

33712.

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ * FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI
KİMYA PROGRAMI

**BAZI 1,2,4-TRİAZOL BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ
VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

Kemal SANCAK

T.C. VİZEŞİİRETİM KURULU
BİMBİTASTAŞON MERKEZİ

**NİSAN-1994
TRABZON**

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ * FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI
KİMYA PROGRAMI

BAZI 1,2,4-TRİAZOL BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE
ÖZELLİKLERİİNİN İNCELENMESİ

Yük.Kimyager Kemal SANCAK

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünce
Doktor
Ünvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 07.04.1994
Tezin Sözlü Savunma Tarihi : 29.06.1994

Tezin Danışmanı : Prof.Dr. Aykut İKİZLER

Jüri Üyesi : Prof.Dr. Mustafa TOPRAK

Jüri Üyesi : Yrd.Doç.Dr. Nurettin YAYLI

Enstitü Müdürü : Prof.Dr.Temel SAVAŞCAN

NİSAN - 1994
TRABZON

ÖNSÖZ

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

Bazı 1,2,4-triazol türevlerinin sentezi ve özelliklerinin incelenmesini amaçlayan bu çalışmada, bazı 1,2,4-triazol ve 1,2,4-triazol-5-on sistemlerini içeren bileşiklerin sentezi yanında, bazı w,w' -Di-[3-alkil(aril)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on]-alkan tipi bileşikler sentezlenmiş, genel yöntemler niteliginde çeşitli yeni metodlar oluşturulmuş, bunlara ilişkin reaksiyon mekanizmaları önerilmiştir. Bu çerçevede sentezlenen 54 yeni bileşiğin ve literatürde kayıtlı 3 bileşiğin yapıları çeşitli spektroskopik yöntemler kullanılmak sureti ile aydınlatılmış ve çeşitli özellikleri incelenmiştir.

Çalışma süresince her safhada yardım ve alakalarını esirgemeyen tez danışmanım K.T.U Fatih Eğitim Fakültesi Dekanı, Organik Kimya Anabilim dalı başkanı değerli hocam Sayın Prof.Dr.Aykut İKİZLER'e ve Kimya Bölüm Başkanı hocam Sayın Prof.Dr.Aysun İKİZLER'e şükranlarımı sunarım.

NMR spektrumlarının çekilmesindeki katkılarından dolayı Dr.Serdar KARABÜCEK'e, formüllerin çizimi ve yazım sırasındaki yardımlarından dolayı Yrd.Doç.Nurettin YAYLI'ya ve Arş.Gör. İsmail DEĞIRMENCİOĞLU'na, teşekkür ederim.

NİSAN-1994

Kemal SANCAK

İÇİNDEKİLER

Sayfa no.

ÖNSÖZ.....	II
ÖZET.....	IX
SUMMARY.....	X
ŞEKİL LİSTESİ.....	XI
TABLO LİSTESİ.....	XIX
SEMBOL LİSTESİ.....	XXII
1. GİRİŞ.....	1
2. GENEL BİLGİLER.....	10
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	29
3.1 Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1) [3-Metil-4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on- 4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (25).....	32
3.2 3-Metil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [3-Etil-4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (26).....	32
3.3 Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1) [3-Etil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (27).....	33
3.4 3-Etil-4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on- 4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [3-n-propil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on- 4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (28).....	34
3.5 Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1) [3-n-propil-4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol- 5-on-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (29).....	35

3.6	3-Metil-4-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on [3-Benzil-4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (30).....	36
3.7	4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-Metil-4-(4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (32).....	37
3.8	4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-Etil-4-(4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (33).....	37
3.9	4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-n-propil-4-(4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (34).....	38
3.10	4-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-Benzil-4-(4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (35)	39
3.11	4-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-Fenil-4-(4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (36).....	39
3.12	3,5-Dimetil-4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-Metil-4-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (38).....	40

3.13	3,5-Dimetil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-Etil-4-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (39).....	40
3.14	3,5-Dimetil-4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-n-propil-4-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (40).....	41
3.15	3,5-Dietil-4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-Metil-4-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (42).....	42
3.16	3,5-Dietil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-Etil-4-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (43).....	42
3.17	3,5-Dietil-4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-n-propil-4-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (44).....	43
3.18	3,5-Dietil-4-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-Benzil-4-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (45).....	44
3.19	3,5-Dietil-4-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol [3-Fenil-4-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (46).....	44

3.20	3-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-1H- 1,2,4-triazol [3-Metil-4-(1H-1,2,4-triazol-3-i1)-4,5-dihidro-1H- 1,2,4-triazol-5-on] (49).....	45
3.21	3-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-1H- 1,2,4-trizol [3-Etil-4-(1H-1,2,4-triazol-3-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4- triazol-5-on] (50).....	45
3.22	3-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)- 1H-1,2,4-triazol [3-n-propil-4-(1H-1,2,4-triazol-3-i1)-4,5-dihidro-1H- 1,2,4-triazol-5-on] (51).....	46
3.23	3-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-1H- 1,2,4-triazol [3-Fenil-4-(1H-1,2,4-triazol-3-i1)-4,5-dihidro-1H- 1,2,4-triazol-5-on] (52).....	47
3.24	1,4-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-butan (55).....	47
3.25	1,4-Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-butan (56).....	48
3.26	1,4-Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-butan (57).....	48
3.27	1,4-Di-(3-i-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-butan (58).....	49
3.28	1,4-Di-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-butan (59).....	50
3.29	1,4-Di-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-butan (60).....	50
3.30	1,4-Di-(3-p-tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-butan (61).....	51

3.31	1,5-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-pentan (63).....	51
3.32	1,6-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-hekzan (65).....	52
3.33	1,6-Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-hekzan (66).....	52
3.34	1,6-Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on- 4-i1)-hekzan (67).....	53
3.35	1,6-Di-(3-i-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on- 4-i1)-hekzan (68).....	53
3.36	1,6-Di-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-hekzan (69).....	54
3.37	1,6-Di-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-hekzan (70).....	55
3.38	1,6-Di-(3-p-tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-hekzan (71).....	55
3.39	1,8-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-oktan (73).....	56
3.40	1,8-Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-oktan (74).....	56
3.41	1,8-Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on- 4-i1)-oktan (75).....	57
3.42	1,8-Di-(3-i-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on- 4-i1)-oktan (76).....	57
3.43	1,8-Di-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-oktan (77).....	58
3.44	1,8-Di-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4- i1)-oktan (78).....	59
3.45	1,8-Di-(3-p-tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on- 4-i1)-oktan (79).....	59

3.46	1,9-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-nonan (81).....	60
3.47	1,12-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (83).....	60
3.48	1,12-Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (84).....	61
3.49	1,12-Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (85).....	61
3.50	1,12-Di-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (86).....	62
3.51	1,12-Di-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (87).....	63
3.52	Di-(1,3-dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il) [1,3-Dimetil-4-(1,3-dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (90)....	63
3.53	1,4-Di-(1,3-dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (91).....	64
3.54	1,6-Di-(1,3-dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (92).....	64
3.55	1,6-Di-(1-Metil-3-p-tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (93).....	65
3.56	1,8-Di-(1,3-Dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (94).....	66
3.57	1,12-Di-(1,3-Dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (95).....	66
4.	SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	68
5.	KAYNAKLAR.....	98
6.	EKLER.....	105
	ÖZGEÇMİŞ.....	300

ÖZET

Bu çalışmada bazı 1,2,4-triazol türevlerinin sentezi ve özellikle-rinin incelenmesi amaçlanmıştır. Öncelikle gerekli başlangıç maddeleri olan ester etoksikarbonilhidrazonlar sentezlenmiş ve bu çerçevede ester etoksikarbonilhidazon'ların bazı 3-substitue-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on, 3,5-disubstitue-4-amino-1,2,4-triazol ve 4-amino-1,2,4-triazol bileşikleri ile ayrı ayrı muamelesinden bazı N,N'-bağlı biheteroaryl sistemlerinin sentezi gerçekleştirılmıştır. Bu bölümde bir genel yöntem oluşturmak üzere beş yeni metod geliştirilmiştir. Ayrıca ester etoksikarbonilhidazon'ların 3-amino-1H-1,2,4-triazol ile reaksiyonundan C-N bağlı biheteroaryl sistemleri oluşturulmuştur. Di-(3-Alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-alkan tipi bileşiklerin sentezi amacıyla değişik alifatik diaminer ile ester etoksikarbonilhidazonlar reaksiyona sokulmuş ve bu tipten bileşiklerin sentezi için genel yöntemler oluşturulmuştur. Çalışmanın son bölümünde ise sentezlenen bazı bileşiklerin ilaveten N-Metillendirme reaksiyonları incelenmiştir. Sonuç olarak 3 'ü literatürde kayıtlı 54'ü yeni olmak üzere toplam 57 bileşliğin sentezi gerçekleştirılmıştır.

Çalışmada elde edilen bileşiklerin yapılarının aydınlatılması için mikroanaliz, IR ve $^1\text{H-NMR}$ spektroskopisi yöntemleri kullanılmıştır. Bu amaçla elde edilen tüm bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ spektrumları asidik ve nötral çözücülerde alınmış ve kimyasal kayma değerlerindeki farklılıkların açıklamaları yapılmıştır. Elde edilen bileşiklerin UV spektrumları alınmış ve ortaya çıkan veriler saptanmış ayrıca bu bileşiklerle ilgili bazı fiziksel özellikler belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Ester etoksikarbonilhidazon, 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on, 4H-1,2,4-triazol, 1H-1,2,4-triazol, diamin .

SUMMARY

In this study, it was aimed to synthesize some 1,2,4-triazole derivatives and to examine their properties. First of all, ester carbethoxyhydrazone which were the required starting materials were synthesized and, within this scope, syntheses of some N,N'-linked biheteroaryl systems were succeeded separately by treating the ester ethoxycarbonylhydrazone with some 3-substituted-4-amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, 3,5-disubstituted-4-amino-4H-1,2,4-triazoles and 4-amino-4H-1,2,4-triazole. In this section, five new methods have been developed for constituting a general procedure. Also some C-N linked biheteroaryl systems were formed by the reaction of the ester ethoxycarbonylhydrazone with 3-amino-1H-1,2,4-triazole. Various aliphatic diamines were reacted with the ester ethoxycarbonylhydrazone to synthesize Di-(3-alkyl-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazole-5-one-4-y1)-alkane type compounds and general synthesis procedures for this type were organized. Additionally, in the last section of the work, N-methylation reaction of some newly synthesized compounds were examined. As a result 57 new compounds of which 3 were reported earlier were synthesized.

Combustion analysis, IR and ¹H-NMR spectroscopic techniques were utilized for identification of the compounds obtained in this work. ¹H-NMR spectra of all compounds synthesized were taken in acidic and neutral solvents and explanations in the differences of chemical shifts data were made. Moreover, UV spectra of these compounds were analyzed and some spectral parameters were determined.

Keywords: Ester ethoxycarbonylhydrazone, 4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazole-5-one, 4H-1,2,4-triazole, 1H-1,2,4-triazole, diamine .

ŞEKİL LİSTESİSayfa no.

Şekil 1 :	25 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	106
Şekil 2 :	25 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	107
Şekil 3 :	26 bileşığının IR spektrumu.....	108
Şekil 4 :	26 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	109
Şekil 5 :	26 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	110
Şekil 6 :	27 bileşığının IR spektrumu.....	111
Şekil 7 :	27 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	112
Şekil 8 :	27 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	113
Şekil 9 :	28 bileşığının IR spektrumu.....	114
Şekil 10 :	28 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	115
Şekil 11 :	28 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	116
Şekil 12 :	29 bileşığının IR spektrumu.....	117
Şekil 13 :	29 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	118
Şekil 14 :	29 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	119
Şekil 15 :	30 bileşığının IR spektrumu.....	120
Şekil 16 :	30 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	121
Şekil 17 :	30 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	122
Şekil 18 :	32 bileşığının IR spektrumu.....	123
Şekil 19 :	32 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	124
Şekil 20 :	32 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	125
Şekil 21 :	33 bileşığının IR spektrumu.....	126
Şekil 22 :	33 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	127
Şekil 23 :	33 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	128
Şekil 24 :	34 bileşığının IR spektrumu.....	129
Şekil 25 :	34 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	130

Şekil 26 :	34 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	131
Şekil 27 :	35 bileşığının IR spektrumu.....	132
Şekil 28 :	35 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	133
Şekil 29 :	35 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	134
Şekil 30 :	36 bileşığının IR spektrumu.....	135
Şekil 31 :	36 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	136
Şekil 32 :	36 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	137
Şekil 33 :	38 bileşığının IR spektrumu.....	138
Şekil 34 :	38 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	139
Şekil 35 :	38 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	140
Şekil 36 :	39 bileşığının IR spektrumu.....	141
Şekil 37 :	39 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	142
Şekil 38 :	39 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	143
Şekil 39 :	40 bileşığının IR spektrumu.....	144
Şekil 40 :	40 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	145
Şekil 41 :	40 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	146
Şekil 42 :	42 bileşığının IR spektrumu.....	147
Şekil 43 :	42 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	148
Şekil 44 :	42 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	149
Şekil 45 :	43 bileşığının IR spektrumu.....	150
Şekil 46 :	43 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	151
Şekil 47 :	43 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	152
Şekil 48 :	44 bileşığının IR spektrumu.....	153
Şekil 49 :	44 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	154
Şekil 50 :	44 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	155
Şekil 51 :	45 bileşığının IR spektrumu.....	156
Şekil 52 :	45 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	157
Şekil 53 :	45 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	158
Şekil 54 :	46 bileşığının IR spektrumu.....	159
Şekil 55 :	46 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	160

Şekil 56 :	46 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu.....	161
Şekil 57 :	49 bileşığının IR spektrumu.....	162
Şekil 58 :	49 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) spektrumu.....	163
Şekil 59 :	49 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu.....	164
Şekil 60 :	50 bileşığının IR spektrumu.....	165
Şekil 61 :	50 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) spektrumu.....	166
Şekil 62 :	50 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu.....	167
Şekil 63 :	51 bileşığının IR spektrumu.....	168
Şekil 64 :	51 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) spektrumu.....	169
Şekil 65 :	51 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu.....	170
Şekil 66 :	52 bileşığının IR spektrumu.....	171
Şekil 67 :	52 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) spektrumu.....	172
Şekil 68 :	52 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu.....	173
Şekil 69 :	55 bileşığının IR spektrumu.....	174
Şekil 70 :	55 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu.....	175
Şekil 71 :	56 bileşığının IR spektrumu.....	176
Şekil 72 :	56 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu.....	177
Şekil 73 :	57 bileşığının IR spektrumu.....	178
Şekil 74 :	57 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) spektrumu.....	179
Şekil 75 :	57 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu.....	180
Şekil 76 :	58 bileşığının IR spektrumu.....	181
Şekil 77 :	58 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) spektrumu.....	182
Şekil 78 :	58 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu.....	183
Şekil 79 :	59 bileşığının IR spektrumu.....	184
Şekil 80 :	59 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) spektrumu.....	185
Şekil 81 :	59 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu.....	186
Şekil 82 :	60 bileşığının IR spektrumu.....	187
Şekil 83 :	60 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) spektrumu.....	188
Şekil 84 :	60 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu.....	189
Şekil 85 :	61 bileşığının IR spektrumu.....	190

Şekil 86 :	61 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	191
Şekil 87 :	61 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	192
Şekil 88 :	63 bileşığının IR spektrumu.....	193
Şekil 89 :	63 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	194
Şekil 90 :	63 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	195
Şekil 91 :	65 bileşığının IR spektrumu.....	196
Şekil 92 :	65 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	197
Şekil 93 :	65 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	198
Şekil 94 :	66 bileşığının IR spektrumu.....	199
Şekil 95 :	66 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	200
Şekil 96 :	66 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	201
Şekil 97 :	67 bileşığının IR spektrumu.....	202
Şekil 98 :	67 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	203
Şekil 99 :	67 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	204
Şekil 100 :	68 bileşığının IR spektrumu.....	205
Şekil 101 :	68 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	206
Şekil 102 :	68 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	207
Şekil 103 :	69 bileşığının IR spektrumu.....	208
Şekil 104 :	69 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	209
Şekil 105 :	69 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	210
Şekil 106 :	70 bileşığının IR spektrumu.....	211
Şekil 107 :	70 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	212
Şekil 108 :	70 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	213
Şekil 109 :	71 bileşığının IR spektrumu.....	214
Şekil 110 :	71 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	215
Şekil 111 :	71 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	216
Şekil 112 :	73 bileşığının IR spektrumu.....	217
Şekil 113 :	73 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	218
Şekil 114 :	73 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	219
Şekil 115 :	74 bileşığının IR spektrumu.....	220

Şekil 116 : 74 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu.....	221
Şekil 117 : 74 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	222
Şekil 118 : 75 bileşığının IR spektrumu.....	223
Şekil 119 : 75 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu.....	224
Şekil 120 : 75 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	225
Şekil 121 : 76 bileşığının IR spektrumu.....	226
Şekil 122 : 76 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu.....	227
Şekil 123 : 76 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	228
Şekil 124 : 77 bileşığının IR spektrumu.....	229
Şekil 125 : 77 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu.....	230
Şekil 126 : 77 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	231
Şekil 127 : 78 bileşığının IR spektrumu.....	232
Şekil 128 : 78 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu.....	233
Şekil 129 : 78 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	234
Şekil 130 : 79 bileşığının IR spektrumu.....	235
Şekil 131 : 79 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu.....	236
Şekil 132 : 79 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	237
Şekil 133 : 81 bileşığının IR spektrumu.....	238
Şekil 134 : 81 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu.....	239
Şekil 135 : 81 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	240
Şekil 136 : 83 bileşığının IR spektrumu.....	241
Şekil 137 : 83 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu.....	242
Şekil 138 : 83 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	243
Şekil 139 : 84 bileşığının IR spektrumu.....	244
Şekil 140 : 84 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu.....	245
Şekil 141 : 84 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	246
Şekil 142 : 85 bileşığının IR spektrumu.....	247
Şekil 143 : 85 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu.....	248
Şekil 144 : 85 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu.....	249
Şekil 145 : 86 bileşığının IR spektrumu.....	250

Şekil 146 :	86 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	251
Şekil 147 :	86 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	252
Şekil 148 :	87 bileşığının IR spektrumu.....	253
Şekil 149 :	87 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	254
Şekil 150 :	87 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	255
Şekil 151 :	90 bileşığının IR spektrumu.....	256
Şekil 152 :	90 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	257
Şekil 153 :	90 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	258
Şekil 154 :	91 bileşığının IR spektrumu.....	259
Şekil 155 :	91 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	260
Şekil 156 :	91 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	261
Şekil 157 :	92 bileşığının IR spektrumu.....	262
Şekil 158 :	92 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	263
Şekil 159 :	92 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	264
Şekil 160 :	93 bileşığının IR spektrumu.....	265
Şekil 161 :	93 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	266
Şekil 162 :	93 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	267
Şekil 163 :	94 bileşığının IR spektrumu.....	268
Şekil 164 :	94 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	269
Şekil 165 :	94 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	270
Şekil 166 :	95 bileşığının IR spektrumu.....	271
Şekil 167 :	95 bileşığının $^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ spektrumu.....	272
Şekil 168 :	95 bileşığının $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu.....	273
Şekil 169 :	26 bileşığının UV spektrumu.....	274
Şekil 170 :	27 bileşığının UV spektrumu.....	274
Şekil 171 :	28 bileşığının UV spektrumu.....	275
Şekil 172 :	29 bileşığının UV spektrumu.....	275
Şekil 173 :	30 bileşığının UV spektrumu.....	276
Şekil 174 :	32 bileşığının UV spektrumu.....	276
Şekil 175 :	33 bileşığının UV spektrumu.....	277

Şekil 176 :	34 bileşığının UV spektrumu.....	277
Şekil 177 :	35 bileşığının UV spektrumu.....	278
Şekil 178 :	36 bileşığının UV spektrumu.....	278
Şekil 179 :	38 bileşığının UV spektrumu.....	279
Şekil 180 :	39 bileşığının UV spektrumu.....	279
Şekil 181 :	40 bileşığının UV spektrumu.....	280
Şekil 182 :	42 bileşığının UV spektrumu.....	280
Şekil 183 :	43 bileşığının UV spektrumu.....	281
Şekil 184 :	44 bileşığının UV spektrumu.....	281
Şekil 185 :	45 bileşığının UV spektrumu.....	282
Şekil 186 :	46 bileşığının UV spektrumu.....	282
Şekil 187 :	49 bileşığının UV spektrumu.....	283
Şekil 188 :	50 bileşığının UV spektrumu.....	283
Şekil 189 :	51 bileşığının UV spektrumu.....	284
Şekil 190 :	52 bileşığının UV spektrumu.....	284
Şekil 191 :	57 bileşığının UV spektrumu.....	285
Şekil 192 :	58 bileşığının UV spektrumu.....	285
Şekil 193 :	59 bileşığının UV spektrumu.....	286
Şekil 194 :	60 bileşığının UV spektrumu.....	286
Şekil 195 :	61 bileşığının UV spektrumu.....	287
Şekil 196 :	65 bileşığının UV spektrumu.....	287
Şekil 197 :	66 bileşığının UV spektrumu.....	288
Şekil 198 :	67 bileşığının UV spektrumu.....	288
Şekil 199 :	68 bileşığının UV spektrumu.....	289
Şekil 200 :	69 bileşığının UV spektrumu.....	289
Şekil 201 :	70 bileşığının UV spektrumu.....	290
Şekil 202 :	71 bileşığının UV spektrumu.....	290
Şekil 203 :	73 bileşığının UV spektrumu.....	291
Şekil 204 :	74 bileşığının UV spektrumu.....	291
Şekil 205 :	75 bileşığının UV spektrumu.....	292

Şekil 206 : 77 bileşığının UV spektrumu.....	292
Şekil 207 : 78 bileşığının UV spektrumu.....	293
Şekil 208 : 79 bileşığının UV spektrumu.....	293
Şekil 209 : 83 bileşığının UV spektrumu.....	294
Şekil 210 : 84 bileşığının UV spektrumu.....	294
Şekil 211 : 85 bileşığının UV spektrumu.....	295
Şekil 212 : 86 bileşığın UV spektrumu.....	295
Şekil 213 : 87 bileşığının UV spektrumu.....	296
Şekil 214 : 90 bileşığının UV spektrumu.....	296
Şekil 215 : 91 bileşığının UV spektrumu.....	297
Şekil 216 : 92 bileşığının UV spektrumu.....	297
Şekil 217 : 93 bileşığının UV spektrumu.....	298
Şekil 218 : 94 bileşığın UV spektrumu.....	298
Şekil 219 : 95 bileşığının UV spektrumu.....	299

TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa no</u>
Tablo 1 : Bileşik Formülleri.....	1
Tablo 2 : 24 Tipi bileşiklerin IR verileri.....	68
Tablo 3 : 31 Tipi bileşiklerin IR verileri.....	69
Tablo 4 : 37 Tipi bileşiklerin IR verileri.....	69
Tablo 5 : 41 Tipi bileşiklerin IR verileri.....	69
Tablo 6 : 48 Tipi bileşiklerin IR verileri.....	70
Tablo 7 : 54 Tipi bileşiklerin IR verileri.....	70
Tablo 8 : 62 Tipi bileşiklerin IR verileri.....	70
Tablo 9 : 64 Tipi bileşiklerin IR verileri.....	71
Tablo 10 : 72 Tipi bileşiklerin IR verileri.....	71
Tablo 11 : 80 Tipi bileşiklerin IR verileri.....	71
Tablo 12 : 82 Tipi bileşiklerin IR verileri.....	72
Tablo 13 : 88 ve 89 Tipi bileşiklerin IR verileri.....	72
Tablo 14 : 24 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) verileri.....	73
Tablo 15 : 24 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) verileri.....	74
Tablo 16 : 31 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) verileri.....	74
Tablo 17 : 31 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) verileri.....	75
Tablo 18 : 37 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) verileri.....	75
Tablo 19 : 37 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) verileri.....	75
Tablo 20 : 41 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) verileri.....	76
Tablo 21 : 41 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) verileri.....	76
Tablo 22 : 48 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) verileri.....	77
Tablo 23 : 48 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) verileri.....	77
Tablo 24 : 54 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) verileri.....	77
Tablo 25 : 54 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) verileri.....	78

Tablo 26 :	62 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) verileri.....	78
Tablo 27 :	62 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) verileri.....	78
Tablo 28 :	64 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) verileri.....	79
Tablo 29 :	64 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) verileri.....	79
Tablo 30 :	72 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) verileri.....	80
Tablo 31 :	72 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) verileri.....	80
Tablo 32 :	80 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) verileri.....	81
Tablo 33 :	80 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) verileri.....	81
Tablo 34 :	82 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) verileri.....	81
Tablo 35 :	82 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) verileri.....	82
Tablo 36 :	88 ve 89 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d ₆) verileri.	82
Tablo 37 :	88 ve 89 Tipi bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) verileri....	83
Tablo 38 :	24 Tipi bileşiklerin UV verileri.....	84
Tablo 39 :	31 Tipi bileşiklerin UV verileri.....	84
Tablo 40 :	37 Tipi bileşiklerin UV verileri.....	84
Tablo 41 :	41 Tipi bileşiklerin UV verileri.....	85
Tablo 42 :	48 Tipi bileşiklerin UV verileri.....	85
Tablo 43 :	54 Tipi bileşiklerin UV verileri.....	86
Tablo 44 :	64 Tipi bileşiklerin UV verileri.....	86
Tablo 45 :	72 Tipi bileşiklerin UV verileri.....	87
Tablo 46 :	82 Tipi bileşiklerin UV verileri.....	87
Tablo 47 :	88 ve 89 Tipi bileşiklerin UV verileri.....	88
Tablo 48 :	24 Tipi bileşiklerde C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar.....	89
Tablo 49 :	31 Tipi bileşiklerde C-3 'e doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar...	90
Tablo 50 :	37 Tipi bileşiklerde C-3 'e doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar...	90

Tablo 51 : 41 Tipi bileşiklerde C-3 'e C-3'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar.....	90
Tablo 52 : 48 Tipi bileşiklerde C-3 'e doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar... 	91
Tablo 53 : 54 Tipi bileşiklerde C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar.....	91
Tablo 54 : 62 Tipi bileşiklerde C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar.....	91
Tablo 55 : 64 Tipi bileşiklerde C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar.....	92
Tablo 56 : 72 Tipi bileşiklerde C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar.....	92
Tablo 57 : 80 Tipi bileşiklerde C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar.....	92
Tablo 58 : 82 Tipi bileşiklerde C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar.....	93
Tablo 59 : 37 Tipi bileşiklerde C-3've C-5'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar.....	94
Tablo 60 : 41 Tipi bileşiklerde C-3've C-3'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar.....	95

SEMBOLLER LİSTESİ

Δ : Absorbans

λ : Dalga boyu (nm)

δ : NMR spektumlarında ölçek parametre

ν : Dalga sayısı (cm^{-1})

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

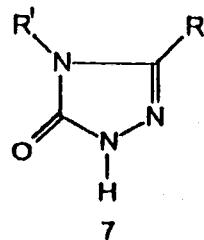
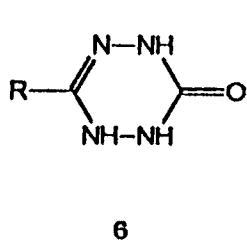
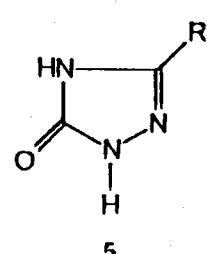
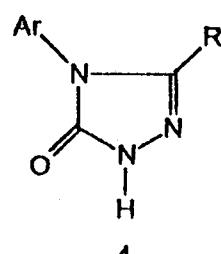
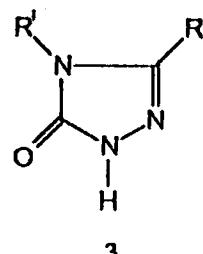
1. GİRİŞ

"Bazı 1,2,4-triazol türevlerinin sentezi ve özelliklerinin incelenmesi" başlıklı bu çalışmada, önce çalışma için gerekli olan ve literatürde kayıtlı bulunan 20 bileşigin bilinen yöntemlerle sentezi yapılmıştır. Bundan sonra 13 genel formülde toplanabilen 54 yeni ve 3 literatürde kayıtlı bileşigin sentezi yeni ve genel sentez yöntemleri ile gerçekleştirılmıştır.

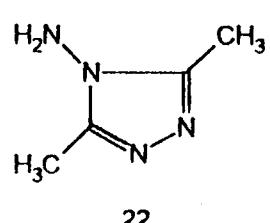
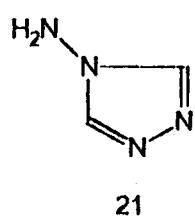
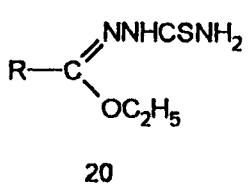
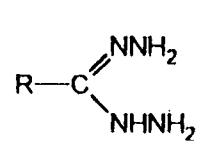
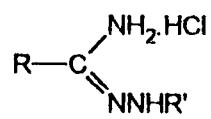
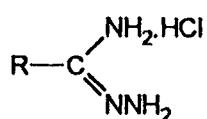
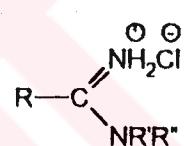
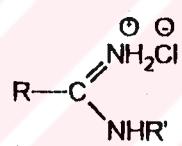
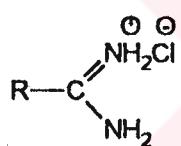
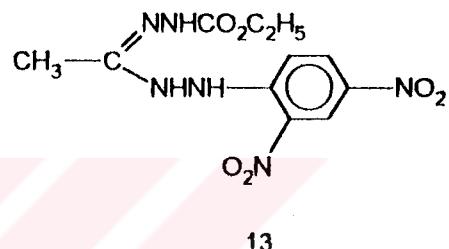
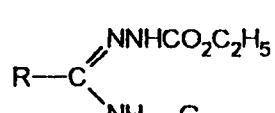
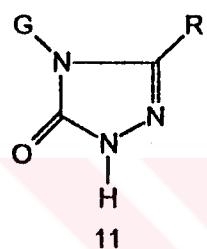
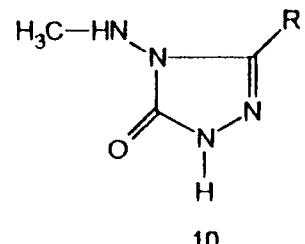
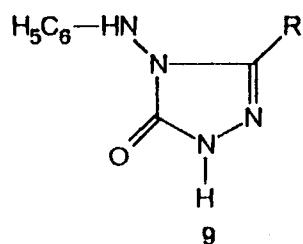
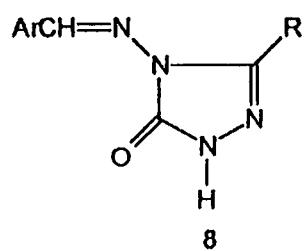
Çalışmada sentezi yapılan bileşiklerin ve çalışma ile ilgili bileşiklerin formülleri "Tablo 1" de aşağıda topluca verilmiştir.

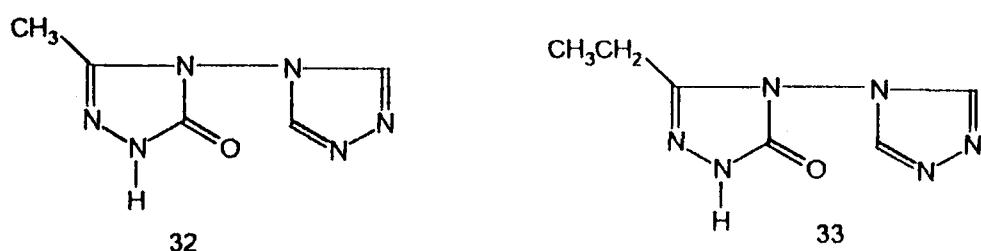
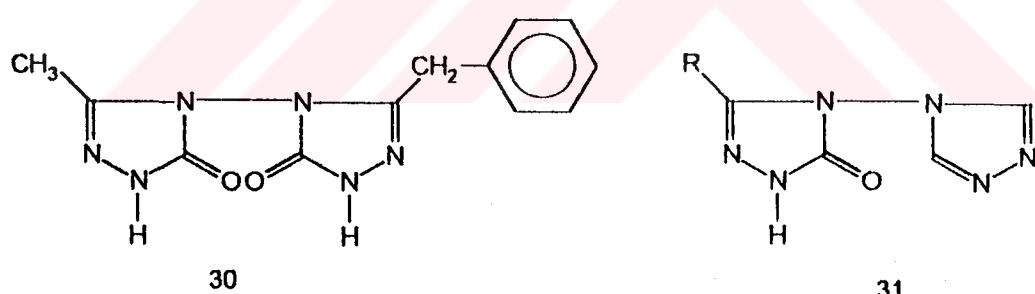
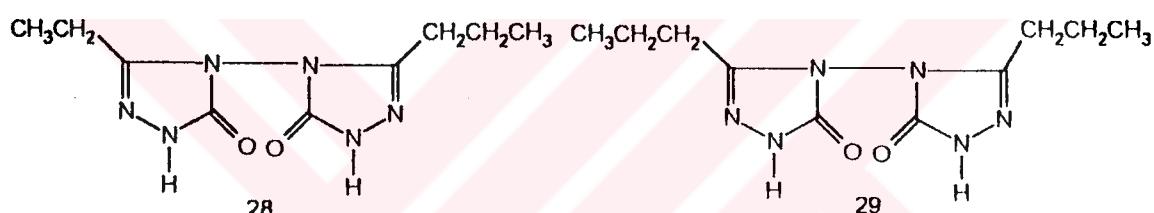
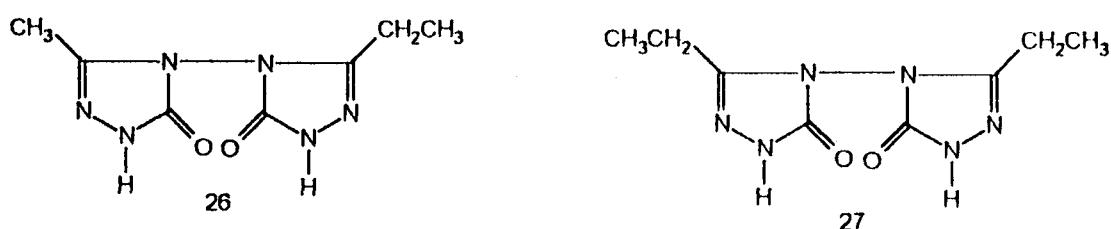
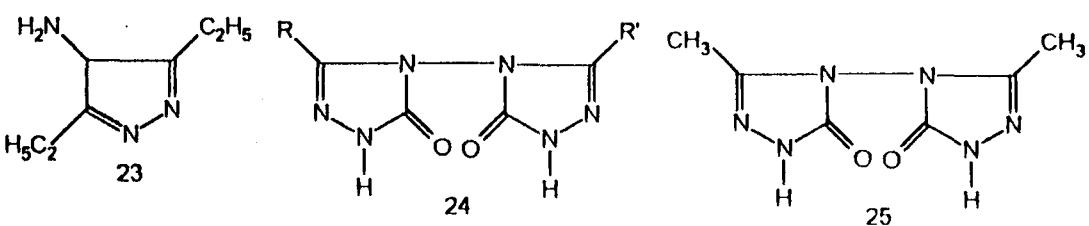
Tablo 1 Bileşik Formülleri

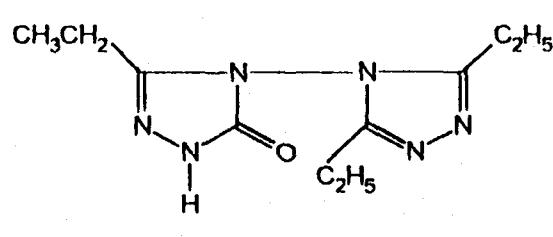
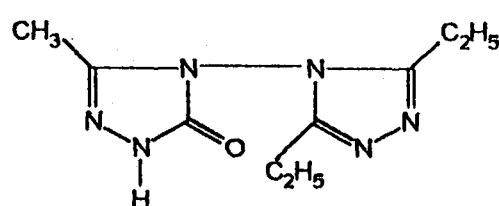
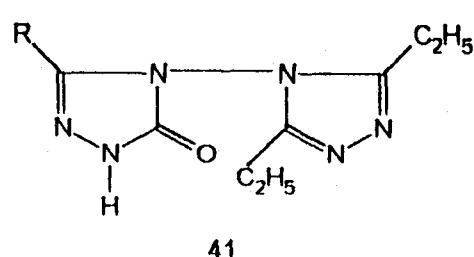
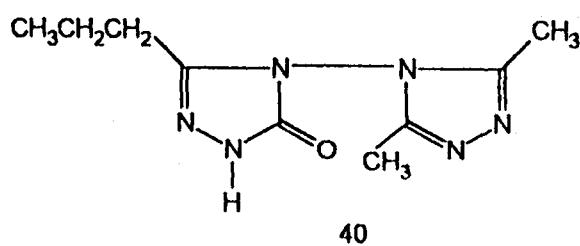
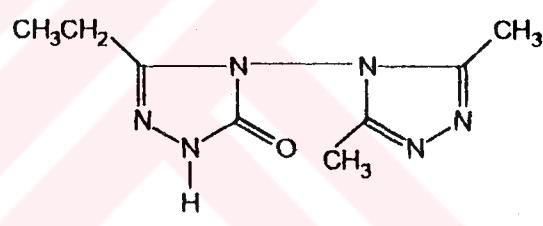
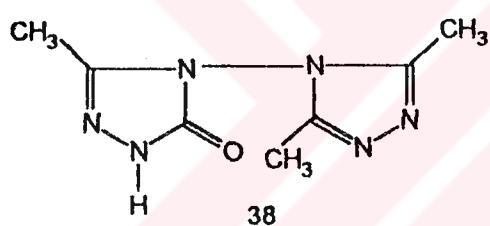
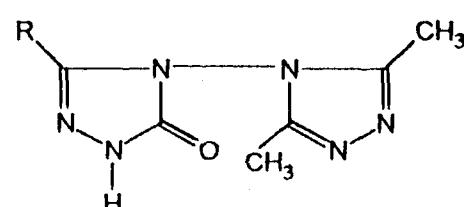
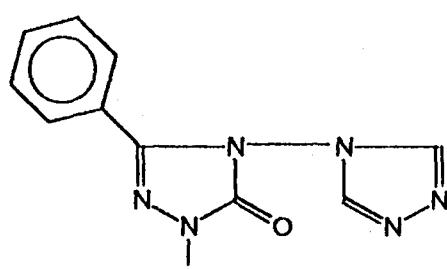
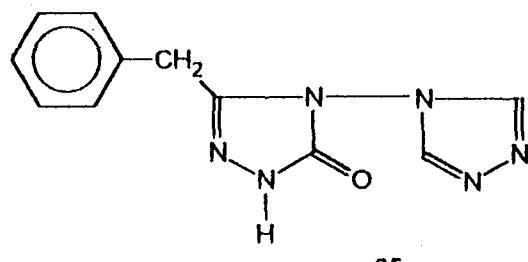
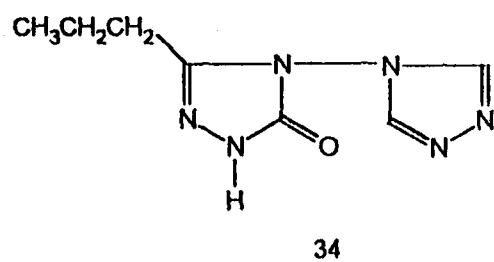
 1	1a : R = CH ₃ 1b : R = C ₂ H ₅ 1c : R = n - C ₃ H ₇ 1d : R = i - C ₃ H ₇ 1e : R = CH ₂ C ₆ H ₅ 1f : R = C ₆ H ₅ 1g : R = C ₆ H ₄ .CH ₃ (p-)	 2	2a : R = CH ₃ 2b : R = C ₂ H ₅ 2c : R = n - C ₃ H ₇ 2d : R = i - C ₃ H ₇ 2e : R = CH ₂ C ₆ H ₅ 2f : R = C ₆ H ₅ 2g : R = C ₆ H ₄ .CH ₃ (p-)
-------	--	-------	--

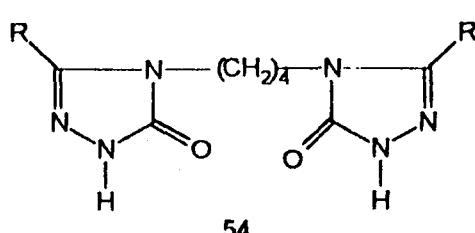
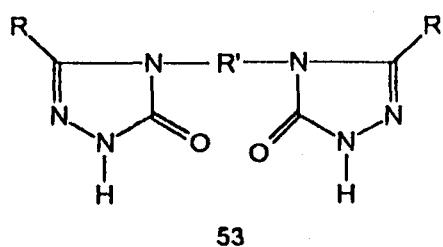
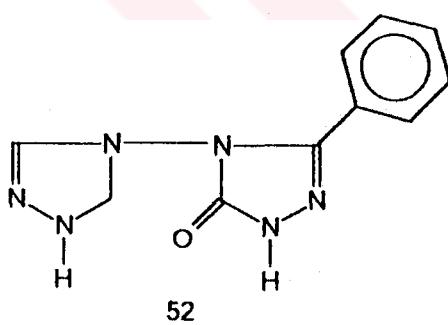
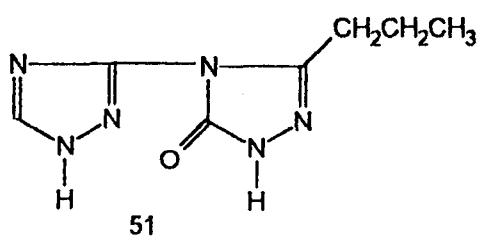
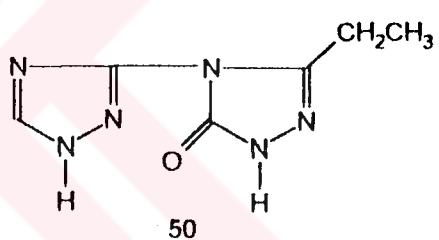
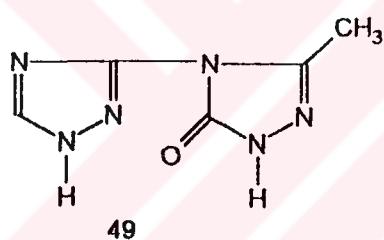
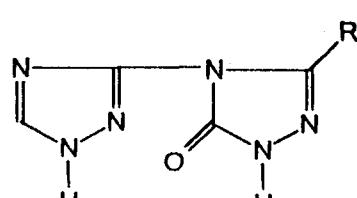
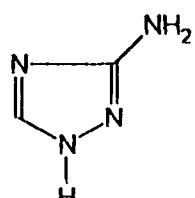
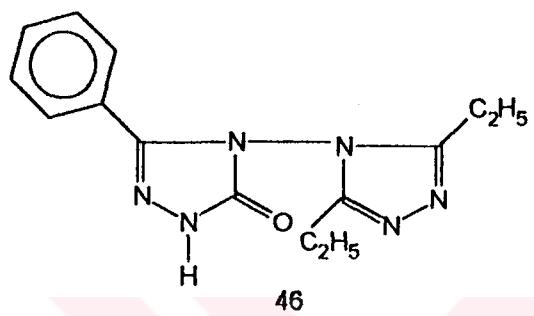
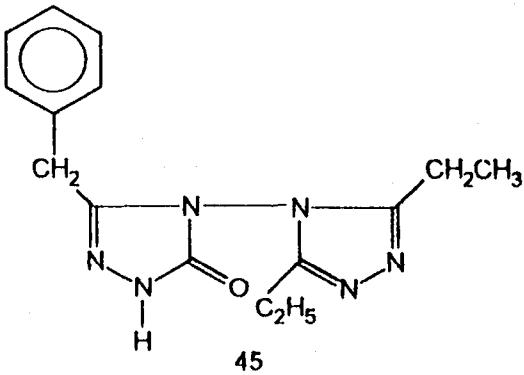
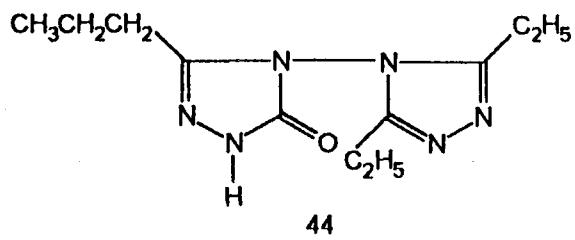


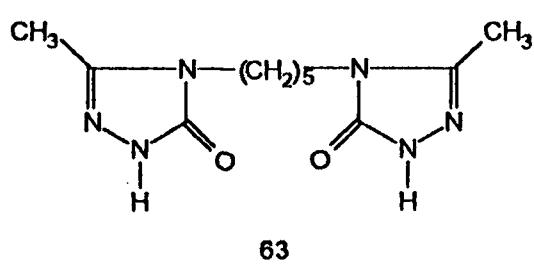
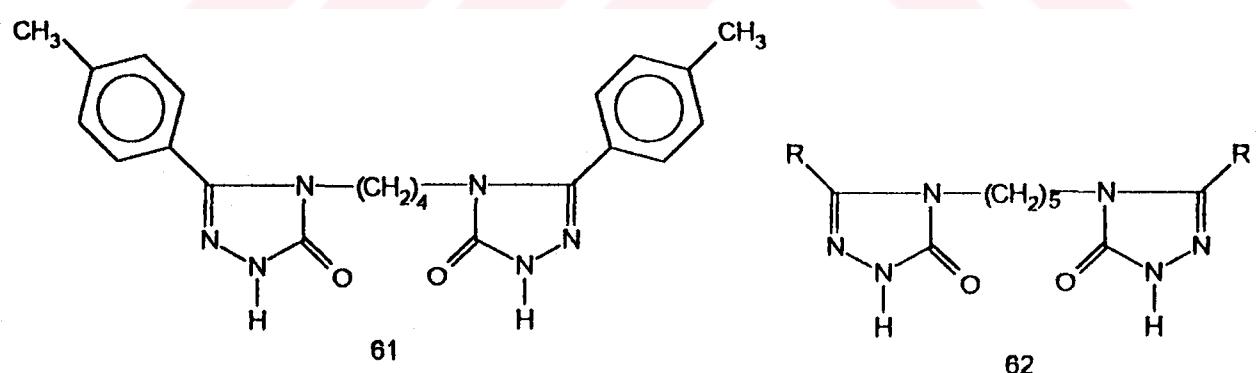
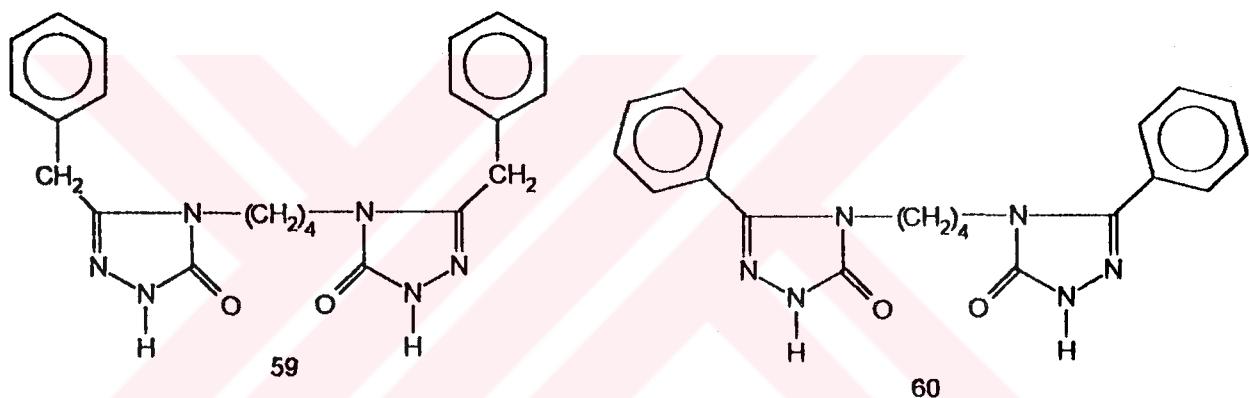
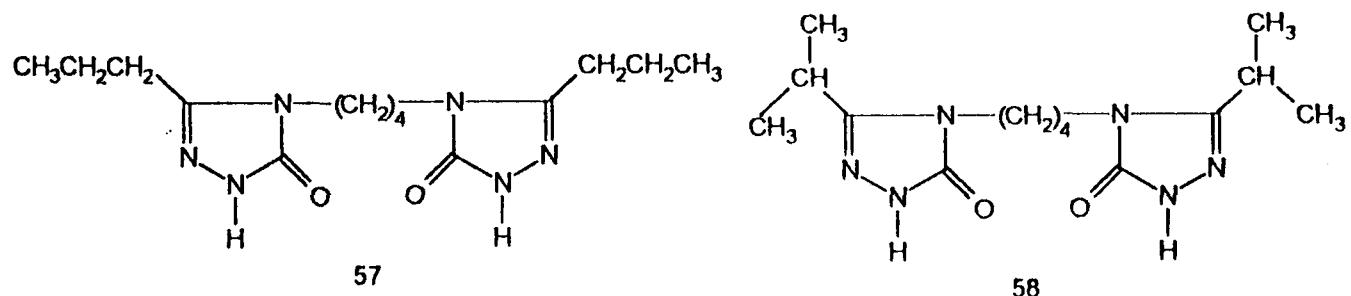
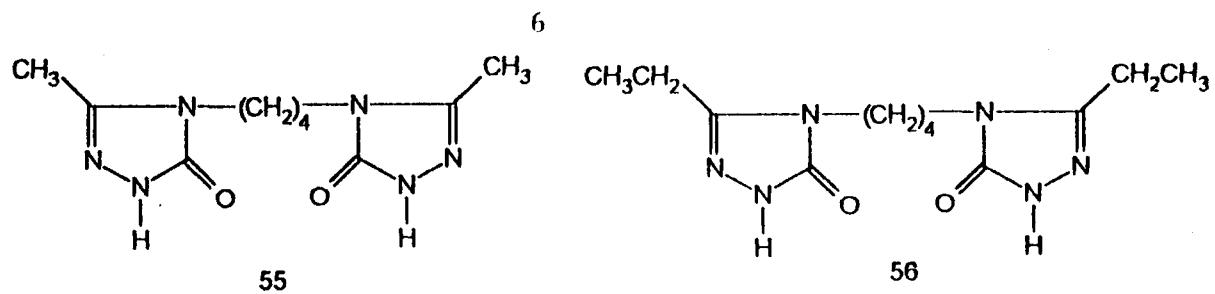
- 7a : R = CH₃
- 7b : R = C₂H₅
- 7c : R = n - C₃H₇
- 7d : R = CH₂C₆H₅

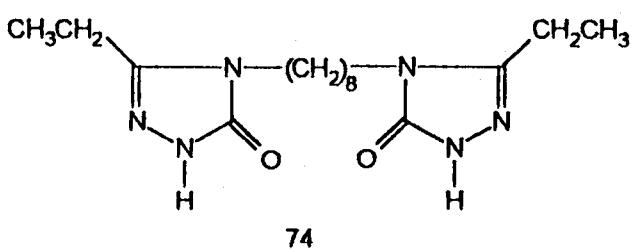
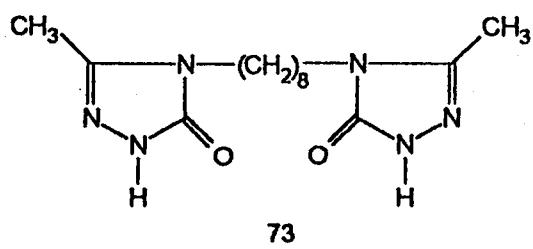
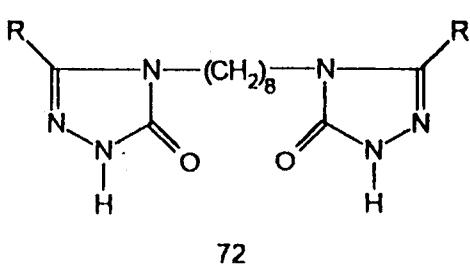
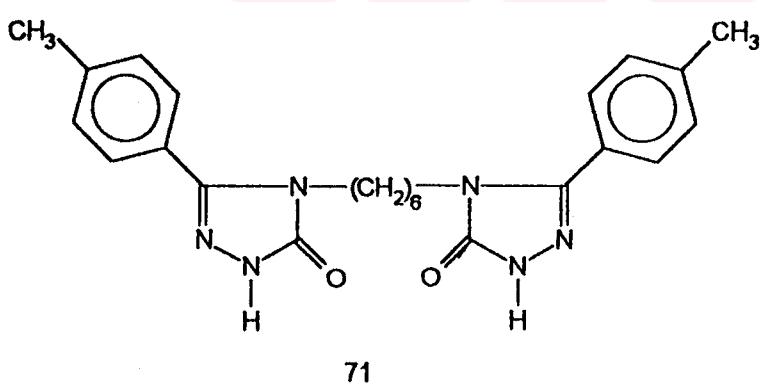
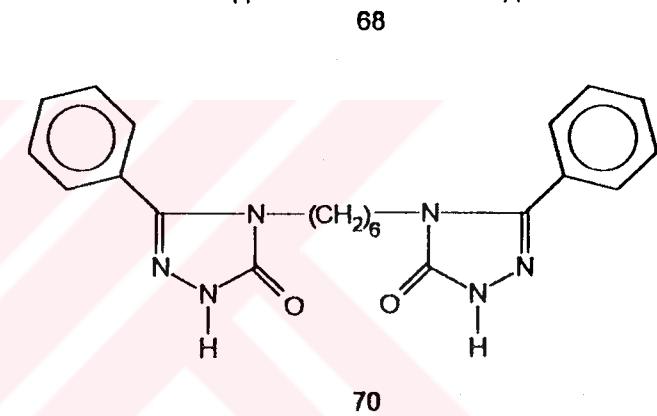
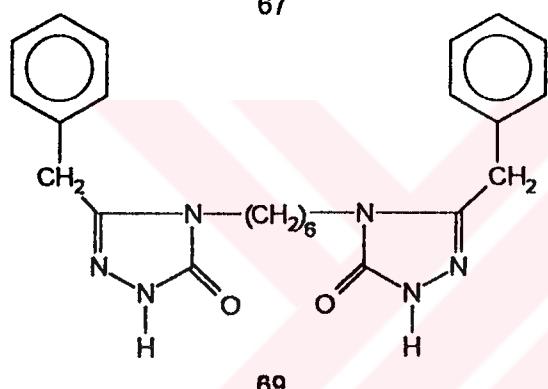
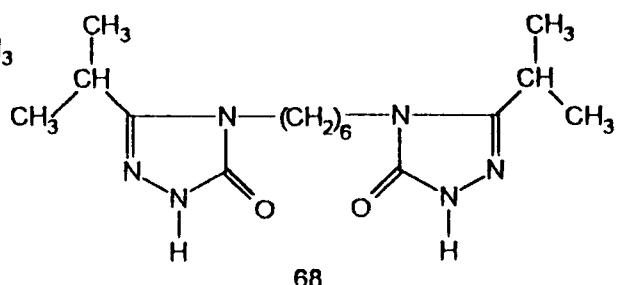
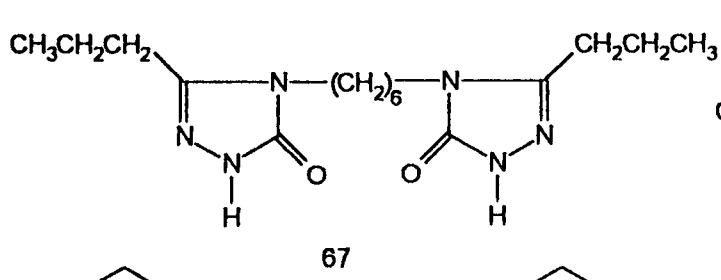
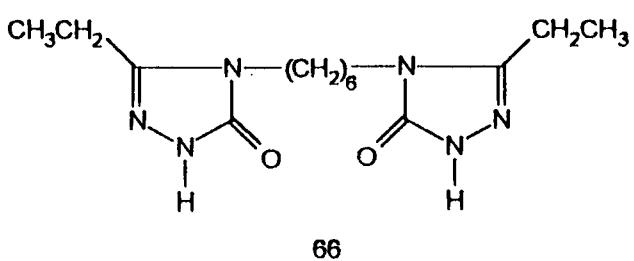
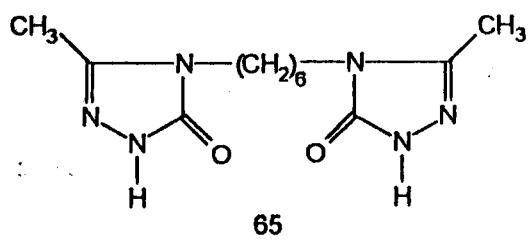


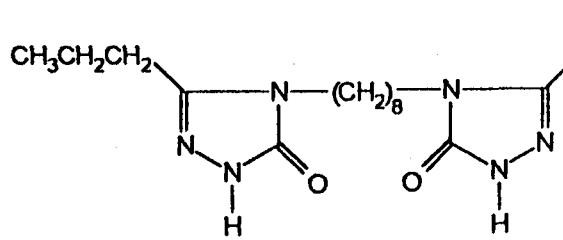




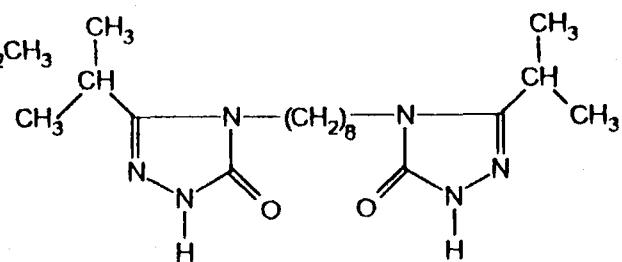




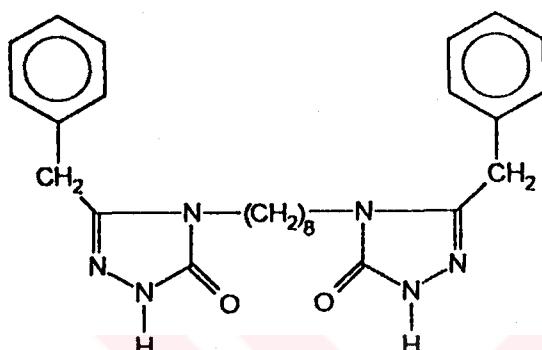




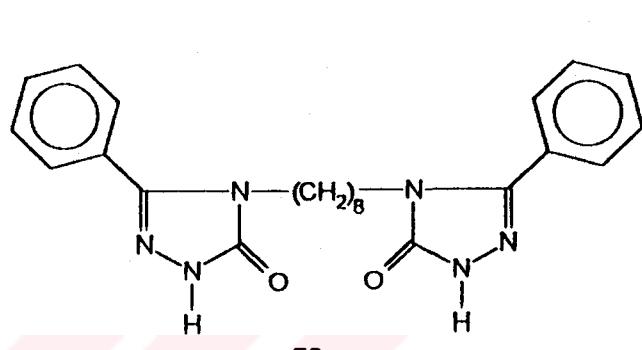
75



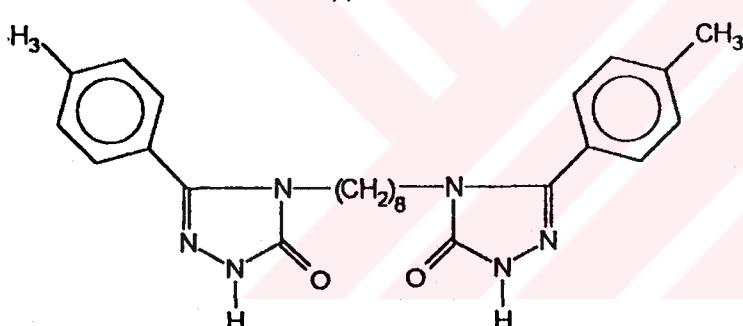
76



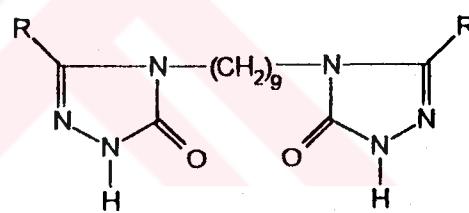
77



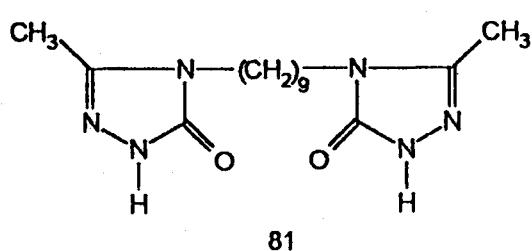
78



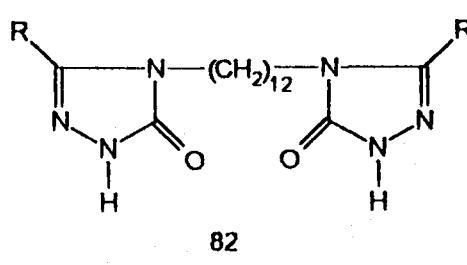
79



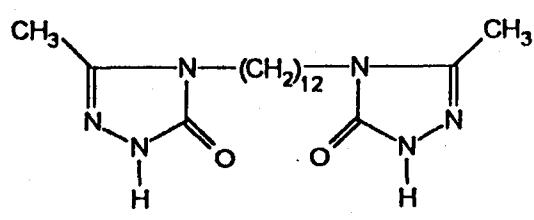
80



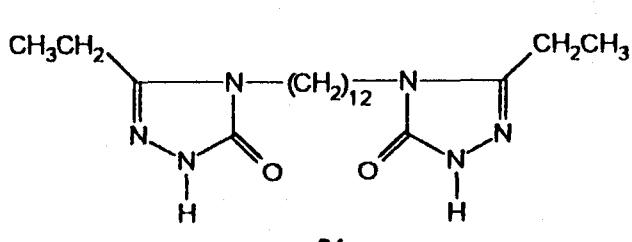
81



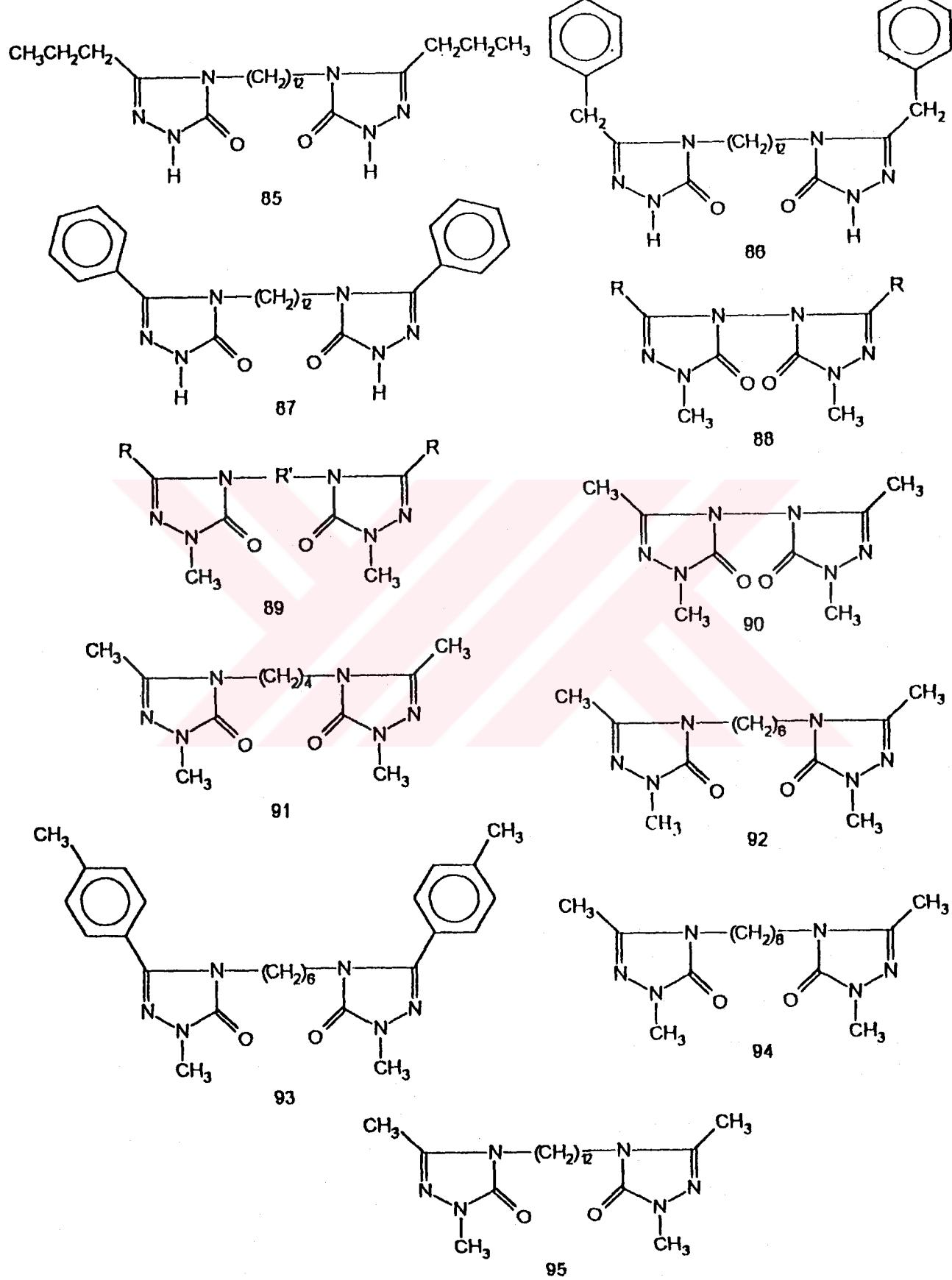
82



83

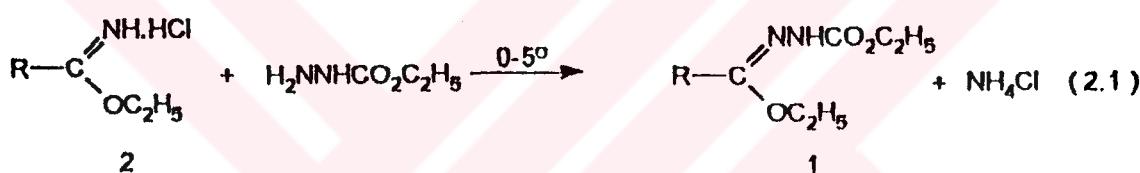


84



2.GENEL BİLGİLER

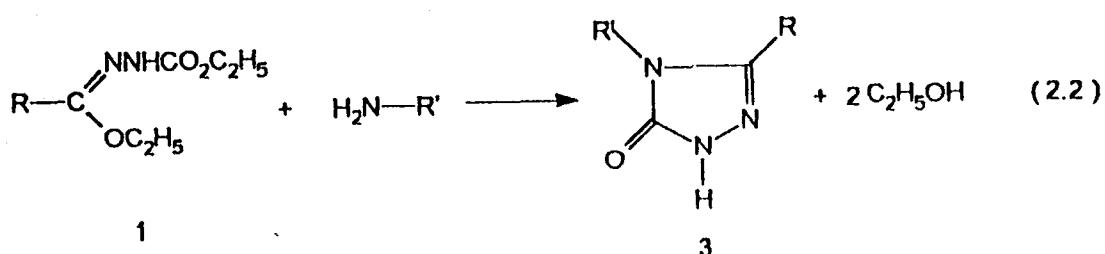
Ester etoksi karbonilhidazon'ların (1) ilk üyeleri olan etil asetat etoksikarbonilhidazon (1a), etil fenilasetat etoksikarbonilhidazon (1e) ve etil benzoat etoksikarbonilhidazon (1f) ilk kez M.Pesson ve çalışma arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada alkil imidat hidroklorür'lerden başlayarak sentez edilmiştir (Denklem 2.1) [1]. Yakın zamanlarda yapılan diğer iki çalışmada da benzer yöntemin



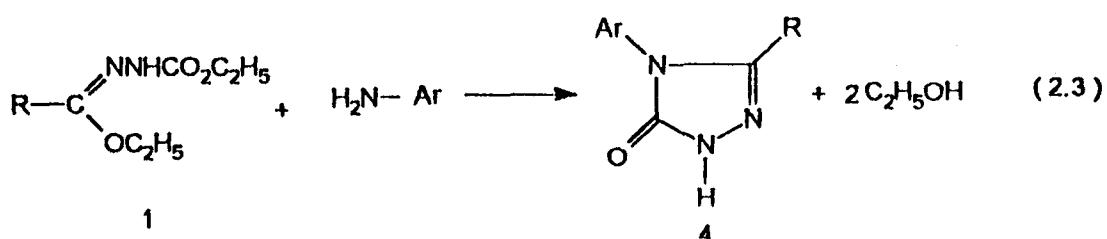
kullanılması ile etil propionat etoksikarbonilhidazon (1b) , etil n-butirat etoksikarbonilhidazon (1c) , etil i-butirat etoksikarbonilhidazon (1d) ve etil p-metilbenzoat etoksikarbonilhidazon (1g) bileşikleri elde edilmiştir [2,3].

Ester etoksi karbonilhidazon'lar (1) iki fonksiyonel grup içeren bileşikler olarak , çeşitli sentez reaksiyonlarında kullanılmışlardır. Nitekim 1a'nın n-butilamin, benzilamin ve siklohegzilamin ile ve 1e'nin ise N,N-dietil etilendiamin, γ -dimetil aminopropilamin ve γ -dietil aminopropilamin ile reaksiyonlarından karşın olan 3,4-dialkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'ların(3)oluştugu bilinmektedir [1]. Benzer şekilde 1a, 1b ve 1c'nin metilamin ve etilamin ile reaksiyonları incelenmiş olup bu reaksiyonda da karşın olan 3 tipi bileşiklerin oluştuğu bildirilmiştir [2]. Diğer iki çalışmada ise, 1 tipi bileşiklerin etanolamin ile reaksiyonundan karşın olan 3 tipi bileşikler elde

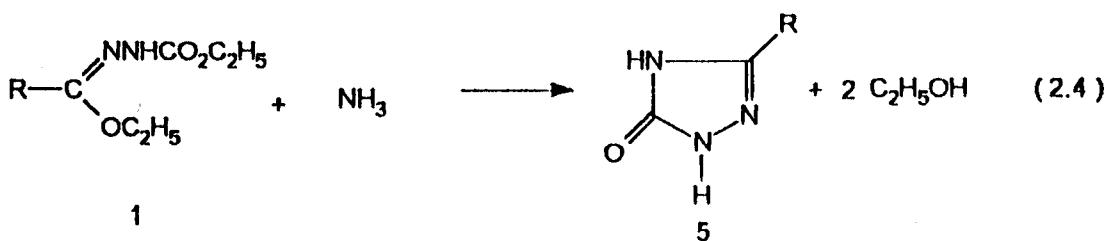
edilmiştir [3,4]. Yakın zamanlarda gerçekleştirilen bir başka çalışmada la ve le'nin yine bir primer amin olan *n*-hegzikamin ile reaksiyonu incelenmiş ve 3 tipi bileşikler ele geçmiştir [5]. Tüm bu çalışmalarda ester etoksikarbonilhidrazon'ların (1) alifatik veya arom-alifatik primer aminlerle reaksiyonlarından 3,4-dialkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'ların (3) olduğu görülmektedir (Denklem 2.2).



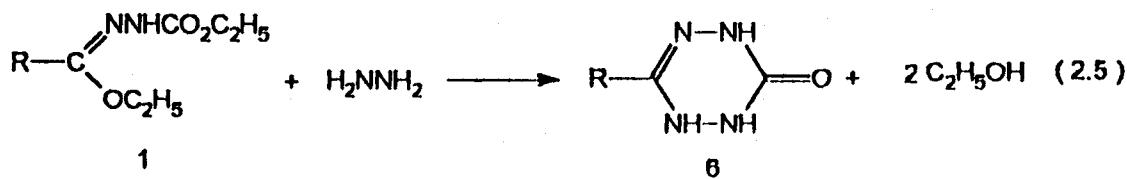
Ester etoksikarbonilhidrazon'ların yakın zamanlarda bazı aromatik primer aminlerle olan reaksiyonlarında incelenmiştir. Nitekim le ve lf'nin anilin ile muamelesinden karşın olan 3-alkil(aril)-4-aryl-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'lar (4) elde edilmiştir [1]. Bir başka çalışmada ise 1 tipi bileşiklerin bazı homo aromatik ve hetero aromatik primer aminlerle reaksiyonları incelenmiş ve karşın olan 4 tipi bileşiklerin sentezi gerçekleştirılmıştır [6]. Ester etoksikarbonilhidrazon'ların (1) α -naftilamin ve p-metoksanilin ile keza 4 tipi bileşikleri oluşturduğu la bileşigi kullanılarak kanıtlanmıştır [5]. 1 tipi bileşiklerin aromatik primer aminlerle de halka kapanmasına uğradıkları ve 4 tipi bileşikleri oluşturdukları görülmektedir (Denklem 2.3).



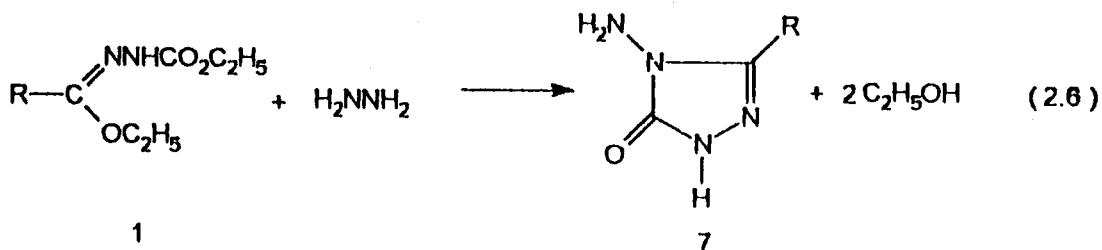
Ester etoksikarbonilhidrazon'ların (1) primer aminler yerine NH₃ kullanılması ile gerçekleştirilen reaksiyonlarında ise 3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'ların (5) olduğu bildirilmiştir (Denklem 2.4) [2].



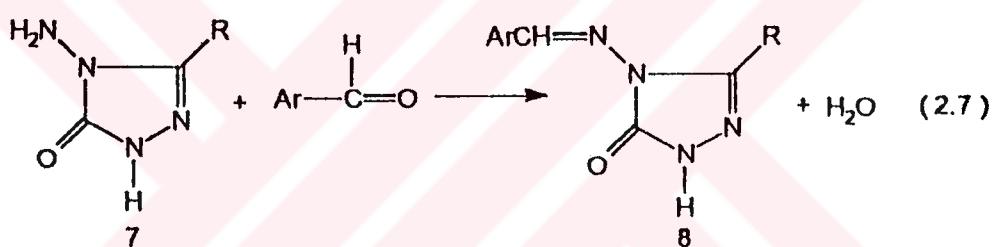
Ester etoksikarbonilhidrazon'ların (1) yakın zamanlarda incelenen bir diğer reaksiyonunda ise reaktif olarak hidrazin hidrat kullanılmış ve hidrazinin farklı azot atomlarındaki aynı derecede aktif birer hidrojenin 1 tipi bileşiklerdeki iki etoksil grubu ile etanol halinde ayrılabileceği ve 3-alkil(aril)-1,2,4,5-tetrazin-6-on'ların (6) oluşabileceği ihtimali gözönüne alınmıştır (Denklem 2.5) [3]. Ancak gerek bu



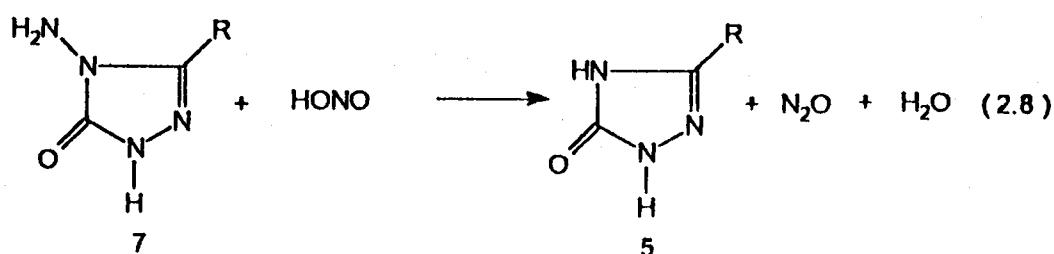
çalışmada [3] ve gerekse bir diğer çalışmada [7] 1 tipi bileşiklerin hidrazin ile reaksiyonlarının, hidrazinin farklı azot atomlarındaki birer protonun değil ve fakat aynı azot atomu üzerindeki iki protonun koparılması ile yürüdüğü ve böylece 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'ların (7) olduğu belirlenmiştir (Denklem 2.6).



Nitekim bu reaksiyonda 7 tipi bileşiklerin olduğu bunların bazı aromatik aldehidlerle arilidenamino bileşiklerine dönüşmeleri ile de kanıtlanmaktadır (Denklem 2.7) [3,8]. 1 tipi bileşiklerin hidrazin ile

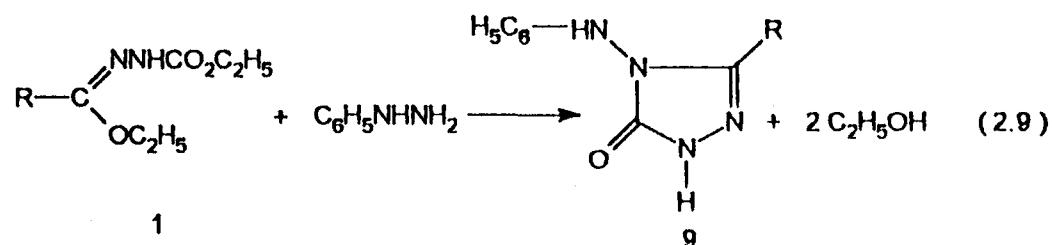


reaksiyonlarında izomer 6 tipi bileşiklerin değil 7 tipi bileşiklerin olduğu, Denklem 2.8 ile gösterilen deaminasyon reaksiyonu ile de kanıtlanmıştır [3].

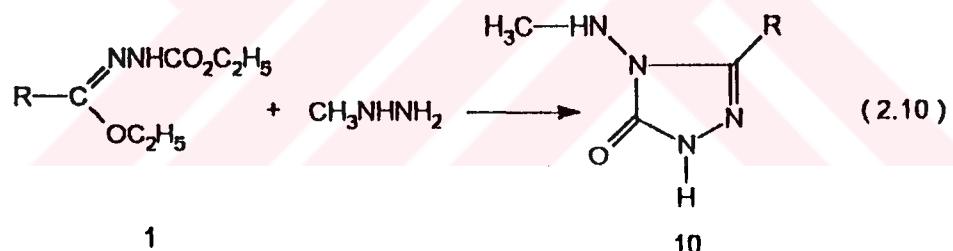


Ester etoksikarbonilhidrazen'lerin (1) bir diğer reaksiyonunda ise

bu bileşiklerin fenilhidrazin ile 3-alkil(aril)-4-anilino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'ları (9) oluşturdukları saptanmıştır (Denklem 2.9) [3].

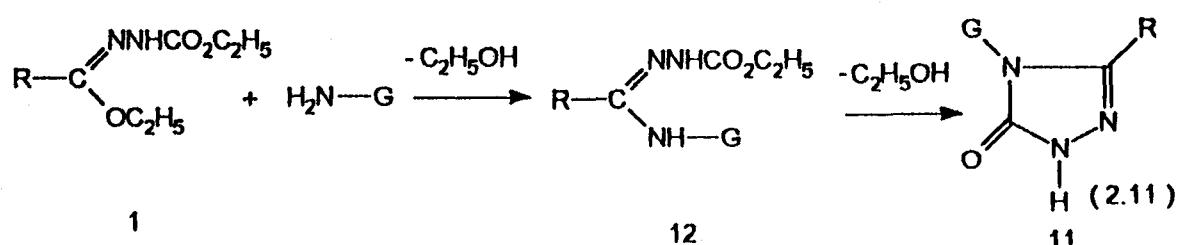


Benzer şekilde ester etoksikarbonilhidrazen'ların (1) bir alifatik hidrazin türevi olan metilhidrazin ile reaksiyonu da incelenmiş ve bu reaksiyonda 3-alkil(aril)-4-metilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'ların (10) oluştuğu belirlenmiştir (Denklem 2.10) [9].

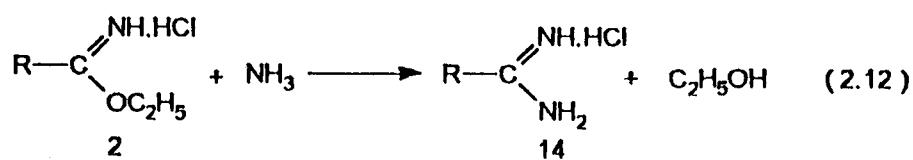


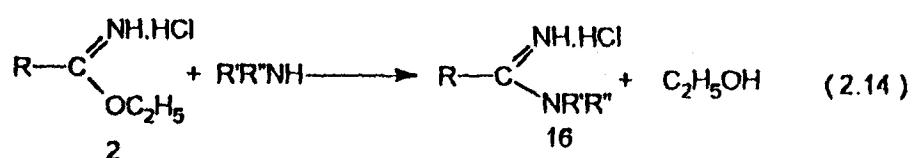
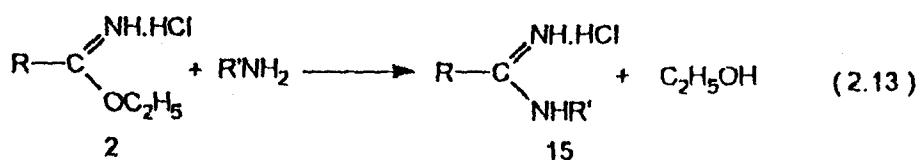
1 tipi bileşiklerin yukarıda açıklanan reaksiyonlarında NH_3 , bir primer amine, hidrazin veya bir hidrazin türevinin $-\text{NH}_2$ grubu ile bir ester etoksikarbonilhidrazenin (1) iki $-\text{OC}_2\text{H}_5$ grubu arasından iki mol $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ayrılması ile bir halka kapanması reaksiyonu gerçekleşmekte ve 3,4-disubstitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'lar (11) oluşmaktadır. Bu türden reaksiyonların bir intermediat teşekkülüü üzerinden gerçekleştiği öngörülmüştür [2,9]. Nitekim etil asetat etoksikarbonilhidrazen (1a) bileşiginin 2,4-dinitrofenilhidrazin ile reaksiyonunda,

sterik engellemeden dolayı halka kapanmasının vuku bulmaması ve intermediat nitelikteki 12 tipi $N\beta$ -2,4-dinitrofenil-asethidrazid etoksikarbonilhidazon (13) bileşiginin elde edilmeside bu öngörüyü doğrulamıştır [9]. Bu bakımından, NH_3 , bir primeramin, hidrazin veya bir hidrazin türevinin 1 tipi bileşikler ile reaksiyonu genel olarak Denklem 2.11 deki şekilde gösterilebilir.

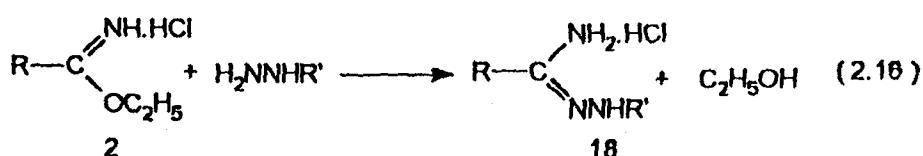
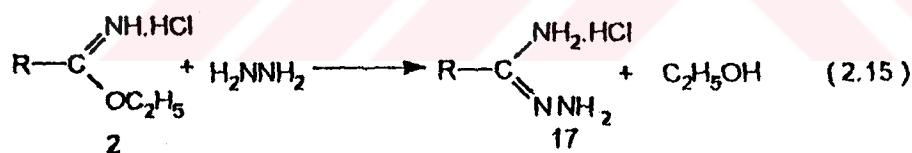


Bu çalışmada; öncelikle, başlangıç maddesi olarak geniş şekilde kullanılan 1 tipi bileşiklerin sentezi öngörmüştür. Bunun içinde Denklem 2.1 uyarınca gerekli alkil imidat hidroklorürlerin (2) sentezi gerçekleştirılmıştır. Alkil imidat hidroklorürler bifonksiyonel bileşikler olmalarına rağmen genellikle alkol ayrılması üzerinden reaksiyon veren bileşiklerdir. Örneğin, alkil imidat hidroklorürler de NH_3 , primer aminler ve sekunder aminlerle muamele sonucu sırasıyla, amidin hidroklorürler (14), monosubstitüe amidin hidroklorürler (15) ve disubstitue amidin hidroklorürler (16) oluşmaktadır (Denklem 2.12, Denklem 2.13 ve Denklem 2.14) [10]. Benzer şekilde alkol ayrılması ile gerçekleşen diğer

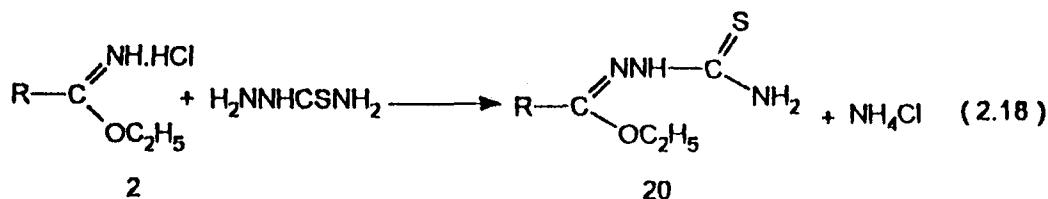
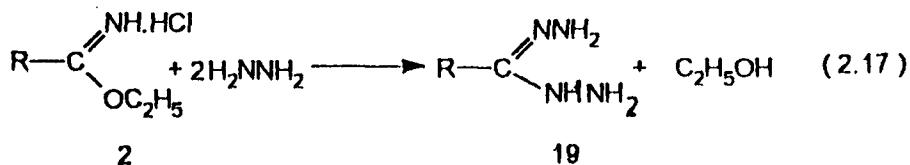




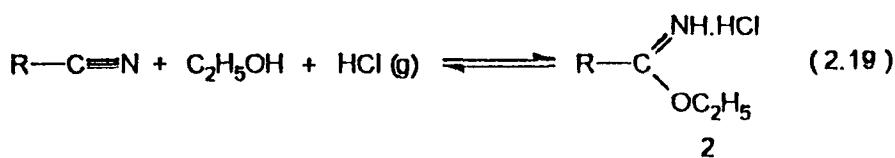
iki reaksiyonda hidrazin ile 2 tipi bileşiklerden amidrazen hidroklorürler (17) ve substitue hidrazin bileşikleri ile 2 tipi bileşiklerden N-substitue amidrazen hidroklorürler (18) elde edilmiştir (Denklem 2.15 ve Denklem 2.16) [1].



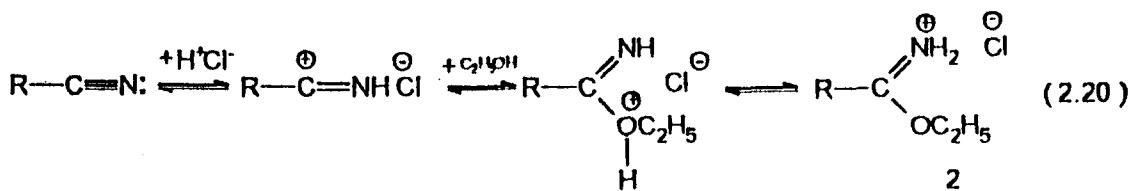
Alkil imidat hidroklorürlerin az sayıdaki reaksiyonunda ise NH_4Cl ayrılması gerçekleşmekte olup bunlara ilişkin iki reaksiyondan birinde hidrazidinler oluşmakta (19) diğerinde ise ester tiyosemikarazon'ların oluşumu (20) vuku bulunmaktadır (Denklem 2.17 ve Denklem 2.18) [1,11,12].



Nitekim, çalışmada kullanılan ve Denklem 2.1 ile gösterilen reaksiyonda alkil imidat hidroklorürlerden NH_4Cl ayrılması ile gerçekleşen ilginç bir reaksiyon niteliği taşımaktadır. 1 tipi bileşiklerin elde edilmesi için gerekli alkil imidat hidroklorürler (2) için çeşitli sentez yöntemleri bulunmakla birlikte [10] en uygun ve genel kullanılabilirliği olan yöntemin "Pinner Yöntemi" olduğu bilinmektedir [13]. Bu yöntem ise bir nitrili bir alkol ile susuz bir çözücü içinde gaz HCl ile verdiği bir reaksiyondan ibarettir (Denklem 2.19) (reaksiyon etanol örneği ile



gösterilmiştir). Bu çalışmada geniş ölçüde kullanılan bu reaksiyon, aslında, bir alkolün bir nitril grubuna asidle katalizlenen bir nükleofilik katılımasını içermektedir (Denklem 2.20) [13]. Nitekim, bu çalışmada



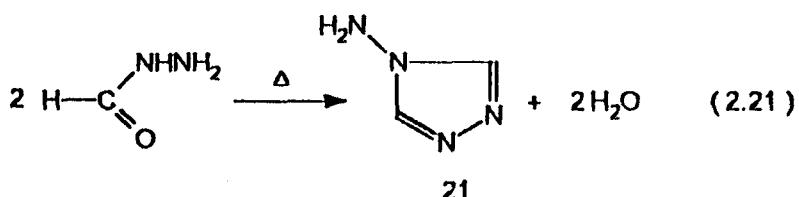
asetonitril, propionitril, n-butironitril, i-butironitril, fenilasetonitril benzonitril ve p-toluonitril kullanılarak Pinner Yöntemi uyarınca, sırası ile etil imidoasetat hidroklorür (2a), etil imidopropionat hidroklorür (2b), etil imido-n-butirat hidroklorür (2c), etil imido-i-butirat hidroklorür (2d), etil imidofenilasetat hidroklorür (2e), etil imidobenzoat hidroklorür (2f) ve etil imido-p-metilbenzoat hidroklorür (2g) bileşikleri elde edilmiştir [13].

Alkil imidat hidroklorürlerin sentezi gerçekleştirildikten sonra, çalışmada, Denklem 2.1 uyarınca gerekli ester etoksikarbonilhidrazenlerin (1) elde edilmesi yolu izlenmiştir. Nitekim 2a, 2b, 2c, 2d, 2e, 2f ve 2g bileşiklerinin kullanılmasıyla, sırası ile, etil asetat etoksikarbonilhidrazen (1a), etil propionat etoksikarbonilhidrazen (1b), etil n-butirat etoksikarbonilhidrazen (1c), etil i-butirat etoksikarbonilhidrazen (1d), etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazen (1e), etil benzoat etoksikarbonilhidrazen (1f) ve etil p-metilbenzoat etoksikarbonilhidrazen (1g) bileşikleri elde edilmiştir [1,2].

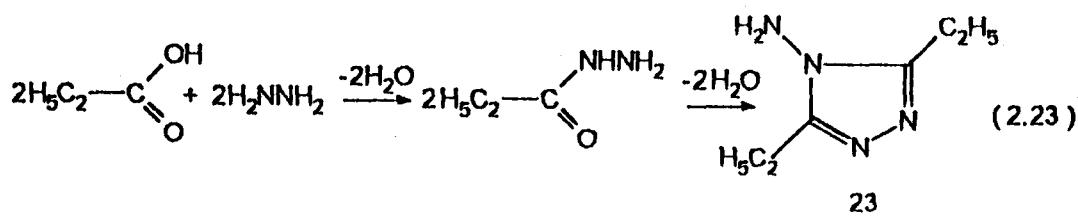
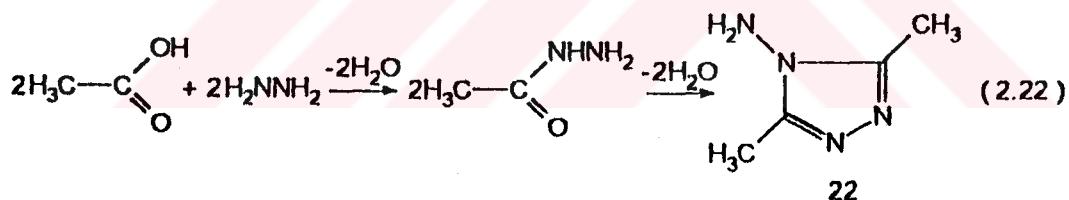
1 tipi bileşikler sentez edildikten sonra bunların bazıları kullanılmak sureti ile çalışmada gerekli birkaç 7 tipi bileşigin sentezi yapılmıştır. Nitekim 1a, 1b, 1c ve 1e bileşiklerinin kullanılması ile ve Denklem 2.6 uyarınca, sırası ile 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (7a), 3-etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (7b), 3-n-propil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (7c) ve

3-benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (7d) bileşikleri elde edilmiştir [14].

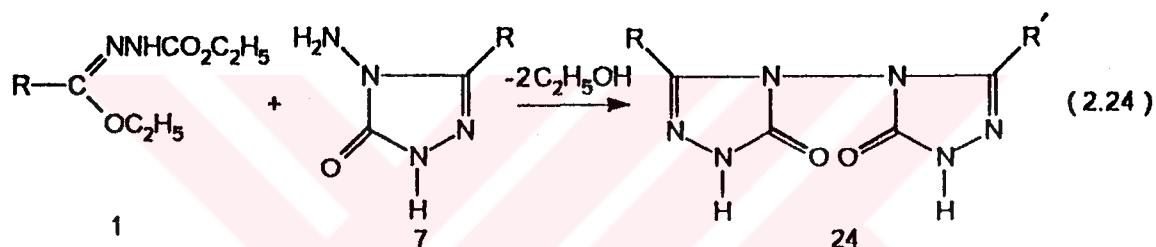
İlk kez formik asid hidrazidinin ısıtılmasından elde edilen (Denklem 2.21) [15] 4-amino-4H-1,2,4-trizol (21) bu çalışmada da kullanılmış olup Fluka'dan temin edilmiştir. Benzer şekilde çalışmada gereklili olan



3,5-dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (22) ve 3,5-diethyl-4-amino-4H-1,2,4-triazol (23) bileşikleri ise sırası ile, asetik asidin ve propionik asidin hidrazin hidrat ile reaksiyonundan elde edilmiştir (Denklem 2.22 ve Denklem 2.23) [16].

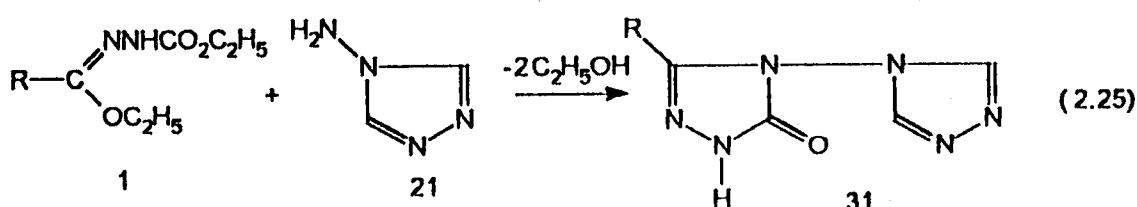


Çalışmada sentezi zorunlu başlangıç bileşiklerinin elde edilişleri tamamlandıktan sonra çalışmanın orijinal bölümlerine geçilmiş ve ilk olarak N,N'-bağlı bazı heteroaryl sistemlerinin sentezi gerçekleştirilmiştir. Organik kimya literatürde genel olarak N,N'-bağlı 1,2,4-triazol sistemleri az sayıda bulunduğundan [17,18] çalışmamızın ilk orijinal bölümlerinde bu türden sistemlerin oluşturulması amaçlanmıştır. Bu çerçevede, öncelikle Di-(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il) (24) tipi bileşiklerin sentezi için bir genel metod oluşturulmuştur (Denklem 2.24). Nitekim 1a ve 7a bileşiklerinin reaksiyonundan Di-(3-



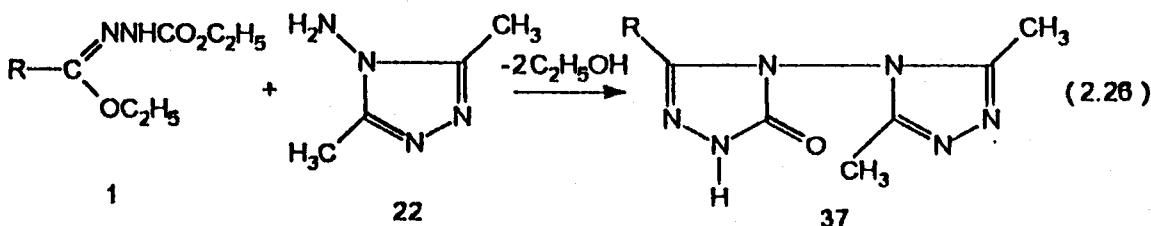
Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il) (25) [14], 1a ve 7b bileşiklerinin (ve ayrıca 1b ve 7a bileşiklerinin) reaksiyonundan 3-Metil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (26), 1b ve 7b bileşiklerinin reaksiyonundan Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il) (27), 1b ve 7c bileşiklerinin (ve ayrıca 1c ve 7b bileşiklerinin) reaksiyonundan 3-Etil-4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (28), 1e ve 7c bileşiklerinin reaksiyonundan Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on) (29), 1a ve 7d bileşiklerinin (ve ayrıca 1e ve 7a bileşiklerinin) reaksiyonundan 3-Metil-4-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (30) bileşikleri Denklem 2.24 uyarınca sentez edilmiştir.

Çalışmanın bundan sonraki orijinal bölümünde, gene N,N'-bağlı 1,2,4-triazol sistemlerinden olan 31 tipi bileşiklerin sentezi amaçlanmış ve bu türden bileşiklerin oluşturulması için ester etoksikarbonilhidrazon'ların (1) 4-amino-4H-1,2,4-triazol (21) ile reaksiyonunun bir genel yöntemi niteliği taşıdığı kanıtlanmıştır (Denklem 2.25). Nitekim 1a, 1b, 1c, 1e ve 1f bileşiklerinin ayrı ayrı 4-amino-4H-1,2,4-triazol



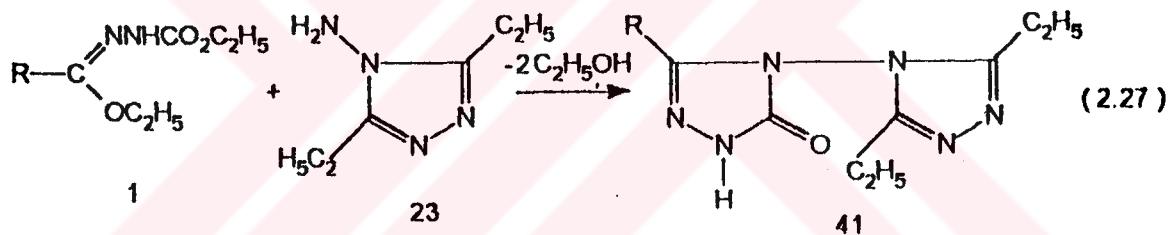
(21) ile; Denklem 2.25 uyarınca muamelesinden, sırasıyla 4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol (32), 4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol (33), 4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol (34), 4-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol (35) ve 4-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-1H-1,2,4-triazol (36) bileşikleri elde edilmiştir.

Çalışmanın üçüncü orijinal bölümünde ester etoksikarbonilhidrazon'ların (1) 3,5-dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (22) ile reaksiyonu incelenerek bu reaksiyonun 37 tipi N,N'-bağlı biheteroaril sistemlerinin sentezinde bir genel metod oluşturduğu belirlenmiştir (Denklem 2.26).



Nitekim, 1a, 1b ve 1c bileşiklerinin ayrı ayrı Denklem 2.26 uyarınca 22 bileşiği ile muamelesinden, sırası ile, 3,5-Dimetil-4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol (38), 3,5-Dimetil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol (39) ve 3,5-Dimetil-4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol (40) bileşikleri sentez edilmiştir.

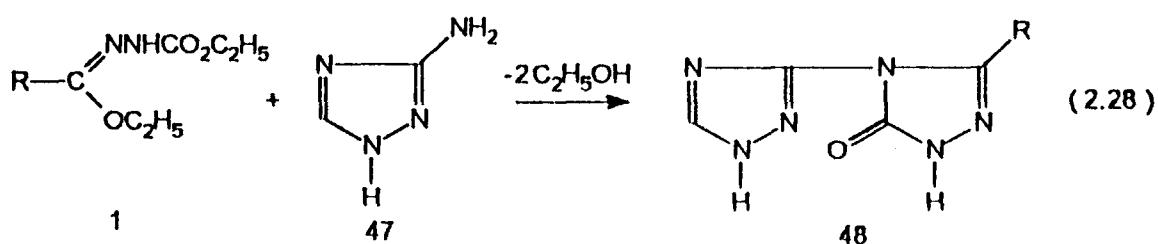
Benzer şekilde 1 tipi bileşiklerin 3,5-dietil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (23) ile reaksiyonunda 41 tipi bileşiklerin elde edilmesinde bir genel yöntem niteliği taşıdığı saptanmıştır (Denklem 2.27). Bu çerçevede, 1a, 1b, 1c, 1e ve 1f bileşiklerinin ayrı ayrı 23 bileşiği ile



muamelesinden sırası ile, 3,5-Dietil-4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol (42), 3,5-Dietil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol (43), 3,5-Dietil-4H-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol (44), 3,5-Dietil-4-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol (45) ve 3,5-Dietil-4-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol (46) bileşikleri Denklem 2.27 uyarınca elde edilmiştir.

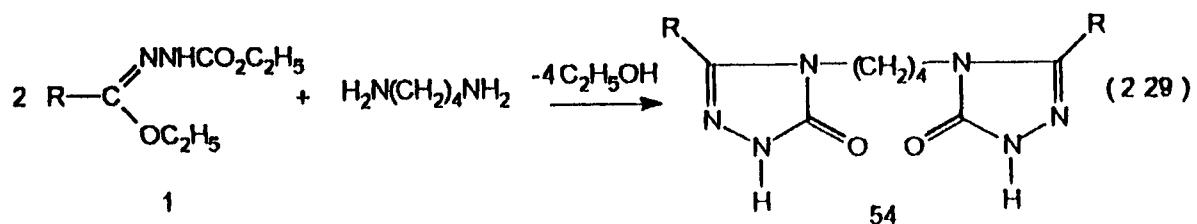
1,2,4-triazol veya 4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on sistemlerini içeren N,N'-bağlı biheteroaril sistemlerinin oluşumları tamamlandıktan

sonra, çalışmanın bundan sonraki orijinal bölümünde C-N bağlı olan ve aynı sistemleri içeren bileşiklerin sentezine çalışılmıştır. Nitekim ester etoksikarbonilhidrazon'ların (1) Fluka'dan temin edilen 3-amino-1H-1,2,4-triazol (47) ile reaksiyonlarının 48 tipi bileşiklerin oluşumu için bir genel metod olabileceği kanıtlanmıştır. Bu çerçevede 1a, 1b, 1c



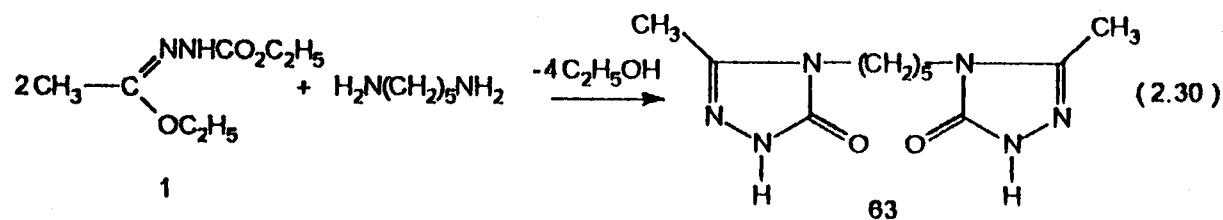
ve 1f bileşiklerinin Denklem 2.28 uyarınca ayrı ayrı 3-amino-1H-1,2,4-triazol (47) ile reaksiyonundan sonrası ile 3-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-1H-1,2,4-triazol (49), 3-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-1H-1,2,4-triazol (50), 3-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-1H-1,2,4-triazol (51) ve 3-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-1H-1,2,4-triazol (52) bileşikleri sentez edilmiştir.

Çalışmanın bundan sonraki bölümlerinde ester etoksikarbonilhidrazonlar (1) çok sayıda alifatik diamin ile reaksiyonu incelenmiş ve w, w' -Di-(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1) -alkanların (53) oluşturulması için genel yöntemler belirlenmiştir. 1 tipi bileşiklerin birkaç diamin ile reaksiyonu bildirilmiş olup [19,20,21], şimdiki çalışma ile elde edilen çok sayıda yeni bileşik ve oluşturulan genel yöntemlerle konu çok daha geniş ve ayrıntılı kapsamda genelleştirilmiştir. Bu çerçevede çalışmanın altıncı orijinal bölümünde 1 tipi bileşiklerin 1,4-diaminobutan ile reaksiyonu incelenerek 1,4-Di-(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-butan (54) bileşiklerinin bir genel yöntem halinde elde edilişi gerçekleştirilmiştir (Denklem 2.29).

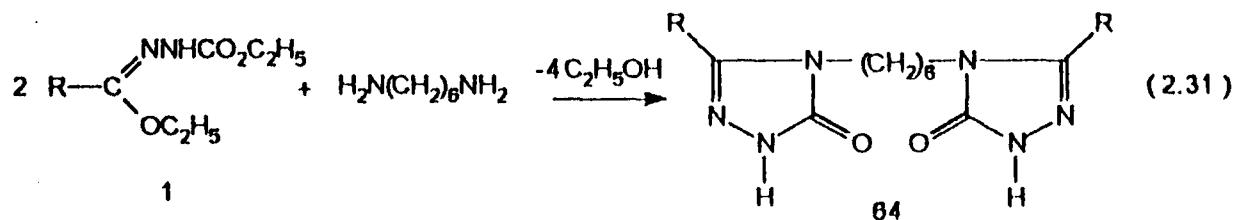


Nitekim Denklem 2.29 uyarınca 1a, 1b, 1c, 1d, 1e, 1f ve 1g bileşiklerinin ayrı ayrı 1,4-diaminobutan ile muamelesinden, sırası ile, 1,4-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (55), 1,4-Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (56), 1,4-Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (57), 1,4-Di-(3-isopropil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (58), 1,4-Di-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (59), 1,4-Di-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (60) ve 1,4-Di-(3-p-tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (61) bileşikleri elde edilmiştir.

Çalışmanın yedinci orijinal bölümünde 62 tipi bileşiklerin oluşumunu kanıtlamak için 1a bileşiği ile 1,5-diaminopentan uygun koşullarda raksiyona sokulmuş ve 1,5-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (63) bileşiği elde edilmiştir (Denklem 2.30)

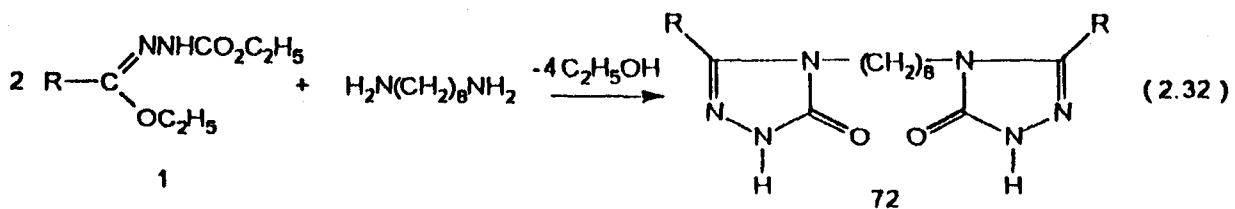


Çalışmada bunu izleyerek ester etoksikarbonilhidrazon'ların (1) 1,6-diaminohekzan ile reaksiyonları incelenerek 1,6-Di-(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (64) bileşiklerinin sentezi için genel bir yöntem oluşturulmuştur (Denklem 2.31). Nitekim Denklem



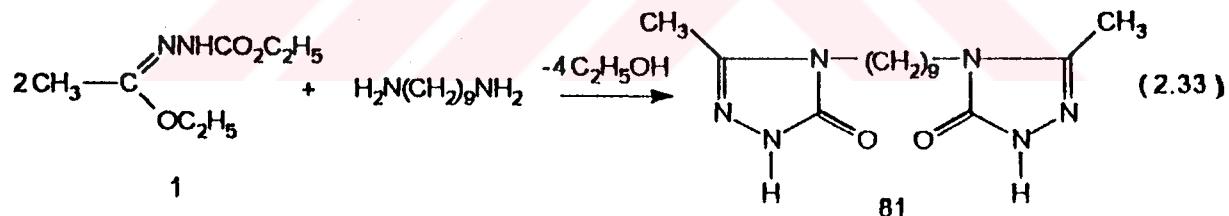
2.31 uyarınca çalışılarak ve 1a, 1b, 1c, 1d, 1e, 1f ve 1g bileşikleri ayrı ayrı 1,6-diaminohekzan ile muamele edilerek sırası ile 1,6-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (65), 1,6-Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (66), 1,6-Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (67), 1,6-Di-(3-i-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (68), 1,6-Di-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (69), 1,6-Di-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (70) ve 1,6-Di-(3-p-tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (71) bileşikleri sentez edilmiştir.

Çalışmanın dokuzuncu orijinal bölümünde 1 tipi bileşikler uygun koşullarda 1,8-diaminoktan ile reaksiyona sokulmuş ve 1,8-Di-(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (72) bileşikleri bir genel yöntem çerçevesinde elde edilmiştir (Denklem 2.32). Nitekim 1a, 1b,

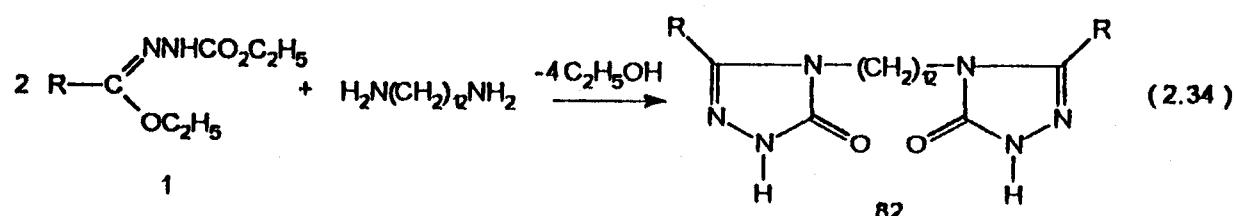


1c, 1d, 1e, 1f ve 1g bileşiklerinin ayrı ayrı 1,8-diaminooktan ile reaksiyonundan Denklem 2.32 uyarınca ve sırasıyla 1,8-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (73), 1,8-Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (74), 1,8-Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (75), 1,8-Di-(3-i-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (76), 1,8-Di-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (77), 1,8-Di-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (78) ve 1,8-Di-(3-p-tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (79) bileşikleri elde edilmiştir.

Çalışmanın bundan sonraki orijinal bölümünde 80 tipi bileşiklerin oluşumunu kanıtlamak amacıyla la bileşiği ile 1,9-diaminononan uygun koşullarda reaksiyona sokulmuş ve 1,9-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-nonan (81) bileşiği sentezlenmiştir (Denklem 2.33).

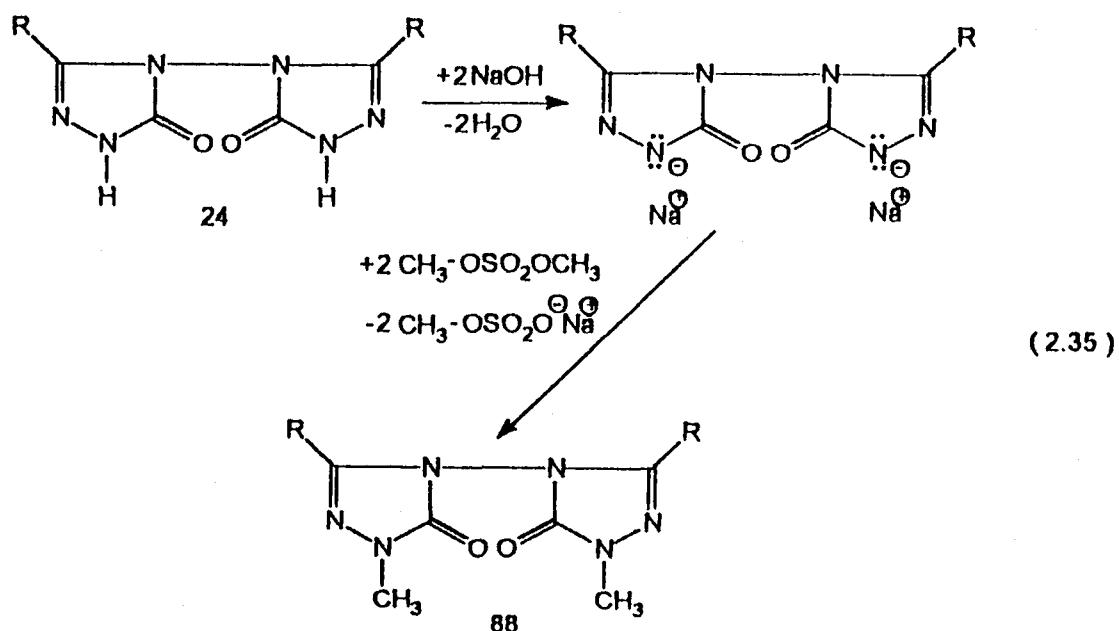


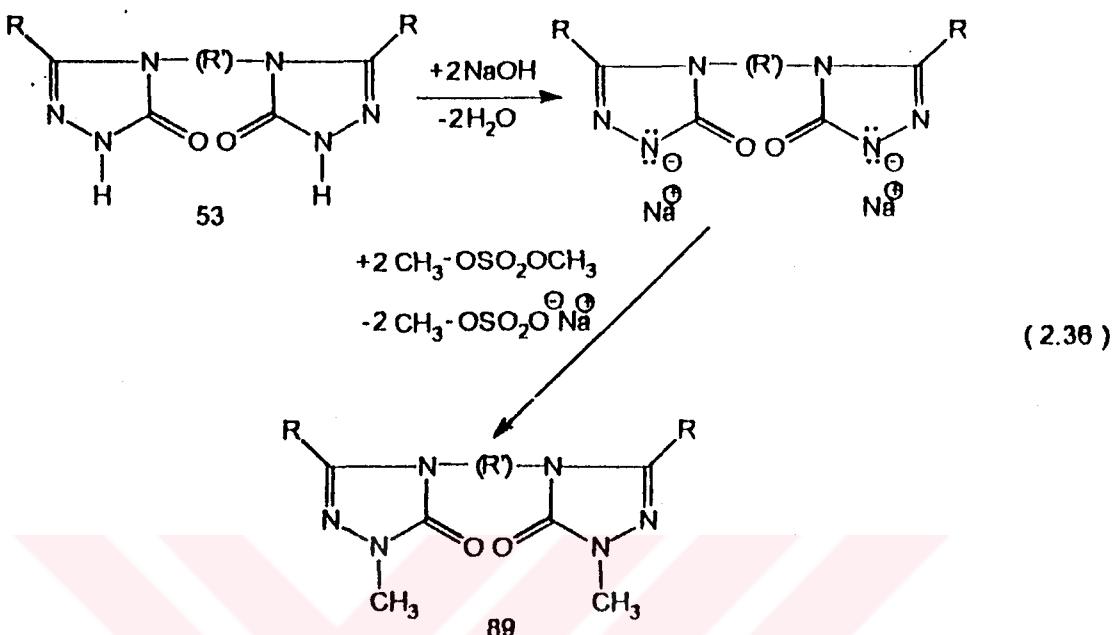
Çalışmanın onbirinci orijinal bölümünde ise 1 tipi bileşikler ile 1,12-diaminododekan'ın reaksiyonu incelenerek 1,12-Di-(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (82) bileşiklerinin sentezi için bir genel yöntem oluşturulmuştur (Denklem 2.34). Nitekim Denklem



2.34 çerçevesinde 1a, 1b, 1c, 1e ve 1f bileşiklerinin 1,12-diaminododekan ile ayrı ayrı muamelesinden sırası ile, 1,12-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (83), 1,12-Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (84), 1,12-Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (85), 1,12-Di-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (86) ve 1,12-Di-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (87) bileşikleri elde edilmiştir.

Çalışmanın orijinal son bölümünde 24 ve 53 tipi bileşiklerin bir kısmının N-Metillendirme reaksiyonları incelenmiştir. 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on halkasının zayıf asidik bir özelliğe sahip olduğu bilinmektedir [22-27]. Nitekim bazı 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on türevlerinin sulu veya susuz ortamda pKa değerlerinin tayin edildiği bildirilmiştir [24, 27-30]. Bu bakımdan 24 ve 53 tipi bileşiklerin alcali hidroksidli çözeltilerde çözünmeleri aşikardır. Nitekim çalışmamızda bu tipten bileşikler 2N-NaOH çözeltisinde çözüldükten sonra metillendirme reaktifi olarak dimetilsülfat kullanılarak 88 ve 89 tipi bileşikler oluşturulmuştur (Denklem 2.35 ve Denklem 2.36). Nitekim 24





tipi 25 bileşiginin dimetilsülfat ile Denklem 2.35 uyarınca metilendirilmesinden Di-(1,3-dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il) (90) bileşiği elde edilmiştir. Benzer şekilde ve Denklem 2.36 uyarınca 53 tipi bileşikler olan 55, 65, 71, 73 ve 83 bileşiklerinin dimetilsülfat ile ayrı ayrı muamelesinden sırası ile 1,4-Di-(1,3-Dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (91), 1,6-Di-(1,3-Dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (92), 1,6-Di-(1-Metil-3-p-tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (93), 1,8-Di-(1,3-Dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (94) ve 1,12-Di-(1,3-Dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (95) bileşikleri sentezlenmiştir. Çalışmanın bu son bölümünde 24 ve 53 tipi bileşiklerin dimetilsülfat ile N-Metillendirilmelerinin bir genel metod oluşturabileceği kanıtlanmıştır.

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Çalışmada elde edilen bileşiklerin erime noktaları Büchi erime noktası cihazında tayin edilmiştir. Infrared spektrumları Perkin-Elmer 377 spektrofotometresinde KBr tabletleri halinde alınmıştır. $^1\text{H-NMR}$ spektrumları Varian-60 Spektrometresinde çekilmiştir. Ultraviyole absorbсиyon spektrumları 10^{-4} - 10^{-3} M çözeltileri (%95'lik etanol veya dimetilsulfoksid içinde) halinde ve 10 mm kuartz hücreleri kullanılmak suretiyle 210-350 nm bölgesinde tayin edilmiştir. Mikro analizler ise Carlo Erba 1106 elementel analiz cihazında tayin ettirilmiştir. Tüm deneysel çalışmalar K.T.U Kimya Bölümü Organik Kimya Lisansüstü laboratuuarında gerçekleştirılmıştır. Mikroanalizler, TÜBİTAK Marmara Bilimsel ve Endüstriyel Araştırma Merkezi Enstrümental Analiz Laboratuuarında yaptırılmıştır. IR ve UV Spektrumlarının tümü ile $^1\text{H-NMR}$ Spektrumlarının büyük kısmı K.T.U Kimya Bölümü Enstrümental Analiz laboratuuarında alınmıştır. $^1\text{H-NMR}$ Spektrumlarının diğer bir kısmı ise 19 Mayıs Üniversitesi ve Gazi Üniversitesi Kimya bölümlerinde alındırılmıştır.

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

1 tipi bileşiklerin elde edilmesi için gerekli 2 tipi bileşikler Pinner Metoduna [13] göre sentezlenmiştir. Elde edilen 2 tipi bileşiklerin erime noktaları literatürdeki değerlerle karşılaştırılmış olarak aşağıda verilmiştir.

Etil imidoasetat hidroklorür

(2a): e.n.99° (boz.)

Kaynak [31]'de e.n.98-100°(boz.)

Etil imidopropionat hidroklorür	(2b):	e.n.91°	(boz.)
	Kaynak [32]'de	e.n.92°	(boz.)
Etil imidobutirat hidroklorür	(2c):	e.n.50°	(boz.)
	Kaynak [33]'de	e.n.51°	(boz.)
Etil imidoizobutirat hidroklorür	(2d):	e.n.49°	(boz.)
	Kaynak [33]'de	e.n.48°	(boz.)
Etil imidofenilasetat hidroklorür	(2e):	e.n.84°	(boz.)
	Kaynak [34]'de	e.n.85°	(boz.)
Etil imidobenzoat hidroklorür	(2f):	e.n.126°	(boz.)
	Kaynak [35]'de	e.n.126°	(boz.)
Etil imido-p-metilbenzoat hidroklorür (2g):		e.n.160°	(boz.)
	Kaynak [36]'da	e.n.161°	(boz.)

7 tipi bileşiklerin eldesi için gerekli 1 tipi bileşikler ise literatürde kayıtlı yöntemlere göre [1,2,3] 2 tipi bileşikler kullanılarak sentezlenmiştir. Bu bileşiklerin IR spektrumları alınmış ve literatürde kayıtlı tipik IR pikleri ile karşılaştırılmıştır. 1 tipi bu bileşiklerin erime noktaları literatürdeki değerlerle karşılaştırmalı olarak aşağıda verilmiştir.

Etil asetat etoksikarbonilhidrazon	(1a):	e.n.67°
	Kaynak [1]'de	e.n.68°
Etil propionat etoksikarbonilhidrazon	(1b):	e.n.58°
	Kaynak [2]'de	e.n.57-58°

Etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon	(1c):	e.n.45°
	Kaynak [2]'de	e.n.46-47°
Etil izobutirat etoksikarbonilhidrazon	(1d):	e.n.64°
	Kaynak [2]'de	e.n.65°
Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon	(1e):	e.n.90°
	Kaynak [1]'de	e.n.90°
Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon	(1f):	e.n.79°
	Kaynak [1]'de	e.n.80°
Etil p-metilbenzoat etoksikarbonilhidrazon	(1g):	e.n.85°
	Kaynak [3]'de	e.n.86.5°

7 tipi bileşikler, literatürde kayıtlı yönteme göre 1 tipi bileşiklerin hidrazin hidrat ile reaksiyonundan elde edilmiştir. Sentezlenen bu bileşiklerin alınan IR spektrumları literatürde kayıtlı tipik IR pikleri ile karşılaştırmaları yapılmıştır. Sentezlenen 7 tipi bu bileşiklerin erime noktaları literatürdeki değerlerle karşılaştırılmalı olarak aşağıda verilmiştir.

3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on	(7a):	e.n.225°
	Kaynak [3]'de	e.n.227°
3-Etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on	(7b):	e.n.166°
	Kaynak [3]'de	e.n.167°

3-n-propil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (7c): e.n.145°

Kaynak [3]'de e.n.145.5°

3-Benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol (7d): e.n.167°

Kaynak [3]'de e.n.167°

3.1. Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il) [3-Metil-4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (25):

3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1.1411 g, 0.01 mol) ile etil asetat etoksikarbonilhidrazon (1.7420 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 190-195°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutuldu ve oluşan katı madde etanol'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.011 g, %51.53) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 25 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.326°

Maddenin IR, $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ ve mikroanaliz değerleri lit.[3]'de verilen değerlerle identik olduğu görüldü.

$^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 1

$^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ Spektrumu : Ek Şekil 2

3.2. 3-Metil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on

[3-Etil-4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (26):

Yöntem 1:

3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1.1411 g, 0.01 mol) ile etil propionat etoksikarbonilhidrazon (1.8822 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 190-195°C

de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutuldu ve oluşan katı madde etilasetat'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.128 g, %53.68 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 26 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.204°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 3

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 4

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 5

Elementel analiz : $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:40.00 ; H:4.80 ; N:39.98

Bulunan : C:40.64 ; H:5.05 ; N:40.01

Yöntem 2:

3-Etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1.2414 g, 0.01 mol) ile etil asetat etoksikarbonilhidrazon (1.7420 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 190-195°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutuldu ve oluşan katı madde etilasetat'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.985 g, %46.86 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 26 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.204°

Yöntem 2 ile elde edilen bileşigin Yöntem 1 ile elde edilen 26 bileşigine identik olduğu, karışık erime noktası tayini, IR ve $^1\text{H-NMR}$ spektrumlarının karşılaştırılması ile saptandı.

3.3. Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)

[3-Etil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (27):

3-Etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1.2814 g, 0.01 mol) ile etil propionat etoksikarbonilhidrazon (1.8822 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 190-195°C

de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutuldu ve oluşan katı madde aseton-benzen(1:2)'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.206 g, %53.79 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristalendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutuluktan sonra 27 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.268°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 6
$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu	: Ek Şekil 7
$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu	: Ek Şekil 8
Elementel analiz	: $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_6\text{O}_2$ için;
Hesaplanan	: C:42.85 ; H:5.39 ; N:37.48
Bulunan	: C:42.85 ; H:5.37 ; N:37.63

3.4. 3-Etil-4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on

[3-n-propil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (28):

Yöntem :1

3-Etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1.2814 g, 0.01 mol) ile etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 190-195°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutuldu ve oluşan katı madde aseton-benzen (1:3)'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.160 g, %48.69 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutuluktan sonra 28 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.269°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 9
$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu	: Ek Şekil 10
$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu	: Ek Şekil 11

Elementel analiz : C₉H₁₄N₆O₂ için;
 Hesaplanan : C:45.37 ; H:5.92 ; N:35.28
 Bulunan : C:45.27 ; H:5.89 ; N:35.32

Yöntem 2:

3-n-propil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1.4216 g, 0.01 mol) ile etil propionat etoksikarbonilhidrazon (1.8822 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 190-195°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutuldu ve oluşan katı madde aseton-benzen (1:3)'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.002 g, %42.06 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutuluktan sonra 28 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.269°

Yöntem 2 ile elde edilen bileşigin Yöntem 1 ile elde edilen 28 bileşigine identik olduğu, karışık erime noktası tayini, IR ve ¹H-NMR spektrumlarının karşılaştırılması ile saptandı.

3.5. Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)

[3-n-propil-4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (29):

3-n-propil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1.4216 g, 0.01 mol) ile etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 195-200°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutuldu ve oluşan katı madde su'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.079 g, %42.77 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutuluktan sonra 29 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.267°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 12

¹H-NMR(DMSO-d₆) Spektrumu : Ek Şekil 13

¹H-NMR(TFA) Spektrumu : Ek Şekil 14

Elementel analiz : C₁₀H₁₆N₆O₂ için;
 Hesaplanan : C:47.61 ; H:6.39 ; N:33.32
 Bulunan : C:47.52 ; H:6.50 ; N:33.01

3.6. 3-Metil-4-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on

[3-Benzil-4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (30):

Yöntem :1

3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1.1411 g, 0.01 mol) ile etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (2.5029g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 195-200°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutuldu ve oluşan katı madde sudan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.217 g, %44.70 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 30 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.257°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 15

¹H-NMR(DMSO-d₆) Spektrumu : Ek Şekil 16

¹H-NMR(TFA) Spektrumu : Ek Şekil 17

Elementel analiz : C₁₂H₁₂N₆O₂ için;
 Hesaplanan : C:52.93 ; H:4.44 ; N:30.87
 Bulunan : C:53.55 ; H:4.41 ; N:30.71

Yöntem 2:

3-Benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1.9020 g, 0.01 mol) ile etil asetat etoksikarbonilhidrazon (1.7420 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 195-200°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutuldu ve oluşan katı madde su'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.107 g, %40.65 verim)

aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 30 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.257°

Yöntem 2 ile elde edilen bileşigin Yöntem 1 ile elde edilen 30 bileşigine identik olduğu, karışık erime noktası tayini, IR ve $^1\text{H-NMR}$ spektrumlarının karşılaştırılması ile saptandı.

**3.7. 4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol
[3-Metil-4-(4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (32):**

4-amino-4H-1,2,4-triazol (0.8408 g, 0.01 mol) ile etil asetat etoksikarbonilhidrazon (1.7420 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 155-160°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etanol-etylasetat (1:1)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.961 g, %57.28 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 32 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.284°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 18

$^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-d_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 19

$^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ Spektrumu : Ek Şekil 20

Elementel analiz : $\text{C}_5\text{H}_6\text{N}_6\text{O}$ için;

Hesaplanan : C:36.14 ; H:3.64 ; N:50.59

Bulunan : C:36.31 ; H:3.69 ; N:49.90

**3.8. 4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol
[3-Etil-4-(4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (33):**

4-amino-4H-1,2,4-triazol (0.8408 g, 0.01 mol) ile etil propionat etoksikarbonilhidrazon (1.8822 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 165-170°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai

balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde aseton-benzen (1:3)'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.9211 g, %51.12 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 33 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.205°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 21
$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu	: Ek Şekil 22
$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu	: Ek Şekil 23
Elementel analiz	: $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_6\text{O}$ için;
Hesaplanan	: C:40.00 ; H:4.48 ; N:46.65
Bulunan	: C:40.45 ; H:4.46 ; N:47.22

3.9. 4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol

[3-n-propil-4-(4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (34):

4-amino-4H-1,2,4-triazol (0.8408 g, 0.01 mol) ile etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 165-170°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etanol-etilasetat (1:4)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.099 g, %56.59 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 34 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.244°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 24
$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu	: Ek Şekil 25
$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu	: Ek Şekil 26
Elementel analiz	: $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_6\text{O}$ için;
Hesaplanan	: C:43.29 ; H:5.19 ; N:43.28
Bulunan	: C:42.71 ; H:5.22 ; N:43.80

3.10. 4-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol

[3-Benzil-4-(4H-1,2,4-triazol-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (35):

4-amino-4H-1,2,4-triazol (0.8408 g, 0.01 mol) ile etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (2.5029 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 170-175°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etanol 'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.281 g, %52.90 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 35 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.285° (boz.)

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 27

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 28

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 29

Elementel analiz : $\text{C}_{11}\text{H}_{10}\text{N}_6\text{O}$ için;

Hesaplanan : C:54.54 ; H:4.16 ; N:34.70

Bulunan : C:54.75 ; H:4.17 ; N:35.01

3.11. 4-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol

[3-Fenil-4-(4H-1,2,4-triazol-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (36):

4-amino-4H-1,2,4-triazol (0.8408 g, 0.01 mol) ile etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (2.3626 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 175-180°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etanol-etilasetat (1:2)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.176 g, %51.52 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 36 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.214°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 30

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 31

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 32

Elementel analiz : $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_6\text{O}$ için;

Hesaplanan : C:52.63 ; H:3.53 ; N:36.83

Bulunan : C:52.38 ; H:3.86 ; N:36.70

3.12. 3,5-Dimetil-4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol

[3-Metil-4-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (38):

3,5-dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (1.1214 g, 0.01 mol) ile etil asetat etoksikarbonilhidrazon (1.7420 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 200-205°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etanol-ethylasetat (1:2)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.034 g, %53.24 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 38 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.290°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 33

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 34

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 35

Elementel analiz : $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_6\text{O}$ için;

Hesaplanan : C:43.29 ; H:5.19 ; N:43.28

Bulunan : C:43.38 ; H:5.10 ; N:44.00

3.13. 3,5-Dimetil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol

[3-Etil-4-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (39):

3,5-dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (1.1214 g, 0.01 mol) ile etil propionat etoksikarbonilhidrazon (1.8822 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 200-205°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etanol-benzen (1:5)'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.141 g, %54.82 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 39 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.246°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 36

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 37

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 38

Elementel analiz : C₈H₁₂N₆O için;

Hesaplanan : C:46.14 ; H:5.81 ; N:40.36

Bulunan : C:46.62 ; H:5.81 ; N:40.30

3.14. 3,5-Dimetil-4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4H-1,2,4-triazol

[3-n-propil-4-(3,5-Dimetil-4H-1,2,4-triazol-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (40):

3,5-dimetil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (1.1214 g, 0.01 mol) ile etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 200-205°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etilasetat dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.195 g, %53.76 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 40 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.213°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 39

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 40

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 41

Elementel analiz : C₉H₁₄N₆O için;
 Hesaplanan : C:48.63 ; H:6.35 ; N:37.82
 Bulunan : C:47.89 ; H:6.25 ; N:37.26

3.15. 3,5-Dietil-4-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol
[3-Metil-4-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (42):

3,5-dietil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (1.4019 g, 0.01 mol) ile etil asetat etoksikarbonilhidrazon (1.7420 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 170-175°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde aseton-benzen (1:1)'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.002 g, %45.08 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 42 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.200°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 42
¹H-NMR(DMSO-d₆) Spektrumu : Ek Şekil 43
¹H-NMR(TFA) Spektrumu : Ek Şekil 44

Elementel analiz : C₉H₁₄N₆O için;
 Hesaplanan : C:48.63 ; H:6.35 ; N:37.82
 Bulunan : C:48.11 ; H:6.39 ; N:37.91

3.16. 3,5-Dietil-4-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol
[3-Etil-4-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (43):

3,5-dietil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (1.4019 g, 0.01 mol) ile etil propionat etoksikarbonilhidrazon (1.8822 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 170-175°C de 1.5 saat ısıtıldı.

Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etilasetat' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.355 g, %57.33 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 43 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.206°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 45
$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu	: Ek Şekil 46
$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu	: Ek Şekil 47
Elementel analiz	: $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_6\text{O}$ için;
Hesaplanan	: C:50.83 ; H:6.83 ; N:35.37
Bulunan	: C:50.04 ; H:6.79 ; N:34.99

3.17. 3,5-Dietil-4-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol

[3-n-propil-4-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (44):

3,5-dietil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (1.4019 g, 0.01 mol) ile etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 170-175°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etilasetat dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.387 g, %55.41 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 44 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.182°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 48
$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu	: Ek Şekil 49
$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu	: Ek Şekil 50
Elementel analiz	: $\text{C}_{11}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{O}$ için;
Hesaplanan	: C:52.78 ; H:7.25 ; N:33.58
Bulunan	: C:53.22 ; H:7.31 ; N:33.65

3.18. 3,5-Dietil-4-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol

[3-Benzil-4-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (45):

3,5-dietil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (1.4019 g, 0.01 mol) ile etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (2.5029 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 175-180°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde aseton-kloroform (1:1)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.739 g, %58.29 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 45 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.209°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 51

^1H -NMR(DMSO-d₆) Spektrumu : Ek Şekil 52

^1H -NMR(TFA) Spektrumu : Ek Şekil 53

Elementel analiz : C₁₅H₁₈N₆O için;

Hesaplanan : C:60.38 ; H:6.08 ; N:28.17

Bulunan : C:60.81 ; H:6.15 ; N:28.55

3.19. 3,5-Dietil-4-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-4H-1,2,4-triazol

[3-Fenil-4-(3,5-Dietil-4H-1,2,4-triazol-4-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (46):

3,5-dietil-4-amino-4H-1,2,4-triazol (1.4019 g, 0.01 mol) ile etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (2.3626 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 180-185°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde aseton-etilasetat (1:2)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.602 g, %56.33 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 46 bileşigi olarak

tanımlandı. e.n.238°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 54
$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu	: Ek Şekil 55
$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu	: Ek Şekil 56
Elementel analiz	: $\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_6\text{O}$ için;
Hesaplanan	: C:59.14 ; H:5.67 ; N:29.5
Bulunan	: C:59.11 ; H:5.72 ; N:29.73

3.20. 3-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-1H-1,2,4-triazol

[3-Metil-4-(1H-1,2,4-triazol-3-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (49):

3-amino-1H-1,2,4-triazol (0.8408 g, 0.01 mol) ile etil asetat etoksikarbonilhidrazon (1.7420 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 160-165°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etanol-etilasetat (1:1)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.762 g, %45.82 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 49 bileşigi olarak tanımlandı.

e.n.236°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 57
$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu	: Ek Şekil 58
$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu	: Ek Şekil 59
Elementel analiz	: $\text{C}_5\text{H}_6\text{N}_6\text{O}$ için;
Hesaplanan	: C:36.14 ; H:3.64 ; N:50.59
Bulunan	: C:35.33 ; H:3.59 ; N:49.78

3.21. 3-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-1H-1,2,4-triazol

[3-Etil-4-(1H-1,2,4-triazol-3-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (50):

3-amino-1H-1,2,4-triazol (0.8408 g, 0.01 mol) ile etil propionat etoksikarbonilhidrazon (1.8822 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 160-165°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etanol-etilasetat (1:1)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.713 g, %47.07 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 50 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.240°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 60

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 61

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 62

Elementel analiz : $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_6\text{O}$ için;

Hesaplanan : C:40.00 ; H:4.48 ; N:46.65

Bulunan : C:40.28 ; H:4.41 ; N:47.58

3.22. 3-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-1H-1,2,4-triazol

[3-n-propil-4-(1H-1,2,4-triazol-3-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (51):

3-amino-1H-1,2,4-triazol (0.8408 g, 0.01 mol) ile etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (2.0225 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 160-165°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etilasetat' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.062 g, %54.69 verim) aynı çözücü den birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 51 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.215°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 63

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 64

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 65

Elementel analiz : C₇H₁₀N₆O için;
 Hesaplanan : C:43.29 ; H:5.19 ; N:43.28
 Bulunan : C:43.28 ; H:5.08 ; N:42.60

3.23. 3-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-1H-1,2,4-triazol

[3-Fenil-4-(1H-1,2,4-triazol-3-i1)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (52):

3-amino-1H-1,2,4-triazol (0.8408 g, 0.01 mol) ile etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (2.3626 g, 0.01 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 180-185°C de 1.5 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etilasetat' dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.219 g, %53.41 verim) aynı çözücü den birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 52 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.288°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 66
¹H-NMR(DMSO-d₆) Spektrumu : Ek Şekil 67
¹H-NMR(TFA) Spektrumu : Ek Şekil 68

Elementel analiz : C₁₀H₈N₆O için;
 Hesaplanan : C:52.63 ; H:3.53 ; N:36.83
 Bulunan : C:52.15 ; H:3.53 ; N:35.69

3.24. 1,4-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-butan (55):

1,4-diaminobutan (0.8815 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil asetat etoksikarbonilhidrazon (3.4840 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 5 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülüp desikatörde kurutulduktan sonra dimetilsulfoksid-su (1:20)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.480 g, %58.66 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa

daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 55 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 293°

Maddenin IR ve $^1\text{H-NMR}$ (TFA) değerlerinin lit.[21]'de verilen değerlerle identik olduğu görüldü.

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 69

$^1\text{H-NMR}$ (TFA) Spektrumu : Ek Şekil 70

Elementel analiz : $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:47.61 ; H:6.39 ; N:33.31

Bulunan : C:47.05 ; H:6.33 ; N:33.02

3.25. 1,4-Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (56):

1,4-diaminobutan (0.8815 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil propionat etoksikarbonilhidrazon (3.7644 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 5 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülüp desikatörde kurutulduktan sonra dimetilsulfoksid-su(1:20)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.622 g, %57.86 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 56 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.278°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 71

$^1\text{H-NMR}$ (TFA) Spektrumu : Ek Şekil 72

Elementel analiz : $\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:51.41 ; H:7.19 ; N:29.98

Bulunan : C:51.42 ; H:7.36 ; N:30.28

3.26. 1,4-Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (57):

1,4-diaminobutan (0.8815 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil n-butirat etoksi karbonilhidrazon (4.0450 g, 0.02 mol) ilave

edildikten sonra karışım 5 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülüp desikatörde kurutulduktan sonra etanol-etilasetat(1:2)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.900 g, %61.61 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 57 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.213°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 73

^1H -NMR(DMSO-d₆) Spektrumu : Ek Şekil 74

^1H -NMR(TFA) Spektrumu : Ek Şekil 75

Elementel analiz : C₁₄H₂₄N₆O₂ için;

Hesaplanan : C:54.52 ; H:8.74 ; N:27.25

Bulunan : C:55.13 ; H:8.03 ; N:27.42

3.27. 1,4-Di-(3-i-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (58):

1,4-diaminobutan (0.8815 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil izobutirat etoksikarbonilhidrazon (4.0450 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 5 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülüp desikatörde kurutulduktan sonra etanol-su (1:2)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.598 g, %51.84 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 58 bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 233°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 76

^1H -NMR(DMSO-d₆) Spektrumu : Ek Şekil 77

^1H -NMR(TFA) Spektrumu : Ek Şekil 78

Elementel analiz : C₁₄H₂₄N₆O₂ için ;

Hesaplanan : C:54.52 ; H:7.84 ; N:27.25

Bulunan : C:54.98 ; H:7.91 ; N:26.91

**3.28. 1,4-Di-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan
(59):**

1,4-diaminobutan (0.8815 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (5.0058 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 5 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzüliip desikatörde kurutulduktan sonra dimetilsulfoksid-su (1:20)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.542 g, %38.12 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 59 bileşiği olarak tanımlandı. e.n.278*

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 79

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 80

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 81

Elementel analiz : $\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:65.33 ; H:5.98 ; N:20.78

Bulunan : C:65.95 ; H:6.12 ; N:21.01

**3.29. 1,4-Di-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan
(60):**

1,4-diaminobutan (0.8815 g, 0.01 mol) ile etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (4.7252 g, 0.02 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 170-175°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etanol-aseton (1:5)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.733 g, %45.63 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 60 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 308*

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 82

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 83

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 84

Elementel analiz	: C ₂₀ H ₂₀ N ₆ O ₂ için;
Hesaplanan	: C:63.82 ; H:5.36 ; N:22.33
Bulunan	: C:63.43 ; H:5.43 ; N:21.84

3.30. 1,4-Di-(3-p-tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (61):

1,4-diaminobutan (0.8815 g, 0.01 mol) ile etil p-metilbenzoat karbetoksihidrazon (5.0058 g, 0.02 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 170-175°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde dimetilsulfoksid-su (1:20)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.040 g, %50.43 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 61 bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 322°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 85
¹ H-NMR(DMSO-d ₆) Spektrumu	: Ek Şekil 86
¹ H-NMR(TFA) Spektrumu	: Ek Şekil 87
Elementel analiz	: C ₂₂ H ₂₄ N ₆ O ₂ için;
Hesaplanan	: C:65.33 ; H:5.98 ; N:20.78
Bulunan	: C:65.50 ; H:6.23 ; N:20.86

3.31. 1,5-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-pentan (63):

1,5-diaminopantan (1.0218 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil asetat etoksikarbonilhidrazon (3.4840 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 5 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülp desikatörde kurutulduktan sonra su'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.859 g, %69.81) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 63 bileşigi (dihidratı halinde) olarak tanımlandı. e.n.214°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 88
 $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 89
 $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ Spektrumu : Ek Şekil 90
 Elementel analiz : $\text{C}_{11}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{O}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ için;
 Hesaplanan : C:43.70 ; H:7.34 ; N:27.80
 Bulunan : C:44.03 ; H:7.34 ; N:28.86

3.32. 1,6-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (65):

1,6-diaminohekzan (1.1620 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil asetat etoksikarbonilhidrazon (3.4840 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 5 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülüp desikatörde kurutulduktan sonra etanol-su (1:5)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.391 g, %85.29 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 65 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 234°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 91
 $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 92
 $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ Spektrumu : Ek Şekil 93
 Elementel analiz : $\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{N}_6\text{O}_2$ için;
 Hesaplanan : C:51.410 ; H:7.19 ; N:29.98
 Bulunan : C:51.23 ; H:7.43 ; N:30.42

3.33. 1,6-Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (66):

1,6-diaminohekzan (1.1620 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil propionat etoksikarbonilhidrazon (3.7644 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 5 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülüp desikatörde kurutulduktan

sonra etanol-su (1:2)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.480 g, %80.42 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 66 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 171°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 94

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 95

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 96

Elementel analiz : $\text{C}_{14}\text{H}_{24}\text{N}_{6}\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:54.52 ; H:7.84 ; N:27.25

Bulunan : C:54.4 ; H:8.35 ; N:27.25

3.34. 1,6-Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-hekzan (67):

1,6-diaminohekzan (1.1620 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (4.0450 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 5 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülp desikatörde kurutulduktan sonra etanol'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.713 g, %80.64 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 67 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 151°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 97

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 98

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 99

Elementel analiz : $\text{C}_{16}\text{H}_{28}\text{N}_{6}\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:57.12 ; H:8.39 ; N:24.98

Bulunan : C:57.55 ; H:8.87 ; N:25.34

3.35. 1,6-Di-(3-i-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-hekzan (68):

1,6-diaminohekzan (1.1620 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine

etil izobutirat etoksikarbonilhidrazon (4.0450 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 5 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülüp desikatörde kurutulduktan sonra su'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.716 g, %51.01 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 68 bileşigi olarak tanımlandı. e.n.233°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 100
$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu	: Ek Şekil 101
$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu	: Ek Şekil 102
Elementel analiz	: $\text{C}_{16}\text{H}_{28}\text{N}_6\text{O}_2$ için;
Hesaplanan	: C:57.12 ; H:8.39 ; N:24.98
Bulunan	: C:51.23 ; H:8.63 ; N:25.31

3.36. 1,6-Di-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (69):

1,6-diaminohekzan (1.1620 g, 0.01 mol)'in 100 ml sudaki çözeltisine etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (5.0058 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 5 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülüp desikatörde kurutulduktan sonra etanol'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.270 g, %52.48 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 69 bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 219°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 103
$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu	: Ek Şekil 104
$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu	: Ek Şekil 105
Elementel analiz	: $\text{C}_{24}\text{H}_{28}\text{N}_6\text{O}_2$ için;
Hesaplanan	: C:66.65 ; H:6.53 ; N:19.42
Bulunan	: C:66.44 ; H:6.75 ; N:19.39

**3.37. 1,6-Di-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)- hekzan
(70):**

1,6-diaminohekzan (1.1620 g, 0.01 mol) ile etil benzoat etoksikarbonil hidrazon (4.7252 g, 0.02 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 175-180°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etanol-su(1:5)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.230 g, %55.13 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 70 bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 235°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 106

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 107

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 108

Elementel analiz : C₂₂H₂₄N₆O₂ için ;

Hesaplanan : C:65.33 ; H:5.98 ; N:20.77

Bulunan : C:65.26 ; H:6.25 ; N:20.46

**3.38. 1,6-Di-(3-p-tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan
(71):**

1,6-diaminohekzan (1.1620 g, 0.01 mol) ile etil p-metilbenzoat etoksikarbonil hidrazon (5.0058 g, 0.02 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 175-180°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde dimetilsulfoksid-su(1:20)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.841 g, %70.48 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 71 bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 275°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 109

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 110

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 111

Elementel analiz : C₂₄H₂₈N₆O₂ için;
 Hesaplanan : C:65.65 ; H:6.53 ; N:19.42
 Bulunan : C:66.13 ; H:6.80 ; N:18.78

3.39. 1,8-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (73):

1,8-diaminoktan (1.4420 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil asetat etoksikarbonilhidrazon (3.4840 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 6 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülp desikatörde kurutulduktan sonra etanol-su (1:2)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.250 g, %79.96 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 73 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 205°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 112
¹H-NMR(DMSO-d₆) Spektrumu : Ek Şekil 113
¹H-NMR(TFA) Spektrumu : Ek Şekil 114

Elementel analiz : C₁₄H₂₄N₆O₂ için;
 Hesaplanan : C:54.52 ; H:7.84 ; N:27.25
 Bulunan : C:54.06 ; H:7.98 ; N:27.05

3.40. 1,8-Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (74):

1,8-diaminoktan (1.4420 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil propionat etoksikarbonilhidrazon (3.7644 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 6 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülp desikatörde kurutulduktan sonra etanol-su (1:2)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.820 g, %83.82 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 74

bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 179°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 115
$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu	: Ek Şekil 116
$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu	: Ek Şekil 117
Elementel analiz	: $\text{C}_{16}\text{H}_{28}\text{N}_6\text{O}_2$ için;
Hesaplanan	: C:57.12 ; H:8.39 ; N:24.98
Bulunan	: C:57.41 ; H:8.58 ; N:25.13

**3.41. 1,8-Di-(3-n-propil-4,5-dihidro- 1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan
(75):**

1,8-diaminooktan (1.4420 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (4.0450 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 6 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülüp desikatörde kurutulduktan sonra su 'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.961 g, %81.23 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 75 bileşigi olarak tanımlan- dı. e.n. 122°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 118
$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu	: Ek Şekil 119
$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu	: Ek Şekil 120
Elementel analiz	: $\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{N}_6\text{O}_2$ için;
Hesaplanan	: C:59.31 ; H:8.85 ; N:23.06
Bulunan	: C:59.99 ; H:8.86 ; N:22.76

**3.42. 1,8-Di-(3-i-propil-4,5-dihidro- 1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan
(76):**

1,8-diaminooktan (1.4420 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil izobutirat etoksikarbonilhidrazon (4.0450 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 6 saat geri soğutucu altında kaynatıldı.

Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülüp desikatörde kurutulduktan sonra etanol-su (1:1)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.375 g, %65.17 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 76 bileşiği (trihidratı halinde) olarak tanımlandı. e.n. 136°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 121

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 122

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 123

Elementel analiz : $\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{N}_6\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ için;

Hesaplanan : C:53.70 ; H:9.52 ; N:20.88

Bulunan : C:54.00 ; H:9.41 ; N:20.97

3.43. 1,8-Di-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan

(77):

1,8-diaminoktan (1.4420 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (5.0058 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 6 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülüp desikatörde kurutulduktan sonra etanol-su (1:3)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.335 g, %50.63 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 77 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 168°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 124

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 125

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 126

Elementel analiz : $\text{C}_{26}\text{H}_{32}\text{N}_6\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ için;

Hesaplanan : C:67.80 ; H:7.00 ; N:18.25

Bulunan : C:67.36 ; H:7.17 ; N:17.54

**3.44. 1,8-Di-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-oktan
(78):**

1,8-diaminooktan (1.4420 g, 0.01 mol) ile etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (4.7252 g, 0.02 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 180-185°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etanol-su (1:5)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.320 g, %53.64 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendiriliip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 78 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 190°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 127

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 128

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 129

Elementel analiz : C₂₄H₂₈N₆O₂ için;

Hesaplanan : C:66.65 ; H:6.53 ; N:19.43

Bulunan : C:66.41 ; H:6.77 ; N:18.96

**3.45. 1,8-Di-(3-p-tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-i1)-oktan
(79):**

1,8-diaminooktan (1.4420 g, 0.01 mol) ile etil p-metilbenzoat etoksikarbonilhidrazon (5.0058 g, 0.02 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 180-185°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde dimetisulfoksid-su (1:20)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.680 g, %58.18 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendiriliip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 79 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 186°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 130

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 131

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 132

Elementel analiz	: C ₂₆ H ₃₂ N ₆ O ₂ için;
Hesaplanan	: C:67.80 ; H:7.00 ; N:18.25
Bulunan	: C:67.47 ; H:7.10 ; N:18.12

3.46. 1,9-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-nonan (81):

1,9-diaminononan (1.5822 g, 0.01 mol)'ın 100 ml sudaki çözeltisine etil asetat etoksikarbonilhidrazon (3.4840 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 6 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülp desikatörde kurutulduktan sonra su'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2.436 g, %75.56 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 81 bileşigi (monohidratı halinde) olarak tanımlandı. e.n. 97°

IR(KBr) Spektrumu	: Ek Şekil 133
¹ H-NMR(DMSO-d ₆) Spektrumu	: Ek Şekil 134
¹ H-NMR(TFA) Spektrumu	: Ek Şekil 135
Elementel analiz	: C ₁₅ H ₂₆ N ₆ O ₂ . H ₂ O için;
Hesaplanan	: C:52.92 ; H:8.29 ; N:24.69
Bulunan	: C:53.10 ; H:8.23 ; N:24.38

3.47. 1,12-Di-(3-Metil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (83):

1,12-diaminododekan (2.0036 g, 0.01 mol)'ın 200 ml sudaki çözeltisine etil asetat etoksikarbonilhidrazon (3.4840 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 6 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti soğutuldu ve çöken katı madde süzülp desikatörde kurutulduktan sonra etanol-su (1:2)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (3.524 g, %96.68 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 83 bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 155°

Maddenin IR ve $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ değerlerinin lit.[19]'da verilen değerlerle identik olduğu görüldü.

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 136

$^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 137

$^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ Spektrumu : Ek Şekil 138

Elementel analiz : $\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:59.31 ; H:8.85 ; N:23.06

Bulunan : C:59.64 ; H:9.32 ; N:22.65

3.48. 1,12-Di-(3-Etil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (84):

1,12-diaminododekan (2.0036 g, 0.01 mol)'ın 200 ml sudaki çözeltisine etil propionat etoksikarbonilhidrazon (3.7644 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 6 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti su banyosu üzerinde kuruluğa kadar buharlaştırıldı ve oluşan katı madde etilasetat-benzen (1:2)'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (3.691 g, %94.02 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 84 bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 140°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 139

$^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 140

$^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ Spektrumu : Ek Şekil 141

Elementel analiz : $\text{C}_{20}\text{H}_{36}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:61.19 ; H:9.24 ; N:21.41

Bulunan : C:59.64 ; H:9.32 ; N:22.65

3.49. 1,12-Di-(3-n-propil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (85):

1,12-diaminododekan (2.0036 g, 0.01 mol)'ın 200 ml sudaki çözeltisine etil n-butirat etoksikarbonilhidrazon (4.0450 g, 0.02 mol) ilave

edildikten sonra karışım 6 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti su banyosu üzerinde kuruluğa kadar buharlaştırıldı ve oluşan katı madde etilasetat-benzen (1:1)'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (4.020 g, %95.58 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 85 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 104°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 142

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 143

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 144

Elementel analiz : $\text{C}_{22}\text{H}_{40}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:62.83 ; H:9.58 ; N:19.98

Bulunan : C:62.40 ; H:9.50 ; N:19.56

3.50. 1,12-Di-(3-Benzil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (86):

1,12-diaminododekan (2.0036 g, 0.01 mol)'ın 200 ml sudaki çözeltisine etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (5.0058 g, 0.02 mol) ilave edildikten sonra karışım 6 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Nihai çözelti su banyosu üzerinde kuruluğa kadar buharlaştırıldı ve oluşan katı madde etilasetat'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (4.159 g, %80.49 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 86 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 145°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 145

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 146

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 147

Elementel analiz : $\text{C}_{30}\text{H}_{40}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:69.74 ; H:7.80 ; N:16.26

Bulunan : C:70.43 ; H:8.15 ; N:16.21

3.51. 1,12-Di-(3-Fenil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dodekan (87):

1,12-diaminododekan (2.0036 g, 0.01 mol) ile etil benzoat etoksi-karbonilhidrazon (4.7252 g, 0.02 mol) karışımı yükseltme borusu içeren 50 ml'lik bir balon içinde 165-170°C de 1 saat ısıtıldı. Nihai balon içeriği soğutulduktan sonra oluşan katı madde etilasetat-benzen (1:2)'den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (3.6350 g, %74.39 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 87 bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 160°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 148

$^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 149

$^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ Spektrumu : Ek Şekil 150

Elementel analiz : $\text{C}_{28}\text{H}_{36}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:68.83 ; H:7.43 ; N:17.20

Bulunan : C:68.90 ; H:7.80 ; N:16.34

3.52. Di-(1,3-dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)

[1,3-Dimetil-4-(1,3-dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on] (90):

25 bileşigi (0.9809 g, 0.005 mol) ağızı kapalı bir balonda 16 ml 2N NaOH de çözüldü. Bu çözeltiye magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak dimetilsulfat (1.04 ml 0.0110 mol) üç kısım halinde 5'er dakika ara ile damla damla ilave edildi. Karışım, oda sıcaklığında 2 saat karıştırıldı. Nihai çözelti 40-45°C de düşük basınç altında buharlaştırıldı ve oluşan katı madde desikatörde kurutulduktan sonra karbontetraklorür-petroleteri (1:2)'nden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.346 g, %30.83 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristalleştirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 90 bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 127°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 151

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 152

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 153

Elementel analiz : $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:42.85 ; H:5.39 ; N:37.47

Bulunan : C:43.06 ; H:5.34 ; N:37.38

3.53. 1,4-Di-(1,3-dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-butan (91):

55 bileşigi (1.2614 g, 0.005 mol) ağızı kapalı bir balonda 16 ml 2N NaOH de çözüldü. Bu çözeltiye magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak dimetilsulfat (1.04 ml 0.0110 mol) üç kısım halinde 5'er dakika ara ile damla damla ilave edildi. Karışım, oda sıcaklığında 2 saat karıştırdı. Nihai çözelti 40-45°C de düşük basınç altında buharlaştırıldı ve oluşan katı madde desikatörde kurutulduktan sonra benzen-petroleteri (1:2)'nden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.498 g, %35.54 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 91 bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 149°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 154

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 155

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 156

Elementel analiz : $\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:51.41 ; H:7.19 ; N:29.98

Bulunan : C:52.15 ; H:7.32 ; N:30.38

3.54. 1,6-Di-(1,3-dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (92):

65 bileşigi (1.4017 g, 0.005 mol) ağızı kapalı bir balonda 16 ml 2N NaOH de çözüldü. Bu çözeltiye magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak

dimetilsulfat (1.04 ml 0.0110 mol) üç kısım halinde 5'er dakika ara ile damla damla ilave edildi. Karışım, oda sıcaklığında 2 saat karıştırdı. Nihai çözelti 40-45°C de düşük basınç altında buharlaştırıldı ve oluşan katı madde desikatörde kurutulduktan sonra kloroform-petroleteri (1:4)'nden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.525 g, %34.90 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 92 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 104°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 157

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 158

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 159

Elementel analiz : $\text{C}_{14}\text{H}_{24}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:54.52 ; H:7.84 ; N:27.25

Bulunan : C:53.53 ; H:7.85 ; N:27.19

3.55. 1,6-Di-(1-Metil-3-p-tolil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-hekzan (93):

71 bileşiği (2.1627 g, 0.005 mol) ağızı kapalı bir balonda 16 ml 2N NaOH de çözüldü. Bu çözeltiye magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak dimetilsulfat (1.04 ml 0.0110 mol) üç kısım halinde 5'er dakika ara ile damla damla ilave edildi. Karışım, oda sıcaklığında 2 saat karıştırdı. Nihai çözelti 40-45°C de düşük basınç altında buharlaştırıldı ve oluşan katı madde desikatörde kurutulduktan sonra etanol-su (1:4)'dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (1.122 g, %48.71 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 93 bileşiği olarak tanımlandı. e.n. 103°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 160

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 161

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 162

Elementel analiz : C₂₆H₃₂N₆O₂ için;
 Hesaplanan : C:67.80 ; H:7.00 ; N:18.25
 Bulunan : C:67.13 ; H:6.94 ; N:17.86

3.56. 1,8-Di-(1,3-Dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-oktan (94):

73 bileşigi (1.5419 g, 0.005 mol) ağızı kapalı bir balonda 16 ml 2N NaOH de çözüldü. Bu çözeltiye magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak dimetilsulfat (1.04 ml 0.0110 mol) üç kısım halinde 5'er dakika ara ile damla damla ilave edildi. Karışım, oda sıcaklığında 2 saat karıştırlıdı. Nihai çözelti 40-45°C de düşük basınç altında buharlaştırıldı ve oluşan katı madde desikatörde kurutulduktan sonra benzen-petroleteri (1:4)'nden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.5486 g, %32.65 verim) aynı çözücü karışımından birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 94 bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 132°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 163
¹H-NMR(DMSO-d₆) Spektrumu : Ek Şekil 164
¹H-NMR(TFA) Spektrumu : Ek Şekil 165

Elementel analiz : C₁₆H₂₈N₆O₂ için;
 Hesaplanan : C:57.12 ; H:8.39 ; N:24.98
 Bulunan : C:56.87 ; H:8.34 ; N:24.58

3.57. 1,12-Di-(1,3-Dimetil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-dekan (95):

83 bileşigi (1.8224 g, 0.005 mol) ağızı kapalı bir balonda 16 ml 2N NaOH de çözüldü. Bu çözeltiye magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak dimetilsulfat (1.04 ml 0.0110 mol) üç kısım halinde 5'er dakika ara ile damla damla ilave edildi. Karışım, oda sıcaklığında 2 saat karıştırlıdı. Nihai çözelti 40-45°C de düşük basınç altında buharlaştırıldı ve

oluşan katı madde desikatörde kurutulduktan sonra petroleteri'nden kristallendirildi. Ele geçen kristaller (0.833 g, %42.26 verim) aynı çözücüden birkaç defa daha kristallendirilip saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 95 bileşigi olarak tanımlandı. e.n. 84°

IR(KBr) Spektrumu : Ek Şekil 166

$^1\text{H-NMR(DMSO-d}_6)$ Spektrumu : Ek Şekil 167

$^1\text{H-NMR(TFA)}$ Spektrumu : Ek Şekil 168

Elementel analiz : $\text{C}_{20}\text{H}_{36}\text{N}_6\text{O}_2$ için;

Hesaplanan : C:61.20 ; H:9.24 ; N:21.41

Bulunan : C:61.28 ; H:9.29 ; N:21.47

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, gerekli başlangıç maddelerinin sentezlerine ilaveten sadece 3'ü literatürde kayıtlı 57 bileşik sentezlenmiştir. Bu bileşiklerin yapı aydınlatılmalarında denel kısmda verilen mikroanaliz sonuçları yanında spektroskopik bulgulardan da geniş ölçüde yararlanılmıştır.

Çalışmada sentezlenen yeni bileşiklerin IR spektrumları yorumlanmış ortaya çıkan karakteristik pikler değerlendirilmiş ve yapı aydınlatılmasında da kullanılmış olan bu veriler tablolar halinde aşağıda gösterilmiştir (Tablo 2- Tablo 13).

Tablo 2 24 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm^{-1})

Bileşik no.				mono subs.
	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	arom.halka
26	3170, 3068	1717, 1703	1577	-
27	3163, 3068	1716, 1704	1581	-
28	3168, 3067	1710, 1702	1583	-
29	3232, 3070	1740, 1702	1578	-
30	3257, 3082	1746, 1730	1584	705, 656

Tablo 3 31 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik no.	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	mono subs. arom. halka
32	3085	1710	1595	-
33	3122	1727	1587	-
34	3089	1708	1583	-
35	3113	1708	1581	737, 693
36	3178	1730	1546	715, 683

Tablo 4 37 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik no.	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$
38	3038	1732	1605, 1544
39	3068	1728	1585, 1547
40	3058	1715	1589, 1543

Tablo 5 41 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik no.	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	mono subs. arom. halka
42	3064	1719	1592, 1530	-
43	3053	1723	1585, 1533	-
44	3060	1720	1591, 1531	-
45	3164	1738	1578, 1530	715, 690
46	3156	1721	1558, 1520	715, 690

Tablo 6 48 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik no.	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	mono subs. arom.halka
49	3180, 3048	1680	1628, 1578	-
50	3120, 3062	1714	1575, 1532	-
51	3132, 3052	1716	1582, 1525	-
52	3232, 3104	1684	1594, 1544	717, 697

Tablo 7 54 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik no.	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	mono subs. arom. halka	1,4-disubs. arom.halka
56	3155, 3053	1675	1563	-	-
57	3130, 3053	1673	1565	-	-
58	3153, 3055	1674	1558	-	-
59	3163, 3063	1677	1568	740, 690	-
60	3138, 3044	1680	1545	738, 687	-
61	3150, 3055	1679	1513	-	802

Tablo 8 62 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik no.	ν_{OH}	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$
63	3352	3139, 3043	1670	1576

Tablo 9 64 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik no.	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	mono subs. arom. halka	1,4-disubs. arom.halka
65	3143, 3023	1670	1565	-	-
66	3175, 3063	1669	1565	-	-
67	3168, 3076	1666	1565	-	-
68	3148, 3036	1678	1556	-	-
69	3140, 3035	1666	1557	725, 699	-
70	3150, 3037	1670	1525	729, 687	-
71	3148, 3036	1680	1565	-	804

Tablo 10 72 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik no.	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	mono subs. arom. halka	1,4-disubs. arom.halka
73	3144, 3022	1672	1564	-	-
74	3165, 3063	1680	1560	-	-
75	3150, 3032	1660	1553	-	-
76 ^a	3160, 3060	1672	1521	-	-
77	3160, 3042	1669	1556	740, 690	-
78	3142, 3041	1672	1527	715, 684	-
79	3134, 3034	1672	1565	-	810

^a(OH, 3340cm⁻¹)

Tablo 11 80 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik no.	ν_{OH}	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$
81	3343	3152, 3057	1671	1578

Tablo 12 82 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik no.	ν_{NH}	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	mono subs. arom. halka
83	3148, 3025	1674	1558	-
84	3146, 3033	1680	1564	-
85	3153, 3043	1686	1575	-
86	3152, 3040	1682	1556	720, 687
87	3151, 3039	1678	1570	740, 680

Tablo 13 88 ve 89 Tipi Yeni Bileşiklerin IR Verileri (KBr, cm⁻¹)

Bileşik no.	$\nu_{\text{C=O}}$	$\nu_{\text{C=N}}$	1,4-disubs. arom.halka
90	1699	1589	-
91	1683	1572	-
92	1685	1568	-
93	1683	1565	823
94	1673	1564	-
95	1676	1564	-

Çalışmada elde edilen yeni bileşiklerden 55 ve 56 bileşikleri hariç diğerlerinin ¹H-NMR spektrumları öncelikle nötral bir çözücü olan DMSO-d₆ içinde alınmış ve ortaya çıkan piklerin kimyasal kayma değerleri belirlenerek yapı aydınlatılmasında kullanılmıştır. Yeni bileşiklerin

tümünün $^1\text{H-NMR}$ spektrumları ayrıca bir asidik çözücü olan TFA içinde de alınmış ve bu spektrumlarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerleride yapı aydınlatılmasında kullanılmıştır. DMSO-d₆ da alınan spektrumlarda çözücüden gelen karakteristik pikler δ 2.50 civarında, TFA da alınan spektrumlarda ise çözücüden gelen karakteristik pikler δ 12.00 civarında gözlenmiştir [37]. Ayrıca DMSO-d₆ da alınan spektrumlarda bu çözücüün içerdigi az miktardaki H₂O'dan ileri gelen pikler de δ 3.60 civarında gözlenmiştir, ki bu piklerin H₂O olduğu D₂O ilavesi ile belirlenmiştir. TFA da alınan spektrumlarda bekleniği üzere ortam asidik olduğu için NH ve OH pikleri gözlenmemiştir. Aşağıda, çalışmada alınan $^1\text{H-NMR}$ spektrumlarında ortaya çıkan karakteristik pikler tablolar hâlinde verilmiştir (Tablo 14 - Tablo 37).

Tablo 14 24 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik no	CH ₃	CH ₃	CH ₂	CH ₂	Aromatik H	2NH
25	2.14(s) ^a	-	-	-	-	12.06(s)
26	1.15(t)	2.12(s)	-	2.44(q)	-	12.16(s)
27	1.14(t) ^b	-	-	2.46(q) ^c	-	12.12(s)
28	0.60-1.34(m) ^d	-	1.35-1.94(m)	2.38(t) ^e	-	12.14(s)
29	0.89(t) ^f	-	1.22-1.91(m) ^g	2.37(t) ^h	-	12.03(s)
30 ⁱ	1.38(s)	-	-	-	7.20(s,5H)	11.93(s)

^a(s, 6H, 2CH₃); ^b(t, 6H, 2CH₃); ^c(q, 4H, 2CH₂); ^d(m, 6H, 2CH₃);

^e(t, 4H, 2CH₂); ^f(t, 6H, 2CH₃); ^g(m, 4H, 2CH₂); ^h(t, 4H, 2CH₂);

ⁱ3.84(s, 2H, 2CH₂)

Tablo 15 24 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik no.	CH ₃	CH ₃	CH ₂	CH ₂	Aromatik H
25	2.50(s) ^a	-	-	-	-
26	1.41(t)	2.47(s)	-	2.72(q)	-
27	1.45(t) ^b	-	-	2.78(q) ^c	-
28	0.80-1.59(m) ^d	-	1.60-2.00(m)	2.80(t) ^e	-
29	1.08(t) ^f	-	1.50-2.17(m) ^g	2.68(t) ^h	-
30 ⁱ	1.75(s)	-	-	-	7.46(s, 5H)

^a(s, 6H, 2CH₃); ^b(t, 6H, 2CH₃); ^c(q, 4H, 2CH₂); ^d(m, 6H, 2CH₃);
^e(t, 4H, 2CH₂); ^f(t, 6H, 2CH₃); ^g(m, 4H, 2CH₂); ^h(t, 4H, 2CH₂);
ⁱ4.13(s, 2H, 2CH₂)

Tablo 16 31 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik no.	CH ₃	CH ₂	CH ₂	Aromatik H	2CH	NH
32	1.98(s)	-	-	-	8.92(s)	11.95(s)
33	1.07(t)	-	2.35(q)	-	9.04(s)	12.09(s)
34	0.87(t)	1.14-1.79(m)	2.24(t)	-	8.98(s)	11.99(s)
35 ^a	-	-	-	6.80-7.36(m, 5H)	8.78(s)	12.22(s)
36	-	-	-	7.04-7.47(m, 5H)	8.22(s)	12.44(s)

^a3.92(s, 2H, CH₂)

Tablo 17 31 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik no.	CH ₃	CH ₂	CH ₂	Aromatik H	2CH
32	2.32(s)	-	-	-	9.47(s)
33	1.40(t)	-	2.66(q)	-	9.57(s)
34	1.14(t)	1.49-2.17(m)	2.68(t)	-	9.44(s)
35 ^a	-	-	-	6.81-7.51(m, 5H)	8.90(s)
36	-	-	-	7.16-7.67(m, 5H)	8.89(s)

^a4.20(s, 2H, CH₂)

Tablo 18 37 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik no.	CH ₃	CH ₂	2 CH ₃	NH
38	2.12(s)	-	2.38(s)	12.23(s)
39	1.10(t)	-	1.80-2.74(m) ^a	12.26(s)
40	0.92(t)	1.20-1.66(m)	1.80-2.66(m) ^b	12.30(s)

^a(m, 8H, 2CH₃, CH₂); ^b(m, 8H, 2CH₃, CH₂)

Tablo 19 37 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik no.	CH ₃	CH ₂	2 CH ₃
38	2.44(s)	-	2.87(s)
39	1.36(t)	-	2.52-2.98(m) ^a
40	1.08(t)	1.47-2.00(m)	2.50-2.94(m) ^b

^a(m, 8H, 2CH₃, CH₂); ^b(m, 8H, 2CH₃, CH₂)

Tablo 20 41 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik no.	2CH ₃	2CH ₂	Aromatik H	NH
42 ^a	0.75(t)	2.46(q)	-	12.14(s)
43	0.80-1.40(m) ^b	2.08-2.42(m) ^c	-	12.20(s)
44	0.74-1.73(m) ^d	2.14-2.73(m) ^e	-	12.14(s)
45 ^f	1.12(t)	1.60-2.22(q)	6.72-7.26(m, 5H)	12.25(s)
46	1.12(t)	1.98-2.82(q)	6.80-7.70(m, 5H)	12.82(s)

^a2.02(s, 3H, CH₃); ^b(m, 9H, 3CH₃); ^c(m, 6H, 3CH₂);
^d(m, 11H, CH₂, 3CH₃); ^e(m, 6H, 3CH₂); ^f3.74(s, 2H, CH₂)

Tablo 21 41 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik no.	2CH ₃	2CH ₂	Aromatik H
42 ^a	1.31(t)	2.98(q)	-
43	1.20-1.70(m) ^b	2.34-3.04(m) ^c	-
44	0.91-2.07(m) ^d	2.43-3.23(m) ^e	-
45 ^f	1.23(t)	2.04-2.72(q)	6.87-7.60(m, 5H)
46	1.45(t)	2.72-3.22(q)	7.23-7.80(m, 5H)

^a2.43(s, 3H, CH₃); ^b(m, 9H, 3CH₃); ^c(m, 6H, 3CH₂); ^d(m, 11H, CH₂, 3CH₃);
^e(m, 6H, 3CH₂); ^f4.02(s, 2H, CH₂)

Tablo 22 48 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik no.	CH ₃	CH ₂	CH ₂	CH	NH	NH
49	2.10(s)	-	-	8.34(s)	11.66(s)	14.70(s)
50	1.07(t)	-	2.62(q)	9.00(s)	12.06(s)	14.80(s)
51	0.74(t)	1.14-1.88(m)	2.53(q)	8.67(s)	11.67(s)	14.54(s)
52 ^a	-	-	-	8.57(s)	12.07(s)	14.26(s)

^a7.19(s, 5H, C₆H₅)

Tablo 23 48 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik no.	CH ₃	CH ₂	CH ₂	CH
49	2.48(s)	-	-	9.77(s)
50	1.53(t)	-	3.10(q)	9.47(s)
51	1.13(t)	1.44-2.07(m)	3.04(q)	9.43(s)
52 ^a	-	-	-	8.98(s)

^a7.37(s, 5H, C₆H₅)

Tablo 24 54 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik no.	2CH ₃	CH ₂ CH ₂	2CH ₂	2NCH ₂	Aromatik H	2NH
57	1.02(t)	1.60(m) ^a	2.50(t)	3.60(s)	-	11.40(s)
58 ^b	-	1.60(m)	-	3.48(m)	-	11.40(s)
59 ^c	-	1.15(t)	-	3.26(s)	7.23(s,10H)	11.50(s)
60	-	1.28(s)	-	3.60(s)	7.50(s,10H)	11.84(s)
61 ^d	-	1.34(m)	-	3.60(m)	7.38(s,8H)	11.80(s)

^a(m, 8H, 4CH₂); ^b1.08(d, 12H, 4CH₃), 2.49(m, 2H, 2CH);

^c3.58(s, 4H, 2CH₂); ^d1.66 (s, 6H, 2CH₃)

Tablo 25 54 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik no.	2CH ₃	CH ₂ CH ₂	2CH ₂	2NCH ₂	Aromatik H
55	2.56(s)	2.03(s)	-	4.03(s)	-
56	1.42(t)	2.00(m)	2.86(q)	3.98(s)	-
57	1.20(t)	2.04(m) ^a	2.83(t)	4.05(s)	-
58 ^b	-	1.98(m)	-	4.02(m)	-
59 ^c	-	1.30(m)	-	3.34(m)	7.34(s, 10H)
60	-	1.62(m)	-	3.96(m)	7.66(s, 10H)
61 ^d	-	1.70(m)	-	4.09(m)	7.57(s, 8H)

^a(m, 8H, 4CH₂); ^b1.42(d, 12H, 4CH₃), 3.06(m, 2H, 2CH);

^c3.85(s, 4H, 2CH₂); ^d2.43(s, 6H, 2CH₃)

Tablo 26 62 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik no.	3CH ₂	2CH ₃	2NCH ₂	2NH
63	0.90-1.82(m)	2.16(s)	2.40-2.81(m)	11.20(s)

Tablo 27 62 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik no.	3CH ₂	2CH ₃	2NCH ₂
63	1.52-2.18(m)	2.55(s)	3.61-4.12(m)

Tablo 28 64 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik no.	4CH ₂	2CH ₃	2CH ₂	2NCH ₂	Aromatik H	2NH
65	1.43(m)	2.10(s)	-	3.50(s)	-	11.50(s)
66	0.94-1.80(m) ^a	-	2.52(q)	3.60(s)	-	11.44(s)
67	1.16-1.76(m) ^b	0.94(t)	2.46(t)	3.48(s)	-	11.46(s)
68 ^c	0.58-1.92(m) ^d	-	-	3.52(m)	-	11.26(s)
69 ^e	0.66-1.12(m)	-	-	3.44(s) 7.28(s,10H)	11.56(s)	
70	0.64-1.68(m)	-	-	3.60(m) 7.56(s,10H)	11.84(s)	
71 ^f	0.68-1.60(m)	-	-	3.60(m) 7.32(s,8H)	11.60(s)	

^a(m, 14H, 4CH₂, 2CH₃); ^b(m, 12H, 6CH₂); ^c2.44(m, 2H, 2CH);
^d(m, 20H, 4CH₂, 4CH₃); ^e3.92(s, 4H, 2CH₂); ^f2.34(s, 6H, 2CH₃)

Tablo 29 64 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik no.	4CH ₂	2CH ₃	2CH ₂	2NCH ₂	Aromatik H
65	1.65(m)	2.55(s)	-	3.96(t)	-
66	1.34-1.92(m) ^a	-	2.90(q)	3.98(m)	-
67	1.46-2.06(m) ^b	1.12(t)	2.86(t)	4.00(m)	-
68 ^c	0.98-2.28(m) ^d	-	-	3.90(m)	-
69 ^e	0.90-1.52(m)	-	-	3.80(m)	7.44(s,10H)
70	0.90-2.10(m)	-	-	3.97(t)	7.65(t,10H)
71 ^f	1.05-2.00(m)	-	-	3.96(m)	7.44(s,8H)

^a(m, 14H, 4CH₂, 2CH₃); ^b(m, 12H, 6CH₂); ^c3.09(m, 2H, 2CH);
^d(m, 20H, 4CH₂, 4CH₃); ^e4.20(s, 4H, 2CH₂); ^f2.50(s, 6H, 2CH₃)

Tablo 30 72 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik no.	6CH ₂	2CH ₃	2CH ₂	2NCH ₂	Aromatik H	2NH
73	1.26(m)	2.14(s)	-	3.52(t)	-	11.66(s)
74	0.54-1.86(m) ^a	-	2.54(q)	3.44(t)	-	11.26(s)
75	0.72-1.96(m) ^b	-	2.42(q)	3.32(t)	-	11.32(s)
76 ^c	0.73-1.88(m) ^d	-	-	3.46(t)	-	11.35(s)
77 ^e	1.06(m)	-	-	3.35(t)	7.32(s,10H)	11.54(s)
78	0.58-1.82(m)	-	-	3.70(t)	7.60(s,10H)	11.92(s)
79 ^f	0.74-1.66(m)	-	-	3.64(t)	7.38(s,8H)	11.80(s)

^a(m, 18H, 6CH₂, 2CH₃); ^b(m, 22H, 8CH₂, 2CH₃); ^c2.34-2.84(m, 2H, 2CH);
^d(m, 24H, 6CH₂, 4CH₃); ^e3.94(s, 4H, 2CH₂); ^f2.38(s, 6H, 2CH₃)

Tablo 31 72 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik no.	6CH ₂	2CH ₃	2CH ₂	2NCH ₂	Aromatik H
73	1.46(m)	2.56(s)	-	3.96(m)	-
74	0.86-2.23(m) ^a	-	2.90(q)	3.96(t)	-
75	0.94-2.02(m) ^b	-	2.79(q)	3.95(t)	-
76 ^c	1.12-2.17(m) ^d	-	-	3.94(t)	-
77 ^e	1.27(m)	-	-	3.70(t)	7.41(s,10H)
78	0.80-2.02(m)	-	-	3.96(t)	7.66(s,10H)
79 ^f	0.97-2.07(m)	-	-	4.03(t)	7.52(s,8H)

^a(m, 18H, 6CH₂, 2CH₃); ^b(m, 22H, 8CH₂, 2CH₃); ^c2.88-3.48(m, 2H, 2CH);
^d(m, 24H, 6CH₂, 4CH₃); ^e4.22(s, 4H, 2CH₂); ^f2.53(s, 6H, 2CH₃)

Tablo 32 80 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik no.	7CH ₂	2CH ₃	2NCH ₂	2NH
81	1.02-1.74(m)	2.10(s)	3.46(t)	11.19(s)

Tablo 33 80 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik no.	7CH ₂	2CH ₃	2NCH ₂
81	1.26-2.06(m)	2.54(s)	3.93(t)

Tablo 34 82 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (DMSO-d₆, δ/ppm)

Bileşik no.	10CH ₂	2CH ₃	2CH ₂	2NCH ₂	Aromatik H	2NH
83	0.80-1.74(m)	2.14(s)	-	3.46(t)	-	11.32(s)
84	1.00-1.88(m) ^a	-	2.50(q)	3.54(t)	-	11.22(s)
85	0.66-1.99(m) ^b	-	2.48(t)	3.50(t)	-	11.30(s)
86 ^c	0.78-1.59(m)	-	-	3.36(t)	7.26(s,10H)	11.52(s)
87	1.06(m)	-	-	3.68(t)	7.32(s,10H)	11.54(s)

^a(m, 26H, 10CH₂, 2CH₃); ^b(m, 30H, 12CH₂, 2CH₃); ^c3.90(s, 4H, 2CH₂)

Tablo 35 82 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik no.	10CH ₂	2CH ₃	2CH ₂	2NCH ₂	Aromatik H
83	1.02-2.13(m)	2.57(s)	-	3.90(t)	-
84 ^a	1.10-1.60(m) ^b	-	2.87(q)	3.90(t)	-
85 ^c	0.77-1.60(m) ^d	-	2.87(t)	3.92(t)	-
86 ^e	1.10-1.87(m)	-	-	3.76(t)	7.37(s, 10H)
87	1.12-2.03(m)	-	-	4.04(t)	7.66(s, 10H)

^a1.70-2.25(m, 4H, 2CH₂); ^b(m, 22H, 8CH₂, 2CH₃); ^c1.67-2.20(m, 4H, 2CH₂)

^d0.77-1.60(m, 26H, 10CH₂, 2CH₃); ^e4.19(s, 4H, 2CH₂)

**Tablo 36 88 ve 89 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri
(DMSO- d₆, δ/ppm)**

Bileşik no.	CH ₂	2CH ₃	2NCH ₃	2NCH ₂	Aromatik H
90	-	2.16(s)	3.40(s)	-	-
91	a	2.40(s)	3.08(s)	3.40-4.14(m)	-
92	b	2.14(s)	3.16(s)	3.38-3.68(m)	-
93 ^c	d	-	3.34(s)	3.60(t)	7.21(q, 8H)
94	e	2.12(s)	3.20(s)	3.46(t)	-
95	f	2.14(s)	3.34(s)	3.40(t)	-

^a1.80(t, 4H, 2CH₂); ^b0.94-1.93(m, 8H, 4CH₂); ^c2.38(s, 6H, 2CH₃);

^d0.73-1.60(m, 8H, 4CH₂); ^e0.80-1.74(m, 12H, 6CH₂);

^f1.23(s, 20H, 10CH₂)

Tablo 37 88 ve 89 Tipi Yeni Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ Verileri (TFA, δ/ppm)

Bileşik no.	CH_2	2CH_3	2NCH_3	2NCH_2	Aromatik H
90	-	2.33(s)	3.60(s)	-	-
91	a	2.49(s)	3.62(s)	3.70-4.70(m)	-
92	b	2.47(s)	3.65(s)	3.69-4.07(m)	-
93 ^c	d	-	3.74(s)	3.87(t)	7.29(q, 8H)
94	e	2.48(s)	3.65(s)	3.85(t)	-
95	f	2.43(s)	3.60(s)	3.78-4.00(m)	-

^a1.70-2.13(m, 4H, 2 CH_2); ^b1.13-2.09(m, 8H, 4 CH_2); ^c2.49(s, 6H, 2 CH_3)

^d0.93-1.97(m, 8H, 4 CH_2); ^e1.17-1.97(m, 12H, 6 CH_2);

^f1.33(s, 20H, 10 CH_2)

Bazı 1,2,4-triazol ve 4,5-dihidro-1,2,4-triazol bileşiklerinin ultraviolet absorbasyon spektrumlarında ortaya çıkan verilerin bildirildiği bazı çalışmaların yapıldığı bilinmektedir [38-49]. Şimdiki çalışmada da sentezlenen yeni bileşiklerin UV spektrumları uygun çözüçülerde alınmış, saptanan λ_{\max} ve hesaplanan Σ_{\max} değerlerinin literatürde kayıtlı veriler ile uyum içinde olduğu kanıtlanmıştır. Çalışmada alınan UV spektrumlarında ortaya çıkan piklerin λ_{\max} değerleri ve bunlara karşın olan Σ_{\max} değerleri aşağıdaki tablolarda verilmiştir (Tablo 38 - Tablo 47).

Tablo 38 24 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik no.	$\lambda_{\text{max}}(\text{nm})$	$\Sigma \times 10^{-3}$	Spektrum no.
26	231	0.47	Ek Şekil 169
27	232	0.17	Ek Şekil 170
28	231	0.26	Ek Şekil 171
29	232	0.28	Ek Şekil 172
30	225	1.21	Ek Şekil 173

Tablo 39 31 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik no.	$\lambda_{\text{max}}(\text{nm})$	$\Sigma \times 10^{-3}$	Spektrum no.
32	231	0.09	Ek Şekil 174
33	230	0.12	Ek Şekil 175
34	231	0.11	Ek Şekil 176
35	235	0.18	Ek Şekil 177
36	282	1.11	Ek Şekil 178
	278	1.22	
	273	1.13	

Tablo 40 37 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik no.	$\lambda_{\text{max}}(\text{nm})$	$\Sigma \times 10^{-3}$	Spektrum no.
38	230	0.10	Ek Şekil 179
39	229	0.28	Ek Şekil 180
40	230	0.18	Ek Şekil 181

Tablo 41 41 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik no.	$\lambda_{\text{max}}(\text{nm})$	$\Sigma \times 10^{-3}$	Spektrum no.
42	229	0.17	Ek Şekil 182
43	231	0.07	Ek Şekil 183
44	229	0.21	Ek Şekil 184
45	234	0.35	Ek Şekil 185
46	276	5.37	Ek Şekil 186
	268	5.52	

Tablo 42 48 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik no.	$\lambda_{\text{max}}(\text{nm})$	$\Sigma \times 10^{-3}$	Spektrum no.
49	231	0.37	Ek Şekil 187
50	233	0.36	Ek Şekil 188
51	236	0.31	Ek Şekil 189
52	277	6.25	Ek Şekil 190
	265	7.44	

Tablo 43 54 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik no.	λ_{max} (nm)	$\Sigma \times 10^{-3}$	Spektrum no.
57	229	0.34	Ek Şekil 191
58	229	0.26	Ek Şekil 192
59	224	1.23	Ek Şekil 193
60	267	5.24	Ek Şekil 194
	264	4.83	
61	286	4.75	Ek Şekil 195
	277	5.10	
	274	4.53	

Tablo 44 64 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik no.	λ_{max} (nm)	$\Sigma \times 10^{-3}$	Spektrum no.
65	226	0.83	Ek Şekil 196
66	226	0.76	Ek Şekil 197
67	227	0.77	Ek Şekil 198
68	231	0.18	Ek Şekil 199
69	223	5.15	Ek Şekil 200
70	276	5.34	Ek Şekil 201
	274	5.55	
	263	6.82	
71	276	4.41	Ek Şekil 202
	274	4.14	

Tablo 45 72 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik no.	$\lambda_{\text{max}}(\text{nm})$	$\Sigma \times 10^{-3}$	Spektrum no.
73	226	0.67	Ek Şekil 203
74	226	0.79	Ek Şekil 204
75	227	0.75	Ek Şekil 205
77	221	4.58	Ek Şekil 206
78	276	4.42	Ek Şekil 207
	252	10.21	
	223	6.94	
79	294	1.79	Ek Şekil 208
	277	1.85	
	274	1.66	

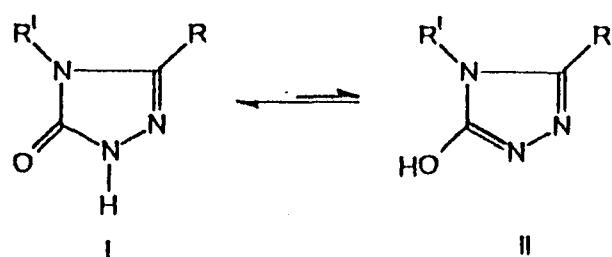
Tablo 46 82 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik no.	$\lambda_{\text{max}}(\text{nm})$	$\Sigma \times 10^{-3}$	Spektrum no.
83	229	0.27	Ek Şekil 209
84	230	0.27	Ek Şekil 210
85	231	0.30	Ek Şekil 211
86	228	1.22	Ek Şekil 212
87	277	2.17	Ek Şekil 213
	273	2.08	

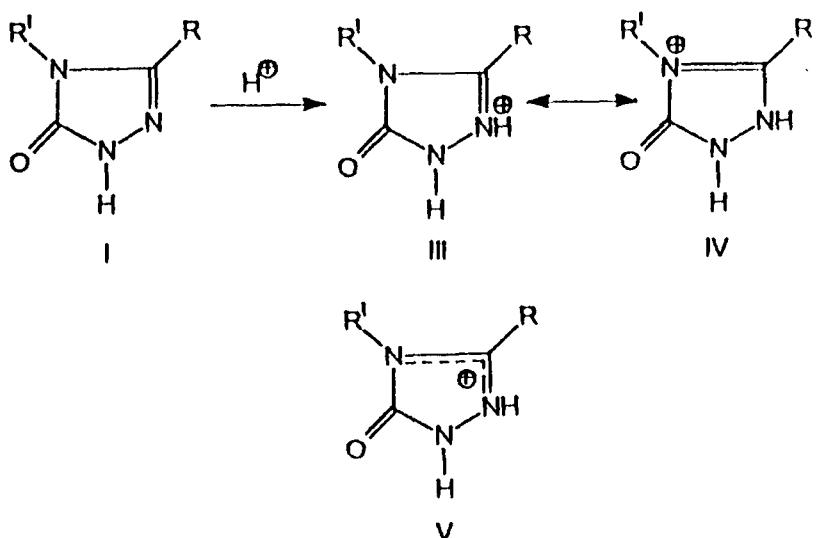
Tablo 47 88 ve 89 Tipi Yeni Bileşiklerin UV Verileri

Bileşik no.	λ_{max} (nm)	$\text{Ex} \times 10^{-3}$	Spektrum no.
90	232	0.44	Ek Şekil 214
91	232	0.38	Ek Şekil 215
92	231	0.59	Ek Şekil 216
93	276	7.69	Ek Şekil 217
	267	7.83	
94	232	0.32	Ek Şekil 218
95	232	0.42	Ek Şekil 219

Bu çalışmada elde edilen yeni bileşiklerin tümü genel anlamda birer 3,4-disubstitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on niteliği taşımaktadır. 3,4-disubstitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşikleri için aşağıda gösterilen tautomerik dengenin ise hemen tamamı ile I yapısı lehine olduğu bildirilmiştir [2,25,50]. Bu tipten bileşiklerin asidik



bir çözücüde çözünmelerinde ise protonlanma ile III ve IV tipi katyonlarım oluşması kuvvetle olanaklıdır [50]. III ve IV formüllerinin rezonans hibridi V ile gösterilebilir ki burada ortaya çıkan amidinyum tipi rezonans C-3'ü de kapsamına almaktadır. Amidinyum tipi bir rezonansın



ise $^1\text{H-NMR}$ spektrumlarında aşağı alana doğru bir kaymaya neden olduğu bildirilmiştir [50-53]. Çalışmada elde edilen ve 3,4-disubstitue ve 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on niteligidinde olan yeni bileşiklerin TFA da alınan spektrumlarında ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerinin, DMSO-d₆ da alınan spektrumlardaki gözlenen kimyasal kayma değerlerine göre daha aşağı alanda ortaya çıkması V formülü ile gösterilen amidinyum tipi rezonansa atfedilebilir, ki bu farklılıklar aşağıda tablolardan gösterilmiştir (Tablo 48 – Tablo 58).

Tablo 48 24 Tipi Bileşiklerde C-3 ve C-3' ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta\delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

Bileşik no.	C-3	C-3'
25	CH ₃ : 0.36	CH ₃ : 0.36
26	CH ₃ : 0.26	CH ₂ : 0.28
27	CH ₂ : 0.32	CH ₂ : 0.32
28	CH ₂ : 0.42	CH ₂ : 0.42
29	CH ₂ : 0.31	CH ₂ : 0.31
30	CH ₃ : 0.37	CH ₂ : 0.29

Tablo 49 31 Tipi Bileşiklerde C-3'e doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

Bileşik no.	C-3'e doğrudan bağlı gruplar
32	CH ₃ : 0.34
33	CH ₂ : 0.31
34	CH ₂ : 0.44
35	CH ₂ : 0.28

Tablo 50 37 Tipi Bileşiklerde C-3 'e doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

Bileşik no.	C-3'e doğrudan bağlı gruplar
38	CH ₃ : 0.32
39	CH ₂ : 0.48
40	CH ₂ : 0.49

Tablo 51 41 Tipi Bileşiklerde C-3 'e doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta \delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

Bileşik no.	C-3'e doğrudan bağlı gruplar
42	CH ₃ : 0.41
43	CH ₂ : 0.44
44	CH ₂ : 0.39
45	CH ₂ : 0.28

Tablo 52 48 Tipi Bileşiklerde C-3 'e doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta\delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

Bileşik no.	C-3'e doğrudan bağlı gruplar
49	CH ₃ : 0.38
50	CH ₂ : 0.48
51	CH ₂ : 0.51

Tablo 53 54 Tipi Bileşiklerde C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta\delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

Bileşik no.	C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplar
57	CH ₃ : 0.33
58	CH ₂ : 0.57
59	CH ₂ : 0.27

Tablo 54 62 Tipi Bileşikde C-3 ve C-3' ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta\delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

Bileşik no.	C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplar
63	CH ₃ : 0.39

Tablo 55 64 Tipi Bileşiklerde C-3 ve C-3' ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta\delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

Bileşik no.	C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplar
65	CH ₃ : 0.45
66	CH ₂ : 0.38
67	CH ₂ : 0.40
68	CH : 0.65
69	CH ₂ : 0.28

Tablo 56 72 Tipi Bileşiklerde C-3 ve C-3' ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta\delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

Bileşik no.	C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplar
73	CH ₃ : 0.42
74	CH ₂ : 0.36
75	CH ₂ : 0.37
76	CH : 0.59
77	CH ₂ : 0.28

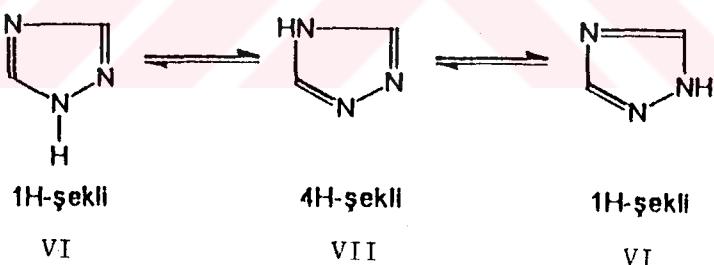
Tablo 57 80 Tipi Bileşikde C-3 ve C-3' ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta\delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

Bileşik no.	C-3 ve C-3' ne doğrudan bağlı gruplar
81	CH ₃ : 0.44

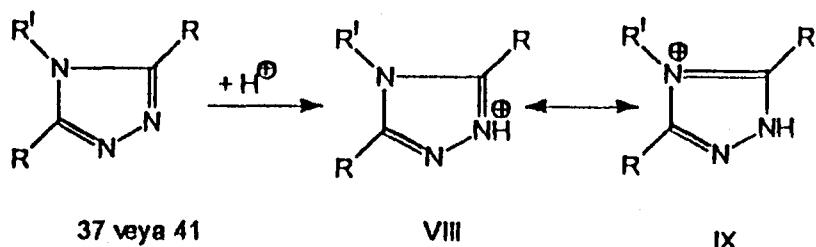
Tablo 58 82 Tipi Bileşiklerde C-3 ve C-3' ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta\delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

Bileşik no.	C-3 ve C-3'ne doğrudan bağlı gruplar
83	CH ₃ : 0.43
84	CH ₂ : 0.37
85	CH ₂ : 0.47
86	CH ₂ : 0.29

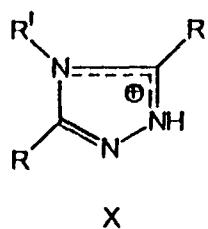
Çalışmada elde edilen 31, 37, 41 ve 48 tipi bileşiklerde 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on halkası yanında 1H-1,2,4-triazol (VI) veya 4H-1,2,4-triazol (VII) halkasında bulunmaktadır. 1,2,4 triazol (VI) sistemi için öngörülen tautomeri [54,55] aşağıda gösterilmiştir. 4H-1,2,4-



triazol sistemi içeren 37 ve 41 tipi bileşiklerde asidik ortamda protonlanma sonucu ortaya çıkabilen katyonların (VIII ve IX) rezonans hibridi



ise X formülü ile gösterilebilir, ki bu formülde de amidinium tipi bir



rezonansın C-3'ü kapsamına aldığı açıkça görülmektedir. Çalışmada $^1\text{H-NMR}$ spektrumları TFA ve DMSO-d₆ da alınan ve 4H-1,2,4-triazol sistemi içeren 37 ve 41 tipi bileşiklerin kimyasal kayma değerlerinde asidik ortamda aşağı alana doğru amidinyum tipi rezonans sonucu ortaya çıkan farklılıklar ise aşağıdaki tablolarda gösterilmiştir (Tablo 59 - Tablo 60) .

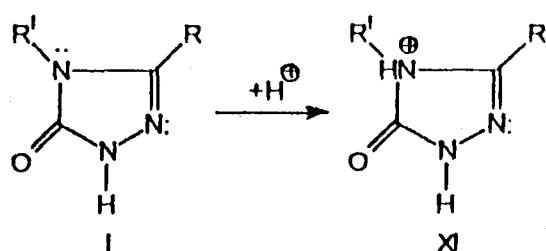
Tablo 59 37 Tipi Bileşiklerde C-3' ve C-5'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta\delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

Bileşik no.	C-3' ve C-5' ne doğrudan bağlı gruplar
38	CH ₃ : 0.49
39	CH ₃ : 0.48
40	CH ₃ : 0.49

Tablo 60 41 Tipi Bileşiklerde C-3 've C-5'ne doğrudan bağlı gruplarda ortaya çıkan kimyasal kayma değerlerindeki farklar ($\Delta\delta$ TFA-DMSO-d₆) ppm

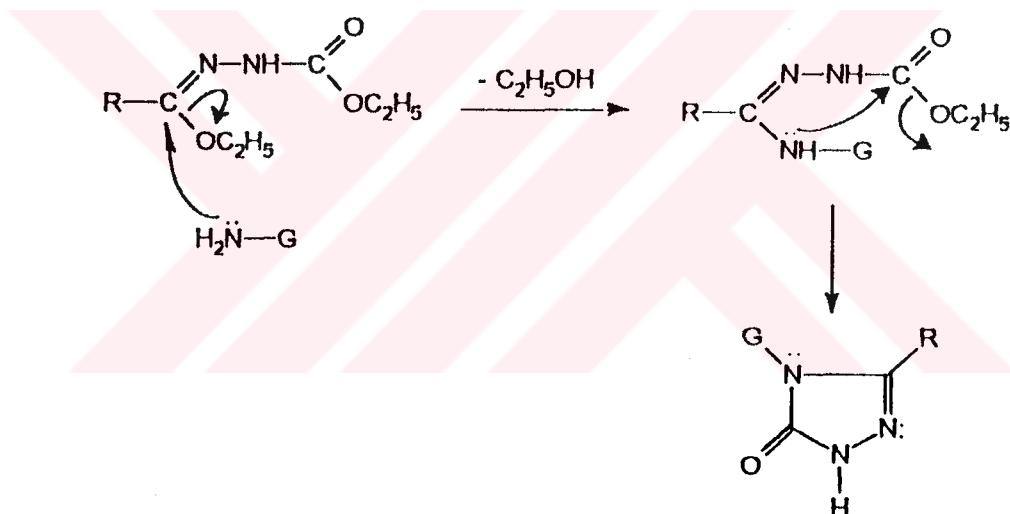
Bileşik no.	C-3'ye C-5'ne doğrudan bağlı gruplar
42	CH ₂ : 0.52
43	CH ₂ : 0.44
44	CH ₂ : 0.39
45	CH ₂ : 0.47
46	CH ₂ : 0.57

Çalışmada elde edilen ve birer 3,4-disubstitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on niteliği taşıyan bileşiklerden N-4'e doğrudan bağlı gruplarda proton içeren bileşiklerde ortaya çıkan benzer kaymalar ise protonlanma ile olduğu varsayılan ve aşağıda gösterilen XI tipi strüktürlere atfedilebilir [50,5], ki burada bu gruplar pozitif azota bağlı durumdadır ve kimyasal kayma değerlerinde görülen farklılıkların, bu grupların, protonlanma ile oluşan katyondaki pozitif azota bağlı olmasından ileri geldiği öngörülebilir [50].

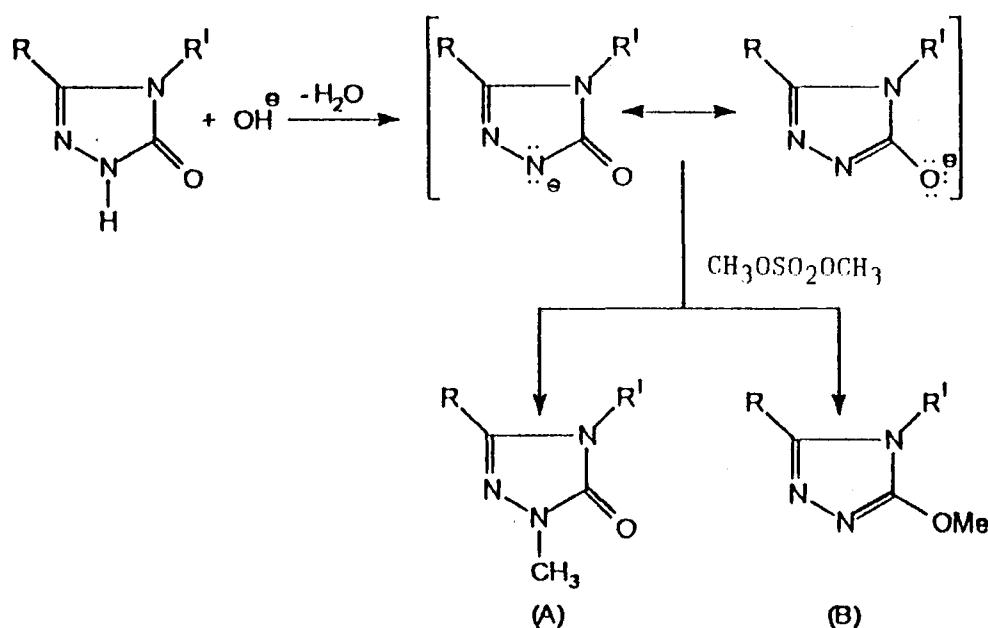


Bu çalışmada incelenen reaksiyonlarda ester etoksikarbonilhidrazon'ların (1) alifatik diaminer yanında bazı heteroaromatik aminler

ile muamelesi öngörülmüştür ki bu muamele sonucunda oluşan 3-substitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on halkasının muhtemel oluşum mekanizması aşağıda gösterilmiş olup, genelde amino grubunun saldırısı ile gerçekleşen bir nükleofilik açil substitüsyon üzerinden yürüyen bir halka kapanmasını kapsamına almaktadır. Bu mekanizmada azota bağlı etoksikarbonil grubunun amidleşmesi üzerinden bir reaksiyon yürüyüşü öngörülmemiştir; çünkü, bu tür bileşiklerde azota bağlı etoksikarbonil gruplarının amidleştirilemediği literatürde kayıtlıdır [14].



3,4-disubstitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on tipi bileşiklerin N-1 de metillendirilmesi için öngörülen bir yöntemin [1,6,57,58] bu çalışmada uygulanması ile aşağıda gösterildiği üzere 88 ve 89 tipi altı bileşik elde edilmiştir. Elde edilen bu yeni bileşiklerde metil grubunun N-1'e bağlı olduğu (A formülü) fakat beklenenbildiği şekilde oksijen atomuna bağlı olmadığı (B formülü) IR ve $^1\text{H-NMR}$ spektroskopisi verileri ile belirlenmiştir.



Çalışmada herbir reaksiyon için çeşitli reaksiyon koşulları altında çalışılarak en uygun şartlar belirlenmiştir. Elde edilen bileşiklerin tümü oldukça kararlı bileşikler niteliği göstermişlerdir. N-Metillendirme ile elde edilen ve 3-amino-1H-1,2,4-triazol kullanılarak elde edilen bileşiklerin nispeten düşük verimlerine karşın diğer reaksiyonlarda elde edilen bileşiklerin oldukça tatminkar verimle ele geçtiği saptanmıştır.

5.KAYNAKLAR

- [1] Pesson, M., Dupin, S. ve Antonie, M., Emploi de l'hydrazinocarbonate d'éthyle pour la Synthèse des Hydroxy-3 triazoles-1,2,4 Bull. Soc. Chim. France, (1962) 1364-1371.
- [2] Un, R. ve İkizler, A., Preparations of Aliphatic Amide Carbethoxyhydrazone, Aliphatic Amide Carbamylhydrazone, Aliphatic Ester Carbethoxyhydrazone and the Corresponding 3-Alkyl-and 3,4-Dialkyl - Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta Turc., 3(1975) 113-132
- [3] İkizler, A.A., ve Un, R., Reactions of Ester Ethoxycarbonylhydrazone with Some Amine Type Compounds, Chim. Acta Turc., 7(1979) 269-290.
- [4] İkizler, A.A., ve Yüksek, H., Synthesis of 3-Alky1-4-(2-Hydroxyethyl)-and 3-Alky1-4-(2-Chloroethyl)-4,5-Dihidro-1H-1,2,4-Triazol-5-Ones, Doga. Tr. J. of Chem., 16(1992) 284-288.
- [5] İkizler, A.A., and Kirmızıgül, 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.
- [6] Ayça, E., İkizler, A.A. ve Serdar, M., Preparation of 3-Alky1 (Aryl)-4-aryl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta. Turc., 9 (1981) 99-108.

- [7] Milcent, R., ve Redeuilh, C., Synthese d'amino-4 aryl-3 triazol 1,2,4 ones-5, J. Heterocycl. Chem., 16(1979) 403-407.
- [8] İkizler, A.A., İkizler, A. ve Yıldırım, N., Synthesis of Some Benzylidenamino Compounds, Monatsh. Chem., 122(1991) 557-563.
- [9] 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.
- [10] Roger, R. ve Neilson, D.G., The Chemistry of imidates, Chem. Rev., 61(1961) 179-211.
- [11] Ayça, E., İkizler, A.A. ve Aslan R., Preparations and Some Reactions of Aromatic Ester Thiosemicarbazones, Chim. Acta. Turc., 12 (1984) 305-314.
- [12] Kahveci, B., Bazı Ester Tyosemikarbazon'ların Sentezi ve Halka Kapanması Reaksiyonlarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, 1993.
- [13] Sykes, P., A Guidebook to Mechanism in Organic Chemistry, 239, Fourth Edition, Longman, London, 1975
- [14] İkizler, A.A., 3-Substitue-4-amino- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-on'ların Ester karbetoksihidrazone'dan elde edilmeleri ve Reaksiyonlarının İncelenmesi, Doçentlik Tezi, İstanbul Üniversitesi, Kimya Fakültesi, İstanbul, 1975

- [15] Novikor, S.S., Rudenko, V.A. ve Brusnikina, V.M., Aminotriazoles in the Mannich Reaction, Chem. Abs., 55(1961) 27282f
- [16] Byalkovskii-Krupin, K.L. ve Lopyrev, V.A., 3,5-Dimethyl-1,2,4-triazole, Chem. Abs., 77(1972) 479
- [17] Katritzky, A.R., ve Suwinski, J.W., N-Oxides and Related Compounds, Tetrahedron 31(1975) 1549-1556.
- [18] İkizler, A.A., Yüksek, H., Synthesis of Some N,N'-Linked Bi-heteroaryls, Doga. Tr. J. of Chem., 17(1993) 150-153.
- [19] İkizler, A.A., Ester karbetoksihidrazon'ların Alifatik Diaminler ile Reaksiyonu, E.U. Fen Fak. Dergisi. 3-4(1979) 99.
- [20] İkizler, A.A., Toprak, M., Ester karbetoksihidrazon'ların Diaminler ile Reaksiyonu, Tubitak VII. Bilim Kongresi Tebliğleri, Kimya Seksiyonu, (1982) 905-916
- [21] İkizler, A.A., İkizler, A. ve Sancak, K., Bazı 1,2,4-triazolin-5-on türevlerinin sentezi, Doga Tu. Kim. D. C. 3(1988) 282-289.
- [22] Young, G.Y. ve Witham, E.S., C-Derivatives of Hydroxytriazole. J.Chem.Soc., 77 (1900) 224-231.
- [23] Kroger, C.F. ve Freiberg, W., Ionisation Konstanten von 1,2,4-triazols, Z. Chem., 5(1965) 381-382.
- [24] Schmidt, J. ve Gehlen, H., pK-Werte von Derivaten des 1,2,4-triazols, Z. Chem., 5(1965) 304.

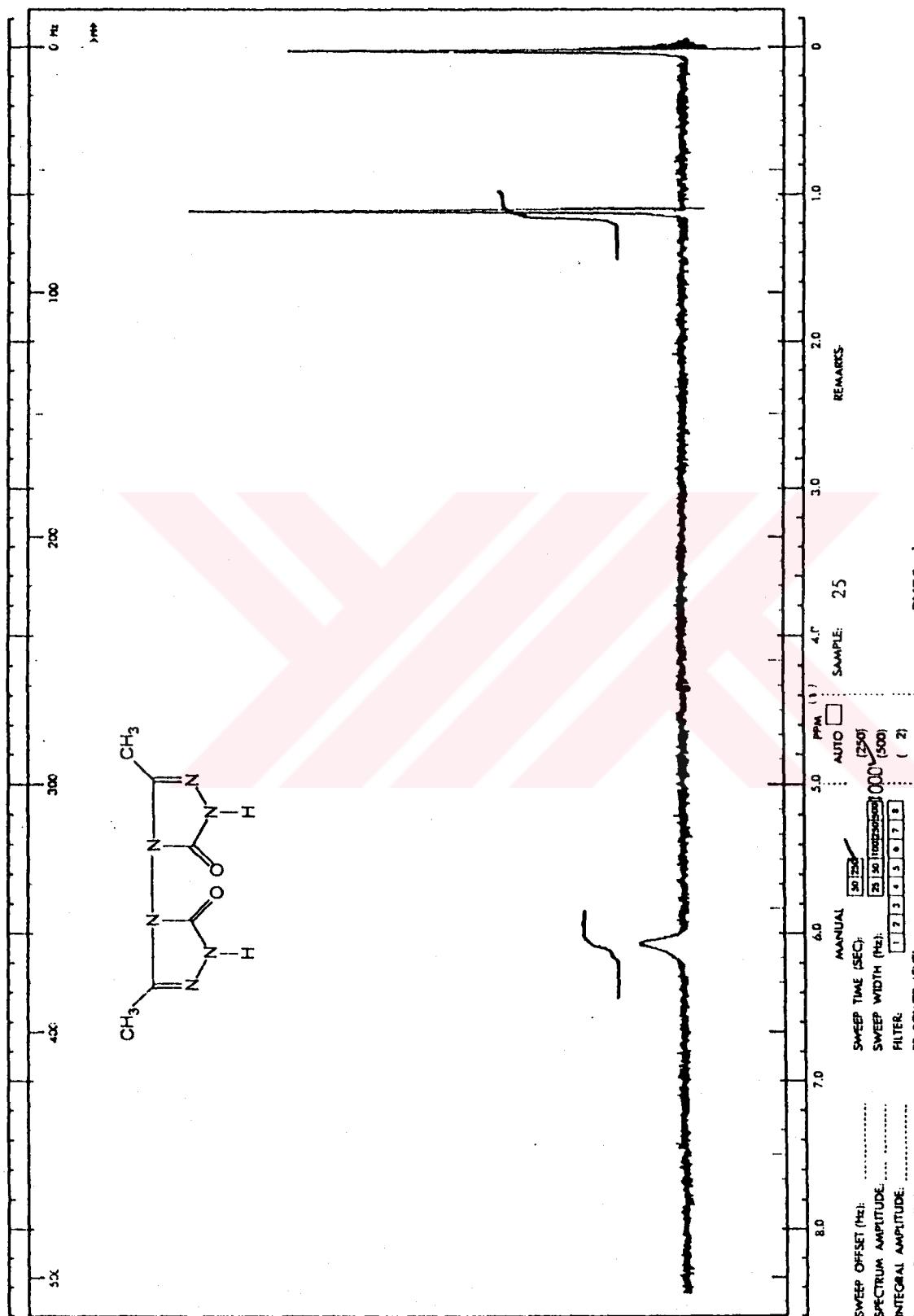
- [25] Ün, R. ve İkizler, A.A., Preparations of Aromatic Amide Carbethoxyhydrazones, Aromatic Amide Carbamylhydrazones and Related 3-aryl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-ones, Chim. Acta. Turc., 3(1975) 1-22.
- [26] Katritzky, A.R. and Öğretir C., The Kinetic Nitration and Basicity of 1,2,4-triazoles-5-ones, Chim. Acta. Turc., 10(1982) 137-146.
- [27] İkizler, A.A. ve Şentürk, H.B., Bazı 4H-1,2,4-triazolin-5-on Türevlerinin Susuz Ortamda pK_a Değerlerinin Hesaplanması, Journal Karadeniz University, Faculty of Arts and Sciences, Series of Chemistry-Biology, I(1985) 41-47.
- [28] İkizler, A.A., İkizler, A., Şentürk, H.B. ve Serdar, M., Susuz Ortamda Bazı 1,2,4-triazol ve 1,2,4-triazolin-5-on Türevlerinin pK_a Değerlerinin Hesaplanması, Doga Tr. Kimya D., 12(1988) 57-66.
- [29] İkizler, A.A. ve Erdogan, Y., Determination of pK_a Values of Some Benzilidenamino Compound in Non-aqueous Media, Doga Tr. J. of Chemistry, 15(1991) 337-344.
- [30] İkizler, A.A. Şentürk , H.B. ve İkizler, A., pK_a Values of Some 1,2,4-Triazole Derivatives in Non-aqueous Media, Doga Tr. J. of Chemistry, 15(1991) 345-354.
- [31] Beilstein's Handbuch Der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 2,1920, 182.
- [32] Beilstein's Handbuch Der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 2,1920, 245

- [33] Beilstein's Handbuch Der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 2,1920, 123.
- [34] Beilstein's Handbuch Der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 9,1932, 440.
- [35] Beilstein's Handbuch Der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 9,1932, 271.
- [36] Beilstein's Handbuch Der Organischen Chemie, 4.Auflage, Von Julius Springer, Berlin, 9,1932, 488.
- [37] Kemp, W., Organic Spectroscopy, First Edition, The Macmillan Press Ltd., London, 1975.
- [38] Milcent, R. ve Redeuilh, C., Réactivité des amino-4 aryl-3 triazol -1,2,4 ones-5, J. Heterocycl. Chem., 17(1980) 1691-1696.
- [39] Atkinson, M.R., Parkes, E.A. ve Polya, J.B., Ultraviolet Absorption Spectra of 1,2,4-Triazoles, J. Chem. Soc., (1954) 4256-4262.
- [40] Atkinson, M.R., Komzak, A.A., Parkes, E.A. ve Polya, J.B., Derivatives of 3-Amino-1,2,4-triazole, J. Chem.Soc., (1954) 4508-4510.
- [41] Staab, H.A., N-Acyl-Verbindungen Stickstoffhaltiger Heterocyclen, Chem. Ber., 89(1956) 1927-1940.
- [42] Regitz, M. ve Eistert, B., Über die Bildung von 1,2,4-Triazolederivaten aus α -Acetamino- β -dicarbonylverbindungen durch Japp-Klingemann-Spaltung mit Diazoniumsalzen, Chem. Ber., 96(1963) 3120-3132.

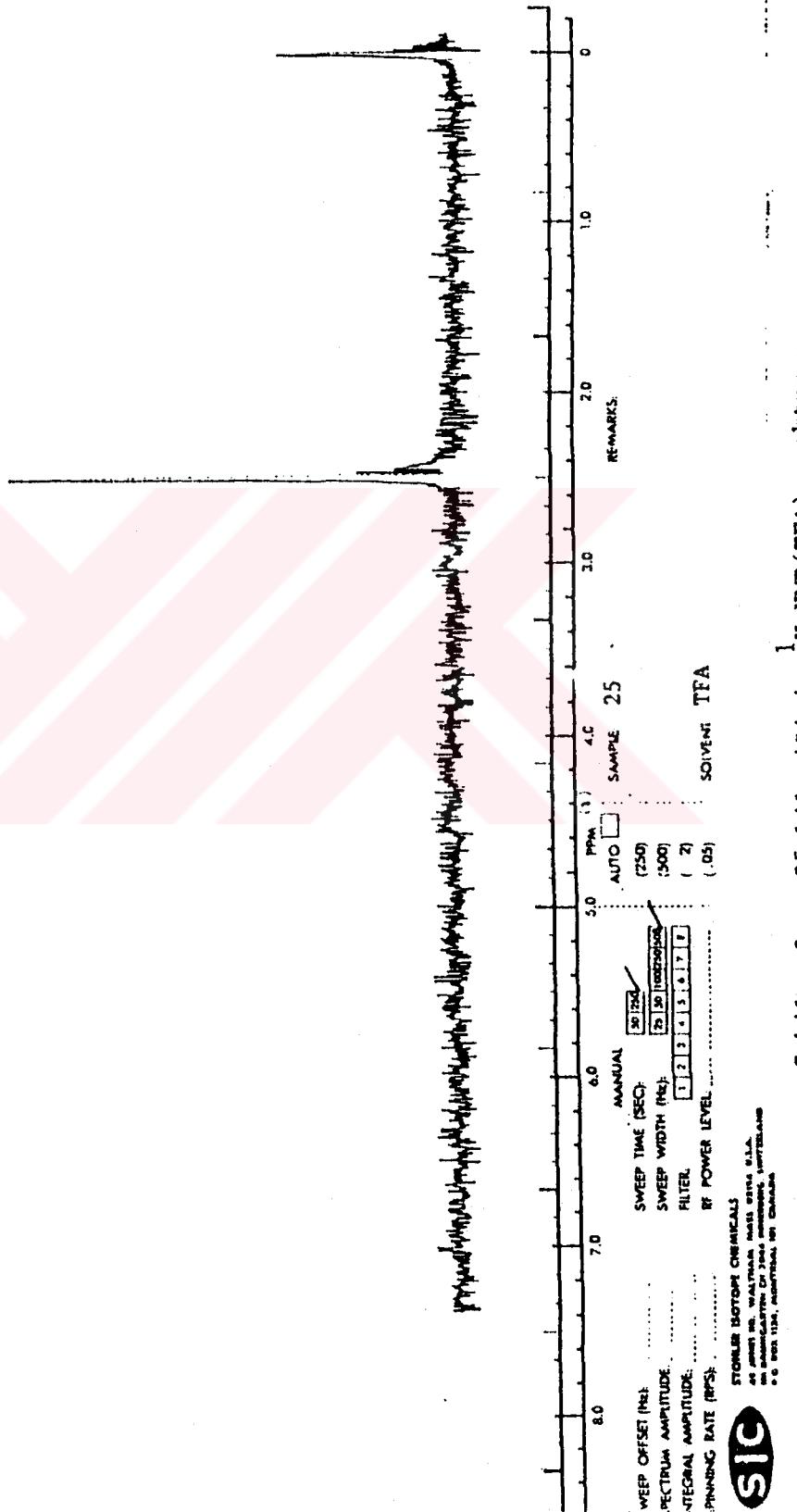
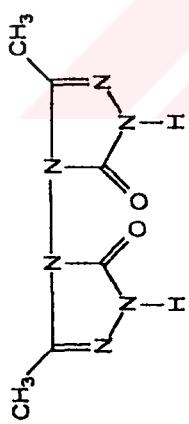
- [43] Gehlen, H. ve Schmidt, J., Der Einfluss von Substituenten auf die Geschwindigkeit der Hydrolyse von 1,2,4-Triazol-onen-(5)-in Halbkonzentrierter Schwefelsaure, Liebigs Ann. Chem., 682(1965) 123-135.
- [44] Takimoto, H.H., Denault, G.C. ve Hotta, S., The Thermal Decomposition of 3-Azido-4-benzylidenamino-s-triazoles, J. Heterocycl. Chem., 3(1966) 119-123.
- [45] Milcent, R. ve Redeuilh, C., Synthese d'amino-4-aryl-3 triazol-1,2,4 ones-5, J. Heterocycl. Chem., 16(1979) 403-407.
- [46] Reiter, J., Pongo, L. ve Dvortsak, P., The Acylation of 5-Amino-1,2,4-triazoles, J. Heterocycl. Chem., 24(1987) 127-142.
- [47] Emilsson, H. ve Selander, H., Spectroscopic Identification of Some Derivatives of 3,4-Diamino-4H-1,2,4-triazole and 3-Hydrazino-4H-1,2,4-triazole, J. Heterocycl. Chem., 25(1988) 565-570.
- [48] ikizler, A.A., ikizler, A., Serdar, M. ve Erdogan, Y., Ultraviolet Spectra of Some 1,2,4-Triazole Derivatives, Doğa Tr. J. of Chemistry, 16(1992) 164-170
- [49] ikizler, A.A., ikizler, A. ve Yüksek, H., Ultraviolet Spectra of Some 1,2,4-Triazole Derivatives, Ondokuzmayis Universitesi Fen Dergisi, 4(1992) 89-97.
- [50] ikizler , A.A. ve Toprak, M., Bazi Δ^2 -1,2,4-Triazolin-5-on Türevlerinin NMR Spektrumları, Doğa Bilim Dergisi, Temel Bilm., 4 (1980) 38-41.

- [51] Barlin, G.B. ve Batterham, T.J., The Proton Magnetic Resonance Spectra of Some Diazoles, Triazoles and Tetrazoles, J. Chem. Soc. (B) (1967) 516-518.
- [52] İkizler, A., 1,2,4-Triazoller Üzerine Bir Çalışma, Doğa Bilim Dergisi, Temel Bilm, 7(1983) 25-30.
- [53] İkizler, A.A., Yüksek, H. ve Bahçeci, Ş., ^1H -NMR Spectra of Some Ditriazolyls and Ditriazolylalkanes, Monatsh. Chem., 123, (1992) 191-198
- [54] İkizler, A.A., İkizler, A. ve Yüksek, H., ^1H -NMR Spectra of Some 4,5-Dihydro-1,2,4-triazol-5-ones, Magn. Reson. Chem., 31(1993) 1088-1094.
- [55] İkizler, A.A., Hetero Halkalı Bileşikler, Birinci Baskı, K.T.U. Basımevi, Trabzon, 1985.
- [56] Atkinson, M. R. ve Polya, J. B., N-Substitution of some 1,2,4-Triazoles, J. Chem. Soc., (1954) 141-145.
- [57] Kröger, C. F., Hummel, L., Mutschler, M. ve Beyer, H., Synthesen und Reaktionen von 4-amino-1,2,4-triazolonen-(5), Chem. Ber., 98 (1965) 3025-3033.
- [58] Yüksek, H., 3-Alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on'ların Bazi Reaksiyonlarının İncelenmesi., Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, 1992.

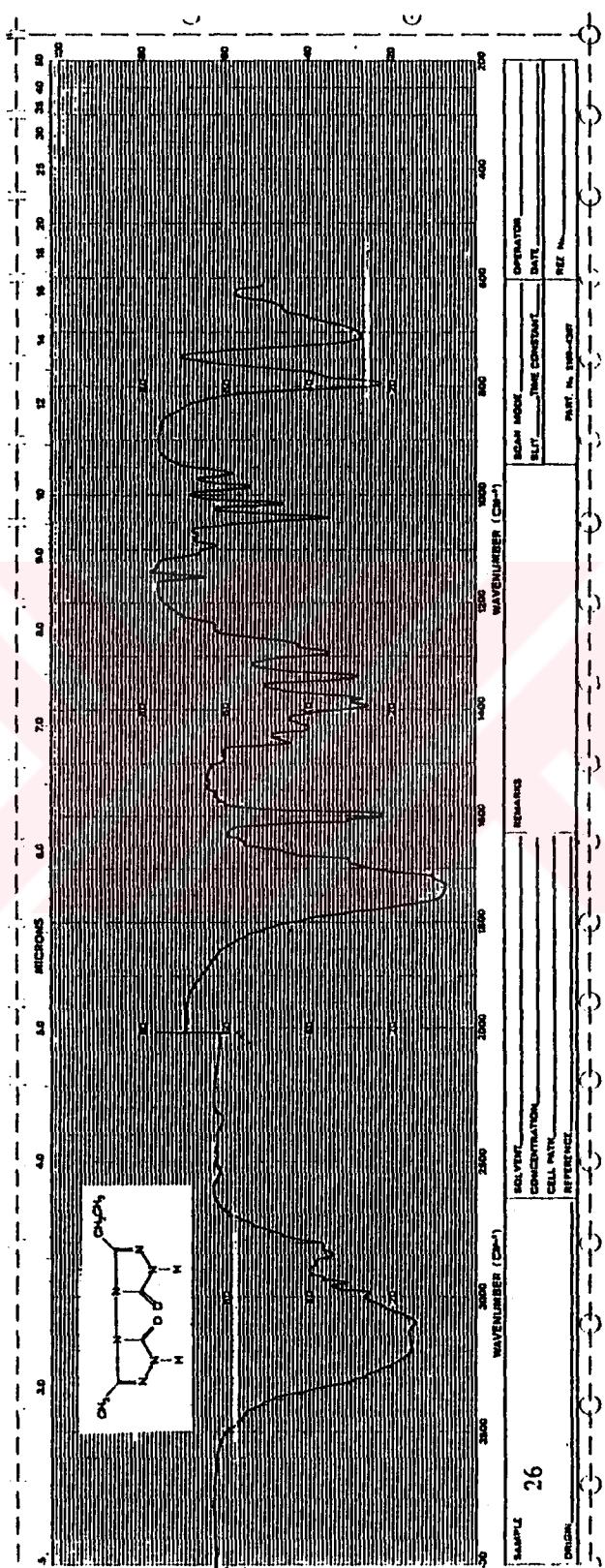
6. EKLER



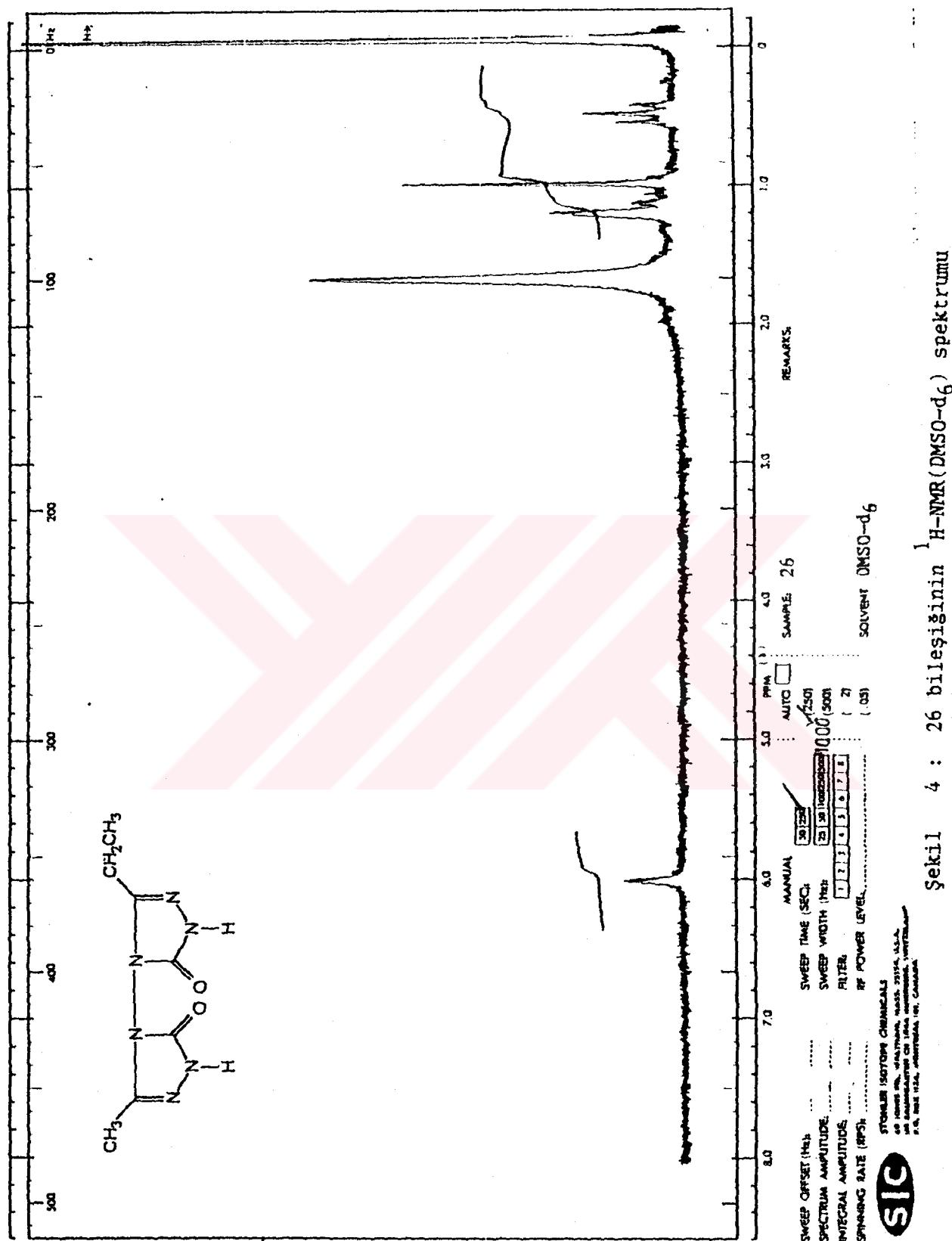
Sekil 1 : 25 bilesigininin ¹H-NMR (DMSO-d₆) spektrumu



Sekil 2 : 25 bileşiginin ¹H-NMR(TFA) spektrumu



Şekil 3 : 26 bilesiginin IR spektrumu



Şekil 4 : 26 bileşiginin ¹H-NMR (DMSO-d₆) spektrumu



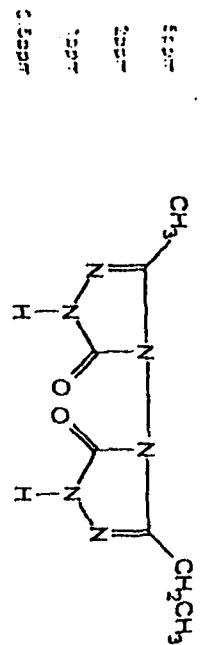
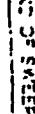
varian instrument division

palo alto, California

START OF SWEEP



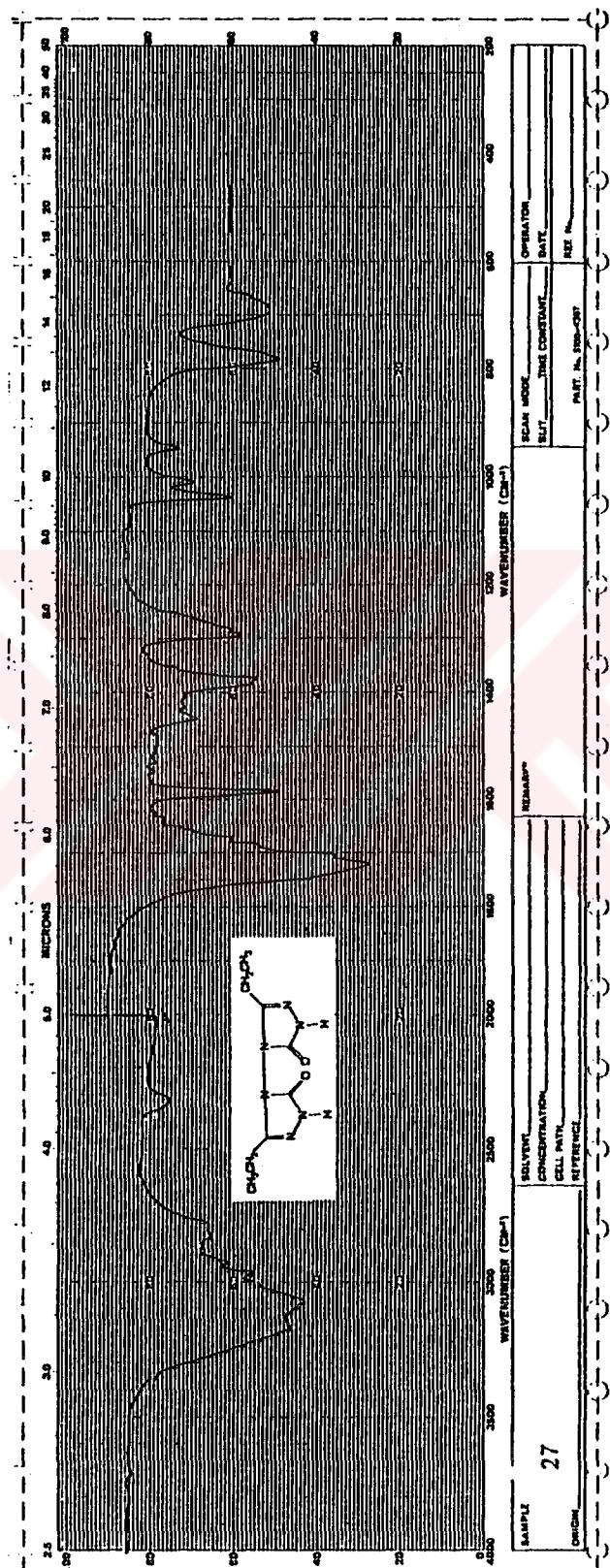
END OF SWEEP



FM-360, 60 MHz NMR SPECTROMETER

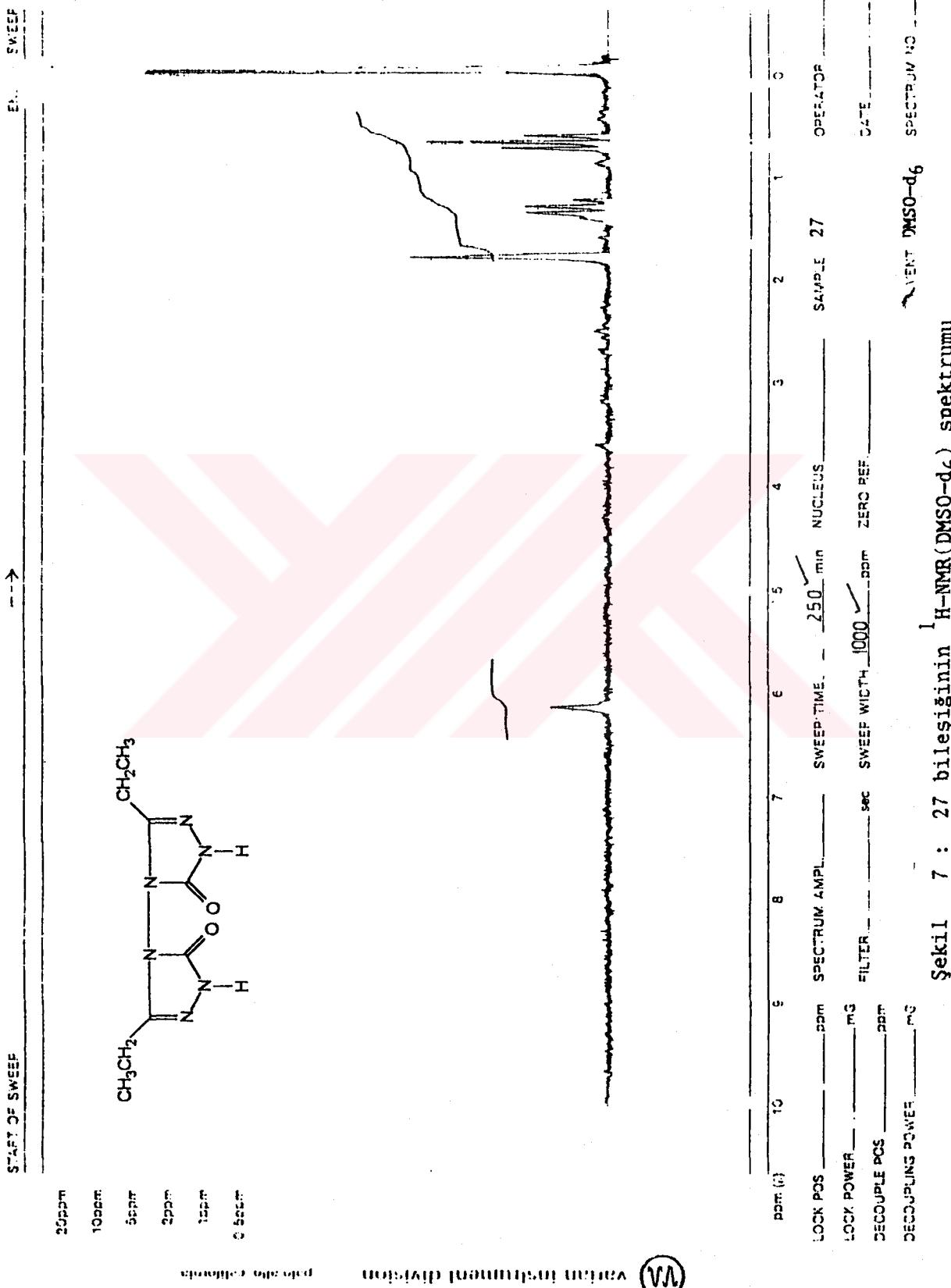
SWEEP	1000 ppm
LOCK POS	DM
LOCK POWER	mg
DECOUPLE POS	DM
DECOUPLING POWER	mg
SPECTRUM AMP	SWEET TIME 250
FILTER	sec
SWEET W - -	500
ZERO REF	DM
SOLVENT	TFA
SPECTRUM NO	DM

Şekil 5 : 26 bilesiginin ^1H -NMR(TFA) spektrumu

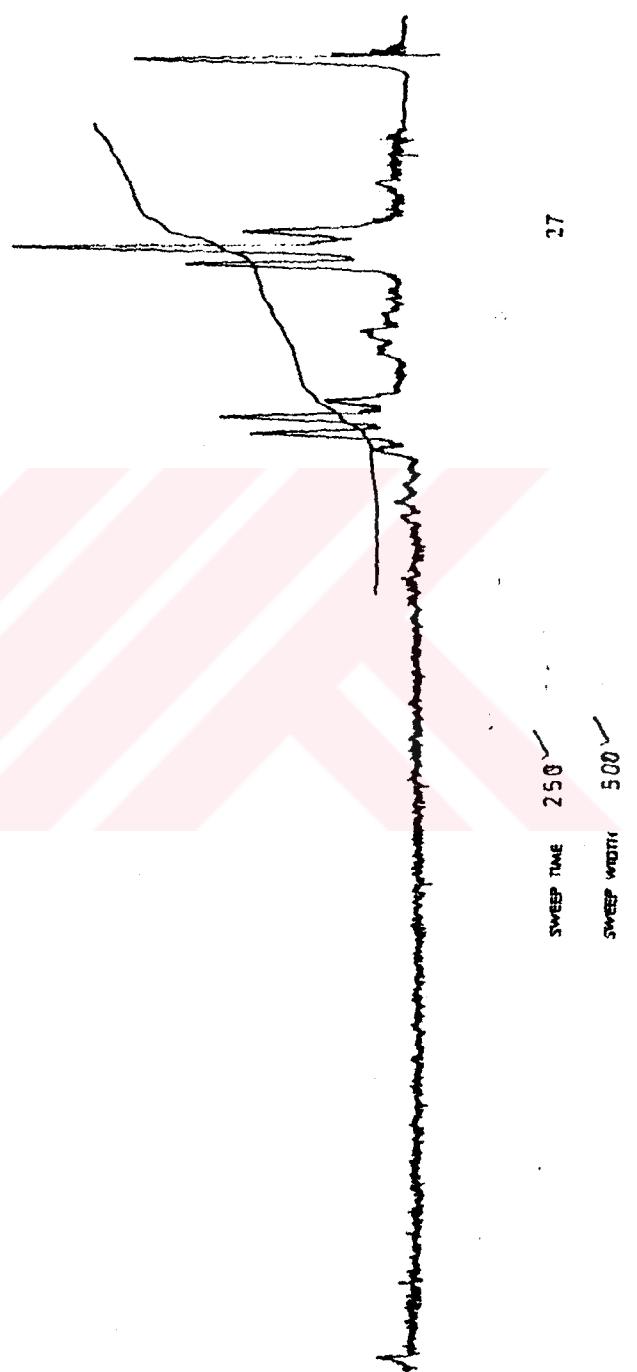


Sekil 6 : 27 bileşığının IR spektrumu

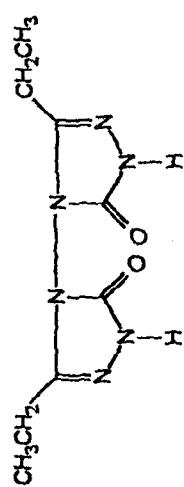
EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER

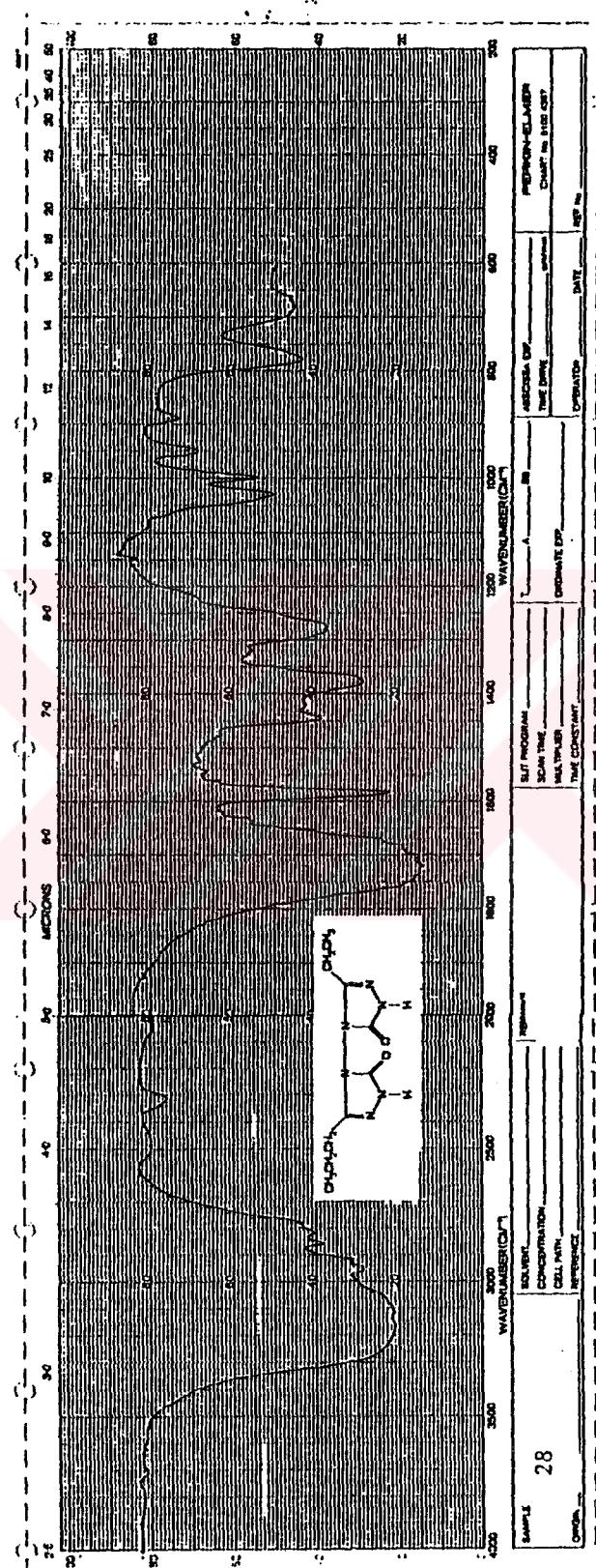


ULTRAVIOLET ABSORPTION OF 27

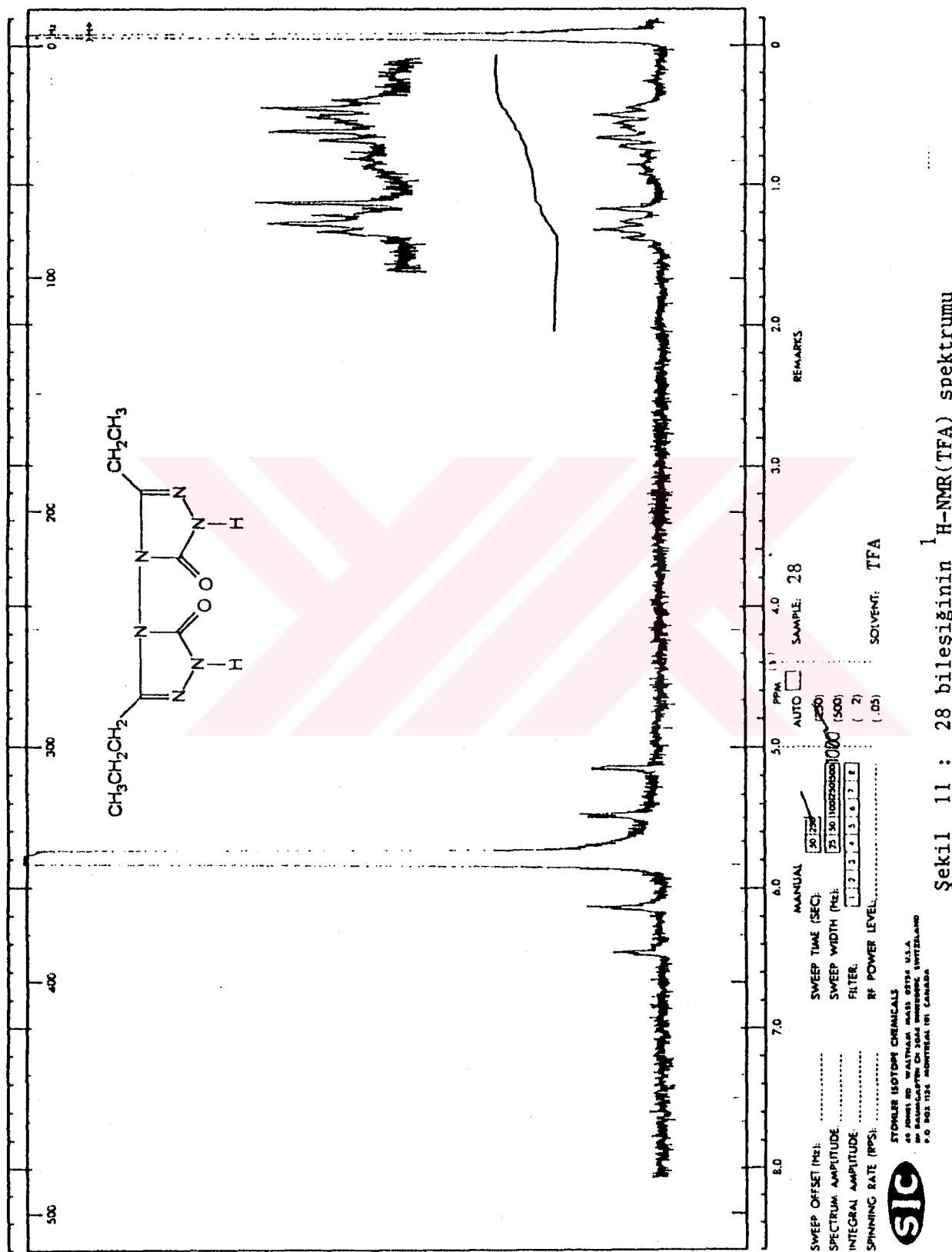


Sekil 8 : 27 bilesiğinin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu

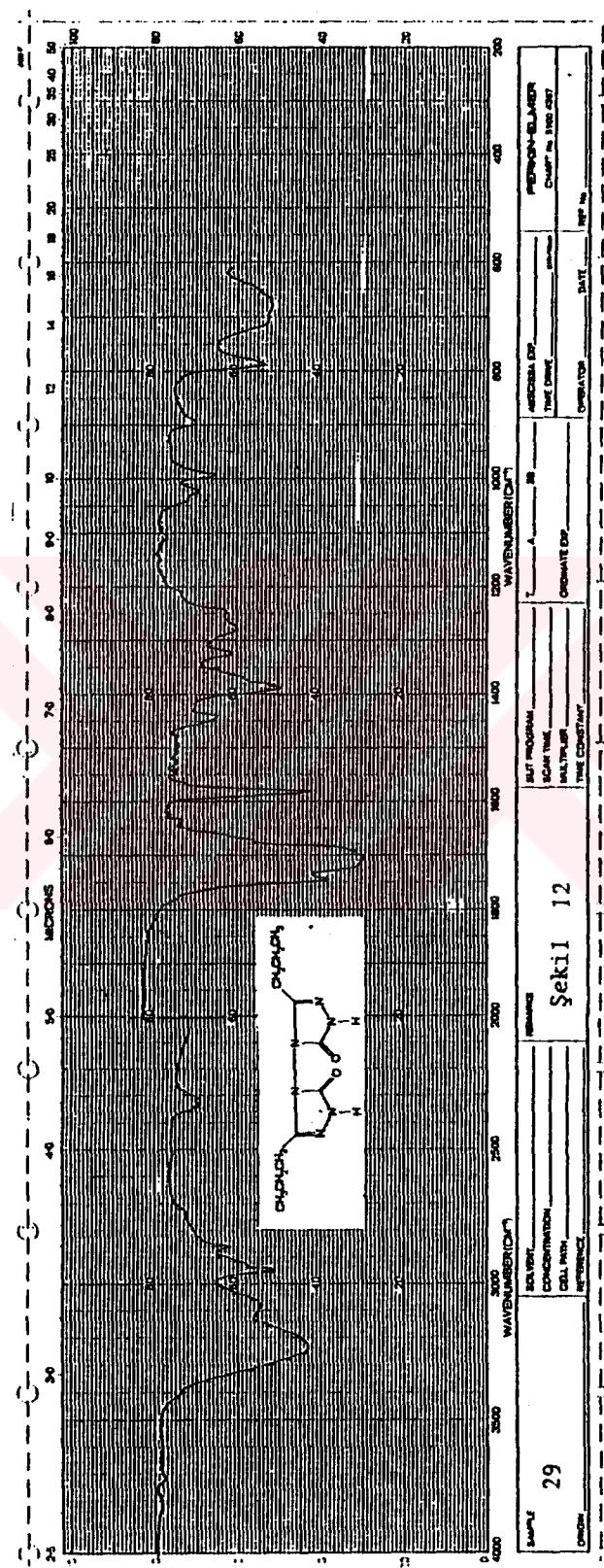




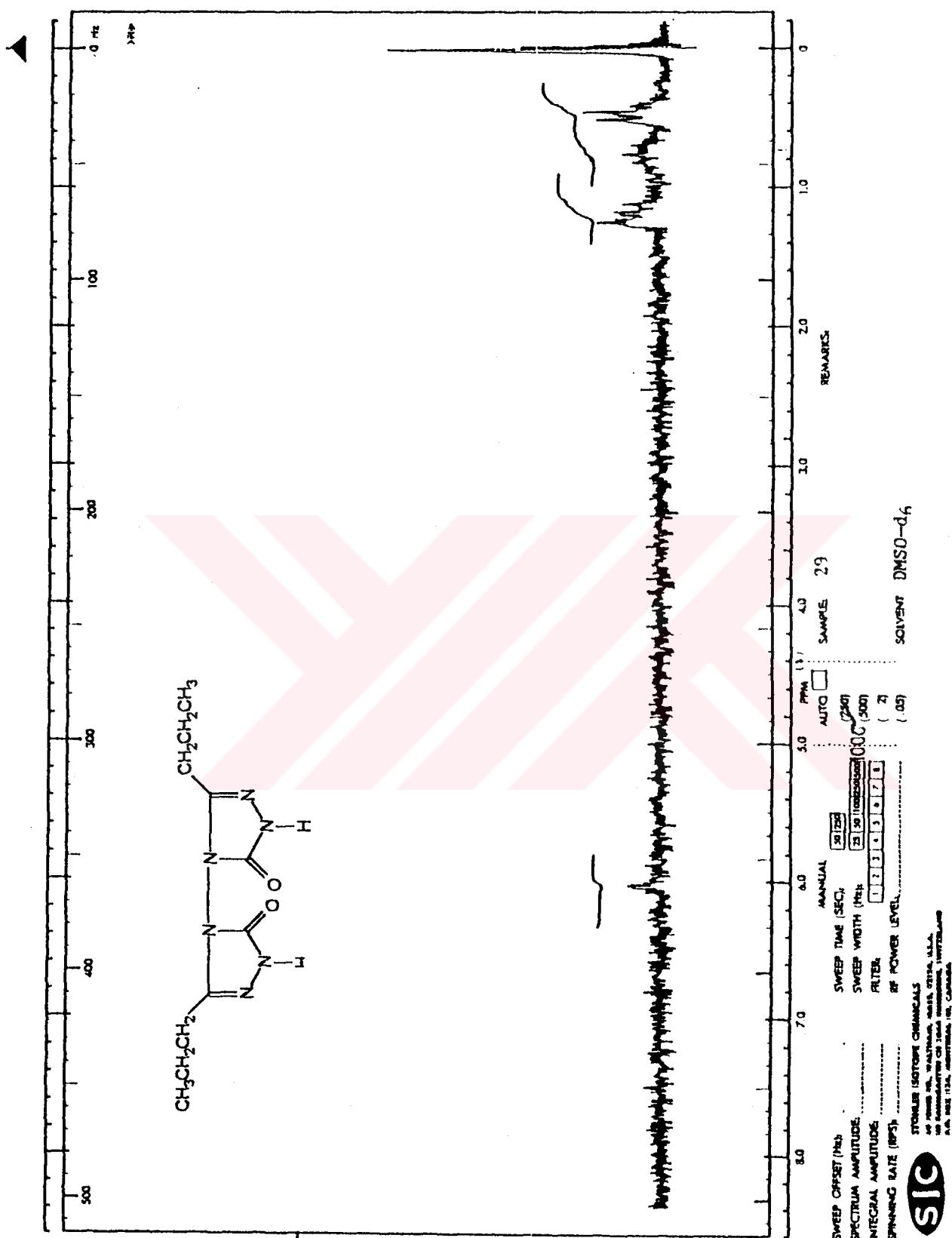
Sekil 9 : 28 bilesiginin IR spektrumu



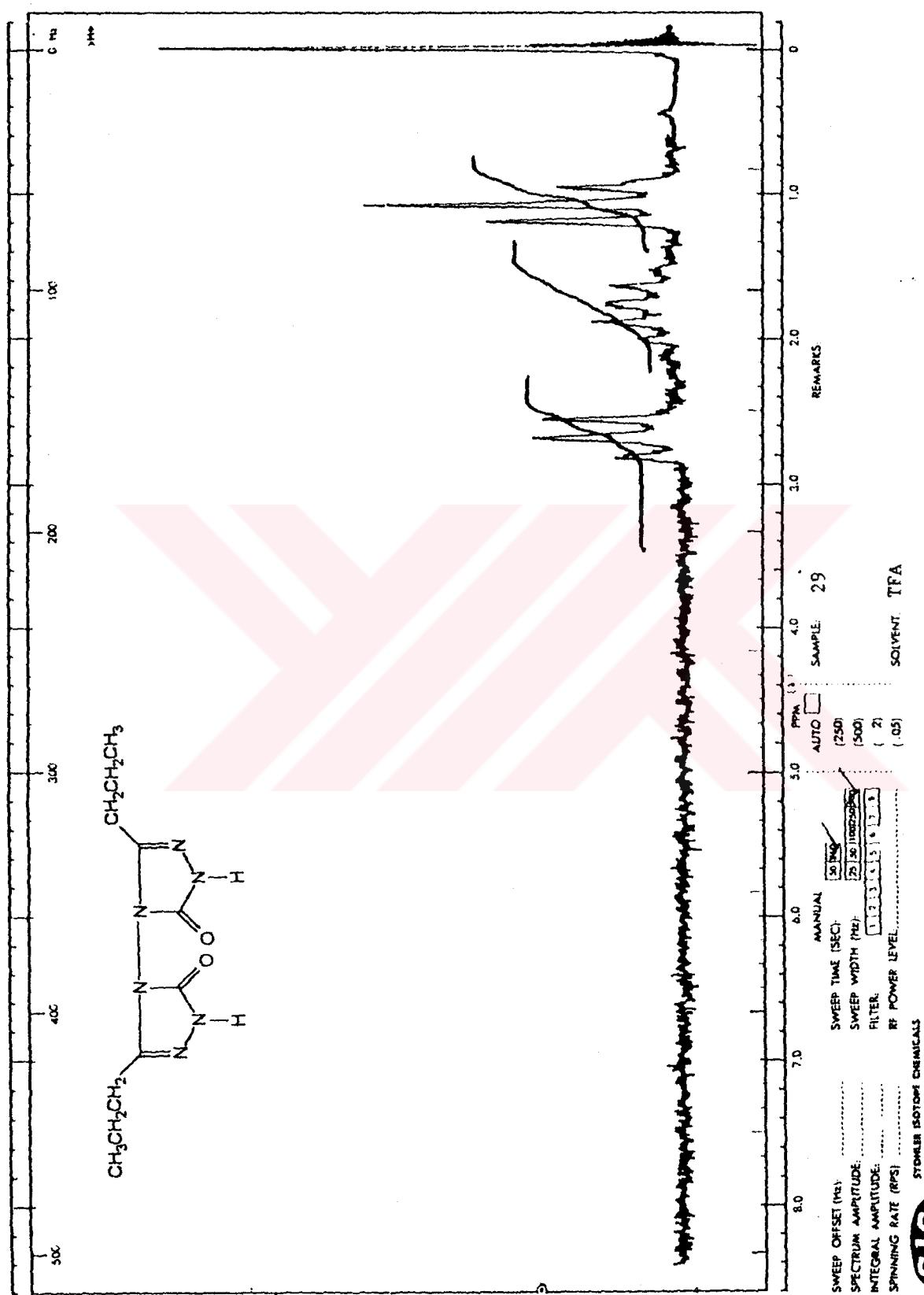
Sekil 11 : 28 bileşiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu



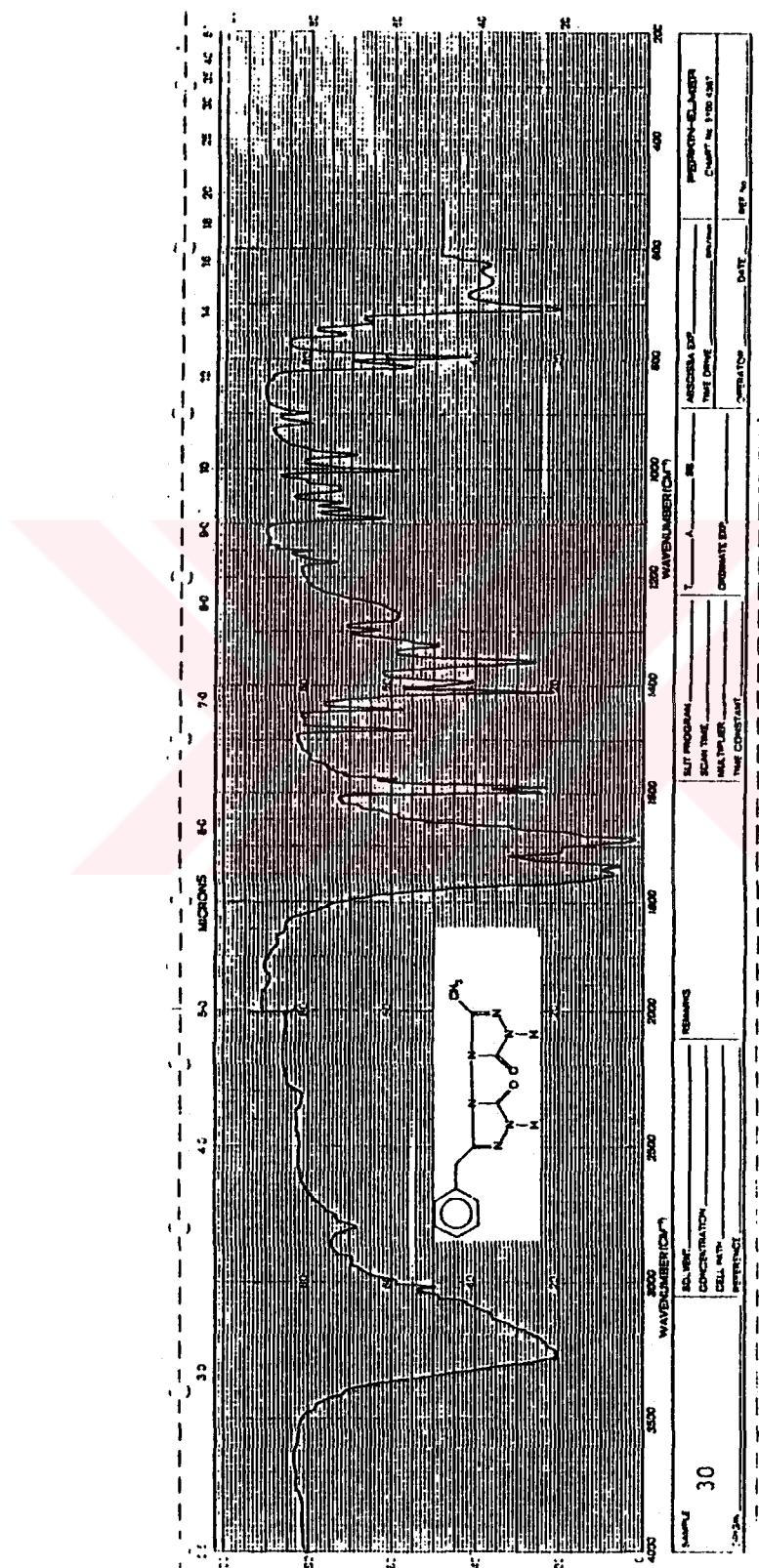
Şekil 12 : 29 bileşiginin IR spektrumu



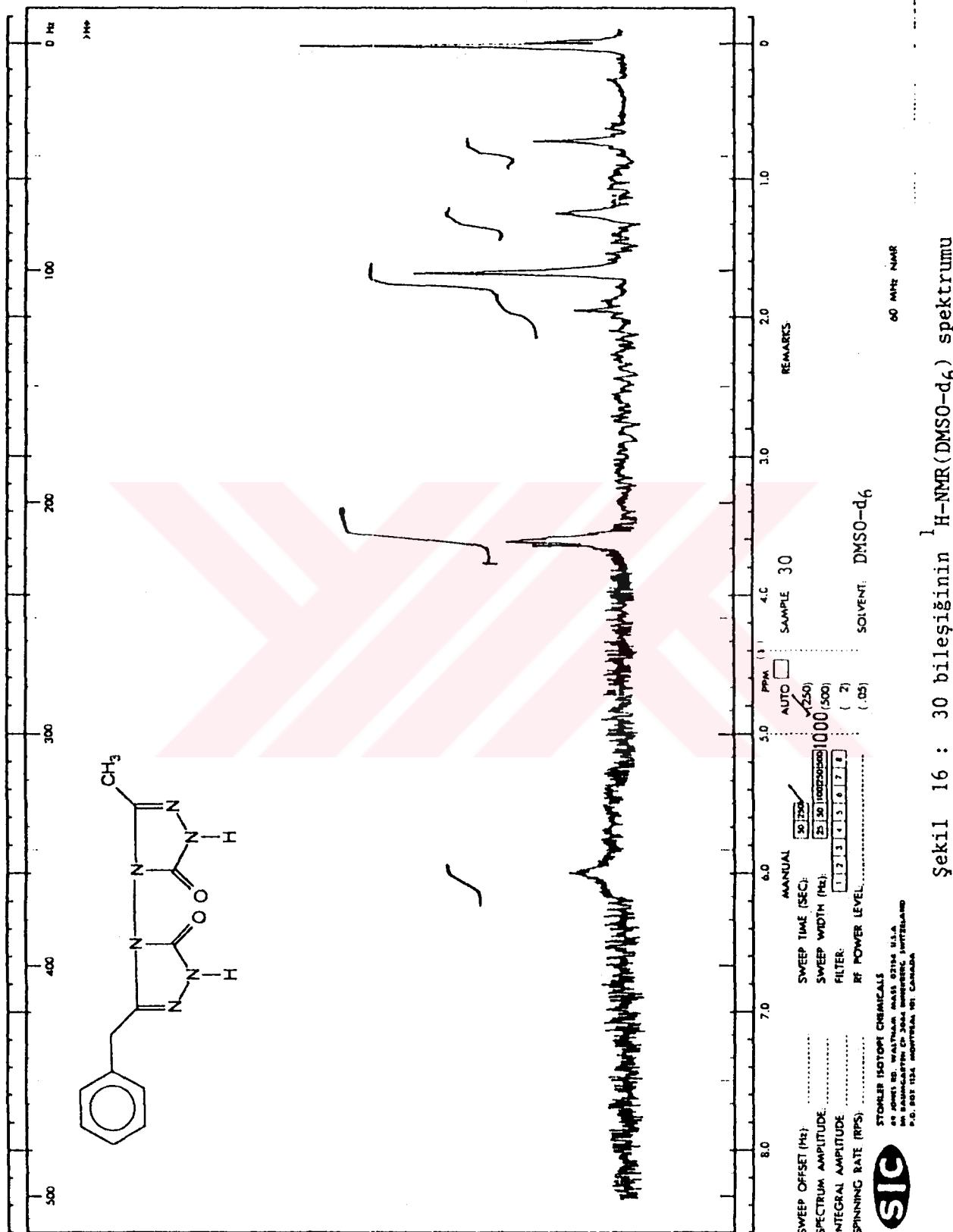
Şekil 13 : 29 bilesiğinin ^1H -NMR (DMSO- d_6) spektrumu



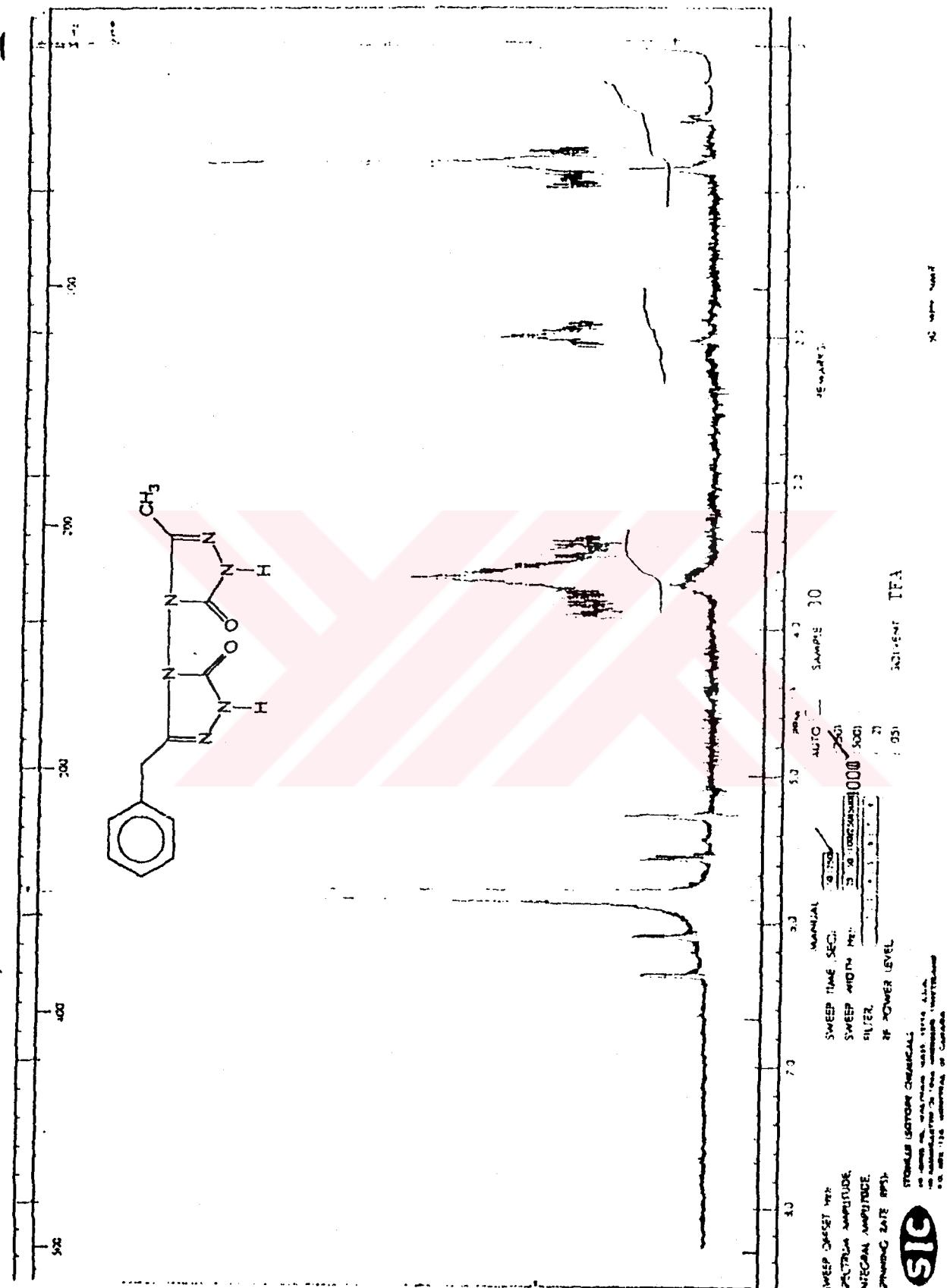
Şekil 14 : 29 bileşiginin ¹H-NMR(TFA) spektrumu



Sekil 15 : 30 bilesiginin IR spektrumu



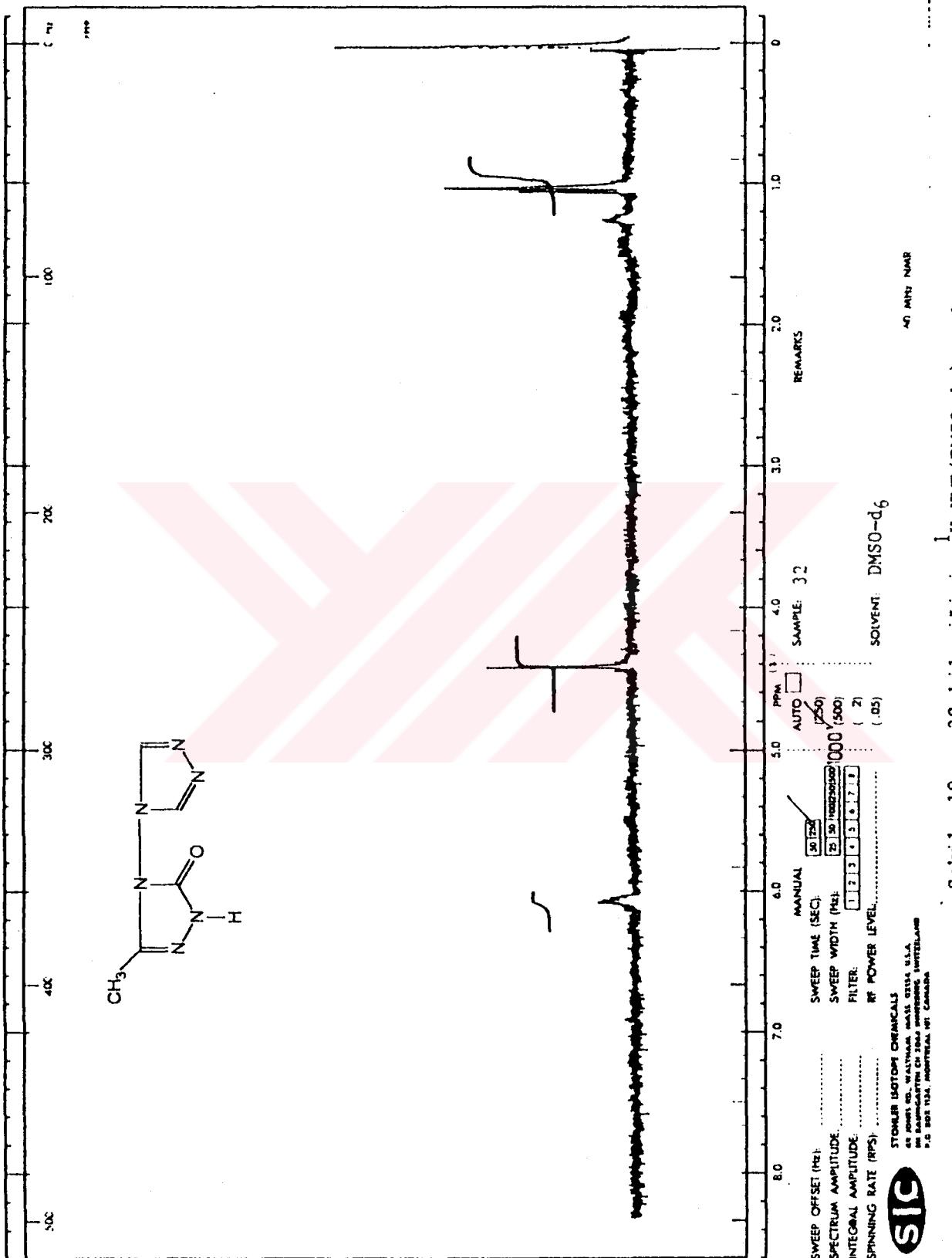
Şekil 16 : 30 bileşiginin $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu



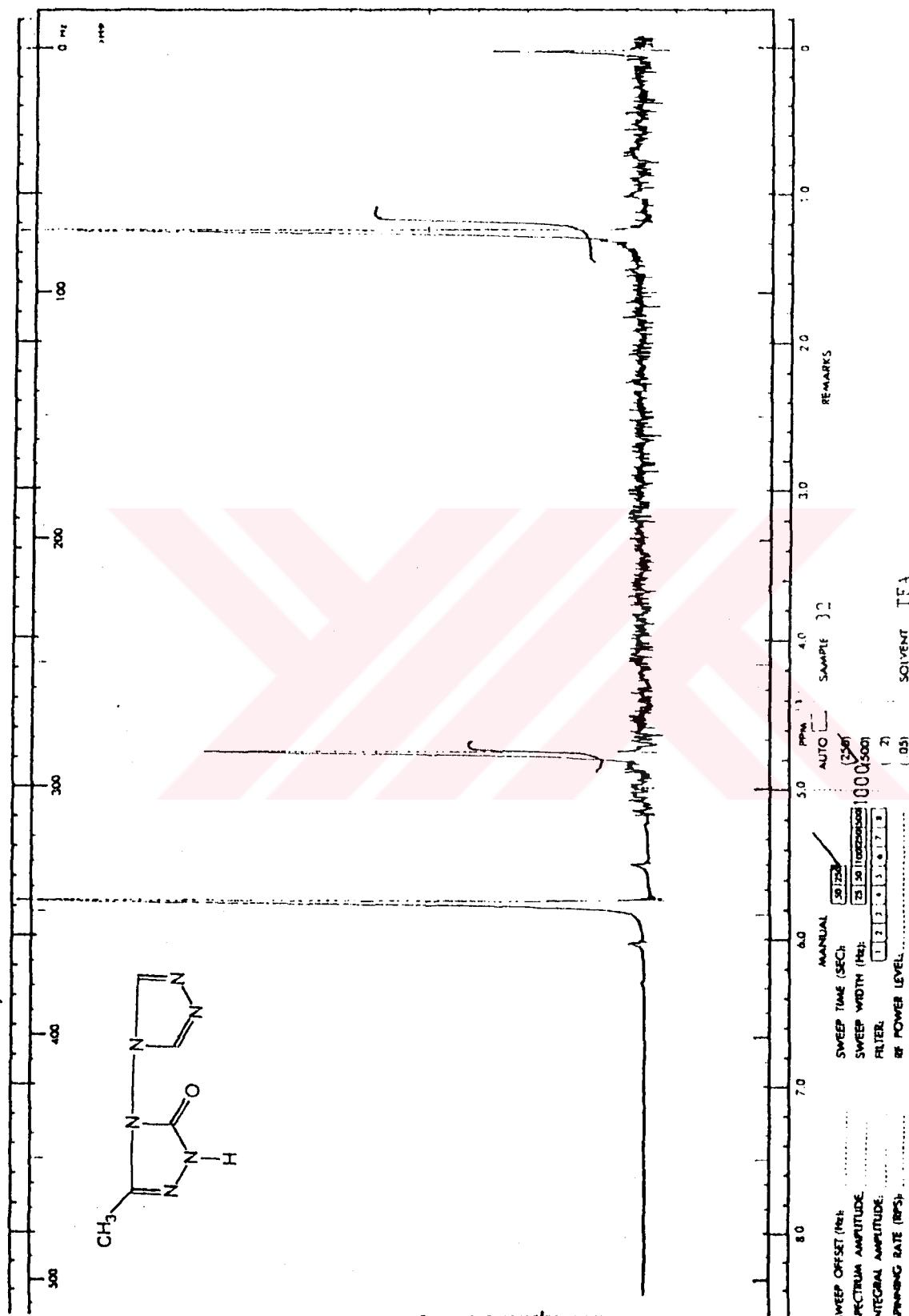
Şekil 17 : 30 bilesiginin ^1H -NMR(TFA) spektrumu



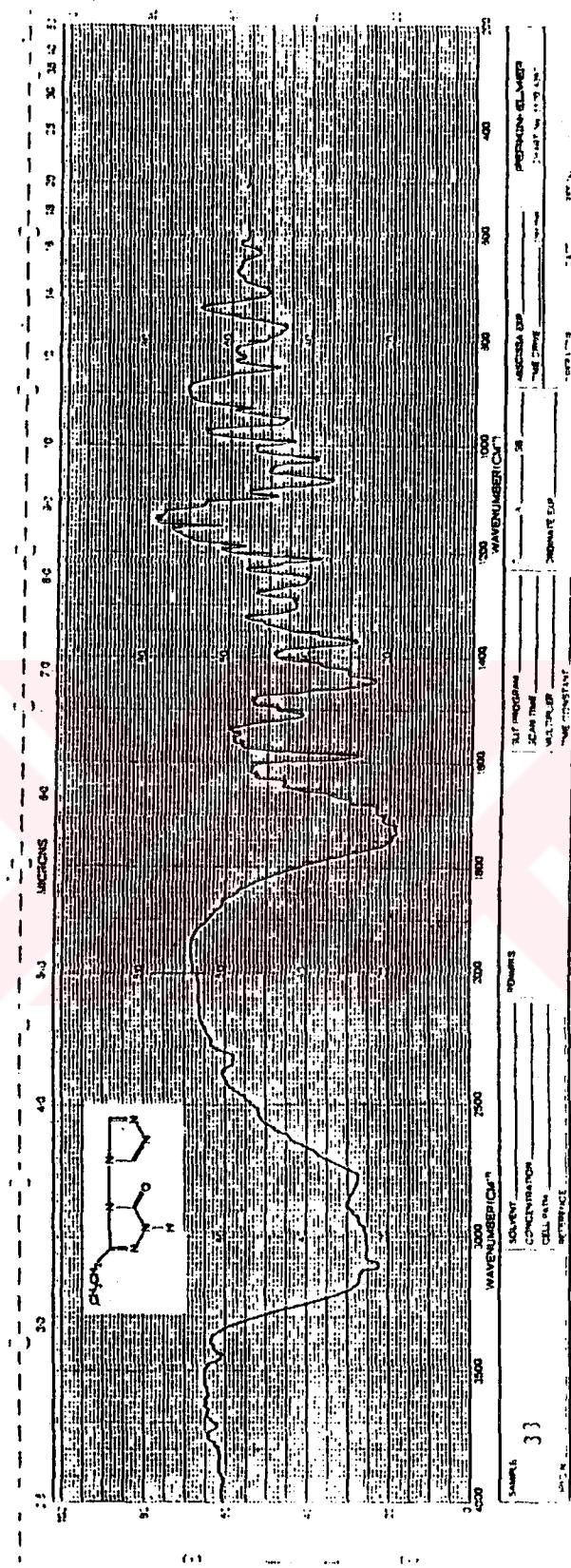
Şekil 18 : 32 bileşiginin IR spektrumu



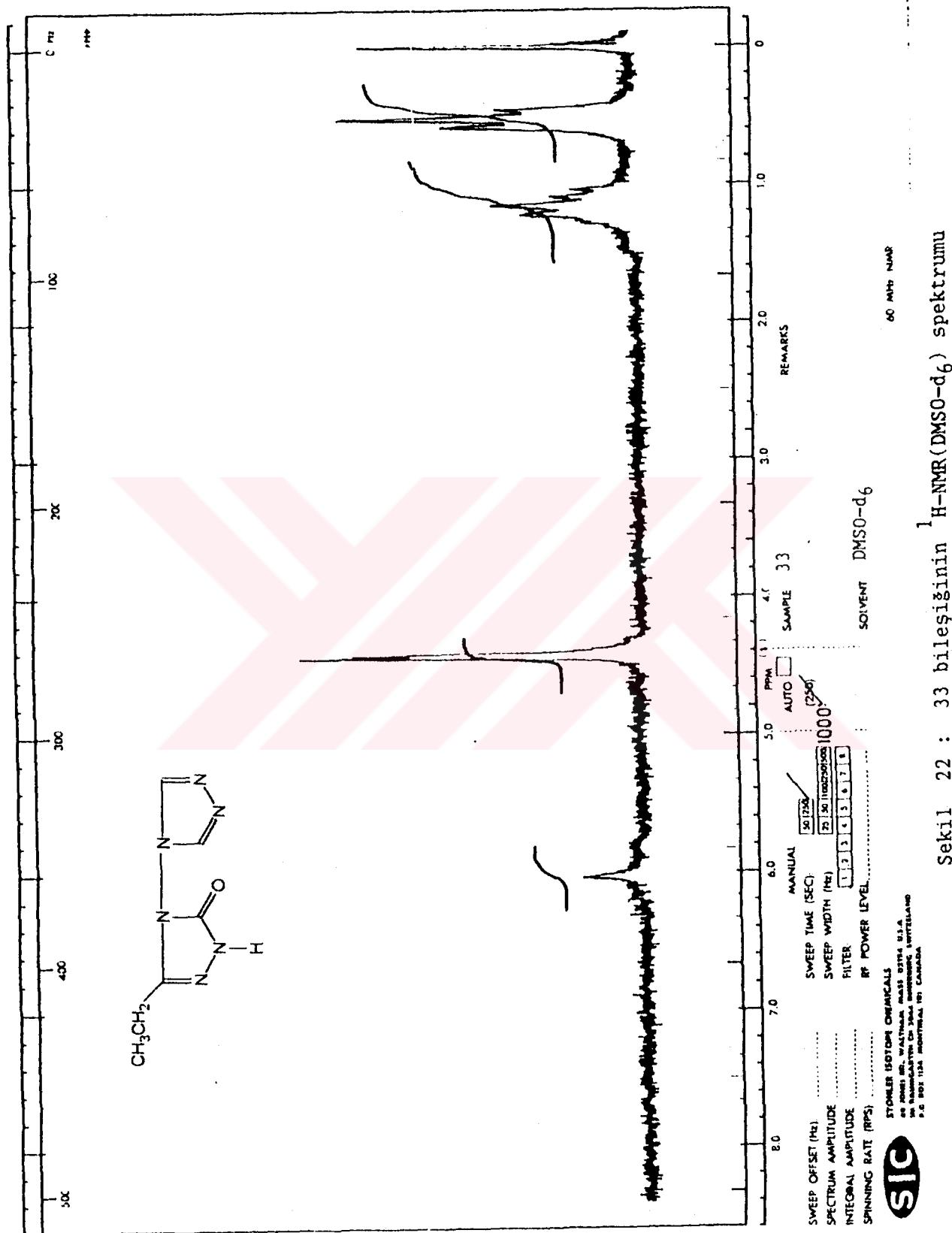
Sekil 19 : 32 bileşiginin ^1H -NMR (DMSO-d₆) spektrumu



Sekil 20 : 32 bilesiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu



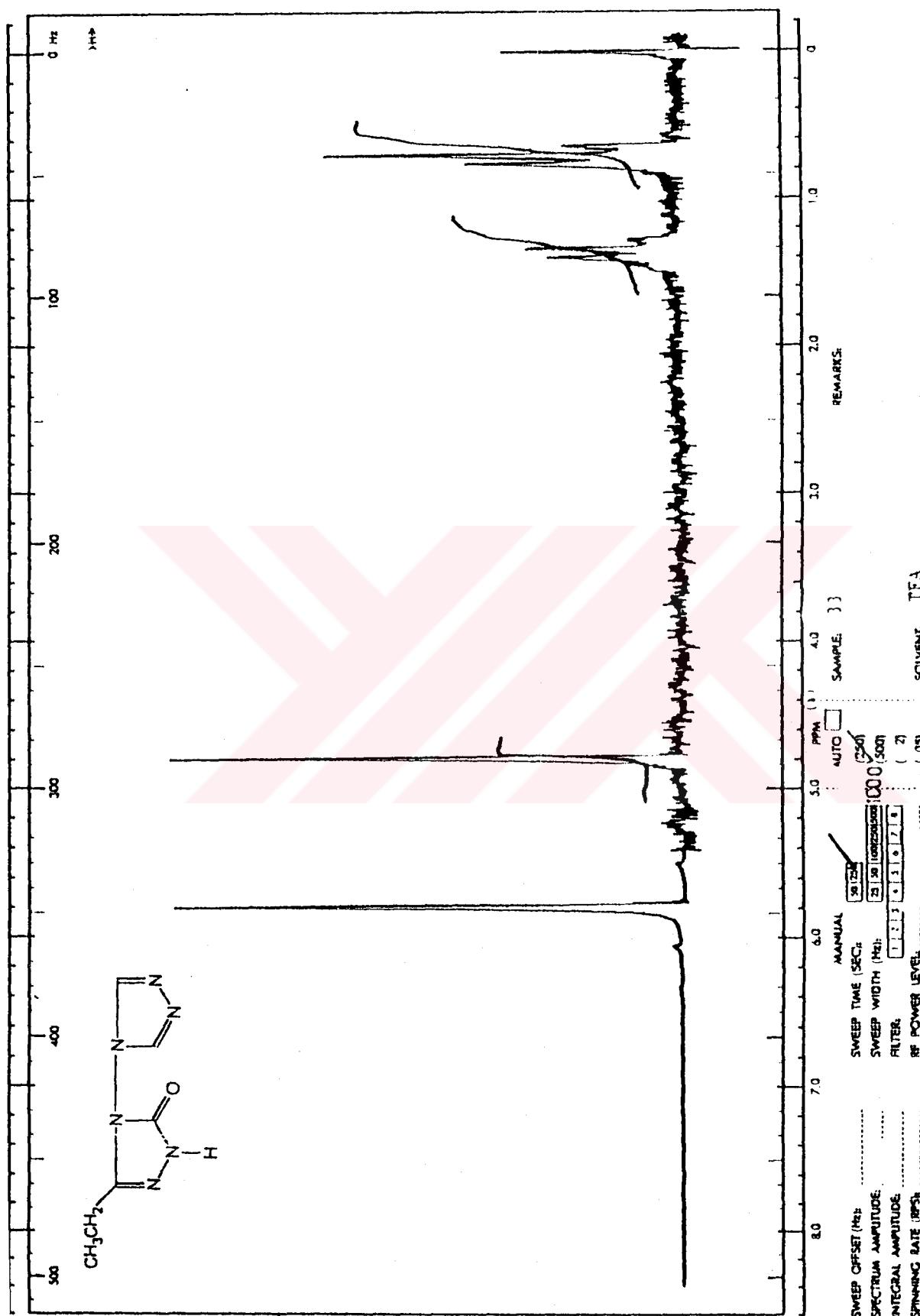
Şekil 21 : 33 bileşiginin IR spektrumu



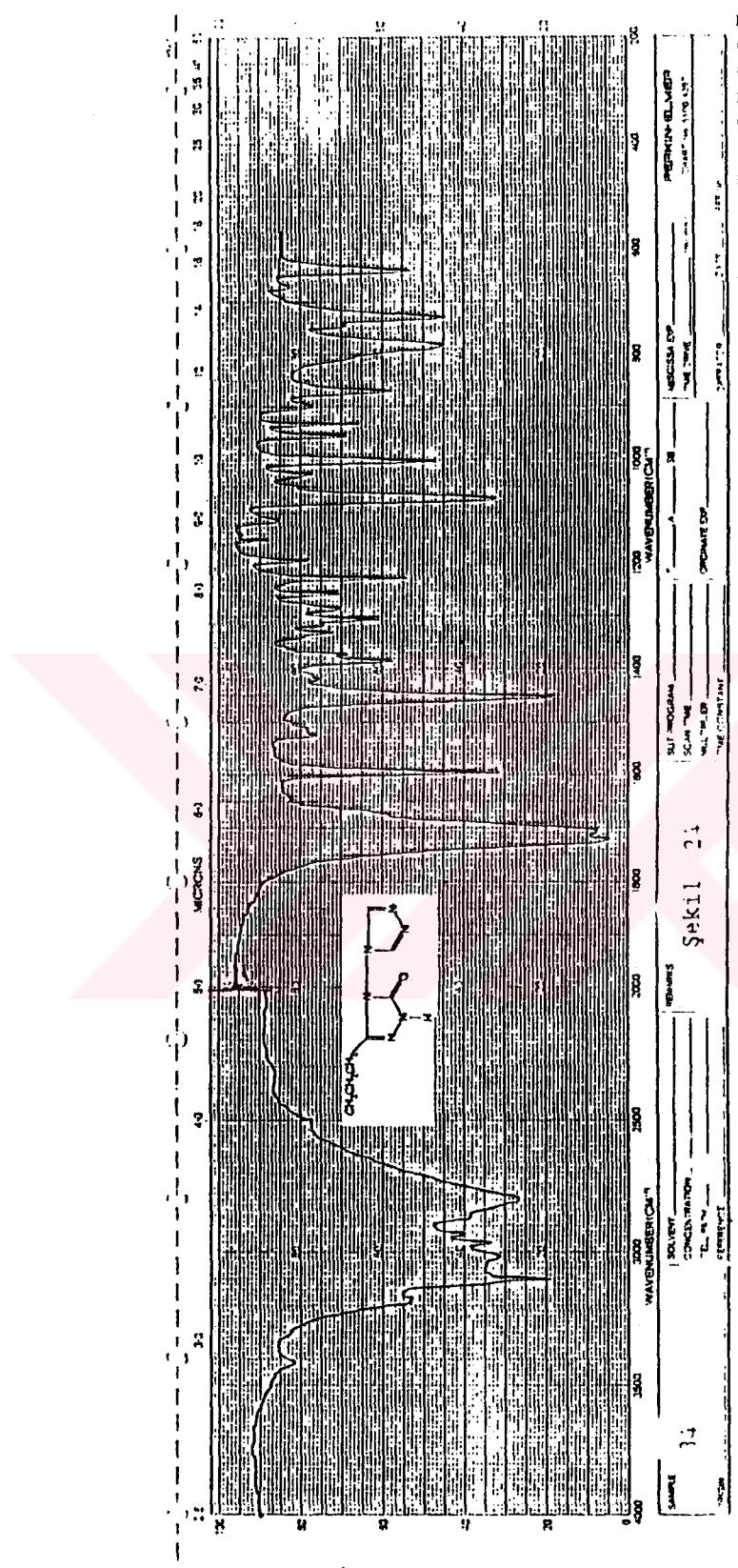
Sekil 22 : 33 bileşiginin ¹H-NMR(DMSO-d₆) spektrumu



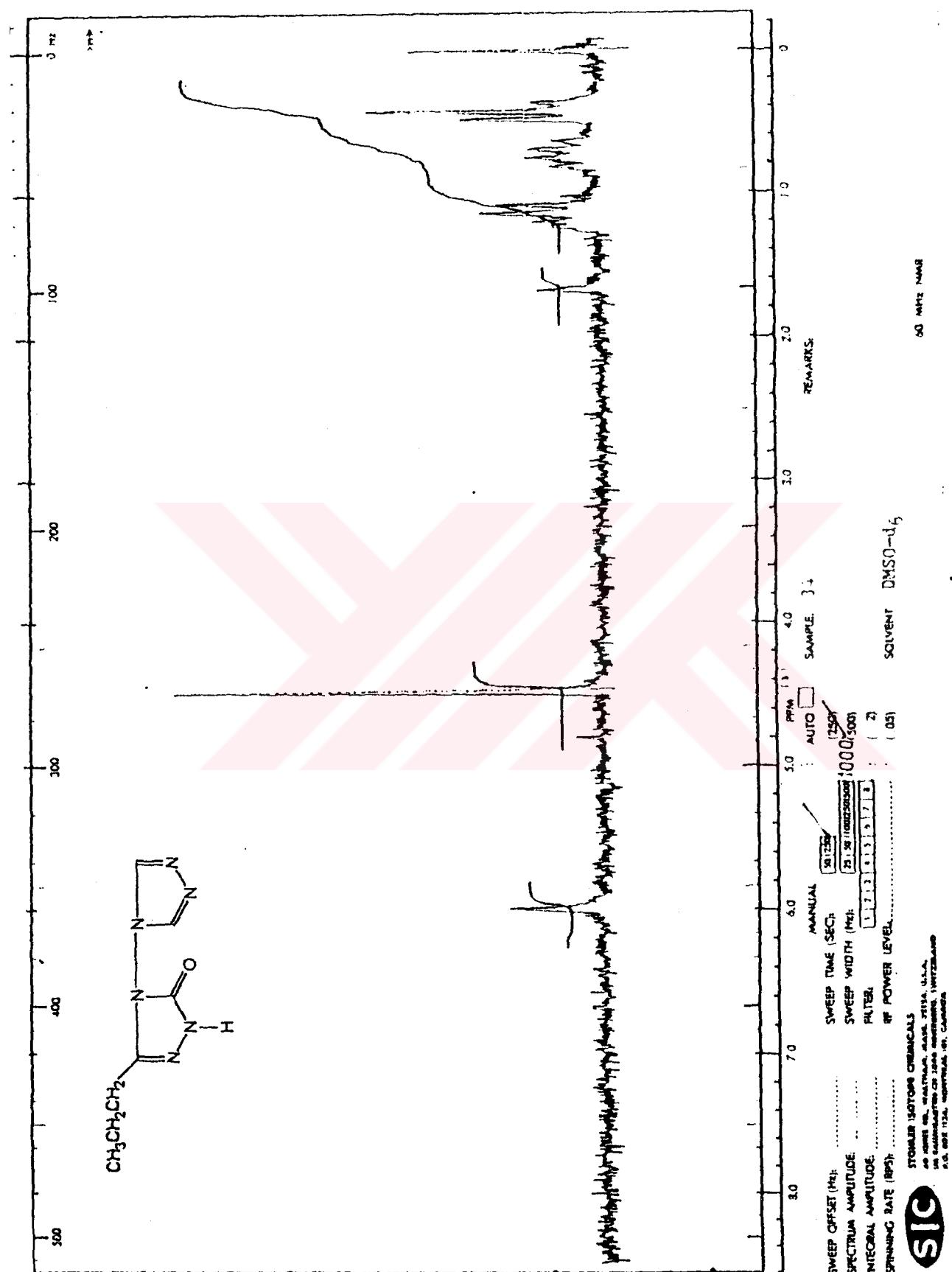
SYNTHETIC INORGANIC CHEMICALS
et ALUMINIUM, WALTHAM, MASS. U.S.A.
THE RADIOMARINE CO., LTD., LONDON, ENGLAND
P.O. BOX 1124, MONTREAL, PQ, CANADA



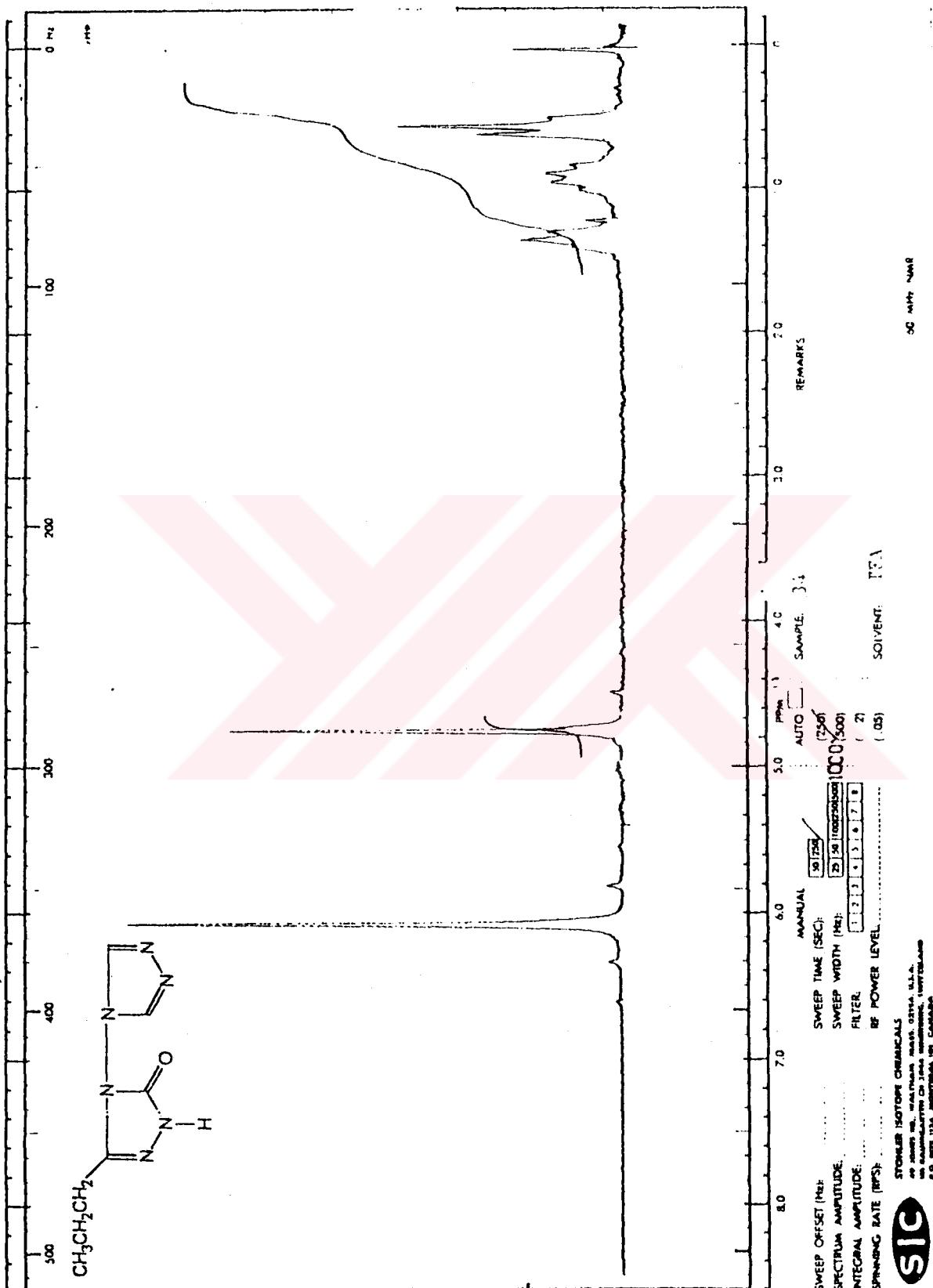
Şekil 23 : 33 bilesiğinin ^1H -NMR (TFA) spektrumu



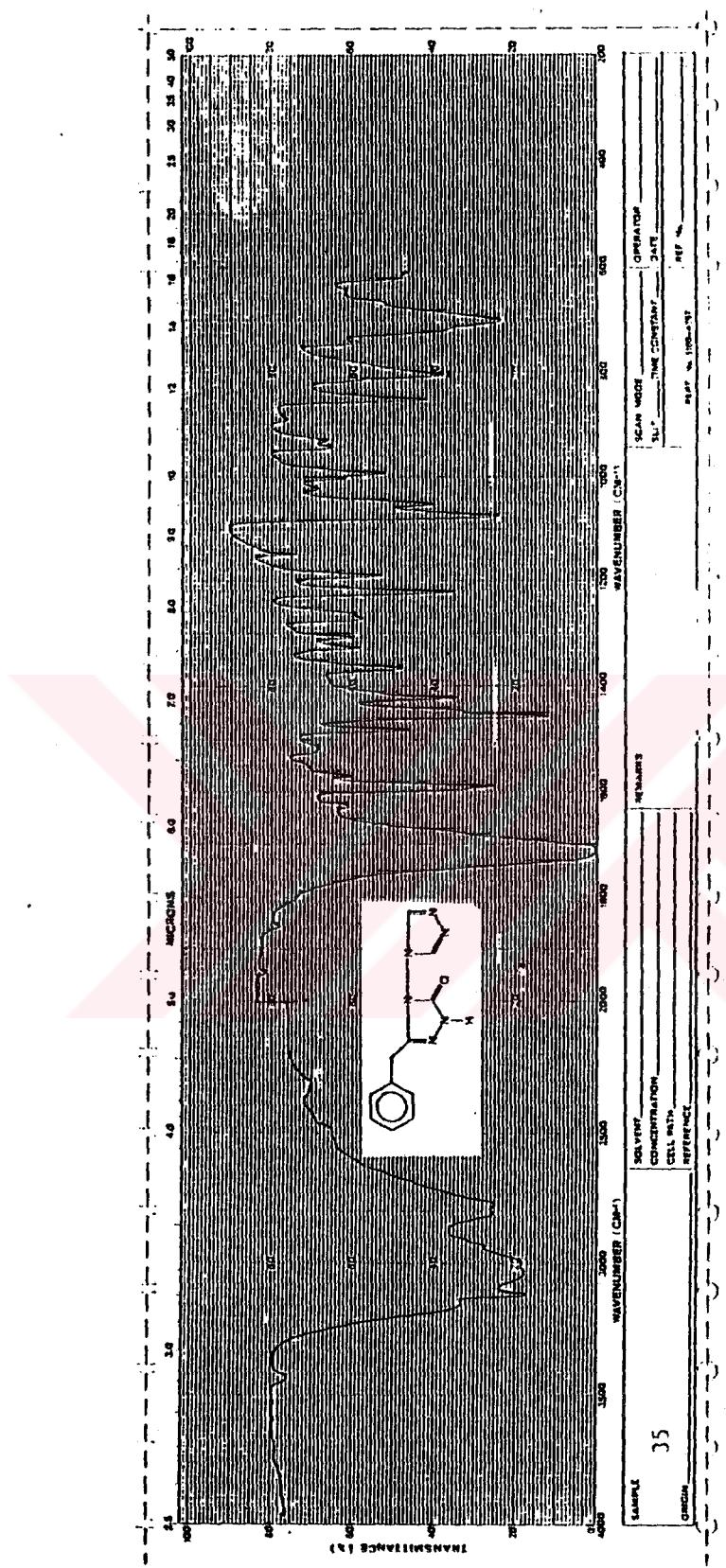
Şekil 24 : 34 bileşliğinin IR spektrumu



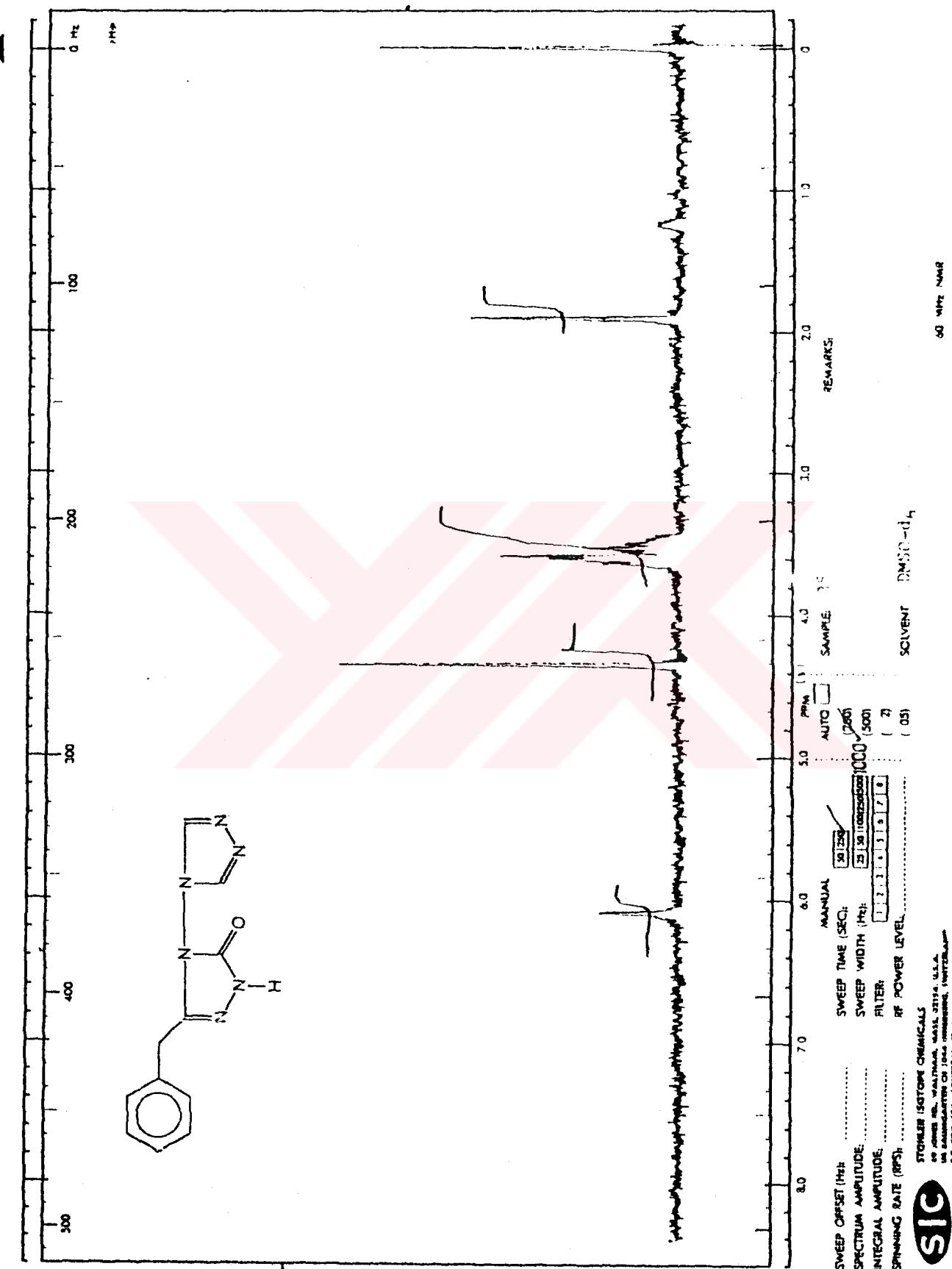
Şekil 25 : 34 bileşiginin ^1H -NMR(DMSO- d_6) Spektrumu



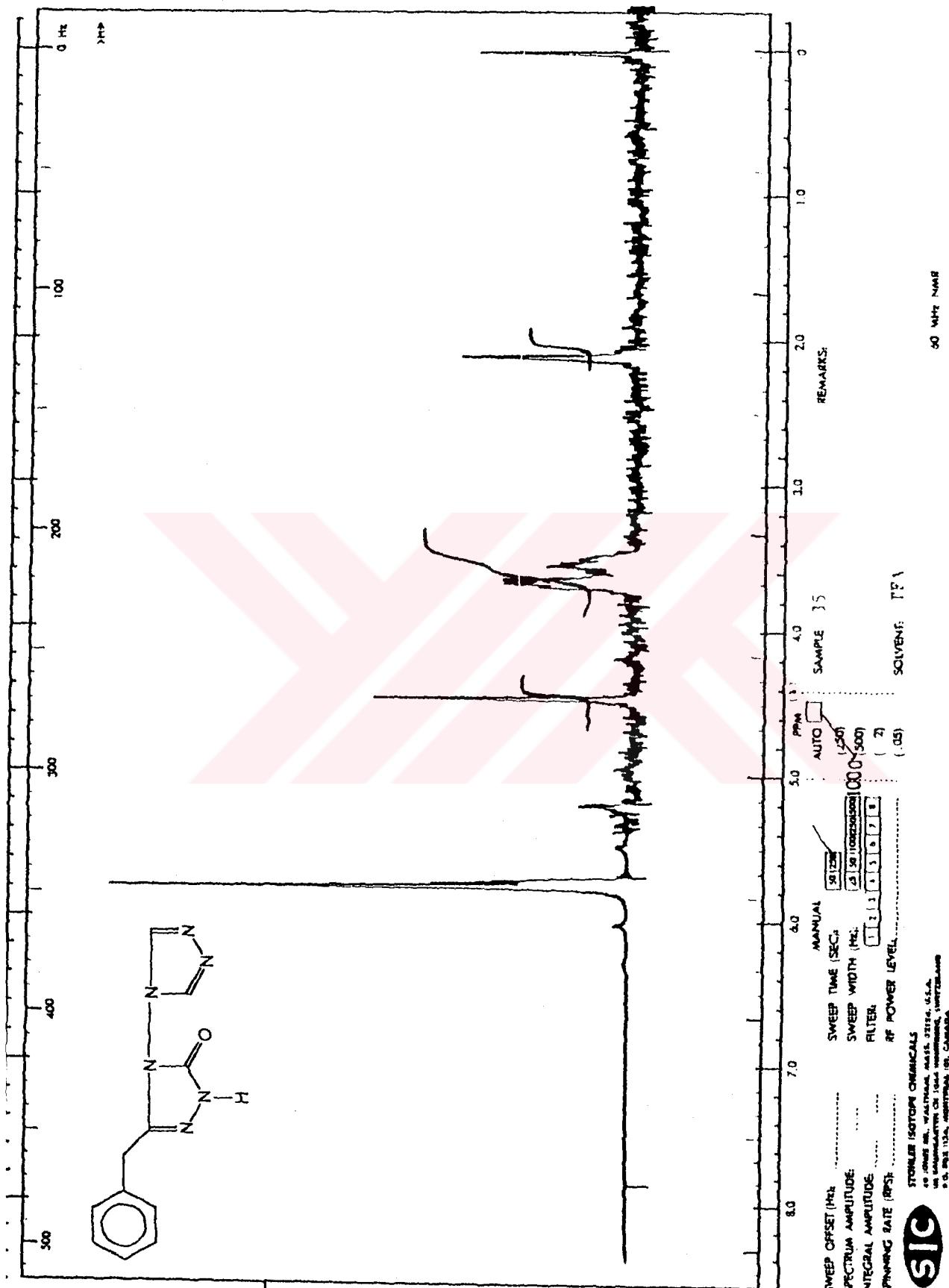
Sekil 26 : 34 bileşiginin ^1H -NMR(TFA) spektrumu



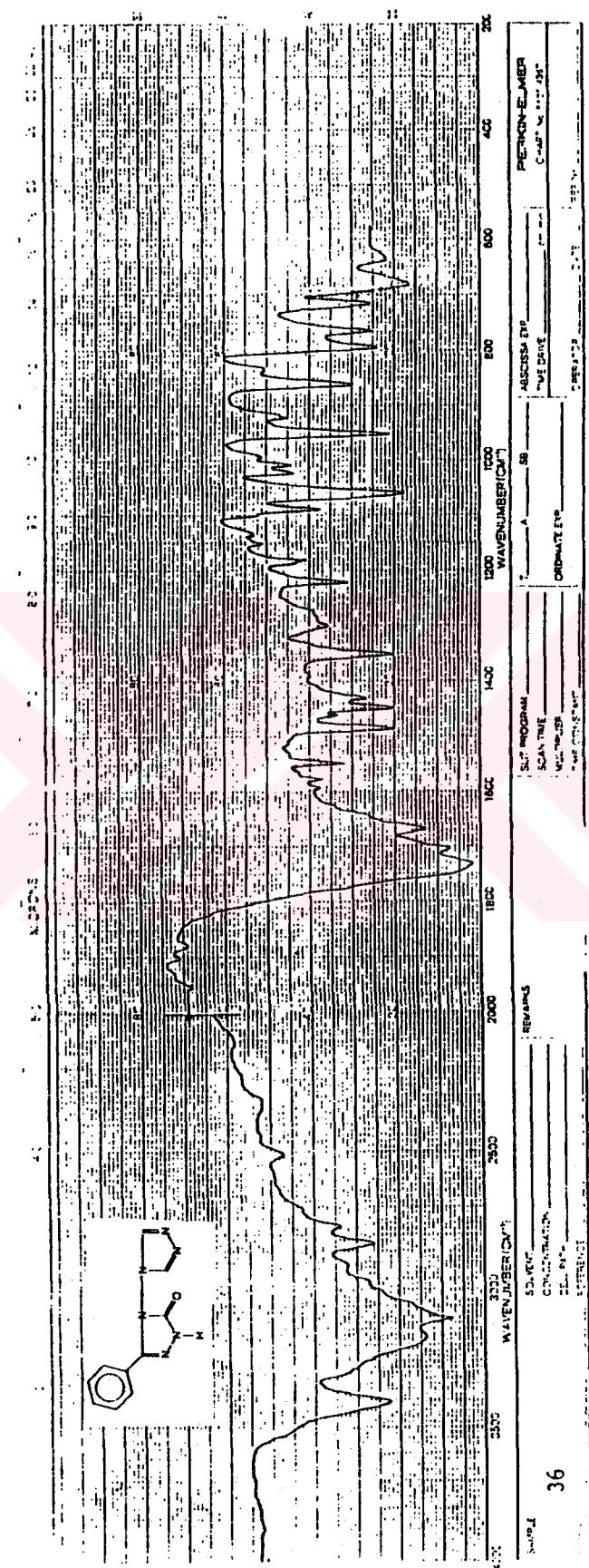
Şekil 27 : 35 bileşığının IR spektrumu



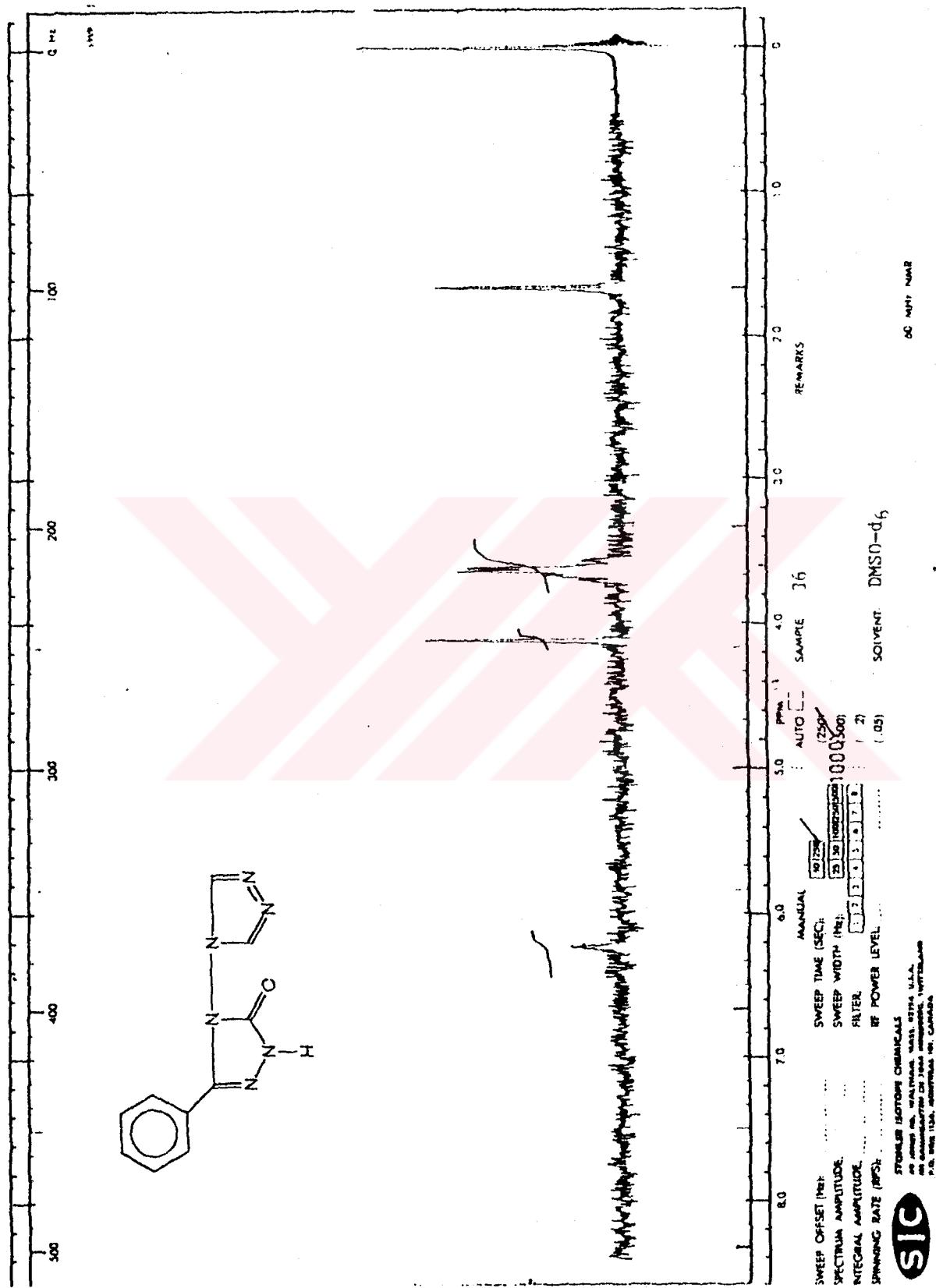
Sekil 28 : 35 bileşüğünün $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d₆) spektrumu



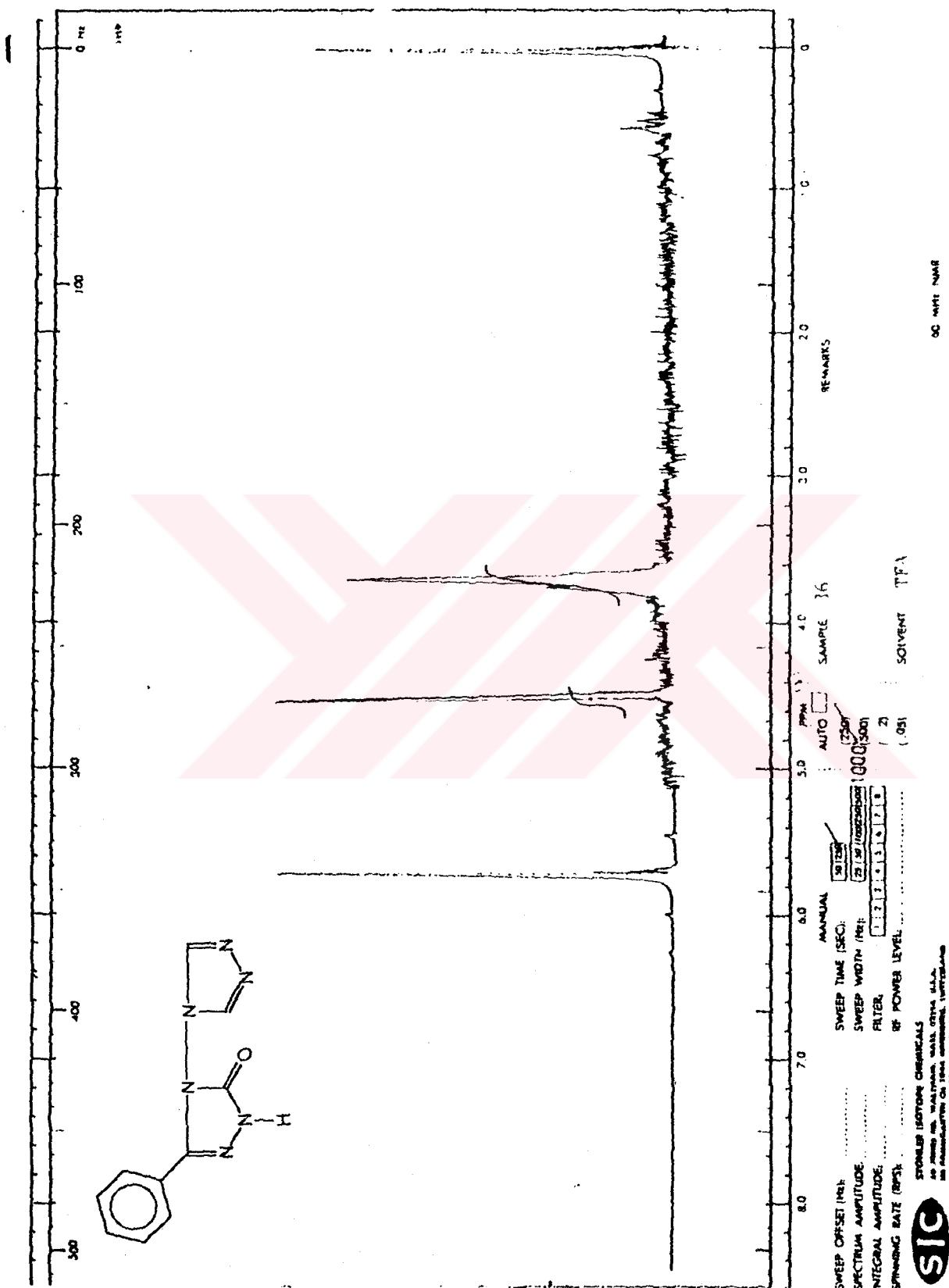
Şekil 29 : 35 bileşiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu



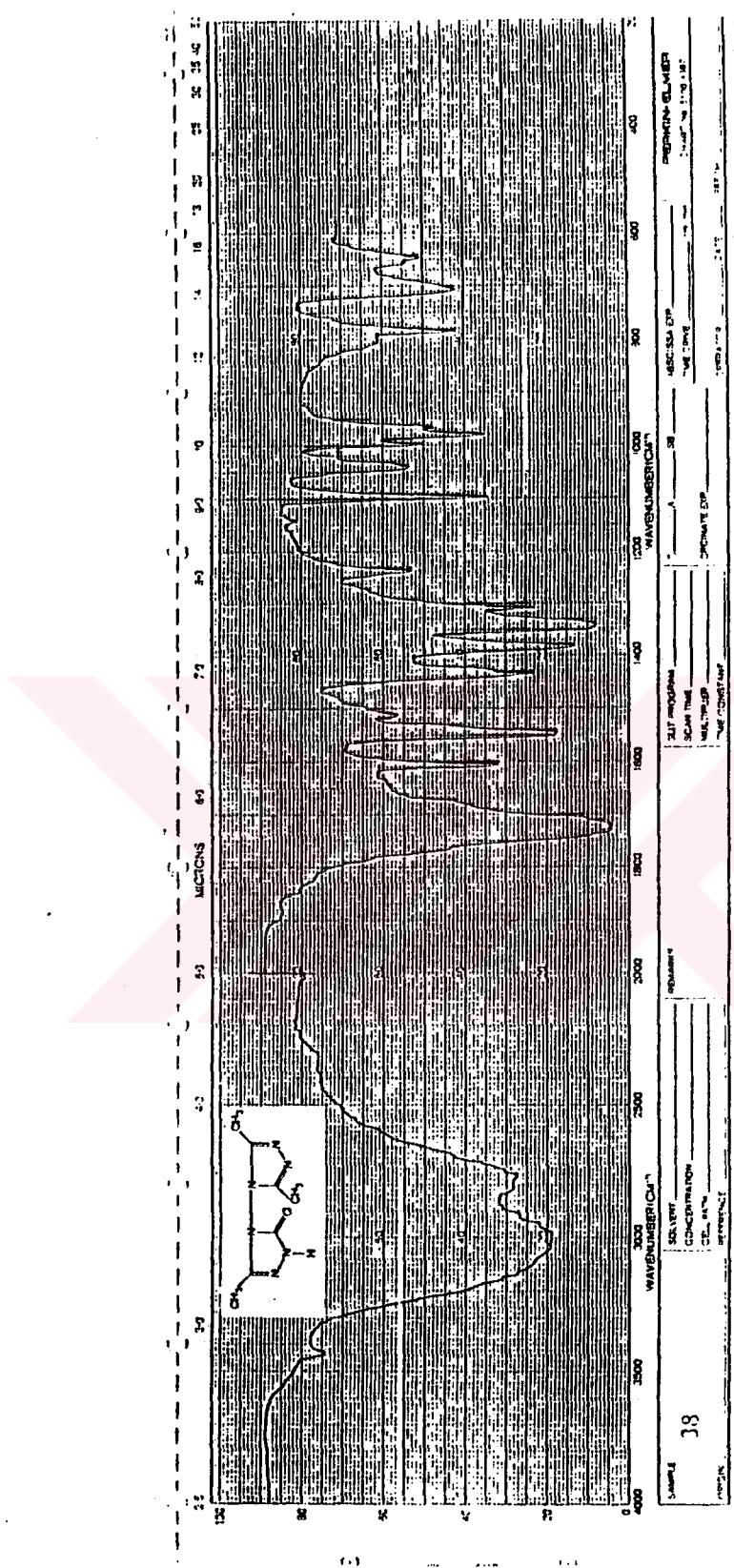
Şekil 30 : 36 bileşiginin IR spektrumu



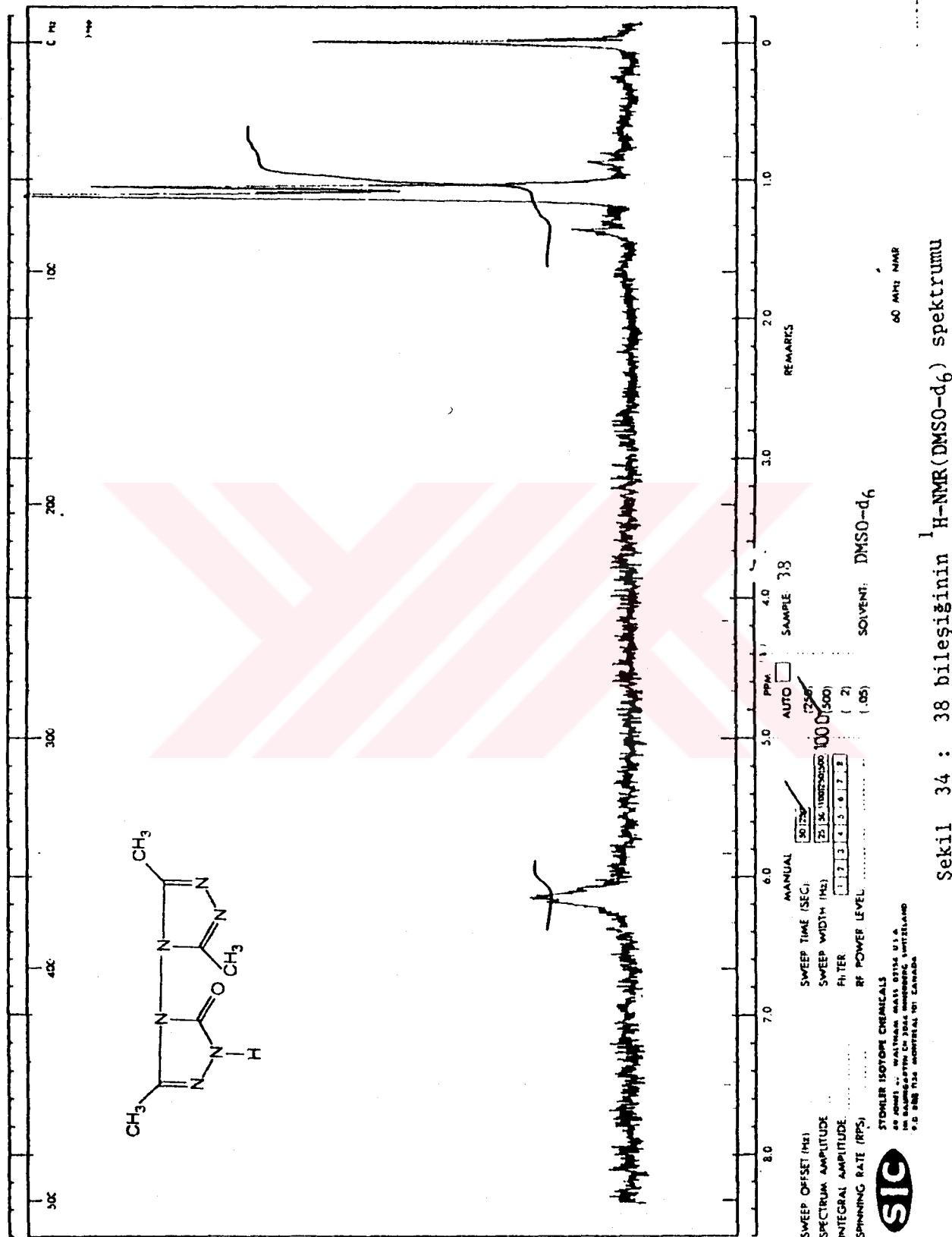
Sekil 31 : 36 bileşüğünün $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu

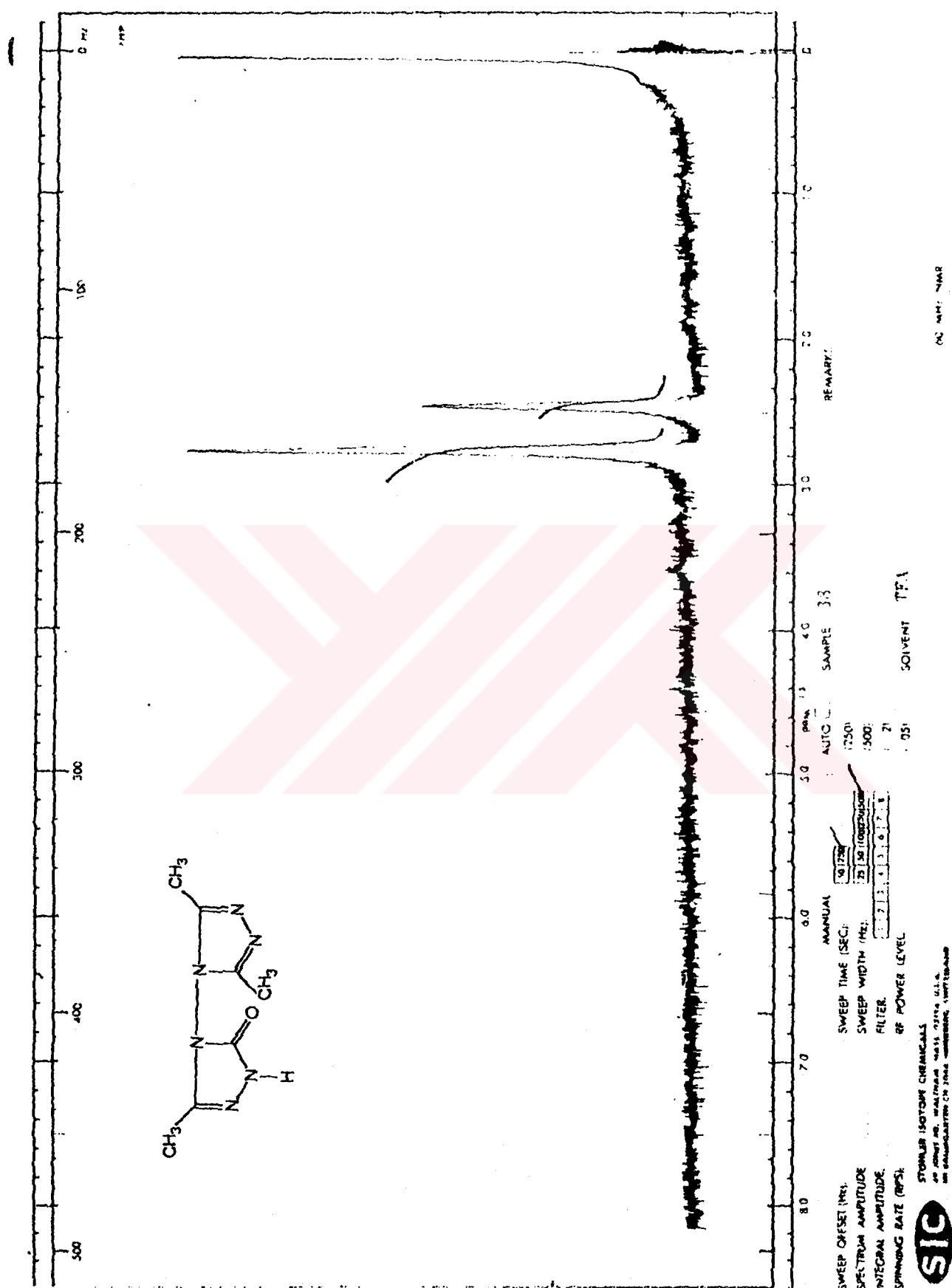


Sekil 32 : 36 bileşiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu

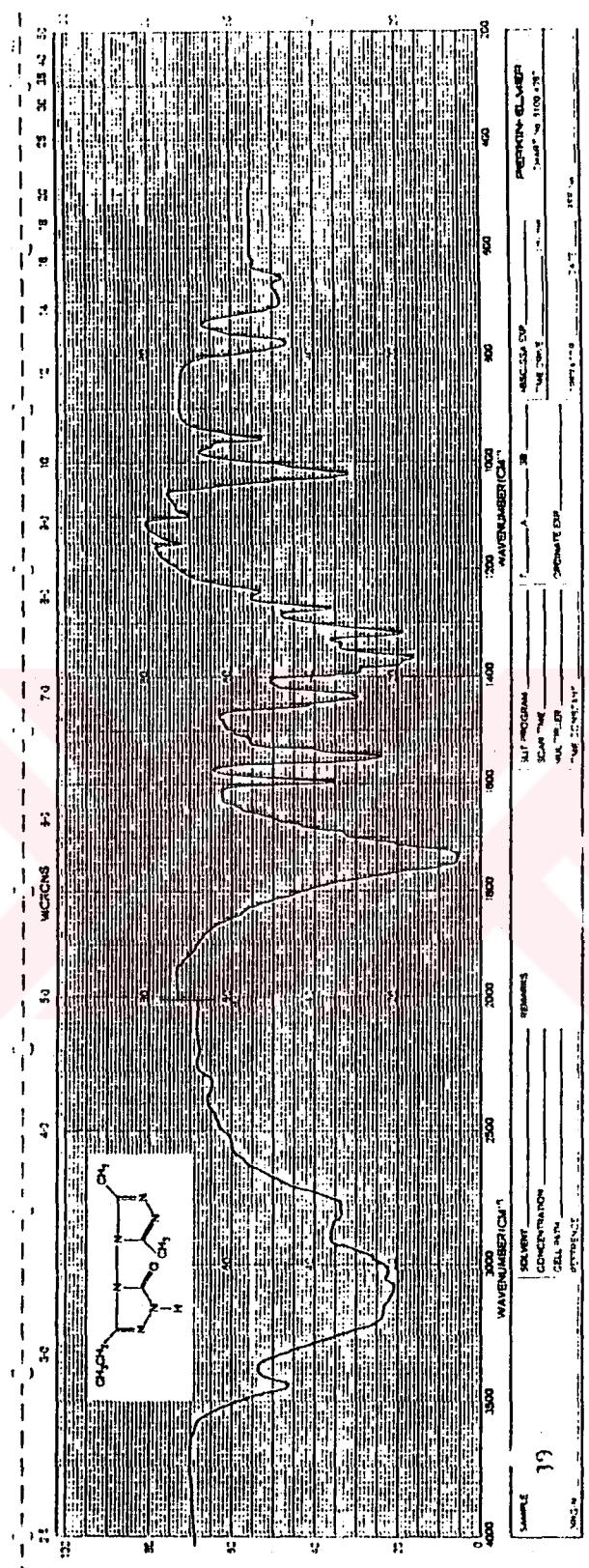


Şekil 33 : 38 bileşiginin IR spektrumu



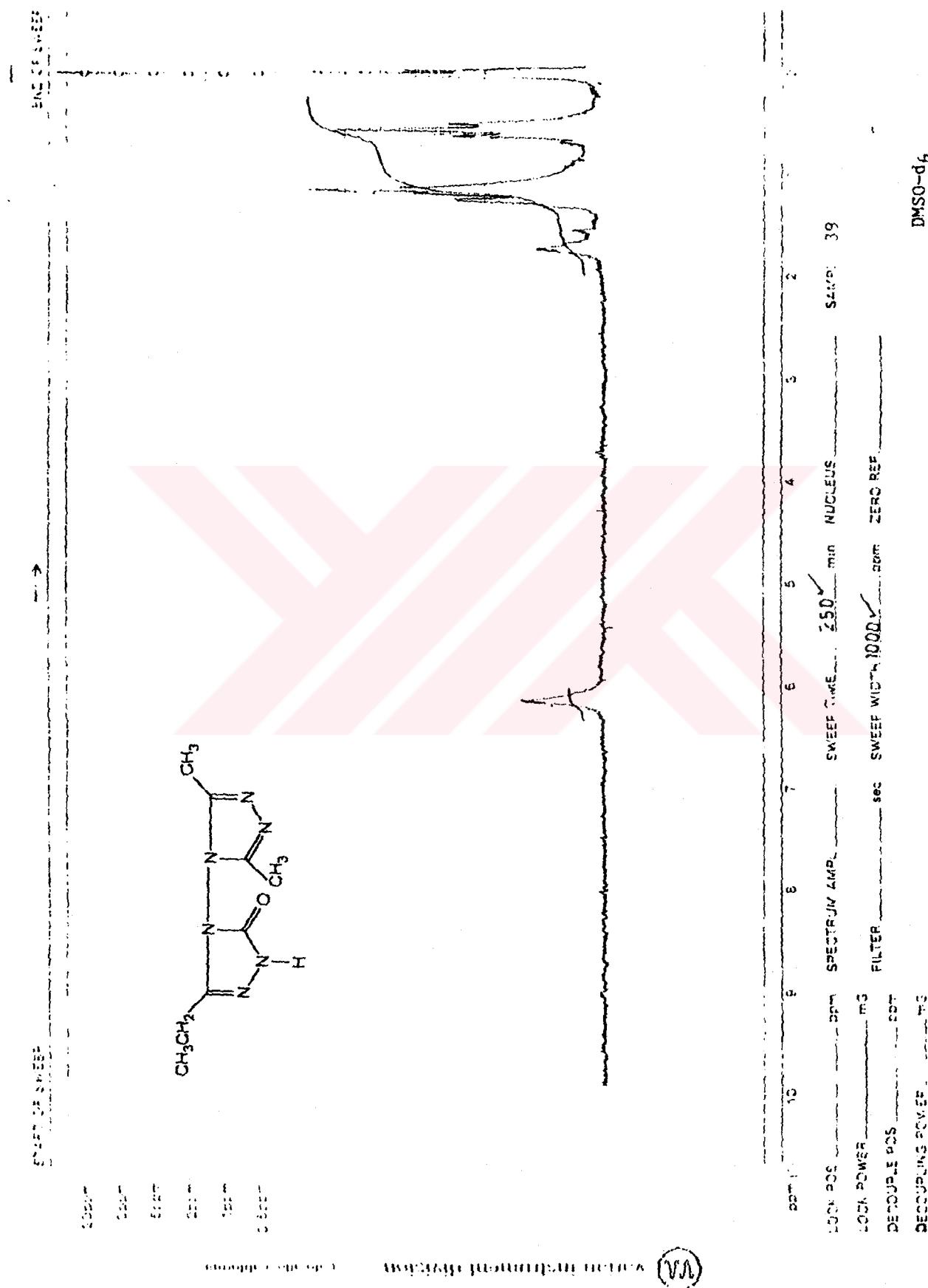


Sekil 35 : 38 bilesiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu

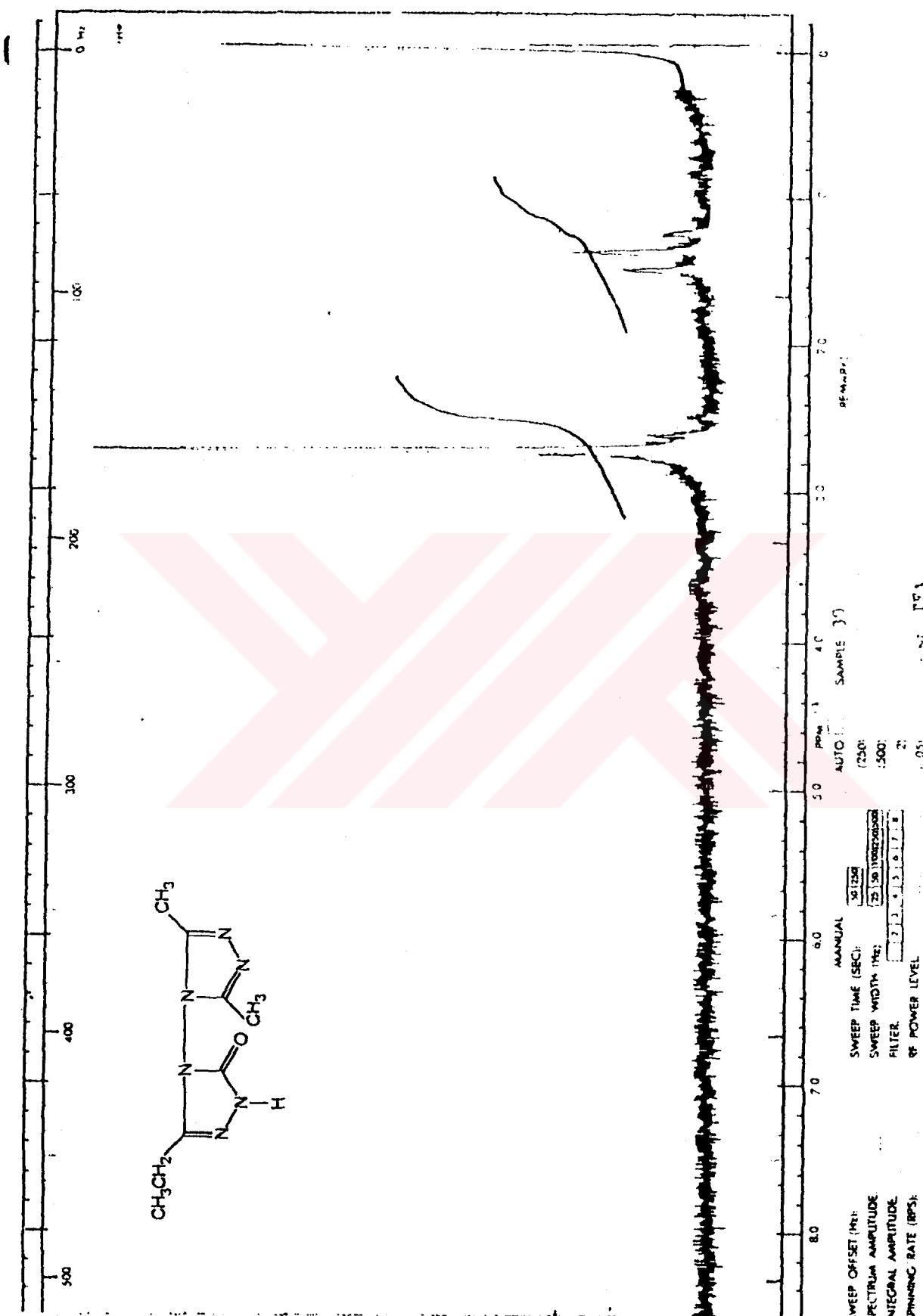


Şekil 36 : 39 bileşiginin IR spektrumu

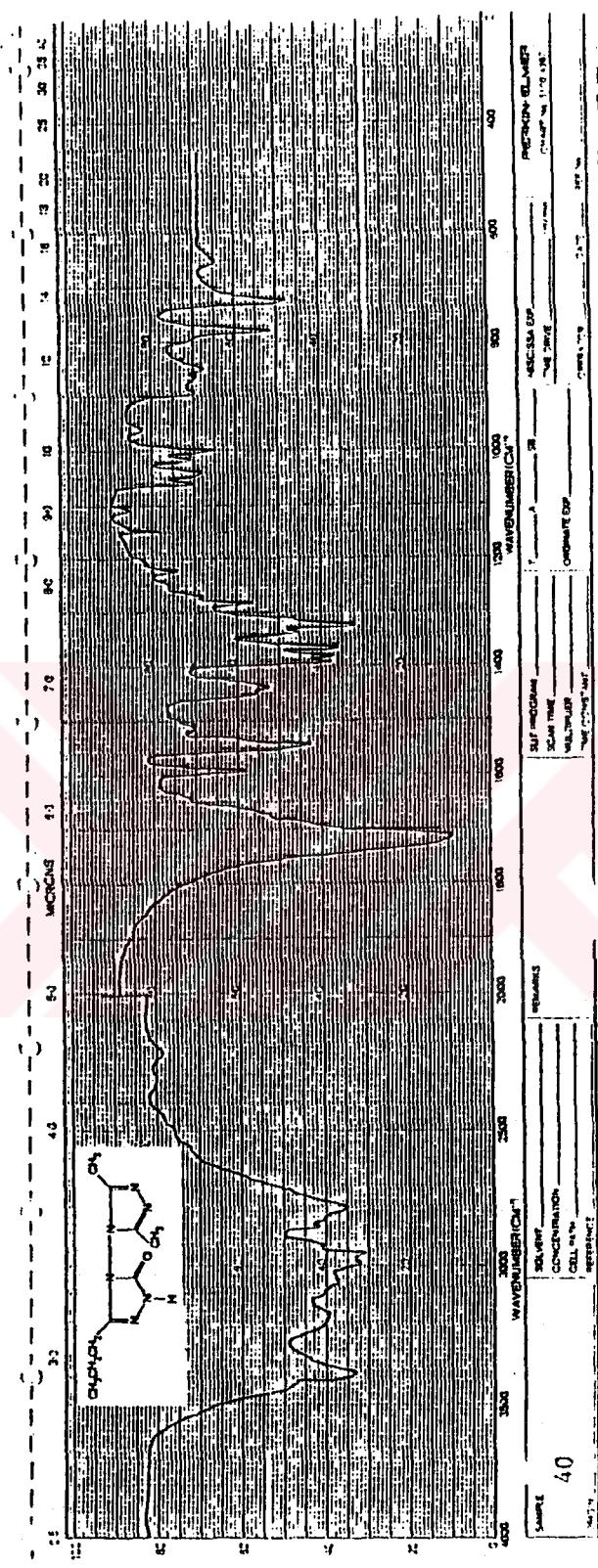
LM-360-60 MHz NMR SPIN CHROMETER



Sekil 37 : 39 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu

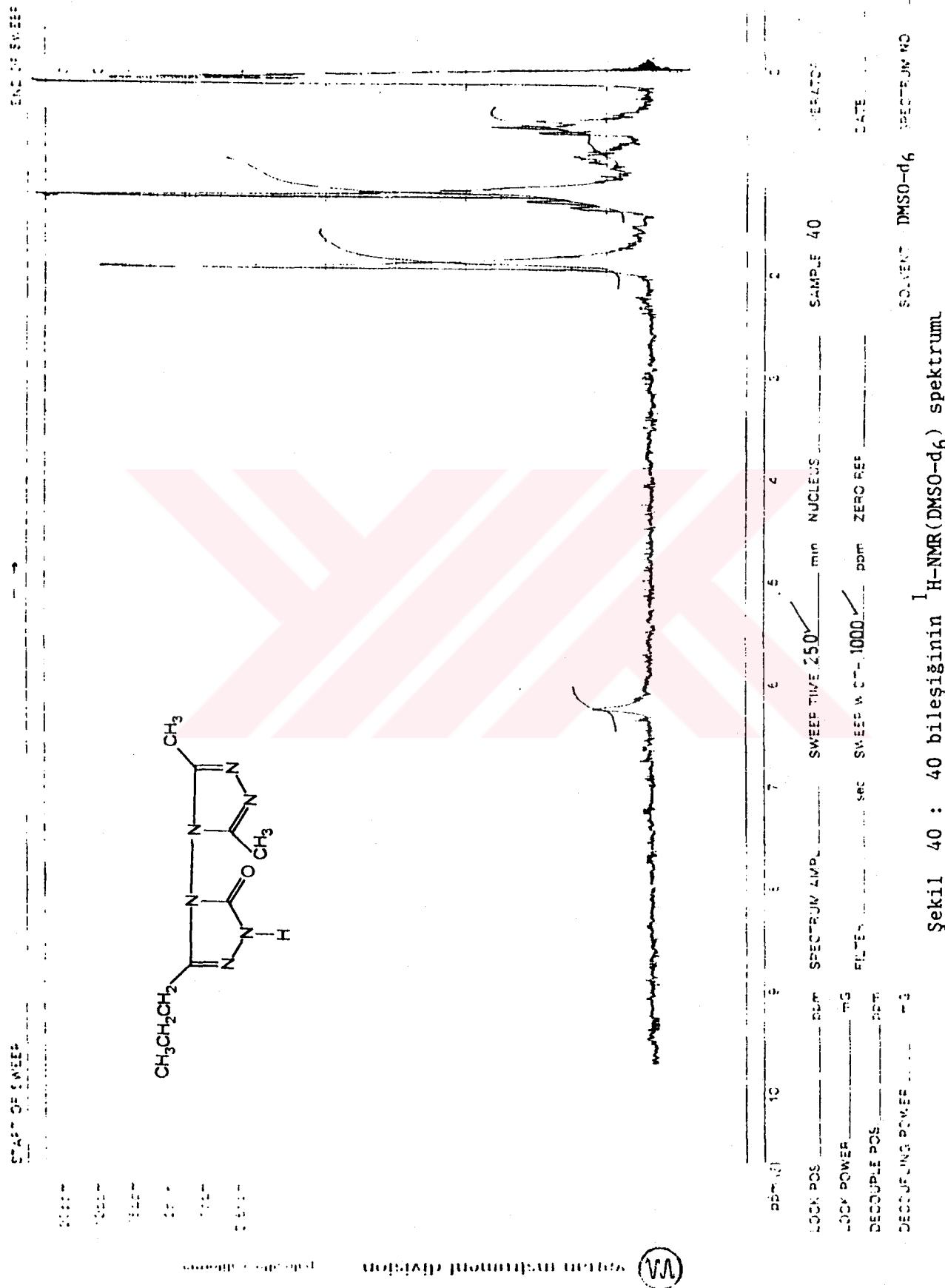


Sekil 38 : 39 bilesiginin ¹H-NMR(TFA) spektrumu

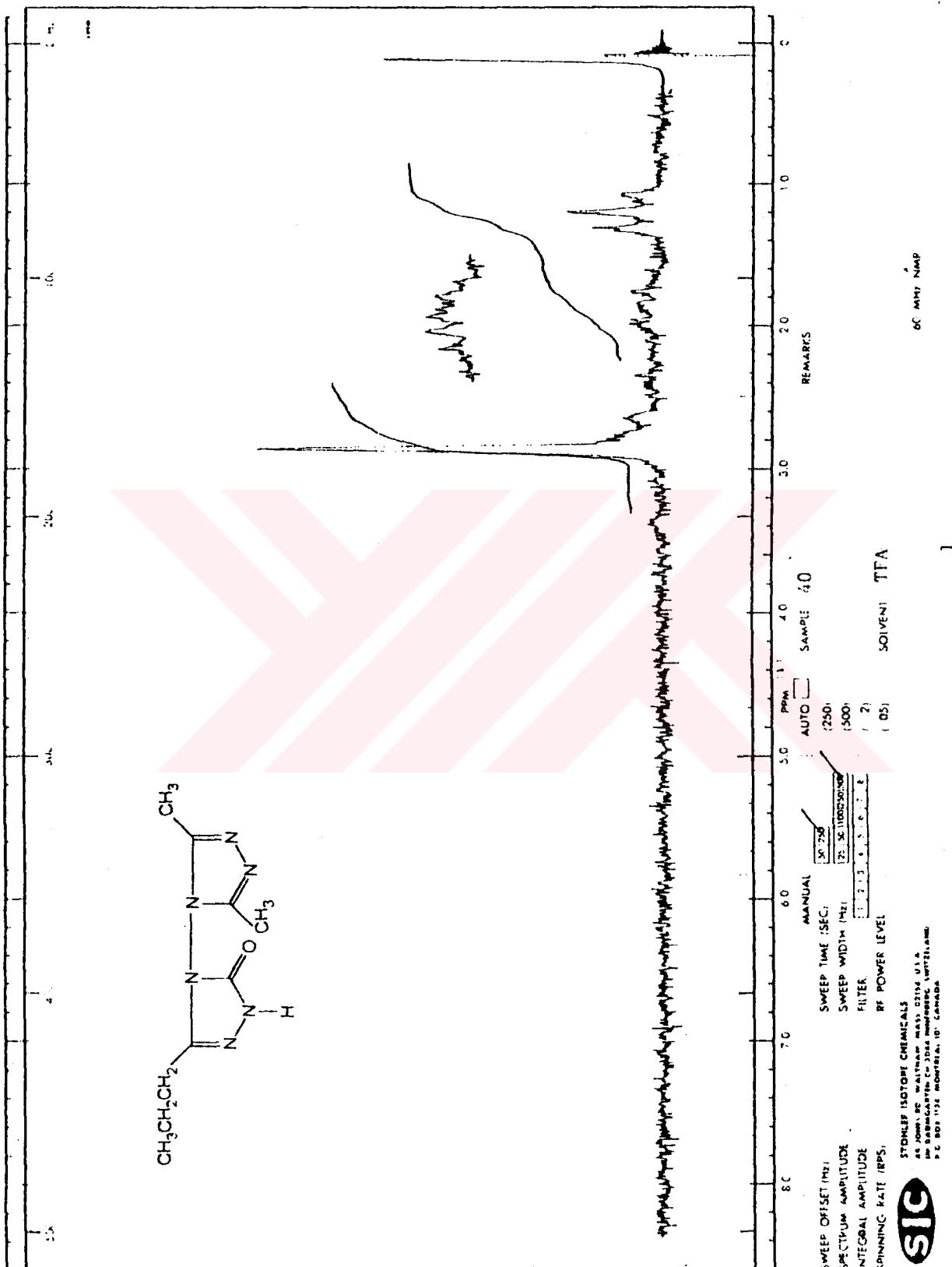


Sekil 39 : 40 bileşüğünün IR spektrumu

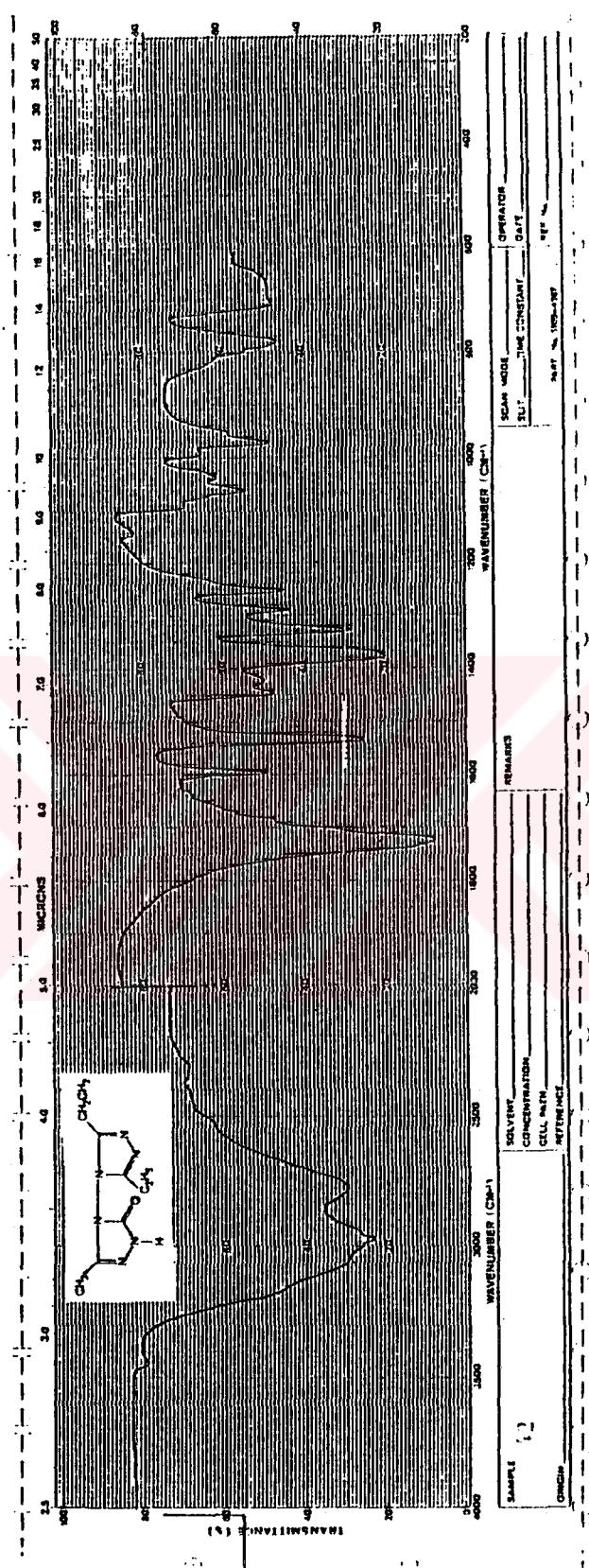
LM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER



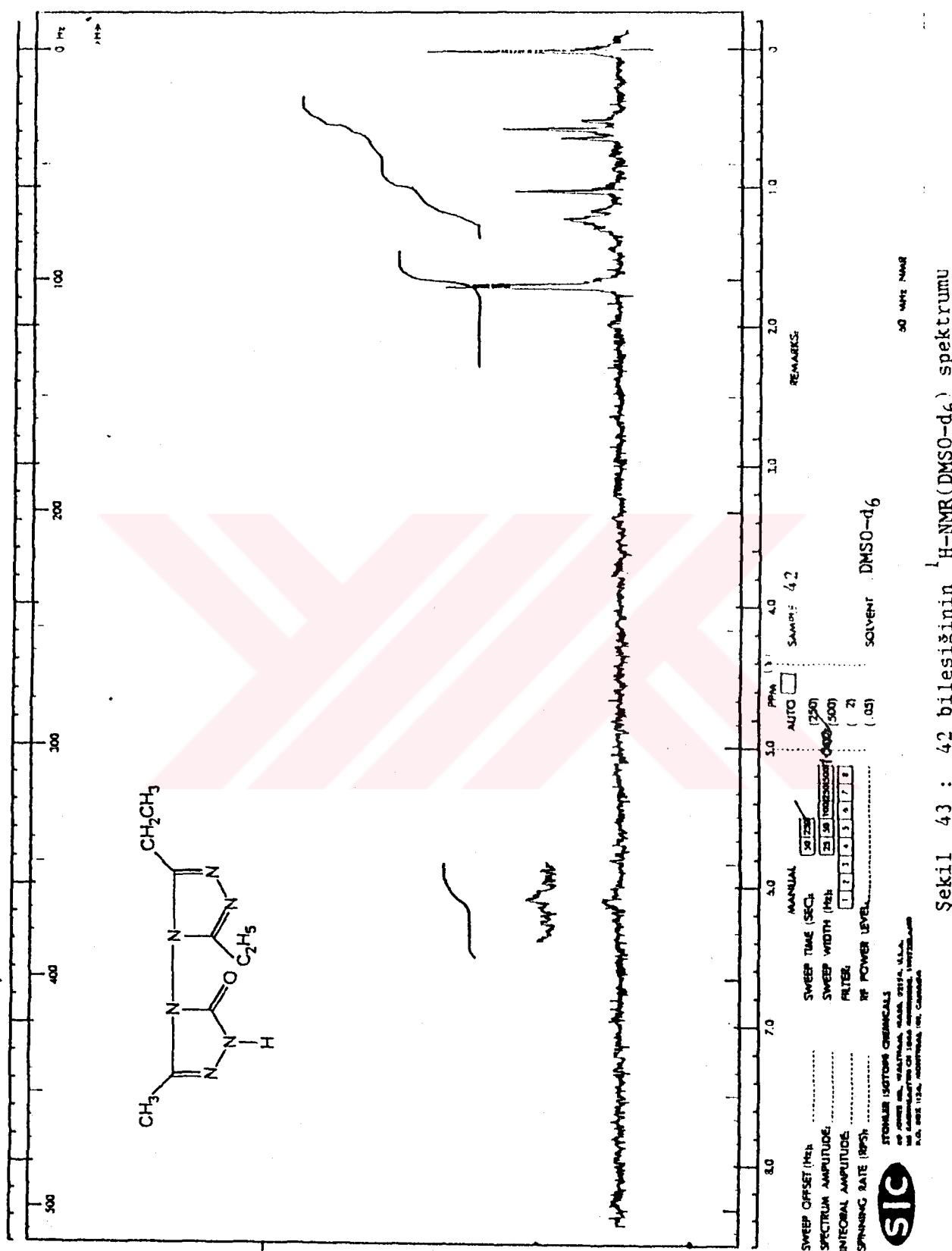
Şekil 40 : 40 bilesiginin ^1H -NMR(DMSO-d₆) spektrum.

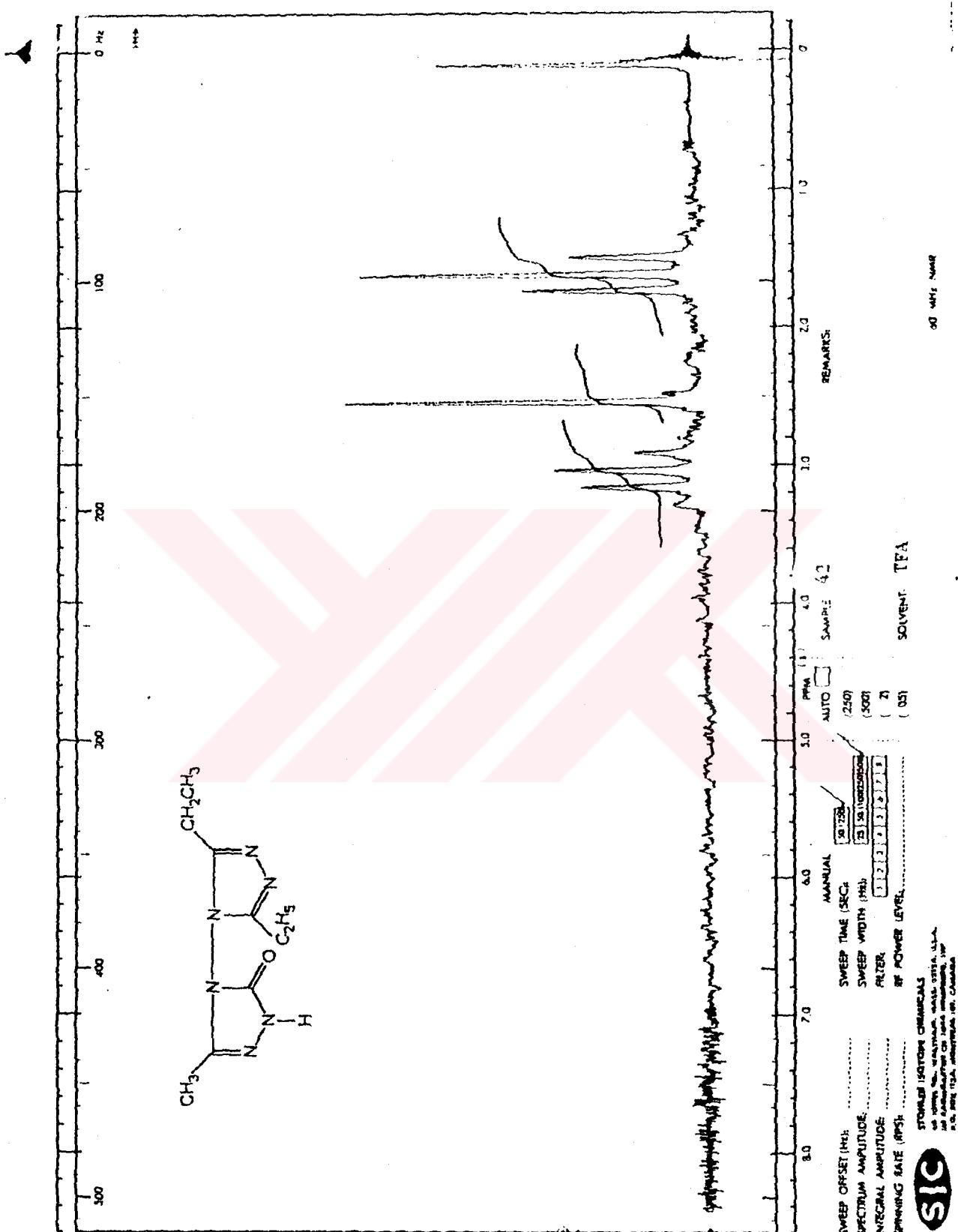


Sekil 41 : 40 bileşiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu

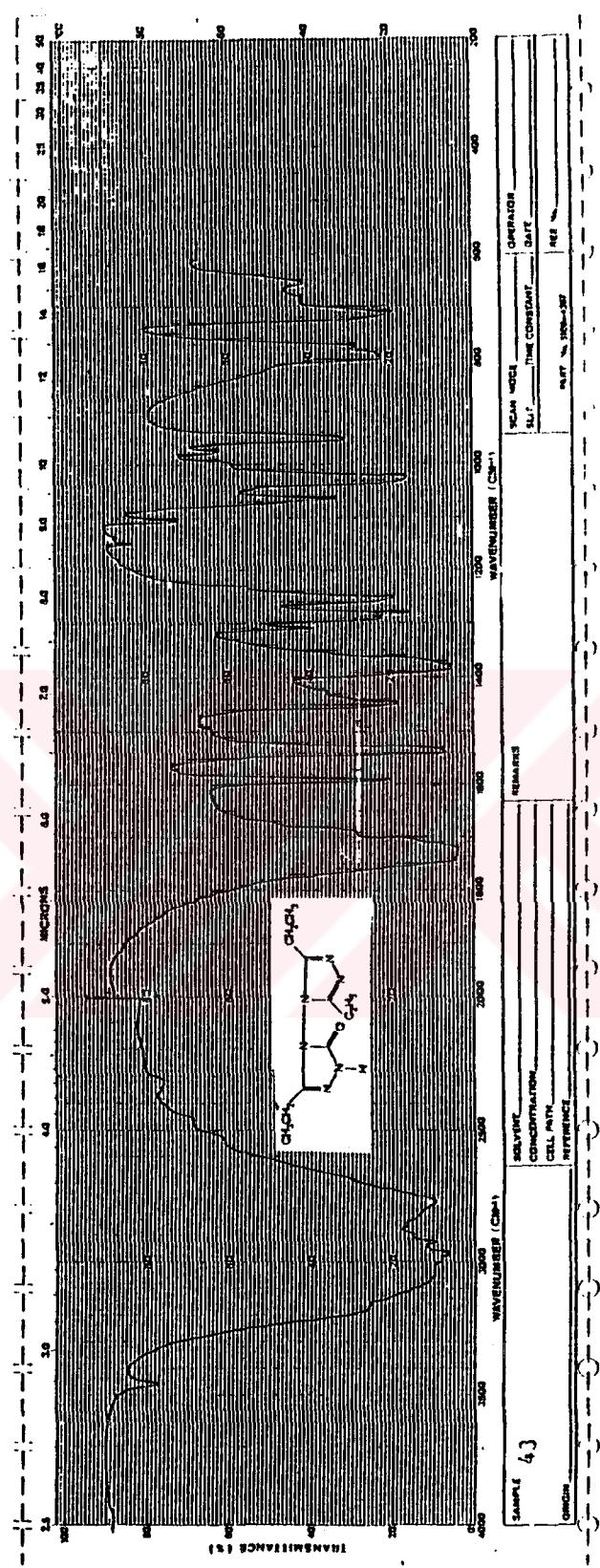


Şekil 42 : 42 bilesiğinin IR spektrumu

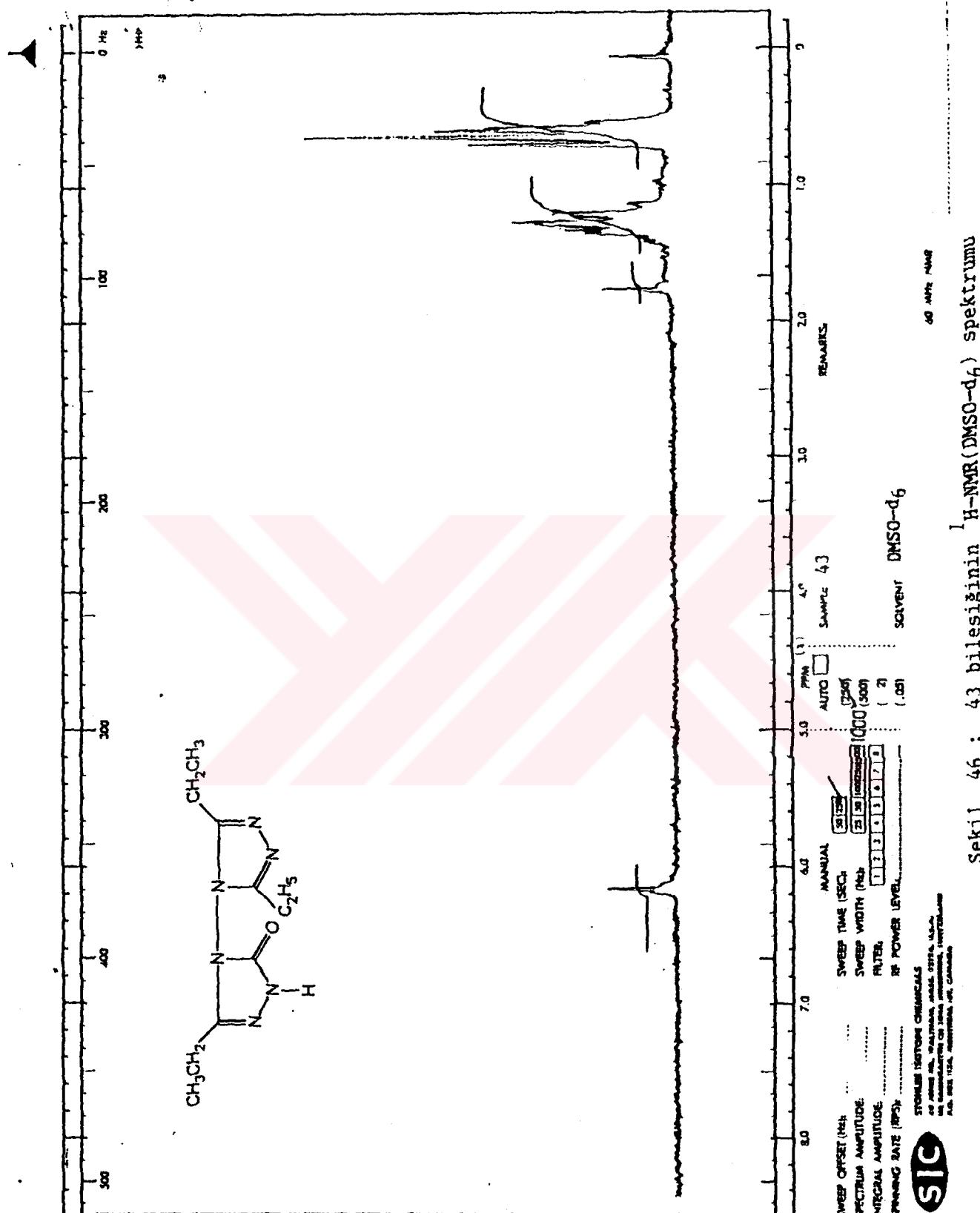




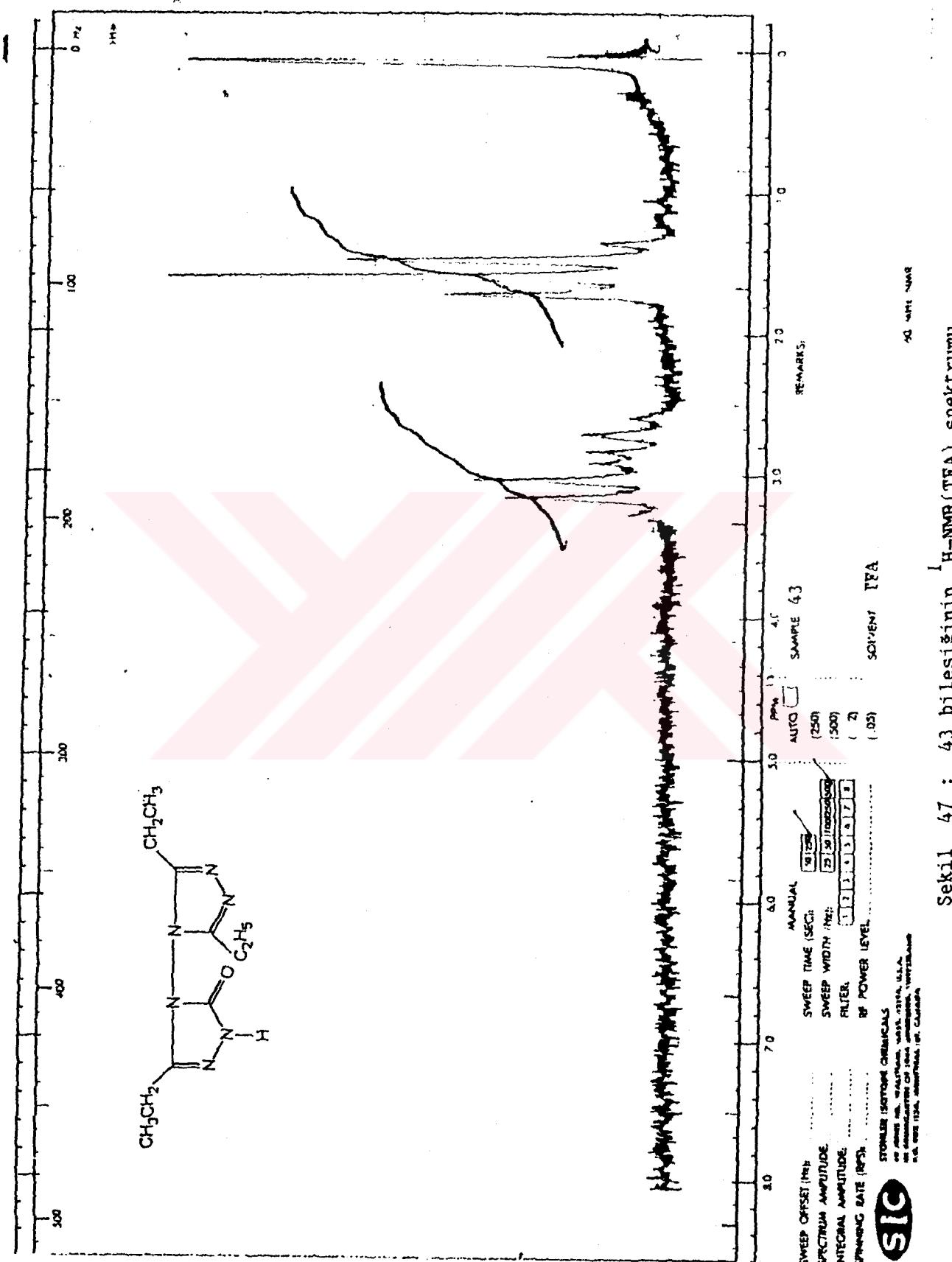
Sekil 44 : 42 bilesiğinin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu

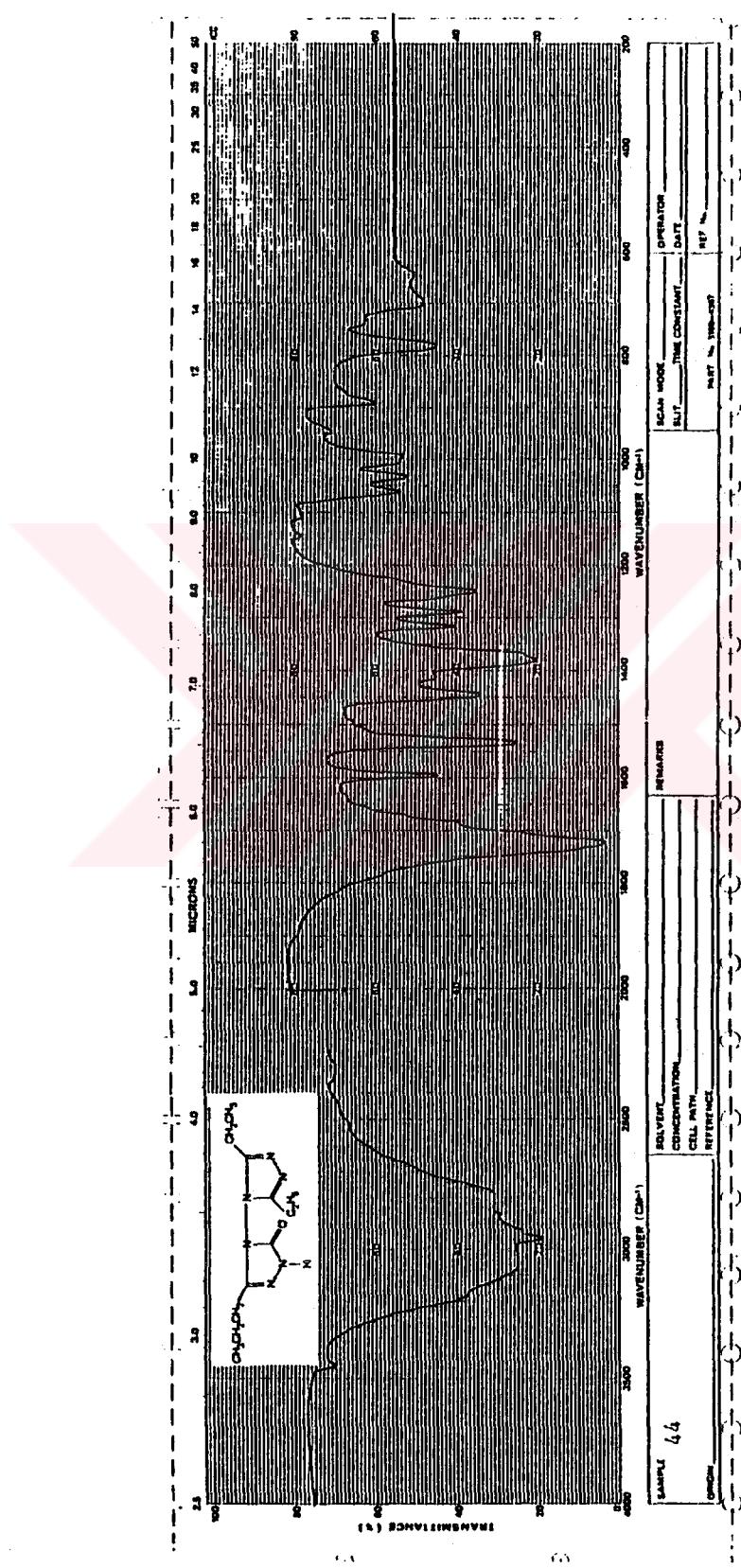


Şekil 45 : 43 bileşигinin IR spektrumu

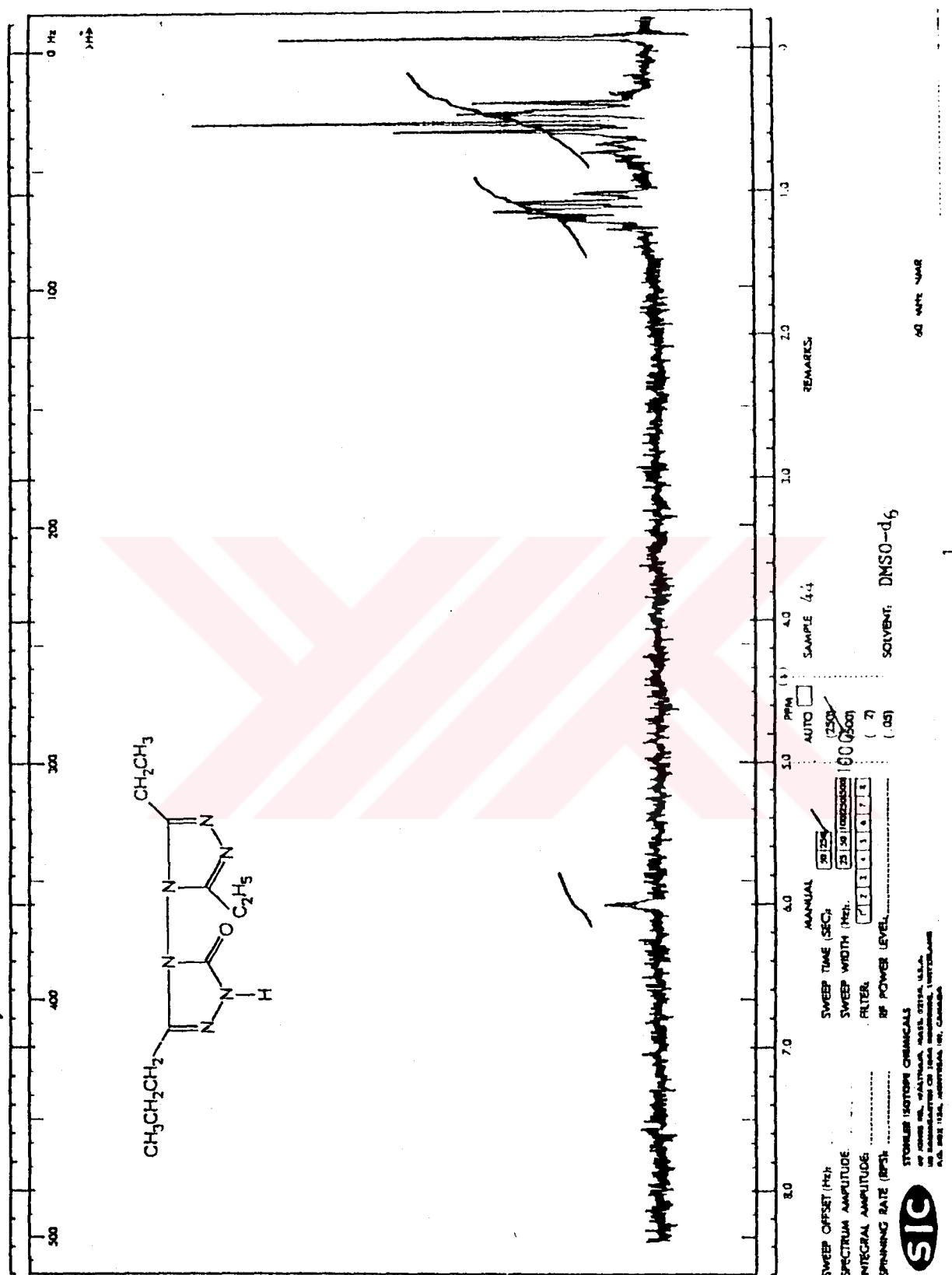


Sekil 46 : 43 bilesiginin ^1H -NMR(DMSO-d₆) spektrumu

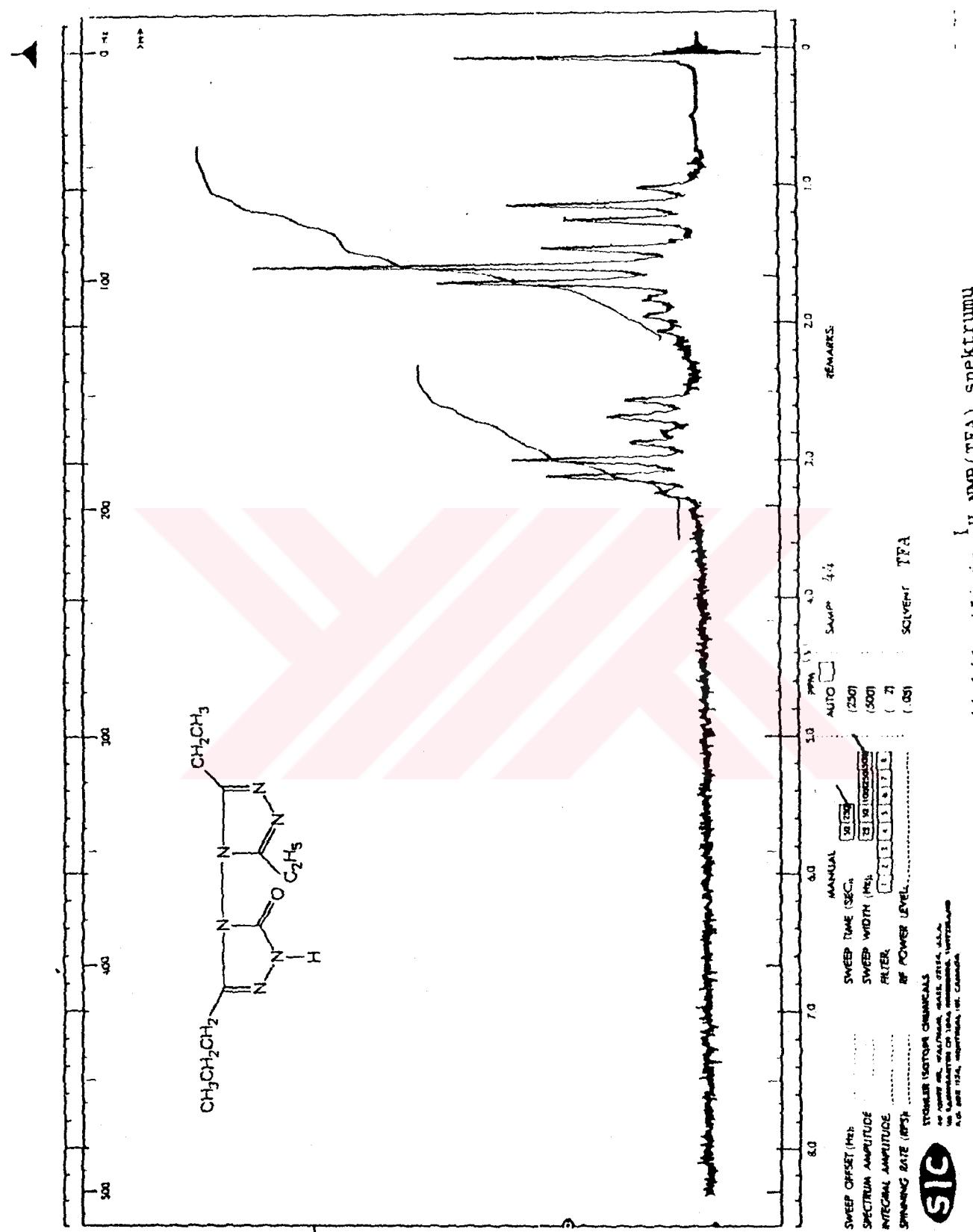




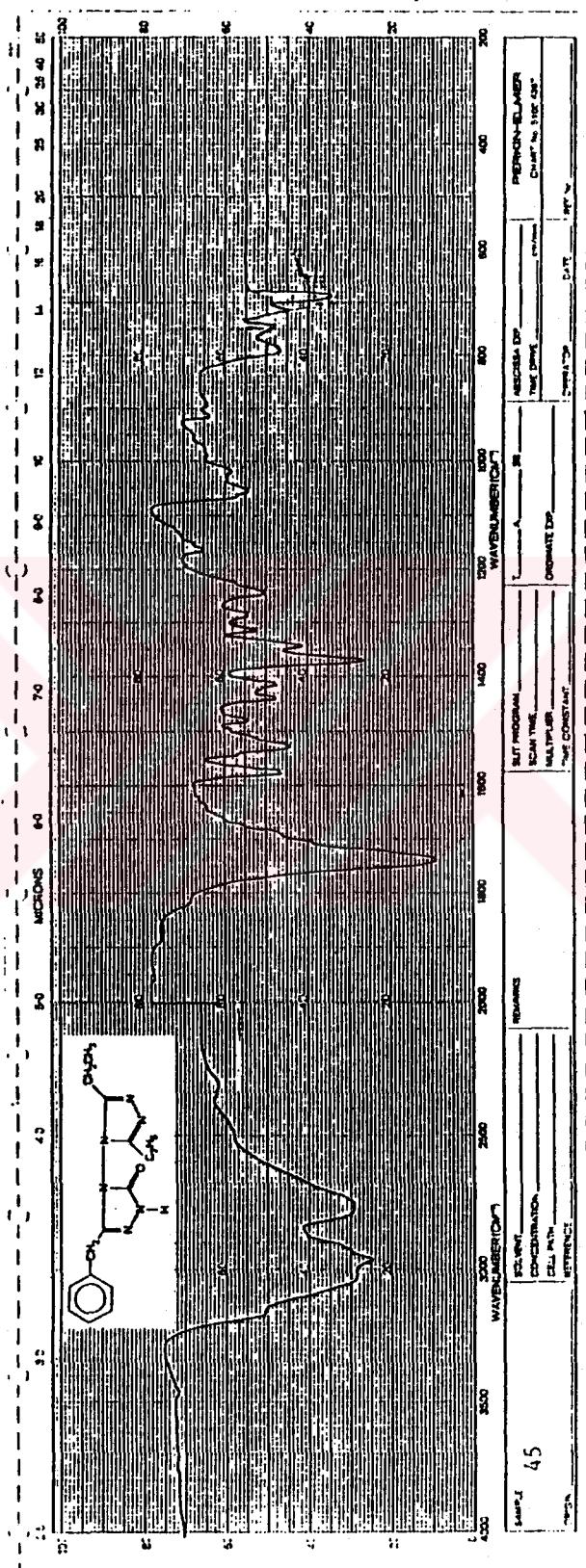
Şekil 48 : 44 bileşliğinin IR spektrumu



Şekil 49 : 44 bileşisinin ^1H -NMR (DMSO-d₆) spektrumu

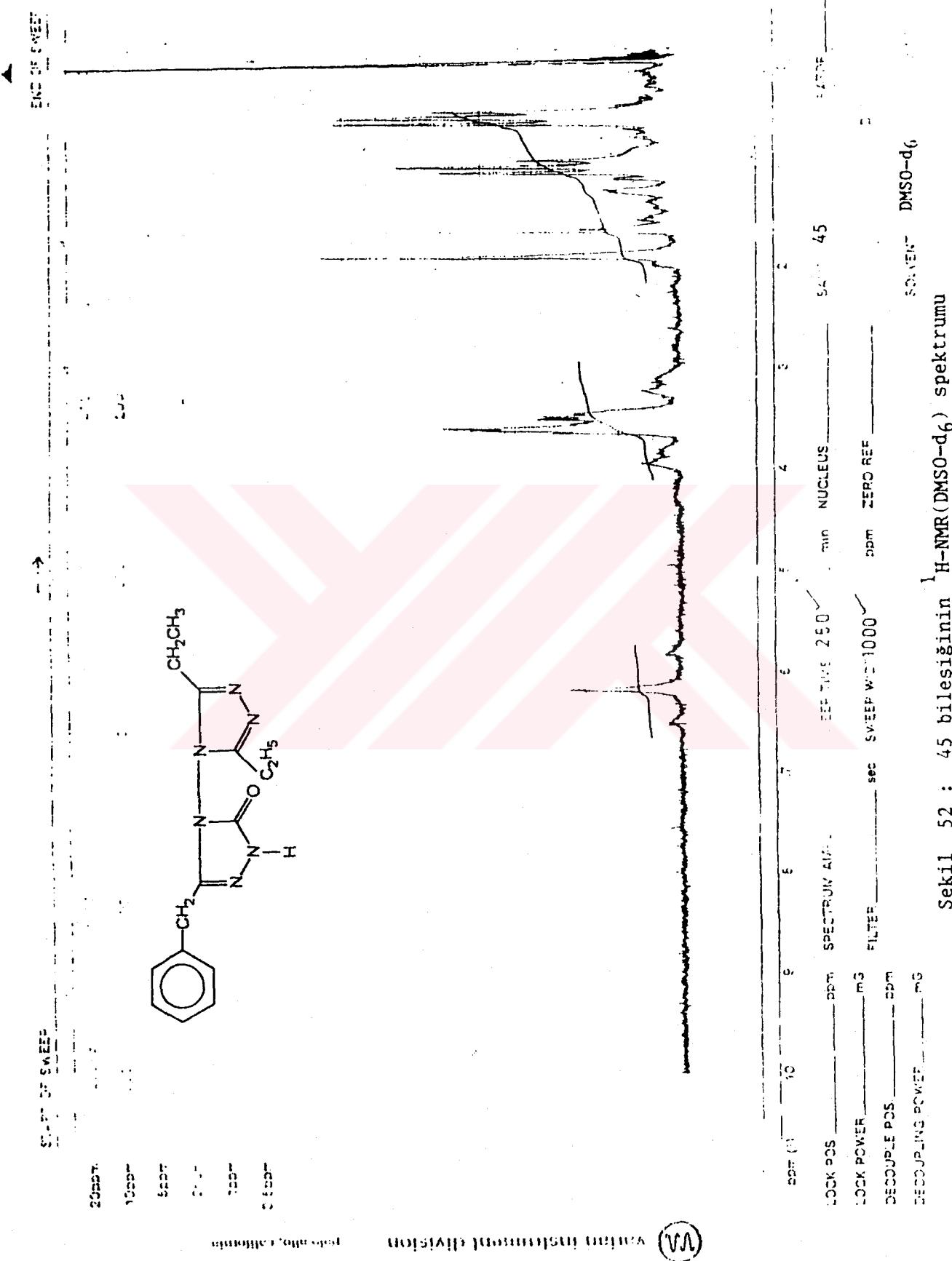


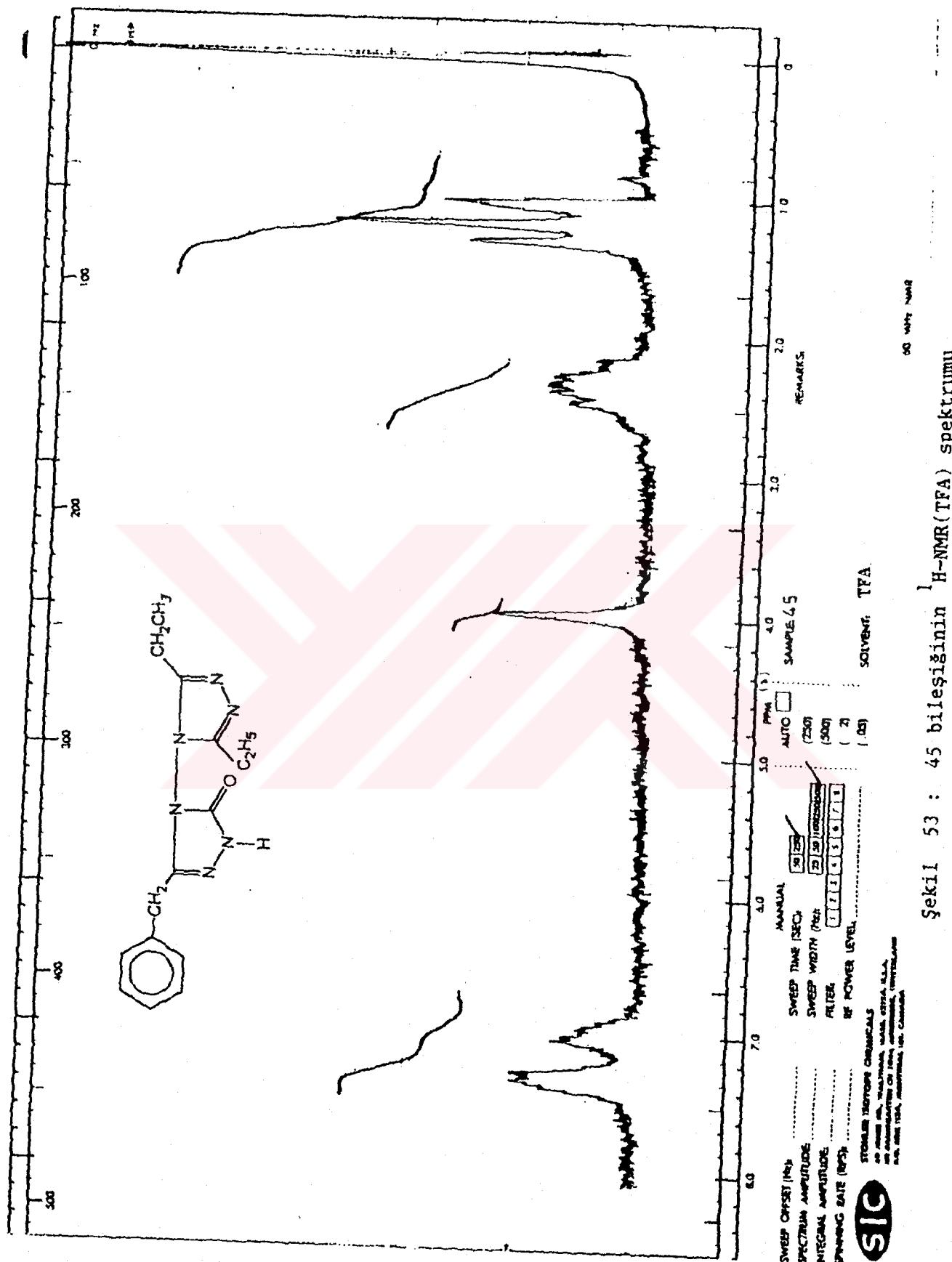
Sekil 50 : 44 bilesisi $\ddot{\text{s}}\text{i}$ nin $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu

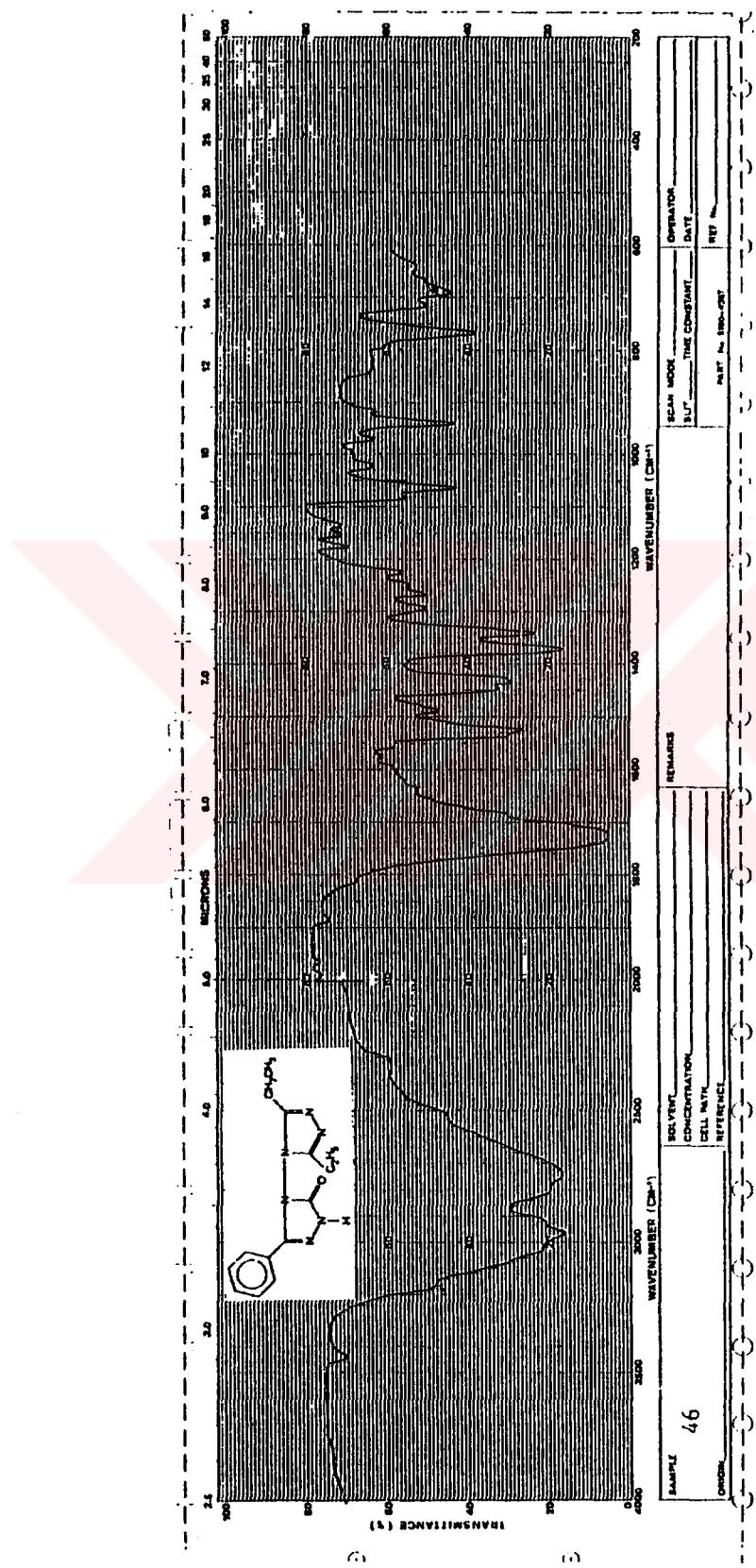


Sekil 51 : 45 bileşiginin IR spektrumu

I M-360 60 MHz NMR SPECTROMETER

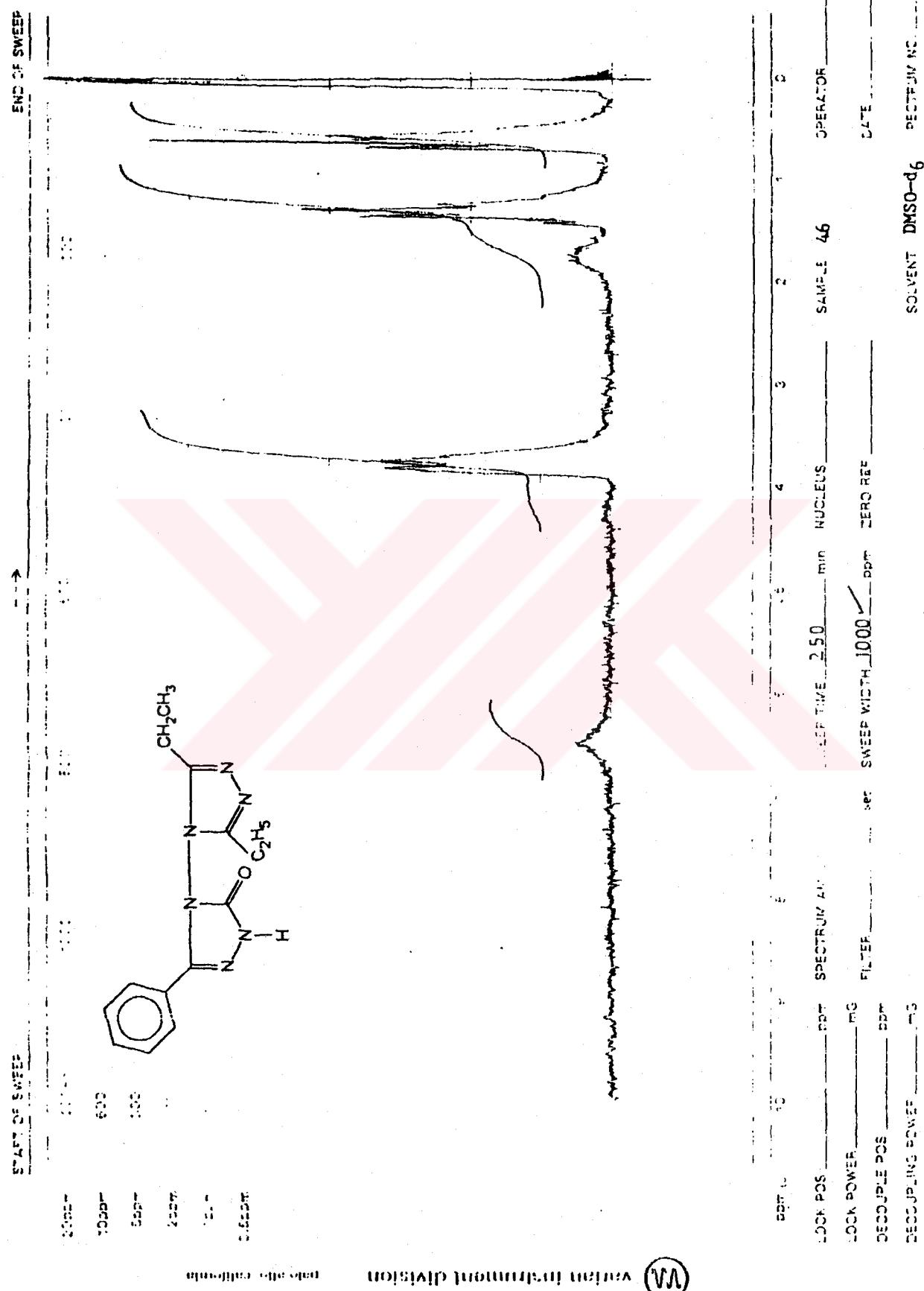
Şekil 52 : 45 bileşiginin $^1\text{H-NMR}$ ($\text{DMSO}-\text{d}_6$) spektrumu

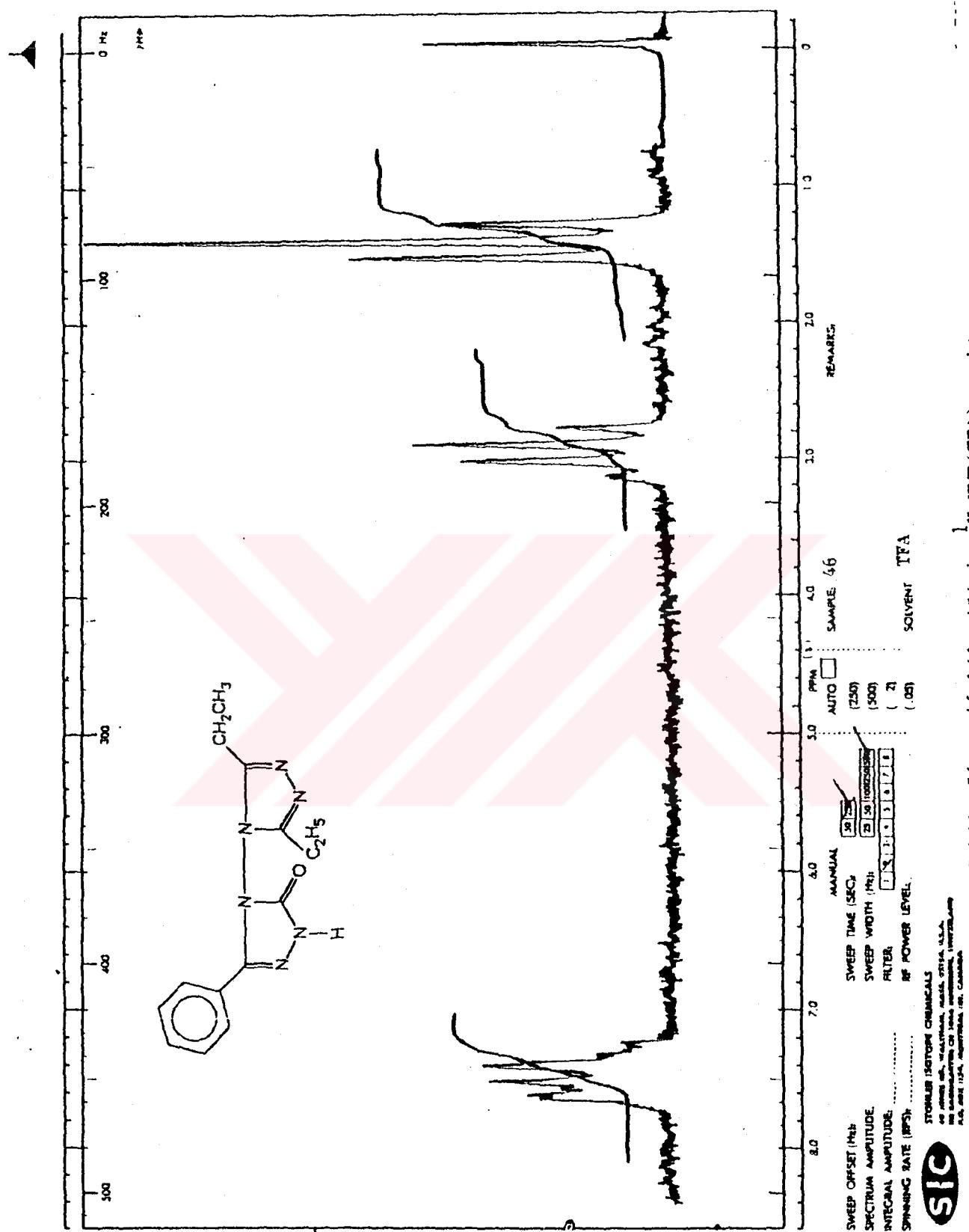




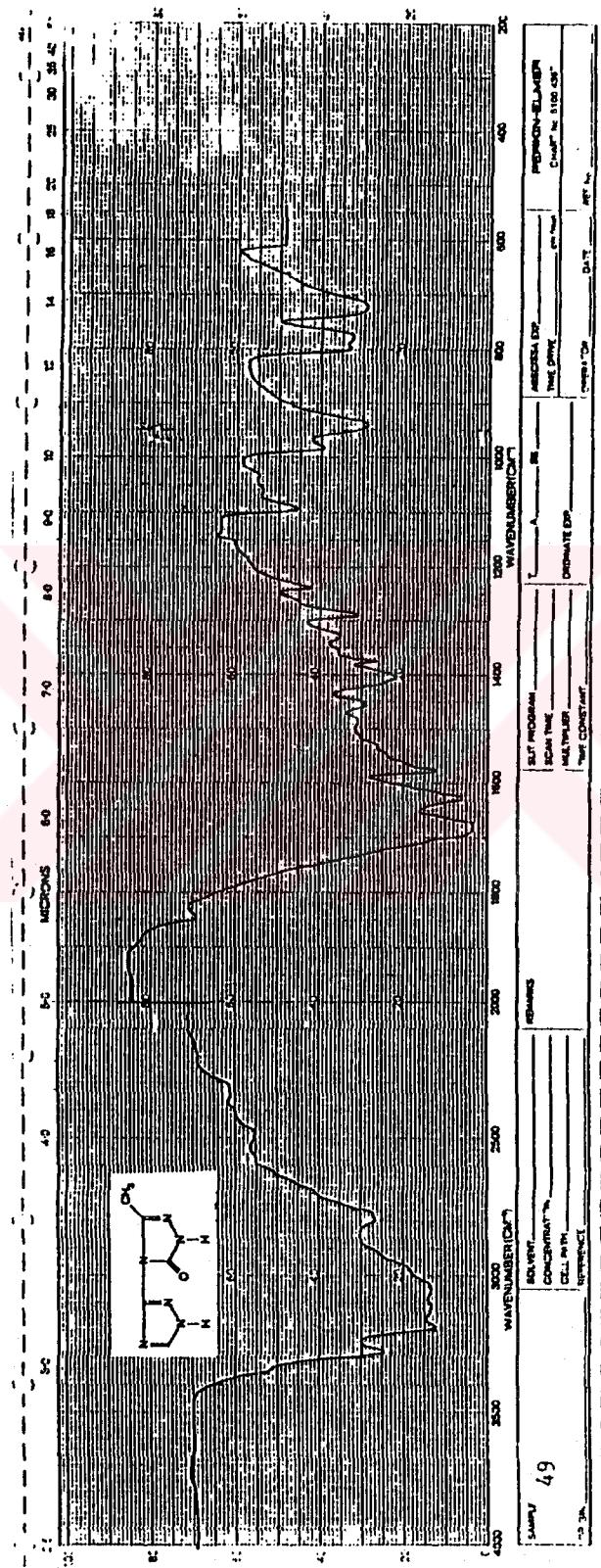
Şekil 54 : 46 bilesiğinin IR spektrumu

EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER

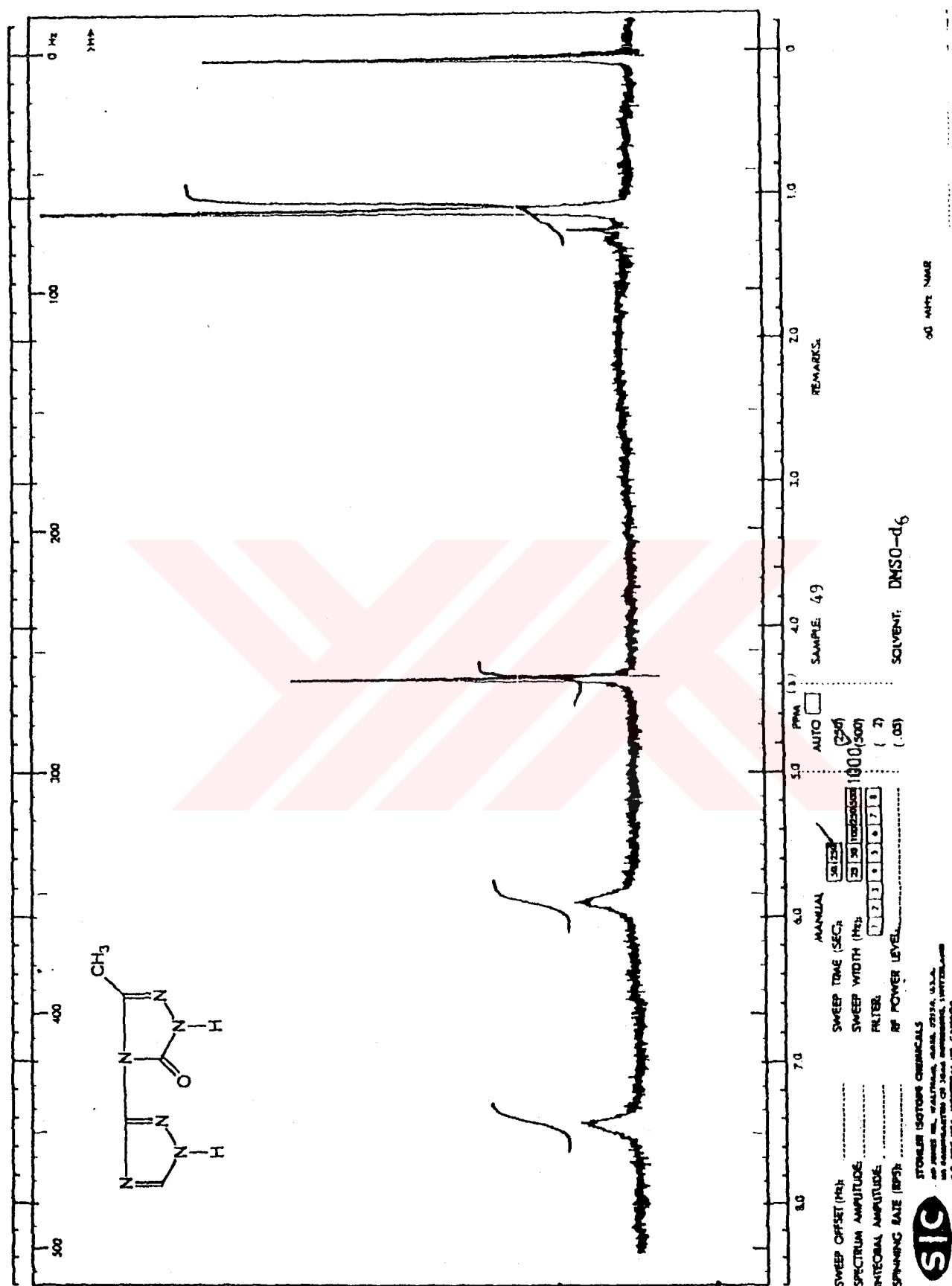




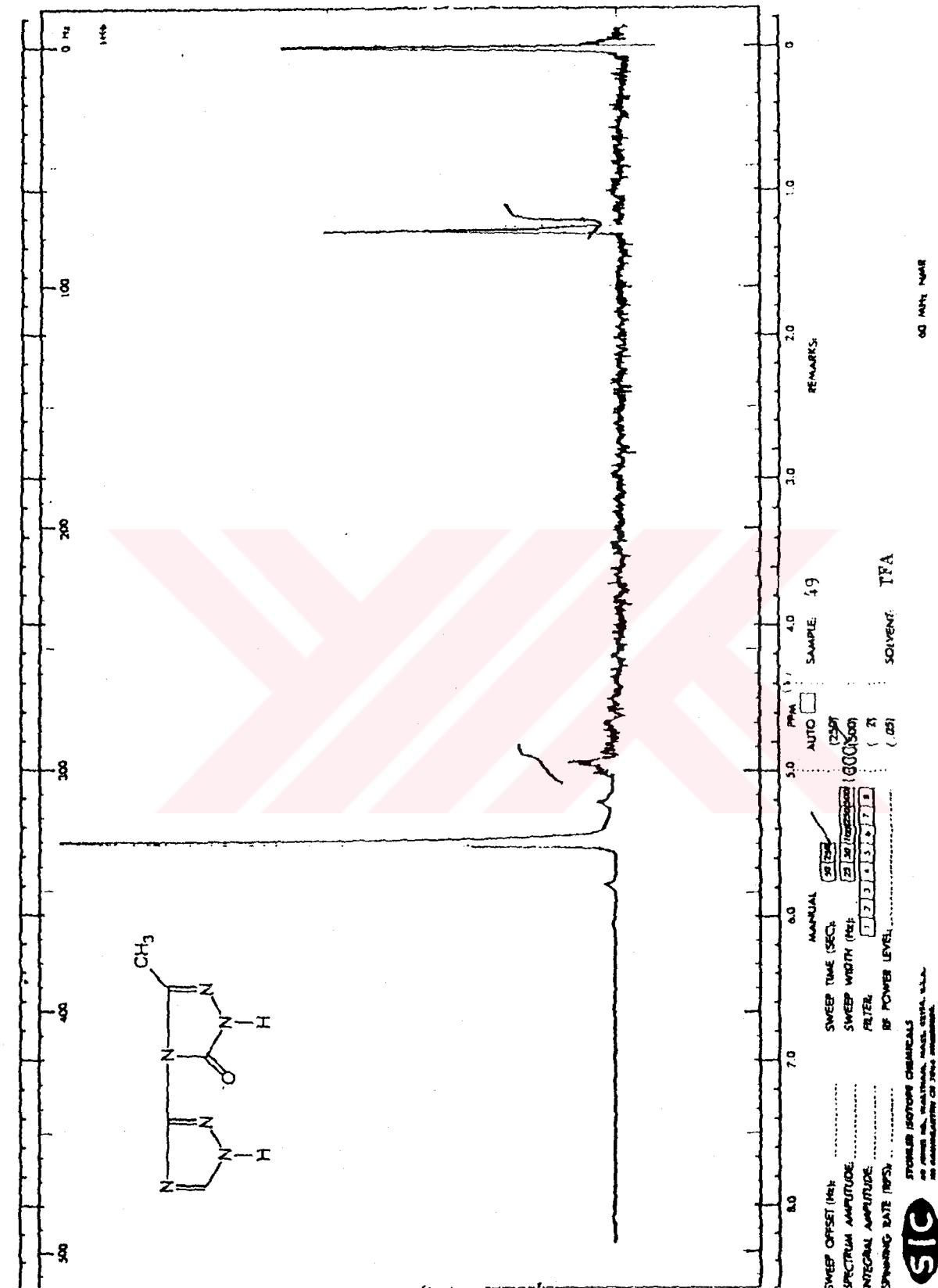
Şekil 56 : 46 bilesiğinin ^1H -NMR(TFA) spektrumu



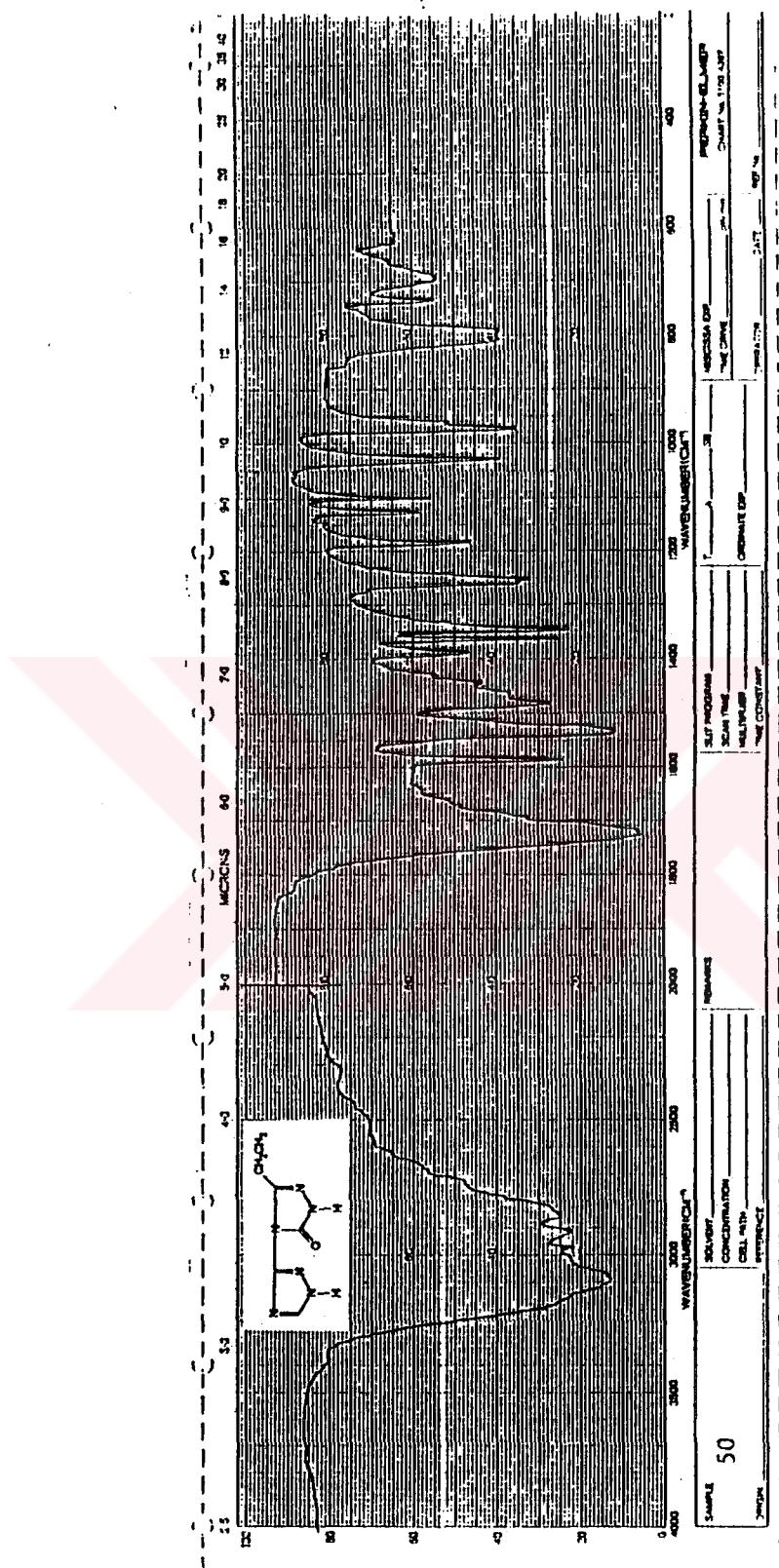
Sekil 57 : 49 bilesiginin IR spektrumu



Sekil 58 : 49 bilesiğinin ¹H-NMR(DMSO-d₆) spektrumu

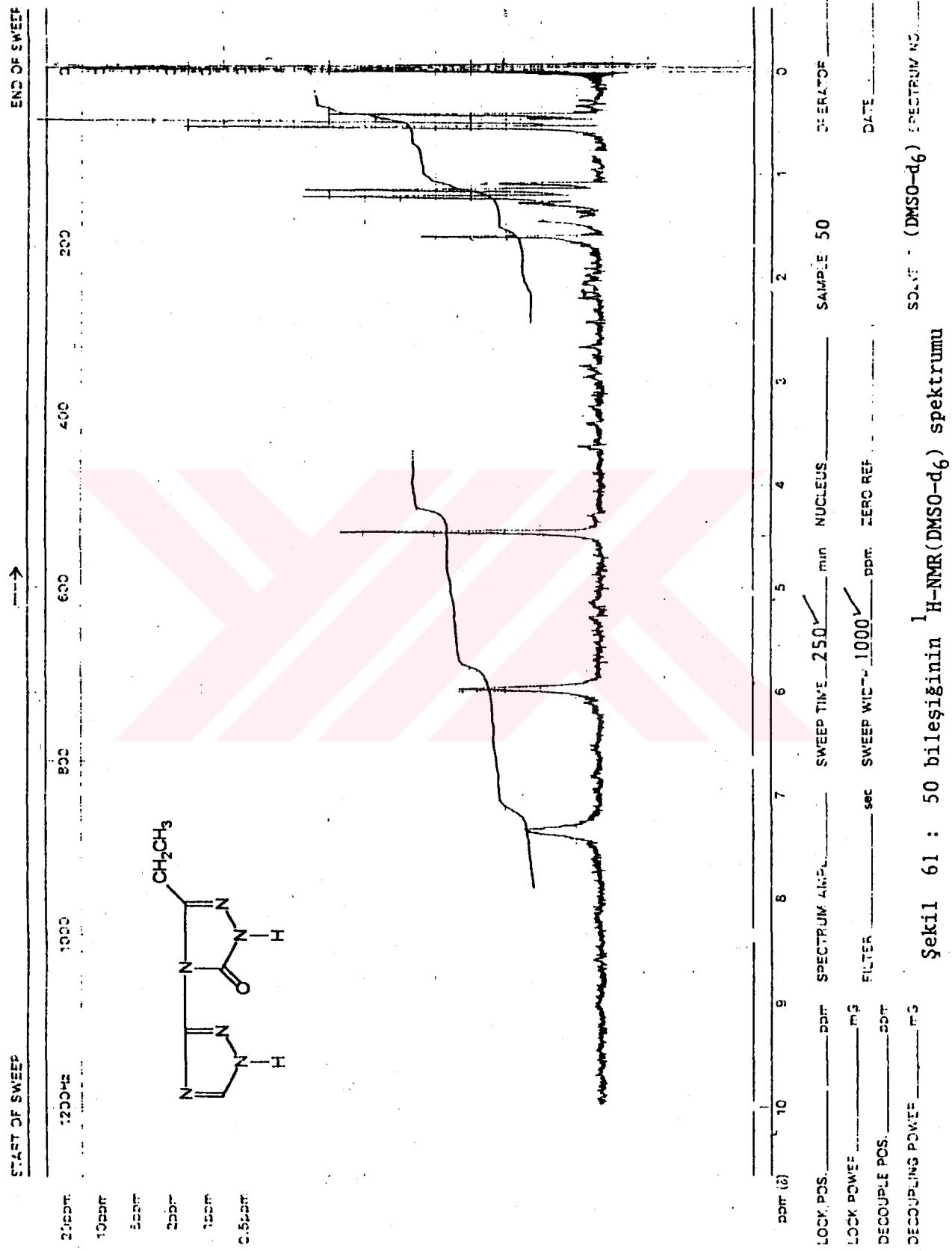


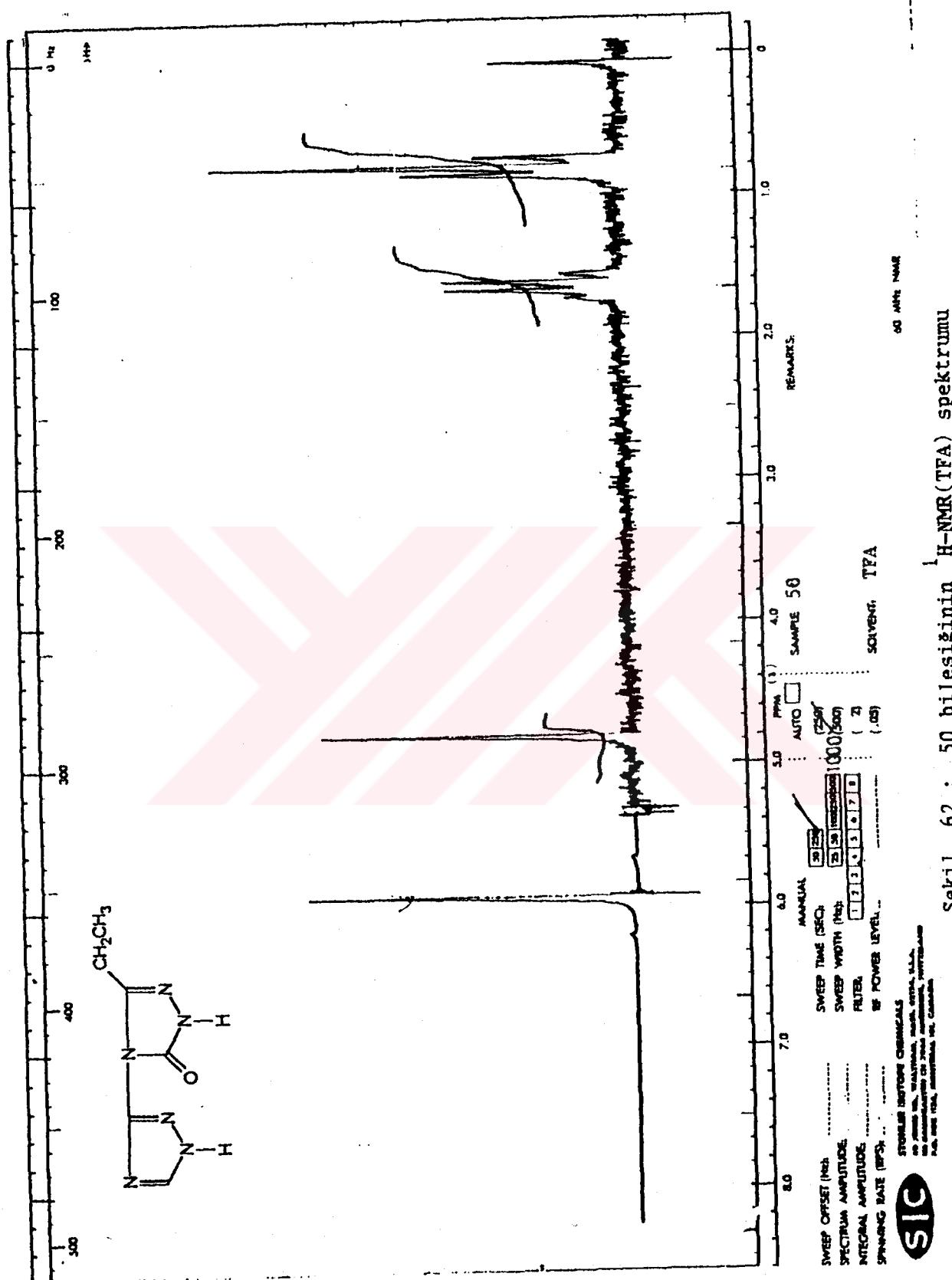
Şekil 59 : 49 bileşiginin ¹H-NMR(TFA) spektrumu

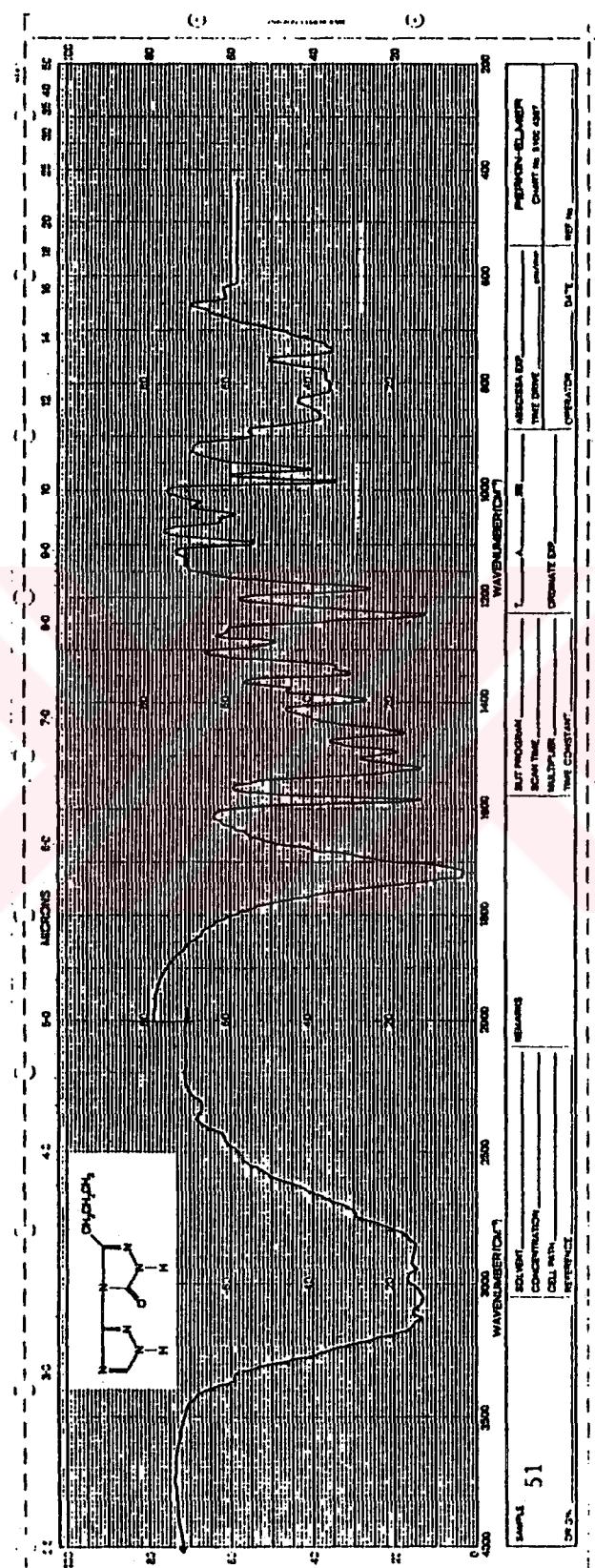


Sekil 60 : 50 bilesiginin IR spektrumu

EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER







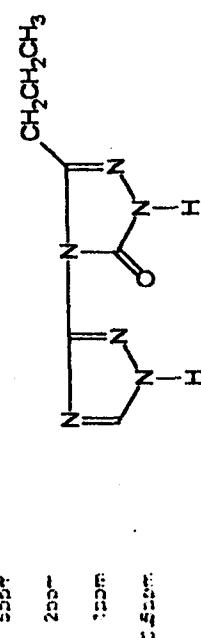
Şekil 63 : 51 bileşигinin IR spektrumu

CM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER

END OF SWEEP

2005.0 2002.0 0001.0 0008.0 0005.0 0002.0 0001.0

0000.0



START OF SWEEP

Varian Instrumentation division • Palo Alto, California

10 9 8 7 6 5 4 3 2 1 0

SWEEP TIME 250 min NUCLEUS _____ SAMPLE 51 OPERATOR _____

LOCK POS 250m sec FILTER _____ sec SWEEP WIDTH 1000 ppm ZERO REF _____

LOCK POWER _____ mG

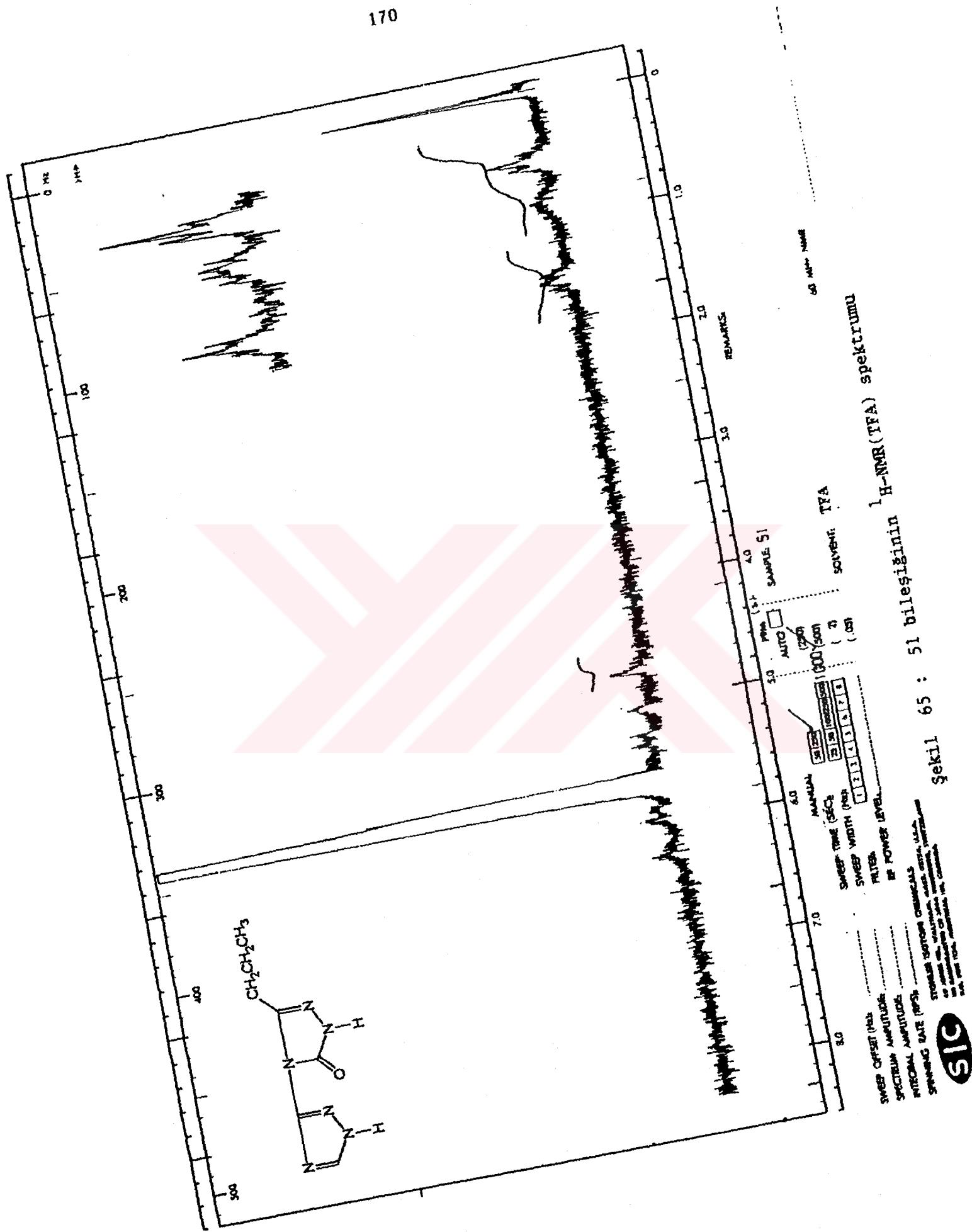
DECUPLE POS 250 sec

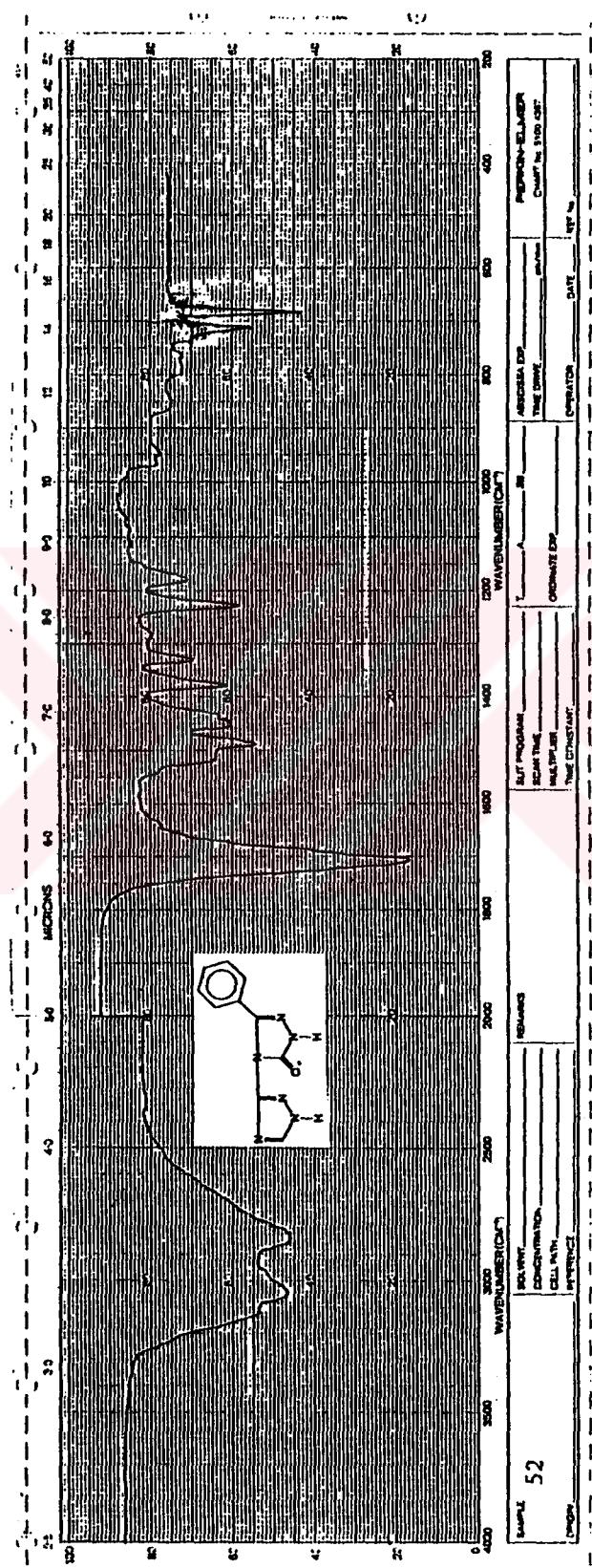
DECUPPLING POWER _____ mG

SOLVENT: DMSO-d₆

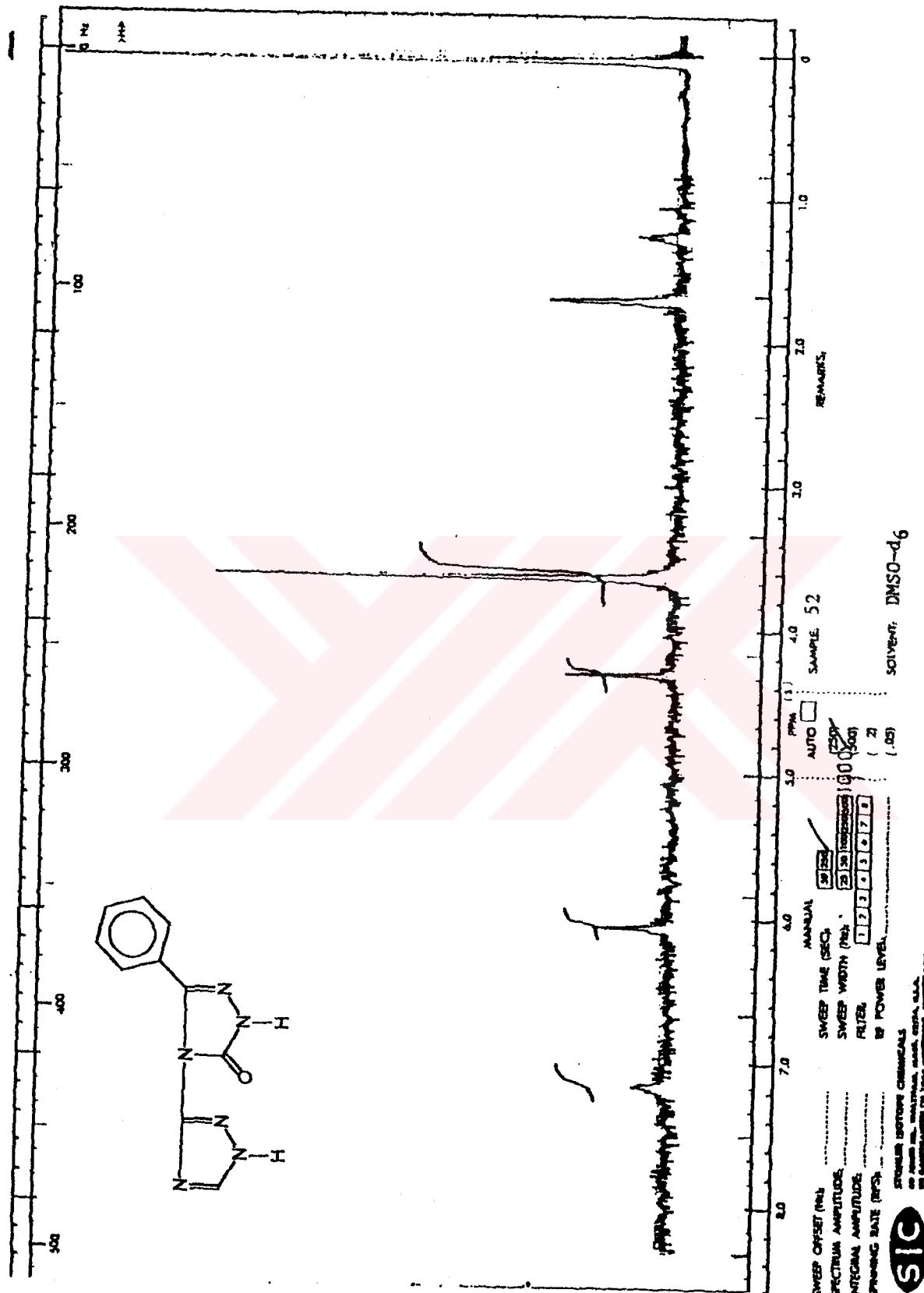
Sekil 64 : 51 bilesiginin ¹H-NMR(DMSO-d₆) spektrumu

170

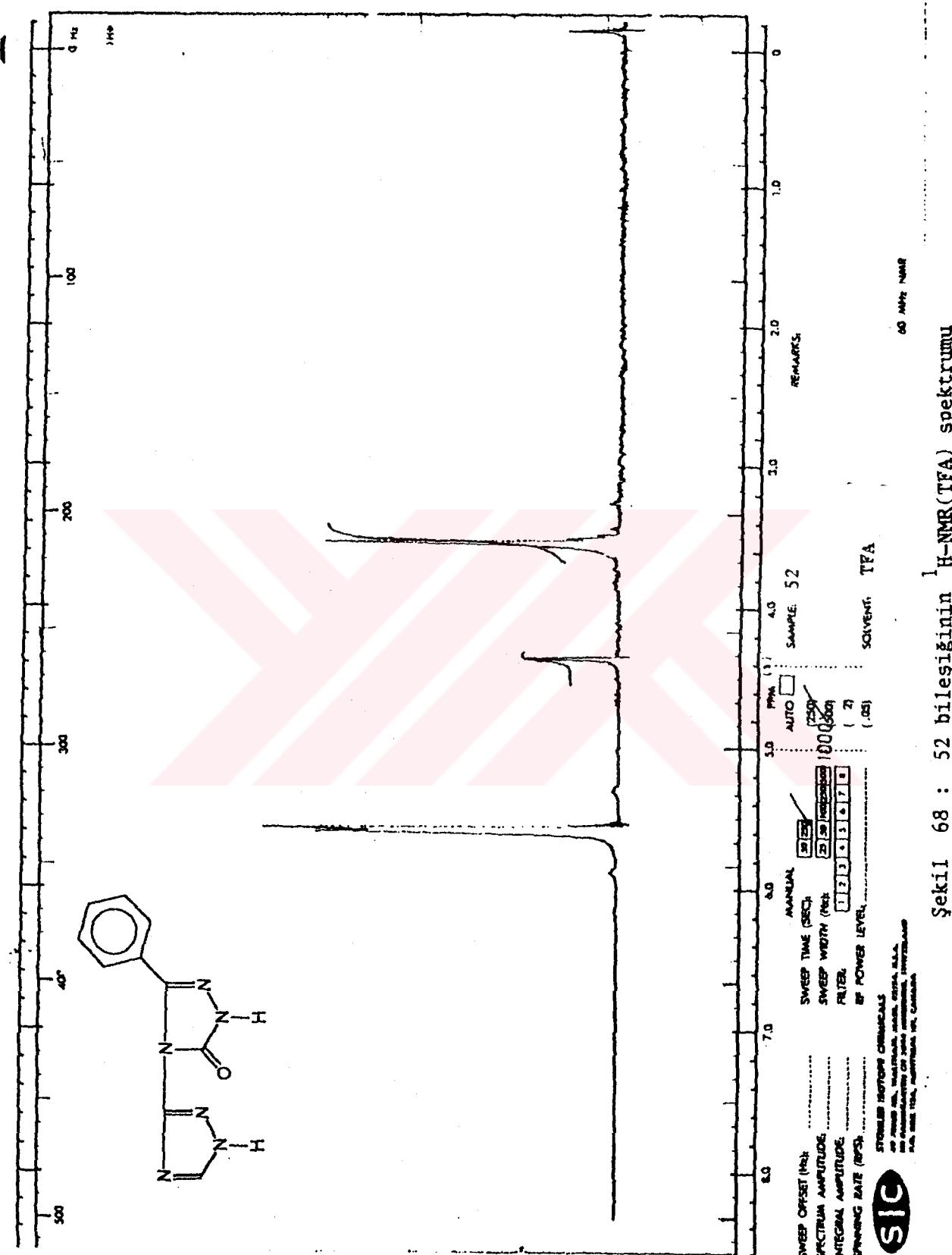




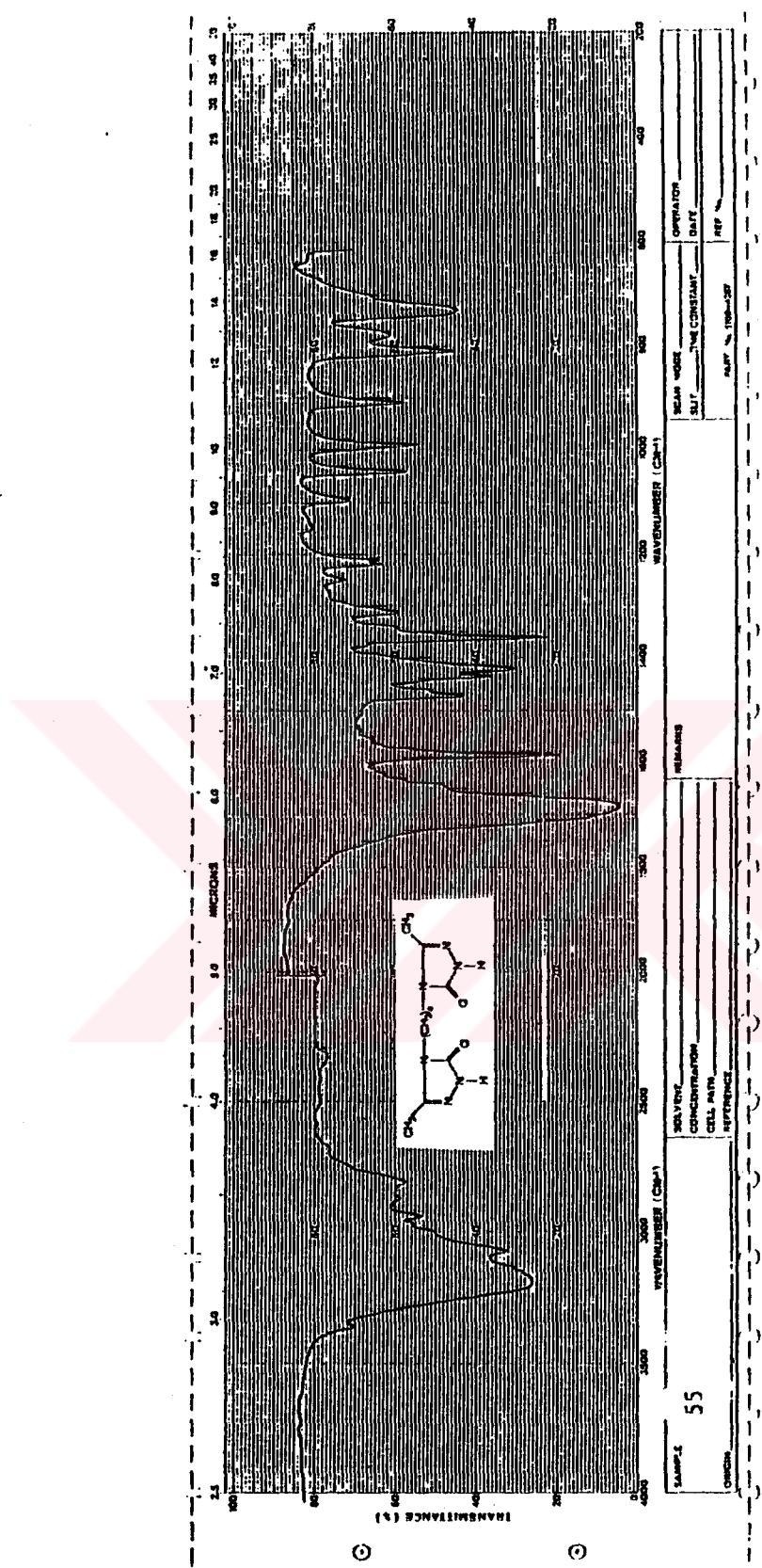
Sekil 66 : 52 bileşiginin IR spektrumu



Şekil 67 : 52 bilesiginin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO- d_6) spektrumu

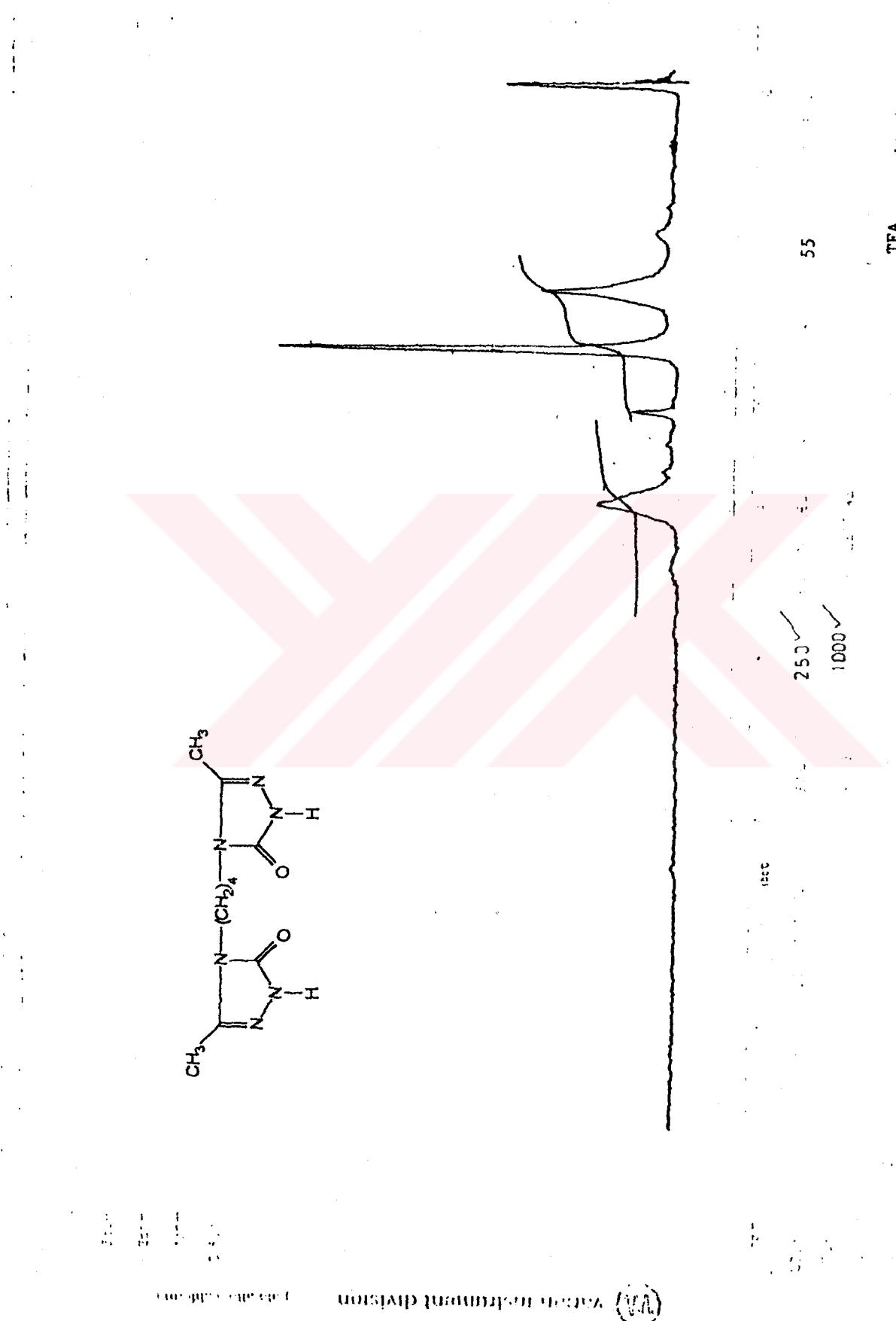


Şekil 68 : 52 bileşüğünün ^1H -NMR(TFA) spektrumu

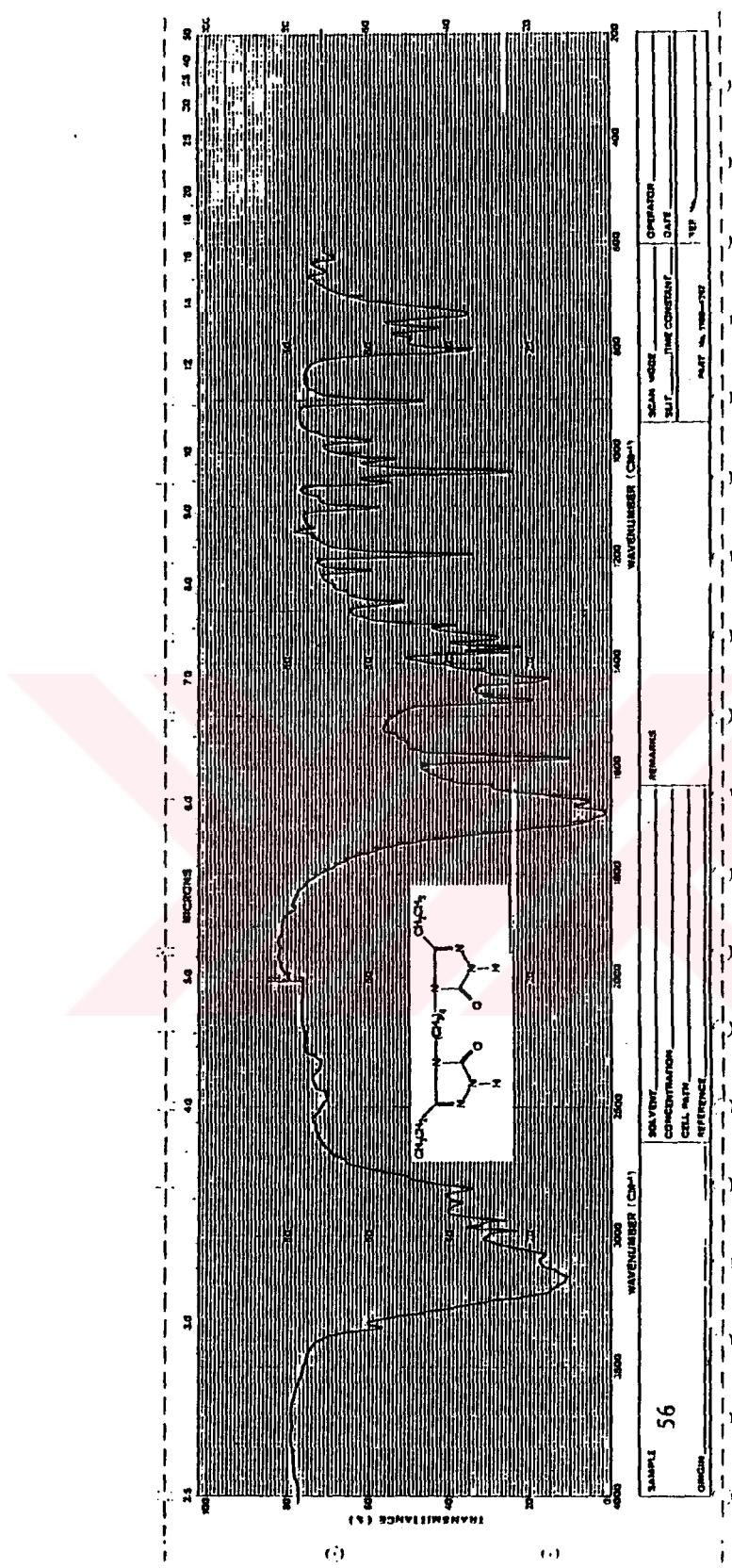


Şekil 69 : 55 bileşiginin IR spektrumu

TETRAHEDRON LETTERS NOVEMBER 20, 1966 (2)

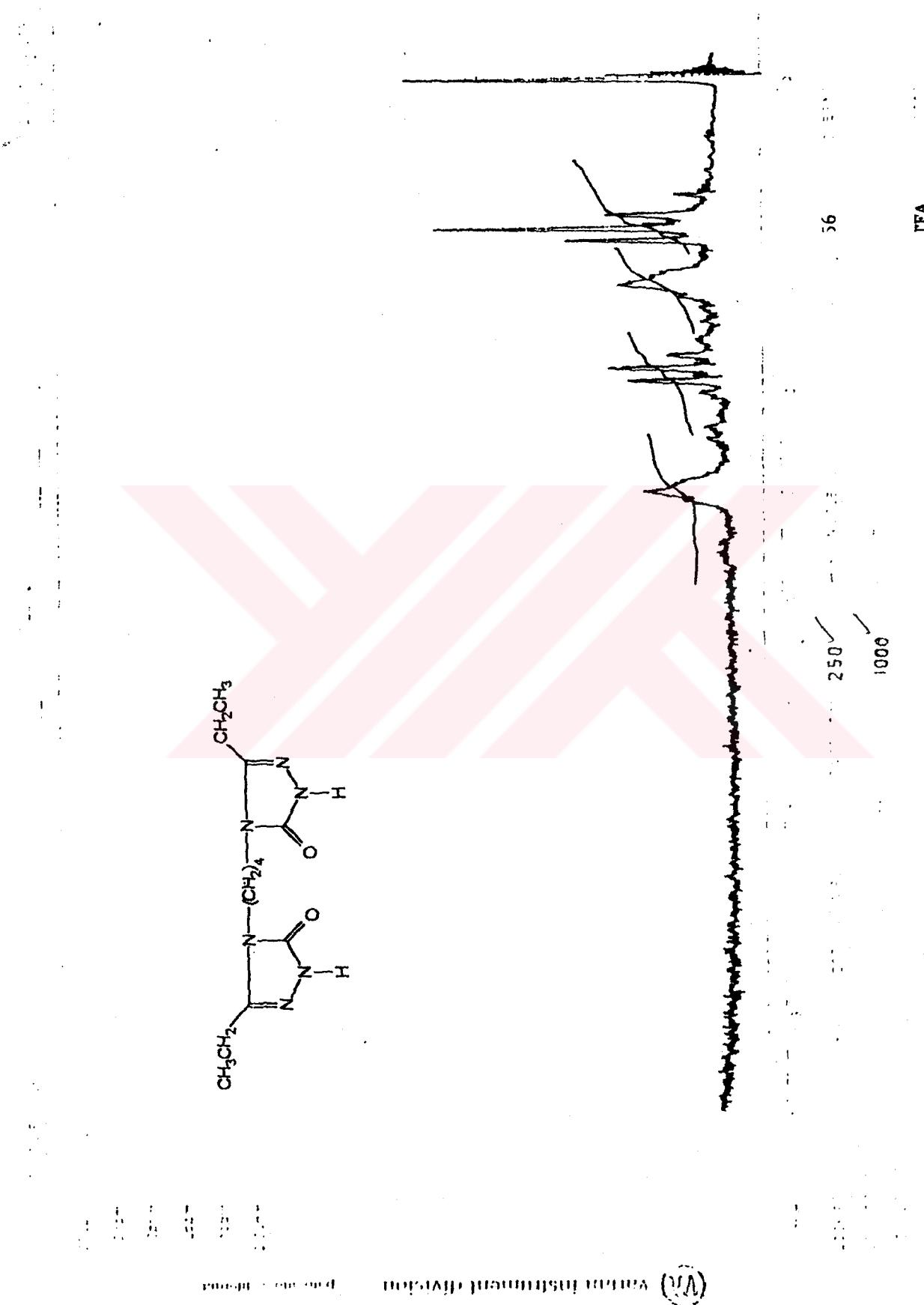


Sekil 70 : 55 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu

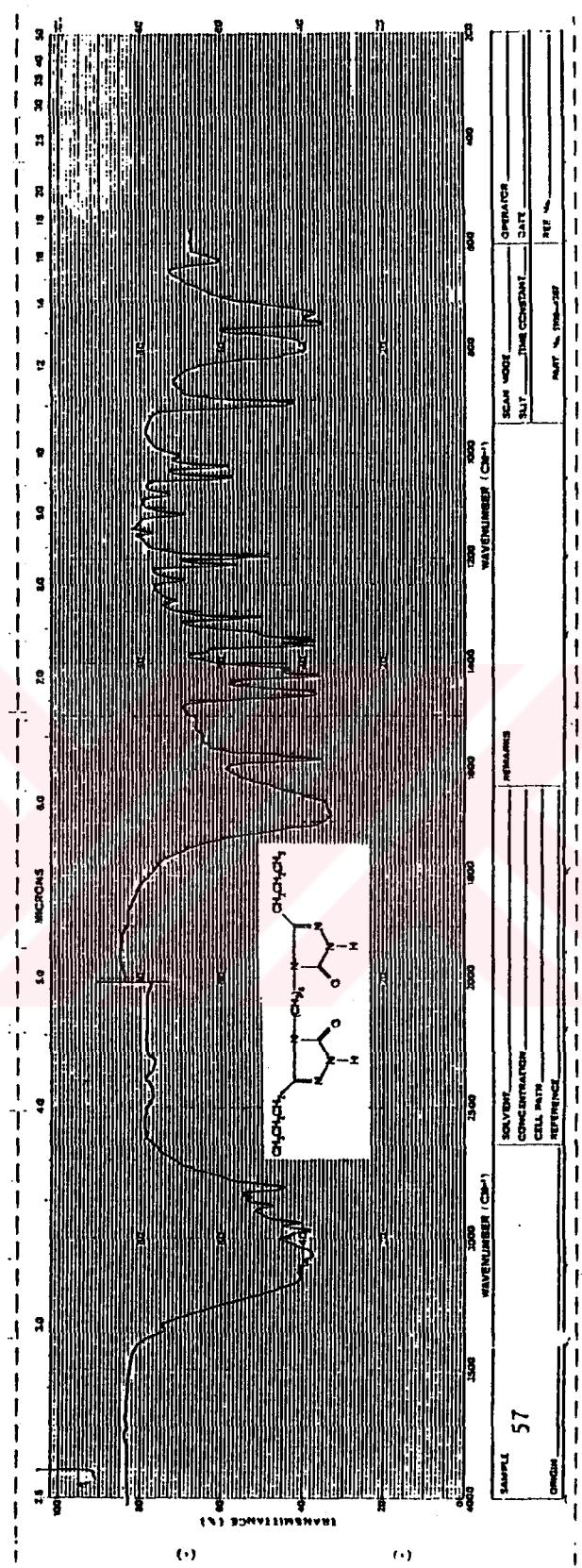


Şekil 71 : 56 bileşiginin IR spektrumu

BİLEŞİĞİNIN SPETRUMU (TFA)



Sekil 72 : 56 bileşığının $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu



Şekil 73 : 57 bileşiginin IR spektrumu

EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER

START OF SWEEP → END OF SWEEP

20 ppm

10 ppm

5 ppm

0 ppm

-5 ppm

-10 ppm

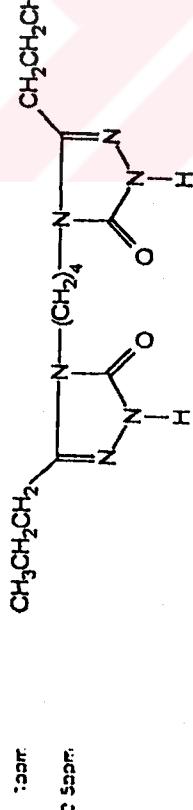
-20 ppm

-30 ppm

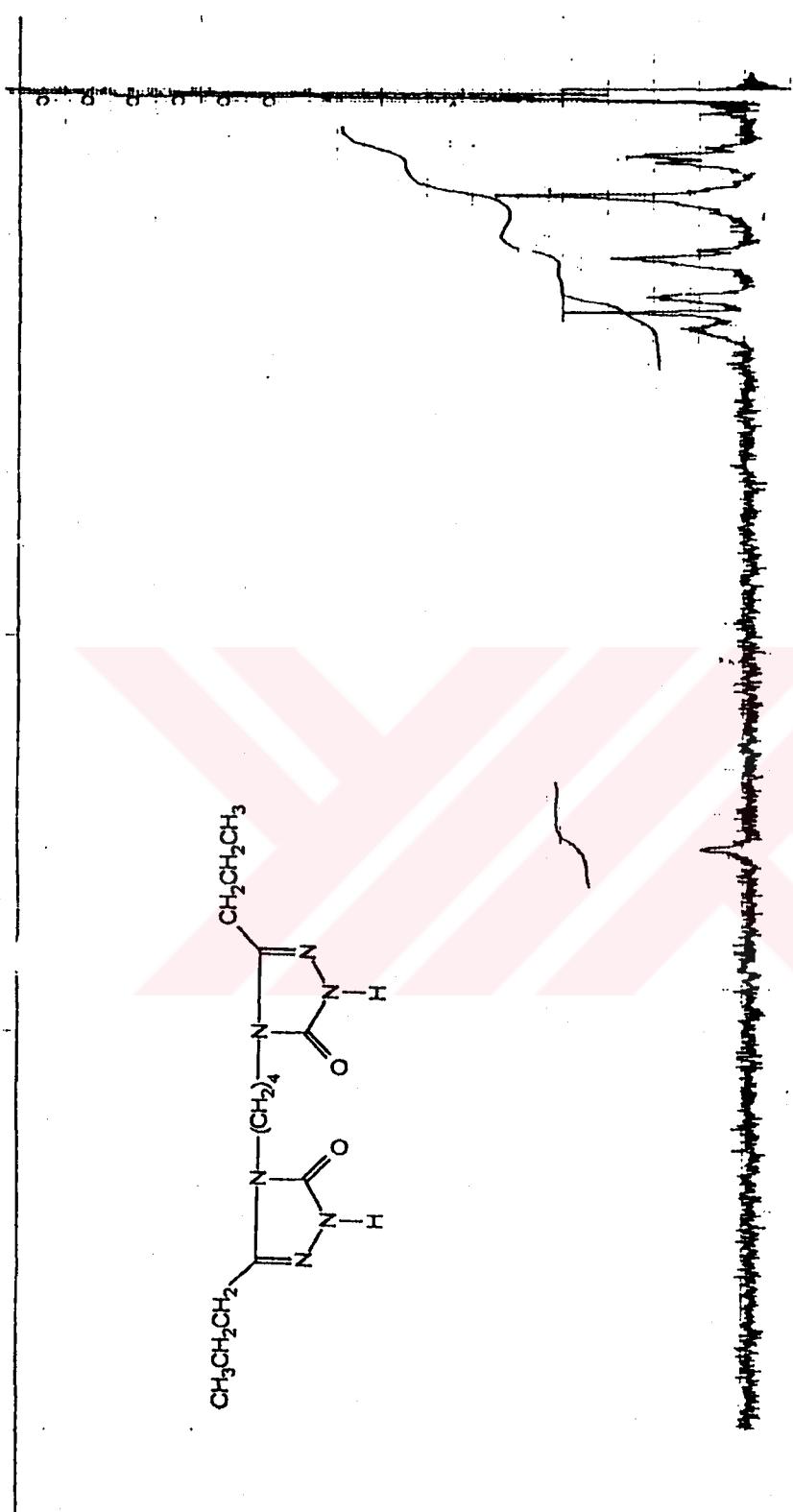
Varian Instrumetal Division Palo Alto, California

© 1968 Varian Associates

Varian Instrumetal Division



→



PPM (δ)	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1	0
LOCK POS.	_____ ppm	SPECTRUM AMPL.	_____	SWEET TIME	250 ✓	min	NUCLEUS	_____	OPERATOR	_____	_____
LOCK POWER	_____ mG	FILTER	_____ sec	SWEET WIDTH	1000 ✓	ppm	ZERO REF.	_____	DATE	_____	_____
DECUPPLE POS	_____ ppm	DECOUPLING POWER	_____ mG	SOLVE	DMSO-d ₆	ppm	SPECTRUM NO.	_____	_____	_____	_____

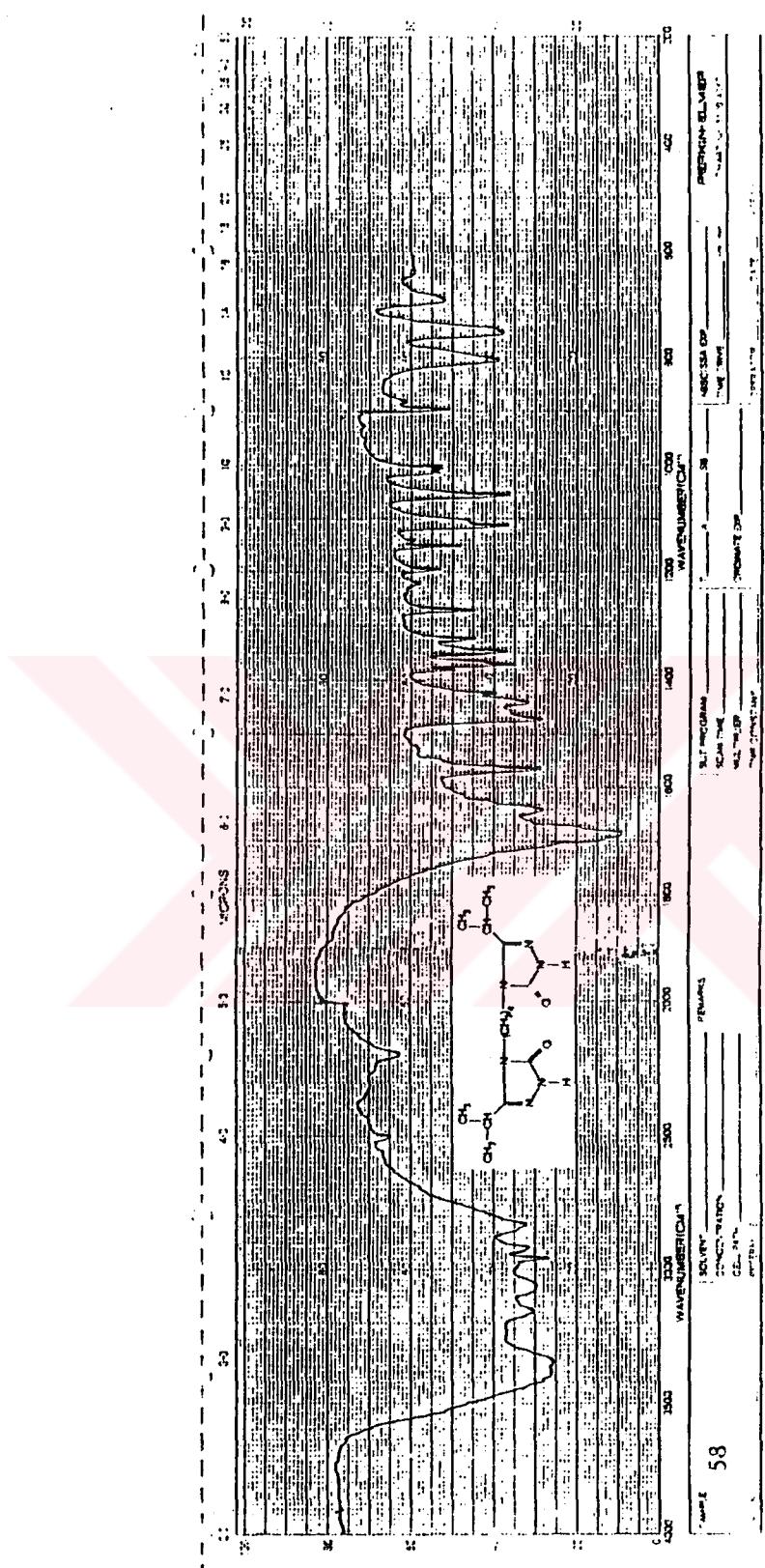
Şekil 74 : 57 bilesiginin ¹H-NMR(DMSO-d₆) spektrumu

DETERGENT DETERGENT DETERGENT DETERGENT



Sekil 75 : 57 bileşiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu

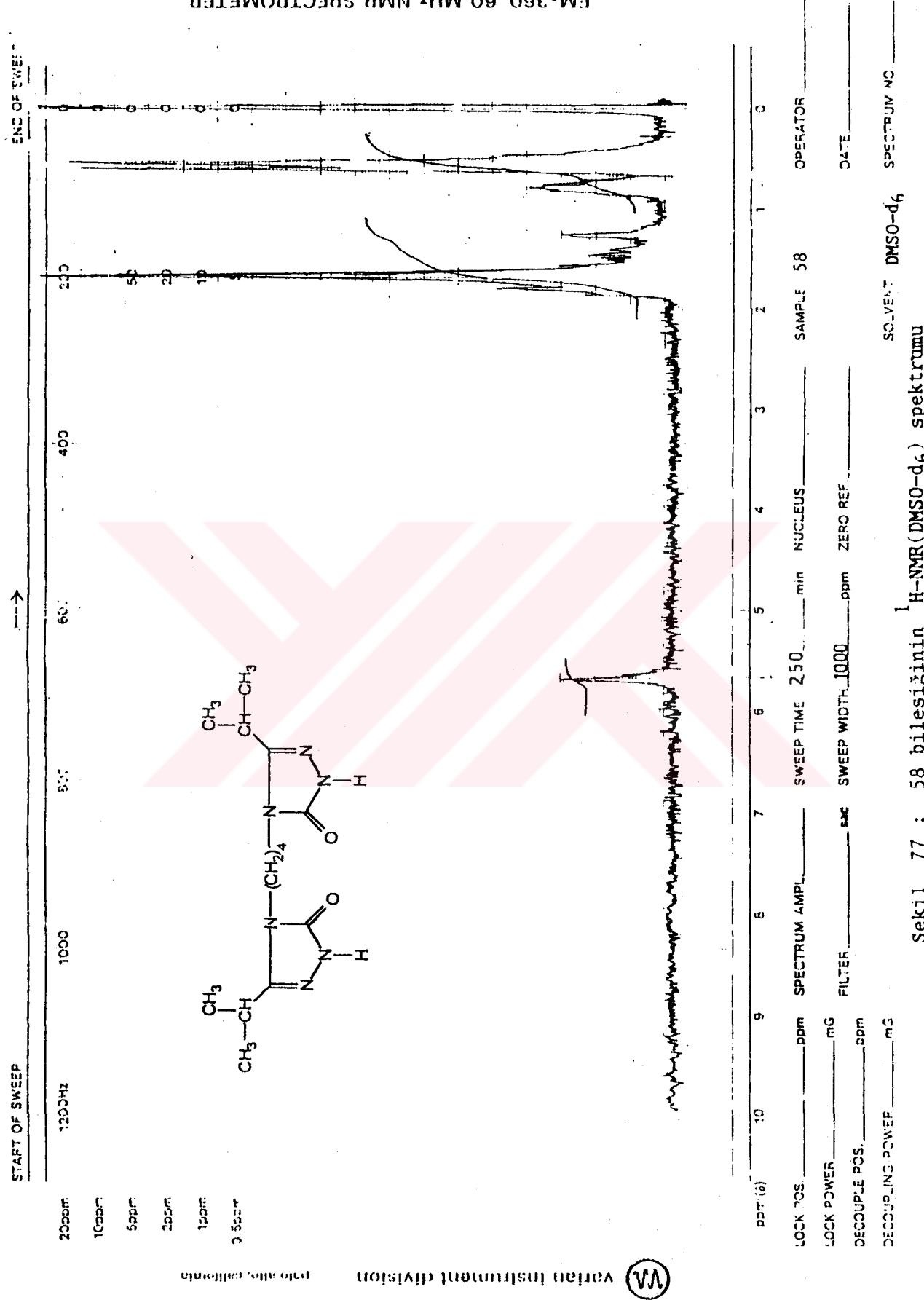
TFA



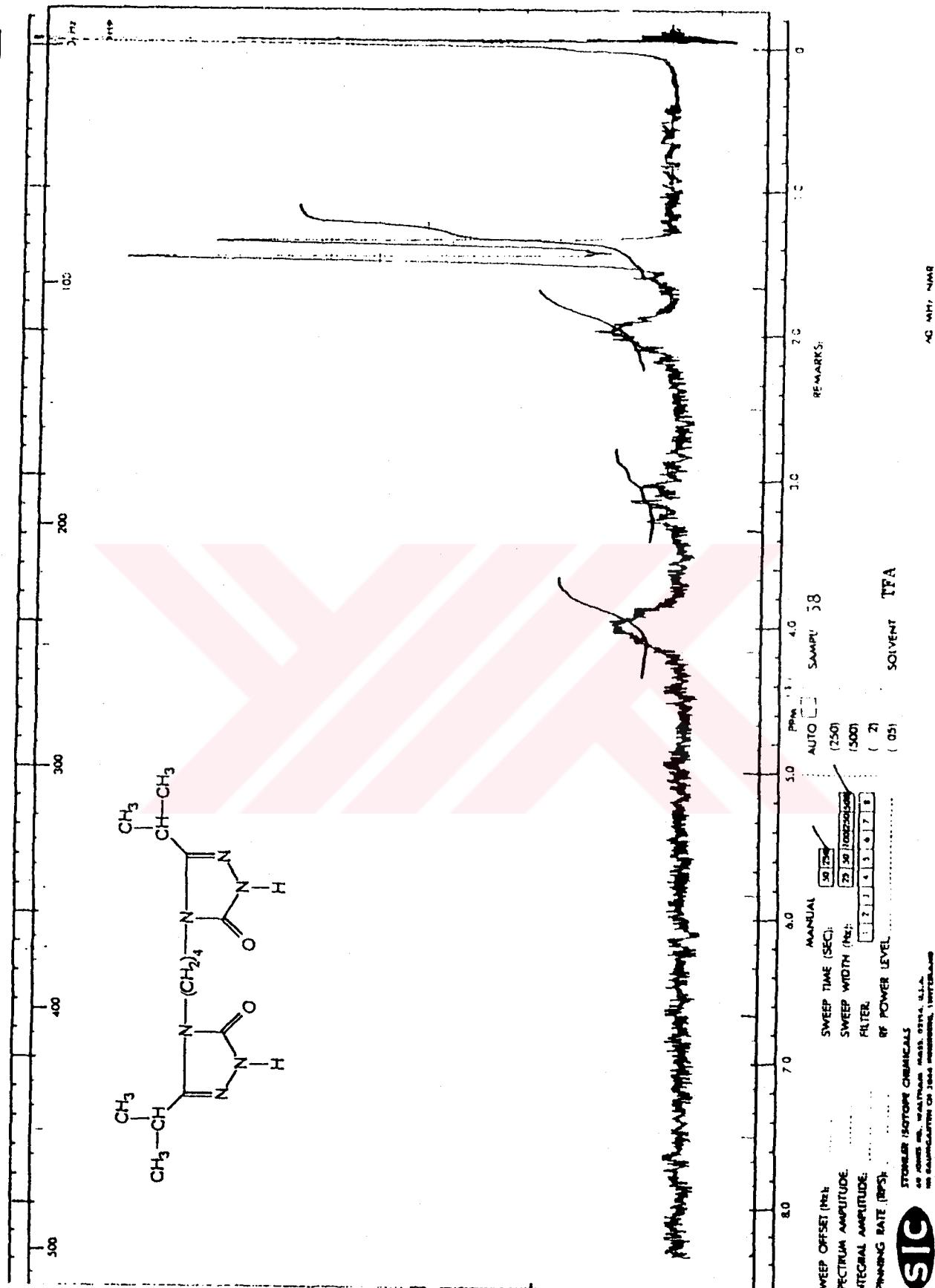
Şekil 76 : 58 bileşiginin IR spektrumu

58

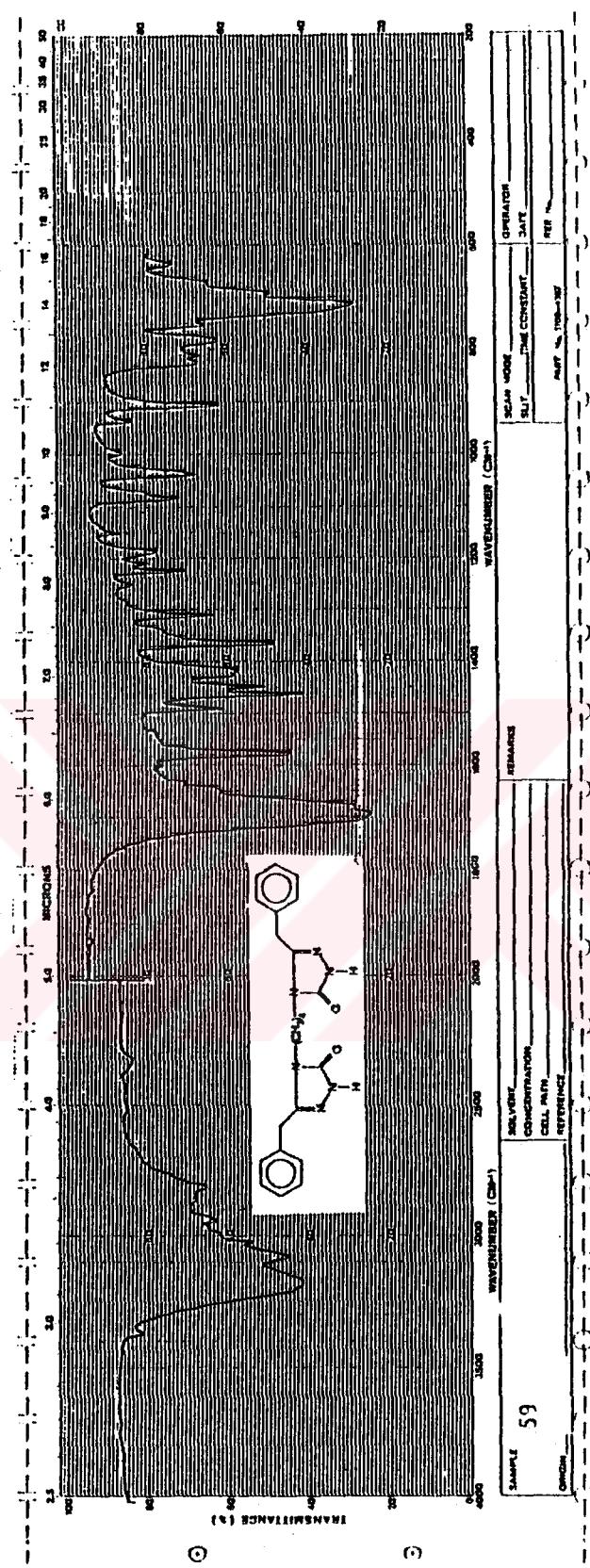
EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER



Şekil 77 : 58 bilesiğinin ^1H -NMR (DMSO- d_6) spektrumu

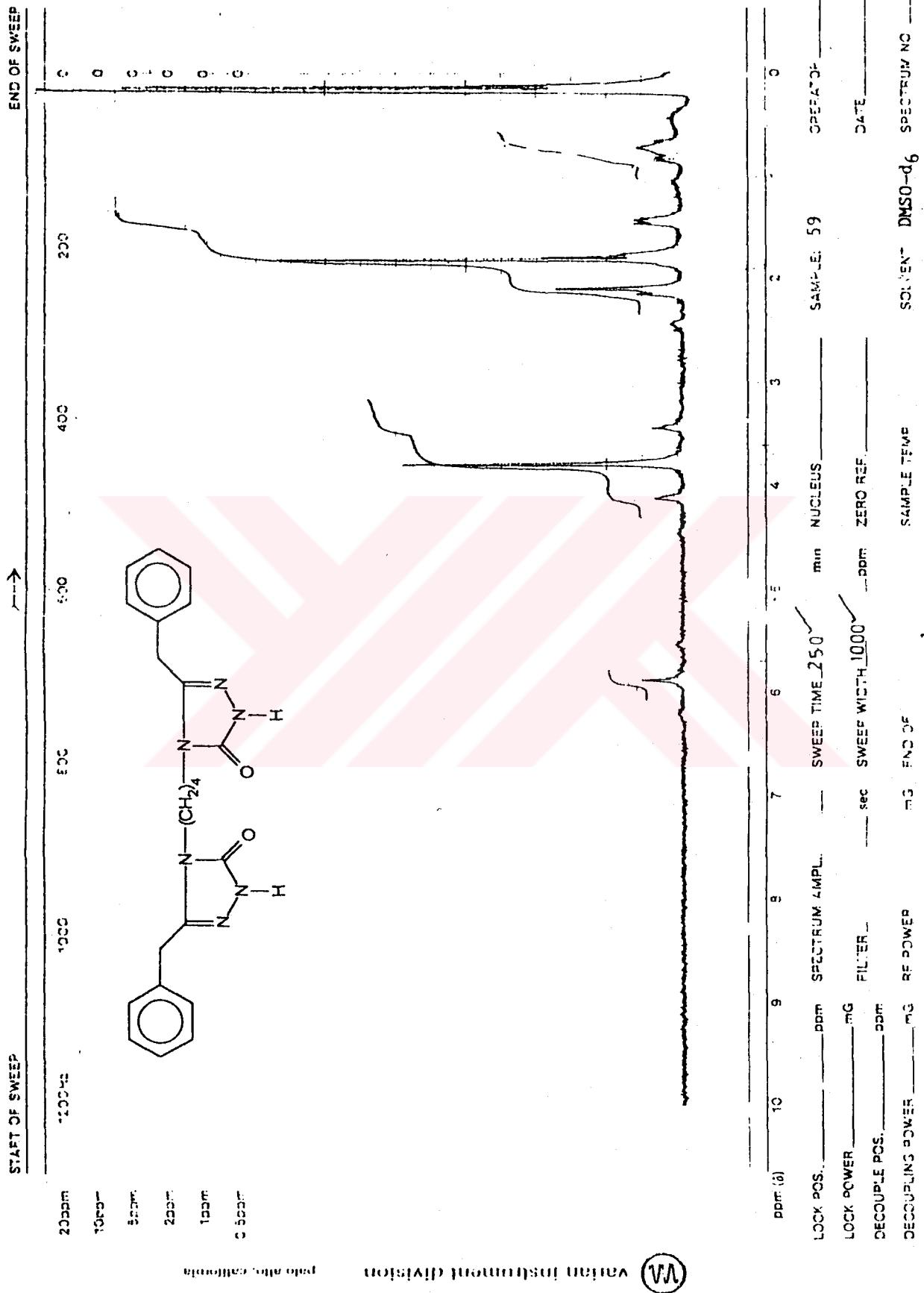


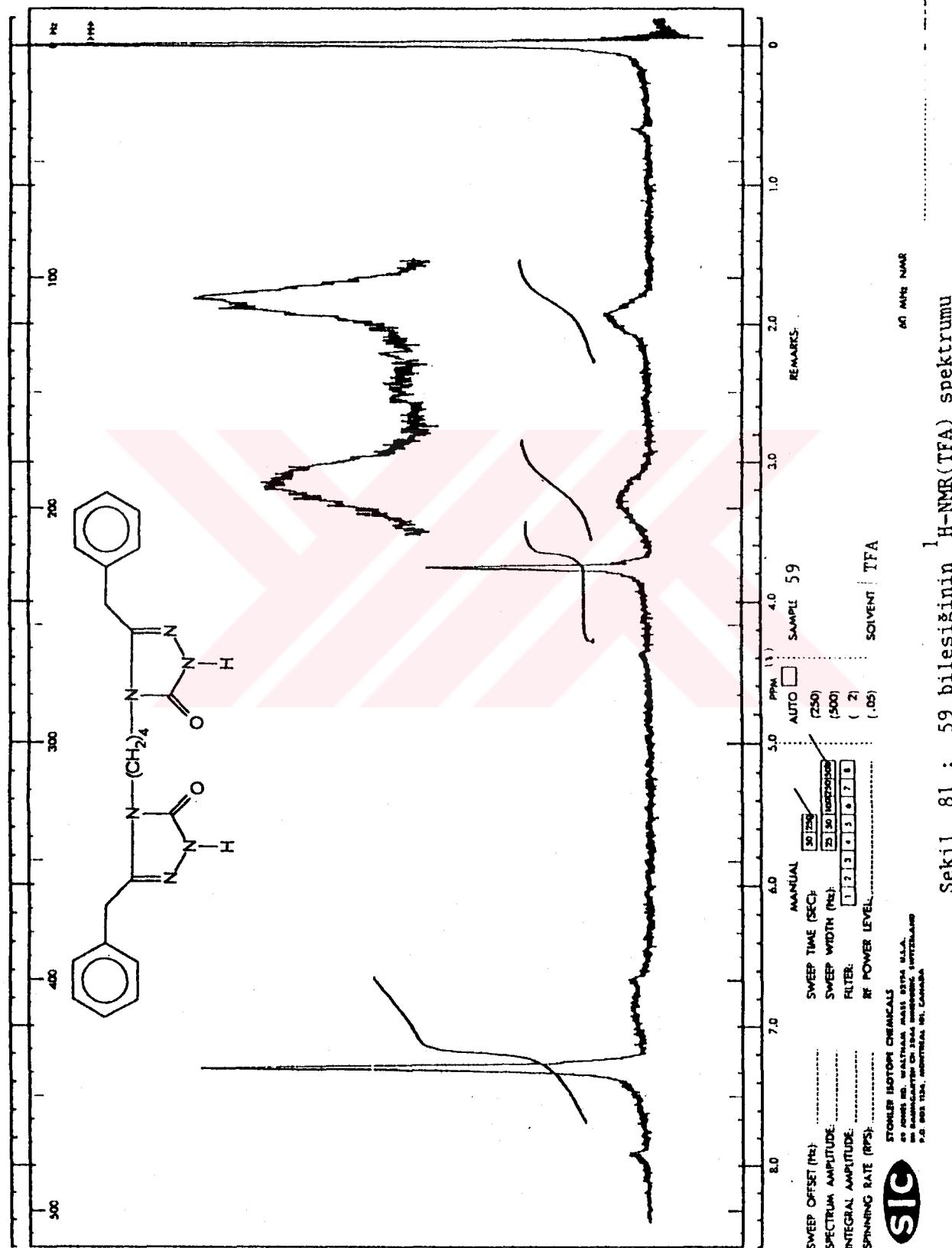
Şekil 78 : 58 bileşiginin ^1H -NMR(TFA) spektrumu



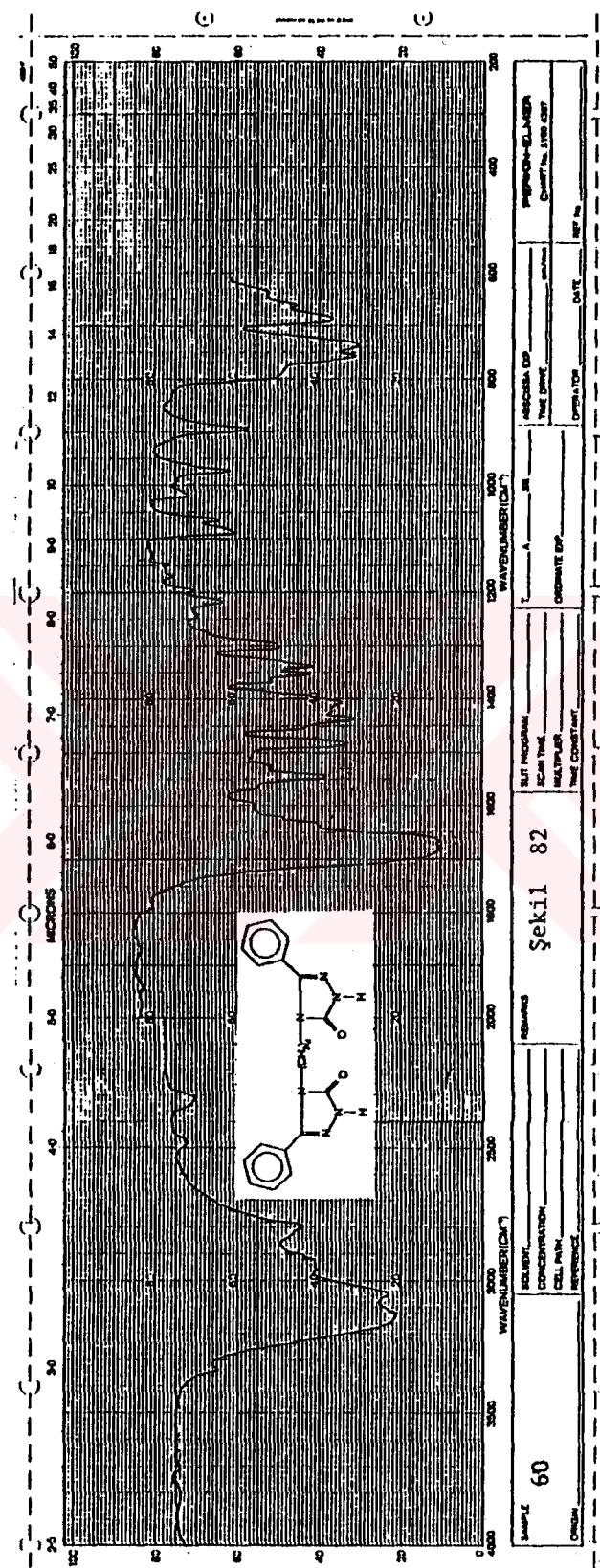
Şekil 79 : 59 bileşiginin IR spektrumu

EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER

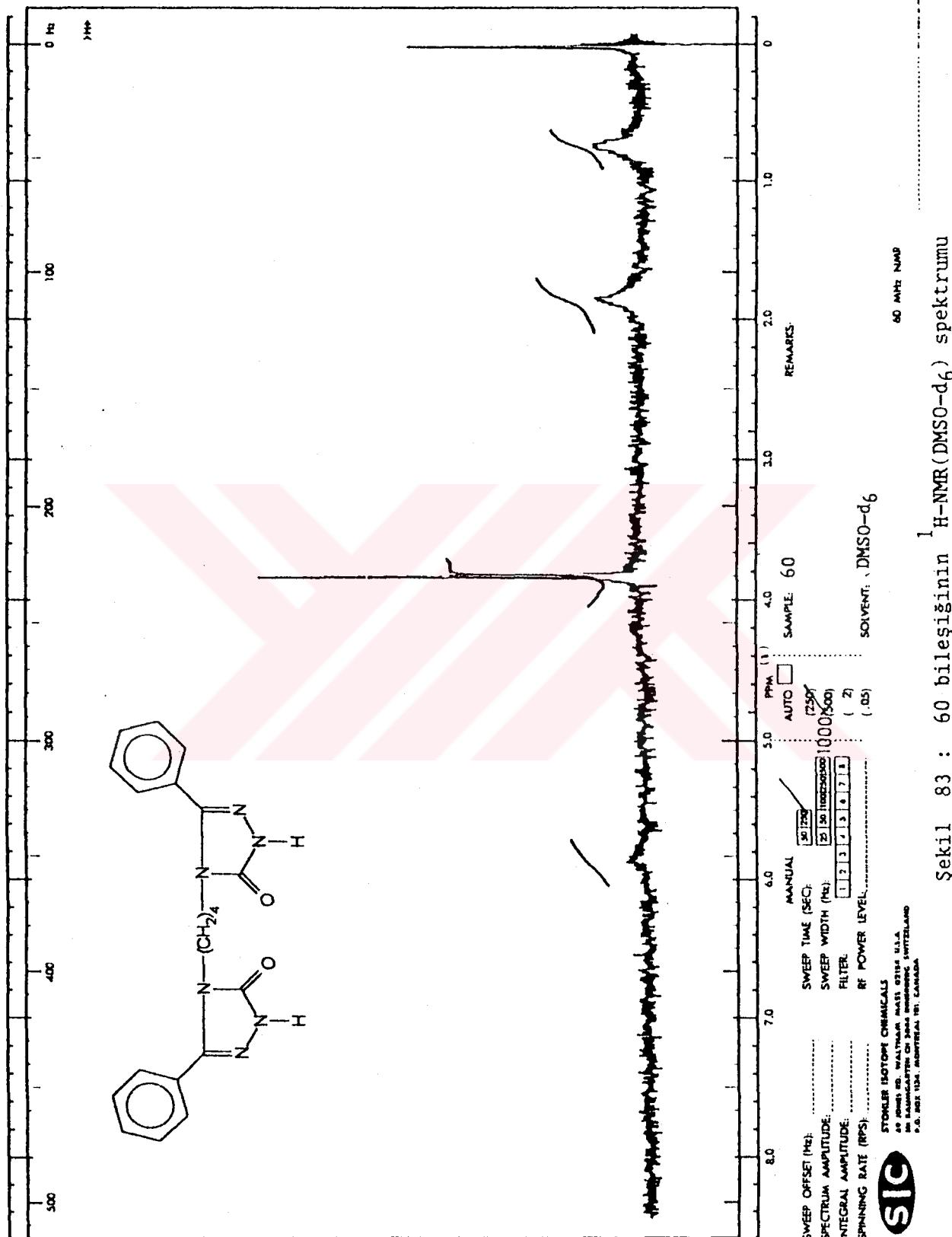




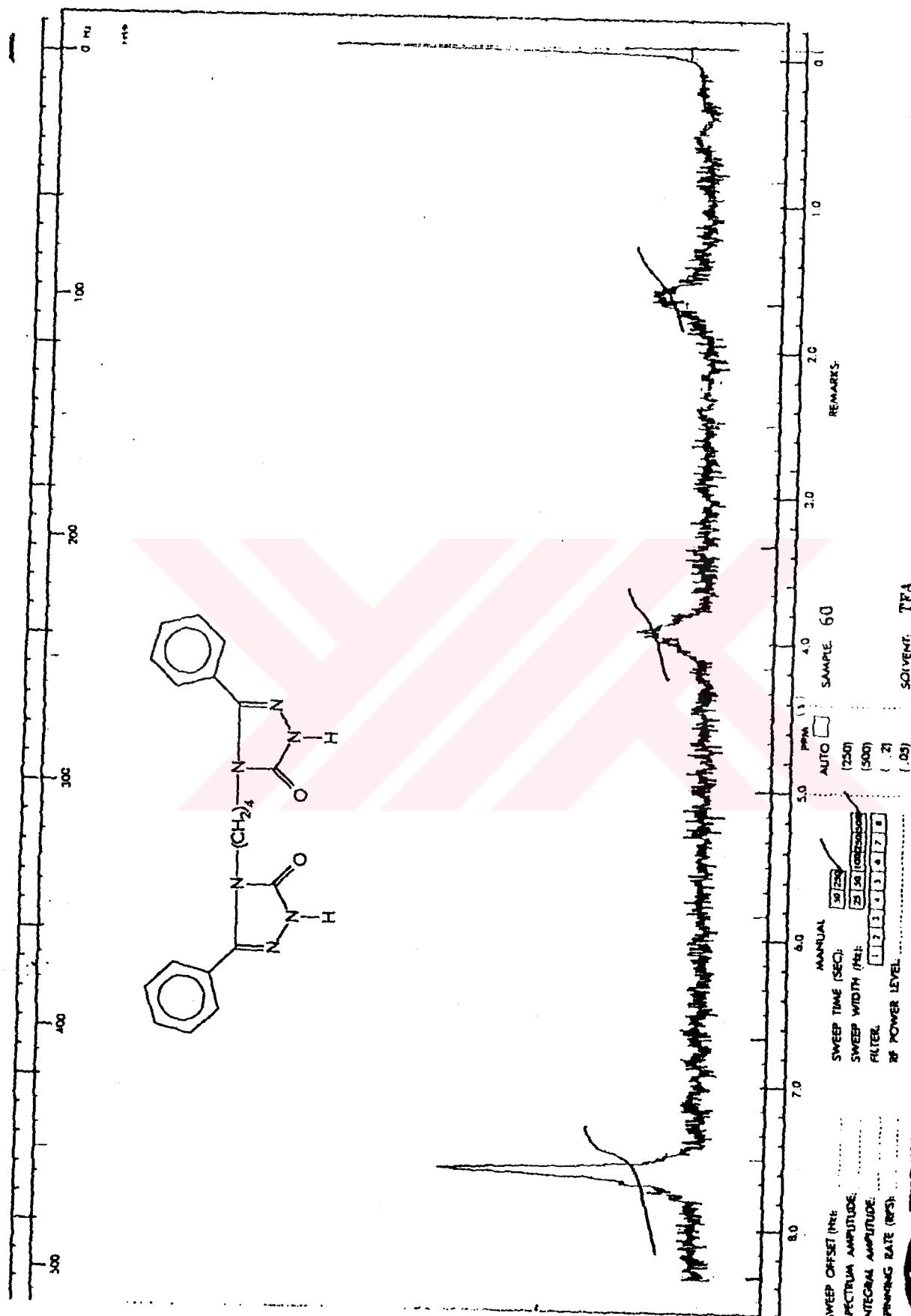
Şekil 81 : 59 bilesiğinin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu



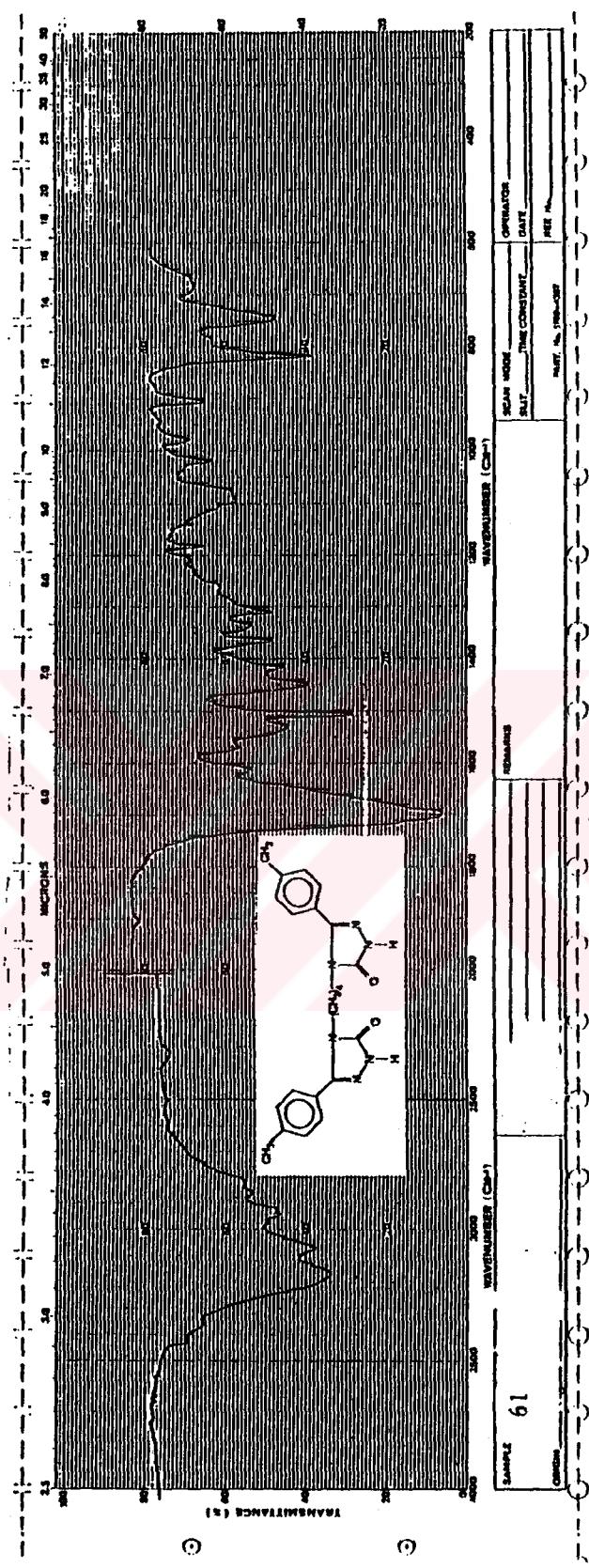
Sekil 82 : 60 bilesiginin IR spektrumu



Şekil 83 : 60 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d₆) spektrumu

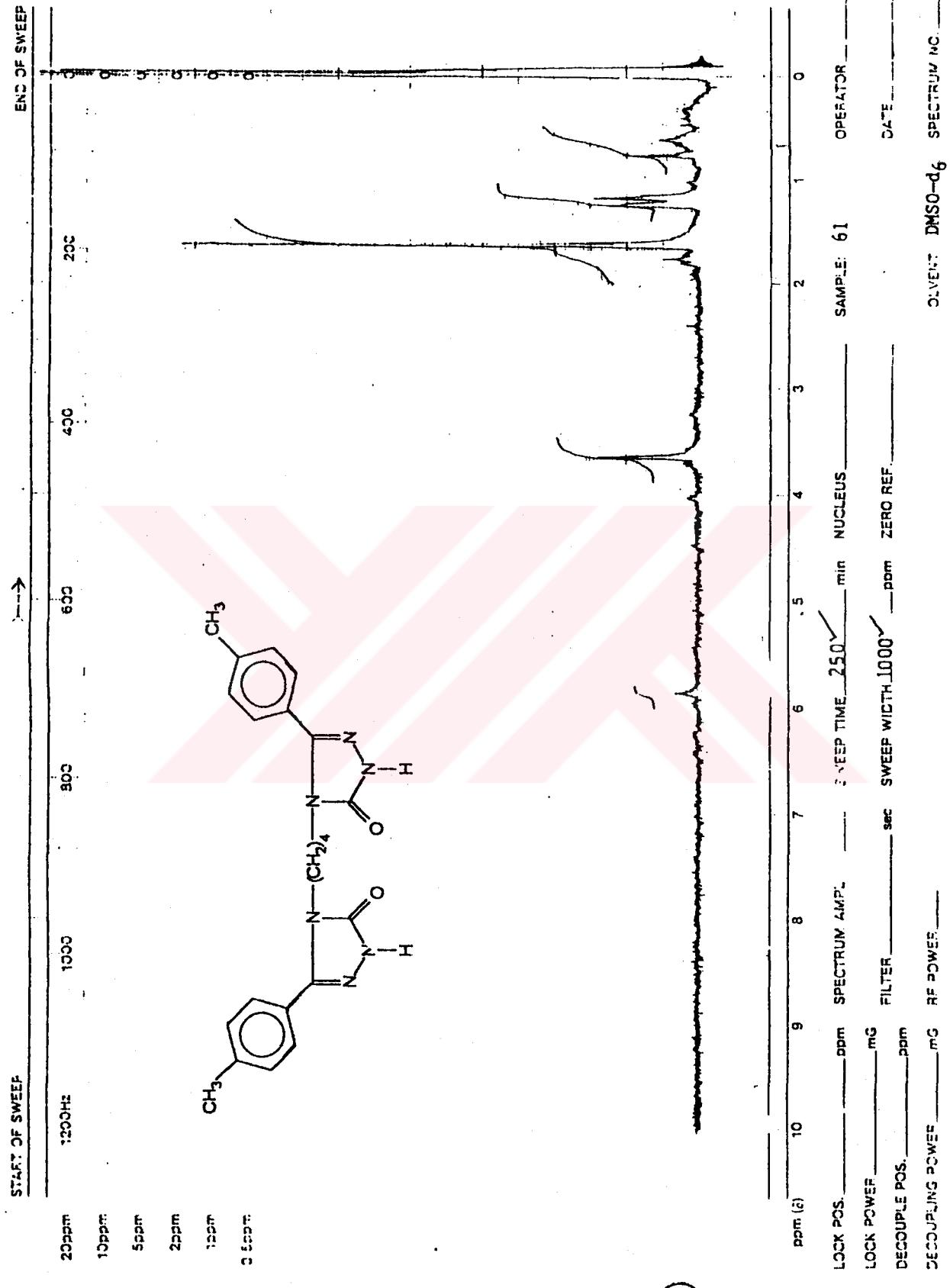


Sekil 84 : 60 bileşinin ^1H -NMR (TFA) spektrumu

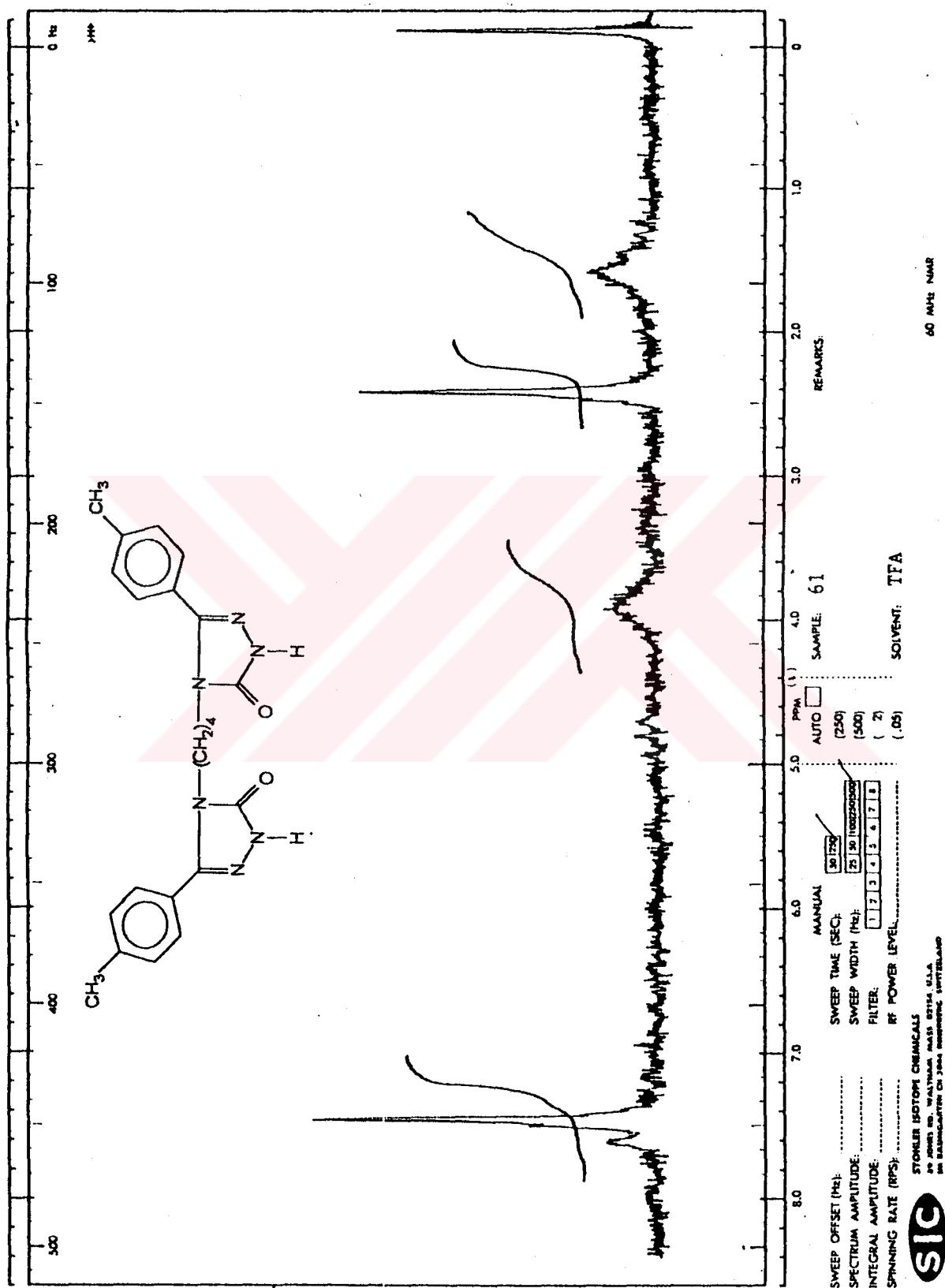


Şekil 85 : 61 bileşiginin IR spektrumu

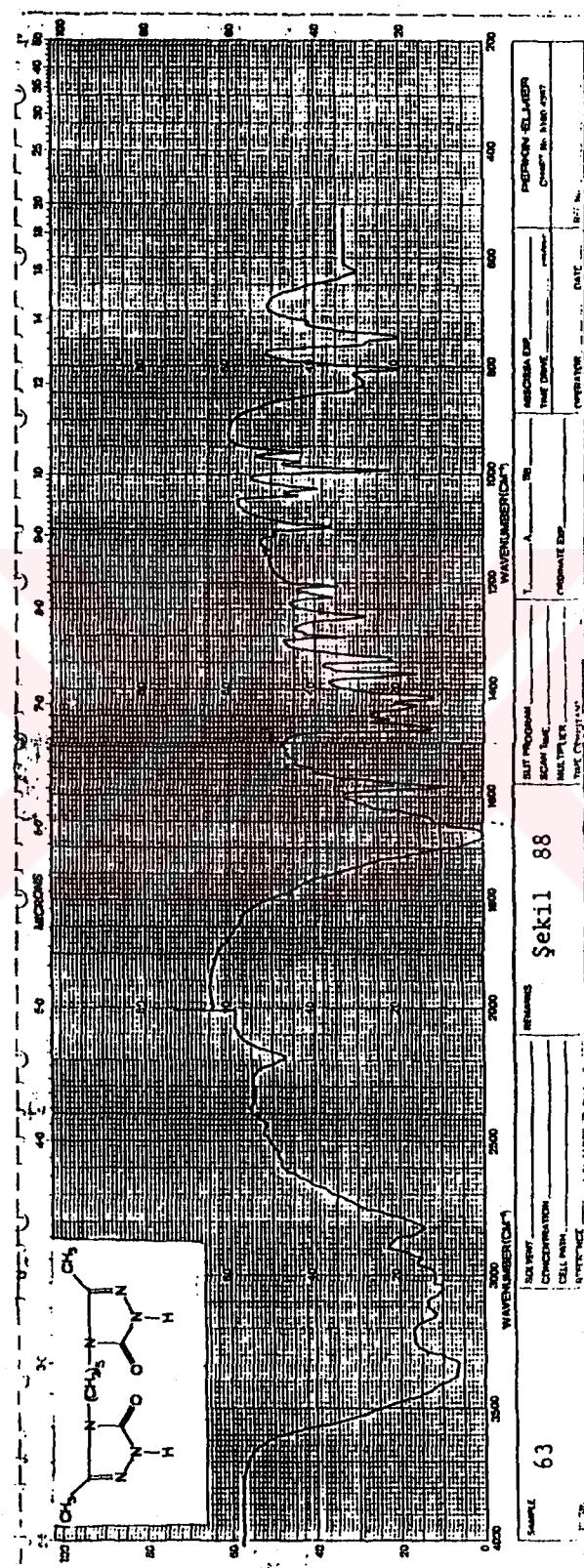
EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER



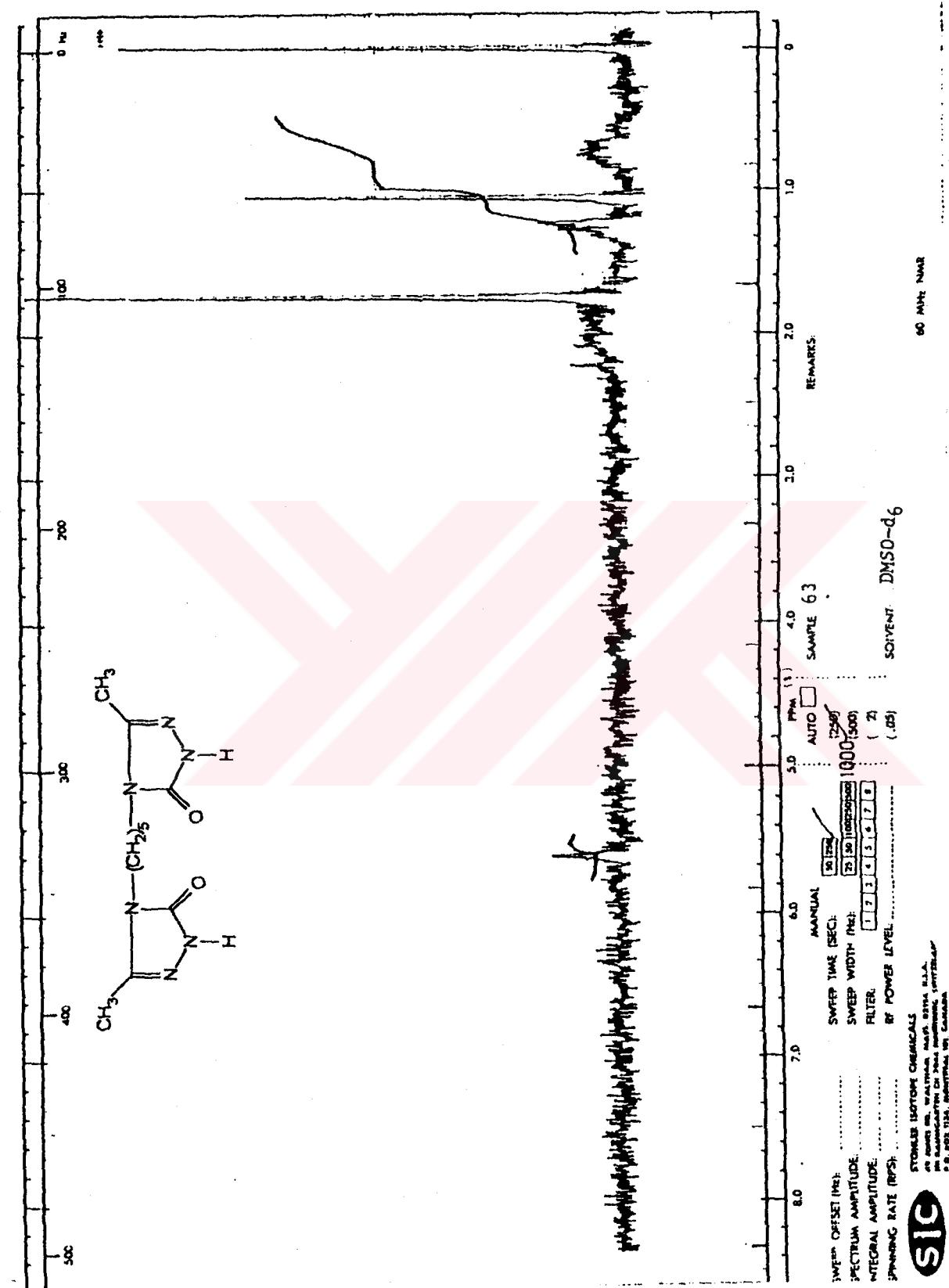
Sekil 86 : 61 bilesiğinin ^1H -NMR (DMSO- d_6) spektrumu



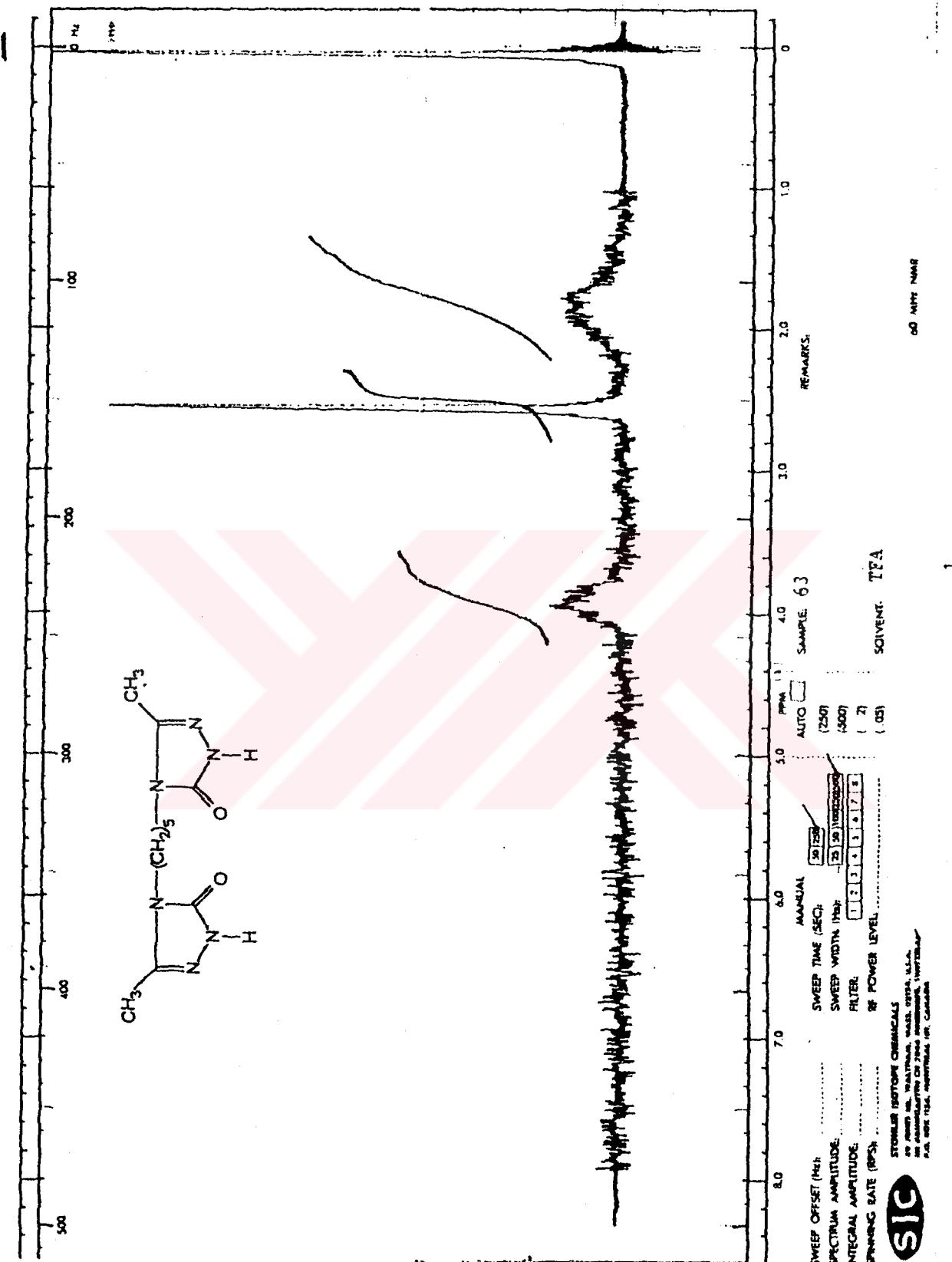
Sekil 87 : 61 bileşiginin ^1H -NMR(TFA) spektrumu



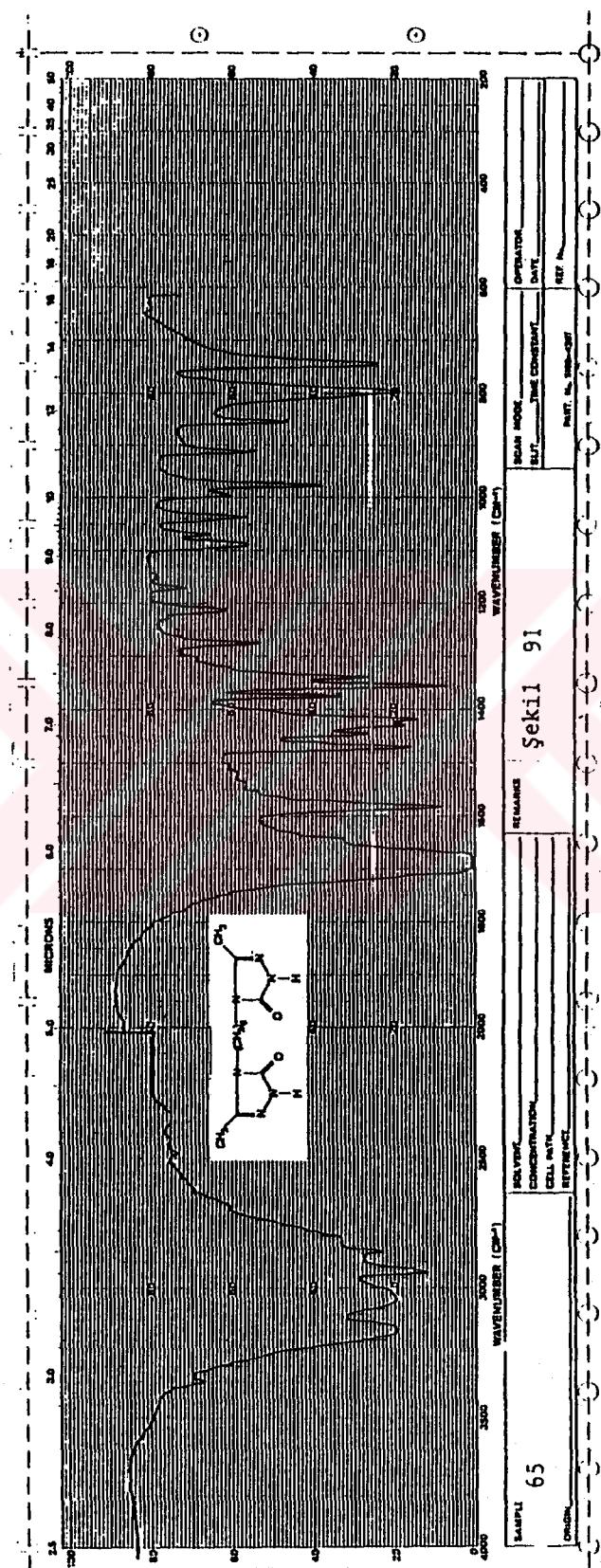
Sekil 88 : 63 bilesiginin IR spektrumu



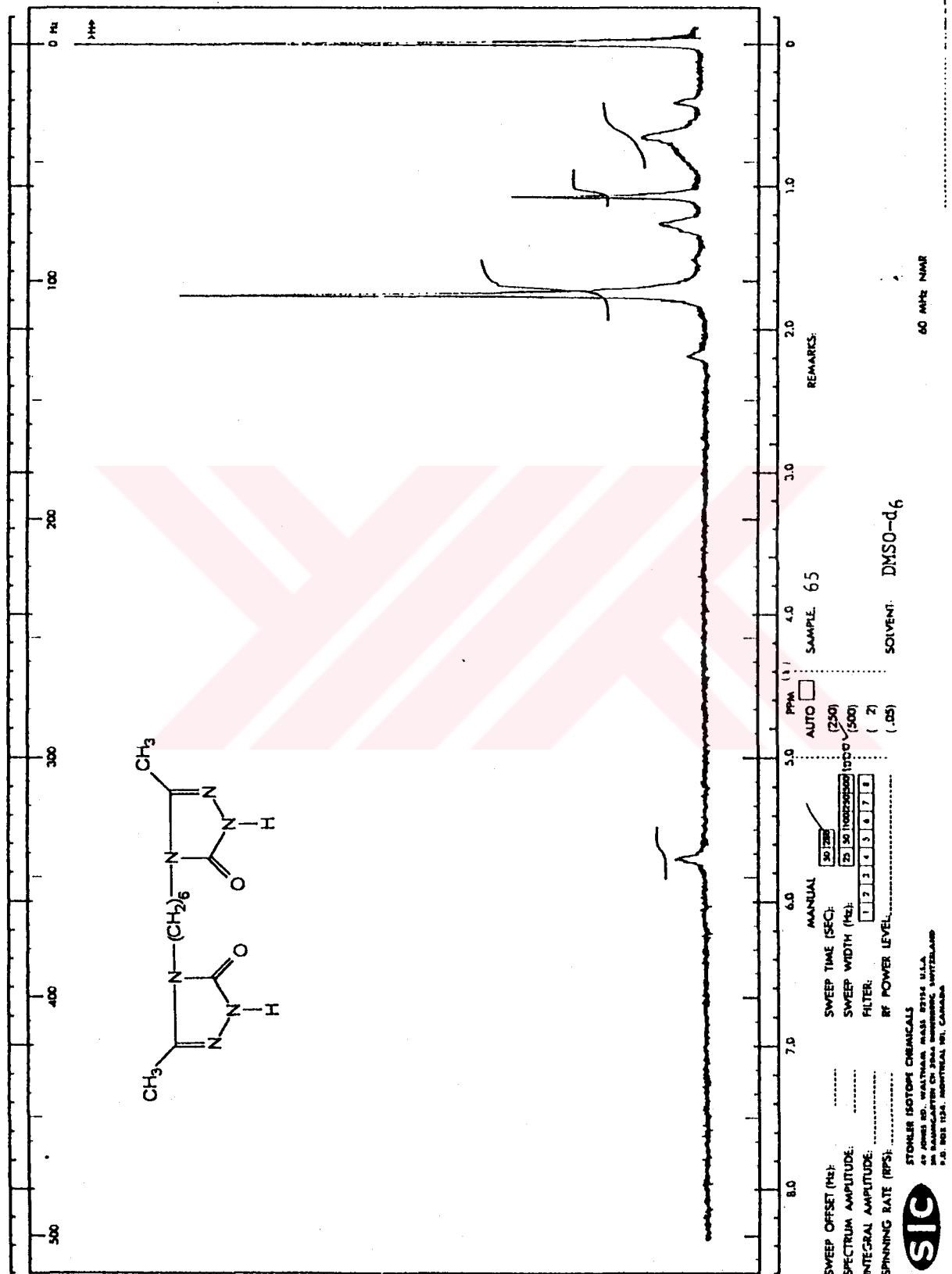
Şekil 89 : 63 bilesiginin ¹H-NMR(DMSO-d₆) spektrumu



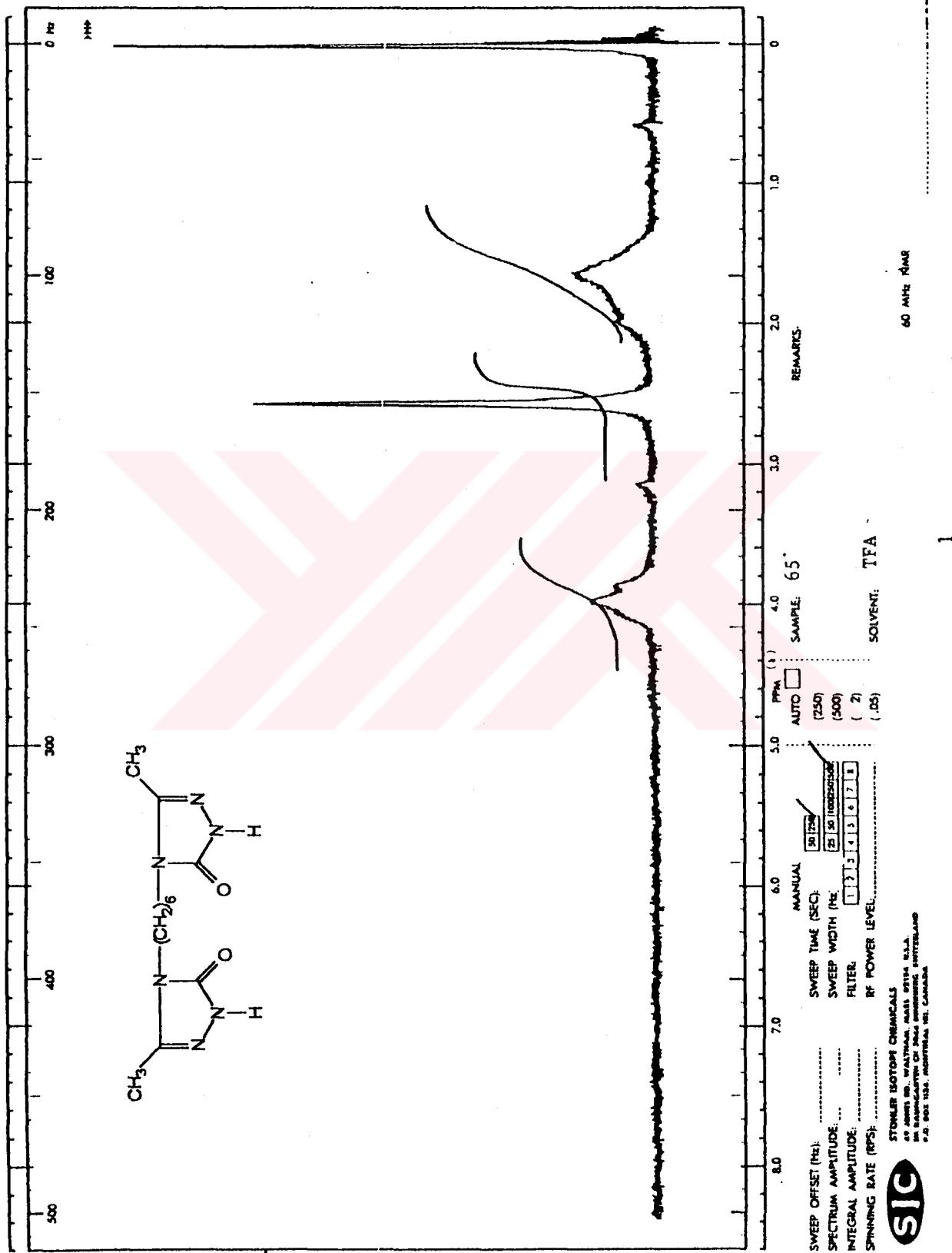
Sekil 90 : 63 bileşiginin ¹H-NMR(TFA) spektrumu



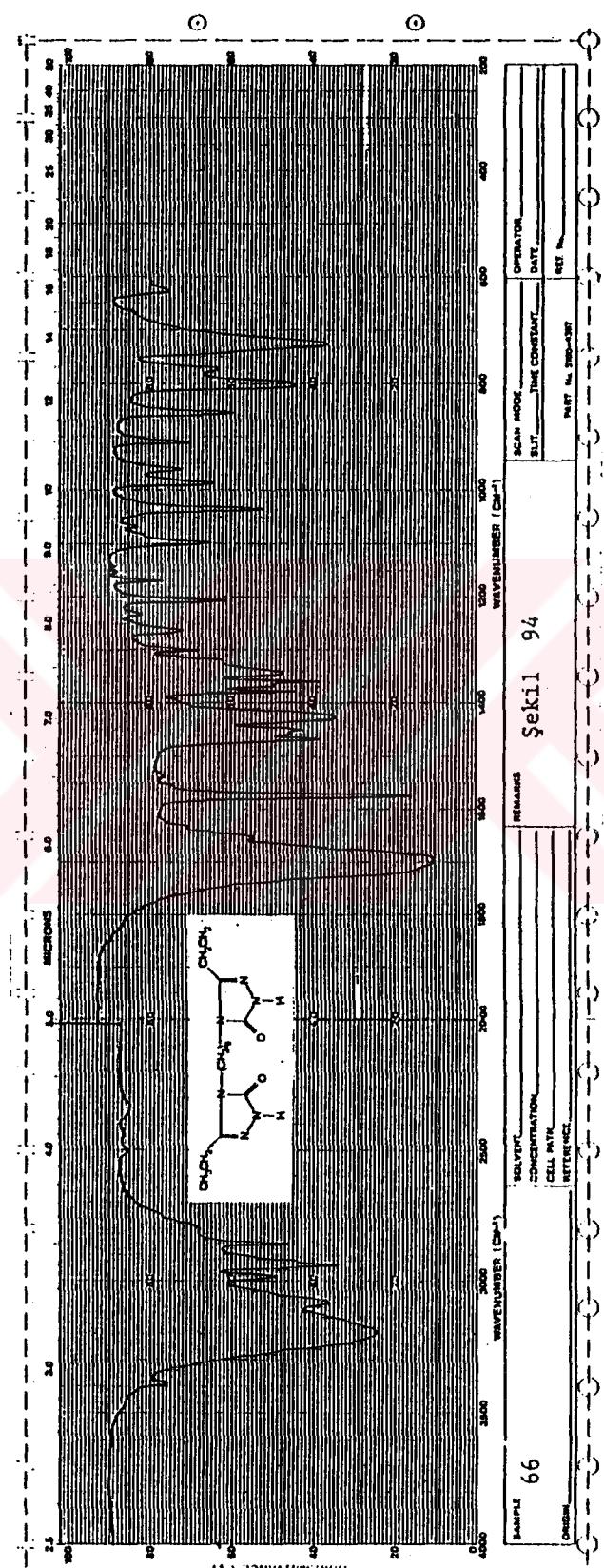
Sekil 91 : 65 bilesiginin IR spektrumu

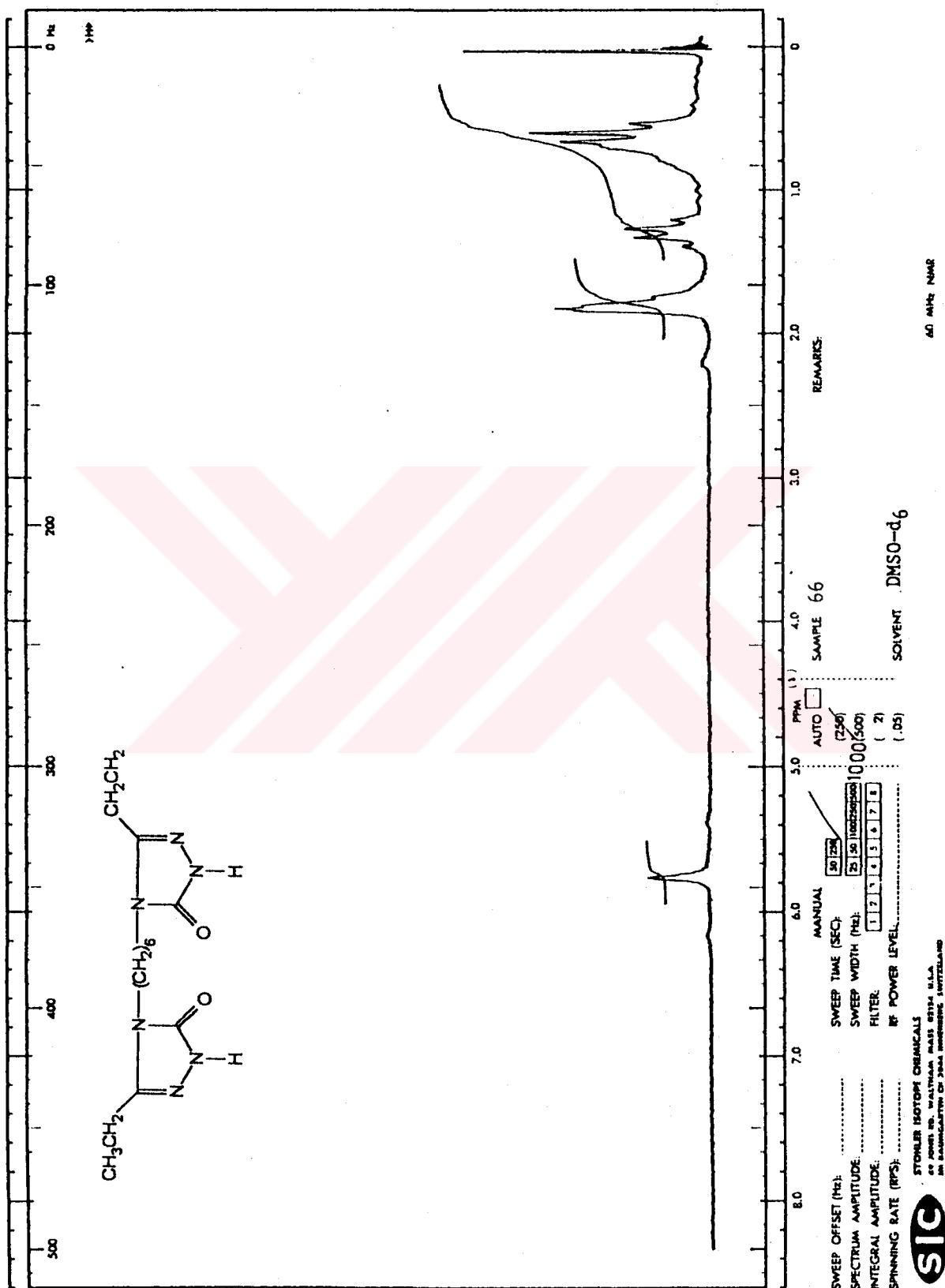


Sekil 92 : 65 bileşiginin ¹H-NMR (DMSO-d₆) spektrumu

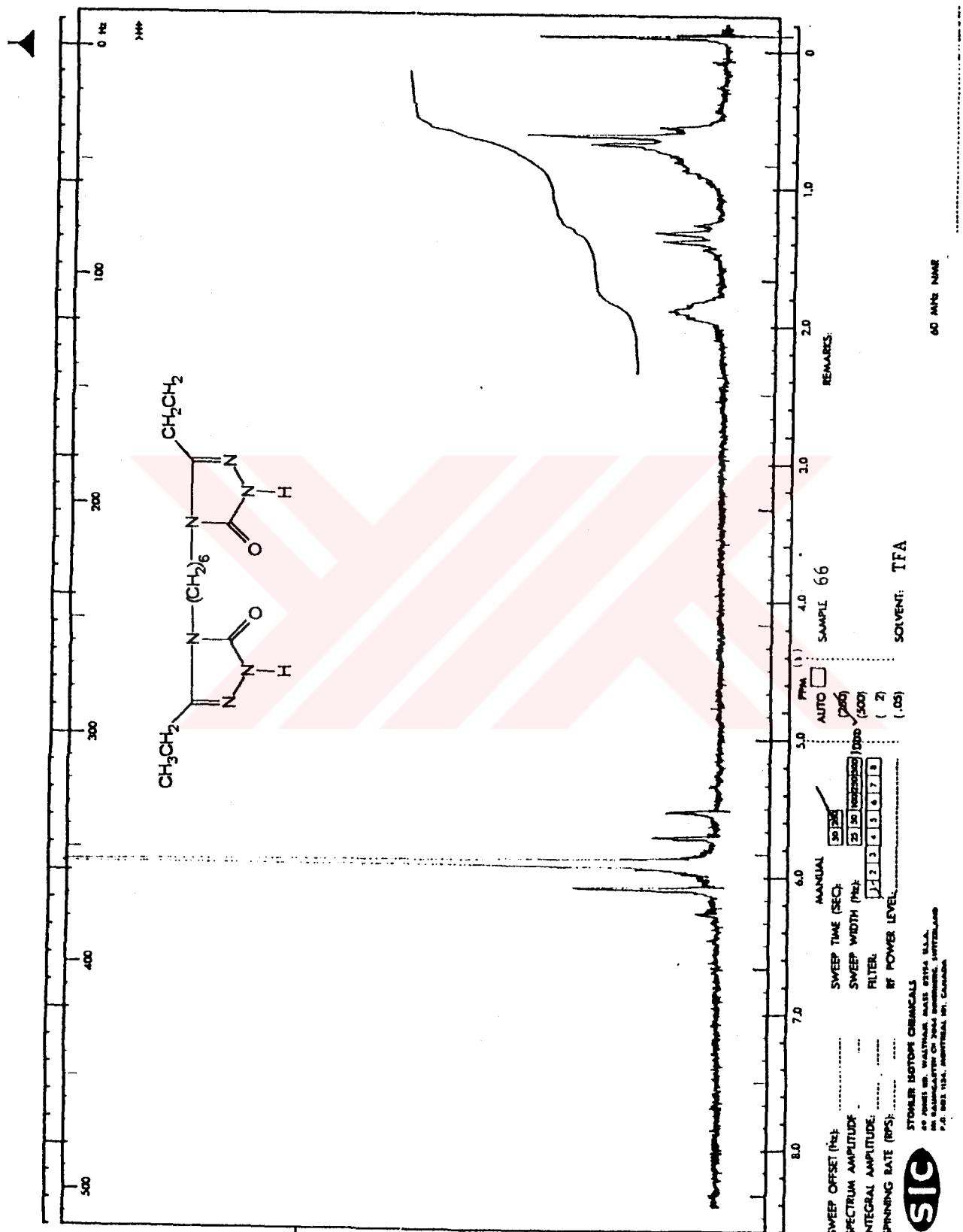


Sekil 93 : 65 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu





Şekil 95 : 66 bileşiginin $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu

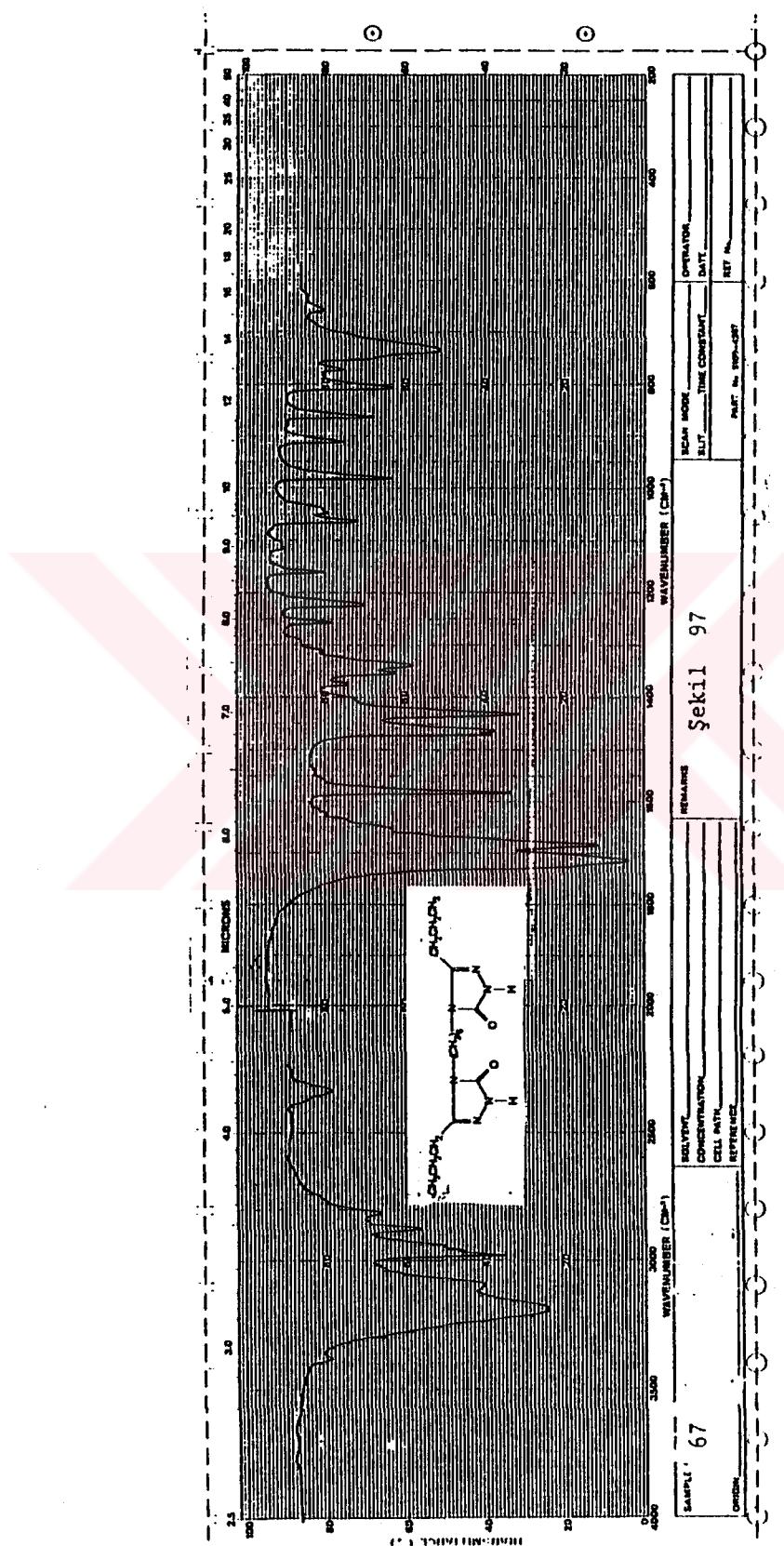


Sekil 96 : 66 bilesiginin ^1H -NMR(TFA) spektrumu

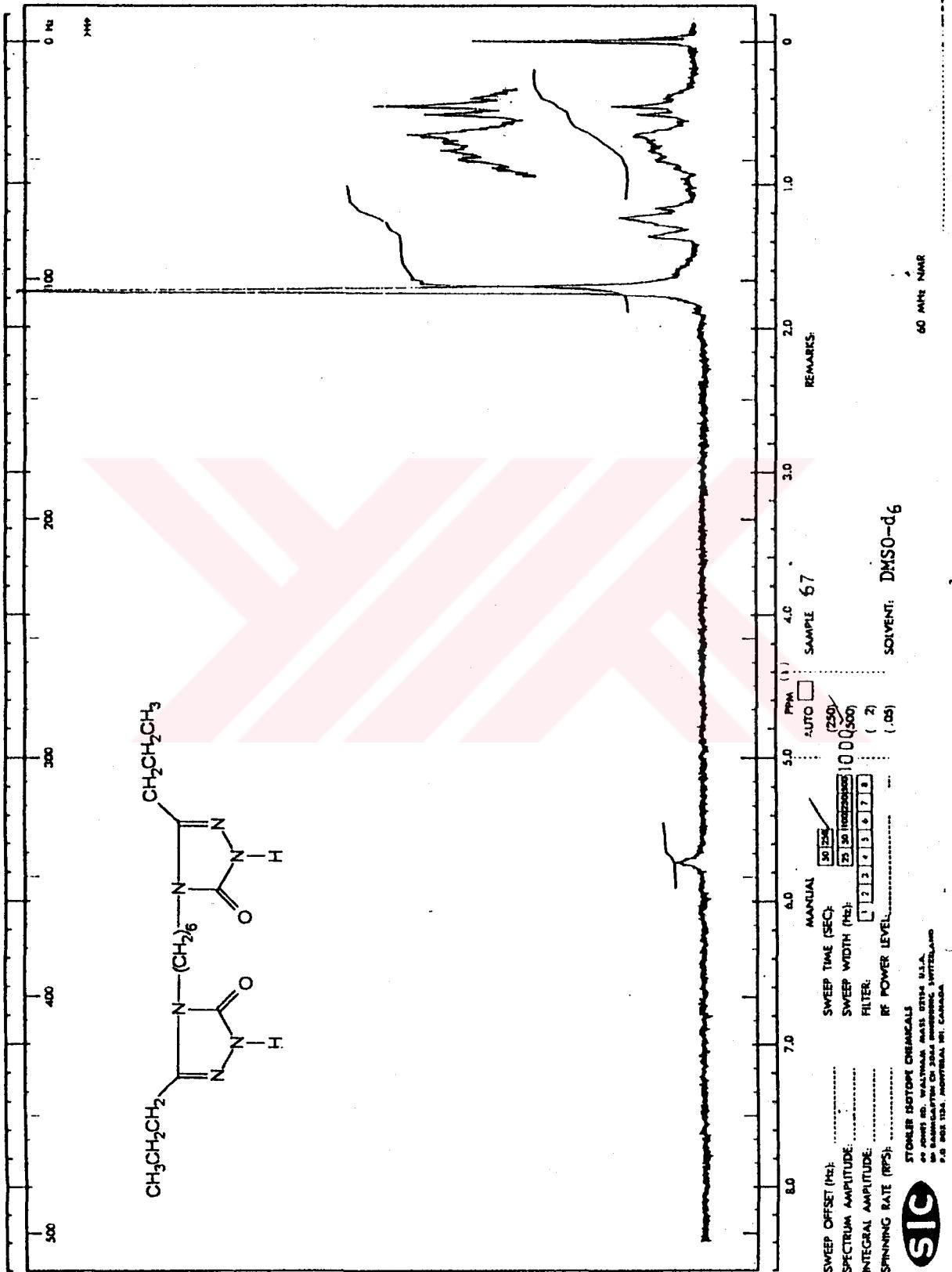
T.C. YÜSEKÖĞRETİM
DEĞERMANTASYON MÜKEMMELİLEŞTİRME MERKEZİ



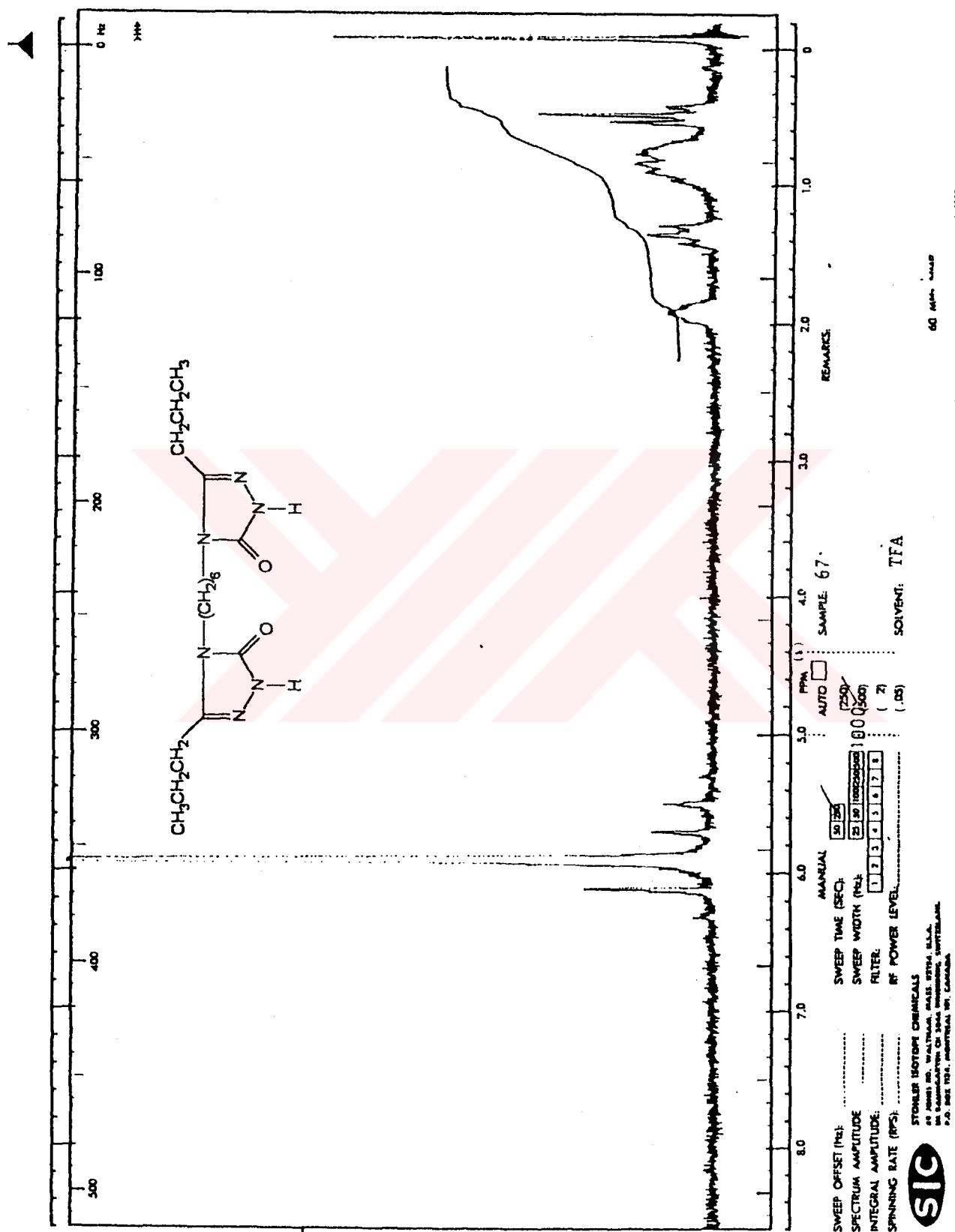
STOHLER ISOTOPIC CHEMICALS
601 ZEEB RD., WATKINSVILLE, GA 30677, U.S.A.
IN CANADA: 1000 DUNLOP ST., KITCHENER, ON N2L 1Z6
P.O. BOX 120, MONTRÉAL, QC H3C 2K6, CANADA



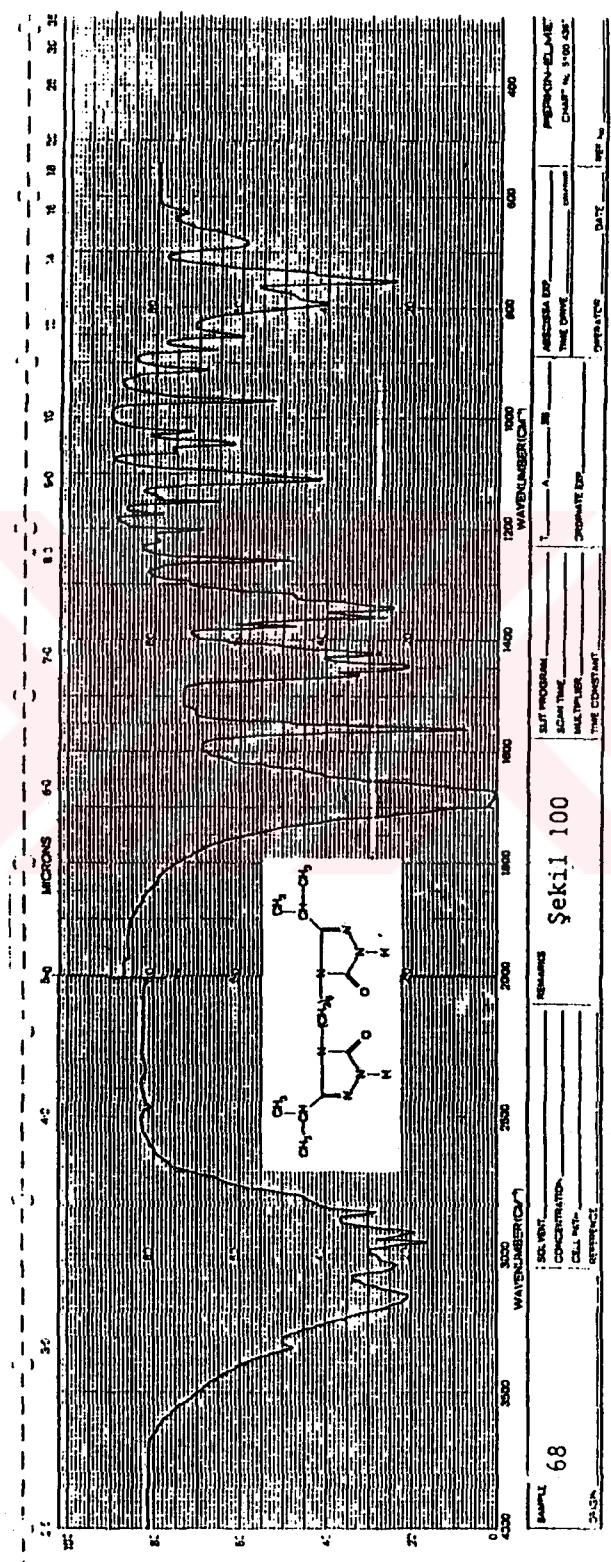
Şekil 97 : 67 bilesiginin IR spektrumu



Şekil 98 : 67 bilesiginin ^1H -NMR(DMSO-d₆) spektrumu

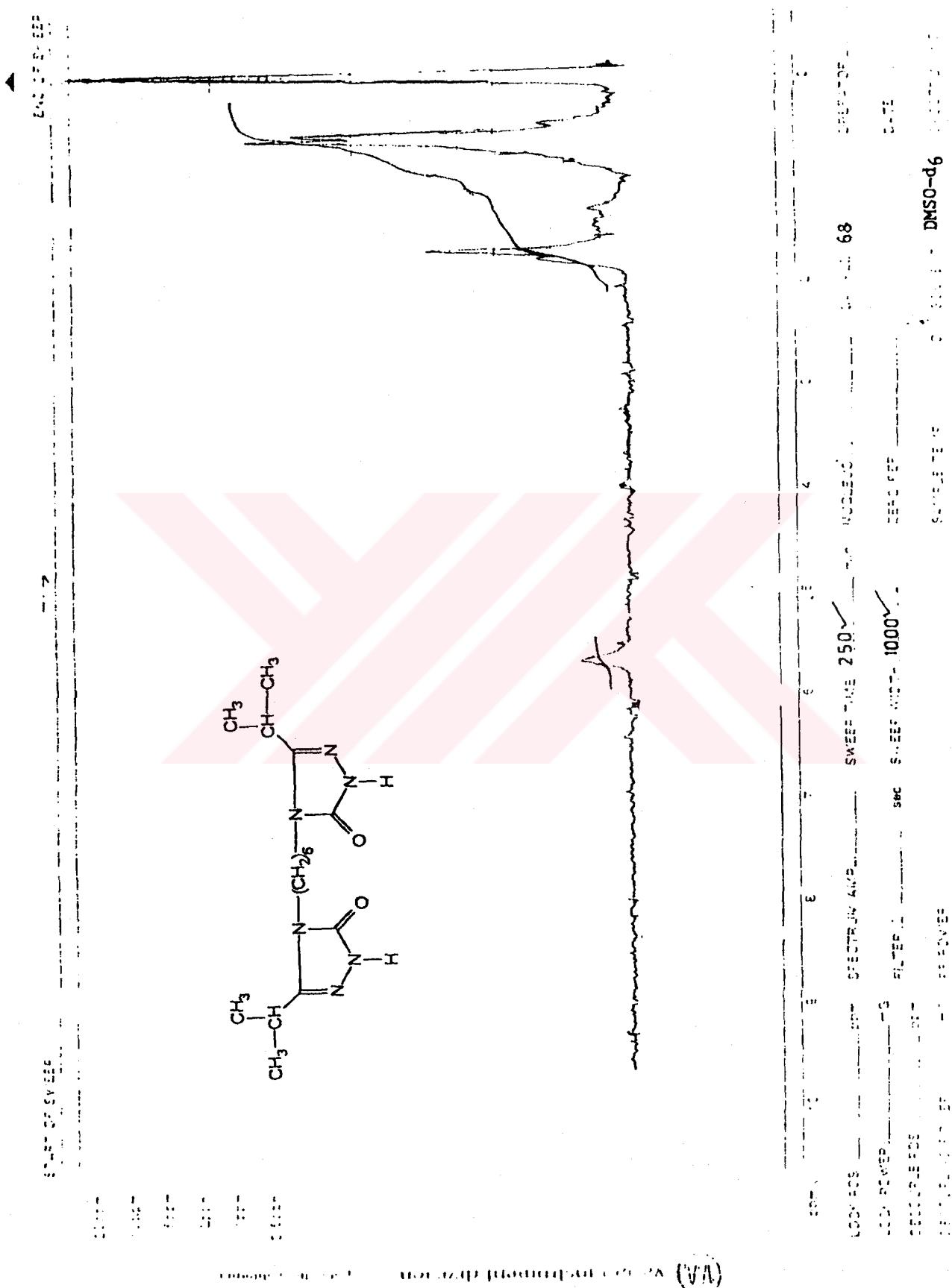


Sekil 99 : 67 bilesigiinin ^1H -NMR(TFA) spektrumu

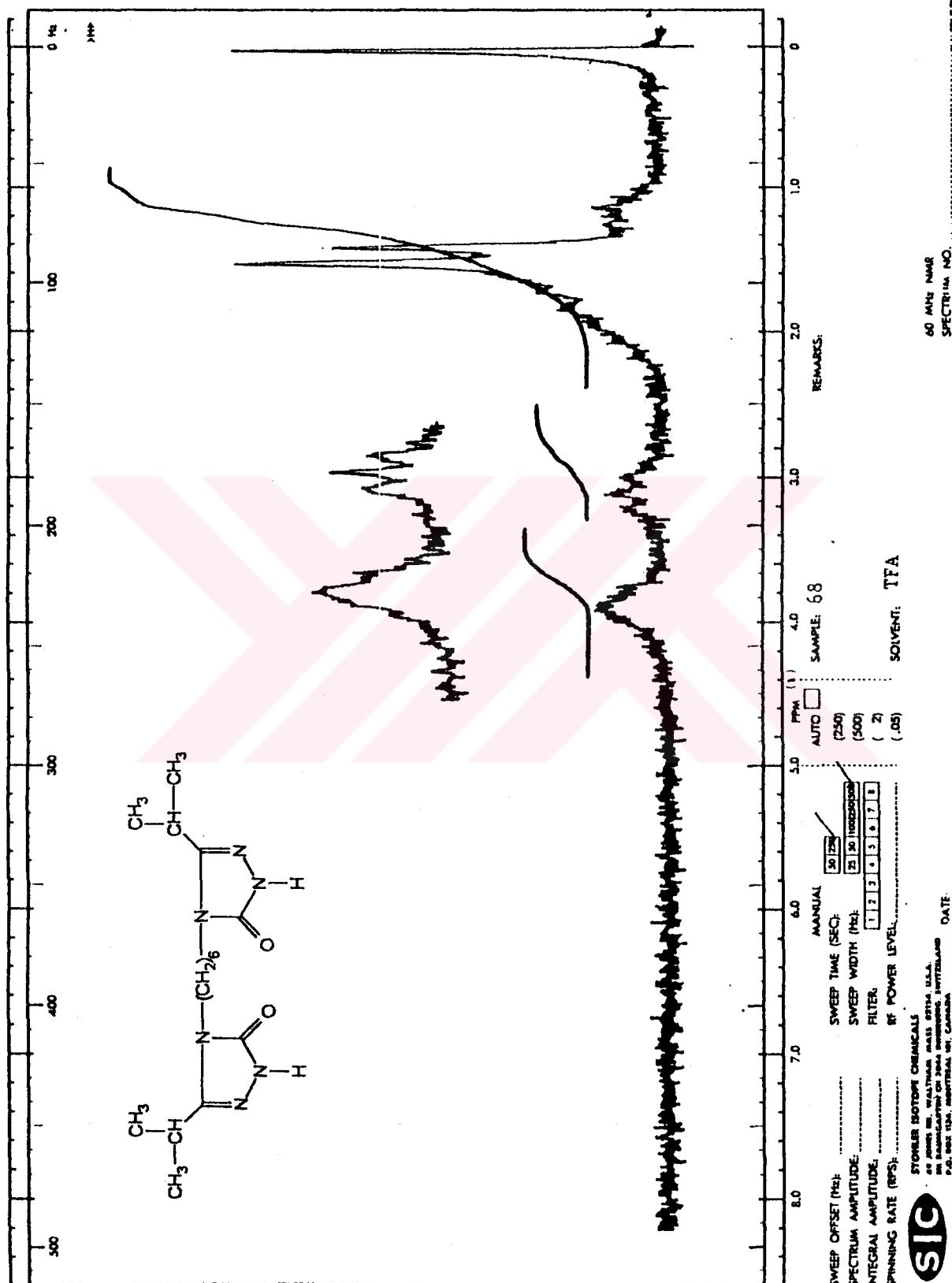


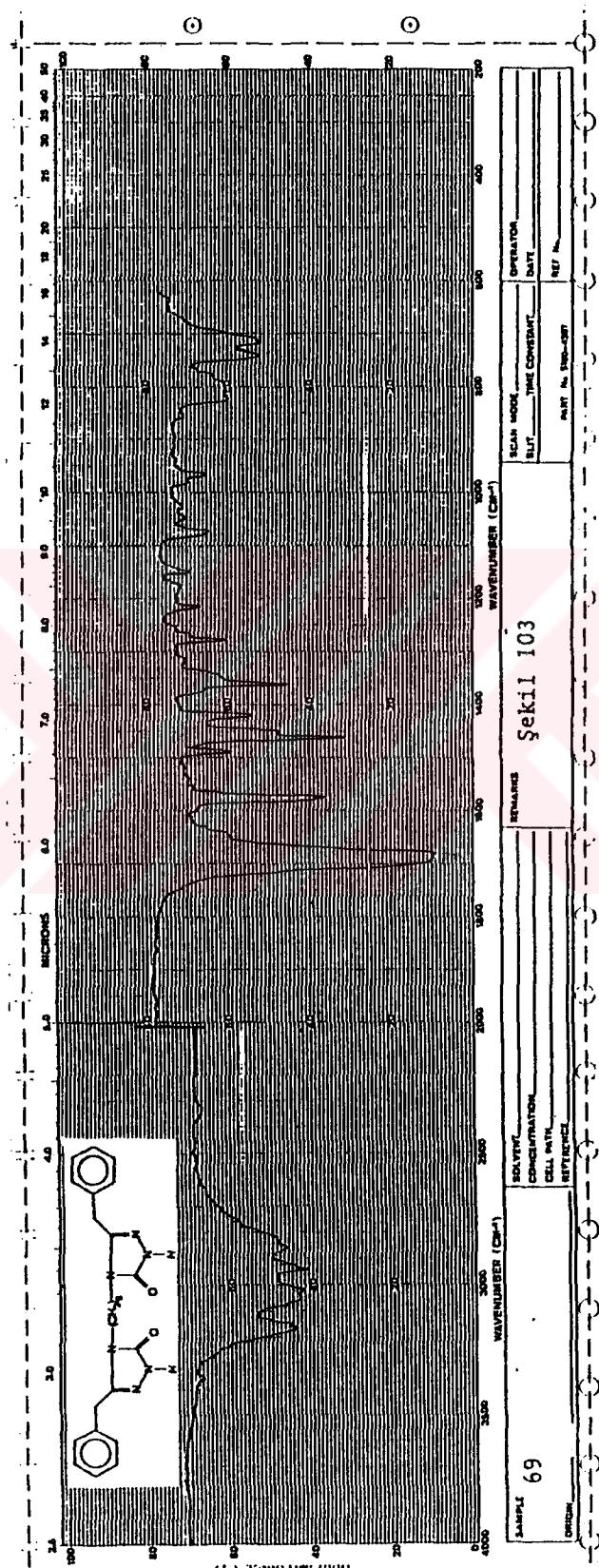
Şekil 100 : 68 bilesiginin IR spektrumu

THE WORLD IS A MIRROR OF ONE'S LIFE

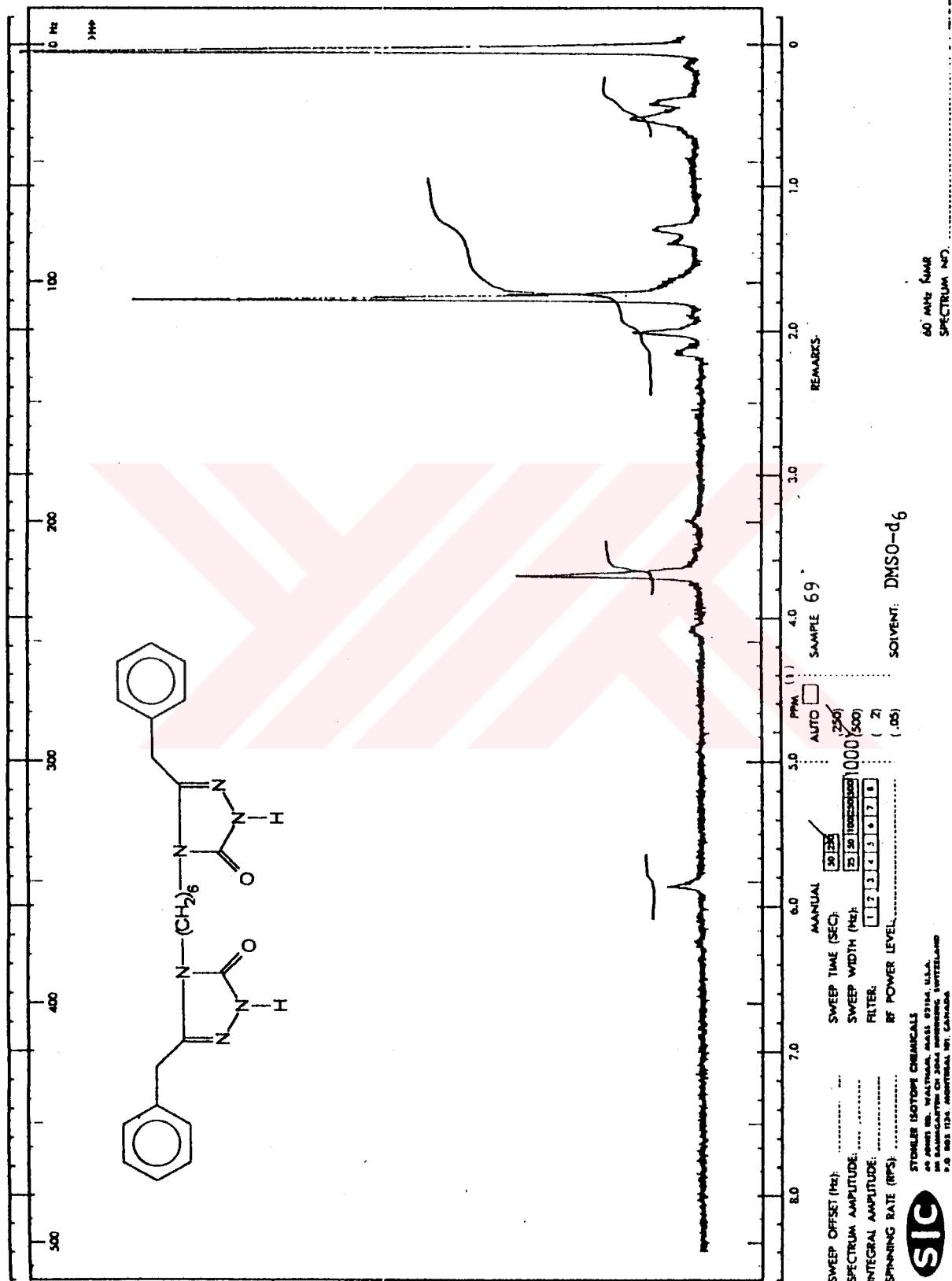


Sekil 101 : 68 bileşığının $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d₆) spektrumu

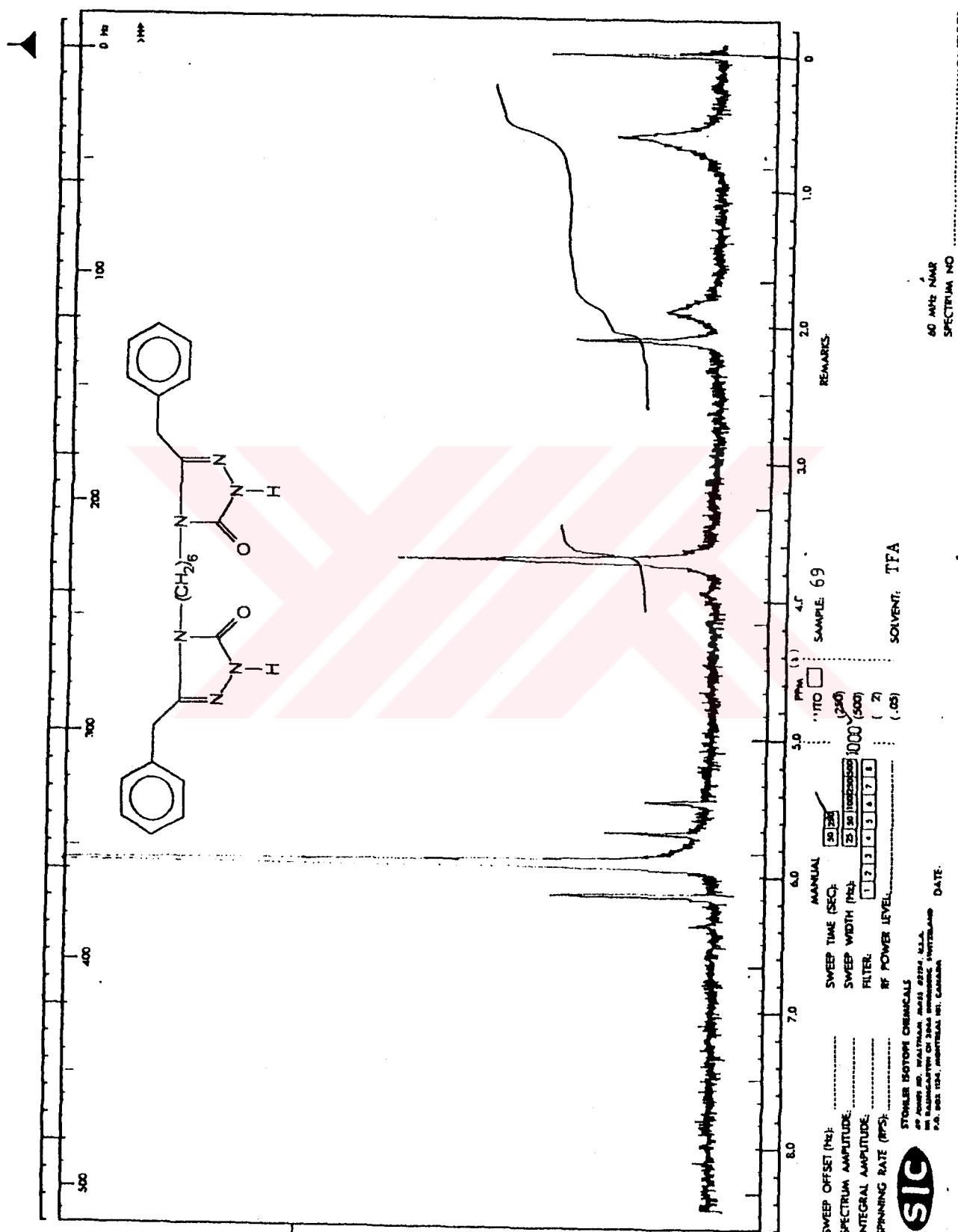


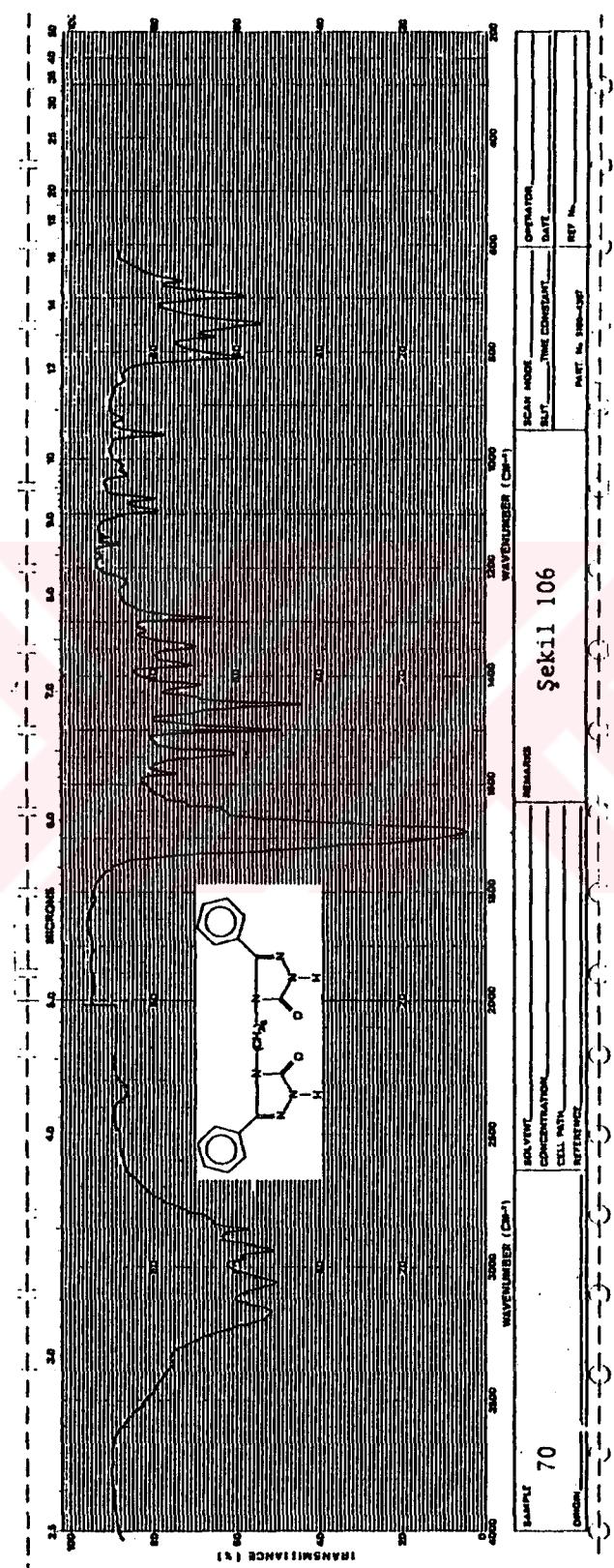


Sekil 103 : 69 bilesiginin IR spektrumu



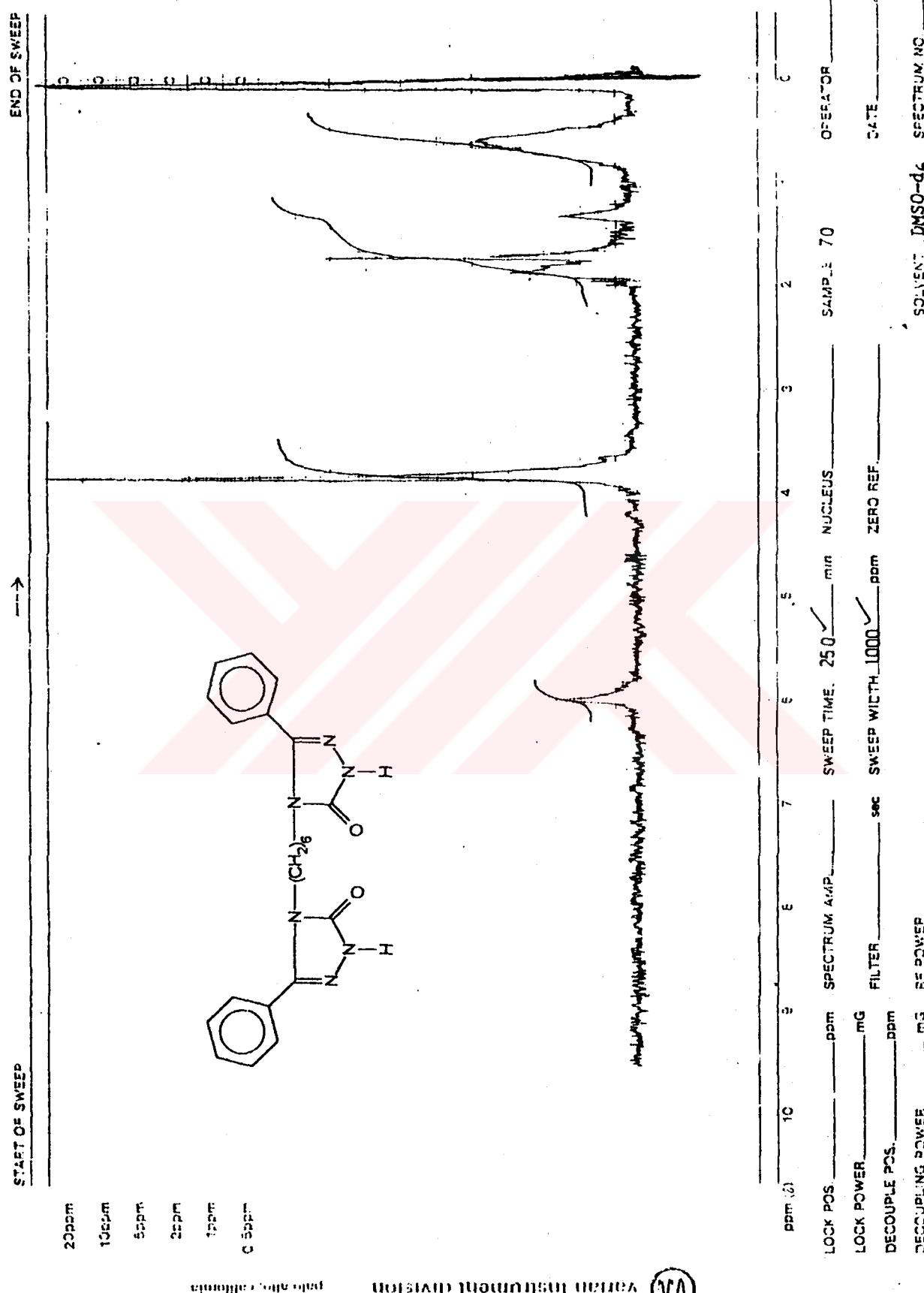
Şekil 104 : 69 bileşiğinin ^1H -NMR(DMSO-d₆) spektrumu





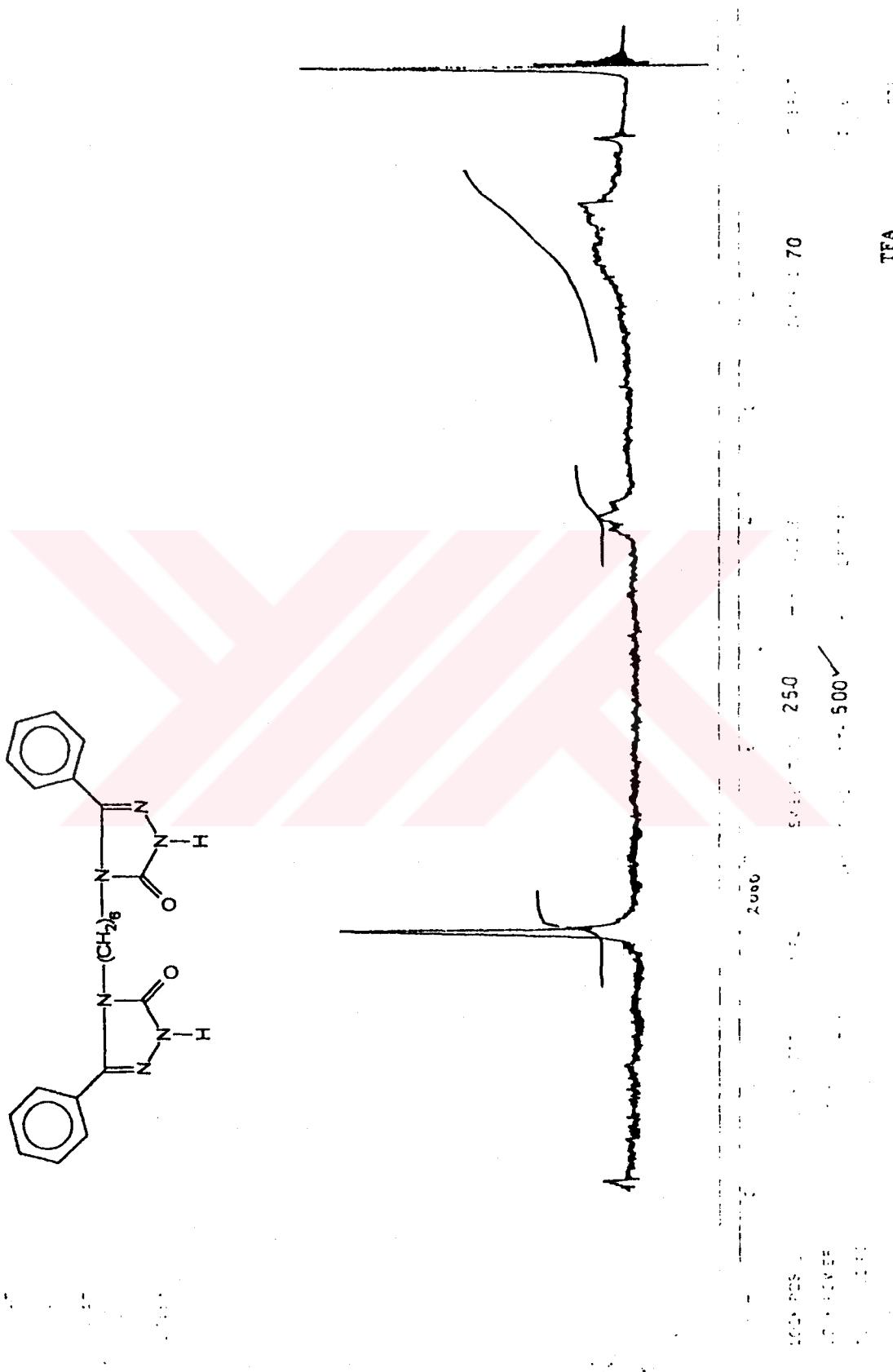
Şekil 106 : 70 bileşiginin IR spektrumu

EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER

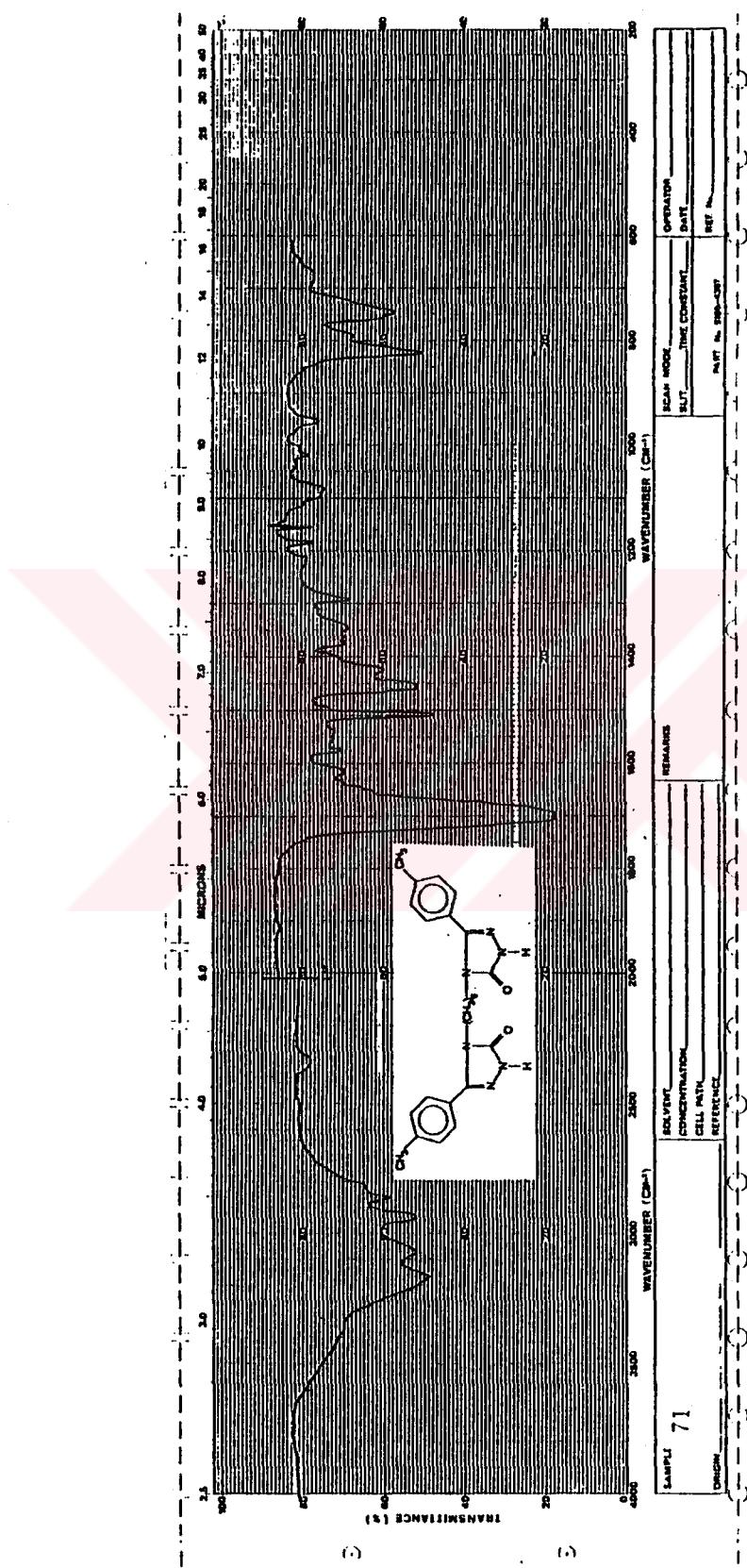


Sekil 107 : 70 bileşiginin ¹H-NMR (DMSO-d₆) spektrumu

M. DOĞU MİLLİ MÜZESİ KİMYA DAİRE

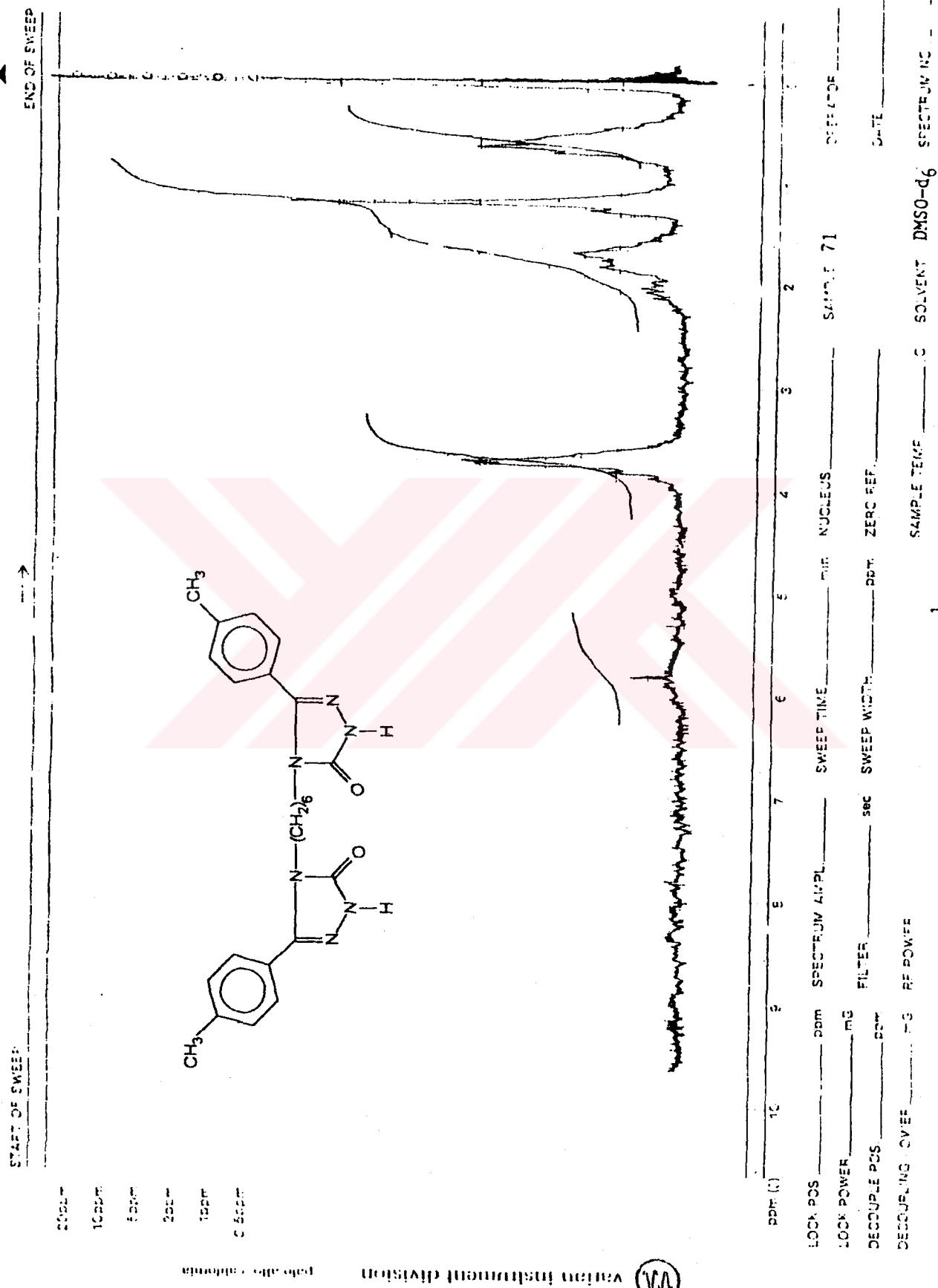


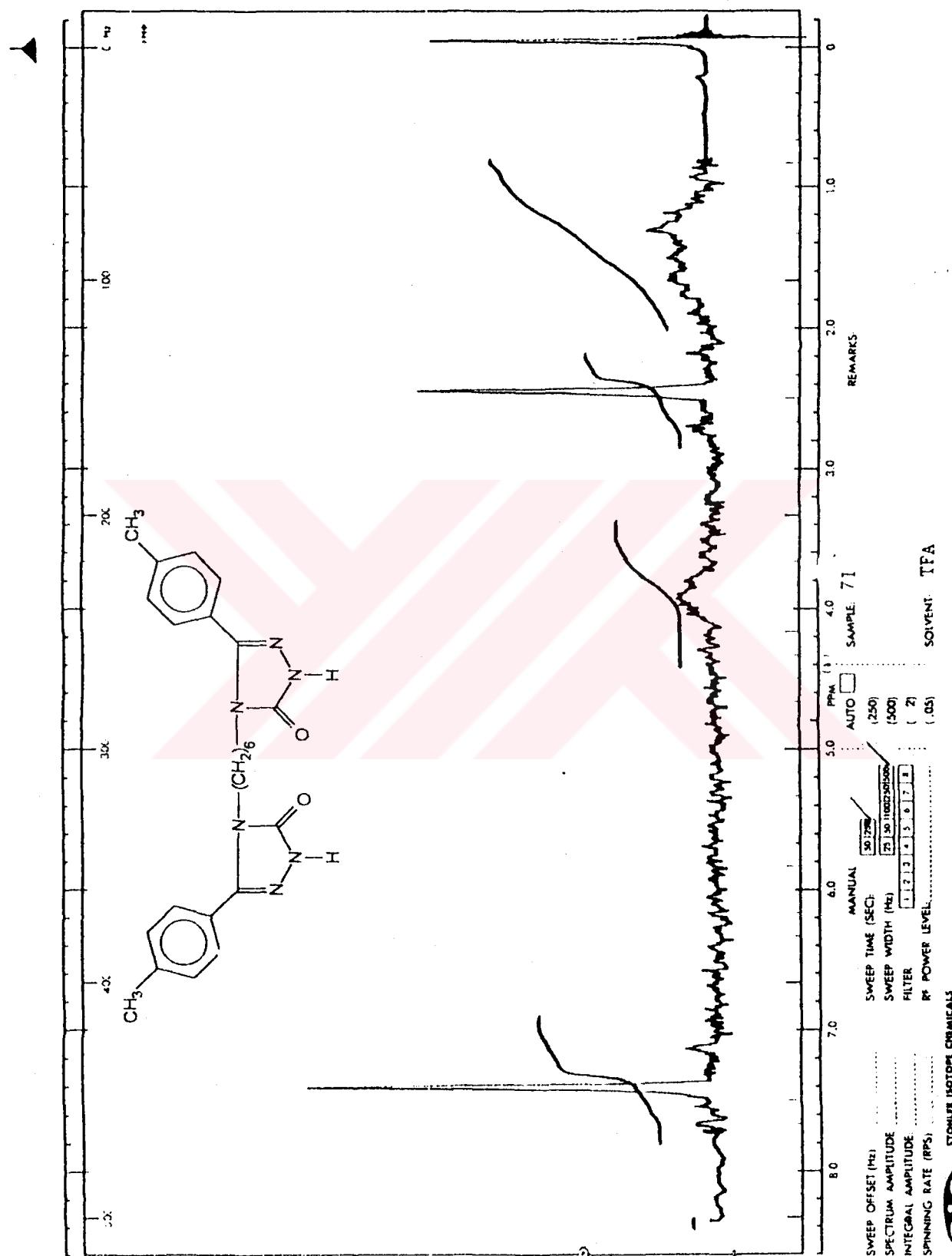
Şekil 108 : 70 bileşüğünün $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu



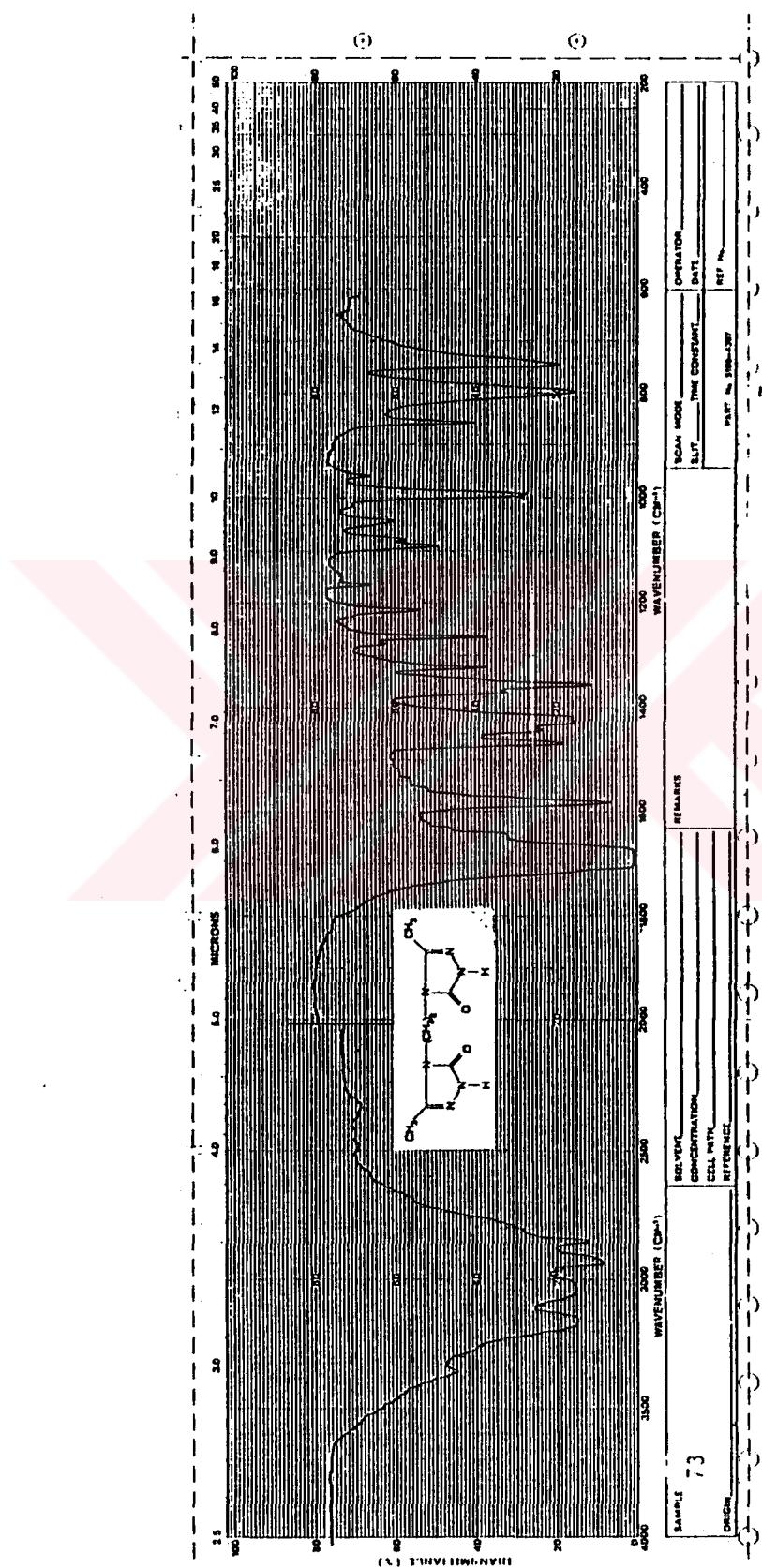
Sekil 109 : 71 bilesiginin IR spektrumu

EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER

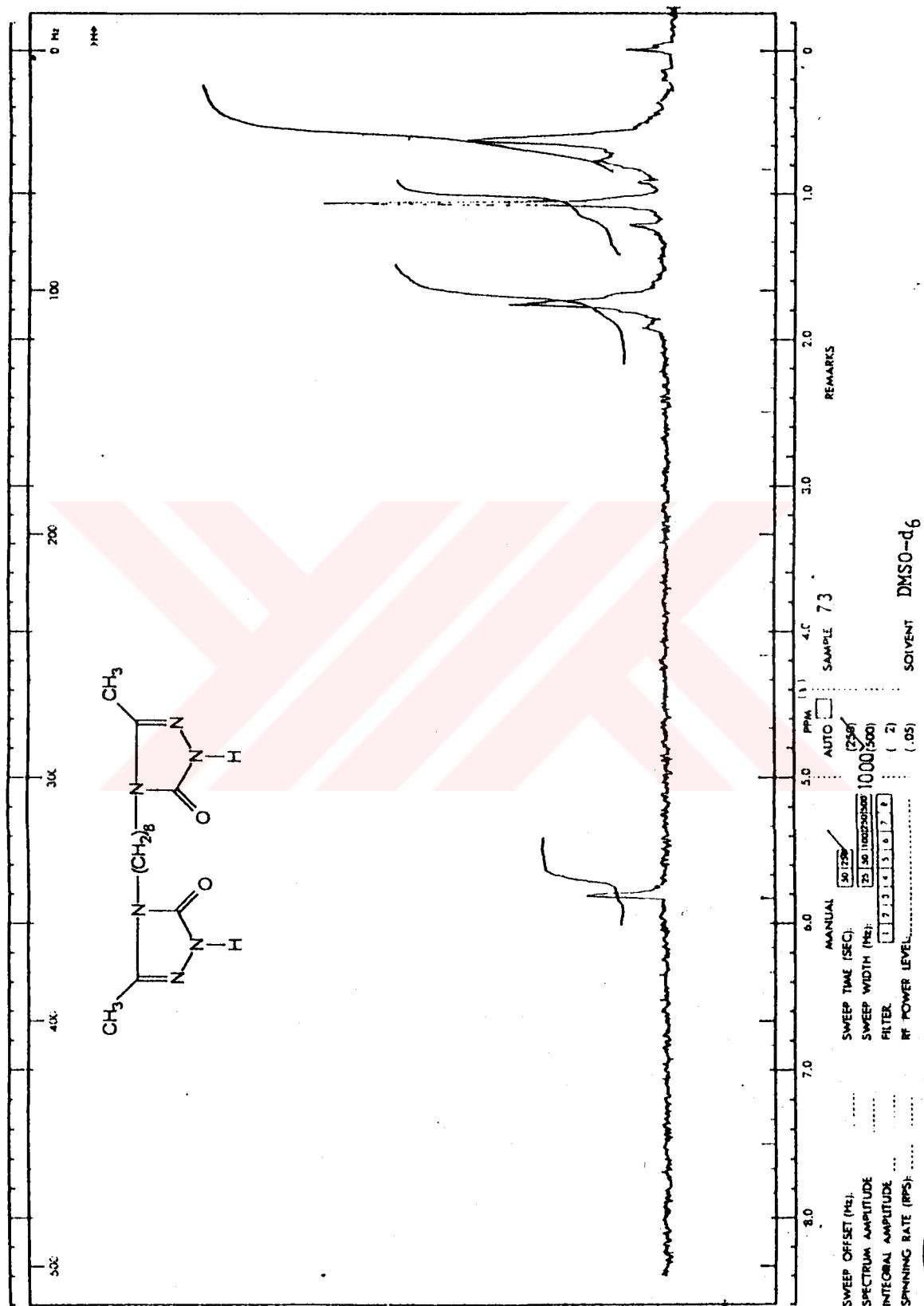
Sekil 110 : 71 bilesiginin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d_6) spektrumu



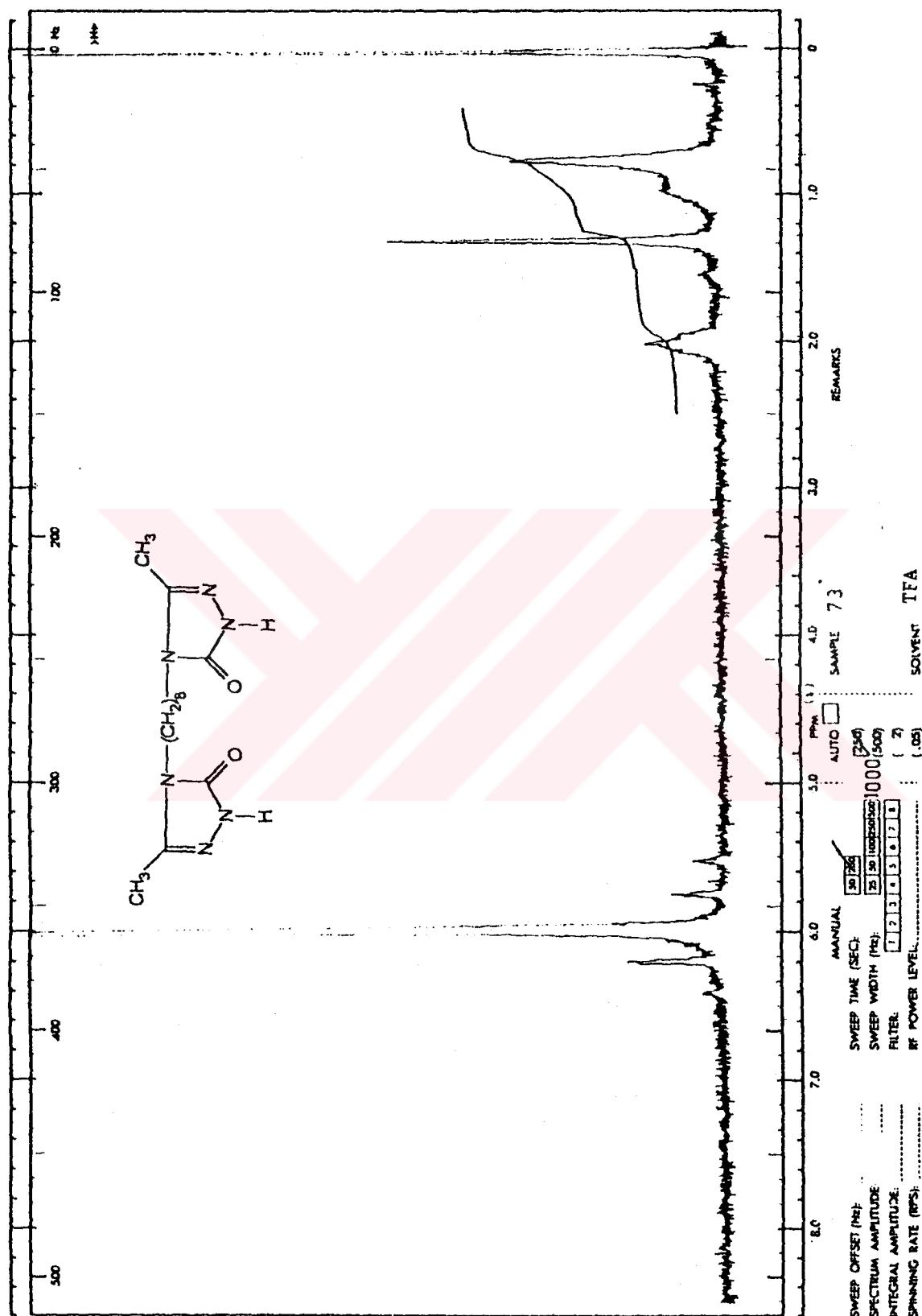
Sekil 111 : 71 bilesiginin ^1H -NMR(TFA) spektrumu



Şekil 112 : 73 bileşiginin IR spektrumu



Sekil 113 : 73 bileşiginin ¹H-NMR(DMSO-d₆) spektrumu



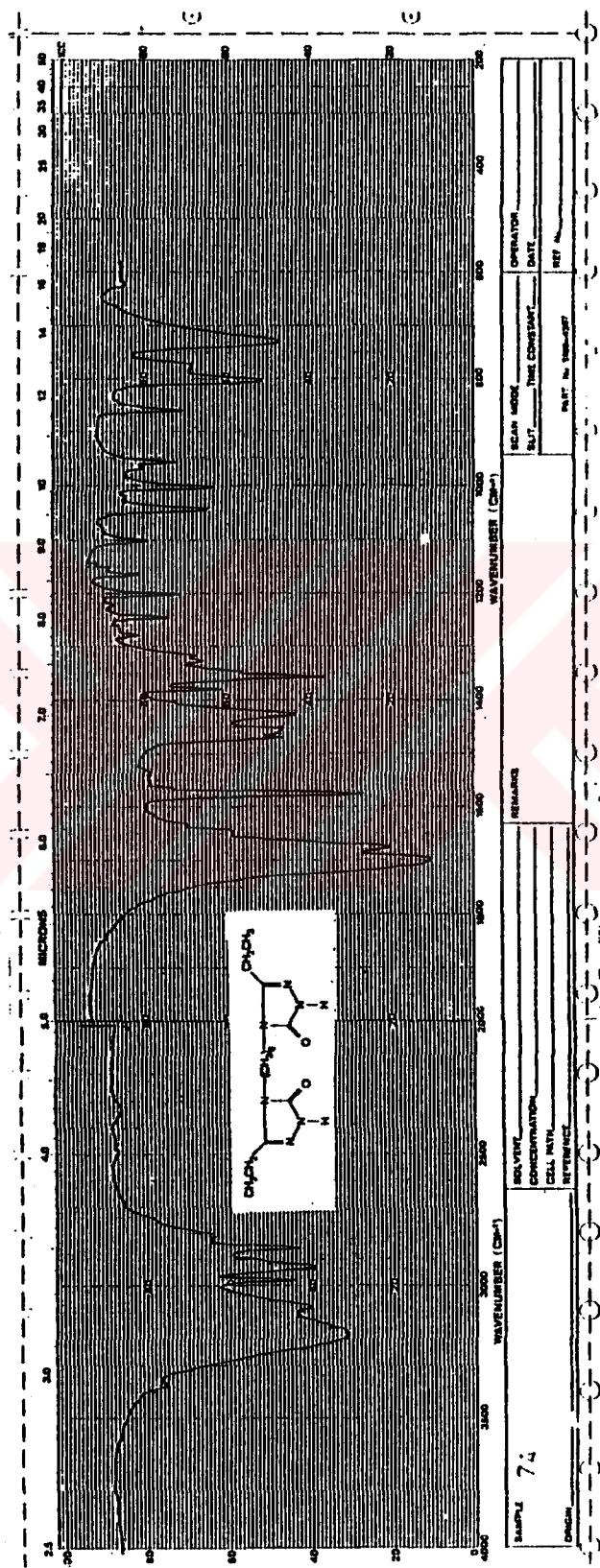
Sekil 114 : 73 bilesiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu

SWEEP OFFSET (MHz)
 SPECTRUM AMPLITUDE
 INTEGRAL AMPLITUDE
 SPINNING RATE (RPS)
 SWEEP TIME (SEC)
 SWEEP WIDTH (MHz)
 FILTER
 RF POWER LEVEL

STOLAR HOTTOP CHEMICALS

40 PINE ST., WALTHAM, MASS. 02254, U.S.A.
TELEGRAMS: CHEM-4200, WATCHEL, BOSTON,
MASS. 02254. CABLE ADDRESS: CHEM-4200, BOSTON.

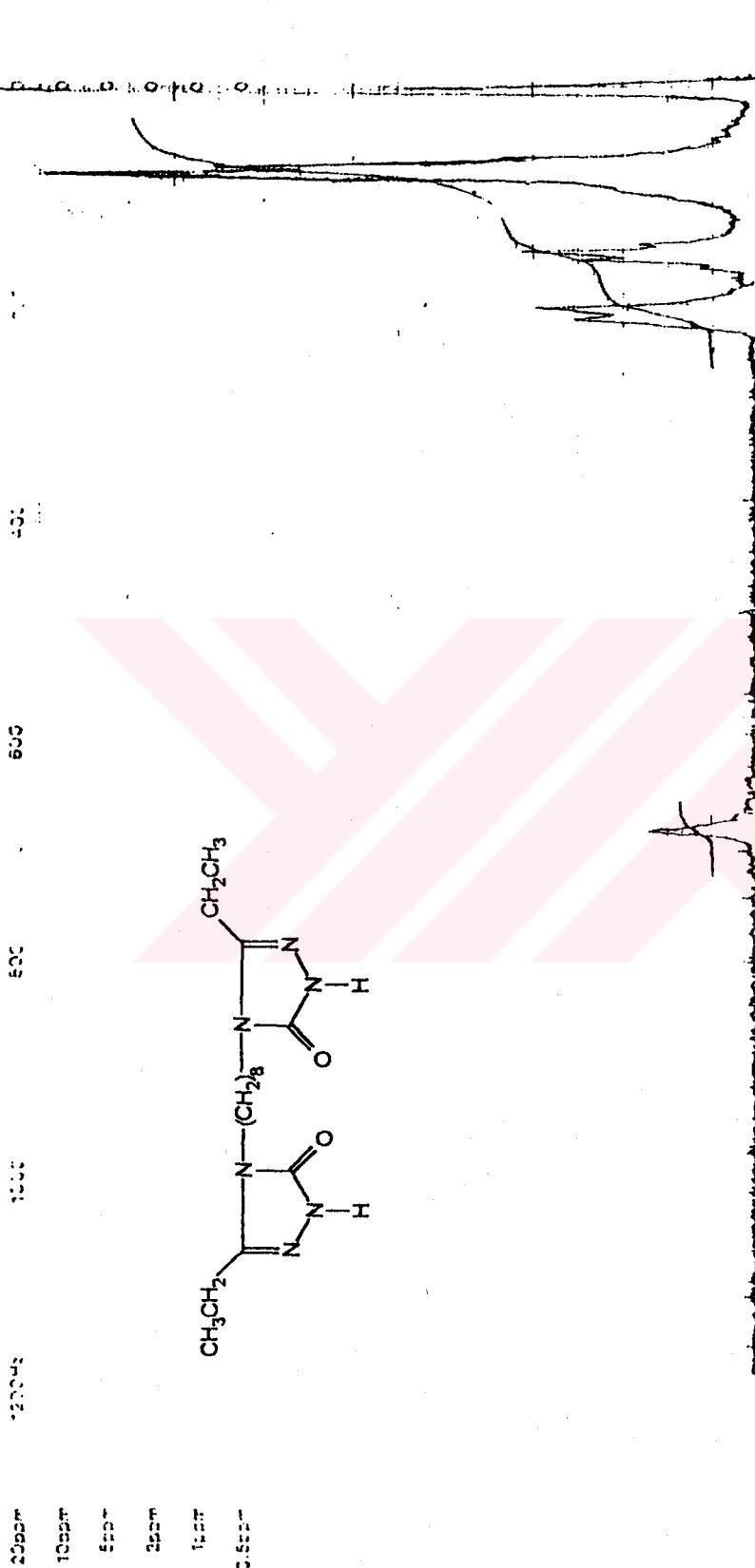




Şekil 115 : 74 bileşığının IR spektrumu

EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER

START OF SWEEP → END OF SWEEP ←

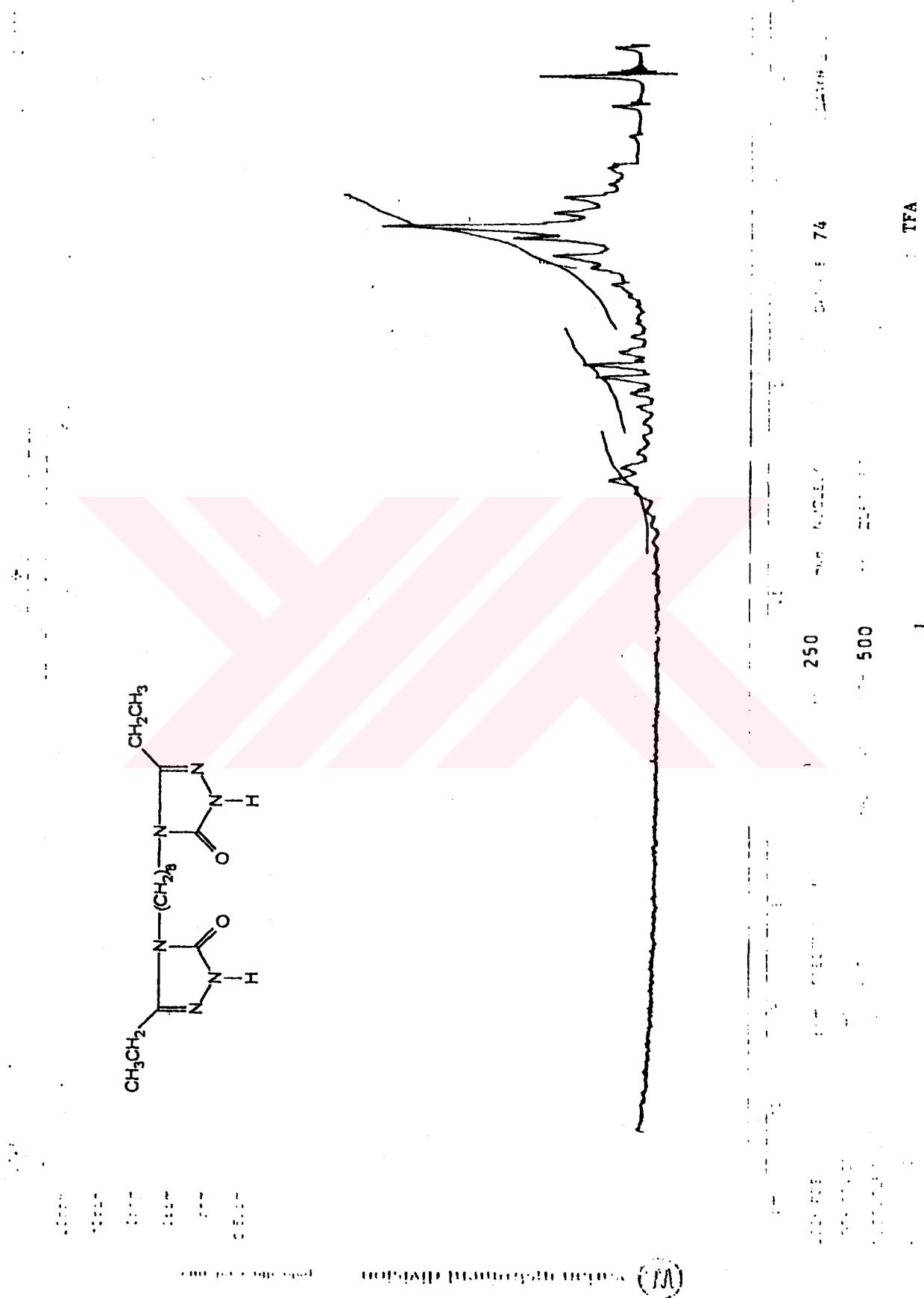


VARIAN INSTRUMENTATION DIVISION 

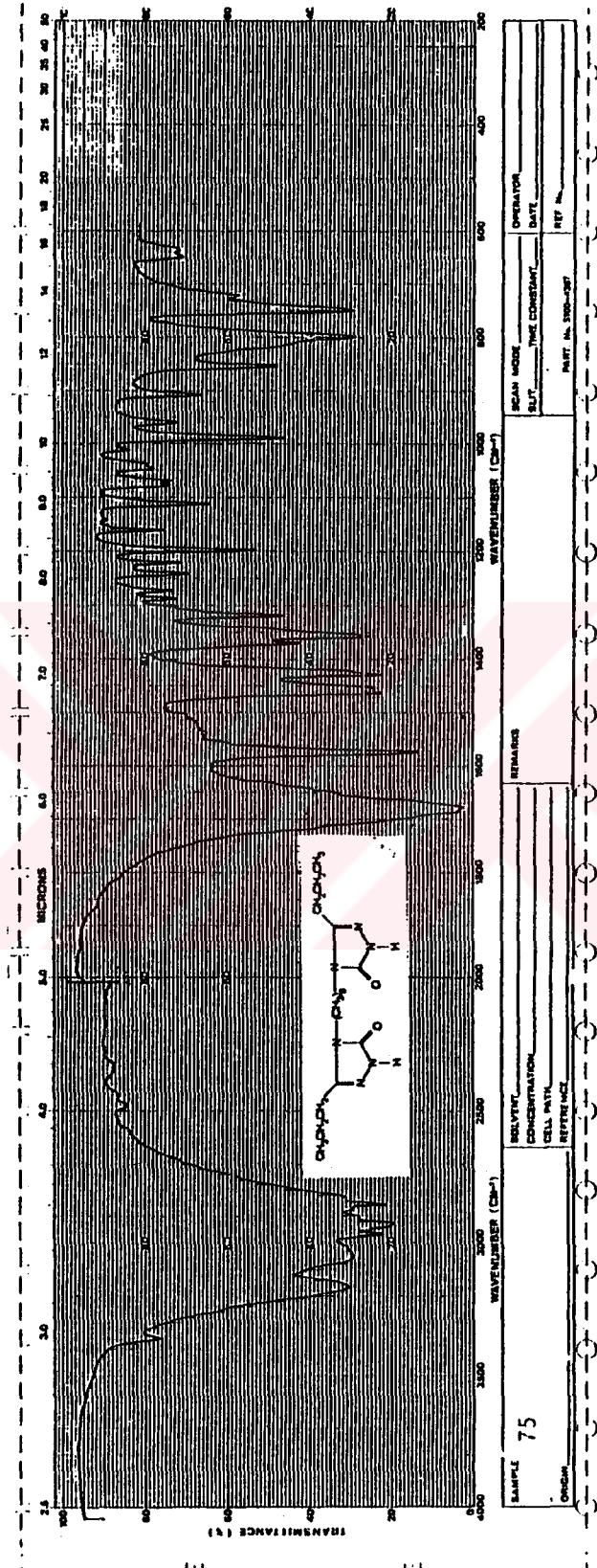
SCANNING POS.	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1	C							
LOCK POS.	ppm										SPECTRUM AMPL.	SWEET TIME	250 ✓ min	NUCLEUS	54.4	74	OPERATOR	
LOCK POWER	mG										FILTER	SWEET WIDTH	1000 ✓ ppm	ZERO REF.	DATE			
DECOPPLE POS.	ppm										DECOUPLING POWER	mG			SOLVENT	DMSO-d ₆	SPECTRUM NO.	

Sekil 116 : 74 bilesiginin ¹H-NMR(DMSO-d₆) spektrumu

EM-360 60 MHz NMR SİGORTAMETRİ



Sekil 117 : 74 bileşiginin ^1H -NMR(TFA) spektrumu

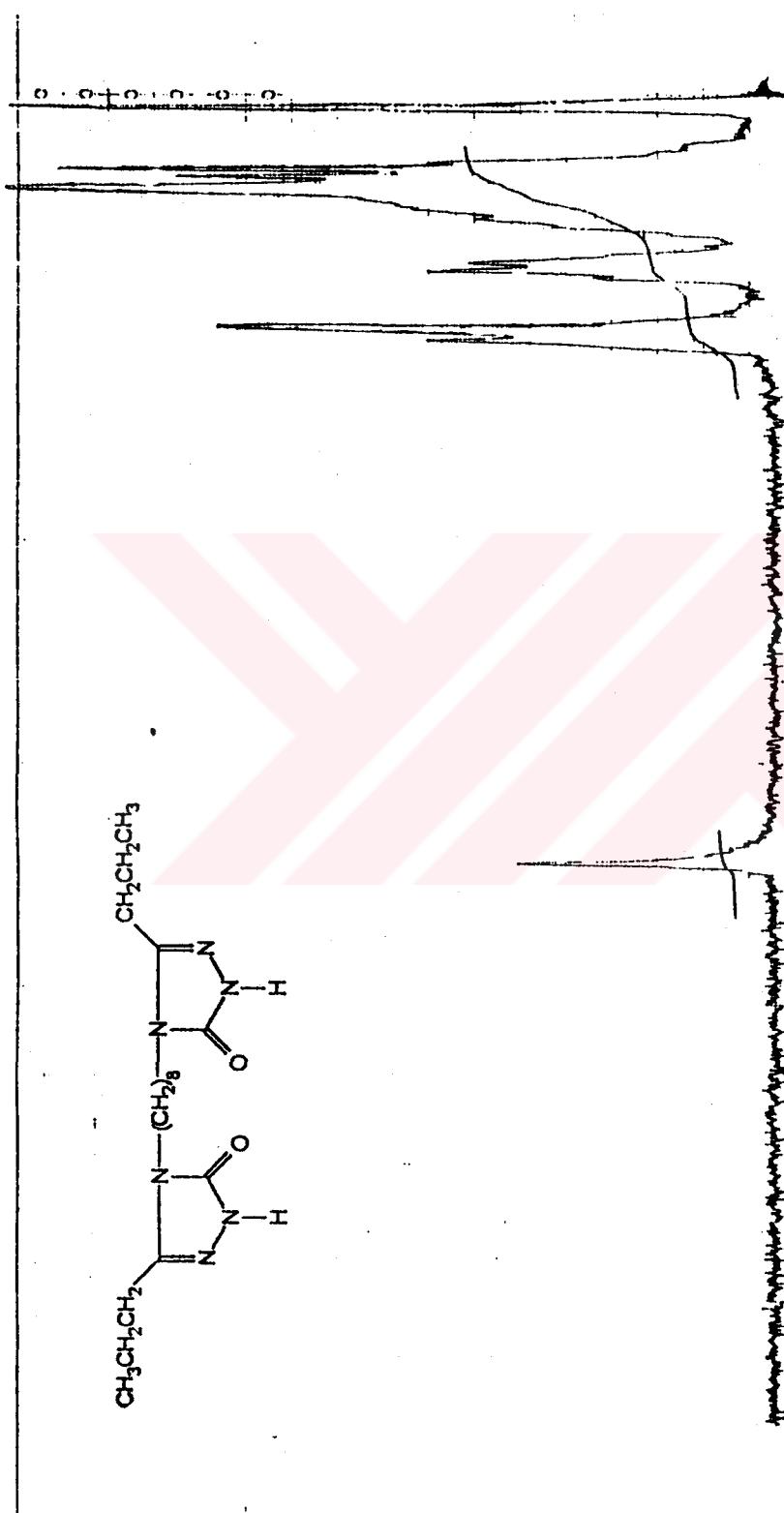
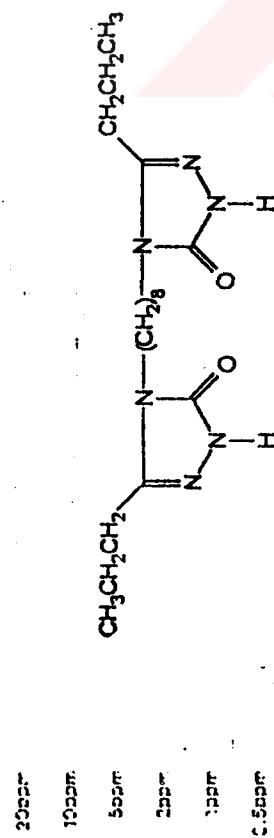


Şekil 118 : 75 bileşiginin IR spektrumu

EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER

END OF SWEEP

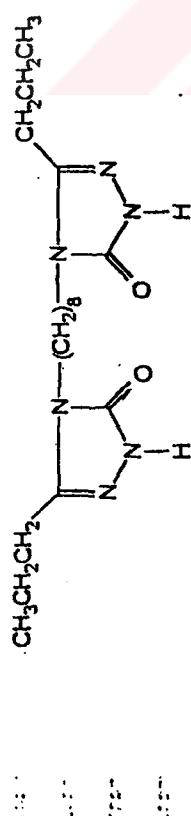
START OF SWEEP



LOCK POS. _____	SPECTRUM AMPL. _____	SWEET TIME 250 ✓ min	NUCLEUS _____	SAMPLE 75
LOCK POWER _____ mG	FILTER _____	SWEET WIDTH 1000 ✓ sec	ZERO REF. _____	DATE _____
DECUPLE POS. _____ ppm	DECUPLE POWER _____ mG	DECUPLE WIDTH 1000 ✓ sec	DECUPLE REF. _____	SOLVENT: DMSO-d ₆ SPECTRUM NO. _____

Şekil 119 : 75 bilesiginin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d₆) spektrumu

100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 MHz NMR SPECTRUM

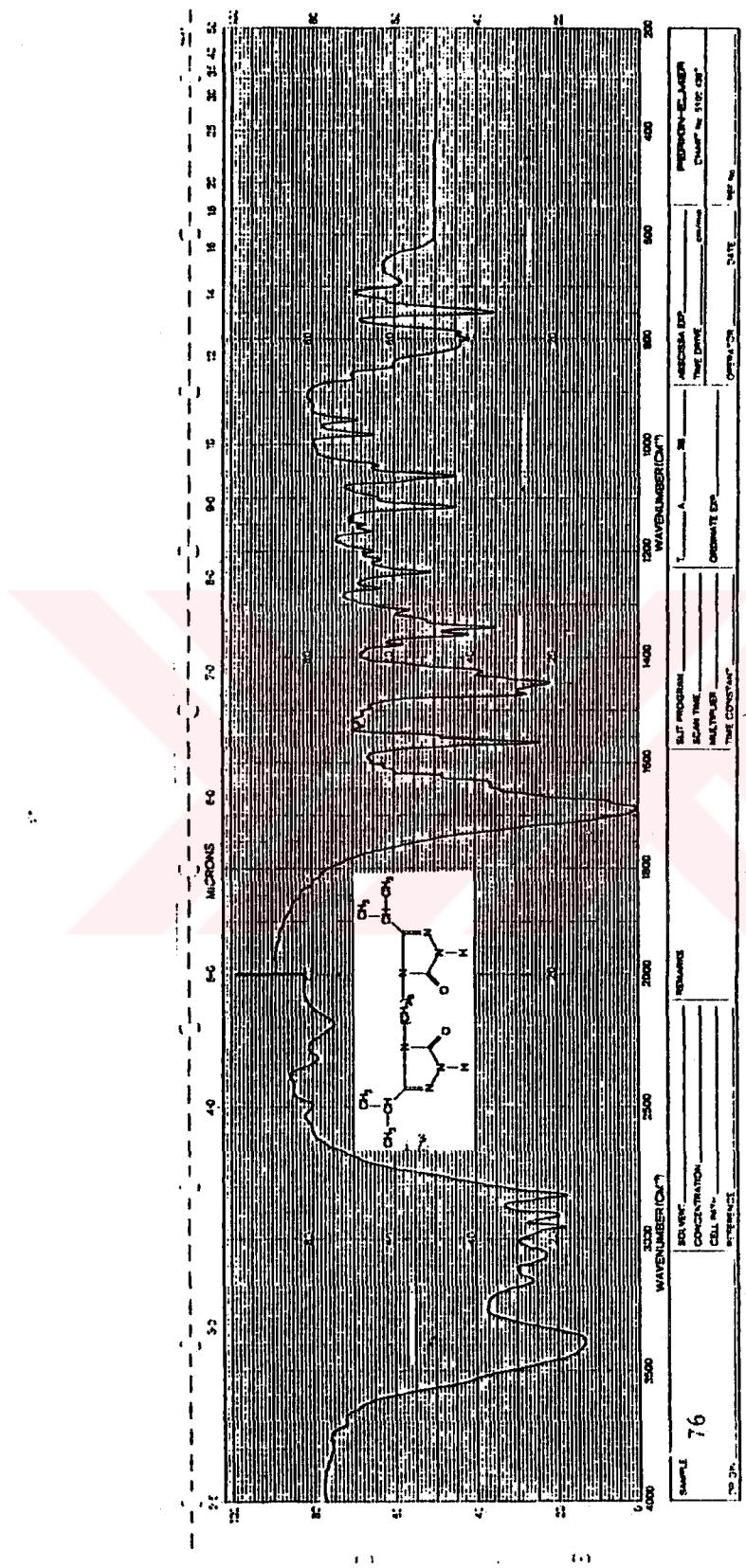


WATER IN SOLVENT DILUTION

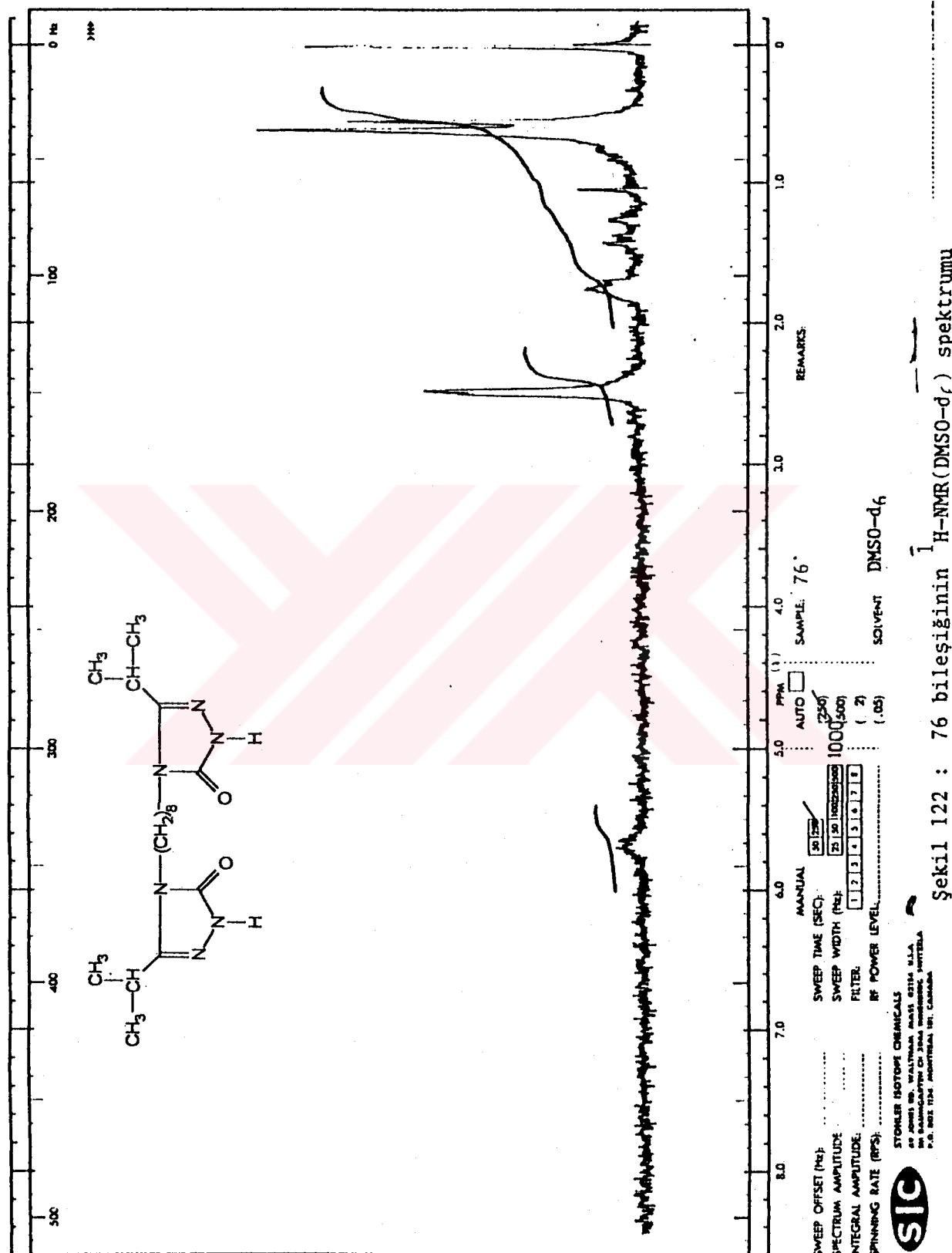
WATER IN SOLVENT DILUTION

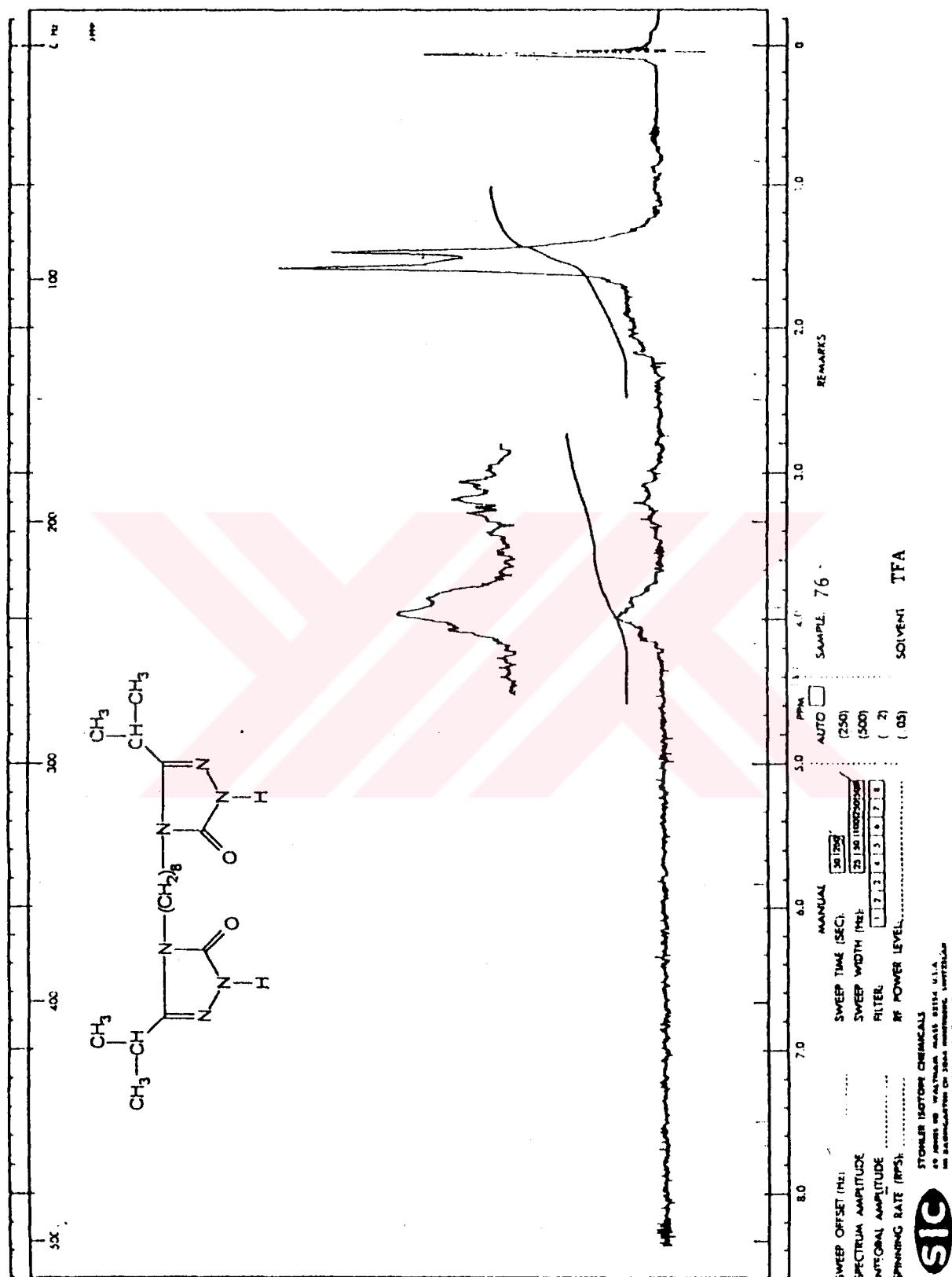
(A)

Şekil 120 : 75 bileşiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu

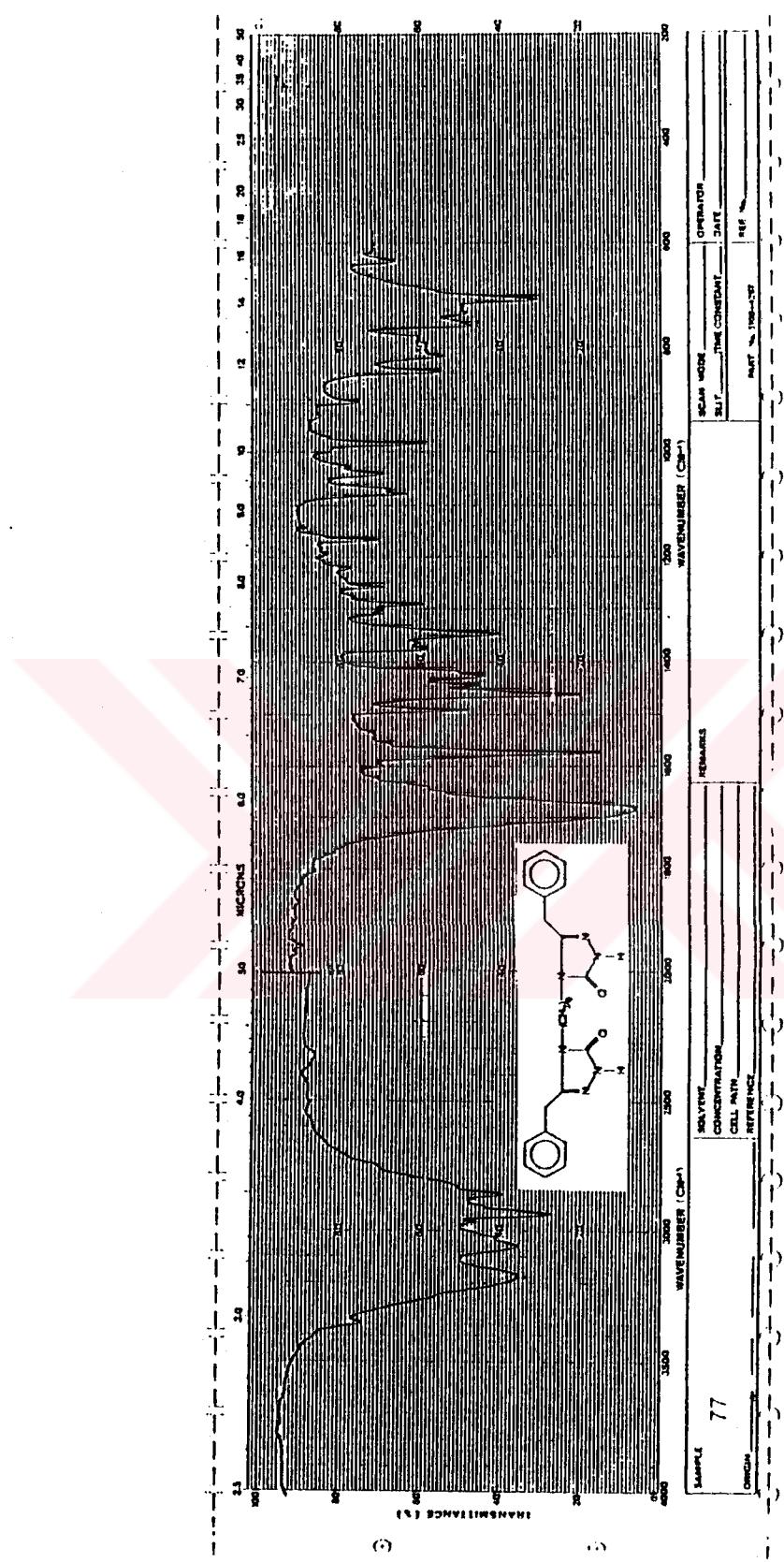


Şekil 121 : 76 bileşiginin IR spektrumu



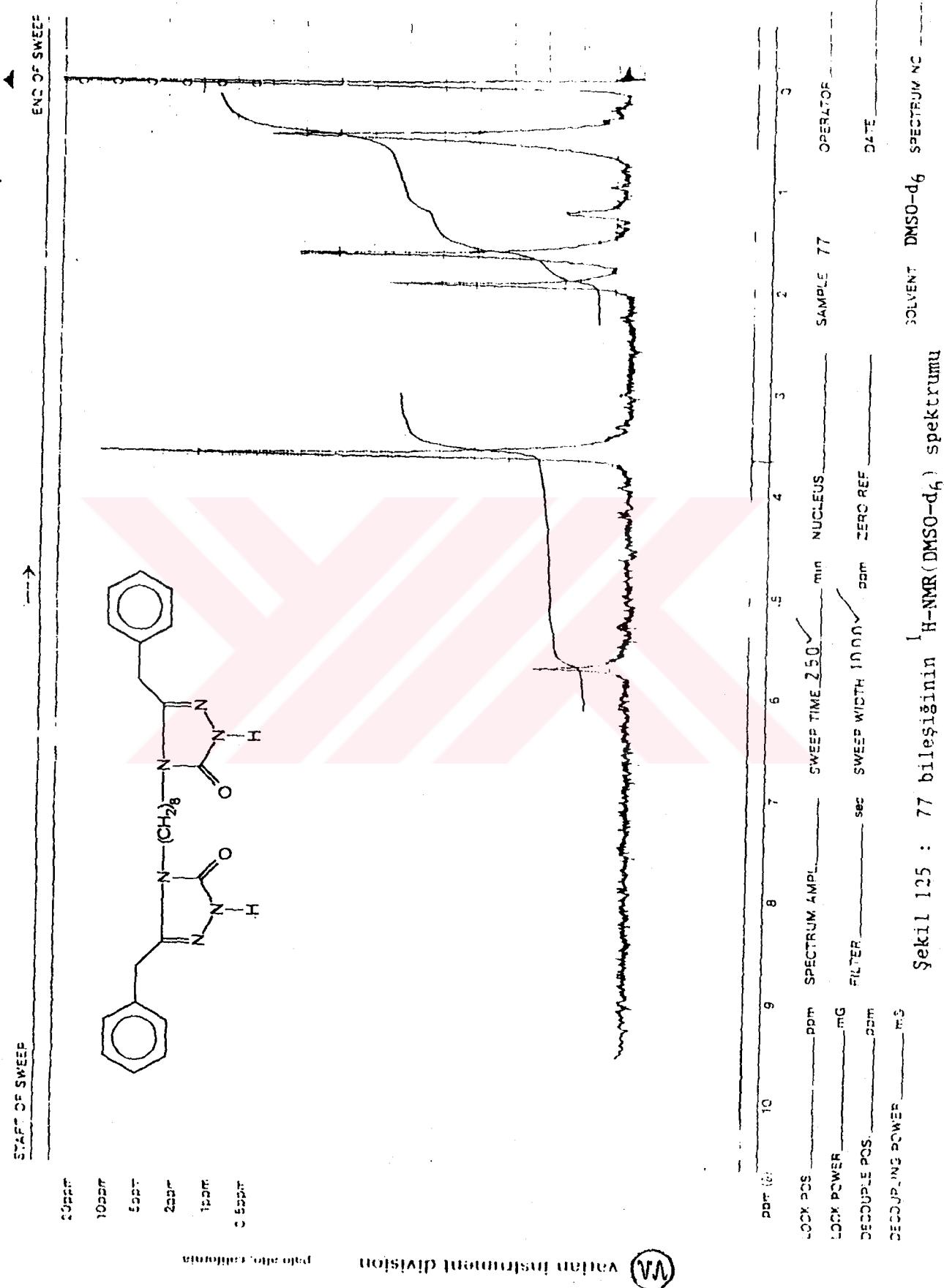


Sekil 123 : 76 bilesiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu



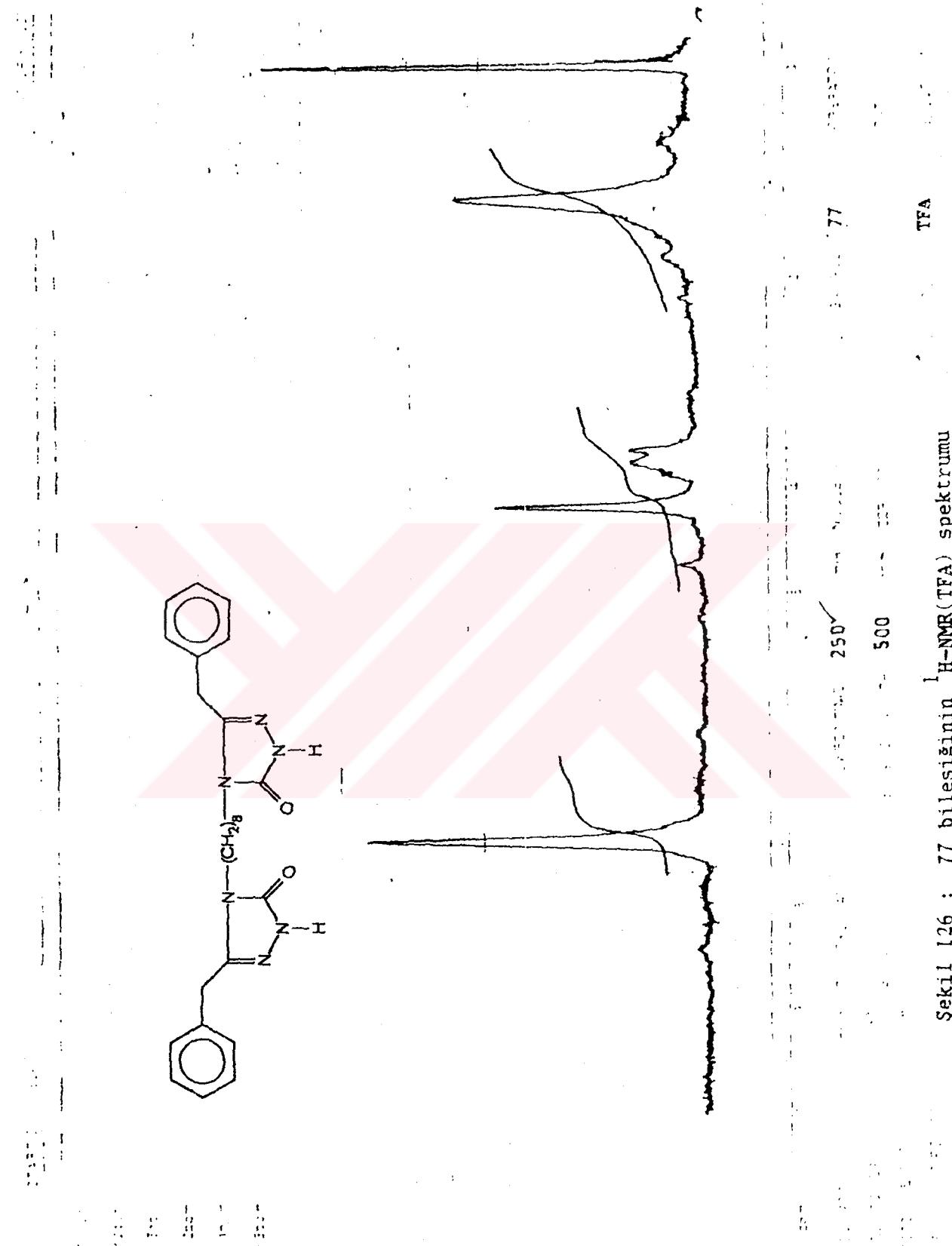
Sekil 124 : 77 bileşisinin IR spektrumu

EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER



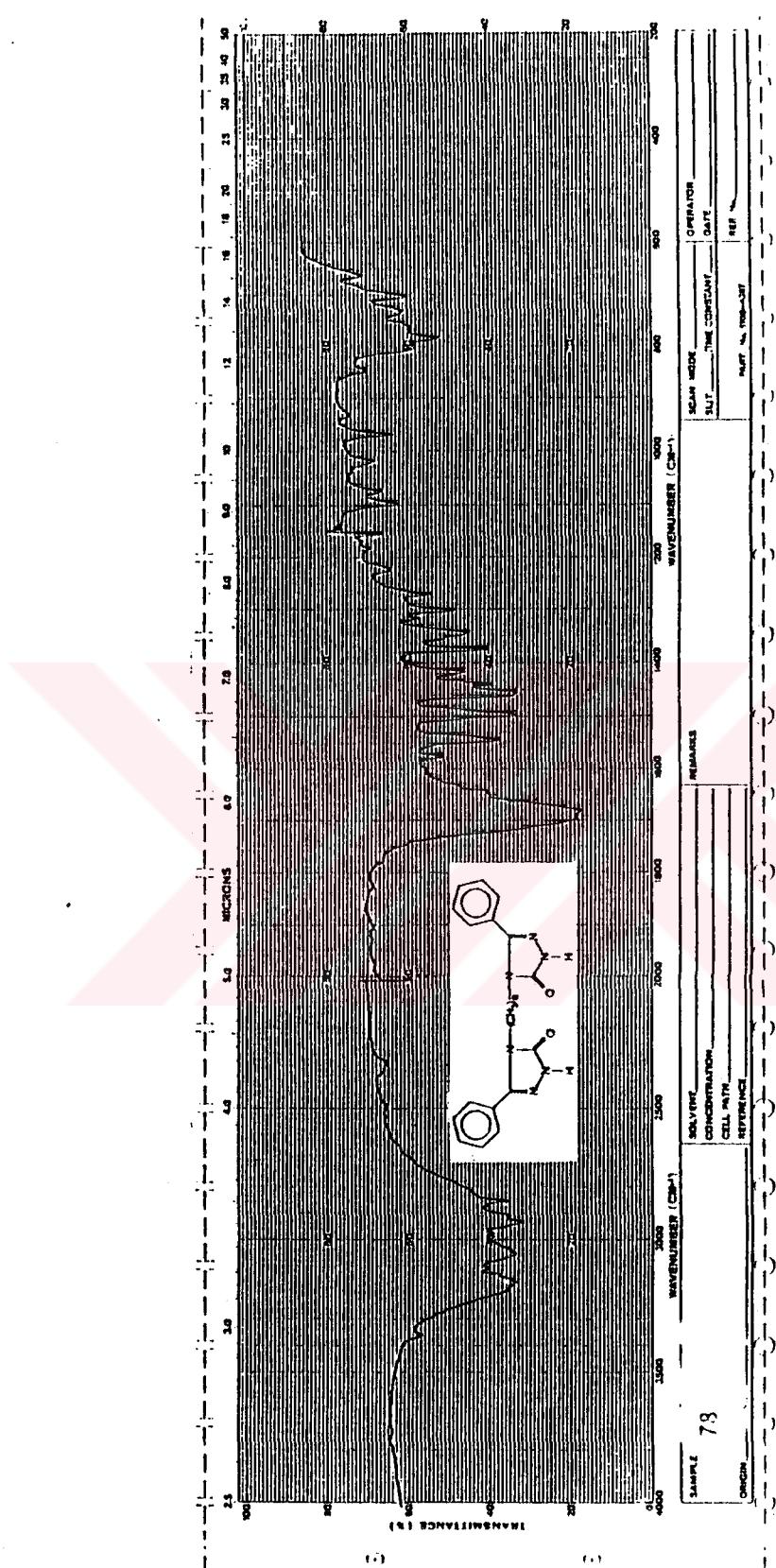
Şekil 125 : 77 bileşiginin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO- d_6) spektrumu

HÜSEYİN TÜRK HÜSEYİN ÖZ DEMİR



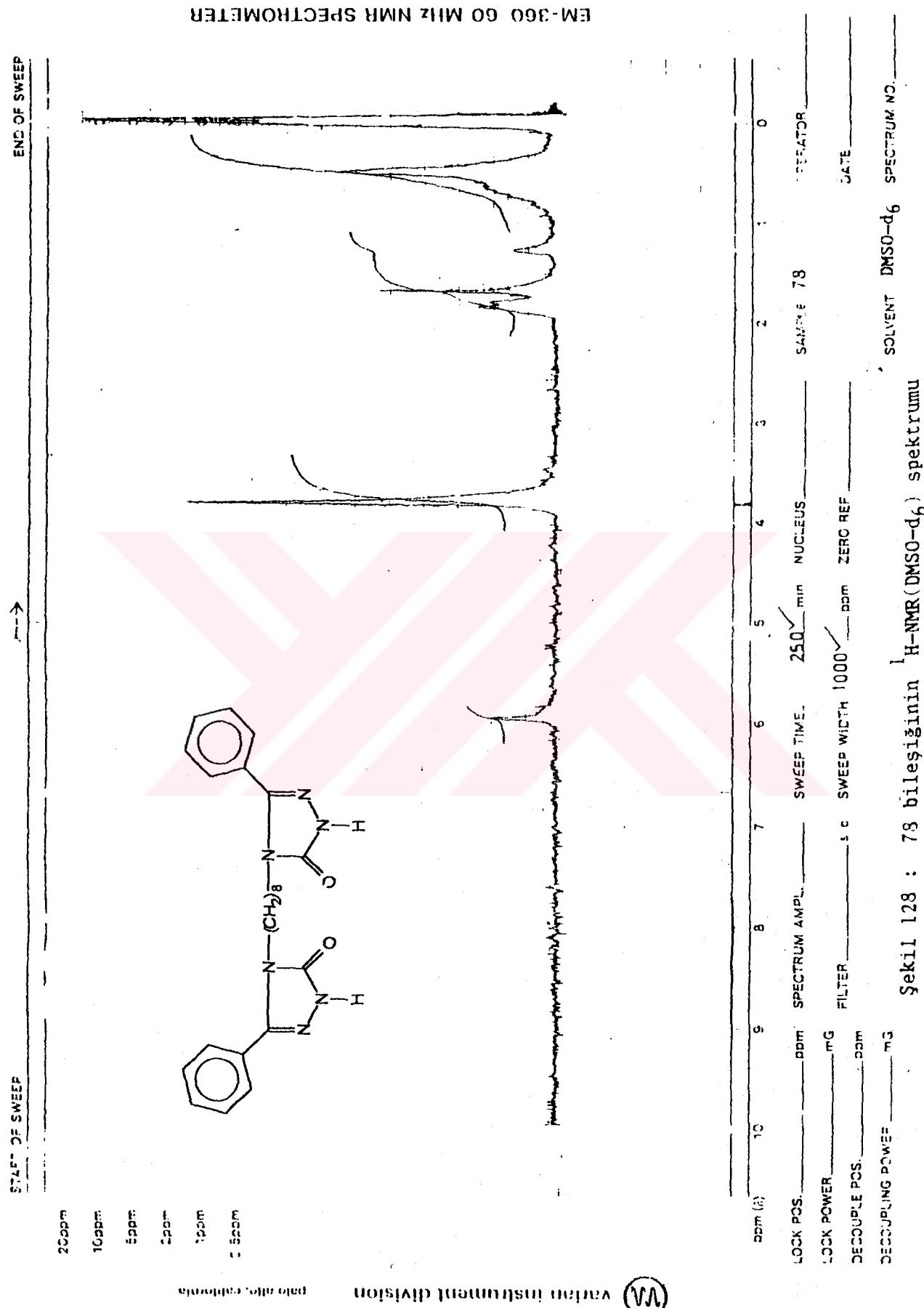
Sekil 126 : 77 bileşüğünün $^1\text{H-NMR}(\text{TFA})$ spektrumu

VAKUUM İNDİRİMİ İLE İNDİRİLMİŞ DİVİSİON (VA)



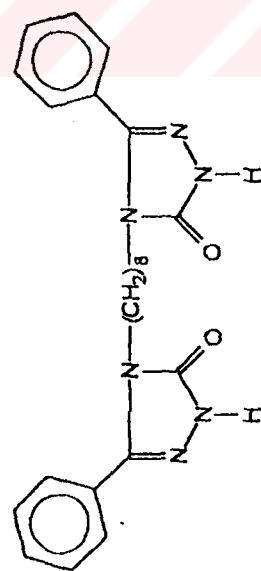
Sekil 127 : 78 bileşiginin IR spektrumu

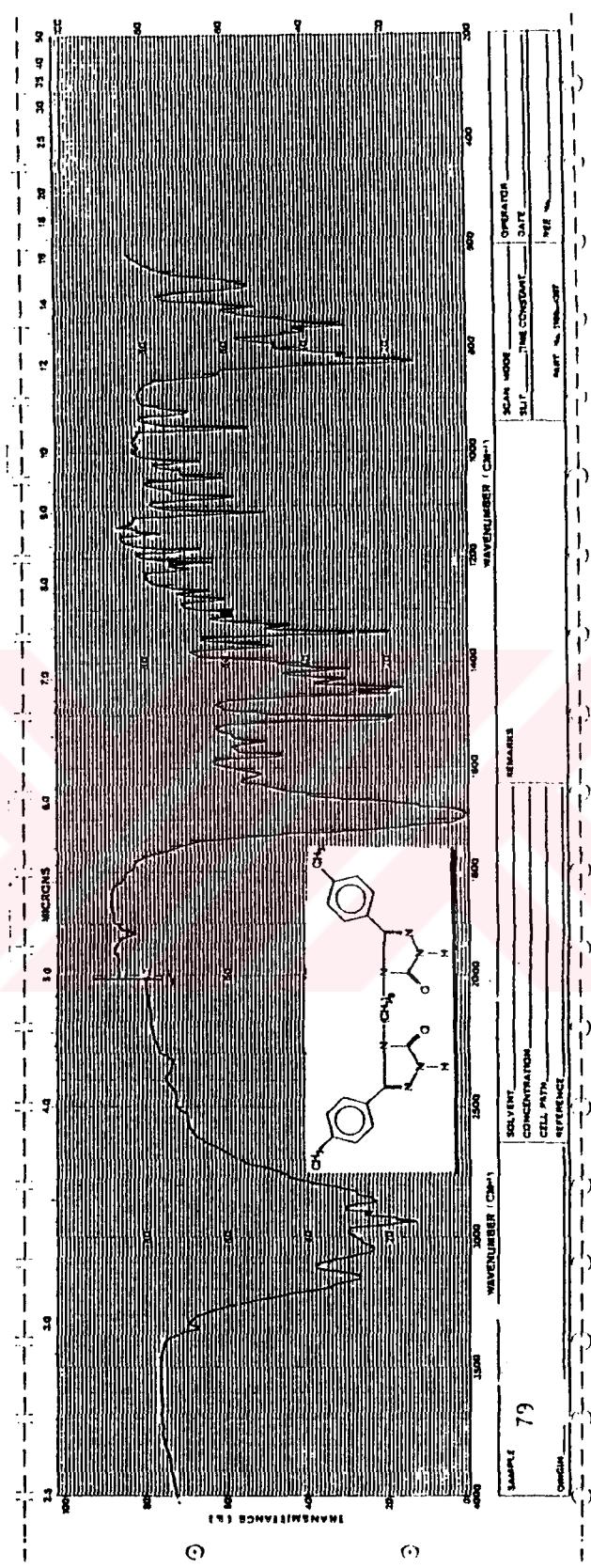
EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER



Sekil 128 : 78 bilesiginin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d_6) spektrumu

14.300 60 MHz NMR SPLECHOMELI





Sekil 130 : 79 bilesiğinin IR spektrumu

1-M-360 60 MHz NMR SPECTROMETER

START OF SWEEP

END OF SWEEP

2025m

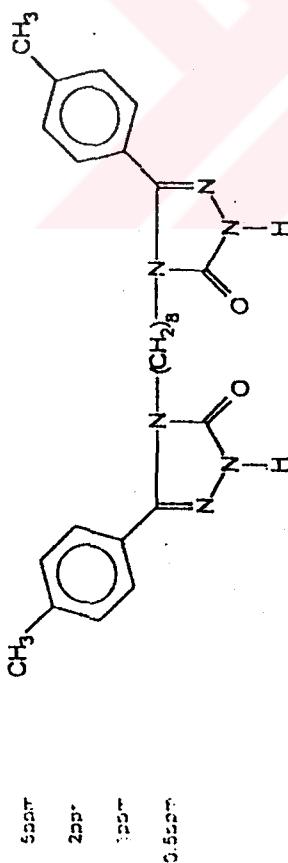
1025m

525m

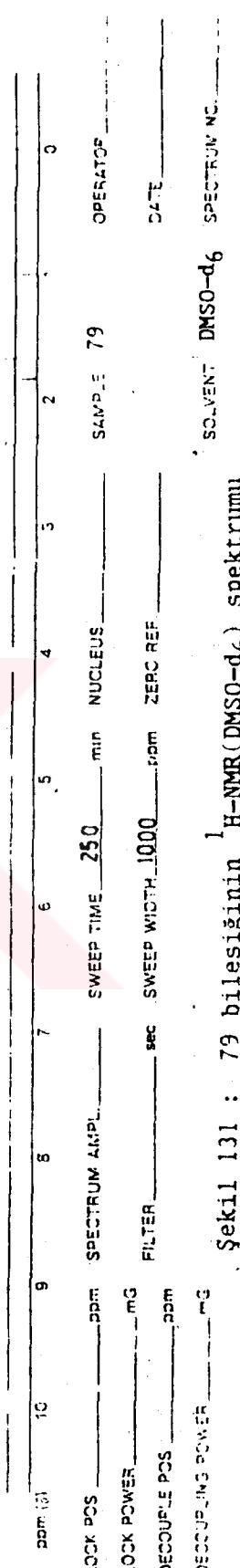
225m

125m

0.525m



Varian instrument division • Palo Alto, California

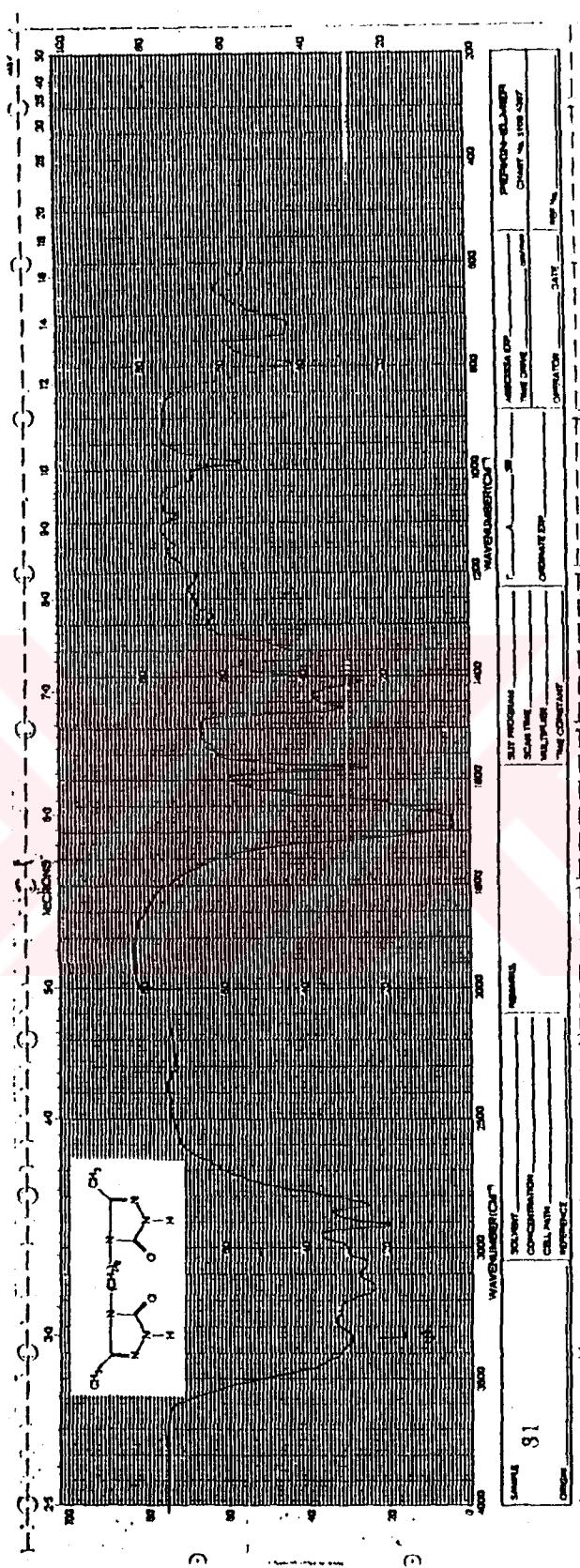


Sekil 131 : 79 bilesigininin ¹H-NMR (DMSO-d₆) spektrumu

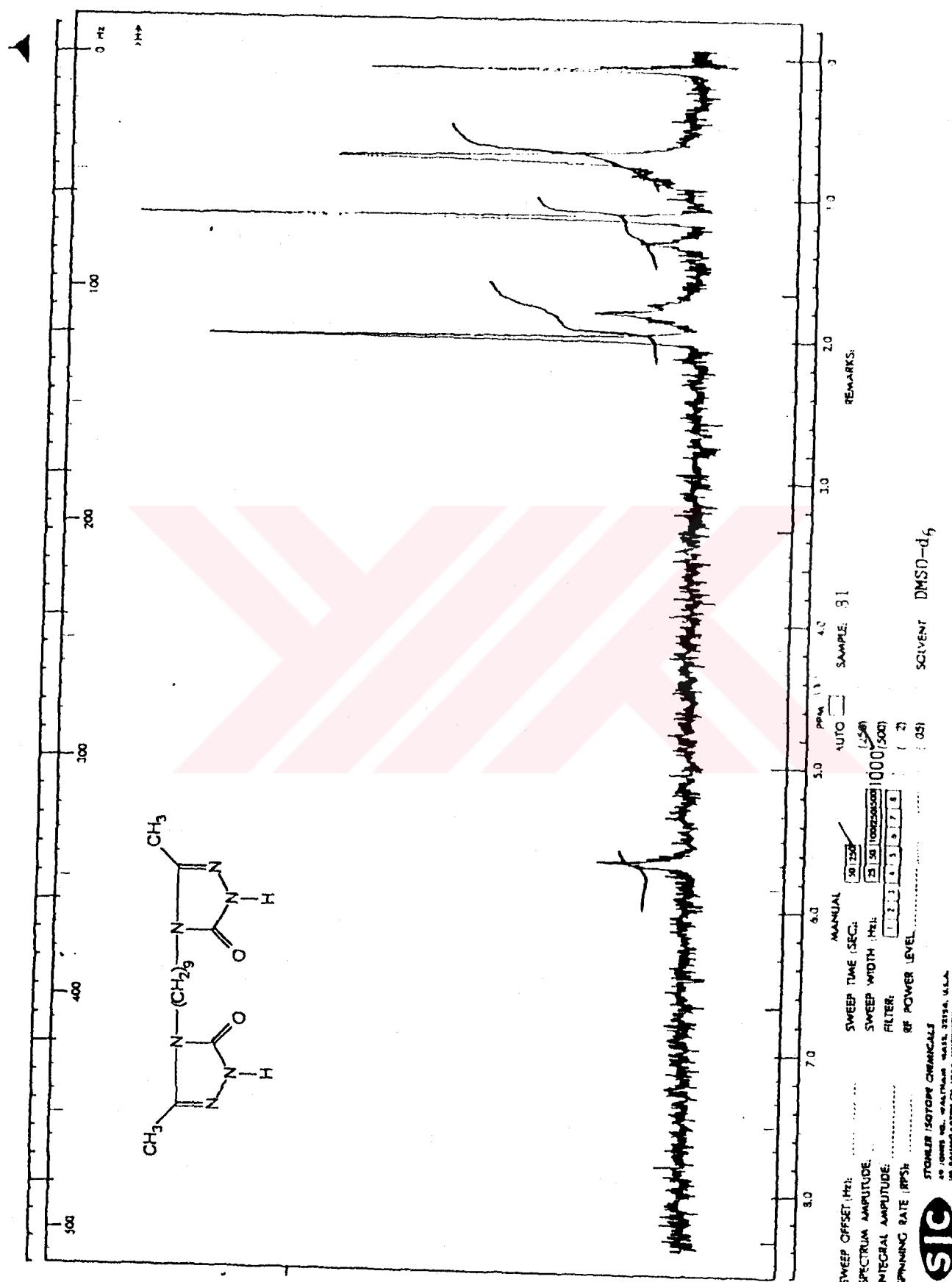


Sekil 132 : 79 bileşüğünün $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu

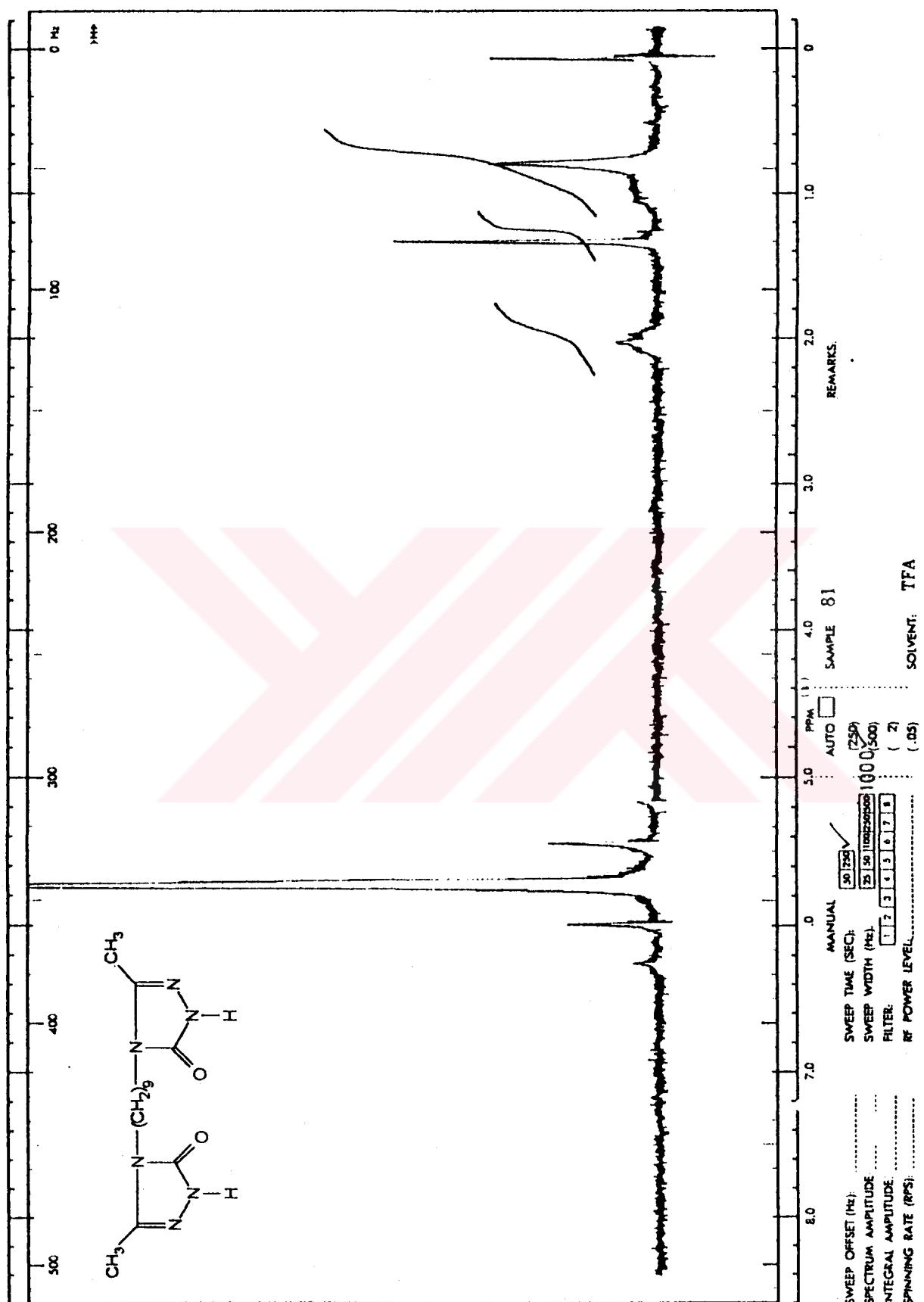
TFA



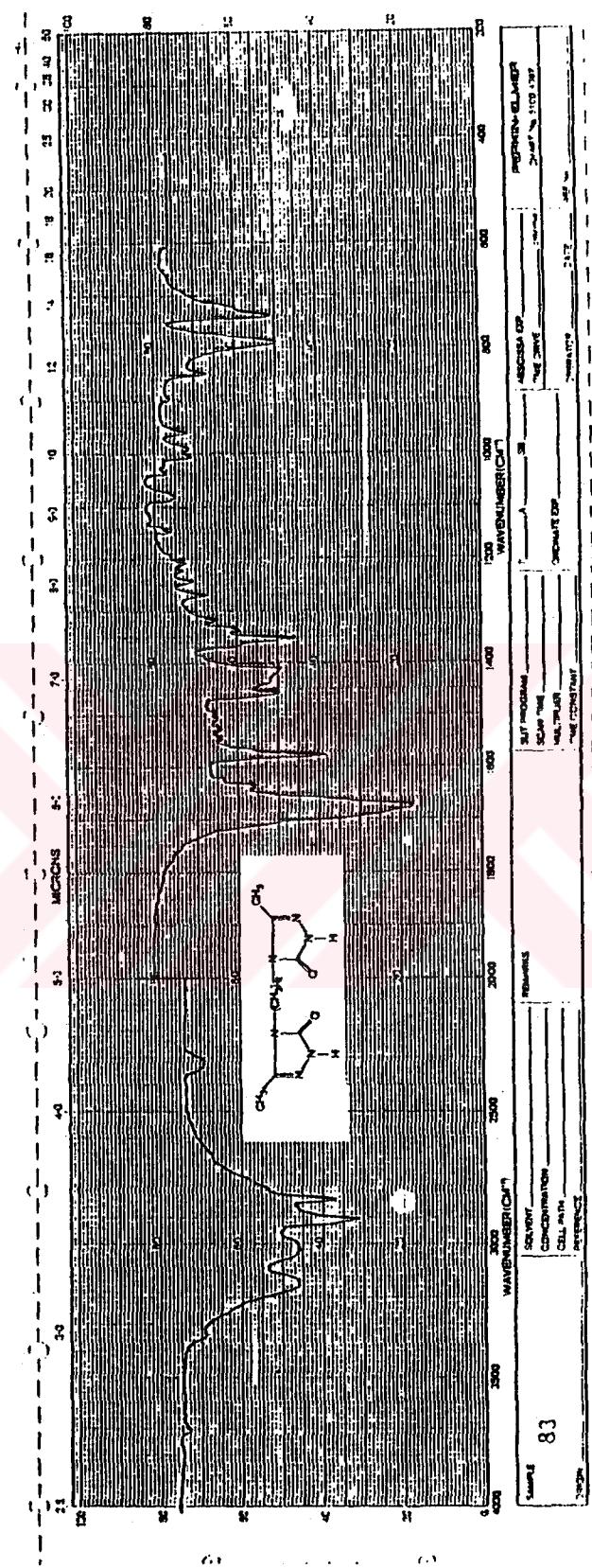
Şekil 133 : S1 bileşliğinin IR spektrumu



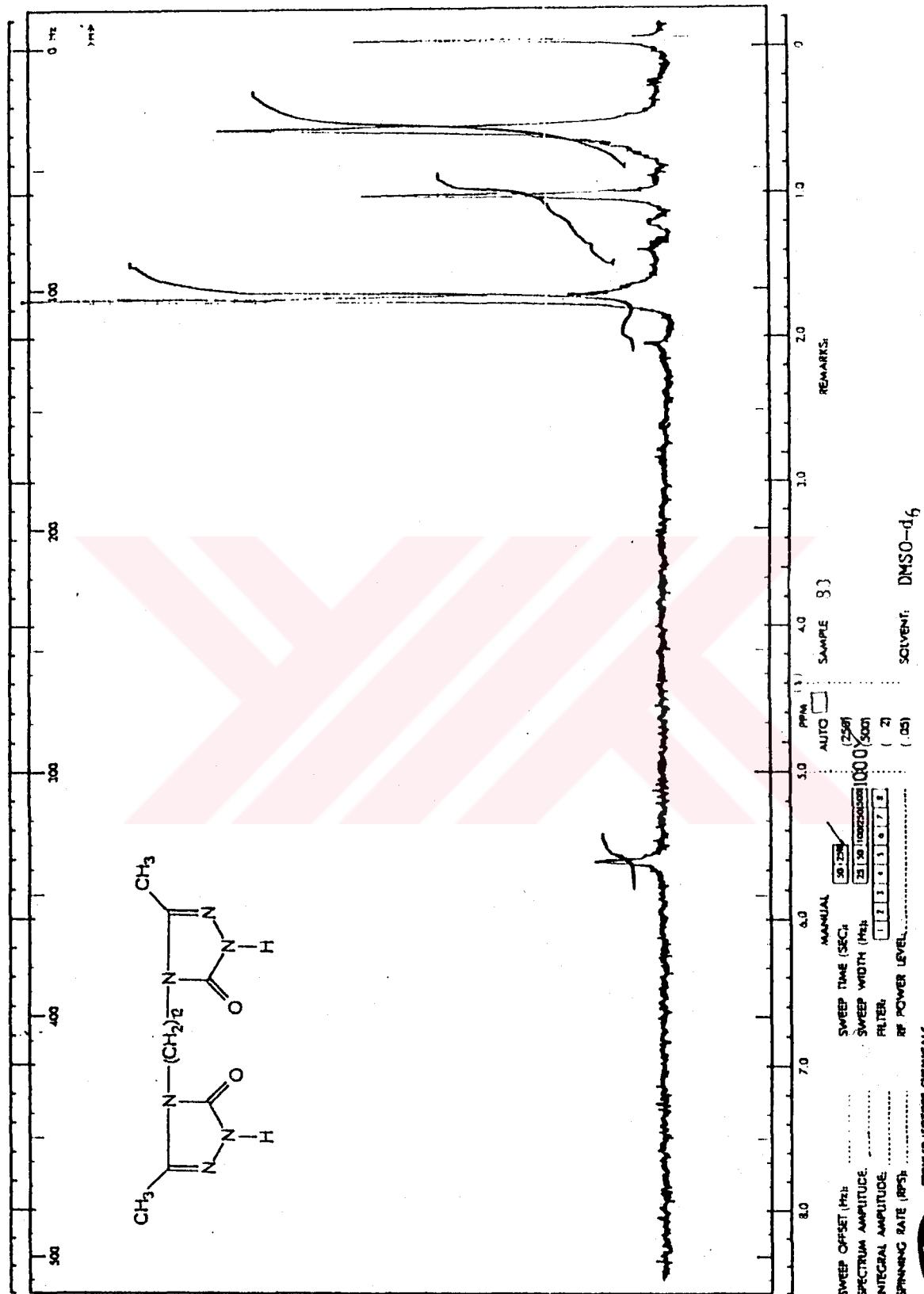
Şekil 14 : 31 bilesiginin $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO}-\text{d}_6)$ spektrumu



Sekil 135 : 81 bilesigininin ^1H -NMR(TFA) spektrumu

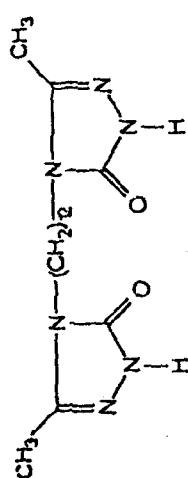
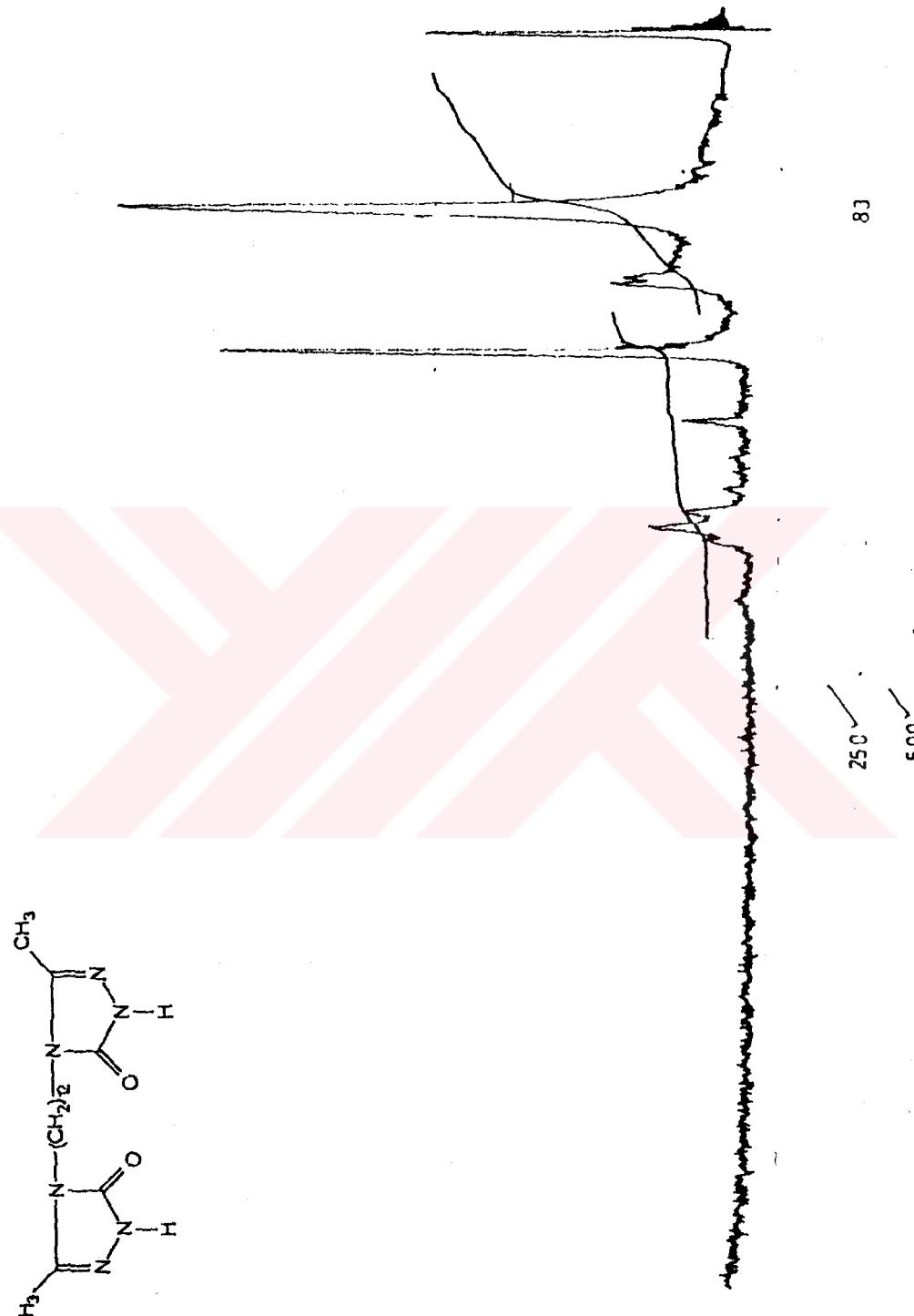


Sekil 136 : 83 bilesiğinin IR spektrumu



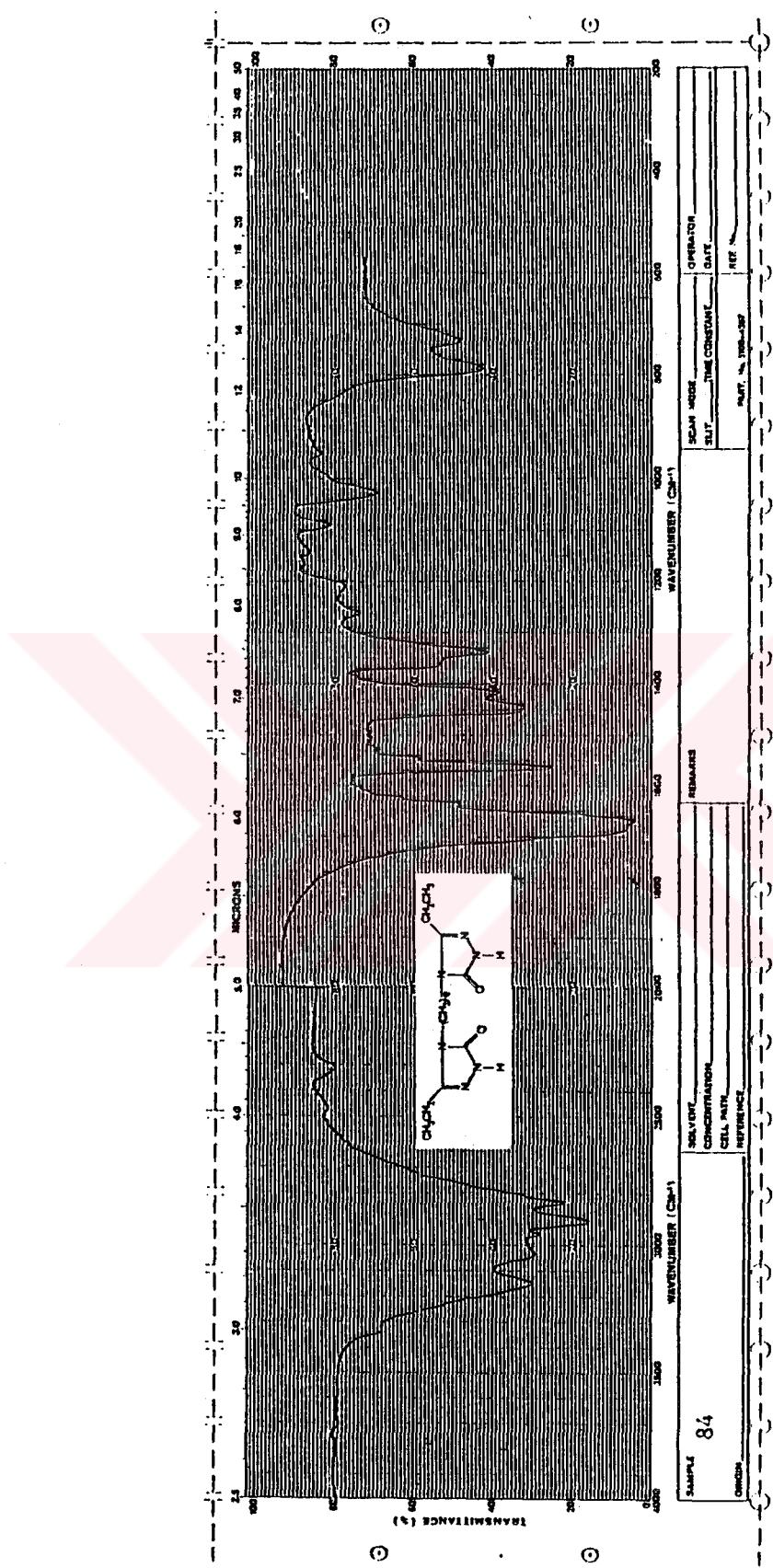
Sekil 137 : 83 bilesiğinin $^1\text{H-NMR}$ ($\text{DMSO}-d_6$) spektrumu

III. İLKELİ KEMİKALİYEL DİLEKÇE (Sekil 138)

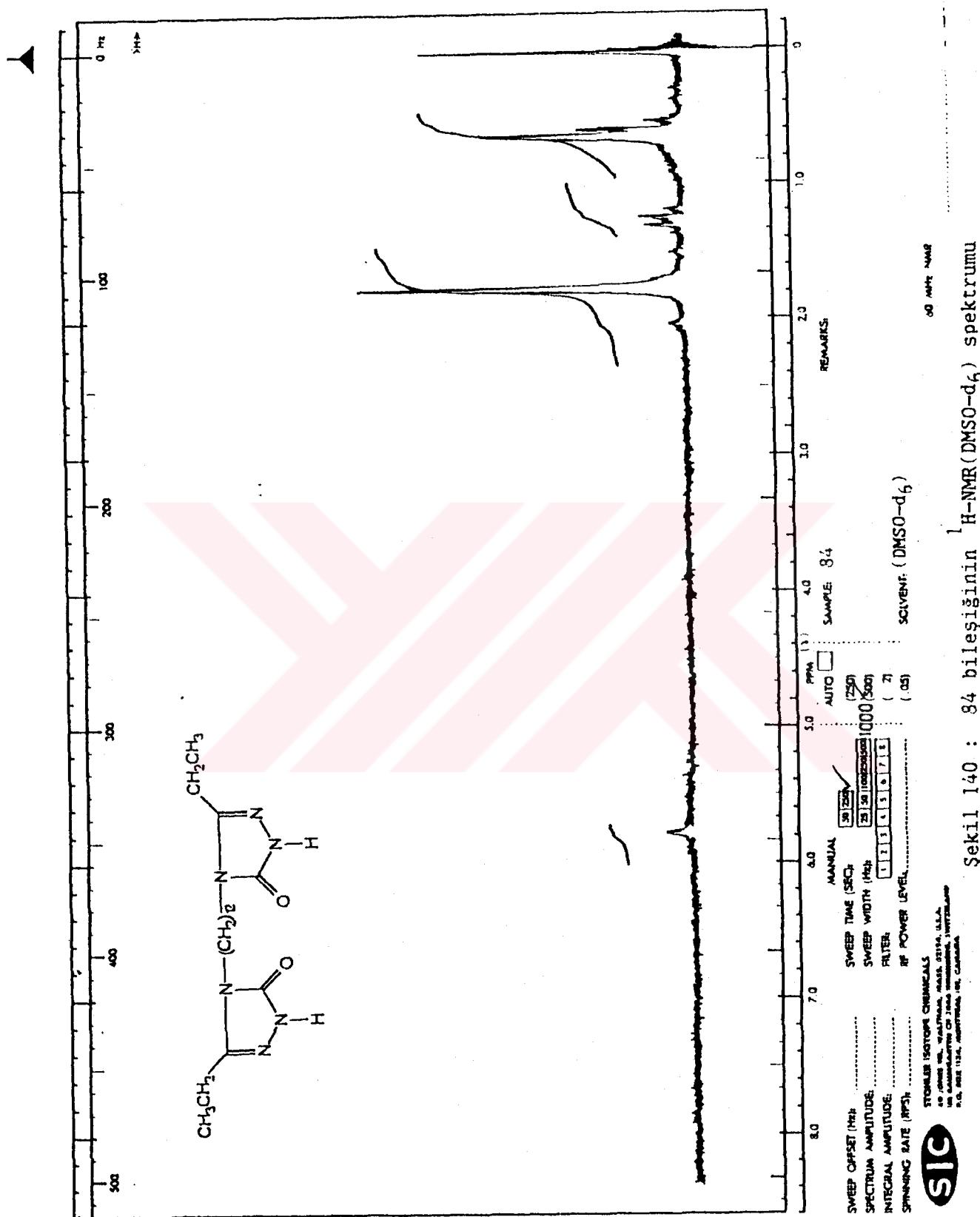


Sekil 138 : 83 bileşiginin $^1\text{H-NMR(TFA)}$ spektrumu

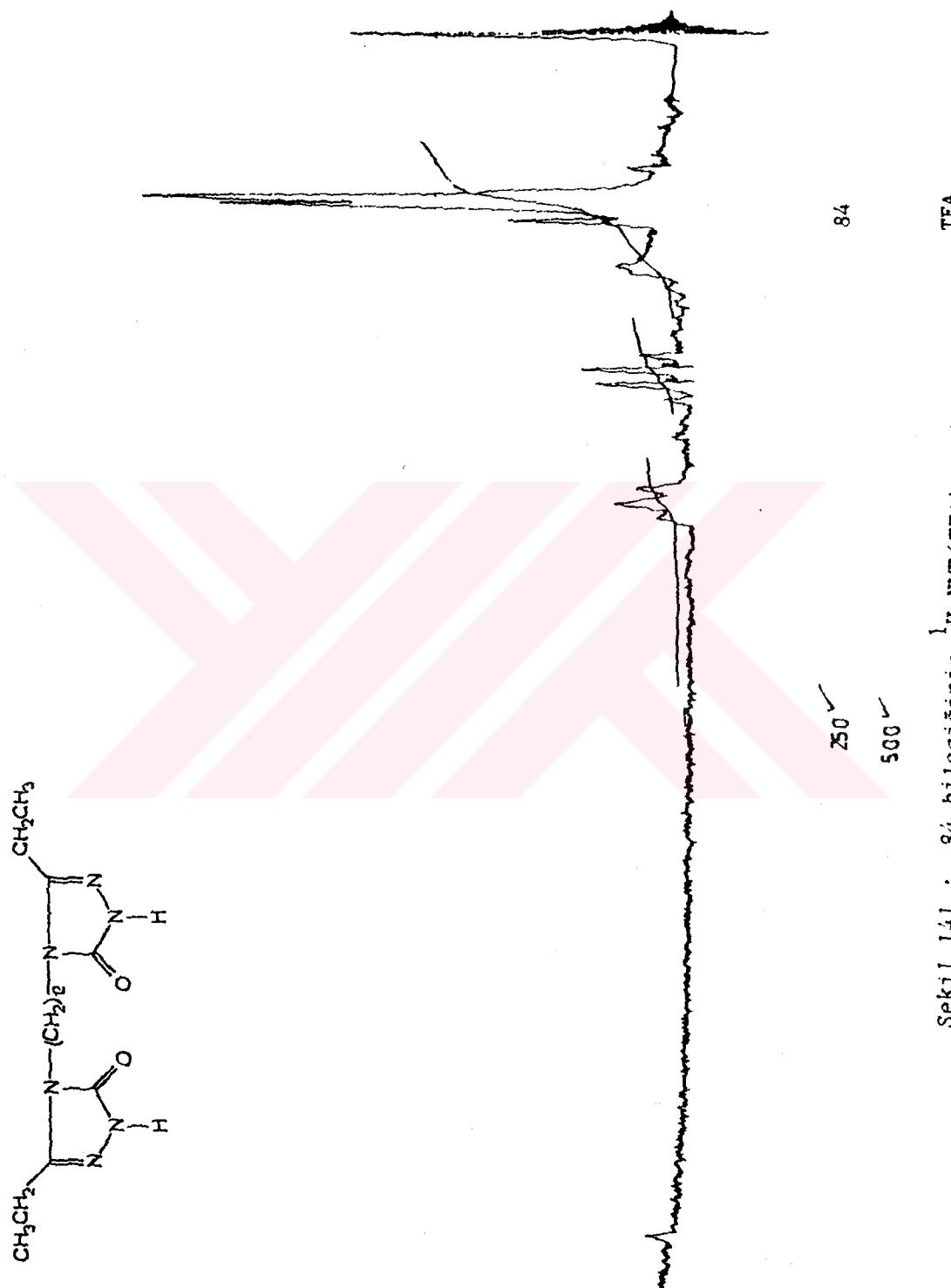
TFA



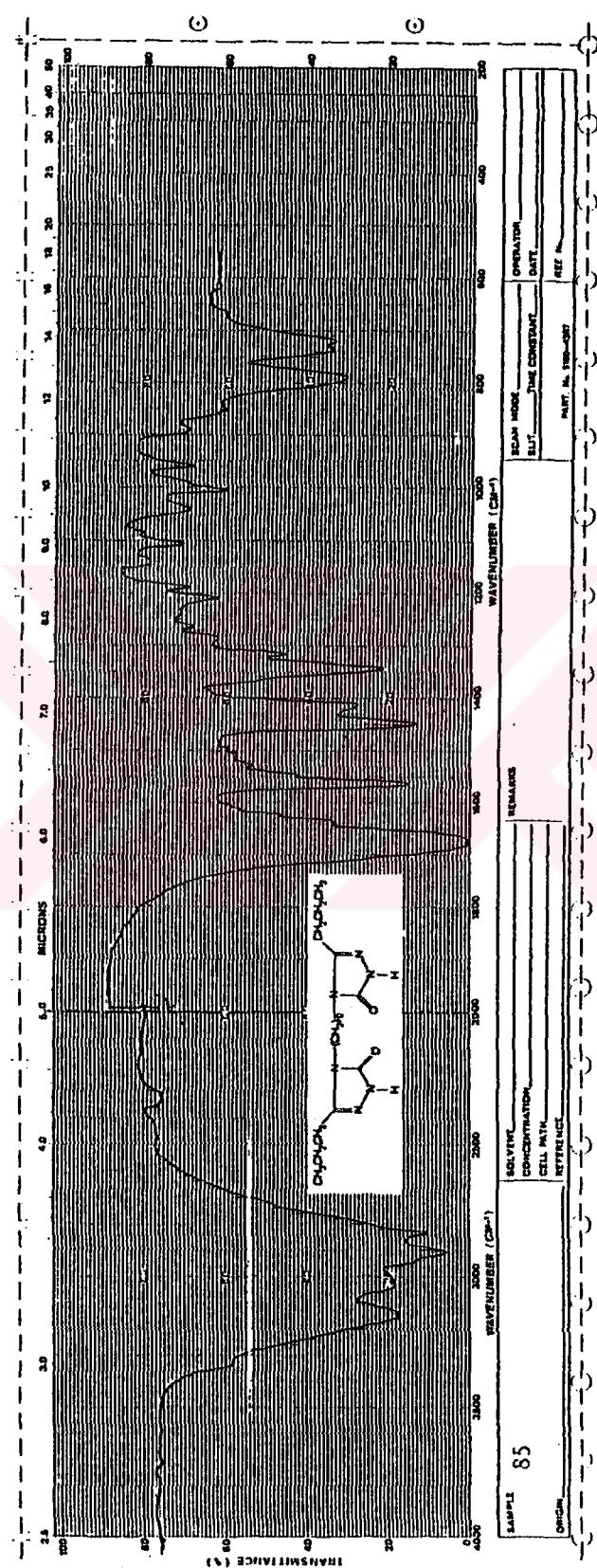
Şekil 139 : 84 bilesiğinin TR spektrumu



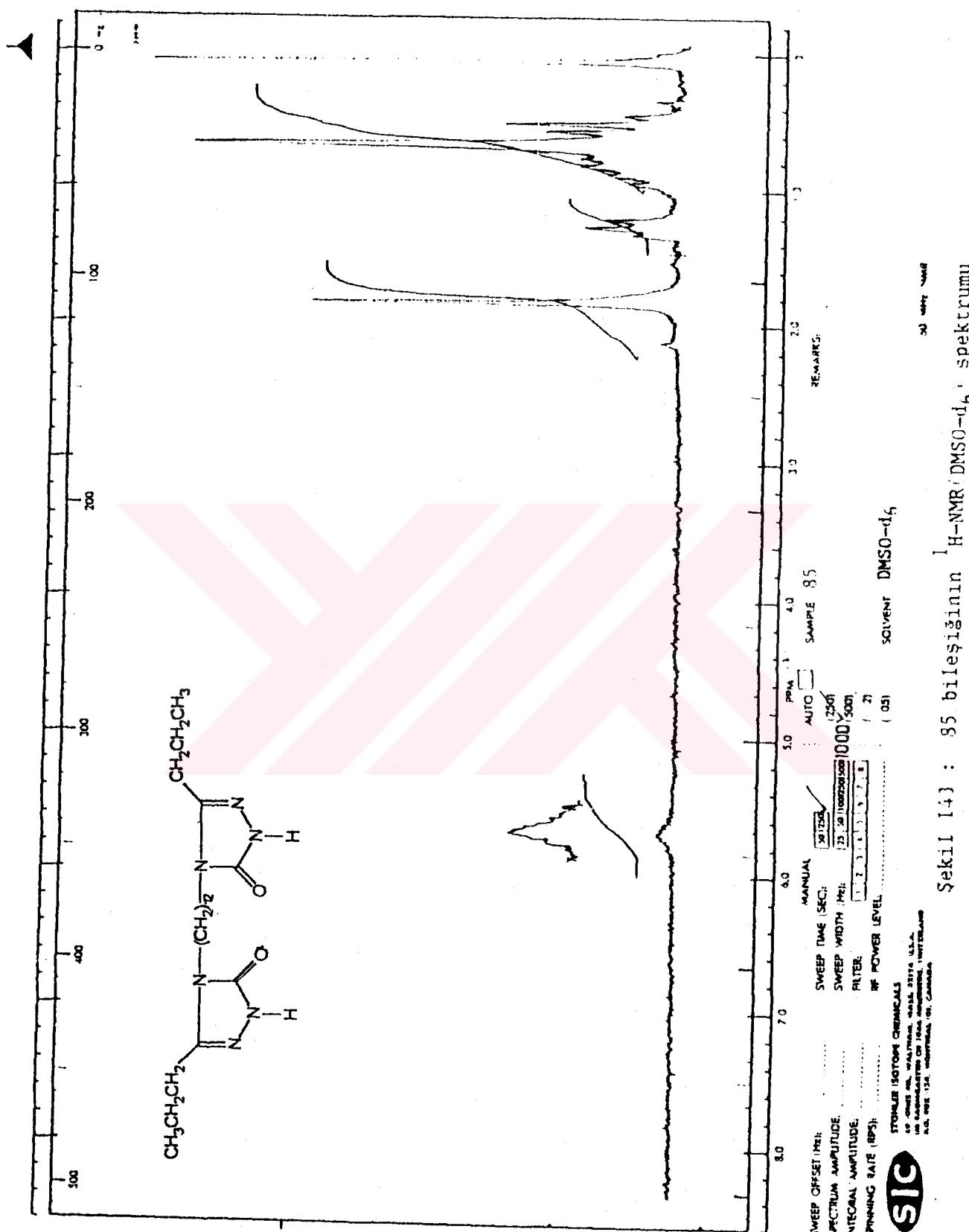
HİDROJEN NMR SPECTRUM



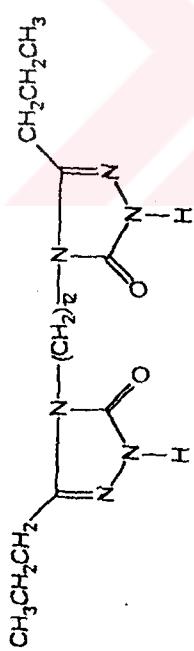
Sekil 141 : 84 bileşinin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu



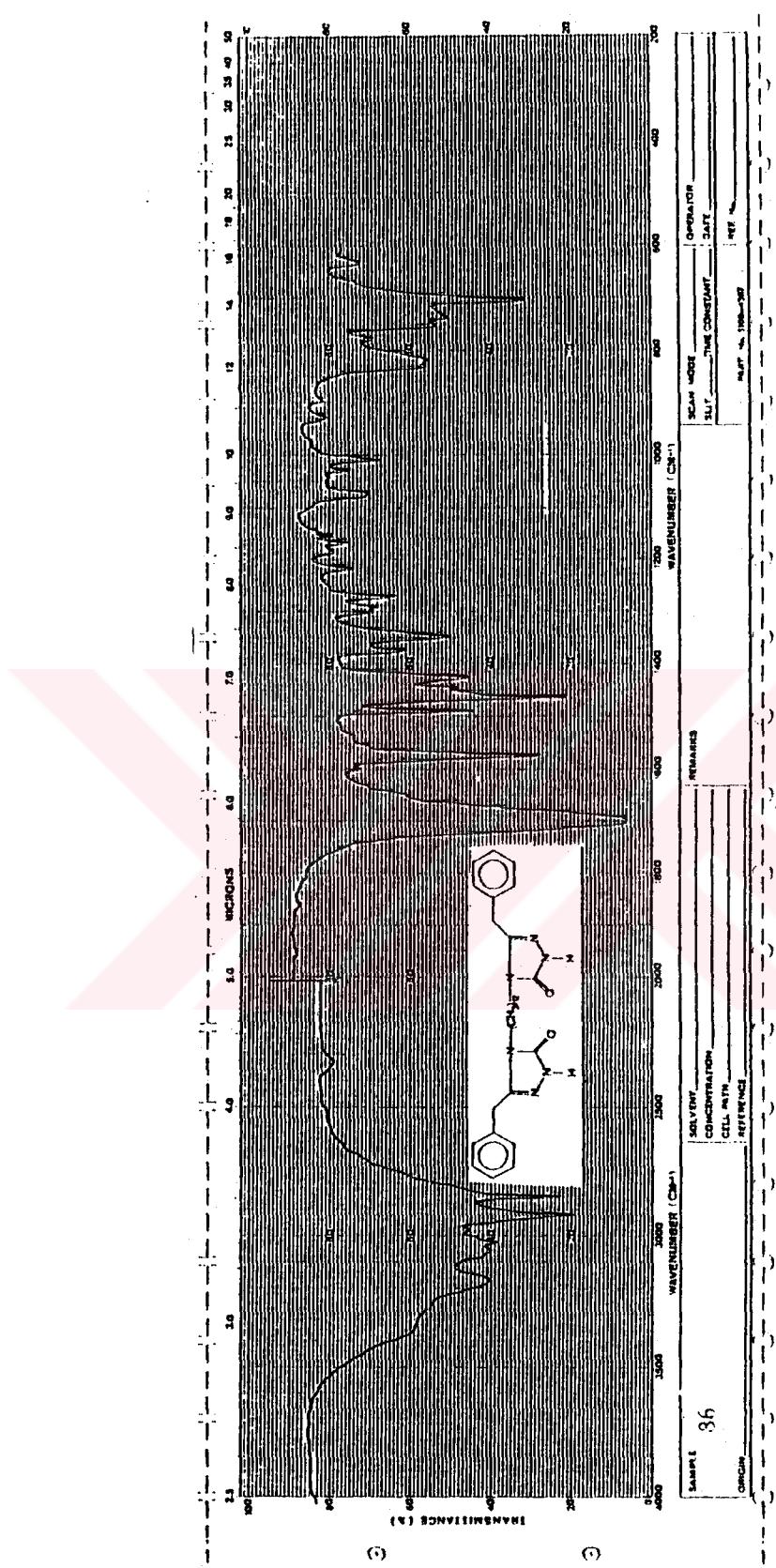
Şekil 142 : 85 bileşiginin IR spektrumu



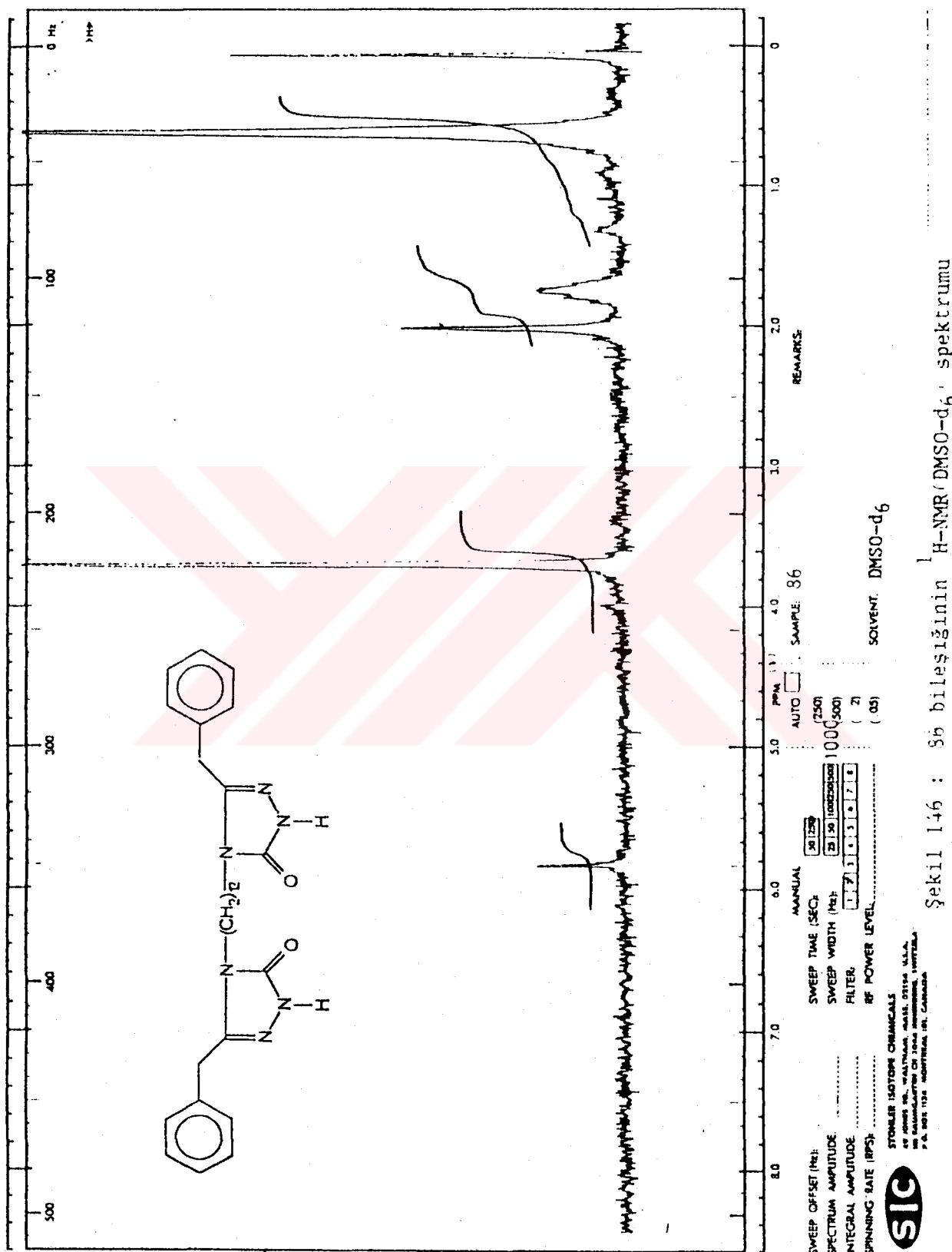
H H NMR İDEALİZMİ (TFA)

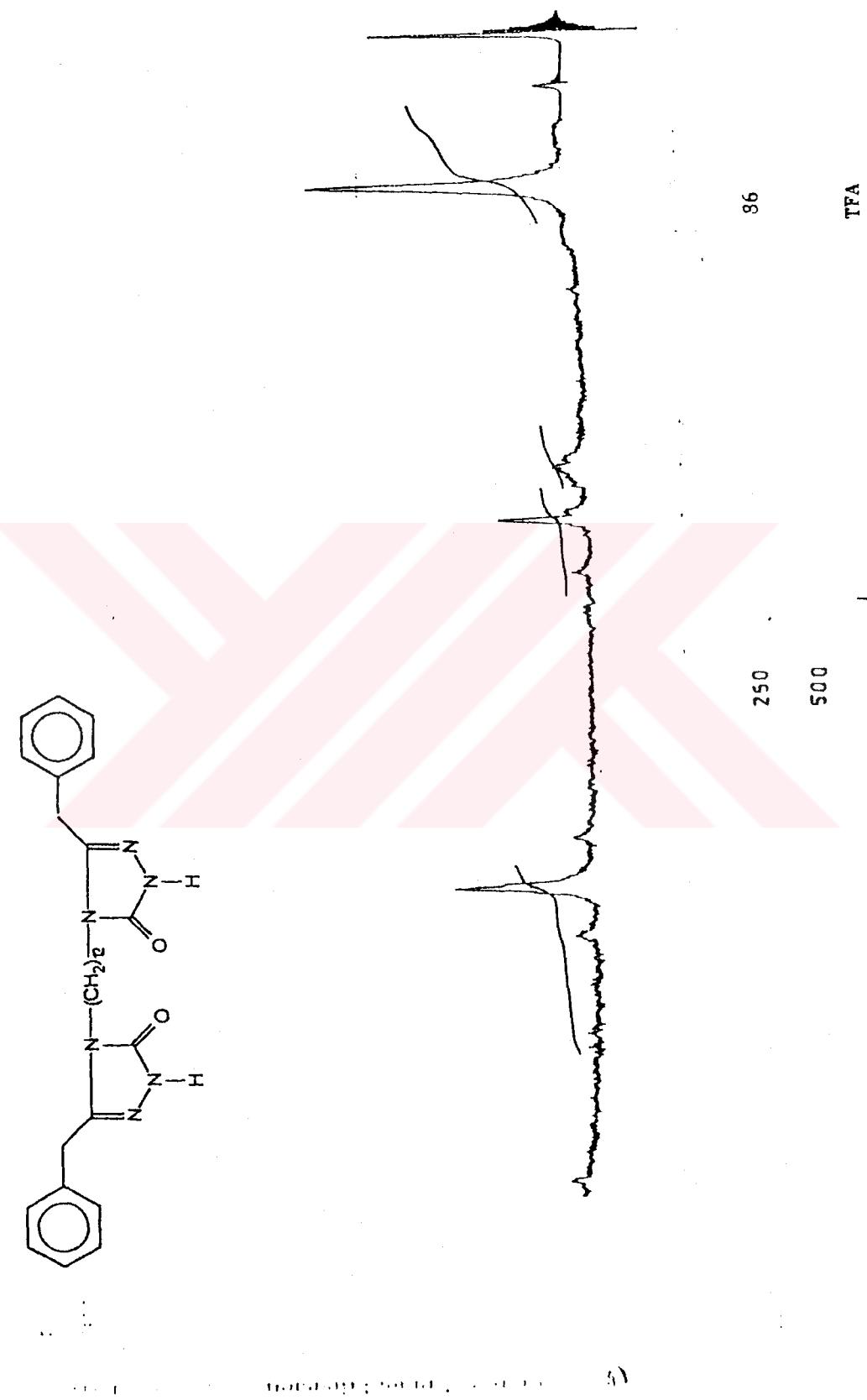


Sekil 144 : 35 bilesiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu

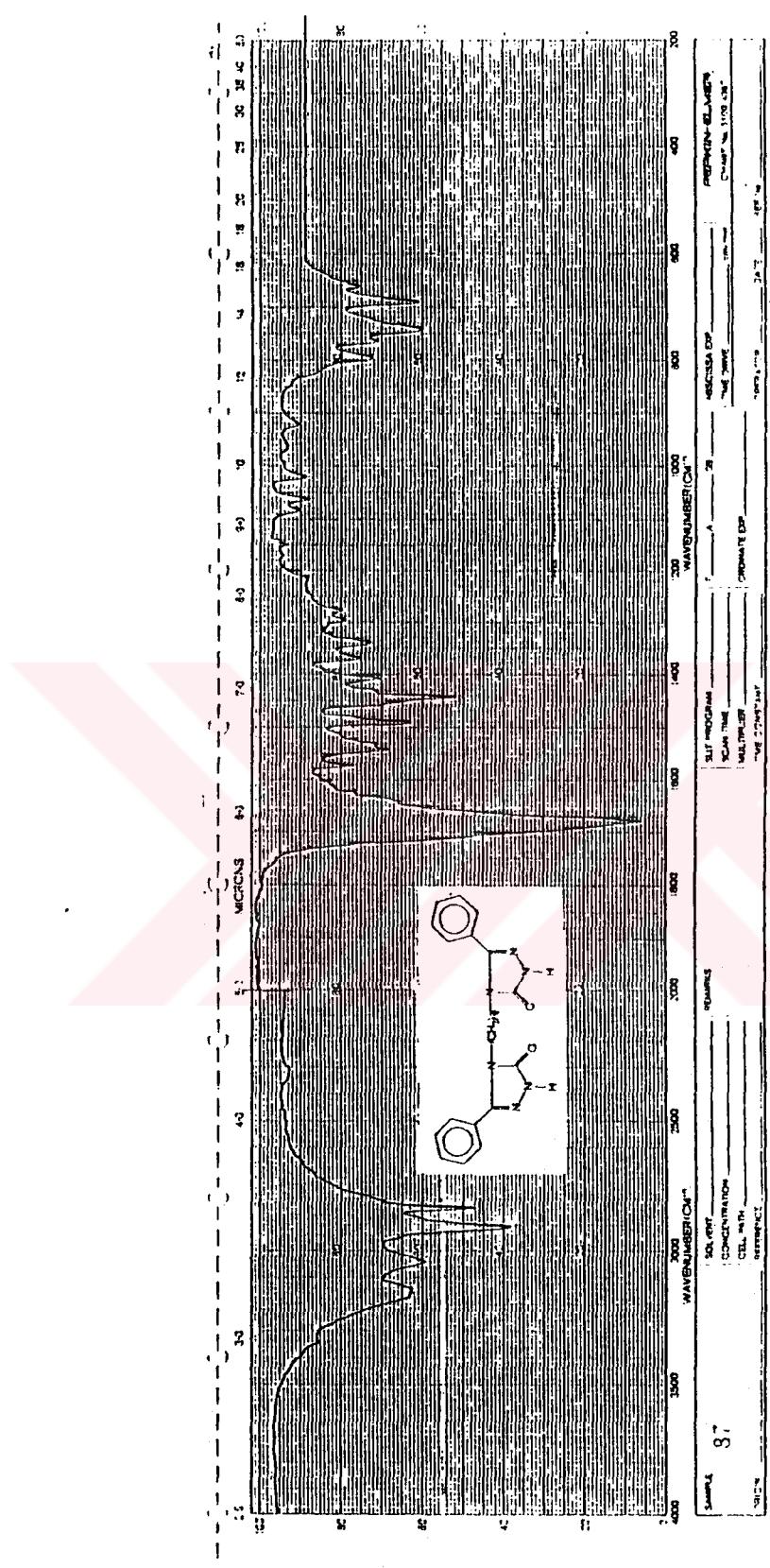


Şekil 145 • 36 bileşiginin IR spektrumu

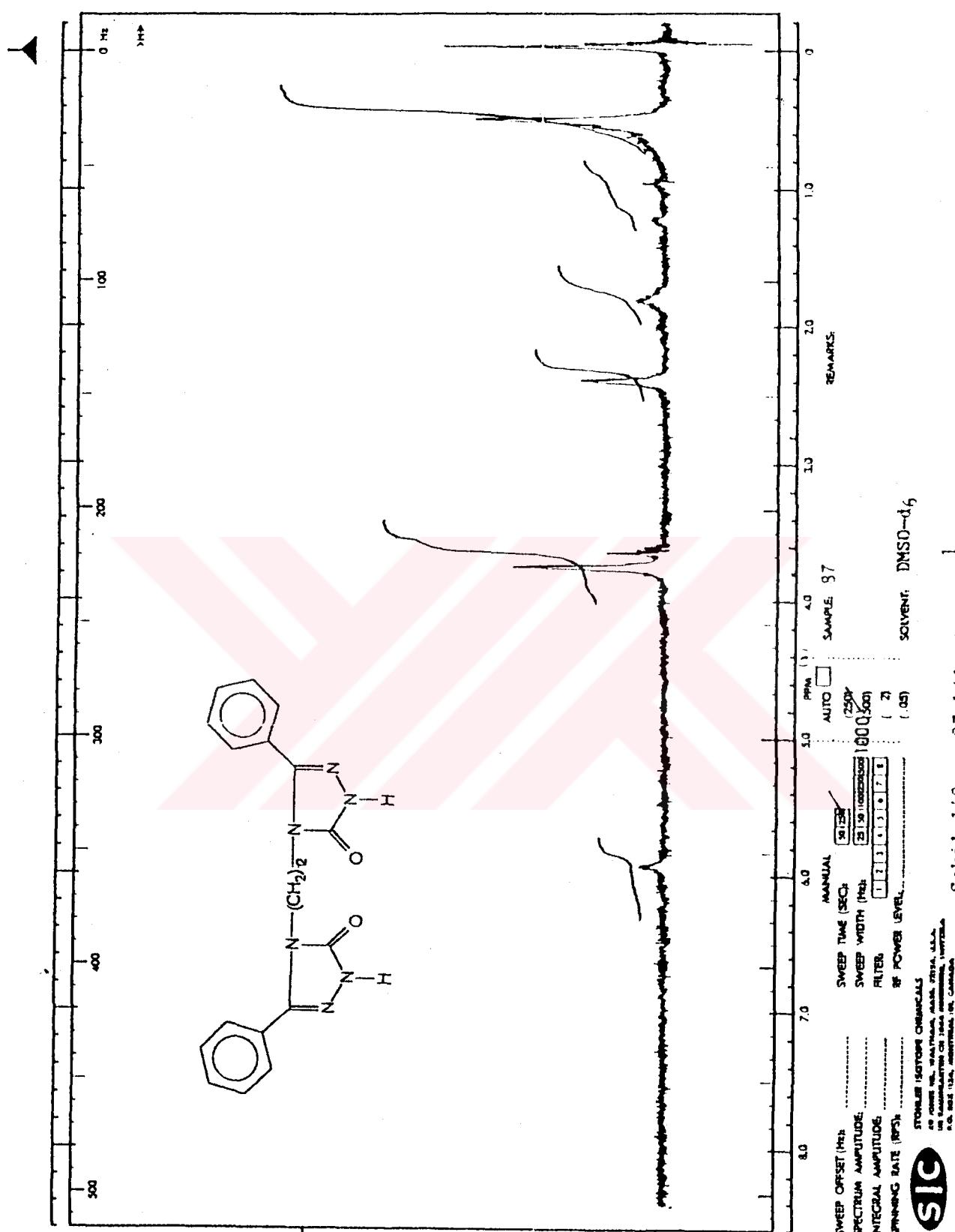




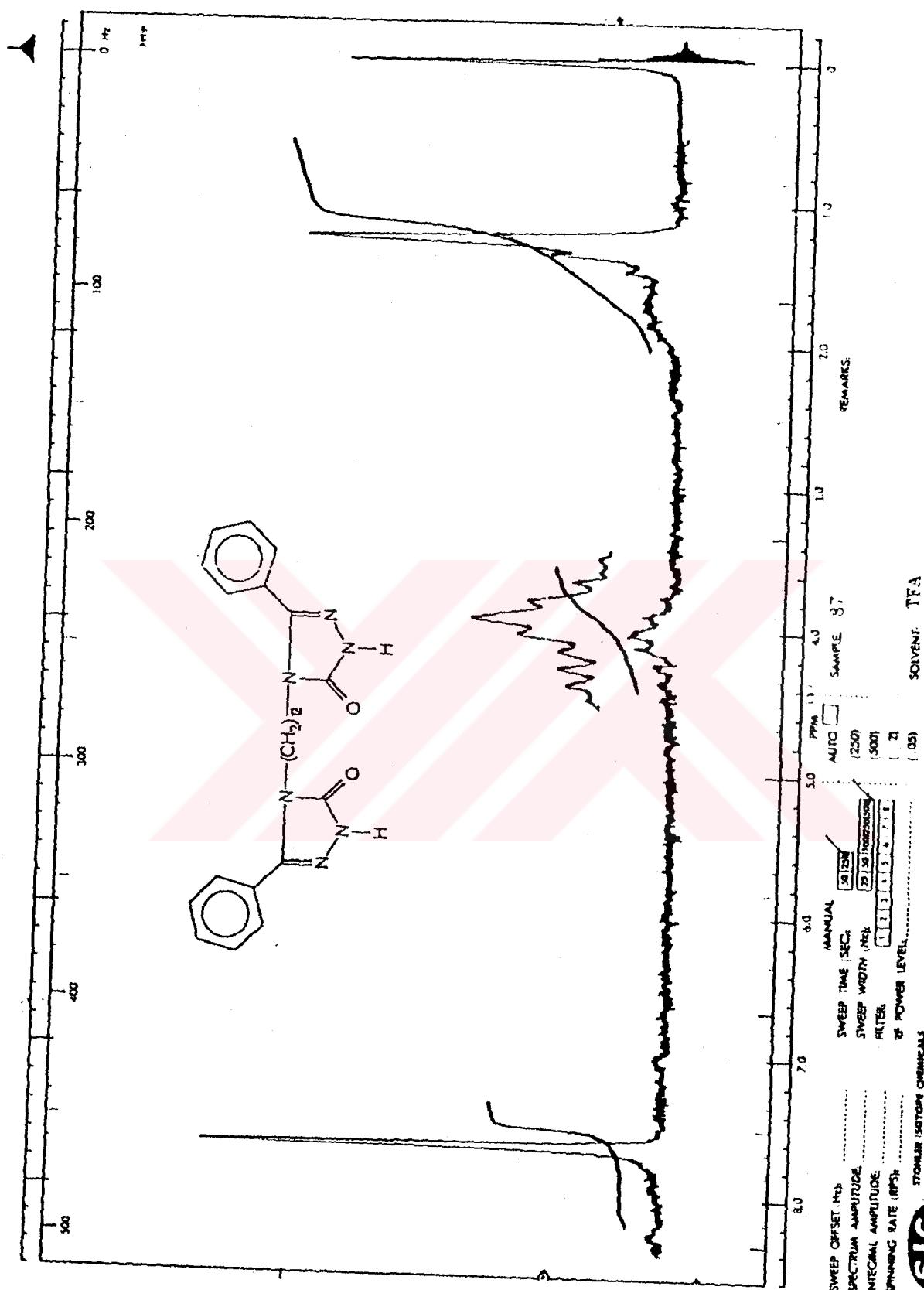
Şekil 147 : 86 bileşiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu



Şekil 148 : 37 bilesiğinin IR spektrumu



Sekil 149 : 37 bileşisinin $^1\text{H-NMR}(\text{DMSO-d}_6)$ spektrumu



Şekil 150 : 87 bileşliğinin ^1H -NMR(TFA) spektrumu

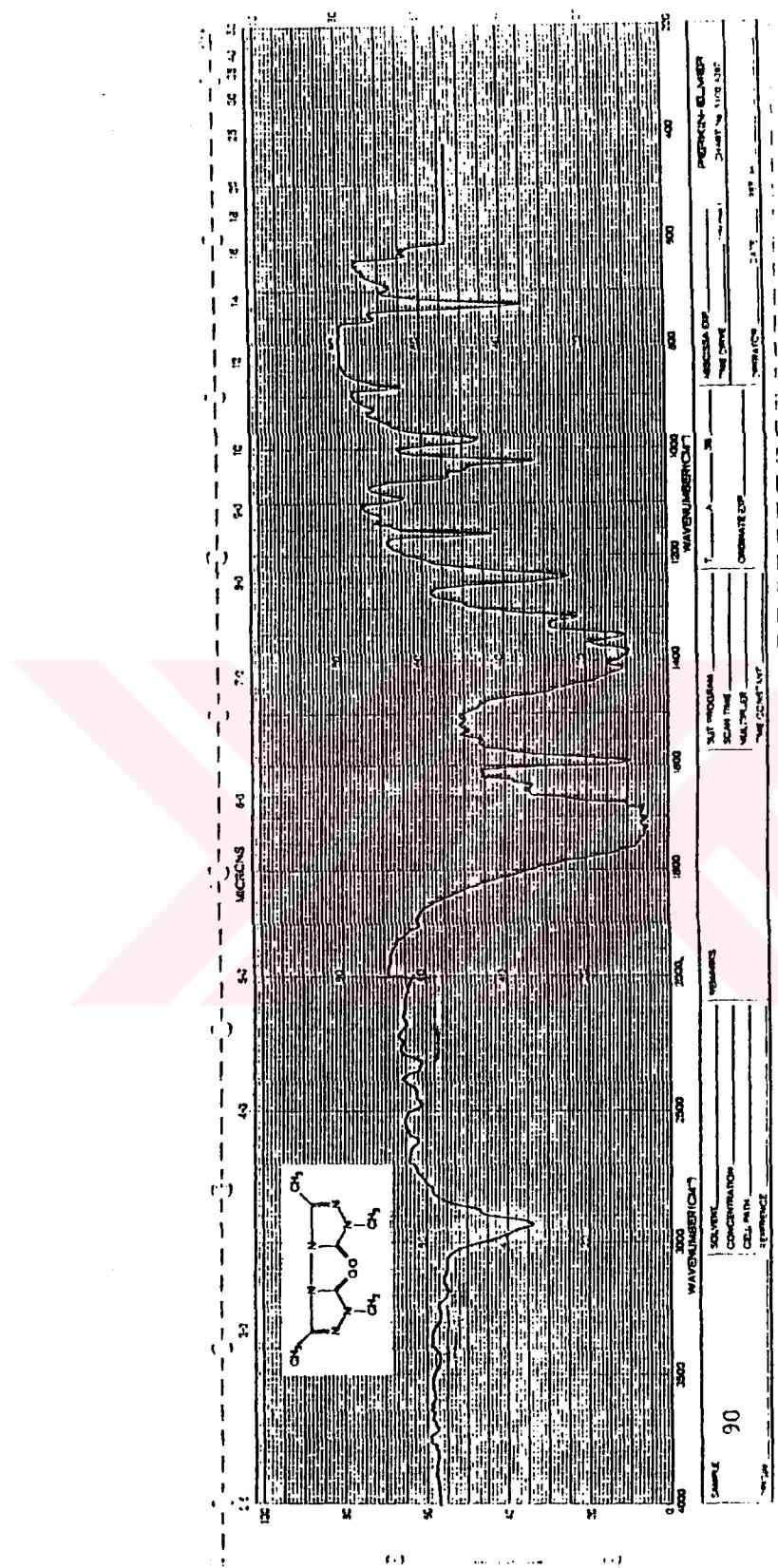
SIC

STRONG ISOTOPIC CHEMICALS

100% pure, ultrapure, trace metal, ultra

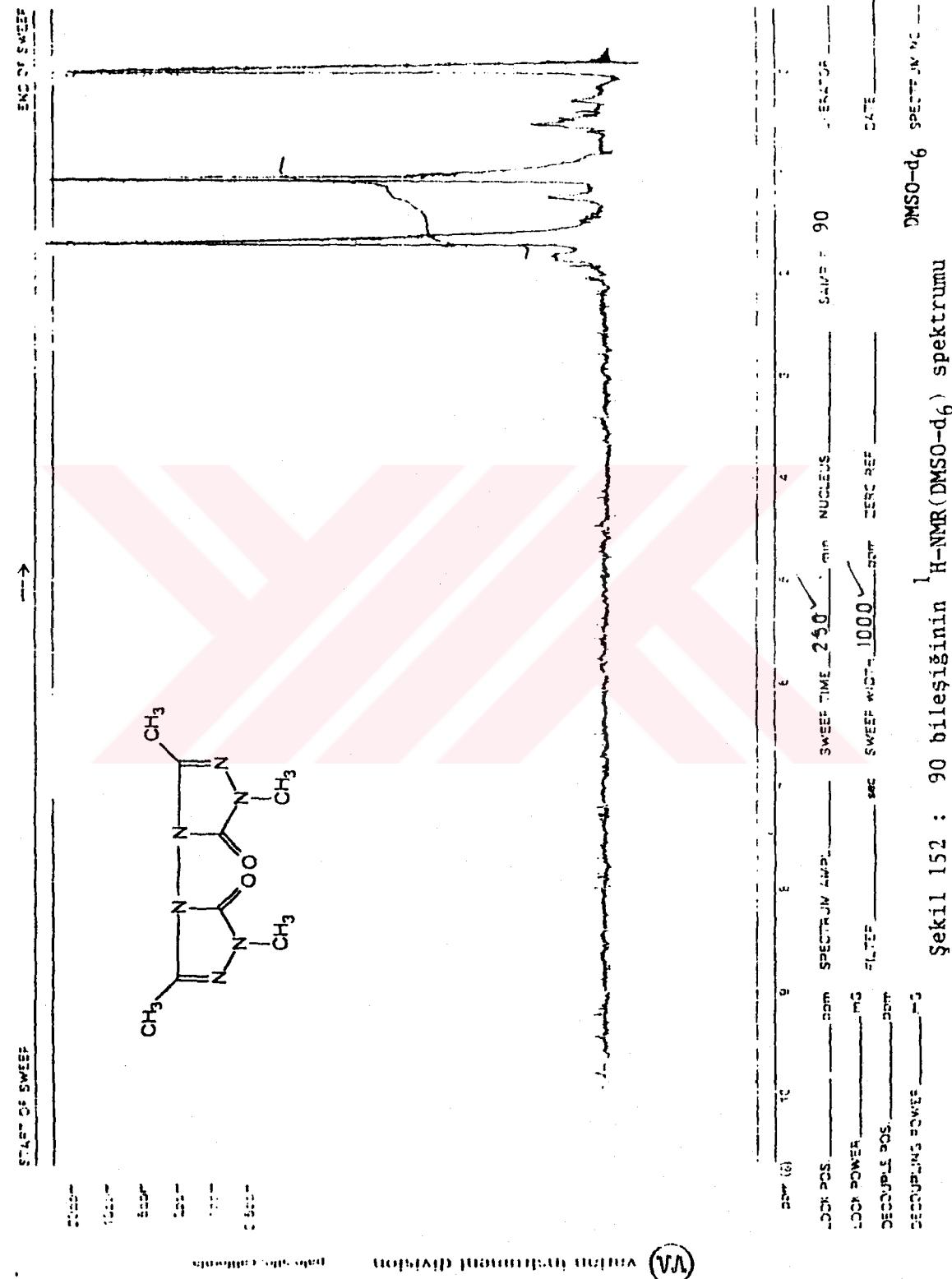
radioactive, on hand, in stock, immediate

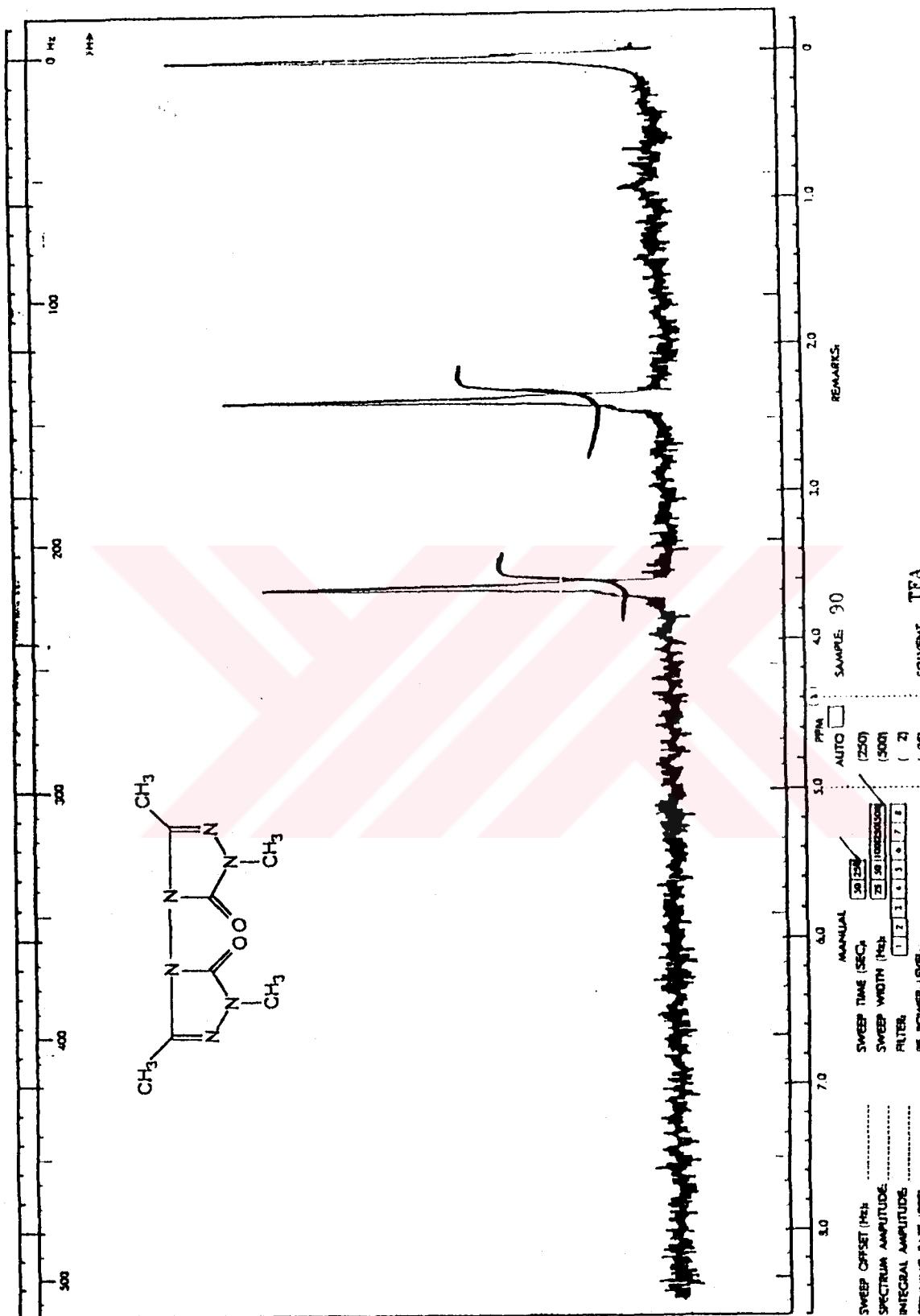
and next day delivery, by air, ground, sea



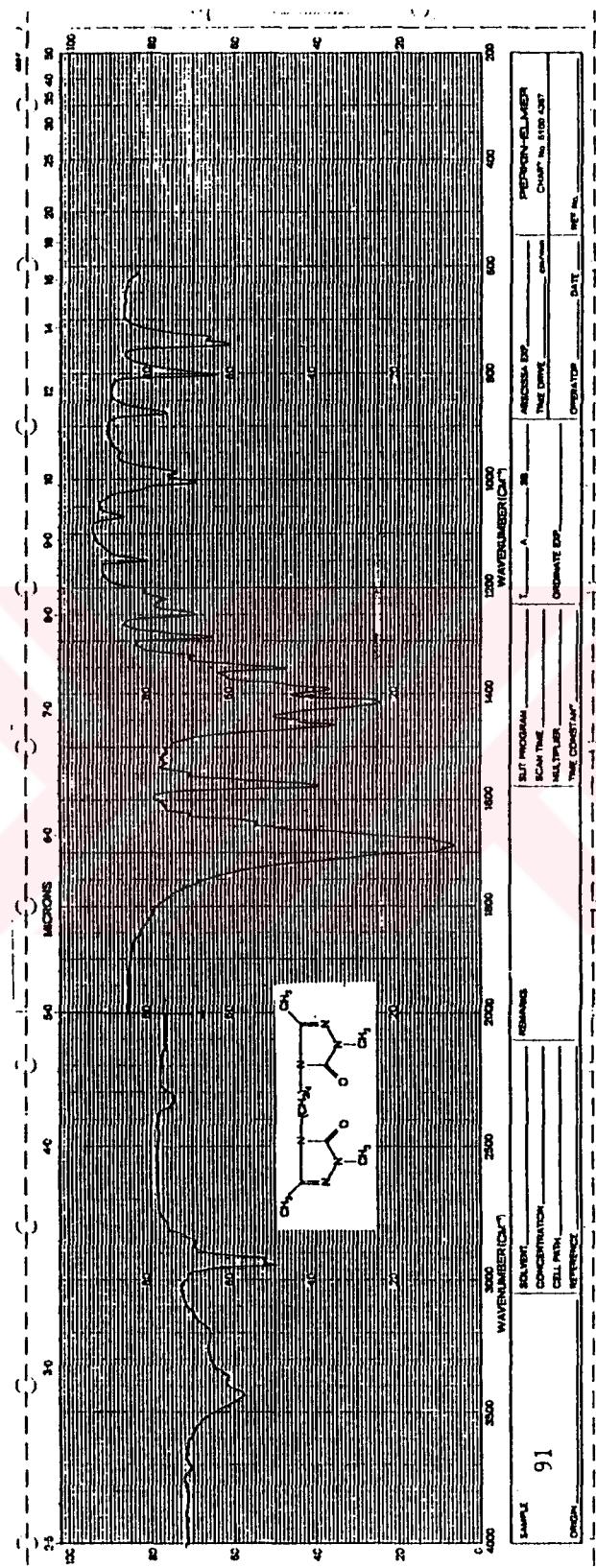
Şekil 151 : 90 bileşliğinin IR spektrumu

LM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER



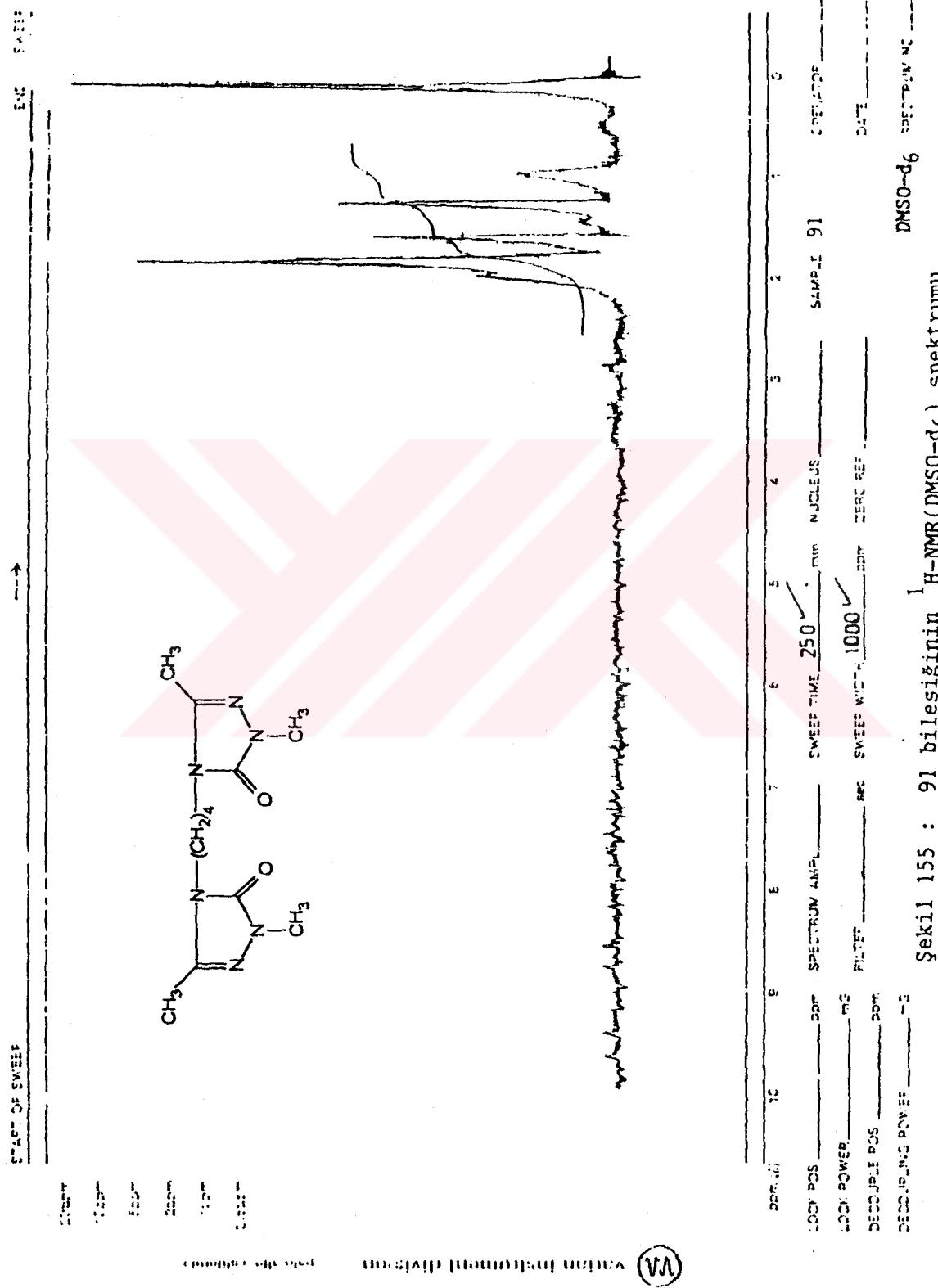


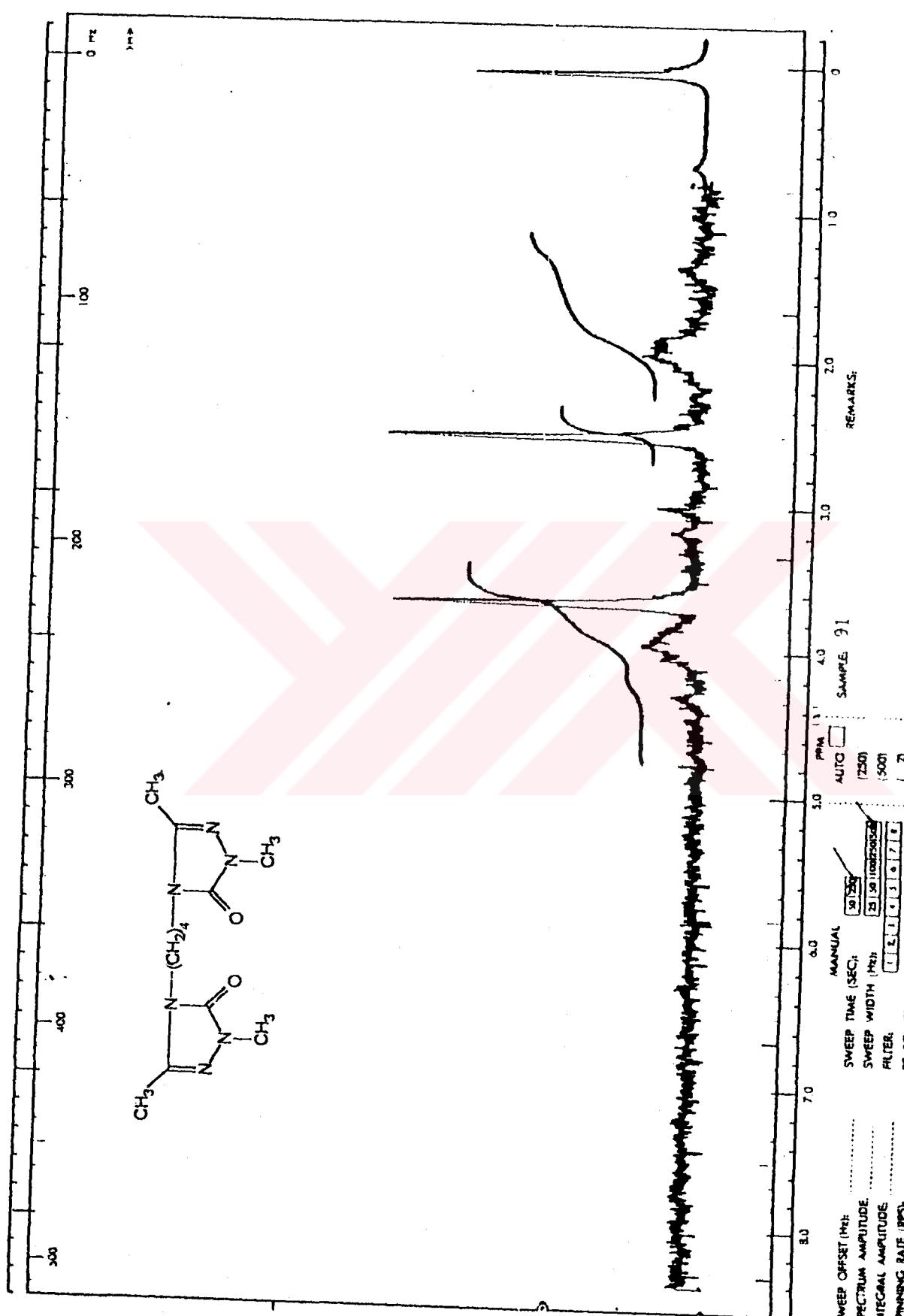
Şekil 153 : 90 bileşiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu



Şekil 154 : 91 bileşığının IR spektrumu

EM-360 60 MHz NMR SPECTRUM (PPM)

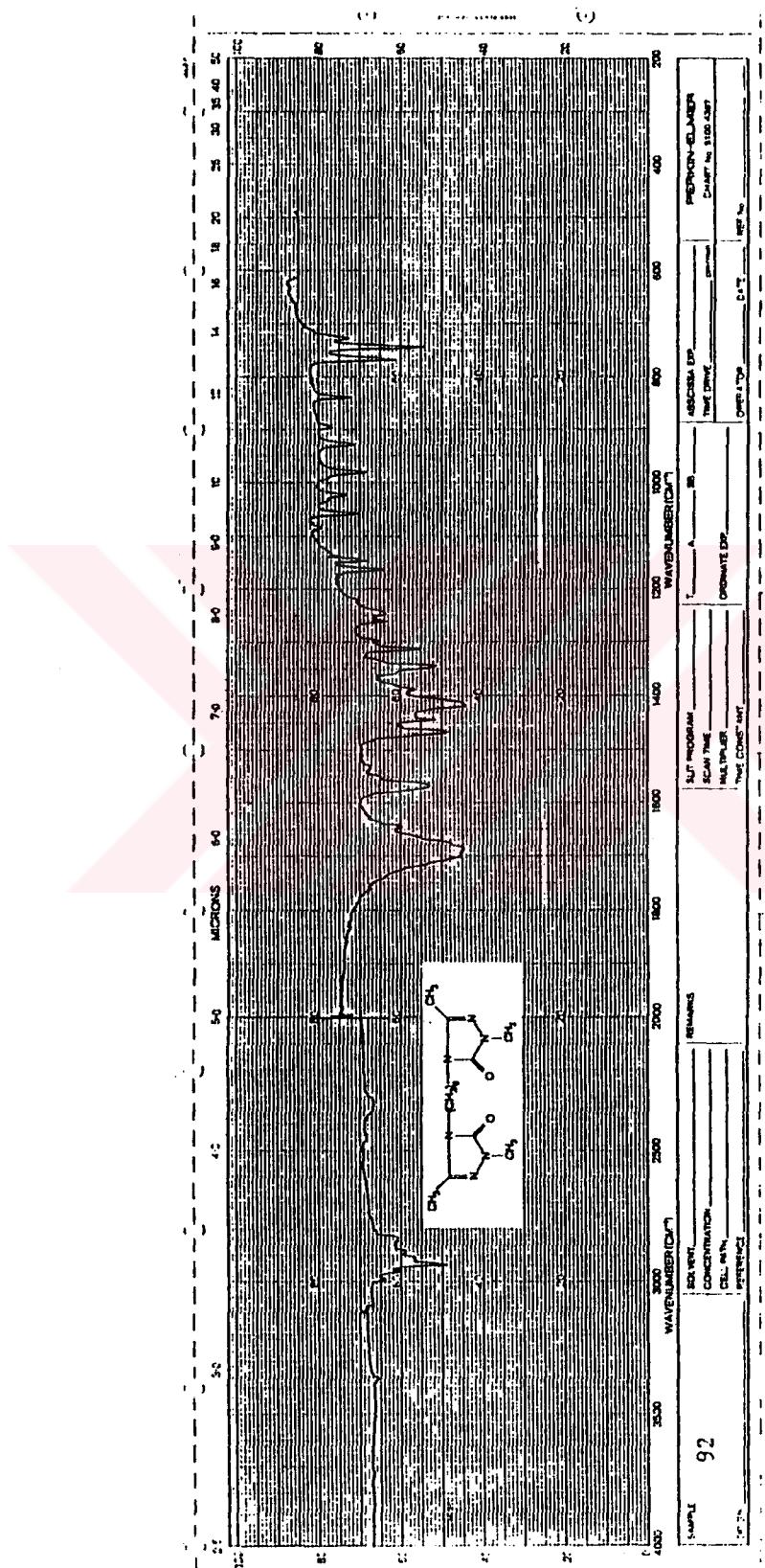




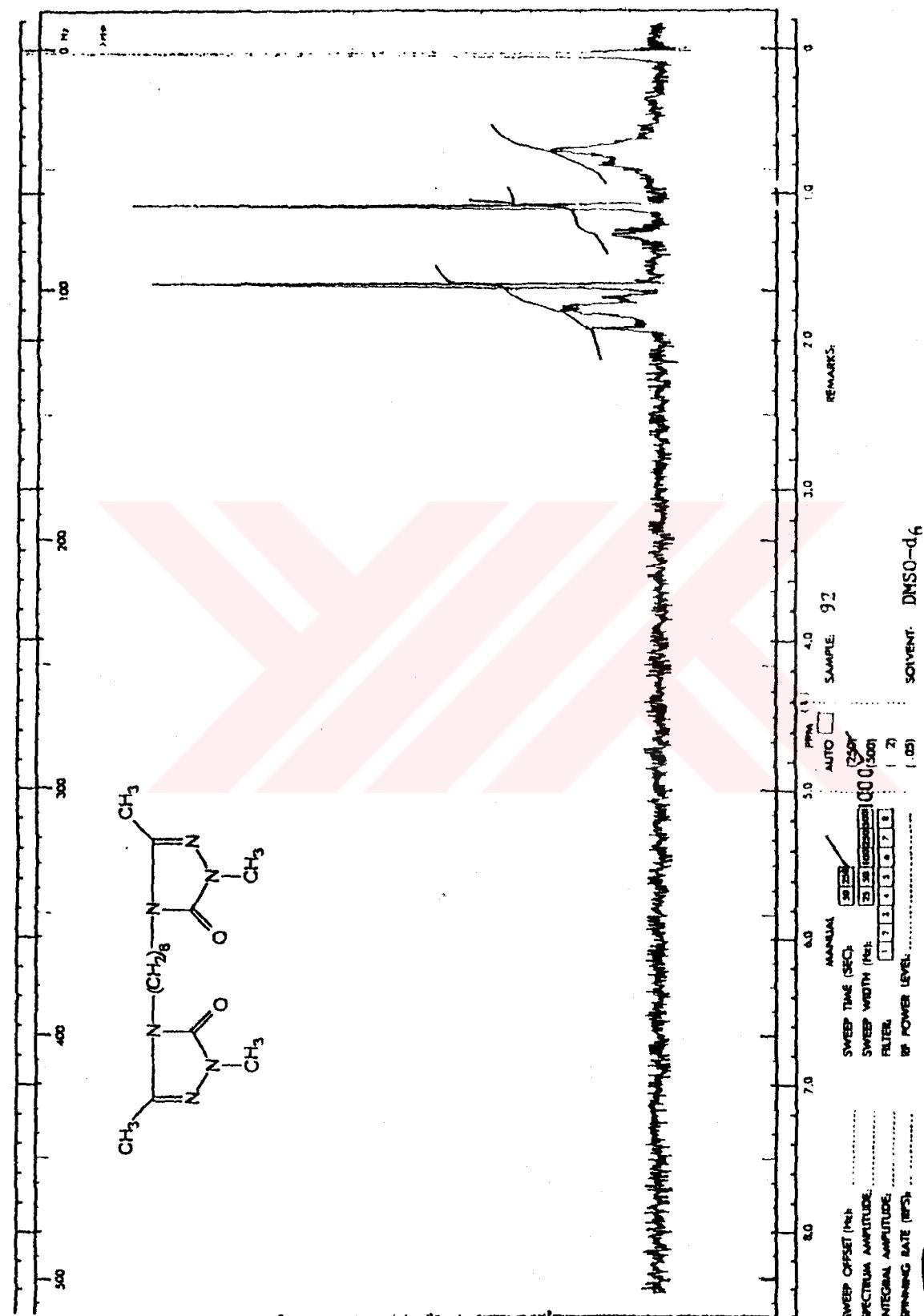
Sekil 156 : 91 bilesiginin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu

STOMLER ISOTOPIC CHEMICALS
of Stomler Inc., Waltham, Mass. 02451, U.S.A.
in Zusammenarbeit mit Dr. Hans Hünig, Institut für
Organische Chemie der Universität Bonn, D-5300 Bonn, FRG.

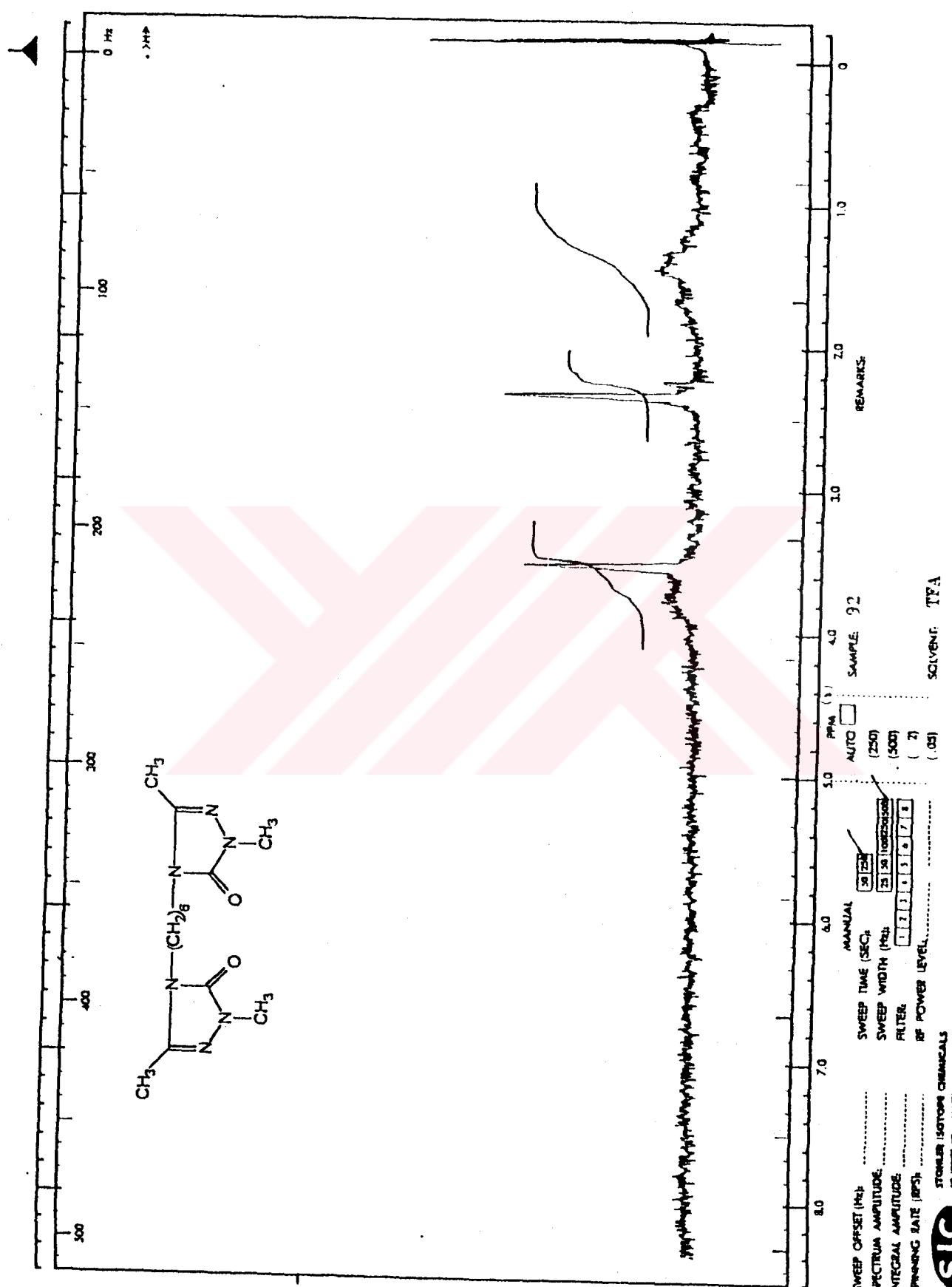




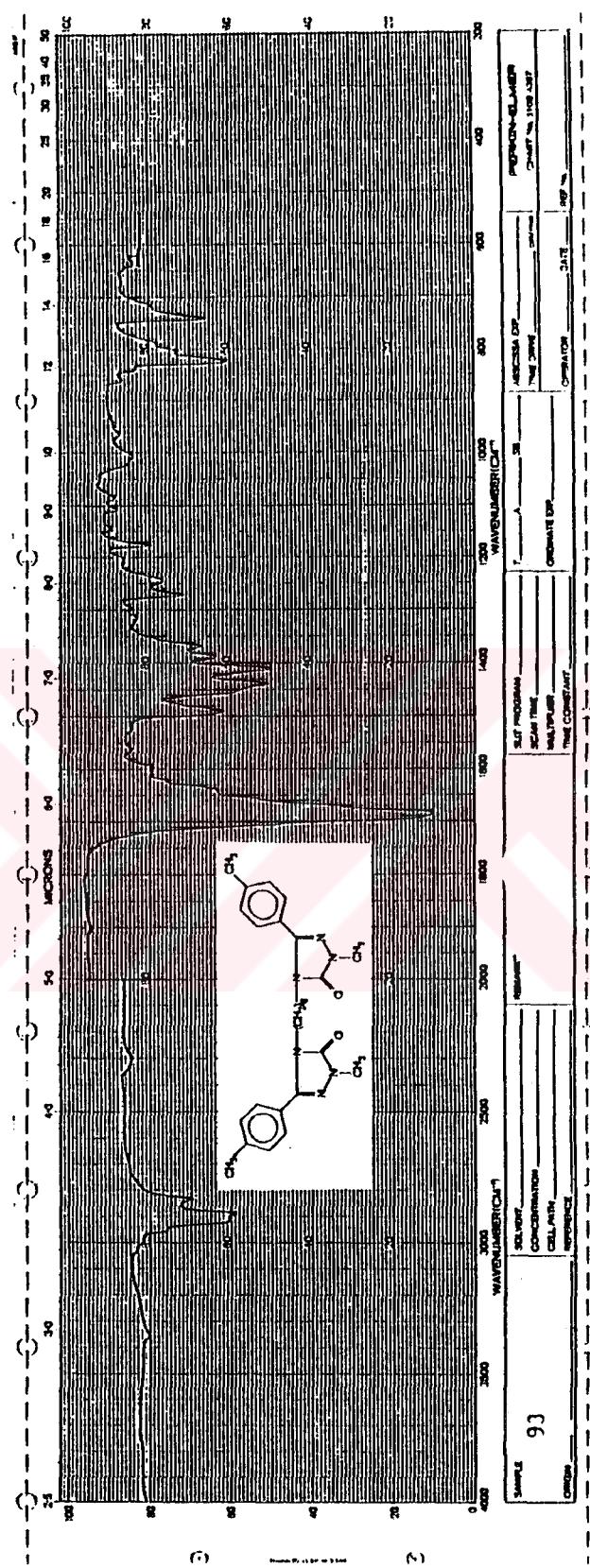
Şekil 157 : 92 bilesiğinin IR spektrumu



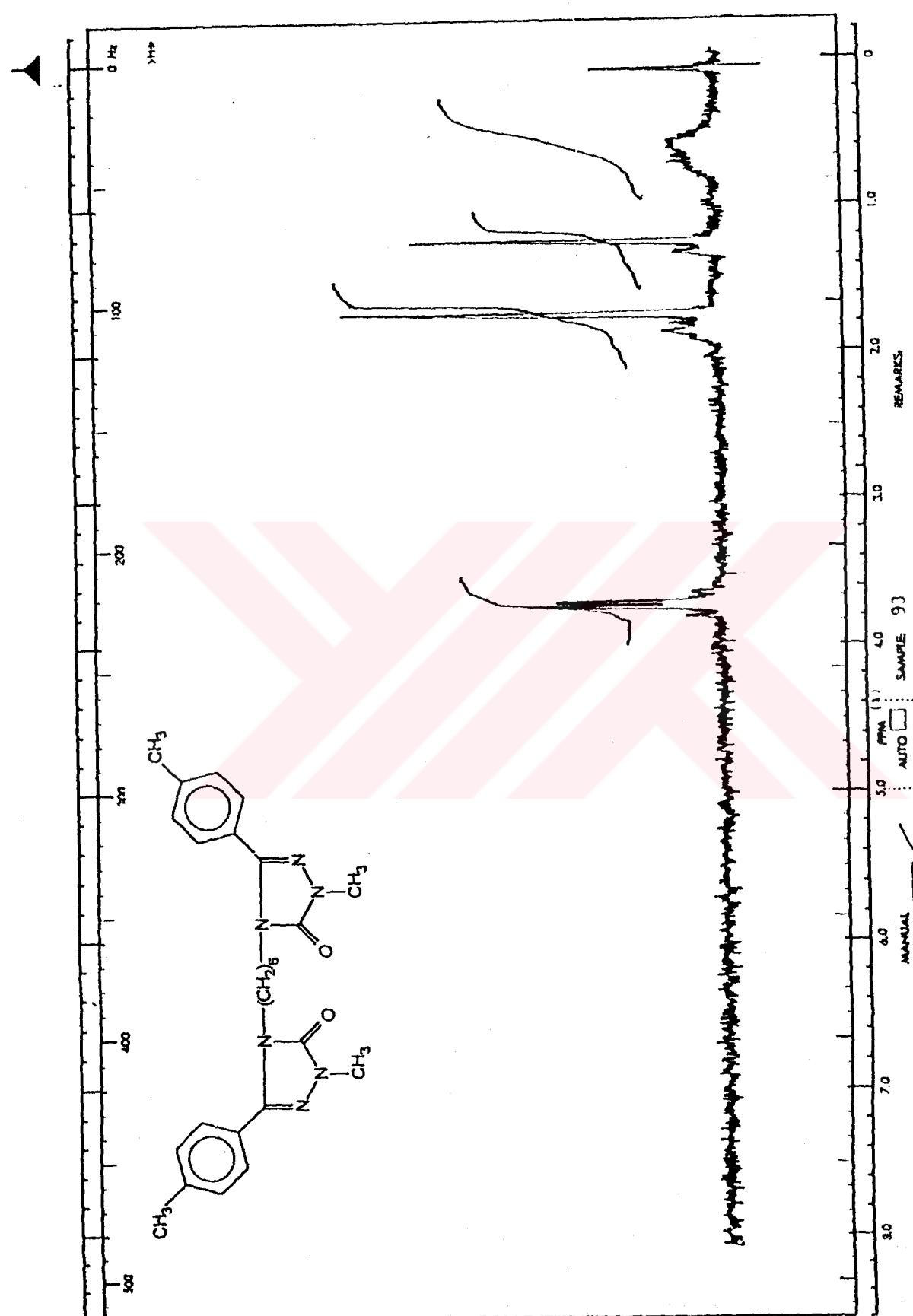
Sekil 158 : 92 bilesiginin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d₆) spektrumu



Sekil 159 : 92 bileşiginin ^1H -NMR(TFA) spektrumu



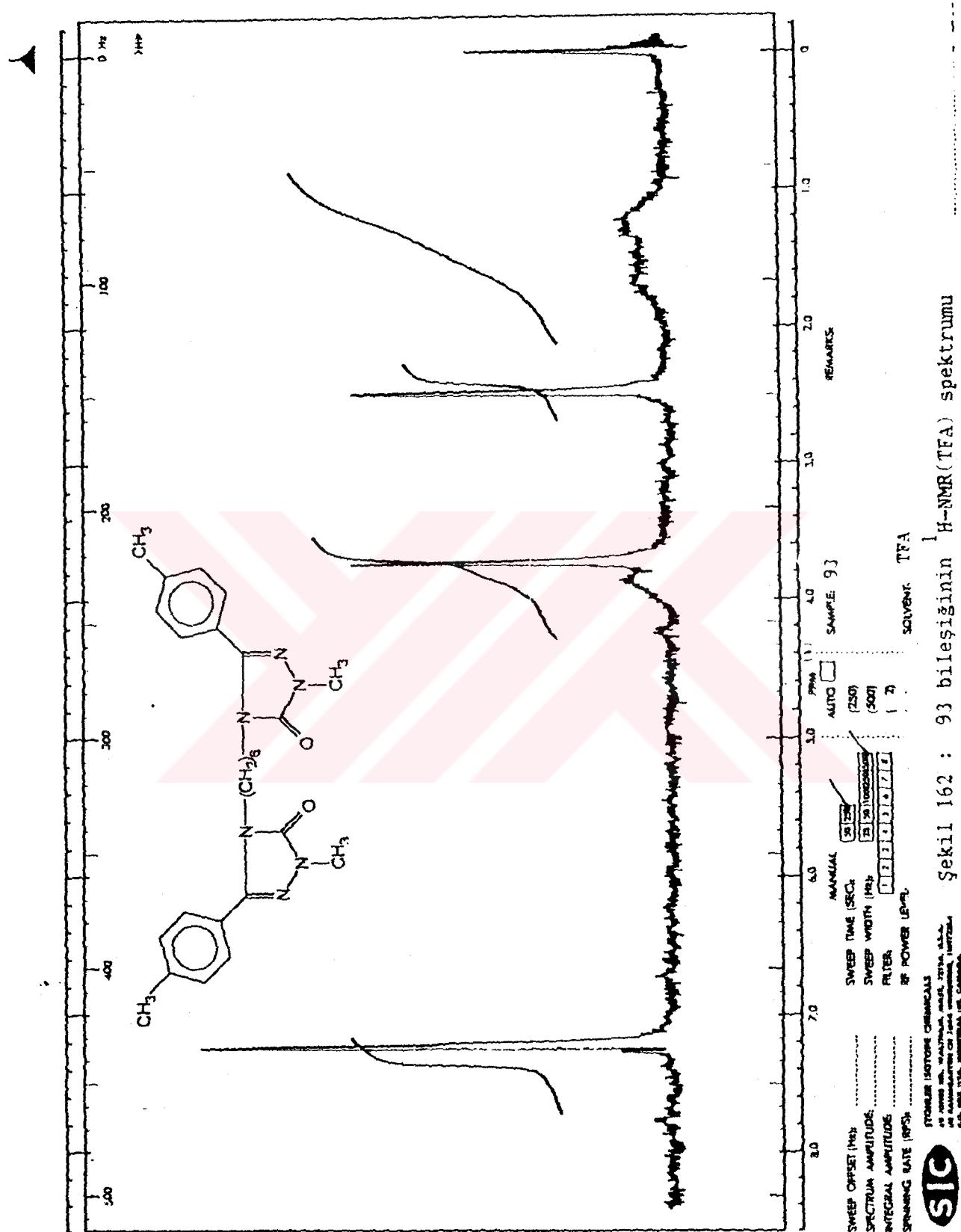
Şekil 160 : 9j bileşinin IR spektrumu



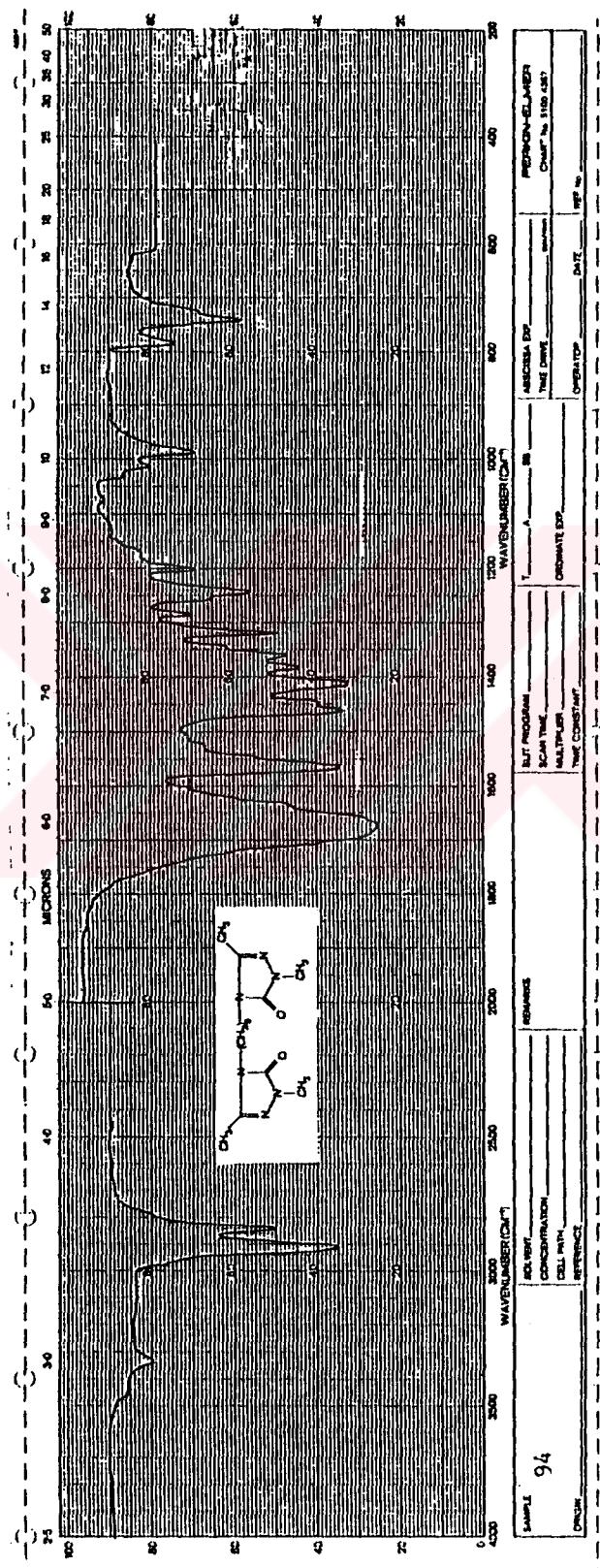
Sekil 161 : 93 bileşiginin ^1H -NMR (DMSO-d₆) spektrumu

STOMER ISOTOME CHEMICALS
OF ILLINOIS INC., WATERTON, MASSACHUSETTS,
U.S.A.
TELEGRAMS: CH 1000, WATERTON, MASSACHUSETTS,
A.D. 202 TELA, WATERTON, MASSACHUSETTS,
U.S.A.

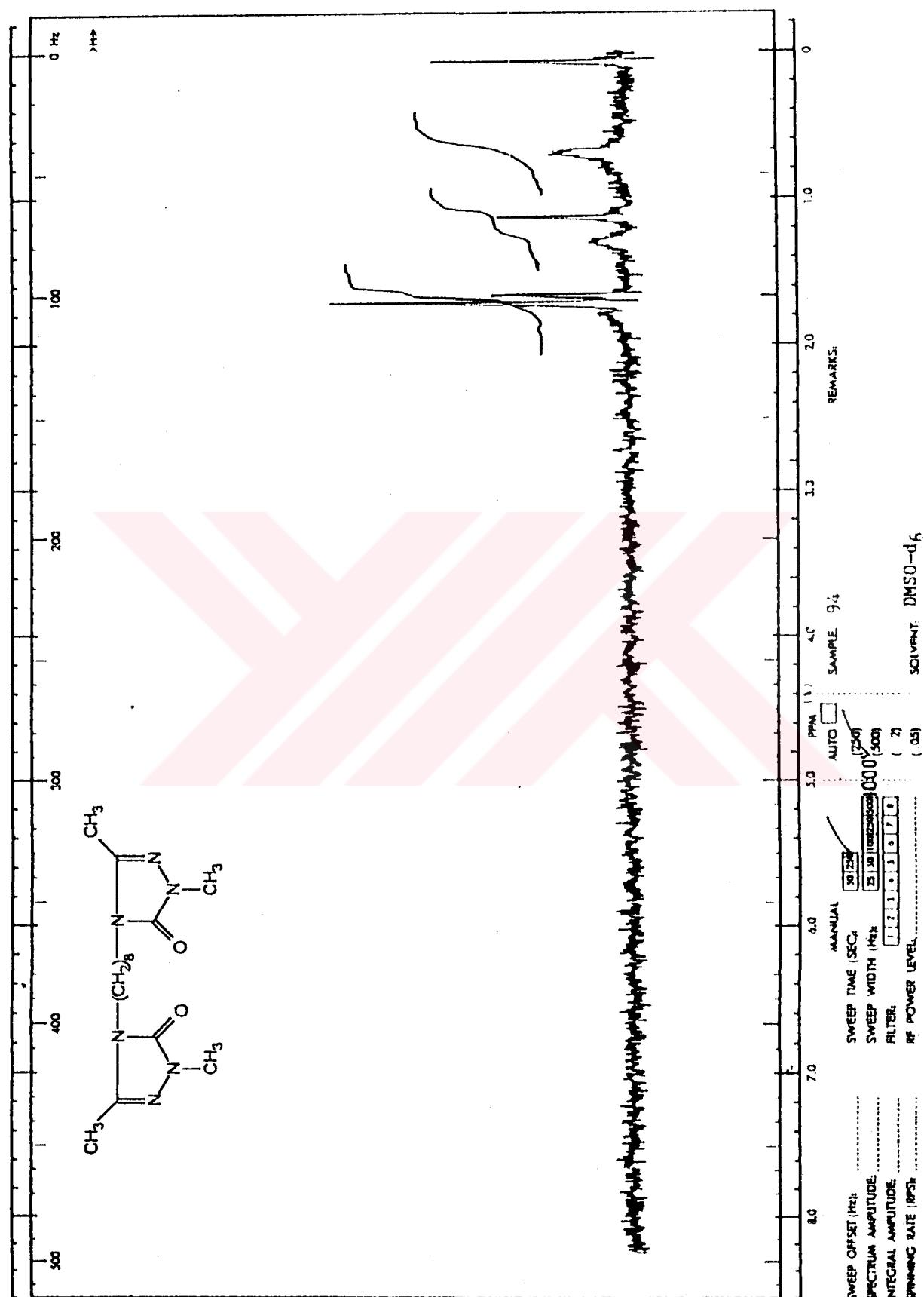




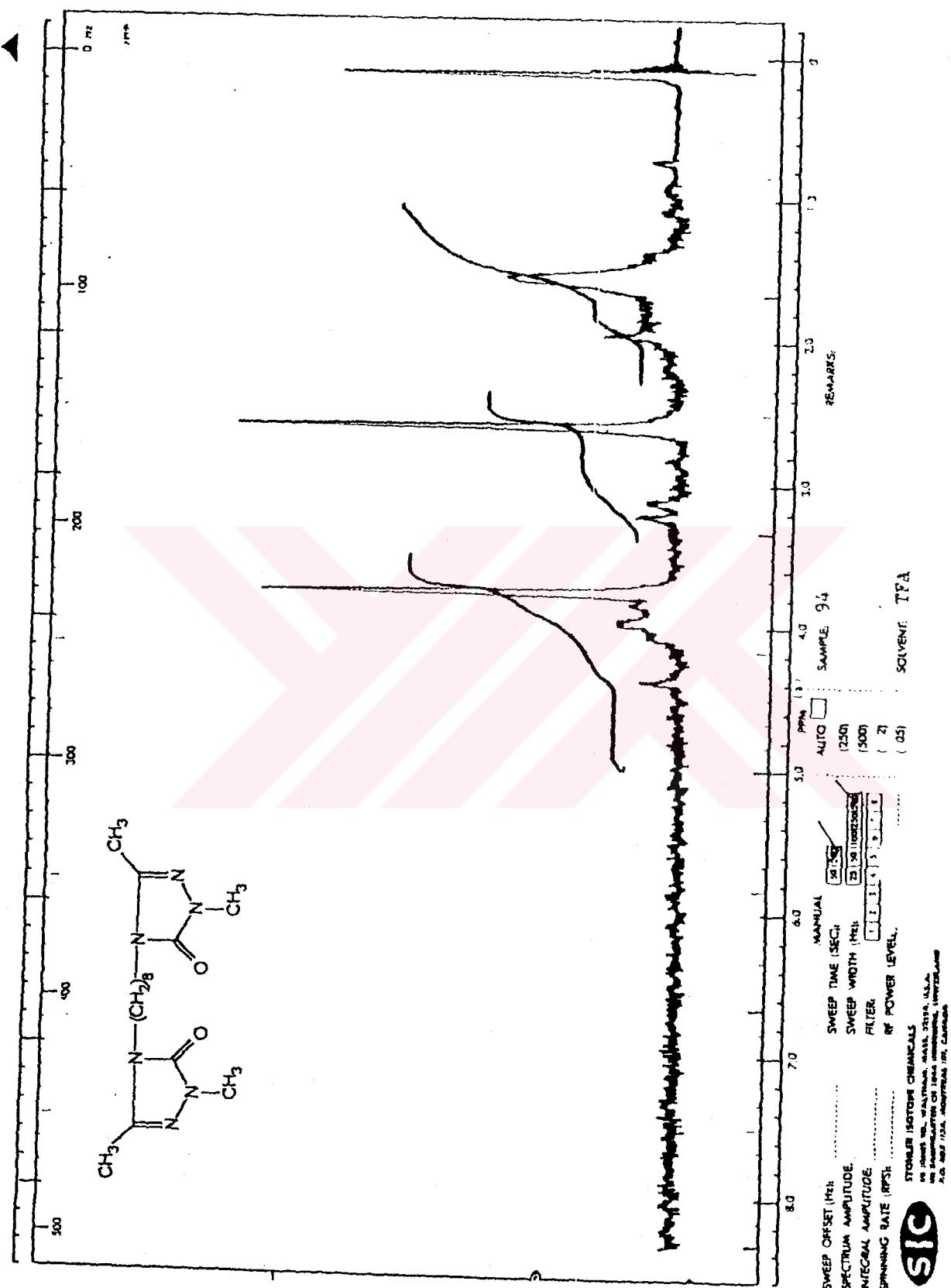
Şekil 162 : 93 bileşisinin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu



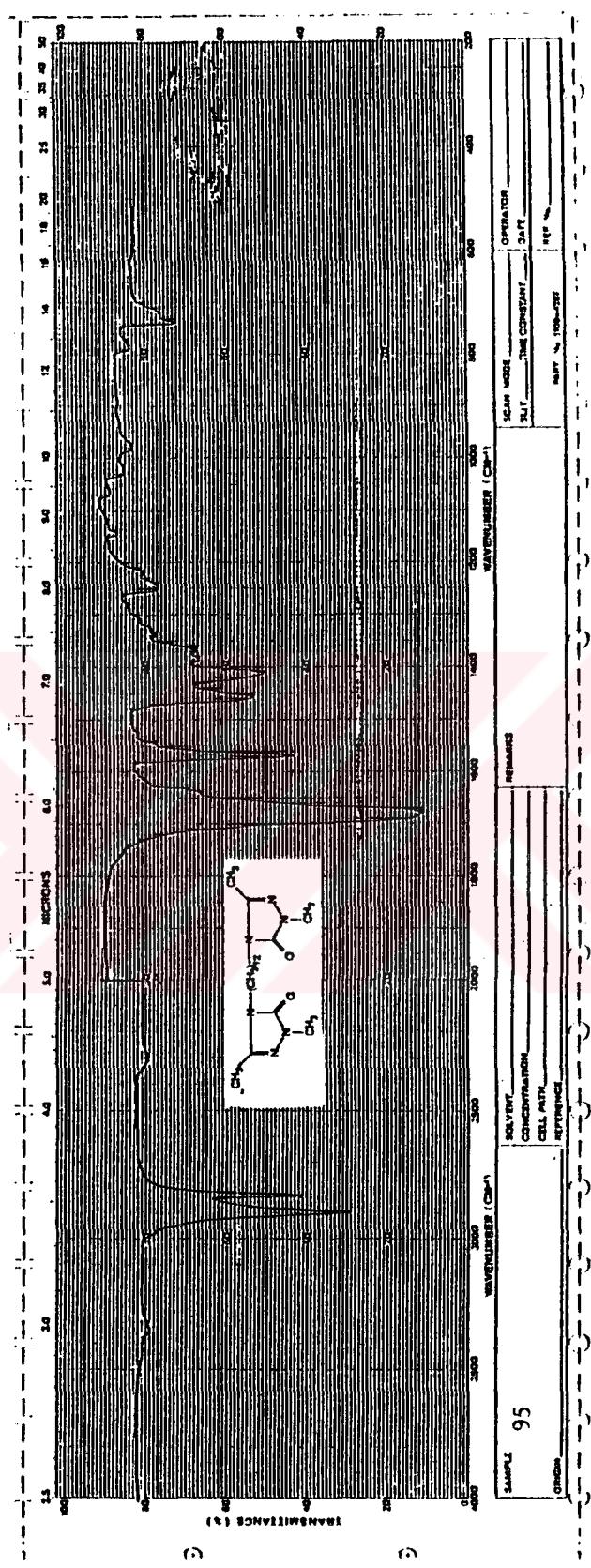
Sekil 163 : 94 bilesiginin IR spektrumu



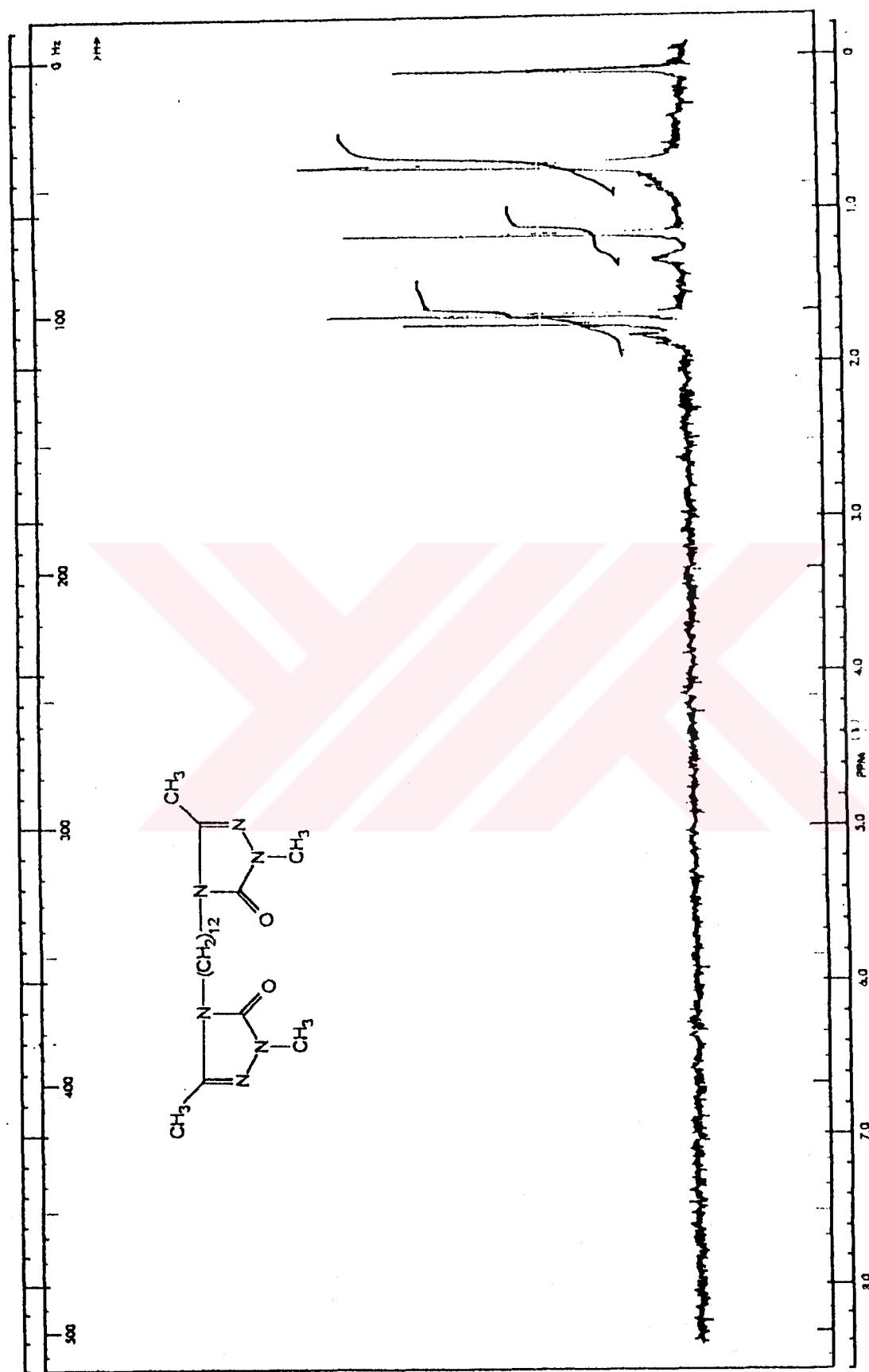
Sekil 164 : 94 bilesiginin ^1H -NMR ($\text{DMSO}-\text{d}_6$) spektrumu



Şekil 165 : 94 bilesiğinin $^1\text{H-NMR}$ (TFA) spektrumu



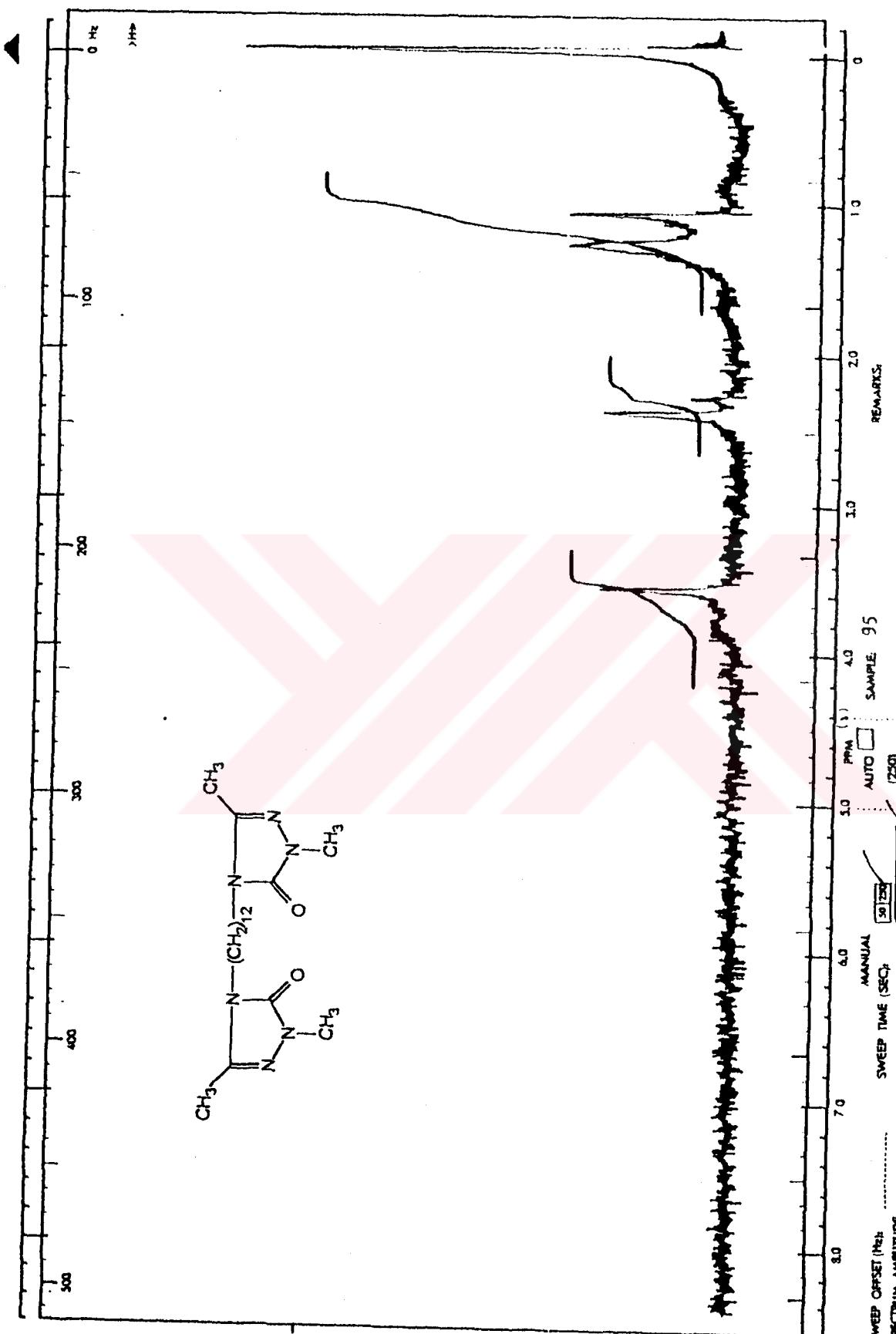
Şekil 166 : 95 bileşiğinin IR spektrumu



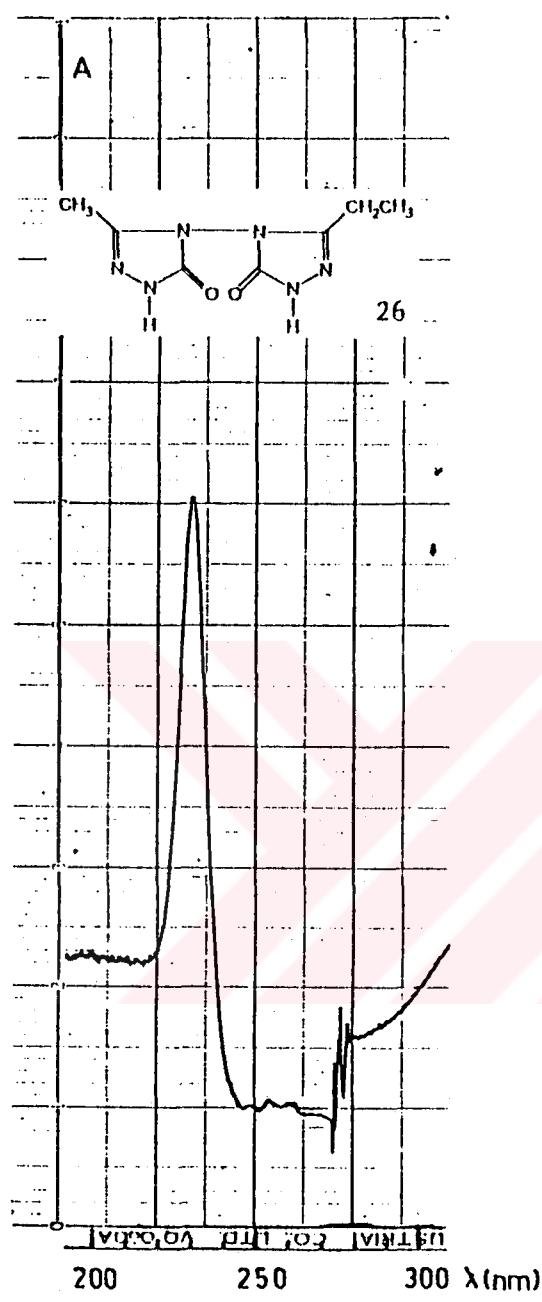
Şekil 167 : 95 bileşiginin ¹H-NMR (DMSO-d₆) spektrumu

STOMLER ISOTOP CHEMICALS
An Abbott Co., Waukegan, Illinois, U.S.A.
An International Company of Isotope Manufacturers, Distributors
and Service Centers, Worldwide, Inc., Canada



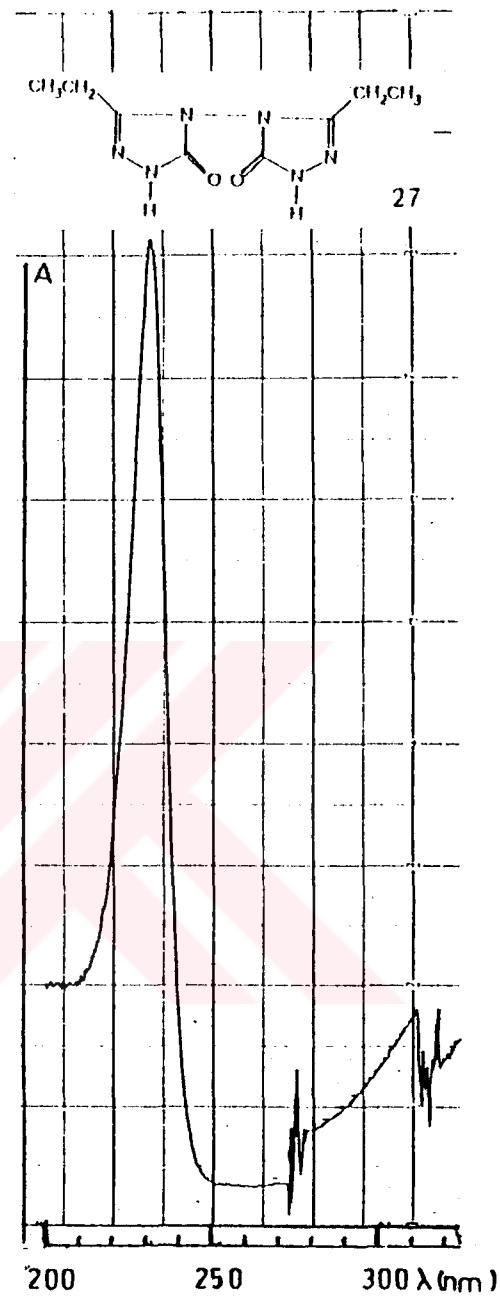


Sekil 163 : 95 bilesiginin ^1H -NMR(TFA) spektrumu



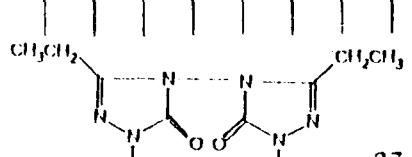
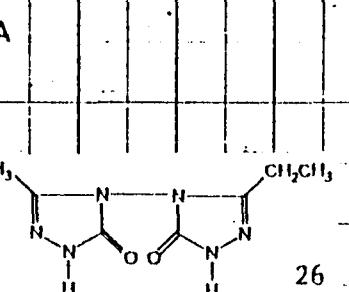
Şekil 169

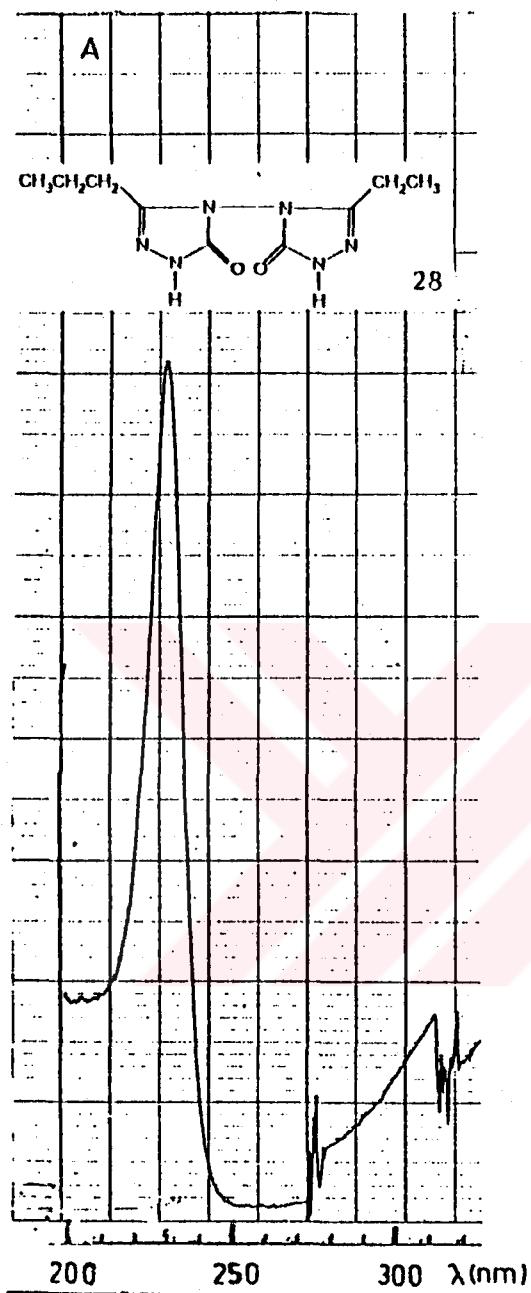
26 bileşığının UV spektrumu



Şekil 170

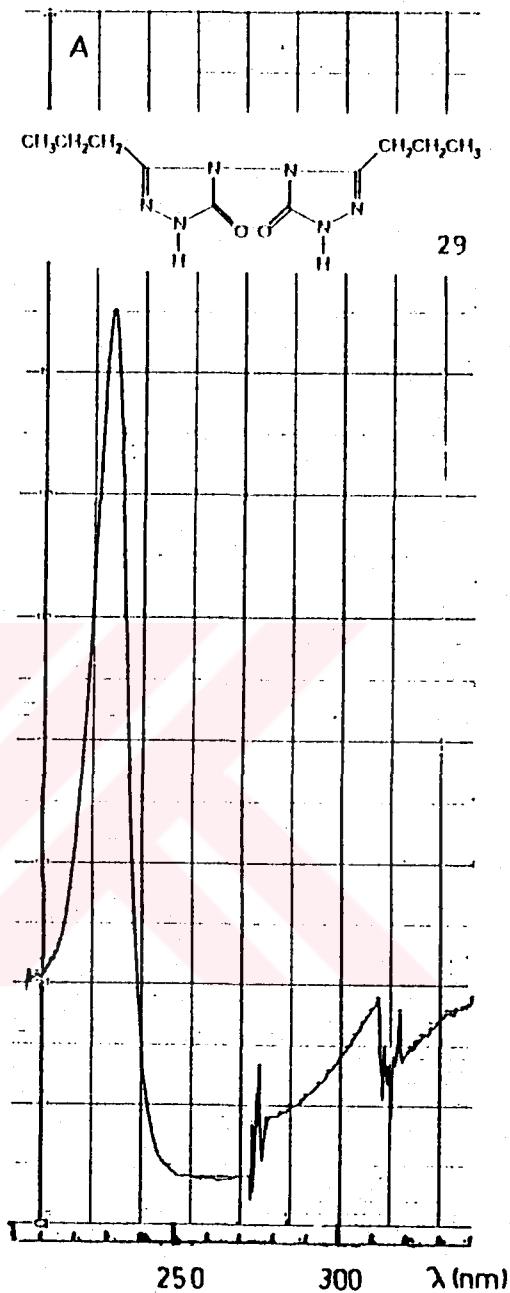
27 bileşığının UV spektrumu





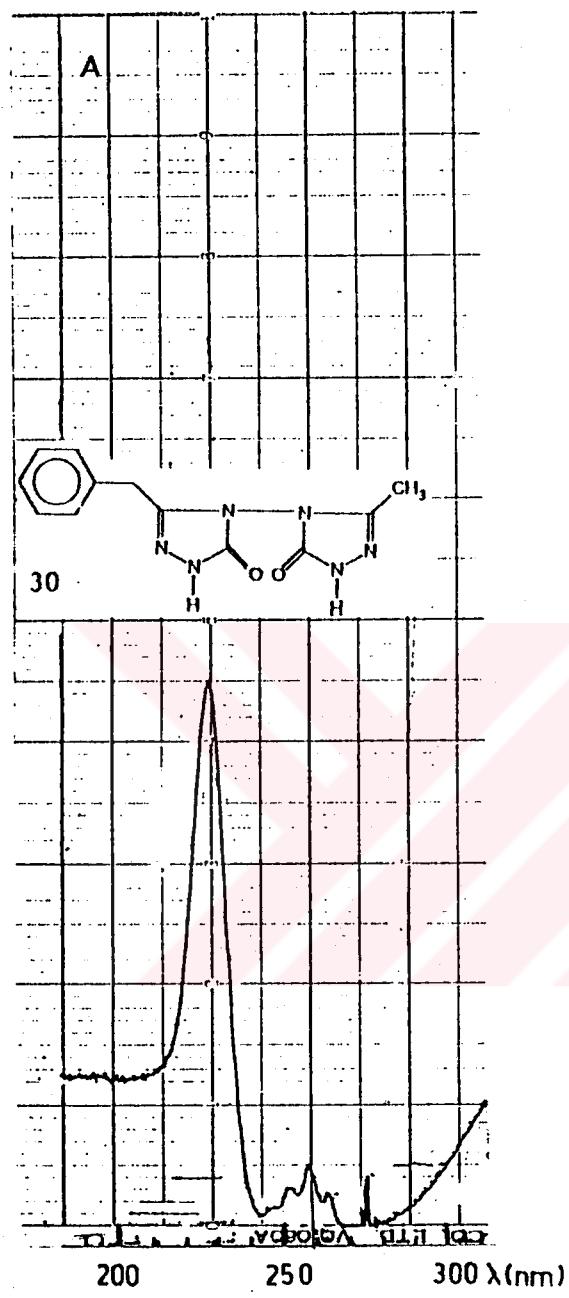
Şekil 171

28 bileşığının UV spektrumu



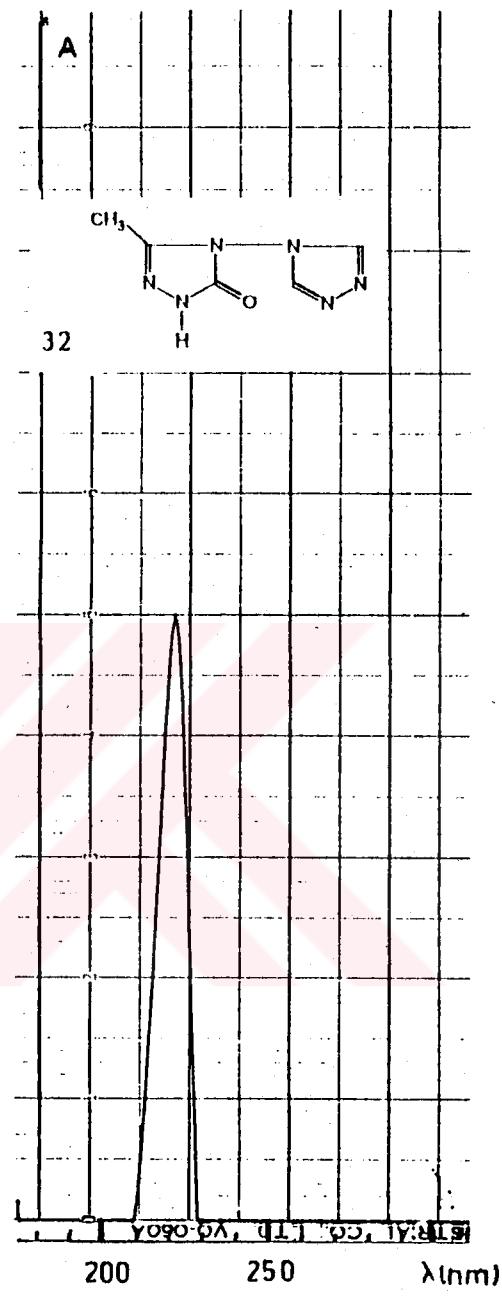
Şekil 172

29 bileşığının UV spektrumu



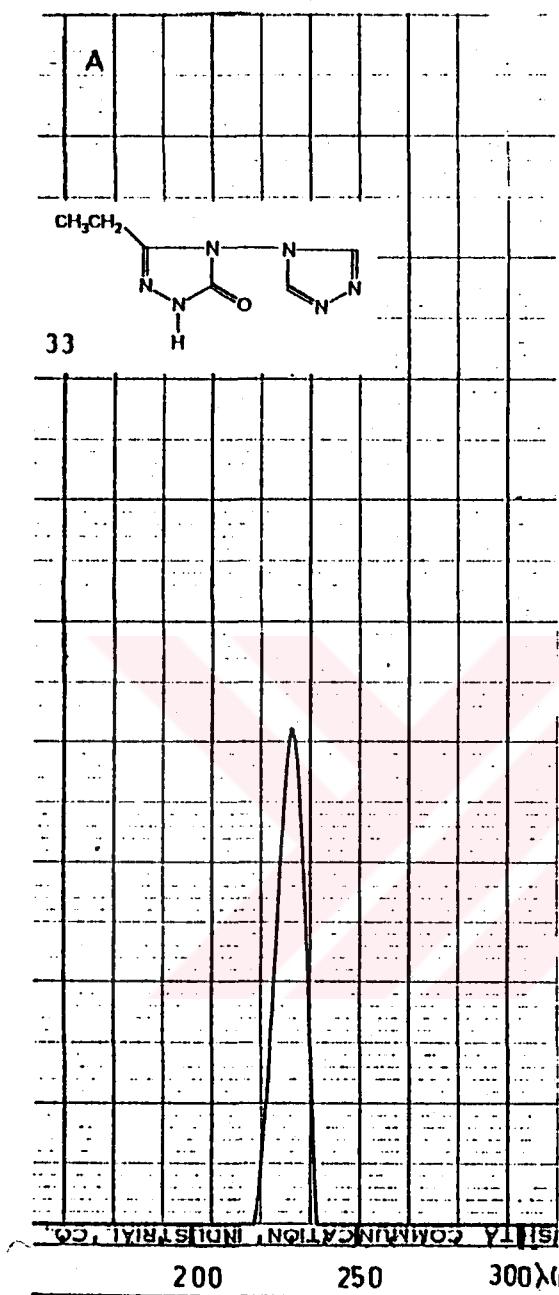
Şekil 173

30 bileşığının UV spektrumu



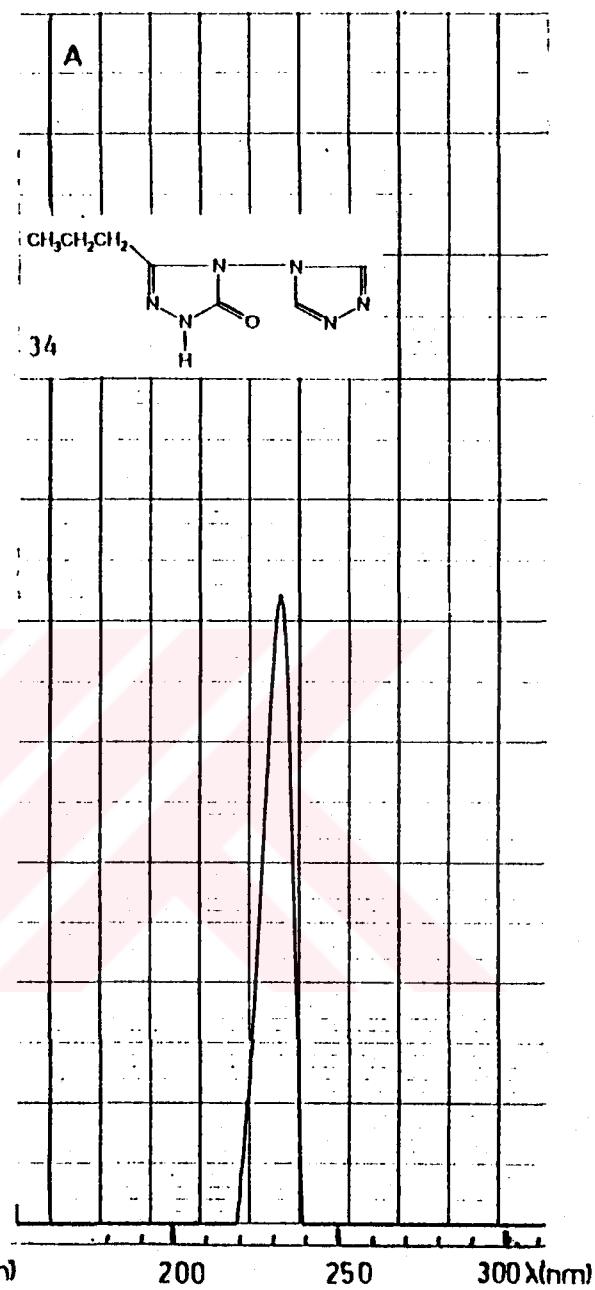
Şekil 174

32 bileşığının UV spektrumu



Şekil 175

33 bileşığının UV spektrumu



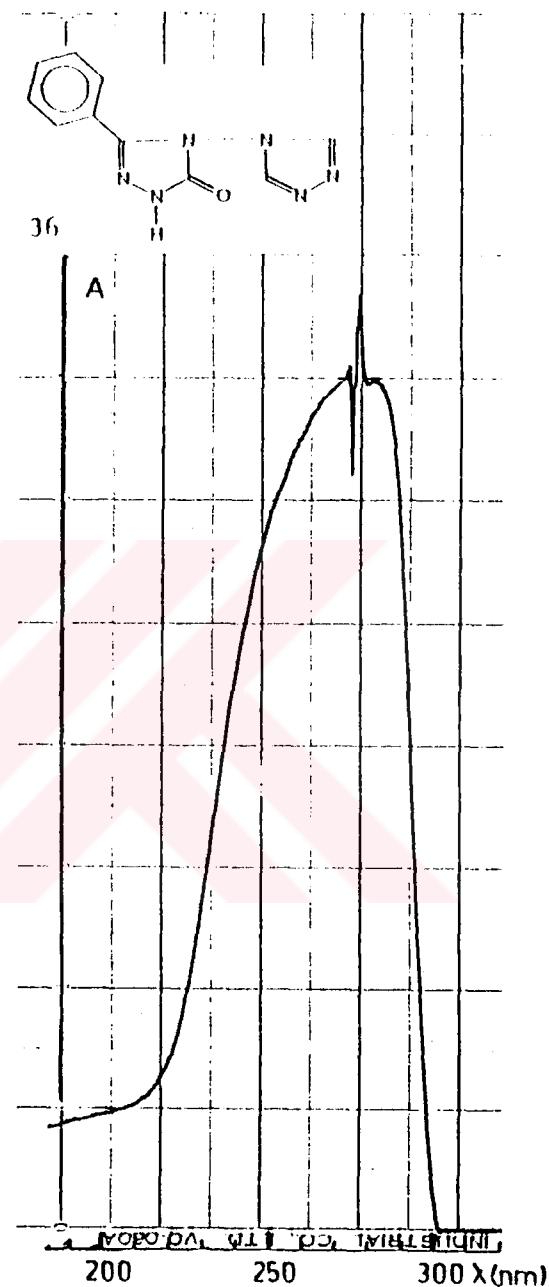
Şekil 176

34 bileşığının UV spektrumu



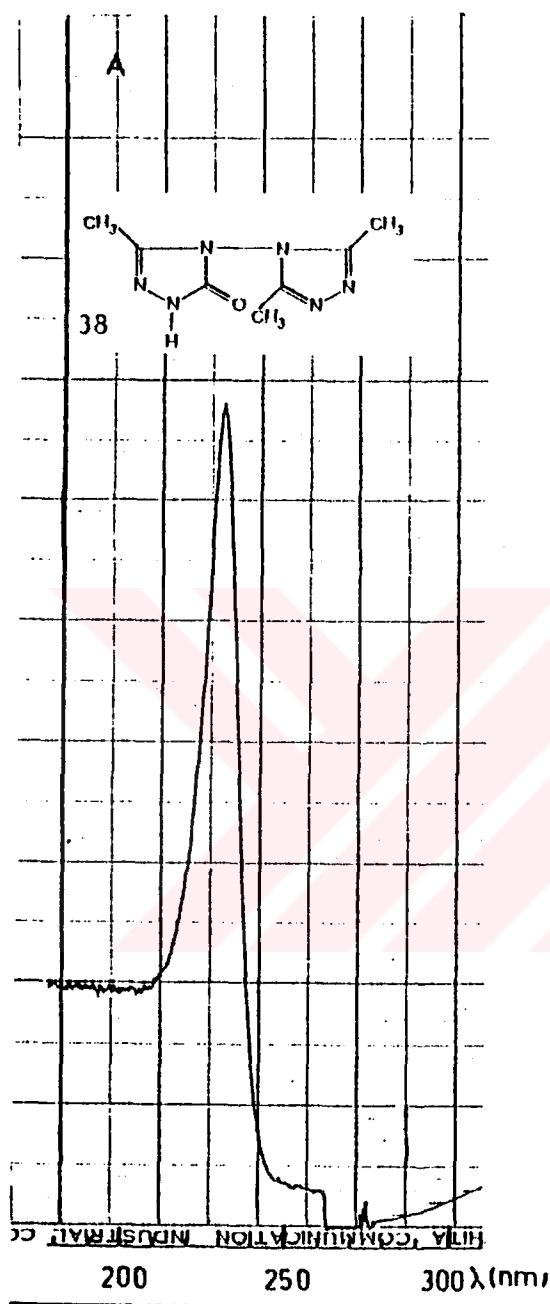
Şekil 177

35 bileşığının UV spektrumu



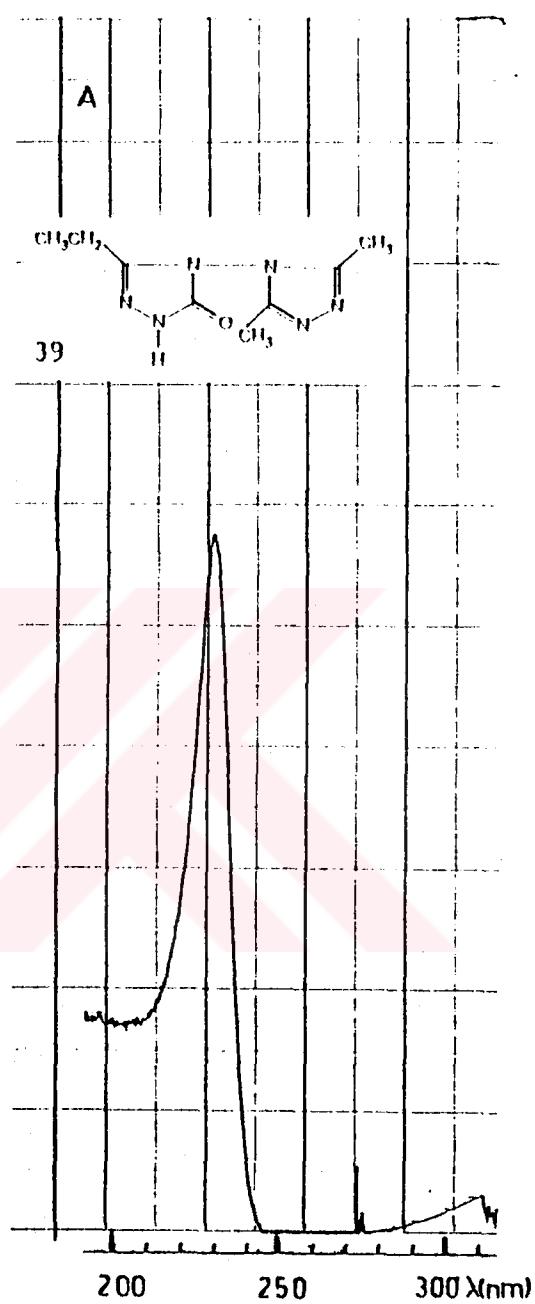
Şekil 178

36 bileşığının UV spektrumu



Şekil 179

38 bileşığının UV spektrumu



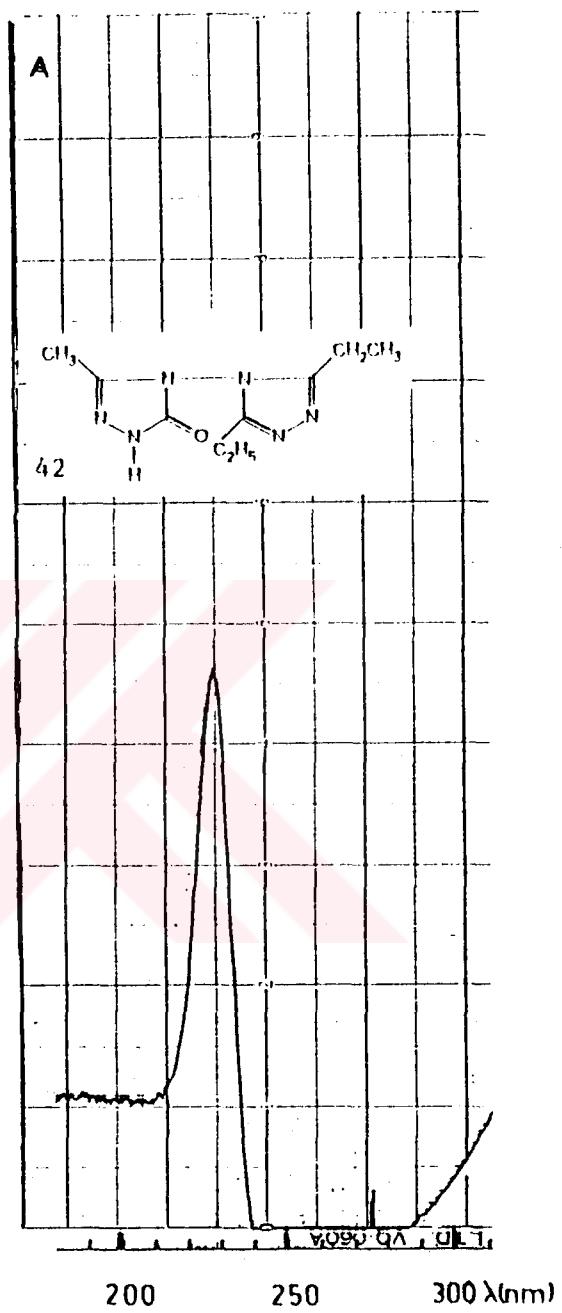
Şekil 180

39 bileşığının UV spektrumu



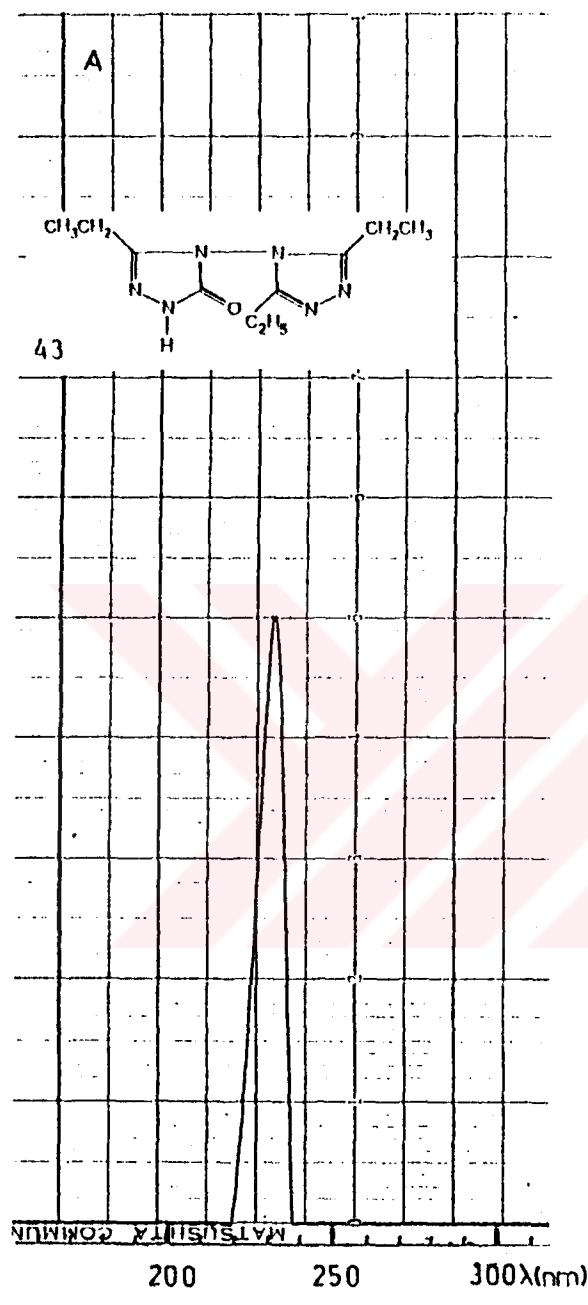
Şekil 181

40 bileşığının UV spektrumu



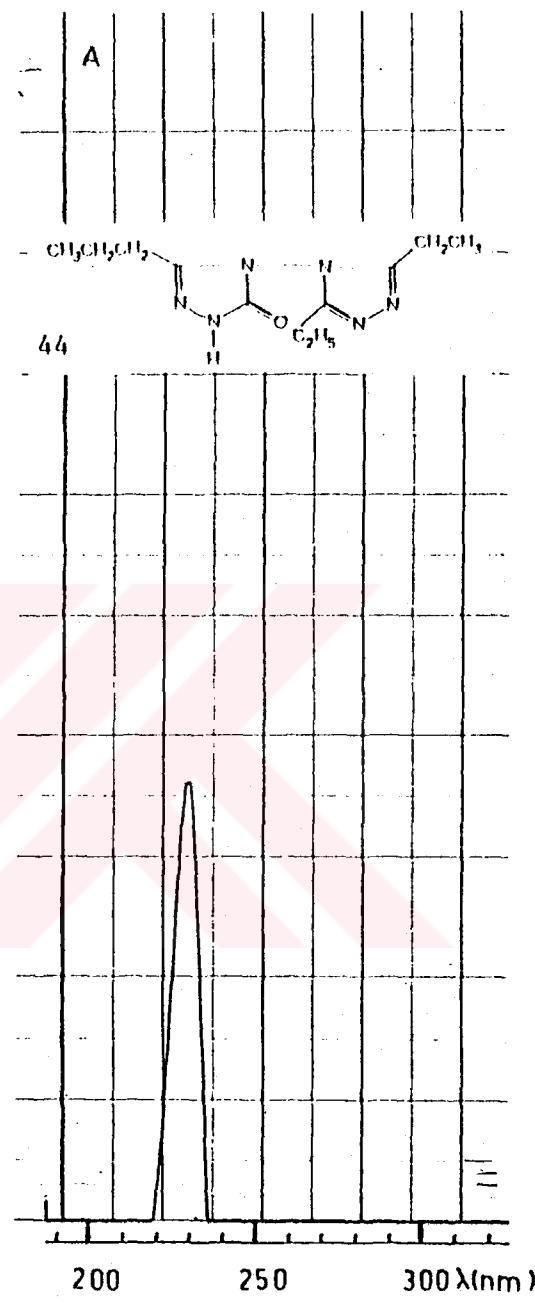
Şekil 182

42 bileşığının UV spektrumu



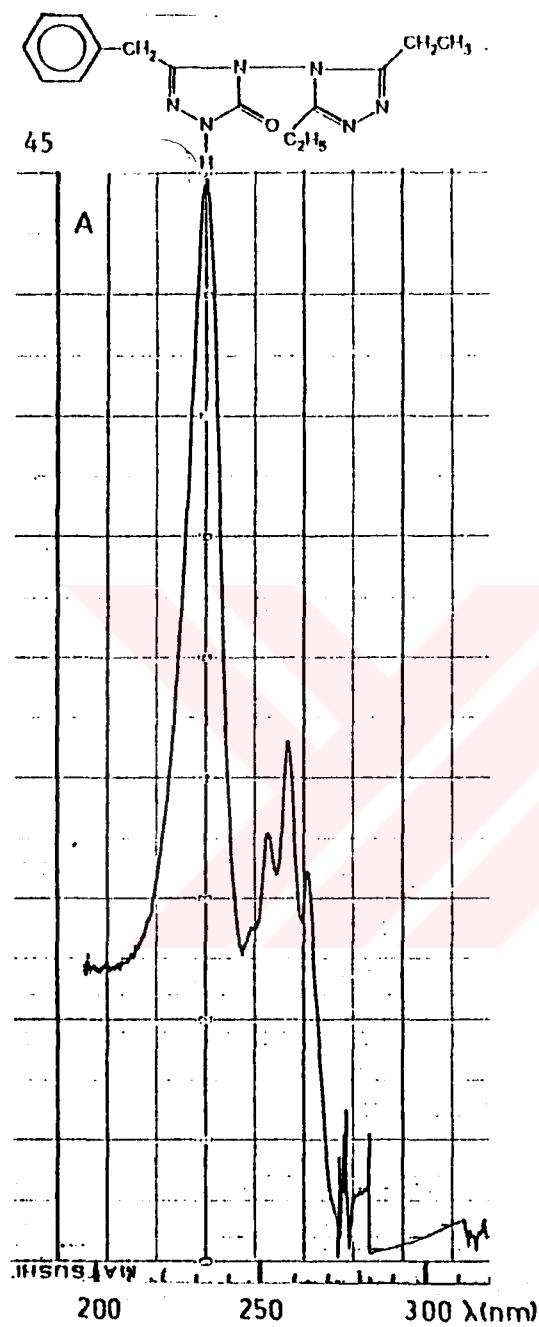
Şekil 183

43 bileşığının UV spektrumu



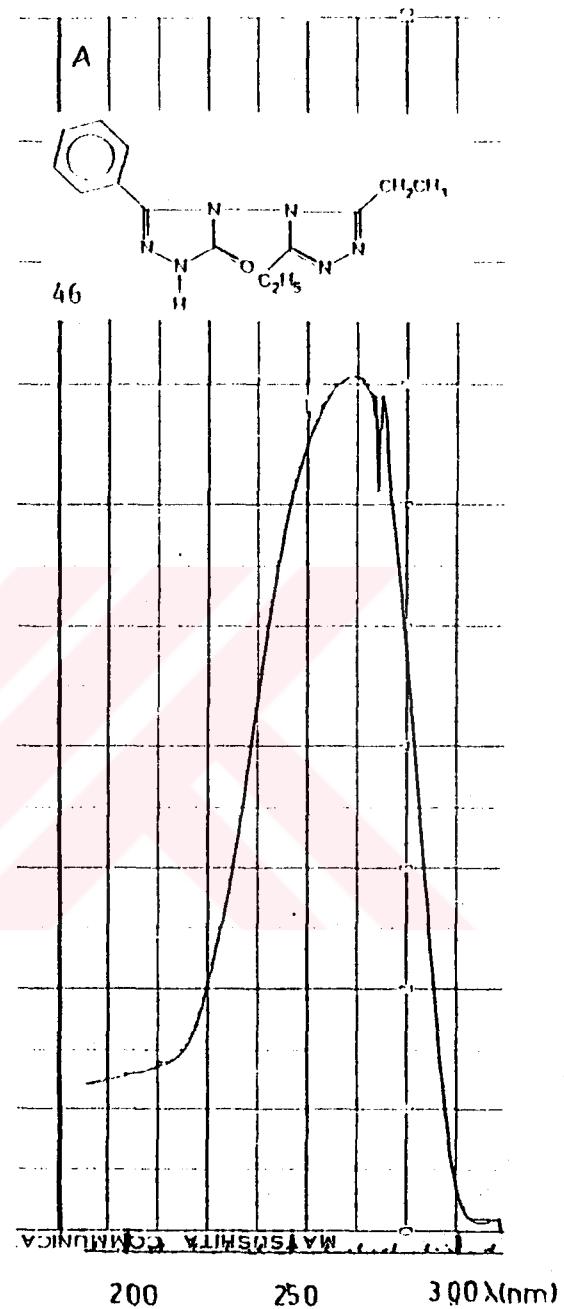
Şekil 184

44 bileşığının UV spektrumu



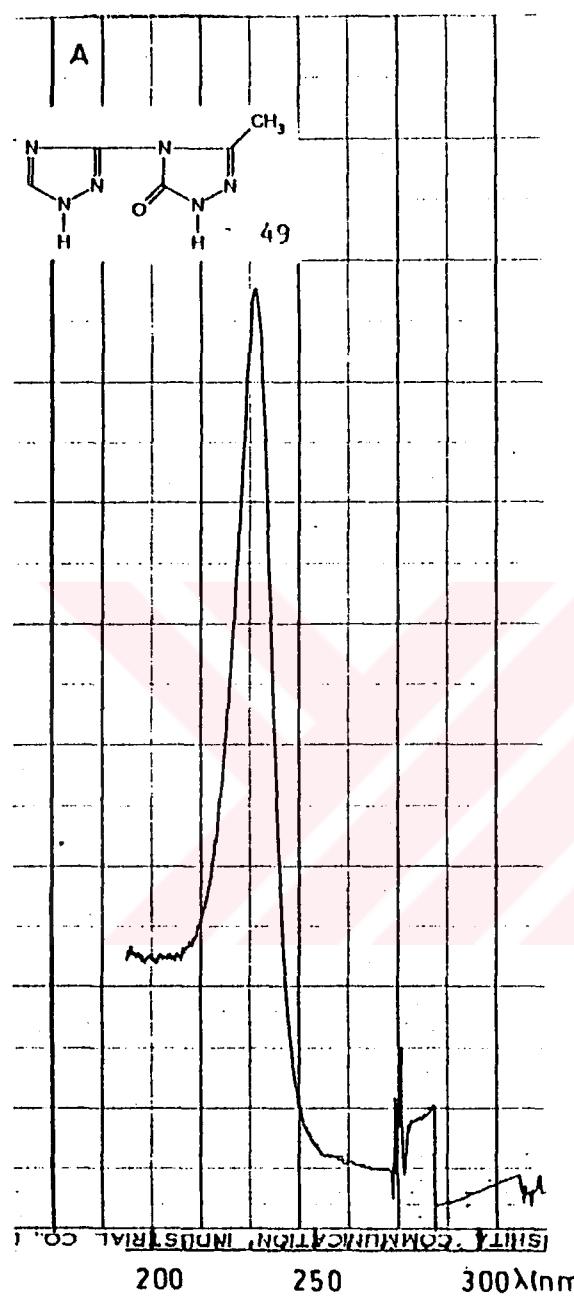
Şekil 185

45 bileşığının UV spektrumu



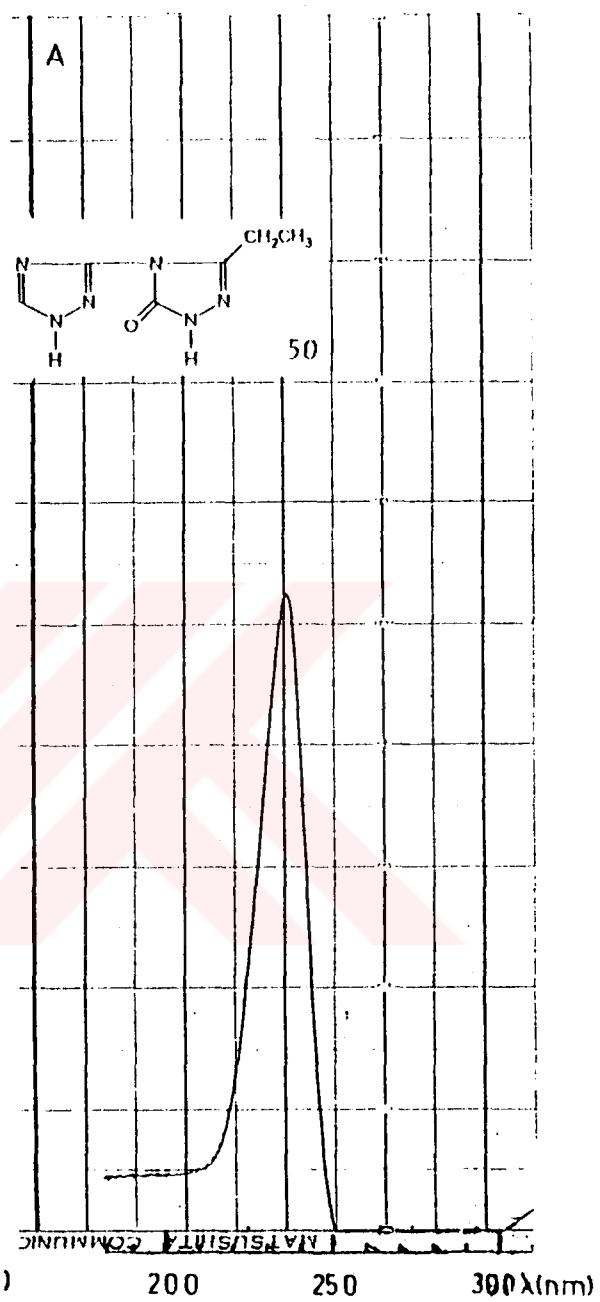
Şekil 186

46 bileşığının UV spektrumu



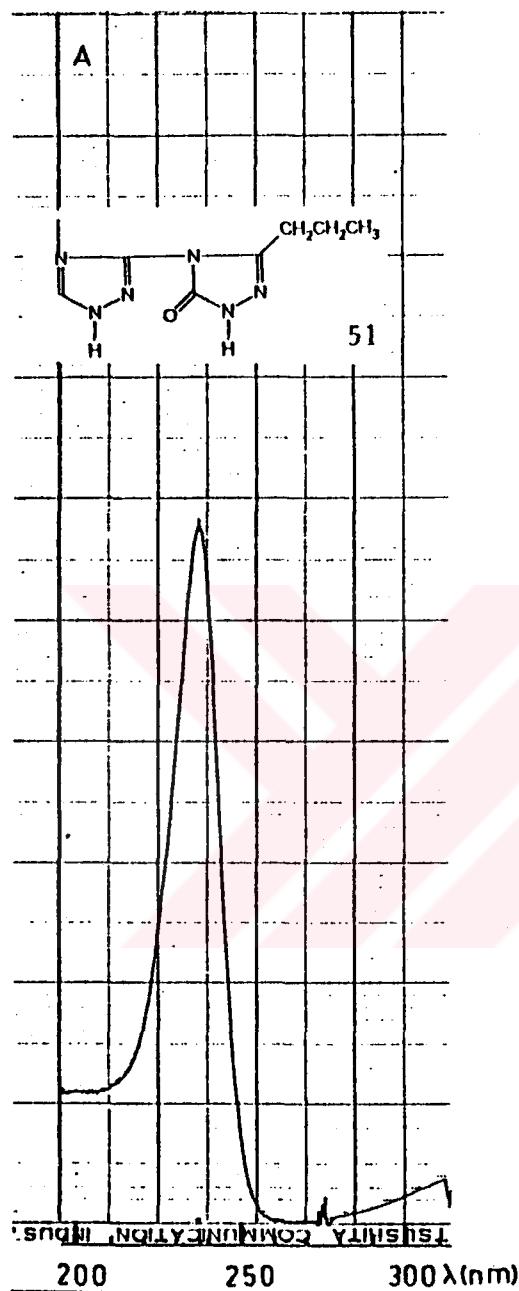
Şekil 187

49 bileşığının UV spektrumu



Şekil 188

50 bileşığın UV spektrumu



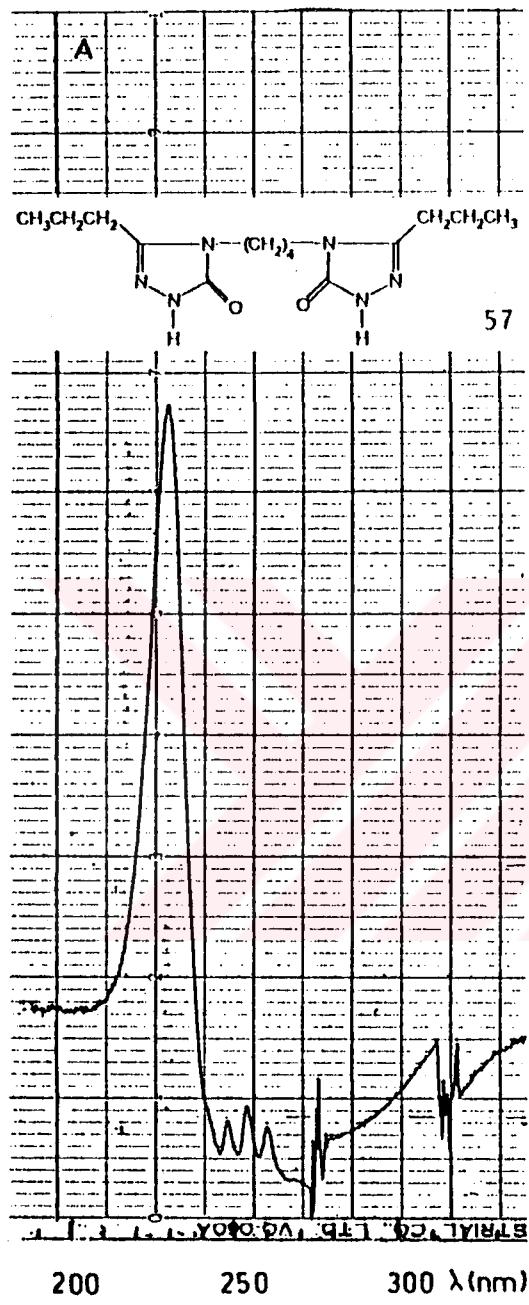
Şekil 189

51 bileşiginin UV spektrumu



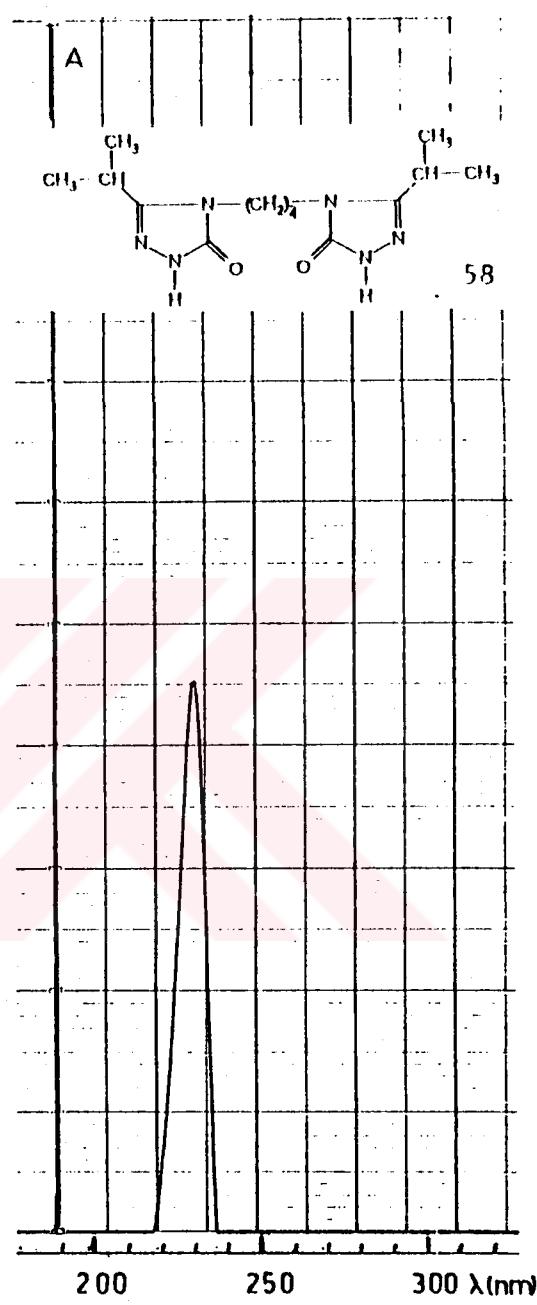
Şekil 190

52 bileşiginin UV spektrumu



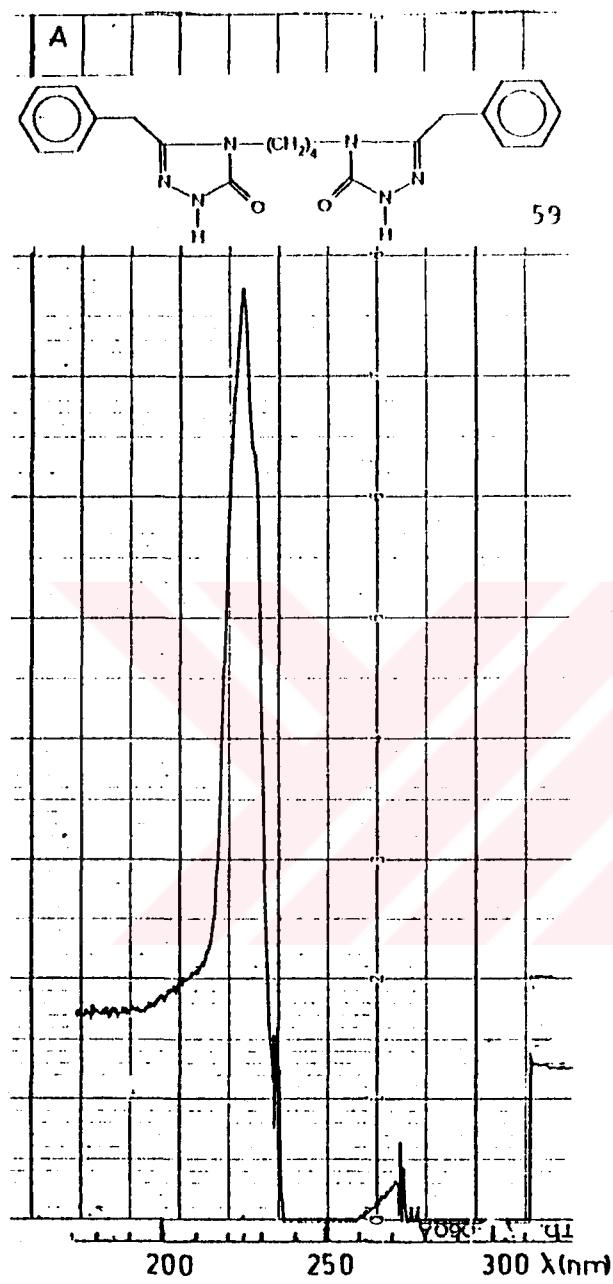
Şekil 191

57 bileşığının UV spektrumu



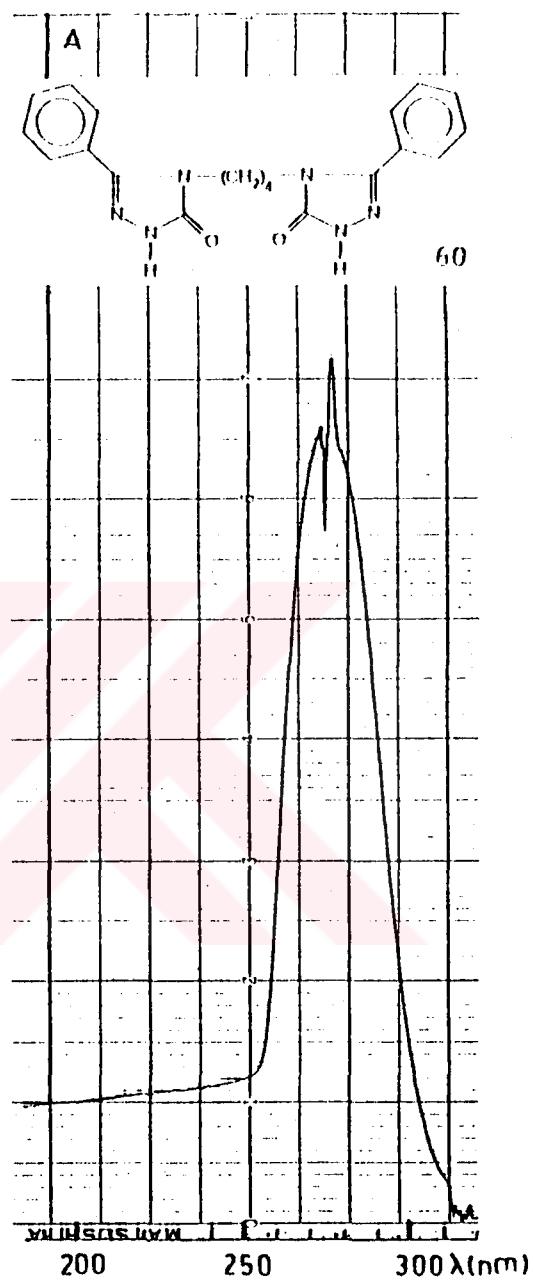
Şekil 192

58 bileşığının UV spektrumu



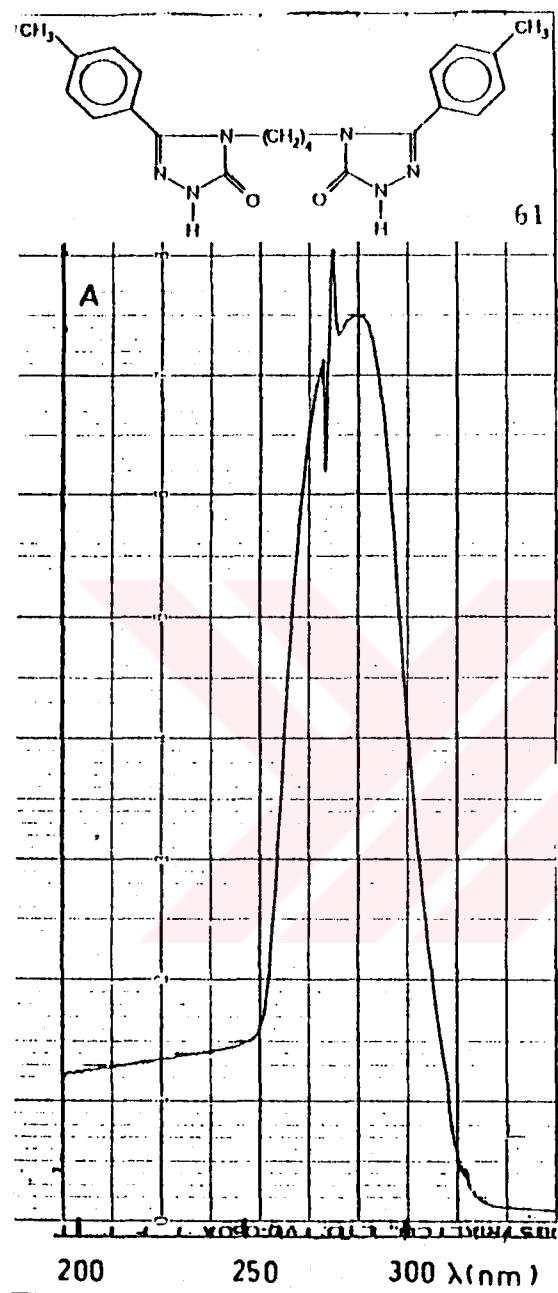
Şekil 193

59 bileşığının UV spektrumu



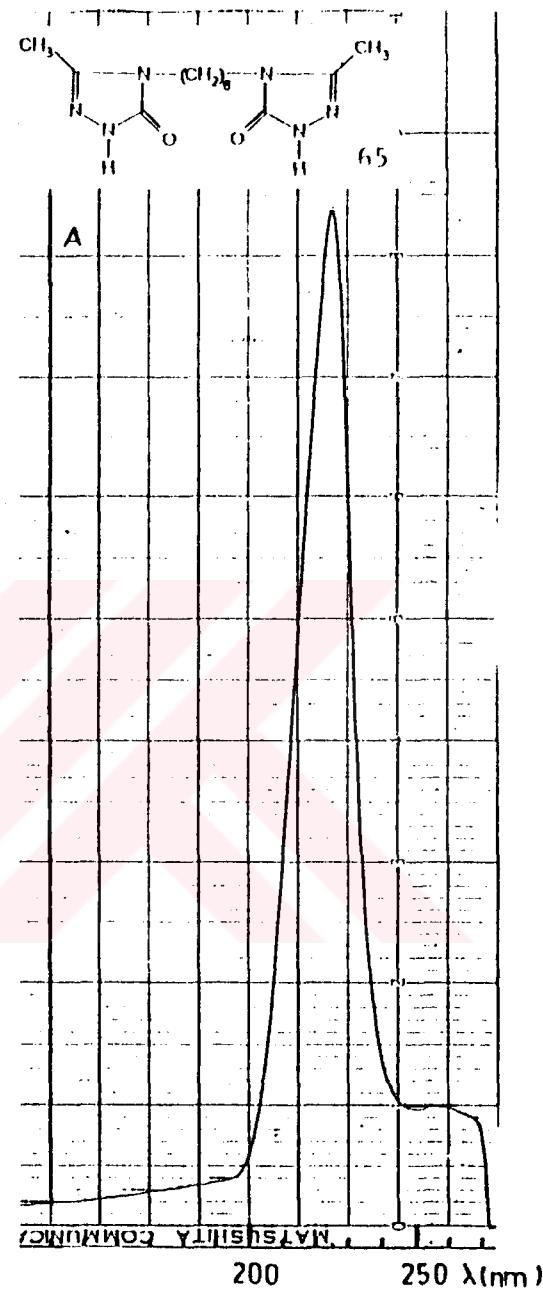
Şekil 194

60 bileşığının UV spektrumu



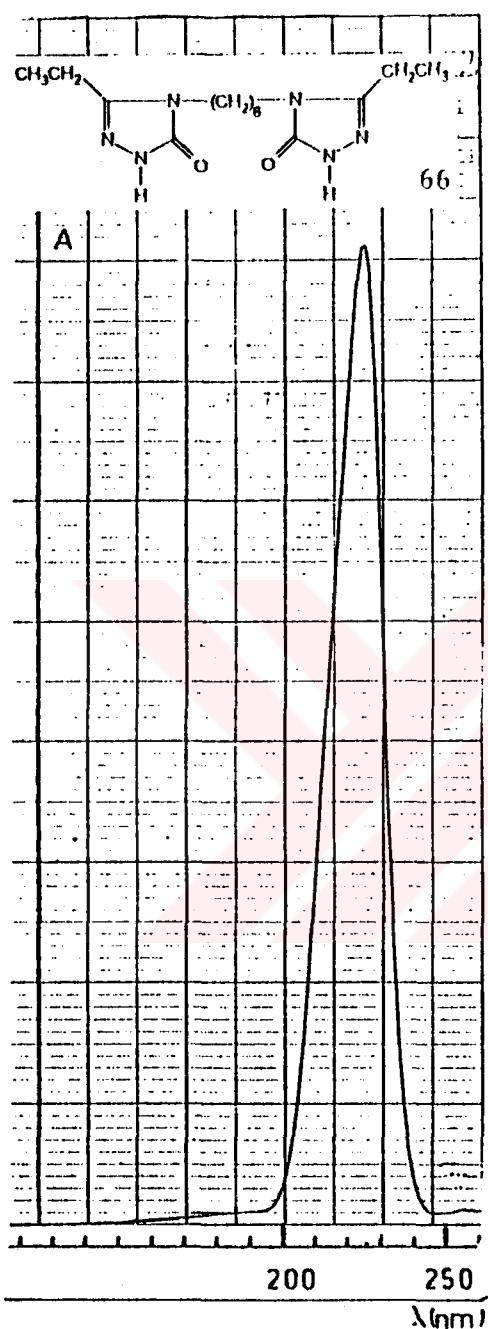
Şekil 195

61 bileşığının UV spektrumu



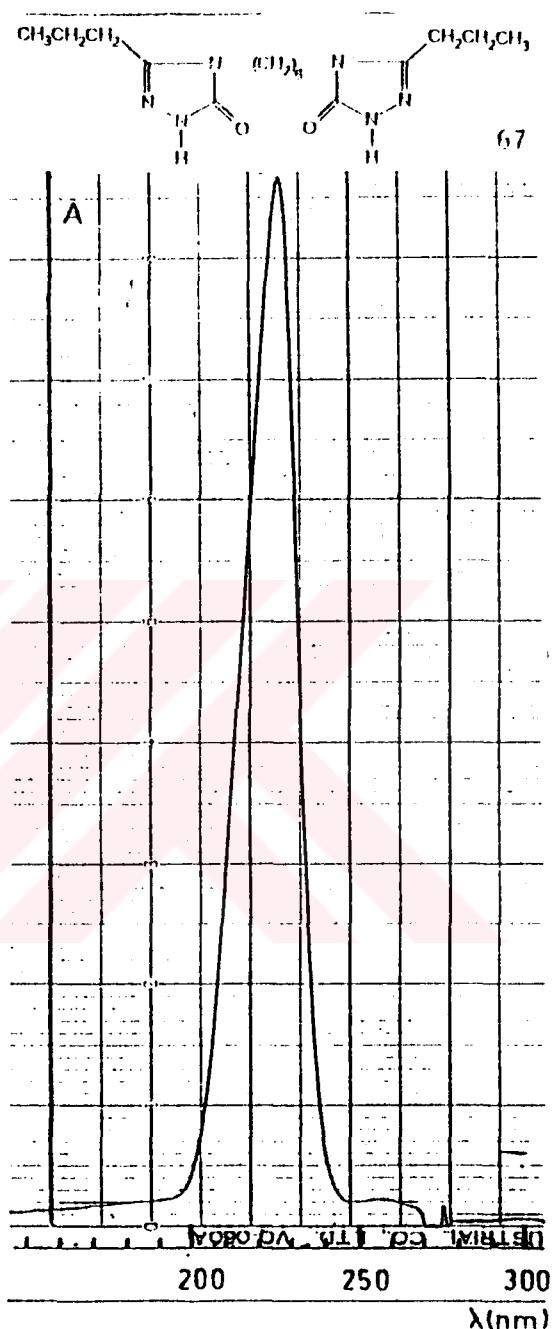
Şekil 196

65 bileşığının UV spektrumu



Şekil 197

66 bileşığının UV spektrumu



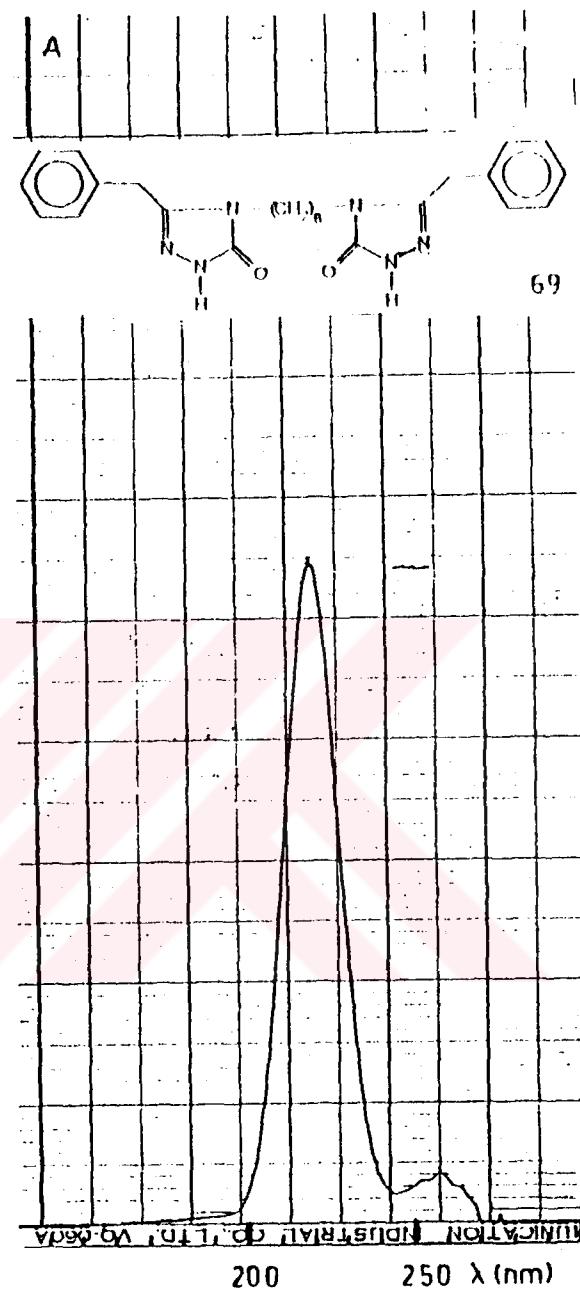
Şekil 198

67 bileşığının UV spektrumu



Şekil 199

68 bileşığının UV spektrumu



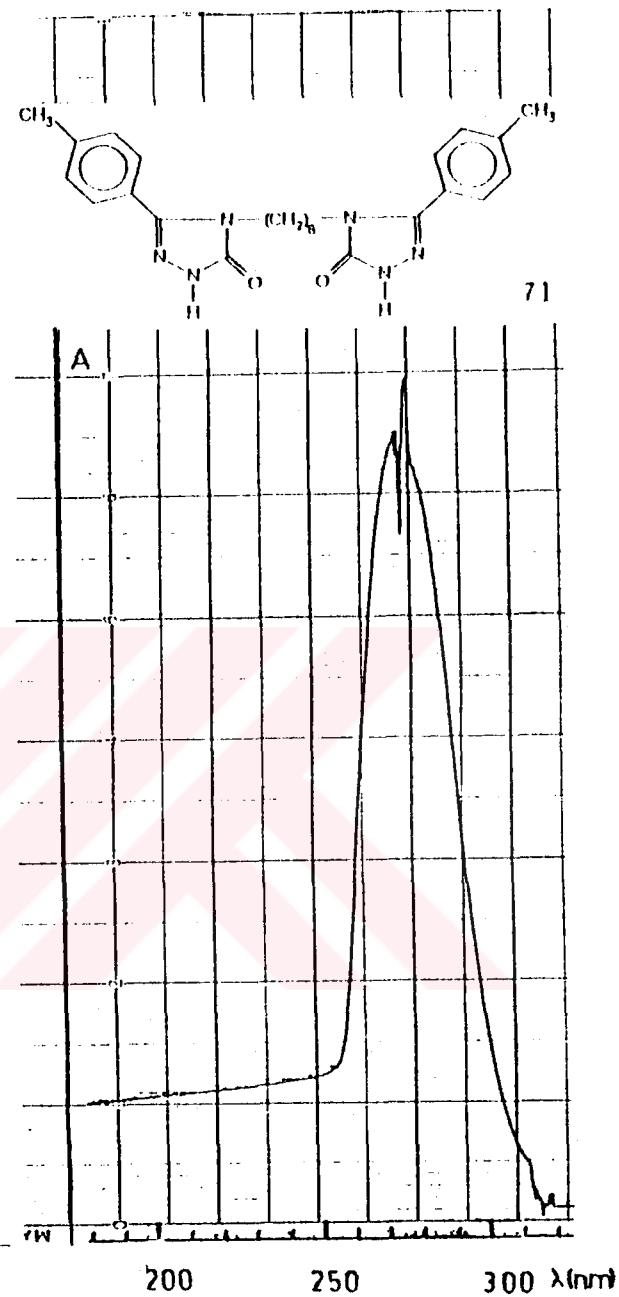
Şekil 200

69 bileşığının UV spektrumu



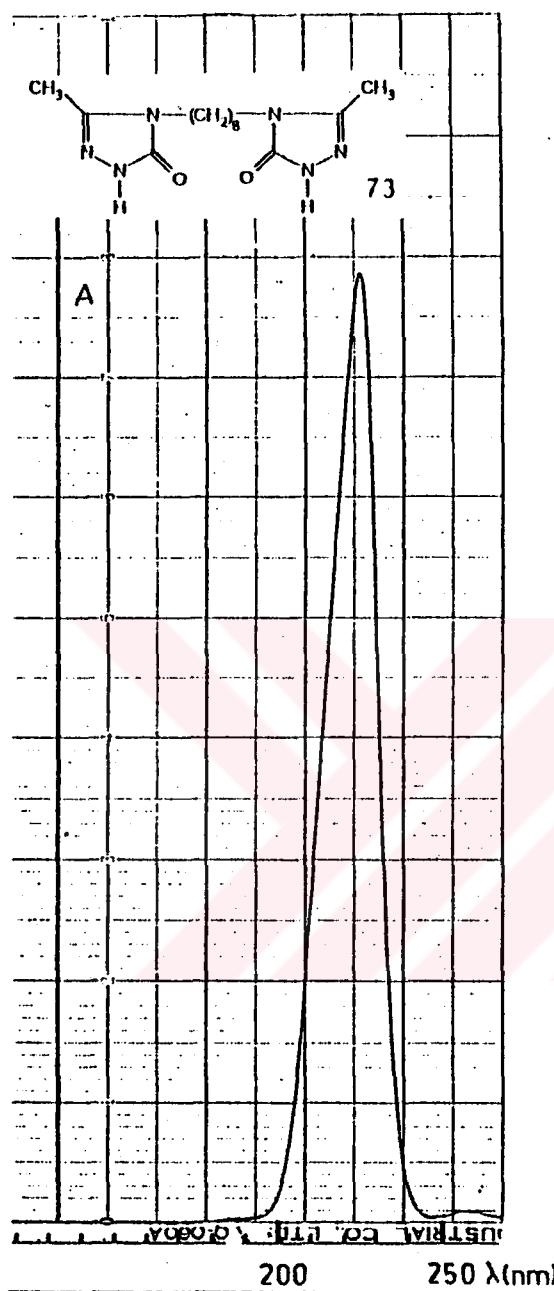
Şekil 201

70 bileşiğinin UV spektrumu



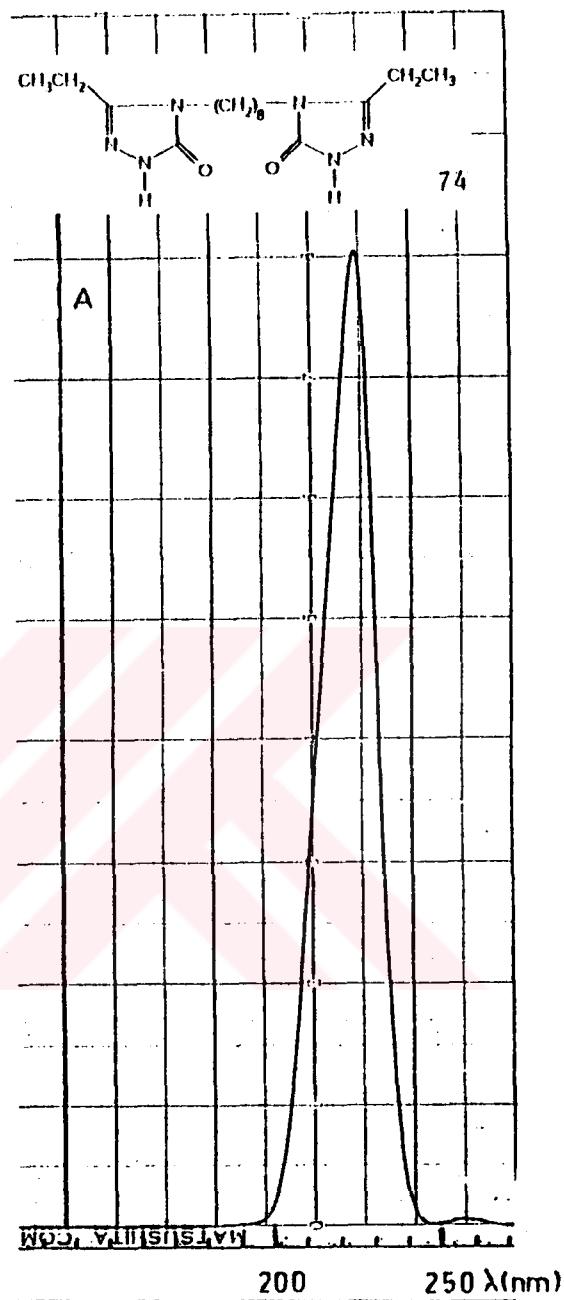
Şekil 202

71 bileşiğinin UV spektrumu



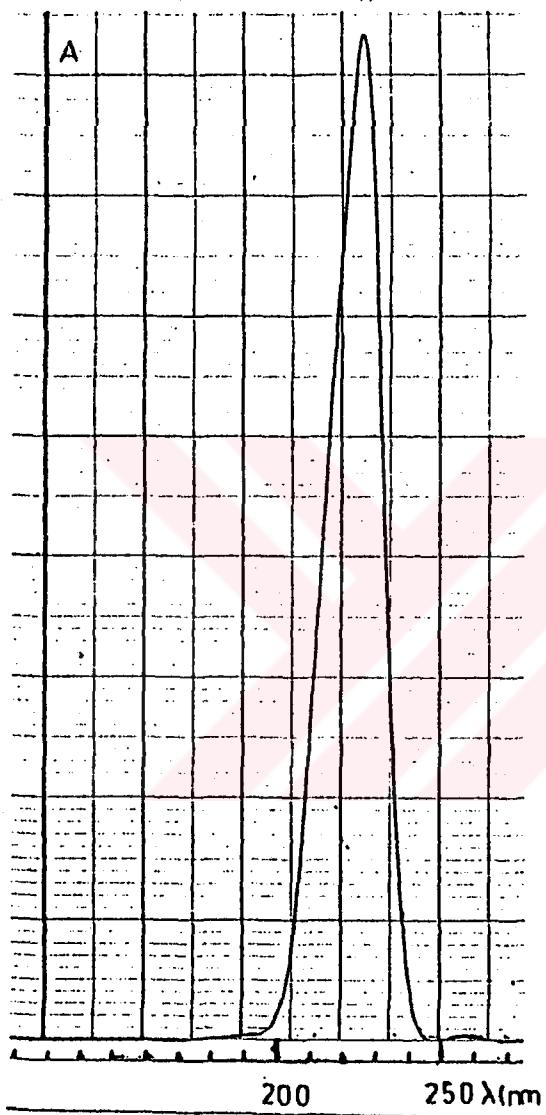
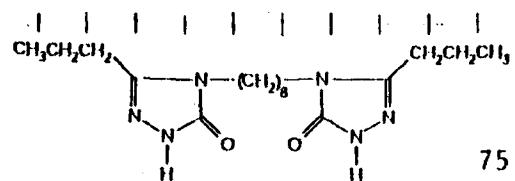
Şekil 203

73 bileşığının UV spektrumu



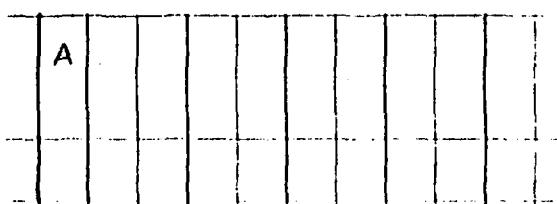
Şekil 204

74 bileşığının UV spektrumu



Şekil 205

75 bileşığının UV spektrumu



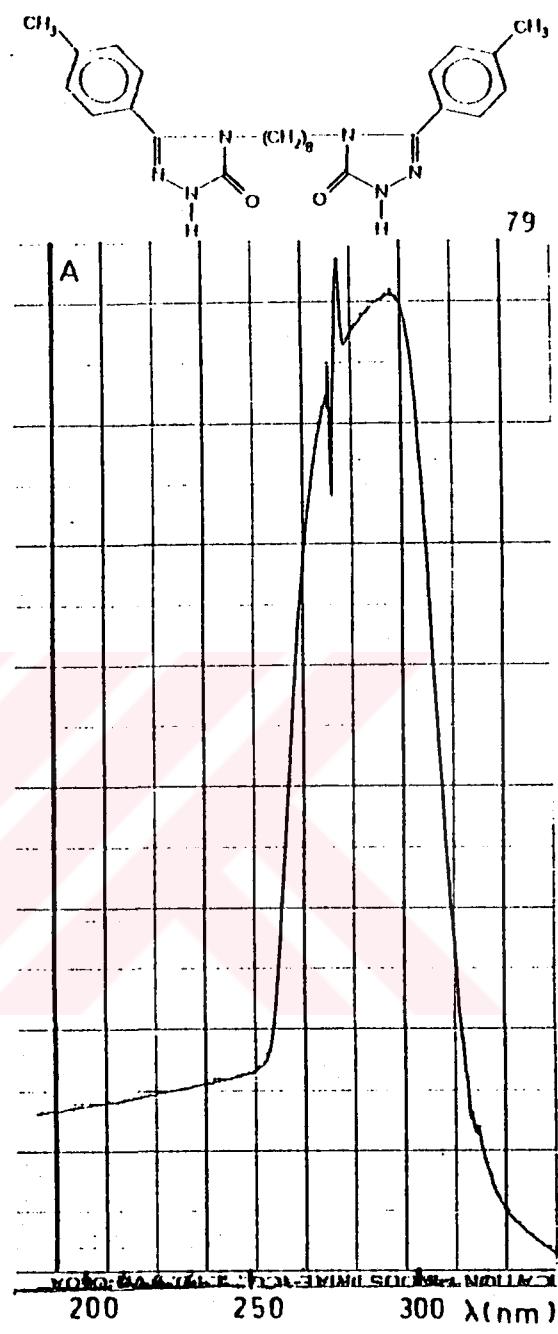
Şekil 206

77 bileşığının UV spektrumu



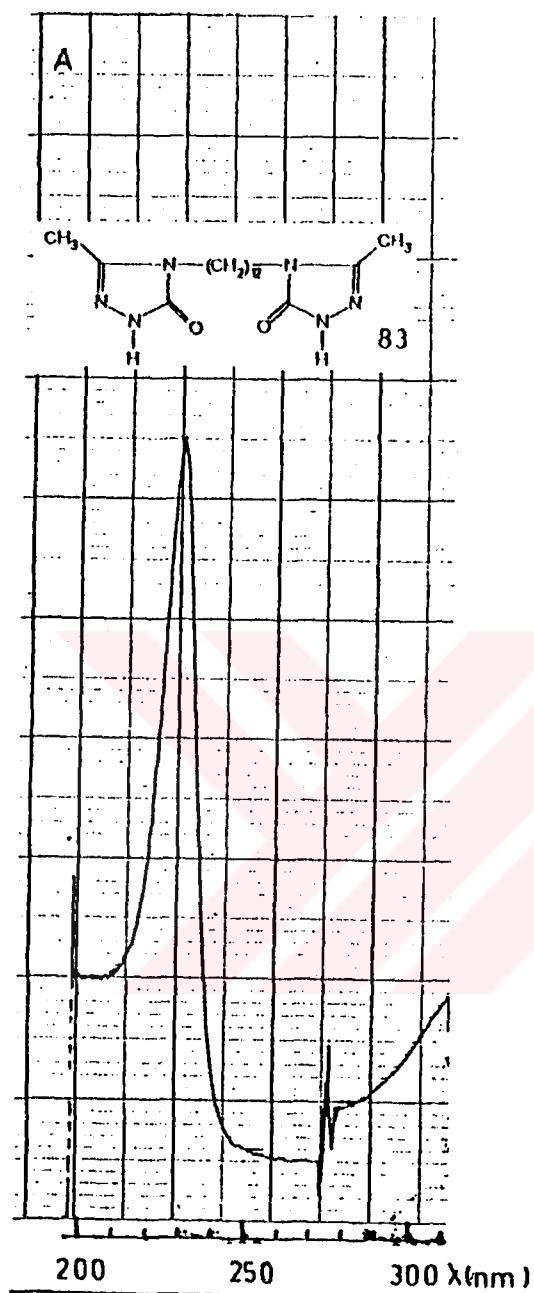
Şekil 207

78 bileşığının UV spektrumu



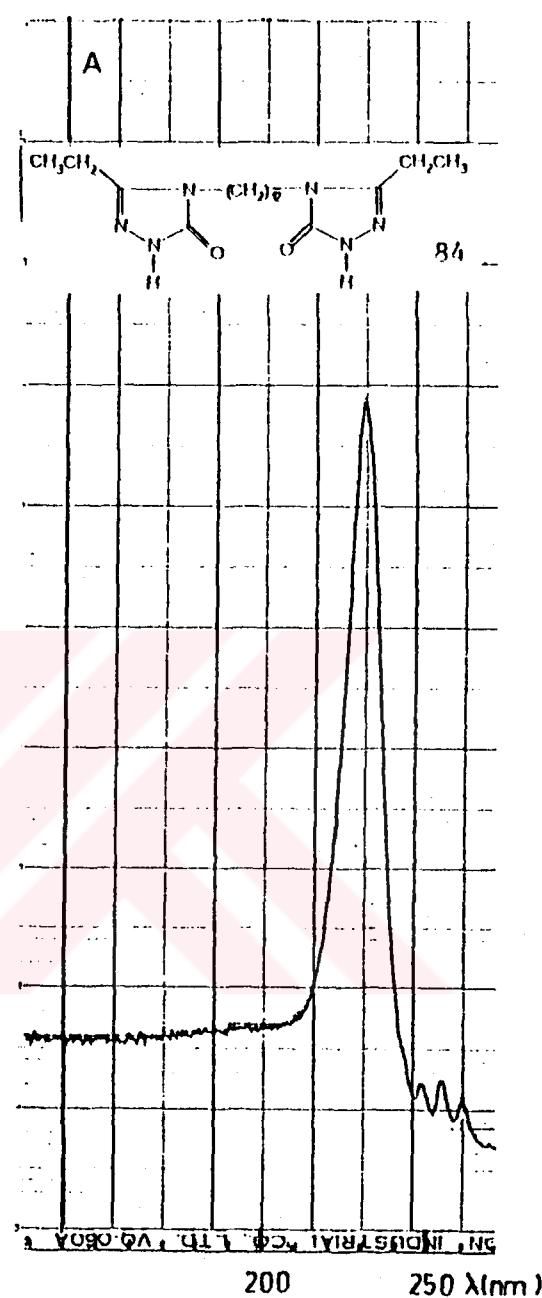
Şekil 208

79 bileşığının UV spektrumu



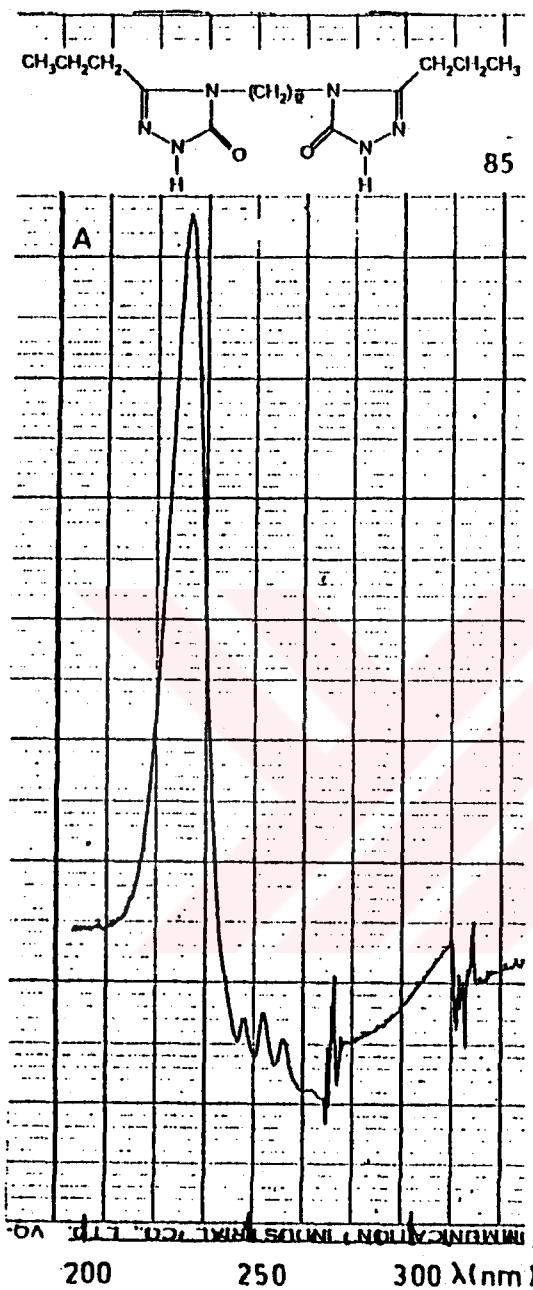
Şekil 209

83 bileşiginin UV spektrumu



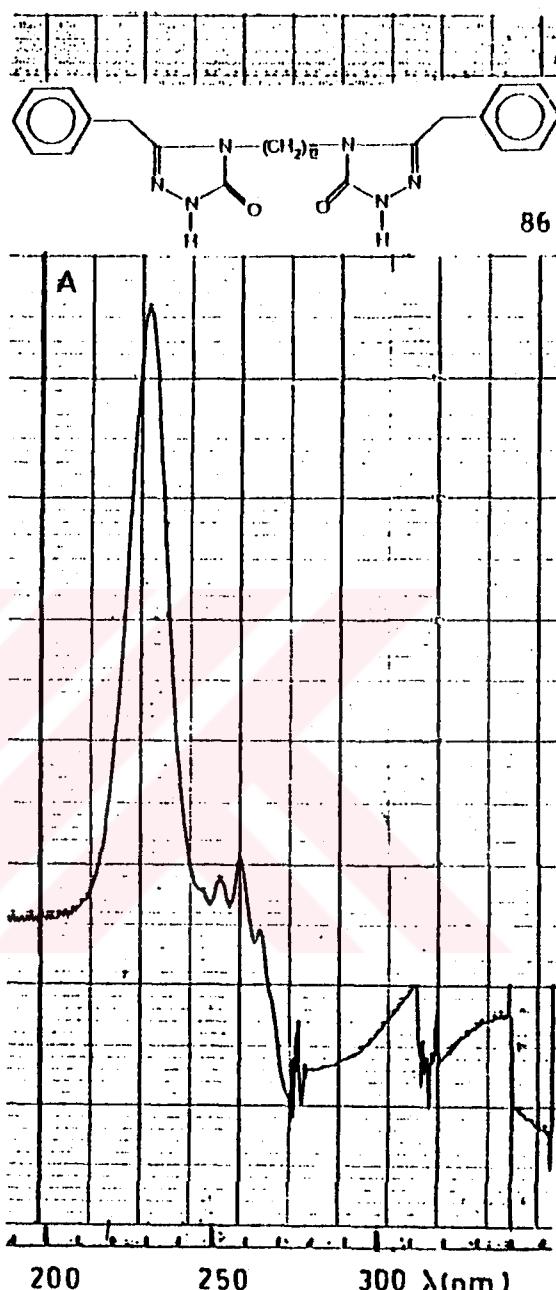
Şekil 210

84 bileşiginin UV spektrumu



Şekil 211

85 bileşığının UV spektrumu



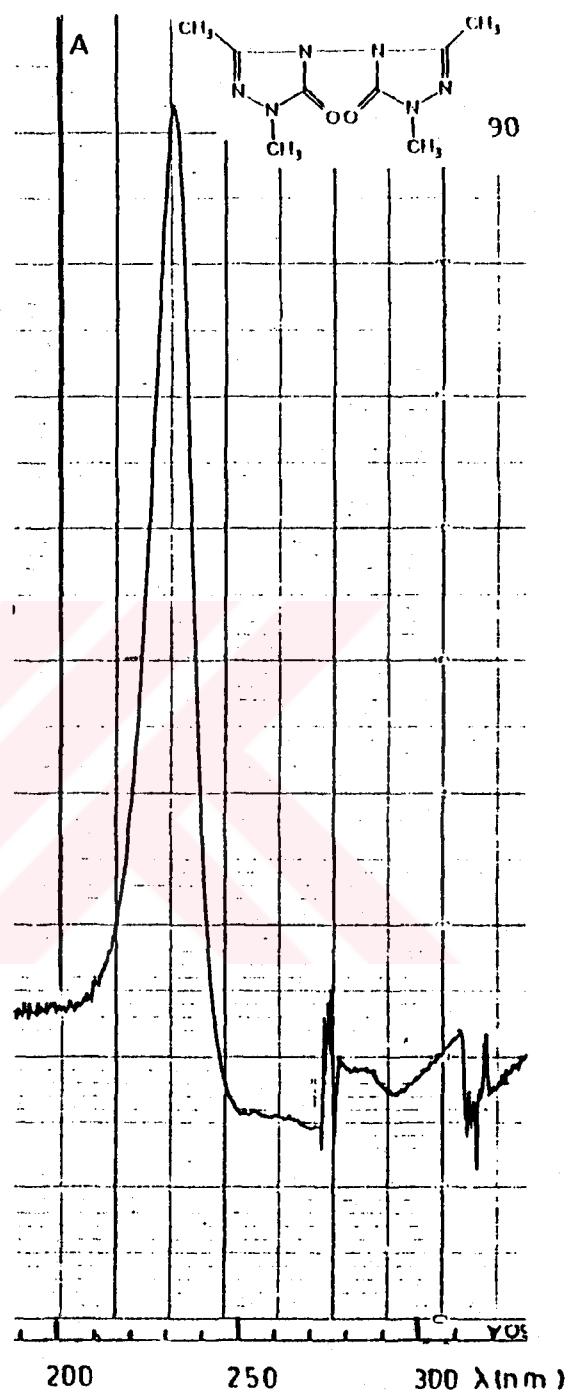
Şekil 212

86 bileşığın UV spektrumu



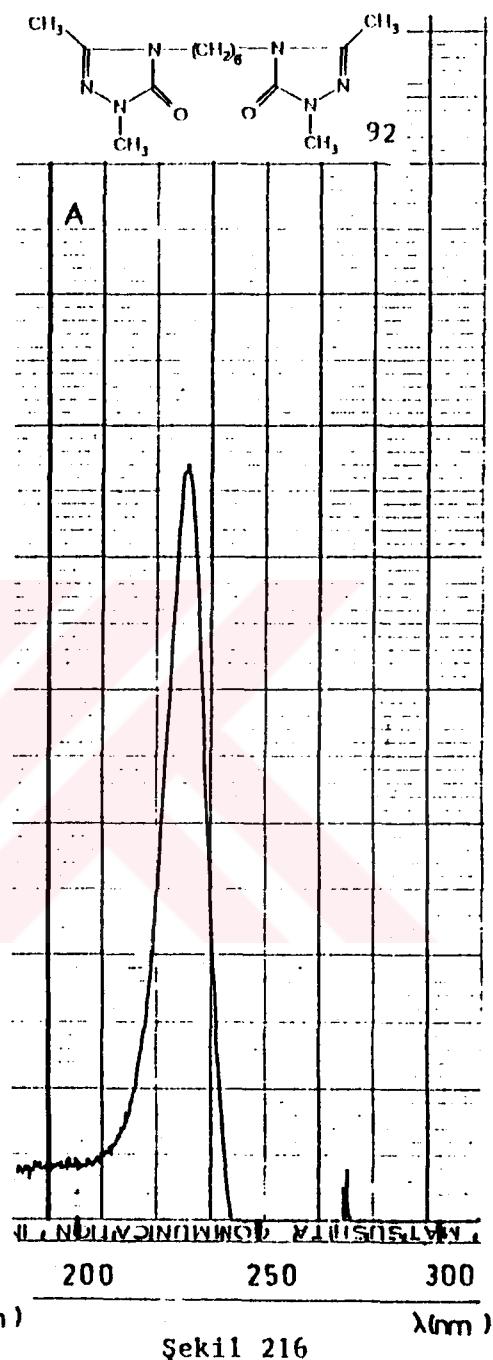
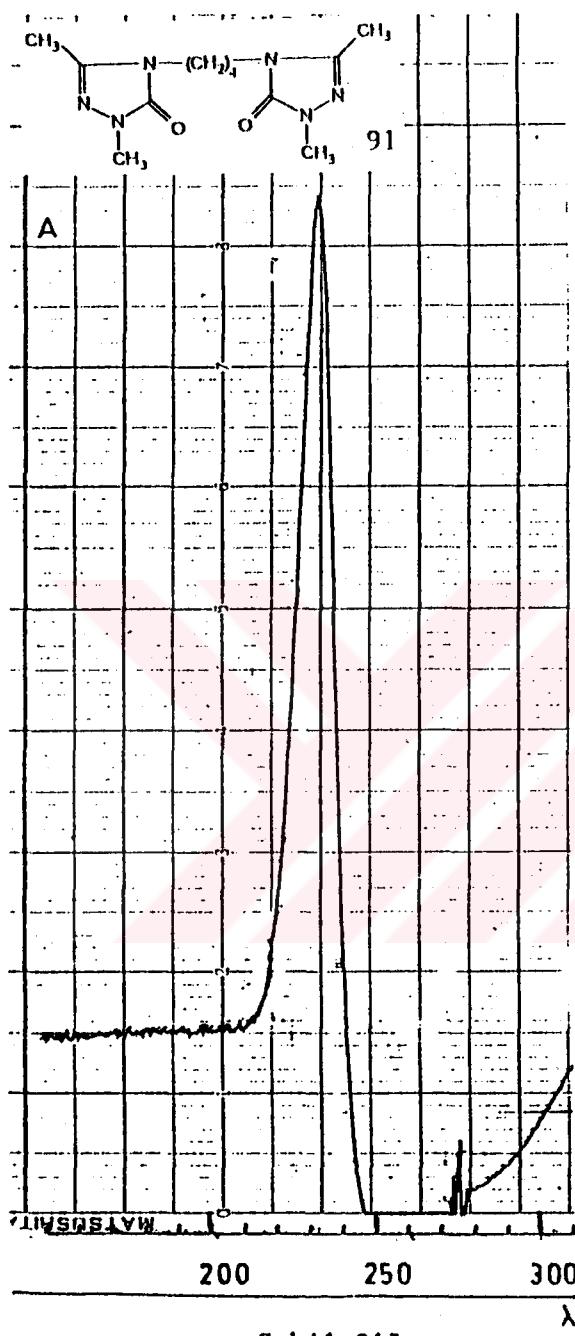
Şekil 213

87 bileşiğin UV spektrumu



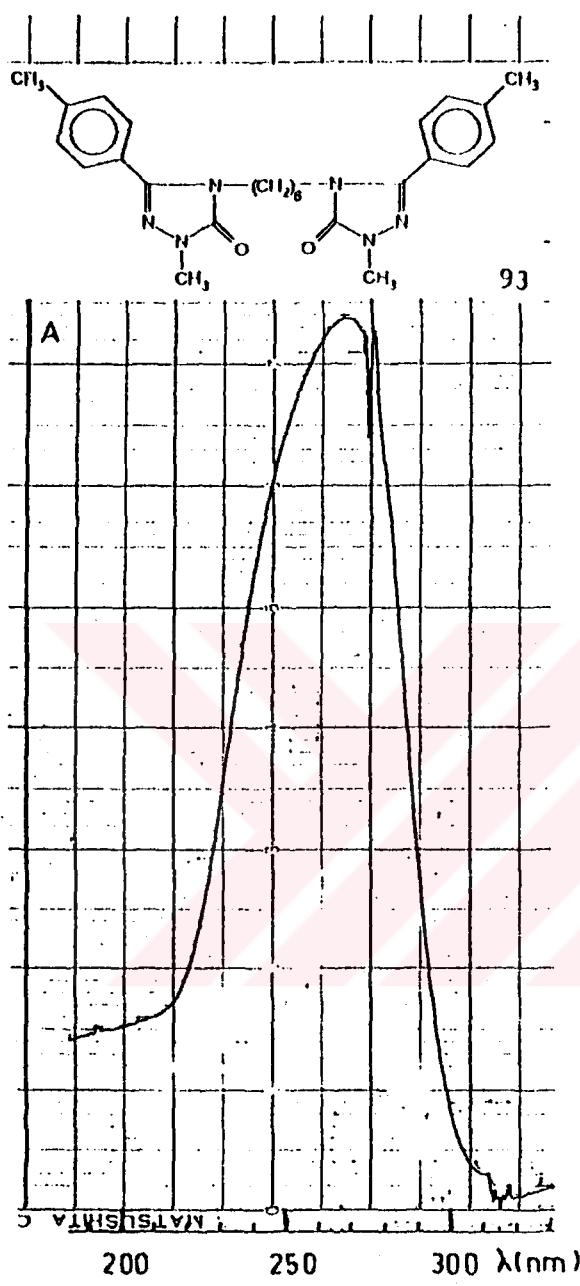
Şekil 214

90 bileşiğinin UV spektrumu



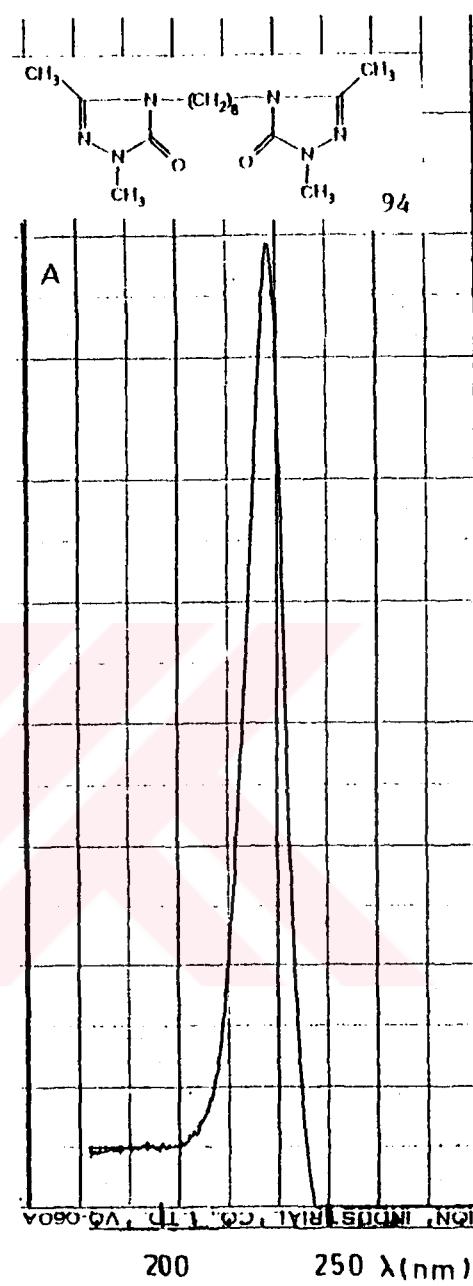
91 bileşiginin UV spektrumu

92 bileşiginin UV spektrumu



Şekil 217

93 bileşığının UV spektrumu



Şekil 218

94 bileşığının UV spektrumu



Şekil 219 95 bileşığının UV spektrumu

ÜZGEÇMİŞ

1960 yılında Trabzon'un Maçka ilçesinde doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini sırasıyla İstanbul Şişli Zafer İlkokulu, Gültepe orta okulu ve Yeni Levent Lisesinde tamamladı. 1978 yılında İstanbul İTİA Gazetecilik ve Halkla İlişkiler Bölümünü kazandı, buradaki öğrenimini yarıda kesip K.T.U Temel Bilimler Fakültesi Kimya Bölümüne girdi ve bu bölümde 1983 yılında mezun oldu.

1984 de KTU Fen Bilimleri Enstitüsünde Yüksek Lisansa başladı ve Araştırma Görevlisi olarak görevye atandı. Yüksek Lisans Eğitiminin 1986 yılında bitirdikten sonra vatanı görevini 1986-88 yılları arasında Balıkesirde Yedek Subay olarak yaptı ve askerlik dönüştürülmüş aynı enstitüde Doktora Programına başladı. Halen K.T.U Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Organik Kimya Anabilim dalında Araştırma görevlisi olup evli ve bir çocuk babasıdır.

T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURUMU
AKademik Personel İmza Merkezi