

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BAZI DİASETAMİDO VE DİKETO SÜLFÜRLERİN SENTEZİ

Oğuzhan ALTUNGÖK

YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI

ELAZIĞ, 2007

BAZI DİASETAMİDO VE DİKETO SÜLFÜRLERİN SENTEZİ

Oğuzhan ALTUNGÖK

Yüksek Lisans Tezi

Kimya Anabilim Dalı

Bu tez,.....tarihinde aşağıda belirtilen jüri tarafından
oybirliği/oyçokluğu ile başarılı/başarısız olarak değerlendirilmiştir.

Danışman: Yrd.Doç. Dr Metin KOPARIR

Üye:

Üye:

Üye:

Üye:

Bu tezin kabulü, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun...../...../..... tarih
vesayılı kararıyla onaylanmıştır.

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının planlanmasında, yürütülmesinde ve çalışmalarım süresince destek ve ilgisini esirgemeyen bilgi, tecrübe ve hoşgörülerinden yararlandığım Sayın hocam Yrd. Doç. Dr. Metin KOPARIR ve Doç. Dr. Ahmet CANSIZ'a sonsuz saygı ve şükranlarımı sunarım.

Çalışmalarım süresince yardımlarını gördüğüm Kimya Bölümü öğretim elemanlarından Sayın Prof. Dr. Mehmet COŞKUN'a, ve Dr. Ahmet ÇETİN'e Atatürk Üniversitesi'nden Yrd. Doç. Dr. Cavit KAZAZ' a teşekkür ederim.

Oğuzhan ALTUNGÖK

İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER

.....	I
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	IV
ÖZET	VII
ABSTRACT.....	VIII
1. GİRİŞ	1
1.1.1. Amitler.....	1
1.1.1. Amitlerin Sentezleri.....	1
1.1.1.1 Açıl klorürlerden Amitler.....	1
1.1.1.2. Karboksilik Anhidritlerden Amitler.....	2
1.1.1.3 Esterlerden Amitler.....	4
1.1.1.4. Karboksilik Asitlerden ve Amonyum Karboksilattan Amitler.....	4
1.1.1.5. Amitlerin Hidrolizi.....	5
1.2. Hinsberg Yöntemi.....	7
1.3. Siklobütan ve Türevleri.....	7
1.3.1. Siklobütanda stereoizomerlik.....	7
1.3.2. Siklobütanın eldesi.....	7
1.3.2.1. Siklobütanın spektroskopik özellikleri.....	8
2. MATERYAL ve METOT.....	9
2.1. Kullanılan Araç ve Gereçler.....	9
2.2. Kullanılan Kimyasal Maddeler.....	10
2.2.1. Reaktant olarak.....	10
2.2.2. Kullanılan Çözücüler.....	10
2.2.3. Kurutucular.....	10
2.3. Saflaştırma.....	10
2.3.1. Etil Alkol.....	10
2.3.2. Metanol.....	11
2.3.3. Eter.....	11
2.3.4. Kloroform.....	11
2.3.5. Aseton.....	11
2.3.6. Hekzan ve Benzen.....	11

2.3.7. Asetonitril.....	11
2.3.8. Dioksan.....	12
2.4. Deneyler	12
2.4.1. 2-kloro-N-(4-klorofenil)asetamit (1a)	12
2.4. 2-kloro-N-sikloheksilasetamit (1b)	12
2.4. 3. 2-kloro-N--(4-nitrofenil)asetamit (1c)	13
2.4. 4. 2-kloro-N--(4-nitrofenil)asetamit (1d)	13
2.4. 5. 2-kloro-N--(4-metoksifenil)asetamit (1e)	13
2.4. 6. N-(4-klorofenil)-2-({2-[(4-klorofenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido(2a)	14
2.4. 7. N-(sikloheksil)-2-({2-[(sikloheksil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido(2b) ...	14
2.4. 8. N-(4-nitrofenil)-2-({2-[(4-nitrofenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido (2c)	14
2.4. 9. N-(3-nitrofenil)-2-({2-[(3-nitrofenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido (2d)	15
2.4.10. N-(4-metoksifenil)-2-({2-[(4-metoksifenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido (2e)	15
2.4.11. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksietil))sülfid'in sent ezi(3).....	16
2.4.12. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il,-3-(1-oksietil)dioksim] sülfid'in sentezi(4).....	16
2.4.13. 2,5-Di[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in sentezi(5) ...	16
2.4.14. 4-[1-metil-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il]-2-(2-klorasetamido)tiyazol'un Sentezi(6)...	17
2.4.15. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il]-2-(2-oksietilamido) tiyazol sülfid'in sentezi(7)	17
2.4.16. 2,5-Di[1-metil-1-(fenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in sentezi(8)	18
3. SONUÇLAR.....	19
3.1. 2- kloro-N-(4-klorofenil)asetamit (1a)	19
3.2. 2- kloro-N-sikloheksilasetamit (1b)	20
3.3. 2- kloro-N--(4-nitrofenil)asetamit (1c)	21
3.4. 2- kloro-N-(3-nitrofenil)asetamit (1d)	22
3.5. 2- kloro-N--(4-metoksifenil)asetamit (1e)	23

3.6. .	N-(4-klorofenil)-2-({2-[(4-klorofenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido(2a)	25
3.7	N-(siklohekzil)-2-({2-[(siklohekzil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido(2b)	...26
3. 8 .	N-(4-nitrofenil)-2-({2-[(4-nitrofenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido (2c)	..28
3.9.	N-(3-nitrofenil)-2-({2-[(3-nitrofenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido (2d)	.29
3..10.	N-(4-metoksifenil)-2-({2-[(4-metoksifenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido (2e)	 31
3.11.	Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksietil)) sülfid'in Karakterizasyonu (3)	33
3.12	Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il,-3-(1-oksietil)dioksim]sülfid'in Karakterizasyonu (4)	35
3.13-	Di[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in Kara k ter izas yonu (5).....	37
3.14.	4-[1-metil-(2,4,5trimetiltenil)siklobütan-3-il]-2-(2-klorasetamido)tiyazol'un Karakterizasyonu (6)	39
3.15.	Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-]-2-(2-oksietilamido) tiyazol sülfid'in Karakterizasyonu (7)	41
3.16.	2,5-Di[1-metil-1-(fenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in Kara k ter izas yonu (8)	43
4.	TARTIŞMA.....	45
5.	KAYNAKLAR.....	48

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1: 2-kloro-N-(4-klorofenil)asetamit (1a) IR Spektrumu.....	19
Şekil 2: 2-kloro-N-(4-klorofenil)asetamit (1a) ¹ H-NMR Spektrumu.....	20
Şekil 3: 2-kloro-N-sikloheksilasetamit (1b) IR Spektrumu.....	20
Şekil 4: 2-kloro-N-sikloheksilasetamit (1b) ¹ H-NMR Spektrumu.....	21
Şekil 5: 2-kloro-N-(4-nitrofenil)asetamit (1c) IR Spektrumu.....	21
Şekil 6: 2-kloro-N-(4-nitrofenil)asetamit (1c) ¹ H-NMR Spektrumu.....	22
Şekil 7: 2-kloro-N-(4-nitrofenil)asetamit (1d) IR Spektrumu.....	22
Şekil 8: 2-kloro-N-(4-nitrofenil)asetamit (1d) ¹ H-NMR Spektrumu.....	23
Şekil 9: 2-kloro-N-(4-metoksifenil)asetamit (1e) IR Spektrumu.....	24
Şekil 10: 2-kloro-N-(4-metoksifenil)asetamit (1e) ¹ H-NMR Spektrumu.....	24
Şekil 11: N-(4-klorofenil)-2-({2-[(4-klorofenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido(2a) IR Spektrumu.....	25
Şekil 12: N-(4-klorofenil)-2-({2-[(4-klorofenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido(2a) ¹ H-NMR Spektrumu.....	26
Şekil 13: N-(sikloheksil)-2-({2-[(sikloheksil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido(2b) IR Spektrumu.....	27
Şekil 14: N-(sikloheksil)-2-({2-[(sikloheksil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido(2b) ¹ H-NMR Spektrumu.....	27
Şekil 15: N-(4-nitrofenil)-2-({2-[(4-nitrofenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido (2c) IR Spektrumu.....	28
Şekil 16: N-(4-nitrofenil)-2-({2-[(4-nitrofenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido (2c) ¹ H-NMR Spektrumu.....	29
Şekil 17: N-(3-nitrofenil)-2-({2-[(3-nitrofenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido (2d) IR Spektrumu.....	30
Şekil 18: N-(3-nitrofenil)-2-({2-[(3-nitrofenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido (2d) ¹ H-NMR Spektrumu.....	31
Şekil 19: N-(4-metoksifenil)-2-({2-[(4-metoksifenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido (2e) IR Spektrumu.....	32
Şekil 20: N-(4-metoksifenil)-2-({2-[(4-metoksifenil)amino]-2-oksoetil} tiyo)asetamido (2e) ¹ H-NMR Spektrumu.....	32

Şekil.21.Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksietil)) sülfid'in	
IR Spektrumu (3)	33
Şekil.22.Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksietil)) sülfid'in	
¹ H-NMR Spektrumu (3)	34
Şekil.23.Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksietil)) sülfid'in	
¹³ C-NMR Spektrumu (3)	34
Şekil.24.Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il,-3-(1-oksietil)dioksim]sülfid'in	
IR Spektrumu (4)	35
Şekil.25.Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il,-3-(1-oksietil)dioksim]sülfid'in	
¹ H-NMR Spektrumu.....	36
Şekil.26.Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il,-3-(1-oksietil)dioksim]sülfid'in	
¹³ C-NMR Spektrumu.....	36
Şekil.27.2,5-Di[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in	
IR Spektrumu (5)	37
Şekil.28. 2,5-Di[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in	
¹ H-NMR Spektrumu (5)	38
Şekil.29. 2,5-Di[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in	
¹³ C-NMR Spektrumu (5)	38
Şekil.30 4-[1-metil-(2,4,5trimetiltenil)siklobütan-3-il]-2-(2-klorasetami do)tiyazol'un	
IR Spekturumu (6)	39
Şekil.31 4-[1-metil-(2,4,5trimetiltenil)siklobütan-3-il]-2-(2-klorasetami do)tiyazol'un	
¹ H-NMR Spektrumu (6)	40
Şekil.32 4-[1-metil-(2,4,5trimetiltenil)siklobütan-3-il]-2-(2-klorasetami do)tiyazol'un	
¹³ C-NMR Spektrumu (6)	40
Şekil.33. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il]-2-(2-oksietilamido) tiyazol	
sülfid'in IR Spektrumu (7)	41
Şekil.34. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il]-2-(2-oksietilamido) tiyazol	
sülfid'in ¹ H-NMR Spektrumu (7)	42
Şekil.35. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il]-2-(2-oksietilamido) tiyazol	
sülfid'in ¹³ C-NMR Spektrumu (7)	42

Şekil.36.2,5-Di[1-metil-1-(fenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in	
IR Spektrumu (8)	43
Şekil.37.2,5-Di[1-metil-1-(fenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in	
¹ H-NMR Spektrumu Spektrumu (8)	44

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

BAZI DİASETAMİDO VE DİKETO SÜLFÜRLERİN SENTEZİ

Oğuzhan ALTUNGÖK

Fırat Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı

2007, Sayfa: VIII+50

Bu çalışmada asetamit klorürler ve α -klorketon sentezlendikten sonra, diasetamido ve diketo sülfürler etilalkol içinde Na_2S ile hazırlandı. Ayrıca bu bileşiklerden bazıları glikoksil ile etkileştirilerek 2,5 di açıl tiyofen bileşikleri elde edildi. Daha sonra bu bileşiklerin türevleri hazırlandı.

Saflaştırma işlemleri için, destilasyon ve kristalizasyon yöntemleri kullanıldı. Sentezlenen bileşiklerin yapıları, FT-IR, ^1H -NMR ve ^{13}C -NMR teknikleri ile karakterize edildi.

Anahtar Kelimeler : Diasetamido, Diketo Sülfür.

ABSTRACT

Master Thesis

SYNTHESIS OF SOME COMPOUNDS DIACETAMIDO AND DIKETO SULFIDES

Oğuzhan ALTUNGÖK

Fırat University
Graduate School of Natural and Applied Sciences,
Department of Chemistry

2007, Page: VI+50

In this work, after acetamidechloro and α -chloroketone were synthesised diacetamido and diketo sulfides were prepared by Na_2S in ethanol. In addition some of this compounds were effected with glyoxal and 2,5 diacilthiophenes compounds were achieved. And then derivatives of this compounds were prepared.

Destilation and crytalization techniques were used in purification procedures. Structure of compounds Synthesized were characterized by, FT-IR, ^1H -NMR, and ^{13}C -NMR. techniques.

Keywords: Diacetamido, Diketo Sulfides.

1. GİRİŞ

Diasetamido ve diketo sülfürlerin sentezi, karakterizasyonu ve biyolojik aktiviteleri ile ilgili çalışmalar bölümümüzde mevcuttur[1]. Yapılan literatür çalışmalarında aset anilit türevleri anesteziya, antipretik, aniflomatori ve anti bakteri al aktiviteler gibi biyolojik aktivitelere sahip olduğu rapor edilmiştir[2-7]. Bunlarla birlikte histamin resaptör antagonist aktivite geniş antiestrogenik aktivite, ağrı kesici ve sakinleştirici özellik gösterdiğinden asetanilit türevleri bazı ilaçların hazırlanmasında kullanılmaktadır[8-13]. Ayrıca kullandığımız diğer yapı ise siklobütan türevleri, tıpta geniş olarak kullanılmaktadırlar. Örneğin; fenilsiklobütan karboksilik asit esteri prostaglandinlerin çıkış maddelerinden biridir (Patent, 1975) [14]. Yine literatüre göre yapısında siklobütan bulunduran naftalin ve türevleri bileşikler biyolojik aktif bileşiklerdir[15]. Aynı zamanda ilaç olarak kullanılabilirler.

Yine Alman kimyager tarafından sentezlenen siklobütanlı bir bileşik olan (Cl-fenilsiklobütıl) alkil aminin (veya tuzlarının) farmakolojik etkileri incelenmiştir. Bu bileşikler nörolojik hastalıklara karşı kullanılmıştır. Daha sonraları ise geniş olarak kullanılan reserpin ilacı yerine kullanılmaya başlanmıştır. Diğer taraftan 1,1,3-trisüstitüe siklobütanların aromatik epoksitleri modifikatör ve stabilizatör özellik gösterirler.

Bu çalışmada elde ettiğimiz maddelerin yukarıdaki özelliklerinden dolayı önemlidirler. Diğer taraftan sentezlenen maddeler bu sahadaki bilim adamlarının çalışmalarına bir zemin hazırlamış olacaktır.

Son zamanlarda organik kimya alanında özellikle organik sentezlerde önemli problemlerden birisi geniş antimikrobiyal ve biyolojik aktiviteye sahip polifonksiyonel ve heteroatom ihtiva eden halkalı bileşiklerin sentezi oluşturmaktadır ayrıca bu yöndeki gerekli bilgi ve tecrübenin oluşması da gerek ekonomik açıdan gerekse akademik açıdan ülkemiz için faydalı olacaktır

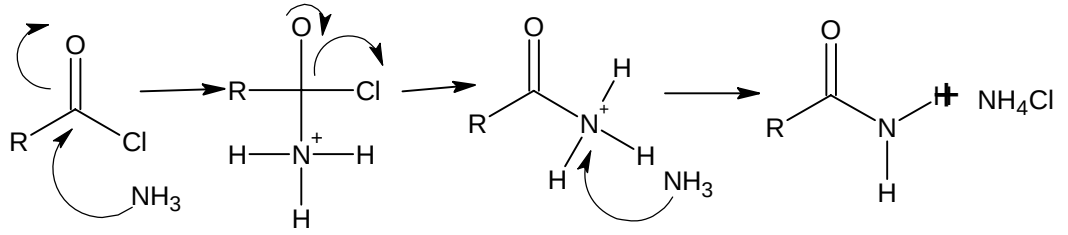
1.2. Amitler

Amitler çeşitli yöntemlerle açıl klorürlerden, açıl anhidritlerden, esterlerden, karboksilik asitlerden ve karboksilik asit tuzlarından çıkılarak elde edilir. Bu yöntemlerin hepsi de açıl karbonunda, amonyak veya aminin yer aldığı nükleofilik katılma-ayırılma tepkimesi içerir. Beklendiği gibi asit klorürleri en etkin ve karboksilat anyonları en az etkin olan türevleridir

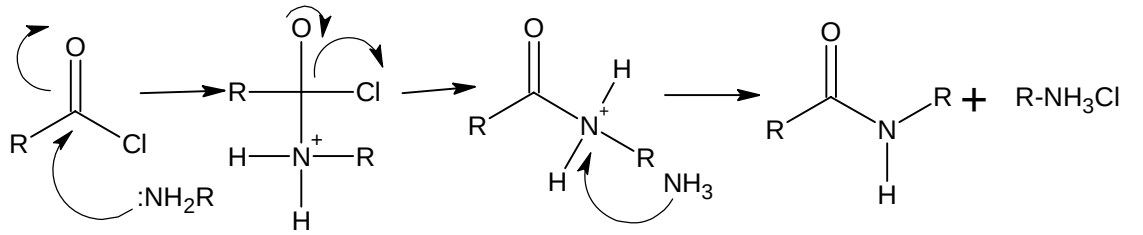
1.1.1. Amitlerin Sentezleri

1.1.1.1 Açıl klorürlerden Amitler

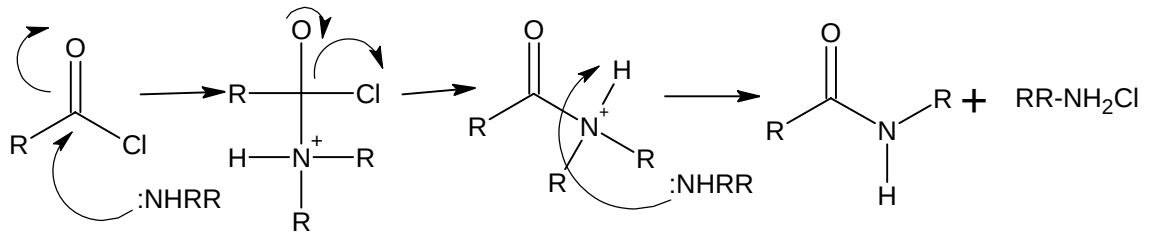
Birincil aminler, ikincil aminler ve amonyak açıl klorürlerle hızlı tepkimeler vererek amitleri oluştururlar. Oluşan HCl'yi nötrleştirmek için amonyak veya aminin fazlası kullanır.



Bir amit



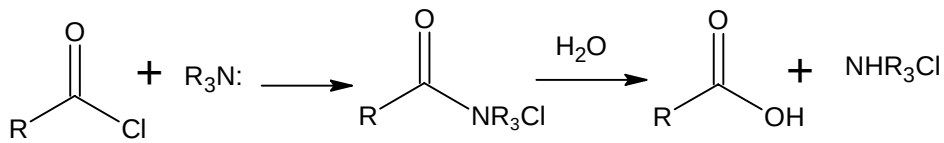
Bir N-süstitüe amit



Bir NN-disüstitüe amit

Açıl klorürler karboksilik asitlerden kolayca elde edildiğinden bu yöntem, amitlerin sentezi için laboratuvar da en çok kullanılan yöntemlerden biridir. Açıl klorürler ve amin (veya amonyak) arasındaki tepkime genellikle oda sıcaklığında (veya daha düşük sıcaklıklarda) oluşur ve yüksek verimle amit elde edilir.

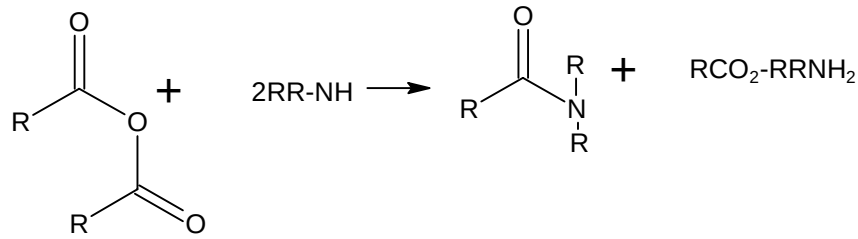
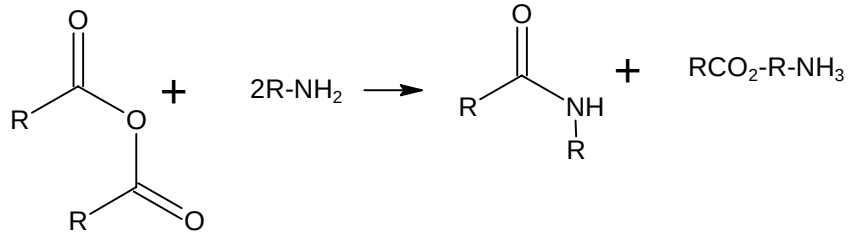
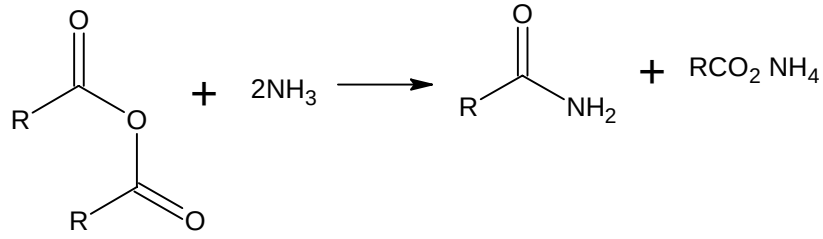
Açıl klorürler üçüncül aminlerle de nükleofilik katılma-ayrılma tepkimesi verirler. Oluşan açılmonyum iyonu sulu ortamda veya herhangi bir hidroksilik çözücünde kararlı değildir.



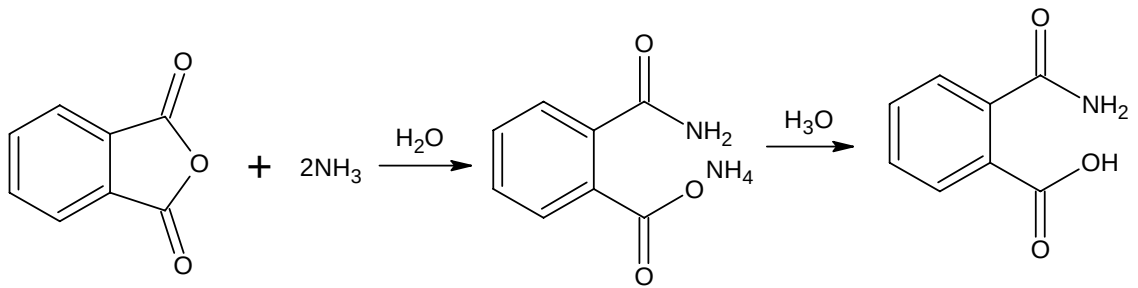
Açılpidinyum iyonları muhtemelen piridinli ortamda açıl klorürlerin verdiği tepkimelerde ara ürün olarak bulunurlar

1.1.1.2. Karboksilik Anhidritlerden Amitler

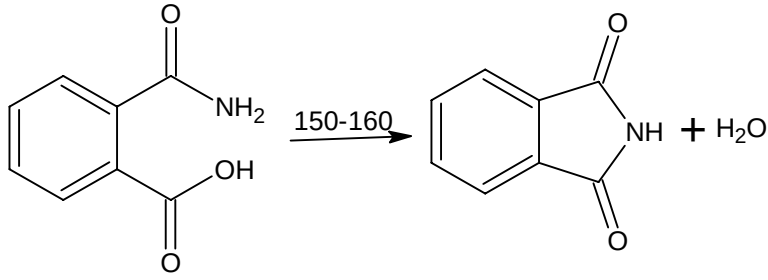
Asit anhidritler amonyakla, birincil ve ikincil aminlerle tepkimeye girerek, açıl klorürlerin vermiş olduğu tepkimelere benzer şekilde, amitleri oluştururlar.



Halkalı anhidritler, amonyak veya aminlerle, halkalı olmayan anhidritlerin verdiği gibi, aynı genel yolla tepkime verirler; tepkime hem bir amit ve hem de bir amonyum tuzu içeren bir ürün verir. Amonyum tuzunun asit len dirilmesi sonucu oluşan ürün hem bir amit hem de bir asit bileşiğidir.

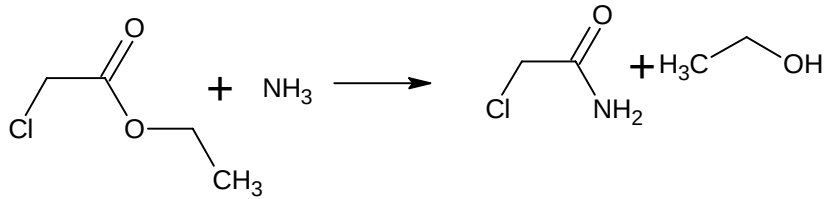
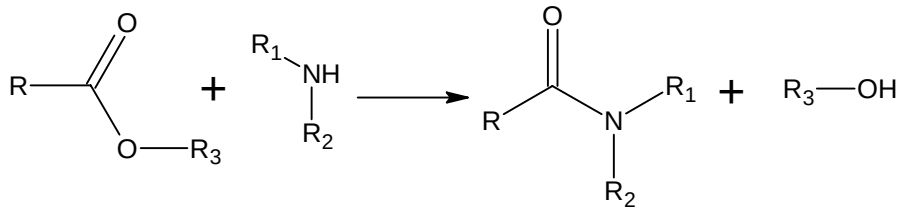


Amit asitin ısıtılması su ayrılmasına yol açar ve bir imit oluşur. İmitler $\text{R}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{R}$ bağlantısı içerir.



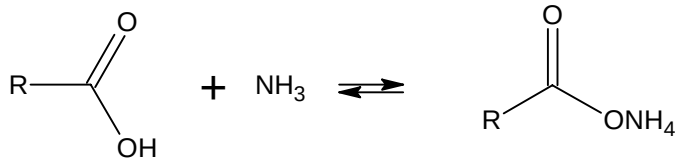
1.1.1.3 Esterlerden Amitler

Esterler açıl karbon atomları üzerinden amonyak ile veya birincil ya da ikincil aminlerle etkileştirildiklerinde nükleofilik katılma-ayrılma tepkimeleri verirler. Bu tepkimeler açıl klorürlerin ve anhidritlerin tepkimelerine göre daha yavaş gerçekleşir fakat sentetik olarak oldukça yararlıdır.

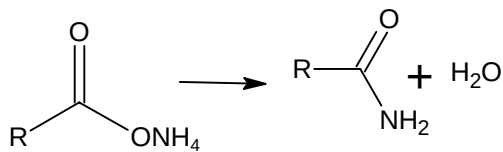


1.1.1.4. Karboksilik Asitlerden ve Amonyum Karboksilattan Amitler

Karboksilik asitler sulu amonyakla tepkimeye girerek amonyum tuzları oluştururlar.



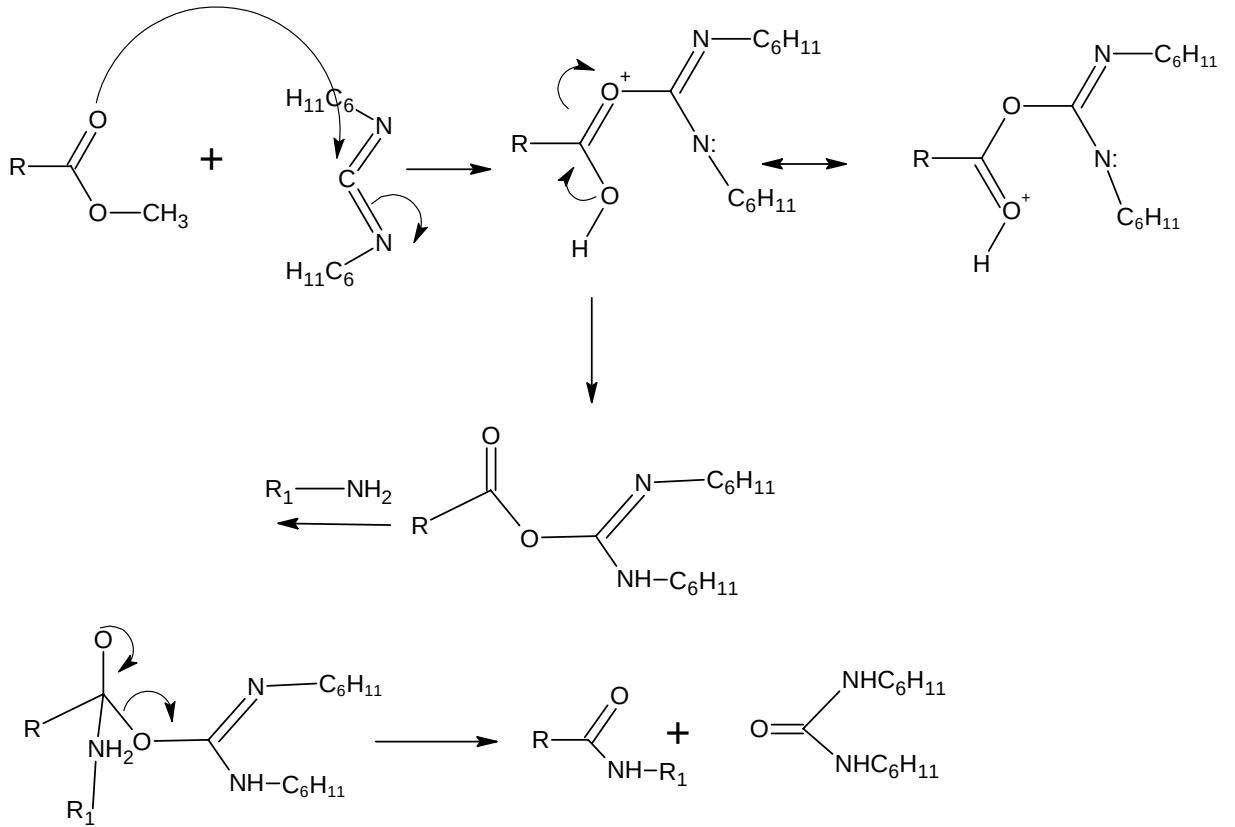
Karboksilat iyonunun nükleofilik katılma-ayrılma tepkimelerindeki etkinliğinin az olması nedeniyle sulu çözeltilerde genellikle daha ileri bir tepkime gerçekleşmez. Buna rağmen eğer su buharlaştırılır ve ardından kuru tuz ısıtılırsa su ayrılması sonucu bir amit oluşur.



Bu yöntem amit elde edilmesinde iyi bir yöntem değildir. Daha iyi bir yöntem, asidin açıl klorüre dönüştürülmesi ve daha sonra açıl klorürün amonyak veya aminle etkileştirilmesidir.

Amitler biyokimya da oldukça önemlidirler. Ayrı ayrı amino asitlerin birbirleriyle birleşmesi sonucu aralarında başlıca amit bağı olan proteinler oluşur. Amit sentezleri için yeni ılımlı yöntemler bulmak amacıyla çokça yeni araştırma yapılmaktadır. Çok yararlı reaktiflerden biri disikloheksilkarbodiimittir. (DCC) $C_6H_{11}-N=C=N-C_6H_{11}$ Disikloheksilkarbodiimit, bir asidin karboksil grubuyla tepkimeye girerek ve nükleofilik katılma-ayrılmayı etkinleştirerek, amit oluşumunu destekler.

Tepkime İçin Bir Mekanizma



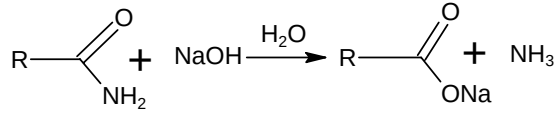
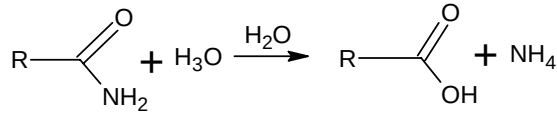
DCC-Destekli Amit Sentezi

Bu sentezde ara ürünün izole edilmesine gerek yoktur ve her iki basamak oda sıcaklığında gerçekleşir. Amitler oldukça yüksek verimle oluşur.

1.1.1.5. Amitlerin Hidrolizi

Amitler sulu asit veya sulu baz içerisinde ısıtıldığında hidroliz olurlar.

Asidik Hidroliz

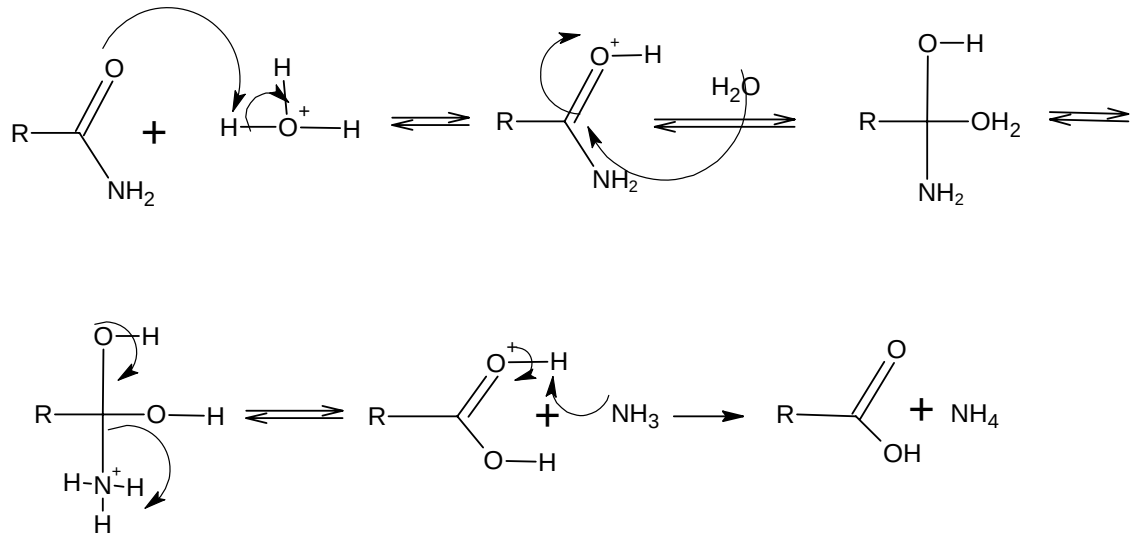


Bazik Hidroliz

N-Süstitüe amitler ve N,N- disüstitüe amitler de sulu asit veya baz çözeltileriyle hidrolizlenirler. Amithidrolizleri, her iki yöntemde ona karşılık gelen ester hidrolizlerinden daha yavaştır. Bu yüzden amit hidrolizleri genellikle daha fazla zorlayıcı deney şartları gerektirir.

Amitlerin asidik hidroliz tepkimelerinin mekanizmaları, esterlerin asidik hidrolizlerinin mekanizmasına benzer. Su, nükleofil olarak davranır ve protonlanmış amide atak yapar. Amidin asit hidrolizinde ayrılan grup amonyaktır (veya bir amin).

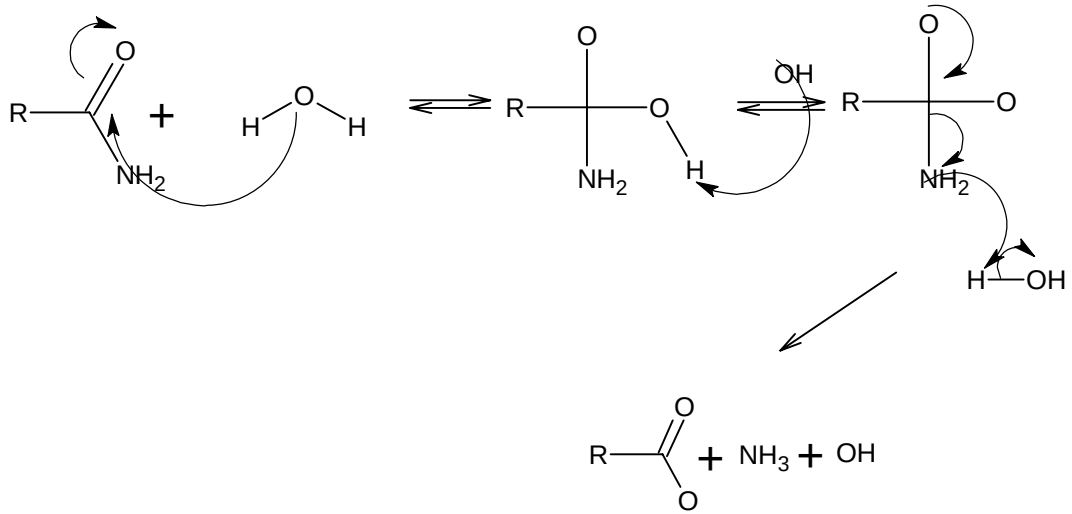
Tepkime İçin Bir Mekanizma



Bir Amid in Asidik Hidrolizi

Amitlerin bazik hidrolizlerinde, hidroksit iyonunun hem nükleofil ve hem de baz olarak davrandıkları yönünde kanıtlar vardır.

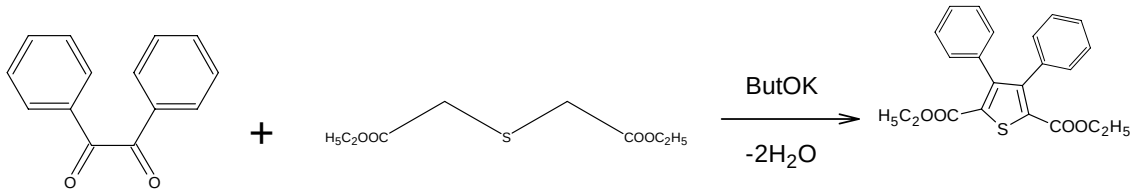
Tepkime için Bir Mekanizma



Bir Amid in Bazik Hidrolizi

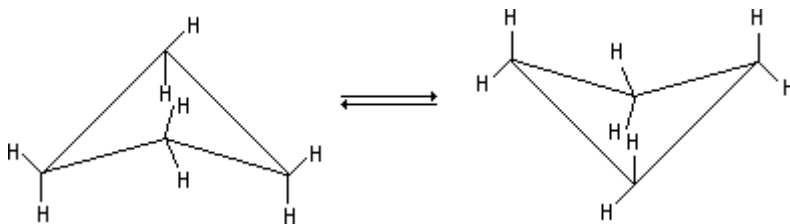
1.2. Hinsberg Yöntemi

Bu yöntemde 1.2- Dikarbonil bileşikleri ile Tiyodiasetat'lar birbirini izleyen iki aldol tipi kondenzasyona uğrayarak tiyofenleri oluştururlar. Örneğin, Benzilin Dietiltiyodiasetat ile reaksiyonunun 2,5-Dikarbetoksi -3,4-difenil-tiyofen meydana gelir.



1.3. Siklobütan ve Türevleri

C_4H_8 kapalı formülüne sahip alisiklik bir bileşiktir, apolar olduğu için molekeller arasında Vander Wals etkileşimleri mevcuttur. Oda sıcaklığında renksiz ve yanıcı bir gazdır, suda çözünmez K.N. : 12°C ve EN : -80°C 'dir (Solomons, 1984).



Siklobütan kelebek kanadı konformasyonları

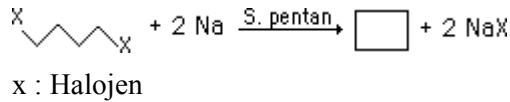
1.3.1. Siklobütanda stereoizomerlik

Siklobütanda halkadan dolayı karbonların kendi eksenini etrafında dönmeleri engellenmiştir. Bunun sonucu olarak "Geometrik İzomeri" oluşmuştur.

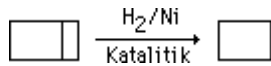
Siklobütanda geometrik izomerin oluşması için en az iki grup olması gerekir. Bu durumda siklobütanın daha çok cis izomerleri oluşur. Siklobütana üç grup bağlandığında asimetric karbon atomu oluşur ve optik izomeri görülür.

1.3.2. Siklobütanın eldesi

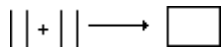
Siklobütan eldesi için en uygun yol 1,4-dihalobütan'la yapılan Wurtz yöntemidir. Bu yöntemle siklobütan türevlerini de elde etmek mümkündür. Bu yöntemde verim düşüktür, seyreltik hekzan veya pentanlı çözeltiler kullanılarak verim arttırılabilir (Ün, 1971).



Siklobütanın katalitik hidrojenlenmesinden de siklobütan oluşur. Önce nikel üzerine hidrojen gazı gönderilir, metalin etkisiyle H-H sigma bağı açılır ve metal-H bağı oluşur. Daha sonra siklobütan metal üzerine gönderilir, pi bağları metal ile etkileşir ve siklobütan oluşur. Daha sonra metalin yüzeyinden uzaklaşır. Bu olay 100°C'de olur (Ün, 1971).



Siklo katılma reaksiyonları bir tür Diels-Alder reaksiyon'u olup ısı ve ışın etkisiyle siklobütan oluşabilir (Solomons, 1984).



Siklobütanların reaksiyonları; düz zincirli alkanlardaki gibi radikalik halojenlenme reaksiyonu verir. Paladyumla hidrojenin katalitik olarak siklobütanı etkilemesi sonucu halka açılır ve bütan oluşur. Siklobütan renksiz yanıcı bir gazdır. Soğukta HI ve KMnO₄'a karşı dayanıklı olup parçalanmaz.

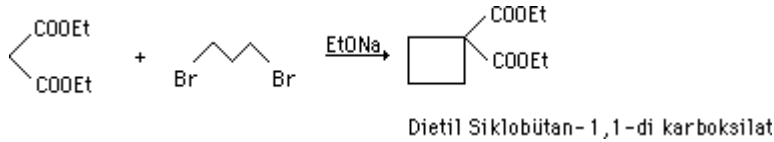
1.3.2.1. Siklobütanın spektroskopik özellikleri

1,3-süstitüe siklobütan'larda dihedral açının cis durumunun trans durumundan küçük olduğu görülür, cis protonları açısından dihedral açı 30°, transta ise 140°C'dir. Cis konumunda

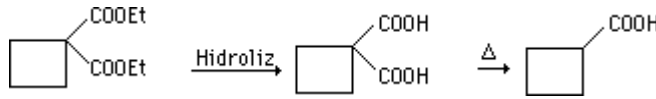
dihedral açısının küçük olması büyük etkileşmeye sebep olur. Dolayısıyla yüksek alanda çıkarlar. Siklobütanın $^1\text{H-NMR}$ pikleri bağlı olan gruplara bağlı olarak 2-3 ppm'de çıkar. IR'de ise 2980-2900 cm^{-1} 'de C-H gerilme titreşimlerinin piki çıkar. 1325 cm^{-1} 'de ise C-H eğilme piki çıkar (Balcı, 1986; Erdik, 1993).

Siklobütan türevlerine verilebilecek ilk örnek siklobütan karboksilik asittir. William Perkin bir seri reaksiyon sonucu aşağıda gösterildiği gibi 1985 yılında elde etmiştir.

Malon esteri ve trimetilen bromür aşağıdaki gibi etkileşir.



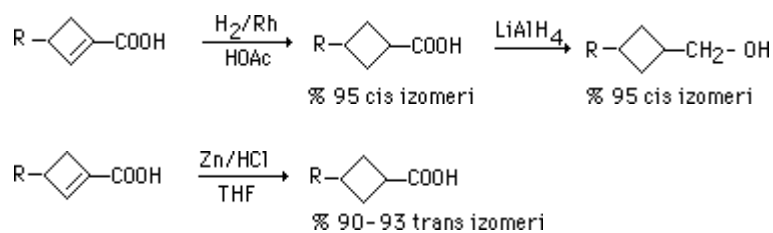
Bu reaksiyon iki kademeli bir reaksiyondur. İkinci kademede intramoleküler bir reaksiyondur. Malonik asit esteri hidroliz olunca malonik asite dönüşür. Genel olarak α -dikarboksilik asitler yüksek sıcaklıklarda kararlı değildirler. 150-200°C'de 1 mol CO_2 kaybederek monokarboksilik asite dönüşürler. Hidroliz ve dekarboksilasyonu aşağıda verilmiştir.



Literatürde siklobütan türevlerinin sentezinde iki önemli özellik sözkonusudur. Birincisi genel olarak çıkış maddesi olarak malon esteri ikincisi ise siklobütan türevi olarak siklobütanlı karboksilik asit türevlerine geçilmektedir.

1,3-Substitüe siklobütan karboksilik asitler ve türevlerinin stereoizomerlerinin sentezleri; yapılan bir çalışmada siklobütan karboksilik asitlerin cis-trans-1,3-Sübstitüe türevlerinin izomerlerinin sıvı kristalleri elde edilmiştir. Malon esterinden çıkarak 3-(4-propilfenil) siklobütan karboksilik asit elde edilmiş, oluşan ürünün asit kısmı p-flor fenolle esterleştirilerek p-florfenol [3-(4-propilfenil)] siklobütan karboksilat hazırlanmıştır. Bu ürün 50:50 cis-trans izomer karışımı içerdiği tayin edilmiştir. Oluşan ürünleri çeşitli kromatografik yöntemler ile ayırmak mümkündür (Eckehard and Schmidt, 1990). Fakat miktar azdır. Artırmak için (cis-trans) literatürde şöyle bir yol önerilmiştir: Uygun bir aldehit piperidinle etkileştirilir ve enamin oluştururlar. Buna etakrilat katılır ve baz katalizli eliminasyonundan sonra hidroliz yapılır. Ele geçen bileşik 3-alkil, 1-siklobüten, 1-karboksilik asittir. oluşan bu ürün çabuk polimerleştiğinden önceden destile esnasında dikkatli olmak gerekir (Brannock vd., 1964).

1-siklobüten 1-karboksilik asidi çeşitli şekillerde indirgeyerek cis-trans oranlarını arttırmışlardır (Eckehard and Schmidt, 1990).



2. MATERYAL ve METOT

2.1. Kullanılan Araç ve Gereçler

- Cam malzeme olarak; çeşitli ebatlarda balonlar, soğutucular, damlatma hunileri, ayırma hunileri, huniler, erlen mayerler, beherler, büretler ve kılcal borular,
- Tartım için; Gec Avery ve Chyo JL 180 model terazi,
- IR spektrumları için Mattson 1000 FT-IR spektrometre (Fırat Üniv., Elazığ),
- ¹H-NMR spektrumu için VARIAN-MERCURY-PLUS 400 MHz ¹H-NMR spektrometre (Atatürk Üniversitesi, Erzurum),
- ¹³C-NMR spektrumu için VARIAN-MERCURY-PLUS 100 MHz ¹³C-NMR spektrometre (Atatürk Üniversitesi, Erzurum),
- Erime noktası tayin cihazı (Gallenkamp),
- Mağnetik ve mekanik karıştırıcılar,
- Vakum pompası,
- Soğutucu olarak; tuz-buz banyoları, Kriyostat
- Termostat
- 100 ve 360°C'lik termometreler
- Desikatör
- CaCl₂ kurutma tüpü
- Döner buharlaştırıcı,
- Kurutma işlemi için Elektro - Mag M 50 model etüv,
- Isıtma için; su banyoları, ısıtıcı mantolar, termostat, yağ banyosu, manyetik ısıtıcı ve karıştırıcılar

2.2. Kullanılan Kimyasal Maddeler

2.2.1. Reaktant olarak

Na₂S, HCl, H₂SO₄, p-kloranilin, aminosikloheksan, p-nitroanilin, klorasetilklorür, p-metoksianilin, 3-nitroanilin K₂CO₃, NaHCO₃, NaOH, KOH ve CH₃COOH.

2.2.2. Kullanılan Çözücüler

Dietil eter, etil alkol, aseton, dioksan, benzen, dimetil sülfoksit, metanol, diklormetan, DMF, n-hekzan, sikloheksan, CCl₄, etilasetat, toluen ve kloroform.

2.2.3. Kurutucular

P₄S₁₀, CuSO₄, CaCl₂, Na, P₂O₅, ve MgSO₄

2.3. Saflaştırma

Deneylerde kullanılan bütün çözücüler ve diğer kimyasal maddeler literatürde belirtildiği şekilde saflaştırıldı [30]

2.3.1. Etil Alkol

Ticari olarak 600 °C' de kurutulmuş CaO ilave edilip 24 saat bekletildikten sonra yine CaO üzerinden iki kere damıtılarak kullanıldı [16, 30].

2.3.2. Metanol

Metanol, CaO ile birlikte geri soğutucu altında kaynatıldıktan sonra destile edildi. Çok saf metanol elde etmek için geri soğutucu takılı, 2 litrelik dibi yuvarlak bir balona, 5 g Mg, 0.5 g I₂ ve 70 cm³ CaO üzerinde destillenmiş metanol konuldu. İyodun rengi gidene kadar kaynatıldı. Sonra CaO üzerinde destillenmiş 900 cm³ metanol katılarak yarım saat daha kaynatıldı. Atmosfer basıncında destile edildi.

2.3.3. Eter

Eterdeki başlıca safsızlıklar su, etanol ve peroksit olabilir. Bir miktar eteri aynı hacimde % 2' lik KI ve birkaç damla seyreltik HCl ile çalkalamakla ele geçen karışım nişasta çözeltisi ile bir renk verirse eterde peroksit olduğu anlaşılır. Peroksitleri eterden uzaklaştırmak için 60 g FeSO₄, 6 cm³ derişik H₂SO₄ ve 110 cm³ su ile elde edilen çözeltinin 20 cm³' ü 1 lt eter ile çalkalandı. Eter fazı alınıp içerisine susuz CaCl₂ ilave edildi. Daha sonra karışım süzülerek süzütünün herbir litresine 3 g Na preslendi. Atmosfer basıncında destillenip mutlak eter olarak reaksiyonlarda kullanıldı.

2.3.4. Kloroform

Ticari çözücünde stabilizör olarak % 1 etil alkol vardır. Bu aşağıdaki işlemlerden biri ile uzaklaştırılır.

1) Kloroform; 5-6 defa hacminin yarısı kadar su ile çalkalanır. En az bir gün CaCl₂ üzerinde kurutulur ve damıtılır.

2) Kloroform; 2-3 defa bir miktar % 5'lik sülfürik asit ile çalkalanır, suyla yıkanır, susuz CaCl₂ veya K₂CO₃ ile kurutulur ve damıtılır. Kloroform, metalik Na ile damıtılmaz, bir patlama olabilir. Saf kloroform 61°C (760 mm Hg)'de kaynar.

2.3.5. Aseton

En çok kullanılan yöntem kuru K_2CO_3 ile birgün bekletilip destillelemektir. Daha ileri saflıkta aseton için kuru fosfor pentaoksit üzerinden damıtılır.

2.3.6. Hekzan ve Benzen

Hekzan ve benzen gibi maddelerin kurutulmasında susuz $CaCl_2$ ilave edilip bir gece bekletildikten sonra metalik Na üzerinden damıtılarak saflaştırma yapılır.

2.3.7. Asetonitril

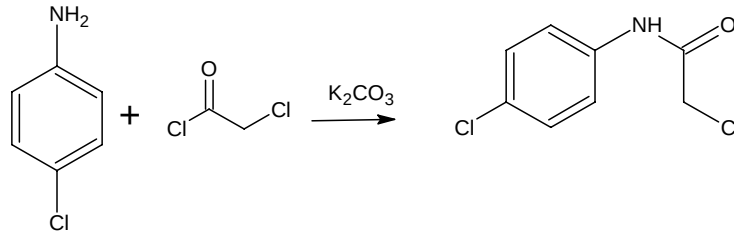
Asetonitril % 59.5 saflıktadır. Safsızlık olarak su, asetamit, amonyum asetat ve amonyak içerebilir. $CaSO_4$ veya $CaCl_2$ ile suyu giderilebilir. Yüksek derecede saflığı gidermek için CaH_2 ile karıştırılarak damıtılır.

2.3.8. Dioksan

Yeterince $CaCl_2$ içinde bir gece bekletildi, süzüldü ve destile edildikten sonra hazırlanmış metalik Na ilave edilip $CaCl_2$ tüpü ile tanzim edilen kapta toplandı.

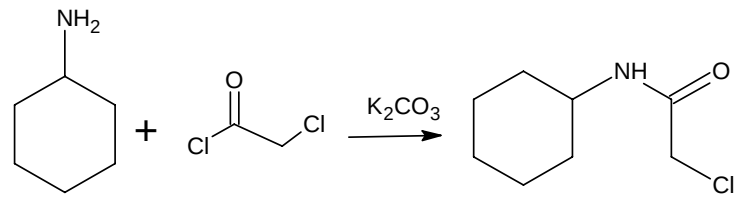
2.4. Deneyler

2.4.1. 2-kloro-N-(4-klorofenil)asetamit (1a)



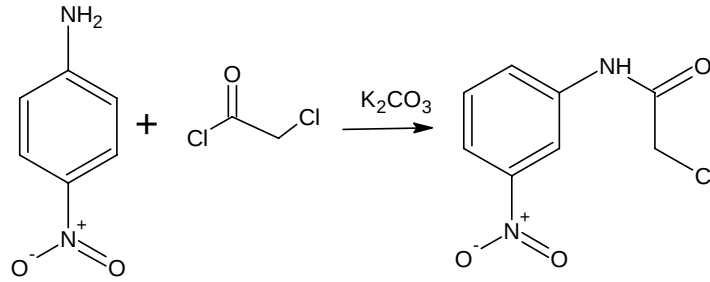
Bir reaksiyon balonuna (0.01 mol) p-klor anilin 100 mL aseton konularak oda şartlarında yarım saat karıştırıldı, (0.01 mol) K_2CO_3 eklendi daha sonra (0.01 mol) klorasetilklorür damla damla verildi çöken katı süzülüp suyla yıkandıktan sonra kurutulup alkolde kristallendirildi oluşan kristal beyaz renkli olup verimi 65 %, e.n: 182-183 °C

2.4. 2-kloro-N-sikloheksilasetamit (1b)



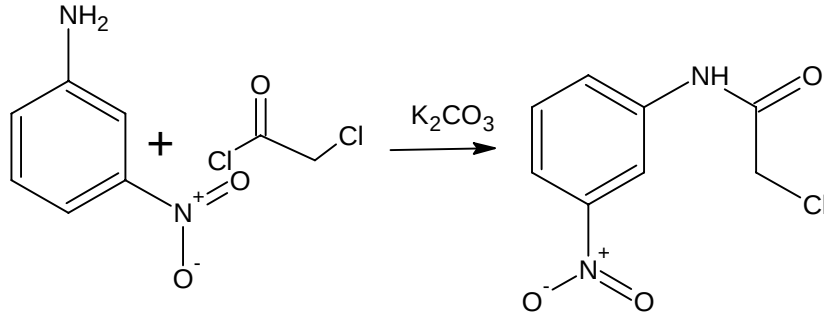
Bir reaksiyon balonuna (0.01 mol) sikloheksilamin 100 mL aseton konularak oda şartlarında yarım saat karıştırıldı, (0.01 mol) K_2CO_3 eklendi daha sonra (0.01 mol) klorasetilklorür damla damla verildi çöken katı süzülüp suyla yıkandıktan sonra kurutulup aikalde kristallendirildi oluşan kristal beyaz renkli olup verimi 77 %, e.n: 156-157 °C.

2.4. 3. 2-kloro-N--(4-nitrofenil)asetamit (1c)



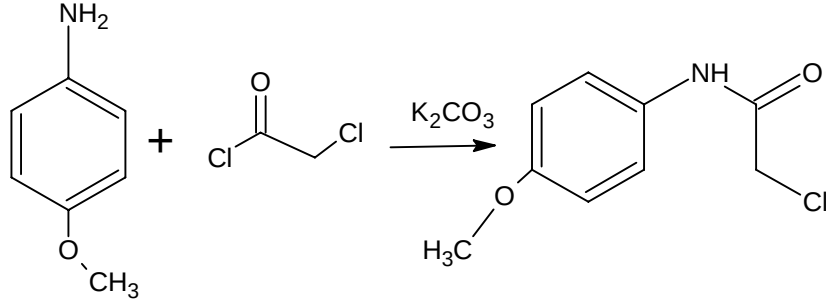
Bir reaksiyon balonuna (0.01 mol) p-nitro anilin 100 mL aseton konularak oda şartlarında yarım saat karıştırıldı, (0.01 mol) K_2CO_3 eklendi daha sonra (0.01 mol) klorasetilklorür damla damla verildi çöken katı süzülüp suyla yıkandıktan sonra kurutulup aikalde kristallendirildi oluşan kristal beyaz renkli olup verimi 82 %, e.n: 161-162 °C.

2.4. 4. 2-kloro-N--(4-nitrofenil)asetamit (1d)



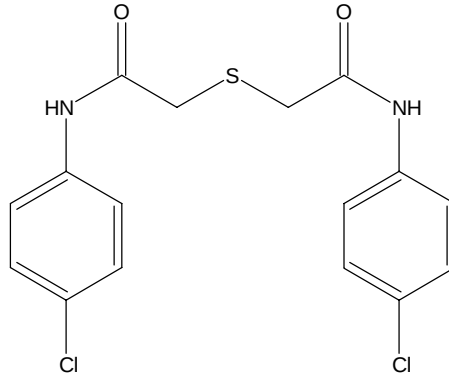
Bir reaksiyon balonuna (0.01 mol) 3-nitro anilin 100 mL aseton konularak oda şartlarında yarım saat karıştırıldı, (0.01 mol) K_2CO_3 eklendi daha sonra (0.01 mol) klorasetilklorür damla damla verildi çöken katı süzülüp suyla yıkandıktan sonra kurutulup aikalde kristallendirildi oluşan kristal beyaz renkli olup verimi 78 %, e.n: 159-160 °C.

2.4. 5. 2-kloro-N--(4-metoksifenil)asetamit (1e)



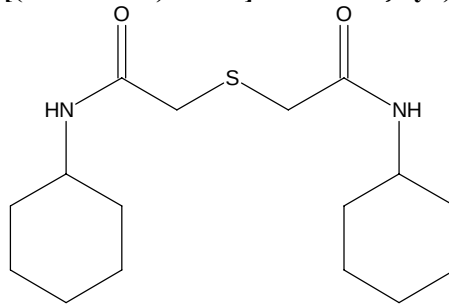
Bir reaksiyon balonuna (0.01 mol) 4-metoksi anilin 100 mL aseton konularak oda şartlarında yarım saat karıştırıldı, (0.01 mol) K₂CO₃ eklendi daha sonra (0.01 mol) klorasetilklorür damla damla verildi çöken katı süzülüp suyla yıkandıktan sonra kurutulup aikalde kristallendirildi oluşan kristal beyaz renkli olup verimi 88 %, e.n: 170-171 °C.

2.4. 6.N-(4-klorofenil)-2-({2-[(4-klorofenil)amino]-2-oksoetil}tiyo)asetamido(2a)



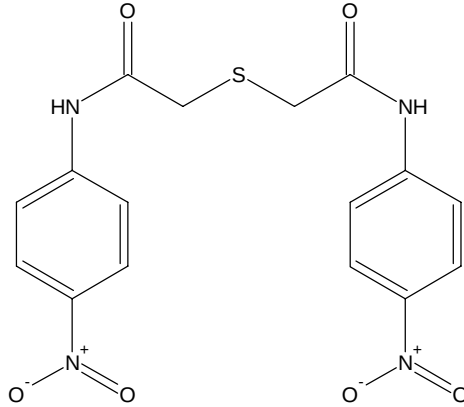
Bir reaksiyon balonuna (0.01 mol) **1a** (0,05 mol) Na₂S₉H₂O, 60 ml etil alkol geri soğutucu altında 12 saat 55-60 °C de reaksiyona devam edildi. Çözücüsü uzaklaştırılıp kloroformda çözülüp heksamda çöktürülüp kurutulduktan sonra etil alkolde kristallendirildi. verimi 74 %, e.n:271-272 °C.

2.4. 7.N-(sikloheksil)-2-({2-[(sikloheksil)amino]-2-oksoetil}tiyo)asetamido(2b)



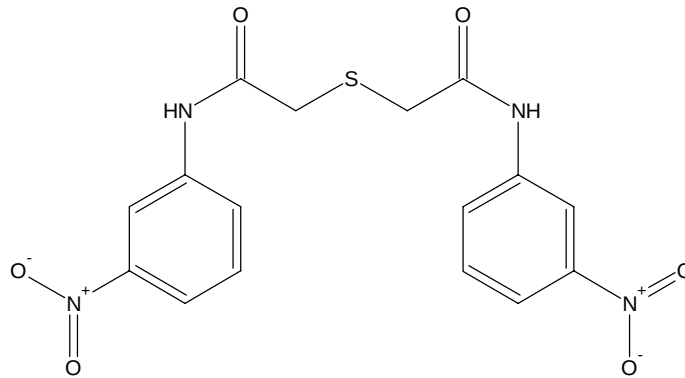
Bir reaksiyon balonuna (0.01 mol) **1b** (0,05 mol) $\text{Na}_2\text{S}_9\text{H}_2\text{O}$, 60 ml etil alkol geri soğutucu altında 12 saat 55-60 °C de reaksiyona devam edildi. Çözücüsü uzaklaştırılıp kloroformda çözülüp hekzamda çöktürülüp kurutulduktan sonra etil alkolde kristallendirildi. verimi 69 %, e.n:207-208°C.

2.4. 8 .N-(4-nitrofenil)-2-({2-[(4-nitrofenil)amino]-2-oksoetil}tiyo)asetamido (2c)



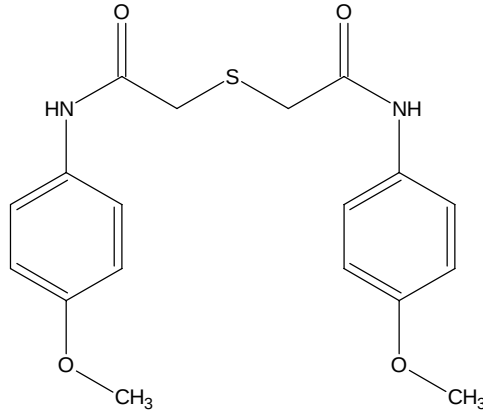
Bir reaksiyon balonuna (0.01 mol) **1c** (0,05 mol) $\text{Na}_2\text{S}_9\text{H}_2\text{O}$, 60 ml etil alkol geri soğutucu altında 12 saat 55-60 °C de reaksiyona devam edildi. Çözücüsü uzaklaştırılıp kloroformda çözülüp hekzamda çöktürülüp kurutulduktan sonra etil alkolde kristallendirildi. verimi 68 %, e.n:220-221 °C.

2.4. 9.N-(3-nitrofenil)-2-({2-[(3-nitrofenil)amino]-2-oksoetil}tiyo)asetamido (2d)



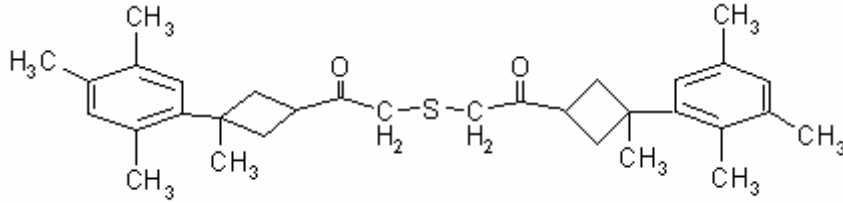
Bir reaksiyon balonuna (0.01 mol) **1d** (0,05 mol) $\text{Na}_2\text{S}_9\text{H}_2\text{O}$, 60 ml etil alkol geri soğutucu altında 12 saat 55-60 °C de reaksiyona devam edildi. Çözücüsü uzaklaştırılıp kloroformda çözülüp hekzamda çöktürülüp kurutulduktan sonra etil alkolde kristallendirildi. verimi 60 %, e.n:223-224 °C.

2.4.10.N-(4-metoksifenil)-2-({2-[(4-metoksifenil)amino]-2-oksoetil}tiyo)asetamido (2e)



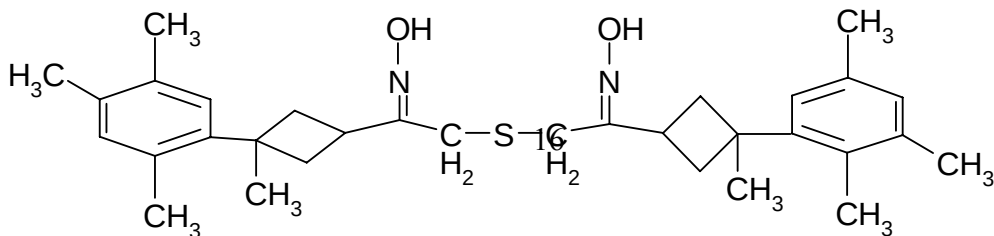
Bir reaksiyon balonuna (0.01 mol) **1e** (0,05 mol) $\text{Na}_2\text{S}_9\text{H}_2\text{O}$, 60 ml etil alkol geri soğutucu altında 12 saat 55-60 °C de reaksiyona devam edildi. Çözücüsü uzaklaştırılıp kloroformda çözülüp hekzamda çöktürülüp kurutulduktan sonra etil alkolde kristallendirildi. verimi 66 %, e.n:194-195 °C.

2.4.11. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksietil))sülfid'in sentezi(3)



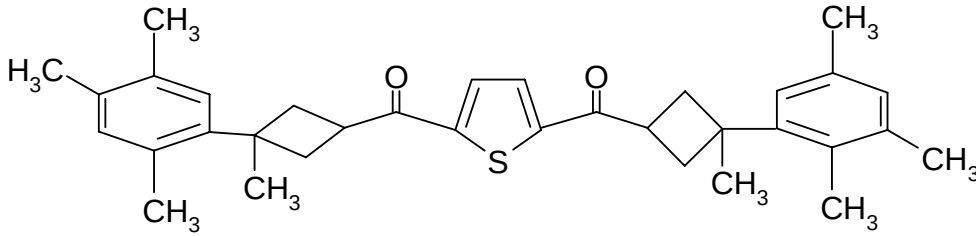
100 ml'lik reaksiyon balonuna 2.64gr (0.01 mol) 1-Mesitilenl-1-Metil-3-(2-Klor-1-Oksietil) Siklobütan, 1.2 gr (0.005 mol) $\text{Na}_2\text{S}_9\text{H}_2\text{O}$, 60 ml etil alkol geri soğutucu altında 12 saat 55-60°C'de reaksiyona devam edildi. Çözücüsü uzaklaştırılıp kloroformda Çözülüp hekzanda Çöktürüldü ve kurutularak etil alkolde kristallendirildi.Verim%.80, E.N.: 194.° İnce Tabaka çözücü sistemi : Kloroform/Eter (2/1), Elementel Analiz sonuçları; Teorik/Deneysel C: 78.32/78.24, H : 8.63/8.73, 11., S : 6.53/6.49; $\text{C}_{32}\text{H}_{42}\text{O}_2\text{S}$; Ma:490.

2.4.12. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il,-3-(1-oksietil)dioksim] sülfid'in sentezi(4)



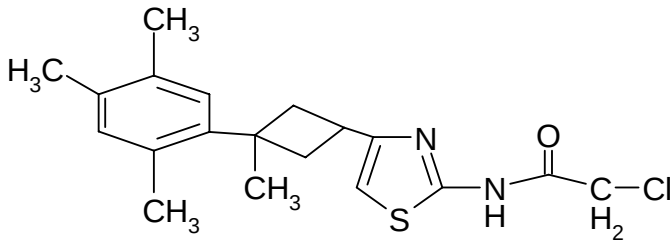
100 ml'lik reaksiyon balonuna Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksetil))sülfid 4.9 gr (0.01 mol), 2.13 gr (0.03 mol) hidroksilamin hidroklorür, 1.2 gr (0.03 mol) NaOH hazırlanıp 50 ml etanol içerisinde geri soğutucu ve termometre ile tahsis edilen reaksiyon balonuna 65-70°C'de 2 gün devam edildi. Buzlu suda çöktürülüp çökelek su ile yıkanarak açık havada kurutulup etil alkolde kistallendirildi. E.N.:293°C, verim%91, Elementel Analiz sonuçları; Teorik/Deneysel C: 73.80/73.79, H: 8.52/8.53, N: 5.38/15.28, S: 6.16/6.92, $C_{32}H_{44}N_2O_2S$, Ma: 520 g/mol.

2.4.13. 2,5-Di[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in sentezi(5)



100 ml'lik reaksiyon balonuna Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksetil))sülfid 4.9 gr (0.01 mol), 0.68 gr (0.01 mol) glioksal ilave edildi. 50 ml Metanol içerisinde geri soğutucu ve termometre ile tahsis edilen reaksiyon balonuna 65-70°C 'de 6 saat magnetik karıştırıcı altında devam ettirildi Buzlu suda çöktürülüp çökelek su ile yıkanarak açık havada kurutulup etil alkolde kistallendirildi. E.N.:243°C, verim%55, Elementel Analiz sonuçları; Teorik/Deneysel C: 79.64/79.62, H: 7.86/7.83, S: 6.25/6.22, $C_{34}H_{40}O_2S$, Ma: 512 g/mol.

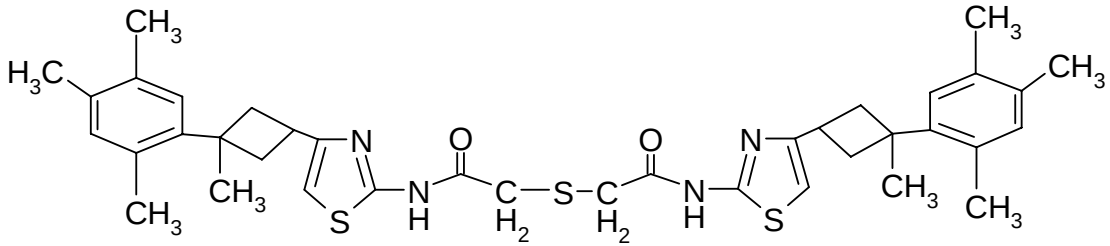
2.4.14 .4-[1-metil-(2,4,5trimetiltlenil)siklobütan-3-il]-2-(2-klorasetamido)tiyazol'un Sentezi(6)



4-[1-Metil-1-(2,4,5 trimetil fenil)-Siklobütan-3-il]-2-aminotiyazol, 2.86 gr (0.01 mol), 1.13 gr (0.01 mol) klorasetil klorür, 1.74 gr (0.01 mol) K_2CO_3 hazırlanıp 3 ağızlı reaksiyon balonuna $CaCl_2$ ve termometre tanzim edilip tiyazol ve K_2CO_3 hesaplanmış miktarda reaksiyon balonuna konuldu. Damlatma hunisi ile hesaplanmış miktarda klorasetil klorür damla damla verildi. Reaksiyon oda sıcaklığında 12 saat devam ettirildi. Süzüldü, süzüntü su ile

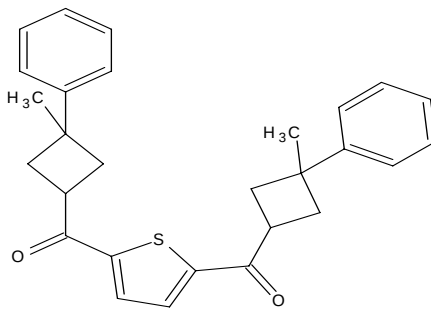
yıkayıp eter fazında ekstraksiyon yapıldı. MgSO₄ ile kurutuldu, süzülüp pH'nı 4 olduğu görüldü. çözücü evaporatörde uzaklaştırıldı, metilen klorürde çözülüp n-heksanda çöktürüldü ve aık havada kurutularak etil alkolde kristallendirildi. Verim %69 E.N.: 191°C, İnce Tabaka çözücü sistemi : Kloroform/Eter/Etil asetat (2/1/1), R_f : 0.47, Elementel Analiz sonuları; Teorik/Deneysel C: 62.86/62.97, H : 6.39/6.38, N : 7.72/7.70, S : 8.83/8.80, C₁₉H₂₃ClN₂OS; Ma:362.

2.4.15. Bis[1-metil-1-(2,4,5-trimetilfenil)siklobütan-3-il]-2-(2-oksetilamido) tiyazol sülfid'in sentezi(7)



100 ml'lik reaksiyon balonuna 3.62gr (0.01 mol) 4-[1-metil-(2,4,5-trimetilfenil)siklobütan-3-il]-2-(2-klorasetamido)tiyazol , 1.2 gr (0.005 mol) Na₂S.9H₂O, 60 ml etil alkol geri soğutucu altında 12 saat 55-60°C'de reaksiyona devam edildi. Çözücüsü uzaklaştırılıp kloroformda çözülüp heksanda çöktürüldü ve kurutularak etil alkolde kristallendirildi. Verim%.75, E.N.: 214°C İnce Tabaka çözücü sistemi : Kloroform/Eter/hegzan(1/1/5), Elementel Analiz sonuçları; Teorik/Deneysel C: 66.44/66.48, H : 6.75/6.73, N ; 8.16/7.99, S :14.00/13.98; C₃₈H₄₆N₄O₂S₃ ; Ma:686.

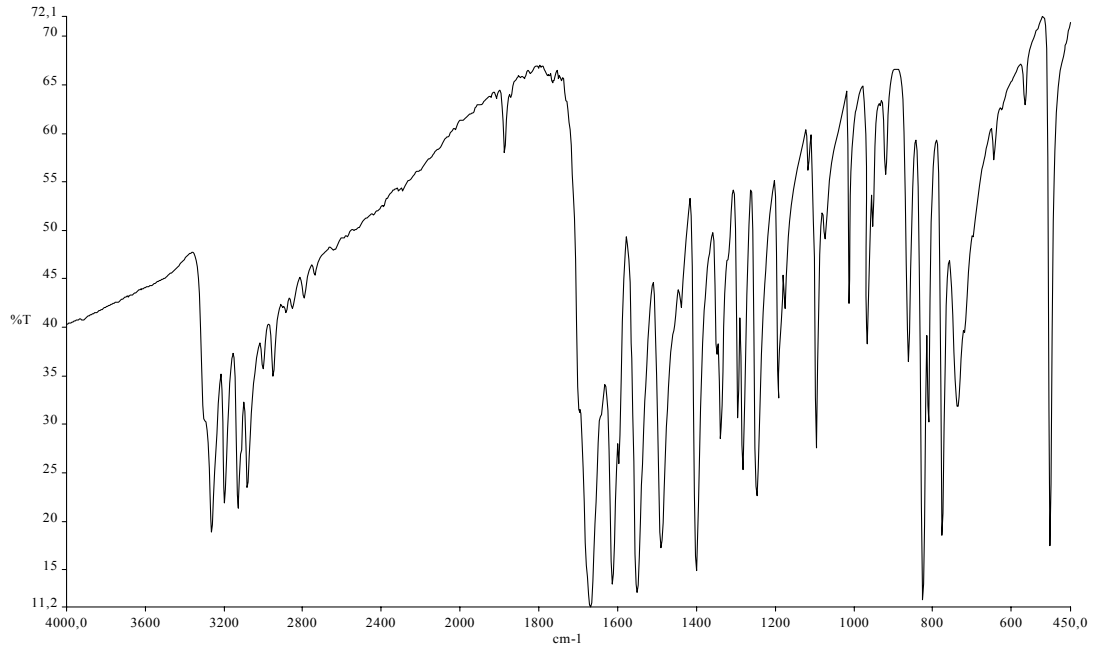
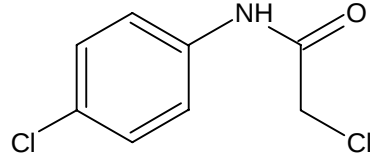
2.4.16. 2,5-Di[1-metil-1-(fenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in sentezi(8)



100 ml'lik reaksiyon balonuna Bis[1-metil-1-(2,4,5-trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksetil))sülfid 4.9 gr (0.01 mol), 0.68 gr (0.01 mol) gilioksal ilave edildi. 50 ml Metanol içerisinde geri soğutucu ve termometre ile tahsis edilen reaksiyon balonuna 65-70°C 'de 6 saat mağnetik karıştırıcı altında devam ettirildi Buzlu suda çöktürölüp çökelek su ile yıkanarak açık havada kurutulup etil alkolde kistallendirildi.E.N.:243°C,verim%55, Elementel Analiz sonuçları; Teorik/Deneysel C: 79.64/79.62, H :7.86/7.83, S : 6.25/6.22. , C₃₄H₄₀O₂S , Ma: 512 g/mol.

3. SONUÇLAR

3.1. 2-kloro-N-(4-klorofenil)asetamit (1a)



Şekil 1: 1a' nın IR Spektrumu

Fonksiyonel Grup (cm⁻¹)

Titreşim türü

3263

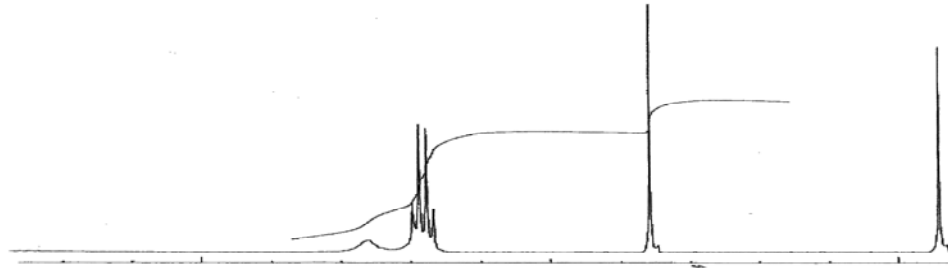
NH gerilme titreşimi

3135 – 3015

Aromatik C - H gerilme titreşimi

1670

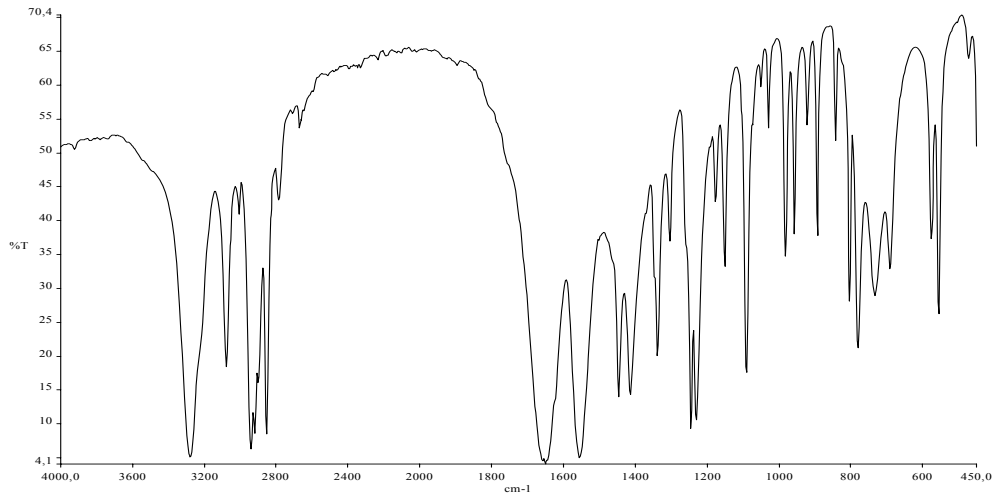
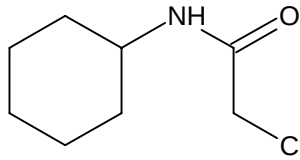
C=O gerilme titreşimi



Şekil 2: 1a' nin ^1H -NMR Spektrumu

^1H -NMR (90 MHz, CDCl_3 , ppm) : δ 8.27 (br, 1H, -NH), 7.23-7.82 (m, 4H, Ar-H), 4.21 (s, 2H, - $\text{CH}_2\text{-Cl}$).

3.2. 2-kloro-N-sikloheksilasetamit (1b)



Şekil 3: 1b' nin IR Spektrumu

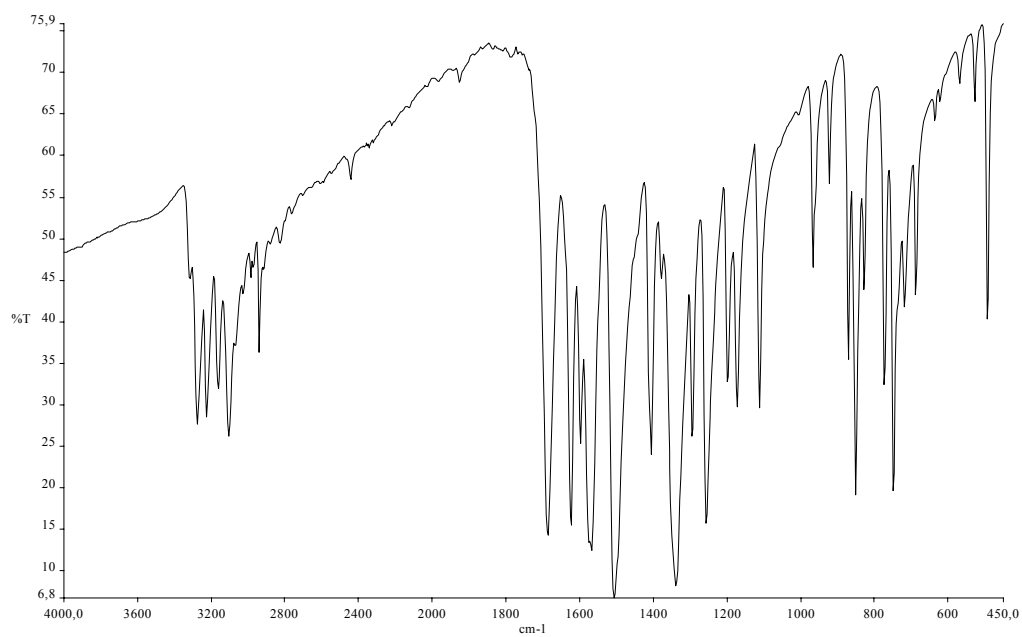
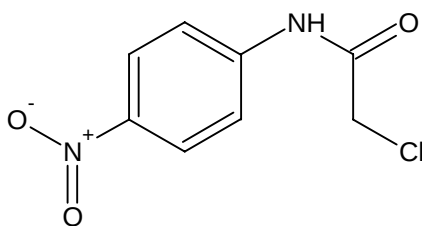
Fonksiyonel Grup (cm^{-1})	Titreşim türü
3288	NH gerilme titreşimi
1670	C=O gerilme titreşimi



Şekil 4: 1b' nin ^1H -NMR Spektrumu

^1H -NMR (90 MHz, CDCl_3 , ppm) : 7.31 (br, 1H, -NH), 4.00 (s, 2H, - CH_2 -Cl), 3.92(m, 1H, Sikloheksil N-CH), 1.25-1.75 (m, 10H, Sikloheksil - CH_2 -).

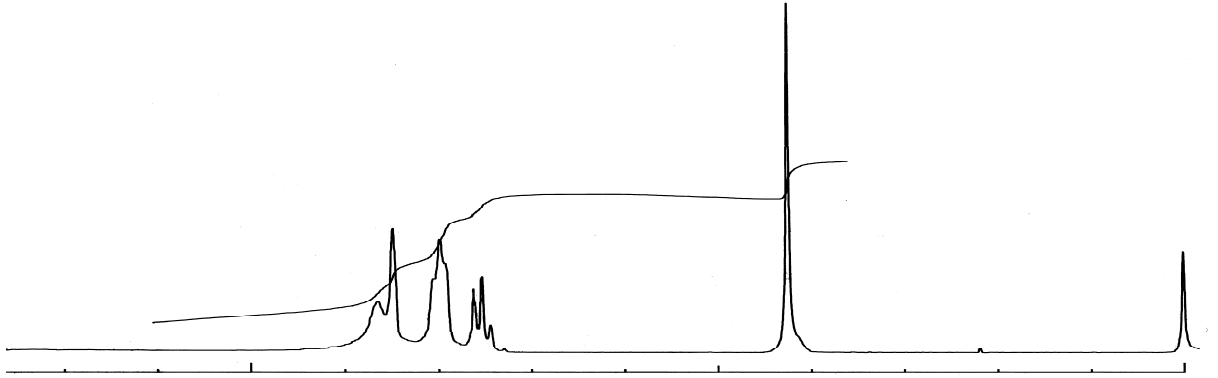
3.3. 2-kloro-N--(4-nitrofenil)asetamit (1c)



Şekil 5: 1c' nin IR Spektrumu

Fonksiyonel Grup (cm^{-1}) Titreşim türü

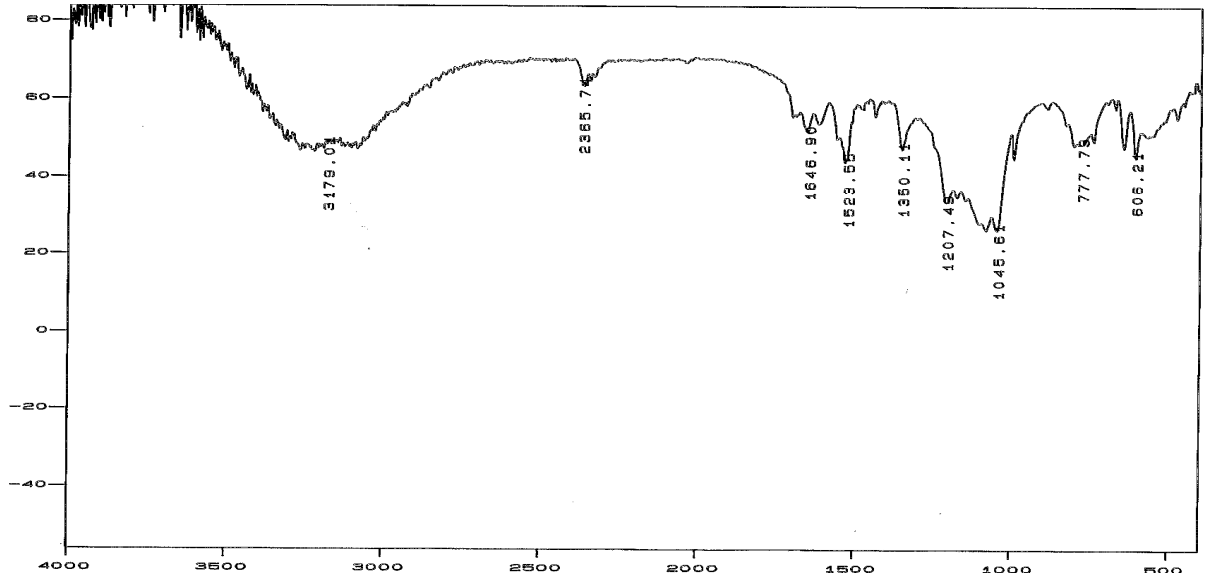
3277	NH gerilme titreşimi
3135 – 3015	Aromatik C - H gerilme titreşimi
1683	C=O gerilme titreşimi



Şekil 6: 1c' nin ^1H -NMR Spektrumu

^1H -NMR (90 MHz, CDCl_3 , ppm) : δ 7.59-8.66 (m, 5H, Ar- H ve -NH), 4.24 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{-Cl}$).

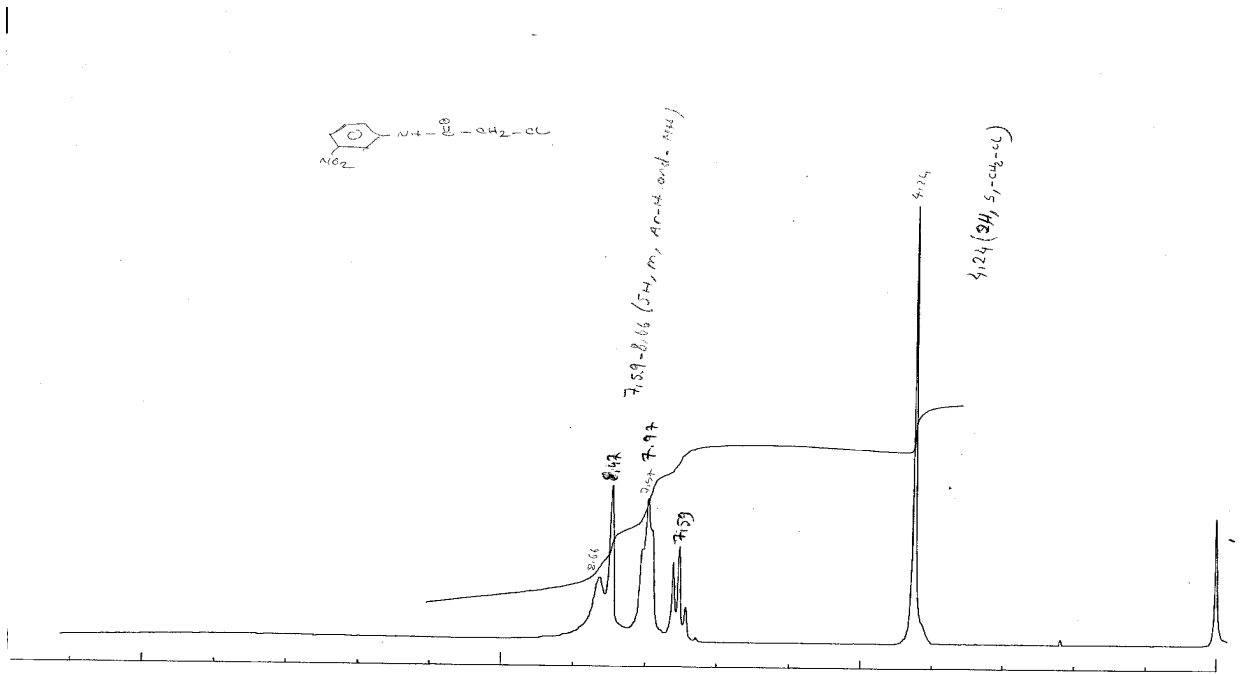
3.4. 2-kloro-N-(3-nitrofenil)asetamit (1d)



Şekil7: 1d' nin IR Spektrumu

IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

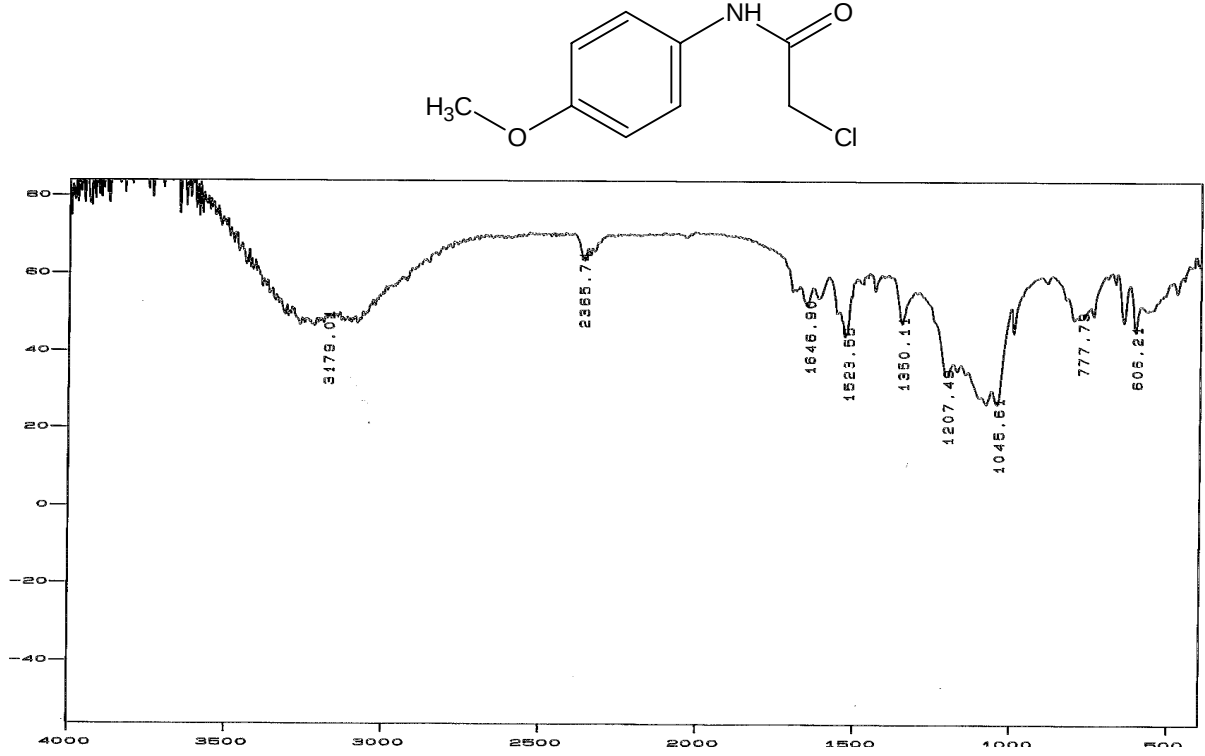
3280	cm ⁻¹	NH gerilme titreşimi
3103	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2982-2872	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1659-	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1605 1598	cm ⁻¹	Aromatik C = C gerilme titreşimi
690-698	cm ⁻¹	C - Cl gerilme titreşimi



Şekil8: 1d' nin ¹H-NMR Spektrumu

¹H-NMR (200 MHz, DMSO, ppm); δ 10.09(s, 1H, NH, protonlar); 8.66-7.59 (m, 4H, Aromatik protonlar); 4.24(s, 2x2H, S -CH₂ Cl) .

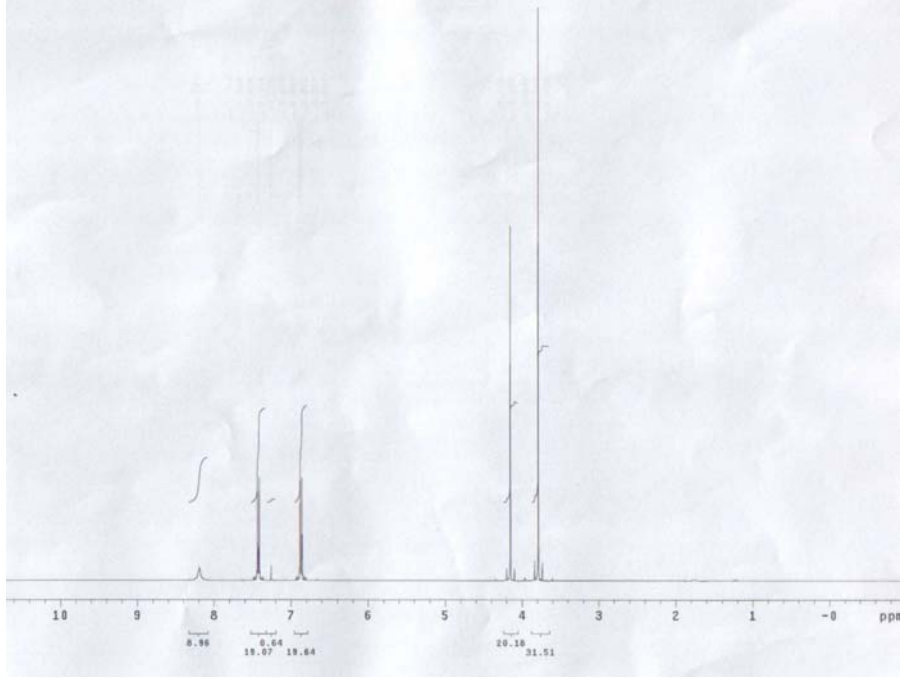
3.5. 2-kloro-N--(4-metoksifenil)asetamit (1e)



Şekil9: 1e' nin IR Spektrumu

IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

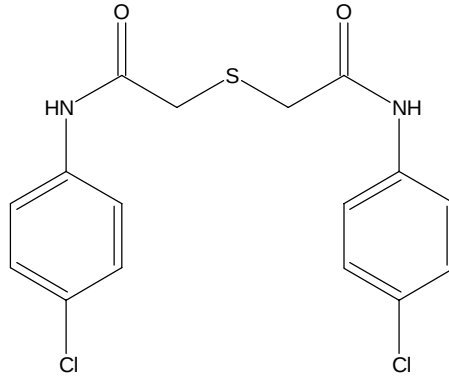
3280	cm ⁻¹	NH gerilme titreşimi
3103	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2982-2872	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşi
1659-	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1605 1598	cm ⁻¹	Aromatik C = C gerilme titreşimi
690-698	cm ⁻¹	C - Cl gerilme titreşimi

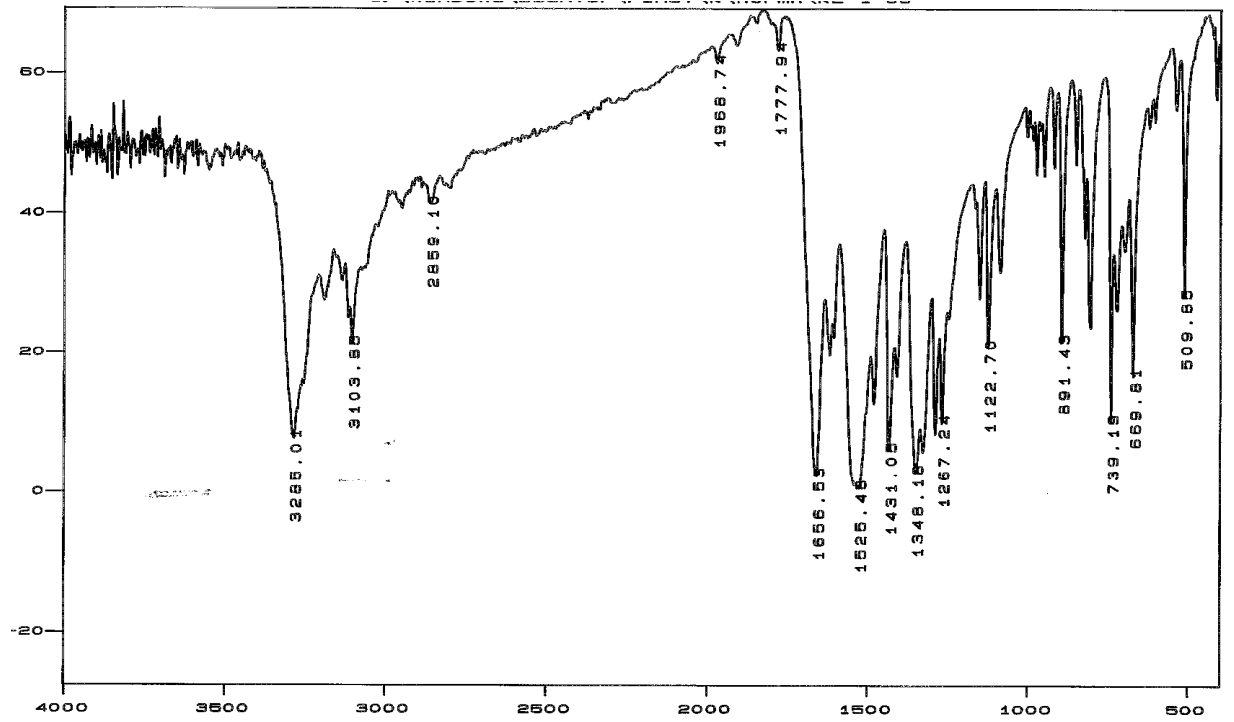


Şekil10: 1e' nın ^1H -NMR Spektrumu

^1H -NMR (200 MHz, DMSO, ppm); δ 8.19(s, 1H, NH, protonlar); 7.43-6.85 (m, 4H, Aromatik protonlar); 4.20(s, 2H, $-\text{CH}_2\text{Cl}$) ,3.78(s, 3H, O- CH_3).

3.6. .N-(4-klorofenil)-2-({2-[(4-klorofenil)amino]-2-oksoetil}tiyo)asetamido(2a)

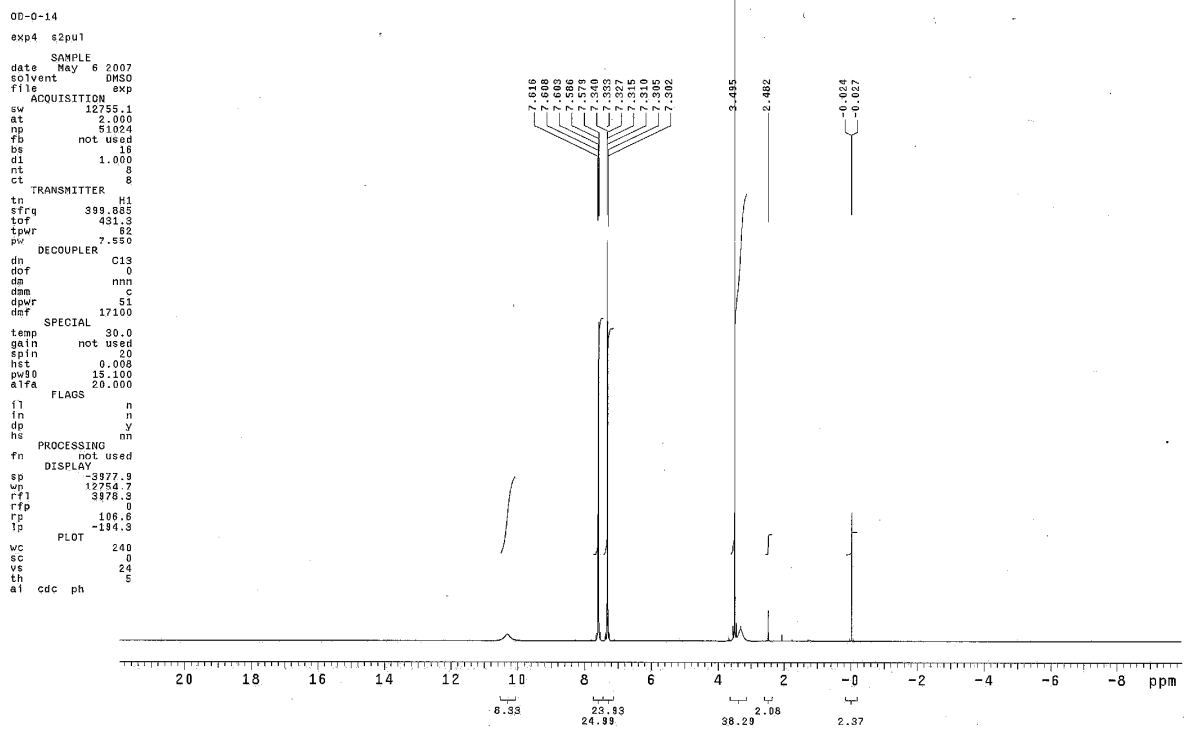




Şekil 11: 2a' nin IR Spektrumu

IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

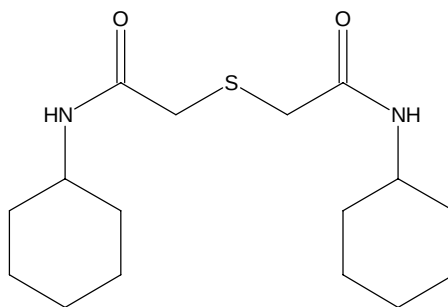
3285	cm ⁻¹	NH gerilme titreşimi
3103	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2982-2872	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1656-	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1605 1598	cm ⁻¹	Aromatik C = C gerilme titreşimi
669-654	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi

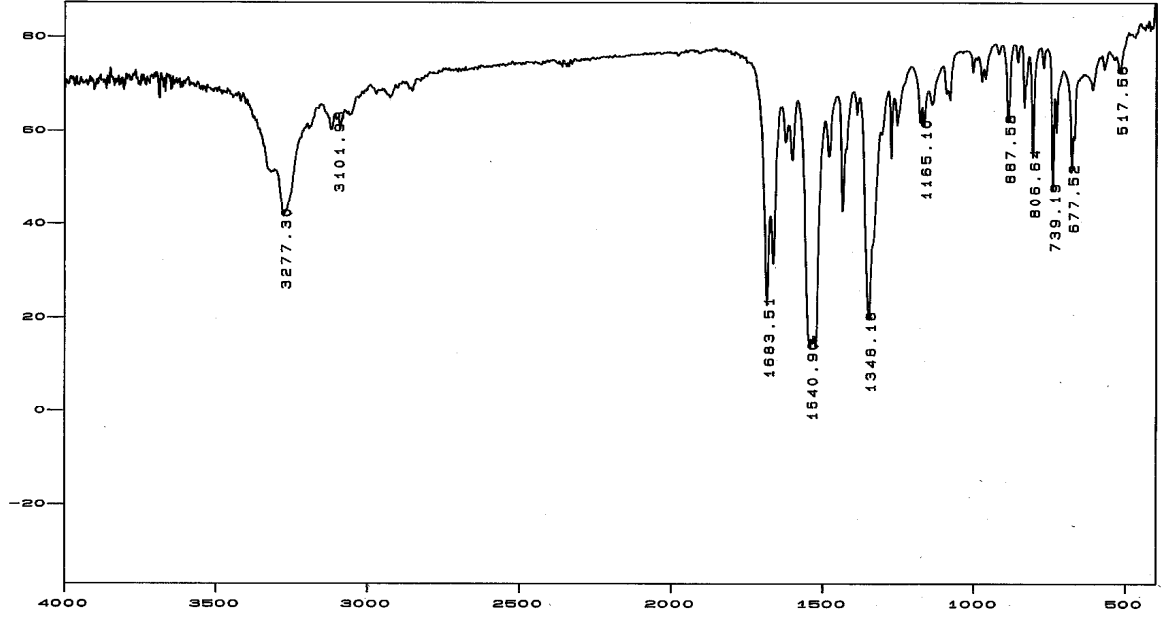


Şekil 12: 2a' nin ^1H -NMR Spektrumu

^1H -NMR (200 MHz, DMSO, ppm); δ 10.14(s, 2H, NH, protonlar); 7.61-7.30 (m, 2x4H, Aromatik protonlar); 3.49(s, 2x2H, S-CH₂).

3.7 N-(sikloheksil)-2-({2-[(sikloheksil)amino]-2-oksoetil}tiyo)asetamido(2b)

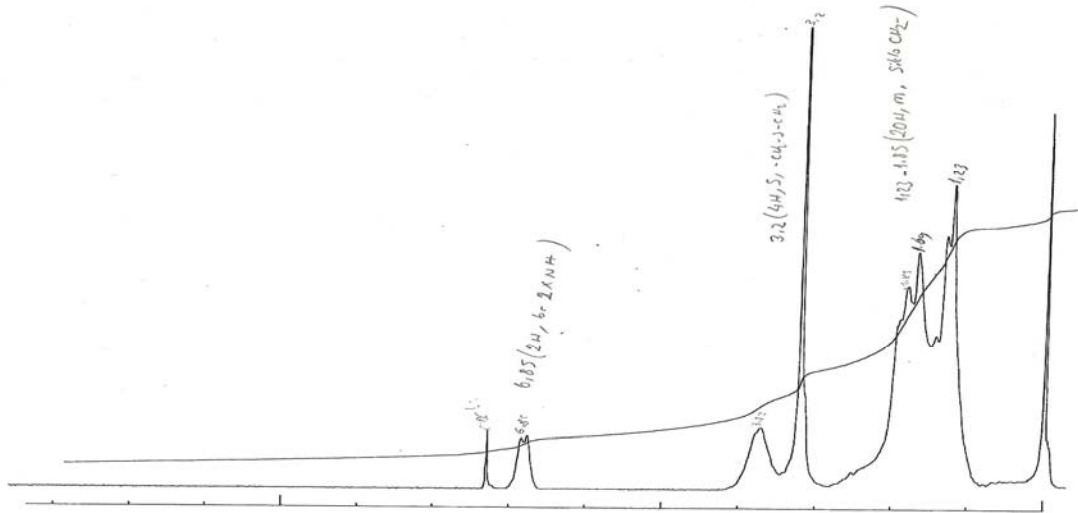




Şekil 13: 2b' nin IR Spektrumu

IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

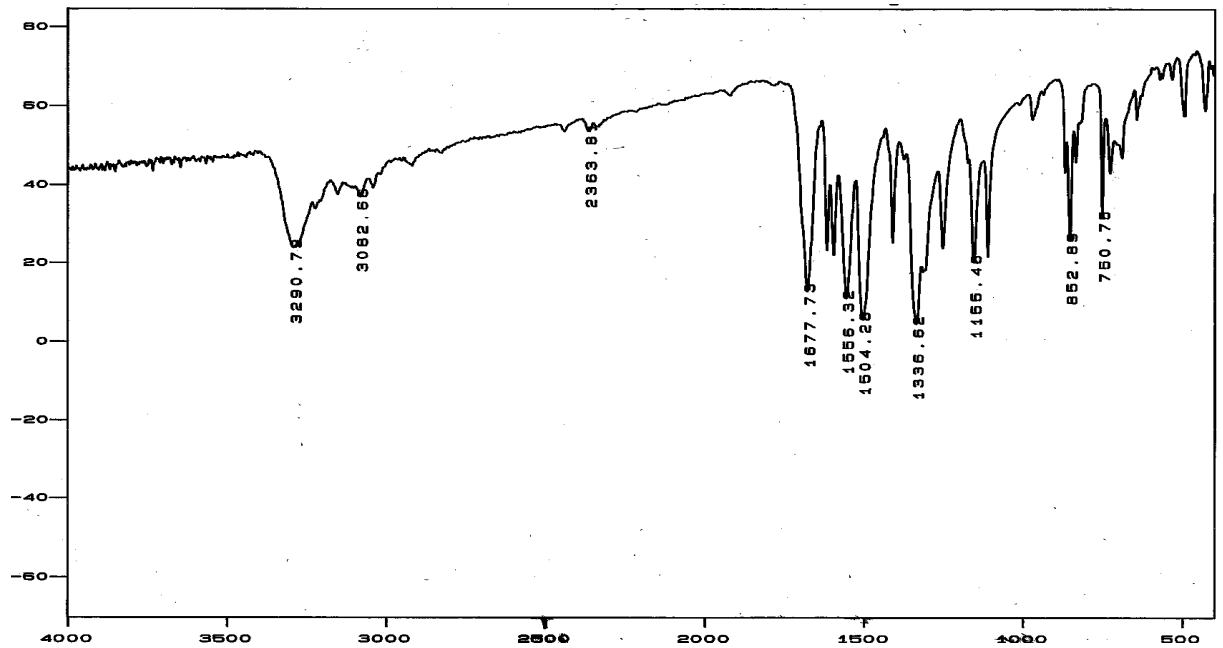
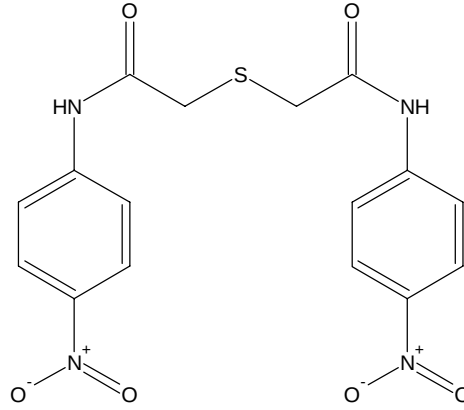
3277	cm ⁻¹	NH gerilme titreşimi
2982-2872	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşi
1683-	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
695-655	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil 14: 2b' nin ¹H-NMR Spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO, ppm); δ 6.85 (s, 2H, NH, protonlar); 3.92(m, 2x1H, Sikloheksil N-CH) 3.29(s, 2x2H, S -CH₂), 1.85-1.23(m, 2x10H Sikloheksil CH₂.)

3. 8 .N-(4-nitrofenil)-2-({2-[(4-nitrofenil)amino]-2-oksoetil}tiyo)asetamido (2c)



Şekil 15: 2c' nin IR Spektrumu

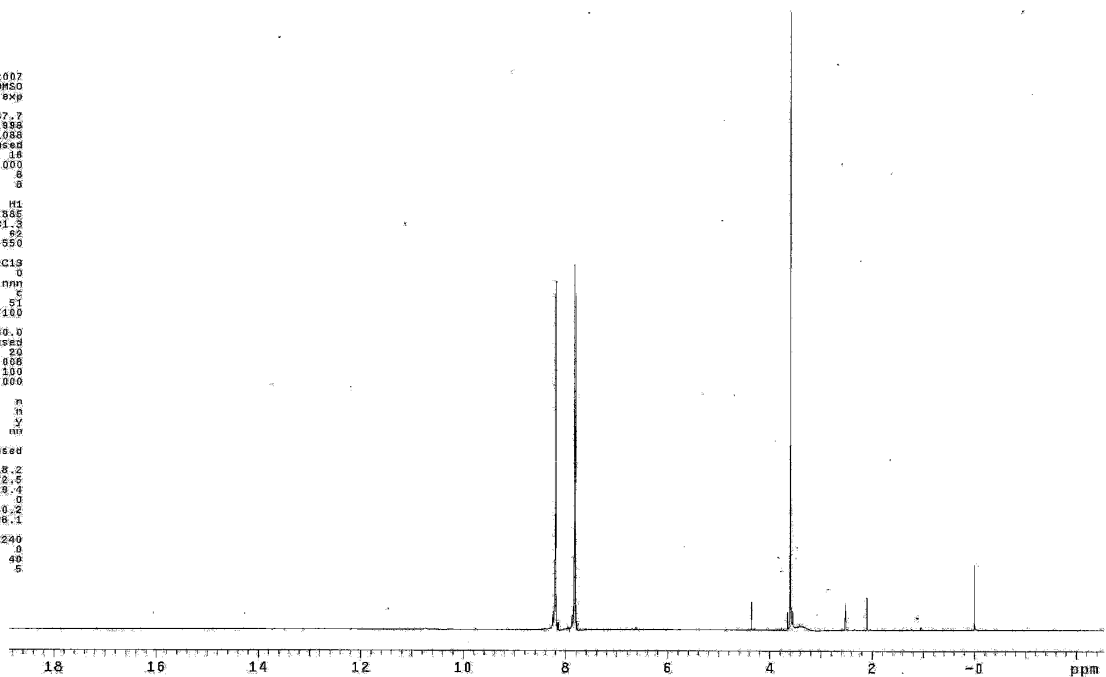
IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

3290	cm ⁻¹	NH gerilme titreşimi
3082	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2982-2872	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşi
1677-	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1600 1590	cm ⁻¹	Aromatik C = C gerilme titreşimi
695-655	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi

```

00-0-10
exp4 s2p01
SAMPLE
date May 5 2007
solvent DMSO
file exp
ACQUISITION
sw 12787.7
at 1.398
np 51088
fb not used
hs 16
dt 1.000
nt 6
ct 6
TRANSMITTER
tn H1
sfrf 300.135
tof 481.3
tpwr 62
pw 7.550
DECOUPLER
dn C13
dof 0
dm nm
dmc c
dprf 51
dmf 17100
SPECIAL
temp 30.0
peth not used
spin 20
ns 0.006
pwb 15.100
alf 20.000
FLAGS
il n
in n
dp y
hs nm
PROCESSING
fn not used
DISPLAY
sp -1018.2
wp 8562.5
rf 5873.4
rfp 0
rp 80.2
lp -138.1
PLOT
wc 240
sc 0
vs 40
th 5
af cdc gh

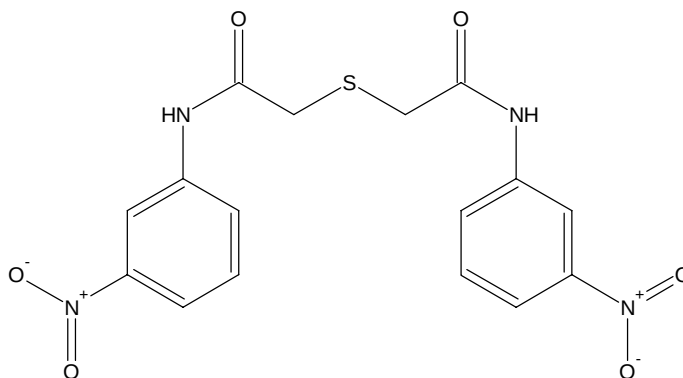
```

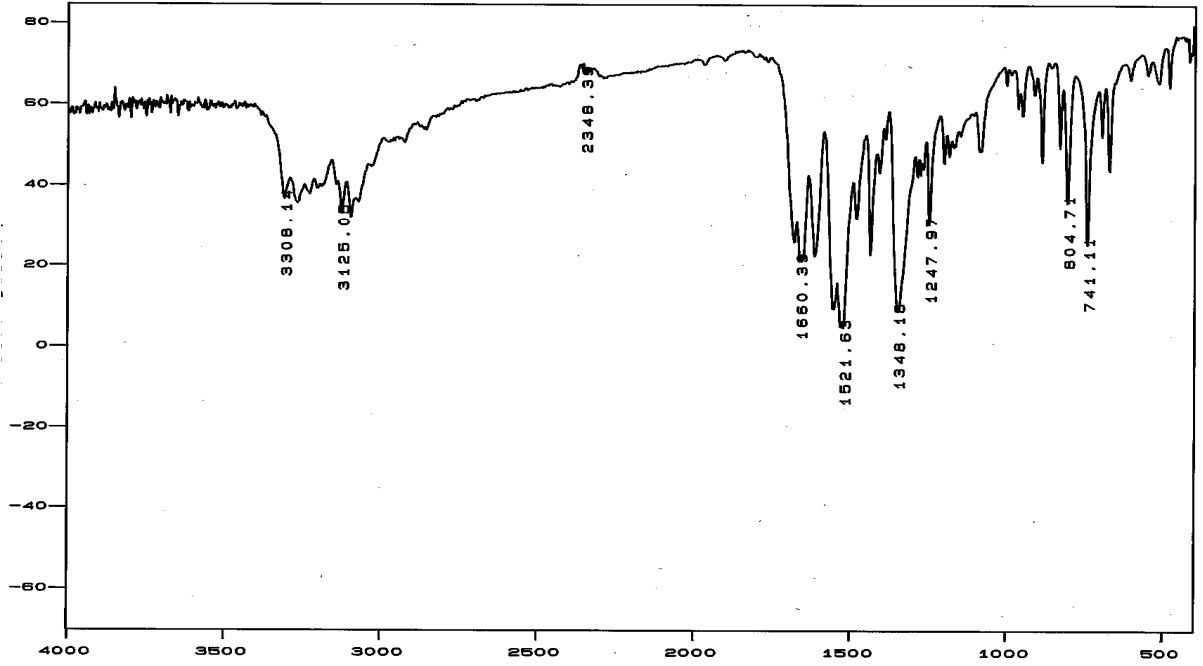


Şekil 16: 2c' nin ^1H -NMR Spektrumu

^1H -NMR (200 MHz, DMSO, ppm); δ 10.16(s, 2H, NH, protonlar); 8.21-7.70 (m, 2x4H, Aromatik protonlar); 3.59(s, 2x2H, S-CH₂).

3.9.N-(3-nitrofenil)-2-({2-[(3-nitrofenil)amino]-2-oksoetil}tiyo)asetamido (2d)

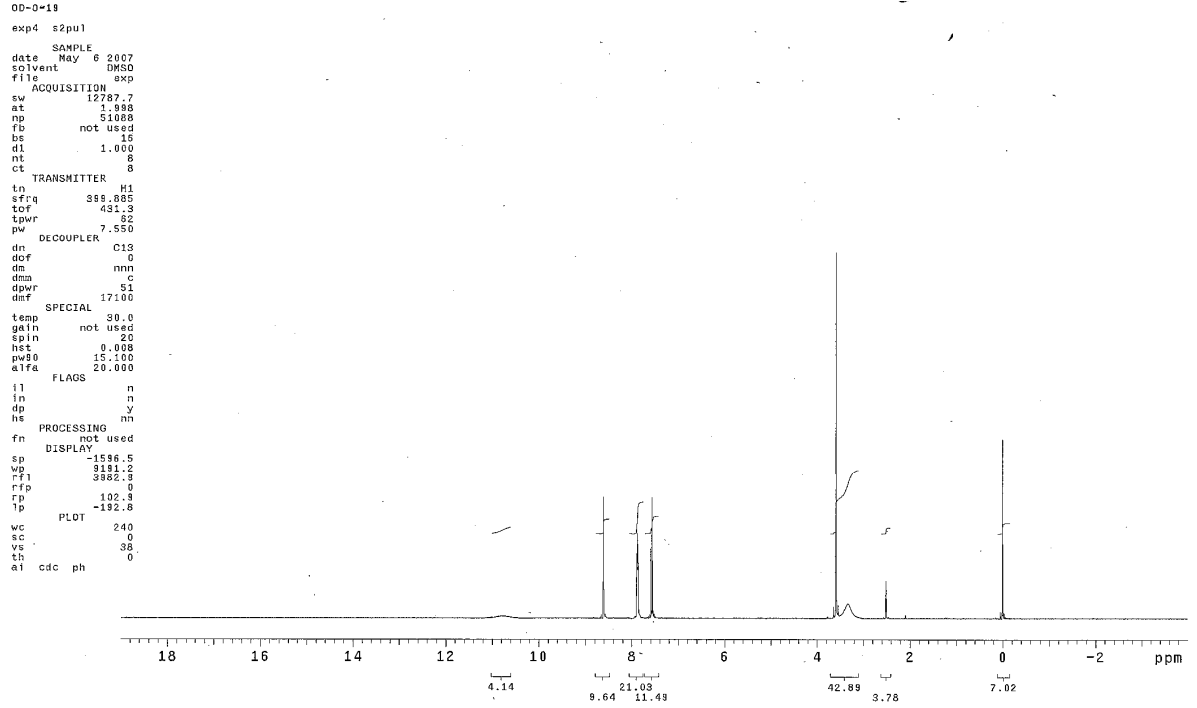




Şekil 17: 2d' nin IR Spektrumu

IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

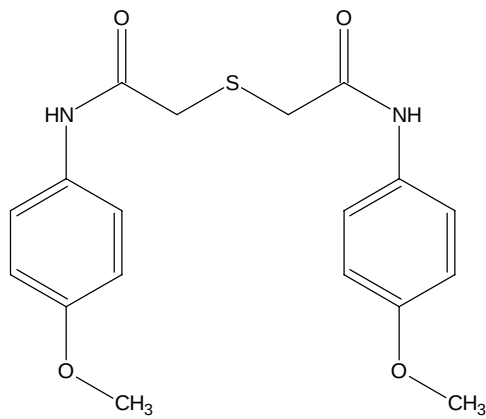
3308	cm ⁻¹	NH gerilme titreşimi
3098	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2982-2872	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1660-	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1600 1590	cm ⁻¹	Aromatik C = C gerilme titreşimi
690-655	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi

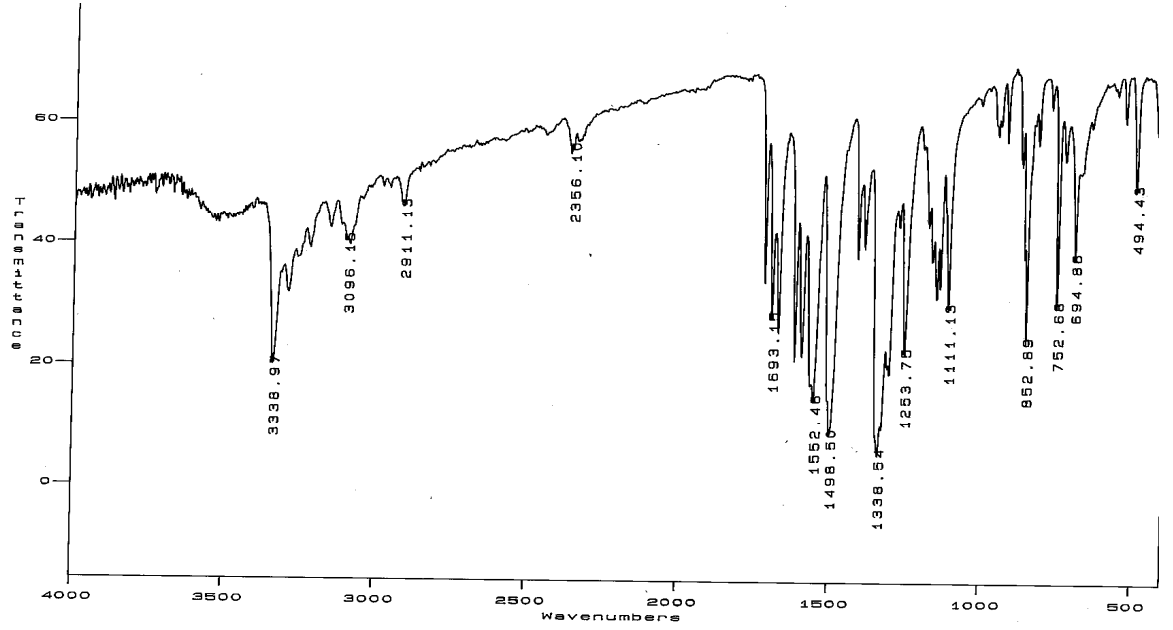


Şekil 18: 2d' nin ^1H -NMR Spektrumu

^1H -NMR (200 MHz, DMSO, ppm); δ 10.11(s, 2H,NH, protonlar); 8.61 (s, 2x1H, 3 nitro-NH arasında kalan, Aromatik protonlar); 7,89-7.54 (m, 2x3H, Aromatik protonları); 3.59(s, 2x2H, S- CH_2).

3..10.N-(4-metoksifenil)-2-({2-[(4-metoksifenil)amino]-2-oksoetil}tiyo)asetamido (2e)

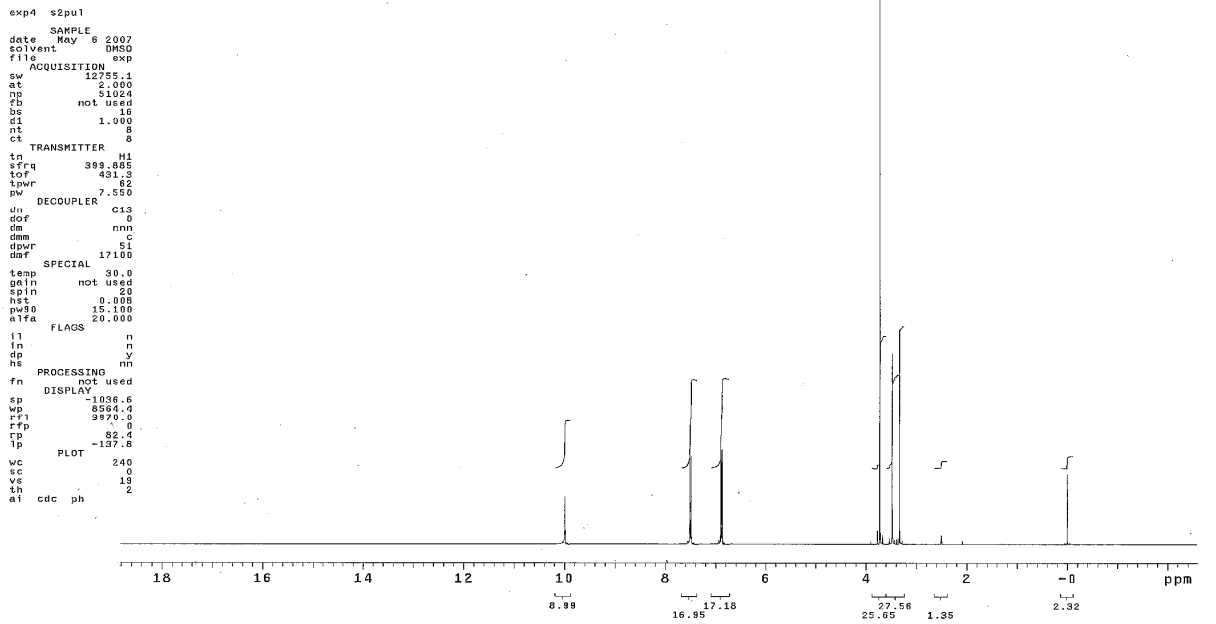




Şekil 19: 2e' nin IR Spektrumu

IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

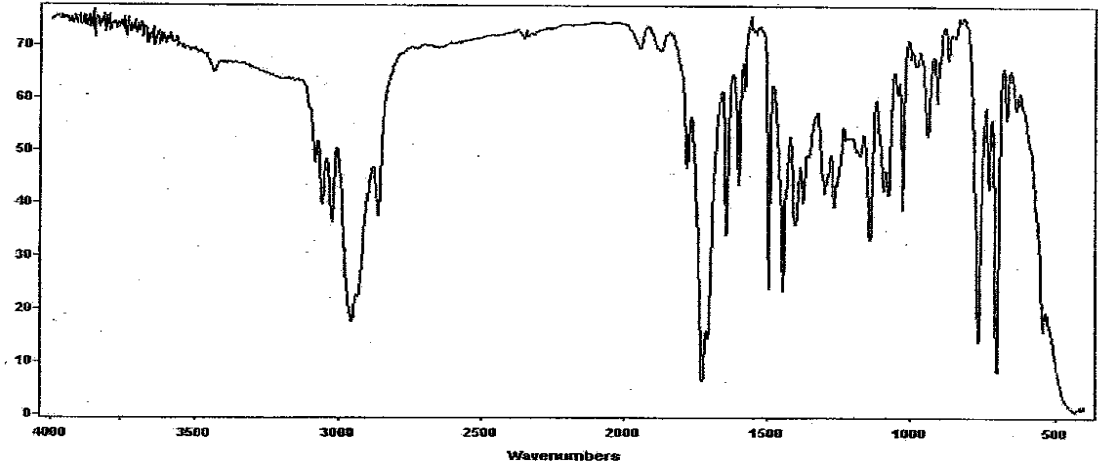
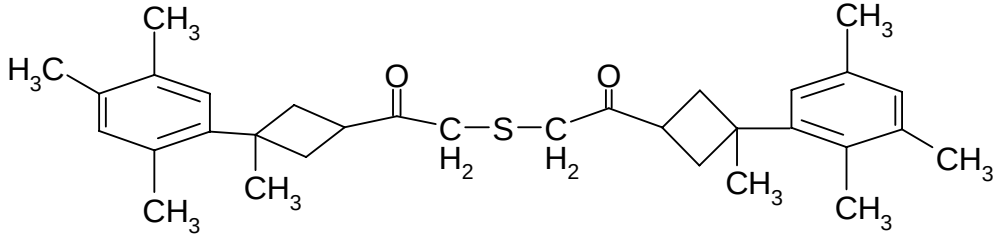
3338	cm ⁻¹	NH gerilme titreşimi
3096	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2980-2870	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1693-	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1600 1590	cm ⁻¹	Aromatik C = C gerilme titreşimi
690-655	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil 20: 2e' nin $^1\text{H-NMR}$ Spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz, DMSO, ppm); δ 9.99 (s, 2H, NH, protonlar); 7.51-6.86 (m, 2x4H, Aromatik protonlar); 3.72 (s, 2x6H, O-CH₃ protonları); 3.47 (s, 2x2H, S-CH₂).

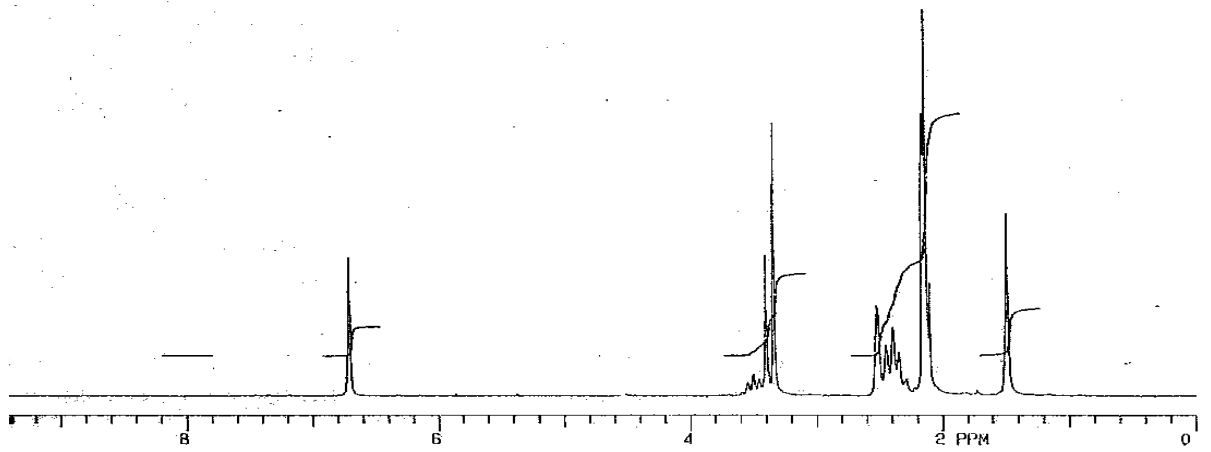
3.11. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksetil))sülfid'in Karakterizasyonu (3)



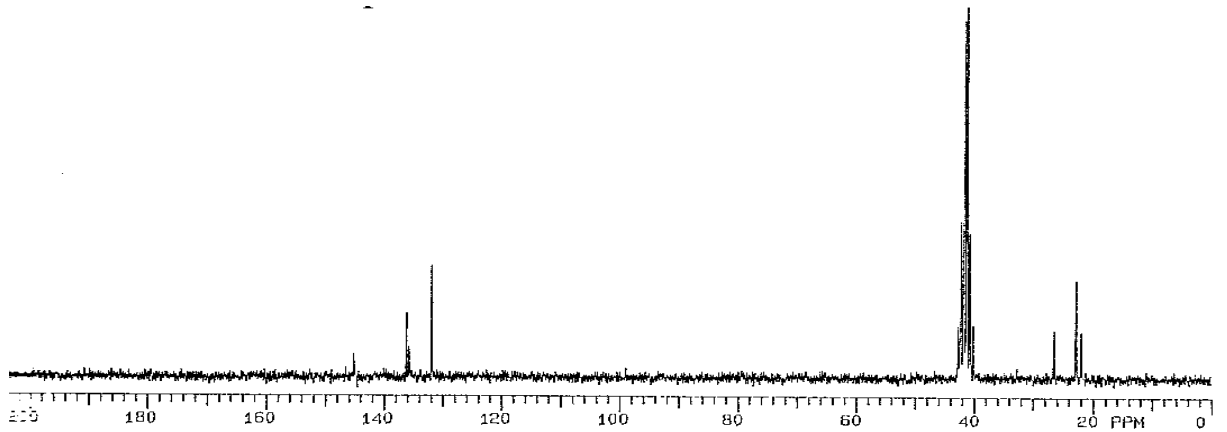
Şekil.21.Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksetil)) sülfid'in IR Spektrumu (3)

IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

3105	cm ⁻¹	siklo alkan C - H gerilme titreşimi
3049	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2980-2870	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşi
1695-	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1600 1590	cm ⁻¹	Aromatik C = C gerilme titreşimi
690-655	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi

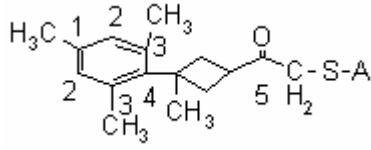


Şekil.22.Bis[1-metil-1-(2,4,5-trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksetil)sülfid’in ^1H -NMR Spektrumu (3)



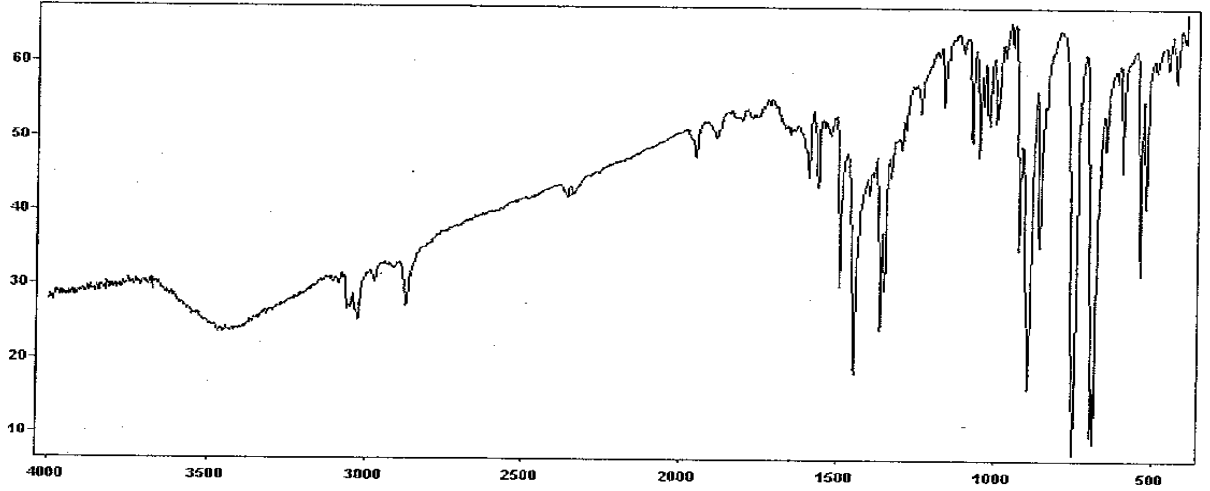
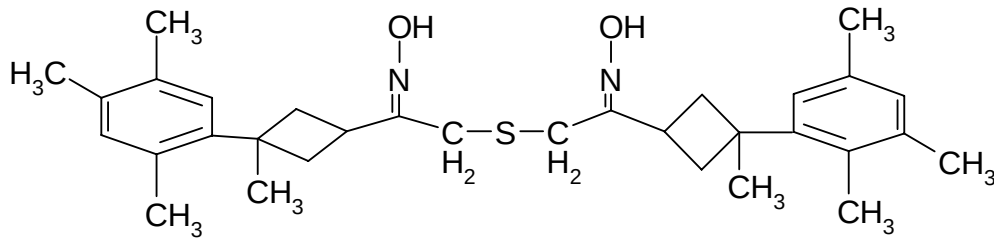
Şekil.23.Bis[1-metil-1-(2,4,5-trimetilfenil)siklobütan-3-il-3-(1-oksetil)sülfid’in ^{13}C -NMR Spektrumu (3)

^1H -NMR (200 MHz, CDCl_3 , ppm); δ 6.71 (s, 4H, Aromatik protonlar); 3.54-3.31 (m, 2x1H, Siklobütan halkasındaki metin protonu; 2x2H, $-\text{CH}_2\text{-S}$); 2.51-2.22 (m, 2x4H, siklobütan $-\text{CH}_2$); 2.16 (s, 2x9H, mesitilendeki CH_3 protonları), 1.49 (s, 2x3H, CH_3 protonlar).



^{13}C -NMR (200 MHz, CDCl_3 , ppm); Yapı simetridir. 5, Aromatik karbon biri karbonildir. 207.97 (C=O); 145.09, 136.23, 135.66, 131.79, (Aromatik C'lar); 42.24, 41.82, 40.15, 26.46, (siklobütan ve alifatik-CH₂); 21.85 (CH₃).

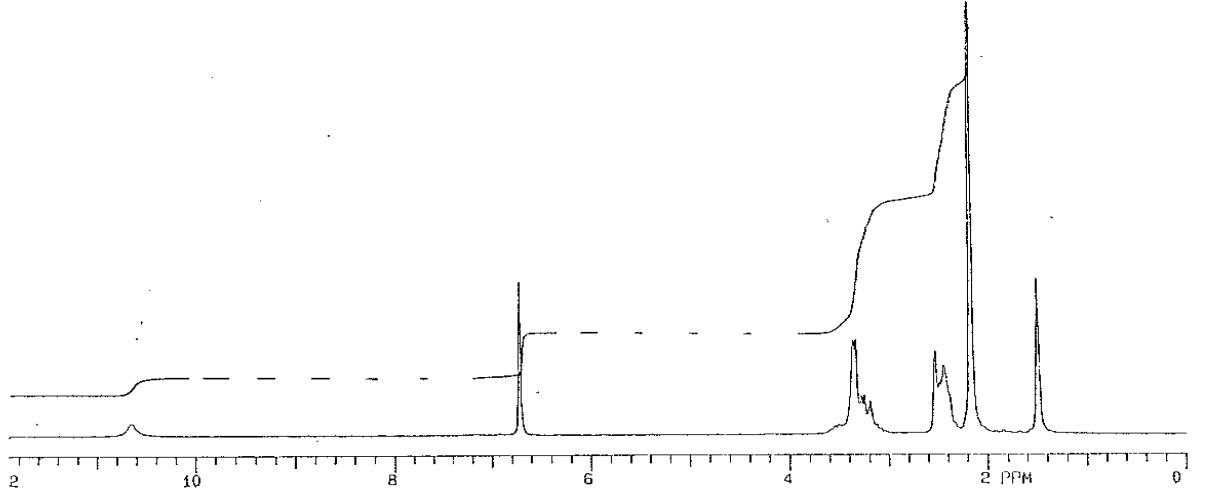
3.12 Bis[1-metil-1-(2,4,5-trimetilfenil)siklobütan-3-il,-3-(1-oksetil)dioksim]sülfid'in Karakterizasyonu (4)



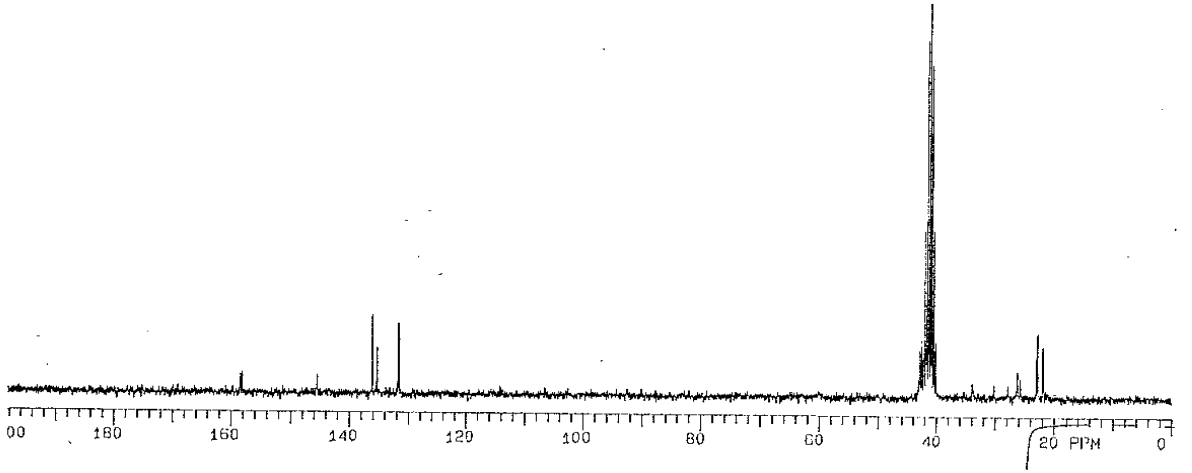
Şekil.24. Bis[1-metil-1-(2,4,5-trimetilfenil)siklobütan-3-il,-3-(1-oksetil)dioksim]sülfid'in IR Spektrumu (4)

IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

3348-3253	cm ⁻¹	O-H gerilme titreşimi
3107	cm ⁻¹	siklo alkan C - H gerilme titreşimi
3055	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2980-2870	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1650-1600	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1600	cm ⁻¹	Aromatik C = C gerilme titreşimi
1159-1000	cm ⁻¹	C - N gerilme titreşimi

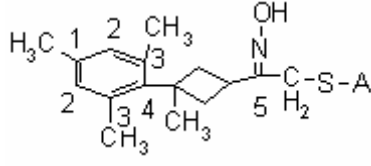


Şekil.25.Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il,-3-(1-oksietil)dioksim]sülfid'in ^1H -NMR Spektrumu



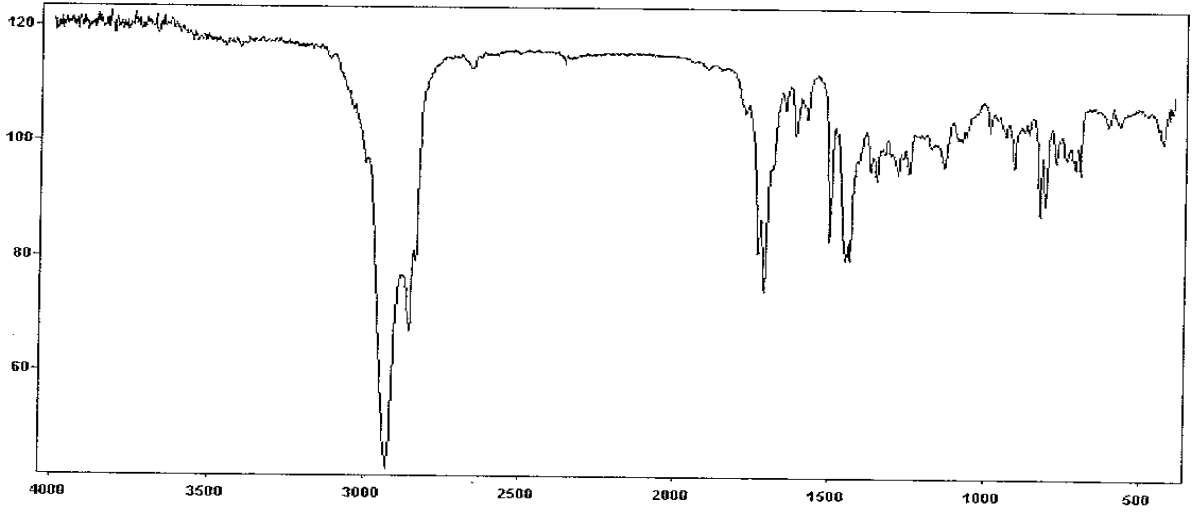
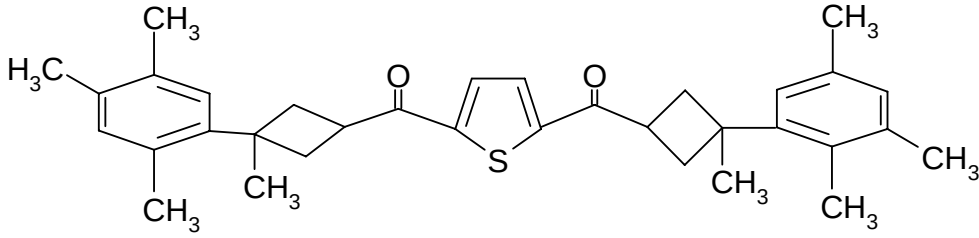
Şekil.26.Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il,-3-(1-oksietil)dioksim]sülfid'in ^{13}C -NMR Spektrumu

^1H -NMR (200 MHz, CDCl_3 , ppm); δ 10.66-10.63 (br, 2xH, N-OH); 6.71 (s, 4H, Aromatik protonlar); 3.35-3.18 (m, 2x1H, Siklobütan halkasındaki metin protonu; 2x2H, -CH₂-S); 2.52-2.31 (m, 2x4H, siklobütan -CH₂); 2.15 (s, 2x9H, mesitilendeki CH₃ protonları), 1.48 (s, 2x3H, CH₃ protonlar).



^{13}C -NMR (200 MHz, CDCl_3 , ppm); 158.51 (C=N-OH); 145.74,136.24,135.47,131.79, (Aromatik C'lar); 43.25, 41.82, 4015, 26.46, (siklobütan ve alifatik-CH₂); 21.85 (CH₃).

3.13-Di[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in Kara k ter izas yonu (5)

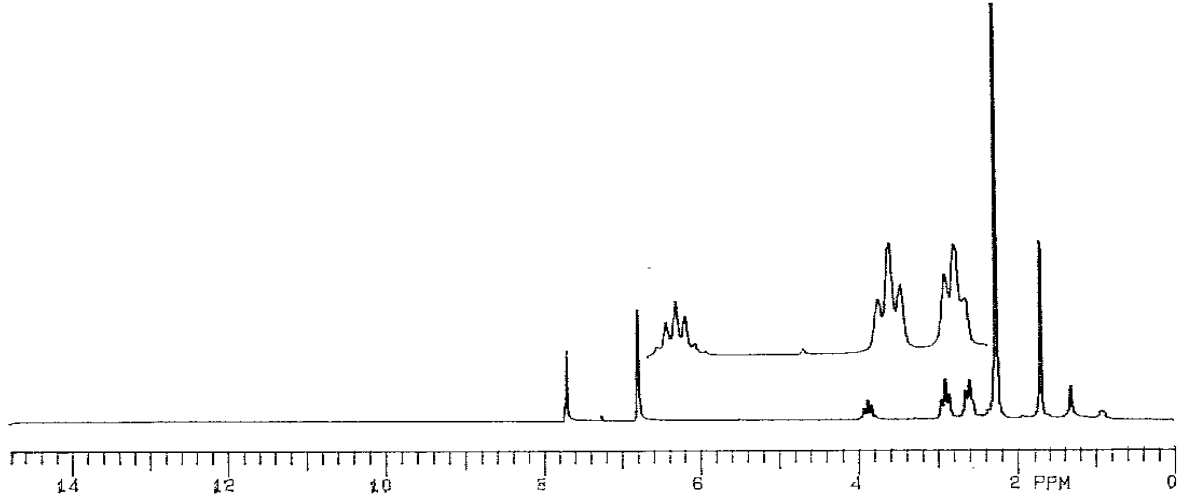


Şekil.27.2,5-Di[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in
Spektrumu (5)

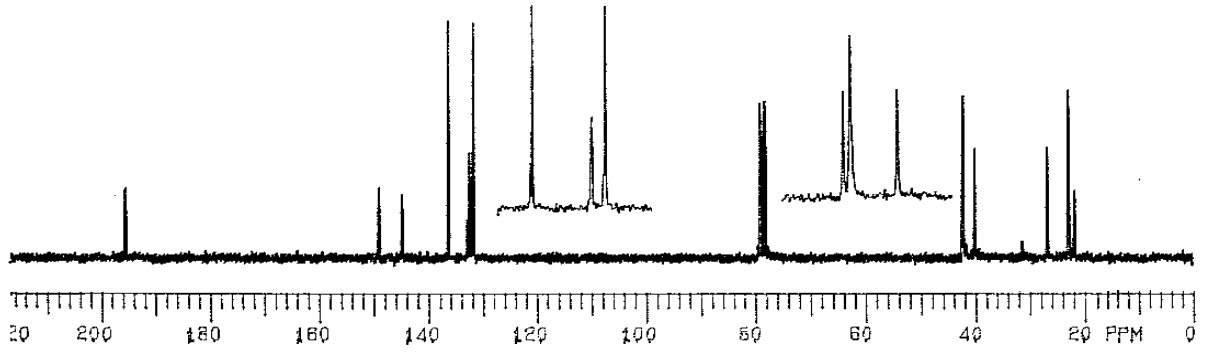
IR

IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

3105	cm ⁻¹	siklo alkan C - H gerilme titreşimi
3049	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2980-2870	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1675-	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1600 1590	cm ⁻¹	Aromatik C = C gerilme titreşimi
690-655	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil.28. 2,5-Di[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in ^1H -NMR Spektrumu (5)

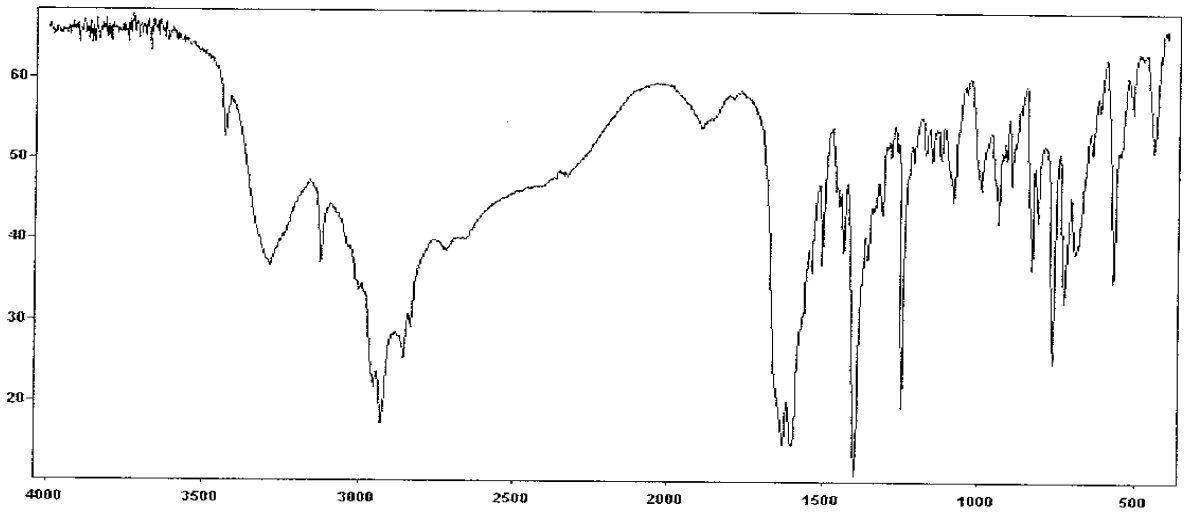
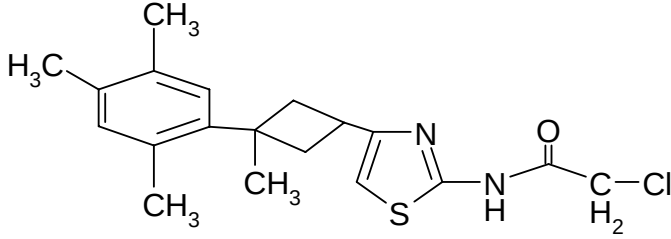


Şekil.29. 2,5-Di[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in ^{13}C -NMR Spektrumu (5)

^1H -NMR (200 MHz, DMSO, ppm); δ 7.70 (s, 2H, tiyofen olofenik protonlar); 6.79 (s, 2x2H, Aromatik protonlar); 3.92-3.83 (m, 2x1H, Siklobütan halkasındaki metin protonu); 2.95-2.55 (m, 2x4H, siklobütan $-\text{CH}_2$); 2.36-2.25 (s, 2x9H, mesitilendeki CH_3 protonları), 1.69 (s, 2x3H, CH_3 protonlar).

^{13}C -NMR (200 MHz, DMSO, ppm); Yapı simetridir. 195.82 ($\text{C}=\text{O}$); 149.45, 145.19 (İpso Aromatik C'lar); 136.88 (Tiyofendeki-CH C'lar); 133.23 (Tiyofendeki ipso C'lar); 132.41 (Aromatik halkanın -CH C'ları); 42.78, 42.49, 40.55 (Siklobütandaki C'lar); 27.28 (Siklobütan- CH_3 C'u); 23.26, 22.36 (Ar- CH_3 C'ları)..

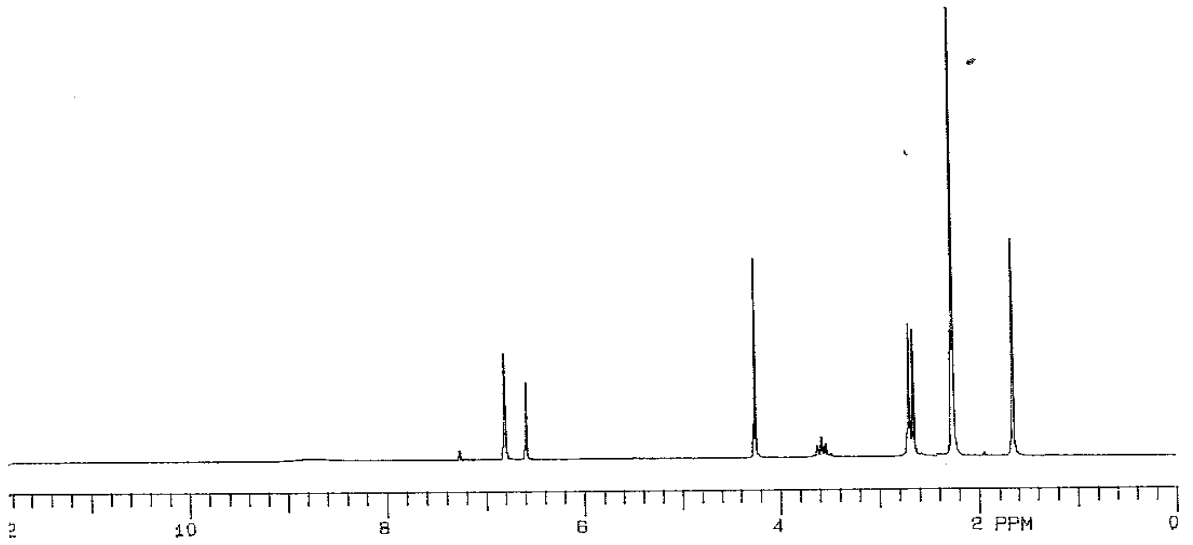
**3.14. 4-[1-metil-(2,4,5trimetiltetil)siklobütan-3-il]-2-(2-klorasetamido)tiyazol'un
Karakterizasyonu (6)**



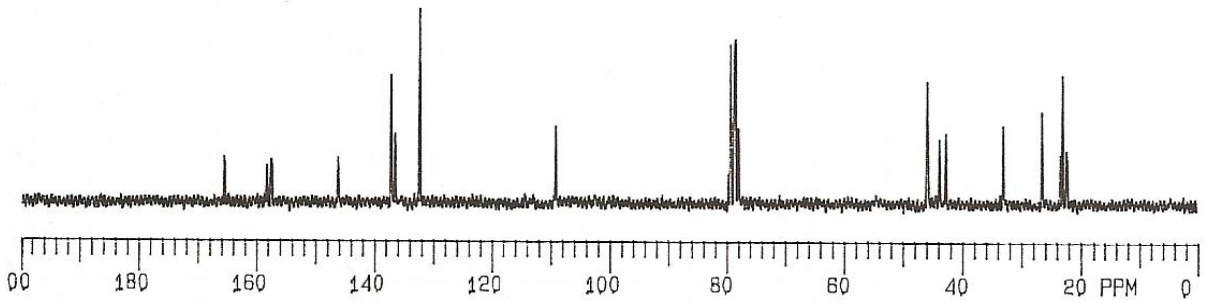
Şekil.30 4-[1-metil-(2,4,5trimetiltetil)siklobütan-3-il]-2-(2-klorasetamido)tiyazol'un IR Spekturumu (6)

IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

3330-3210	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3106	cm ⁻¹	siklo alkan C - H gerilme titreşimi
3050	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2980-2870	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1678	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1650-1600	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1600	cm ⁻¹	Aromatik C = C gerilme titreşimi
1159-1000	cm ⁻¹	C - N gerilme titreşimi
706	cm ⁻¹	C - Cl gerilme titreşimi
690-655	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil.31 4-[1-metil-(2,4,5-trimetiltenil)siklobütan-3-il]-2-(2-klorasetami do)tiyazol'un ^1H -NMR Spektrumu (6)

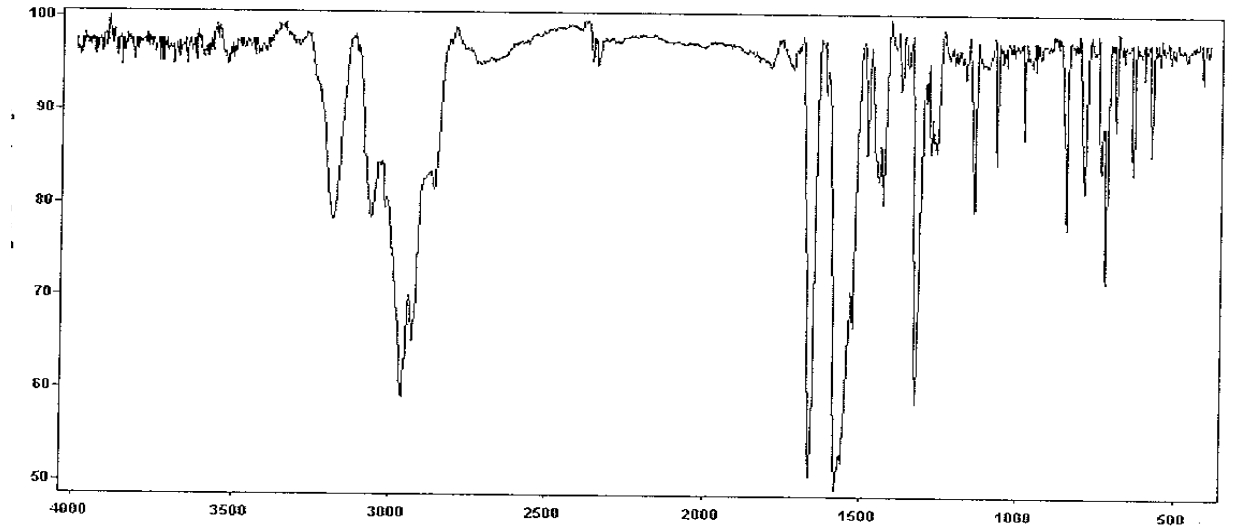
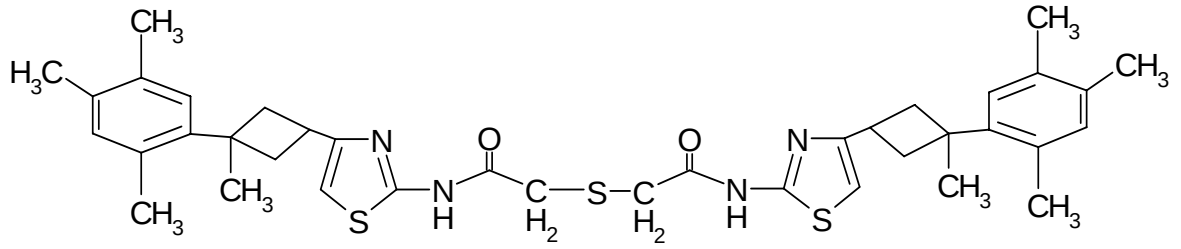


Şekil.32 4-[1-metil-(2,4,5-trimetiltenil)siklobütan-3-il]-2-(2-klorasetami do)tiyazol'un ^{13}C -NMR Spektrumu (6)

^1H -NMR (200 MHz, DMSO, ppm); δ 8.79-8.77 (br, 1H, N-H), 7.26-6.80 (s, 2H, Aromatik protonlar), 6.58 (s, 1H, Tiyazoldeki metin protonu), 4.25 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Cl}$), 3.66-3.9 (p, 1H, Siklobütandaki metin protonu), 2.70-2.41 (m, 4H, Siklobütandaki metilenik protonları), 2.33-2.19 (s, 9H, CH_3) 1.64 (s, 3H, CH_3).

^{13}C -NMR (200 MHz, DMSO, ppm); 165.65 (C = O), 157.28, 157.49 (Ar-halka ipso C'ları); 146.32 (Tiyazol halkasındaki ipso C'lar); 137.17 (Tiyazol halkasındaki-CH C'nu); 136.59 (tiyazoldaki C-NH C'nu); 132.35 (Ar-halkadaki CH C'ları); 109.33 (Siklobütandaki metin C'u), 45.89 ($-\text{CH}_2\text{-Cl}$ daki C'u); 43.90, 42.87 (Siklobütan $-\text{CH}_2$, C'ları); 33.30 (siklobütan $-\text{CH}_3$); 23.30, 22.32 (Mesitilendeki $-\text{CH}_3$).

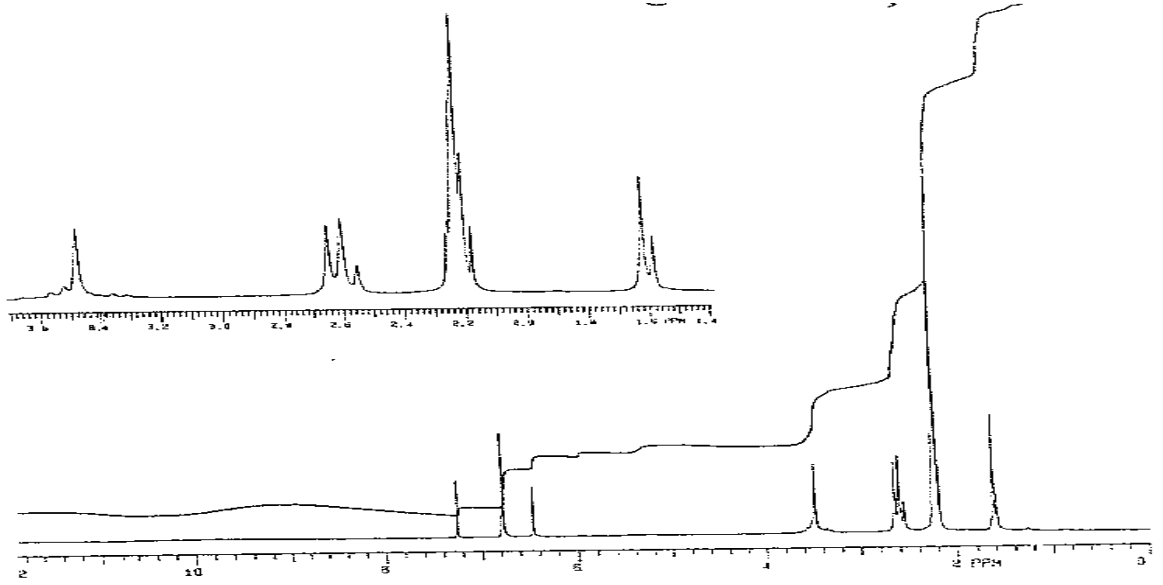
3.15. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-]-2-(2-oksietilamido) tiyazol sülfid'in Karakterizasyonu (7)



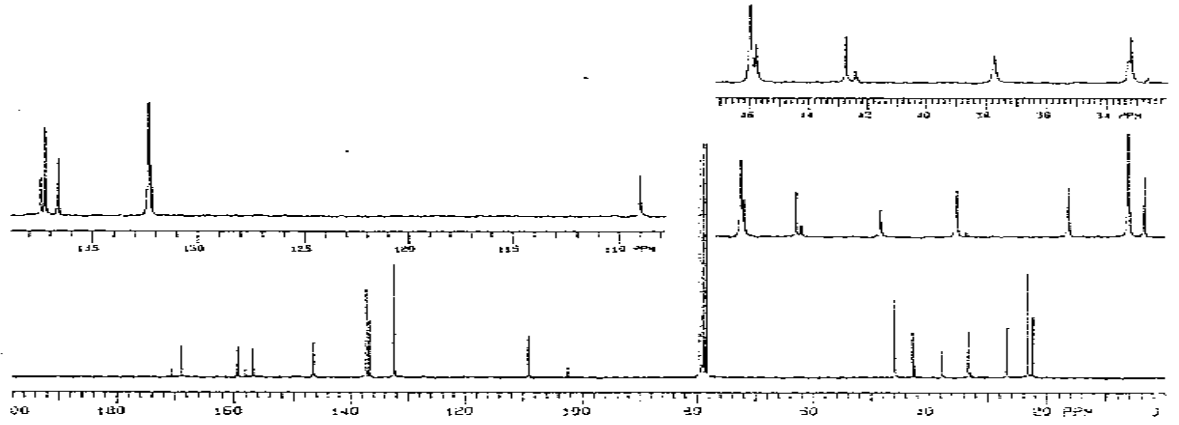
Şekil.33. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il-]-2-(2-oksietilamido) tiyazol sülfid'in IR Spektrumu (7)

IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

3330-3210	cm ⁻¹	N - H gerilme titreşimi
3106	cm ⁻¹	siklo alkan C - H gerilme titreşimi
3050	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2980-2870	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1668	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1650-1600	cm ⁻¹	C = N gerilme titreşimi
1600	cm ⁻¹	Aromatik C = C gerilme titreşimi
1159-1000	cm ⁻¹	C - N gerilme titreşimi
690-655	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi



Şekil.34. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il]-2-(2-oksietilamido)tiyazol sülfid'in ^1H -NMR Spektrumu (7)



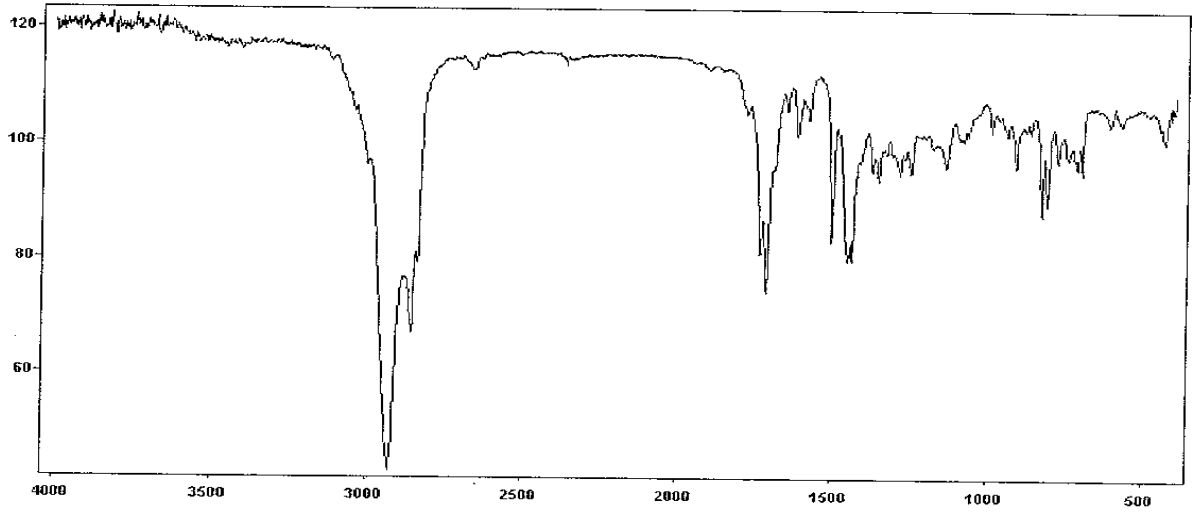
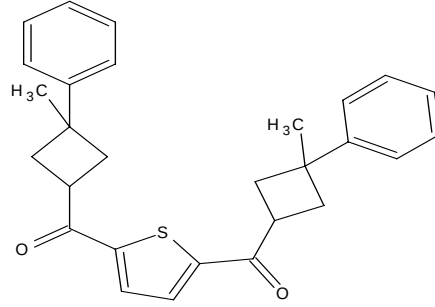
Şekil.35. Bis[1-metil-1-(2,4,5trimetilfenil)siklobütan-3-il]-2-(2-oksietilamido)tiyazol sülfid'in ^{13}C -NMR Spektrumu (7)

^1H -NMR (200 MHz, DMSO, ppm); δ 7.7 (s, 2x1H, N-H), 6.78 (s, 2x2H, Aromatik protonlar), 6.46 (s, 2x1H, Tiyazoldeki metin protonu), 3.56-3.48 (m, 6H, $\text{CH}_2\text{-S}$; Siklobütandaki metin protonu), 2.65-2.55 (m, 2x4H, Siklobütandaki metilenik protonları); 2.25-2.17 (s, 2x 9H, CH_3); 1.64 (s, 2x3H, CH_3).

^{13}C -NMR (200 MHz, DMSO, ppm); 170.55 (C = O), 159.28, 158.49, 156.81 (Ar-halka ipso C'ları); 146.63 (Tiyazol halkasındaki ipso C'lar); 137.17 (Tiyazol halkasındaki-CH C'nu); 136.59 (tiyazoldaki C-NH C'nu); 109.33 (Siklobütandaki

metin C'u), 45.89 (-CH₂-S deki C'u); 42.90,42.87 (Siklobütan -CH₂, C'ları); 33.20 (siklobütan -CH₃);26.72, 23.30,22.32 (Mesitilendeki -CH₃).

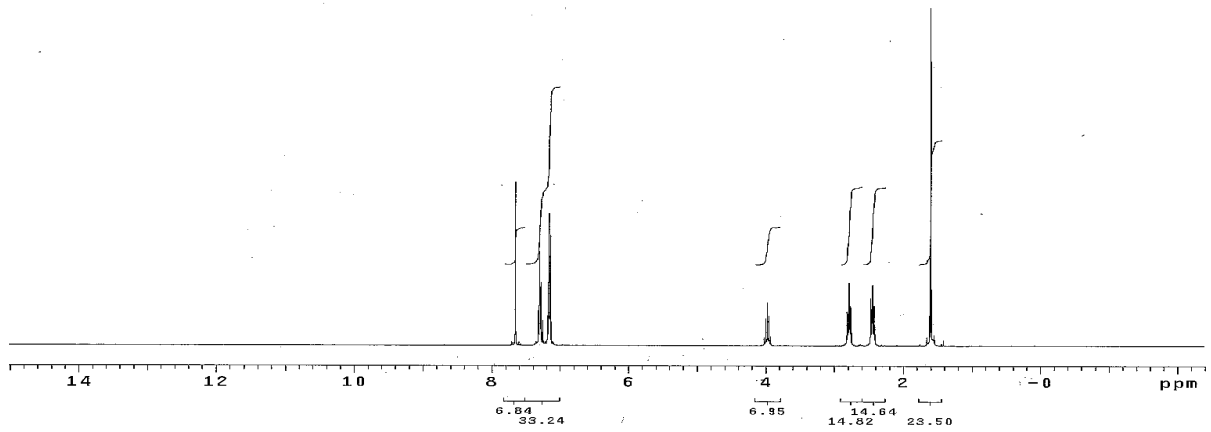
3.16. 2,5-Di[1-metil-1-(fenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in Kara k ter izasyonu (8)



Şekil.36.2,5-Di[1-metil-1-(fenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in IR Spektrumu (8)

IR spektrumu (KBr diskinde alındı) :

3105	cm ⁻¹	siklo alkan C - H gerilme titreşimi
3049	cm ⁻¹	Aromatik C - H gerilme titreşimi
2980-2870	cm ⁻¹	Alifatik C - H gerilme titreşimi
1675-	cm ⁻¹	C = O gerilme titreşimi
1600 1590	cm ⁻¹	Aromatik C = C gerilme titreşimi
690-655	cm ⁻¹	C - S - C gerilme titreşimi

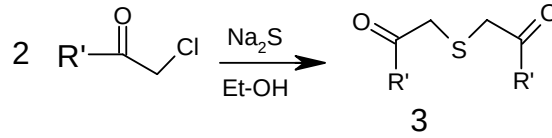
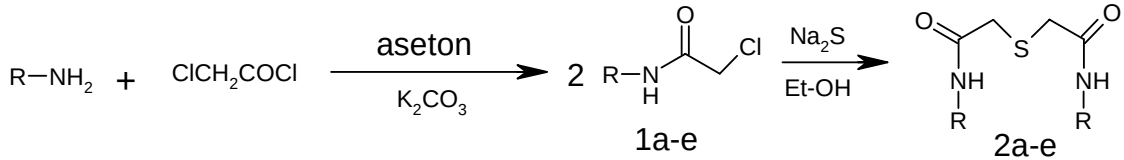


Şekil.37.2,5-Di[1-metil-1-(fenil)siklobütan-3-iloil]tiyofen'in ^1H -NMR Spektrumu (8)

^1H -NMR (200 MHz, DMSO, ppm); δ 7.65 (s, 2x1H, tiyofen protonları), 7.32-7.14 (m, 10H, Aromatik protonlar) , 3.99-3.95 (pentent, 2H; Siklobütandaki metin protonu), 2.81-2.75 (m, 2x2H, Siklobütandaki metilenik protonları); 2.47-2.41 (m, 2x2H, Siklobütandaki metilenik protonları); 1.60(s, 6H,CH₃.)

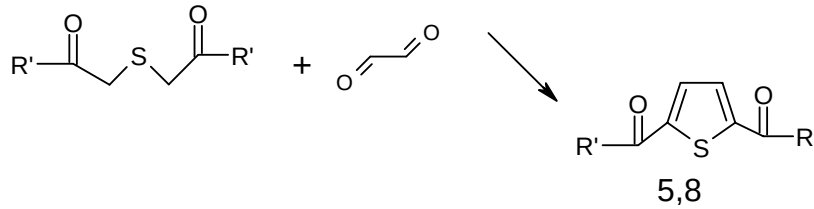
4. TARTIŞMA

Bu çalışmanın ilk aşamasında asetamit klorürler(**1a-e**) ve α -klorketon sentezlenmiştir sonraki aşamada ise etilalkol ortamında Na_2S ile etkileştirilerek diasetamido ve diketo sülfürler (**2a-e**),

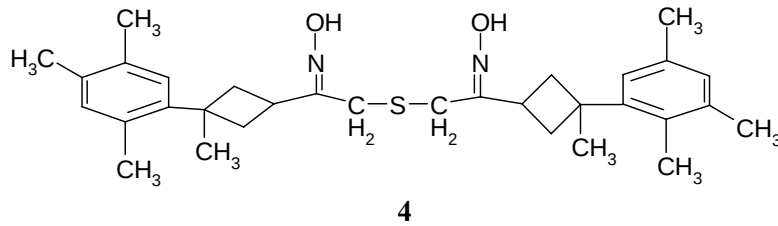


R:aril; R':alkil

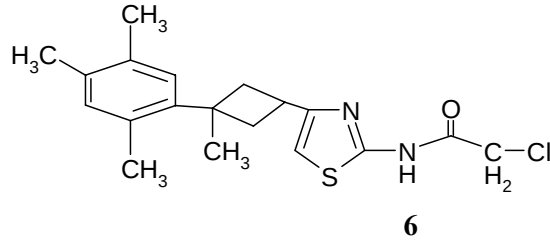
ve karşılığı gelen uygun diketosülfür yapılarına geçilerek glikosalla etkileştirilip tiyofen ketonlara dönüştürülmüş ve ilgili türevleri hazırlanmıştır



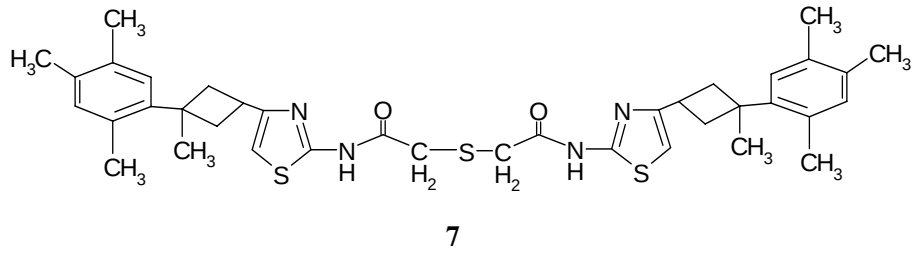
3 ile ilgili türevi olan 4 hidroksilamin hidroklorür yardımıyla literatüre uygun olarak hazırlanmıştır.



Uygun α -klorketonlardan hazırlanmış tiyazol yapılarına geçilerek aynı metotla uygun asetamit klorürlerine geçilmiştir.



Bu yapıyla ilgili tiyazol süstitüe diaset amido sülfür türevi sentezlenmiştir.



1a-e, bileşiklerinde (1683-1659)aralığında **2a-e** bileşiklerinde (1693-1656) aralığında IR spektrumlarında amit karbonil bandlarının varlığı ve **1a-e**, bileşiklerindeki CH₂-Cl (4.24-4.00 ppm)aralığında ¹H-NMR ları ile uyum içinde oldukları gözlenmiştir.Ayrıca **2a-e** bileşiklerinin ¹H-NMR ları incelendiğinde en karasteristik -S-CH₂ protonlarının (3.59-3.29 ppm)aralığında olup ayrıca **3,4,5,6,7,8** yapılarının IR spektrumları, ¹H-NMR ları ve ¹³C-NMR, spektrumları incelendiğinde yapılarımızın spekturumları ile uyumlu olduğu belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

1. Koparr, M. A. Cansız, M. Ahmedzade, A. Çetin, // Cyclobutane-Substituted Diacetamido Sulfides and 2,5-Diacylthiophenes , Heteroatom Chemistry ,2004 15(1) , 26-31.
2. Isaeva, G. A., Dmitriev, A. V., Isaev, P.P. // Russian Journal of Physical Chemistr. 2001. V.75, P. 1716-1719.
3. Pernerstorfer, T., Schmid, R., Bieglmayer, C., Eichler, H. G., Kapiotis, S., Jilma, B. // Clin. Pharmacol. Ther. 2000. V. 67. P. 70 -71.
4. Vargas, R., Maneatis, T., Bynum, L., Peterson, C., McMahon, F., G. // J. Clin. Pharmacol. 1994. V. 34. P. 848-853.
5. Roche, J. J., and Cisneros, G. J., Acs, G. // Angle Orthod. 1997. V. 67. P. 231-236.
6. Peterson, J. M., Trappe, T. A., Mylona, E., White, F., Lambert, C. P., Evans, W. J., Pizza, F. X. // Med. Sci. Sports Exerc. 2003. V. 35. P. 892-896.
7. Moore, P. K., Marshall, M. // Dig. Liver Dis. 2003. V. 35. P. 49-60.
8. Ye, C. M., Wang, X. J., Zheng, H. H. // J. Environ. Sci. (China). 2002. V. 14. P. 524-492.
9. Lacey, J. V., Sherman, M. E., Hartge, P., Schatzkin, A., Schairer, C. // Int. J. Cancer. 2004. V. 108. P. 281-286.
10. Viitanen, H., Tuominen, N., Vaaraniemi, H., Nikanne, E., Annila, P. // Br. J. Anaesth. 2003. V. 91. P. 363-367.
11. Diener, H. C., Limmroth, V. // Curr. Med. Res. Opin. 2001. V.17. P. 13-16.
12. Brune, K. // Agents Actions Suppl. 1988. V. 25. P. 9-19.
13. Dowdy, J., Brower, S., Miller, M. R. // Toxicol. Sci. 2003. V. 72. P. 57-65.
14. Patent, 1975. İngiliz No: 1.517.562
15. Roger, E., Pierre, L.J., Pualette, V., Çerard, Ç., Chapat, J.P., Robert, Ç, 1977
16. Fessenden, R.J. and Fessenden, J.S., 1992, *Organik Chemistry*, Çev. Edt. Tahsin Uyar, 4. Baskı, Güneş Kitabevi, Ankara
17. İkizler, A., 1996, *Heterohalkalı Bileşikler*, K.A.T.Ü. Fen Fakültesi Yayınları No: 38, Trabzon, 236-241.
18. Moderhak, D., 1996, Liebigs Annelen, 5, 777-779
19. Shafiee, A., Naimi, E., Mansobi, P., Foroumadi, A. ve Shekari, M., 1995, J. Heterocyclic Chem., 32, 1235.
20. Vicentini, C.B., Manfrini, M., Veronese, A.C., Guarneri, M., 1998, j. Heterocyclic Chem., 35, 29
21. Marcwald, W., Bott, A., 1896, Ueber das 1-Benzoil-4-feniltiyosemikarbazit, 29, 2914
22. Mullican, M. D., Wilson, M. W., Connor, D. T., Kostlan, C. R., Schrier, D. J., Dyner, R. D., 1993, J. Med. Chem., 36, 1090-1099.
23. Holla, B. S., Kalluraya, B., 1998, Indian Journal of Chemistry, 27B, 683-685.
24. .Eweiss, N. F., Bahajaj, A. A., Elsherbini, E. A., 1986, J. Heterocyclic Chem., 23, 1451
25. .Reid, J. R. ve Heindel, N. D., 1976, J. Heterocyclic Chem., 13, 925.

26. Fusco, R. ve Musante, C., 1938, Gazz. Chim. Italy, 68, 147.
27. Scott, F.Z., O'Mahony, T.A.F., Qivain, P., 1972, Tetrahedron Letters, 3943.
28. Conde, S., Corral, C, and Madroero, R., 1974, Synthesis, 28.
29. Fülöp, F., Semega, E., Donbi, G. and Bernath, G., 1990, J. Heterocyclic Chem., 27, 951.
30. Hovsepian, T. R., Dilannian, R. E., Engoyan, A. P., 2004, Chemistry of heterocyclic compounds, 9, 40, 1194-1198.

ÖZGEÇMİŞ

01.04.1978 tarihinde Elazığ'da doğdum. İlk Orta ve Lise öğrenimini Elazığ'da tamamladım 1996 yılında okumaya hak kazandığım Fırat Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümünden 2000 yılında mezun oldum. 2000 yılında M.E.B. tarafından Bitlis İline atamam yapıldı 2002 yılında askerlik görevimi ifa ettim. 2004 yılında Bingöl İline tayinim yapıldı 2005 yılından itibaren Elazığ'ın Keban ilçesinde Keban Çok Programlı Lisesi'nde kimya öğretmenliği yapmaktayım. Güncel haber, dergi ve gazete okumak, Futbol oynamak ve izlemek, seyahat etmek, öncelikli hobilerim arasındadır.

Oğuzhan ALTUNGÖK