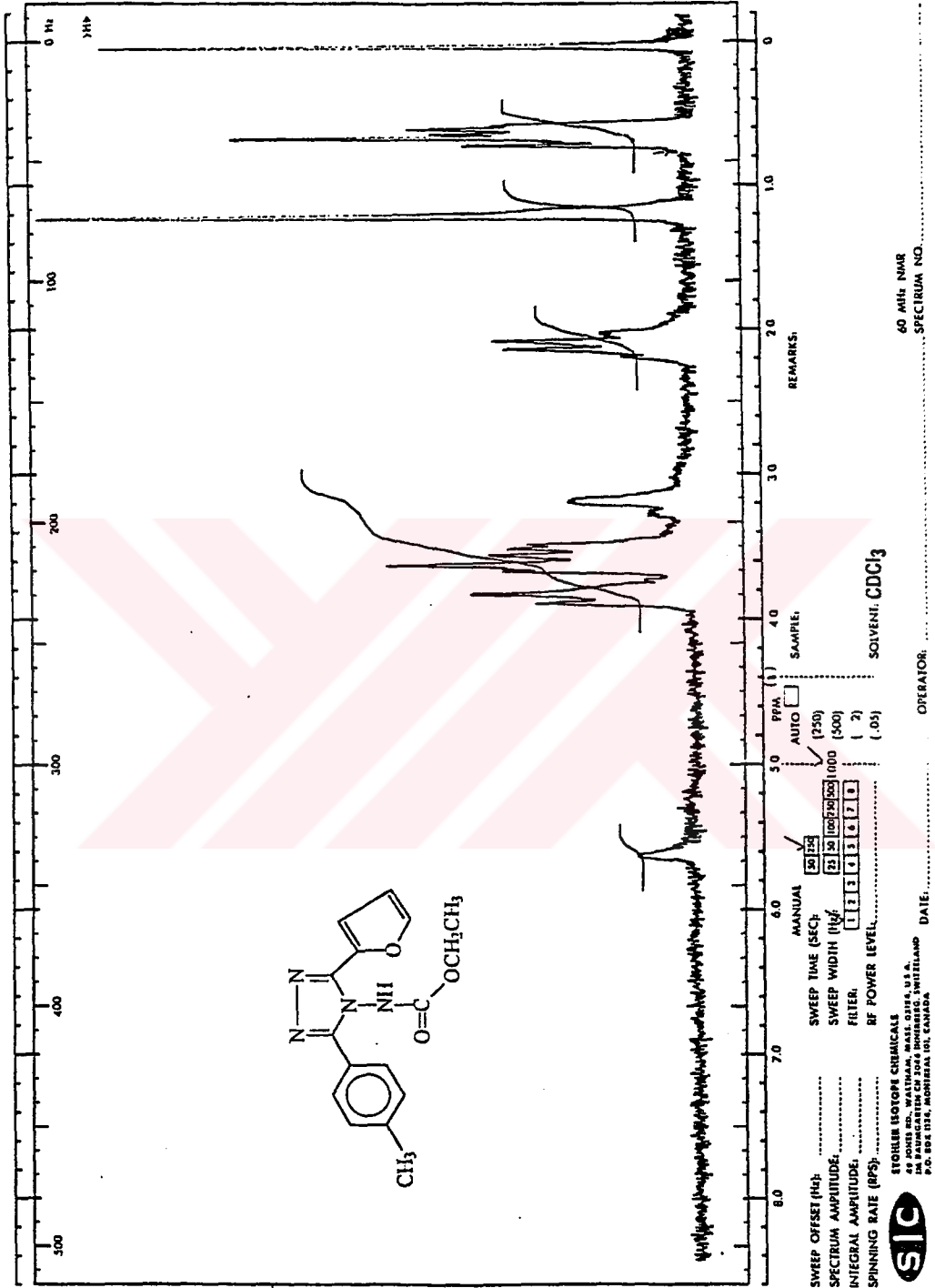


Ek Şekil 28. 55 Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 29. 56 Bileşinin IR Spektrumu

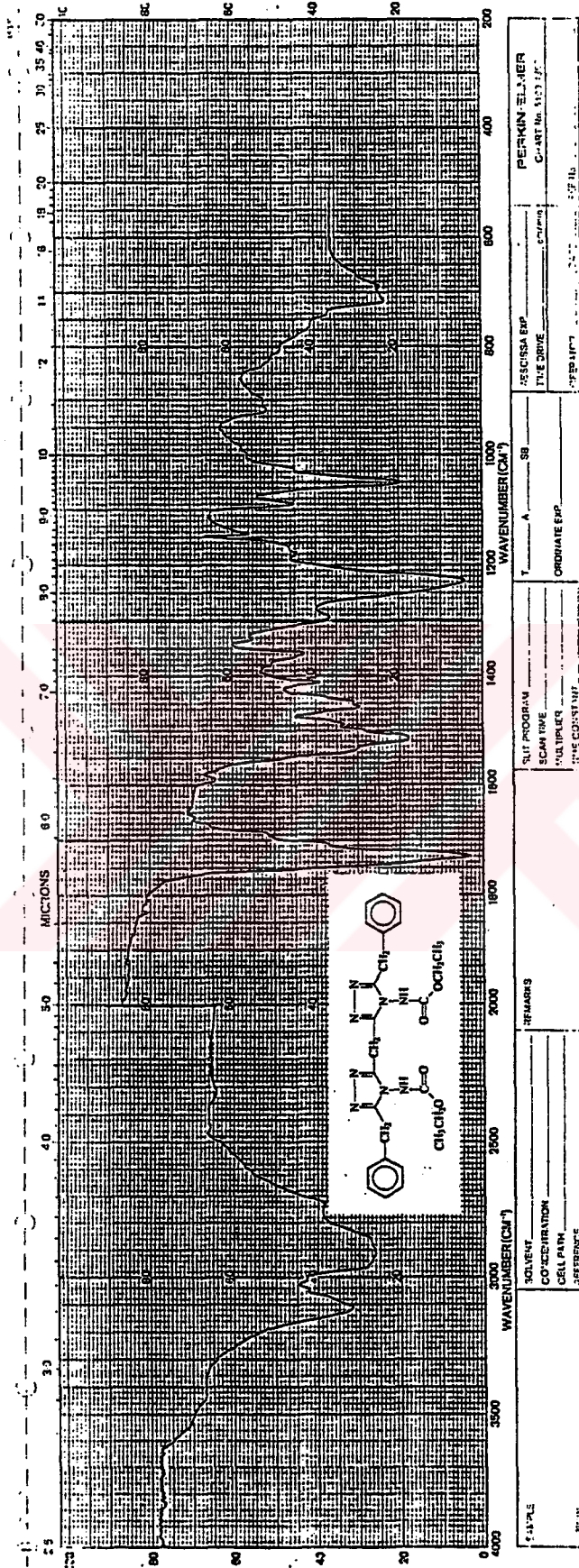
DOCUMENTATION CENTER



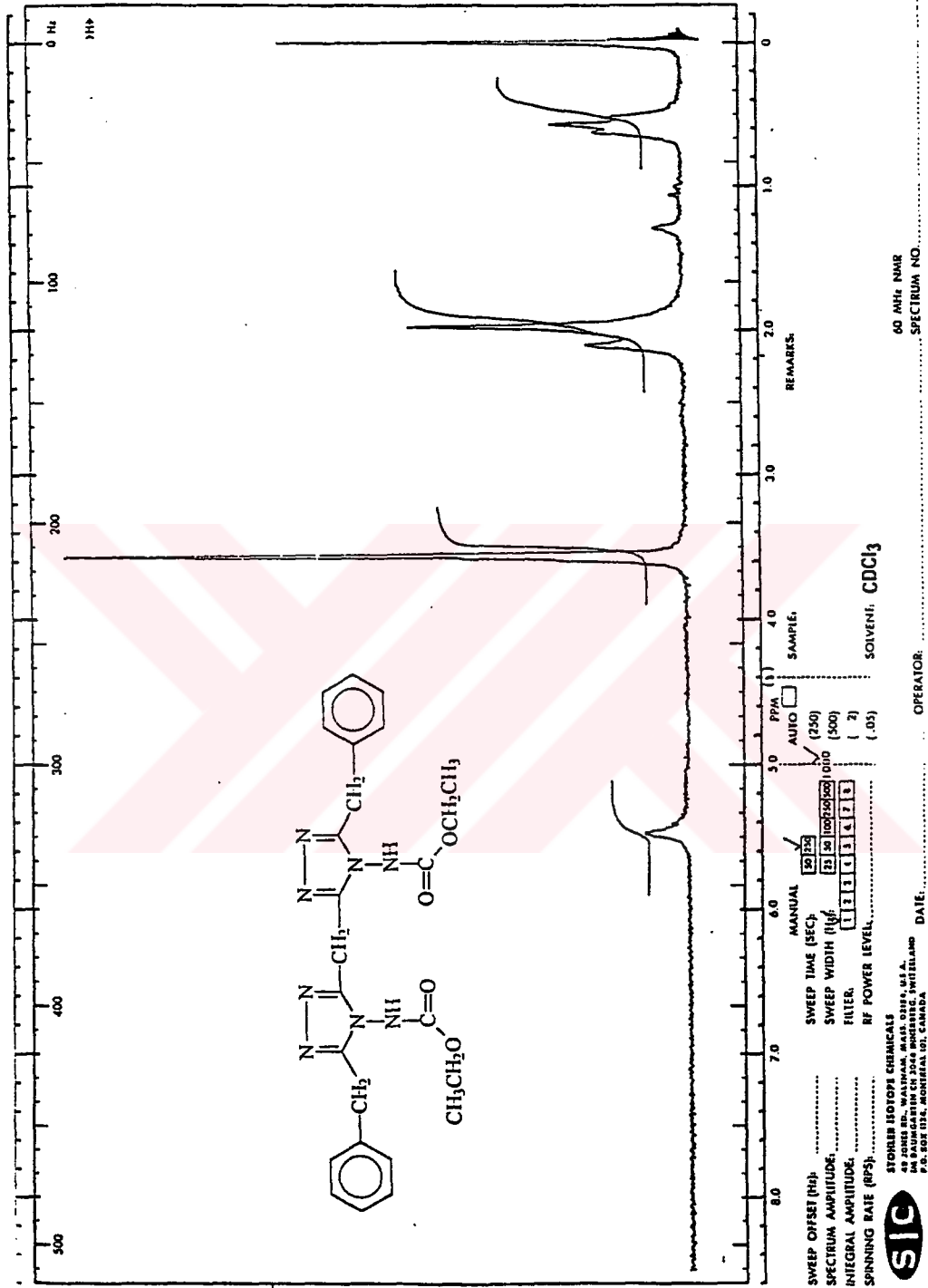
Ek Şekil 30. 56 Bileşiminin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



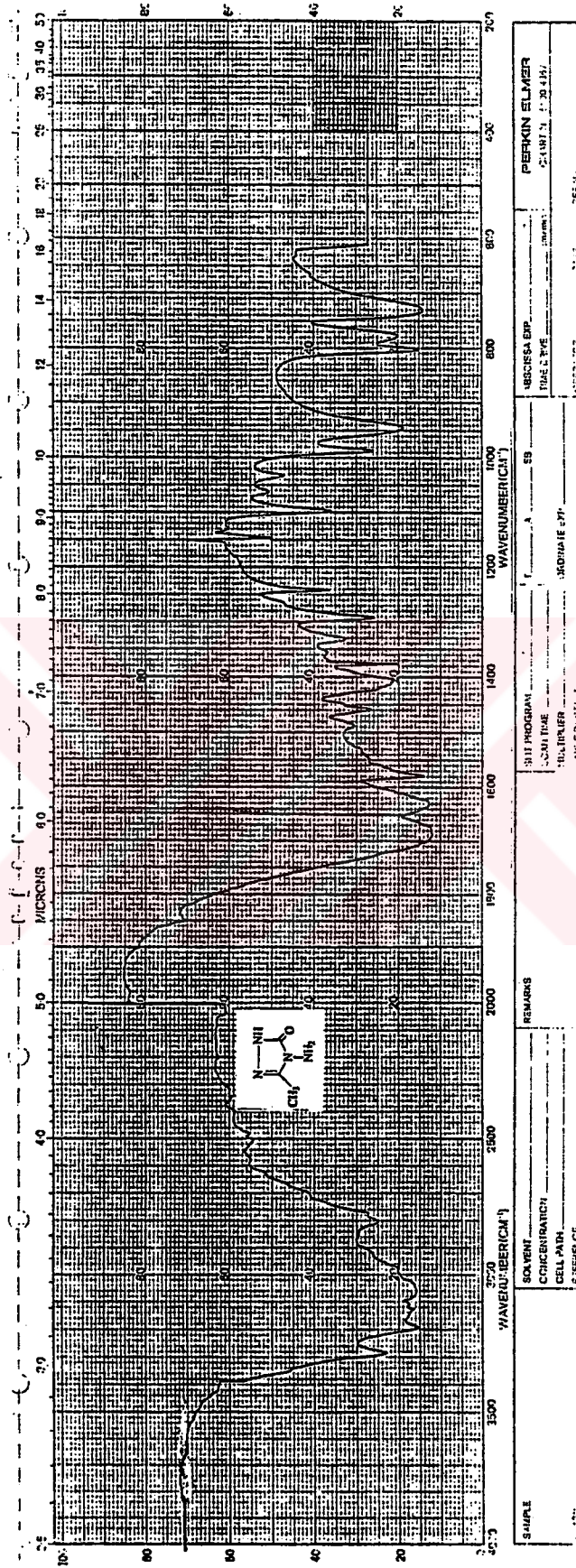
STOKHOLM ISOTOPE CHEMICALS
 44 JONAS ROJ. WÄLTMAN, WÄSKÖ, S-131 23, U.S.A.
 14 FAUBOURG SAINT DENIS, 93008 BOULEVARD, FRANCE
 P.O. BOX 1124, MONTREAL, QUEBEC, CANADA



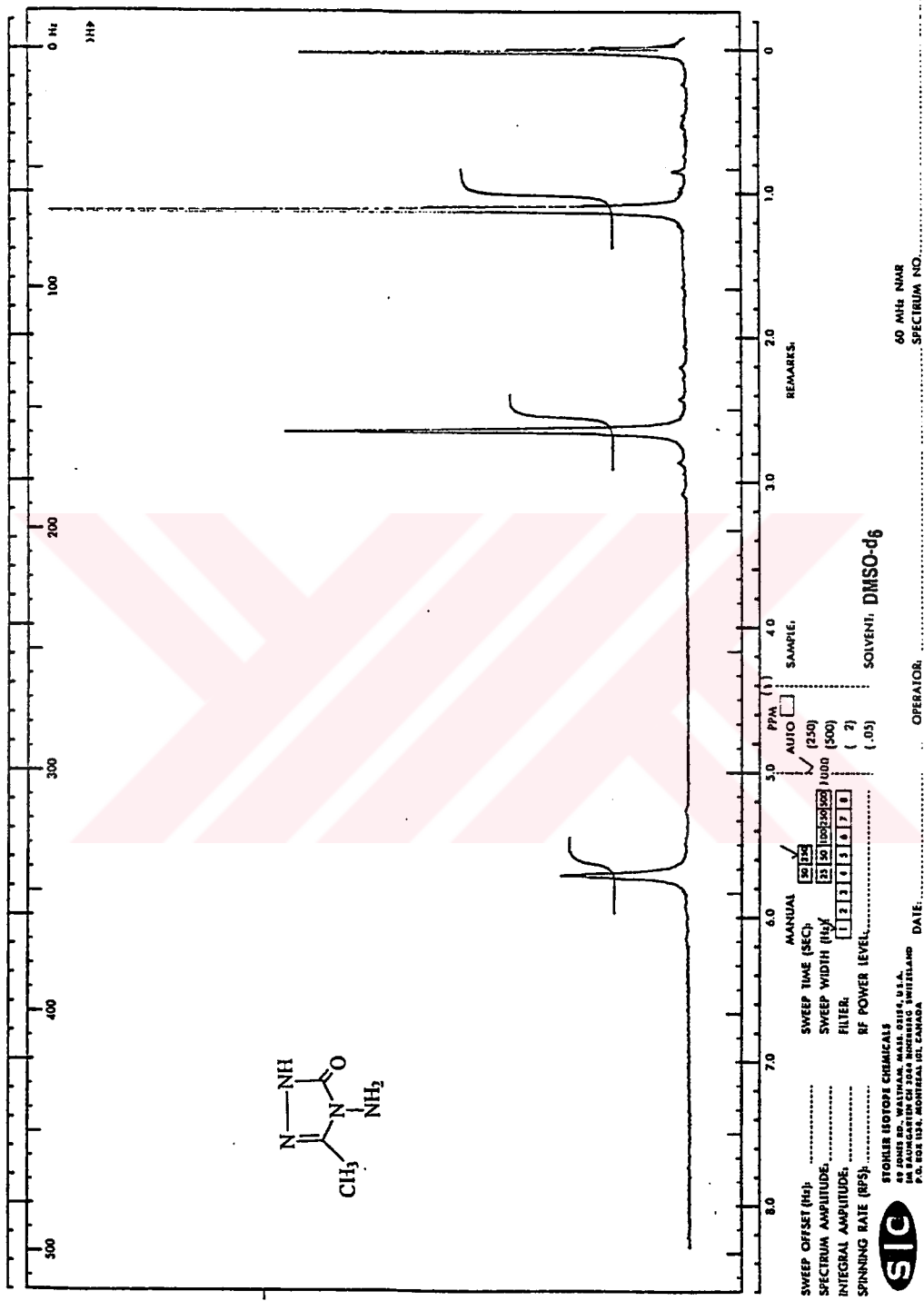
Ek Şekil 31. 58 Bileşiminin IR Spektrumu



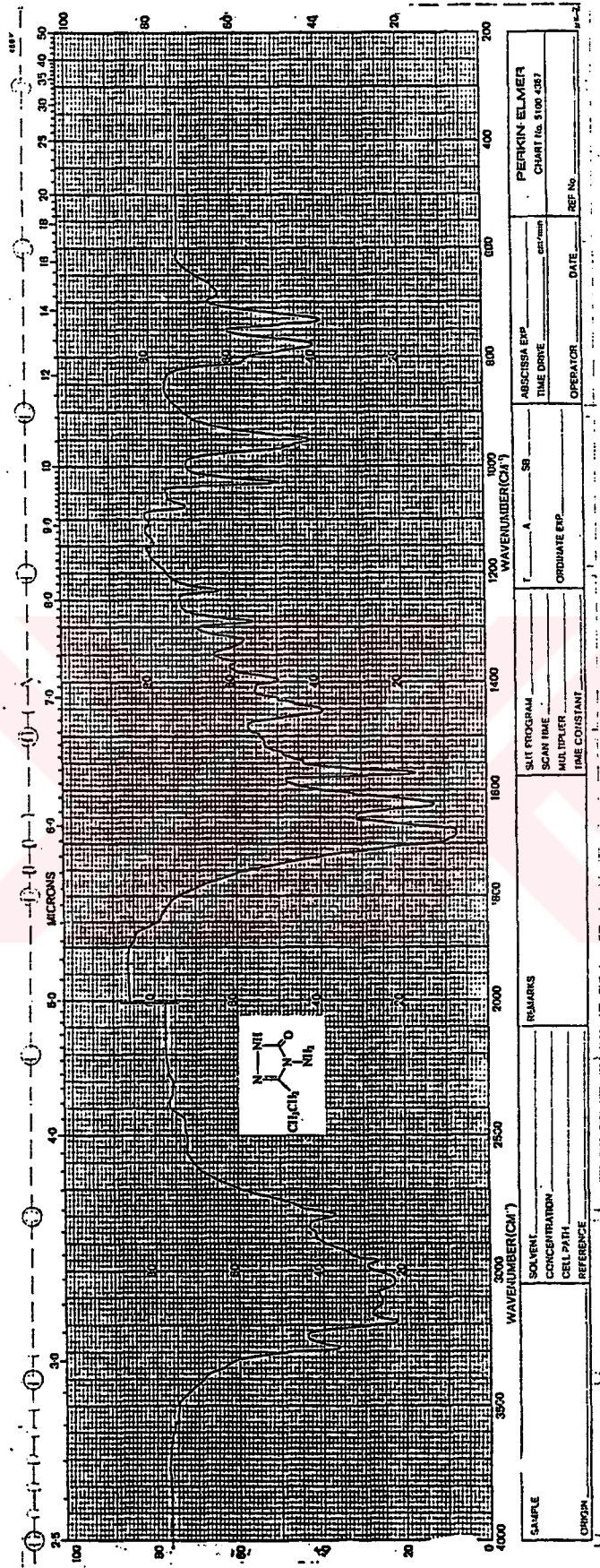
Ek Şekil 32. 58 Bileşiğinin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



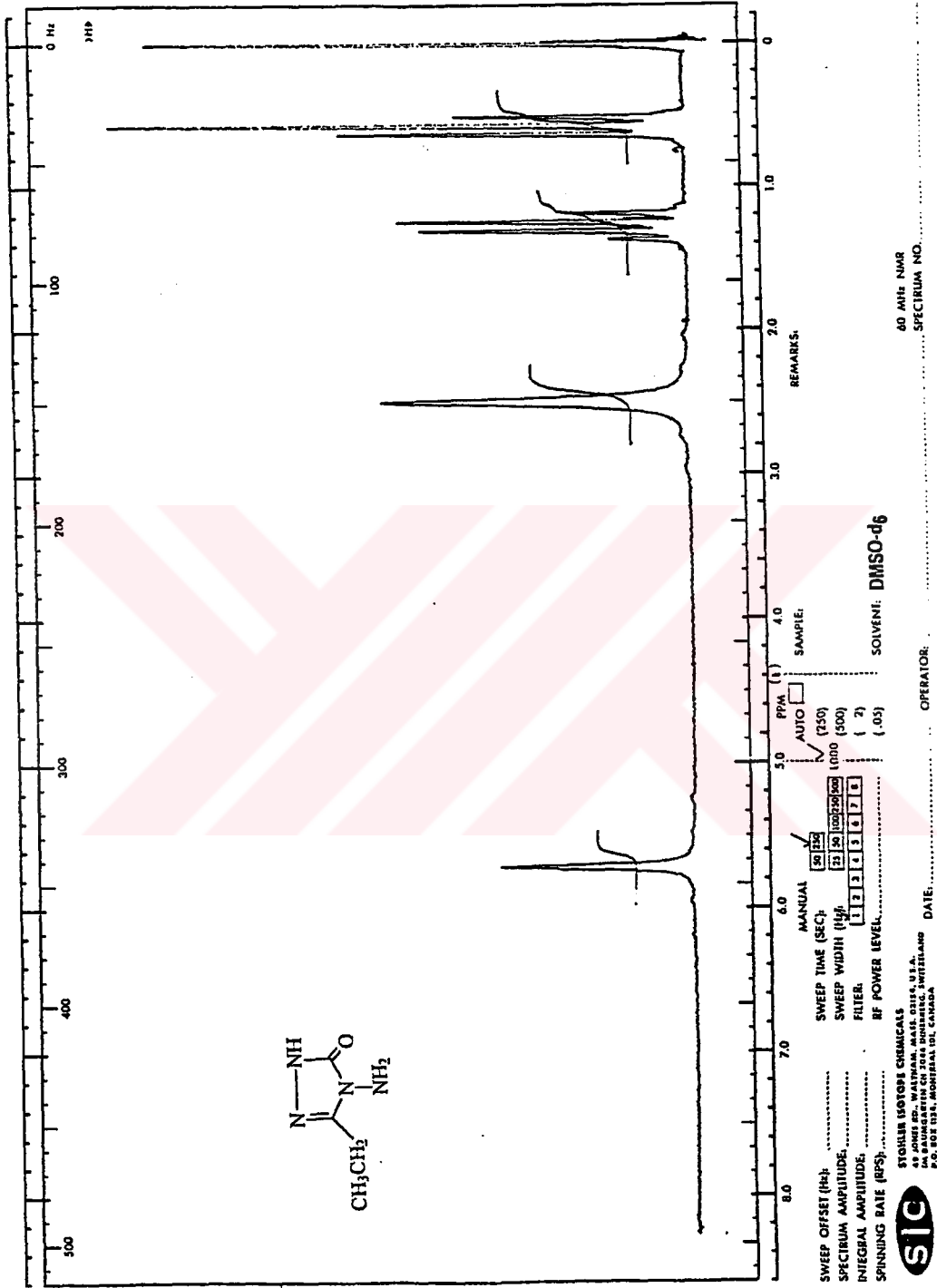
Ek Şekil 33. 33a Bileşiğinin IR Spektrumu



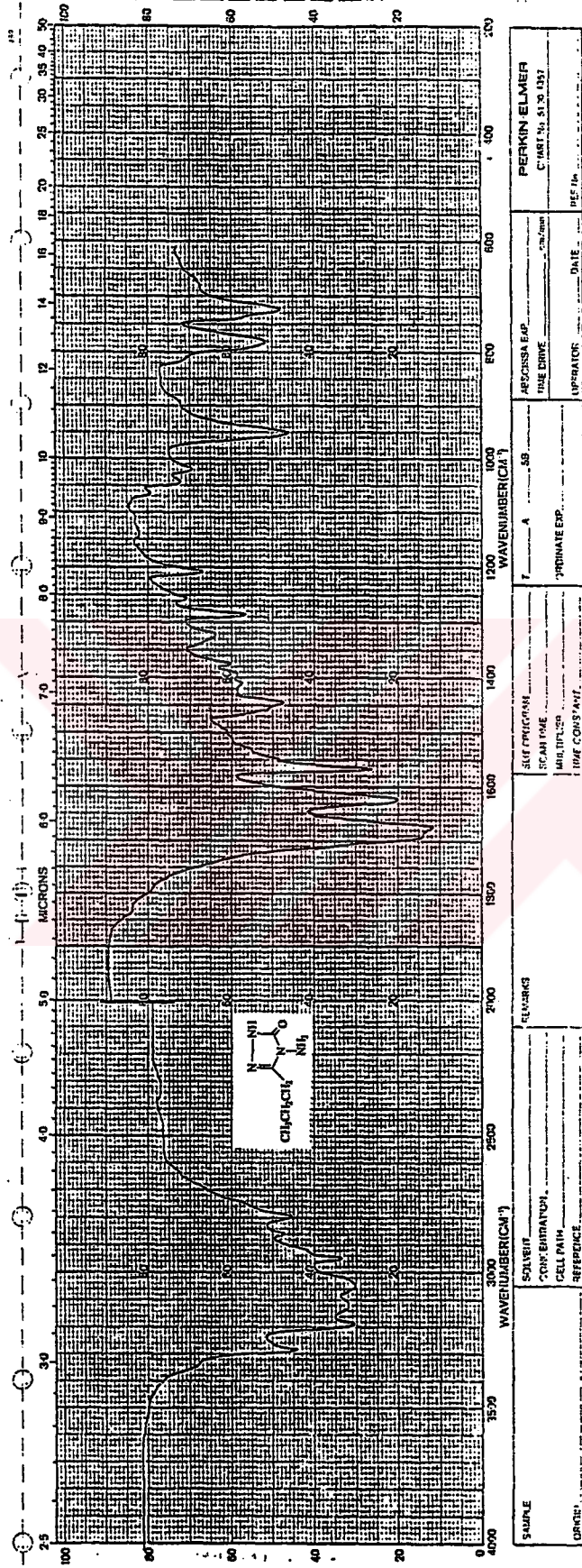
Ek Şekil 34. 33a Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 35. 33b Bileşiminin IR Spektrumu

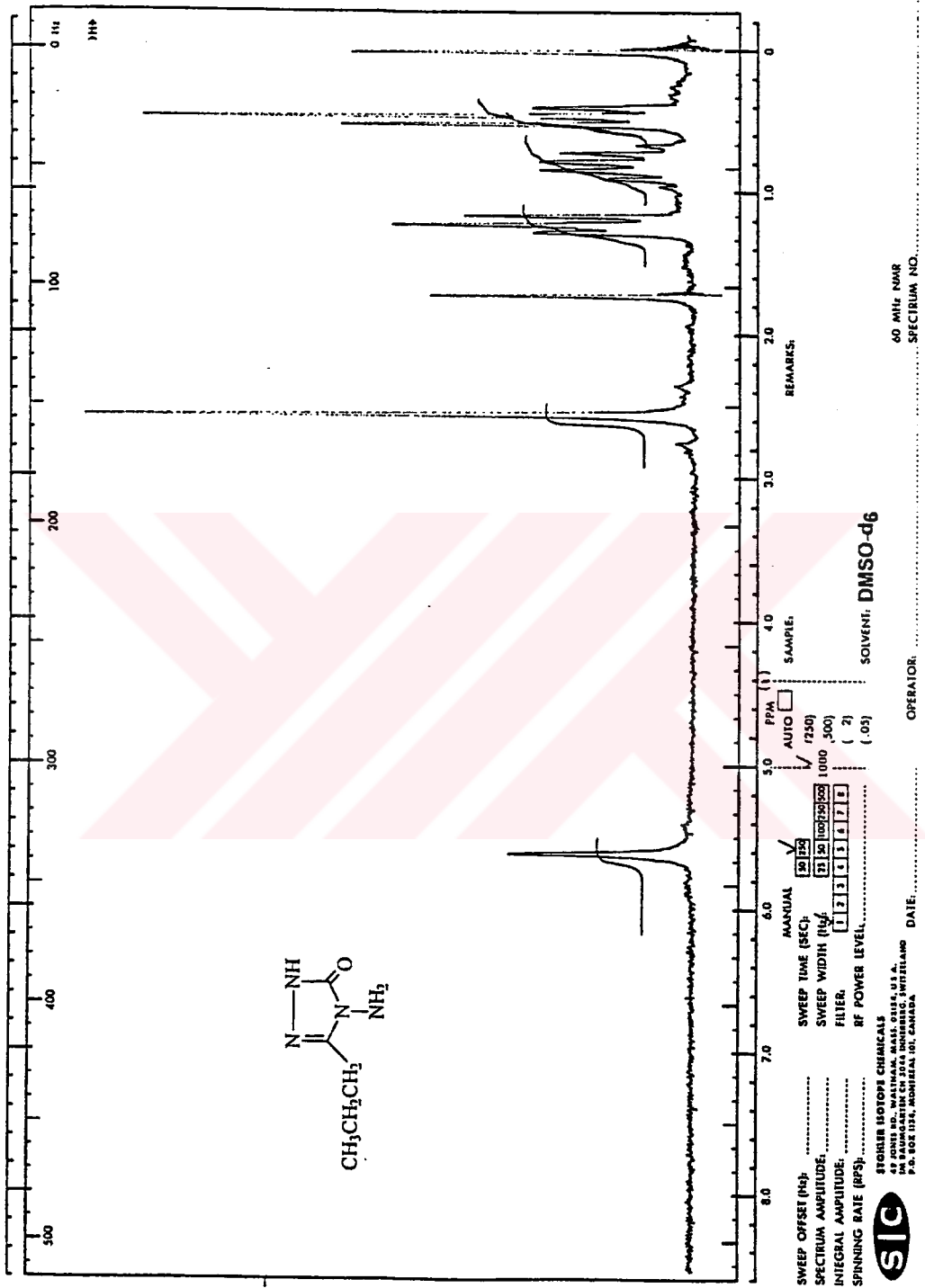


Ek Şekil 36. 33b Bileşğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 37. 33c Bileşiğinin IR Spektrumu

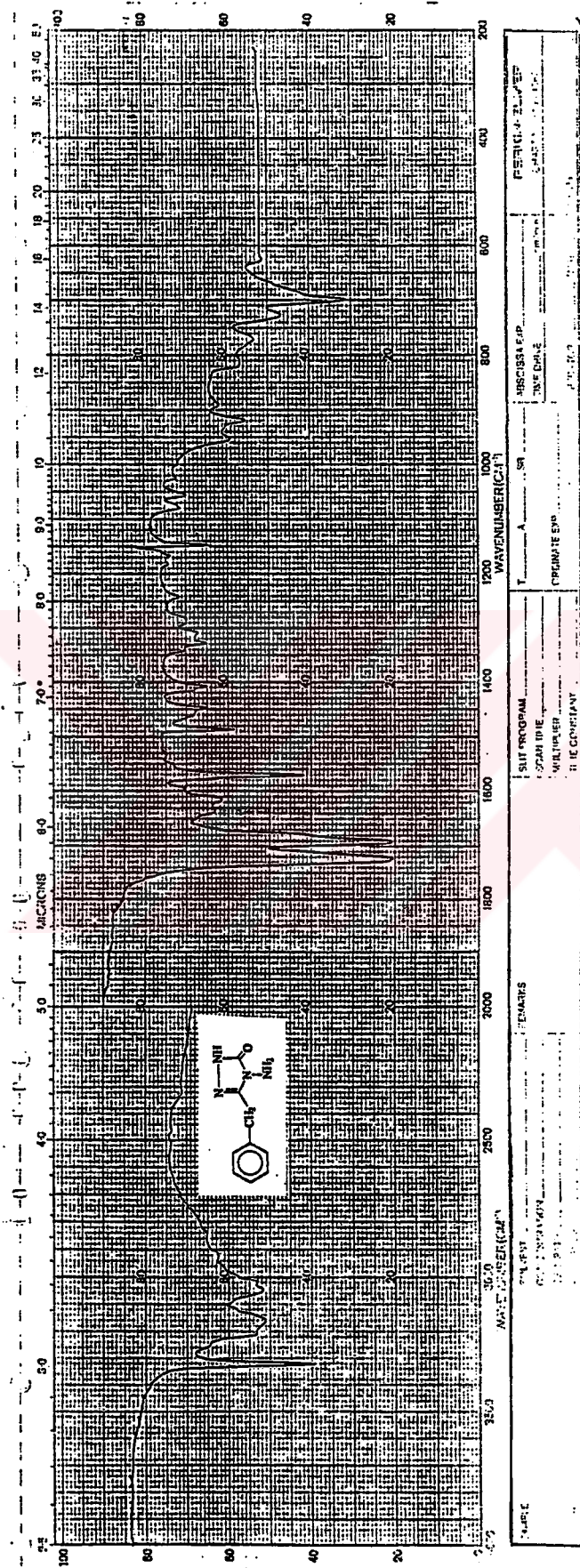
SAMPLE SOLVENT CONCENTRATION CELL PATH REFERENCE	WAVENUMBER (CM ⁻¹) 4000 3000 2500 2000 1800 1600 1400 1200 1000 800 600 400 200	WAVELENGTH (MICRONS) 2.5 3.0 4.0 5.0 6.0 7.0 8.0 9.0 10 12 14 16 18 20 25 30 35 40 50	PERKIN-ELMER CHART No. 5130 1357 OPERATOR DATE REF. No.
SLIT FUNCTION SCAN RATE MIN. THICK. TIME CONSTANT	WAVENUMBER (CM ⁻¹) 1700 1600 1500 1400 1300 1200 1100 1000 900 800 700 600 500 400 300 200	WAVELENGTH (MICRONS) 1.8 2.0 2.2 2.5 3.0 3.5 4.0 4.5 5.0 6.0 7.0 8.0 9.0 10 12 14 16 18 20 25 30 35 40 50	PERKIN-ELMER CHART No. 5130 1357 OPERATOR DATE REF. No.



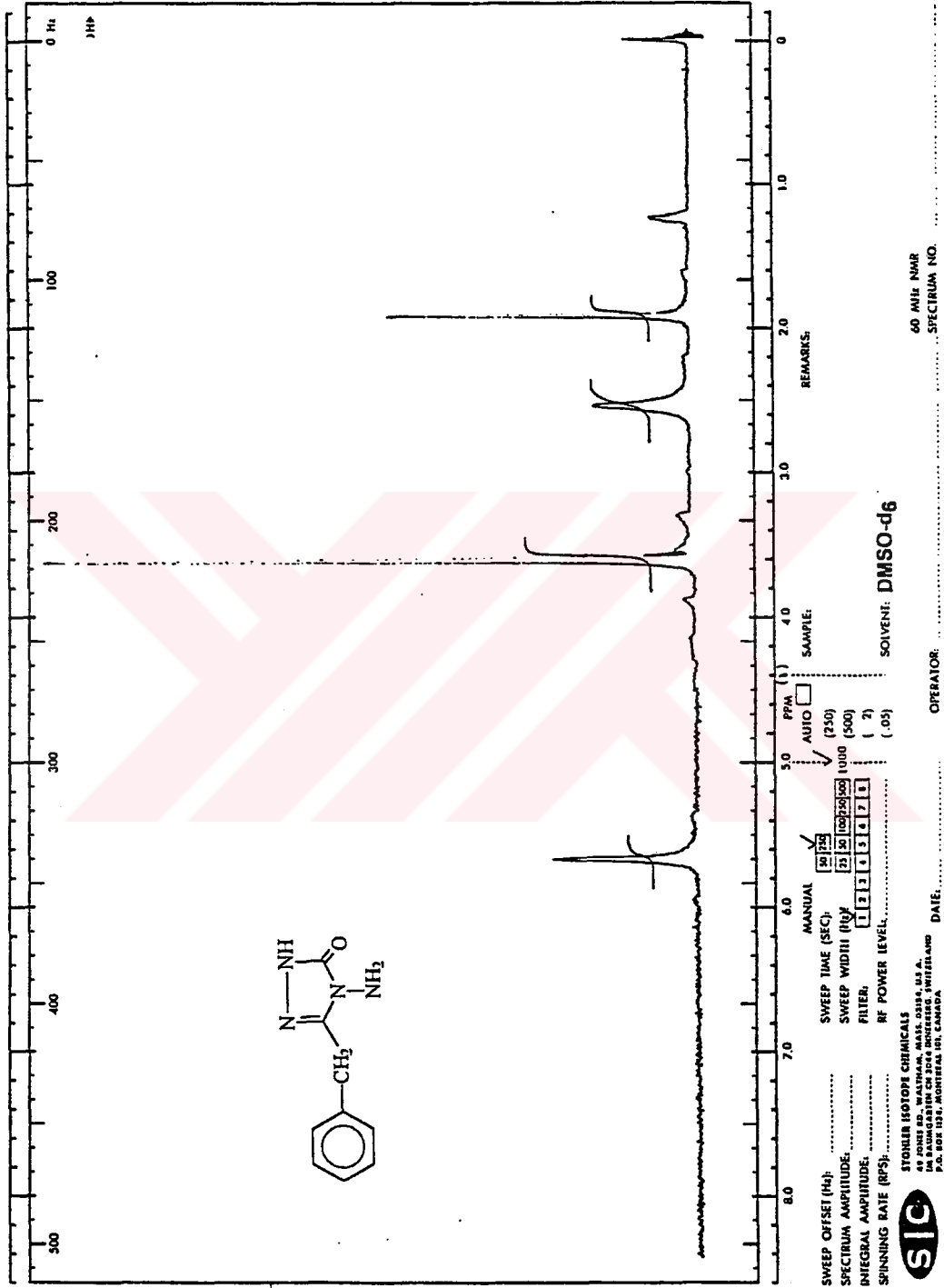
Ek Şekil 38. 33c Bileşiğinin 1H NMR (DMSO-d6) Spektrumu



STORIER ISOTOPE CHEMICALS
 42 JONES RD., WATKINS, MASS. 01879, U.S.A.
 P.O. BOX 1284, MONTREAL 101, CANADA
 PRINTED IN U.S.A.



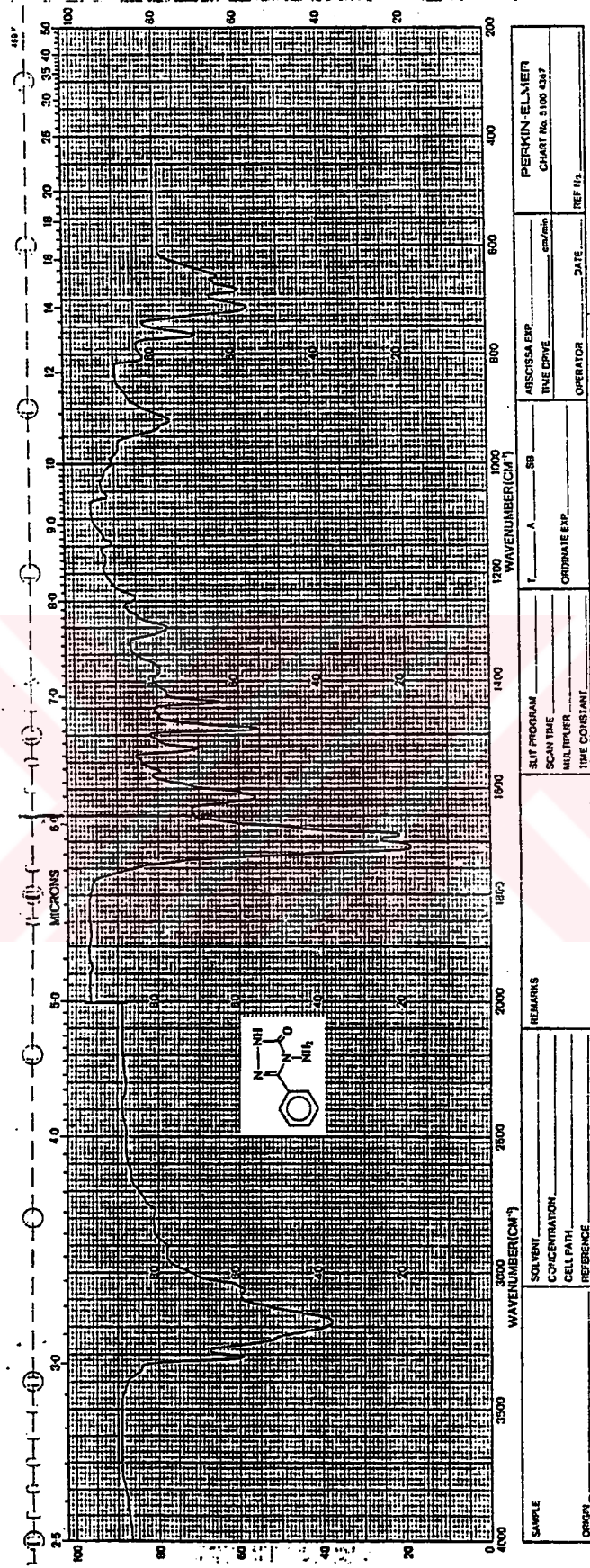
Ek Şekil 39. 33d Bileşiğinin IR Spektrumu



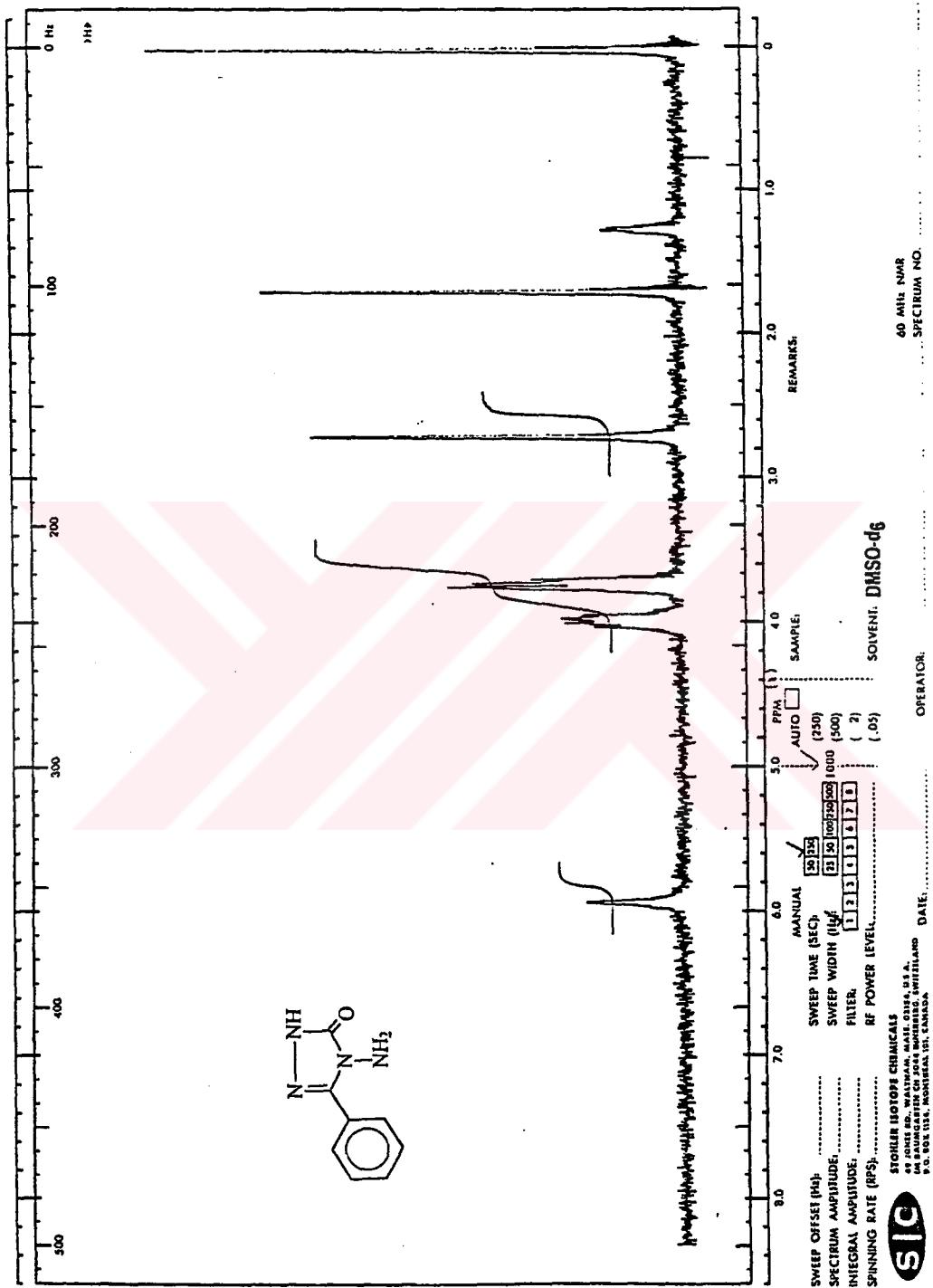
Ek Şekil 40. 33d Bileşiğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 48 JONES RD., WALTHAM, MASS. 02154, U.S.A.
 TEL. (617) 552-1100
 P.O. BOX 1236, MONTREAL 91, CANADA

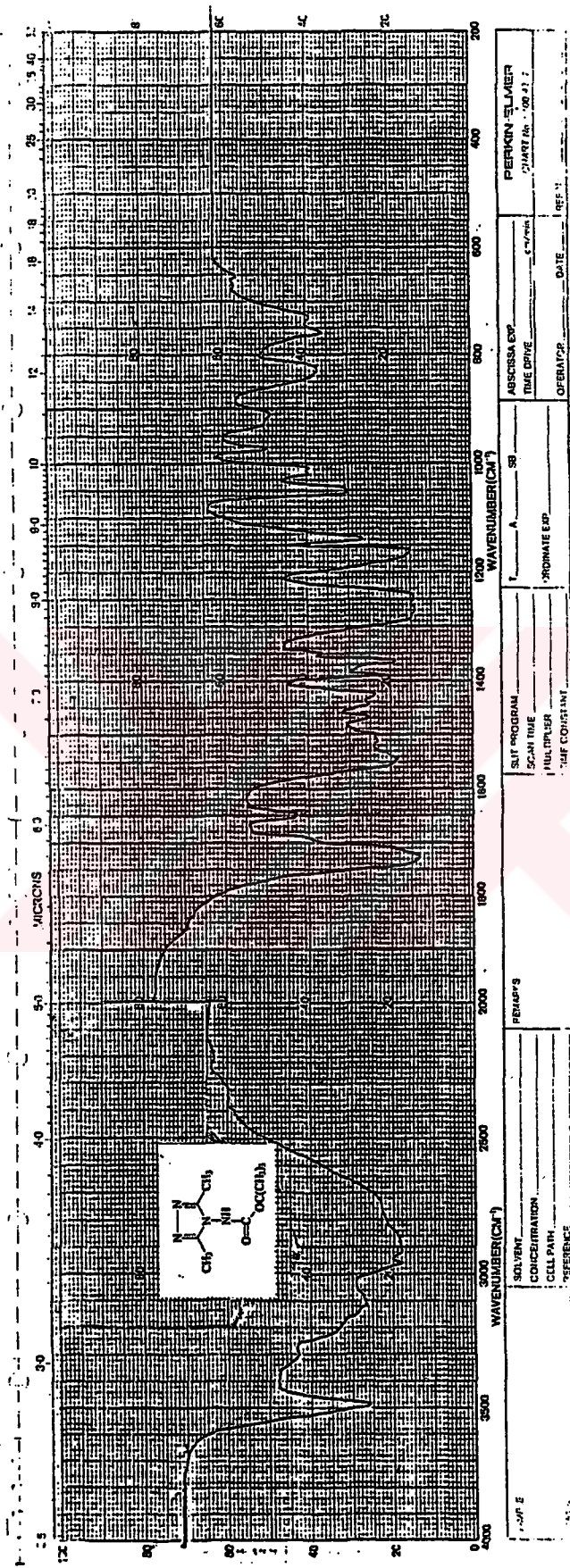


Ek Şekil 41. 33e Bileşiminin IR Spektrumu

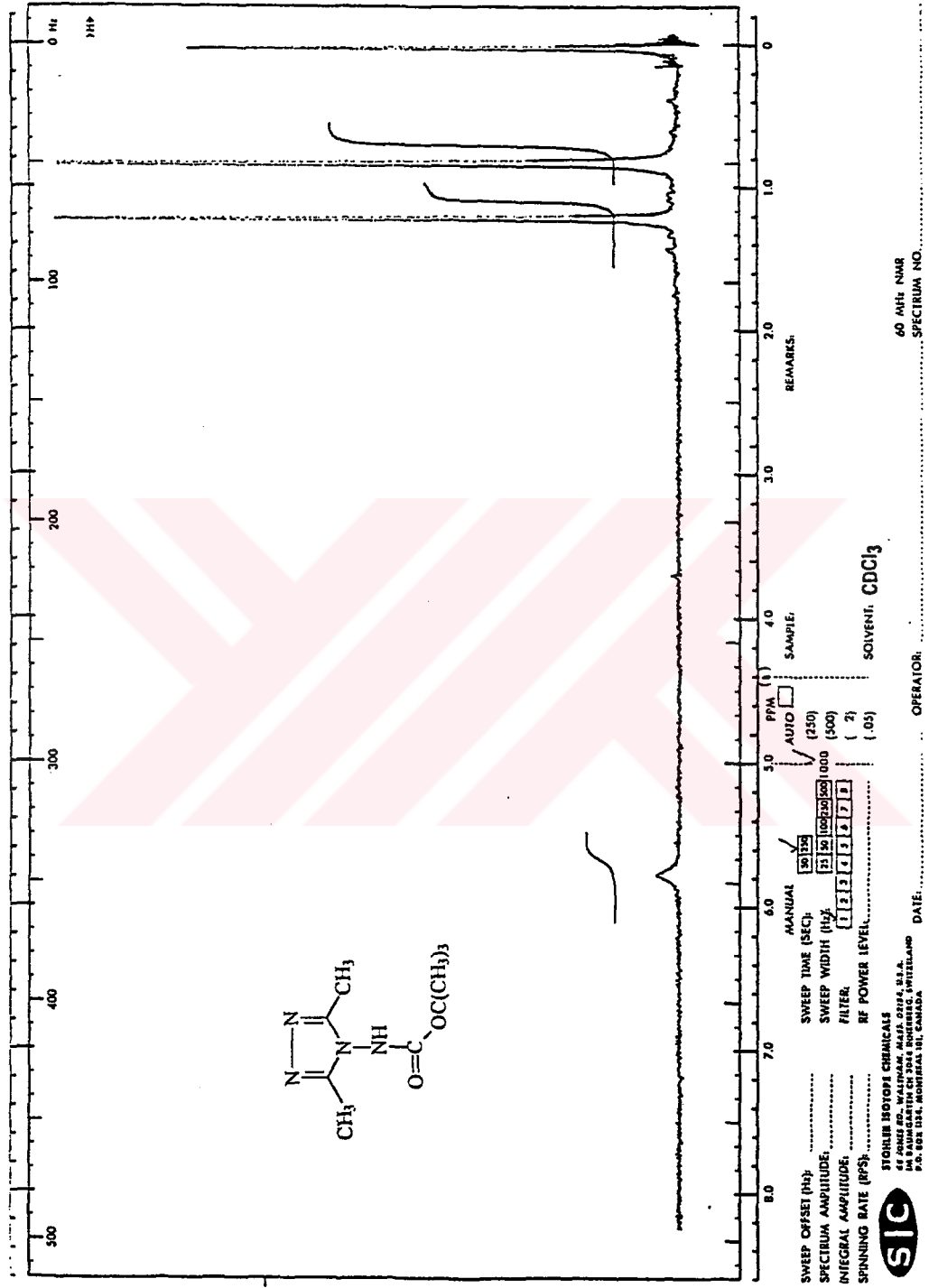


Ek Şekil 42. 33e Bileşiminin 1H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu

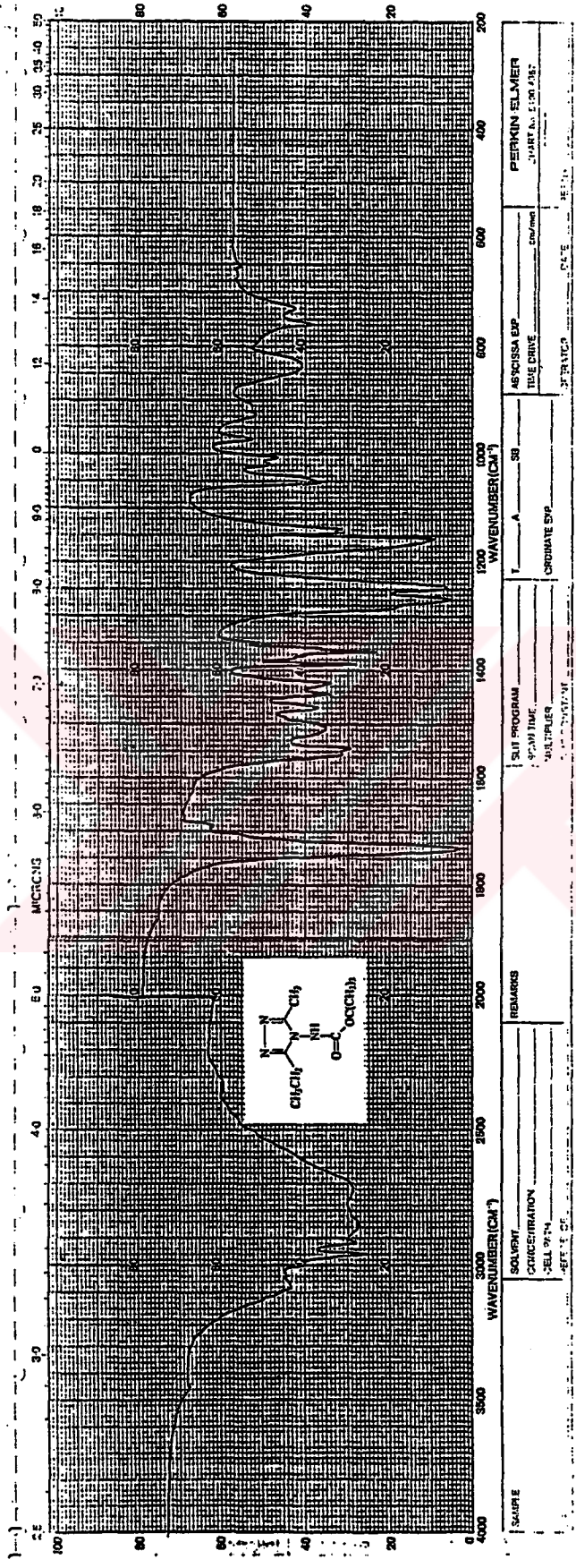




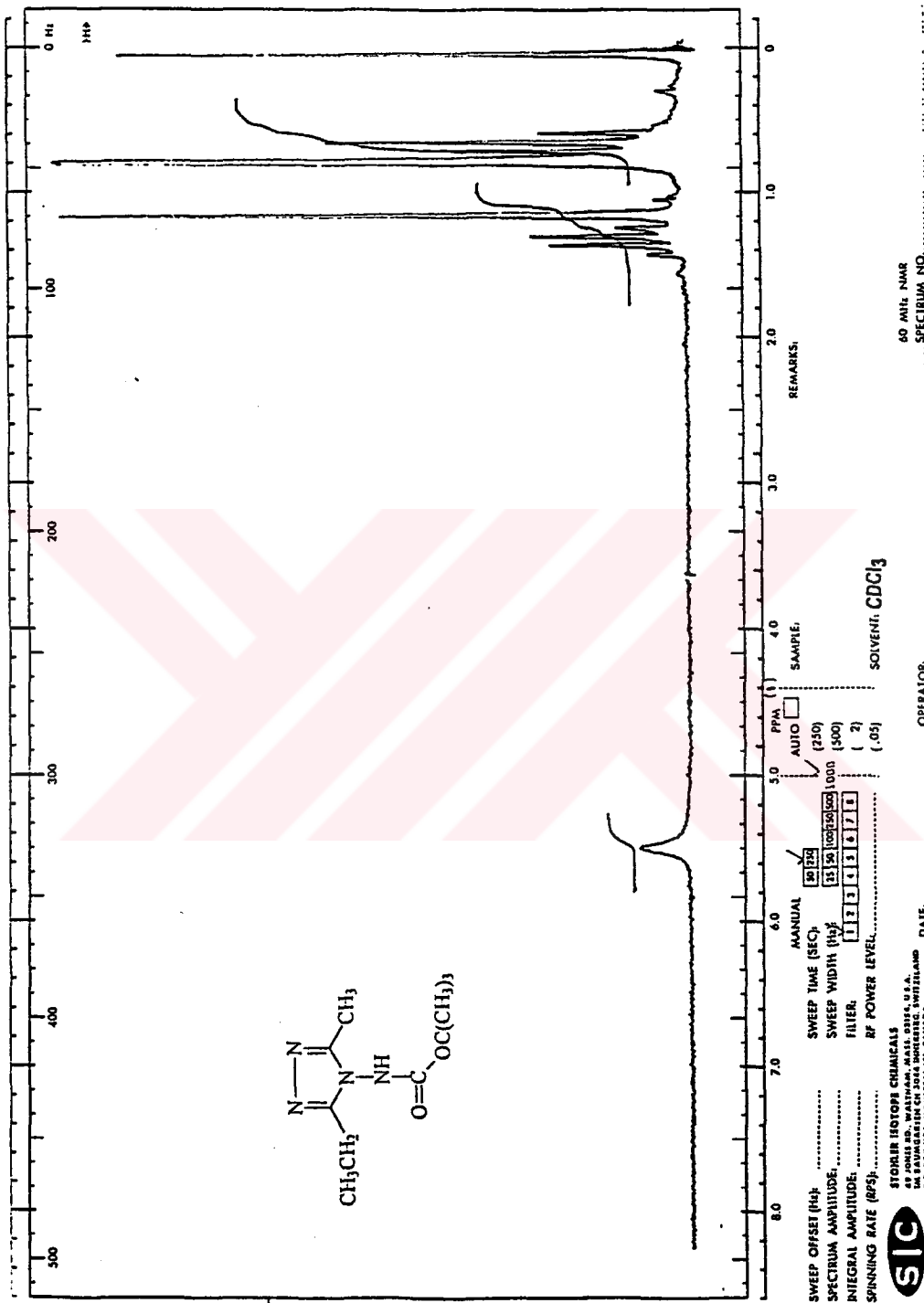
Ek Şekil 43. 61 Bileşiminin IR Spektrumu



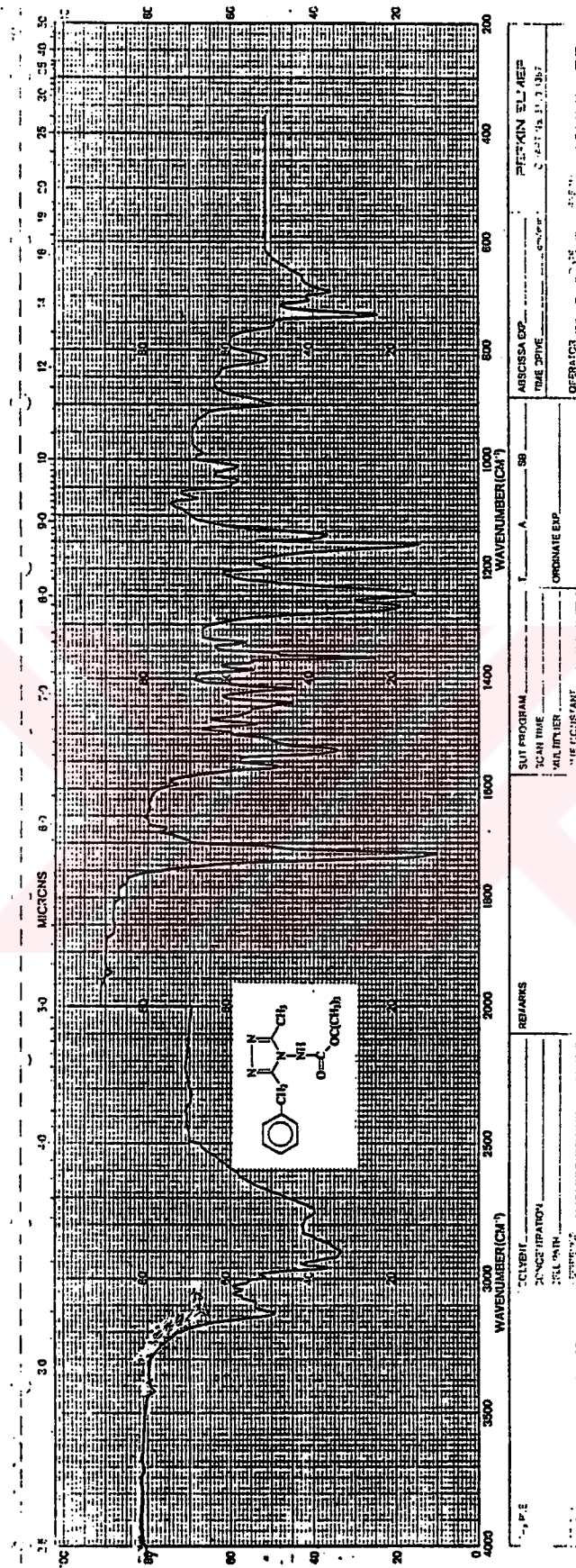
Ek Şekil 44. 61 Bileşinin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



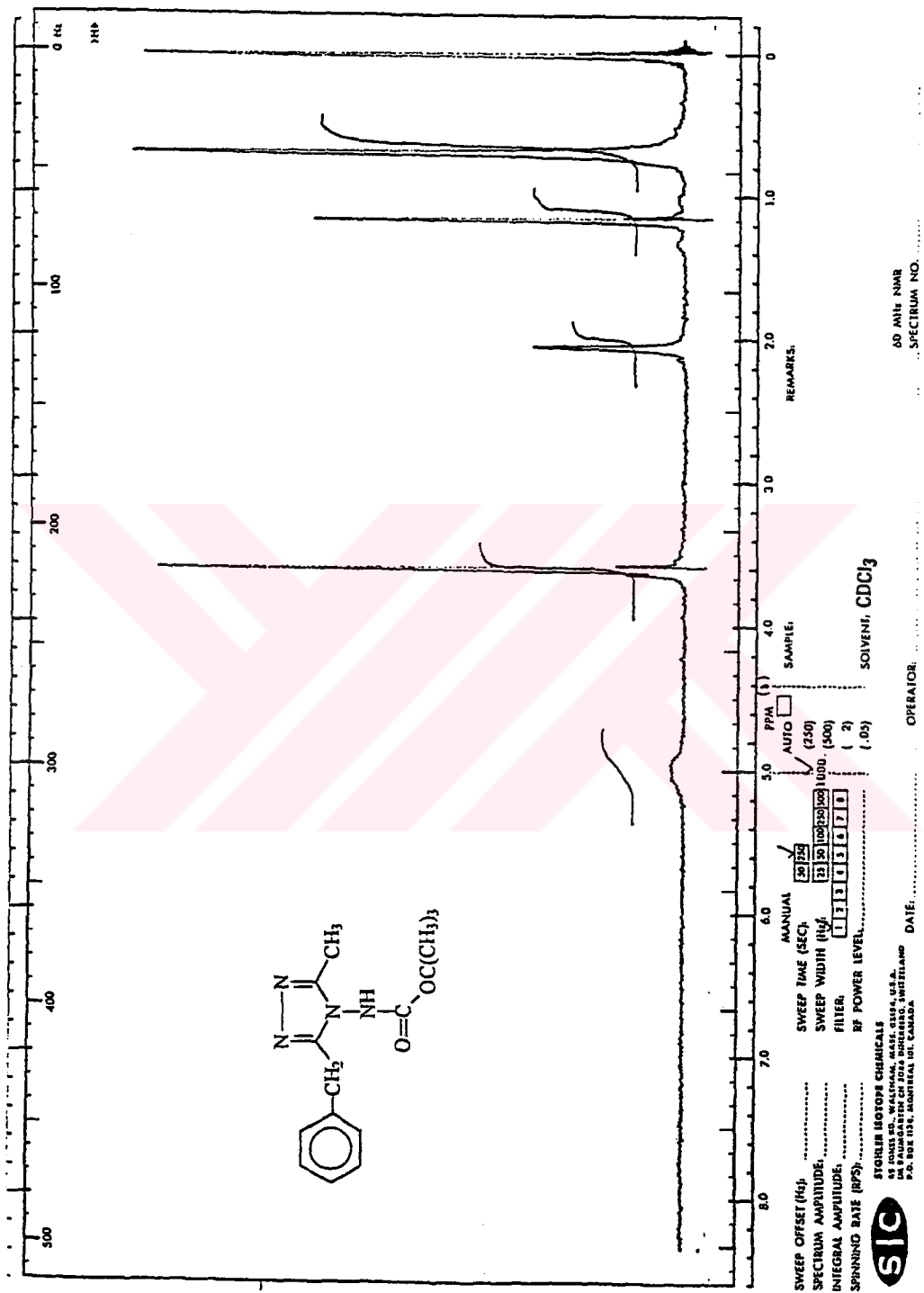
Ek Şekil 45. 62 Bileşinin IR Spektrumu



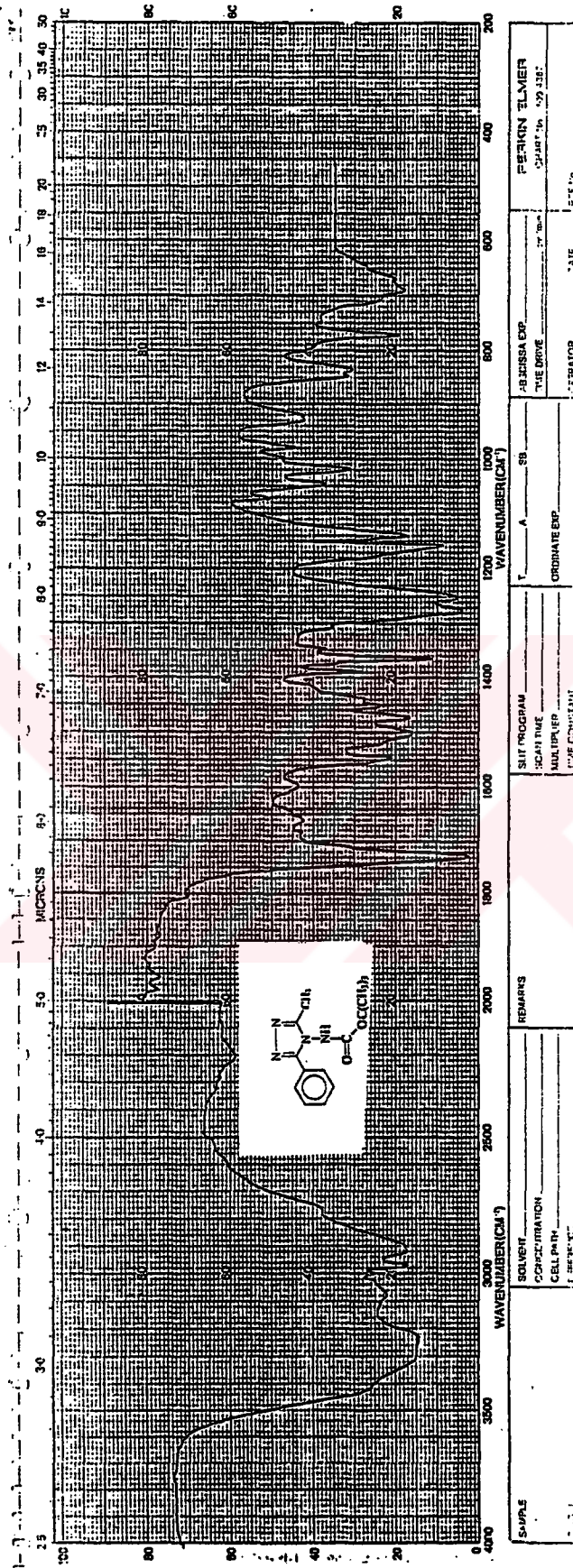
Ek Şekil 46. 62 Bileşiminin 1H NMR (CDCl₃) Spektrumu



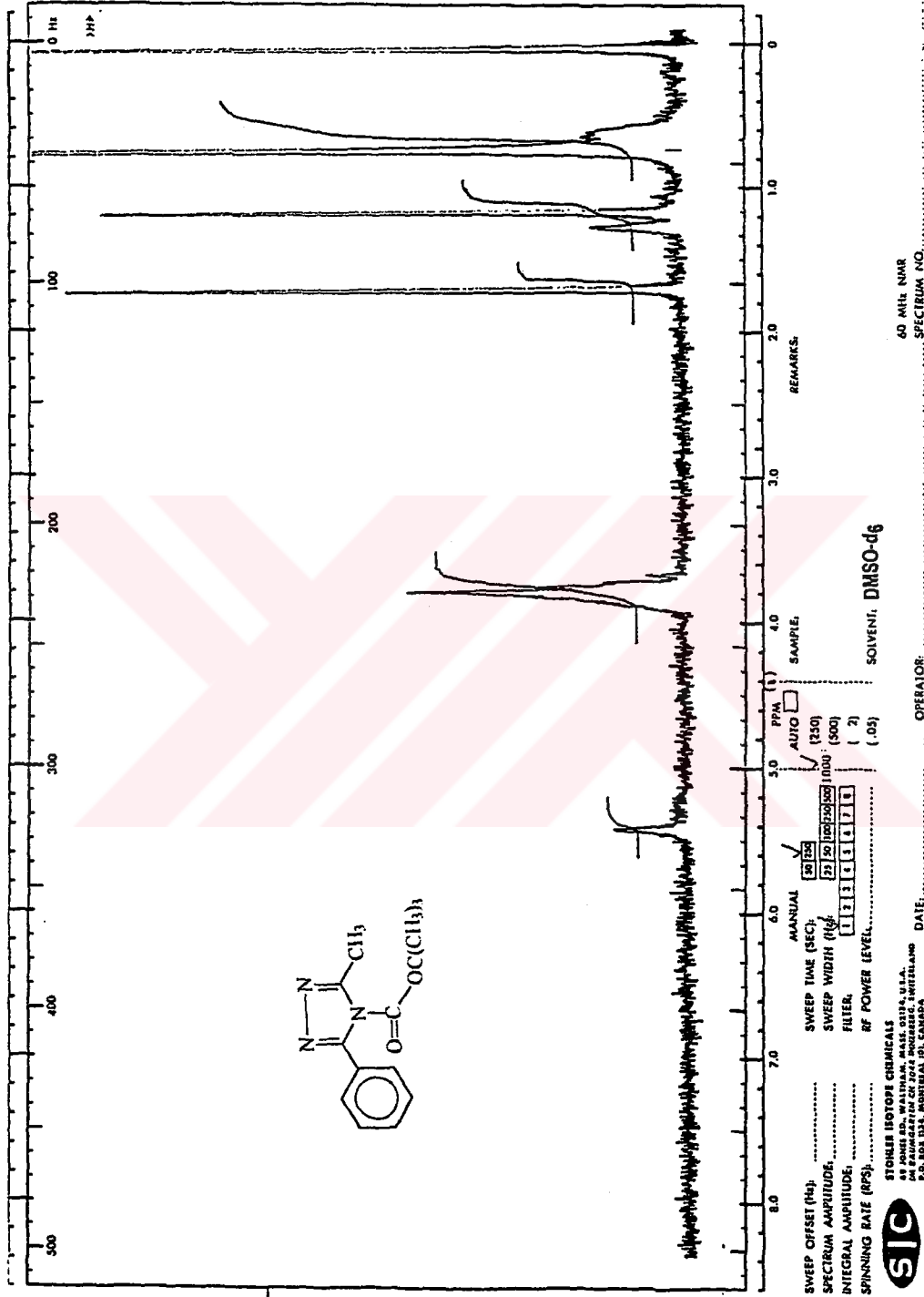
Ek Şekil 47. 63 Bileşiminin IR Spektrumu



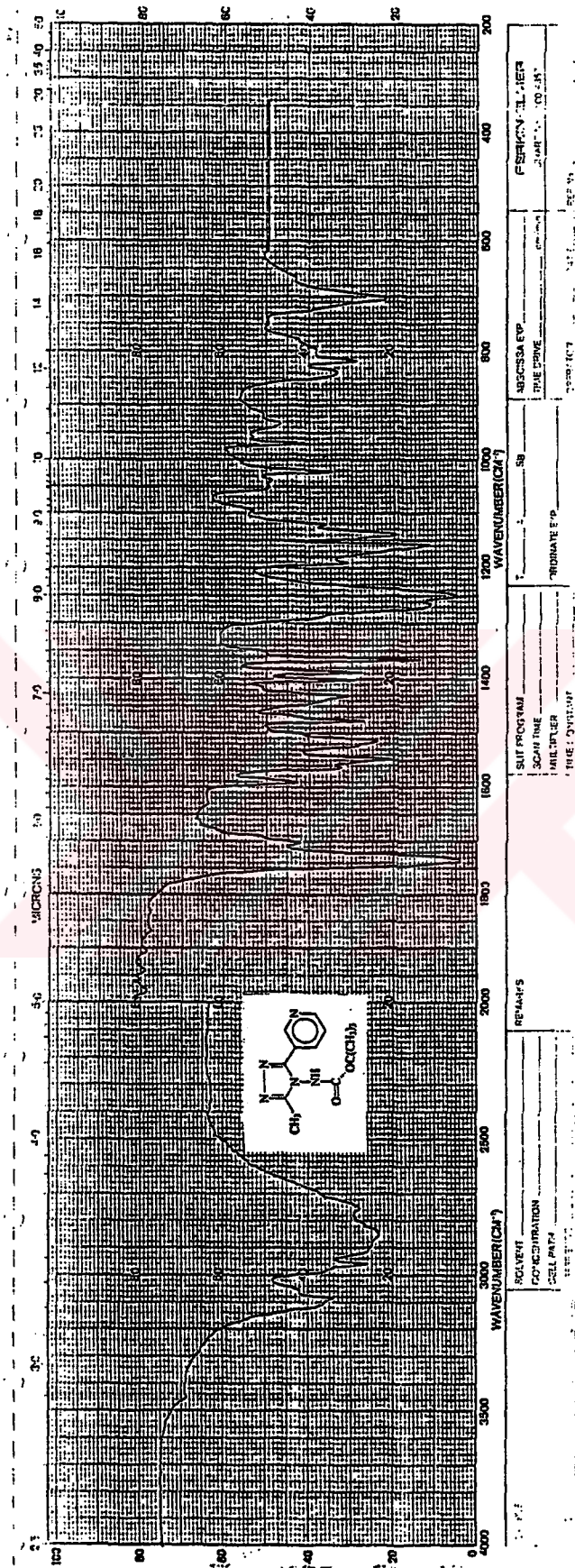
Ek Şekil 48. 63 Bileşinin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



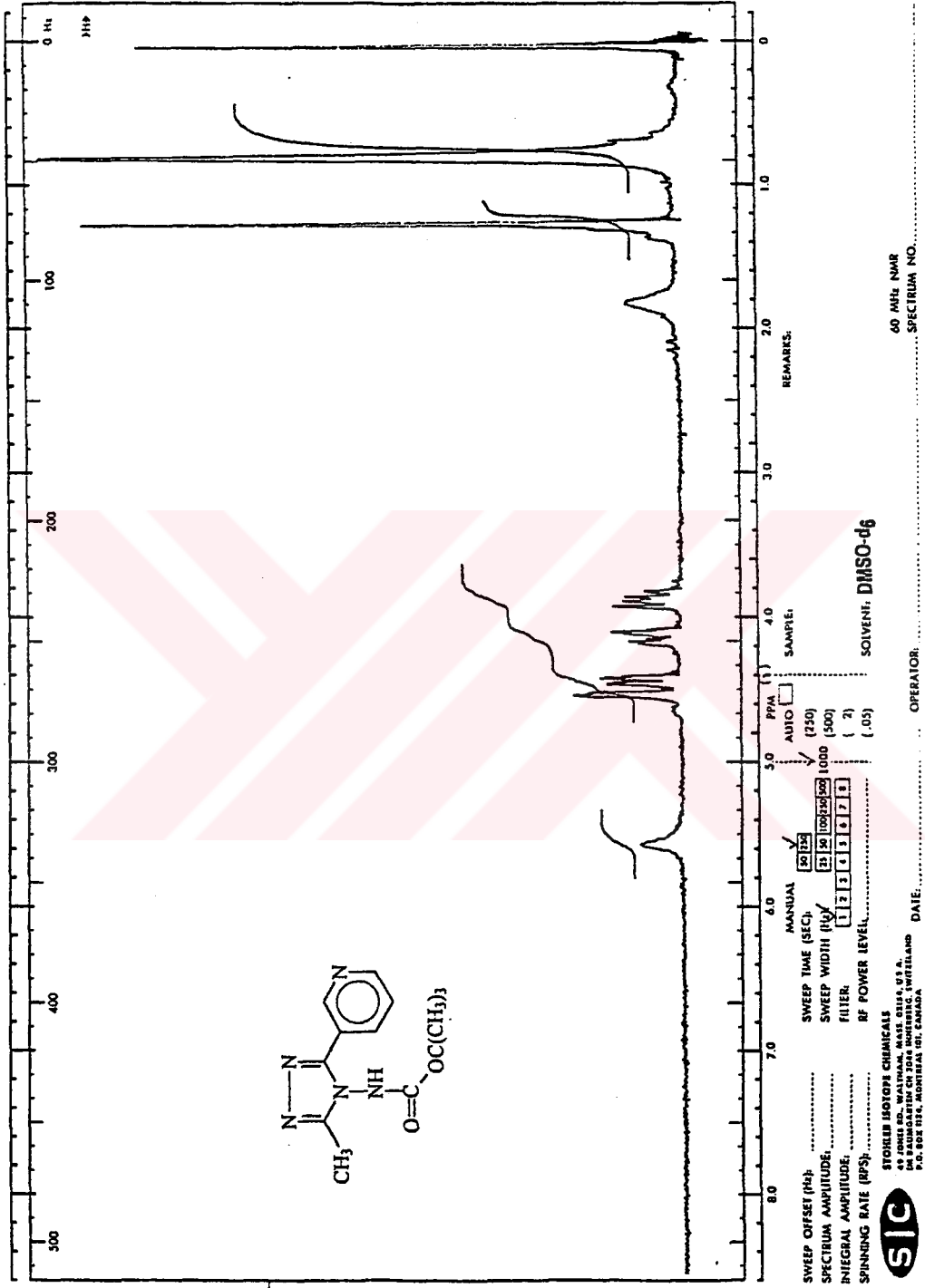
Ek Şekil 49. 64 Bileşiğinin IR Spektrumu



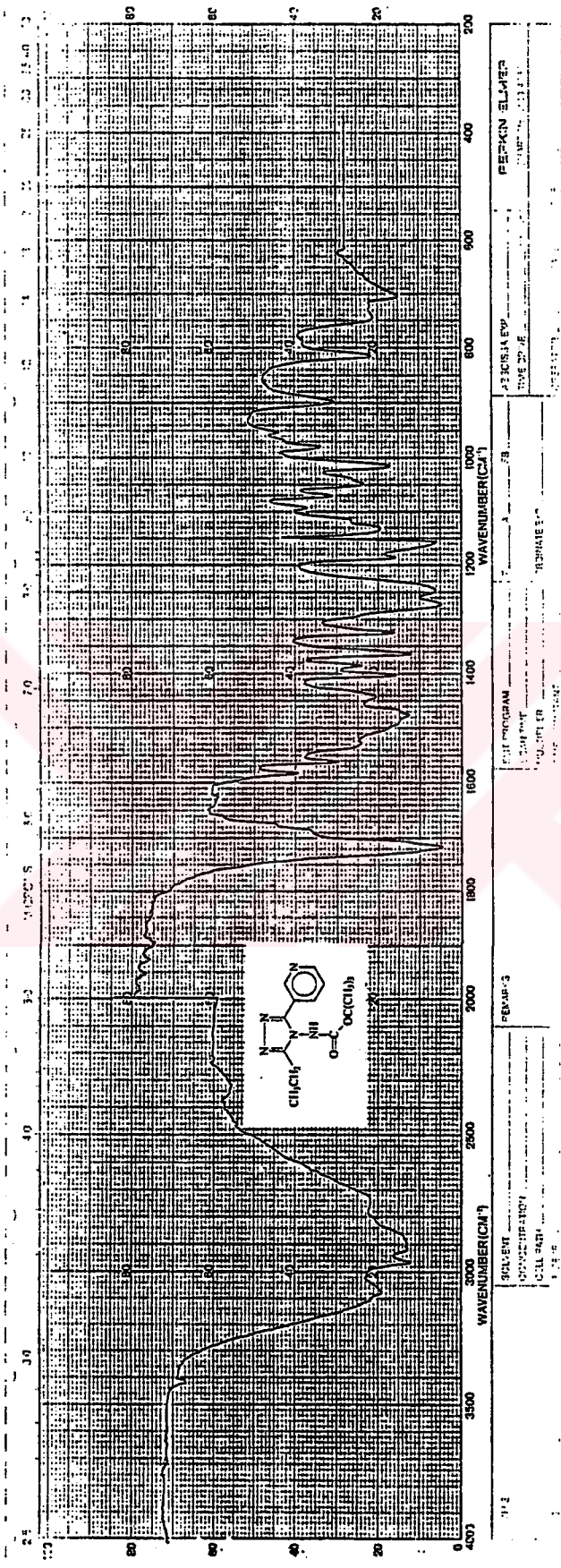
Ek Şekil 50. 64 Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



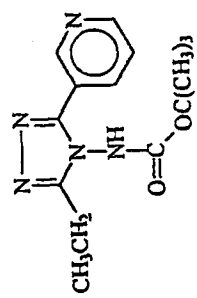
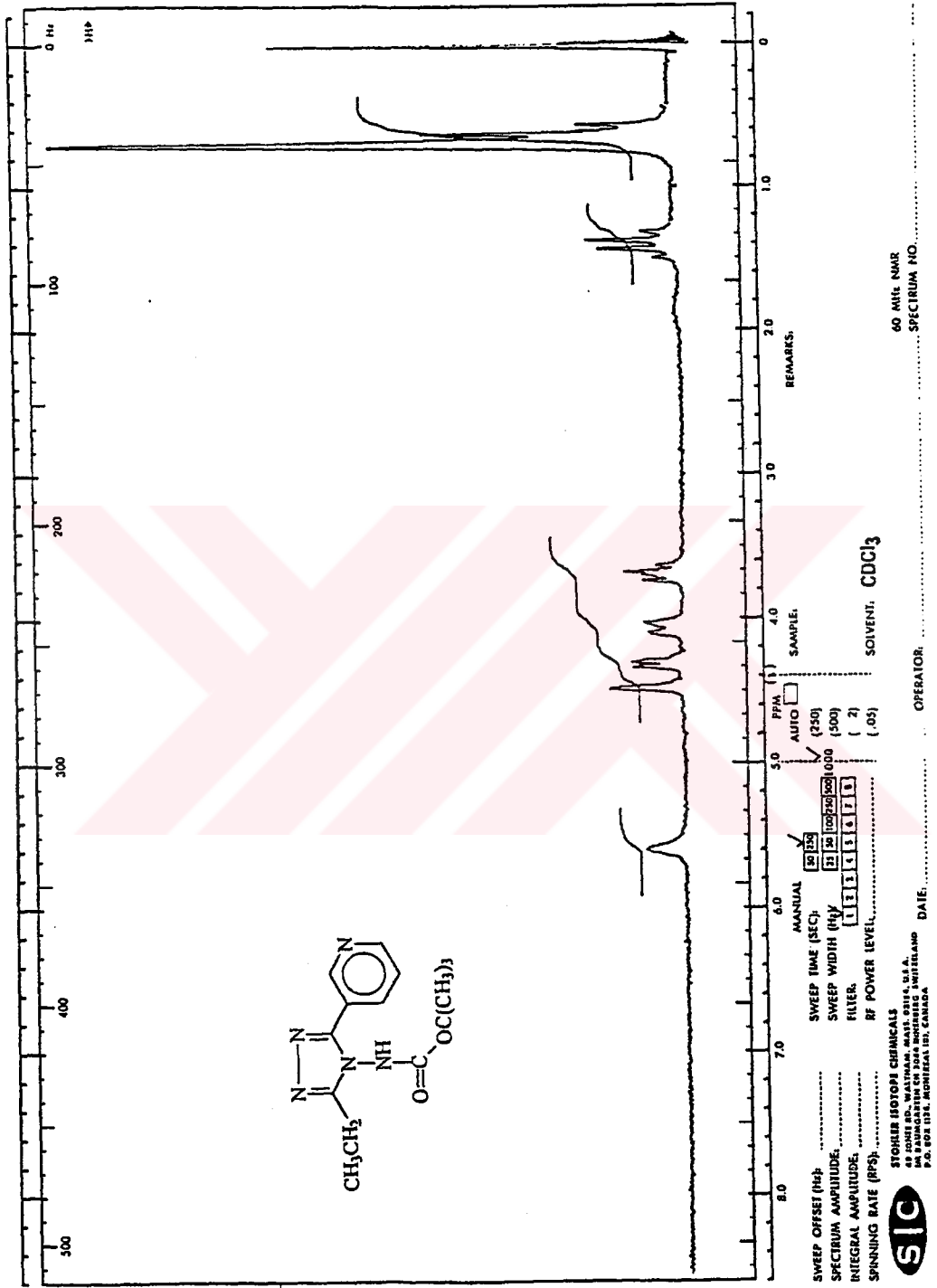
Ek Şekil 51. 66 Bileşinin IR Spektrumu



Ek Şekil 52. 66 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 53. 67 Bileşiminin IR Spektrumu



SWEEP OFFSET (Hz)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SPANNING RATE (PPM)
 MANUAL SWEEP TIME (SEC) 120 (120)
 AUTO SWEEP WIDTH (Hz) 1000 (1000)
 FILTER 1313131313131313 (1313131313)
 RF POWER LEVEL
 SOLENT: CDCl₃

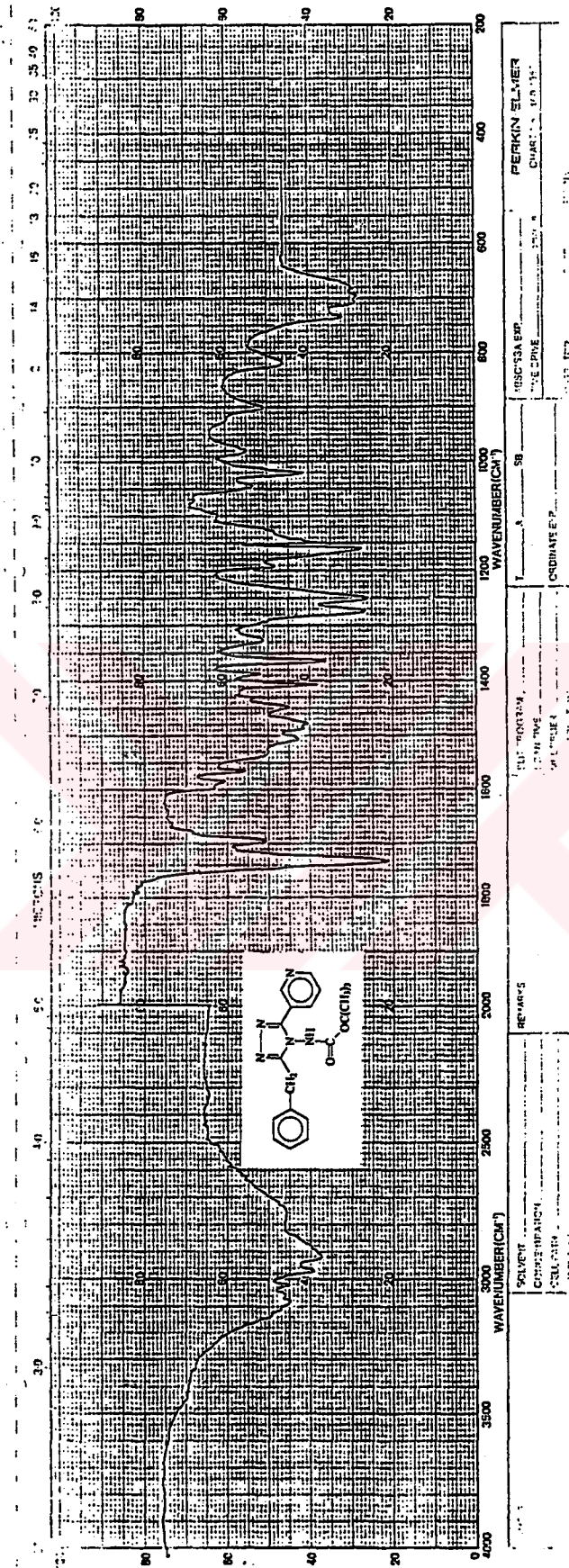


STOKER ISOTOPE CHEMICALS
 4000 UNIVERSITY AVENUE, SUITE 100
 P.O. BOX 1334, MONTREAL, QUEBEC, CANADA
 PRINTED IN U.S.A.

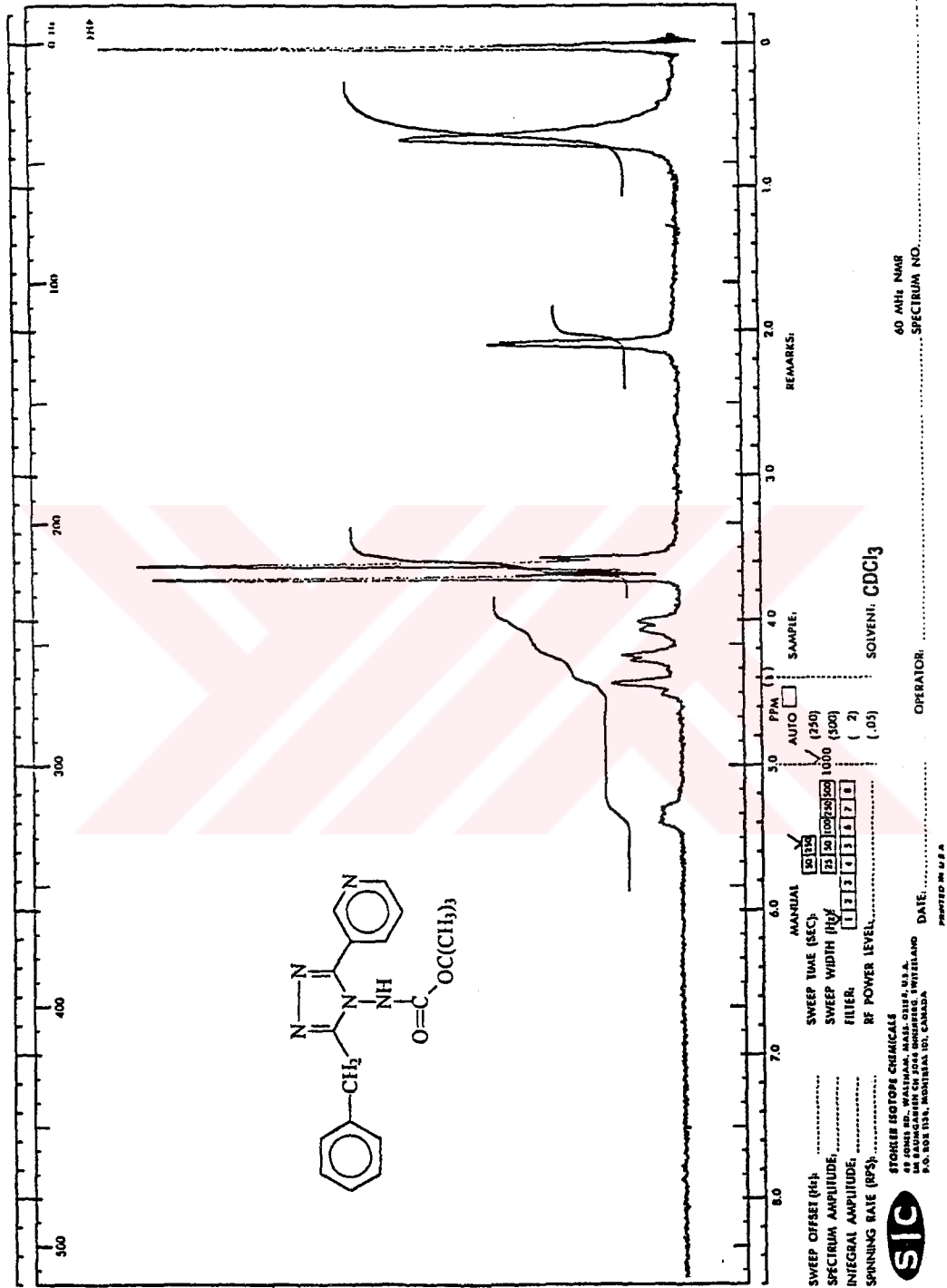
60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

OPERATOR

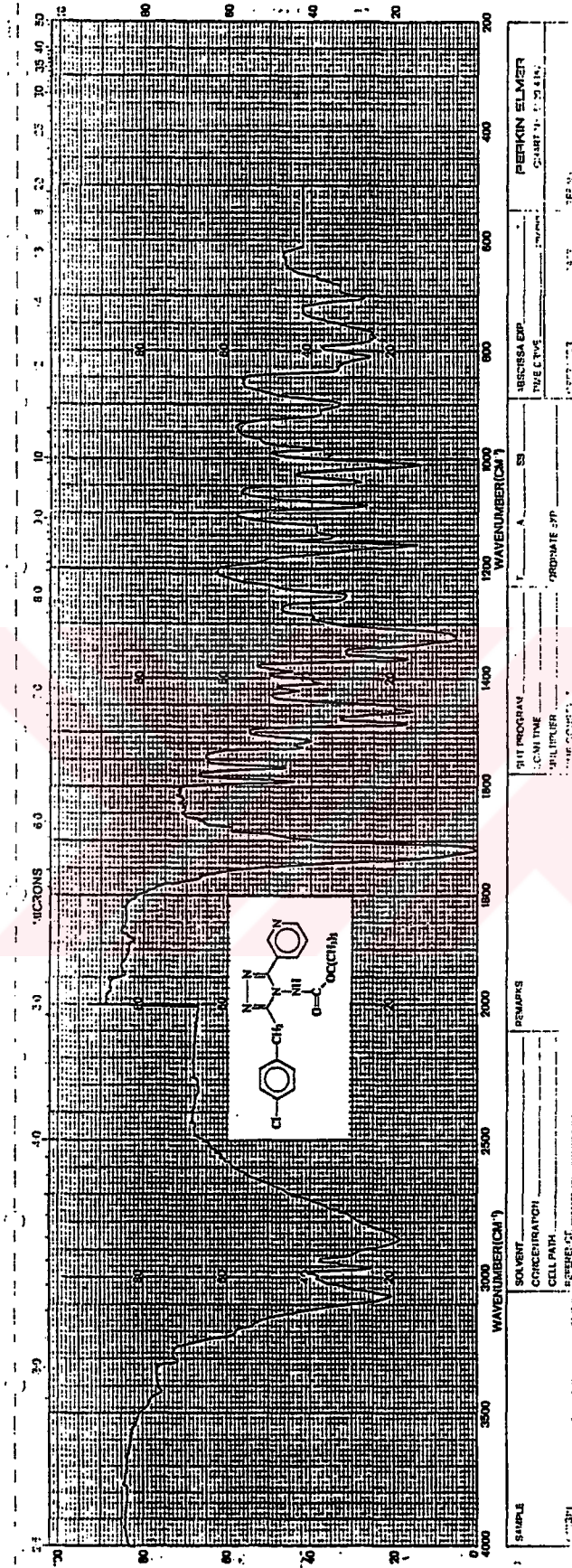
Ek Şekil 54. 67 Bileşiminin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



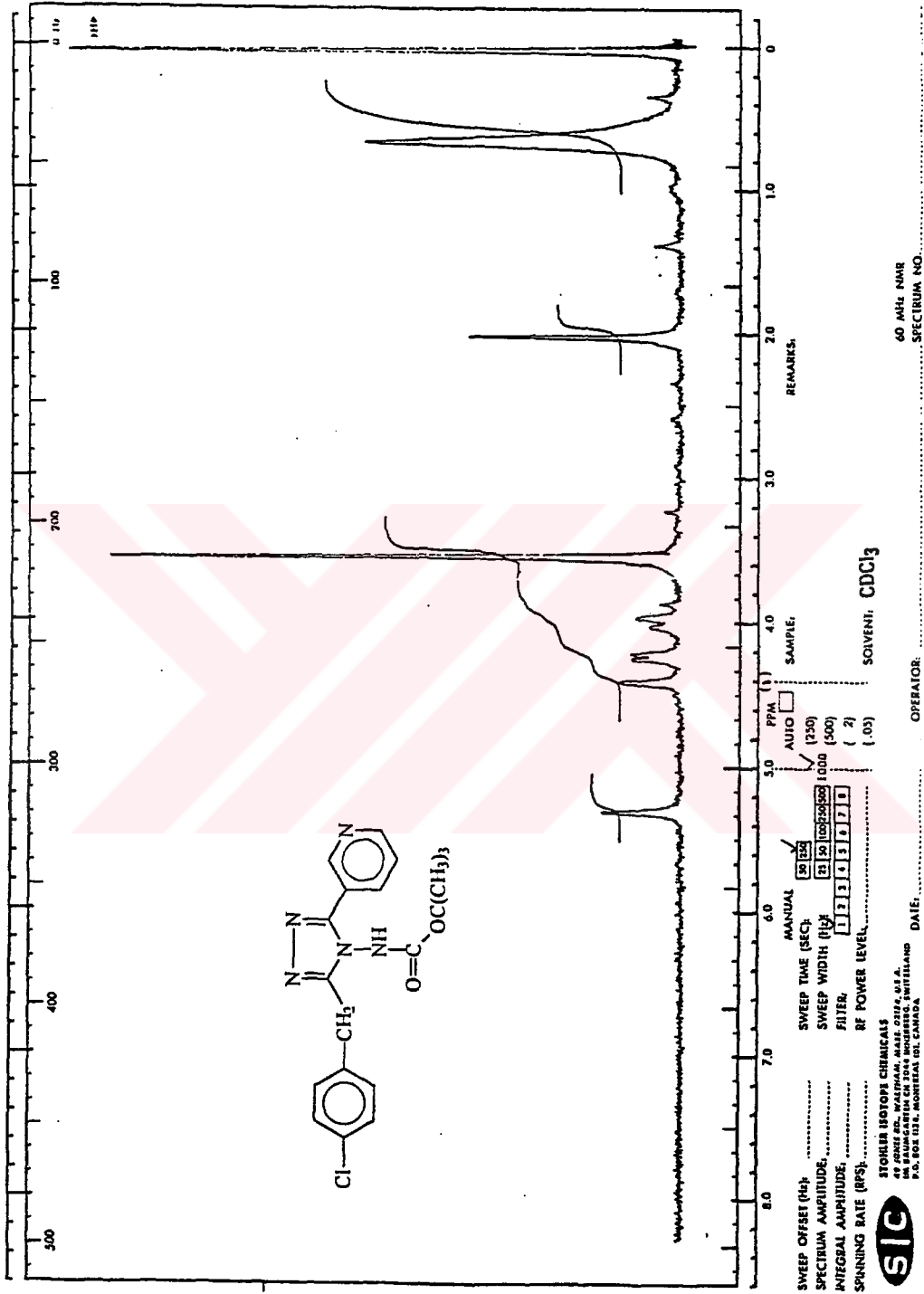
Ek Şekil 55. 68 Bileşiğinin IR Spektrumu



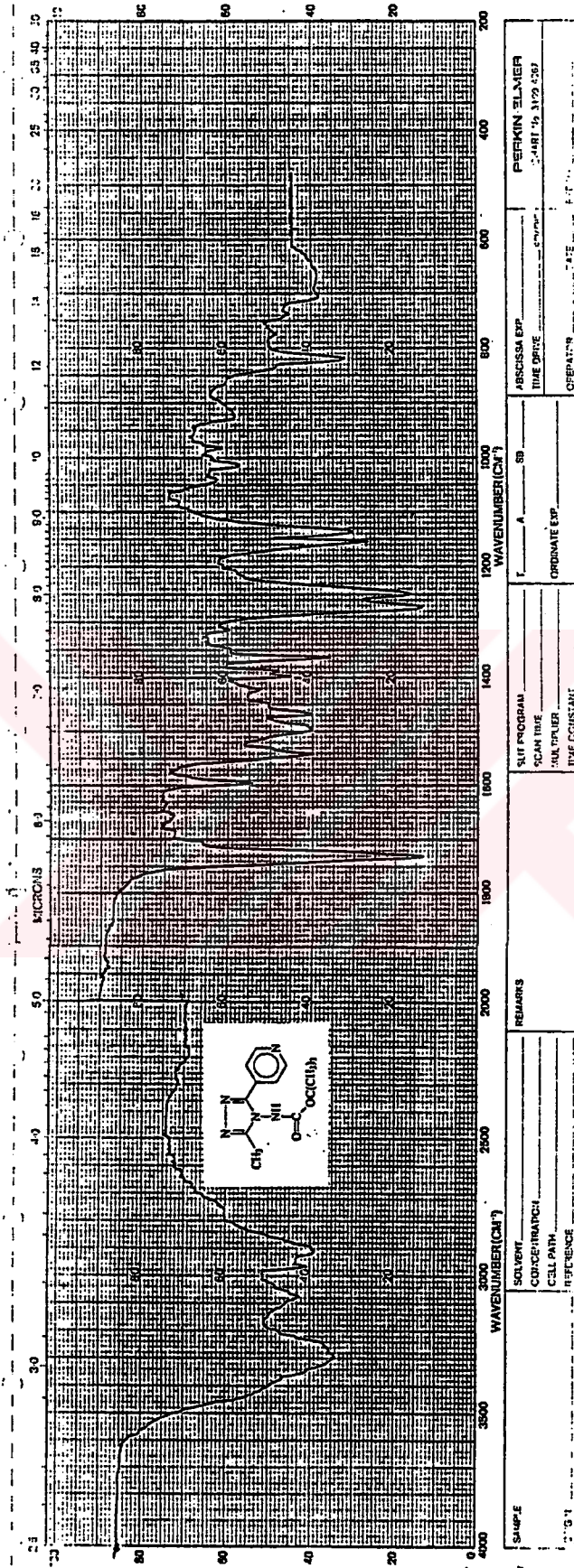
Ek Şekil 56. 68 Bileşiğinin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



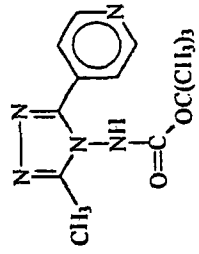
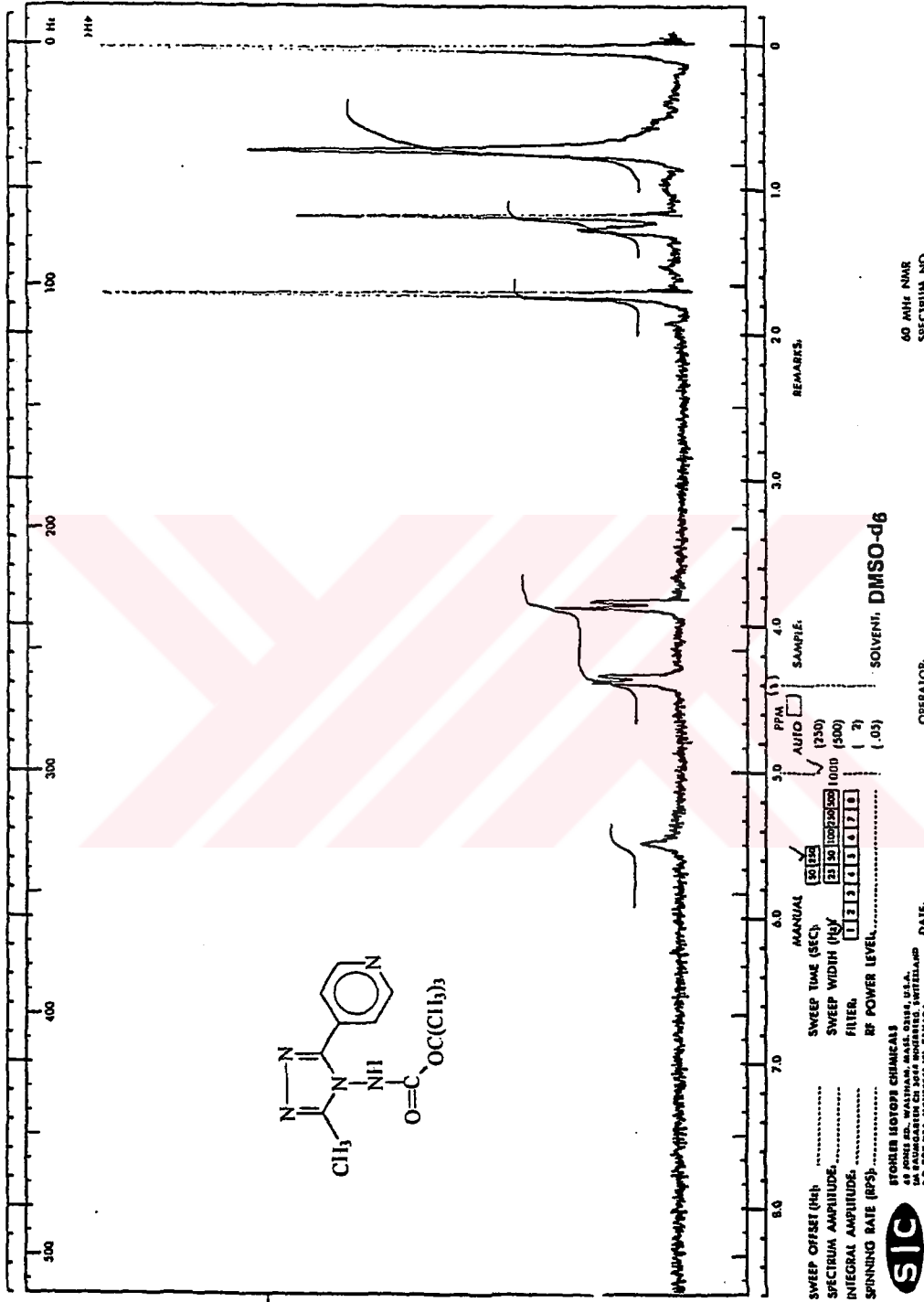
Ek Şekil 57. 69 Bileşiğinin IR Spektrumu



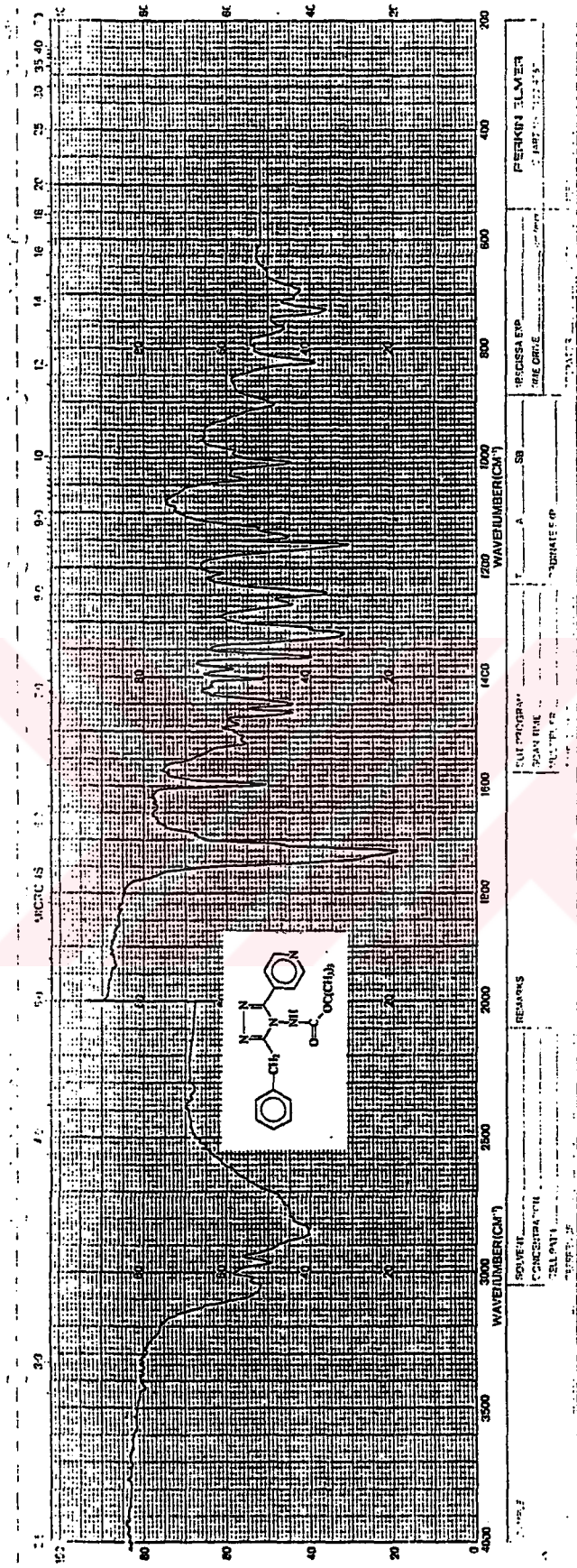
Ek Şekil 58. 69 Bileşiminin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



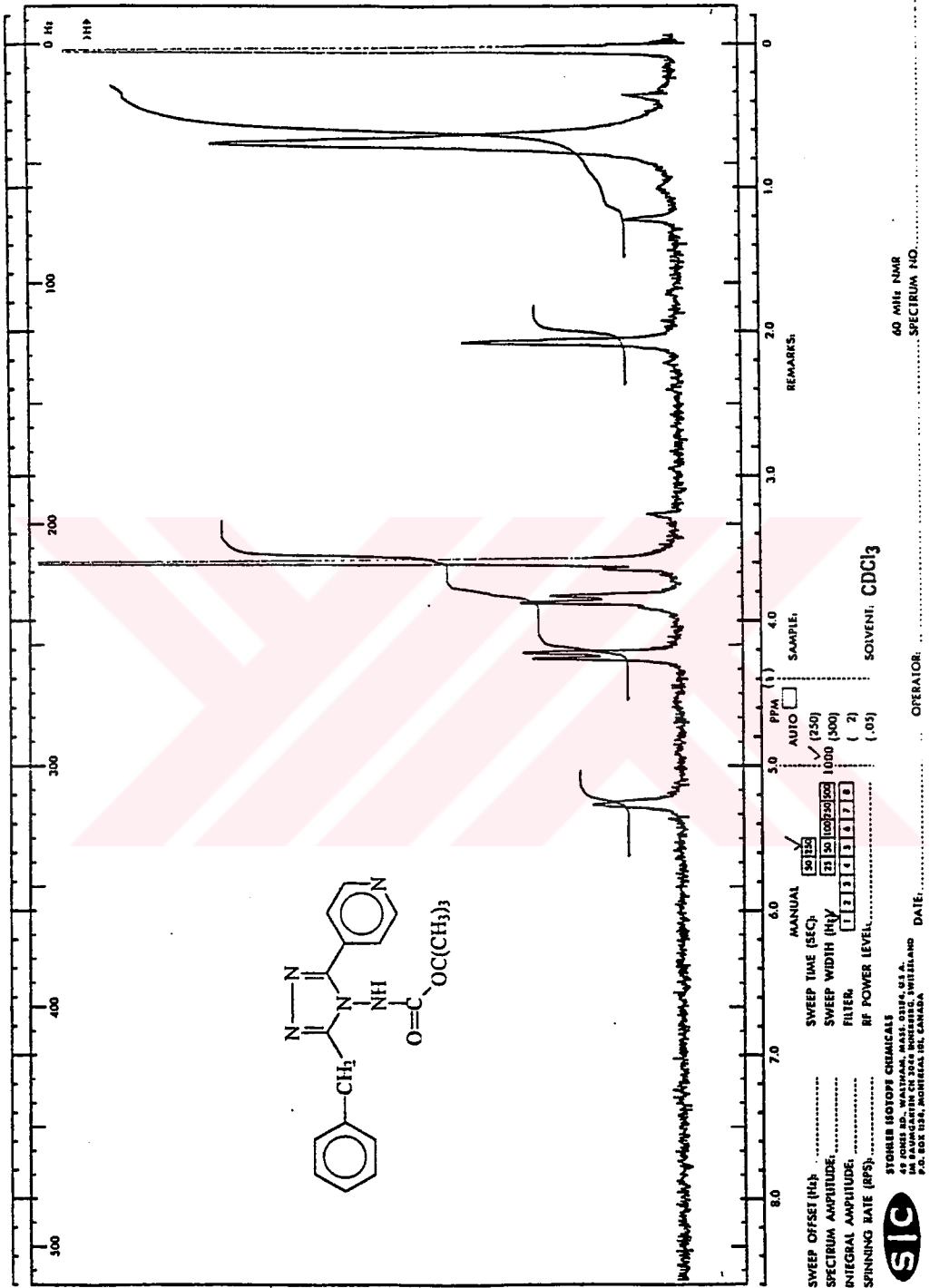
Ek Şekil 59. 71 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Şekil 60. 71 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 61. 72 Bileşiminin IR Spektrumu

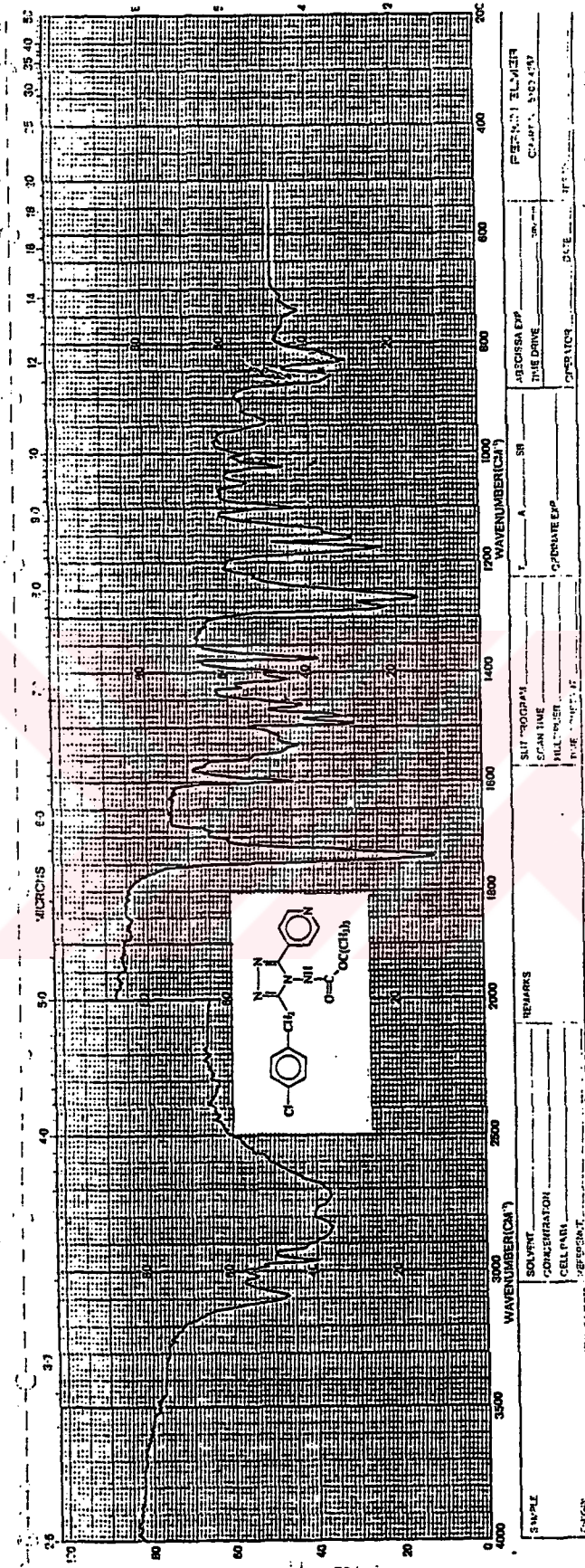


Ek Şekil 62. 72 Bileşiminin 1H NMR (CDCl3) Spektrumu

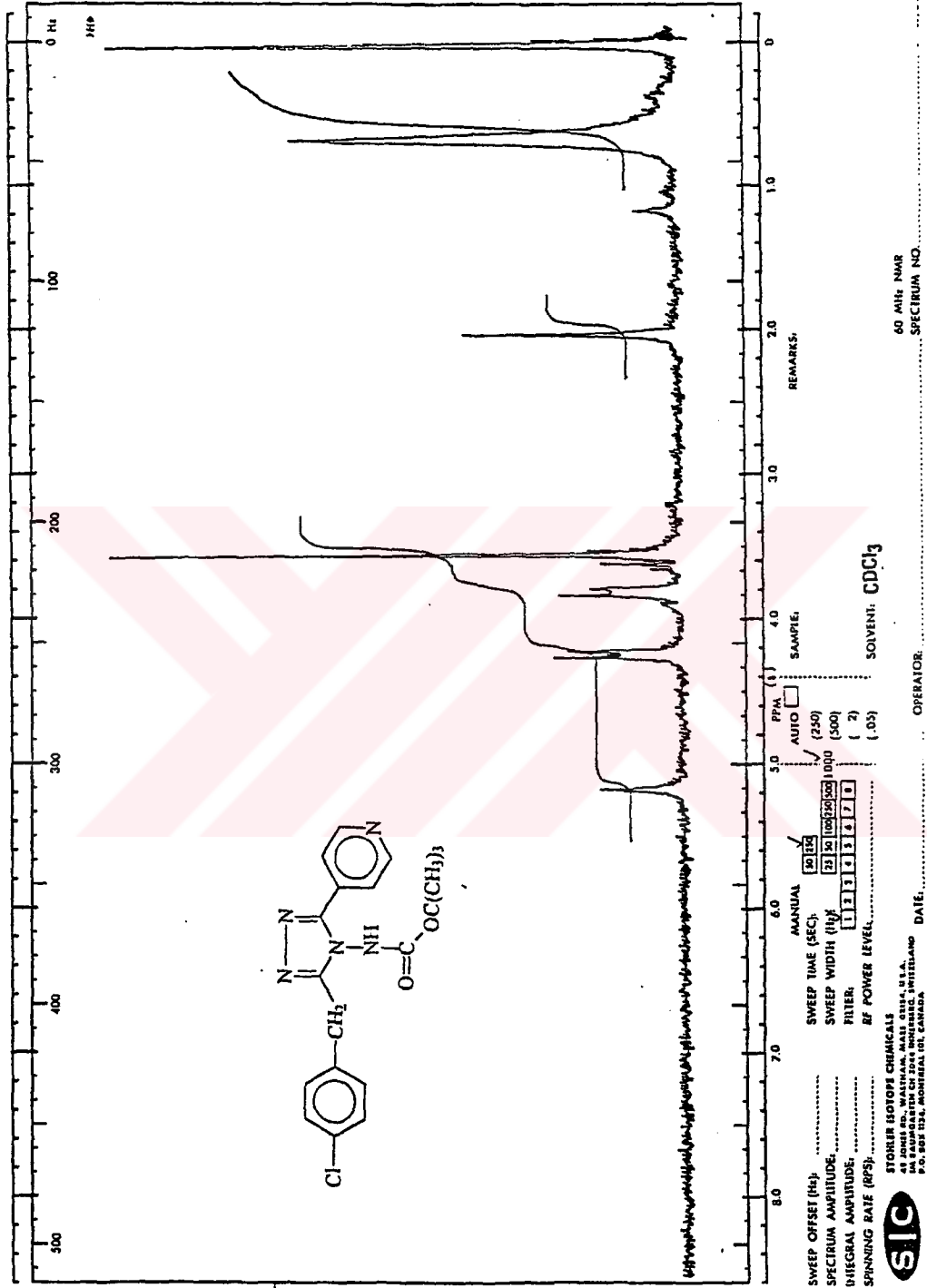


STORLEN ISOTOPE CHEMICALS
 245 UNIVERSITY AVENUE, SUITE 200
 MONTREAL, QUEBEC H3T 1J6, CANADA

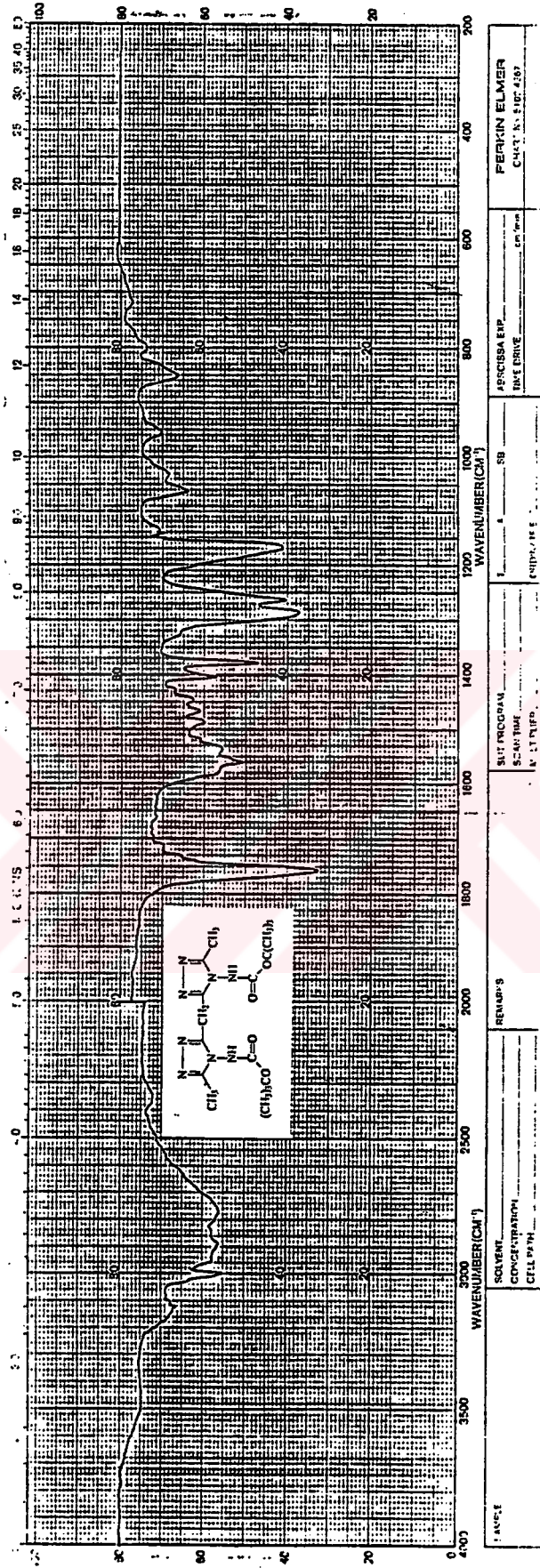
PRINTED IN U.S.A.



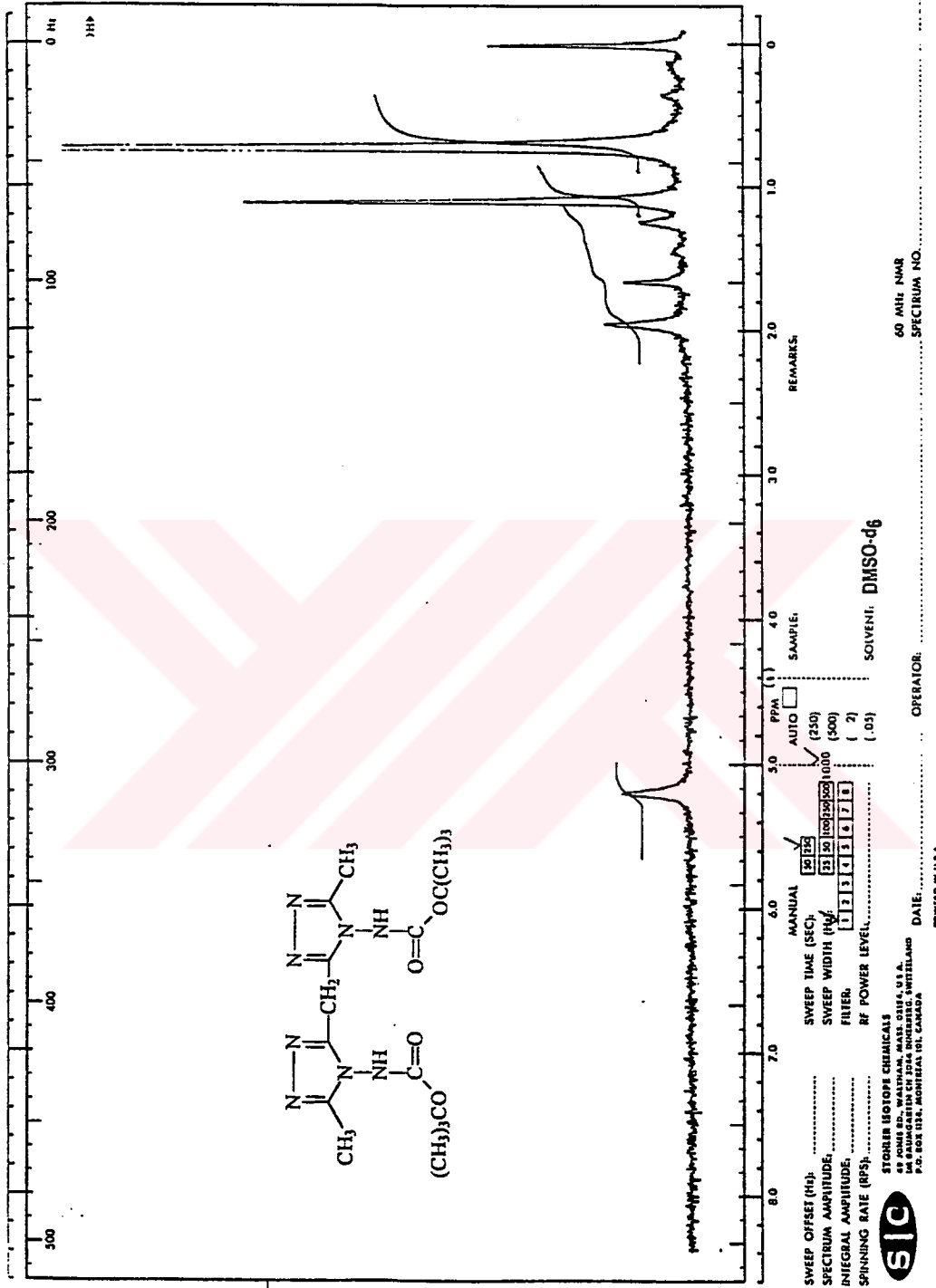
Ek Şekil 63. 73 Bileşiminin IR Spektrumu



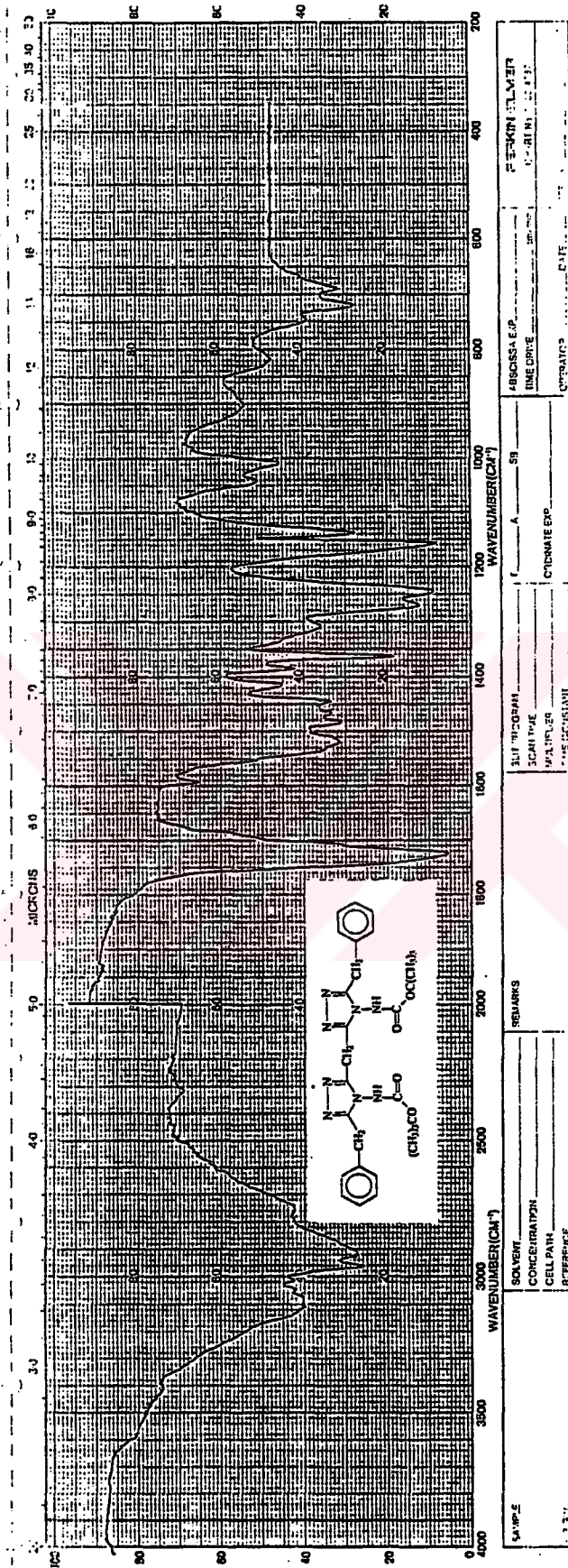
Ek Şekil 64. 73 Bileşiğinin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



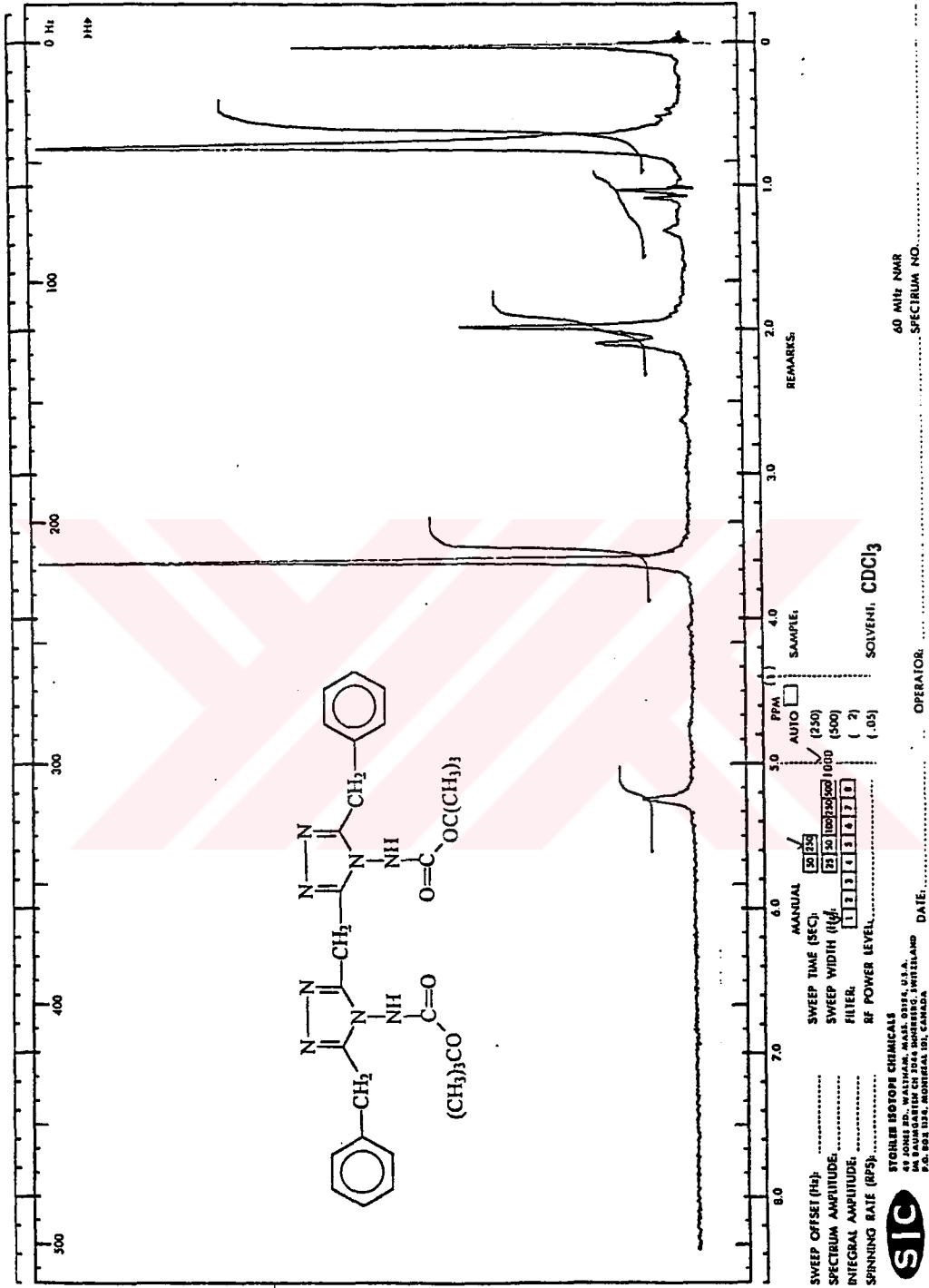
Ek Şekil 65. 75 Bileşiğinin IR Spektrumu



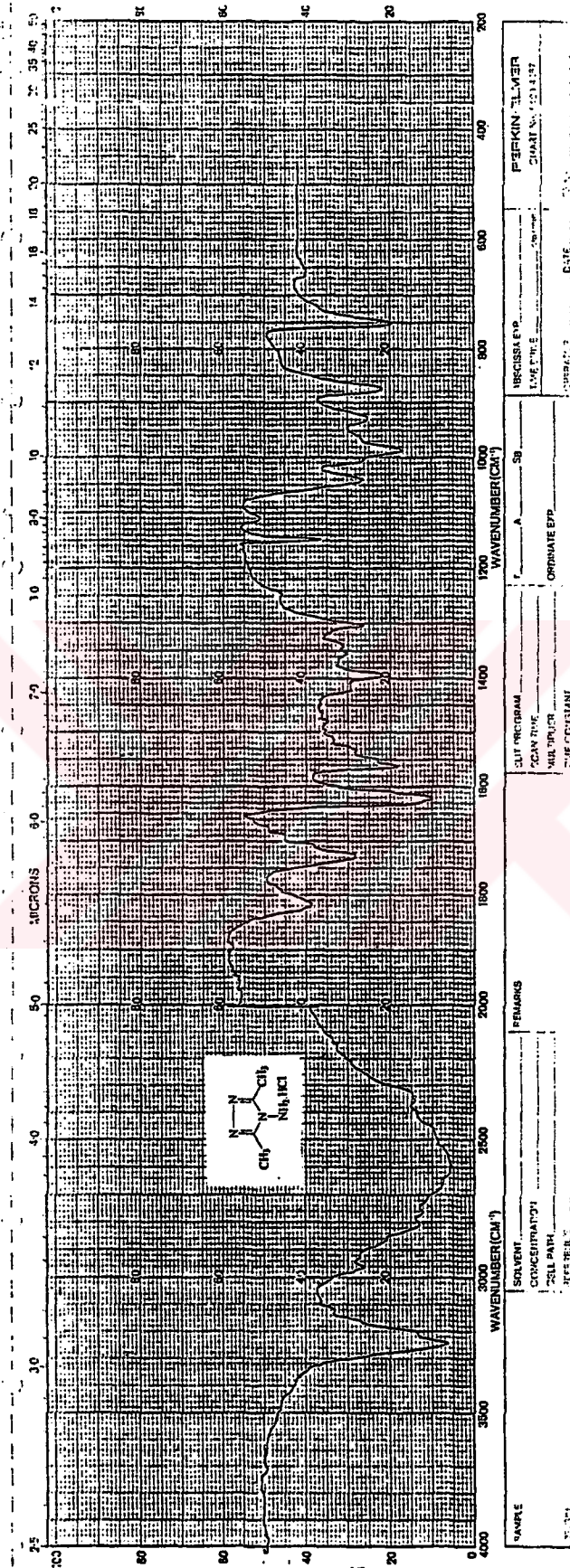
Ek Şekil 66. 75 Bileşğinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



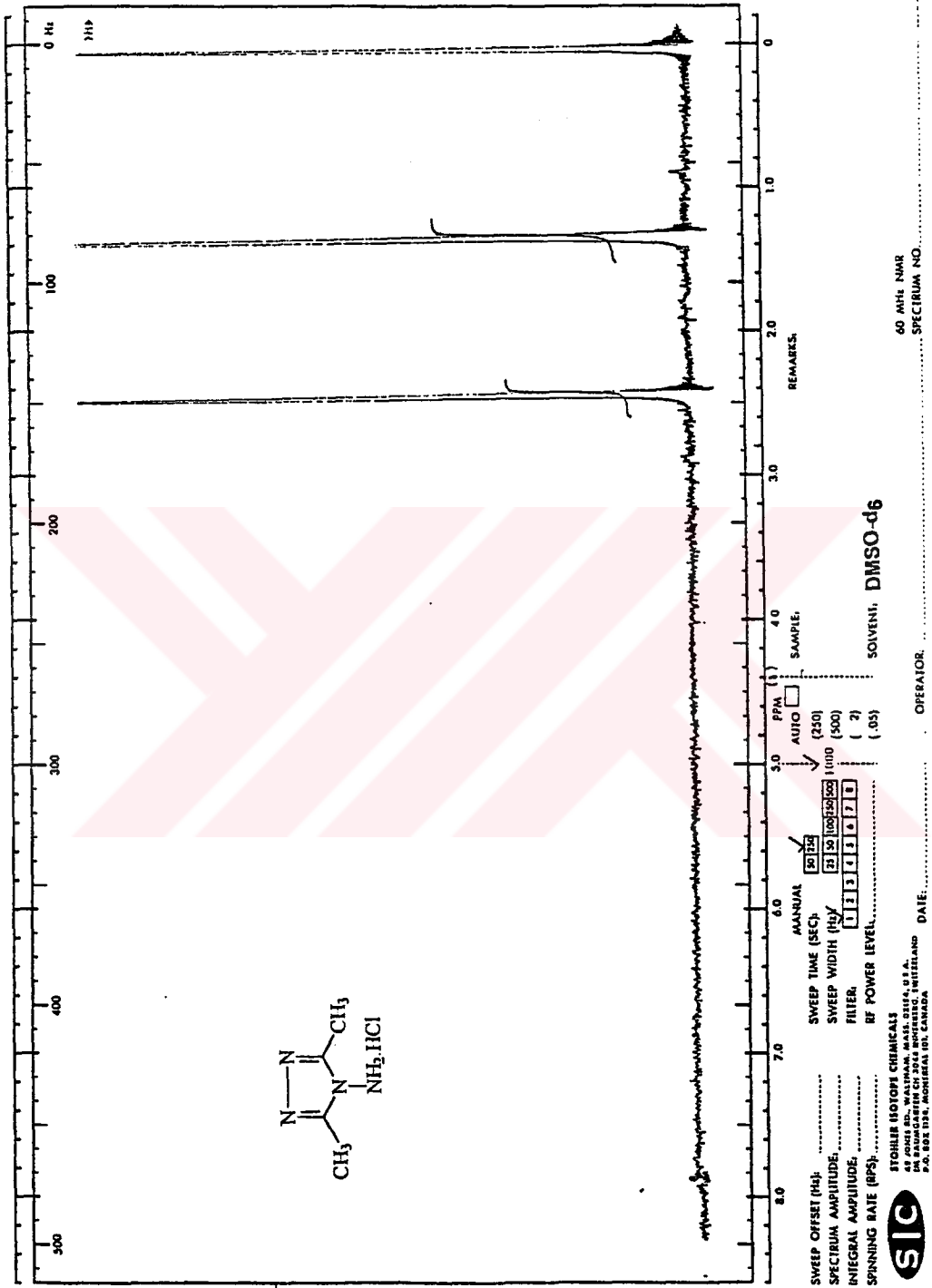
Ek Şekil 67. 76 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Şekil 68. 76 Bileşiğinin ¹H NMR (CDCl₃) Spektrumu



Ek Şekil 69. 80 Bileşiğinin IR Spektrumu



Ek Şekil 70. 80 Bileşiminin 1H NMR (DMSO-d6) Spektrumu

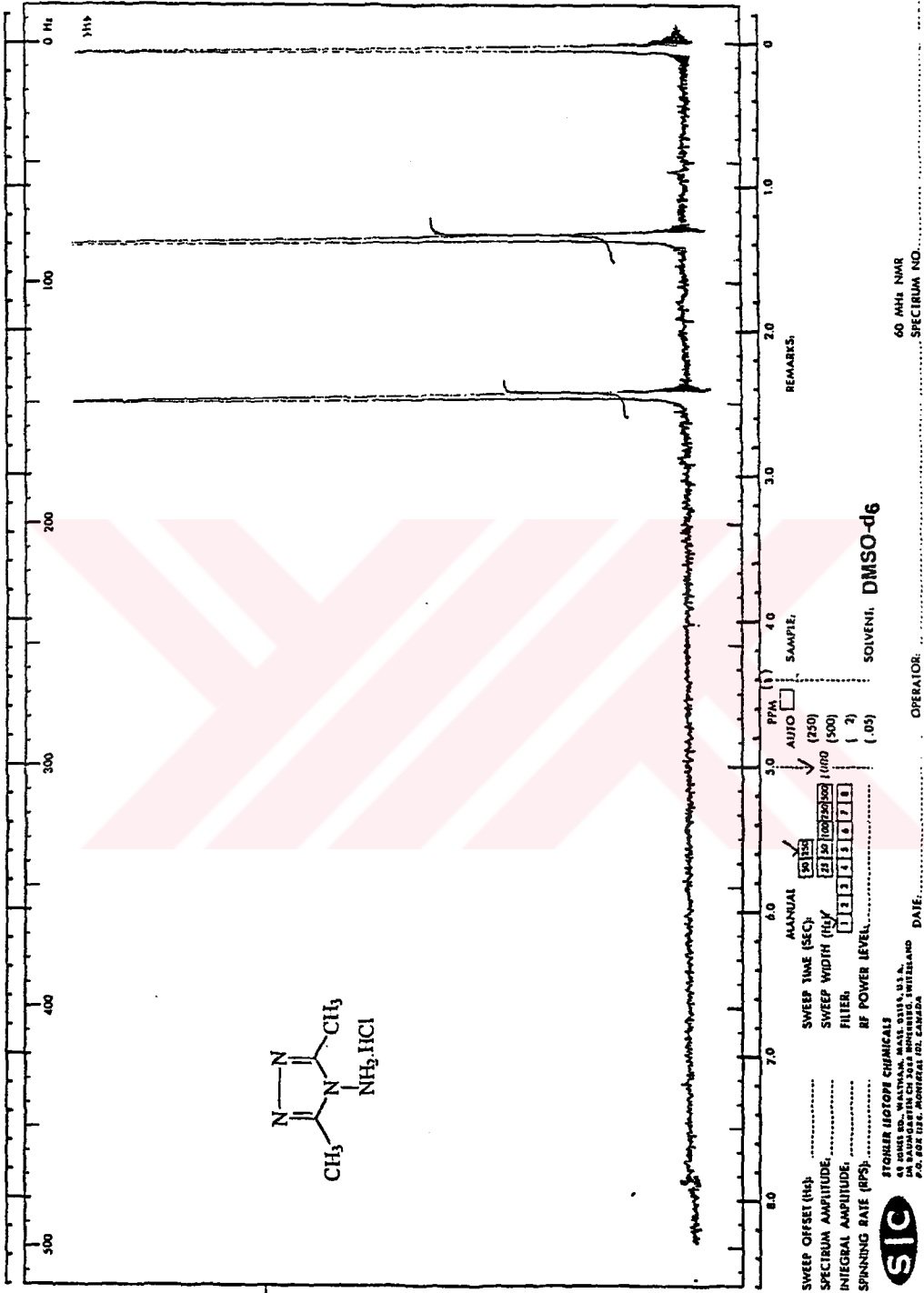
STOHLER ISOTOPE CHEMICALS
 45 JOHN ST., WALTHAM, MASS. 01981, U.S.A.
 P.O. BOX 138, MONTREAL 61, CANADA

60 MHz NMR
 SPECTRUM NO.

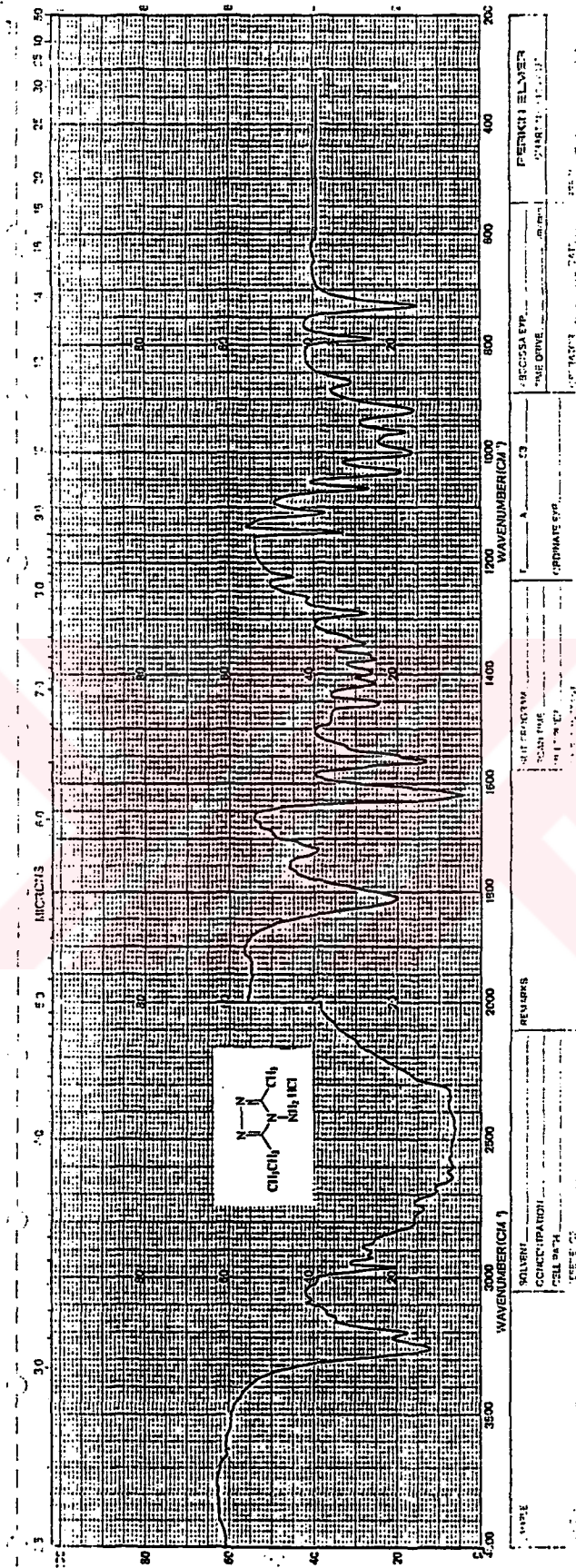
DATE: OPERATOR:

PRINTED IN U.S.A.

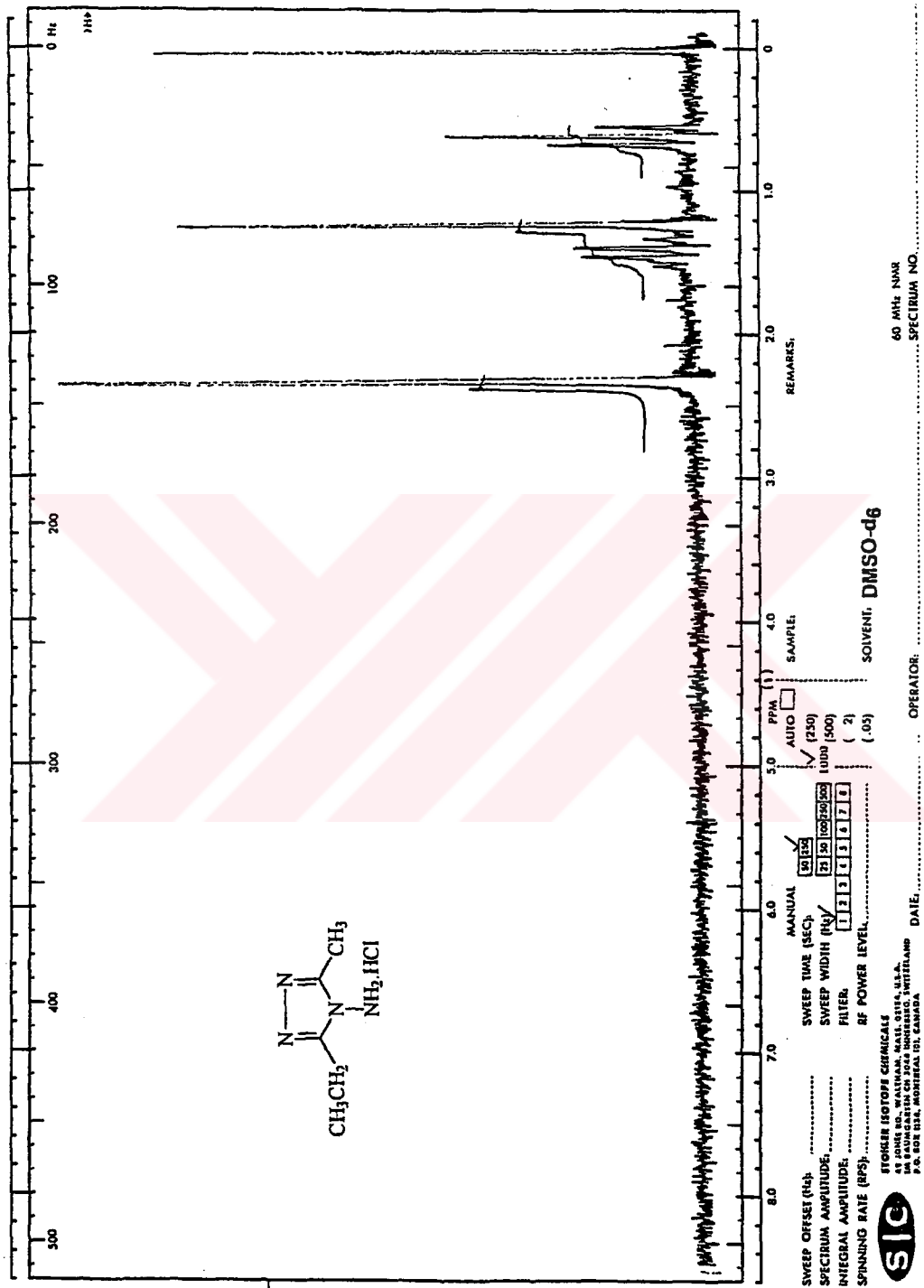




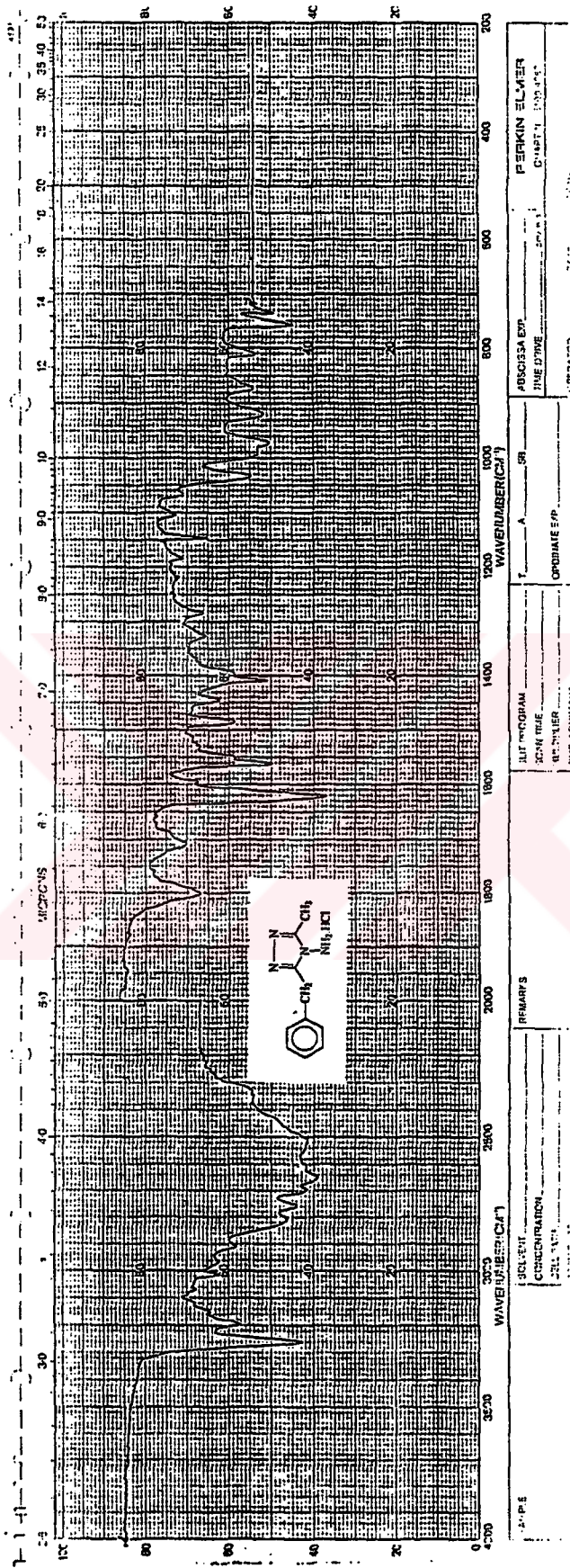
Ek Şekil 70. 80 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



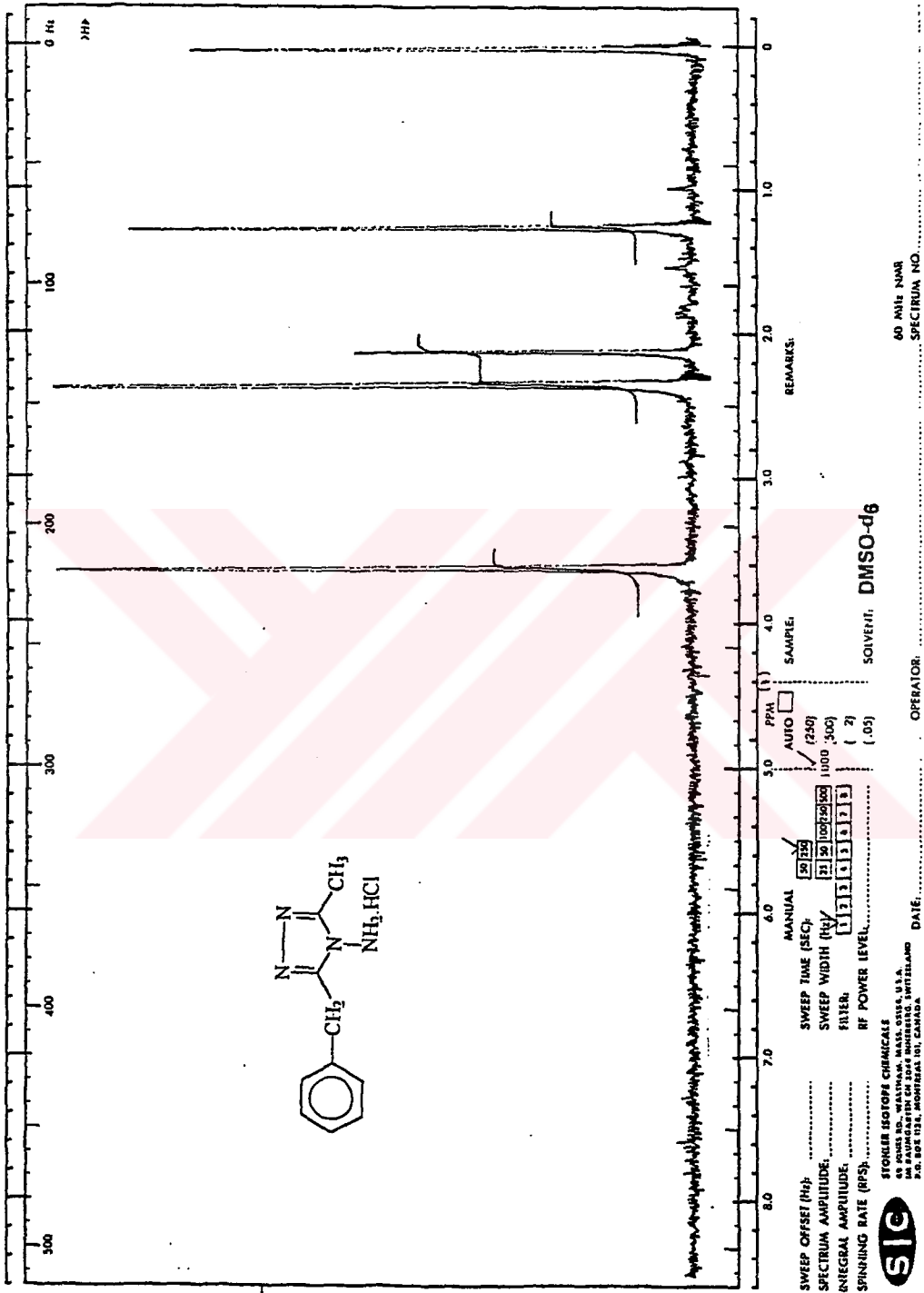
Ek Şekil 71. 81 Bileşiminin IR Spektrumu



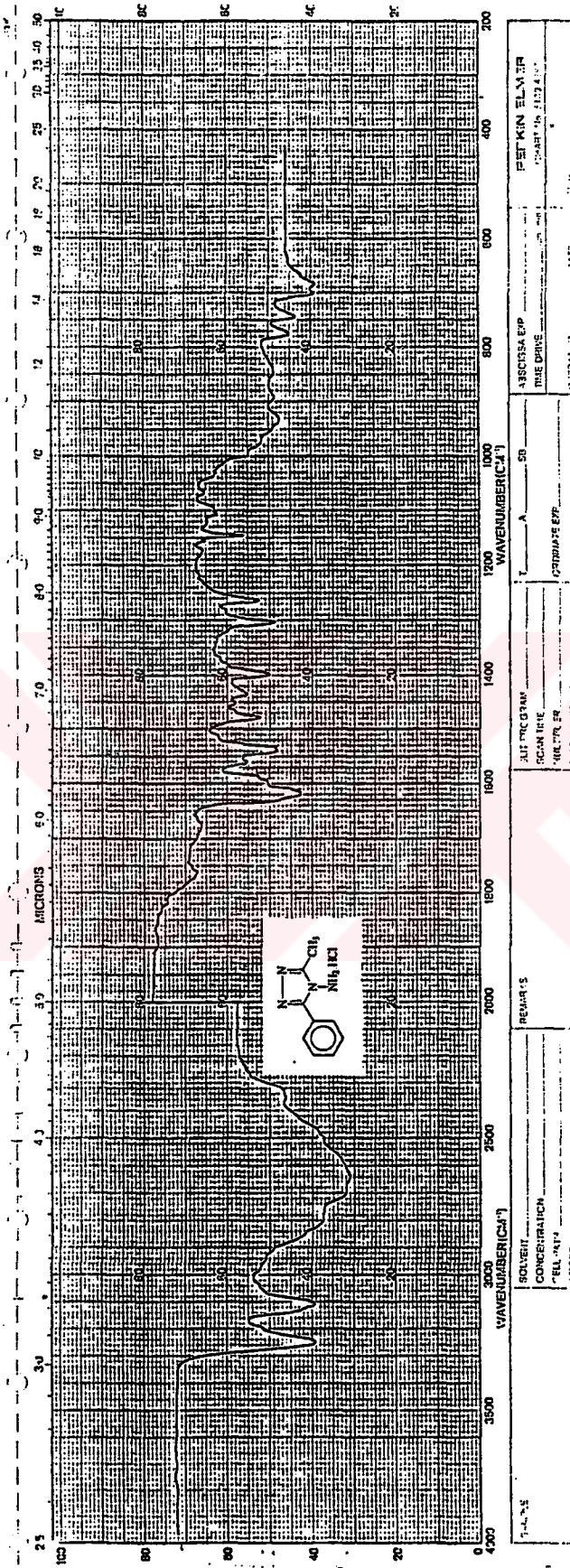
Ek Şekil 72. 81 Bileşinin 1H NMR (DMSO-d6) Spektrumu



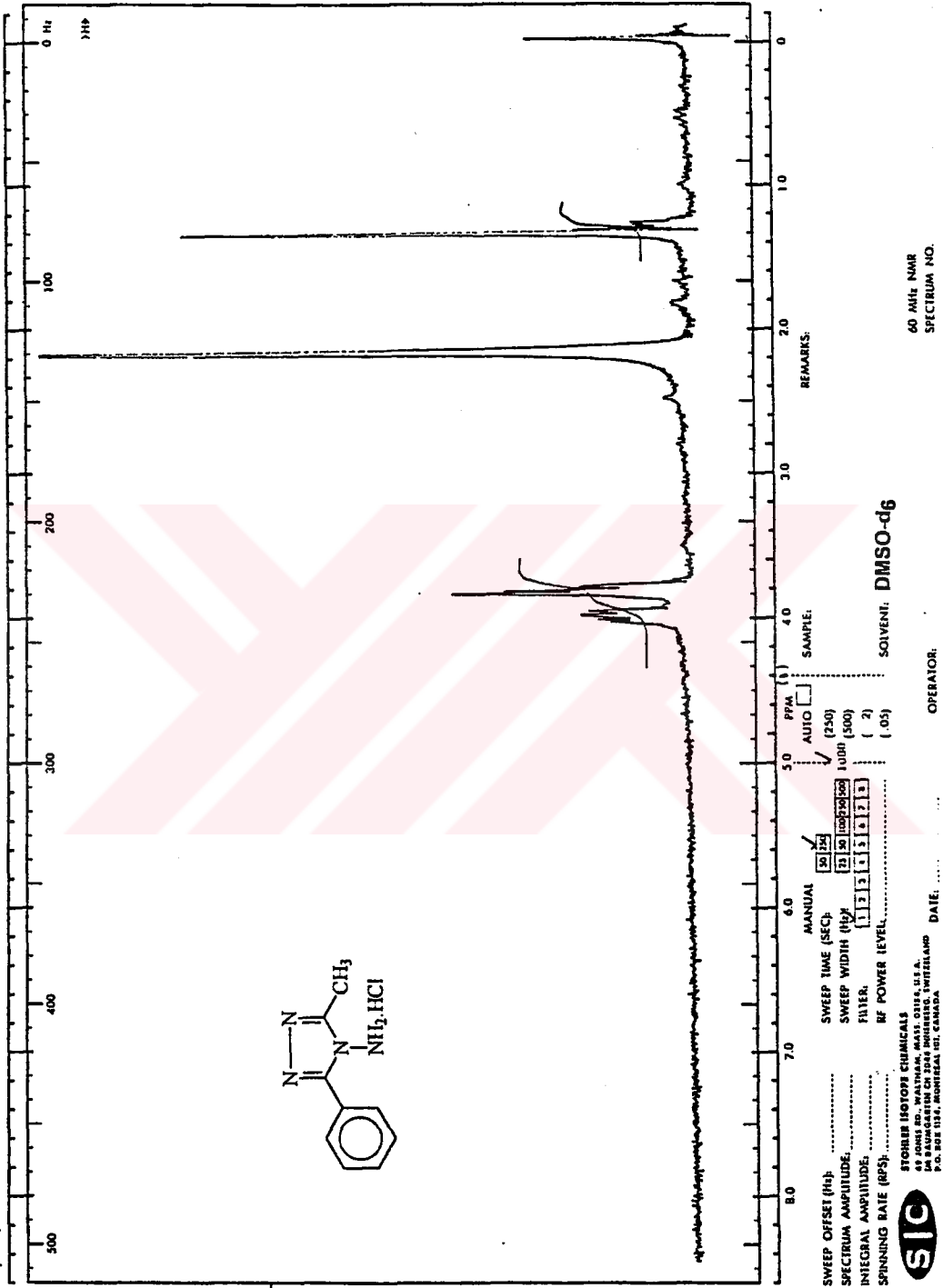
Ek Şekil 73. 82 Bileşiminin IR Spektrumu



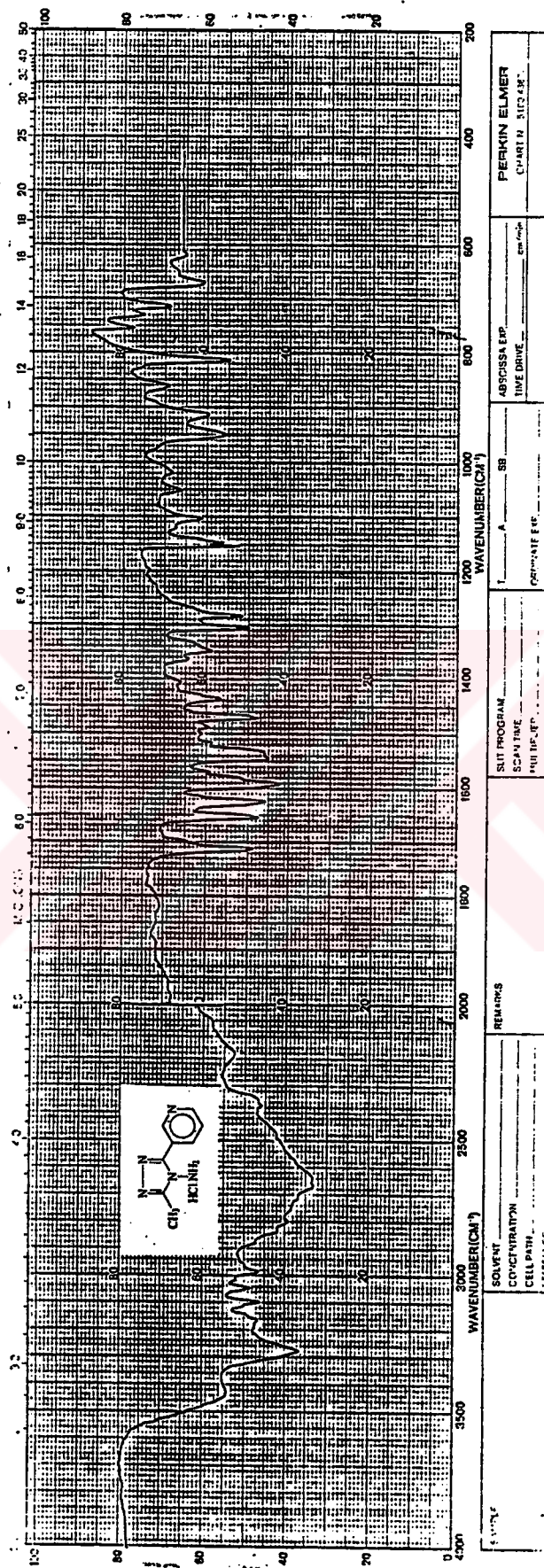
Ek Şekil 74. 82 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



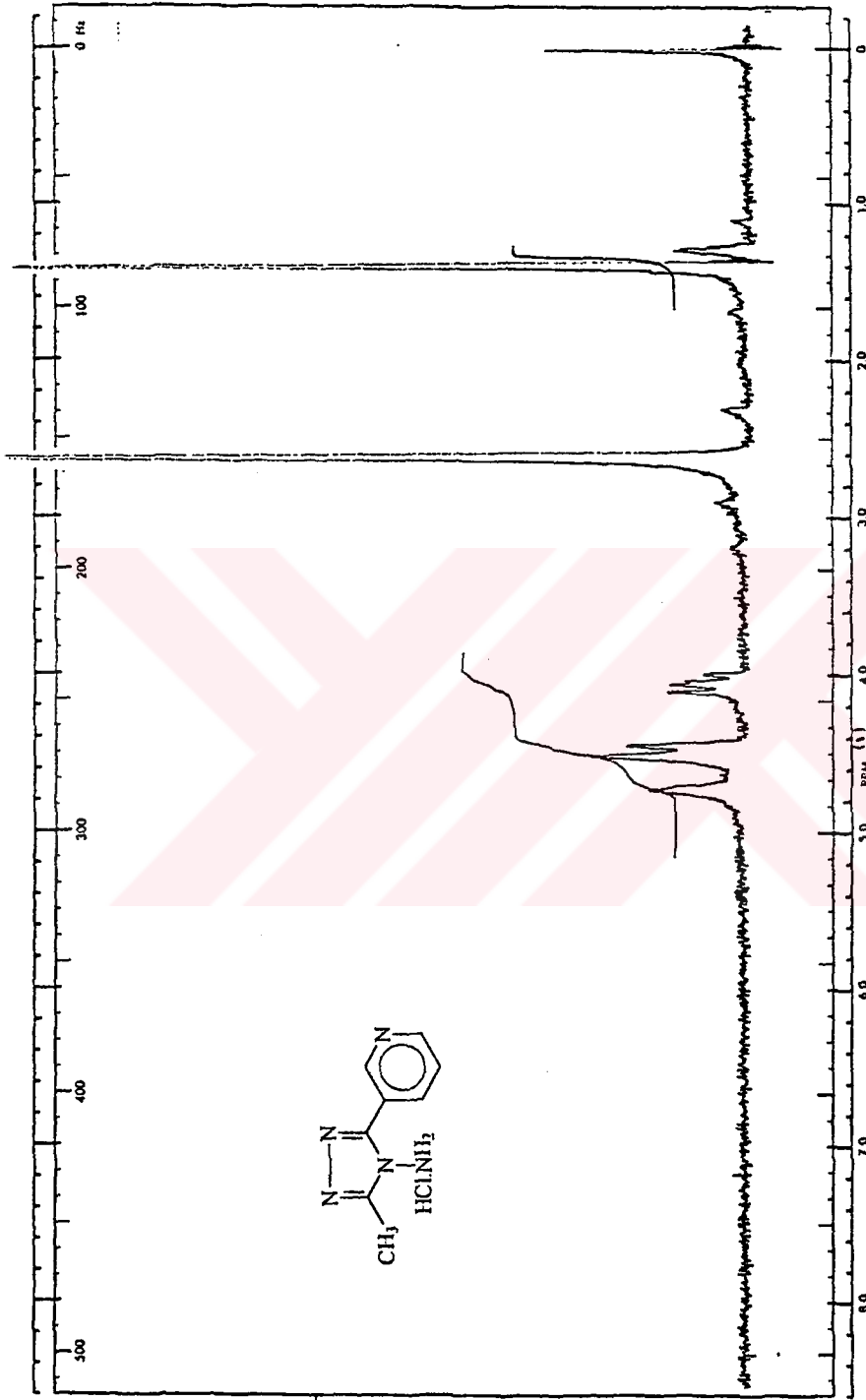
Ek Şekil 75. 83 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Şekil 76. 83 Bileşiginin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



Ek Şekil 77. 85 Bileşiminin IR Spektrumu

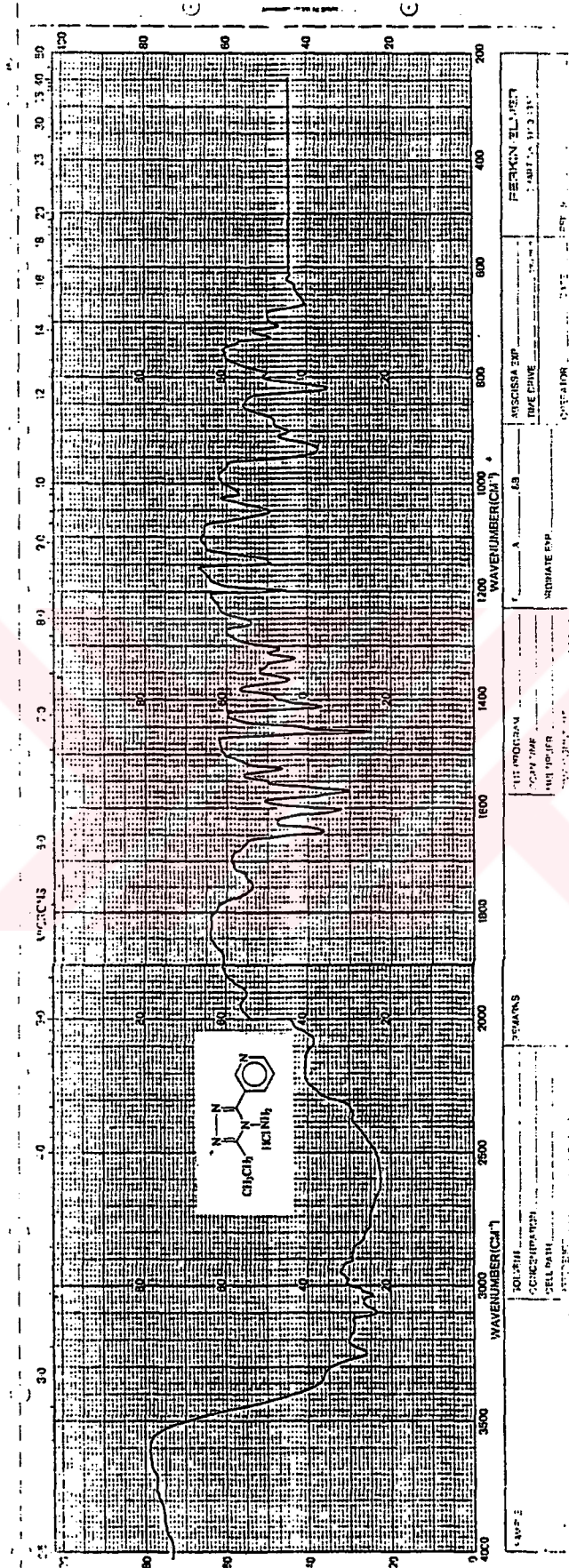


SWEEP OFFSET (Hz)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SPINNING RATE (RPS)
 MANUAL SWEEP TIME (SEC) 21.25
 AUTO SWEEP WIDTH (Hz) 21.50
 FILTER 1000 (1000) 500 (-500)
 RF POWER LEVEL 1.2 (1.2) (-.05)
 SAMPLE:
 SOLVENT: DMSO-d₆
 OPERATOR: DATE:
 60 MHz NMR SPECTRUM NO.

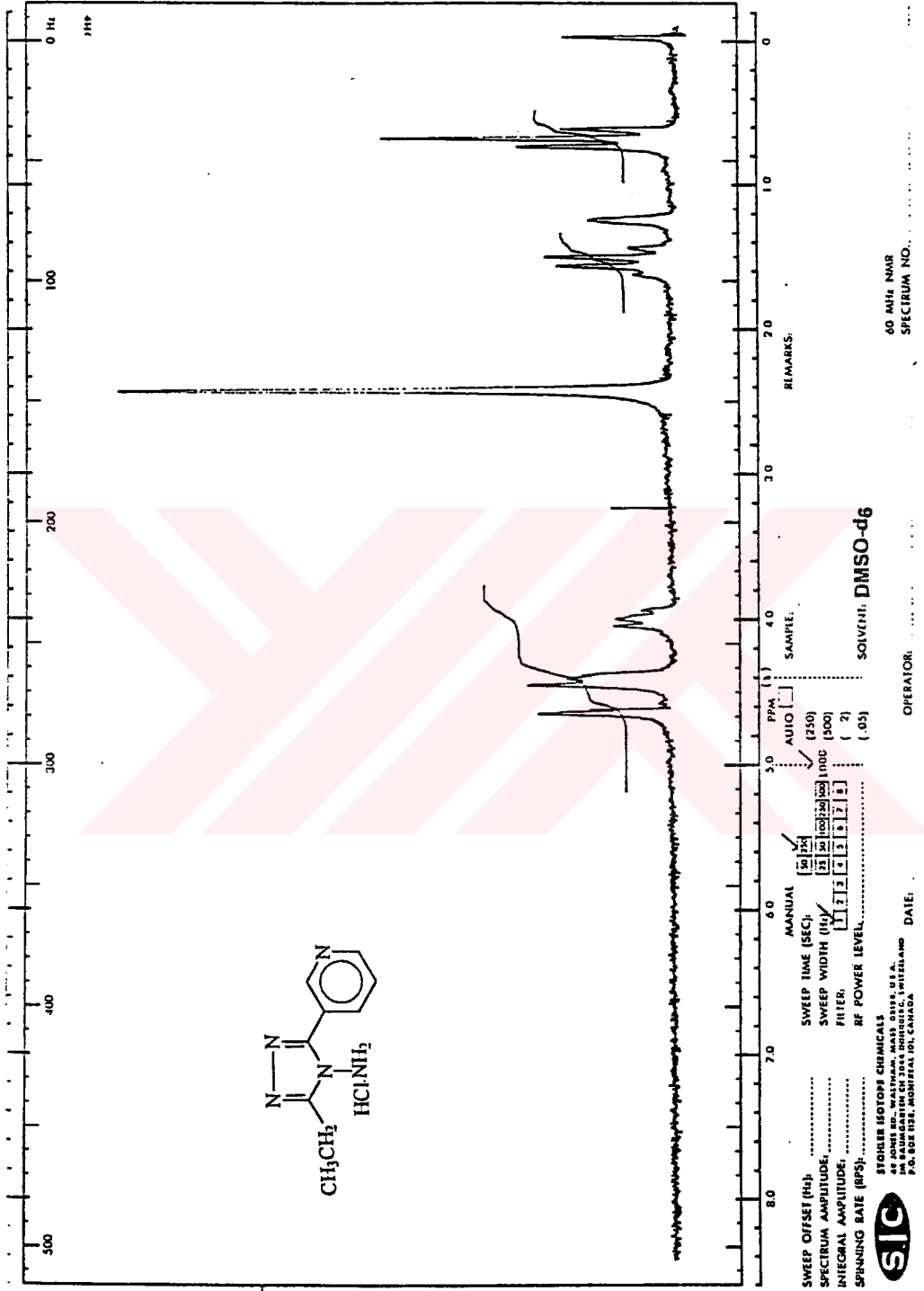


STONIER ISOTOPE CHEMICALS
 49 JONES RD., WATFORD, MASS. 02154, U.S.A.
 100 BROAD ST., NEW YORK 10004, N.Y.
 P.O. BOX 100, TORONTO, ONT. CANADA

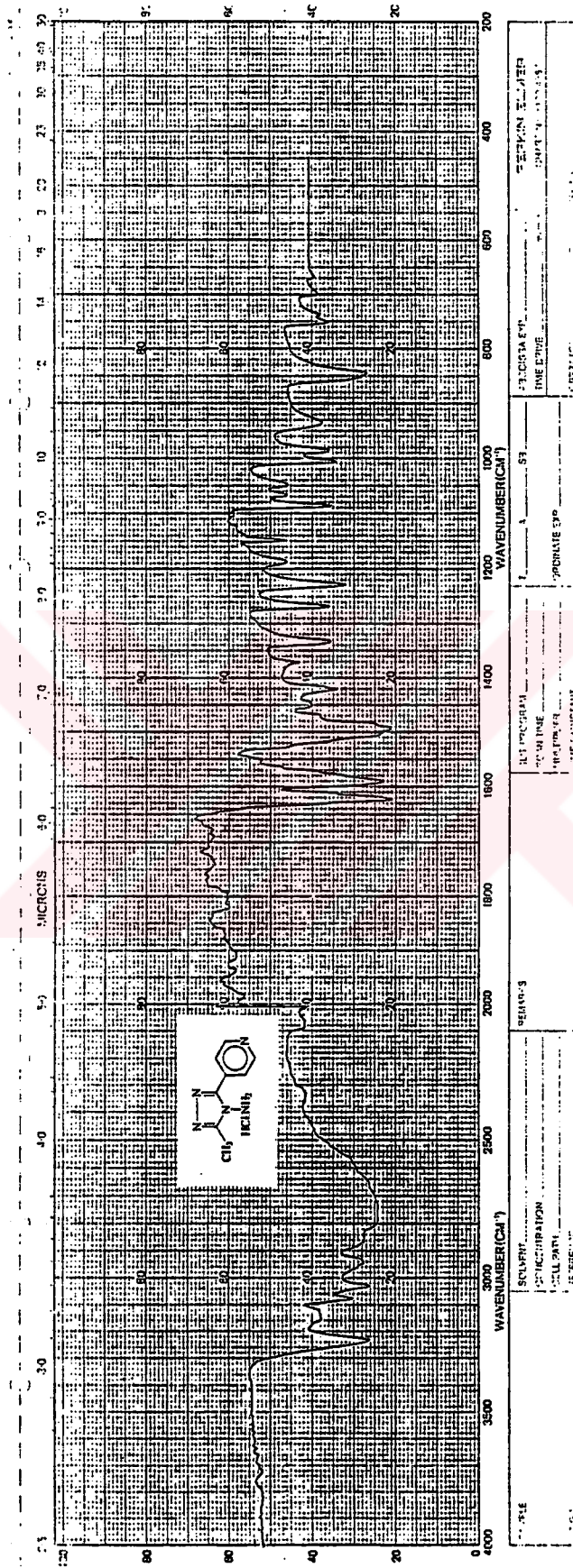
Ek Şekil 78. 85 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



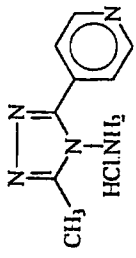
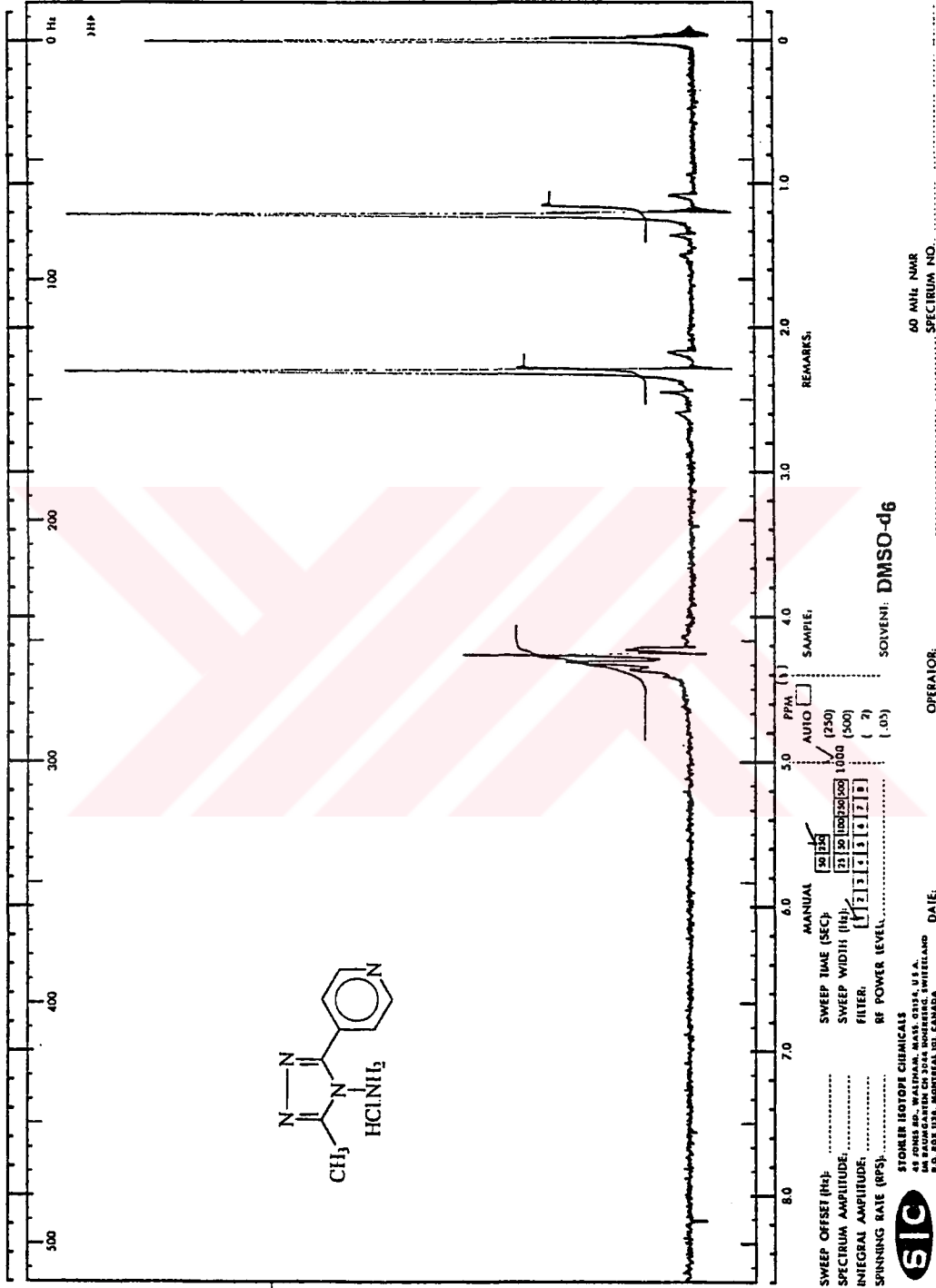
Ek Şekil 79. 86 Bileşiminin IR Spektrumu



Ek Şekil 80. 86 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



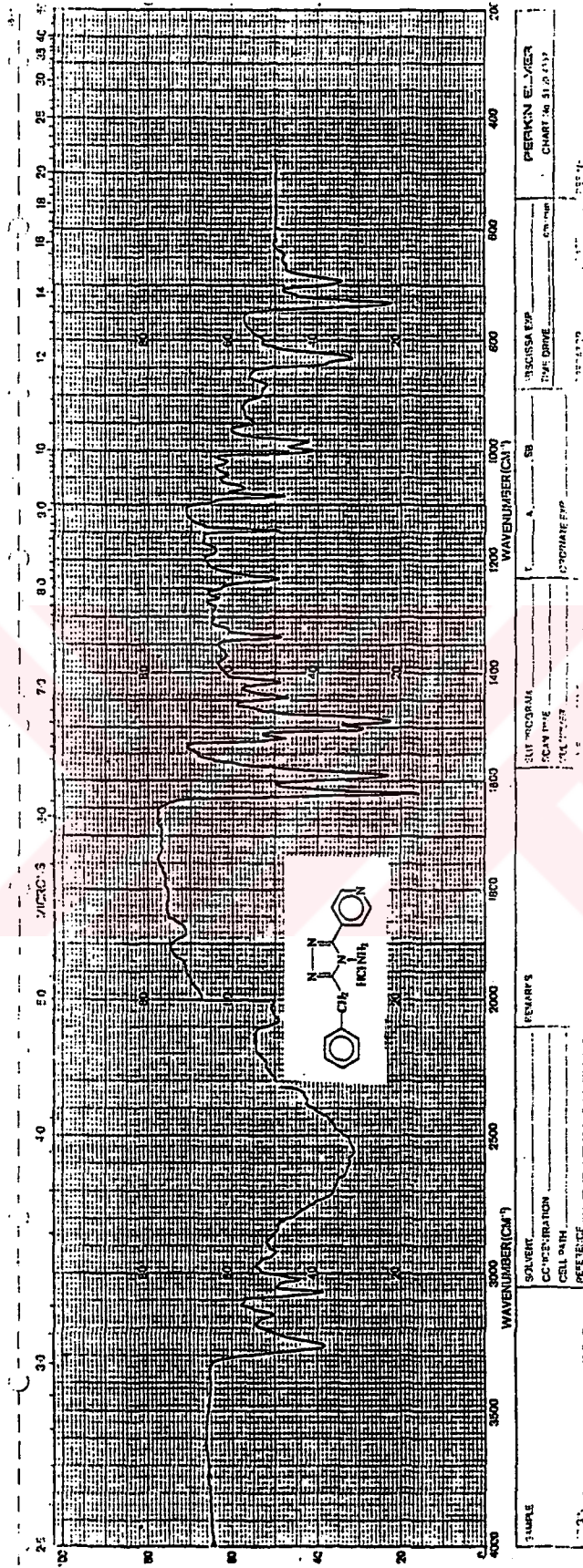
Ek Şekil 81. 88 Bileşiğinin IR Spektrumu



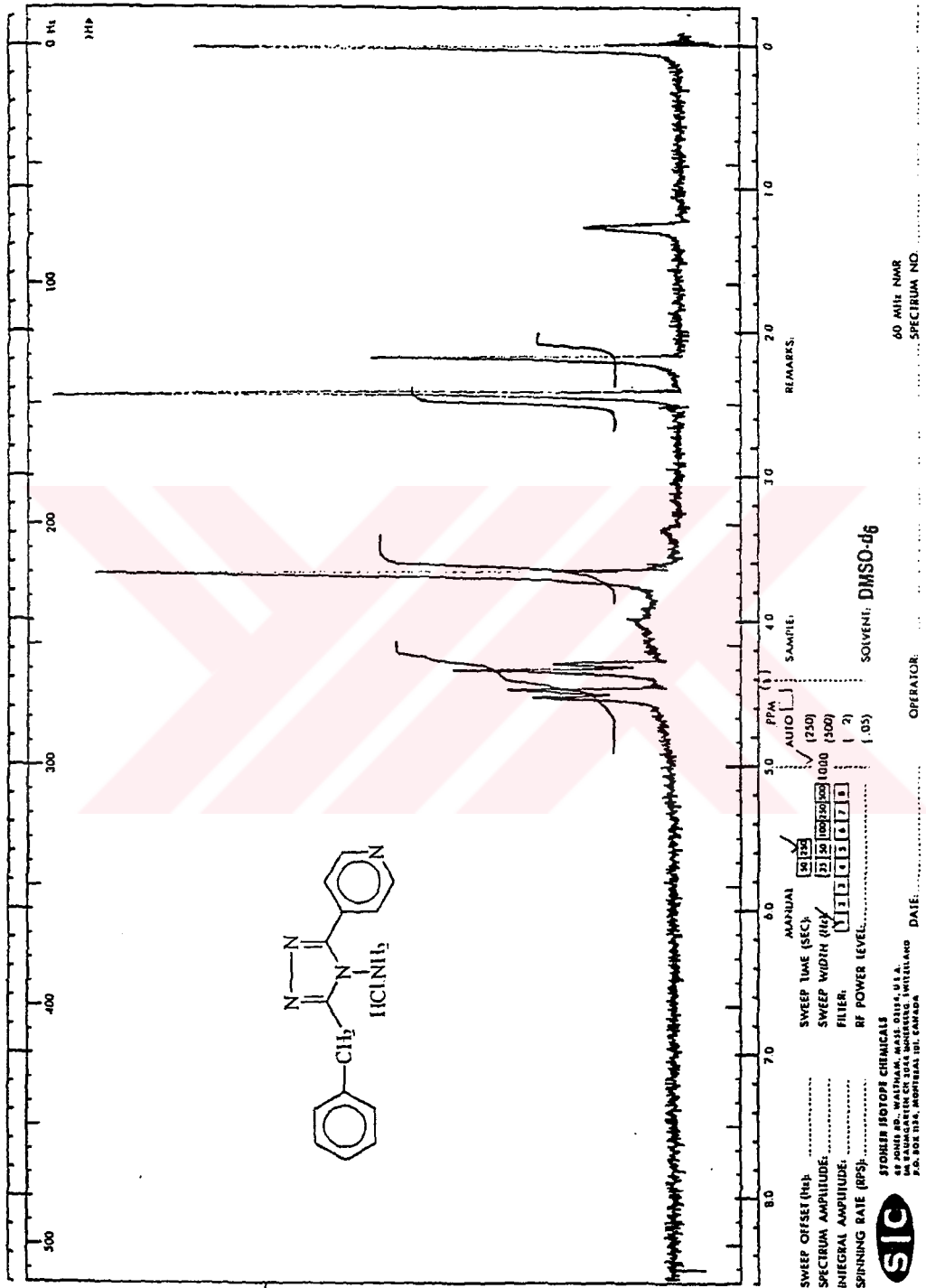
Ek Şekil 82. 88 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



60 MHz NMR
SPECTRUM NO.



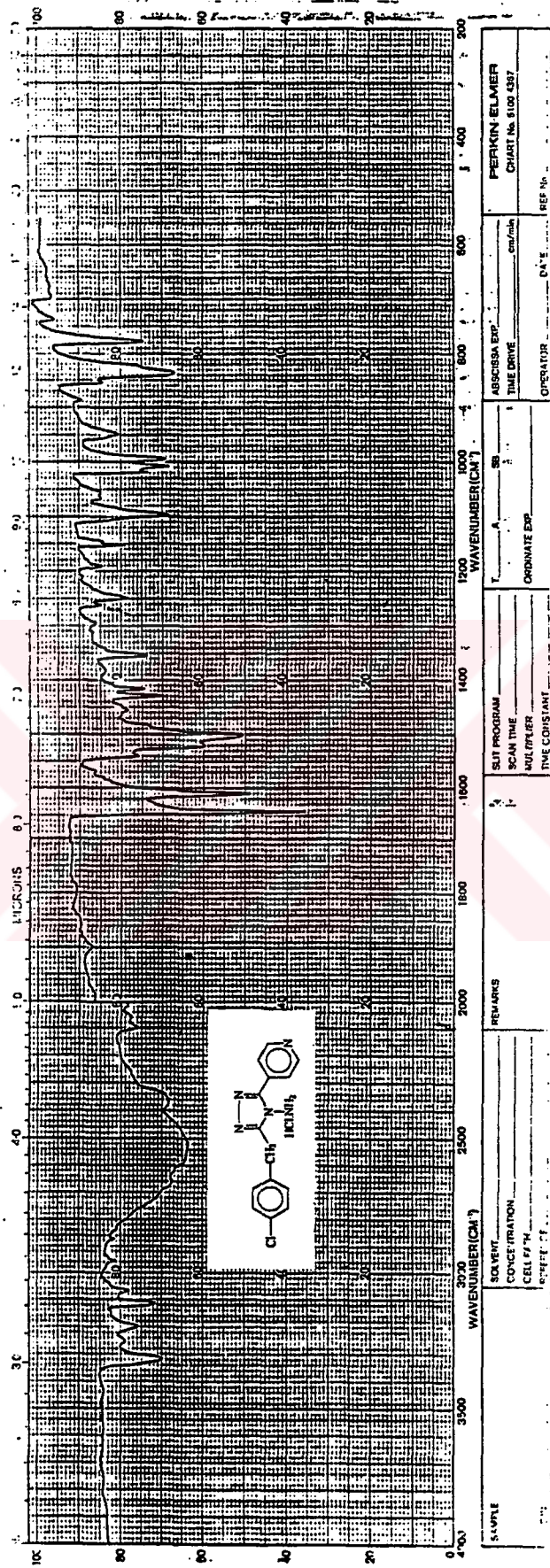
Ek Şekil 83. 89 Bileşiğinin IR Spektrumu



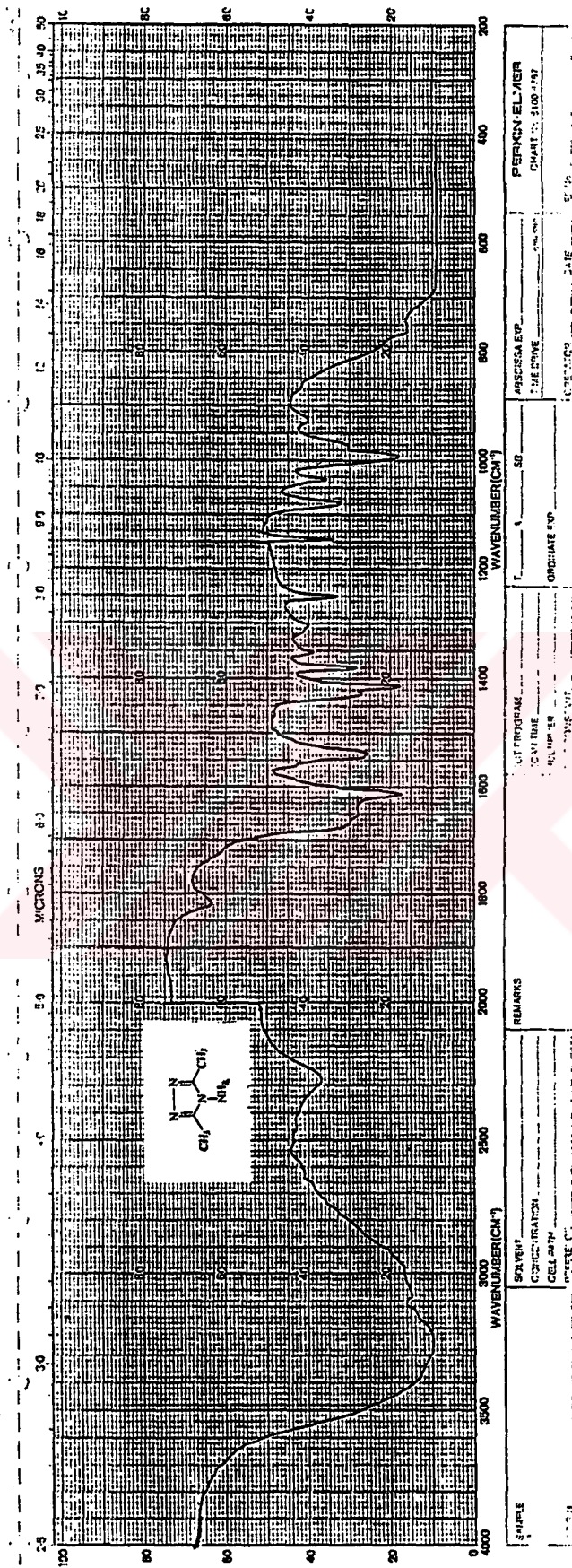
Ek Şekil 84. 89 Bileşiminin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



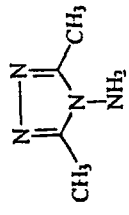
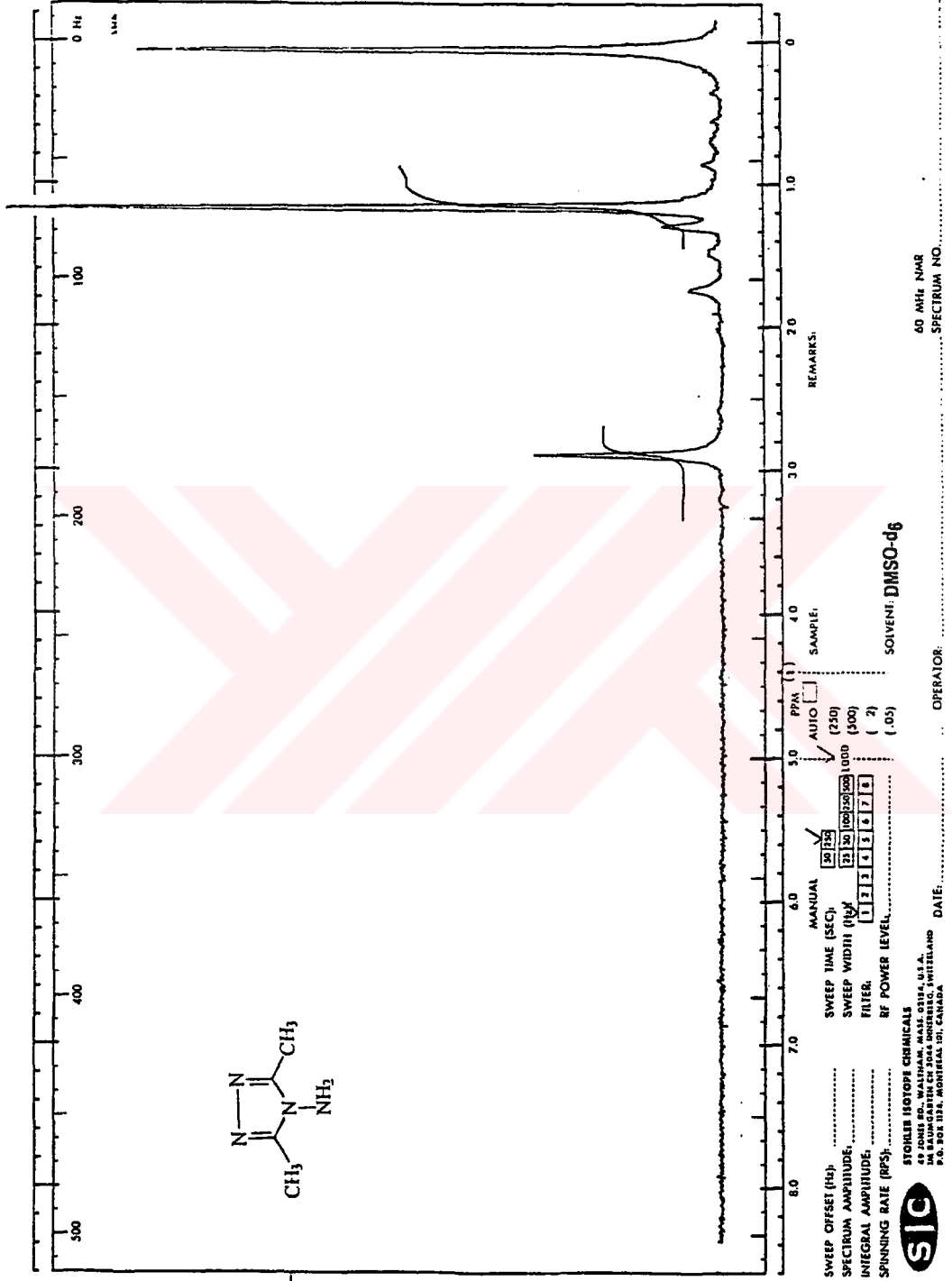
STORIER ISOTOPE CHEMICALS
 85 JOHN RD., WALTHAM, MASS. 01181, U.S.A.
 14 BANGOR RD. CT 06034 BANGOR, CONNECTICUT
 P.O. BOX 118, MONTREAL, PQ, CANADA



Ek Şekil 85. 90 Bileşiğinin IR Spektrumu



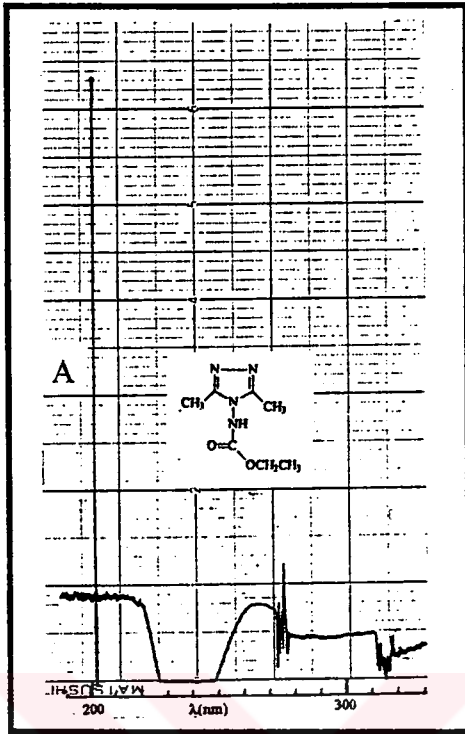
Ek Şekil 86. 91 Bileşiminin IR Spektrumu



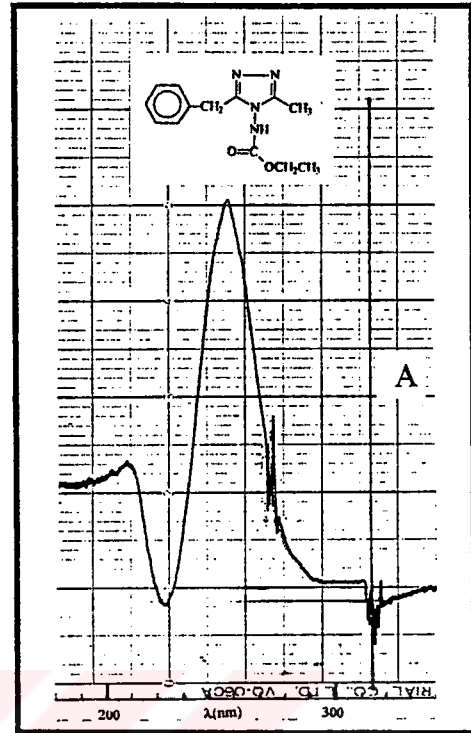
Ek Şekil 87. 91 Bileşinin ¹H NMR (DMSO-d₆) Spektrumu



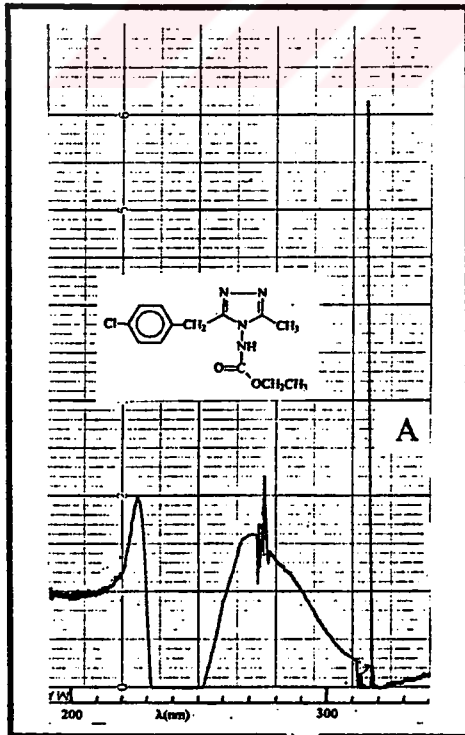
STORLER ISOTOPI CHEMICALS
69 JONES RD., WALTHAM, MASS 02154, U.S.A.
1000 UNIVERSITY AVENUE, MONTREAL, QUEBEC, CANADA
P.O. BOX 1054, MONTREAL, QUEBEC, CANADA



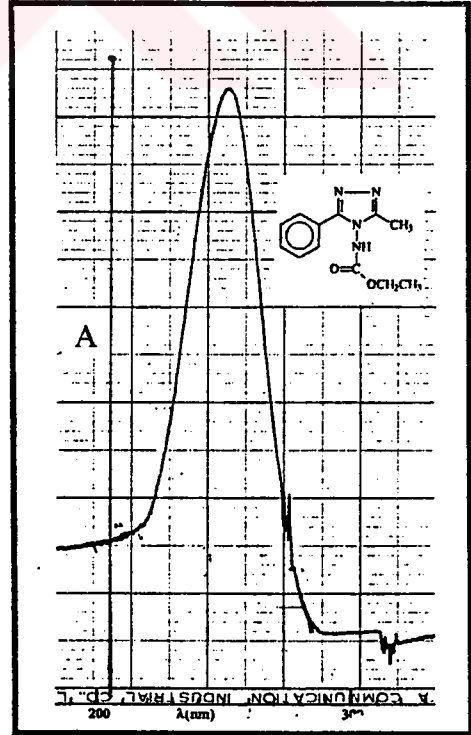
Ek Şekil 88. 40 Bileşiminin UV Spektrumu



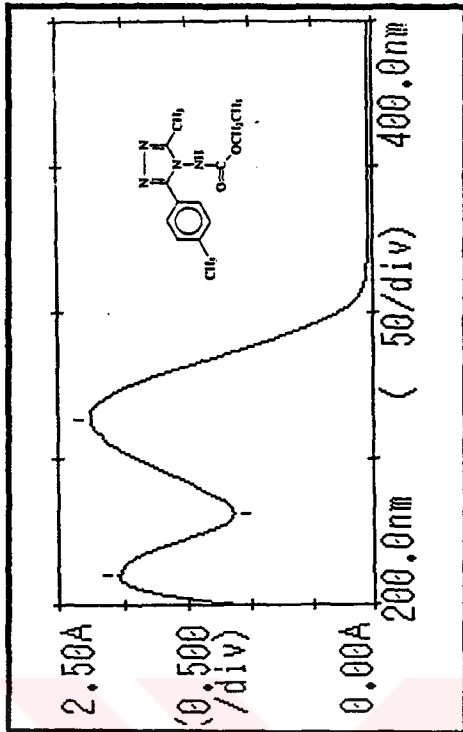
Ek Şekil 89. 41 Bileşiminin UV Spektrumu



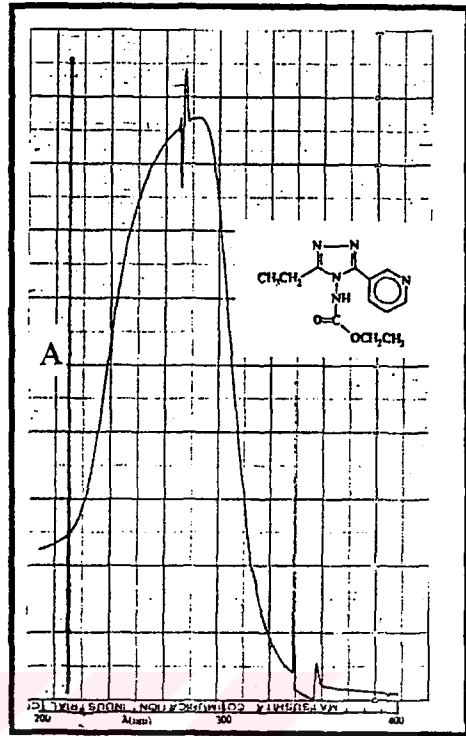
Ek Şekil 90. 42 Bileşiminin UV Spektrumu



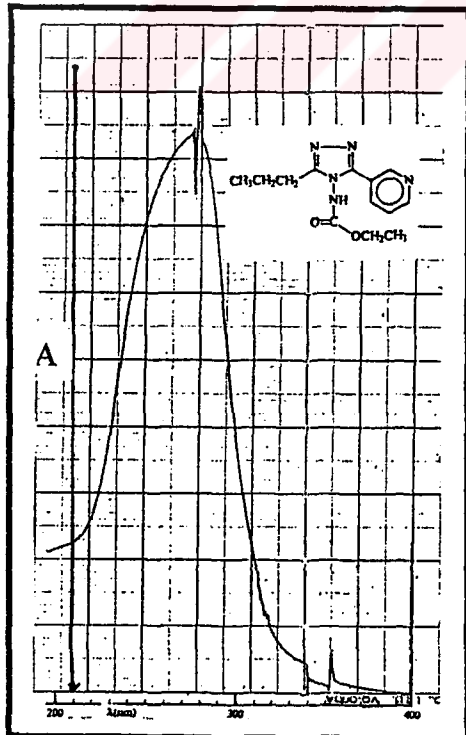
Ek Şekil 91. 43 Bileşiminin UV Spektrumu



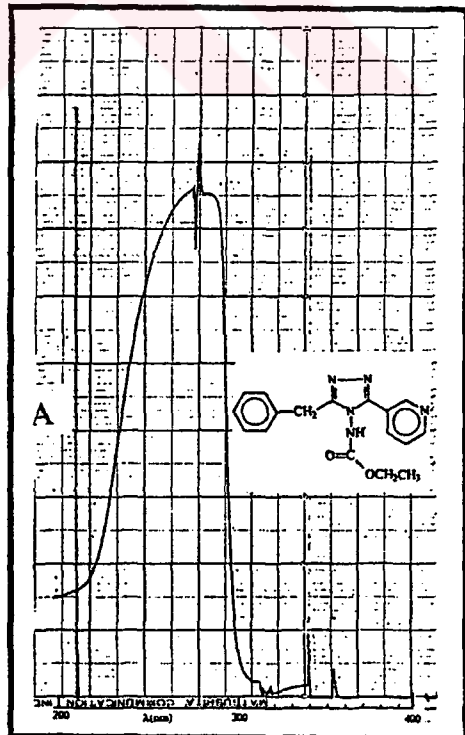
Ek Şekil 92. 44 Bileşiğinin UV Spektrumu



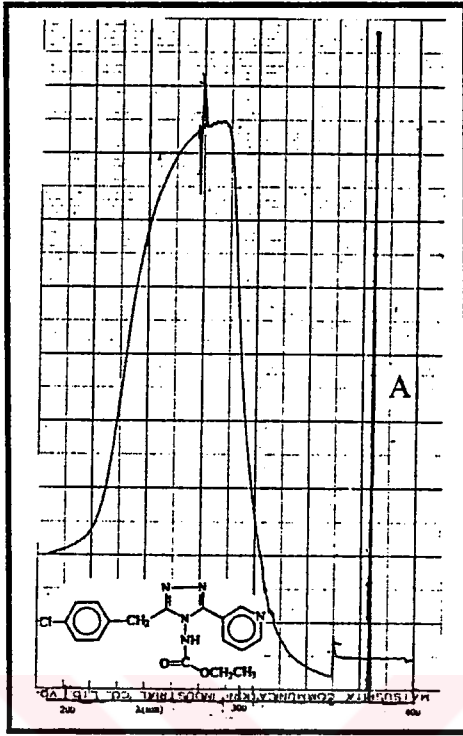
Ek Şekil 93. 46 Bileşiğinin UV Spektrumu



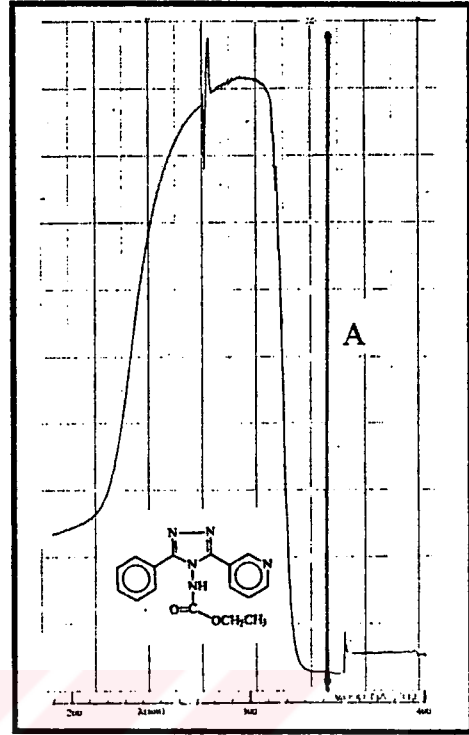
Ek Şekil 94. 47 Bileşiğinin UV Spektrumu



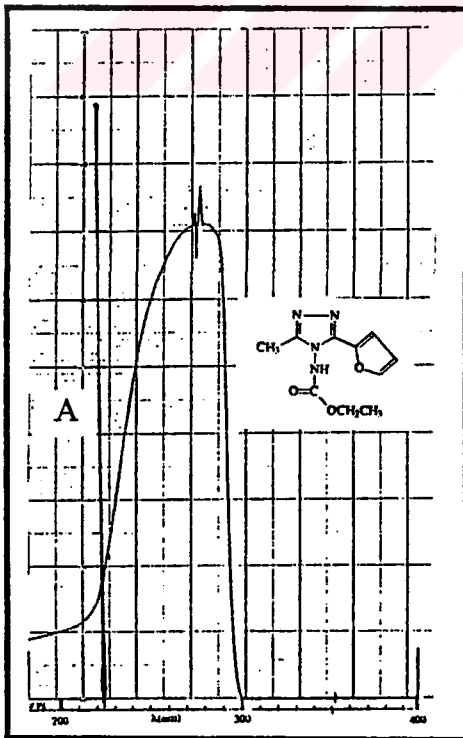
Ek Şekil 95. 48 Bileşiğinin UV Spektrumu



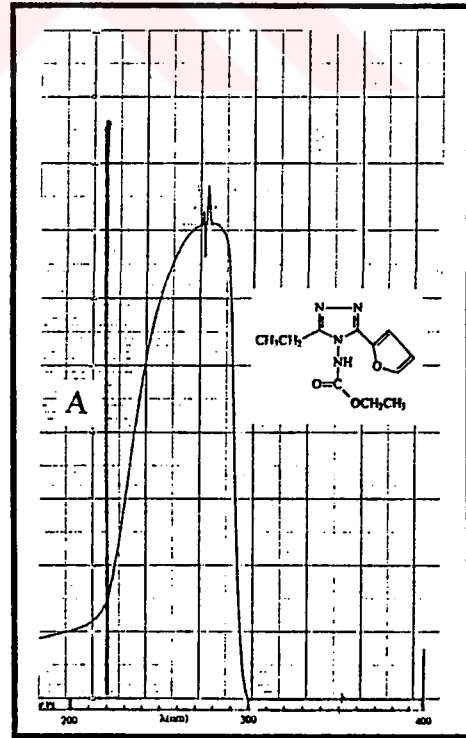
Ek Şekil 96. 49 Bileşiğinin UV Spektrumu



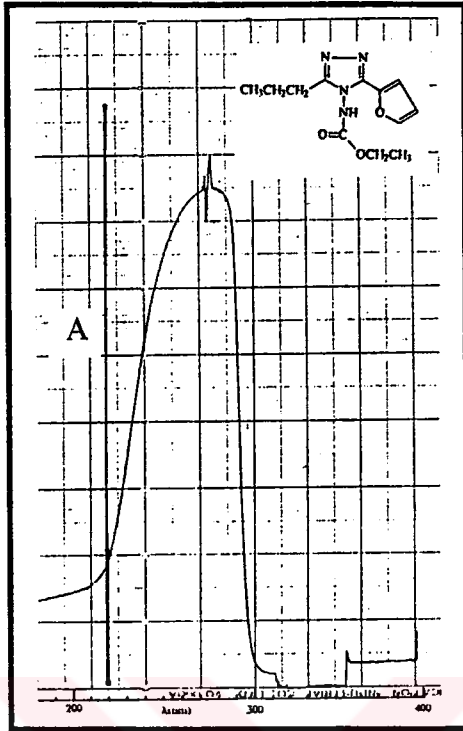
Ek Şekil 97. 50 Bileşiğinin UV Spektrumu



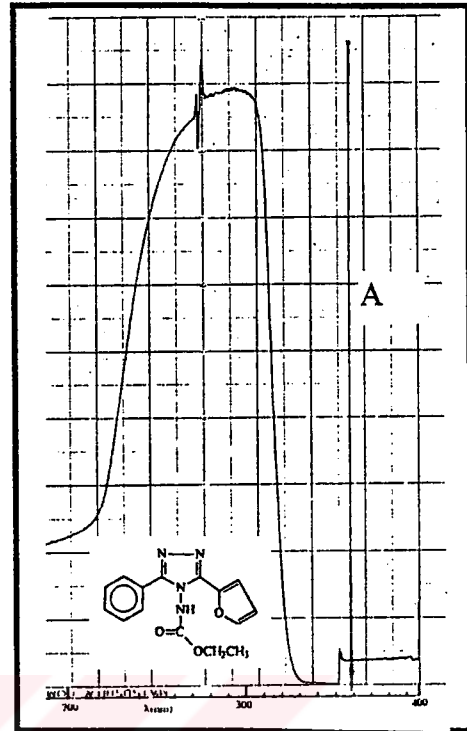
Ek Şekil 98. 52 Bileşiğinin UV Spektrumu



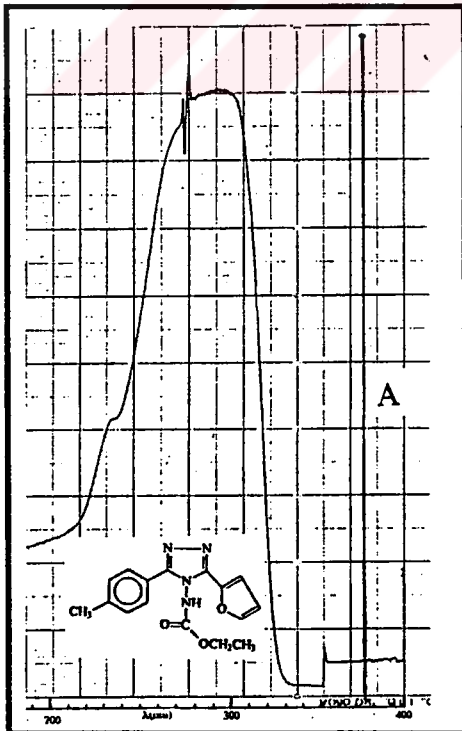
Ek Şekil 99. 53 Bileşiğinin UV Spektrumu



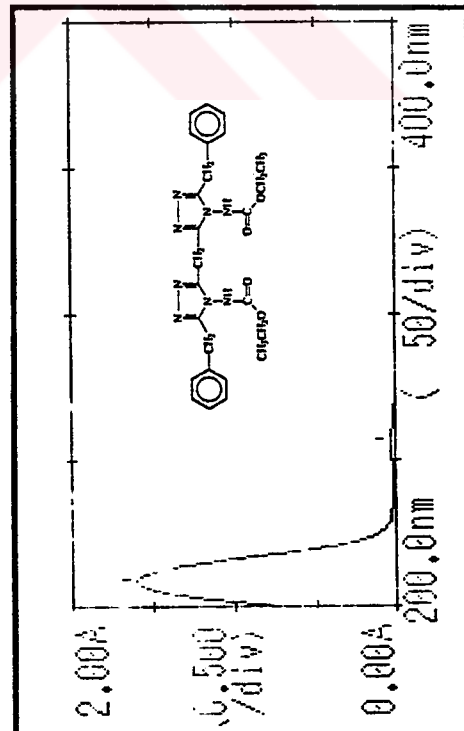
Ek Şekil 100. 54 Bileşiğinin UV Spektrumu



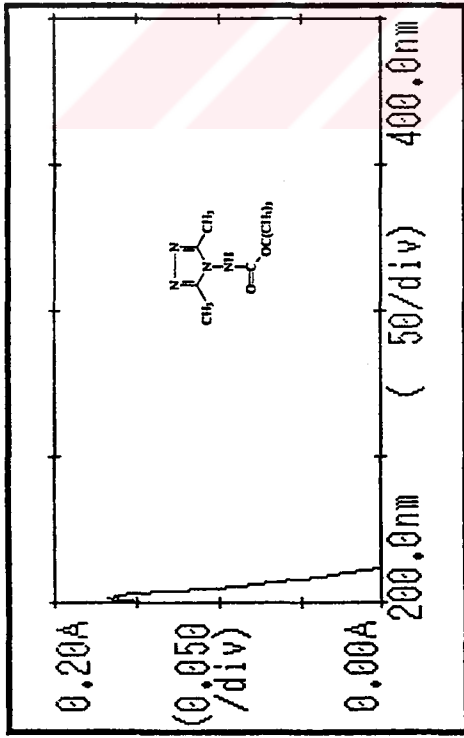
Ek Şekil 101. 55 Bileşiğinin UV Spektrumu



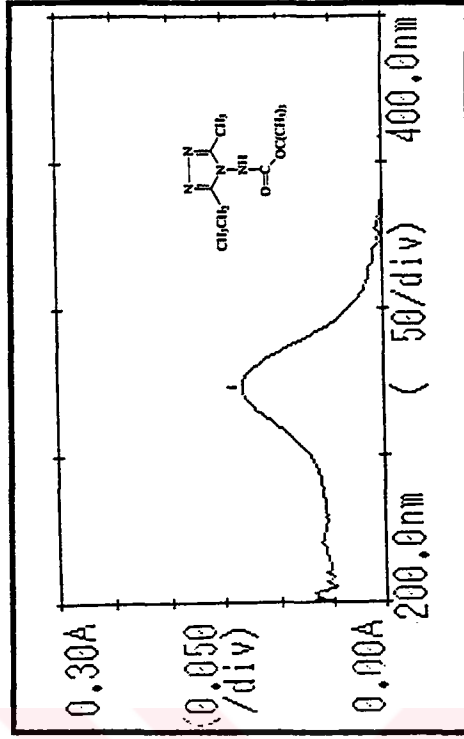
Ek Şekil 102. 56 Bileşiğinin UV Spektrumu



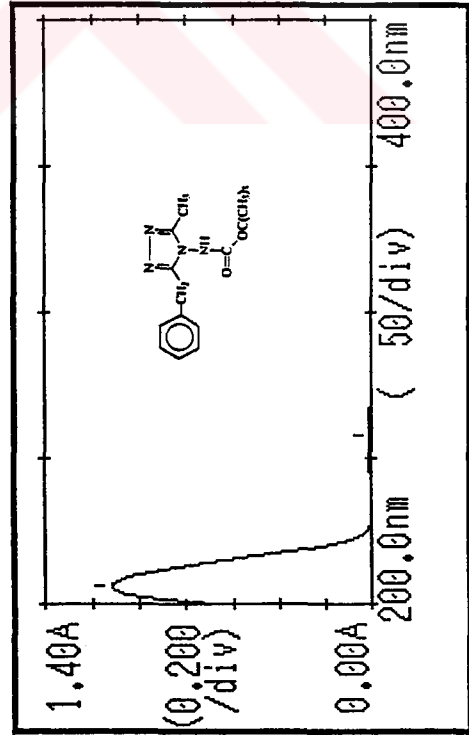
Ek Şekil 103. 58 Bileşiğinin UV Spektrumu



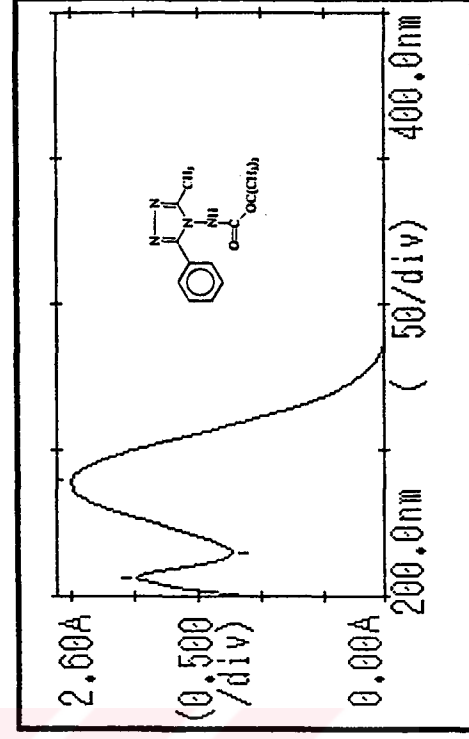
Ek Şekil 104. 61 Bileşiminin UV Spektrumu



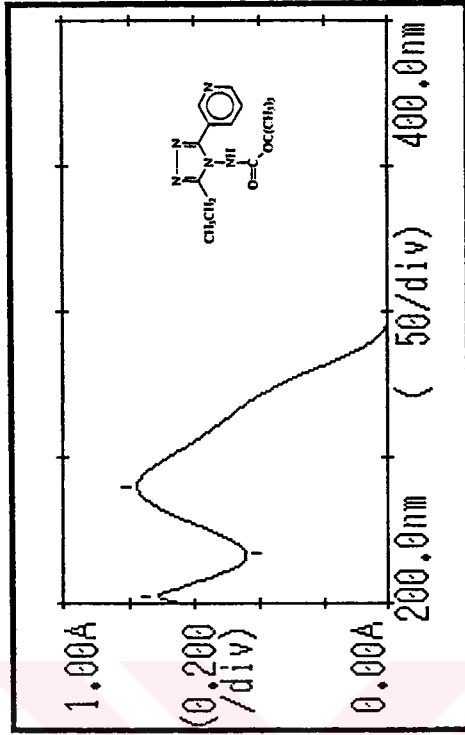
Ek Şekil 105. 62 Bileşiminin UV Spektrumu



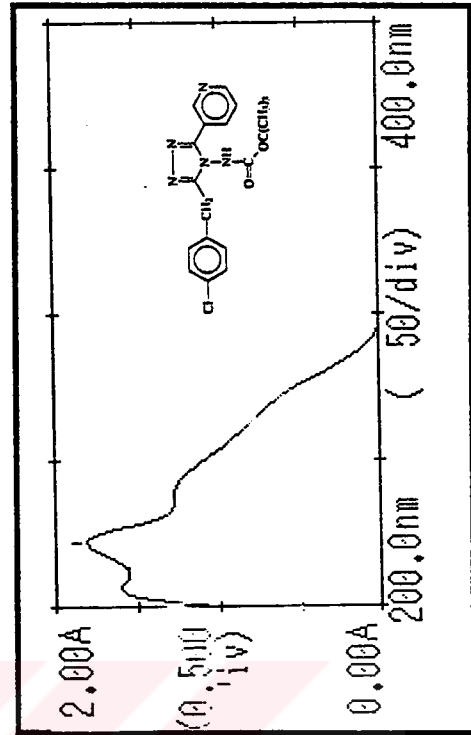
Ek Şekil 106. 63 Bileşiminin UV Spektrumu



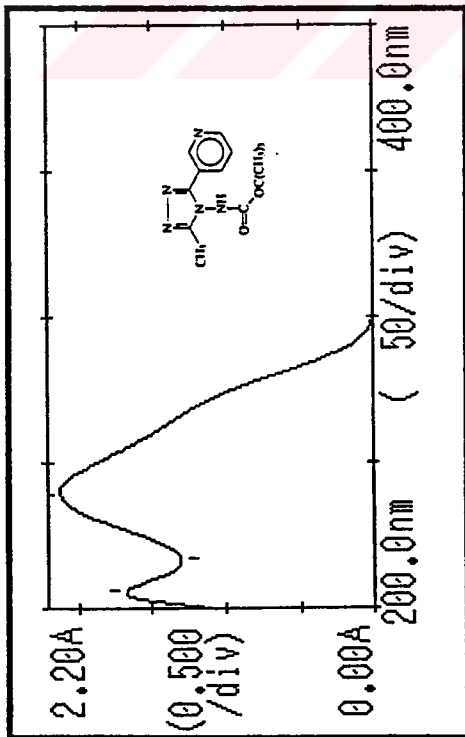
Ek Şekil 107. 64 Bileşiminin UV Spektrumu



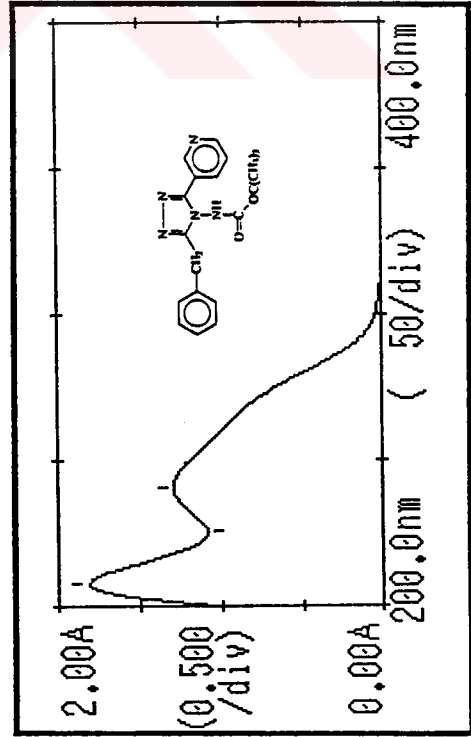
Ek Şekil 109. 67 Bileşiminin UV Spektrumu



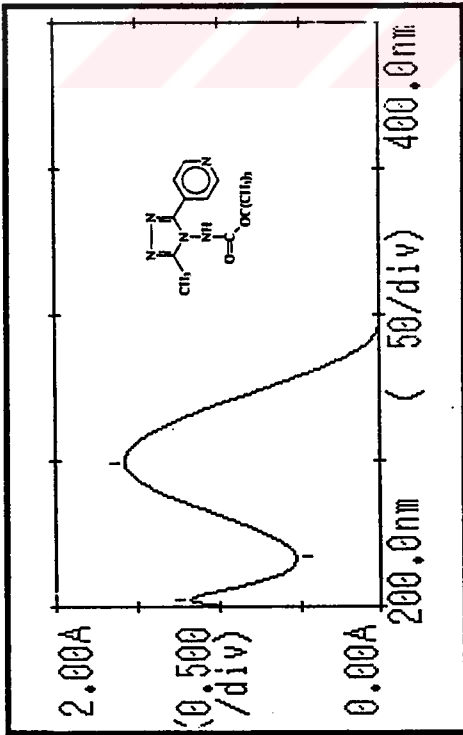
Ek Şekil 111. 69 Bileşiminin UV Spektrumu



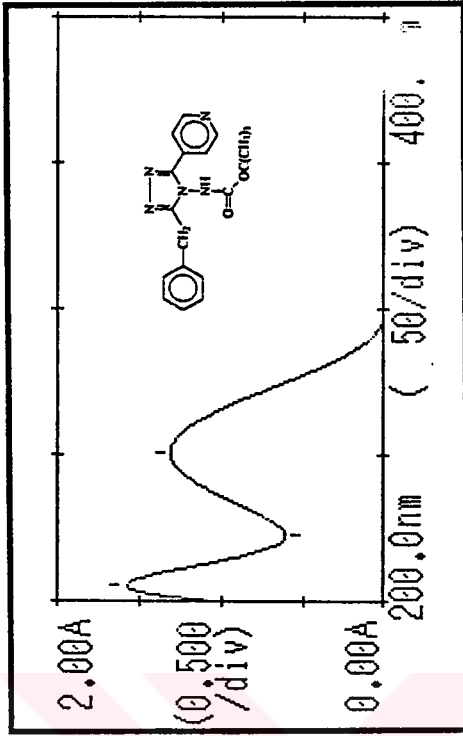
Ek Şekil 108. 66 Bileşiminin UV Spektrumu



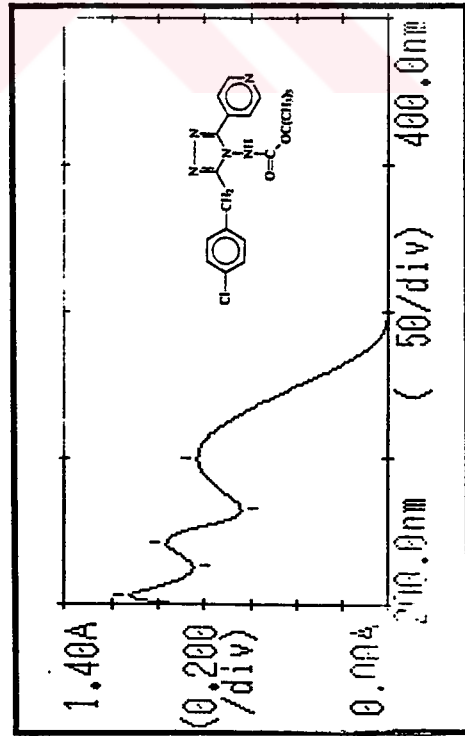
Ek Şekil 110. 68 Bileşiminin UV Spektrumu



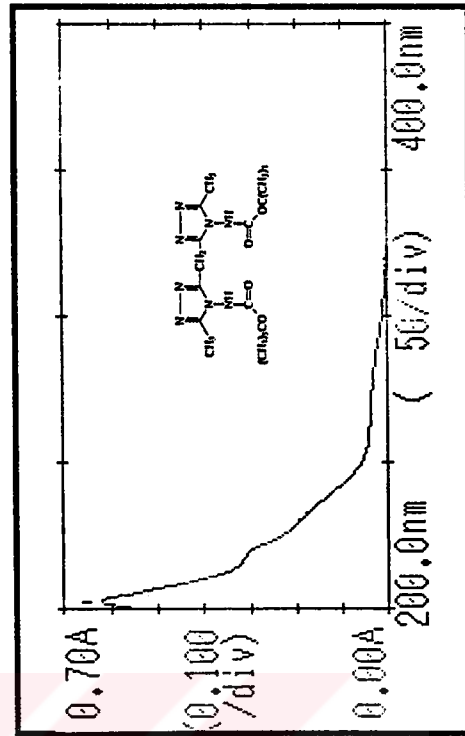
Ek Şekil 112. 71 Bileşiğinin UV Spektrumu



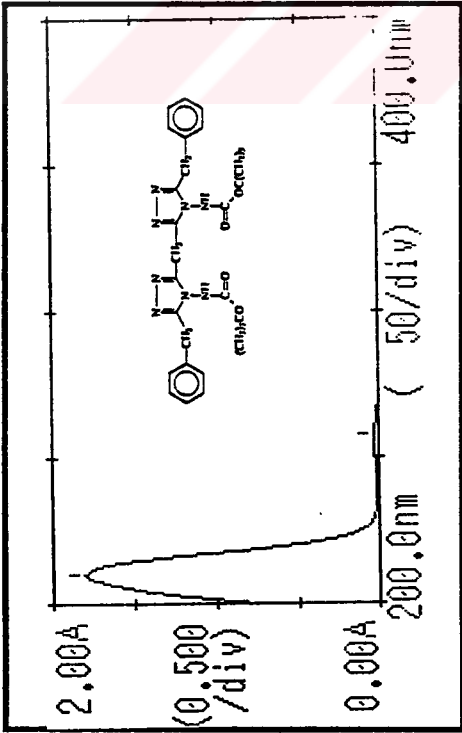
Ek Şekil 113. 72 Bileşiğinin UV Spektrumu



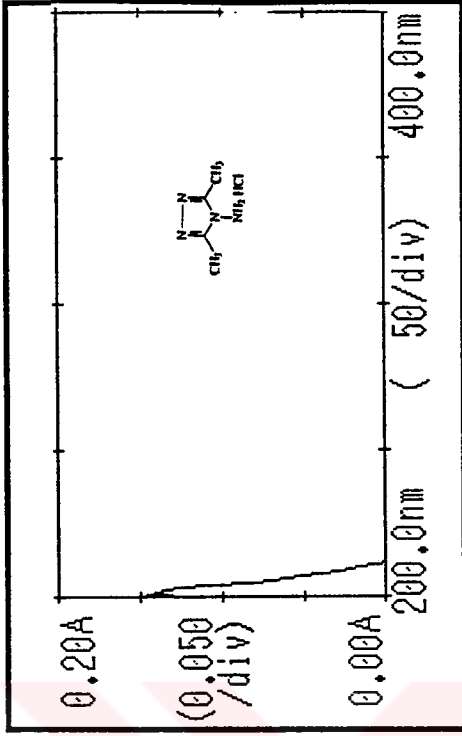
Ek Şekil 114. 73 Bileşiğinin UV Spektrumu



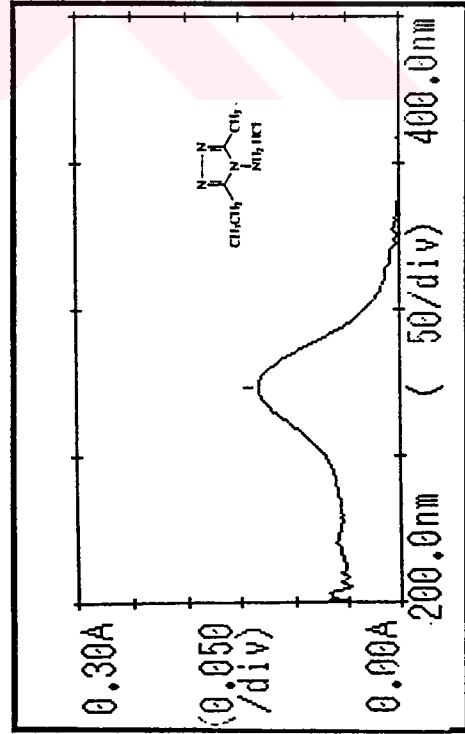
Ek Şekil 115. 75 Bileşiğinin UV Spektrumu



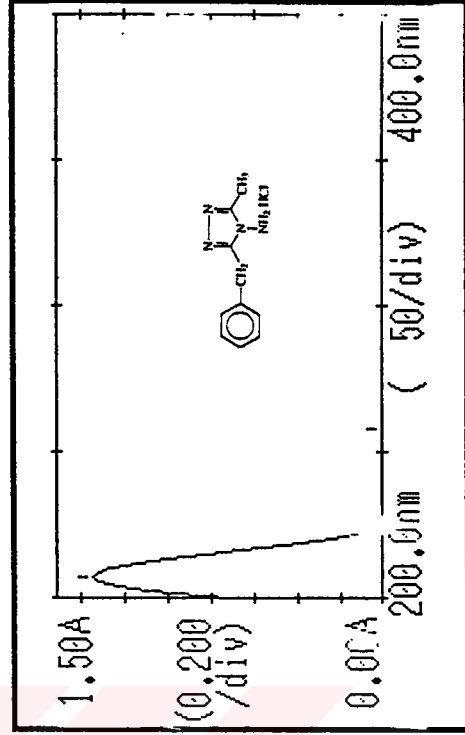
Ek Şekil 116. 76 Bileşiğinin UV Spektrumu



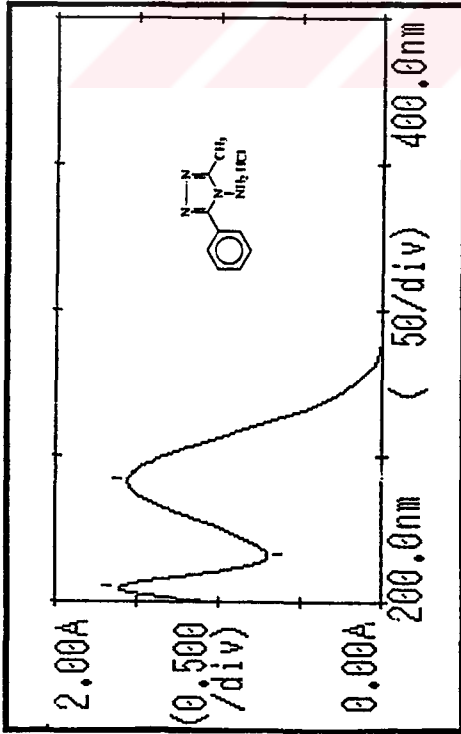
Ek Şekil 117. 80 Bileşiğinin UV Spektrumu



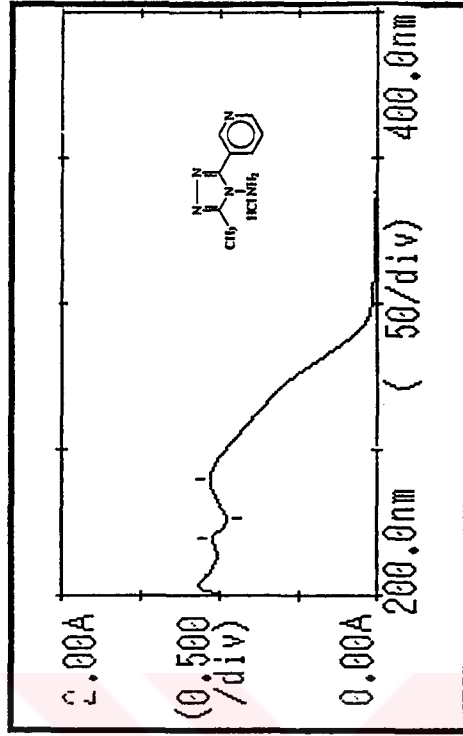
Ek Şekil 118. 81-Bileşiğinin UV Spektrumu



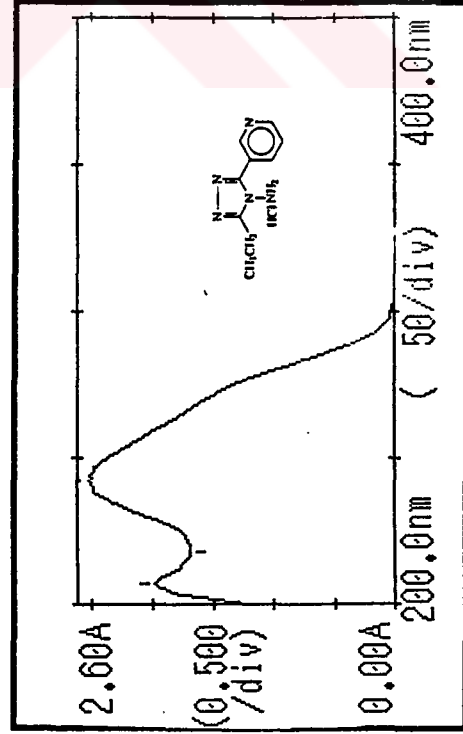
Ek Şekil 119. 82 Bileşiğinin UV Spektrumu



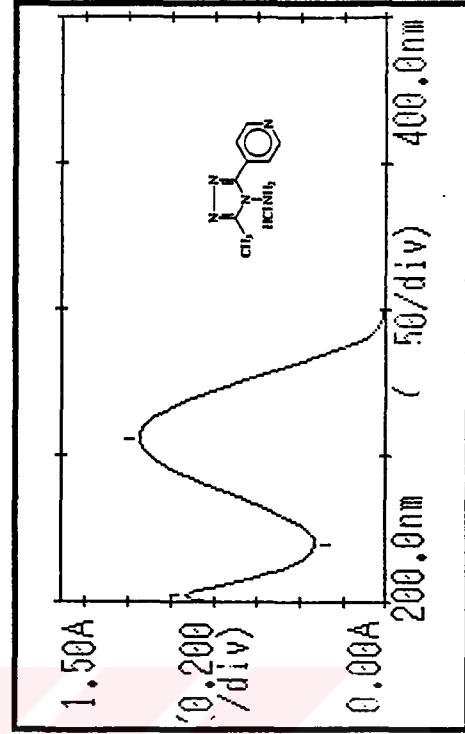
Ek Şekil 120. 83 Bileşiğinin UV Spektrumu



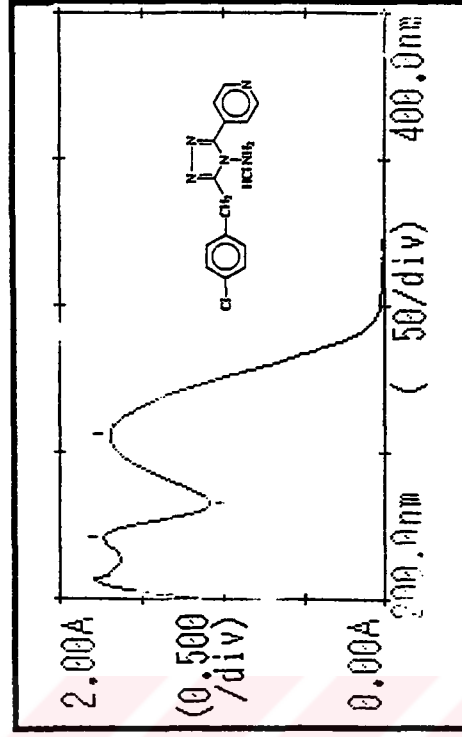
Ek Şekil 121. 85 Bileşiğinin UV Spektrumu



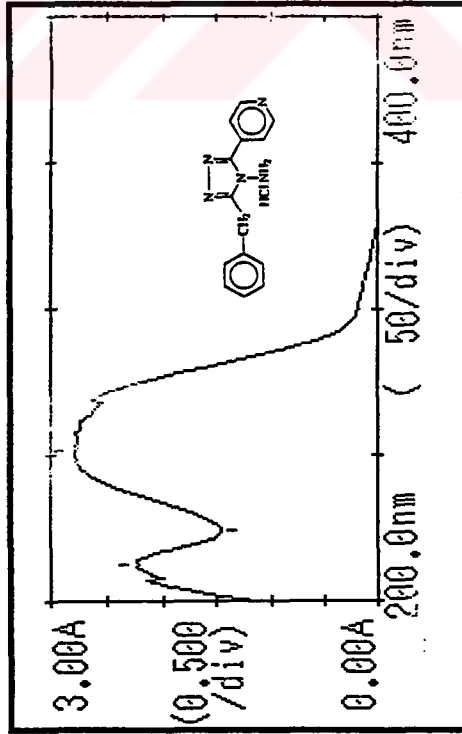
Ek Şekil 122. 86 Bileşiğinin UV Spektrumu



Ek Şekil 123. 88 Bileşiğinin UV Spektrumu



Ek Şekil 125. 90 Bileşiğinin UV Spektrumu



Ek Şekil 124. 89 Bileşiğinin UV Spektrumu

8. ÖZGEÇMİŞ

08.04.1963'de Trabzon'da doğdu. İlkokulu 27 Mayıs İlkokulunda, ortaokulu Trabzon Atatürk Ortaokulunda ve liseyi Affan Kitapçıođlu Lisesinde bitirdikten sonra 1980 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Temel Bilimler Fakültesi Kimyagerlik Bölümüne girdi. 1984 yılında bu bölümden mezun oldu.

12.11.1984'de K.T.Ü. Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Organik Kimya Anabilim Dalında Araştırma Görevlisi olarak göreve başladı. 1987 yılında K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsünde yüksek lisansını tamamladı. 1988 yılında aynı enstitünün Doktora programına kaydını yaptırdı. Halen K.T.Ü. Kimya Bölümü Organik Kimya Anabilim Dalında Araştırma Görevlisi olarak çalışmakta olup evli ve bir çocuk annesidir.

