

168886

KAFKAS ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI

BAZI YENİ 4-(2-HİDROKSİ-5-BROMOBENZİLİDENAMİNO)-4,5-  
DİHİDRO-1H-1,2,4-TRİAZOL-5-ON TÜREVLERİNİN SENTEZİ VE  
YAPILARININ AYDINLATILMASI

Sevilay İNCE DEMİRCİ  
YÜKSEK LİSANS TEZİ

DANIŞMAN  
Prof. Dr. Haydar YÜKSEK

OCAK-2005

KARS

Sevilay İNCE DEMİRCİ'nin Yüksek Lisans Tezi olarak hazırladığı "Bazı Yeni 4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Türevlerinin Sentezi ve Yapılarının Aydınlatılması" adlı bu çalışma, yapılan tez savunması sınavı sonunda jüri tarafından Lisansüstü Eğitim Öğretim Yönetmeliği uyarınca değerlendirilerek oy . . . . . = **BİRLİĞİ** = . . . . . ile kabul edilmiştir.

14.02.2005

Adı-Soyadı

İmza

Başkan : Prof. Dr. Haydar YÜKSEK



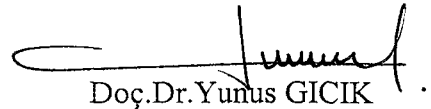
Üye : Doç. Dr. Babir TAĞIYEV



Üye : Yrd. Doç. Dr. Muzaffer ALKAN



Bu tezin kabulü, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 25.02.2005 gün ve . . . . 11.39. sayılı kararıyla onaylanmıştır.



Doç. Dr. Yunus GICIK

Enstitü Müdürü

## ÖNSÖZ

Bu yüksek lisans tezi, Kafkas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı Organik Kimya Bilim Dalı'nda yapılmıştır.

Çalışmada, öncelikle, nitrillerden başlanarak literatürde kayıtlı yöntemlerin kullanılması ile 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşikleri elde edilmiş; sonra bu bileşikler 5-bromosalisilaldehid ile reaksiyonundan ele geçen 4 yeni 3-alkil(aril)-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşikleri asetik anhidrit ile asetillendirme reaksiyonları incelenmiştir. Çalışmanın son kısmında ise elde edilen yeni bileşiklerin yapıları mikroanaliz, IR, <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR ve UV spektroskopik yöntemleri kullanılarak aydınlatılmıştır.

Tez çalışmamın planlanması ve yürütülmesi süresince destek ve yardımını gördüğüm, tez danışmanım, değerli hocam, Kafkas Üniversitesi Eğitim Fakültesi Kurucu Dekanı Prof. Dr. Haydar YÜKSEK'e saygı ve teşekkürlerimi sunmayı bir borç bilirim.

Çalışmamın her aşamasında yardımını esirgemeyen değerli hocam, Kafkas Üniversitesi Eğitim Fakültesi Dekan Yardımcısı Yrd. Doç. Dr. Muzaffer ALKAN'a şükran ve teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmam süresince her konuda ilgi, destek ve sabrını esirgemeyen eşim Zafer DEMİRCİ'ye teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca, spektroskopik ve elementel analizler konusunda Malatya İnönü Üniversitesi'nde yardımcı olan bütün değerli hocalarıma teşekkürlerimi sunarım.

Kars, Ocak 2005

Sevilay İNCE DEMİRCİ

# İÇİNDEKİLER

## Sayfa No

ÖNSÖZ.....	III
İÇİNDEKİLER.....	IV
ÖZET.....	VI
SUMMARY.....	VII
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VIII
TABLolar DİZİNİ.....	X
SEMBOLLER DİZİNİ.....	XI
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1. 1. Giriş.....	1
2. YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	28
2.1. Etil imidoasetat hidroklorür (5a).....	29
2. 2. Etil imidopropiyonat hidroklorür (5b).....	29
2. 3. Etil imidofenilasetat hidroklorür (5c).....	30
2. 4. Etil imidobenzoat hidroklorür (5d).....	30
2. 5. Etil asetat etoksikarbonilhidrazon (21a).....	31
2. 6. Etil propionat etoksikarbonilhidrazon (21b).....	31
2. 7. Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21c).....	32
2. 8. Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (21d).....	32
2. 9. 3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1a).....	33
2. 10. 3-Etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1b).....	33
2. 11. 3-Benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1c).....	34
2. 12. 3-Fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1d).....	34
2. 13. 3-Metil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4- triazol-5-on ( 71 ).....	35
2. 14. 3-Etil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4- triazol-5-on ( 72 ).....	36
2. 15. 3-Benzil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4- triazol-5-on ( 73 ).....	37

2. 16.	3-Fenil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on ( 74 ).....	38
2. 17.	1-Asetil-3-metil-4-(2-asetiloksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(76).....	39
2. 18.	1-Asetil-3-etil-4-(2-asetiloksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(77).....	40
2. 19.	1-Asetil-3-benzil-4-(2-asetiloksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(78).....	41
2. 20.	1-Asetil-3-fenil-4-(2-asetiloksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on(79).....	42
3.	TARTIŞMA ve SONUÇLAR.....	43
4.	KAYNAKLAR.....	46
5.	EKLER.....	53
	ÖZGEÇMİŞ.....	93

## ÖZET

Bu çalışmada bazı 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinin 5-bromosalisilaldehid ile reaksiyonları incelenmiş ve 4 adet yeni 3-alkil(aril)-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşi elde edilmiştir. Ayrıca bu yeni bileşiklerin asetik anhidrid ile asetillendirme reaksiyonları incelenmiştir.

Çalışmada sentezlenen toplam yeni bileşiklerin yapı aydınlatmaları için mikroanaliz, IR, <sup>1</sup>H NMR, <sup>13</sup>C NMR ve UV spektroskopisi yöntemleri kullanılmıştır.

**Anahtar Kelimeler :** 3-alkil(aril)-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on, 5-bromosalisilaldehid, asetik anhidrid, asetillendirme, sentez.

## SUMMARY

### **Synthesis and Characterisation of Some New 4-(2-hydroxy-5-bromobenzylidenamino)-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one Derivatives**

In this study, the reactions of some 3-alkyl(aryl)-4-amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one compounds with 5-bromosalisaldehyde were investigated and four new 3-alkyl(aryl)-4-(2-hydroxy-5-bromobenzylidenamino)-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one compounds were obtained. In addition, the acetylation reactions of these new compounds with acetic anhydride were investigated.

In order to identify the new compounds synthesized in the study, combustion analyses and spectroscopic methods including IR, <sup>1</sup>H NMR, <sup>13</sup>C NMR and UV were used.

**Keywords** : 3-alkyl(aryl)-4-(2-hydroksi-5-bromobenzylidenamino)-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one, 5-bromosalisaldehyde, acetic anhydride, acetylation, synthesis

## ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Ek Şekil 1. 71 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	54
Ek Şekil 2. 71 Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	55
Ek Şekil 3. 71 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	56
Ek Şekil 4. 71 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	57
Ek Şekil 5. 72 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	58
Ek Şekil 6. 72 Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	59
Ek Şekil 7. 72 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	60
Ek Şekil 8. 72 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	61
Ek Şekil 9. 73 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	62
Ek Şekil 10. 73 Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	63
Ek Şekil 11. 73 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	64
Ek Şekil 12. 73 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	65
Ek Şekil 13. 74 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	66
Ek Şekil 14. 74 Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	67
Ek Şekil 15. 74 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	68
Ek Şekil 16. 74 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	69
Ek Şekil 17. 76 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	70
Ek Şekil 18. 76 Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	71
Ek Şekil 19. 76 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	72
Ek Şekil 20. 76 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	73
Ek Şekil 21. 77 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	74
Ek Şekil 22. 77 Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	75
Ek Şekil 23. 77 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	76
Ek Şekil 24. 77 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	77
Ek Şekil 25. 78 Bileşiğinin IR Spektrumu.....	78
Ek Şekil 26. 78 Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	79
Ek Şekil 27. 78 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	80
Ek Şekil 28. 78 Bileşiğinin UV Spektrumu.....	81



Ek Şekil 29.	79 Bileşiđinin IR Spektrumu.....	82
Ek Şekil 30.	79 Bileşiđinin <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	83
Ek Şekil 31.	79 Bileşiđinin <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) Spektrumu.....	84
Ek Şekil 32.	79 Bileşiđinin UV Spektrumu.....	85



## TABLolar DİZİNİ

	<b><u>Sayfa No</u></b>
Tablo 1.	Formüller Tablosu..... 1
Tablo 2.	71 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu..... 86
Tablo 3.	72 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu..... 87
Tablo 4.	73 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu..... 88
Tablo 5.	74 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu..... 89
Tablo 6.	76 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu..... 90
Tablo 7.	77 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu..... 91
Tablo 8.	78 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu..... 92
Tablo 9.	79 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu..... 93

## SEMBOLLER DİZİNİ

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



# 1. GENEL BİLGİLER

## 1.1. Giriş

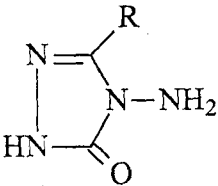


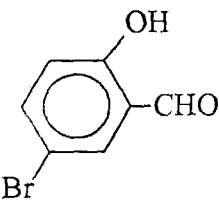
“Bazı Yeni 4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Türevlerinin Sentezi ve Yapılarının Aydınlatılması” başlıklı bu çalışmada öncelikle, çalışma için gerekli olan literatürde kayıtlı 4 adet 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiğinin sentezi gerçekleştirilmiştir.

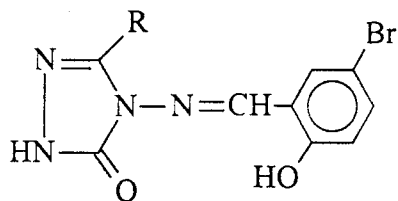
Bu amaçla literatürde kayıtlı yöntemlerin uygulanması ile öncelikle 4 adet alkil imidat hidroklorür bileşiği elde edilmiş, sonra bu bileşiklerden sentezlenen 4 adet ester etoksikarbonilhidrazon bileşiği hidrazin hidrat ile muamele edilmiştir.

Çalışmanın orijinal bölümünde ise literatürde kayıtlı 4 adet 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiğinin 5-bromosalisilaldehid ile reaksiyonları incelenerek potansiyel biyolojik aktif bileşikler olan 4 yeni 3-alkil(aril)-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiği sentez edilmiştir. Çalışmanın bundan sonraki bölümünde ise bu yeni bileşiklerin bazılarının ayrı ayrı asetik anhidrid ile reaksiyonları incelenerek 75 tipi 4 adet yeni bileşik daha elde edilmiştir. Sentezlenen 8 yeni bileşiğin yapıları elementel analiz ve spektroskopik yöntemler kullanılarak aydınlatılmıştır.

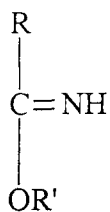
Çalışma ile ilgili olan ve çalışmada sentezi yapılan yeni bileşiklerin formülleri “Formüller Tablosu” başlığı altında verilmiştir.

Tablo 1. Formüller Tablosu

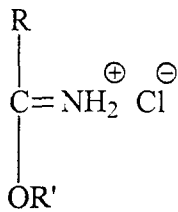
1	R
	a CH <sub>3</sub>
	b CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>
	c CH <sub>2</sub> - 
	d 
	
1	2



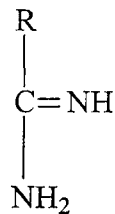
3



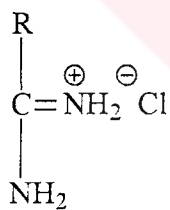
4



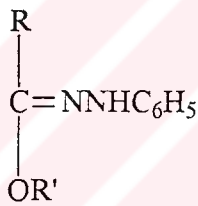
5



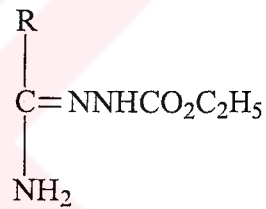
6



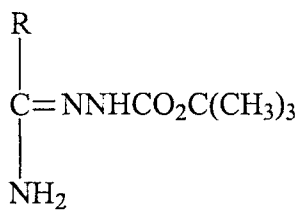
7



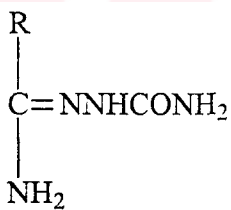
8



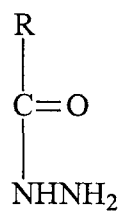
9



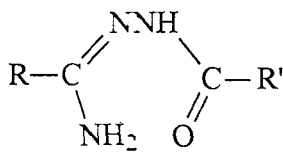
10



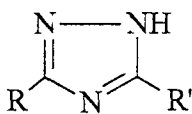
11



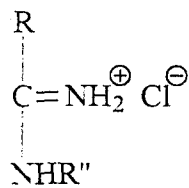
12



13

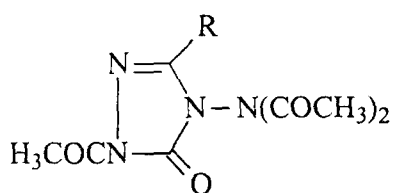


14

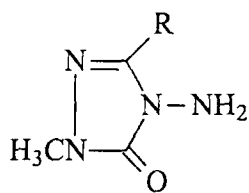


15

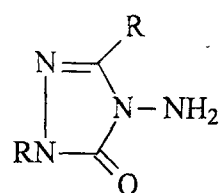




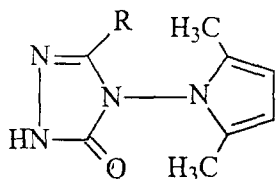
31



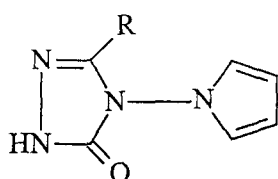
32



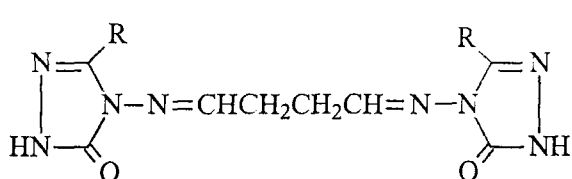
33



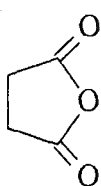
34



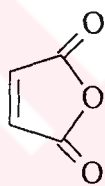
35



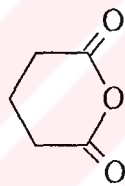
36



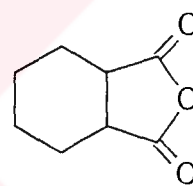
37



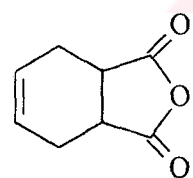
38



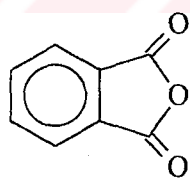
39



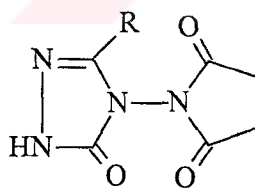
40



41



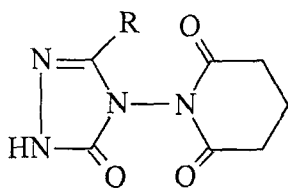
42



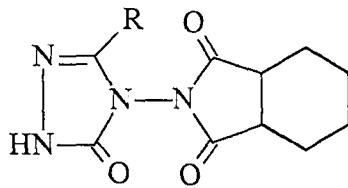
43



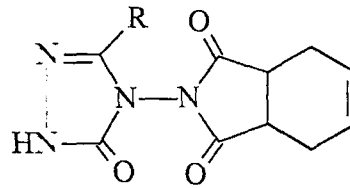
44



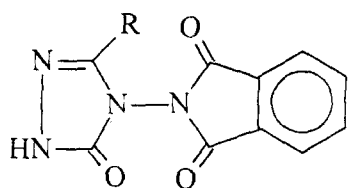
45



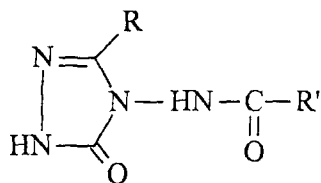
46



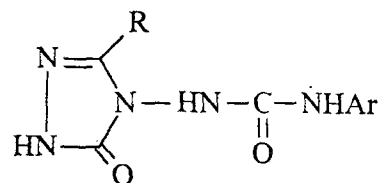
47



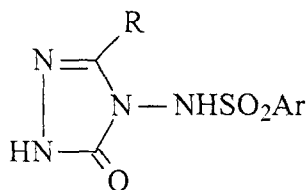
48



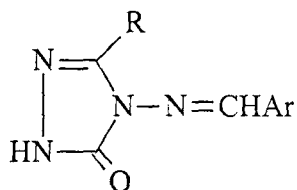
49



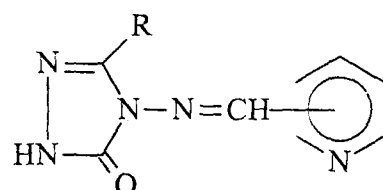
50



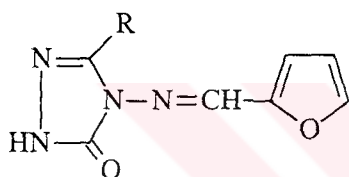
51



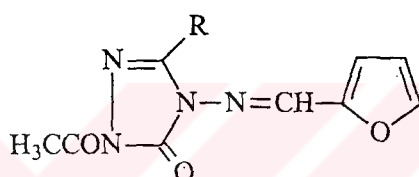
52



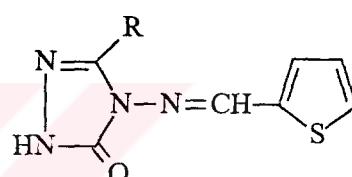
53



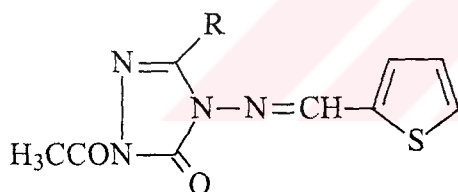
54



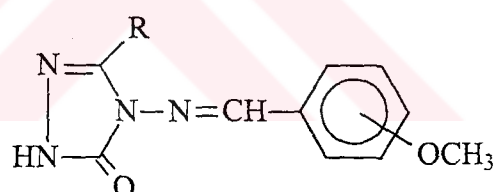
55



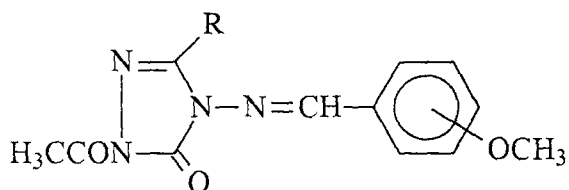
56



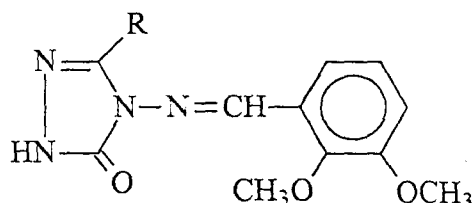
57



58

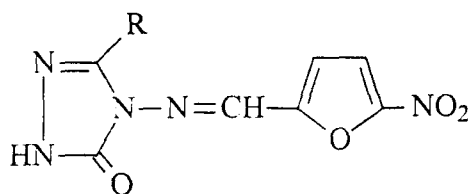


59

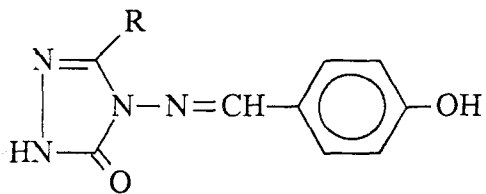


60

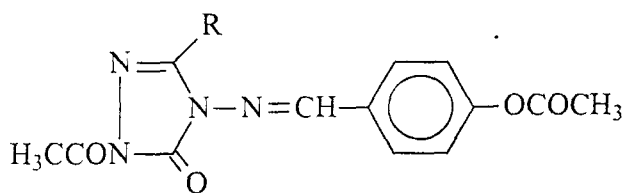




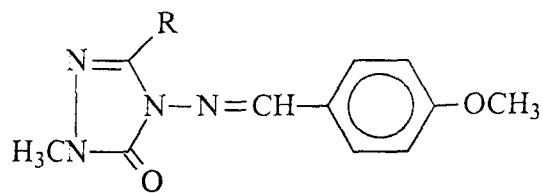
61



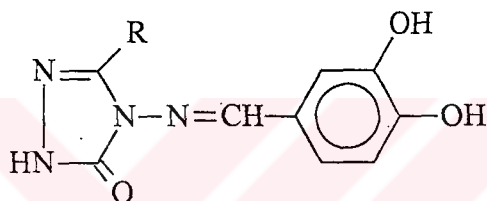
62



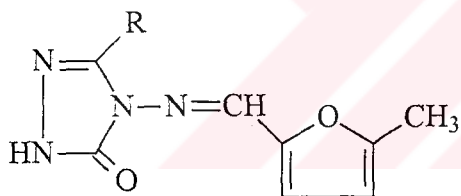
63



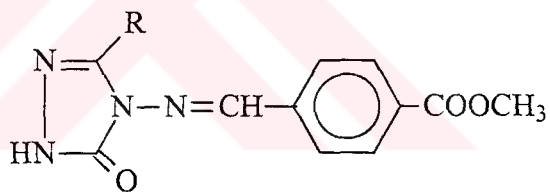
64



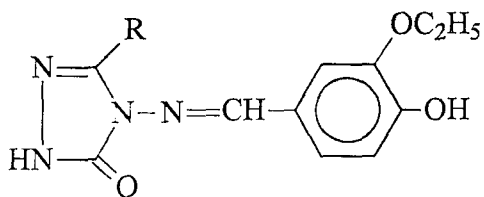
65



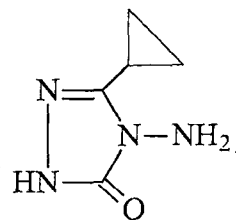
66



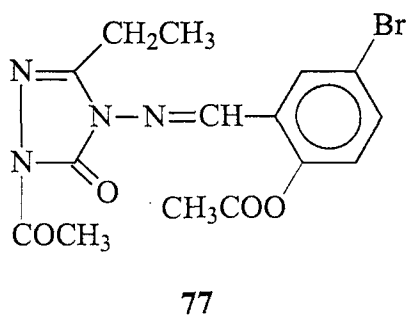
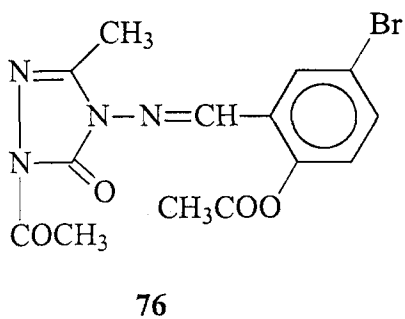
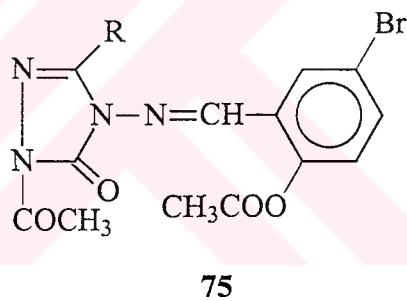
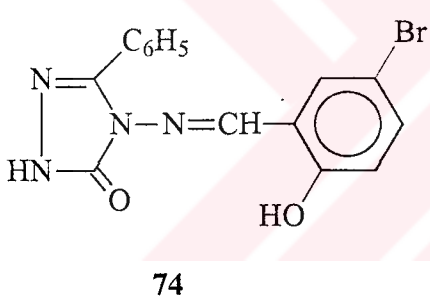
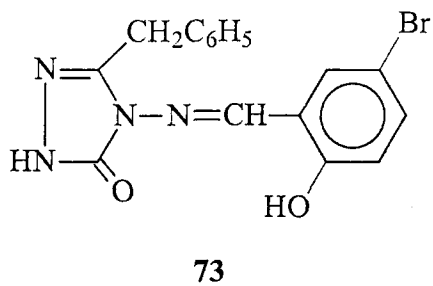
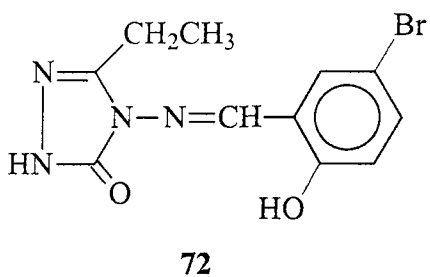
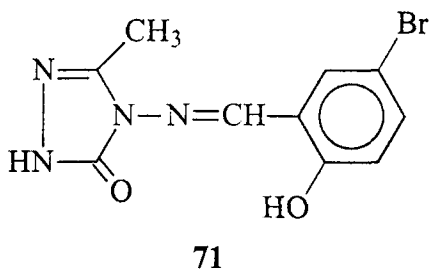
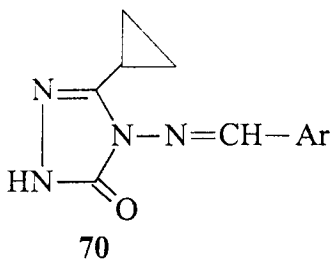
67

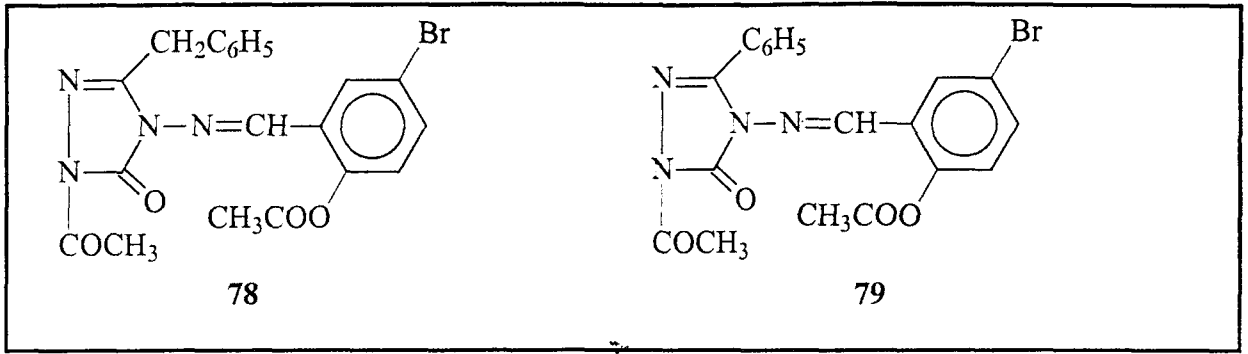


68



69



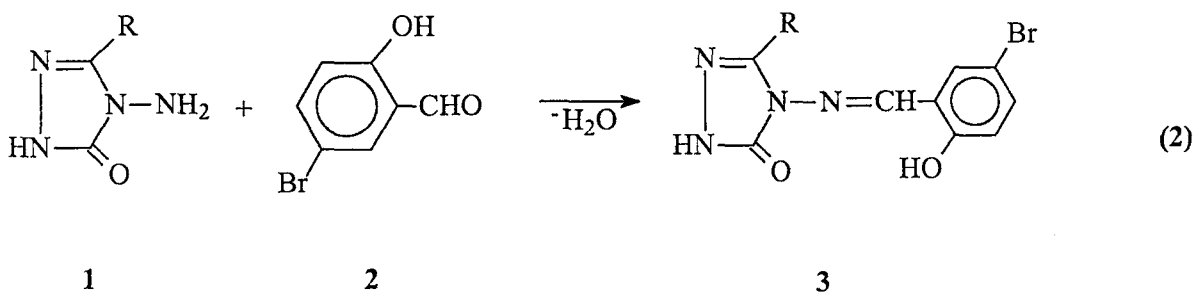


Yapılan bazı çalışmalarla heterohalkalı birer bileşik olan 1,2,4-triazol ve 4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-on türevlerinin biyolojik aktivite gösterdiği ortaya konmuştur [1-11].

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

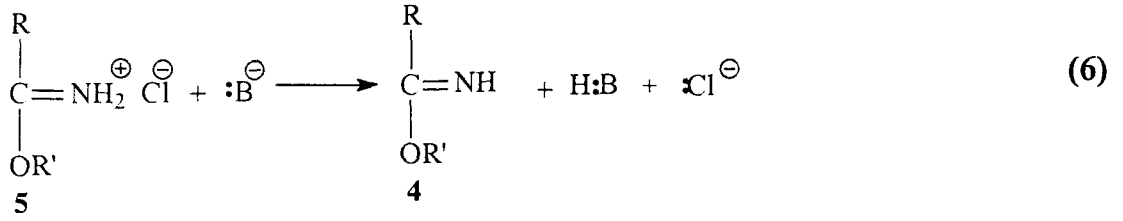


Bu çalışmada, bir 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on türevi olan 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşiklerinin 5-bromosalisilaldehid (2) ile reaksiyonları incelenerek potansiyel biyolojik aktif yeni bileşikler olan 3-alkil(aril)-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on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

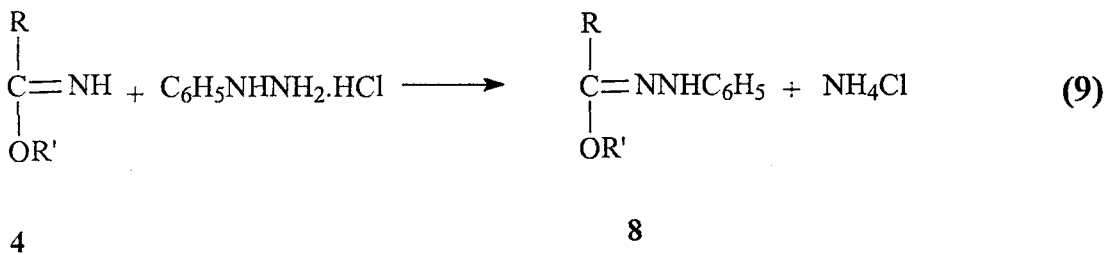
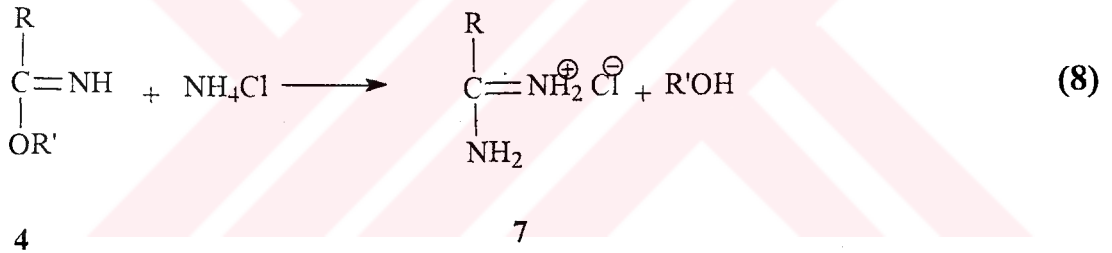
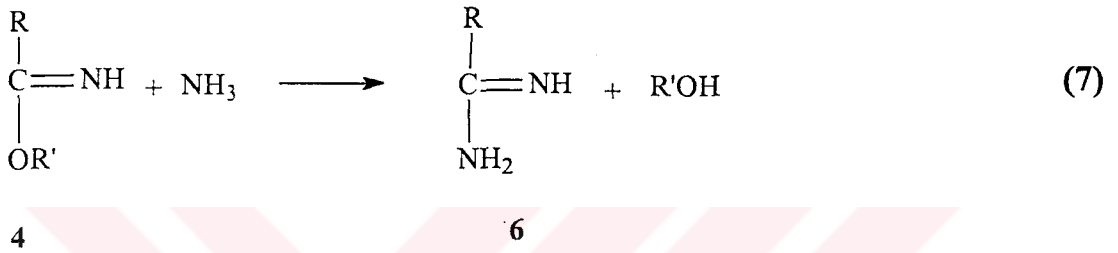


Çalışmada N-arilidenamino bileşiklerinin sentezinde kullanılan 1 tipi bileşiklerin sentezi için çeşitli yöntemler bildirilmiştir. Bunlardan biri çalışmada da kullanılan ve bu bileşiklerin sentezinde en uygun olan alkil imidat hidroklorürlerden (5) başlanarak geliştirilen yöntemdir.

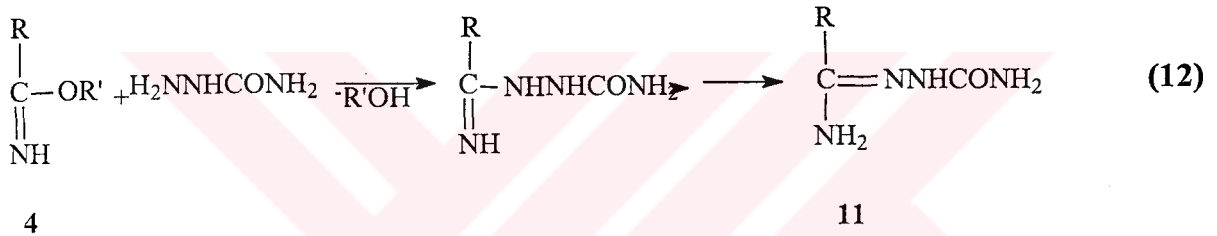
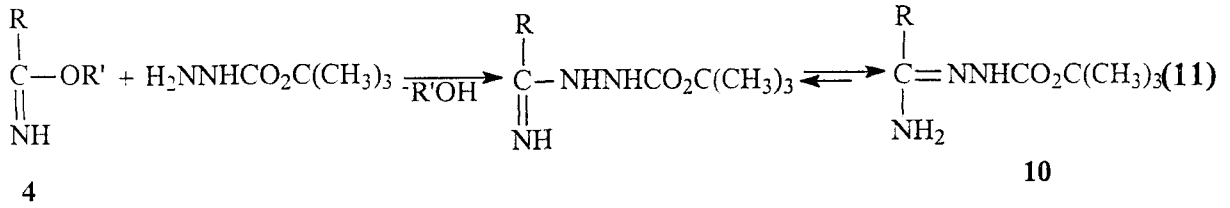
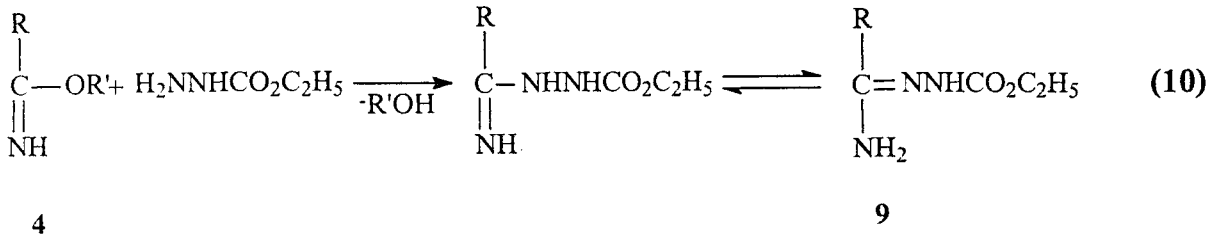




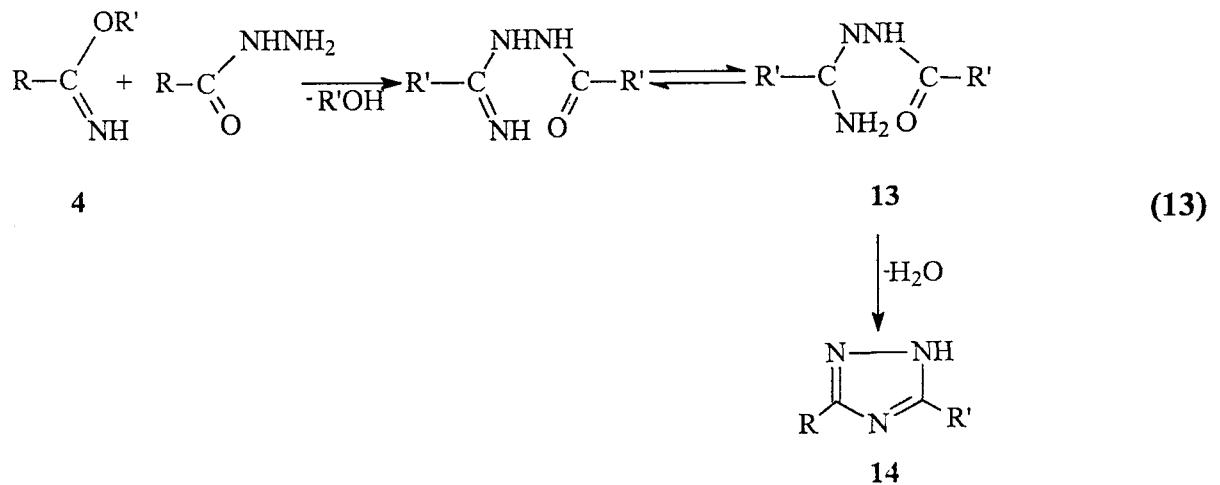
Uygun bir baz etkisiyle hidroklorürlerinden serbest hale geçirilen alkil imidatlar (4) reaksiyonlarında bifonksiyonel bileşikler olarak hareket ederler. Nitekim 4 tipi alkil imidatların  $\text{NH}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ve fenil hidrazin hidroklorürler ile reaksiyonlarından sırasıyla amidinler (6), amidin hidroklorürler (7) ve ester fenilhidrazonlar (8) in oluştuğu bildirilmiştir (Denklem 7, Denklem 8 ve Denklem 9) [16].



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



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

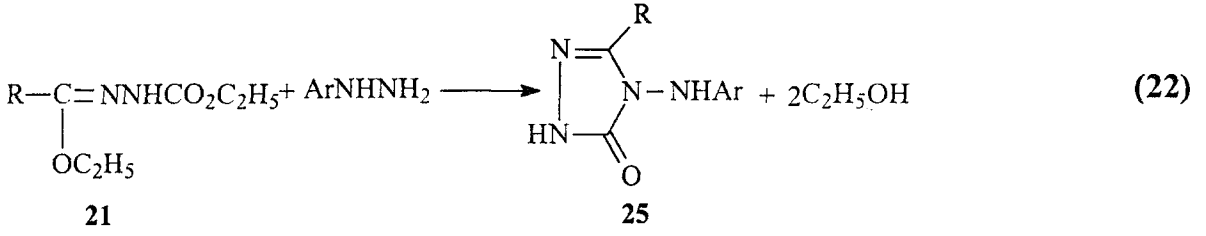


Alkil imidat hidroklorürler (5) kuru kuruya ısıtıldıklarında bir amid ve bir alkil halojenür, hidrolize uğratıldıklarında ise esterleri verirler (Denklem 14 ve Denklem 15) [16,17].

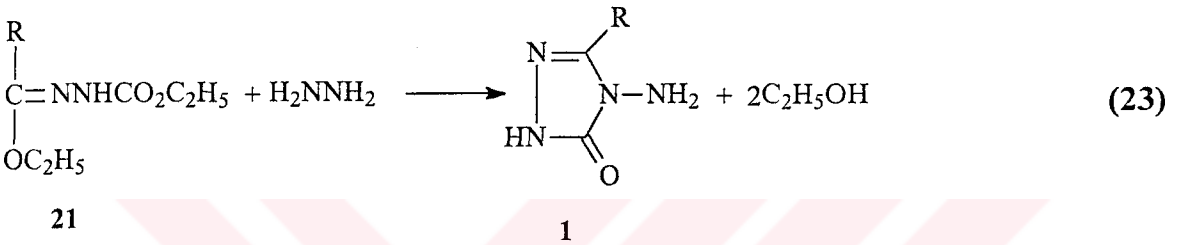




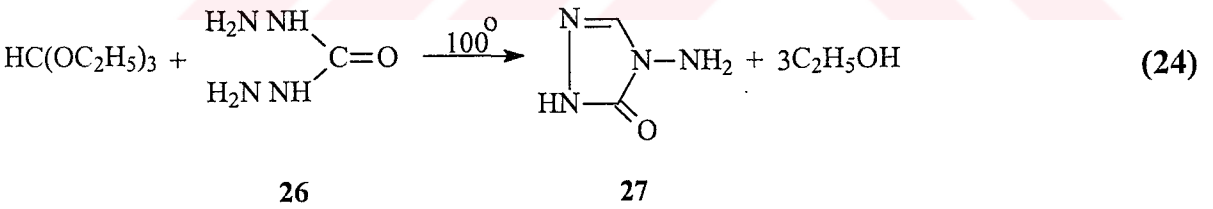




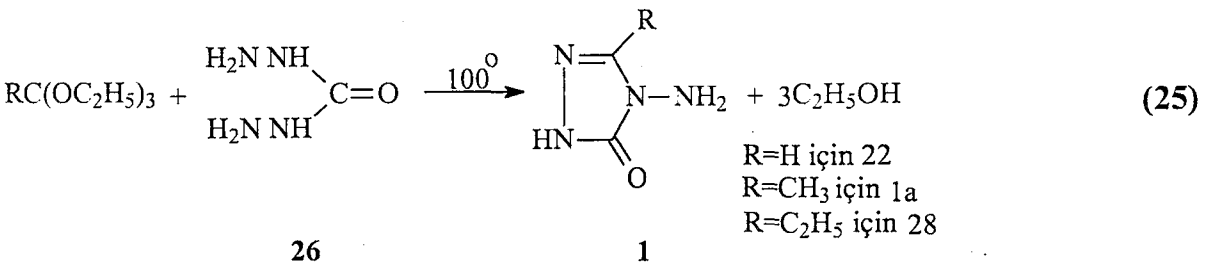
Çalışmada orijinal bileşiklerin sentezinde kullanılan 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşikleri de ester etoksikarbonilhidrazonların (21) hidrazin hidrat ile muamelesinden elde edilmiştir (Denklem 23) [34].



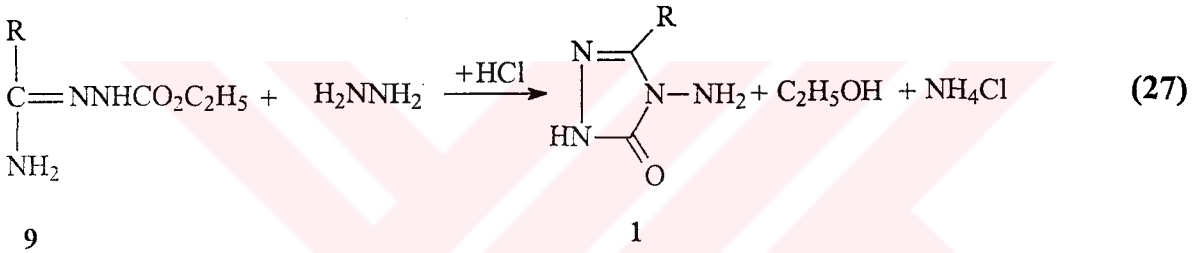
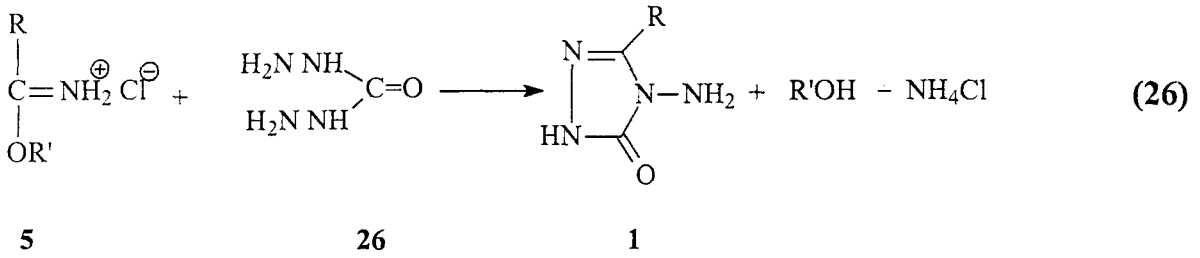
1 Tipi bileşiklerin ilk üyesi olan 4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (27) bileşiği ilk kez etil ortoformatın karbohidrazid (26) ile reaksiyonundan elde edilmiştir (Denklem 24) [36].



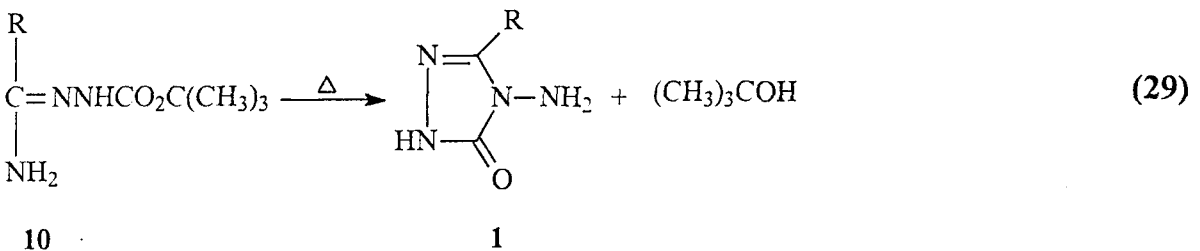
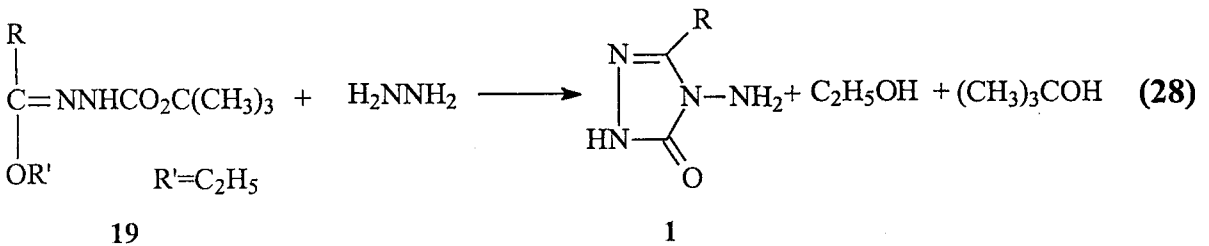
Daha sonraki yıllarda bu çalışmanın benzeri çalışmalar yapılmış ve karbohidrazidin etil ortoasetat ve etilortopropiyonat ile de reaksiyonları incelenerek sırasıyla 1 tipi 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1a) ve 3-etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (28) sentezlenmiştir (Denklem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



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

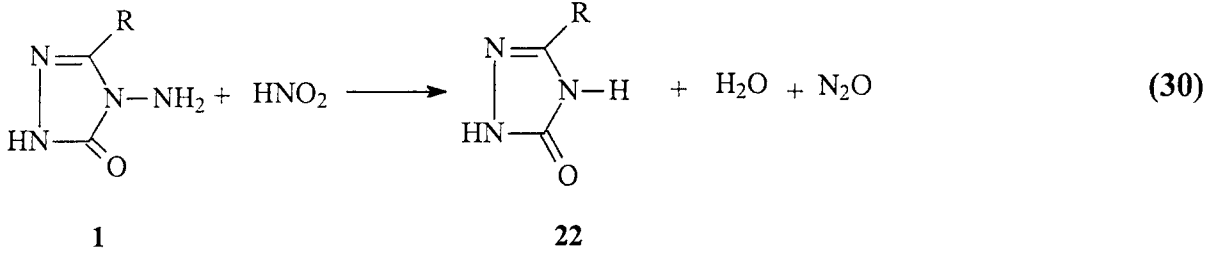


1 Tipi bileşiklerin eldesinde çok yakın bir zamanda yapılan bir diğer çalışmada ise iki yöntem daha geliştirilmiş olup, bunlardan birinde 19 tipi ester tert-butoksikarbonilhidrazonlar hidrazin ile reaksiyona sokulmuş diğerinde ise 10 tipi amid tert-butoksikarbonil hidrazonlar kullanılmıştır (Denklem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

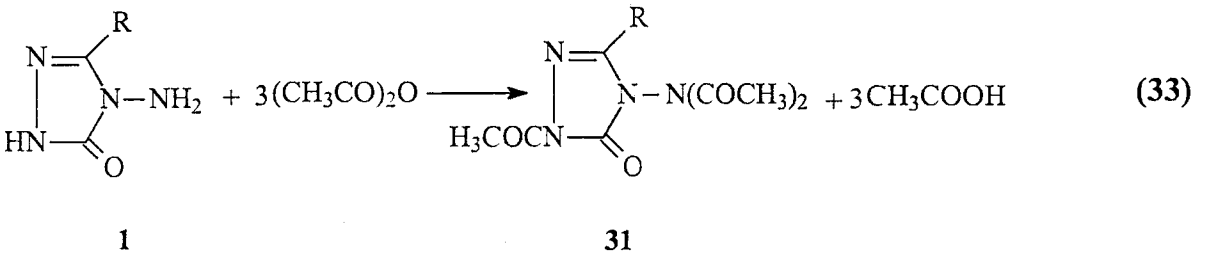
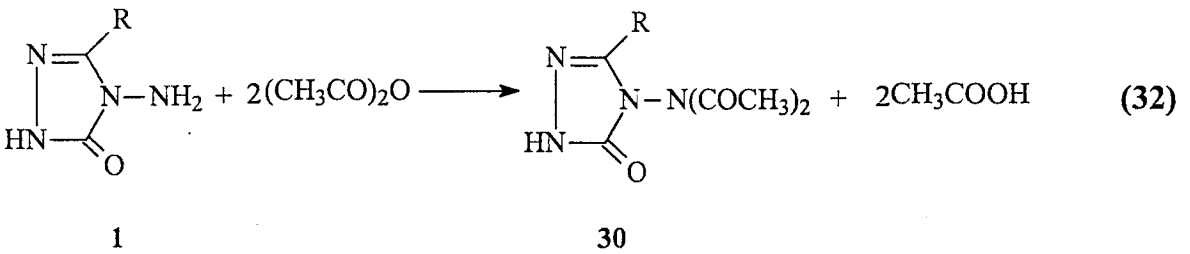
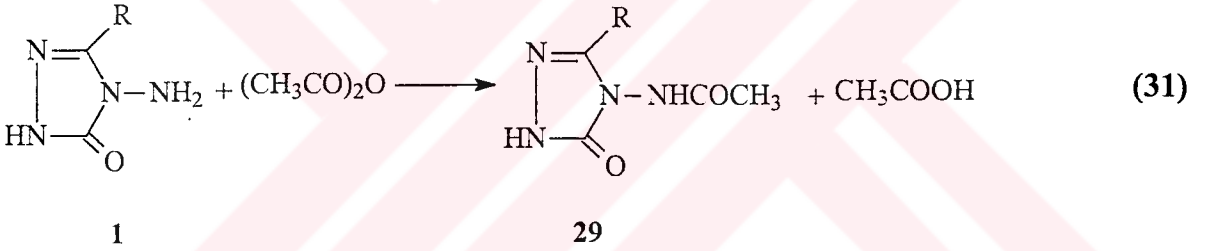


3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşiklerinden dikkate değer ölçüde biyolojik aktivite gözlenmesi [1-11] bu bileşiklere ve türevlerine olan ilgiyi artırmıştır. Özellikle son yıllarda literatüre geçen bu tür bileşik sayısında önemli bir artış olmuştur.

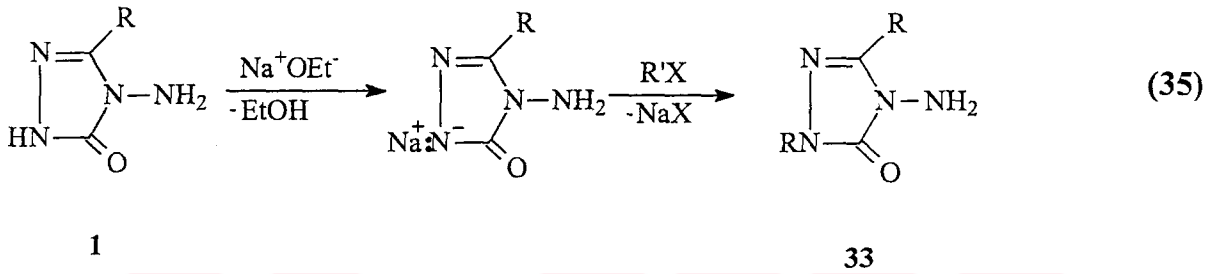
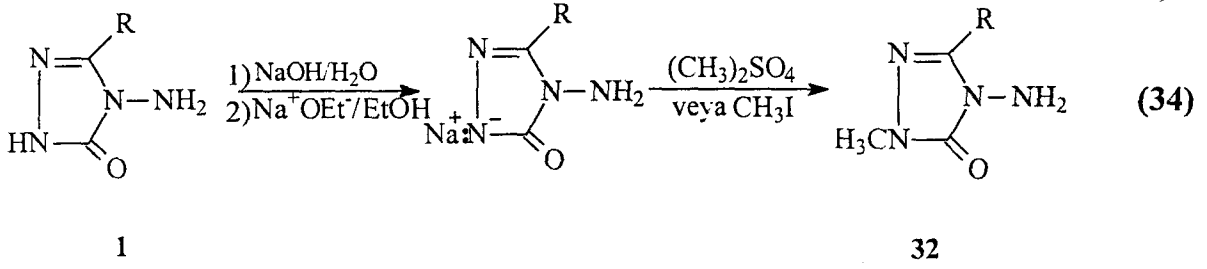
1 Tipi bileşiklerin nitrit asidi ile deaminasyonu sonucu 22 tipi bileşikleri oluşturmaları incelenen ilk reaksiyonlarından biridir (Denklem 30) [35,37,39].



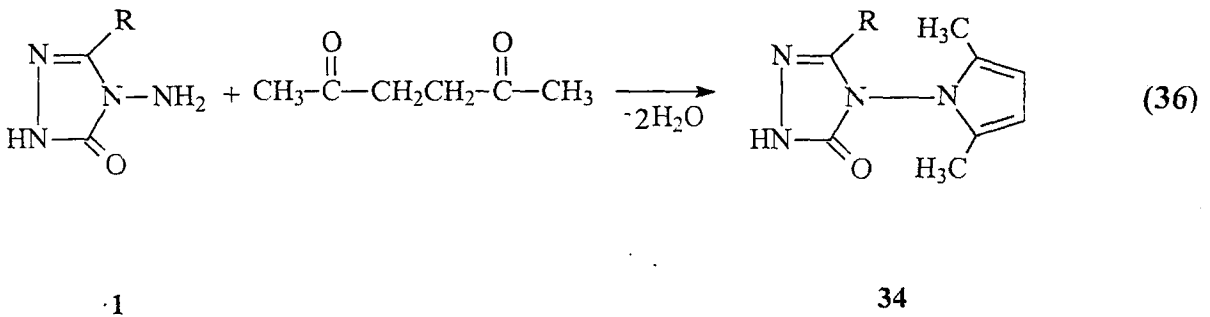
1 Tipi bileşiklerin asetik anhidrid ile reaksiyonlarının incelendiği ve reaksiyon şartlarına bağlı olarak 29 tipi mono-, 30 tipi di- ve 31 tipi triasetil türevlerinin ele geçtiği bildirilmiştir (Denklem 31-33) [39,40]

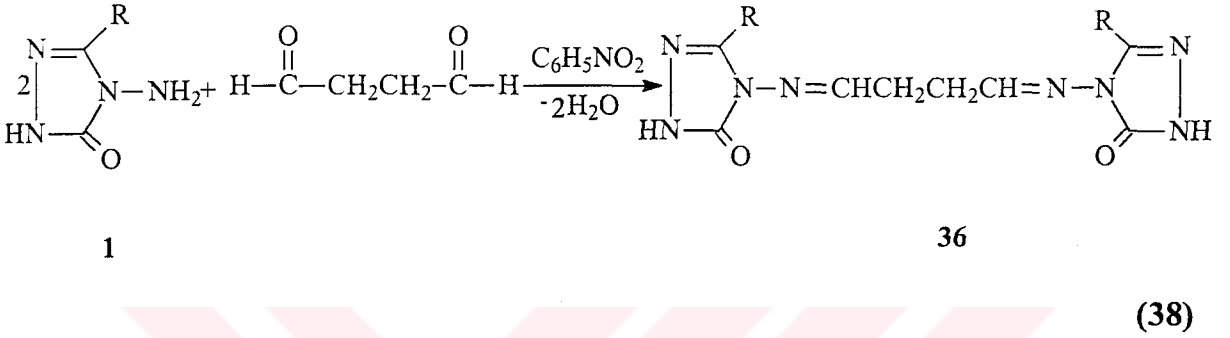
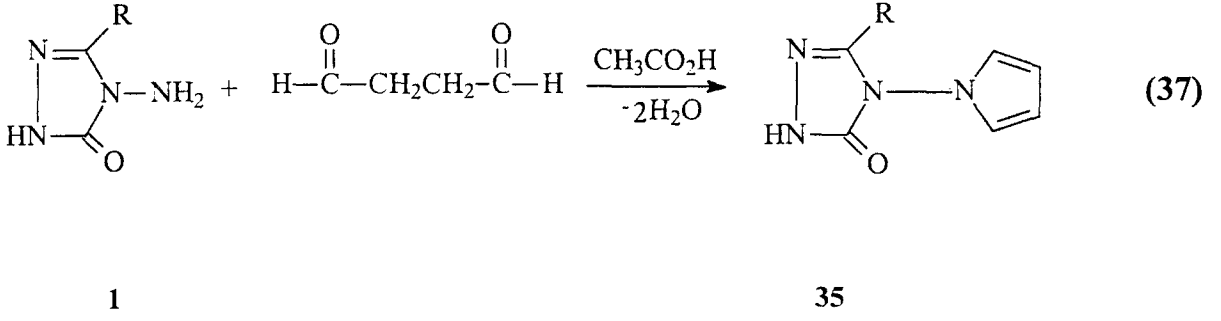


1 Tipi bileşiklerin N-1'de alkillendirme reaksiyonları da incelenerek karşın olan N-metil ve N-alkil türevleri elde edilmiştir (Denklem 34 ve Denklem 35) [11,39, 41-43].



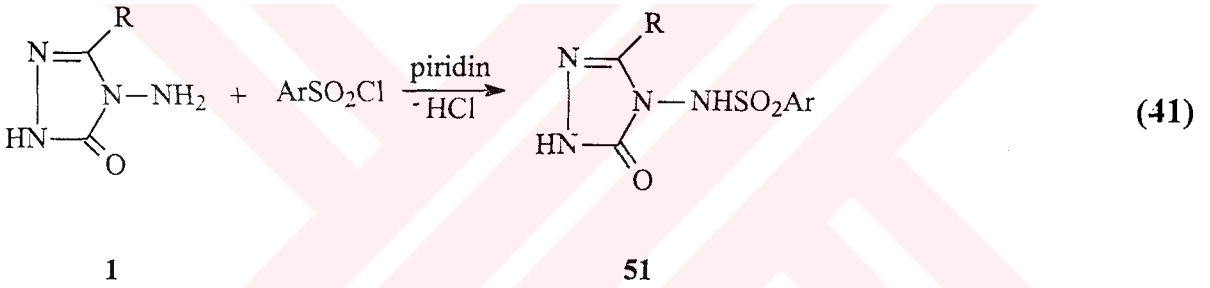
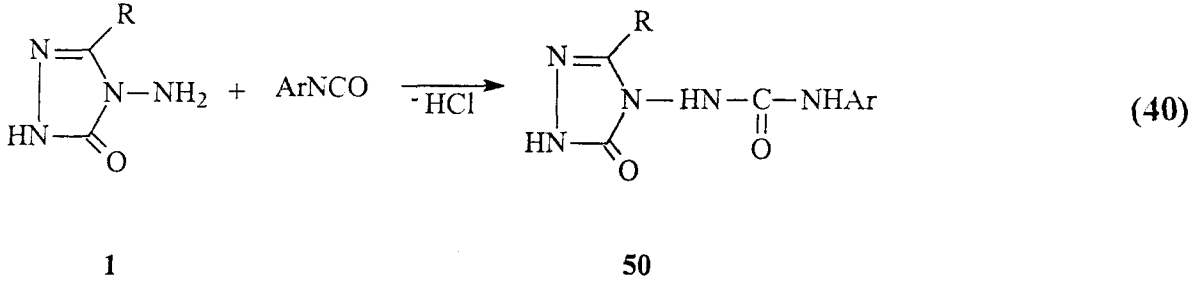
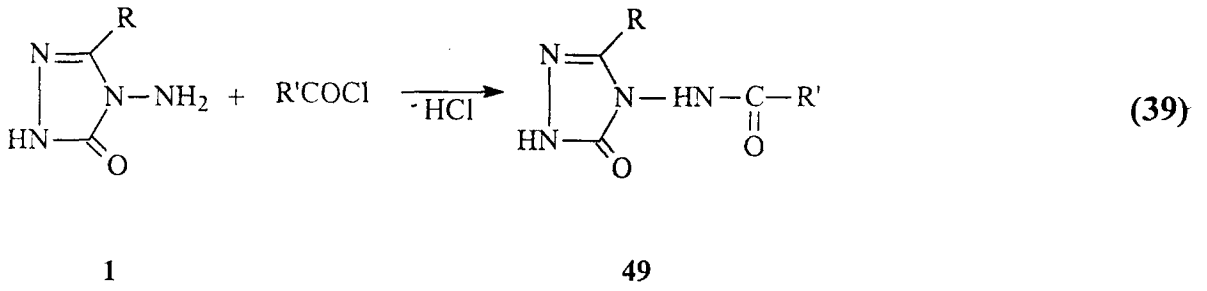
3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşiklerinin yakın zamanlarda iki ilginç reaksiyonu incelenmiş ve birinde asetonilaseton ile reaksiyonlarından 3-alkil(aril)-4-(2,5-dimetilpirrol-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (34) bileşikleri elde edilmiş (Denklem 36) [39,42,44],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



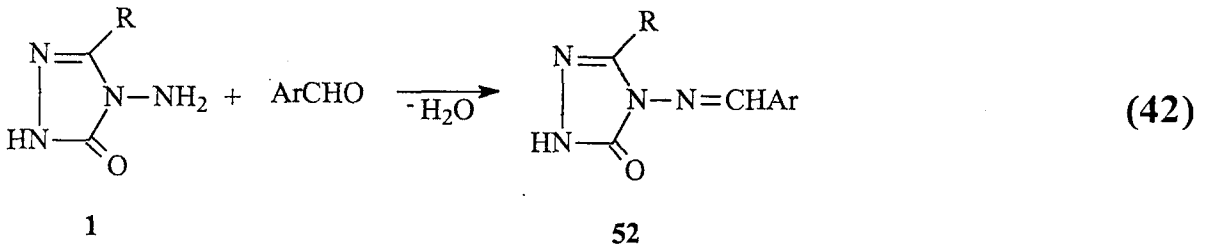


1 Tipi bileşiklerin dikarboksilli asit anhidritleri ile de reaksiyonları farklı çalışmalarda incelenmiş ve suksinik anhidrid (37), maleik anhidrid (38), glutamik anhidrid (39), cis-hekzahidroftalik anhidrid (40), cis-1,2,3,6-tetrahidroftalik anhidrid (41), ftalik anhidrid (42) ile reaksiyonları sonucu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

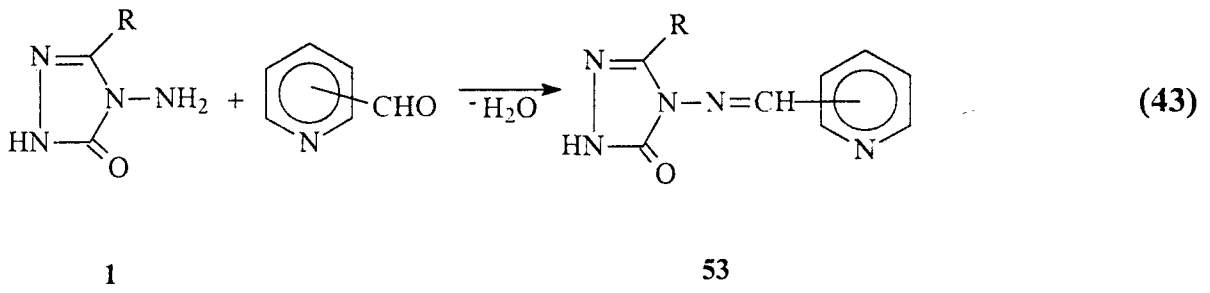
3-Alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşiklerinin son yıllarda üç farklı reaksiyonunun incelendiği bir çalışmada bazı alifatik ve aromatik açıl halojenürler, fenil izosyanat ve arensulfonil klorür ile reaksiyonlarından sırasıyla, karşın olan 3-alkil(aril)-4-açilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on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



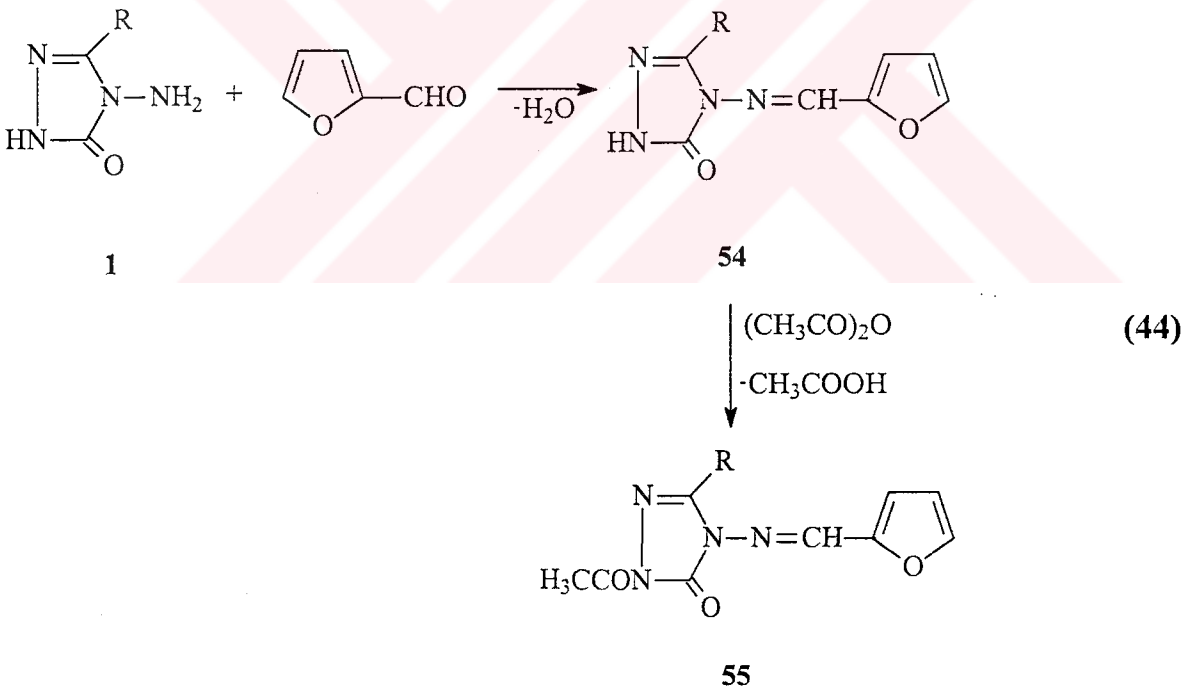
3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşiklerinin bazı aromatik aldehidler ile 52 tipi Schiff Bazları verdiği bilinmektedir (Denklem 42) [53,54].

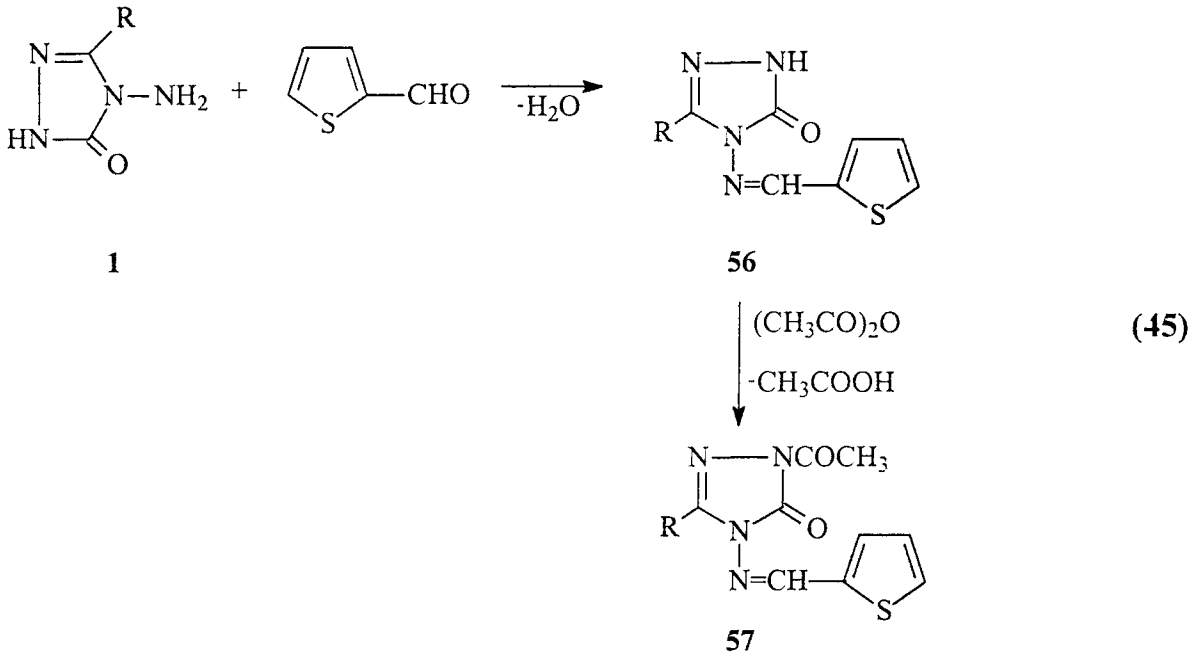


Benzer bir çalışmada 1 bileşiklerinin piridin-2-, piridin-3- ve piridin-4-karboksialdehid ile reaksiyonları incelenmiş ve ele geçen 53 tipi arilidenamino bileşiklerinin antifungal aktivite gösterdikleri bildirilmiştir (Denklem 43) [15].

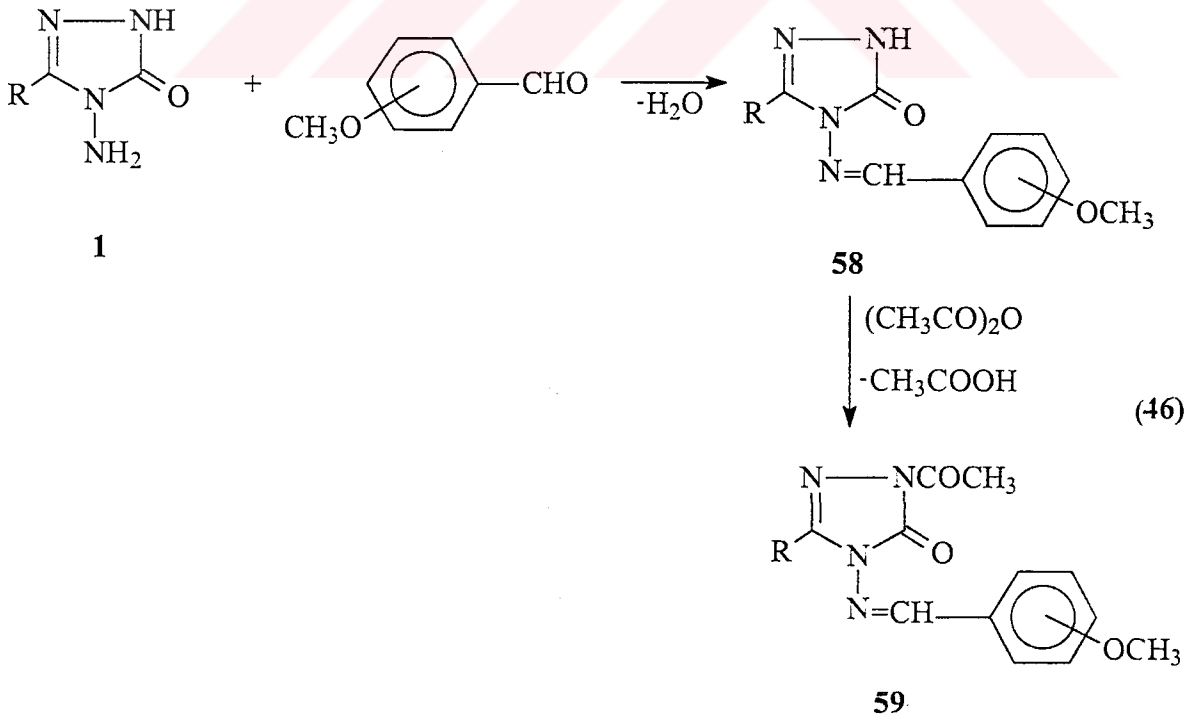


1 Bileşiklerinden potansiyel biyolojik aktiviteye sahip yeni arilidenamino bileşiklerinin elde edildiği bir diğer çalışmada ise heteroaromatik aldehidler olan furan-2-karboksialdehid ve tiyofen-2-karboksialdehid kullanılarak karşın olan 3-alkil(aril)-4-(2-furilmetilenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on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





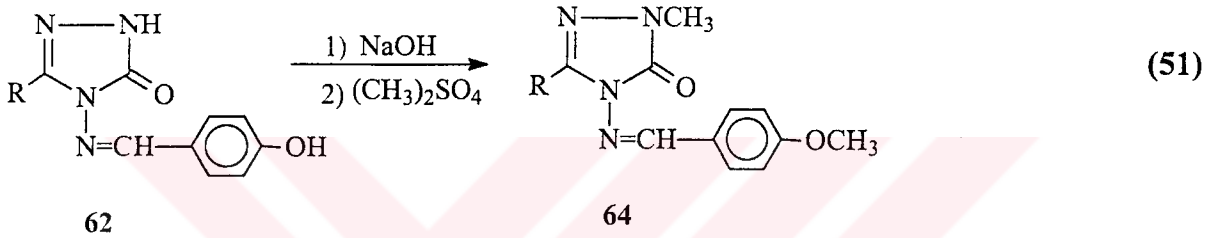
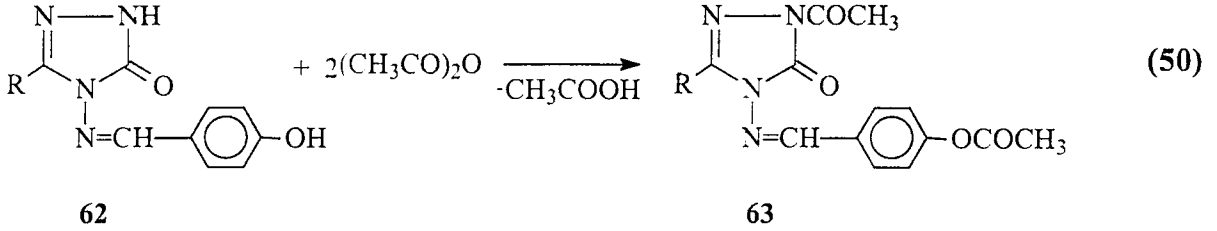
Yakın zamanlarda yapılan bir çalışmada ise 1 bileşiklerinin 4-metoksi (3-metoksi) benzaldehid ile reaksiyonları incelenerek karşın olan 3-alkil(aril)-4-[4-metoksi (3-metoksi)-benzilidenamino]-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (58) bileşikleri elde edilmiş ve bir başka çalışmada ise bu bileşiklerin N-asetil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



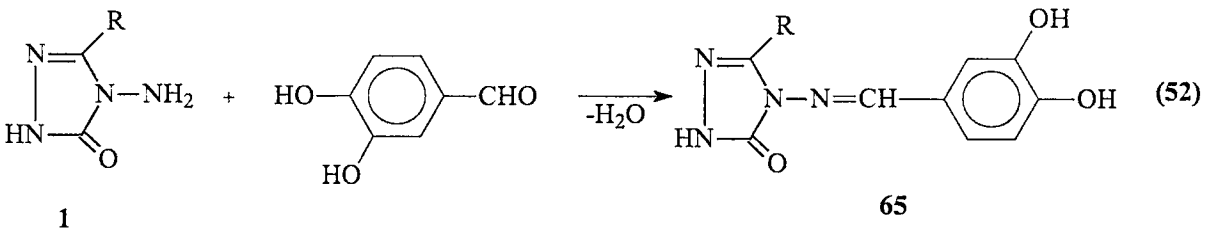




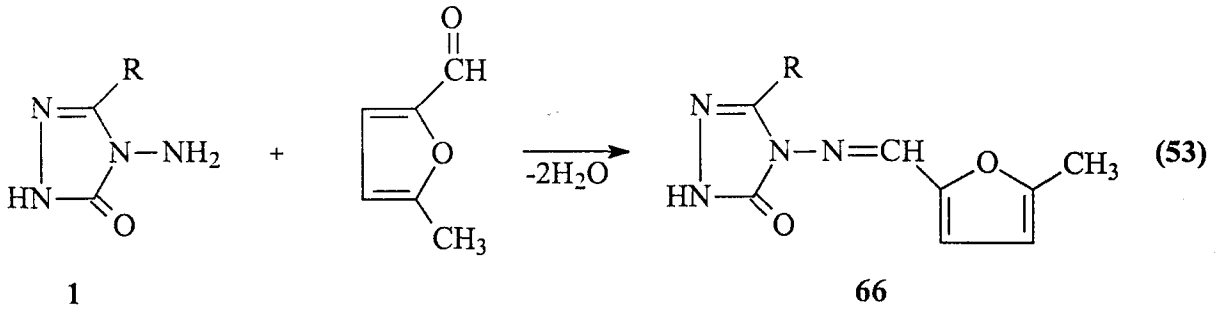
muamele edilerek N- ve O-asetil türevleri olan 63 tipi 1-asetil-3-alkil(aril)-4-(4-asetiloksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 50). Ayrıca bu çalışmada 62 bileşiklerinin NaOH'li ortamda  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$  ile muamele edilerek N- ve O- metil türevleri olan 64 bileşikleri sentezlenmiştir (Denklem 51) [52].



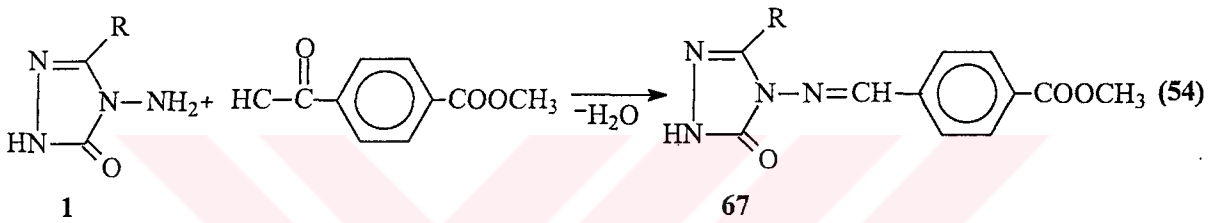
Başka bir çalışmada ise 1 tipi bileşiklerin 3,4-dihidroksibenzaldehid ile reaksiyonları incelenmiş ve Denklem 52 uyarınca 3-alkil(aril)-4-(3,4-dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (65) bileşikleri sentezlenmiştir (Denklem 52) [70].



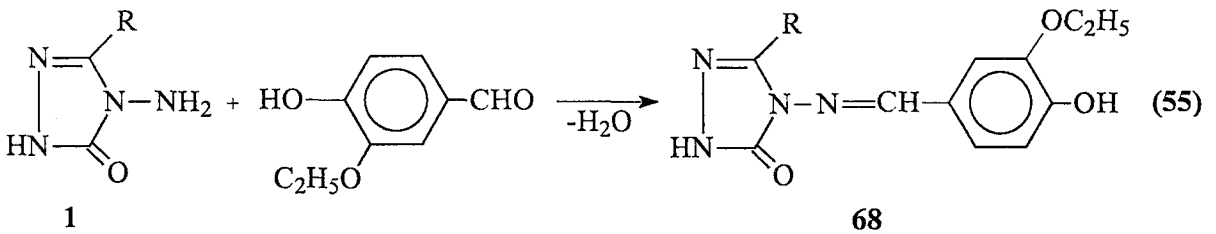
Yine çok yakın zamanda yapılan bir çalışmada 1 tipi bileşiklerin 5-metil-furan-2-karboksialdehitlerle reaksiyonu incelenerek 3-alkil(aril)-4-(5-metil-2-furil-metilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (66) bileşikleri sentezlenmiştir (Denklem 53) [71].



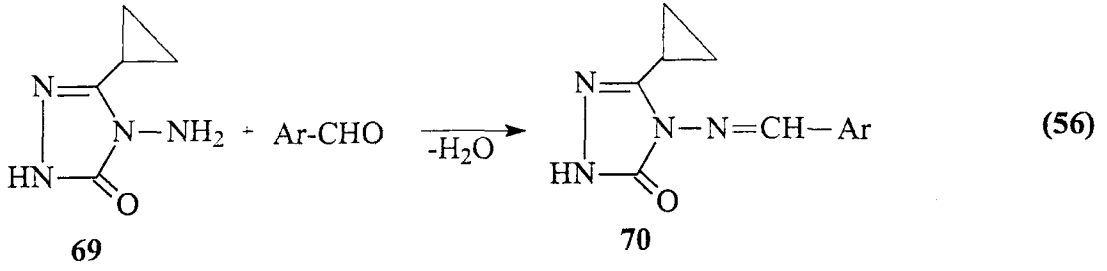
Yine benzer bir başka çalışmada ise 1 tipi bileşiklerin metil-4-formilbenzoat ile reaksiyonları incelenerek 3-alkil(aril)-4-(4-metoksikarbonilbenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (67) bileşikleri sentezlenmiştir (Denklem 54) [72].



Bir başka çalışmada ise 1 tipi bileşiklerin 3-etoksi-4-hidroksibenzaldehid ile reaksiyonları incelenerek 3-alkil(aril)-4-(3-etoksi-4-hidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (68) bileşikleri sentezlenmiştir (Denklem 55) [73].



1 tipi bileşiklerin yeni bir uyesi olan 3-siklopropil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (69) bileşiği son yıllarda sentezlenerek bazı reaksiyonları incelenmiş ve 3-siklopropil-4-arilidenamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (70) bileşikleri sentezlenmiştir (Denklem 56) [74,75].

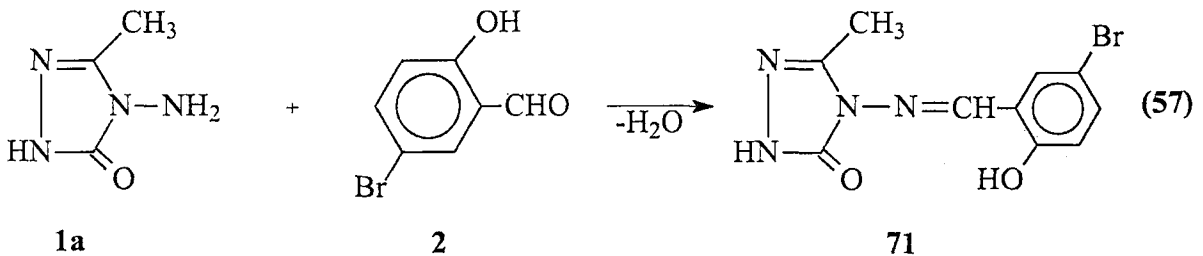


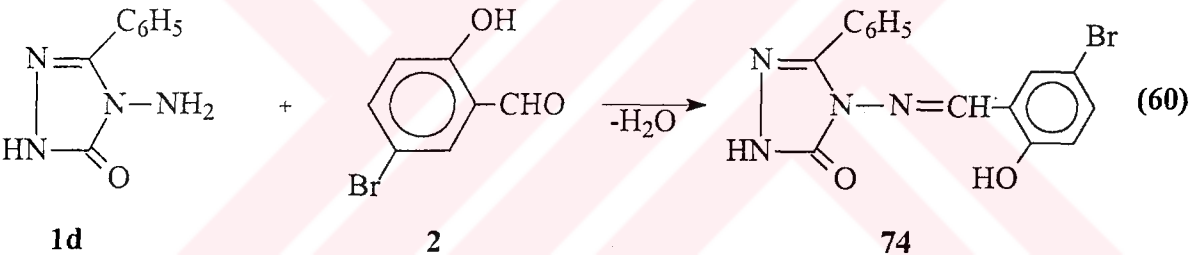
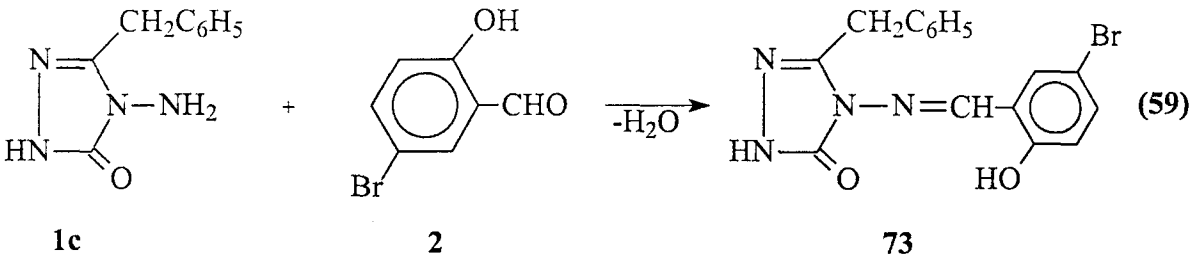
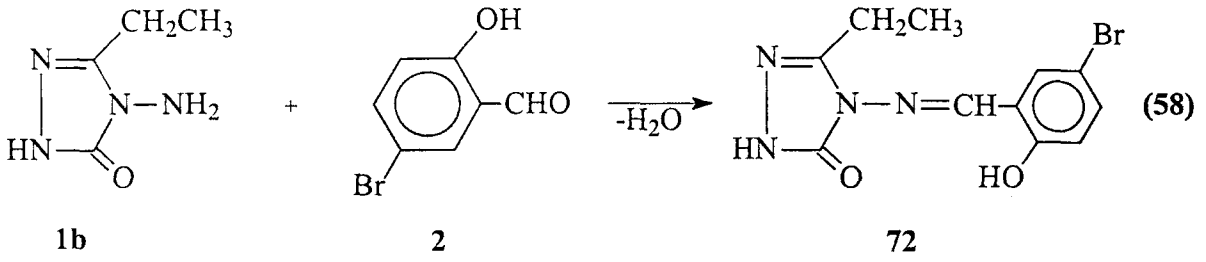
Bu çalışmada ise Denklem 2 uyarınca biyolojik aktif yeni bileşikler olan 3 tipi 4 adet bileşik sentezlenmiştir. Bu amaçla öncelikle Pinner Yöntemi'nin [17] uygulanmasıyla literatürde kayıtlı bileşikler olan etil imidoasetat hidroklorür (5a), etil imidopropiyonat hidroklorür (5b), etil imidofenilasetat hidroklorür (5c), etil imidobenzoat hidroklorür (5d) bileşikleri Denklem 4 uyarınca elde edilmiştir.

Çalışmada daha sonra 5 tipi bileşiklerin etil karbazat ile Denklem 18 uyarınca düşük sıcaklıkta muamelesinden literatürde kayıtlı bileşikler olan [19, 24, 32, 40] etil asetat etoksikarbonilhidrazon (21a), etil propiyonat etoksikarbonilhidrazon (21b), etil fenil asetat etoksikarbonilhidrazon (21c), etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (21d) bileşikleri elde edilmiştir.

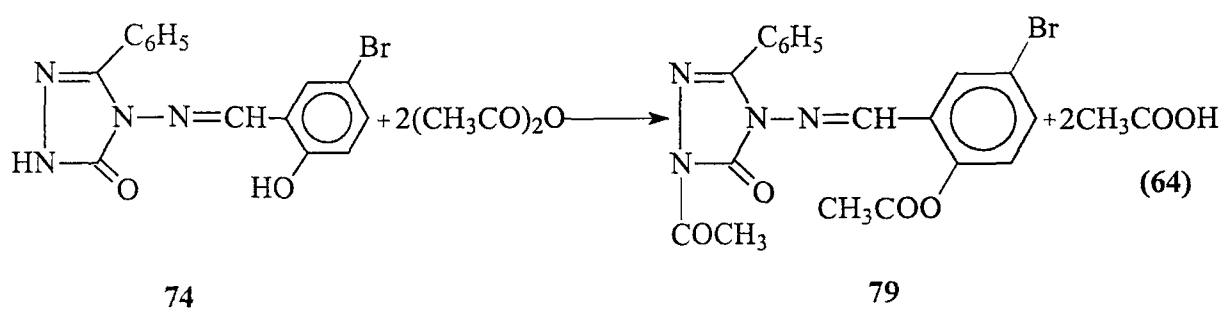
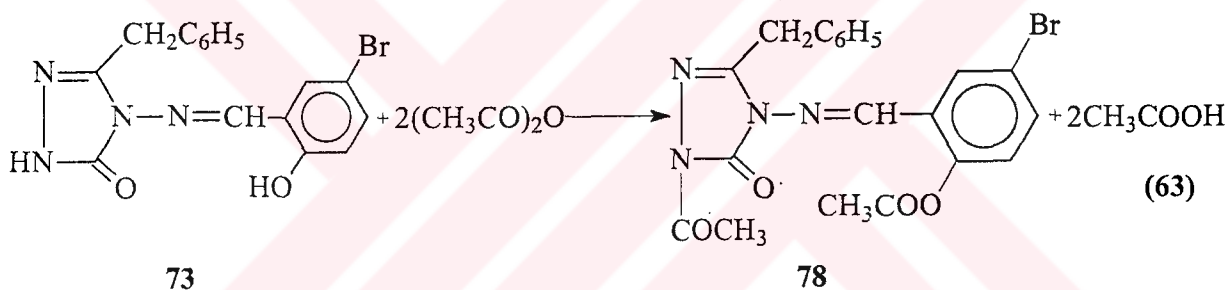
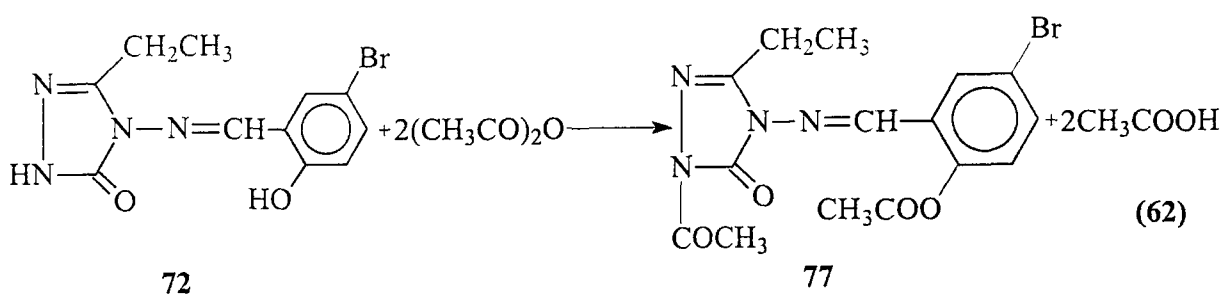
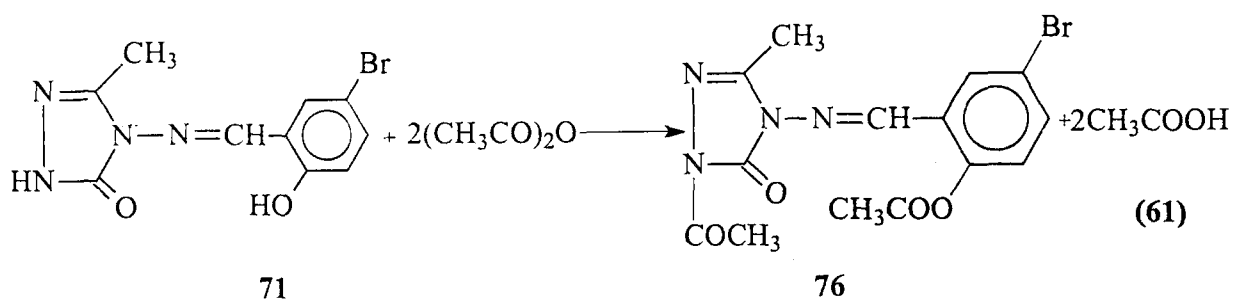
Çalışmanın bundan sonraki bölümünde ise 21 tipi bileşiklerin hidrazin hidrat ile Denklem 23 uyarınca reaksiyonundan literatürde kayıtlı bileşikler olan [31, 39] 1 tipi 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1a), 3-etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1b), 3-benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on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

Çalışmanın orijinal bölümünde ise 1 tipi bileşiklerin 5-bromosalisilaldehid ile reaksiyonları incelenmiş Denklem 2 uyarınca 3 tipi 3-metil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (71), 3-etil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (72), 3-benzil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (73), 3-fenil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (74) bileşikleri sentezlenmiştir.





Çalışmanın ikinci orijinal bölümünde ise 3 tipi 71, 72, 73 ve 74 bileşiklerinin Denklem 61 uyarınca ayrı ayrı asetik anhidrid ile reaksiyonlarından sırasıyla 1-asetil-3-metil-4-(2-asetiloksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (76), 1-asetil-3-etil-4-(2-asetiloksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (77), 1-asetil-3-benzil-4-(2-asetiloksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (78), 1-asetil-3-fenil-4-(2-asetiloksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (79) bileşikleri elde edilmiştir.



## 2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

Bu tez kapsamında yapılan bütün deneysel çalışmalar Kafkas Üniversitesi Eğitim Fakültesi Araştırma Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Çalışmada kullanılan kimyasal maddeler Merck ve Fluka firmalarından, çözücülerin bir kısmı ise yerli firmalardan temin edilmiştir.

Çalışmada sentezi gerçekleştirilen yeni bileşiklerin erime noktaları Electrothermal dijital erime noktası tayin cihazında tayin ettirilmiştir. Yapı aydınlatılması için gerekli olan IR spektrumları İnönü Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Enstrümental Analiz Laboratuvarında Perkin Emler 283 infrared spektrofotometresinde KBr tabletleri halinde alınmıştır. <sup>1</sup>H NMR ve <sup>13</sup>C NMR spektrumları ise İnönü Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında Bruker marka 300 Mhz lik Likid NMR cihazında kaydedilmiştir. UV spektrumları Kafkas Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü laboratuvarındaki Shimadzu-160A UV-VIS-NIR spektrofotometresinde 10mm kuvars hücreleri kullanılarak alınmış ve 200-400nm bölgesinde çalışılmıştır. UV spektrumlarının tümü %95'lik etanol içinde 10<sup>-5</sup>-10<sup>-4</sup> M çözeltileri halinde alınmıştır. Bileşiklerinin mikroanalizi ise İnönü Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Elementel Analiz cihazında gerçekleştirilmiştir.

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

Çalışmanın bundan sonraki bölümünde ise 4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinden ayrı ayrı asetik anhidrid ile reaksiyonları incelenerek karşın olan N- ve O-asetil türevleri elde edilmiştir.

## 2.1. Etil imidoasetat hidroklorür (Asetimino etil ester hidroklorür) (5a)

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

Asetonitril (5.26 ml, 0.1 mol) in susuz eter (3.84 ml) deki çözeltisine mutlak alkol (6.40 ml) ilave edildi ve karışım 0 °C de CaCl<sub>2</sub> tüpü takılı bir sistemde kuru HCl gazı ile doyurulduktan sonra bir gece derin dondurucuda bekletildi. Sonra karışıma susuz eter ilave edilerek 5a bileşiği çöktürüldü. Bir gece daha derin dondurucuda bekletildikten sonra süzüldü ve susuz eter ile yıkanıp vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinden kurutuldu.

Verim : 9.86 g (%79.15)

E.n : 98 °C (boz)

## 2.2. Etil imidopropiyonat hidroklorür (propiyonimino etil ester hidroklorür) (5b)

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

Propiyonitril (7.05 ml, 0.1 mol) in susuz eter (4.48 ml) deki çözeltisine mutlak alkol (6.40 ml) ilave edildi ve karışım 0 °C de CaCl<sub>2</sub> tüpü takılı bir sistemde kuru HCl gazı ile doyurulduktan sonra 48 saat derin dondurucuda bekletildi. Sonra karışıma susuz eter ilave edilerek 5b bileşiği çöktürüldü. Bir gece daha derin dondurucuda bekletildikten sonra süzüldü ve susuz eter ile yıkanıp vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinden kurutuldu.

Verim : 11.65 g (%84.40)

E.n : 91 °C (boz)



### 2.3. Etil imidofenilasetat hidroklorür (Fenilasetimino etil ester hidroklorür) (5c)

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

Fenilasetonitril (11.60 ml, 0.1 mol) in susuz eter (5.80 ml) deki çözeltisine mutlak alkol (5.75 ml) ilave edildi ve karışım 0 °C de CaCl<sub>2</sub> tüpü takılı bir sistemde kuru HCl gazı ile doyurulduktan sonra bir gece derin dondurucuda bekletildi. Sonra karışıma susuz eter ilave edilerek 5c bileşiği çöktürüldü. Bir gece daha derin dondurucuda bekletildikten sonra süzüldü ve susuz eter ile yıkanıp vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinden kurutuldu.

Verim : 16.28 g (%90.22)

E.n : 83 °C (boz)

### 2.4. Etil imidobenzoat hidroklorür (Benzimino etil ester hidroklorür) (5d)

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

Benzonitril (10.00 ml, 0.1 mol) in susuz eter (5.20 ml) deki çözeltisine mutlak alkol (5.60 ml) ilave edildi ve karışım 0 °C de CaCl<sub>2</sub> tüpü takılı bir sistemde kuru HCl gazı ile doyurulduktan sonra 1 gün derin dondurucuda bekletildi. Sonra karışıma susuz eter ilave edilerek 5d bileşiği çöktürüldü. Bir gece daha derin dondurucuda bekletildikten sonra süzüldü ve susuz eter ile yıkanıp vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinden kurutuldu.

Verim : 13.28 g (%75.90)

E.n : 126 °C (boz)

## 2.5. Etil asetat etoksikarbonilhidrazon (21a)

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

Etil imidoasetat hidroklorür (6.175 gr, 0.05 mol)(5a) bileşiğinin bir mağnetik karıştırıcı üzerinde ağzı kapalı dibi yuvarlak bir balonda mutlak etanol (75 ml)deki çözeltisine 0-5 °C de etil karbazat (5.205 g, 0.05 mol) ın mutlak etanol (200 ml) deki çözeltisi ilave edildi. Karışım 0-5 °C de 4 saat karıştırıldıktan sonra çöken amonyum klorür süzülerek uzaklaştırıldı. Süzüntü 30-35 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldıktan sonra ele geçen kalıntı petrol eteri (40-60 °C) nden kristallendirildi,süzüldü ve vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinden kurutuldu.

Verim : 5.68 g (%65.28)

E.n : 68 °C

## 2.6. Etil propionat etoksikarbonilhidrazon (21b)

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

Etil imidopropiyonat hidroklorür (6.175 gr, 0.05 mol)(5b) bileşiğinin bir mağnetik karıştırıcı üzerinde ağzı kapalı dibi yuvarlak bir balonda mutlak etanol (75 ml)deki çözeltisine 0-5 °C de etil karbazat (5.205 g, 0.05 mol) ın mutlak etanol (200 ml) deki çözeltisi ilave edildi. Karışım 0-5 °C de 4 saat karıştırıldıktan sonra çöken amonyum klorür süzülerek uzaklaştırıldı. Süzüntü 30-35 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldıktan sonra ele geçen kalıntı petrol eteri (40-60 °C) nden kristallendirildi,süzüldü ve vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinden kurutuldu.

Verim : 7.55 g (%80.22)

E.n : 57 °C

## 2.7. Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21c)

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

Etil imidofenilasetat hidroklorür (9.975 gr, 0.05 mol)(5c) bileşiğinin bir magnetik karıştırıcı üzerinde ağzı kapalı dibi yuvarlak bir balonda mutlak etanol (75 ml)deki çözeltisine 0-5 °C de etil karbazat (5.205 g, 0.05 mol) ın mutlak etanol (200 ml) deki çözeltisi ilave edildi. Karışım 0-5 °C de 4 saat karıştırıldıktan sonra çöken amonyum klorür süzülerek uzaklaştırıldı. Süzüntü 30-35 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldıktan sonra ele geçen kalıntı petrol eteri (40-60 °C) nden kristallendirildi,süzüldü ve vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinden kurutuldu.

Verim : 10.45 g (%61.30)

E.n : 90 °C

## 2.8. Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (21d)

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

Etil imidobenzoat hidroklorür (9.275 g, 0.05 mol) (5d) bileşiğinin bir magnetik karıştırıcı üzerinde ağzı kapalı dibi yuvarlak bir balonda mutlak etanol (75 ml)deki çözeltisine 0-5 °C de etil karbazat (5.205 g, 0.05 mol) ın mutlak etanol (200 ml) deki çözeltisi ilave edildi. Karışım 0-5 °C de 4 saat karıştırıldıktan sonra çöken amonyum klorür süzülerek uzaklaştırıldı. Süzüntü 30-35 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldıktan sonra ele geçen kalıntı petrol eteri (40-60 °C) nden kristallendirildi, süzüldü ve vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinden kurutuldu.

Verim : 9.00 g (% 76.27)

E.n : 80 °C

### 2.9. 3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1a)

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

Etil asetat etoksikarbonilhidrazon (21a) (8.70 g, 0.05 mol) yuvarlak dipli bir balonda hidrazin hidrat (6.25 ml) ın 300 ml sudaki çözeltisi ile geri soğutucu altında 4-5 saat kaynatıldıktan sonra düşük basınç altında 40-45 °C de buharlaştırıldı. Geri kalan katı madde desikatörde, vakumda kurutulduktan sonra etanol (%95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller süzöldü ve vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinde kurutuldu.

Verim : 4.62 g (% 81.36)

E.n : 227 °C

### 2.10. 3-Etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1b)

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

Etil propiyonat etoksikarbonilhidrazon (21b) (9.40 g, 0.05 mol) yuvarlak dipli bir balonda hidrazin hidrat (6.25 ml) ın 300 ml sudaki çözeltisi ile geri soğutucu altında 4-5 saat kaynatıldıktan sonra düşük basınç altında 40-45 °C de buharlaştırıldı. Geri kalan katı madde desikatörde, vakumda kurutulduktan sonra etanol (%95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller süzöldü ve vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinde kurutuldu.

Verim : 4.62 g (% 81.36)

E.n : 227 °C

### 2.11. 3-Benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on ( 1c )

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

Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (21c) (12.50 g, 0.05 mol) yuvarlak dipli bir balonda hidrazin hidrat (6.25 ml) ın 300 ml sudaki çözeltisi ile geri soğutucu altında 5 saat kaynatıldıktan sonra soğutulup buzdolabında bir gece bekletildi. Çöken 1c bileşiği süzülüp soğuk su ile yıkandı. Vakumda kurutulduktan sonra etil asetattan kristallendirildi.Ele geçen kristaller süzüldü ve vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinde kurutuldu.

Verim : 7.80 g (% 82.10)

E.n : 167 °C

### 2.12. 3-Fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on ( 1d )

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

Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (21d) (11.80 g, 0.05 mol) yuvarlak dipli bir balonda hidrazin hidrat (6.25 ml) ın 300 ml sudaki çözeltisi ile geri soğutucu altında 4-5 saat kaynatıldıktan sonra soğutulup buzdolabında bir gece bekletildi. Çöken 1d bileşiği süzülüp soğuk su ile yıkandı. Vakumda kurutulduktan sonra etanol (%95) den kristallendirildi.Ele geçen kristaller süzüldü ve vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinde kurutuldu.

Verim : 5.62 g (% 63.87)

E.n : 236 °C

**2.13. 3-Metil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on ( 71 )**

3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1a) (0.57 gr, 0.005 mol) bileşiği ile 5-bromosalisilaldehid (1.01 gr, 0.005 mol) yuvarlak dipli bir balonda asetik asitte çözülerek, geri soğutucu altında bir saat reflux edildikten sonra üstüne soğuk saf su ilave edilerek çöktürüldü ve bir gece buzdolabında bekletilip süzüldü. Elde edilen katı ham madde aynı çözücünden birkaç kez daha kristallendirilerek elde edilen ( 71 ) bileşiği vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinden kurutuldu.

Verim : 2.55 g (% 85.9)

E.n. : 275 °C

IR (KBr) (Ek Şekil 1)	3475, 3212 (OH, NH) cm <sup>-1</sup> 1714 (C=O) cm <sup>-1</sup> 1610 (C=N) cm <sup>-1</sup>	
<sup>1</sup> H NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 2)	δ 2,28 (s, 3H, CH <sub>3</sub> ) δ 6,93 (d, 1H, Aromatik H, J= 8.78 Hz) δ 7,48 (d, 1H, Aromatik H, J= 8,78 Hz) δ 7,90 (s, 1H, Aromatik H) δ 9,94 (s, 1H, N=CH) δ 10,62 (s, 1H, OH) δ 11,78 (s, 1H, NH)	
<sup>13</sup> C NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil3)	δ 11,63 (Alifatik C) δ 111,30 (AromatikC) δ 119,21 (Aromatik C) δ 122,45 (AromatikC) δ 128,18 (AromatikC)	δ 135,50 (Aromatik C) δ 144,78 (Aromatik C) δ 148,86 (Triazol C <sub>3</sub> ) δ 151,69(N=CH) δ 157,16 (Triazol C <sub>5</sub> )
UV (Etanol %95) λ <sub>max</sub> (ε) (Ek Şekil 4)	219 (10639) nm; 256 (5050) nm; 287 (3501) nm; 342 (4915) nm	

Elementel Analiz : C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>Br (297,11) için

(Sayfa 86'da 71 nolu bileşik)

Hesaplanan : C: 40,43; H: 3,05; N: 18,86

Bulunan : C: 40,64; H: 3,01; N: 17,85

**2.14. 3-Etil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on ( 72 )**

3-Etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1b) (0.64 gr, 0.005 mol) bileşiği ile 5-bromosalisilaldehid (1.01 gr, 0.005 mol) yuvarlak dipli bir balonda asetik asitte ayrı ayrı çözülerek, geri soğutucu altında bir saat reflux edildikten sonra üstüne soğuk saf su ilave edilerek bir gece buzdolabında bekletilip süzülür. Elde edilen katı ham madde aynı çözücüden birkaç kez daha kristallendirilerek elde edilen ( 72 ) bileşiği vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinden kurutuldu.

Verim : 3,07 g (% 98.7)

E.n. : 278 °C

IR (KBr) (Ek Şekil 5)	3427, 3194 (OH, NH) cm <sup>-1</sup> 1714 (C=O) cm <sup>-1</sup> 1600 (C=N) cm <sup>-1</sup>	
<sup>1</sup> H NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 6)	$\delta$ 1,20 (t, 3H, CH <sub>3</sub> , J= 7,48Hz) $\delta$ 2,68 (q, 2H, CH <sub>2</sub> , J=7,46 Hz) $\delta$ 6,92 (d, 1H, Aromatik H, J=8,78 Hz) $\delta$ 7,47 (d, 1H, Aromatik H, J= 8,77 Hz)	$\delta$ 7,87 (s, 1H, Aromatik H) $\delta$ 9,93 (s, 1H, N=CH) $\delta$ 10,62 (s, 1H, OH) $\delta$ 11,78 (s, 1H, NH)
<sup>13</sup> C NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 7)	$\delta$ 10,37 (Alifatik C) $\delta$ 18,94 (Alifatik C) $\delta$ 111,30 (Aromatik C) $\delta$ 119,19 (Aromatik C) $\delta$ 122,49 (Aromatik C) $\delta$ 128,11 (Aromatik C)	$\delta$ 135,42 (Aromatik C) $\delta$ 148,47 (Aromatik C) $\delta$ 148,86 (Triazol C <sub>3</sub> ) $\delta$ 151,83 (N=CH) $\delta$ 157,16 (Triazol C <sub>5</sub> )
UV (Etanol %95) $\lambda_{max}$ ( $\epsilon$ ) (Ek Şekil 8)	223 (4820) nm; 287 (1606) nm	

Elementel Analiz : C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>Br (311,14) için

(Sayfa 87'de 72 nolu bileşik)

Hesaplanan : C: 42,46; H: 3,56; N: 18,01

Bulunan : C: 42,72; H: 3,586; N: 17,85

**2.15. 3-Benzil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (73)**

3-Benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1c) (1.90 gr, 0.01 mol) bileşiği ile 5-bromosalisilaldehid (2.01 gr, 0.01 mol) yuvarlak dipli bir balonda asetik asitte ayrı ayrı çözülerek, geri soğutucu altında bir saat reflux edildikten sonra üstüne soğuk saf su ilave edilerek bir gece buzdolabında bekletilip süzüldü. Elde edilen katı ham madde aynı çözücünden birkaç kez daha kristallendirilerek elde edilen ( 73 ) bileşiği vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinden kurutuldu.

Verim : 3.57 g (% 95.7)

E.n. : 257 °C

IR (KBr) (Ek Şekil 9)	3186, 3067 (OH, NH) cm <sup>-1</sup> 1714 (C=O) cm <sup>-1</sup> 1604 (C=N) cm <sup>-1</sup> 768, 710 (substitue aromatik halka) cm <sup>-1</sup>	
<sup>1</sup> H NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 10)	δ 4,06 (s, 2H, CH <sub>2</sub> ) δ 6,89 (d, 1H, Aromatik H, J= 8,78 Hz) δ 7,21-7,33(m, 5H, Aromatik H, J= 8,78 Hz) δ 7,45 (d, 1H, Aromatik H, J= 8,78 Hz)	δ 7,77 (s, 1H, Aromatik H) δ 9,87 (s, 1H, N=CH) δ 10,57 (s, 1H, OH) δ 11,94 (s, 1H, NH)
<sup>13</sup> C NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 11)	δ 31,72 (Alifatik C) δ 111,30 (Aromatik C) δ 119,15 (Aromatik C) δ 122,43 (Aromatik C) δ 127,18 (Aromatik C) δ 128,30 (Aromatik C) δ 128,91 (Aromatik 2C)	δ 129,19 (Aromatik 2C) δ 135,43 (Aromatik C) δ 136,29 (Aromatik C) δ 146,63 (Aromatik C) δ 148,45 (Triazol C <sub>3</sub> ) δ 151,69 (N=CH) δ 157,10 (Triazol C <sub>5</sub> )
UV (Etanol %95) λ <sub>max</sub> (ε) (Ek Şekil 12)	213 (5441) nm; 258 (2947) nm; 287 (2143) nm;	

Elementel Analiz : C<sub>16</sub>H<sub>13</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>Br (373,21) için

(Sayfa 88'de 73 nolu bileşik)

Hesaplanan : C: 51,49; H: 3,51; N: 15,01

Bulunan : C: 51,80; H: 3,521; N: 14,29



**2.16. 3-Fenil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (74)**

3-Fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1d) (0.88 gr, 0.005 mol) bileşiği ile 5-bromosalisilaldehid (1.01 gr, 0.005 mol) yuvarlak dipli bir balonda asetik asitte ayrı ayrı çözülerek, geri soğutucu altında bir saat reflux edildikten sonra üstüne soğuk saf su ilave edilerek bir gece buzdolabında bekletilip süzüldü. Elde edilen katı ham madde aynı çözücüden birkaç kez daha kristallendirilerek elde edilen ( 74 ) bileşiği vakumda CaCl<sub>2</sub> üzerinden kurutuldu.

Verim : 3.07 g (% 85.5)

E.n. : 281 °C

IR (KBr) (Ek Şekil 13)	3518, 3229 (OH, NH) cm <sup>-1</sup> 1716 (C=O) cm <sup>-1</sup> 1614 (C=N) cm <sup>-1</sup>	
<sup>1</sup> H NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 14)	δ 6,94 (d, 1H, Aromatik H, J= 8,79 Hz) δ 7,48-7,56 (m, 4H, Aromatik H) δ 7,77-7,88 (m, 3H, Aromatik H)	δ 9,88 (s, 1H, N=CH) δ 10,69 (s, 1H, OH) δ 12,35 (s, 1H, NH)
<sup>13</sup> C NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 15)	δ 111,26 (Aromatik C) δ 119,33 (Aromatik C) δ 122,24 (Aromatik C) δ 127,06 (Aromatik C) δ 128,48 (Aromatik C) δ 128,60 (Aromatik 2C) δ 128,95 (Aromatik 2C)	δ 130,67 (Aromatik C) δ 135,71 (Aromatik C) δ 151,40 (Aromatik C) δ 145,23 (Triazol C <sub>3</sub> ) δ 151,81 (N=CH) δ 157,38 (Triazol C <sub>5</sub> )
UV (Etanol %95) λ <sub>max</sub> (ε) (Ek Şekil 16)	218 (3897) nm; 263 (2115) nm	

Elementel Analiz : C<sub>15</sub>H<sub>11</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>Br (359,18) için

(Sayfa 89'da 74 nolu bileşik)

Hesaplanan : C: 50,16; H: 3,09; N: 15,60

Bulunan : C: 50,01; H: 3,118; N: 14,96

**2.17. 1-Asetil-3-Metil-4-(2-asetiloksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (76)**

Yuvarlak dipli bir balonda 3-metil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (71) (0.40 gr, 0.001 mol) bileşiği 10 ml asetik anhidrid ile CaCl<sub>2</sub> takılı geri soğutucu altında 30 dakika kaynatıldıktan sonra üzerine 30 ml mutlak etanol ilave edildi ve 30 dakika daha kaynatıldı. Nihai çözelti 40-45 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller aynı çözücünden birkaç kez daha kristallendirilerek saflaştırıldıktan sonra vakumda kurutularak 76 bileşiği olarak tanımlandı.

Verim : 3.67 g (% 96.3)

E.n. : 190 °C

IR (KBr) (Ek Şekil 17)	1772, 1739 (C=O) cm <sup>-1</sup> 1619 (C=N) cm <sup>-1</sup>	
<sup>1</sup> H NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 18)	δ 2,35 (s, 6H, CH <sub>3</sub> + COCH <sub>3</sub> ) δ 2,36 (s, 3H, COCH <sub>3</sub> ) δ 7,31 (d, 1H, Aromatik H, J= 8,70 Hz)	δ 7,81 (s, 1H, Aromatik H, J= 8,70 Hz) δ 8,12 (s, 1H, Aromatik H) δ 9,65 (s, 1H, N=CH)
<sup>13</sup> C NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 19)	δ 11,68 (Alifatik C) δ 21,06 (N-COCH <sub>3</sub> ) δ 23,91 (O-COCH <sub>3</sub> ) δ 119,52 (Aromatik C) δ 126,48 (Aromatik C) δ 128,08 (Aromatik C) δ 129,21 (Aromatik C)	δ 135,94 (Aromatik C) δ 148,26 (Aromatik C) δ 147,03 (Triazol C <sub>3</sub> ) δ 148,97 (N=CH) δ 149,70 (Triazol C <sub>5</sub> ) δ 166,59 (C=O) δ 169,34 (C=O)
UV (Etanol %95) λ <sub>max</sub> (ε) (Ek Şekil 20)	217 (4984) nm; 252 (2675) nm; 294 (1836) nm	

Elementel Analiz : C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>Br (381,19) için  
(Sayfa 90'da 76 nolu Bileşik)

Hesaplanan : C: 44,11; H: 3,44; N: 14,70

Bulunan : C: 44,24; H: 3,42; N: 14,19

**2.18. 1-Asetil-3-etil-4-(2-asetiloksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (77)**

Yuvarlak dipli bir balonda 3-etil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (72) (0.60 gr, 0.002 mol) bileşiği 10 ml asetik anhidrid ile CaCl<sub>2</sub> takılı geri soğutucu altında 30 dakika kaynatıldıktan sonra üzerine 30 ml mutlak etanol ilave edildi ve 30 dakika daha kaynatıldı. Nihai çözelti 40-45 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller aynı çözücüden birkaç kez daha kristallendirilerek saflaştırıldıktan sonra vakumda kurutulurak 77 bileşiği olarak tanımlandı.

Verim : 3.70 g (% 93.7)

E.n. : 192 °C

IR (KBr) (Ek Şekil 21)	1768, 1735 (C=O) cm <sup>-1</sup> 1612 (C=N) cm <sup>-1</sup>	
<sup>1</sup> H NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 22)	δ 1,24 (t, 3H, CH <sub>3</sub> , Alifatik C, J=7,44) δ 2,35 (s, 3H, COCH <sub>3</sub> ) δ 2,49 (s, 3H, COCH <sub>3</sub> ) δ 2,76 (q, 2H, CH <sub>2</sub> , J= 7,45 Hz)	δ 7,31 (d, 1H, Aromatik H, J=8,71Hz) δ 7,80 (d, 1H, Aromatik H, J= 8,71Hz) δ 8,10 (s, 1H, Aromatik H) δ 9,64 (s, 1H, N=CH)
<sup>13</sup> C NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 23)	δ 9,78 (Alifatik C) δ 18,93 (CH <sub>2</sub> ) δ 21,05 (N-COCH <sub>3</sub> ) δ 23,93 (O-COCH <sub>3</sub> ) δ 119,53 (Aromatik C) δ 126,49 (Aromatik C) δ 128,10 (Aromatik C) δ 129,05 (Aromatik C)	δ 135,94 (Aromatik C) δ 148,49 (Aromatik C) δ 148,99 (Triazol C <sub>3</sub> ) δ 149,72 (N=CH) δ 150,47 (Triazol C <sub>5</sub> ) δ 166,54 (C=O) δ 169,34 (C=O)
UV (Etanol %95) λ <sub>max</sub> (ε) (Ek Şekil 24)	218 (3795) nm; 254 (2277) nm	

Elementel Analiz : C<sub>15</sub>H<sub>15</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>Br (395,21) için

(Sayfa 91'de 77 nolu Bileşik)

Hesaplanan : C: 45,59; H: 3,83; N: 14,18

Bulunan : C: 46,19; H: 3,88; N: 13,88

**2.19. 1-Asetil-3-benzil-4-(2-asetiloksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (78)**

Yuvarlak dipli bir balonda 3-benzil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (73) (0.60 gr, 0.001 mol) bileşiği 10 ml asetik anhidrid ile CaCl<sub>2</sub> takılı geri soğutucu altında 30 dakika kaynatıldıktan sonra üzerine 30 ml mutlak etanol ilave edildi ve 30 dakika daha kaynatıldı. Nihai çözelti 40-45 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller aynı çözücünden birkaç kez daha kristallendirilerek saflaştırıldıktan sonra vakumda kurutularak 78 bileşiği olarak tanımlandı.

Verim : 4.30 g (% 94.1)

E.n. : 162 °C

IR (KBr) (Ek Şekil 25)	1745, 1728 (C=O) cm <sup>-1</sup> 1603 (C=N) cm <sup>-1</sup>	
<sup>1</sup> H NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 26)	$\delta$ 2,33 (s, 3H, COCH <sub>3</sub> ) $\delta$ 2,49 (s, 3H, COCH <sub>3</sub> ) $\delta$ 4,18 (s, 2H, CH <sub>2</sub> ) $\delta$ 7,28 (d, 1H, Aromatik H , J= 8,58 Hz)	$\delta$ 7,31-7,37 (m, 5H, Aromatik H) $\delta$ 7,78 (m, 1H, Aromatik H, J= 8,71Hz) $\delta$ 7,94 (s, 1H, Aromatik H) $\delta$ 9,66 (s, 1H, N=CH)
<sup>13</sup> C NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 27)	$\delta$ 21,01 (N-COCH <sub>3</sub> ) $\delta$ 24,00 (O-COCH <sub>3</sub> ) $\delta$ 31,54 (CH <sub>2</sub> ) $\delta$ 119,51 (Aromatik C) $\delta$ 126,40 (Aromatik C) $\delta$ 127,46 (Aromatik C) $\delta$ 128,08 (Aromatik C) $\delta$ 128,94 (Aromatik C) $\delta$ 128,99 (Aromatik 2C)	$\delta$ 129,39 (Aromatik 2C) $\delta$ 135,15 (Aromatik C) $\delta$ 135,90 (Aromatik C) $\delta$ 148,23 (Aromatik C) $\delta$ 148,24 (Triazol C <sub>3</sub> ) $\delta$ 148,49 (N=CH) $\delta$ 149,74 (Triazol C <sub>5</sub> ) $\delta$ 166,55 (C=O) $\delta$ 169,35 (C=O)
UV (Etanol %95) $\lambda_{max}$ ( $\epsilon$ ) (Ek Şekil 28)	211 (7655) nm; 256 (3062) nm; 297 (2405) nm	

Elementel Analiz : C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>Br (457,28) için

(Sayfa 92'de 78 nolu Bileşik)

Hesaplanan : C: 52,53; H: 3,75 ; N: 12,25

Bulunan : C: 52,40; H: 3,75 ; N: 11,78

**2.20. 1-Asetil-3-fenil-4-(2-asetiloksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (79)**

Yuvarlak dipli bir balonda 3-fenil-4-(2-hidroksi-5-bromobenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (74) (0.50 gr, 0.001 mol) bileşiği 10 ml asetik anhidrid ile CaCl<sub>2</sub> takılı geri soğutucu altında 30 dakika kaynatıldıktan sonra üzerine 30 ml mutlak etanol ilave edildi ve 30 dakika daha kaynatıldı. Nihai çözelti 40-45 °C de ve düşük basınç altında buharlaştırıldı. Geriye kalan katı madde etanol (% 95) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller aynı çözücünden birkaç kez daha kristallendirilerek saflaştırıldıktan sonra vakumda kurularak 79 bileşiği olarak tanımlandı.

Verim : 4.25 g (% 96.0)

E.n. : 196 °C

IR (KBr) (Ek Şekil 29)	1770, 1737 (C=O) cm <sup>-1</sup> 1602 (C=N) cm <sup>-1</sup>	
<sup>1</sup> H NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 30)	δ 2,21 (s, 3H, COCH <sub>3</sub> ) δ 2,58 (s, 3H, COCH <sub>3</sub> ) δ 7,31 (s, 1H, Aromatik H , J= 8,69 Hz) δ 7,55-7,63 (m, 3H, Aromatik H)	δ 7,58-7,89(m,3H, Ar H) δ 7,96 (s, 1H, Aromatik H) δ 9,57 (s, 1H, N=CH)
<sup>13</sup> C NMR (DMSO-d <sub>6</sub> ) (Ek Şekil 31)	δ 20,89 (N-COCH <sub>3</sub> ) δ 24,03 (O-COCH <sub>3</sub> ) δ 119,43 (Aromatik C) δ 125,53(Aromatik C) δ 126,67 (Aromatik C) δ 127,92 (Aromatik C) δ 129,15 (Aromatik 2C) δ 129,27 (Aromatik 2C) δ 129,92 (Aromatik C)	δ 131,92 (Aromatik C) δ 136,09 (Aromatik C) δ 148,50 (Aromatik C) δ 146,56 (Triazol C <sub>3</sub> ) δ 149,70 (N=CH) δ 152,28 (Triazol C <sub>5</sub> ) δ 166,80 (C=O) δ 169,33 (C=O)
UV (Etanol %95) λ <sub>max</sub> (ε) (Ek Şekil 32)	216 (6091) nm; 261 (4060) nm	

Elementel Analiz : C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>Br (443,26) için

(Sayfa 93'de 79 nolu Bileşik)

Hesaplanan : C: 51,48; H: 3,41; N: 12,64

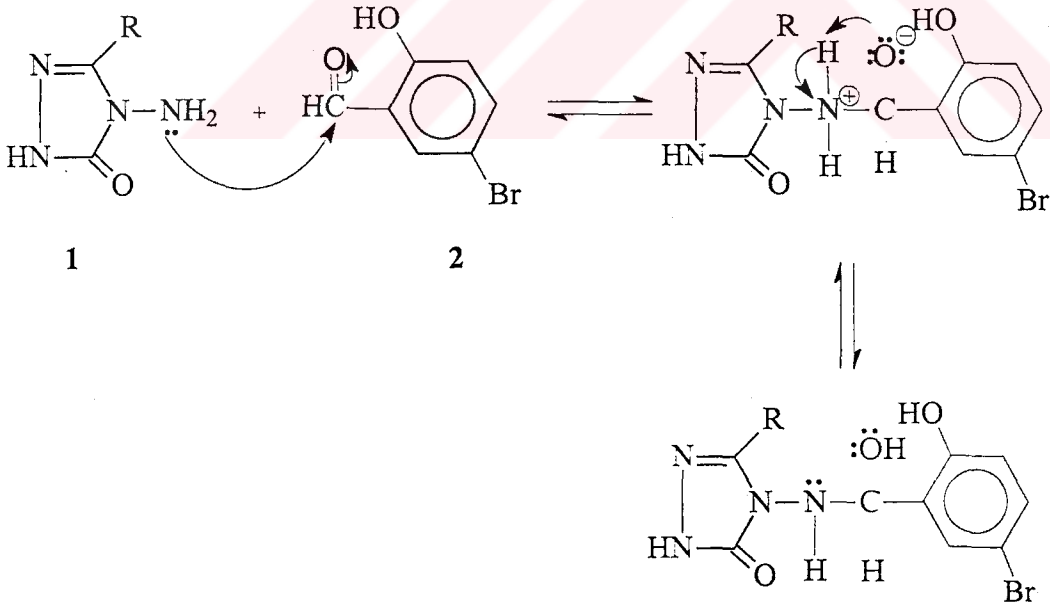
Bulunan : C: 51,58; H: 3,48; N: 12,24

### 3. TARTIŞMA ve SONUÇLAR

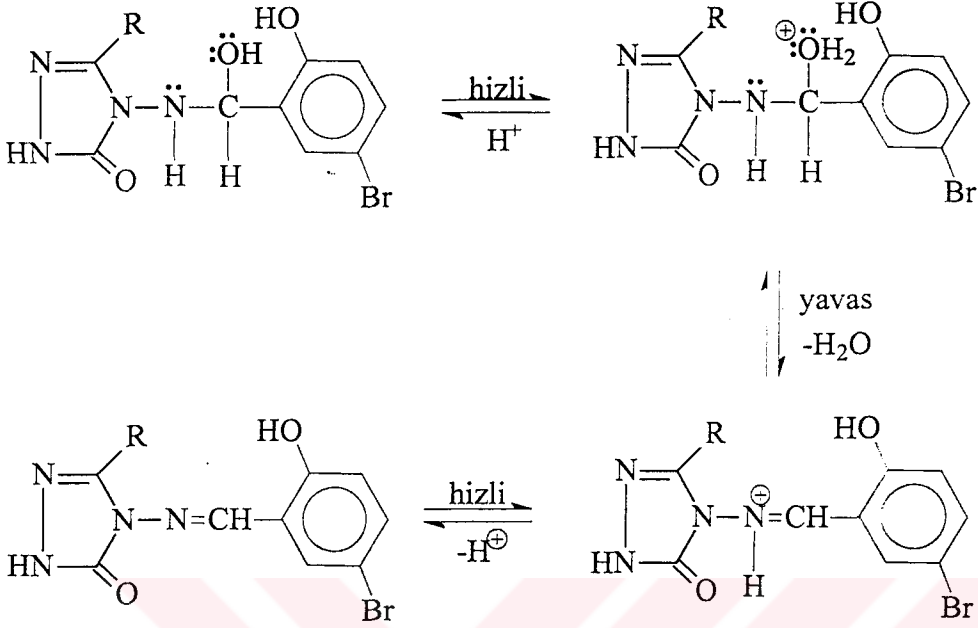
Asidik ortamda daha kolay olduğu bildirilen ve muhtemel reaksiyon mekanizması iki basamağı kapsayan bu çalışmada; birinci basamakta heterohalkaya bağlı amino grubu azotunun aldehid karbonil karbonuna nükleofilik saldırısı, ikinci basamakta ise oluşan katılma ürününden su eliminasyonu ile Schiff bazı oluşumu söz konusudur [61,62]. İmin tipi Schiff bazları, primer aminlerin özellikle aromatik aldehidler olmak üzere aldehid ve ketonlarla verdiği ve nükleofilik katılma üzerinden yürüyen karakteristik reaksiyonları sonucu oluşan zayıf bazik özellik taşıyan kondenzasyon ürünleridir.

Reaksiyonun muhtemel mekanizması aşağıda verilmiştir (Denklem 58) [61].

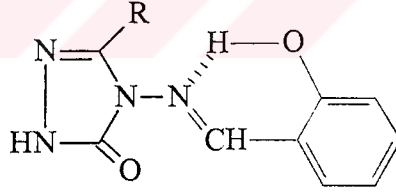
1. Basamak: Nükleofilik katılma,



2. Basamak: Eliminasyon,



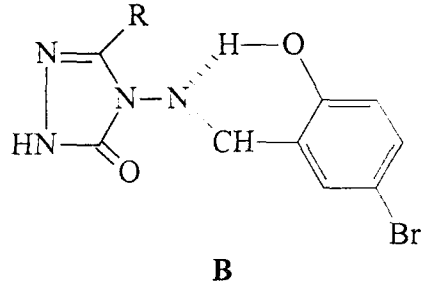
3-Alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (1) bileşiklerinin salisilaldehid ile reaksiyonlarından oluşan Schiff Bazlarının A tipi fenolimino strüktürüne sahip olduğu  $^1\text{H}$  NMR değerleri ile ortaya konulmuştur [53,54].



A

Nitekim son yıllarda yapılan iki farklı çalışmadan birinde Denklem 49 uyarınca 1 tipi bileşiklerin 4-hidroksibenzaldehid ile reaksiyonları incelenerek 62 tipi bileşikler elde edilmiş ve bu bileşiklerin  $^1\text{H}$  NMR spektrumlarında O-H pikleri  $\delta$  : 10,20-10,35 ppm arasında gözlenmiş [52] ; diğerinde ise 1 tipi bileşiklerin 3,4-dihidroksibenzaldehid ile Denklem 52 uyarınca reaksiyonları incelenerek 65 tipi bileşikler elde edilmiş ve bu bileşiklerin  $^1\text{H}$  NMR spektrumlarında O-H pikleri  $\delta$  : 9,33-9,75 ppm arasında gözlenmiştir [54,76].

Bu çalışmada kullanılan 5-bromosalisilaldehid de benzen halkasında 2- pozisyonunda -OH grubu taşıdığından çalışmada sentezlenen 3 tipi bileşiklerin B şelat halkası oluşturarak fenolimino strüktürüne sahip olması beklenmiştir.



Sentezlenen 3 tipi dört yeni bileşiğin  $^1\text{H}$  NMR spektrumları incelendiğinde O-H piklerinin  $\delta$  : 10,57-10,69 ppm arasında gözlemlendiği görülmüştür. O-H protonlarının düşük alana kayması B tipi şelat halkası içeren fenolimino yapısını desteklemiştir.



#### 4. KAYNAKLAR

1. Clemense, F., Joliveau-Maushart, C., Meier, I., Cerede, J., Delevallee, F., Berzoni, J. und Deroedt, R., 1985, Synthese und Alangetische Aktivitat von 1,2,4-Triazolen, *Eur. J. Med. Chem.-Chim. Ther.*, 20 257-266.
2. Amine, F., El-Zalfally, S. and Khalifa, M., 1977, Synthesis of Certain New 4-Acylamino-s-triazoles for Pharmacological Study, *Pharmazie*, 32 538-540.
3. Wade, P.C., Vogt, B.R., Kissick, T.P., Simpkins, L.M., Palmer, D.M. and Millonig, R.C., 1982, 1-Acyltriazoles as Antiinflammatory Agents, *J. Med. Chem.*, 25 331-333.
4. İkizler, A., Gümüő, F., Özden, S. and Abbasođlu, U., 1989, Biological Activities of Some 1,2,4-Triazoles and 1,2,4-Triazolin-5-ones, *Pharmazie*, 44 506-507.
5. İkizler, A.A., Kahveci, B., Johansson, B., Çelik, C. and Yüksek, H., 1997, A Study on Ester Thiosemicarbazones, *Acta. Pol. Pharm.*, 54 307-312.
6. Gupta, A.K. and Bhargava, K.P., 1978, Some Triazole Analogs as Antiinflammatory Agents, *Pharmazie*, 33 430-431.
7. Malbec, F., Milcent, R., Vicart, P. and Bure, A.M., 1984, Synthesis of New Derivatives of 4-Amino-2,4-dihydro-1,2,4-triazol-3-one as Potential Antibacterial Agents, *J. Heterocycl. Chem.*, 21 1769-1774.
8. Milcent, R. and Vicart, P., 1983, Synthése et Activité Antibactérienne D'amino-4-triazol-1,2,4-ones-5-substituées, *Eur. J. Med. Chem.-Chim. Ther.*, 18 215-220.
9. Dođan, N., İkizler, A., Johansson, C.B. and İkizler, A.A., 1996, Synthesis and Antibacterial Activities of Some New Arenesulfonamides and Urea Derivatives, *Acta. Pol. Pharm.*, 53 277-281.
10. Demirbaő, A., Johansson, C.B., Duman, N. and İkizler, A.A., 1996, Synthesis and Biological Activities of Some New 4,5-Dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, *Acta. Pol. Pharm.*, 53 117-121.
11. Yüksek, H., Demirbaő, A., İkizler, A., Johansson, C.B., Çelik, C. and İkizler, A.A., 1997, Synthesis and Antibacterial Activities of Some 4,5-Dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, *Arzneim-Forsch./Drug Res.*, 47 405-409.
12. Dash, B., Mahapatra, P.K., Pand, D. And Pattnaik, J.M., 1984, Fungicidal

- Activities and Mass Spectral Studies of Some Schiff Bases Derived from p-Hydroxybenzaldehyde and Their Derivatives, *J. Indian Chem. Soc.*, 61 1061-1064.
13. Dash, B., Patra, M. and Mahapatra, P.K., 1983, Some New Schiff Base Derivatives Derived from Vanillin as Possible Fungicides, *J. Indian Chem. Soc.*, 60 772-774.
  14. Emilsson, H., Selander, H. and Gaarder, J., 1985, Synthesis and Antihypertensive Activity of Some 3-Amino-4-(arylidenamino)-4H-1,2,4-Triazoles, *Eur. J. Med. Chem.-Chim. Ther.*, 20 333-337.
  15. İkizler, A.A., Uçar, F., Yüksek, H., Aytin, A., Yaşa, I. and Gezer, T., 1997, Synthesis and Antifungal Activities of Some New Arylidenamino Compounds, *Acta. Pol. Pharm.*, 54 135-140.
  16. Roger, R. and Neilson, O.G., 1961, The Chemistry of Imidates, *Chem. Rev.*, 61 179-211.
  17. Pinner, A., 1892., *Die Imidoäther und Ihre Derivate*, 1. Auflage, Oppenheim, Berlin.
  18. Sykes, P., 1977, *A Guidebook to Mechanizm in Organic Chemistry*; Fourth Edition, Great Britain.
  19. Ün, R. and İkizler, A., 1975, Preparations of Aliphatic Amide Carbethoxyhydrazones, Aliphatic Amide Carbamylhydrazones, Aliphatic Ester Carbethoxyhydrazones and the Corresponding 3-Alkyl- and 3,4-Dialkyl- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin-5-ones, *Chim. Acta Turc.*, 3 113-132.
  20. Ün, R. and İkizler, A., 1975, Preparations of Aromatic Amide Carbethoxyhydrazones, Aromatic Amide Carbamylhydrazones and Related 3-Aryl- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin-5-ones, *Chim. Acta Turc.* 3 1-22.
  21. İkizler, A., İkizler, A.A. ve Yüksek, H., 1989, Adipik Asit Dihidrazidin Bazı İminoesterler ile Reaksiyonu, *Doğa TU Kim. D. C.*, 13 7-12.
  22. İkizler, A.A., İkizler, A., Yüksek, H., Bahçeci, Ş. and Sancak, K., 1994, Synthesis of Some *tert*-Buthoxyhydrazones and Related 4,5-Dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, *Tr. J. of Chemistry*, 18 51-56.
  23. İkizler, A., İkizler, A.A., Yüksek, H. and Bahçeci, Ş., 1992,  $^1\text{H}$  NMR Spectra of Ditriazolylalkanes, *Monatsh. Chem.*, 123 191-198.

24. Pesson, M., Dupin, S. and Antonie, M., 1962, Emploi de l'hydrazinocarbonate d'ethyle Pour la Synthèse des Hydroxy-3 Triazoles-1,2,4, *Bull. Soc. Chim. France*, 1364-1371.
25. Petrsen, S., Tietse, E., 1957, Reaktionen Cyclischer Lactimater mit Acylester Hydrazin Derivaten, *Chem. Ber.*, 90 909-921.
26. Browne, E.J. and Polya, J.B., 1962, Triazoles, *Past VII, J. Chem. Soc.*, 5149-5152.
27. İkizler, A., 1983, Bazı 1,2,4-Triazol Türevlerinin Sentezi, *Doğa Bilim Dergisi, Temel Bil.*, 7 31-36.
28. Ayça, E., İkizler, A.A. and Aslan, R., 1984, Preparations and Some Reactions of Aromatic Ester Thiosemicarbazones, *Chim. Acta Turc.*, 12 305-314.
29. Ayça, E., İkizler, A.A. and Serdar, M., 1981, Preparation of 3-Alkyl(aryl)-4-aryl- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin-5-ones, *Chim. Acta Turc.*, 9 99-108.
30. İkizler, A.A., Serdar, M. ve Uzunismail, N., 1988, Bazı 1,2,4-Triazolin-5-on Türevlerinin Elde Edilmesi, *Doğa TU Kim. D.C.*, 12 271-275.
31. İkizler, A.A., 1975, 3-Substitue-4-amino- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin-5-on'ların Ester Karbetoksihidrazon'lardan Elde Edilmeleri ve Reaksiyonlarının İncelenmesi, Doçentlik Tezi, İstanbul Üniversitesi, Kimya Fakültesi, İstanbul.
32. İkizler, A.A. and Ün, R., 1979, Reactions of Ester Etoxycarbonylhydrazones with Some Amine Type Compounds, *Chim. Acta Turc.*, 7 269-290.
33. İkizler, A.A. and Ün, R., 1979, Reactions of Ester Etoxycarbonylhydrazones with Some Amine Type Compounds, *Chim. Acta Turc.*, 7 269-290.
34. Milcent, R. and Redeuilh, C., 1979, Synthèse D'amino-4 aryl-3 triazol-1,2,4 ones-5, *J. Heterocycl. Chem.*, 16 403-407.
35. İkizler, A.A., İkizler, A. ve Yüksek, H., 1993,  $^1\text{H}$  NMR Spectra of Some 4,5-Dihydro-1,2,4-triazol-5-ones. *Magn. Reson. Chem.*, 31 1088-1094.
36. Stollé, R., 1907, Über Führung von Hydrazinabkömmlingen, *J. Prakt. Chem.* [2], 75 416-432.
37. Kröger, C.F., Hummel, L., Mutscher, M. und Beyer, H., 1965, Synthesen und Reaktionen von 4-Amino-1,2,4-Triazolonen-(5), *Chem. Ber.*, 98 3025-3033.
38. İkizler, A.A., İkizler, A. ve Yüksek, H., 1993,  $^1\text{H}$  NMR Spectra of Some 4,5-Dihydro-1,2,4-triazol-5-ones, *Magn. Reson. Chem.*, 31 1088-1094.

39. Yüksek, H., 1992, 3-Alkil(Aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on'ların Bazı Reaksiyonlarının İncelenmesi, Doktora Tezi, KTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
40. İkizler, A.A. and Yüksek, H., 1993, Acetylation of 4-Amino-4,5-dihidro-1,2,4-triazol-5-ones, *Org. Prep. Proced. Int.*, 25 99-104.
41. Karabacak, E., 1998, 3-m-Klorobenzil-4-Amino-4,5-Dihidro-1H-1,2,4-Triazol-5-on ve Bazı Türevlerinin Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, KTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
42. Karabacak, M., 1998, 3-p-Metoksi-4-Amino-4,5-Dihidro-1H-1,2,4-Triazol-5-on Üzerine Bir Çalışma, Yüksek Lisans Tezi, KTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
43. İkizler, A.A., Demirbaş, A., Johansson, C.B., Çelik, C., Serdar, M. and Yüksek, H., 1998, Synthesis and Biological Activities of Some 4,5-Dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-one Derivatives, *Acta. Pol. Pharm.*, 55 117-123.
44. İkizler, A.A. and Yüksek, H., 1993, Synthesis of Some N,N'-Linked Biheteroaryles, *Doğa Tr. J. of Chemistry*, 17 150-153.
45. İkizler, A.A. and Yüksek, H., 1994, Reaction of 4-Amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-ones with 2,5-Dimetoxytetrahydrofuran, *Collect. Czech. Chem. Commun.*, 59 731-735.
46. İkizler, A.A. and Yüksek, H., 1996, A Study on 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, *Revue Roumanie de Chimie*, 41 585-590.
47. Bahçeci, Ş., 1994, Bazı Biheteroaril Bileşiklerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, KTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
48. Yüksek, H. and İkizler, A.A., 1994, Synthesis of 4-Succinimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, *Tr. J. of Chemistry*, 18 57-61.
49. İkizler, A., Bahçeci, Ş. and İkizler, A.A., 1996, Synthesis of New 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, *Indian J. Chem. Sect. B.*, 35 137-140.
50. İkizler, A., Bahçeci, Ş. and İkizler, A.A., 1995, Synthesis of New N,N'-Linked Biheteroaryls, *Polish J. Chem.*, 69 1492-1502.
51. Doğan, N., 1995, Bazı 4,5-Dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Türevlerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, KTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.

52. Alkan, M., 2001, Bazı Potansiyel Biyolojik Aktif 3,4-disubstitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiklerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, KTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
53. İkizler, A.A., İkizler, A. and Yıldırım, N., 1991, Synthesis of Some Benzyliden-amino Compounds, *Monatsh. Chem.*, 122 557-563.
54. İkizler, A.A., Yıldırım, N. and Yüksek. H., 1996, Synthesis of Some Aryliden-amino Compounds, *Modelling. Measurement & Control C.* 54 21-30.
55. Bekar, M., 1996, Bazı 4-Arilidenamino-4,5-dihidro-1-H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiklerinin Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, KTÜ. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
56. Aksoy, M., 1997, Bazı 3,4-Disubstitue-4,5-dihidro-1-H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiklerinin N-Asetil Türevlerinin Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, KTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
57. Ermiş, B., 1996, Bazı Amino Triazollerden Arilidenamino Türevlerinin Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, KTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
58. Mutlu, T., 1998, Bazı 4,5-dihidro-1-H-1,2,4-triazol-5-on Türevlerinin Asetik Anhidridle Reaksiyonlarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, KTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
59. Özmen, H., 1998, Bazı Yeni Potansiyel Biyolojik Aktif Schiff Bazlarının Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, KTÜ. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
60. Yüksek, H., Özmen, H. ve İkizler. A.A., 1997, Bazı 3-Alkil-4-benzilidenamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Türevlerinin Sentezi, *Kimya 97, XI. Ulusal Kimya Kongresi, Kongre Özetleri Kitabı*, 571.
61. İkizler, A.A., 1996, Organik Kimyaya Giriş, Dördüncü Baskı, KTÜ Basımevi, Trabzon.
62. Fessenden, R.J. and Fessenden. J.S., 1986, Organic Chemistry, Third Edition, Brooks, Cole Publishing Company, California.
63. Ternary, A. L., Contemporary Organic Chemistry, Third Edition, Brooks, Cole Publishing Company, California. 1986.
64. Ishihara, K., Kubota, M. Kurihara, H. and Yamamoto. H., 1995, Sandium Trifluoromethanesulfonate as an Extremely Active Acylation Catalyst, *J. Am. Chem. Soc.*, 117 4413-4414.

65. Choi, S.Y., Lee, S.G., Yoon, Y.T. and Kim, K.W., 1989, Synthesis of N-Acylsaccharins and N-(Saccharinylmethyl) Aliphatic Carboxylates, *J. Heterocycl. Chem.*, 26 1073-1076.
66. Schenone, S., Bruno, O., Ranise, A., Bondavalli, F., Filippelli, W., Rossi, F. and Faleone, G., 1998, Synthesis and Antiinflammatory Activity of Esters Derived from 5-Aryl-1,2-dihydro-2-(2-hydroxyethyl)-3H-1,2,4-triazole-3-thiones, *Pharmaco*, 53 590-593.
67. Boans, G.J., Castle, G.H., Clase, J.A., Grice, P., Ley, S.V. and Pinel, C., 1993, Selective Acylation Reactions of Diols Using Dibutyltin Dimethoxide, *Synlett*, 12 913-914.
68. Yurubov, N.N., 1996, Acylation of Phenols with  $\gamma$ -Chlorobutyryl Chloride and Transformation of the Reaction Products, *Izv. Akad. Nauk. Ser. Khim.*, 4 1023-1025.
69. Dsa, B. A., Verkade, T. G., 1996, Superbase-Promoted Acylation of Hindered Alcohols, *J. Org. Chem.*, 61 2963-2966.
70. Sun (Köksal), C., 2001, Bazı 3-Alkil(Aril)-4-(3,4-Dihidroksibenzilidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiklerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, KTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
71. Sadi, S., 2003, Bazı Yeni 4,5-Dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiklerinin Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
72. Gürsoy, Ö., 2003, Bazı Yeni Potansiyel Biyolojik Aktif 4,5-Dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Türevlerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
73. Üçüncü, O., 2003, Bazı Potansiyel Biyolojik Aktif Schiff Bazlarının Sentezi ve Susuz Ortamda Potansiyometrik Titrasyonları, Yüksek Lisans Tezi, Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
74. Karahan Sultanoğlu, M., 2003, Bazı Potansiyel Biyolojik Aktif 3-Siklopropil-4-arilidenamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiklerinin Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
75. Kara, E., 2000, 3-Siklopropil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiğinin Sentezi ve Bazı Reaksiyonlarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.

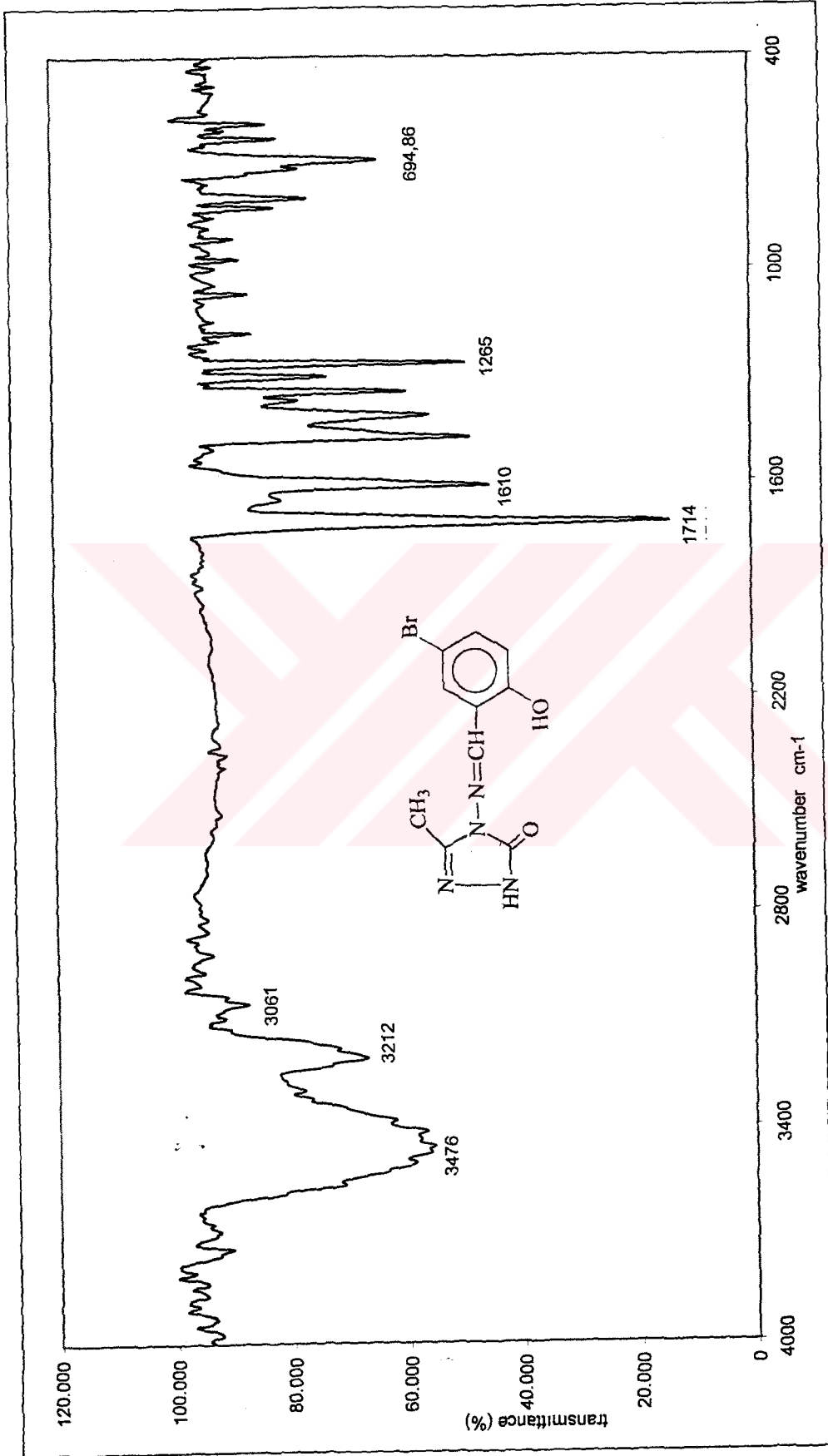
76. Bahçeci, Ş., Yüksek, H., Ocak, Z., Köksal, C. and Özdemir, M., 2002, Synthesis and Non-aqueous Medium Titrations of Some New 4,5-Dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one Derivatives, *Chim. Acta Slov.*, 49 783-794.



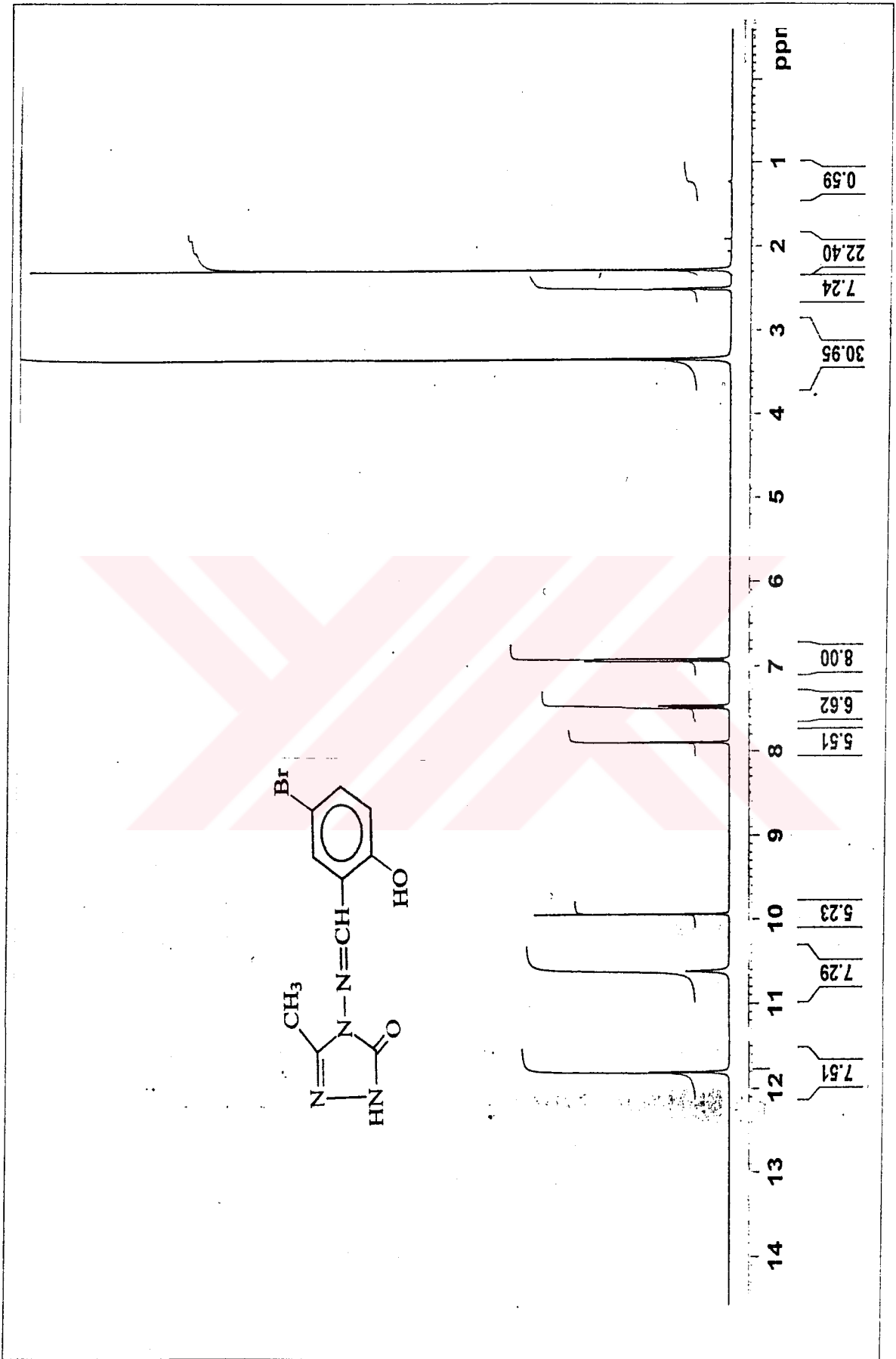
## **5. EKLER**



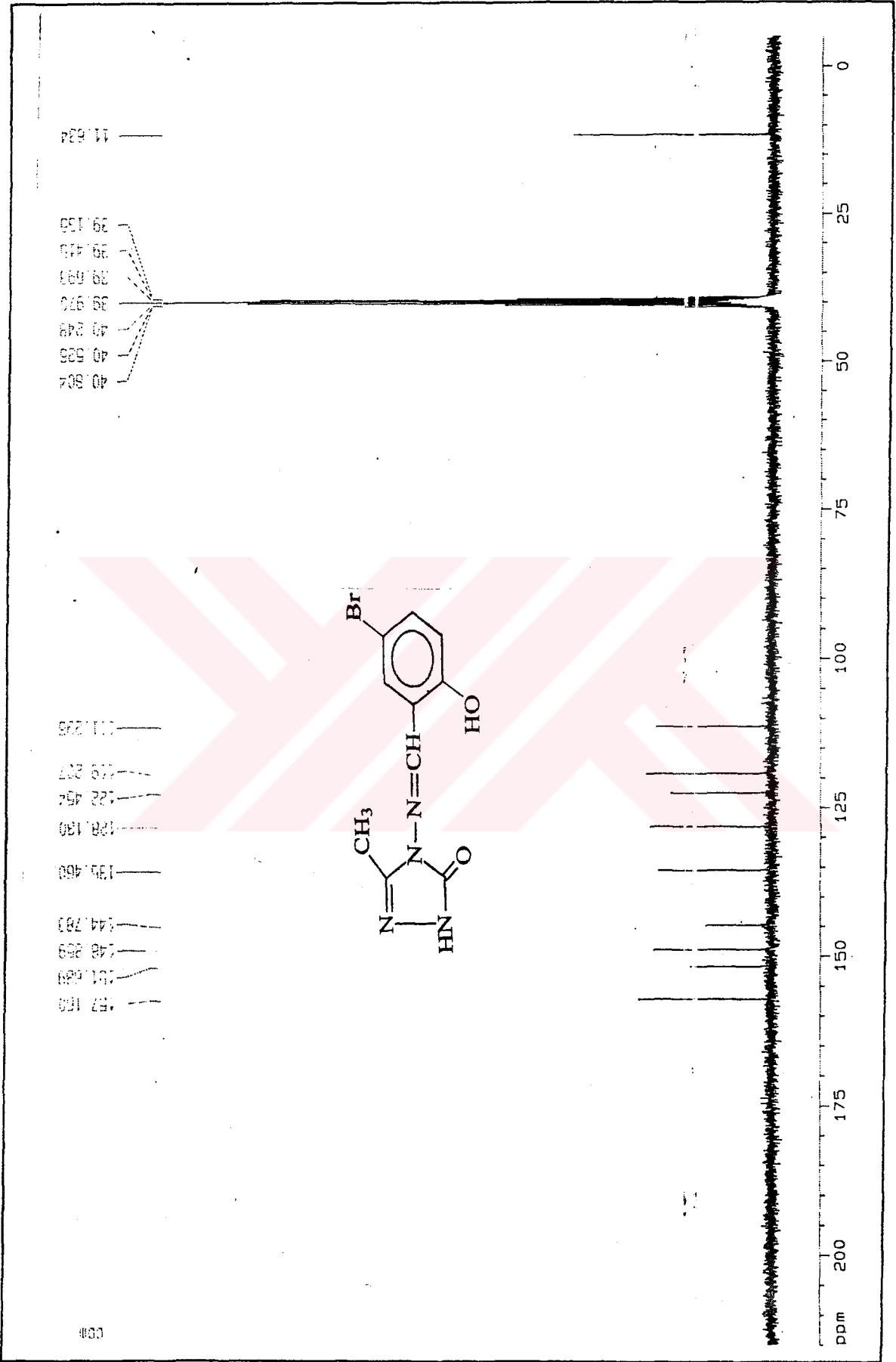




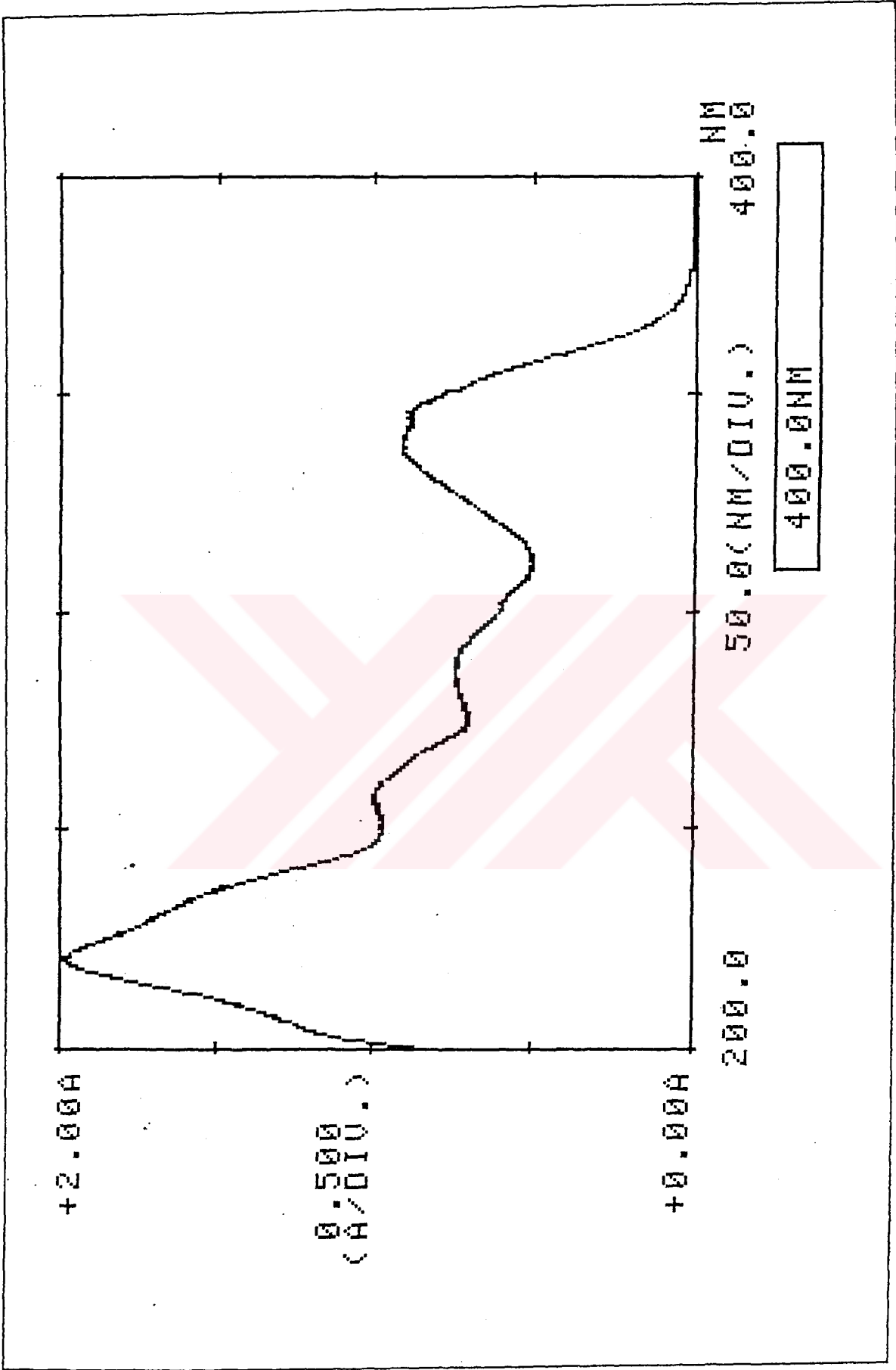
Ek Şekil 1. 71 Bileşiğinin IR (KBr) Spektrumu



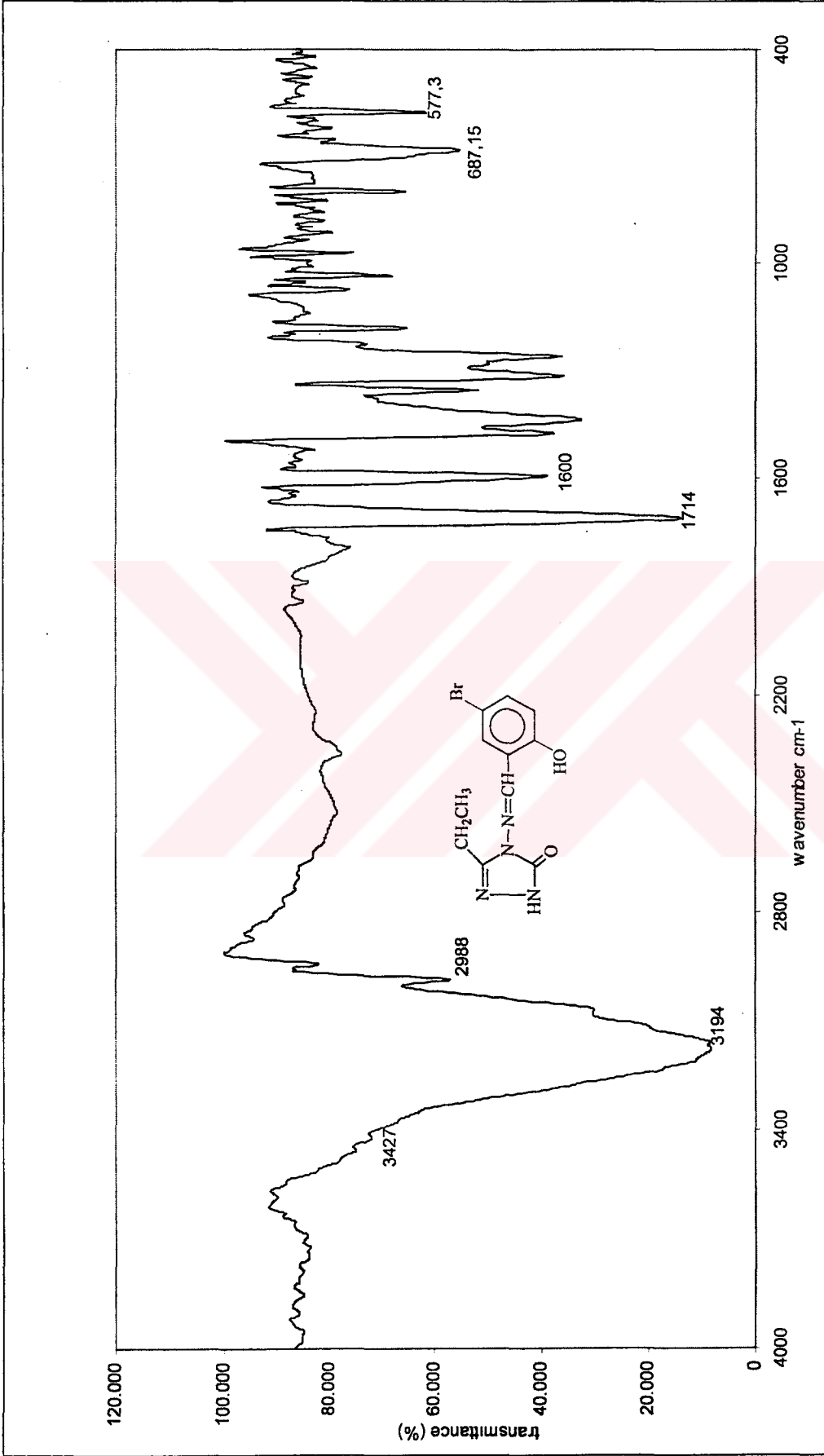
Ek Şekil 2. 71 Bileşiğinin <sup>1</sup>H NMR(DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu



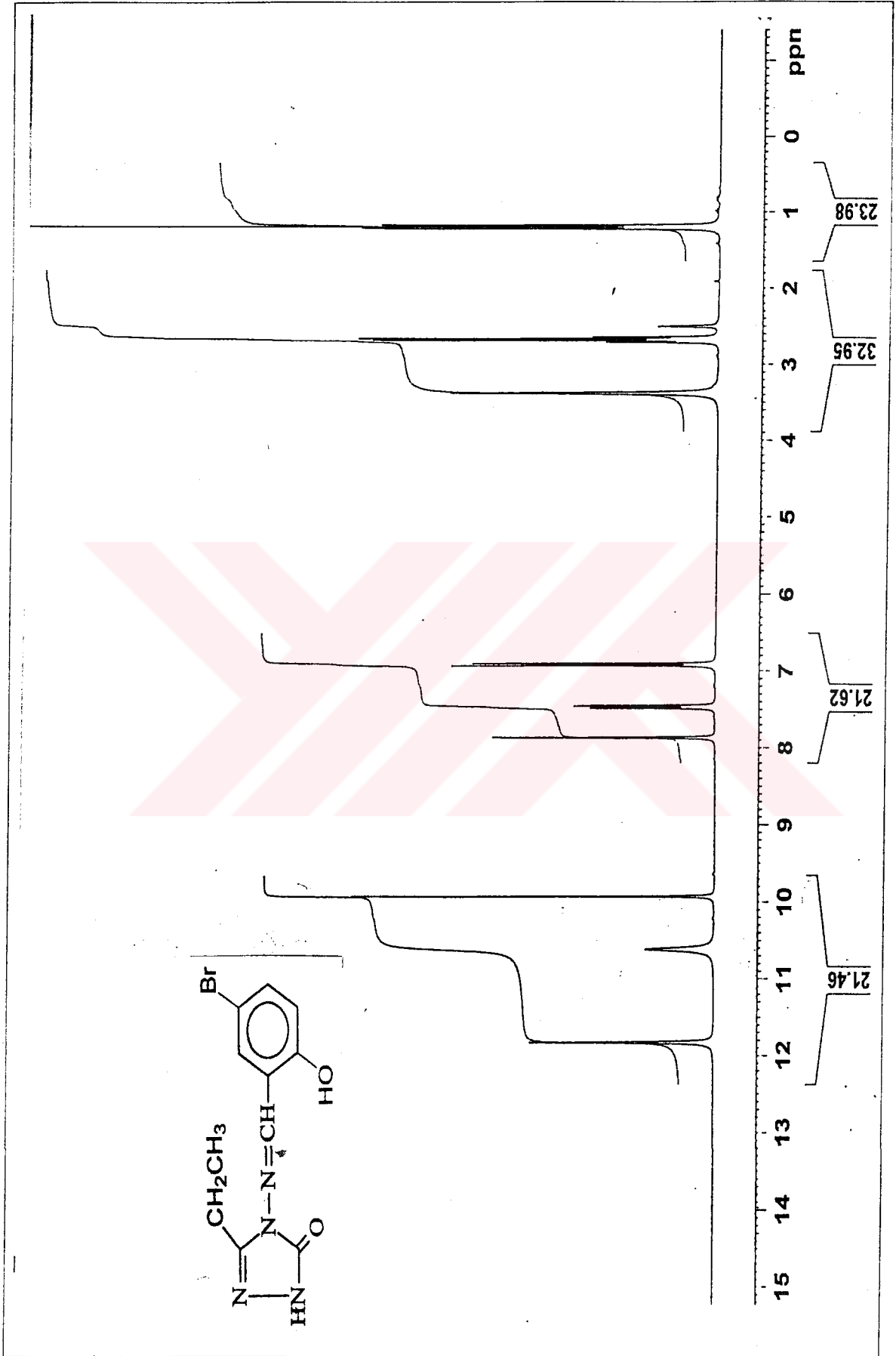
Ek Şekil 3. 71 Bileşiminin <sup>13</sup>C NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu



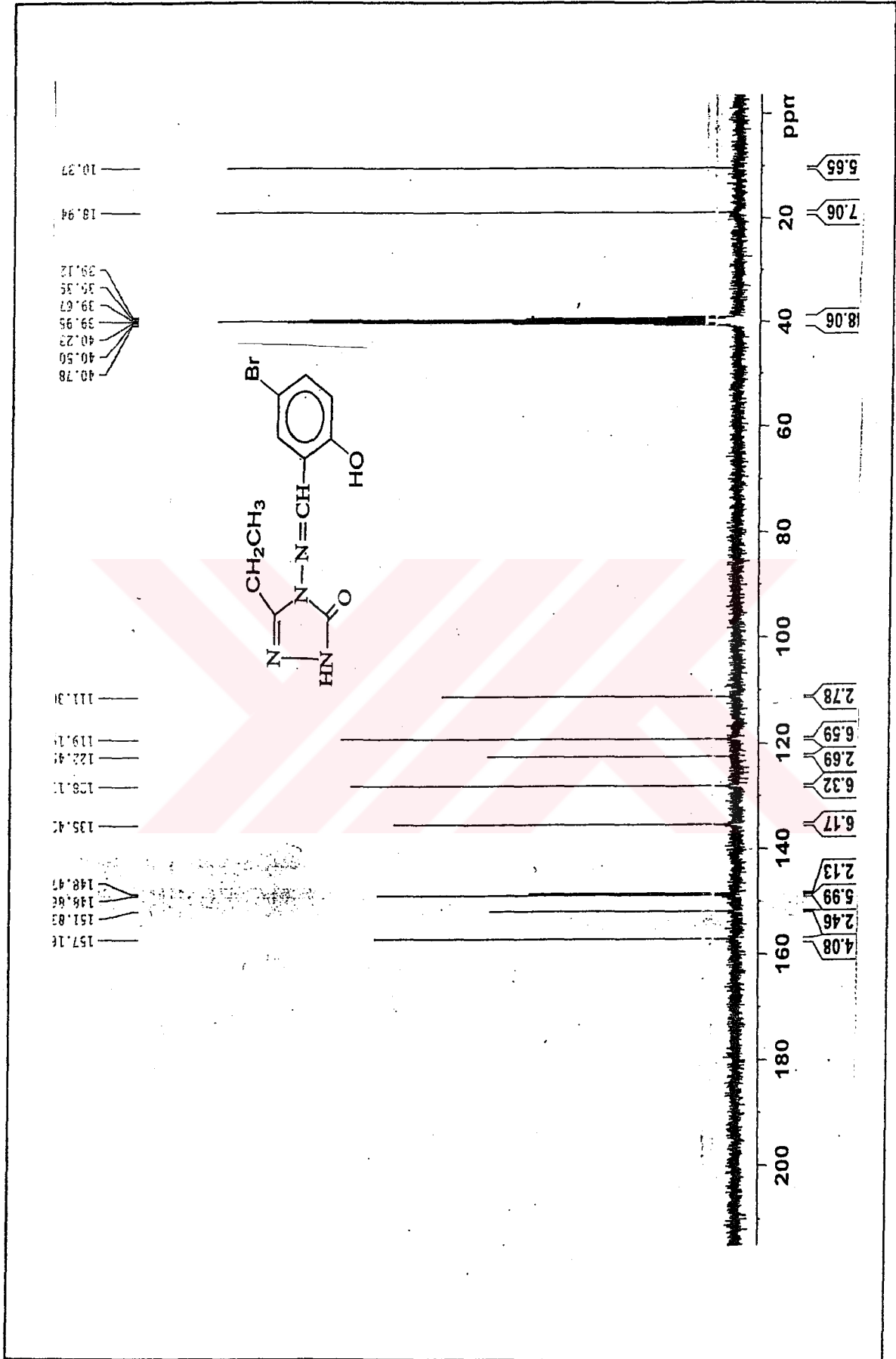
Ek Şekil 4. 71 Bilesiğinin UV (Etanol %95) Spektrumu



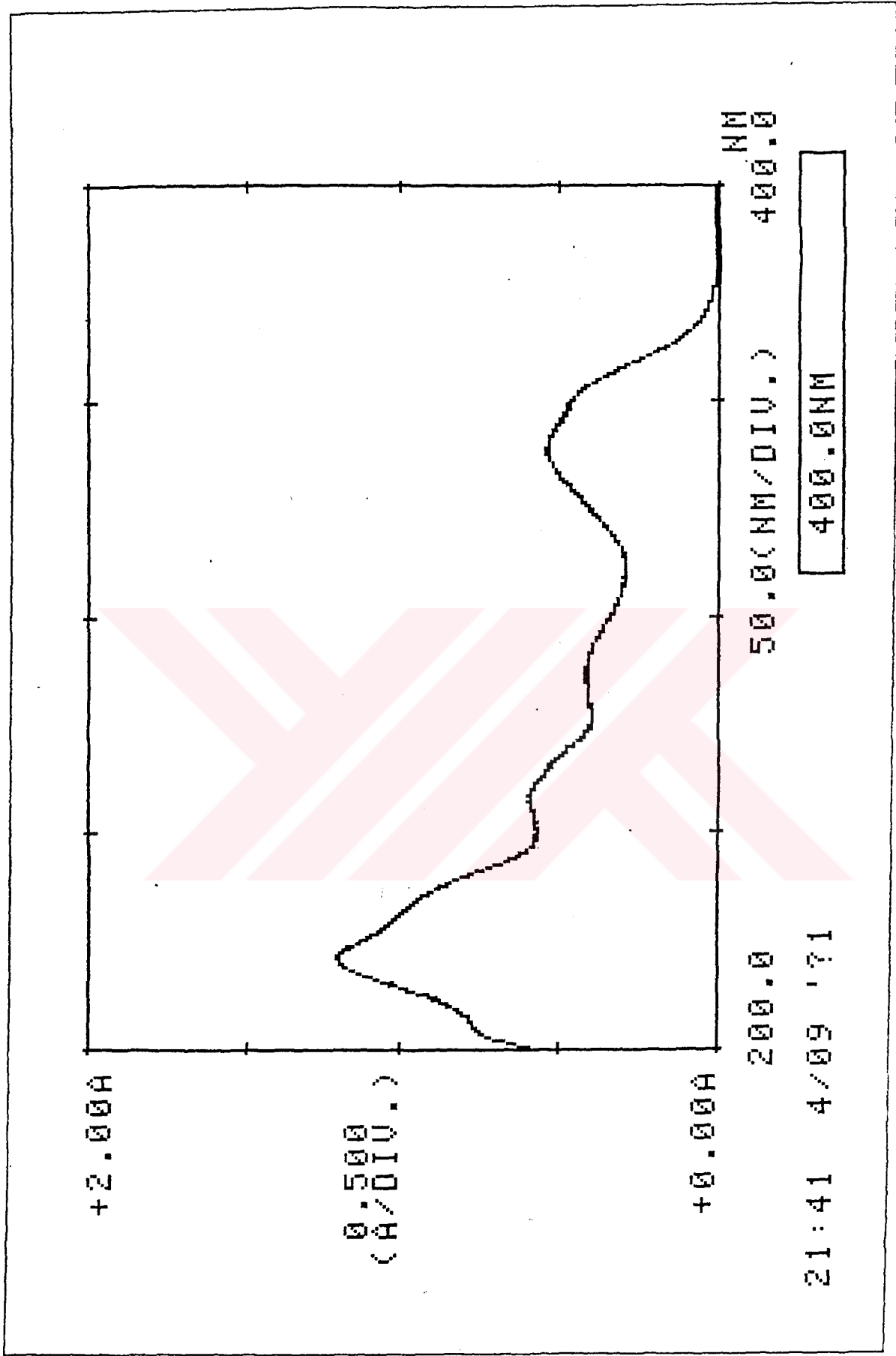
Ek Şekil 5. 72 Bileşiğinin IR (KBr) Spektrumu



Ek Şekil 6. 72 Bileşiğinin  $^1\text{H}$  NMR( $\text{DMSO-d}_6$ ) Spektrogramu

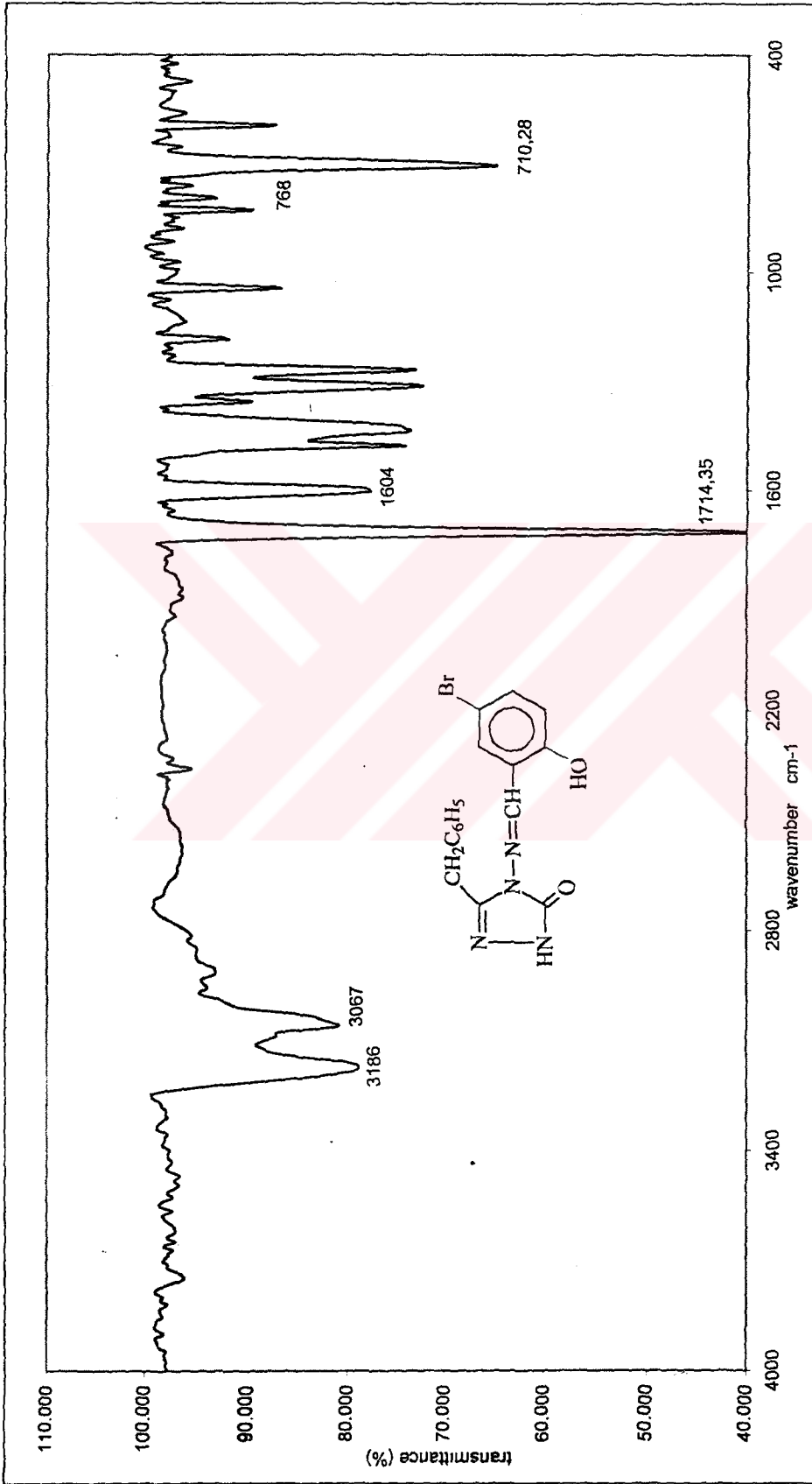


Ek Şekil 7. 72 Bileşiğinin <sup>13</sup>C NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrogramı

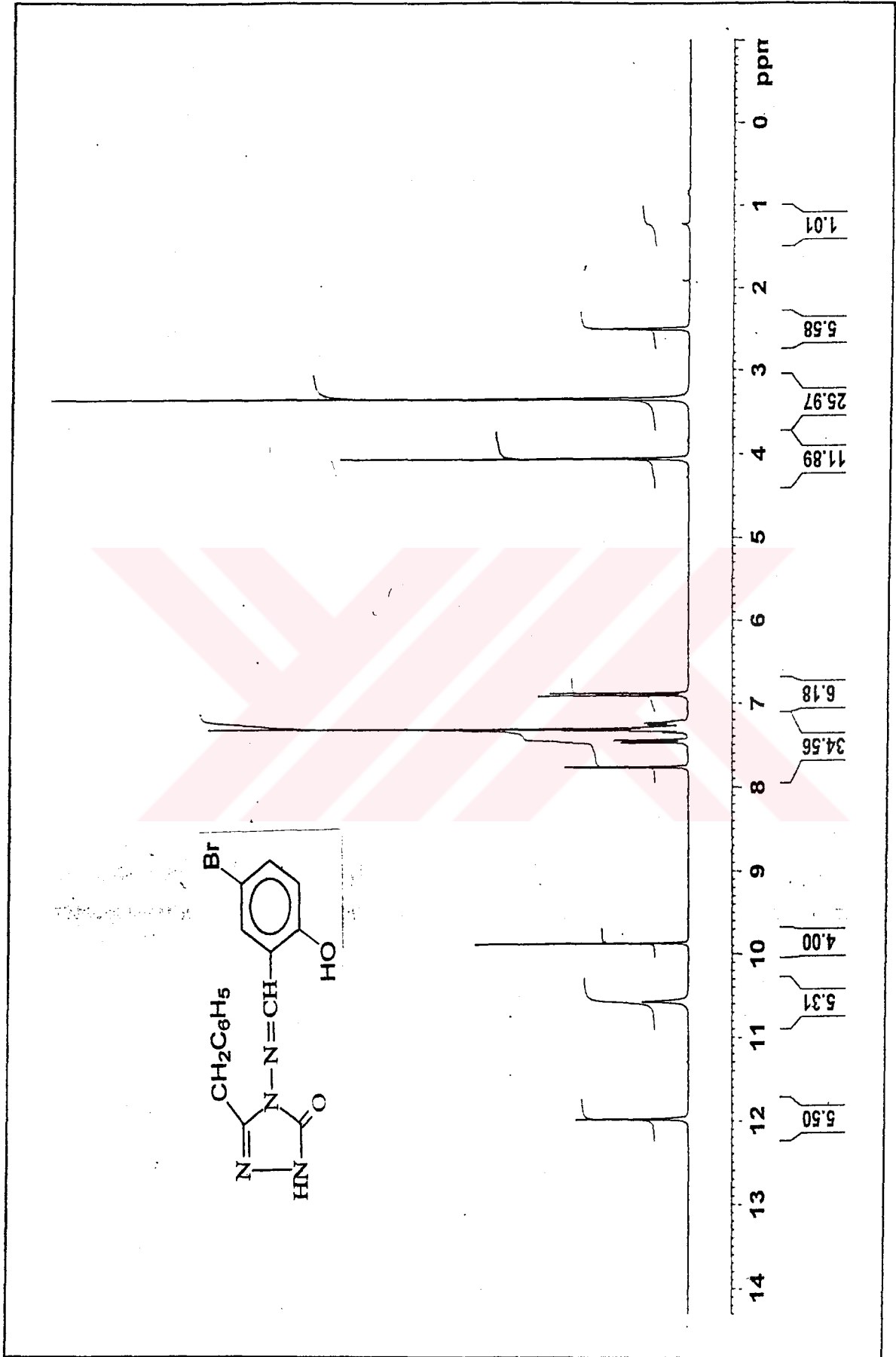


Ek Şekil 8. 72 Bileşiminin UV (Etanol %95) Spektrumu

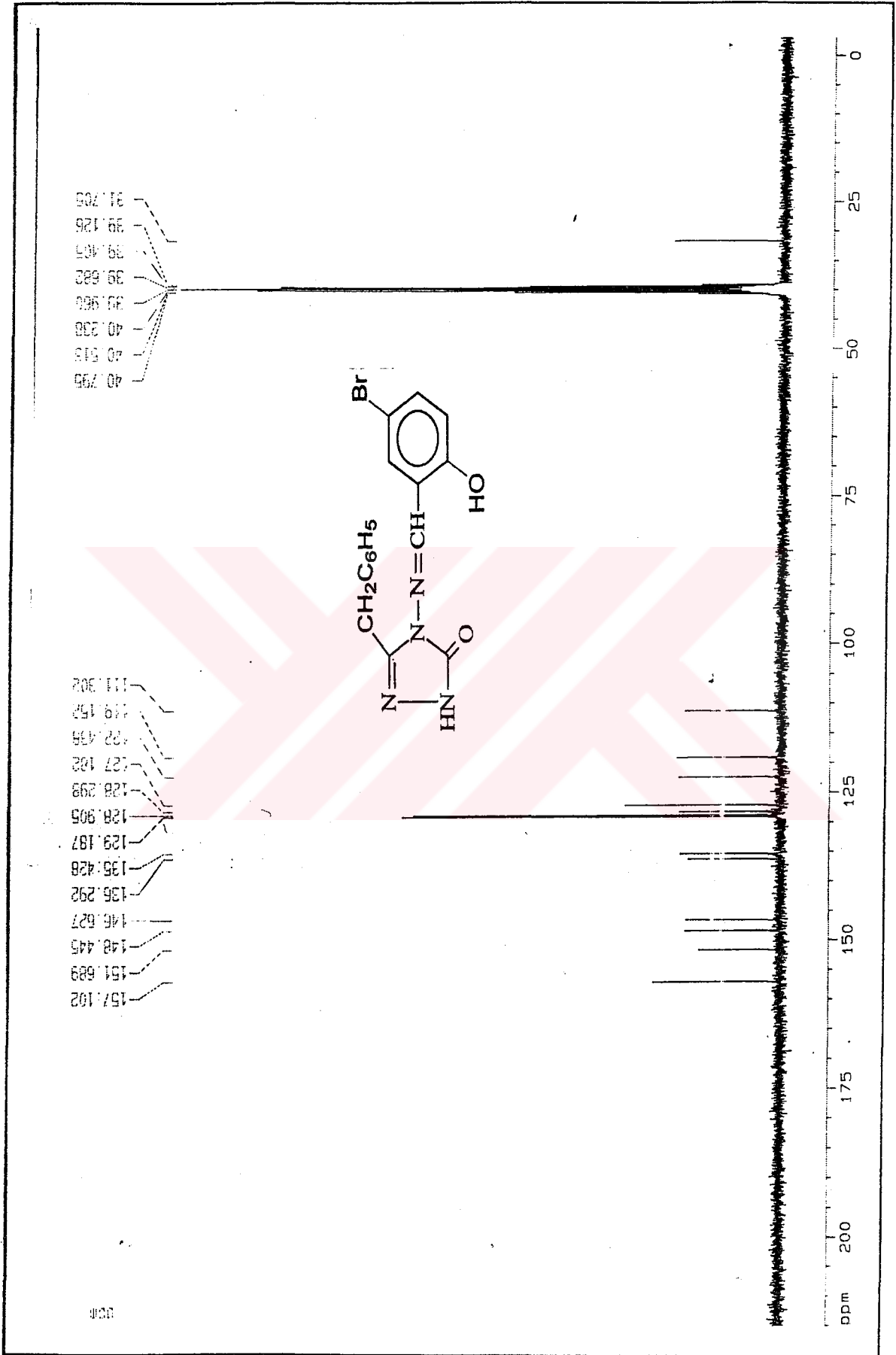




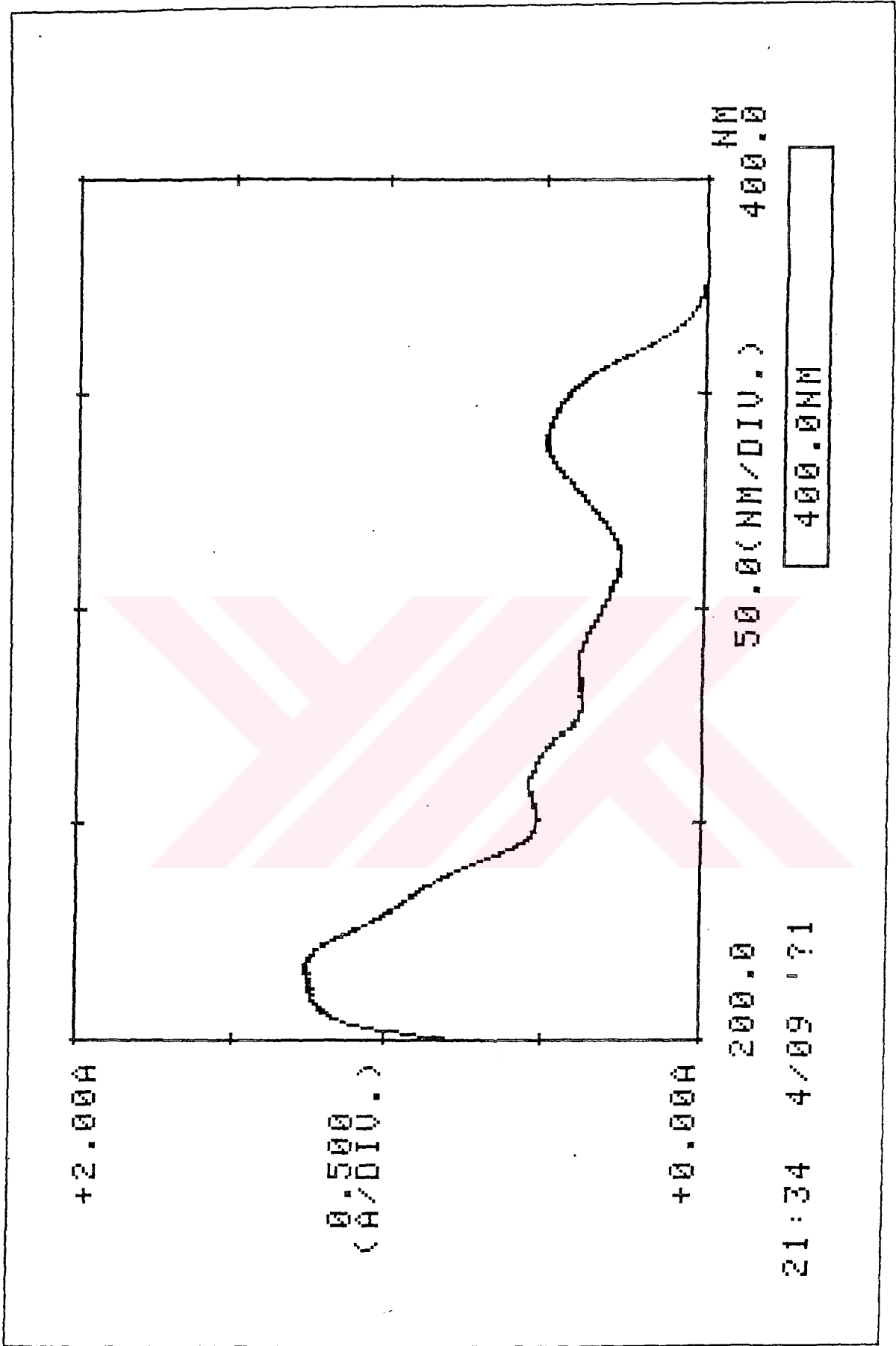
Ek Şekil 9. 73 Bileşiğinin IR (KBr) Spektrumu



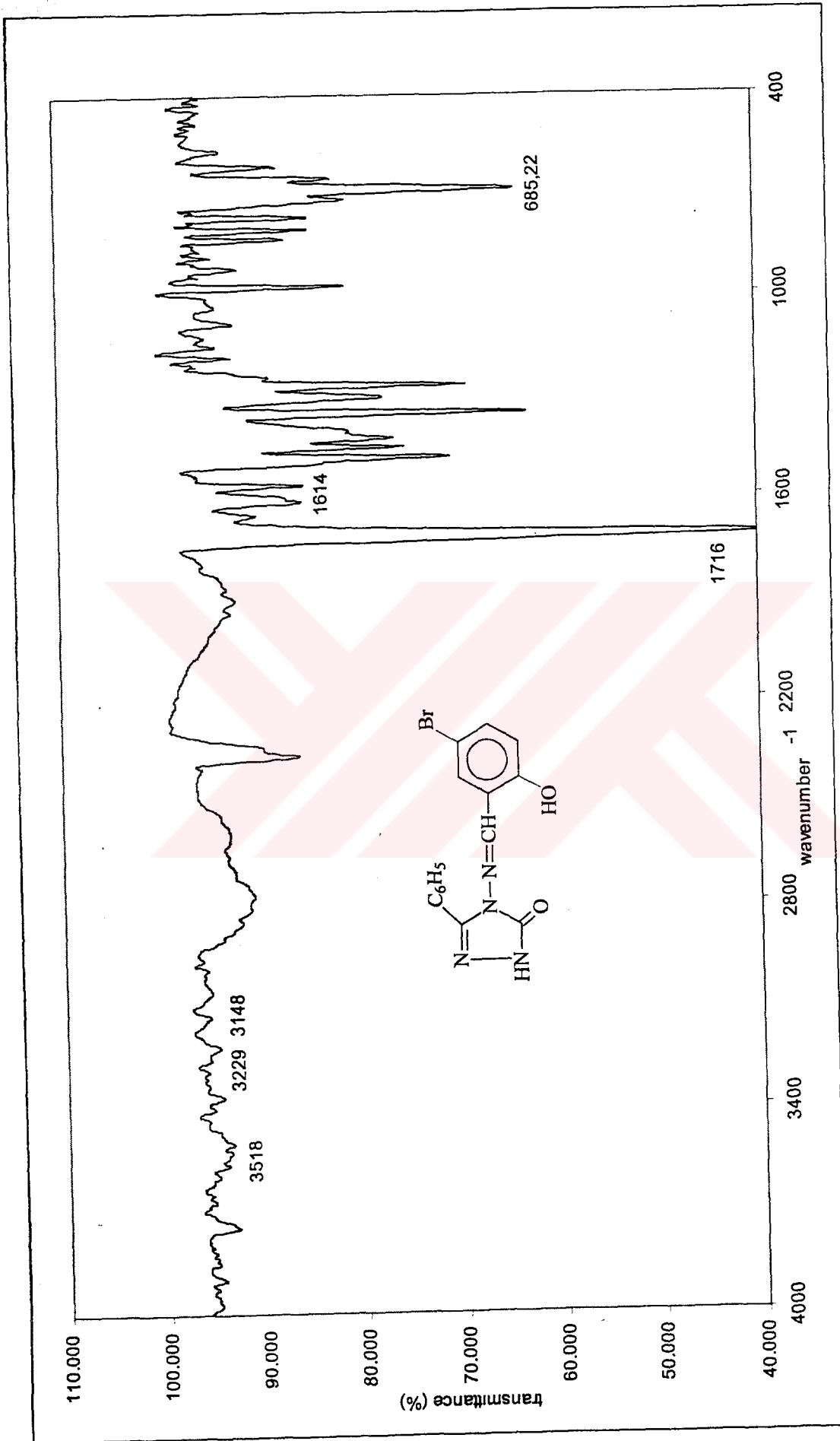
Ek Şekil 10. 73 Bileşiğinin <sup>1</sup>H NMR(DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu



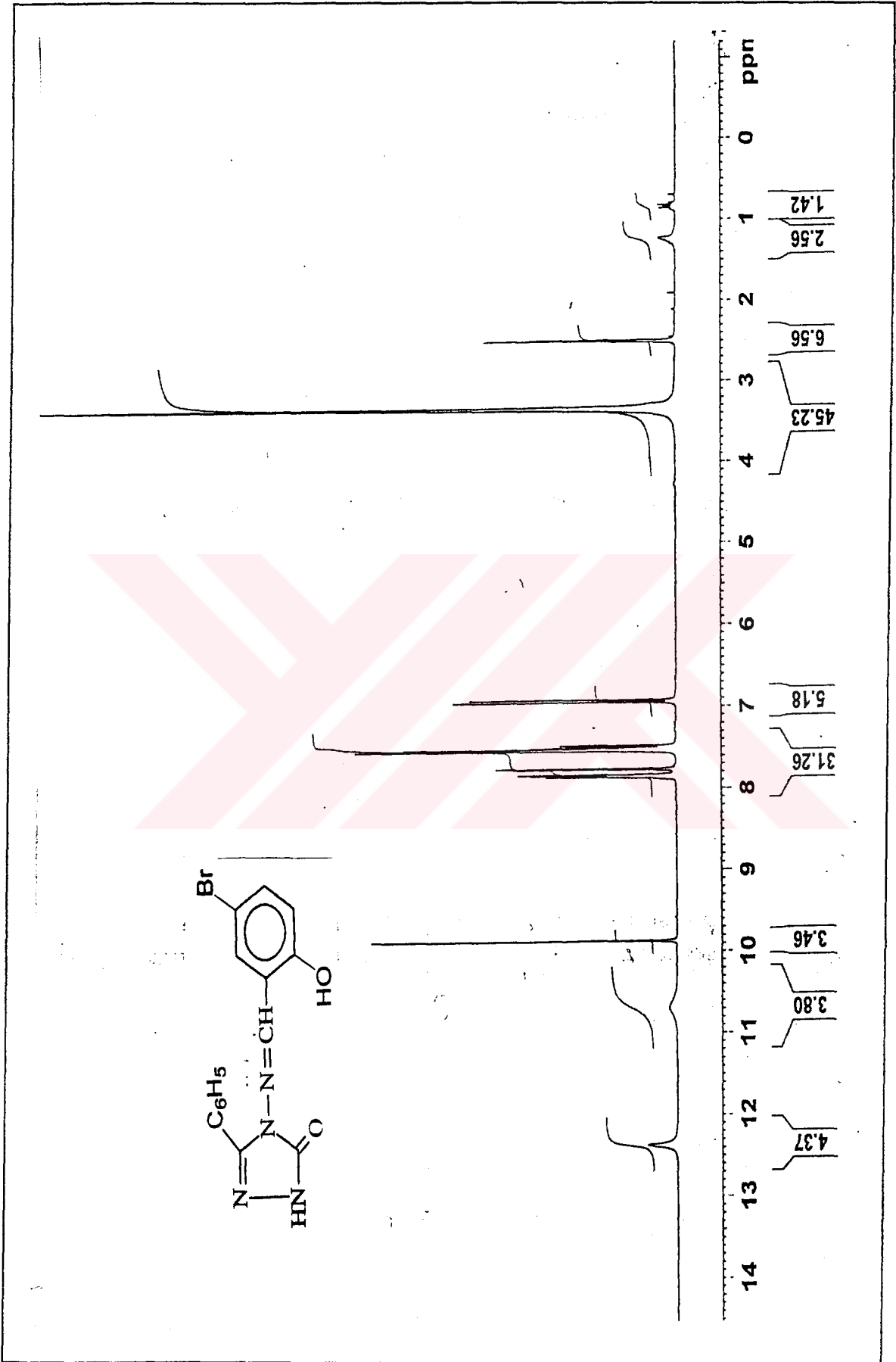
Ek Şekil 11. 73 Bileşiminin <sup>13</sup>C NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu



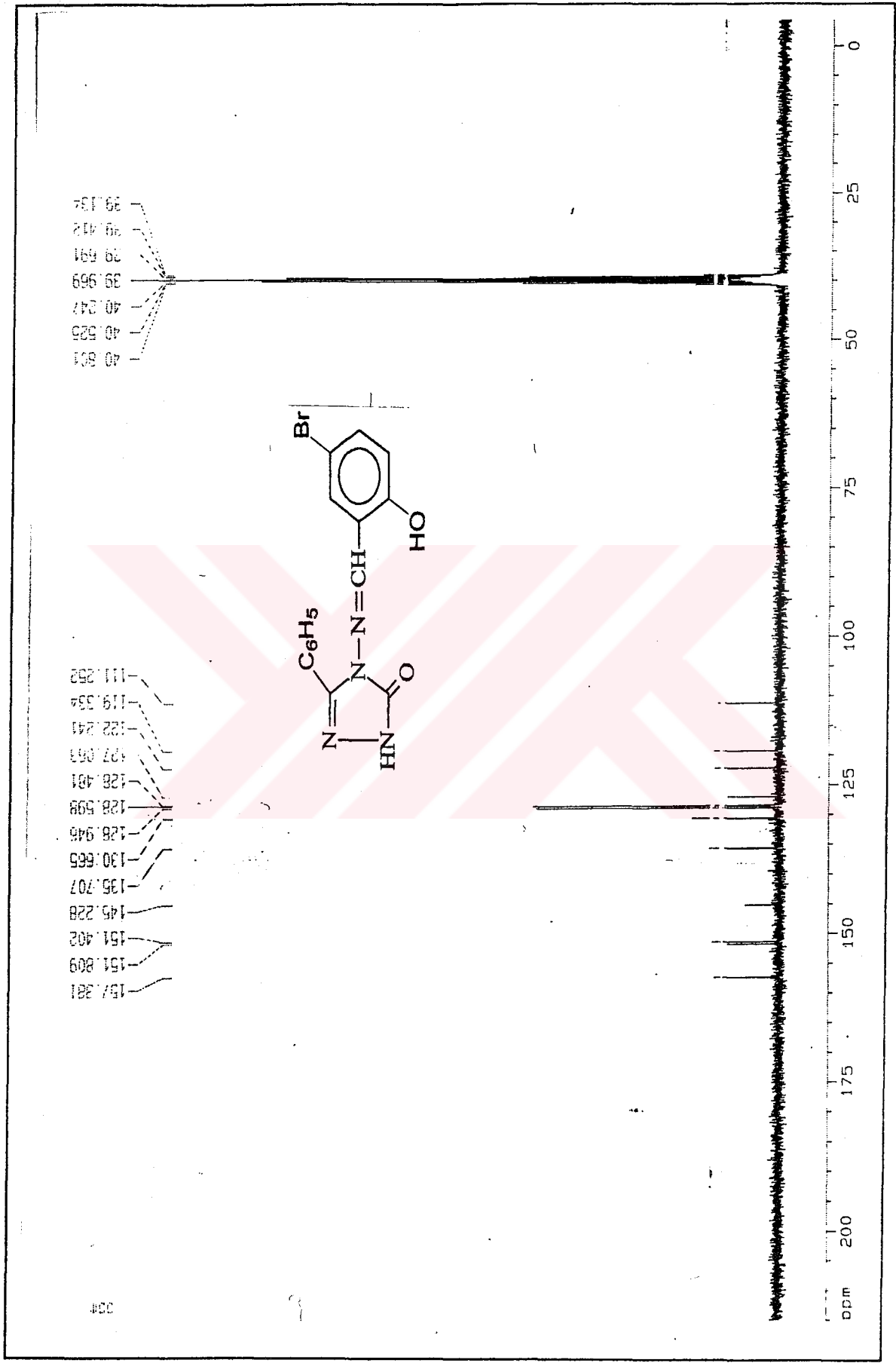
Ek Şekil 12. 73 Bileşiminin UV (Etanol %95) Spektrumu



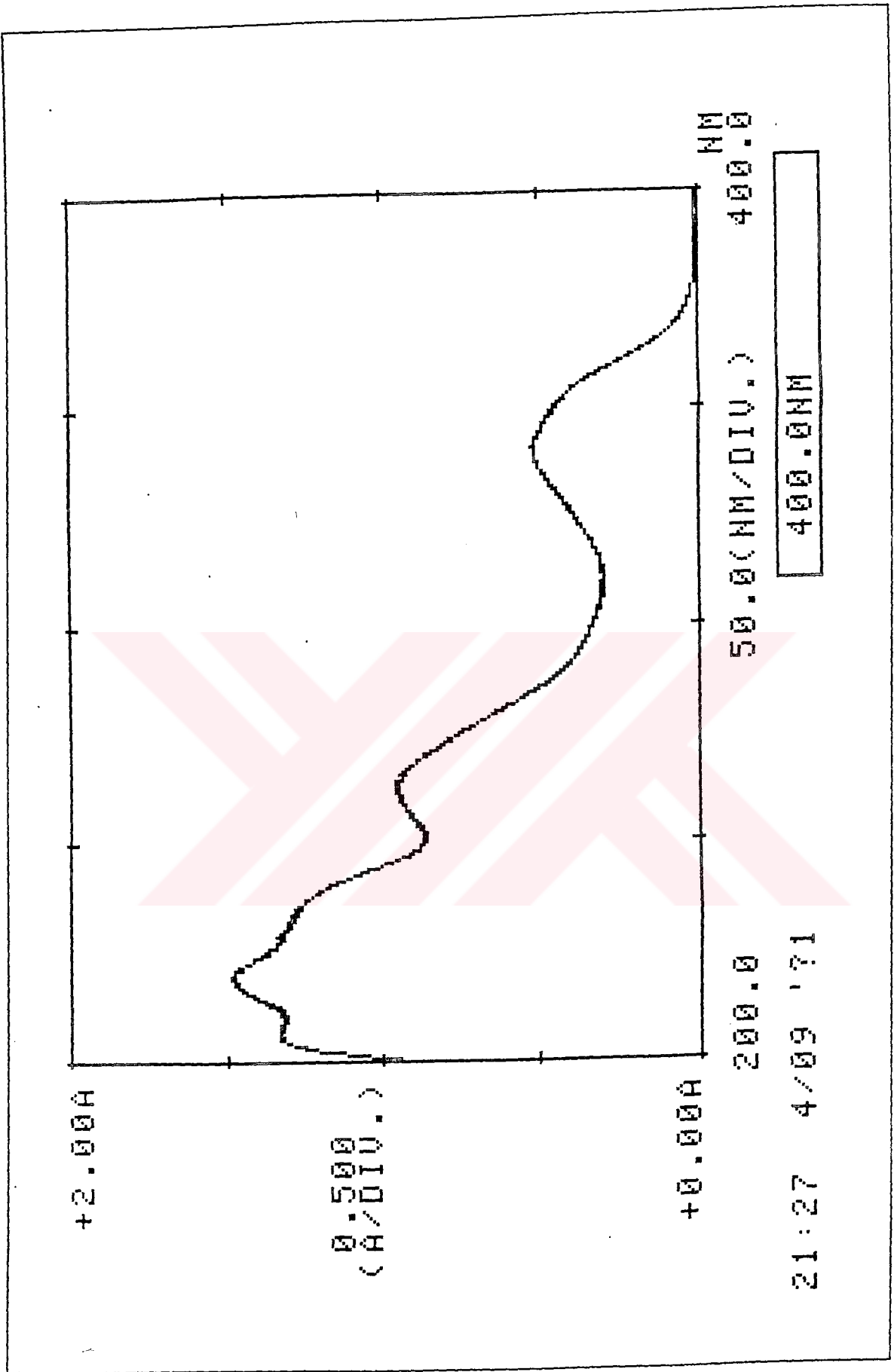
Ek Şekil 13. 74 Bileşiğinin IR (KBr) Spektrumu



Ek Şekil 14.74 Bileşiğinin <sup>1</sup>H NMR(DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu

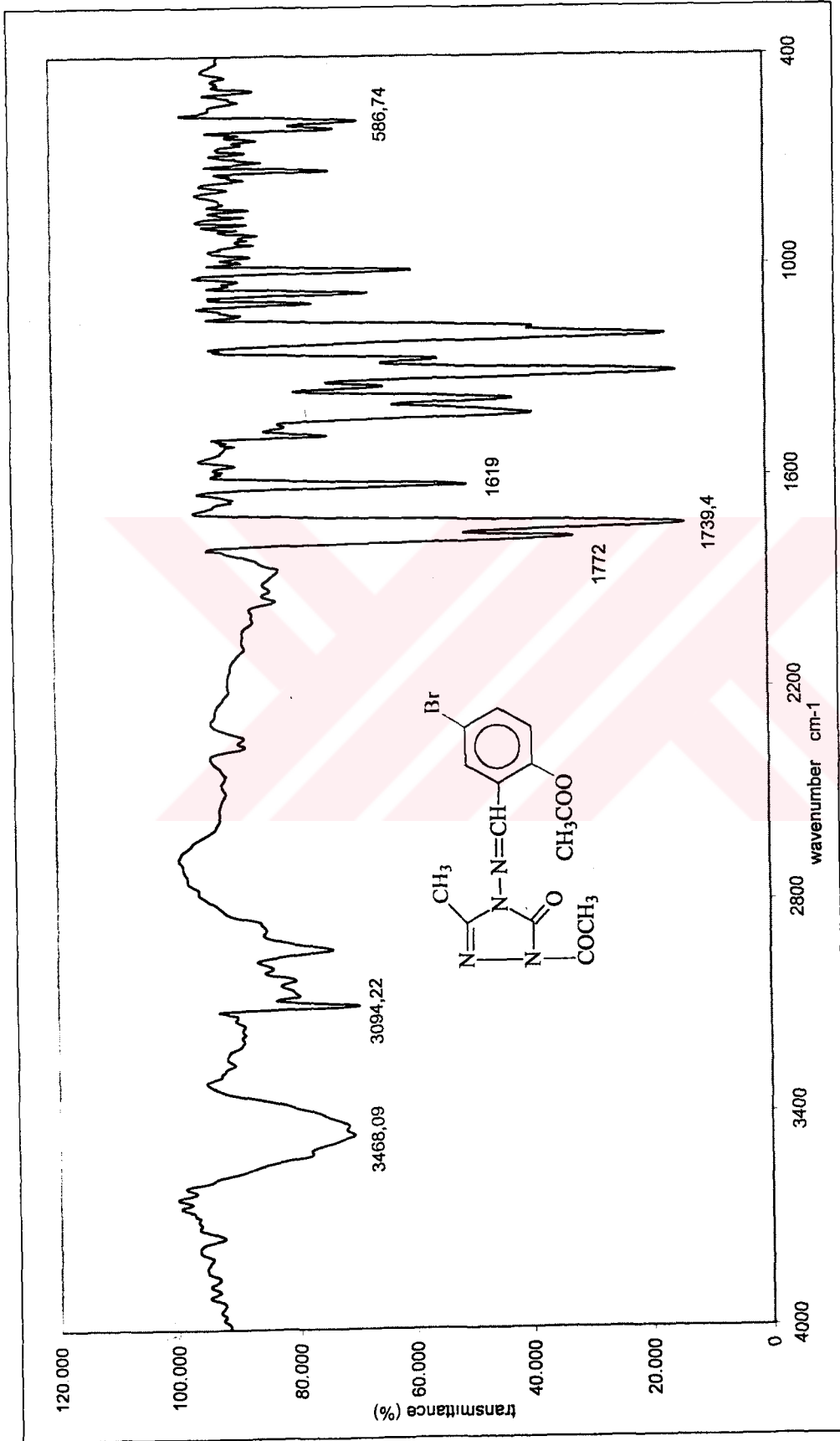


Ek Şekil 15. 74 Bileşiğinin <sup>13</sup>C NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu

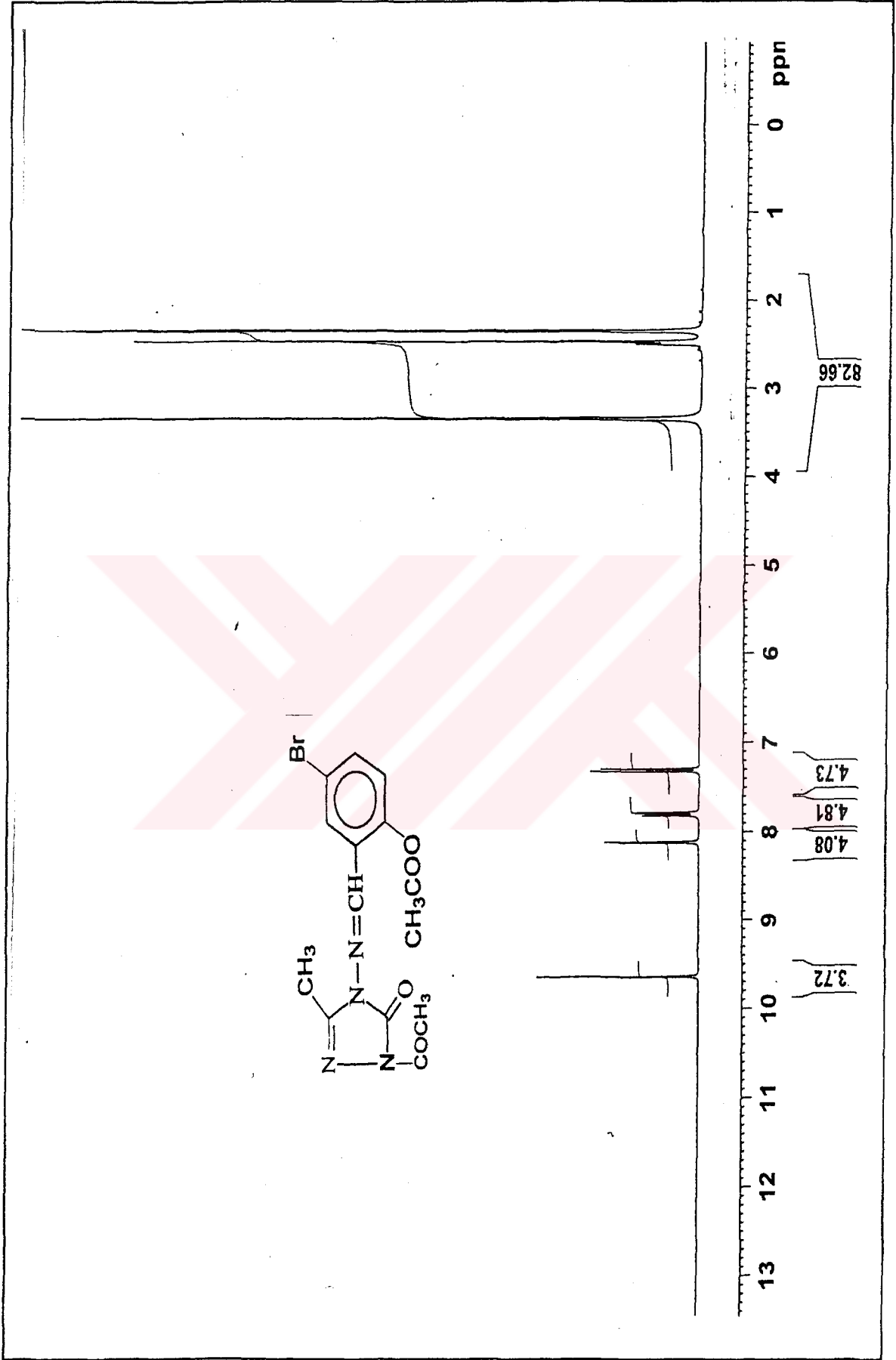


Ek Şekil 16. 74 Bileşiminin UV (Etanol %95) Spektrumu

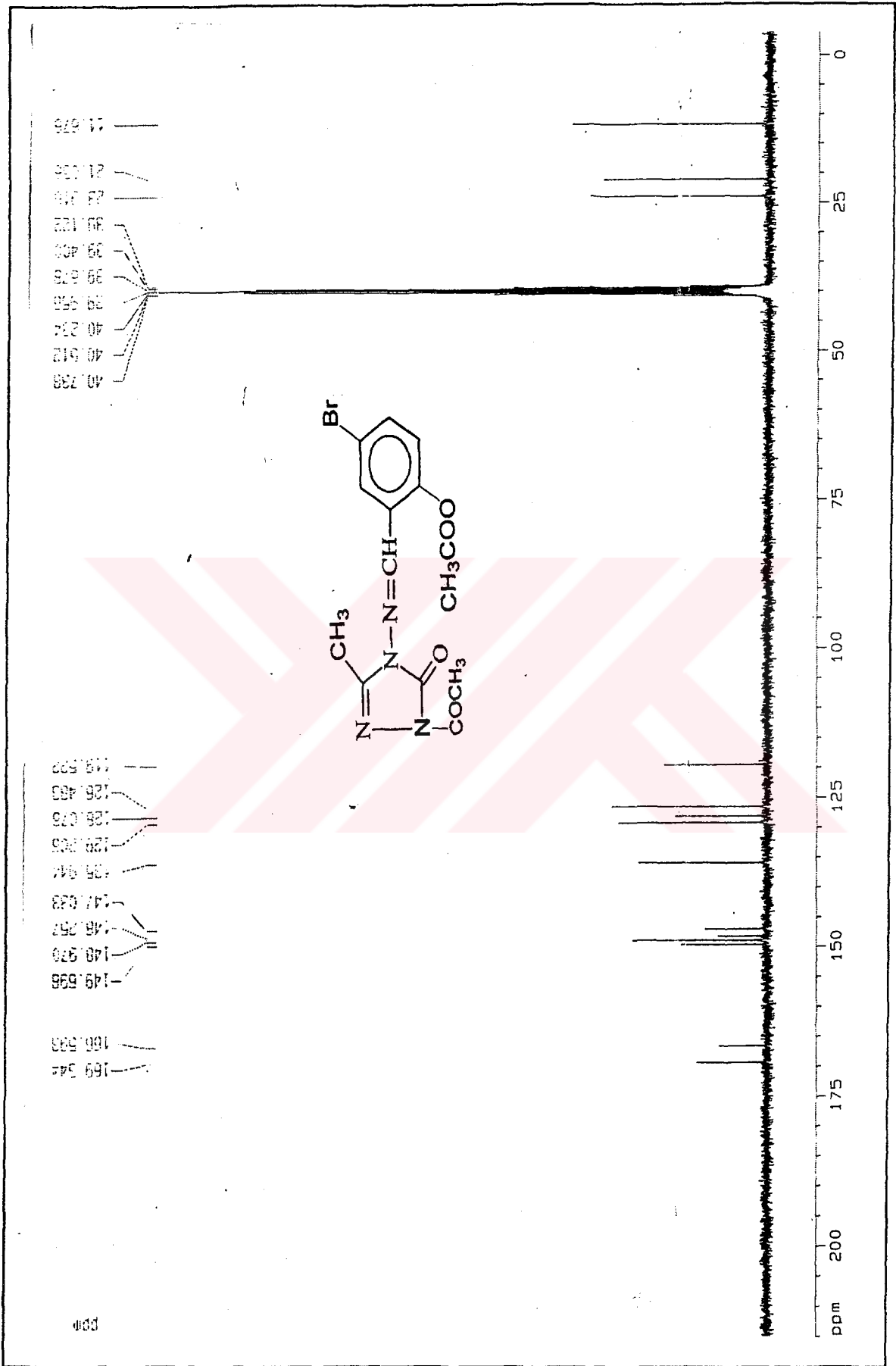




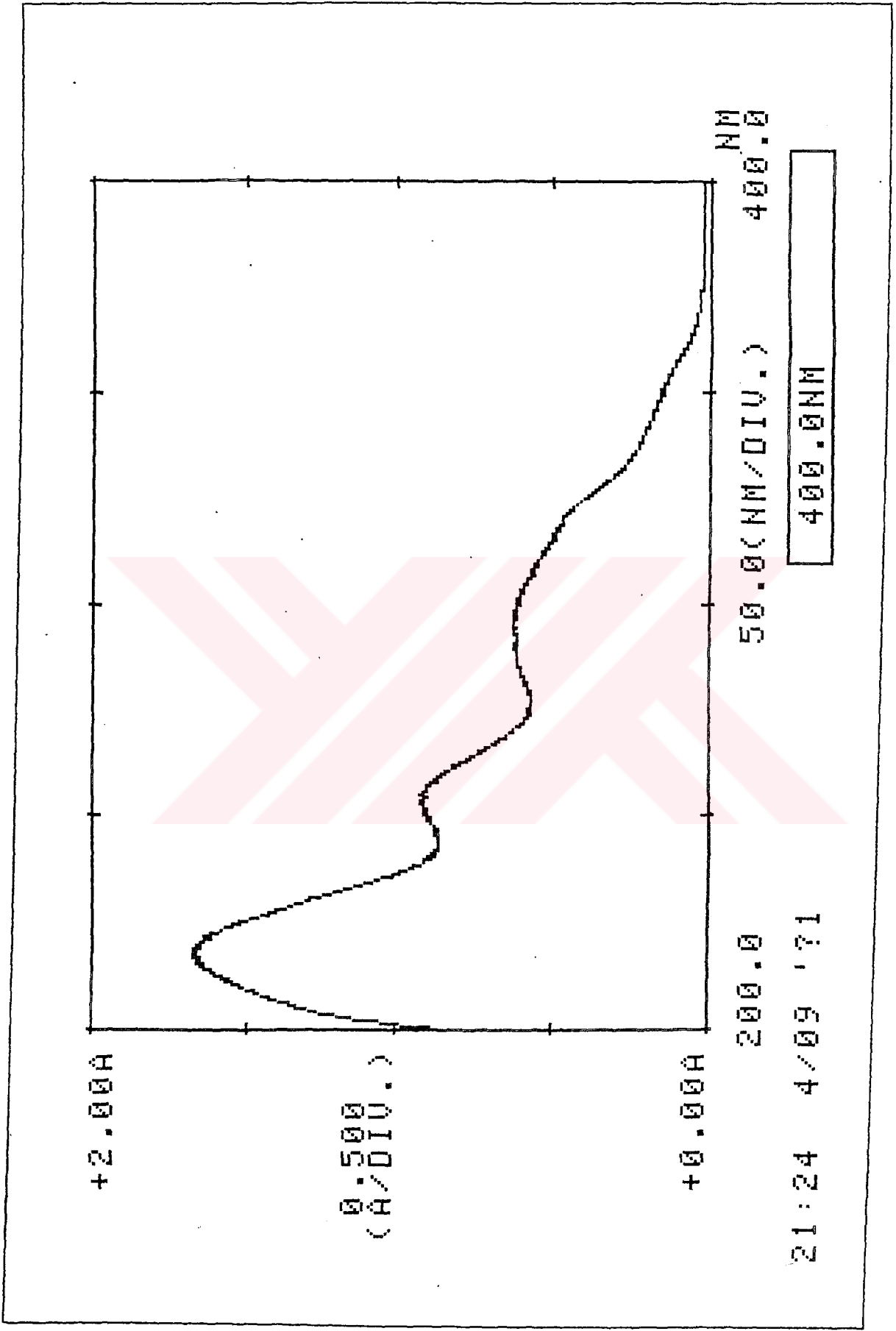
Ek Şekil 17. 76 Bileşiğinin IR (KBr) Spektrumu



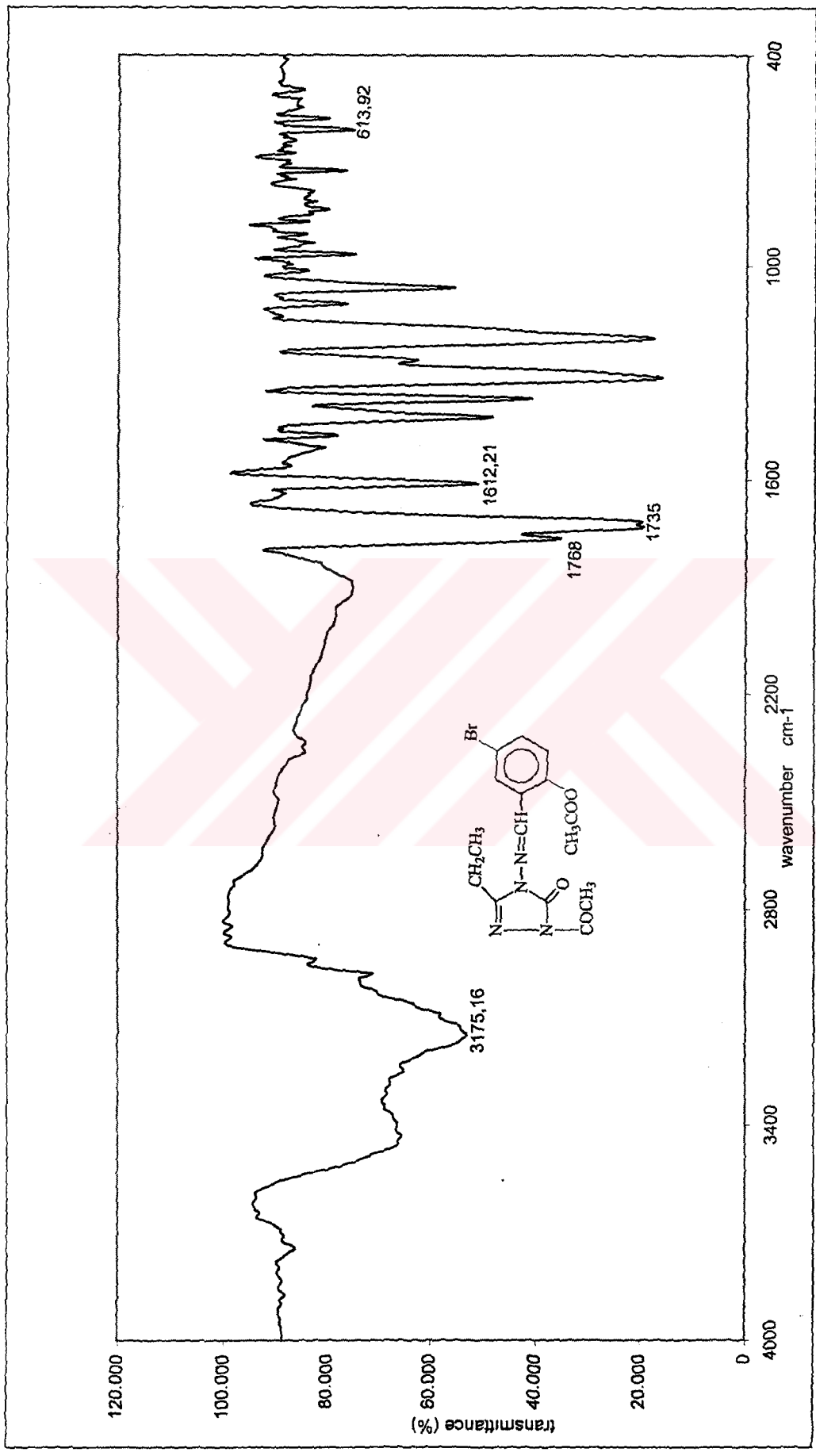
Ek Şekil 18. 76 Bileşiğinin <sup>1</sup>H NMR(DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu



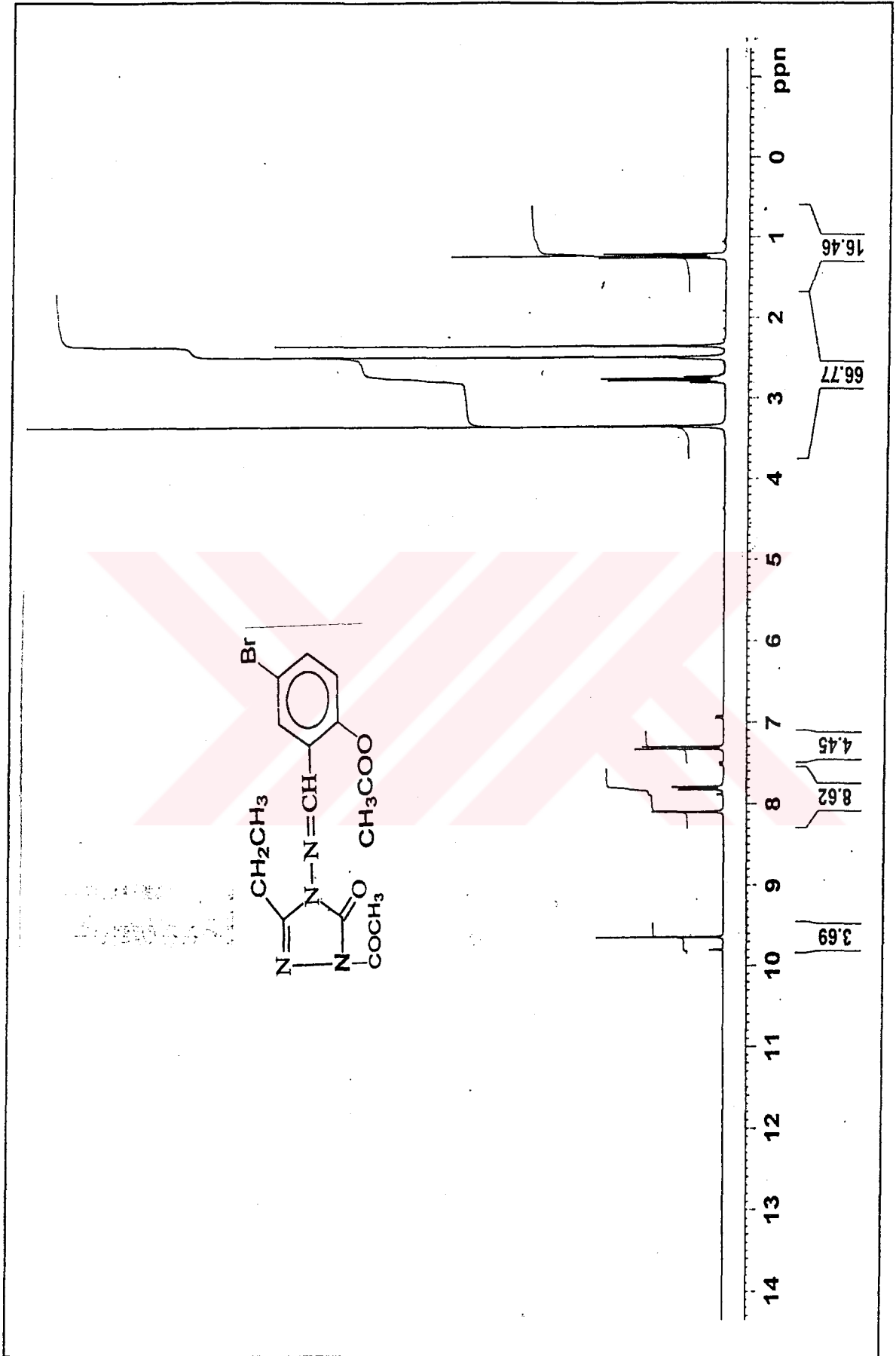
Ek Şekil 19. 76 Bileşiğinin <sup>13</sup>C NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu



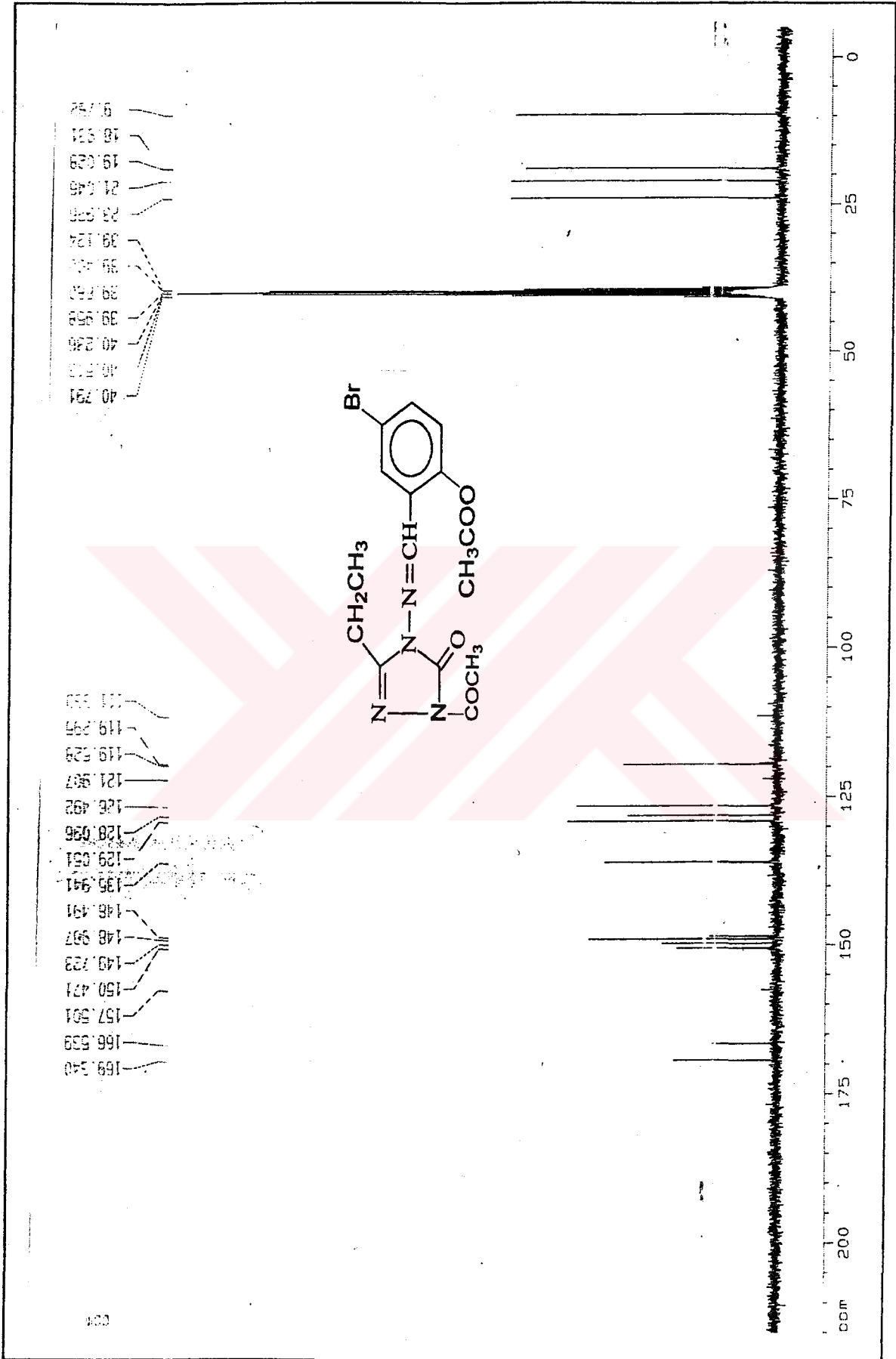
Ek Şekil 20. 76 Bileşiminin UV (Etanol %95) Spektrumu



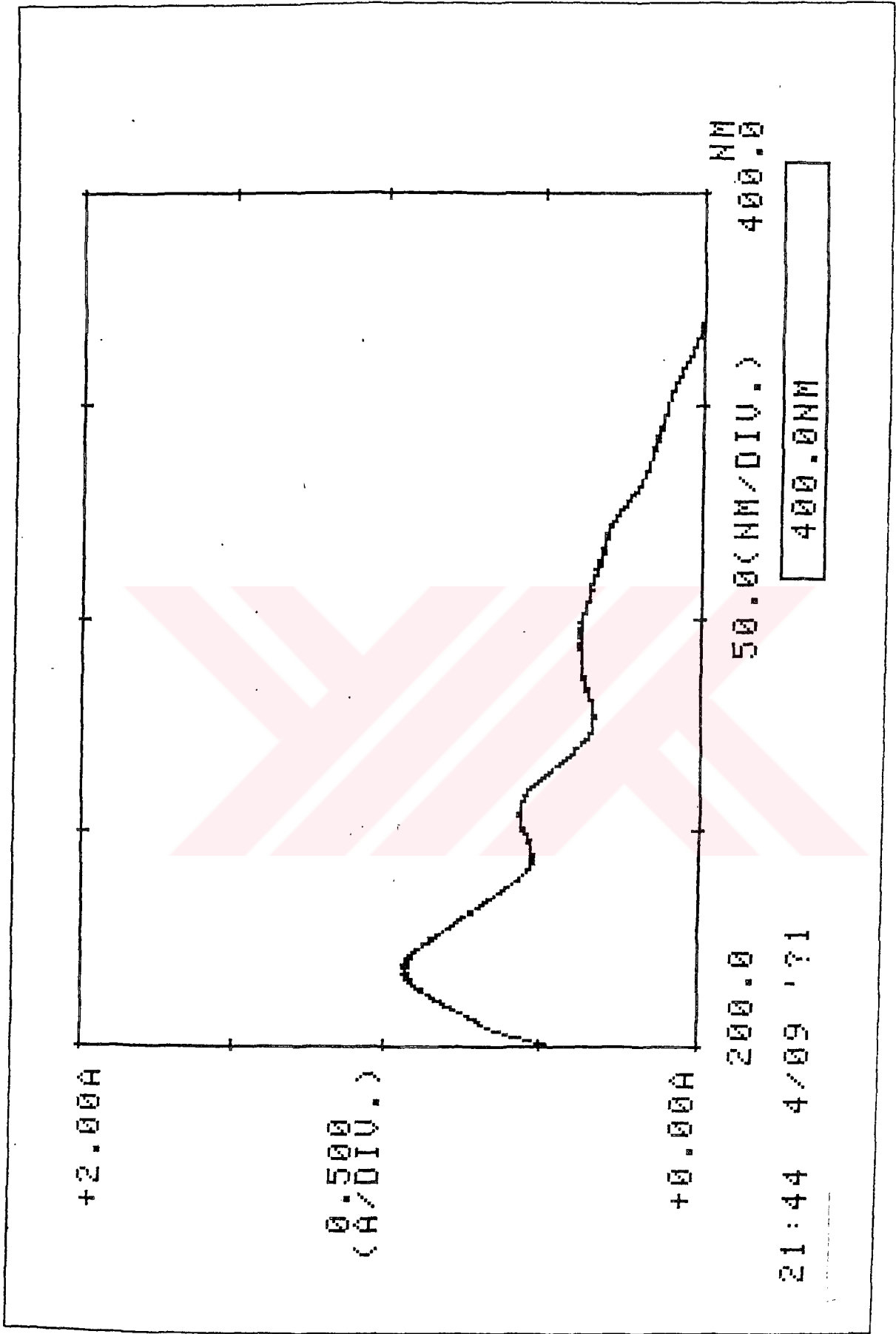
Ek Şekil 21. 77 Bileşiğinin IR (KBr) Spektrumu



Ek Şekil 22. 77 Bileşiğinin <sup>1</sup>H NMR(DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrogramu

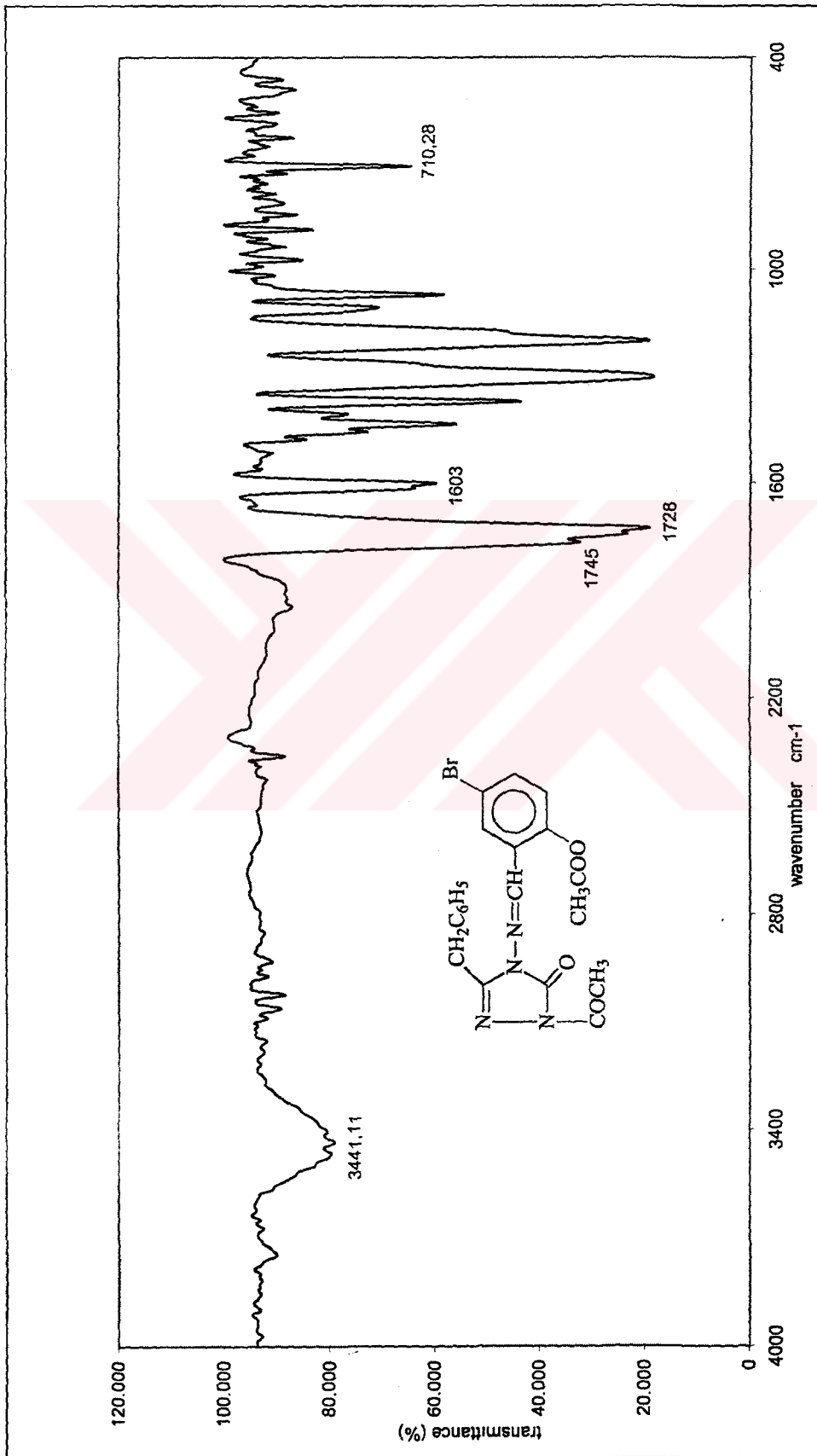


Ek Şekil 23. 77 Bileşiminin <sup>13</sup>C NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu

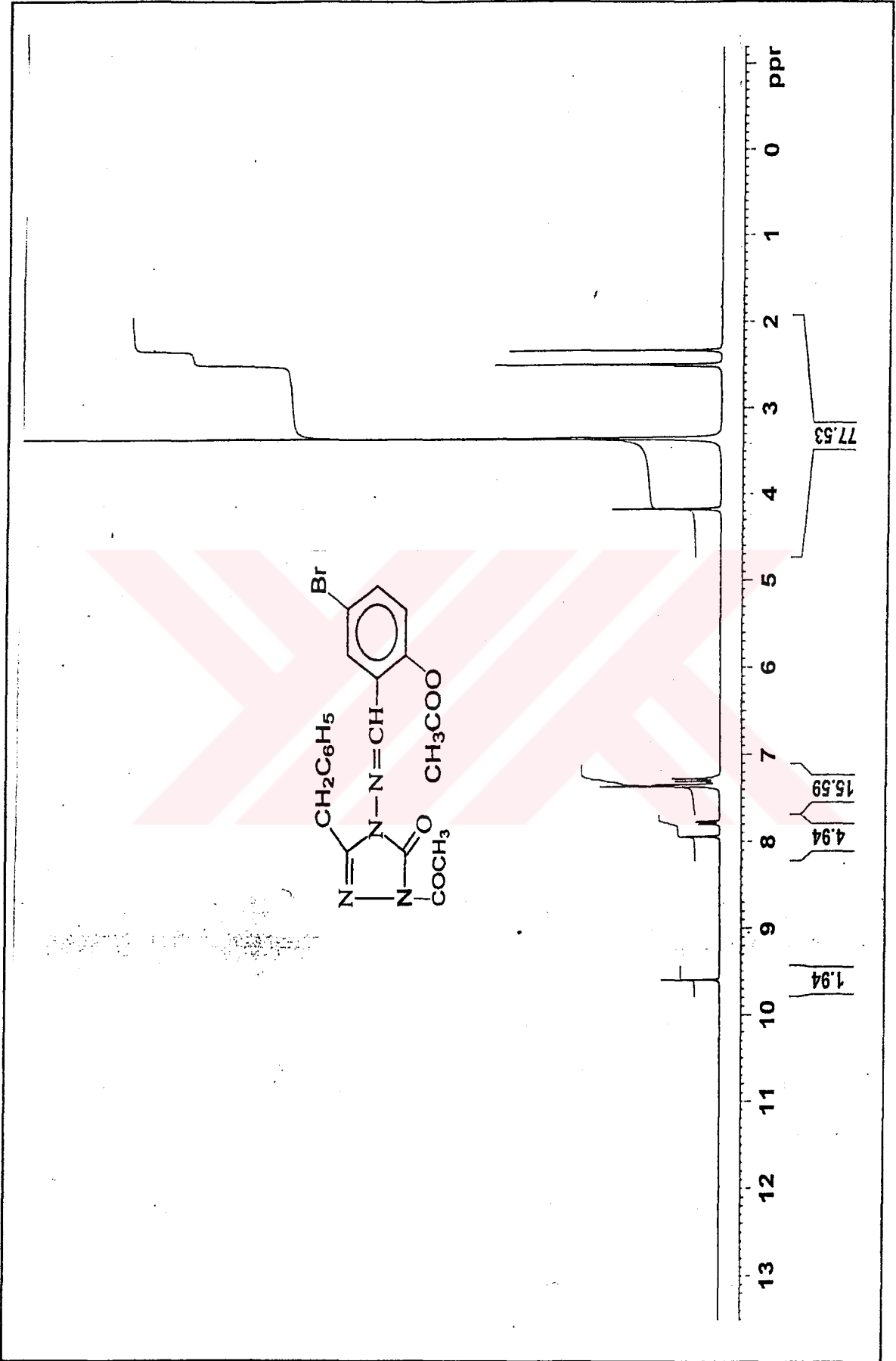


Ek Şekil 24. 77 Bileşiminin UV (Etanol %95) Spektrumu

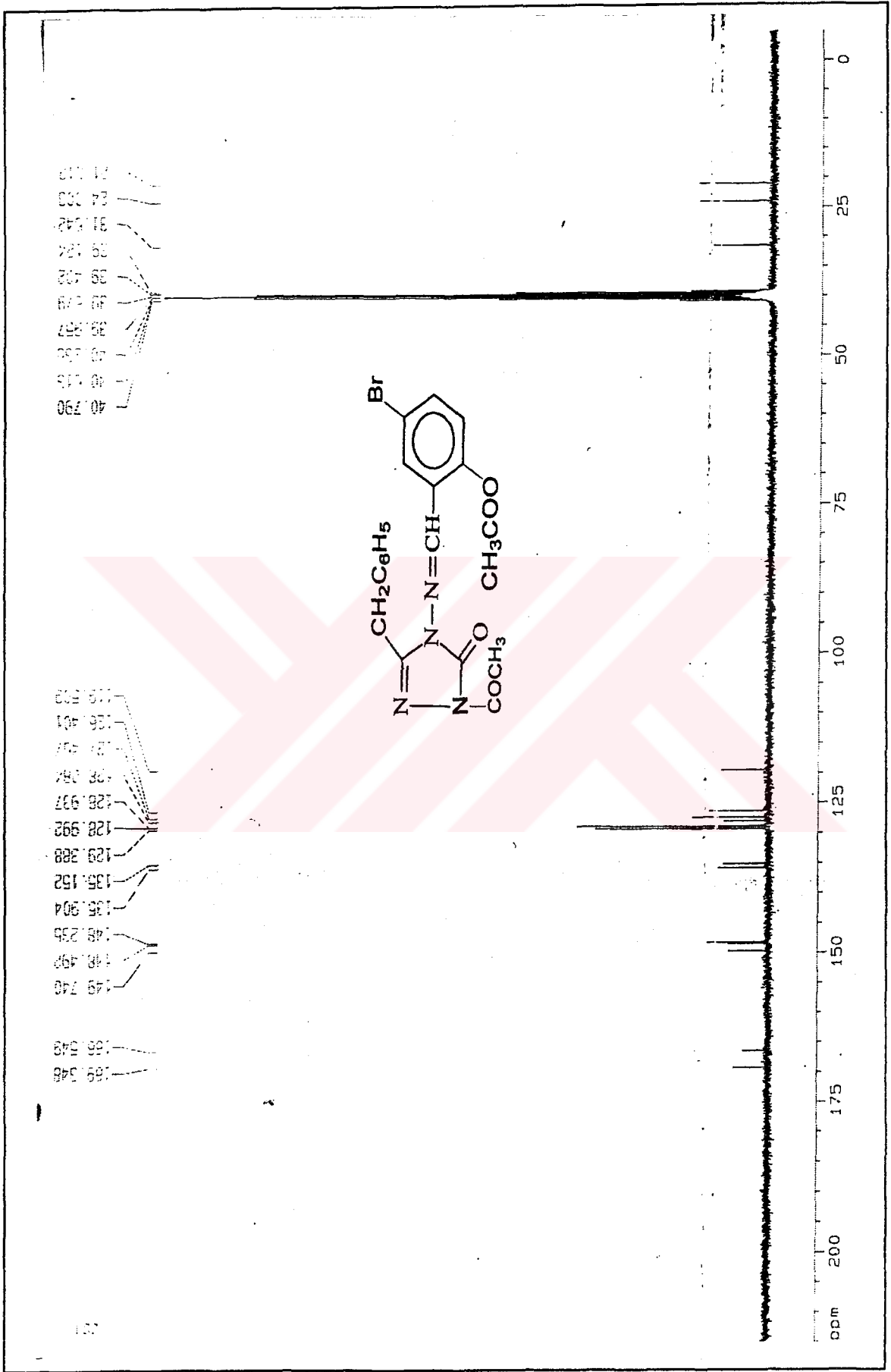




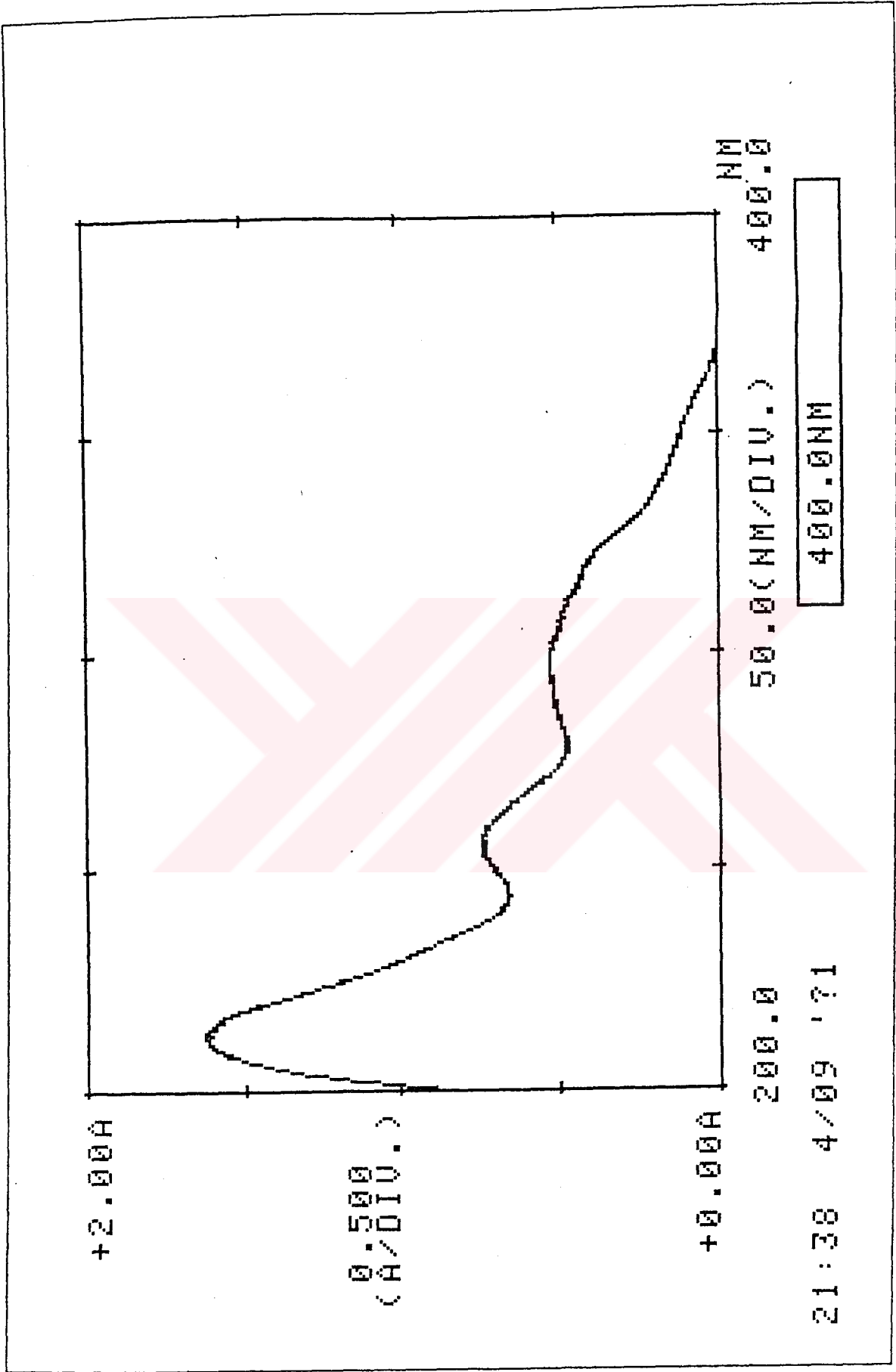
Ek Şekil 25.78 Bileşiğinin IR (KBr) Spektrumu



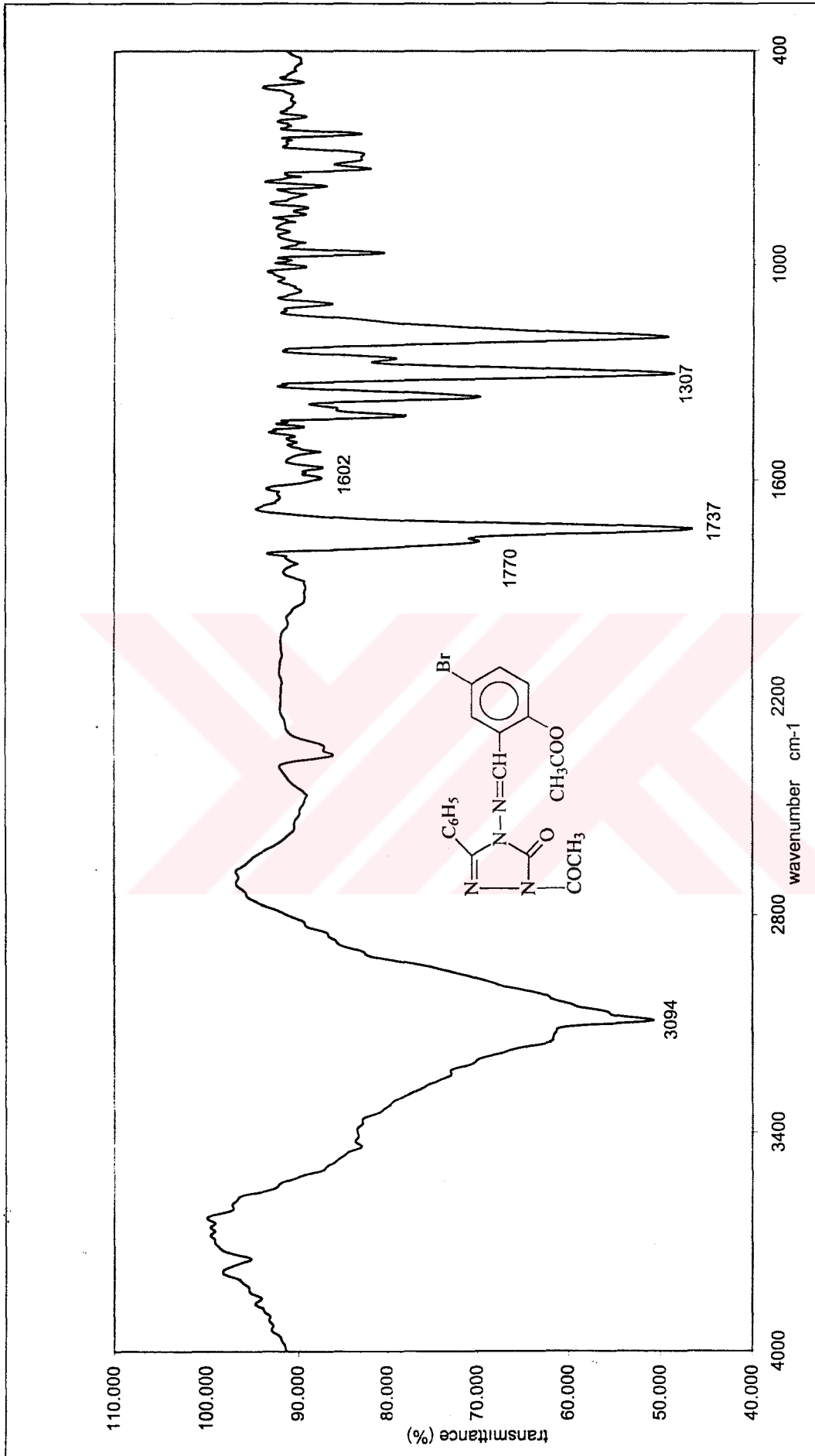
Ek Şekil 26. 78 Bileşiğinin <sup>1</sup>H NMR(DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu



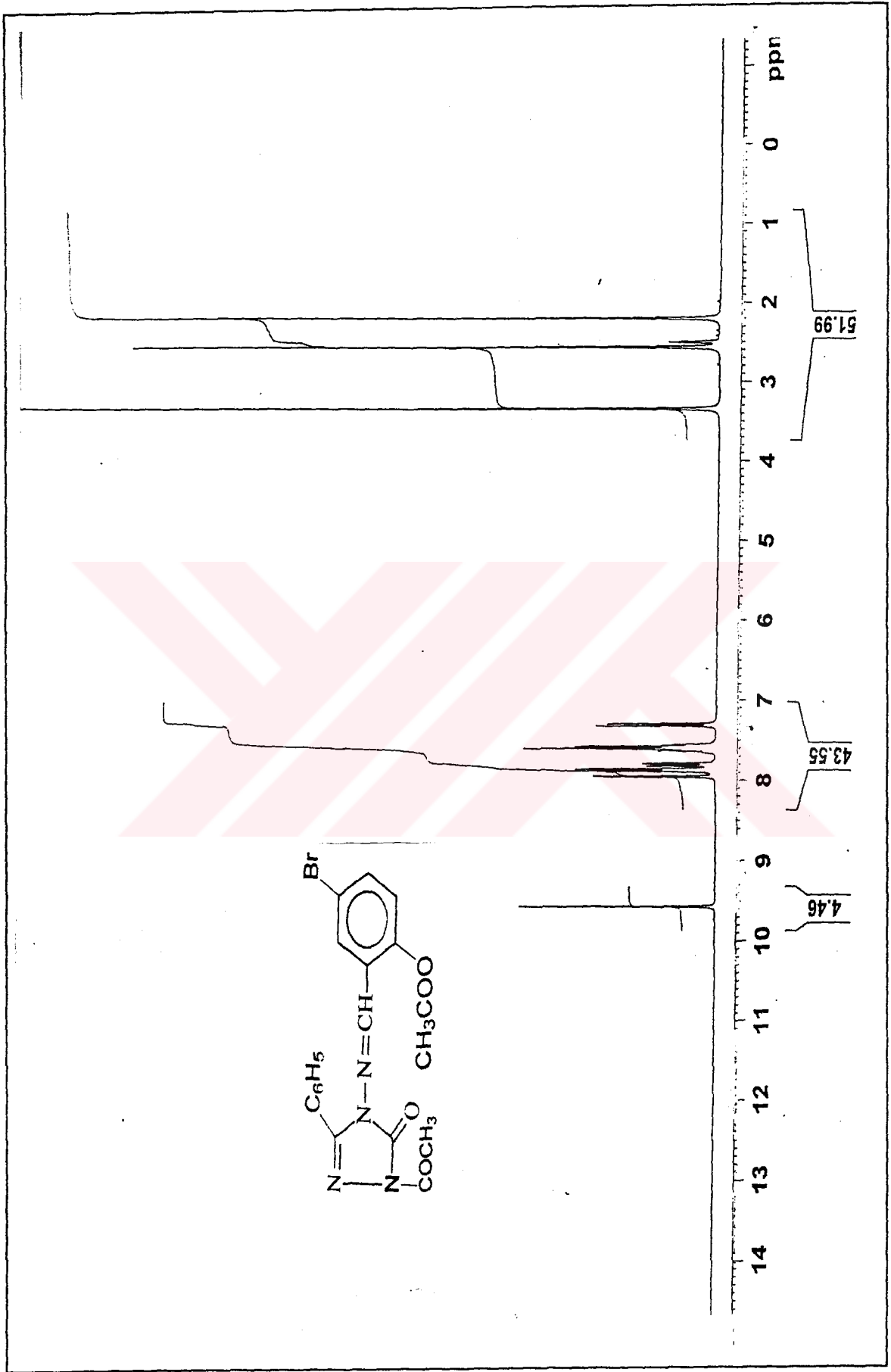
Ek Şekil 27. 78 Bileşiğinin <sup>13</sup>C NMR(DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu



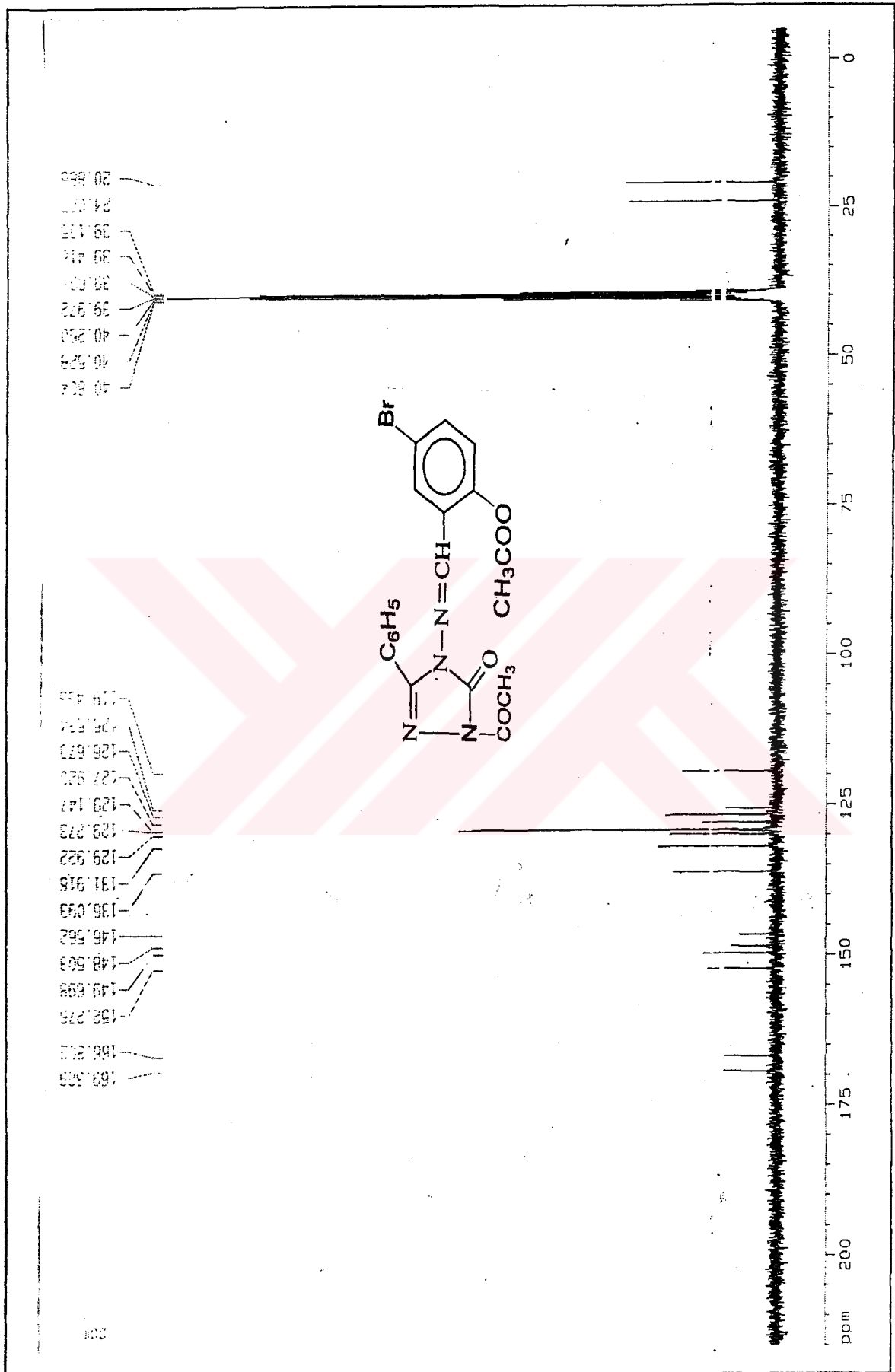
Ek Şekil 28. 78 Bileşiminin UV (Etanol %95) Spektrumu



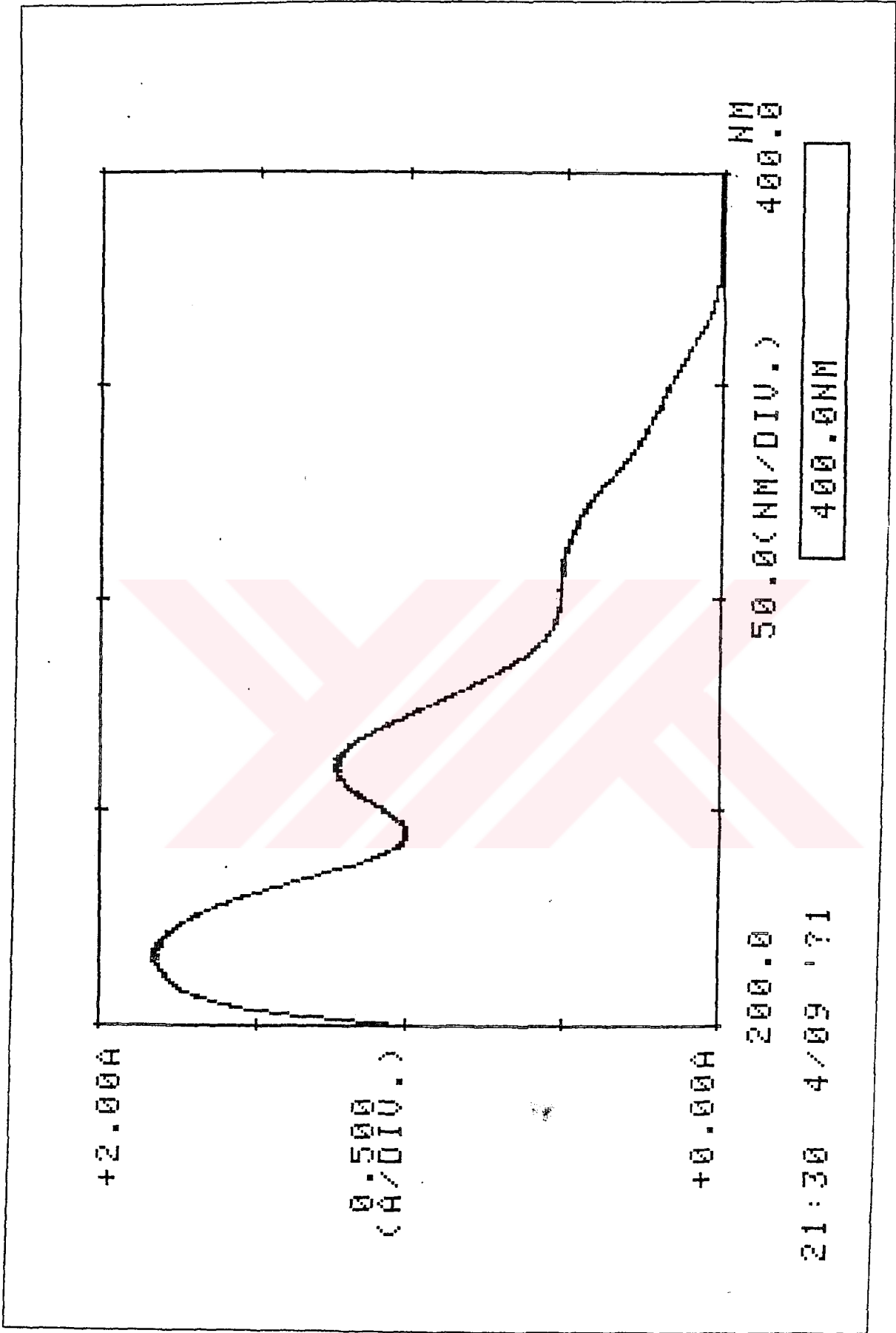
Ek Şekil 29. 79 Bileşiğinin IR (KBr) Spektrumu



Ek Şekil 30.79 Bileşiğinin <sup>1</sup>H NMR(DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu



Ek Şekil 31.79 Bileşiğinin <sup>13</sup>C NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) Spektrumu



Ek Şekil 32. 79 Bileşiminin UV (Etanol %95) Spektrumu



Tablo 2 . 71 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu

İki nüsha doldurunuz.



**İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ**  
**MERKEZİ ARAŞTIRMA LABORATUVARI**  
İnönü Üniversitesi, Kampüs 44280 MALATYA

Tel: (0.422) 341 00 10 Dahili: 1851  
Faks: (0.422) 341 00 34  
http://www.inonu.edu.tr/mal

**ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU**

Analiz İsteyen Kişi / Kuruluş : Prof.Dr. Haydar YÜKSEK Örnek Tanıma Kodu  
Adres - Tel : Kafkas Üniversitesi S<sub>1</sub>  
Eğitim Fak. Dekanı 0.474.2126608

Analizi istenen elementler : C, H, N  
Örneğin kapalı formülü : C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>Br  
Nem çekiciliği : —

	(%) C	(%) H	(%) N	(%) S	(%) O	
Teorik Değerler	40,43	3,05	18,86	—		Üniversite X
Analiz Sonuçları	40,64	3,099	17,85	—		Endüstri

Analiz Ücretini ödeyenin  
Adı, Soyadı, Ünvanı : Kafkas Üniversitesi  
Adres - Tel. : Bilimsel ve Teknolojik  
Arastirmalar Yönetim Kurulu  
İmza : 0.474.2126810

Analiz ücretinin yatırılacağı  
hesap No:  
Ziraat Bankası Malatya  
Şubesi  
Şube kodu: 183  
Hesap no: ~~35032991-5001~~  
35032991-5001

**KURUM TARAFINDAN DOLDURULACAK**

LABORATUVAR KAYIT NO.	GELİŞ TARİHİ	BİTİŞ TARİHİ	ANALİZ TUTARI
800 / 48 48	06.12.2004	06.12.2004	22000 TL
Analizi yapanın imzası : Bekir DUMAN		Laboratuvar Müdürünün imzası : Prof. Dr. HAYDAR YÜKSEK	

Tablo 3 . 72 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu

İki nüsha doldurunuz.



**İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ**  
**MERKEZİ ARAŞTIRMA LABORATUVARI**  
İnönü Üniversitesi, Kampüs 44280 MALATYA

Tel: (0.422) 341 00 10 Dahili: 1851  
Faks: (0.422) 341 00 34  
http://www.inonu.edu.tr/mal

**ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU**

Analiz İsteyen Kişi / Kuruluş : Prof.Dr. Haydar YÜKSEK  
Adres - Tel : Kafkas Üniversitesi  
Eğitim Fak. Dekanı 0.474.2126608

Örnek Tanıma Kodu:  
S4

Analizi istenen elementler : C, H, N

Örneğin kapalı formülü :  $C_{11}H_{11}N_4O_2Br$

Nem çekiciliği : —

	(%) C	(%) H	(%) N	(%) S	(%) O	
Teorik Değerler	42,46	3,56	18,01	—		Üniversite X
Analiz Sonuçları	42,72	3,586	17,85	—		Endüstri

Analiz Ücretini ödeyenin Adı, Soyadı, Ünvanı : Kafkas Üniversitesi

Adres - Tel. : Bilimsel ve Teknolojik

İmza : Araştırmalar Yönetim Kurulu  
EARS 0.474.2426810

Analiz ücretinin yatırılacağı hesap No:  
Ziraat Bankası Malatya Şubesi  
Şube kodu: 183  
Hesap no: 3503299120001

**KURUM TARAFINDAN DOLDURULACAK**

LABORATUVAR KAYIT NO.	GELİŞ TARİHİ	BİTİŞ TARİHİ	ANALİZ TUTARI
800/48	06.12.2004	06.12.2004	20.000.000 +KDV
Analizi yapanın imzası : Tehrisyen Bilimci DURMAZ.		Laboratuvar Müdürünün imzası : Prof.Dr. HASAN KÜÇÜKBAY	

Tablo 4. 73 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu

İki nüsha doldurunuz.



**İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ**  
**MERKEZİ ARAŞTIRMA LABORATUVARI**  
İnönü Üniversitesi, Kampüs 44280 MALATYA

Tel: (0.422) 341 00 10 Dahili: 1851

Faks: (0.422) 341 00 34

<http://www.inonu.edu.tr/mal>

### ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU

Analiz İsteyen Kişi / Kuruluş : Prof. Dr. Haydar YÜKSEK Örnek Tanıma Kodu  
Adres - Tel : Kafkas Üniversitesi  
Eğitim Fak. Dekanı 0.474.2126608 S<sub>3</sub>

Analizi istenen elementler : C, H, N

Örneğin kapalı formülü : C<sub>16</sub>H<sub>13</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>Br

Nem çekiciliği : —

	(%) C	(%) H	(%) N	(%) S	(%) O	
Teorik Değerler	51,49	3,51	15,01	—		Üniversite X
Analiz Sonuçları	51,80	3,521	14,29	—		Endüstri

Analiz Ücretini ödeyenin Adı, Soyadı, Ünvanı : Kafkas Üniversitesi  
Adres - Tel. : Bilimsel ve Teknolojik  
İmza : Araştırmalar Yönetim Kurulu  
0.474.2426810

Analiz ücretinin yatırılacağı hesap No:  
Ziraat Bankası Malatya Şubesi  
Şube kodu: 183  
Hesap no: ~~700000~~  
35032991-5001

### KURUM TARAFINDAN DOLDURULACAK

LABORATUVAR KAYIT NO.	GELİŞ TARİHİ	BİTİŞ TARİHİ	ANALİZ TUTARI
800/49	06.12.2004	06.12.2004	20000 TL + KDV
Analizi yapanın imzası : Bülent AKMAZ Tel: 547		Laboratuvar Müdürünün imzası : 	

Tablo 5. 74 Bileşiğinin Elementel Analiz Raporu

İki nüsha doldurunuz.

	<b>İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ</b> <b>MERKEZİ ARAŞTIRMA LABORATUVARI</b> <b>İnönü Üniversitesi, Kampüs 44280 MALATYA</b>
	Tel: (0.422) 341 00 10 Dahili: 1851 Faks: (0.422) 341 00 34 <a href="http://www.inonu.edu.tr/mal">http://www.inonu.edu.tr/mal</a>

### ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU

Analiz İsteyen Kişi / Kuruluş : Prof. Dr. Haydar YÜKSEK Adres - Tel: Kafkas Üniversitesi Eğitim Fak. Dekanı 0.474.2126608	Örnek Tanıma Kodu S <sub>2</sub>
--	-------------------------------------

Analizi istenen elementler : C , H , N

Örneğin kapalı formülü : C<sub>15</sub>H<sub>11</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>Br

Nem çekiciliği : —

	(%) C	(%) H	(%) N	(%) S	(%) O	
Teorik Değerler	50,16	3,09	15,60			Üniversite X
Analiz Sonuçları	50,01	3,118	14,96			Endüstri

Analiz Ücretini ödeyenin Adı, Soyadı, Unvanı : Kafkas Üniversitesi Adres - Tel. : Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Yönetim Kurulu İmza : 0.474.2426810	Analiz ücretinin yatırılacağı hesap No: Ziraat Bankası Malatya Şubesi Şube kodu: 183 Hesap no: 750 928 35032991-5001
--	--

### KURUM TARAFINDAN DOLDURULACAK

LABORATUVAR KAYIT NO.	GELİŞ TARİHİ	BİTİŞ TARİHİ	ANALİZ TUTARI
800/48 2,9	06.12.2004	06.12.2004	20.000 TL + KDV
Analizi yapanın imzası : Bilal DEMİR		Laboratuvar Müdürünün imzası : Prof. Dr. HASAN ZECCELİ	

Tablo 6 . 76 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu

İki nüsha doldurunuz.



**İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ**  
**MERKEZİ ARAŞTIRMA LABORATUVARI**  
İnönü Üniversitesi, Kampüs 44280 MALATYA

Tel: (0.422) 341 00 10 Dahili: 1851  
Faks: (0.422) 341 00 34  
http://www.inonu.edu.tr/mal

**ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU**

Analiz İsteyen Kişi / Kuruluş : Prof. Dr. Haydar YÜKSEK Örnek Tanıma Kodu  
Adres - Tel : Kafkas Üniversitesi S<sub>1</sub> As  
Eğitim Fak. Dekanı 0.474.2126608

Analizi istenen elementler : C, H, N  
Örneğin kapalı formülü : C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>Br  
Nem çekiciliği : -

	(%) C	(%) H	(%) N	(%) S	(%) O	
Teorik Değerler	44,11	3,44	14,70			Üniversite X
Analiz Sonuçları	44,24	3,419	14,19			Endüstri
Analiz Ücretini ödeyenin Adı, Soyadı, Ünvanı : Kafkas Üniversitesi						Analiz ücretinin yatırılacağı hesap No: Ziraat Bankası Malatya Şubesi Şube kodu: 183 Hesap no: <del>35032991-5001</del> 35032991-5001
Adres - Tel. : Bilimsel ve Teknolojik						
İmza : Araştırmalar Yönetim Kurulu 0.474.2426810						

**KURUM TARAFINDAN DOLDURULACAK**

LABORATUVAR KAYIT NO.	GELİŞ TARİHİ	BİTİŞ TARİHİ	ANALİZ TUTARI
800 / 48 48	06.12.2004	06.12.2004	20.000.000 TL
Analizi yapanın imzası : Bülent DIRMAL Teknisyen	Laboratuvar Müdürünün imzası : Prof. Dr. HAYDAR YÜKSEK		

Tablo 7. 77 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu

İki nüsha doldurunuz.



**İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ**  
**MERKEZİ ARAŞTIRMA LABORATUVARI**  
İnönü Üniversitesi, Kampüs 44280 MALATYA

Tel: (0.422) 341 00 10 Dahili: 1851  
Faks: (0.422) 341 00 34  
http://www.inonu.edu.tr/mal

**ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU**

Analiz İsteyen Kişi / Kuruluş : Prof.Dr. Haydar YÜKSEK Örnek Tanıma Kodu  
Adres - Tel : Kafkas Üniversitesi S<sub>4</sub> A<sub>5</sub>  
Eğitim Fak. Dekanı 0.474.212.6608

Analizi istenen elementler : C, H, N

Örneğin kapalı formülü : C<sub>15</sub>H<sub>15</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>Br

Nem çekiciliği : -

	(%) C	(%) H	(%) N	(%) S	(%) O
Teorik Değerler	45,59	3,83	14,18	-	-
Analiz Sonuçları	46,19	3,884	13,88	-	-

Üniversite X

Endüstri

Analiz Ücretini ödeyenin  
Adı, Soyadı, Ünvanı : Kafkas Üniversitesi

Adres - Tel. : Bilimsel ve Teknolojik

İmza : Araştırmalar Yönetim Kurulu  
0.474.2426810

Analiz ücretinin yatırılacağı  
hesap No:  
Ziraat Bankası Malatya  
Şubesi  
Şube kodu: 183  
Hesap no: ~~35032991-5201~~  
35032991-5201

**KURUM TARAFINDAN DOLDURULACAK**

LABORATUVAR KAYIT NO.	GELİŞ TARİHİ	BİTİŞ TARİHİ	ANALİZ TUTARI
800/48 45	06.12.2004	06.12.2004	20.000.000 +KDV
Analizi yapanın imzası : Tehnisyen Belent DURMAZ		Laboratuvar Müdürünün imzası : 	Prof. Dr. HASAN EUGURBA Y

Tablo 8 . 78 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu

İki nüsha doldurunuz.



**İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ**  
**MERKEZİ ARAŞTIRMA LABORATUVARI**  
İnönü Üniversitesi, Kampüs 44260 MALATYA

Tel: (0.422) 341 00 10 Dahili: 1851  
Faks: (0.422) 341 00 34  
http://www.inonu.edu.tr/mal

**ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU**

Analiz İsteyen Kişi / Kuruluş : Prof.Dr. Haydar YÜKSEK Örnek Tanıma Kodu  
Adres - Tel : Kafkas Üniversitesi  
Eğitim Fak. Dekanı 0.474.2126608 S<sub>3</sub> AS

Analizi istenen elementler : C, H, N  
Örneğin kapalı formülü : C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>Br  
Nem çekiciliği : —

	(%) C	(%) H	(%) N	(%) S	(%) O	
Tecrük Değerler	52,53	3,75	12,25	—		Üniversite X
Analiz Sonuçları	52,40	3,752	11,78	—		Endüstri

Analiz Ücretini ödeyenin Adı, Soyadı, Ünvanı : Kafkas Üniversitesi  
Adres - Tel. : Bilimsel ve Teknolojik  
imza : Araştırmalar Yönetim Kurulu 0.474.2426810  
Analiz ücretinin yatırılacağı hesap No:  
Ziraat Bankası Malatya Şubesi  
Şube kodu: 183  
Hesap no: ~~330328~~  
33032941-5001

**KURUM TARAFINDAN DOLDURULACAK**

LABORATUVAR KAYIT NO.	GELİŞ TARİHİ	BİTİŞ TARİHİ	ANALİZ TUTARI
800/48	06.12.2004	06.12.2004	20.000.000 TL
Analizi yapanın imzası : İbrahim Bekir ÖZMAZ		Laboratuvar Müdürünün imzası : Prof.Dr. HAYDAR YÜKSEK	



Tablo 9 . 79 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu

İki nüsha doldurunuz.



**İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ**  
**MERKEZİ ARAŞTIRMA LABORATUVARI**  
İnönü Üniversitesi, Kampüs 44280 MALATYA

Tel: (0.422) 341 00 10 Dahili: 1851  
Faks: (0.422) 341 00 34  
http://www.inonu.edu.tr/mal

**ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU**

Analiz İsteyen Kişi / Kuruluş : Prof. Dr. Haydar YÜKSEK Örnek Tanıma Kodu  
Adres - Tel : Kafkas Üniversitesi Eğitim Fak. Dekanı 0.474.2126608 S<sub>2</sub>As

Analizi istenen elementler : C, N, H  
Örneğin kapalı formülü : C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>Br  
Nem gecikiliği : —

	(%) C	(%) H	(%) N	(%) S	(%) O	
Teorik Değerler	51,48	3,41	12,64	—		Üniversite X
Analiz Sonuçları	51,58	3,482	12,24	—		Endüstri

Analiz Ücretini ödeyenin Adı, Soyadı, Ünvanı : Kafkas Üniversitesi  
Adres - Tel. : Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Yönetim Kurulu  
İmza : 0.474.2426810  
Analiz ücretinin yatırılacağı hesap No: Ziraat Bankası Malatya Şubesi  
Şube kodu: 183  
Hesap no: ~~35032991~~ 35032991.

**KURUM TARAFINDAN DOLDURULACAK**

LABORATUVAR KAYIT NO.	GELİŞ TARİHİ	BİTİŞ TARİHİ	ANALİZ TUTARI
800/48	06.12.2004	06.12.2004	20.000 TL
Analizi yapanın imzası : Bilal DURMAZ Teknisyen		Laboratuvar Müdürünün imzası : Prof. Dr. HANCI KÜÇÜKBAŞI	



## ÖZGEÇMİŞ

18.09.1978 tarihinde Malatya'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Malatya'da tamamladı. 1996 yılında girdiği İnönü Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü'nden 2001 yılında Kimya Mühendisi ünvanıyla mezun oldu. Ekim 2002 yılında Kafkas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı Organik Kimya Bilim Dalında yüksek lisans öğrenimine başladı. Halen Kafkas Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nde görev yapmaktadır.

