

**YENİ 2-AMİNO-3-SİYANOPİRİDİN TÜREVLERİNİN SENTEZİ
VE BAZI TEPKİMELERİNİN İNCELENMESİ**

Selçuk AYVAZ

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**OCAK 2010
ANKARA**

Selçuk AYVAZ tarafından hazırlanan “Yeni 2-Amino-3-siyanopiridin Türevlerinin Sentezi ve Bazı Tepkimelerinin İncelenmesi” adlı bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylıyorum.

Doç. Dr. Aliye ALTUNDAŞ

Tez Yöneticisi

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği ile KİMYA Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Doç. Dr. Ali DİŞLİ

Kimya, Gazi Üniversitesi

Doç. Dr. Aliye ALTUNDAŞ

Kimya, Gazi Üniversitesi

Yrd. Doç. Dr. Naki ÇOLAK

Kimya, Hitit Üniversitesi

Tarih: 27/ 01/2010

Bu tez ile G.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Prof. Dr. Bilal TOKLU

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada orijinal olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Selçuk AYVAZ

**YENİ 2-AMİNO-3-SİYANOPİRİDİN TÜREVLERİNİN SENTEZİ
VE BAZI TEPKİMELERİNİN İNCELENMESİ
(Yüksek Lisans Tezi)**

Selçuk AYVAZ

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
OCAK 2010**

ÖZET

Bu çalışmada 2-amino-3-siyanopiridin türevleri sentezlendi ve bazı tepkimeleri incelendi. İlk aşamada farklı arilidenmalononitril türevleri elde edildi, ikinci aşamada bu bileşikler kullanılarak 2-amino-3-siyanopiridin türevlerinin sentezi gerçekleştirildi.

Son aşamada 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitrilin formamid ile reaksiyonu sonucu 5-(5 metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin sentezlendi. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metil furan-2-il)-5H-siklo penta[b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitril, 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitrilin asetil klorür ile reaksiyonu sonucu bu bileşiklerin asetamid türevleri elde edildi.

Sentezlenen bileşiklerin yapısı spektroskopik yöntemler kullanılarak aydınlatıldı. 2-Amino-(5-metilfuran-2-il)piridin-3-karbonitril, 2-amino-(3-metil

tiyofen-2-il)piridin-3-karbonitril ve 2-amino-(5-metiltiyofen-2-il)piridin-3-karbonitrilin siklopentan, sikloheksan ve sikloheptan türevlerinin biyolojik aktivite çalışması yaptırılmıştır.

Bilim Kodu : 201.1.112
Anahtar Kelimeler : 2-Amino-3-siyanopiridin, Knoevenagel kondenzasyonu, Arilidenmalononitril
Sayfa Adedi : 140
Tez Yöneticisi : Doç. Dr. Aliye ALTUNDAŞ

**SYNTHESIS OF NEW 2-AMINO-3-CYANOPYRIDINE DERIVATIVES
AND INVESTIGATION OF SOME REACTIONS**

(M.Sc.Thesis)

Selçuk AYVAZ

GAZI UNIVERSITY
INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY

January 2010

ABSTRACT

In this study 2-amino-3-cyanopyridine derivatives were synthesized and some reactions were investigated. In the first stage, different arylidenemalononitrile derivatives were synthesized, in the second stage, 2-amino-3-cyanopyridine derivatives were obtained by using arylidenemalononitrile derivatives.

In the last stage, 5-(5-methylfuran-2-yl)-6H-cycloheptapyrido[2,3-d]pyrimidine-4-amine synthesized by reaction of 2-amino-6,7,8,9-tetrahydro-4-(5-methylfuran-2-yl)-5H-cyclohepta[b]pyridine-3-carbonitrile with formamide. And acetamid derivatives obtained by reaction of 2-amino-6,7-dihydro-4-(5-methylfuran-2-yl)-5H-cyclopenta[b]pyridine-3-carbonitrile, 2-amino-5,6,7,8-tetrahydro-4-(5-methylfuran-2-yl)quinolin-3-carbonitrile, 2-amino-6,7,8,9-tetrahydro-4-(5-methylfuran-2-yl)-5H-cyclohepta[b]pyridine-3-carbonitrile, 2-amino-6,8-dihydro-4-(5-methylfuran-2-yl)-5H-pyrano[3,4-b]pyridine-3-carbonitrile, 2-amino-6,7,8,9-tetrahydro-4-(1-methyl-1H-pyrrol-2-yl)-5H-cyclohepta[b]pyridine-3-carbonitrile, 2-amino-6,8-dihydro-4-(5-methyl thiophene-2-yl)-5H-pyrano[3,4-b]pyridine-3-carbonitrile with acetyl chloride.

The structures of the obtained compounds were determined by the spectroscopic methods. Furthermore 2-amino-(5-methylfuran-2-yl)pyridine-3-carbonitril, 2-amino-(3-methylthiophene-2-yl)pyridine-3-carbonitrile and 2-

amino-(5-methylthiophene-2-yl)pyridine-3-carbonitrile derivatives with cyclopentane, cyclohexane, cycloheptane were evaluated as a antimicrobial agent.

Science Code : 201.1.112
Key Words : 2-Amino-3-cyanopyridine, Knoevenagel condensation, Arylidenemalononitrile
Page Number : 140
Adviser : Doç. Dr. Aliye ALTUNDAŞ

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca destek ve ilgisiyle her zaman yanımda olan, bilgi ve tecrübelerinden faydalandığım hocam Sayın Doç. Dr. Aliye ALTUNDAŞ' a sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca çalışmalarımda bana her zaman yardımcı olan Araş. Gör. Serkan YAVUZ, Özgür PAMİR, Sercan MERCAN ve laboratuvar arkadaşlarıma teşekkür ederim. Her türlü desteğiyle ve sevgisiyle bana güç veren aileme en derin sevgi ve şükranlarımı sunarım.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR	viii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ	xxii
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	xxvi
SİMGELER VE KISALTMALAR	xxxiv
1. GİRİŞ	1
2. MATERYAL VE YÖNTEM	11
2.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler	11
2.2. Kullanılan Cihazlar	11
2.3. Yöntem	11
2.3.1. Knoevenagel kondenzasyonu	11
2.3.2. 2-Amino-3-siyanopiridin türevlerinin sentezi	12
2.3.3. Asetilleme	12
2.3.4. Formamid ile halka kapanması	12
2.3.5. Asetik asit ile halka kapanması	13
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	14
3.1. Arilmetilenmalononitiril Türevlerinin Hazırlanması	14
3.1.1. 2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril sentezi	14
3.1.2. 2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril sentezi	15
3.1.3. 2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril sentezi	15

Sayfa

3.1.4. 2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril sentezi	16
3.1.5. 2-Benzilidenmalononitril sentezi	17
3.2. 2-Amino-3-siyanopiridin Türevlerinin Sentezi	17
3.2.1. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3-karbonitril sentezi	18
3.2.2. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3- karbonitril sentezi	18
3.2.3. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H- siklohepta[b]piridin-3-karbonitril sentezi	19
3.2.4. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3-karbonitril sentezi	20
3.2.5. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3- karbonitril sentezi	21
3.2.6. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H- siklohepta[b]piridin-3-karbonitril sentezi	22
3.2.7. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7- naftiridin-3-karbonitril sentezi	23
3.2.8. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril sentezi	24
3.2.9. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril sentezi	25
3.2.10. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3-karbonitril sentezi	26
3.2.11. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3- karbonitril sentezi	27
3.2.12. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitril sentezi	28
3.2.13. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7- naftiridin-3-karbonitril sentezi	29

Sayfa

3.2.14. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril sentezi.....	30
3.2.15. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril sentezi.....	31
3.2.16. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H- siklopenta[b]piridin-3-karbonitril sentezi.....	32
3.2.17. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3- karbonitril sentezi	33
3.2.18. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H- siklohepta[b]piridin-3-karbonitril sentezi.....	34
3.2.19. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)- 1,7-naftiridin-3-karbonitril sentezi	35
3.2.20. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril sentezi.....	36
3.2.21. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano [3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi.....	37
3.2.22. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-fenilkinolin-3-karbonitril sentezi	38
3.3. Asetamid Türevlerinin Sentezi.....	39
3.3.1. N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-2-il)asetamid sentezi	39
3.3.2. N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2- il)asetamid sentezi.....	40
3.3.3. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H- siklohepta[b]piridin-2-il)asetamid sentezi	41
3.3.4. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-2-il)asetamid sentezi	42
3.3.5. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H- siklohepta[b]piridin-2-il)asetamid sentezi	43
3.3.6. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-2-il)asetamid sentezi	44

Sayfa

3.4. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin sentezi ..	45
3.5. 6,7,8,9-Tetrahidro-2-metil-5-fenilpirimido[4,5-b]kinolin-4(3H)-on sentezi .	46
4. SONUÇ	48
4.1. 2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR ve ¹ H-NMR Spektrum Verileri.....	48
4.1.1. Erime noktası.....	48
4.1.2. FT-IR spektrum verileri	48
4.1.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	48
4.1.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	49
4.2. 2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR ve ¹ H-NMR Spektrum Verileri.....	50
4.2.1. Erime noktası.....	50
4.2.2. FT-IR spektrum verileri	50
4.2.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	51
4.2.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	51
4.3. 2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR ve ¹ H-NMR Spektrum Verileri.....	53
4.3.1. Erime noktası.....	53
4.3.2. FT-IR spektrum verileri	53
4.3.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	53
4.3.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	54
4.4. 2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR ve ¹ H-NMR Spektrum Verileri.....	55
4.4.1. Erime noktası.....	55
4.4.2. FT-IR spektrum verileri	55

Sayfa

4.4.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri	56
4.4.4. ^1H -NMR spektrum verileri	56
4.5. 2-Benzilidenmalononitril'in Erime Noktası ve FT-IR Spektrum Verileri	58
4.5.1. Erime noktası.....	58
4.5.2. FT-IR spektrum verileri	58
4.6. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri	58
4.6.1. Erime noktası.....	58
4.6.2. FT-IR spektrum verileri	59
4.6.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri	59
4.6.4. ^1H -NMR spektrum verileri	59
4.7. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri	61
4.7.1. Erime noktası.....	61
4.7.2. FT-IR spektrum verileri	61
4.7.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri	61
4.7.4. ^1H -NMR spektrum verileri	62
4.8. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri	63
4.8.1. Erime noktası.....	63
4.8.2. FT-IR spektrum verileri	63
4.8.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri	64
4.8.4. ^1H -NMR spektrum verileri	64

Sayfa

4.8.5. Element analizi verileri	65
4.9. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR, ¹ H-NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri	66
4.9.1. Erime noktası.....	66
4.9.2. FT-IR spektrum verileri	66
4.9.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	67
4.9.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	67
4.9.5. Element analizi verileri	68
4.10. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR, ¹ H-NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri	69
4.10.1. Erime noktası.....	69
4.10.2. FT-IR spektrum verileri	69
4.10.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	70
4.10.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	70
4.10.5. Element analizi verileri	71
4.11. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR, ¹ H-NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri.....	72
4.11.1. Erime noktası.....	72
4.11.2. FT-IR spektrum verileri	72
4.11.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	73
4.11.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	73
4.11.5. Element analizi verileri	74

Sayfa

4.12. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR, ¹ H-NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri.....	75
4.12.1. Erime noktası.....	75
4.12.2. FT-IR spektrum verileri	75
4.12.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	76
4.12.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	76
4.12.5. Element analizi verileri	77
4.13. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR, ¹ H-NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri.....	78
4.13.1. Erime noktası.....	78
4.13.2. FT-IR spektrum verileri	78
4.13.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	79
4.13.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	79
4.13.5. Element analizi verileri	80
4.14. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR, ¹ H-NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri.....	81
4.14.1. Erime noktası.....	81
4.14.2. FT-IR spektrum verileri	81
4.14.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	82
4.14.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	82
4.14.5. Element analizi verileri	83
4.15. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR, ¹ H-NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri.....	84

Sayfa

4.15.1. Erime noktası.....	84
4.15.2. FT-IR spektrum verileri	84
4.15.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	85
4.15.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	85
4.15.5. Element analizi verileri	86
4.16. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3- karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR, ¹ H-NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri	87
4.16.1. Erime noktası.....	87
4.16.2. FT-IR spektrum verileri	87
4.16.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	88
4.16.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	88
4.16.5. Element analizi verileri	89
4.17. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR, ¹ H-NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri.....	90
4.17.1. Erime noktası.....	90
4.17.2. FT-IR spektrum verileri	90
4.17.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	91
4.17.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	91
4.17.5. Element analizi verileri	92
4.18. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7- naftiridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR, ¹ H-NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri	93
4.18.1. Erime noktası.....	93
4.18.2. FT-IR spektrum verileri	93

	Sayfa
4.18.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri	94
4.18.4. ^1H -NMR spektrum verileri	94
4.18.5. Element analizi verileri	95
4.19. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri.....	96
4.19.1. Erime noktası.....	96
4.19.2. FT-IR spektrum verileri	96
4.19.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri	97
4.19.4. ^1H -NMR spektrum verileri	97
4.19.5. Element analizi verileri	98
4.20. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri.....	99
4.20.1. Erime noktası.....	99
4.20.2. FT-IR spektrum verileri	99
4.20.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri	100
4.20.4. ^1H -NMR spektrum verileri	100
4.20.5. Element analizi verileri	101
4.21. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri.....	102
4.21.1. Erime noktası.....	102
4.21.2. FT-IR spektrum verileri	102
4.21.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri	103
4.21.4. ^1H -NMR spektrum verileri	103

Sayfa

4.22. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3-karbonitrilin Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri	105
4.22.1. Erime noktası.....	105
4.22.2. FT-IR spektrum veriler.....	105
4.22.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri	105
4.22.4. ^1H -NMR spektrum verileri	106
4.23. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri.....	107
4.23.1. Erime noktası.....	107
4.23.2. FT-IR spektrum verileri	107
4.23.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri	108
4.23.4. ^1H -NMR spektrum verileri	108
4.24. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri.....	110
4.24.1. Erime noktası.....	110
4.24.2. FT-IR spektrum verileri	110
4.24.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri	110
4.24.4. ^1H -NMR spektrum verileri	111
4.25. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri.....	112
4.25.1. Erime noktası.....	112
4.25.2. FT-IR spektrum verileri	112
4.25.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri	113

Sayfa

4.25.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	113
4.26. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR ve ¹ H-NMR Spektrum Verileri	115
4.26.1. Erime noktası.....	115
4.26.2. FT-IR spektrum verileri	115
4.26.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	115
4.26.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	116
4.27. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-fenilkinolin-3-karbonitril'in Erime Noktası ve FT-IR Spektrum Verisi	117
4.27.1. Erime noktası.....	117
4.27.2. FT-IR spektrum verileri	117
4.28. N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-2-il)asetamid'in Erime Noktası, FT-IR, ¹ H-NMR Spektrum Verileri.....	118
4.28.1. Erime noktası.....	118
4.28.2. FT-IR spektrum verileri	118
4.28.3. ¹ H-NMR spektrum verileri	119
4.29. N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il) asetamid'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR ve ¹ H-NMR Spektrum Verileri	120
4.29.1. Erime noktası.....	120
4.29.2. FT-IR spektrum verileri	120
4.29.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	120
4.29.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	121

Sayfa

4.30. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-2-il)asetamid'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR ve ¹ H-NMR Spektrum Verileri.....	122
4.30.1. Erime noktası.....	122
4.30.2. FT-IR spektrum verileri	122
4.30.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	123
4.30.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	123
4.31. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-2-il)asetamid'in Erime Noktası, FT-IR, ¹ H-NMR Spektrum Verileri	125
4.31.1. Erime noktası.....	125
4.31.2. FT-IR spektrum verileri	125
4.31.3. ¹ H-NMR spektrum verileri	125
4.32. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H- siklohepta[b]piridin-2-il)asetamid'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR ve ¹ H-NMR Spektrum Verileri	126
4.32.1. Erime noktası.....	126
4.32.2. FT-IR spektrum verileri	126
4.32.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	127
4.32.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	127
4.33. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-2-il)asetamid'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR ve ¹ H-NMR Spektrum Verileri.....	129
4.33.1. Erime noktası.....	129
4.33.2. FT-IR spektrum verileri	129
4.33.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	129
4.33.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	130

Sayfa

4.34. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³ C-NMR, ¹ H-NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri	131
4.34.1. Erime noktası.....	131
4.34.2. FT-IR spektrum verileri	131
4.34.3. ¹³ C-NMR spektrum verileri	132
4.34.4. ¹ H-NMR spektrum verileri	132
4.35. 6,7,8,9-Tetrahidro-2-metil-5-fenilpirimido[4,5-b]kinolin-4(3H)-on'un Erime Noktası ve FT-IR Spektrum Verisi	134
4.35.1. Erime noktası.....	134
4.35.2. FT-IR spektrum verileri	134
KAYNAKLAR	137
ÖZGEÇMİŞ	140

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 4.1. 2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitrilin FT-IR pikleri	48
Çizelge 4.2. 2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitrilin FT-IR pikleri	51
Çizelge 4.3. 2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitrilin FT-IR pikleri	53
Çizelge 4.4. 2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitrilin FT-IR pikleri.....	56
Çizelge 4.5. 2-Benzilidenmalononitrilin FT-IR pikleri.....	58
Çizelge 4.6. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri.....	59
Çizelge 4.7. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3- karbonitrilin FT-IR pikleri	61
Çizelge 4.8. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri	64
Çizelge 4.9. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin element analiz verileri.....	65
Çizelge 4.10. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri.....	67
Çizelge 4.11. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3-karbonitrilin element analiz verileri	68
Çizelge 4.12. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3- karbonitrilin FT-IR pikleri	70
Çizelge 4.13. 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3- karbonitrilin element analiz verileri.....	71
Çizelge 4.14. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri	73
Çizelge 4.15. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin element analiz verileri.....	74
Çizelge 4.16. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7- naftiridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri	76

Çizelge	Sayfa
Çizelge 4.17. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitrilin element analiz verileri	77
Çizelge 4.18. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri.....	79
Çizelge 4.19. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitrilin element analiz verileri	80
Çizelge 4.20. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri.....	82
Çizelge 4.21. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitrilin element analiz verileri	83
Çizelge 4.22. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri.....	85
Çizelge 4.23. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitrilin element analiz verileri	86
Çizelge 4.24. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri	88
Çizelge 4.25. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitrilin element analiz verileri.....	89
Çizelge 4.26. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri	91
Çizelge 4.27. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitrilin element analiz verileri.....	92
Çizelge 4.28. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri	94
Çizelge 4.29. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitrilin element analiz verileri	95
Çizelge 4.30. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri.....	97
Çizelge 4.31. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitrilin element analiz verileri	98

Çizelge	Sayfa
Çizelge 4.32. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri.....	100
Çizelge 4.33. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitrilin element analiz verileri	101
Çizelge 4.34. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta [b] piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri	103
Çizelge 4.35. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri	105
Çizelge 4.36. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri.....	108
Çizelge 4.37. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7- naftiridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri	110
Çizelge 4.38. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri	113
Çizelge 4.39. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano [3,4-b]piridin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri.....	115
Çizelge 4.40. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-fenilkinolin-3-karbonitrilin FT-IR pikleri	118
Çizelge 4.41. N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta [b]piridin-2-il)asetamidin FT-IR pikleri	118
Çizelge 4.42. N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il)asetamidin FT-IR pikleri.....	120
Çizelge 4.43. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-2-il)asetamidin FT-IR pikleri.....	123
Çizelge 4.44. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-2-il)asetamidin FT-IR pikleri.....	125
Çizelge 4.45. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-2-il)asetamidin FT-IR pikleri.....	127
Çizelge 4.46. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano [3,4-b] piridin-2-il)asetamidin FT-IR pikleri.....	129

Çizelge	Sayfa
Çizelge 4.47. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-aminin FT-IR pikleri	132
Çizelge 4.48. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-aminin element analiz verileri.....	133
Çizelge 4.49. 6,7,8,9-Tetrahidro-2-metil-5-fenilpirimido[4,5-b]kinolin-4(3H)-onun FT-IR pikleri	135

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 1.1. Pellegra hastalığına karşı ilaç olarak kullanılan piridin türevi “nikotinamid”	1
Şekil 1.2. Tütünde bulunan ve insan sağlığına büyük ölçüde zarar veren “nikotin”	2
Şekil 1.3. Antibakteriyal ajan olarak kullanılan “sülfapiridin”	2
Şekil 1.4. Aminosiyanopiridin türevi sentez yöntemi	2
Şekil 1.5. MK-2 inhibitörü olan benzopiranopiridin	3
Şekil 1.6. Aminosiyanopiridin türevi	3
Şekil 1.7. Aminosiyanopiridin türevi sentez yöntemi	4
Şekil 1.8. 2-Amino-4-fenil-5,6,7,8-tetrahidrokinolin-3-karbonitril sentezi	4
Şekil 1.9. 2-Amino-3-siyanopiridin türevi sentez mekanizması	5
Şekil 1.10. Birçok proteinde bulunan önemli bir aminoasit “triptofan”	6
Şekil 1.11. Bitki yetiştirme hormonu olarak bilinen “ β -indolilasetik asit”	7
Şekil 1.12. Koyu mavi renkli boyar madde “indigo”	7
Şekil 1.13. Kavrulmuş kahveye koku veren “furfiril tiol”	7
Şekil 1.14. Bakterisid olan furan türevi “nitrofurazan”	7
Şekil 1.15. Migren tedavisinde kullanılan “Pizotifen”	8
Şekil 1.16. Ağrı kesici olarak kullanılan “Etilmetiltiyambüten”	8
Şekil 1.17. Asetamid türevi sentezi	9
Şekil 1.18. 2-Amino-(5-metilfuran-2-il)piridin-3-karbonitril türevlerinin asetamid sentezi	9
Şekil 1.19. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-2-il)asetamid sentezi	9

Şekil	Sayfa
Şekil 1.20. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano [3,4-b]piridin-2-il)asetamid sentezi.....	10
Şekil 1.21. Pirido[2,3-d]pirimidin sentezi.....	10
Şekil 1.22. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin sentezi.....	10
Şekil 3.1. 2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in IR spektrumu.....	14
Şekil 3.2. 2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in IR spektrumu.....	15
Şekil 3.3. 2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril'in IR spektrumu	16
Şekil 3.4. 2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril'in IR spektrumu.....	16
Şekil 3.5. 2-Benzilidenmalononitril'in IR spektrumu.....	17
Şekil 3.6. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3- karbonitril IR spektrumu	18
Şekil 3.7. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3- karbonitril'in IR spektrumu	19
Şekil 3.8. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin IR spektrumu	20
Şekil 3.9. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3- karbonitrilin IR spektrumu	21
Şekil 3.10. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3- karbonitril'in IR spektrumu.....	22
Şekil 3.11. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin IR spektrumu	23
Şekil 3.12. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7- naftiridin-3-karbonitrilin IR spektrumu	24
Şekil 3.13. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3- karbonitrilin IR spektrumu.....	25
Şekil 3.14. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitrilin IR spektrumu.....	26

Şekil	Sayfa
Şekil 3.15. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3- karbonitrilin IR spekturmu.....	27
Şekil 3.16. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3- karbonitril'in IR spektrumu.....	28
Şekil 3.17. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin IR spektrumu.....	29
Şekil 3.18. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7- naftiridin-3- karbonitrilin IR spektrumu.....	30
Şekil 3.19. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3- karbonitrilin IR spektrumu.....	31
Şekil 3.20. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3- karbonitrilin IR spektrumu.....	32
Şekil 3.21. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3-karbonitrilin IR spektrumu.....	33
Şekil 3.22. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3- karbonitrilin IR spektrumu.....	34
Şekil 3.23. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H- siklohepta[b] piridin-3-karbonitrilin IR spektrumu.....	35
Şekil 3.24. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7- naftiridin-3-karbonitril in IR spektrumu	36
Şekil 3.25. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3- karbonitrilin IR spektrumu.....	37
Şekil 3.26. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano [3,4-b] piridin-3-karbonitrilin IR spektrumu.....	38
Şekil 3.27. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-fenilkinolin-3-karbonitril'in IR spekturmu	39
Şekil 3.28. N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-2- il)asetamidin IR spektrumu	40
Şekil 3.29. N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il) asetamidin IR spektrumu.....	41

Şekil	Sayfa
Şekil 3.30. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-2-il)asetamidin IR spektrumu.....	42
Şekil 3.31. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamidin IR spektrumu.....	43
Şekil 3.32. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-2-il)asetamidin IR spektrumu.....	44
Şekil 3.33. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamidin IR spektrumu.....	45
Şekil 3.34. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin'in IR spektrumu.....	46
Şekil 3.35. 6,7,8,9-Tetrahidro-2-metil-5-fenilpirimido[4,5-b]kinolin-4(3H)-on'un IR spektrumu.....	47
Şekil 4.1. 2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in ¹³ C-NMR spektrumu.....	49
Şekil 4.2. 2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in ¹ H-NMR spektrumu.....	50
Şekil 4.3. 2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in ¹³ C-NMR spektrumu.....	52
Şekil 4.4. 2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in ¹ H-NMR spektrumu.....	52
Şekil 4.5. 2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril'in ¹³ C-NMR spektrumu.....	54
Şekil 4.6. 2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril'in ¹ H-NMR spektrumu.....	55
Şekil 4.7. 2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril'in ¹³ C-NMR spektrumu..	57
Şekil 4.8. 2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril'in ¹ H-NMR spektrumu ...	57
Şekil 4.9. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3- karbonitrilin ¹³ C-NMR spektrumu	60
Şekil 4.10. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3- karbonitrilin ¹ H-NMR spektrumu	60
Şekil 4.11. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in ¹³ C-NMR spektrumu.....	62
Şekil 4.12. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in ¹ H-NMR spektrumu	63

Şekil	Sayfa
Şekil 4.13. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin ^{13}C -NMR spektrumu	65
Şekil 4.14. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin ^1H -NMR spektrumu	66
Şekil 4.15. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3- karbonitrilin ^{13}C -NMR spektrumu.....	68
Şekil 4.16. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3- karbonitrilin ^1H -NMR spektrumu	69
Şekil 4.17. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3- karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu	71
Şekil 4.18. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3- karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu	72
Şekil 4.19. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin ^{13}C -NMR spektrumu	74
Şekil 4.20. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin ^1H -NMR spektrumu	75
Şekil 4.21. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7- naftiridin-3-karbonitrilin ^{13}C -NMR spektrumu.....	77
Şekil 4.22. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7- naftiridin-3-karbonitrilin ^1H -NMR spektrumu.....	78
Şekil 4.23. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3- karbonitrilin ^{13}C -NMR spektrumu	80
Şekil 4.24. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3- karbonitrilin ^1H -NMR spektrumu	81
Şekil 4.25. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitrilin ^{13}C -NMR spektrumu	83
Şekil 4.26. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitrilin ^1H -NMR spektrumu	84
Şekil 4.27. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3- karbonitrilin ^{13}C -NMR spektrumu	86

Şekil	Sayfa
Şekil 4.28. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3- karbonitrilin ¹ H-NMR spektrumu	87
Şekil 4.29. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3- karbonitril'in ¹³ C-NMR spektrumu	89
Şekil 4.30. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3- karbonitril'in ¹ H-NMR spektrumu	90
Şekil 4.31. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitrilin ¹³ C-NMR spektrumu	92
Şekil 4.32. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitrilin ¹ H-NMR spektrumu	93
Şekil 4.33. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7- naftiridin-3- karbonitrilin ¹³ C-NMR spektrumu	95
Şekil 4.34. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7- naftiridin-3- karbonitrilin ¹ H-NMR spektrumu	96
Şekil 4.35. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin -3- karbonitrilin ¹³ C-NMR spektrumu	98
Şekil 4.36. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin -3- karbonitrilin ¹ H-NMR spektrumu	99
Şekil 4.37. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3- karbonitrilin ¹³ C-NMR spektrumu	101
Şekil 4.38. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3- karbonitrilin ¹ H-NMR spektrumu	102
Şekil 4.39. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3- karbonitrilin ¹³ C-NMR spektrumu	104
Şekil 4.40. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3- karbonitrilin ¹ H-NMR spektrumu	104
Şekil 4.41. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3- karbonitrilin ¹³ C-NMR spektrumu	106
Şekil 4.42. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3- karbonitrilin ¹ H-NMR spektrumu	107

Şekil	Sayfa
Şekil 4.43. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin ^{13}C -NMR spektrumu	109
Şekil 4.44. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-3-karbonitrilin ^1H -NMR spektrumu	109
Şekil 4.45. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7- naftiridin -3-karbonitrilin ^{13}C -NMR spektrumu.....	111
Şekil 4.46. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7- naftiridin-3-karbonitrilin ^1H -NMR spektrumu.....	112
Şekil 4.47. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3-karbonitrilin ^{13}C -NMR spektrumu	114
Şekil 4.48. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3-karbonitrilin ^1H -NMR spektrumu	114
Şekil 4.49. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano [3,4-b]piridin-3-karbonitrilin ^{13}C -NMR spektrumu	116
Şekil 4.50. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano [3,4-b] piridin-3-karbonitrilin ^1H -NMR spektrumu	117
Şekil 4.51. N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-2- il)asetamidin ^1H -NMR spektrumu	119
Şekil 4.52. N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il) asetamidin ^{13}C -NMR spektrumu	121
Şekil 4.53. N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il) asetamidin ^1H -NMR spektrumu	122
Şekil 4.54. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-2-il)asetamidin ^{13}C -NMR spektrumu	124
Şekil 4.55. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-2-il)asetamidin ^1H -NMR spektrumu	124
Şekil 4.56. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-2- il)asetamidin ^1H -NMR spektrumu	126
Şekil 4.57. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H- siklohepta[b]piridin-2-il)asetamidin ^{13}C -NMR spektrumu.....	128

Şekil	Sayfa
Şekil 4.58. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-2-il)asetamidin ^1H -NMR spektrumu	128
Şekil 4.59. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamidin ^{13}C -NMR spektrumu	130
Şekil 4.60. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamidin ^1H -NMR spektrumu	131
Şekil 4.61. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin'in ^{13}C -NMR spektrumu	133
Şekil 4.62. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin'in ^1H - NMR spektrumu.....	134

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklama
^1H -NMR	^1H Nükleer Magnetik Rezonans Spektroskopisi
^{13}C -NMR	^{13}C Nükleer Magnetik Rezonans Spektroskopisi
FTIR	Fourier Transform Infrared Spektroskopisi
Aseton- d_6	Döteroaseton
DMSO- d_6	Döterodimetilsülfoksit

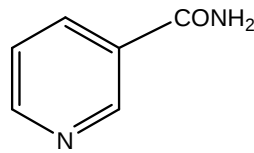
1. GİRİŞ

Piridin, bir azot ve beş karbondan meydana gelen heterosiklik bir bileşiktir. İlk olarak 1849 yılında T. Anderson tarafından kemik yağının pirolizinden elde edilmiştir. Piridin ve türevleri uzun süre taş kömürü katranından elde edilmişlerse de, bu yöntemlerin yerini sentetik üretim metodları almıştır.

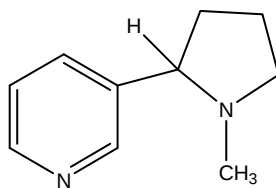
Piridin donma noktası -42°C , kaynama noktası 115°C ve yoğunluğu $0,98272\text{ g/cm}^3$ olan renksiz bir sıvıdır. Piridin keskin ve rahatsız edici bir kokusu vardır, organik çözücülerle ve su ile karışabilir. Birçok reaksiyonda bir baz olarak kullanılan piridin aynı zamanda organik bileşiklerin büyük bir kısmı için güçlü bir çözücüdür.

Piridin, genel yapı olarak benzene benzeyen aromatik bir bileşiktir, farkı benzendeki bir $=\text{CH}$ grubunun $=\text{N}-$ ile yer değiştirmiş olmasıdır. Halka asimetrisi sayesinde, benzen ile karşılaştırıldığında yapısal izomerlerinin sayısı artmaktadır. Sadece bir tane monometil benzen olmasına rağmen üç tane monometil piridin vardır.

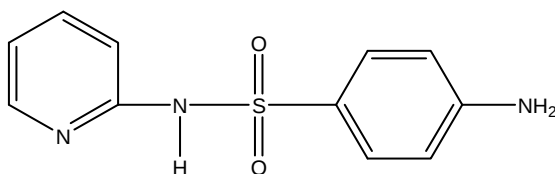
Piridin ve türevleri tipik heterosiklik aromatik bileşiklerdir. Kimya endüstrisinde boyar madde, pestisidler, farmasötik ürünler üretiminde potansiyel uygulamaları vardır [1]. Önemli birkaç türevi;



Şekil 1.1. Pellegra hastalığına karşı ilaç olarak kullanılan piridin türevi
“nikotinamid”



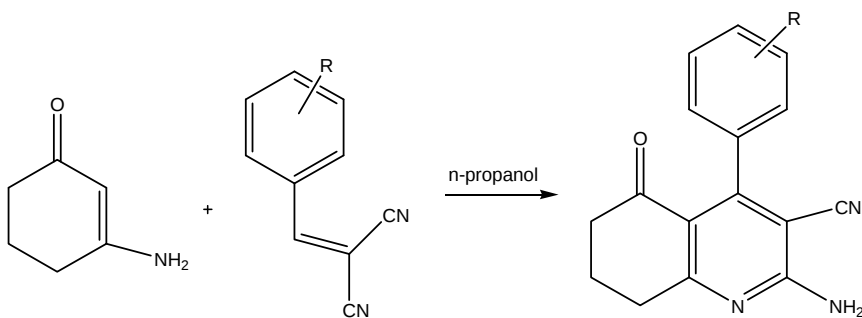
Şekil 1.2. Tütünde bulunan ve insan sağlığına büyük ölçüde zarar veren “nikotin”



Şekil 1.3. Antibakteriyal ajan olarak kullanılan “sülfapiridin”

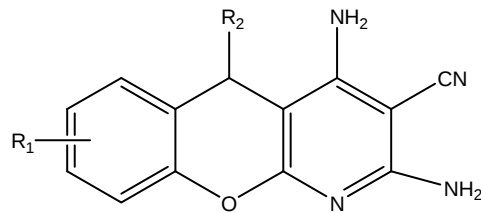
Doğal ürünlerde ve farmakolojide piridinlerin yaygın olması, biyolojik aktivite göstermeleri, kimyacılar için piridini hedef haline getirmiştir [2].

Gholap ve ekibi yaptığı çalışmada birçok farmasötik yapı arasında en popüler N-heteroaromatiklerden birinin de piridin olduğunu bildirmiş ve farklı türevlerini sentezleyerek biyolojik aktivite gösterdiğini bulmuşlardır [3]. Farklı aril ve alkil grupları içeren siyanopiridinlerin antimikrobiyal [4], antihipertansif (yüksek kan basıncını düşürücü) [5], kardiyovasküler [6], ateş düşürücü, ağrı kesici [7], IKK- β inhibitörü gibi özellikleri olduğu bulunmuştur. Ayrıca 2-amino-3-siyano piridinler azotlu heterosikliklerin sentezi için çok yönlü ara ürünleridir [8]. 2-Amino-3-siyano piridin türevleri amonyum asetat ile ketonların Michael kondenzasyonu reaksiyonu sonucu oluştuğu literatürde bildirilmiştir [9].



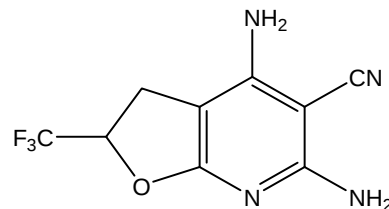
Şekil 1.4. Aminosianopiridin türevi sentez yöntemi

Anderson ve ekibi yaptıkları çalışmada sentezledikleri aminosianopiridin türevininin MK-2 inhibitörü olduğunu bildirmişlerdir [10]. TNF α nın insan vücudunda bazı ateşli hastalıklara sebep olduğu düşünülmektedir [11]. Romatoid ve psoriatic arthritis gibi hastalıkların tedavisinde biyolojik anti TNF α terapisi etkin olmuştur [12]. Birçok potansiyel biyolojik hedef TNF α nın biyosentezinin inhibisyonu için belirlenmiş ve ateşli hastalıkların tedavisinde etkili olmuştur. Bu hedefler arasında en iyisi p38 MAPK olmuş ve p38 kinaz inhibitörü klinik çalışmalarda romatoid arthritis hastalıklarında etkinlik göstermiştir [13,14]. Mitogen-activated protein kinase-activated protein kinase 2 (MK-2), p38 kinaz enziminin doğrudan substratıdır ve TNF α ye bağlıdır [15]. MK-2 nin arthritis modelindeki hastalıklara karşı direnç gösterdiği bildirilmiştir [16].



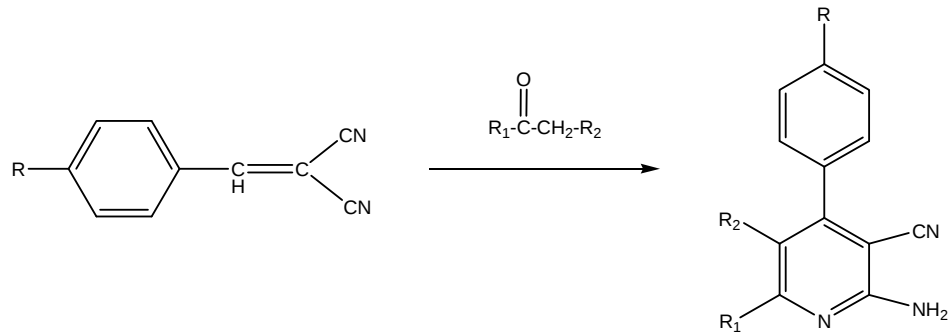
Şekil 1.5. MK-2 inhibitörü olan benzopiridin

Ayrıca bu literatürde şekil 1.6. daki yapının MK-2 inhibitörü olduğu ve ticari olarak satışının yapıldığı bildirilmiştir ($IC_{50} = 2 \mu M$). Aminosianopiridin yapısındaki bu bileşikler MK-2 ye bağlanan farmakofor grubunun önemli parçalarıdır. Elde edilen verilere göre bu yapıların ilerleyen zamanda optimize edilebileceği önerilmektedir.



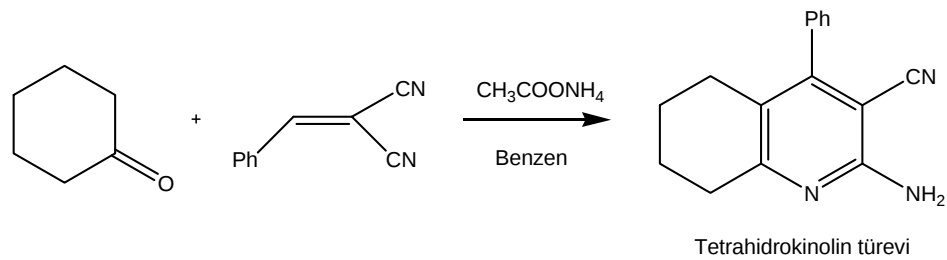
Şekil 1.6. Aminosianopiridin türevi

Paul ve ekibi mikrodalga ışınlar altında 2-amino-3-siyano piridin türevi sentezlemişlerdir [17]. 2-Amino-3-siyanopiridinler çeşitli heterosiklik bileşiklerin sentezi için ara ürün olduğundan bunların hazırlanışı birçok çalışmaya konu olmuştur [18]. Birçok standart prosedürde ya uzun reaksiyon süresi gerekir, ya da ürünleri karışımına yol açan bazı durumlar ortaya çıkar ve verim düşük olur. Yapılan çalışmada 2-amino-3-siyanopiridin, arilidenmalanonitriller ve ketonların çözücü kullanmadan, amonyum asetat varlığında mikrodalga ışınlar ile reaksiyonu gerçekleştirilmiştir.



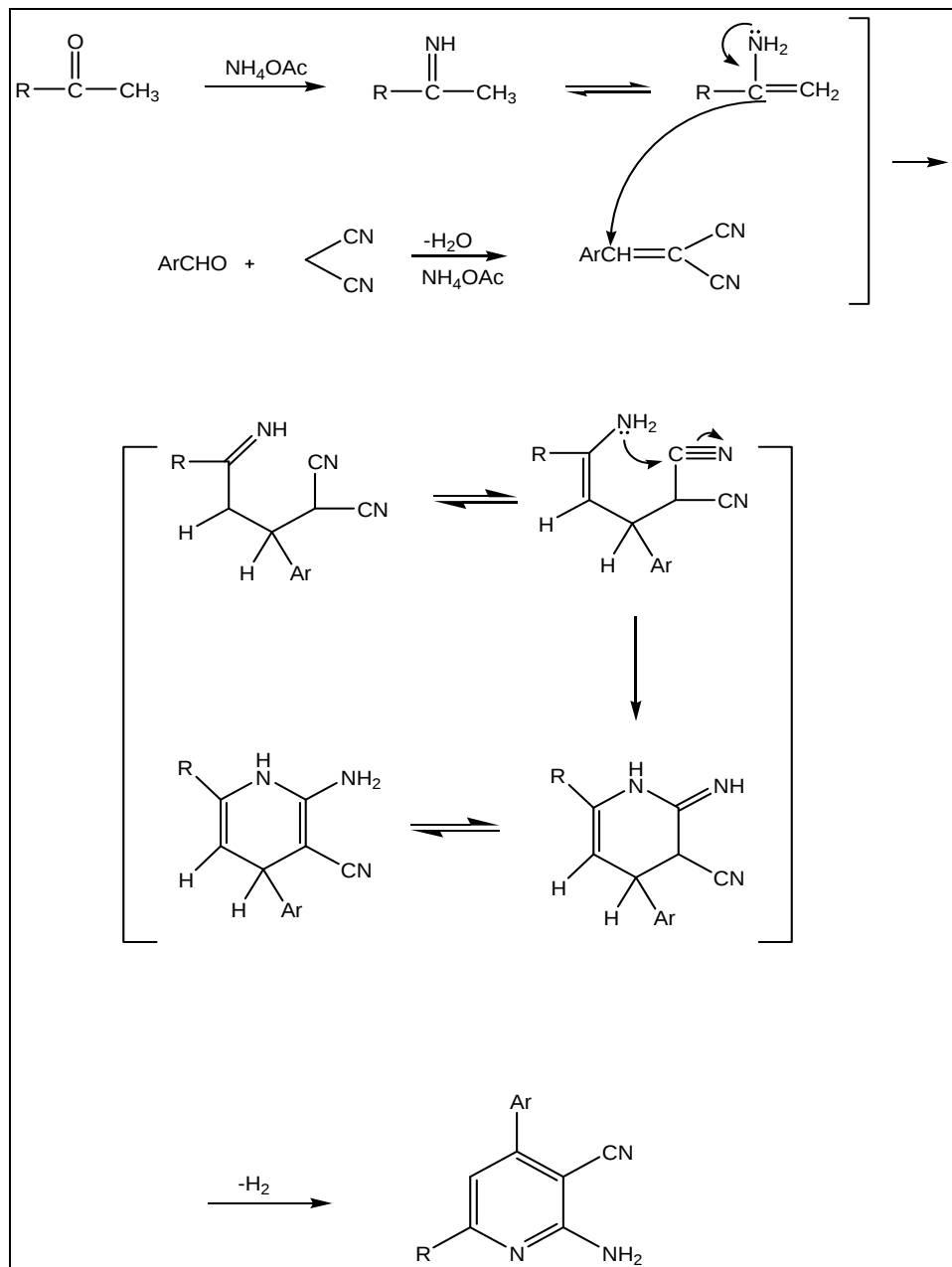
Şekil 1.7. Aminosiyonopiridin türevi sentez yöntemi

Elkholy ve ekibi 2-amino-3-siyonopiridini kullanarak pirimidokinolin türevleri sentezlemiş ve biyolojik aktivite gösterdiğini bildirmişlerdir [19]. Pirimidokinolinler biyolojik özelliklerinden dolayı önemli bileşiklerdir. Sıtmaya karşı [20], kansere karşı [21], mikroba karşı [22], ve ateşlenmeye karşı [23] aktivite göstermektedir. Son yıllarda tetrahidrokinolin türevlerinin sentezine ve kimyasına dikkate değer ölçüde ilgi gösterilmektedir [24]. Yapılan çalışmada pirimido [4,5-b] kinolinlerin sentezi, tetrahidrokinolinkarbonitril yapı blokları kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 1.8. 2-Amino-4-fenil-5,6,7,8-tetrahidrokinolin-3-karbonitril sentezi

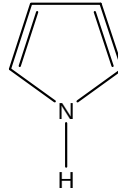
Feng Shi ve ekibi 2-amino-3-siyanopiridin türevlerini tek basamakta mikrodalga ışın altında sentezlemişlerdir [25]. Piridin yapısı içeren birçok doğal ve sentetik bileşik ilginç farmakolojik özelliklere sahiptir [26]. Bunlar arasından 2-amino-3-siyanopiridinler 1KK- β inhibitörleri olarak nitelendirilmişlerdir [27]. Bu nedenle, 2-amino-3-siyanopiridin türevlerinin sentezi organik kimyada ilgi çekmeye devam etmektedir.



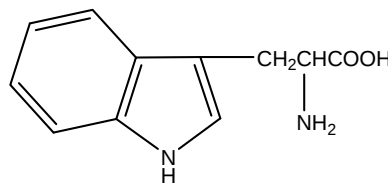
Şekil 1.9. 2-Amino-3-siyanopiridin türevi sentez mekanizması

Aminosiyanoipridin türevi üzerinde yapılan çalışmalar incelendiğinde süstitüe aromatik yapı olarak genellikle benzen türevlerinin kullanıldığı, heterosiklik aromatik grupların bulunduđu bileşiklerin sentezi üzerine çok fazla çalışma olmadığı görülmüştür. Bu tez çalışmasında süstitüe yapı olarak organik kimyada önemli yeri olan ve biyolojik aktivite çalışmalarında da kullanılan pirol, furan ve tiyofen gibi heterosiklik yapılar kullanılmıştır.

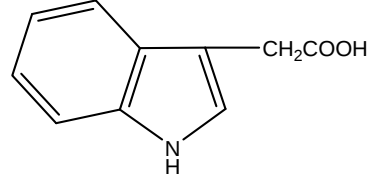
Pirol , kaynama noktası 131⁰C olan renksiz bir sıvıdır. Taş kömürü katranında ve kemik, boynuz vb. gibi hayvansal artıkların destilasyonundan elde edilen katranlarda bulunur.



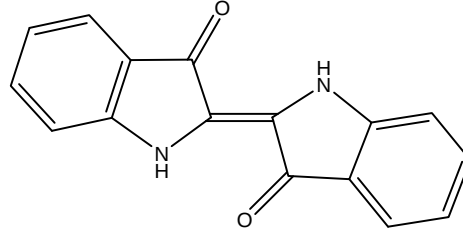
Piroller, çođu doğal ürünlerin özünü oluşturduğundan dolayı heterosiklik kimyada pirollerin sentezinin önemli bir yeri vardır. Çeşitli alkilpirol türevlerinin çok iyi bir derecede biyolojik aktiviteye sahip olduğu görülmüştür. Bundan dolayı pirol türevlerinin sentezi için yapılan çalışmalar devam etmektedir. Günümüzde ticari alanda pirol, furan ile amonyağın 450⁰C’de Al₂O₃ katalizörlüğünde ısıtılması ile elde edilmektedir. Bu reaksiyon gaz fazında meydana gelmektedir. Önemli birkaç türevi;



Şekil 1.10. Birçok proteinde bulunan önemli bir aminoasit “triptofan”



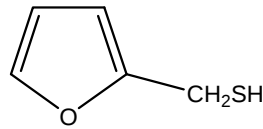
Şekil 1.11. Bitki yetiştirme hormonu olarak bilinen “β-indolilasetik asit”



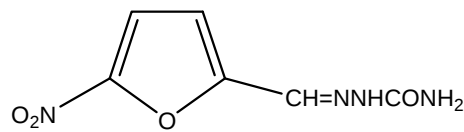
Şekil 1.12. Koyu mavi renkli boyar madde “indigo”

Ayrıca pirol ve türevlerinin polimerleştirilmesiyle elde edilen polipirol de iyi bir iletken özellik gösterdiğinden dolayı endüstriyel alandan modern tıp uygulamalarına kadar geniş bir kullanım alanına sahiptir.

1870 yılında bulunan furan, laboratuvarında genellikle furan-2-karboksilli asit dekarboksilasyonundan, endüstride ise furfural (furan-2-aldehit) den elde edilen, kaynama noktası 31 °C olan renksiz bir bileşiktir. Furan ve basit türevleri hoş kokulu ve oldukça kararlı bileşiklerdir.



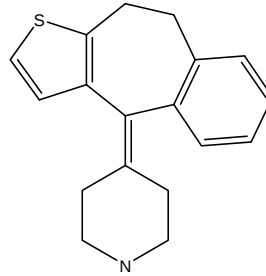
Şekil 1.13. Kavrulmuş kahveye koku veren “furfiril tiol”



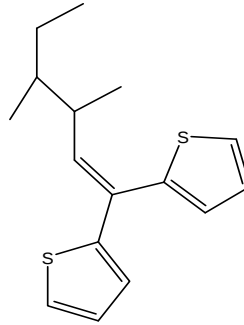
Şekil 1.14. Bakterisid olan furan türevi “nitrofurazan”

Taş kömürü katranından elde edilen benzenin, az miktarda başka bir madde içerdiği tespit edilmiş ve bu yapı 1882 yılında ünlü kimyager Victor Meyer tarafından aydınlatılarak bu maddeye ‘tiyofen’ adı verilmiştir. Tiyofen, renksiz bir bileşik olup naftaline benzer kokusu olan bir moleküldür.

Tiyofen kaynama noktası 84 °C dir, bazik özellik göstermez, asitlere karşı pirol ve furandan daha dayanıklıdır.



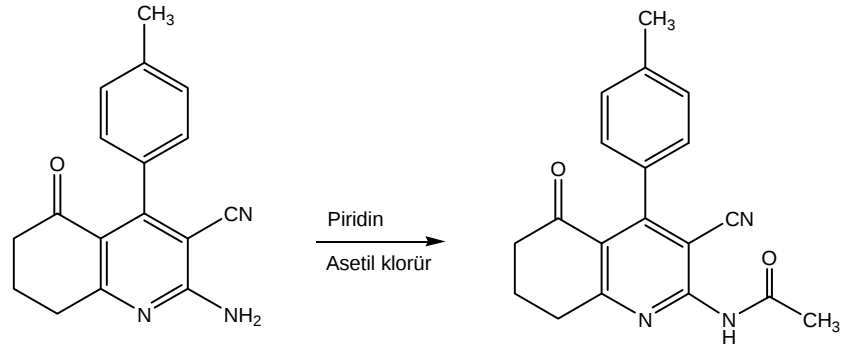
Şekil 1.15. Migren tedavisinde kullanılan “Pizotifen”



Şekil 1.16. Ağrı kesici olarak kullanılan “Etilmetiltiyambüten”

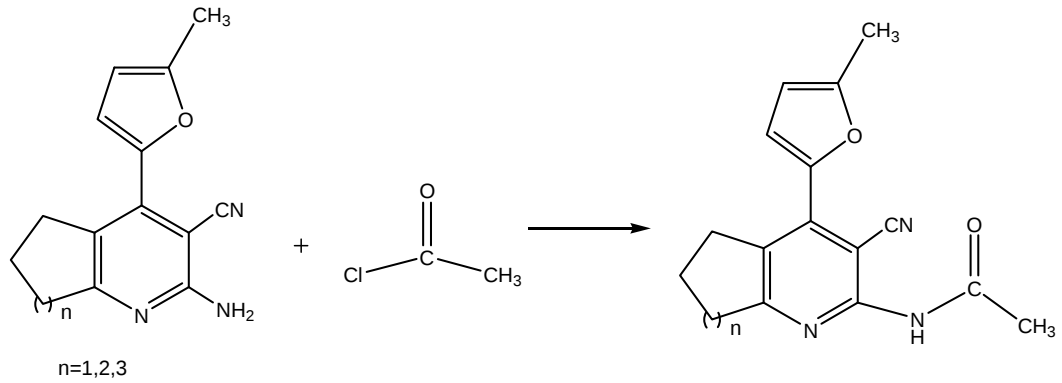
Aminosiyanoipridin türevleri kullanılarak çeşitli tepkimeler üzerinde çalışmalar yapılmıştır.

Gholap ve ekibi aminosiyanoipridin türevini asetilleyerek asetamid türevi elde etmiş ve biyolojik aktivite gösterdiğini bildirmişlerdir [3].

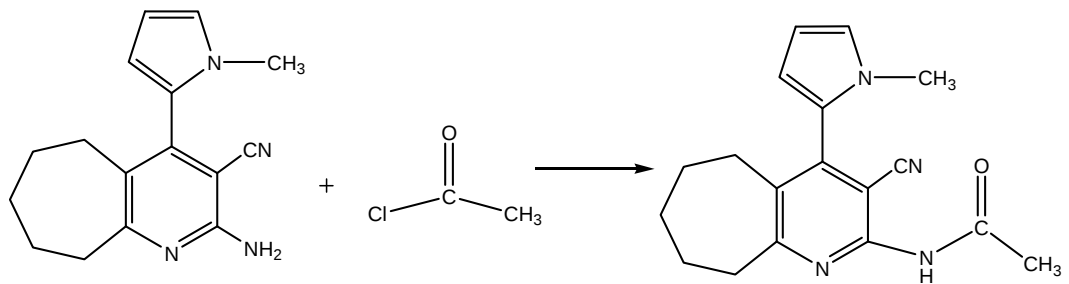


Şekil 1.17. Asetamid türevi sentezi

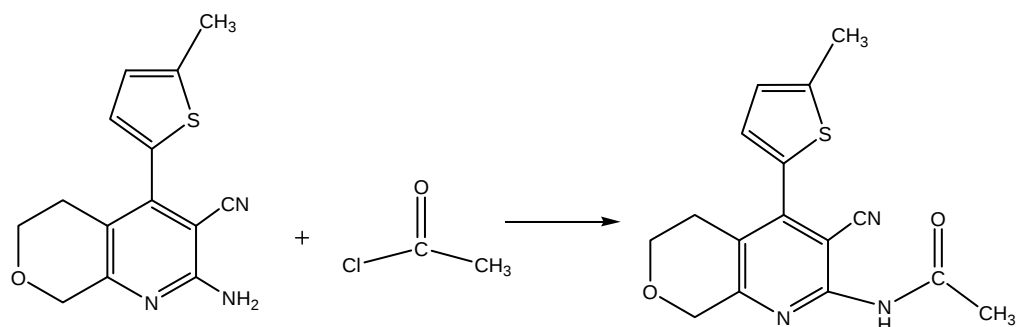
Bu tez çalışmasında yukarıdaki literatür kullanılarak, sentezlenen bazı 2-amino-3-siyanopiridin türevlerinin asetilleme reaksiyonları denenerek asetamid türevlerinin sentezi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 1.18. 2-Amino-(5-metilfuran-2-il)piridin-3-karbonitril türevlerinin asetamid sentezi

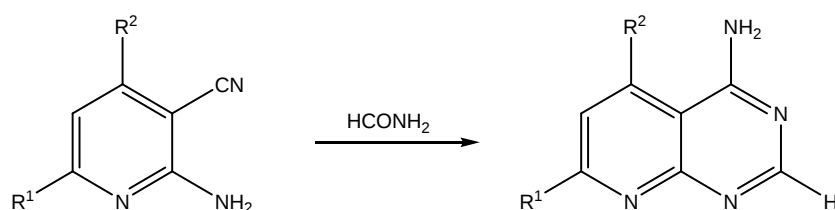


Şekil 1.19. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-2-il)asetamid sentezi



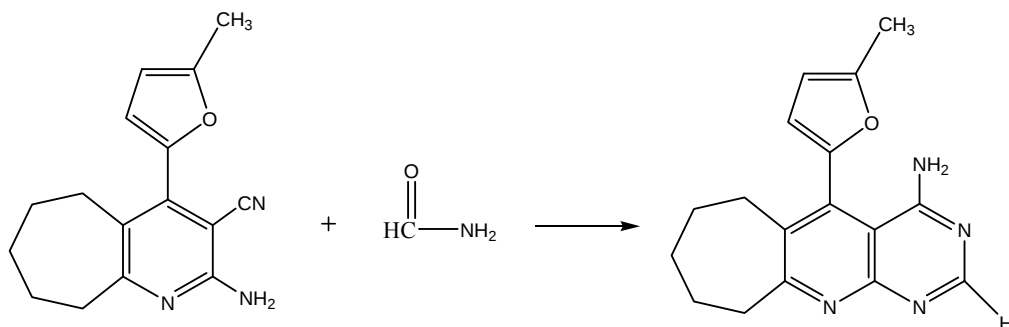
Şekil 1.20. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid sentezi

L. Prakash ve ekibi pirido[2,3-d]pirimidin türevlerinin biyolojik aktivite gösterdiğini, ilaç sektöründe kullanıldığını bildirmiş ve aminosiyanoipridin türevinden çıkarak formamid ile halka kapanması sonucunda piridopirimidin türevlerinin sentezini gerçekleştirmişlerdir [28].



Şekil 1.21. Pirido[2,3-d]pirimidin sentezi

Bu çalışmada 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitrilin formamid ile tepkimesi sonucunda halka kapanma ürününün sentezi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 1.22. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin sentezi

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler

3-Metiltiyofen-2-karboksialdehit, 5-metiltiyofen-2-karboksialdehit, 5-metilfuran-2-karboksialdehit, N-metilpirol-2-karboksialdehit, benzaldehit, siklopentanon, sikloheksanon, sikloheptanon, N-metil-4-piperidon, tetrahidro-4H-piran-4-on, tetrahidro-4H-tiyopiran-4-on, benzen, piridin, asetil klorür, formamid, sülfirik asit, susuz asetik asit, etanol, etilasetat, kloroform.

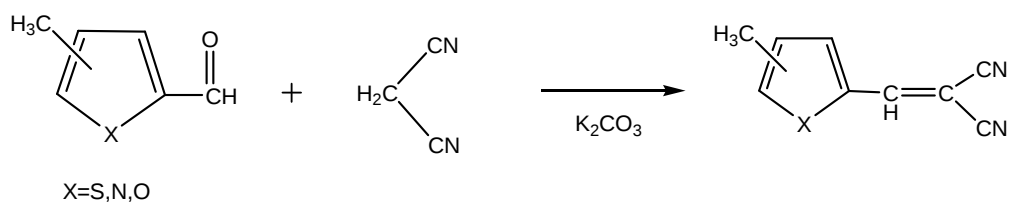
2.2. Kullanılan Cihazlar

- ^1H -NMR spektrumları Varian Gemini 200 MHz cihazı ile alındı.
- ^{13}C -NMR spektrumları Varian Gemini 50 MHz cihazı ile alındı.
- FT-IR spektrumları Mattson-1000 FTIR cihazı ile alındı.
- Element analizleri Leco-CHNS-9320 cihazı ile alındı.
- Sentezlenen bileşiklerin erime noktaları Gallenkampf cihazı ile tayin edilmiştir.

2.3. Yöntem

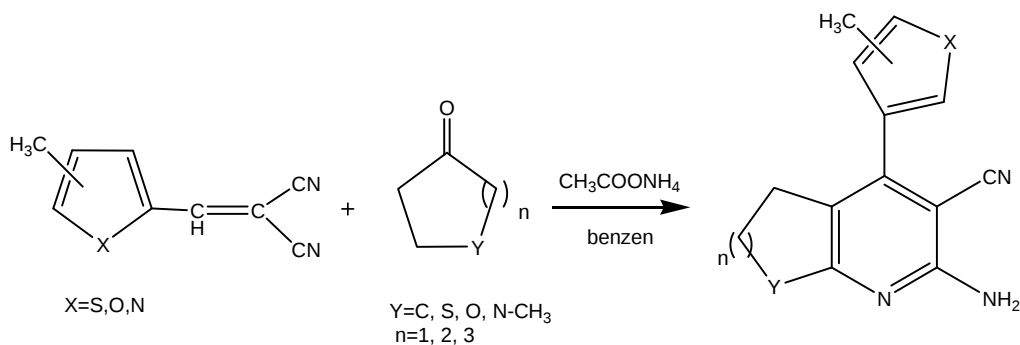
2.3.1. Knoevenagel kondenzasyonu

Arilmetilenmalononitril türevlerini sentezlemek için karboksialdehit türevleri ile malononitril ve potasyum karbonat etkileştirildi.



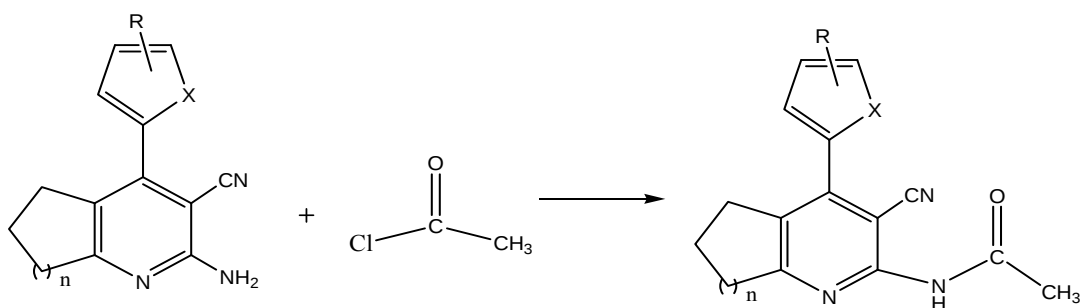
2.3.2. 2-Amino-3-siyanopiridin türevlerinin sentezi

2-Amino-3-siyanopiridin türevlerini sentezlemek için arilmetilenmalononitril türevleri ile farklı ketonlar, amonyumasetat ve benzen varlığında etkileştirildi.



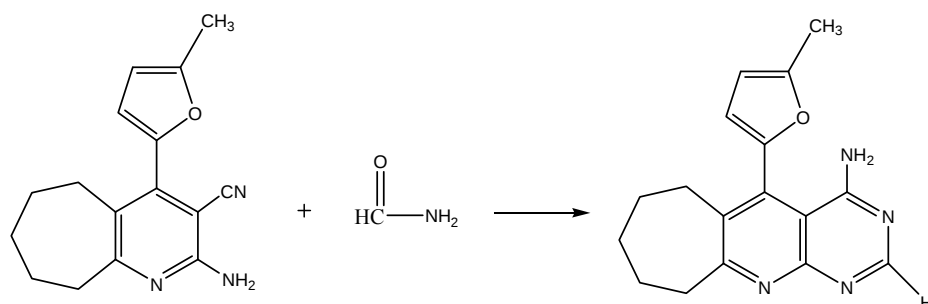
2.3.3. Asetilleme

Elde edilen 2-amino-3-siyanopiridin türevlerinden bazıları piridin varlığında asetil klorür ile etkileştirilerek asetamid türevleri sentezlenmiştir.



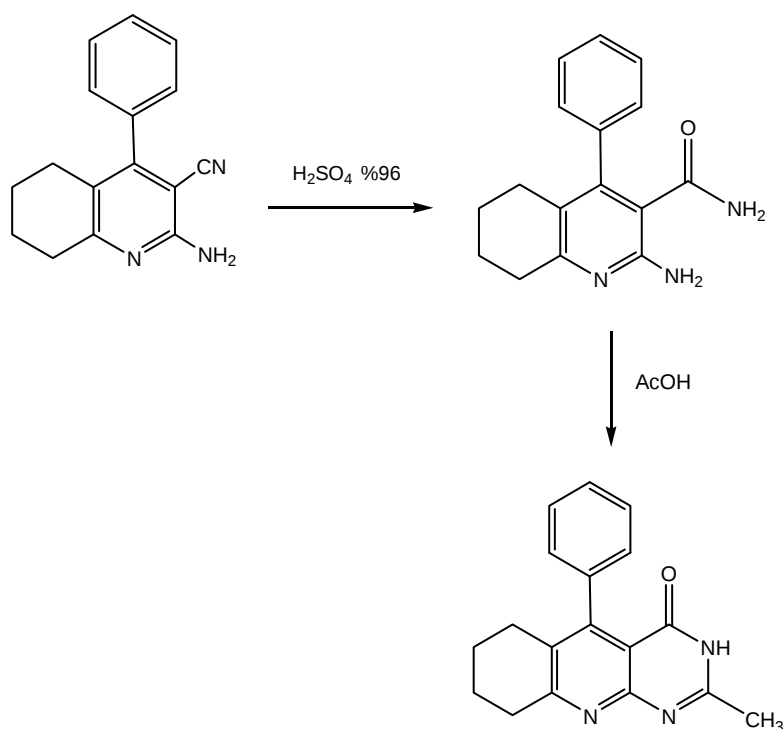
2.3.4. Formamid ile halka kapanması

2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril ile formamid etkileştirilerek 5-(5-metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido [2,3-d]pirimidin-4-amin elde edildi.



2.3.5. Asetik asit ile halka kapanması

2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-fenilkinolin-3-karbonitril ile önce sülfirik asit, ardından da susuz asetik asit ile etkileştirildi ve 6,7,8,9-tetrahidro-2-metil-5-fenilpirimido[4,5-b]kinolin-4(3H)-on sentezlendi.



3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

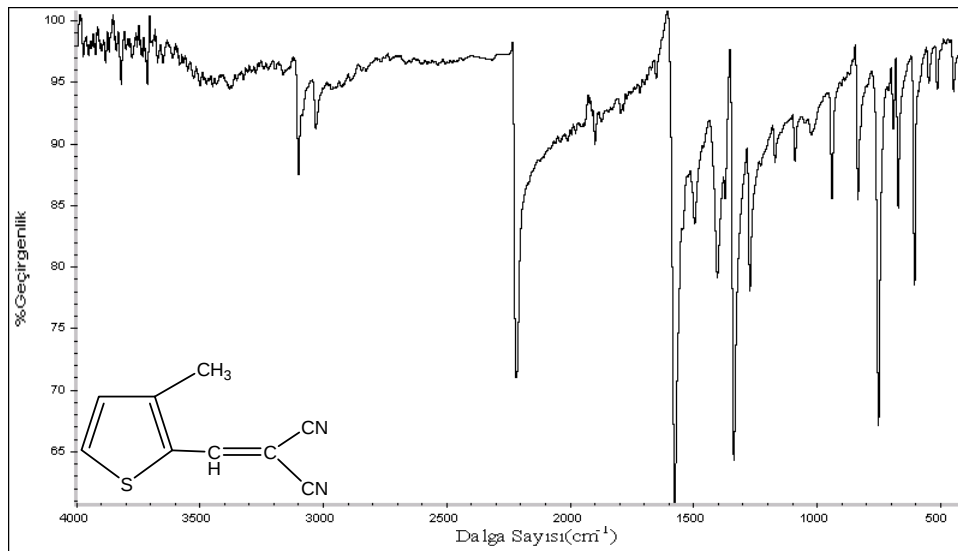
3.1. Arilmetilenmalononitril Türevlerinin Hazırlanması

0,01 mol aldehit, 0,011 mol malononitril ve katalitik miktarda potasyum karbonat agat havanında karıştırılarak etkileştirildi. Oluşan katı kloroform-su ile ekstrakte edildi, $MgSO_4$ üzerinden kurutuldu ve çözücünün uçurulmasıyla elde edilen ürün etanolden kristallendirilerek saflaştırıldı.

3.1.1. 2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril sentezi

3-Metiltiyofen-2-karboksialdehit (0,01 mol; 1,26 g.) ile malononitril (0,011 mol; 0,72 g.) Bölüm 3.1 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-((3-metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 72)

IR(cm^{-1}): 3098, 3028, 2220, 1580, 1406, 1336, 1272.

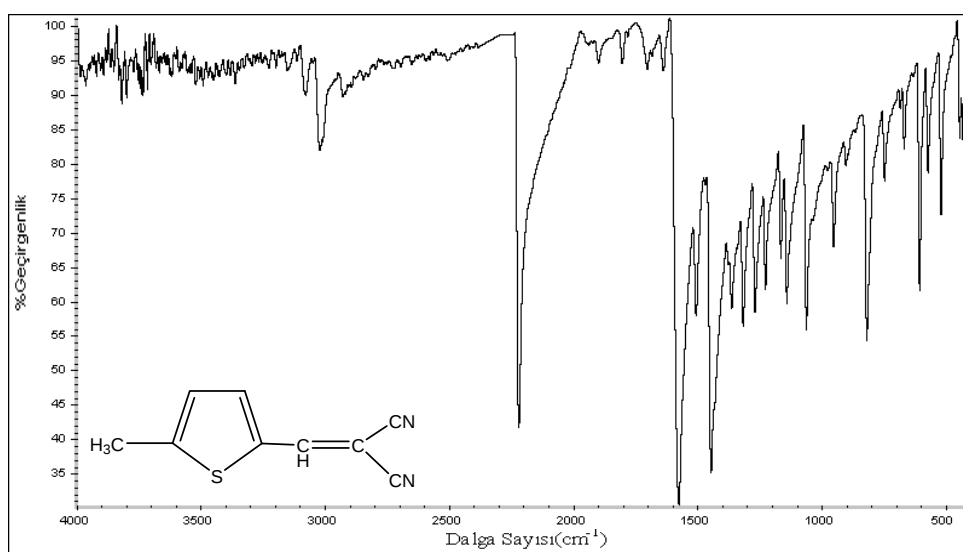


Şekil 3.1. 2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in IR spektrumu

3.1.2. 2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril sentezi

5-Metiltiyofen-2-karboksialdehit (0,01 mol; 1,26 g.) ile malononitril (0,011 mol; 0.72 g.) Bölüm 3.1 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-((5-metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 79)

IR(cm^{-1}): 3084, 3021, 2220, 1581, 1510, 1446, 1365, 1324, 1272, 1220.

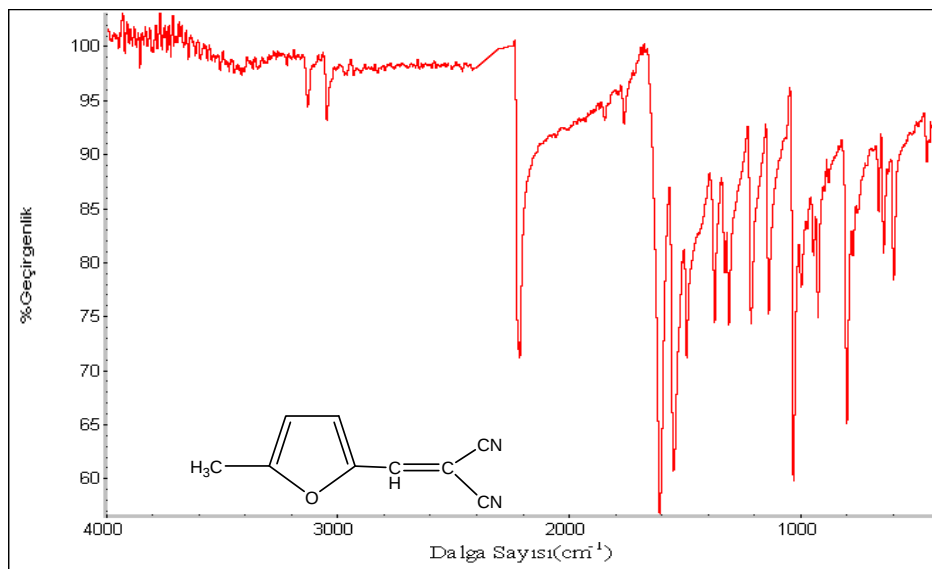


Şekil 3.2. 2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in IR spektrumu

3.1.3. 2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril sentezi

5-Metilfuran-2-karboksialdehit (0,01 mol; 1,58 g.) ile malononitril (0,011 mol; 0,72 g.) Bölüm 3.1 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-((5-metilfuran-2-il)metilen)malononitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 80)

IR(cm^{-1}): 3133, 3049, 2220, 1609, 1545, 1487, 1371, 1307, 1214, 1138.

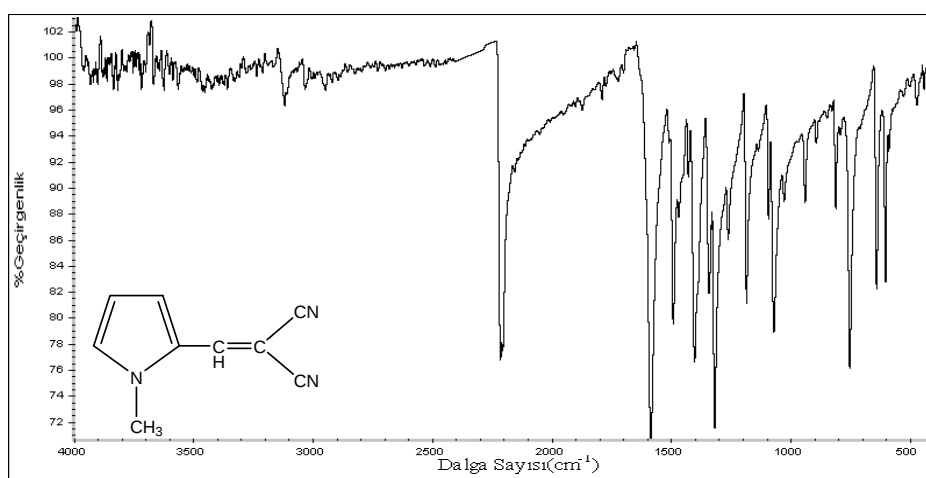


Şekil 3.3. 2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril'in IR spektrumu

3.1.4. 2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril sentezi

N-metilpirol-2-karboksialdehit (0,01 mol; 1,09 g.) ile malononitril (0,011 mol; 0,72 g.) Bölüm 3.1 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-((1-metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 81)

IR(cm^{-1}): 3119, 3035, 2217, 1586, 1493, 1406, 1319, 1179.

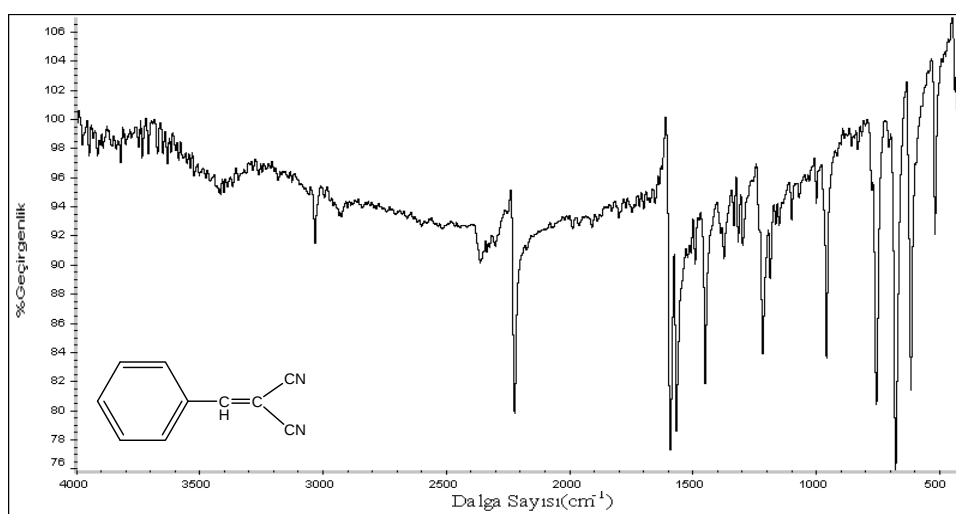


Şekil 3.4. 2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril'in IR spektrumu

3.1.5. 2-Benzilidenmalononitril sentezi

Benzaldehit (0,01 mol; 1.06 g.) ile malononitril (0,011 mol; 0,72 g.) Bölüm 3.1 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-benzilidenmalononitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 62)

IR(cm^{-1}): 3035, 2930, 2224, 1595, 1563, 1446, 1210.



Şekil 3.5. 2-Benzilidenmalononitril'in IR spektrumu

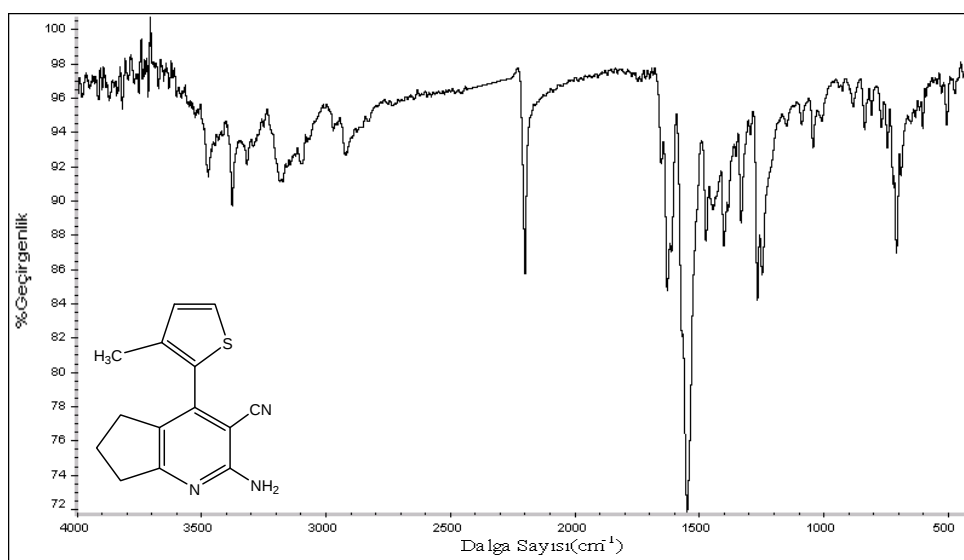
3.2. 2-Amino-3-siyanopiridin Türevlerinin Sentezi

Bölüm 3.1 de hazırlanan arilmetilenmalononitril türevleri (0,005 mol), seçilen keton (0,005 mol) ve amonyum asetat (0,0075 mol) balona alındı ve üzerine çözücü olarak benzen ilave edildi. Karışım su tutucu ve geri soğutucudan oluşan düzenek ile 6 saat reflüks edildi. Bu süre sonunda karışım oda sıcaklığına getirildi ve ortamdaki benzen uzaklaştırıldı. Oluşan katı kloroform-su ile ekstrakte edildi, çözücünün uzaklaştırılmasıyla elde edilen katı etil asetatla kristallendirildi.

3.2.1. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,87 g.), siklopentanon (0,005 mol; 0,42 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 30)

IR(cm^{-1}): 3475, 3377, 3175, 2916, 2200, 1630, 1551, 1470, 1394, 1330, 1266.

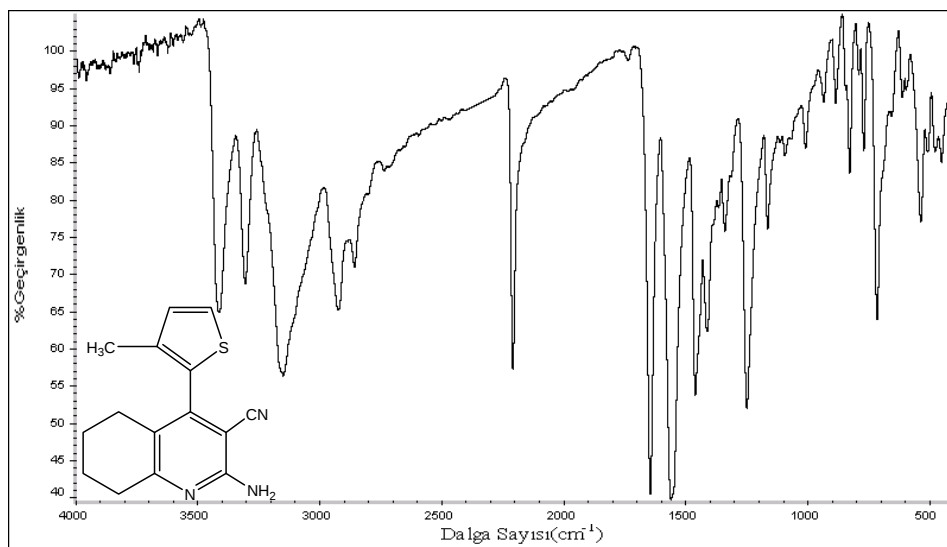


Şekil 3.6. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.2. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril sentezi

2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,87 g.), sikloheksanon (0,005 mol; 0,49 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 39)

IR(cm^{-1}): 3412, 3307, 3147, 2923, 2208, 1644, 1557, 1458, 1411, 1249.

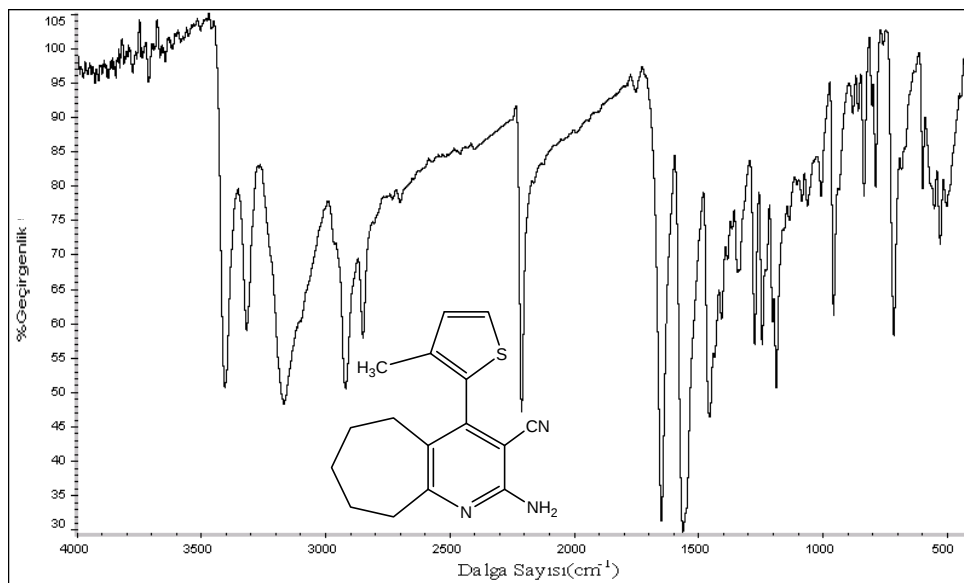


Şekil 3.7. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.3. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,87 g.), sikloheptanon (0,005 mol; 0,56 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 42)

IR(cm^{-1}): 3404, 3314, 3168, 2923, 2210, 1658, 1557, 1458, 1278, 1243, 1185.

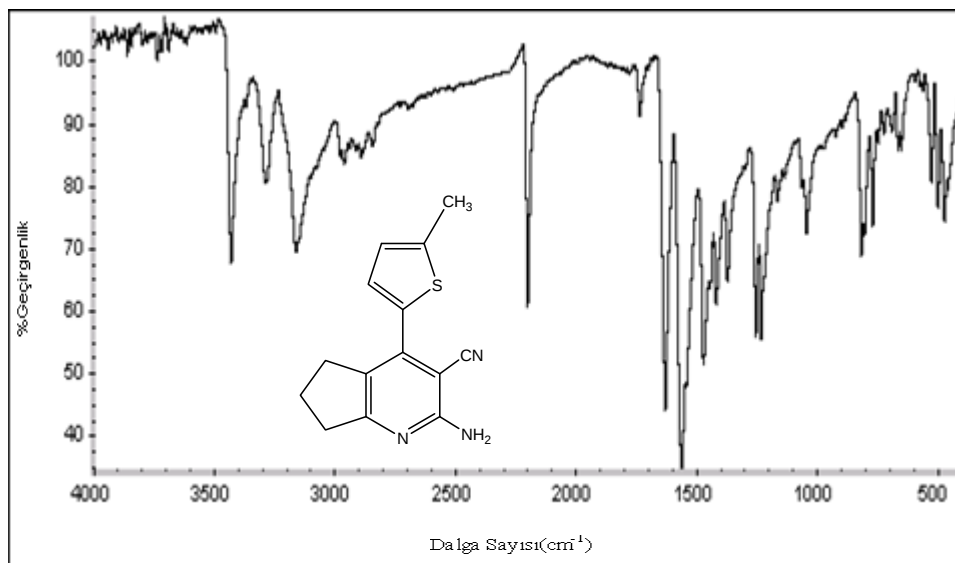


Şekil 3.8. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.4. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,87 g.), siklopentanon (0,005 mol; 0,42 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 38)

IR(cm^{-1}): 3433, 3286, 3161, 2965, 2200, 1632, 1563, 1470, 1371, 1254, 1230.

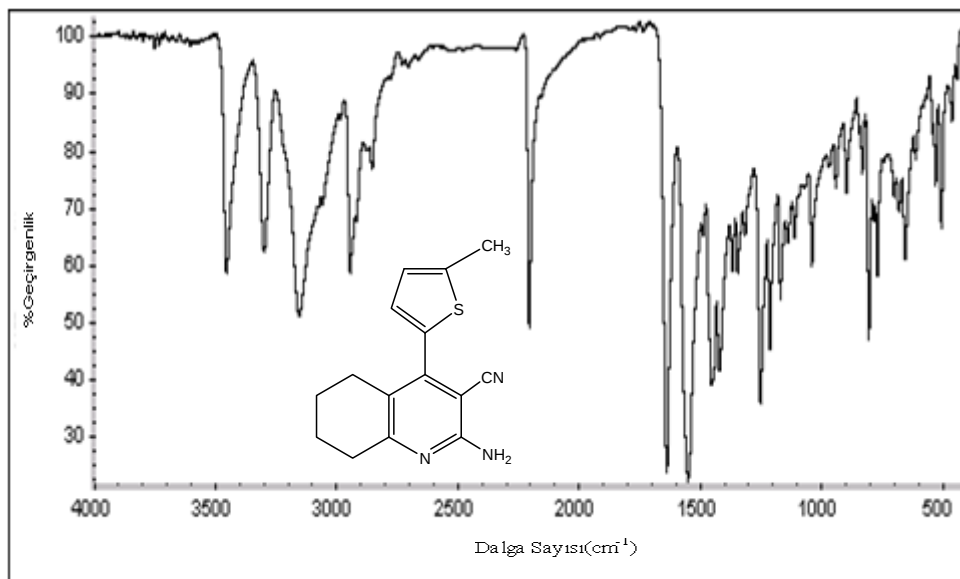


Şekil 3.9. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.5. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril sentezi

2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,87 g.), sikloheksanon (0,005 mol; 0,49 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 59)

IR(cm^{-1}): 3454, 3293, 3154, 2944, 2210, 1637, 1551, 1452, 1417, 1249, 1214.

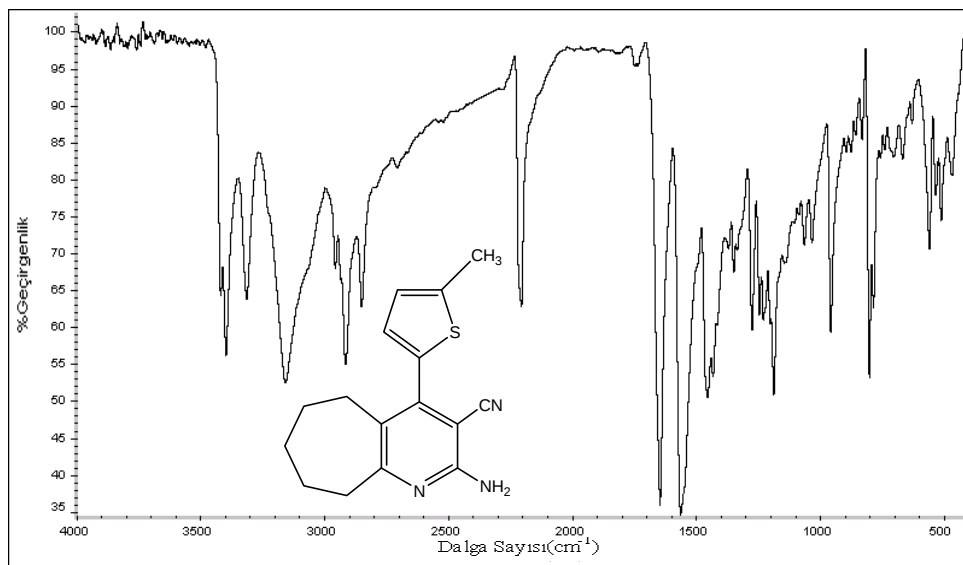


Şekil 3.10. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.6. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,87 g.), sikloheptanon (0,005 mol; 0,56 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 71)

IR(cm^{-1}): 3405, 3314, 3161, 2916, 2210, 1651, 1557, 1452, 1278, 1196.

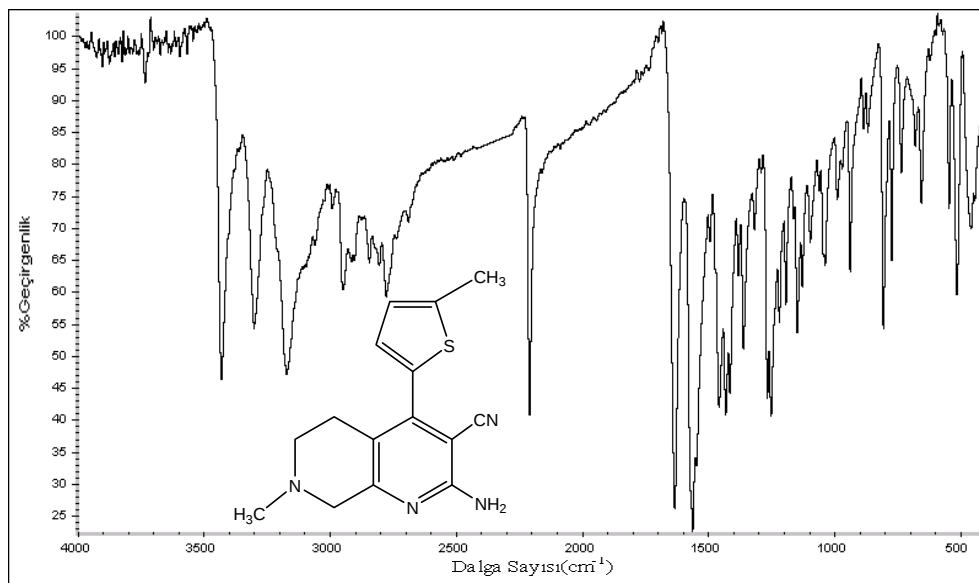


Şekil 3.11. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.7. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril sentezi

2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,87 g.), N-metil-4-piperidon (0,005 mol; 0,56 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 30)

IR(cm^{-1}): 3433, 3300, 3175, 2951, 2210, 1637, 1563, 1458, 1429, 1359, 1254.

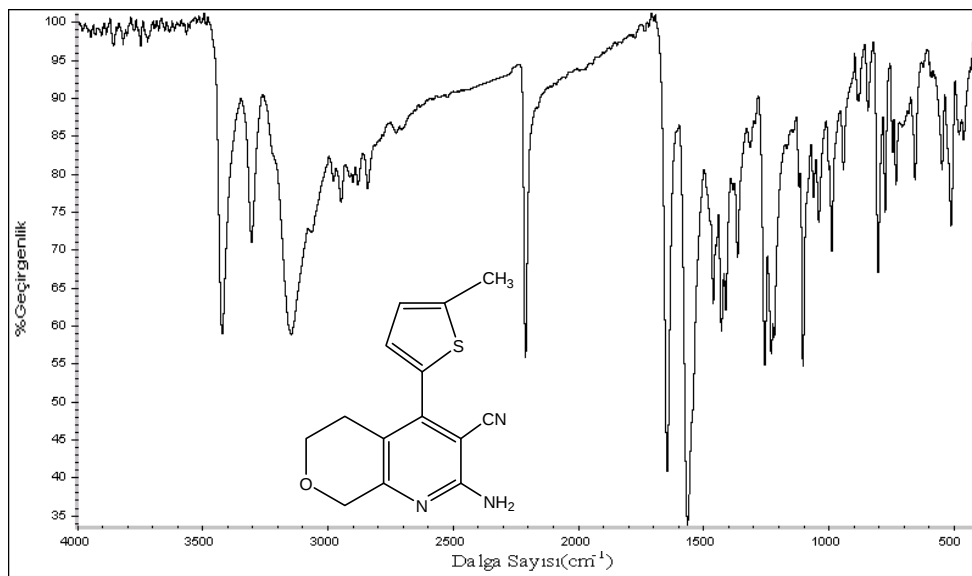


Şekil 3.12. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.8. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,87 g.), tetrahidro-4H-piran-4-on (0,005 mol; 0,5 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 40)

IR(cm^{-1}): 3426, 3307, 3147, 2944, 2210, 1650, 1563, 1464, 1429, 1365, 1260, 1231.

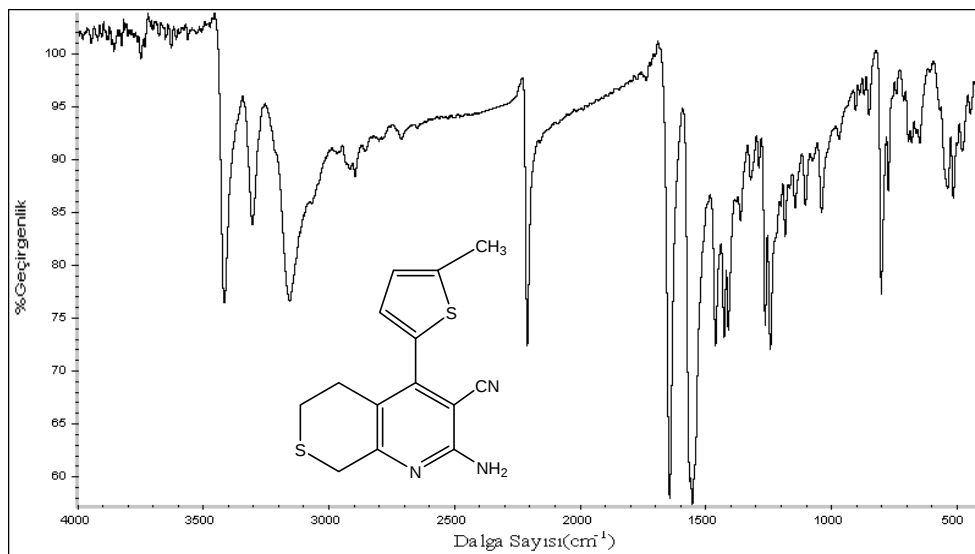


Şekil 3.13. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.9. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,87 g.), tetrahidro-4H-tiyopiran-4-on (0,005 mol; 0,58 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 33)

IR(cm⁻¹): 3419, 3307, 3161, 2895, 2210, 1644, 1551, 1464, 1423, 1243.

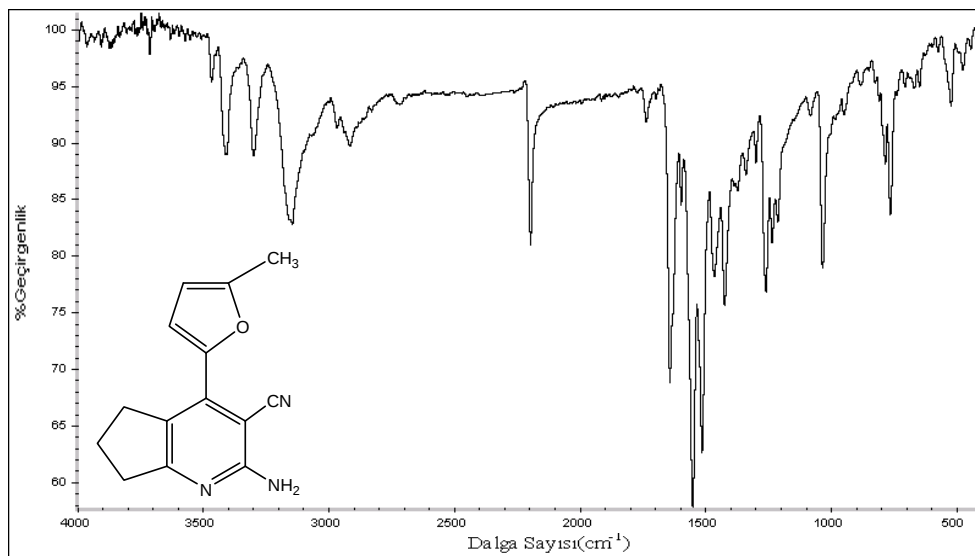


Şekil 3.14. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.10. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,79 g.), siklopentanon (0,005 mol; 0,42 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 50)

IR(cm^{-1}): 3412, 3300, 3154, 2916, 2196, 1644, 1551, 1516, 1423, 1260.

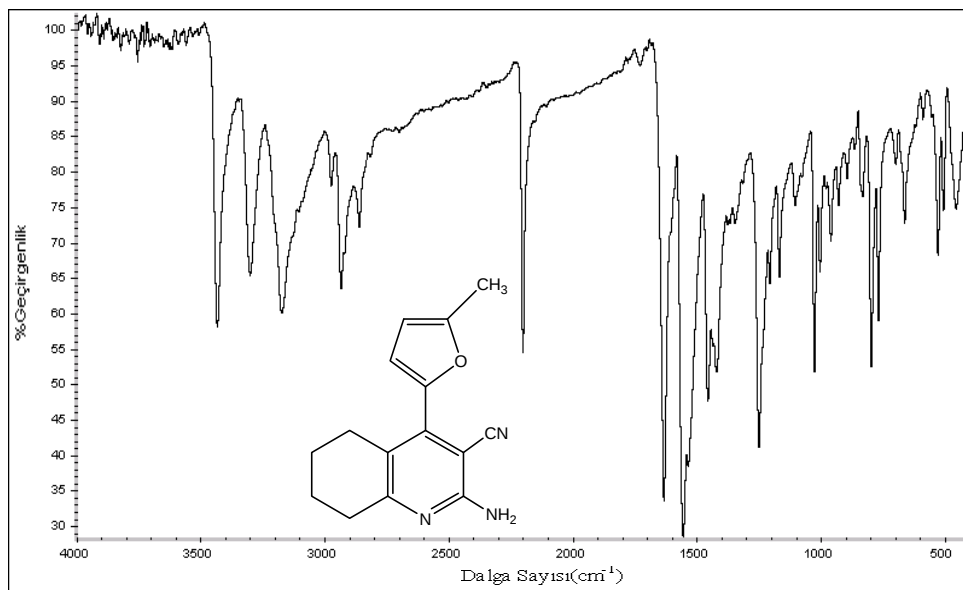


Şekil 3.15. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in IR spekturmu

3.2.11. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitril sentezi

2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,79 g.), sikloheksanon (0,005 mol; 0,49 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 54)

IR(cm^{-1}): 3433, 3300, 3168, 2937, 2203, 1637, 1557, 1458, 1249.

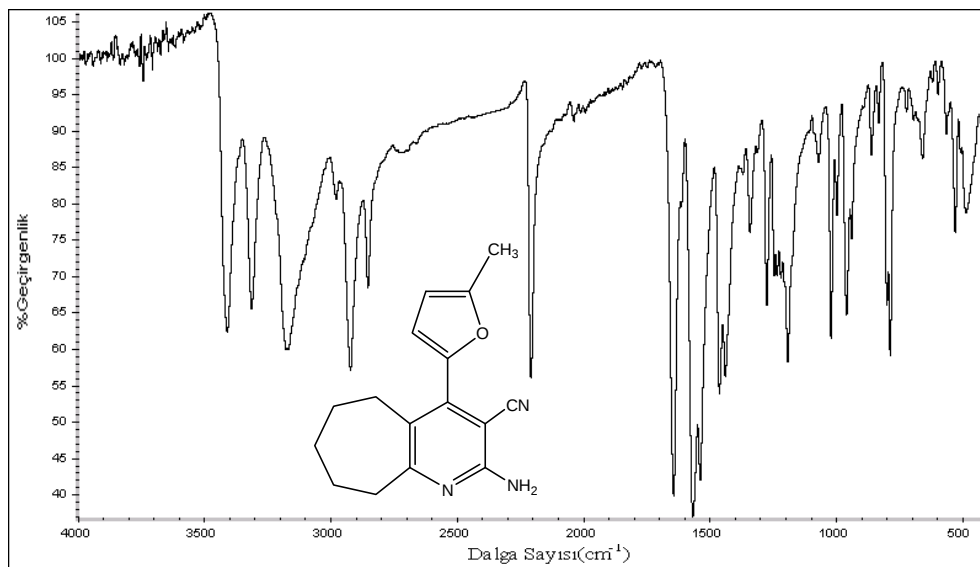


Şekil 3.16. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.12. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,79 g.), sikloheptanon (0,005 mol; 0,56 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 66)

IR(cm^{-1}): 3412, 3314, 3175, 2923, 2210, 1644, 1568, 1458, 1429, 1190.

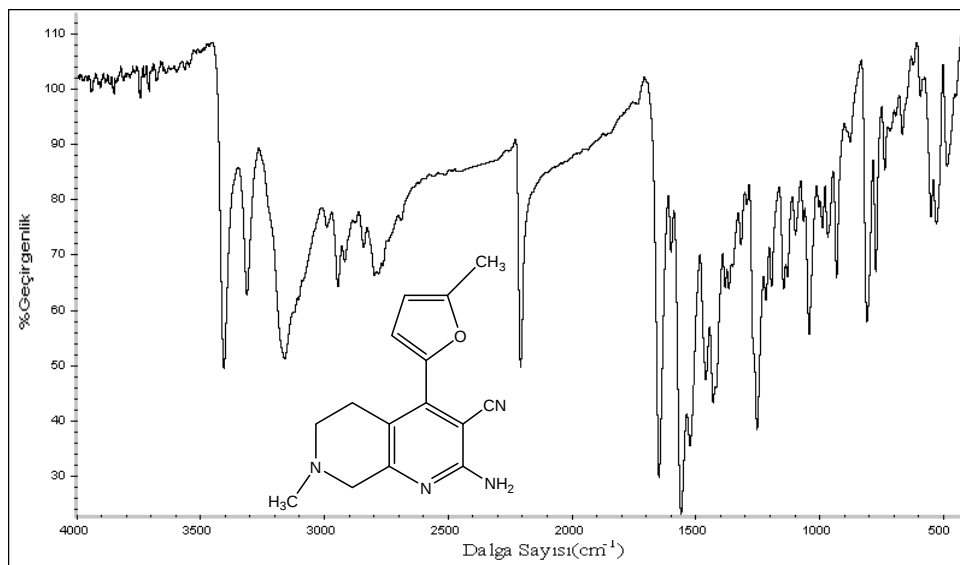


Şekil 3.17. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.13. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril sentezi

2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,79 g.), N-metil-4-piperidon (0,005 mol; 0,56 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 42)

IR(cm^{-1}): 3405, 3314, 3168, 2944, 2210, 1651, 1557, 1429, 1254.

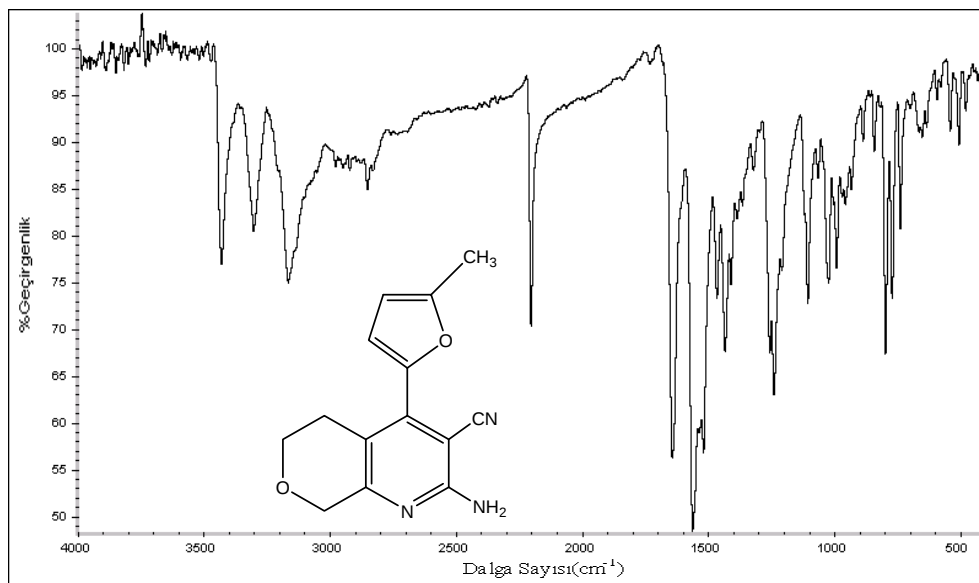


Şekil 3.18. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahydro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.14. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,79 g.), tetrahidro-4H-piran-4-on (0,005 mol; 0,5 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 38)

IR(cm^{-1}): 3433, 3307, 3161, 2965, 2203, 1651, 1563, 1435, 1243.

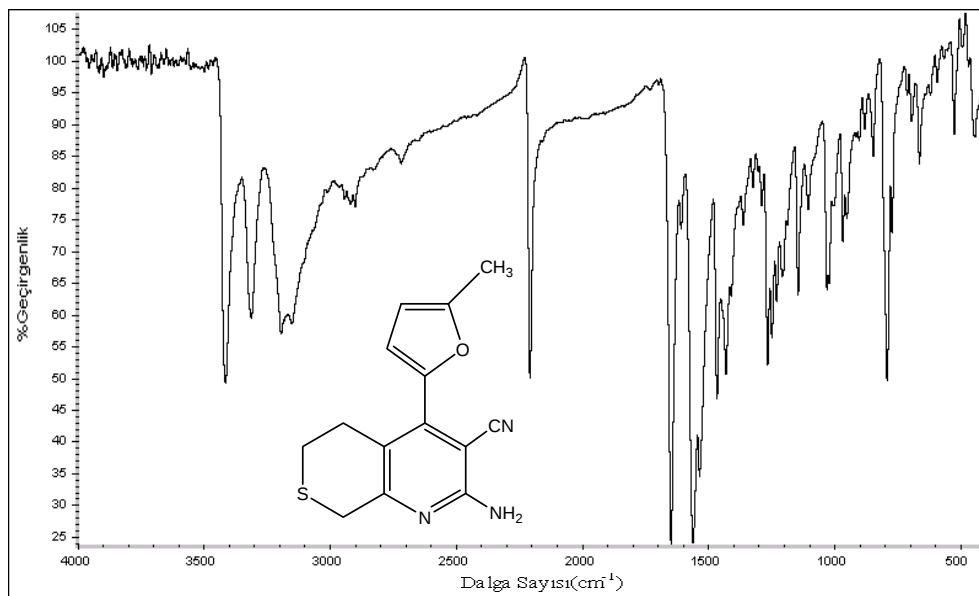


Şekil 3.19. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.15. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,79 g.), tetrahido-4H-tiyopiran-4-on (0,005 mol; 0,58 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 48)

IR(cm^{-1}): 3412, 3321, 3175, 2923, 2210, 1651, 1563, 1470, 1423, 1266.

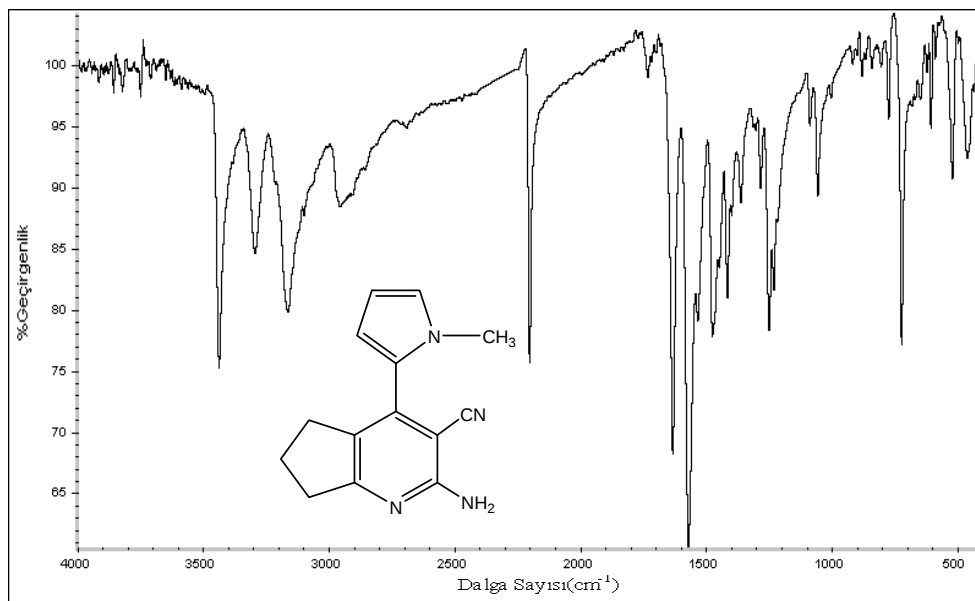


Şekil 3.20. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.16. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,78 g.), siklopentanon (0,005 mol; 0,42 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 3)

IR(cm^{-1}): 3440, 3300, 3168, 2951, 2203, 1637, 1574, 1475, 1417, 1249.

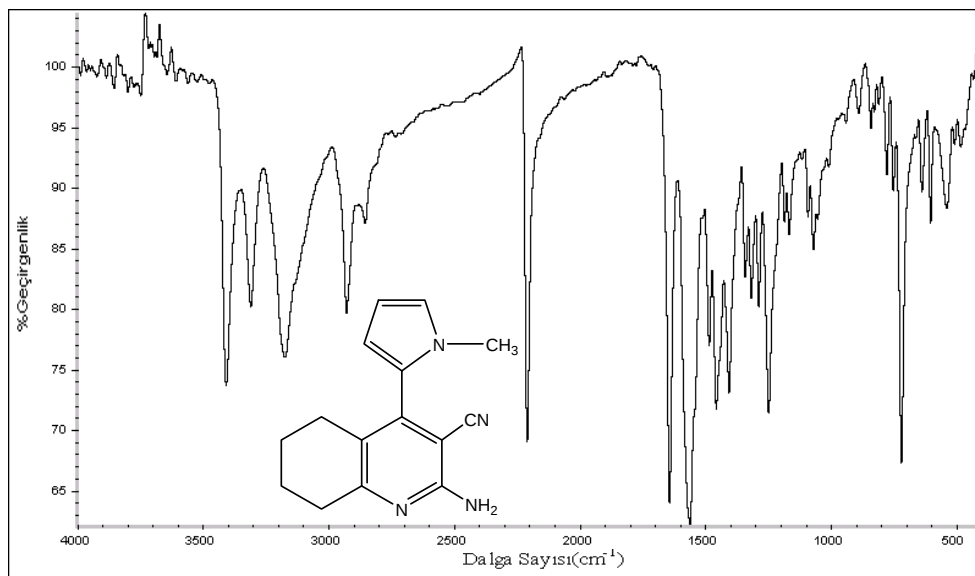


Şekil 3.21. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.17. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3-karbonitril sentezi

2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0.78 g.), sikloheksanon (0,005 mol; 0,49 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 28)

IR(cm^{-1}): 3412, 3314, 3175, 2930, 2210, 1644, 1568, 1458, 1406, 1249.

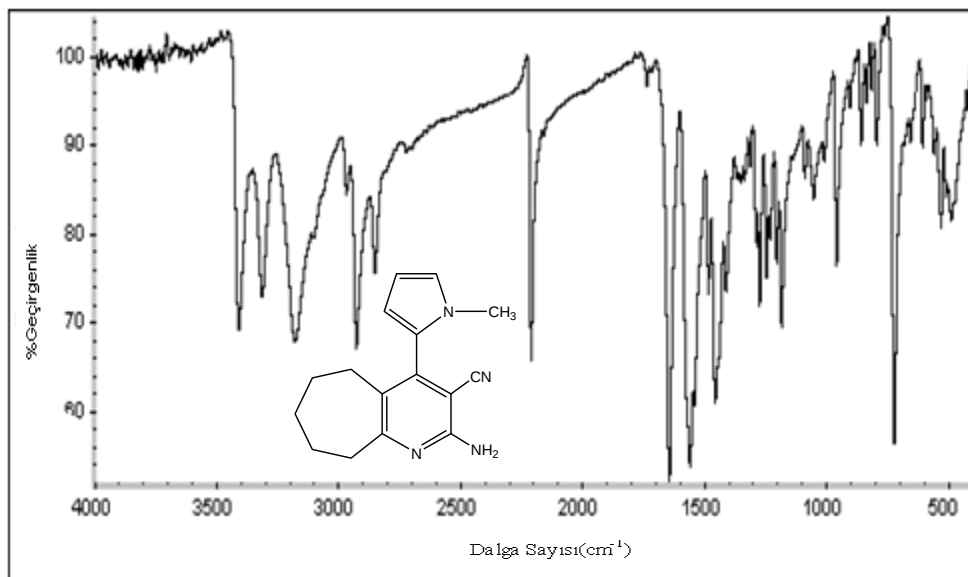


Şekil 3.22. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.18. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0.78 g.), sikloheptanon (0,005 mol; 0,56 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H siklohepta[b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim %38)

IR(cm^{-1}): 3412, 3314, 3175, 2930, 2210, 1644, 1557, 1458, 1278, 1185.

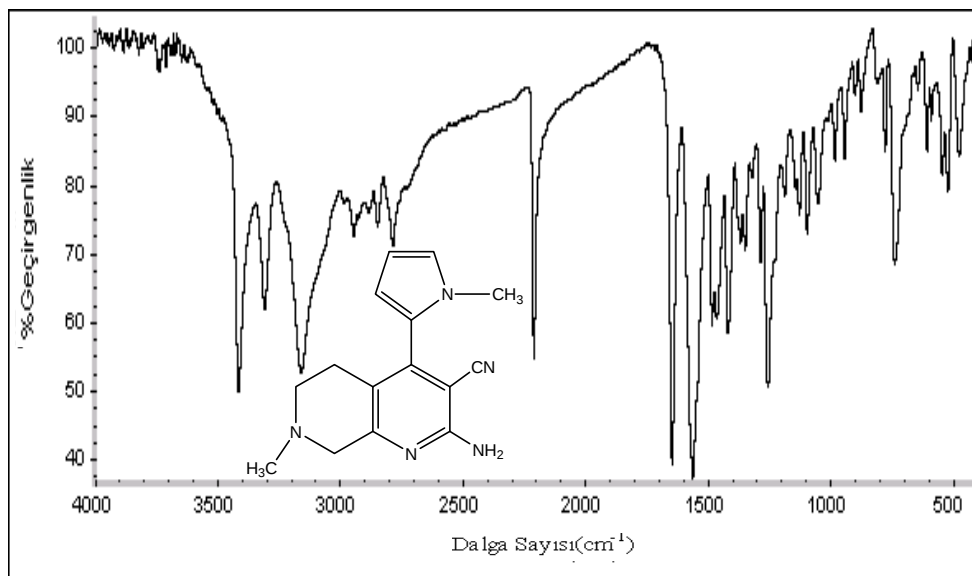


Şekil 3.23. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahydro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.19. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahydro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril sentezi

2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0.78 g.), N-metil-4-piperidon (0,005 mol; 0,56 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-5,6,7,8-tetrahydro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 4)

IR(cm^{-1}): 3412, 3314, 3161, 2944, 2210, 1644, 1563, 1481, 1423, 1254.

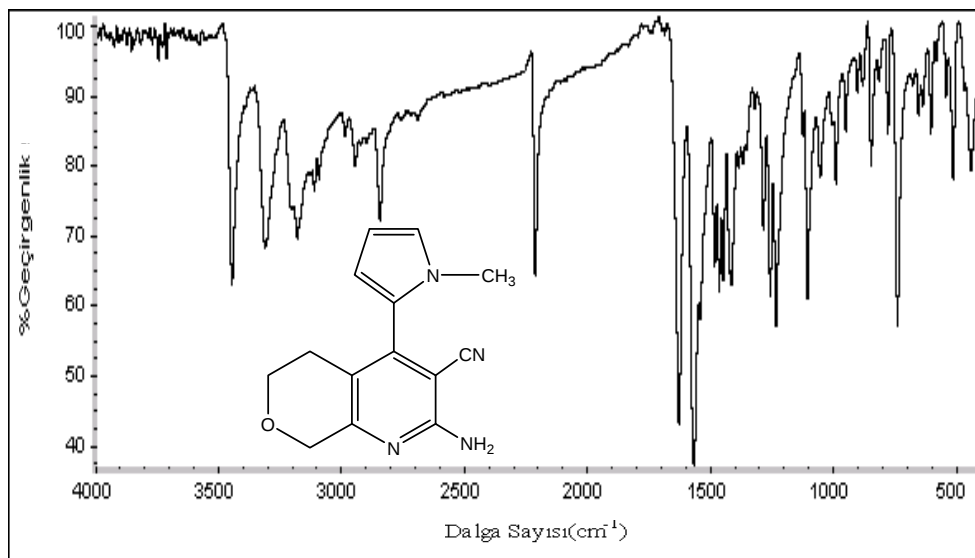


Şekil 3.24. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.20. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0.78 g.), tetrahidro-4H-piran-4-on (0,005 mol; 0,5 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 2)

IR(cm^{-1}): 3447, 3307, 3180, 2951, 2210, 1637, 1568, 1464, 1260, 1231.

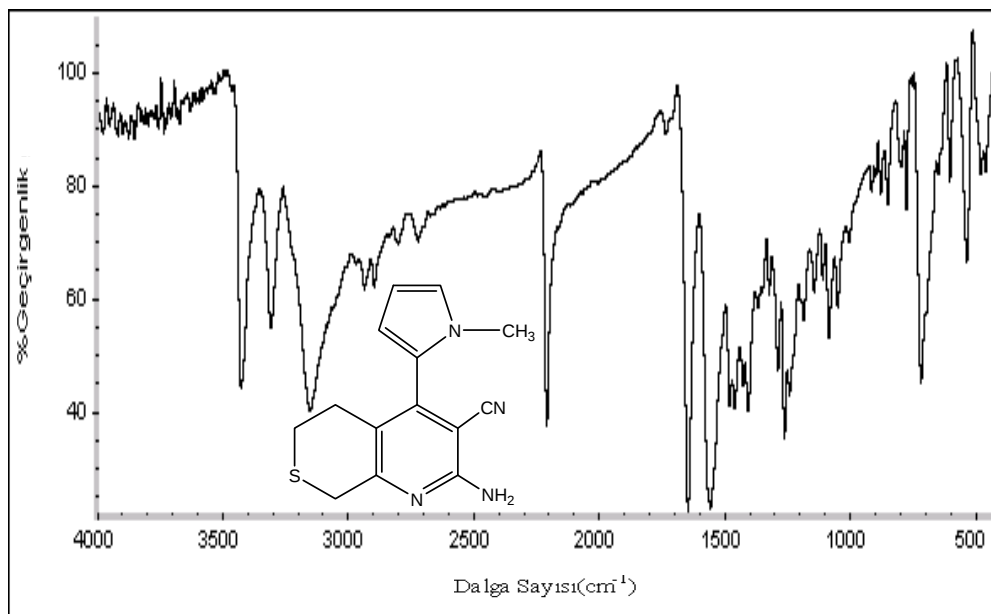


Şekil 3.25. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.21. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi

2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril (0,005 mol; 0,78 g.), tetrahido-4H-tiyopiran-4-on (0,005 mol; 0,58 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 18)

IR(cm^{-1}): 3426, 3314, 3154, 2944, 2210, 1651, 1557, 1475, 1406, 1086.

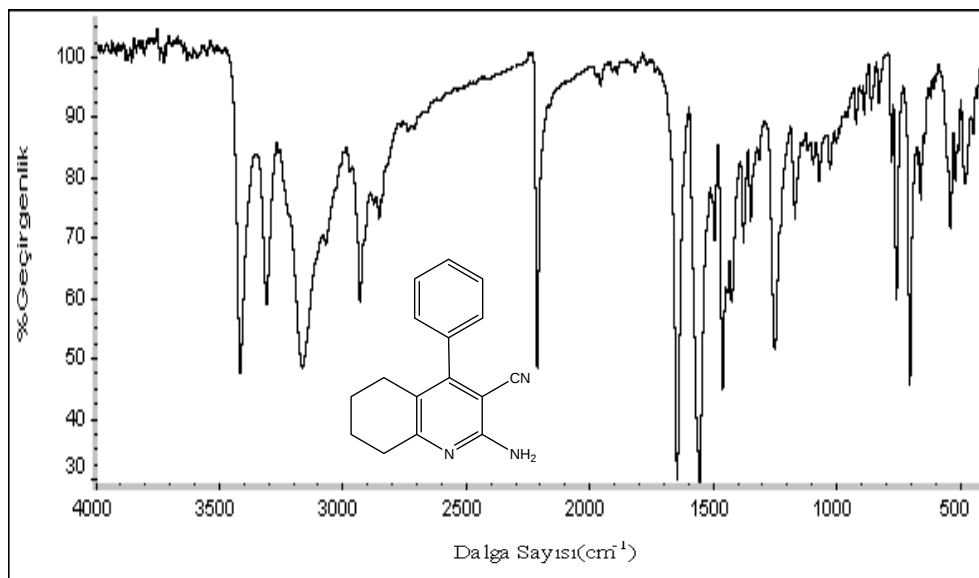


Şekil 3.26. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in IR spektrumu

3.2.22. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-fenilkinolin-3-karbonitril sentezi

2-Benzilidenmalononitril (0,005 mol; 0,77 g.), siklohekzanon (0,005 mol; 0,49 g.), amonyum asetat (0,0075 mol; 0,54 g.) ve 10 mL benzen Bölüm 3.2 de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-fenilkinolin-3-karbonitril sentezi gerçekleştirildi [19]. (Verim % 56)

IR(cm^{-1}): 3412, 3307, 3161, 2930, 2210, 1644, 1557, 1464, 1249.



Şekil 3.27. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-fenilkinolin-3-karbonitril'in IR spektrumu

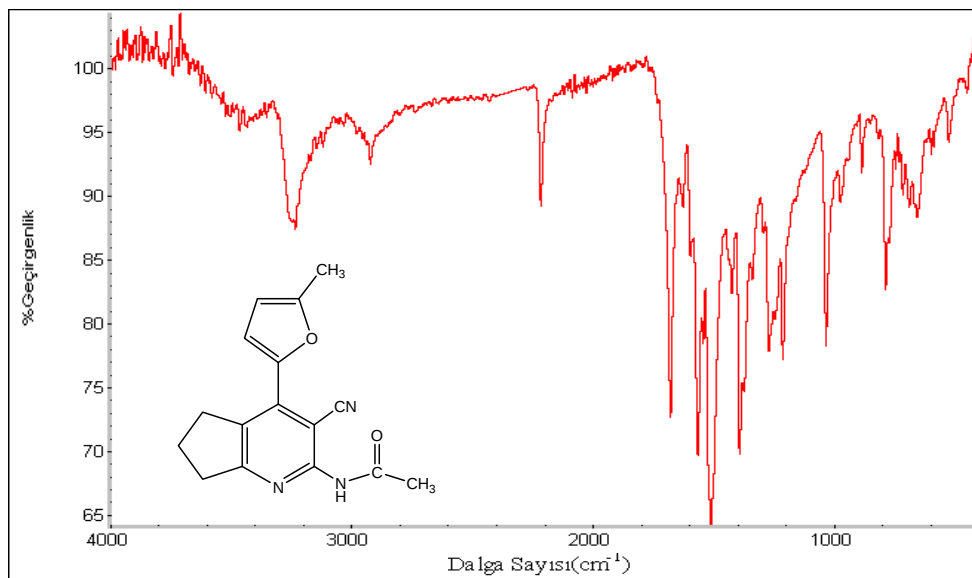
3.3. Asetamid Türevlerinin Sentezi

Bölüm 3.2 de sentezlenen 2-amino-3-sianopiridin türevlerinden bazıları (1.8 mmol) 0°C de piridin (3 mL) ile karıştırıldı ve üzerine 0.16 mL asetil klorür damla damla ilave edildi. Karışım 3 saat geri soğutucu altında reflüks edildi. Ardından ortamdaki piridin düşük basınç altında uzaklaştırıldı. Elde edilen katı etil asetat-su ile ekstrakte edildi ve MgSO₄ üzerinden kurutulup etil asetatdan kristallendirildi.

3.3.1. N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-2-il) asetamid sentezi

2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril (0,0018 mol, 0,45 g.) 3 mL piridin ve 0,16 mL asetil klorür Bölüm 3.3.de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-2-il)asetamid sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 15)

IR(cm⁻¹): 3243, 3115, 2924, 2214, 1680, 1568, 1510, 1394, 1272, 1214.

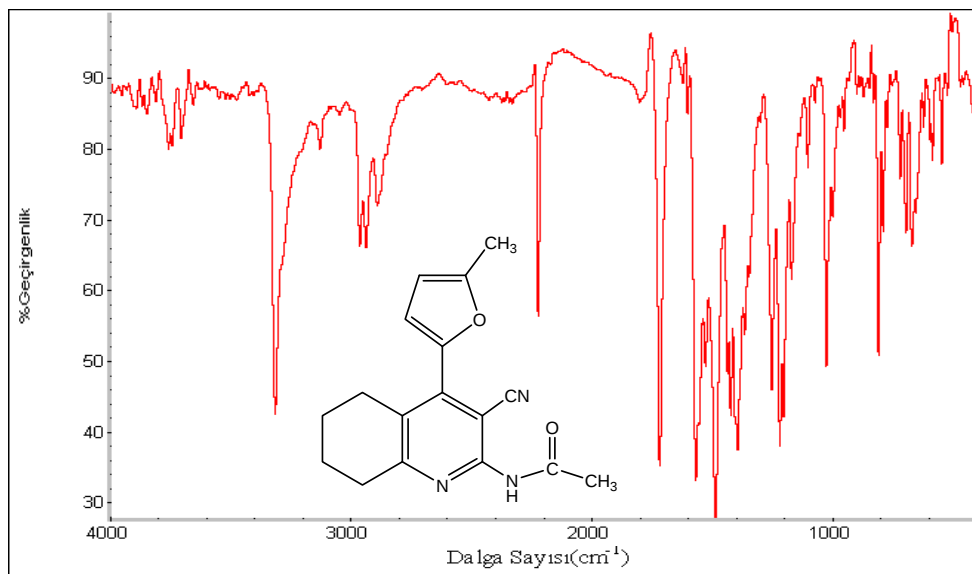


Şekil 3.28. N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-2-il)asetamid'in IR spektrumu

3.3.2. N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il)asetamid sentezi

2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitril (0,0018 mol, 0,45 g.) 3 mL piridin ve 0,16 mL asetil klorür Bölüm 3.3.de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il)asetamid sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 62)

IR(cm^{-1}): 3314, 3126, 2951, 2224, 1721, 1568, 1487, 1400, 1249, 1220, 1028.

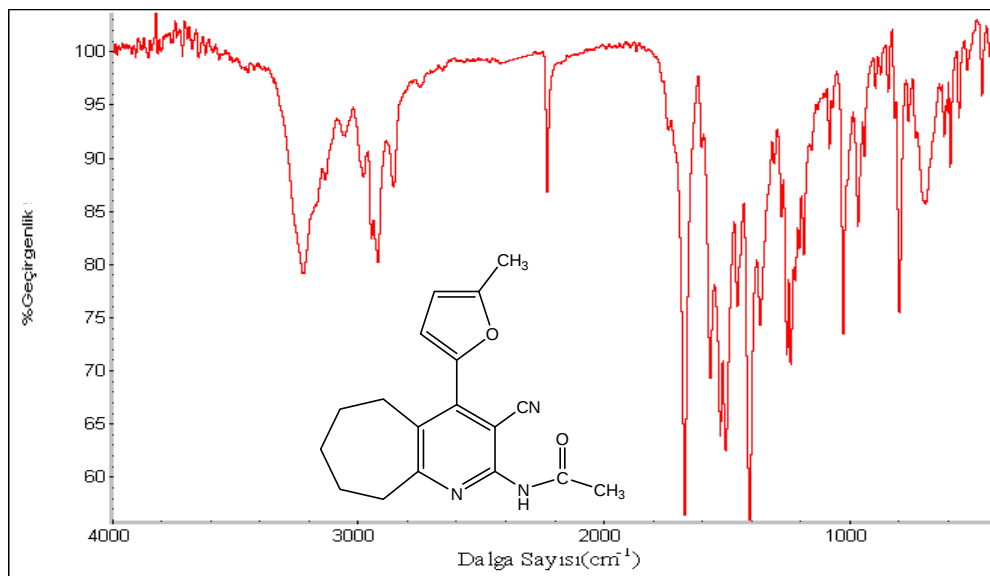


Şekil 3.29. N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il)asetamid'in IR spektrumu

3.3.3. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H siklohepta[b]piridin-2-il)asetamid sentezi

2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridine-3-karbonitril (0,0018 mol, 0,5 g.) 3 mL piridin ve 0,16 mL asetil klorür Bölüm 3.3.de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-2-il)asetamid sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 15)

IR(cm^{-1}): 3224, 3056, 2916, 2231, 1672, 1568, 1528, 1510, 1406, 1249.

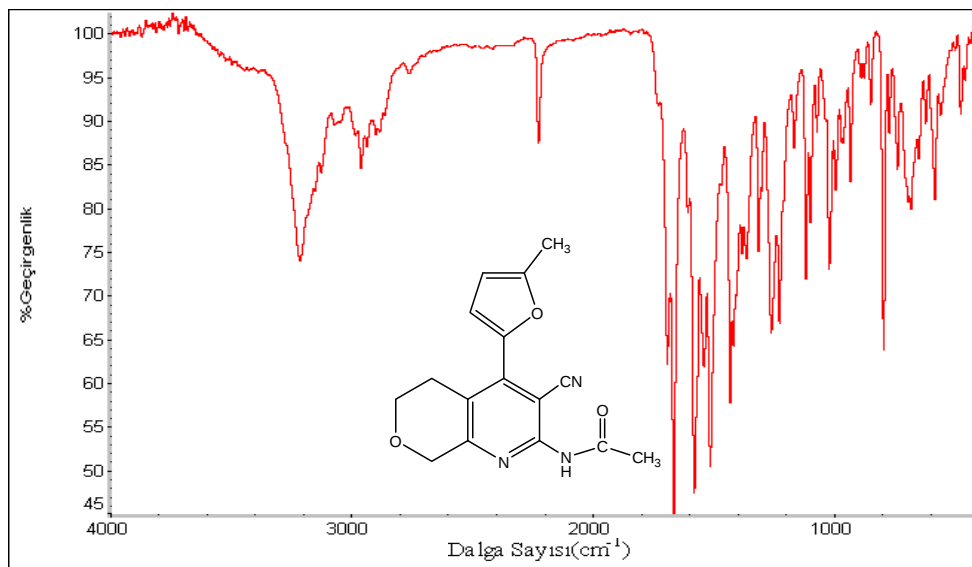


Şekil 3.30. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-2-il)asetamid'in IR spektrumu

3.3.4. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid sentezi

2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril (0,0018 mol, 0,48 g.) 3 mL piridin ve 0,16 mL asetil klorür Bölüm 3.3.de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 64)

IR(cm^{-1}): 3217, 3049, 2958, 2231, 1693, 1667, 1580, 1516, 1435, 1254, 1220.

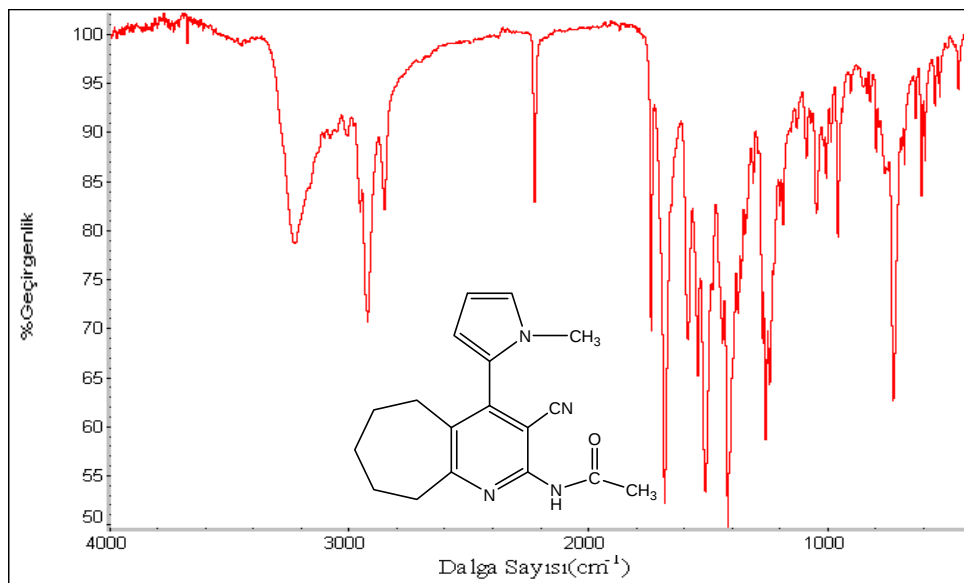


Şekil 3.31. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid'in IR spektrumu

3.3.5. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-2-il)asetamid sentezi

2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril (0,0018 mol, 0,45 g.) 3 mL piridin ve 0,16 mL asetil klorür Bölüm 3.3.de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-2-il)asetamid sentezi gerçekleştirildi. (Verim %12)

IR(cm^{-1}): 3231, 3014, 2923, 2231, 1735, 1679, 1586, 1510, 1417, 1260.

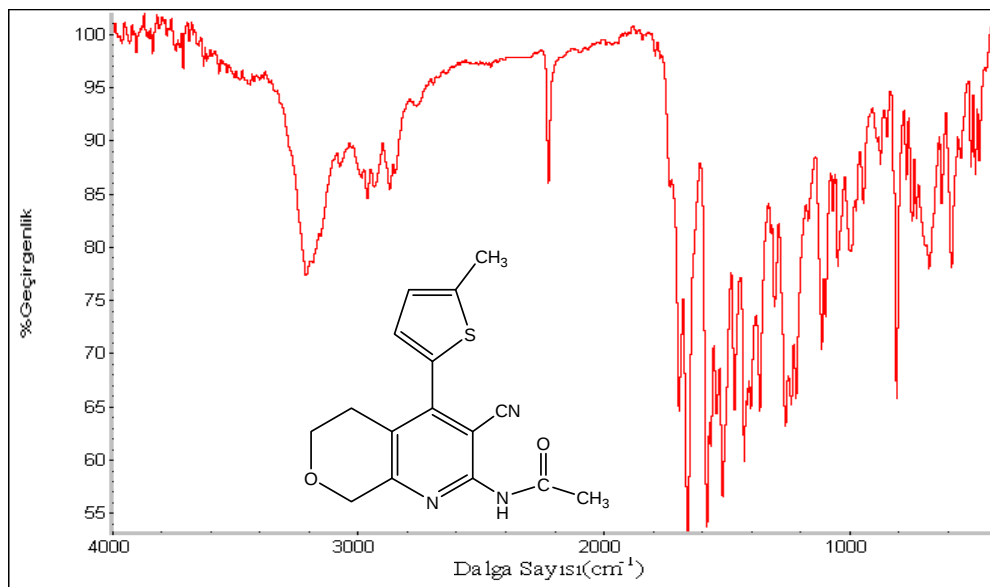


Şekil 3.32. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-2-il)asetamid'in IR spektrumu

3.3.6. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid sentezi

2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril (0,0018 mol, 0,48 g.), 3 mL piridin ve 0,16 mL asetil klorür Bölüm 3.3.de anlatıldığı şekilde tepkimeye sokularak N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid sentezi gerçekleştirildi. (Verim % 26)

IR(cm^{-1}): 3210, 2972, 2874, 2224, 1700, 1662, 1580, 1516, 1429, 1365, 1260, 1115.

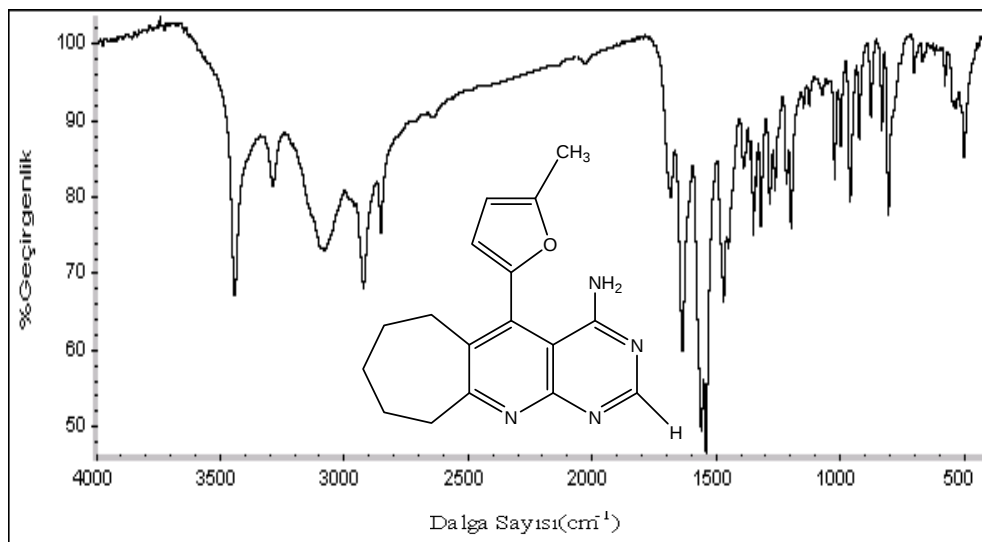


Şekil 3.33. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid'in IR spektrumu

3.4. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin sentezi

2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril ($1,23 \cdot 10^{-3}$ mol; 0,32 g.) ile formamid ($4,92 \cdot 10^{-3}$ mol; 0,22 g.) balona alınarak 17 saat boyunca yağ banyosu içinde reflüks edildi. Bu süre sonunda karışım oda sıcaklığına getirildi ve buz-su üzerine döküldü. Oluşan katı süzülerek alındı ve kloroform-hekzan ile kristallendirildi. (Verim % 18)

IR(cm^{-1}): 3440, 3286, 3084, 2923, 1638, 1545, 1470, 1347, 1196.

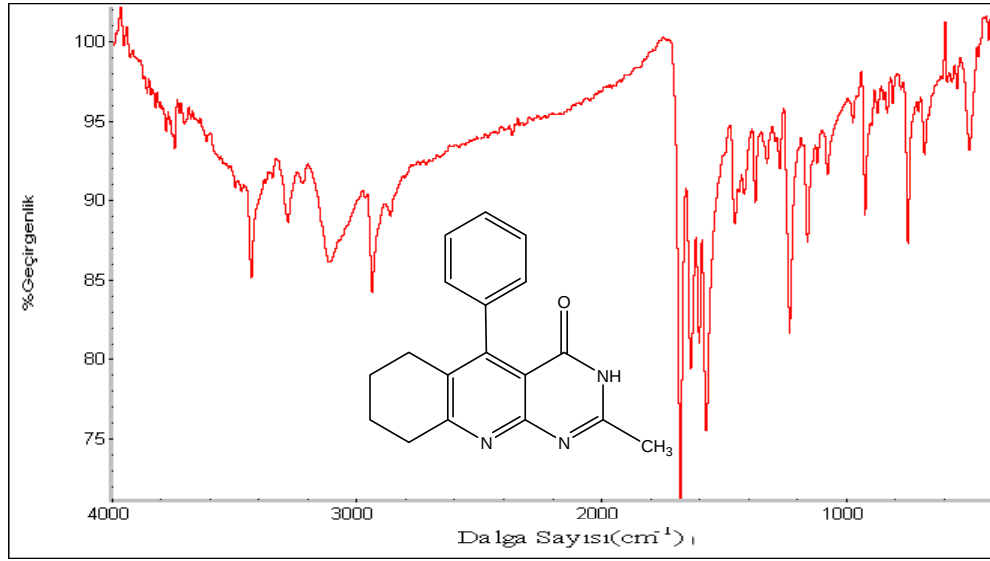


Şekil 3.34. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin'in IR spektrumu

3.5. 6,7,8,9-Tetrahidro-2-metil-5-fenilpirimido[4,5-b]kinolin-4(3H)-on sentezi

2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-fenilkinolin-3-karbonitril (0,0016 mol; 0,4 g.) üzerine 2 mL derişik H_2SO_4 ilave edildi ve 45 dakika ısıtıldı. Karışım oda sıcaklığına getirildi ve buz-su ilavesiyle seyreltili ve üzerine %10 luk NaOH çözeltisi katı oluşumu bitene kadar eklendi. Oluşan katı süzülerek alındı. Elde edilen bu katı (0,0014 mol; 0,4 g.) üzerine 2.8 mL susuz asetik asit ilave edildi ve karışım 40 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Bu süre sonunda ürün oda sıcaklığına getirildi ve üzerine buz-su eklendi, oluşan katı süzldü ve sıcak Na_2CO_3 çözeltisi ile yıkanarak etanol içerisinde kristallendirildi [3]. (Verim % 23)

IR(cm^{-1}): 3485, 3069, 2941, 1673, 1621, 1557, 1441, 1377, 1266.



Şekil 3.35. 6,7,8,9-Tetrahidro-2-metil-5-fenilpirimido[4,5-b]kinolin-4(3H)-on'un IR spektrumu

4. SONUÇ

4.1. 2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.1.1. Erime noktası

Bölüm 3.1.1 de sentezlenen 2-((3-metiltiyofen-2-il)metilen) erime noktası 198-199 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.1.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.1. 2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in FT-IR pikleri

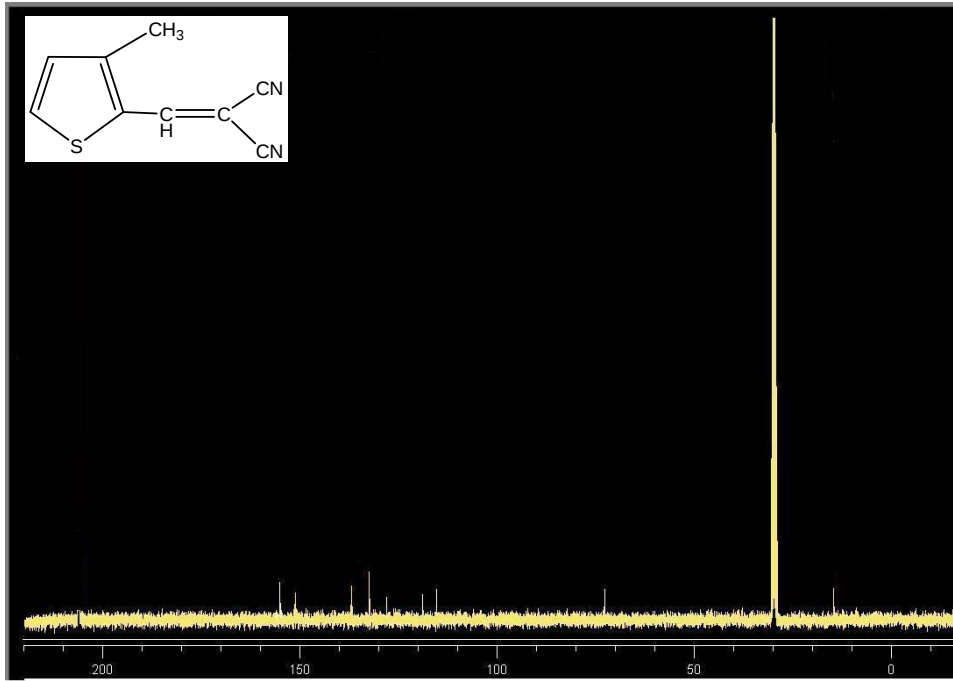
<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3098 cm^{-1}	-C= <u>C-H</u> ' a ait gerilme piki
3028 cm^{-1}	-C-H' a ait gerilme piki
2220 cm^{-1}	-CN' a ait gerilme piki
1580 cm^{-1}	-C=C' a ait gerilme piki

4.1.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

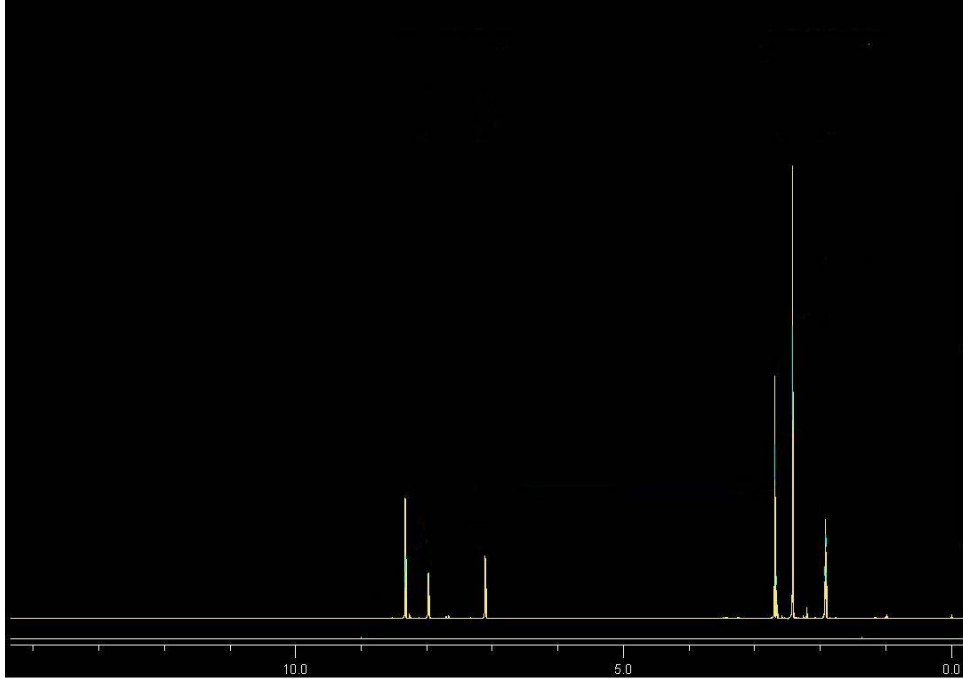
Sentezlenen madde aseton- d_6 içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.1.) de görülmektedir. δ 14,7 ppm deki pik $-\text{CH}_3$ karbonuna ait, δ 72 ppm deki pik $-\text{CN}$ gruplarının bağlı olduğu karbona ait, δ 114 ve 118 ppm deki pikler $-\text{CN}$ gruplarındaki karbonlara ait, δ 128, 132,4-136,9-151,2 ppm deki pikler aromatik karbonlara ait, δ 156 ppm deki pik aromatik yapının bağlı olduğu $=\text{C}-$ a aittir.

4.1.4. ^1H -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde aseton- d_6 içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.2.) de görülmektedir. δ 2,66 ppm deki tekli pik alifatik $-\text{CH}_3$ grubuna aittir (3H). δ 7,10-7,98 ppm çıkan pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H). δ 8,32 ppm de çıkan tekli pik $=\text{CH}$ grubundaki hidrojene aittir (1H).



Şekil 4.1. 2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.2. 2-((3-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.2. 2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.2.1. Erime noktası

Bölüm 3.1.2 de sentezlenen 2-((5-metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril erime noktası 136-138 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlendi.

4.2.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.2. 2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in FT-IR pikleri

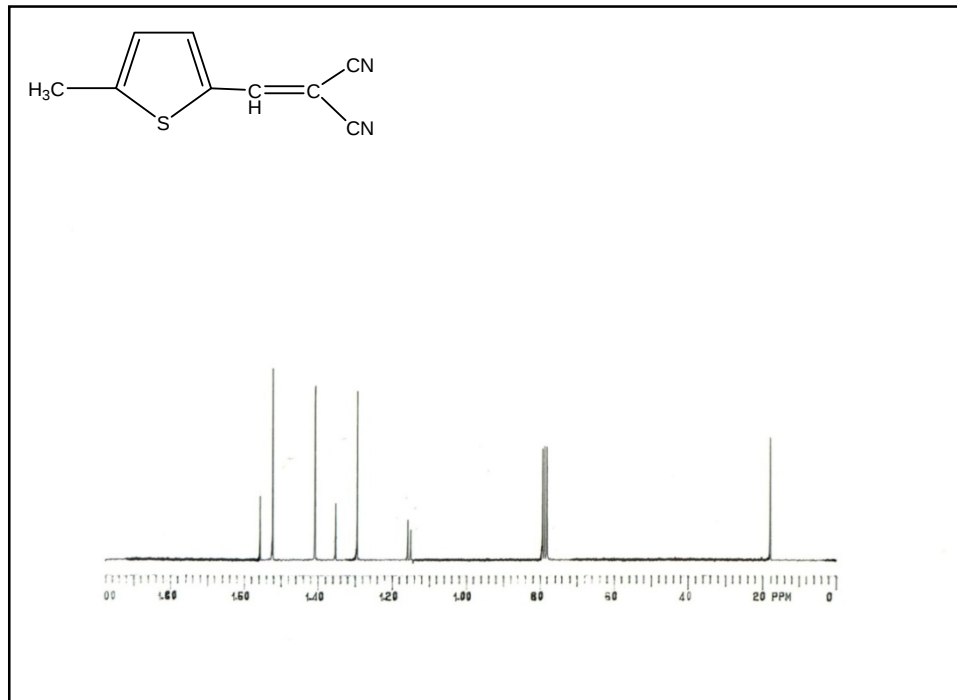
<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3084 cm^{-1}	-C=C-H' a ait gerilme piki
3021 cm^{-1}	-C-H' a ait gerilme piki
2220 cm^{-1}	-CN' a ait gerilme piki
1581 cm^{-1}	-C=C' a ait gerilme piki

4.2.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

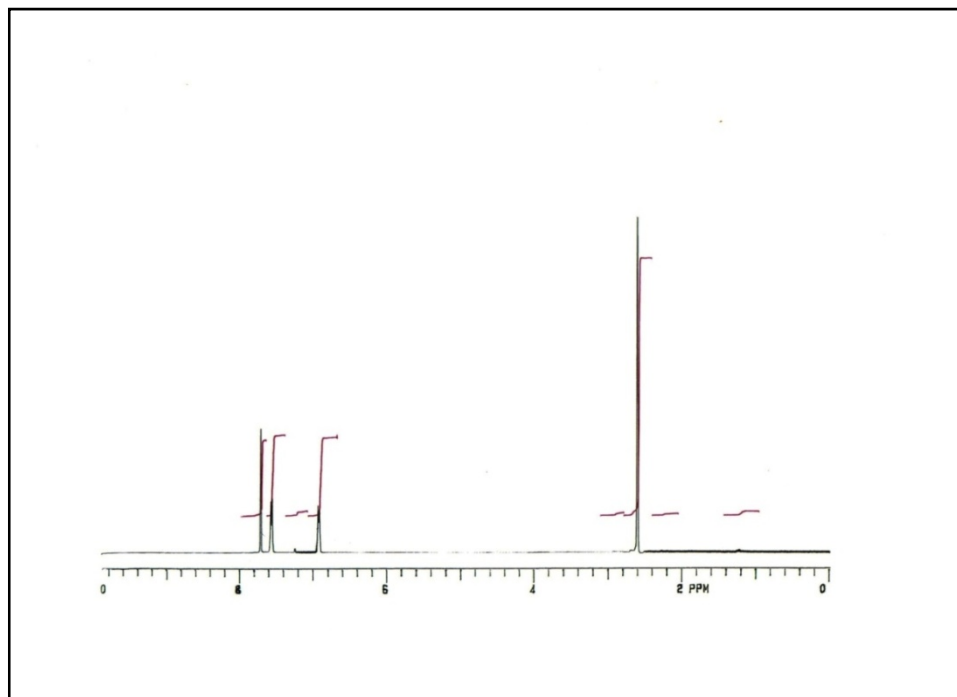
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.3.) de görülmektedir. δ 18 ppm deki pik $-\text{CH}_3$ karbonuna ait, δ 78,3 ppm deki pik $-\text{CN}$ gruplarının bağlı olduğu karbona ait, δ 115,2 ve 116,0 ppm deki pikler $-\text{CN}$ gruplarındaki karbonlara ait, δ 129,8-135,7-141,1-152,7 ppm deki pikler aromatik karbonlara ait, δ 155,0 ppm deki pik aromatik yapının bağlı olduğu $=\text{C}-$ a aittir.

4.2.4. ^1H -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.4.) de görülmektedir. δ 2,61 ppm deki tekli pik alifatik $-\text{CH}_3$ grubuna aittir (3H). δ 6,93-7,57 ppm çıkan pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H). δ 7,73 ppm de çıkan tekli pik $=\text{CH}$ grubundaki hidrojene aittir (1H).



Şekil 4.3. 2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.4. 2-((5-Metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.3. 2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.3.1. Erime noktası

Bölüm 3.1.3 de sentezlenen 2-((5-metilfuran-2-il)metilen)malononitril erime noktası 93-95 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.3.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.3. 2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril'in FT-IR pikleri

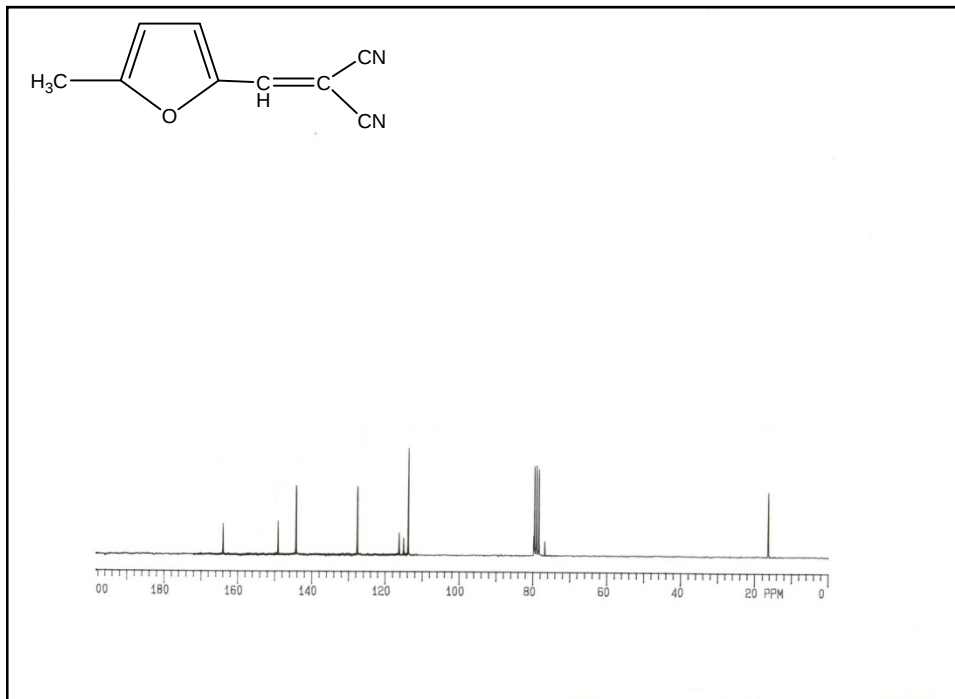
<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3133 cm^{-1}	-C=C-H' a ait gerilme piki
3049 cm^{-1}	-C-H' a ait gerilme piki
2220 cm^{-1}	-CN' a ait gerilme piki
1609 cm^{-1}	-C=C' a ait gerilme piki

4.3.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

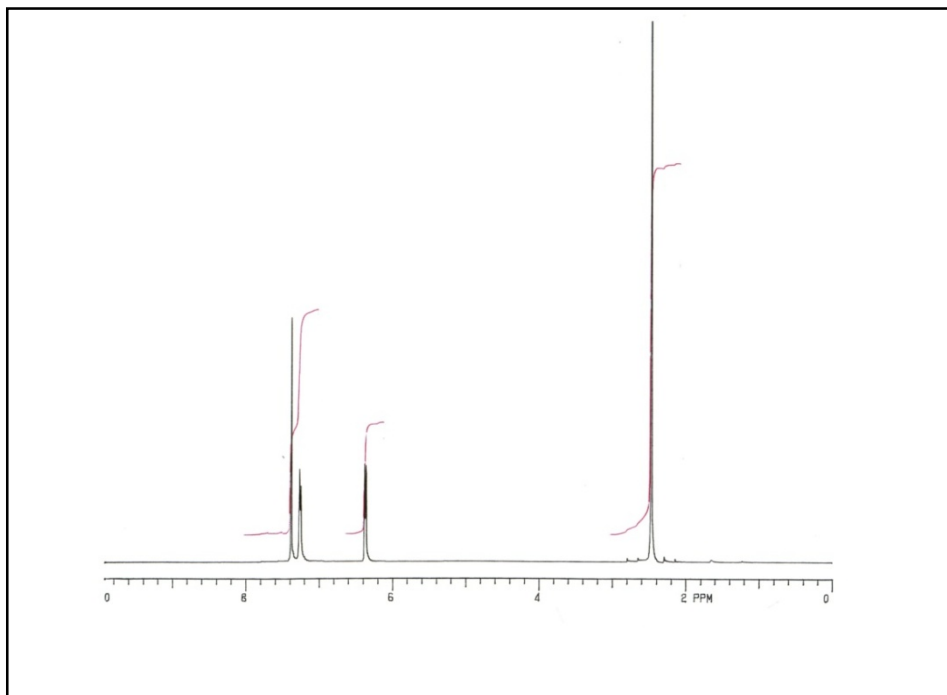
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.5.) de görülmektedir. δ 16,2 ppm deki pik $-\text{CH}_3$ karbonuna ait, δ 76,9 ppm deki pik -CN gruplarının bağlı olduğu karbona ait, δ 115,0 ve 116,3 ppm deki pikler -CN gruplarındaki karbonlara ait, δ 113,7 ve 127,5 ppm deki pikler aromatik karbonlara ait, δ 144,1 de ki pik aromatik yapının bağlı olduğu =C- karbonuna ait, δ 149,0 ppm deki pik =C-H grubunun bağlı olduğu aromatik karbona ait, 163,8 deki pik metil grubunun bağlı olduğu aromatik karbona aittir.

4.3.4. ^1H -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.6.) de görülmektedir. δ 2,47 ppm deki tekli pik alifatik $-\text{CH}_3$ grubuna aittir (3H). δ 6,37-7,25 ppm çıkan pikler aromatik karbondaki hidrojenlere aittir (2H). δ 7,53 ppm de çıkan tekli pik $=\text{CH}$ grubundaki hidrojene aittir (1H).



Şekil 4.5. 2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.6. 2-((5-Metilfuran-2-il)metilen)malononitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.4. 2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.4.1. Erime noktası

Bölüm 3.1.4 de sentezlenen 2-((1-metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril erime noktası 155-156 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.4.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.4. 2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril'in FT-IR pikleri

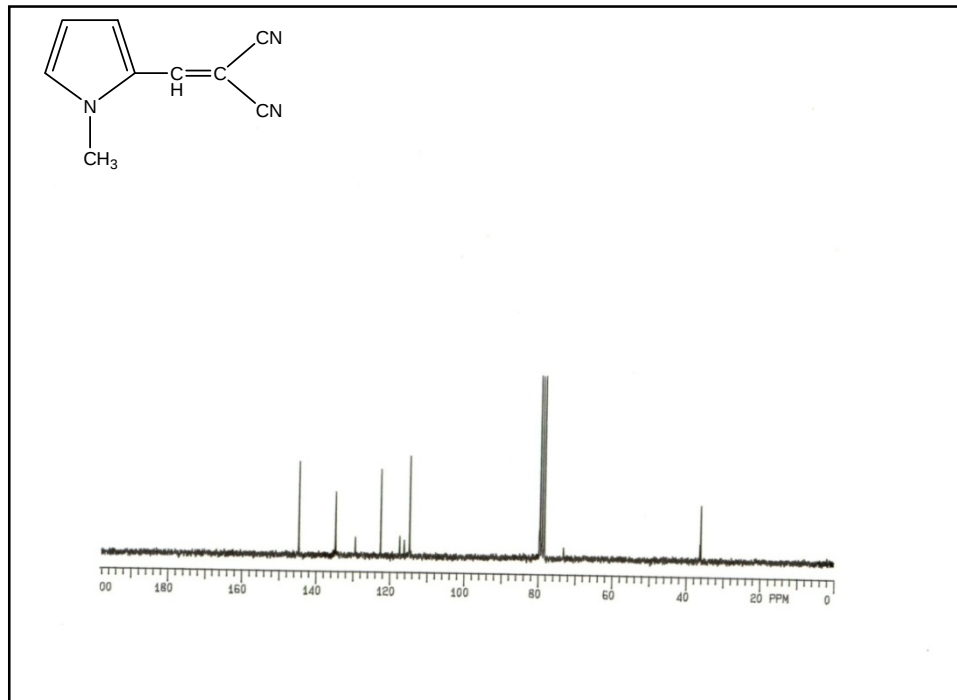
<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3119 cm^{-1}	-C=C-H' a ait gerilme piki
3035 cm^{-1}	-C-H' a ait gerilme piki
2217 cm^{-1}	-CN' a ait gerilme piki
1586 cm^{-1}	-C=C' a ait gerilme piki

4.4.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

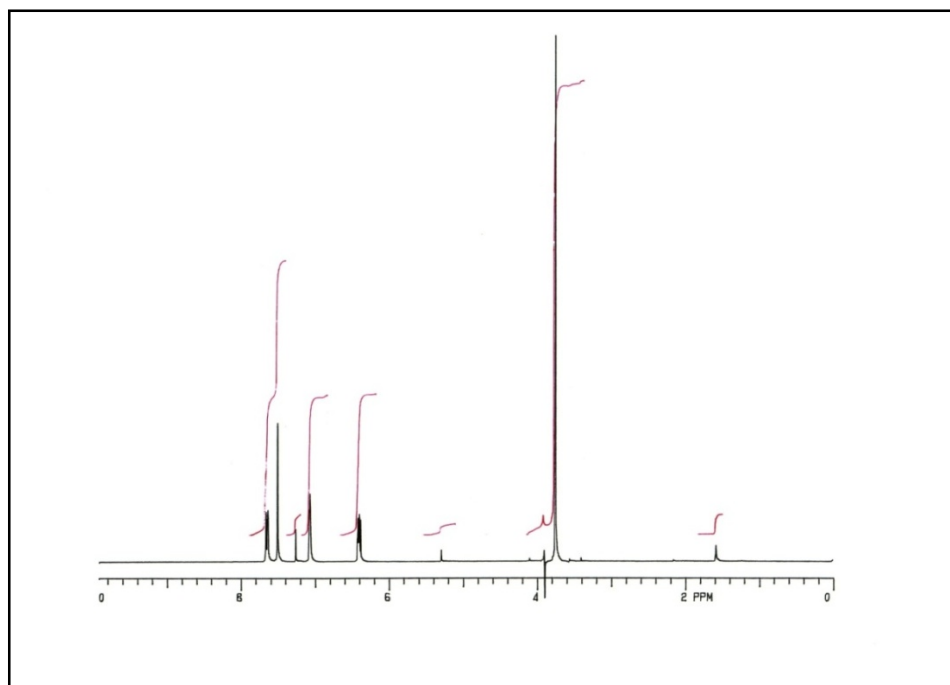
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.7.) de görülmektedir. δ 36,2 ppm deki pik $-\text{CH}_3$ karbonuna ait, δ 73,2 ppm deki pik -CN gruplarının bağlı olduğu karbona ait, δ 114,8 ppm deki pikler -CN grubundaki karbonlara ait, δ 117,4-122,6-129,4-134,8 ppm deki pikler aromatik karbonlara ait, δ 144,8 ppm deki pik aromatik yapının bağlı olduğu =C- a aittir.

4.4.4. ^1H -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.8.) de görülmektedir. δ 3,76 ppm deki tekli pik $-\text{CH}_3$ grubundaki hidrojenlere aittir (3H). δ 6,41-7,06 ppm çıkan pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H). δ 7,51 ppm de çıkan tekli pik =CH grubundaki hidrojene aittir (1H).



Şekil 4.7. 2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril'in ¹³C-NMR spektrumu



Şekil 4.8. 2-((1-Metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril'in ¹H-NMR spektrumu

4.5. 2-Benzilidenmalononitril'in Erime Noktası ve FT-IR Spektrum Verileri

4.5.1. Erime noktası

Bölüm 3.1.5 de sentezlenen 2-benzilidenmalononitril erime noktası 79-81 °C olarak gözlemlendi.

4.5.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.5. 2-Benzilidenmalononitrilin FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3035 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2930 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2224 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1595 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.6. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3 karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³C-NMR ve ¹H-NMR Spektrum Verileri

4.6.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.1 de sentezlenen 2-amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril erime noktası 192-195 °C olarak gözlemlendi.

4.6.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.6. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

Frekans	Yorum
3475-3377 cm^{-1}	NH_2 ' ye ait gerilme pikleri
3175 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}-\text{H}'$ a ait gerilme piki
2916 cm^{-1}	$-\text{C}-\text{H}'$ a ait gerilme piki
2200 cm^{-1}	$-\text{CN}'$ a ait gerilme piki
1630 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}'$ a ait gerilme piki

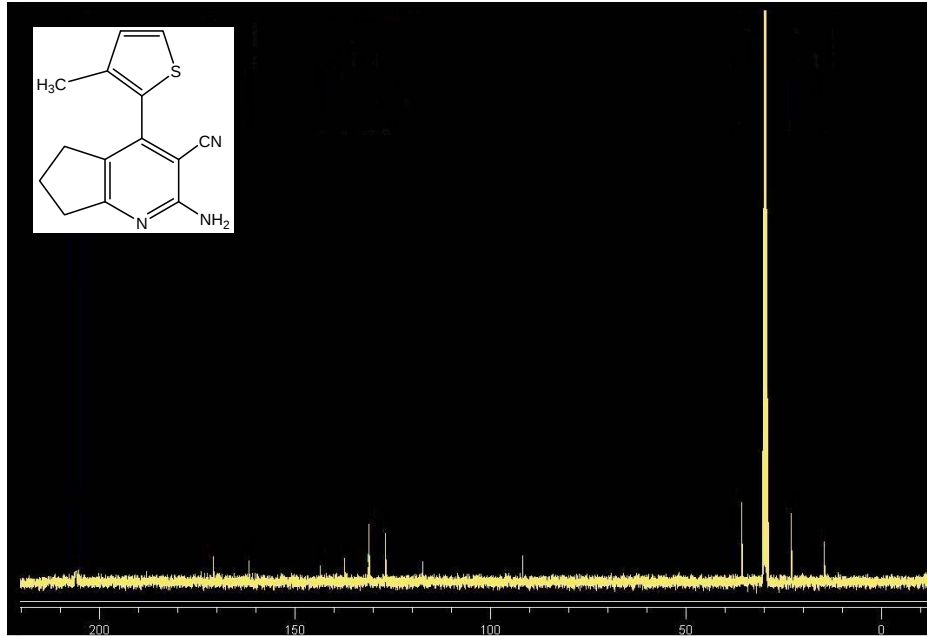
4.6.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde aseton- d_6 içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.9.) de görülmektedir. δ 14,7 deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki karbona ait, δ 23,1-26,9-35,7 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 91 deki pik $-\text{CN}$ grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 116 ppm deki pik $-\text{CN}$ grubundaki karbona ait, δ 126,8-128,9-131,0-131,2 ppm deki pikler kükürt atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 137,3-143,6-161,7 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 170,9 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

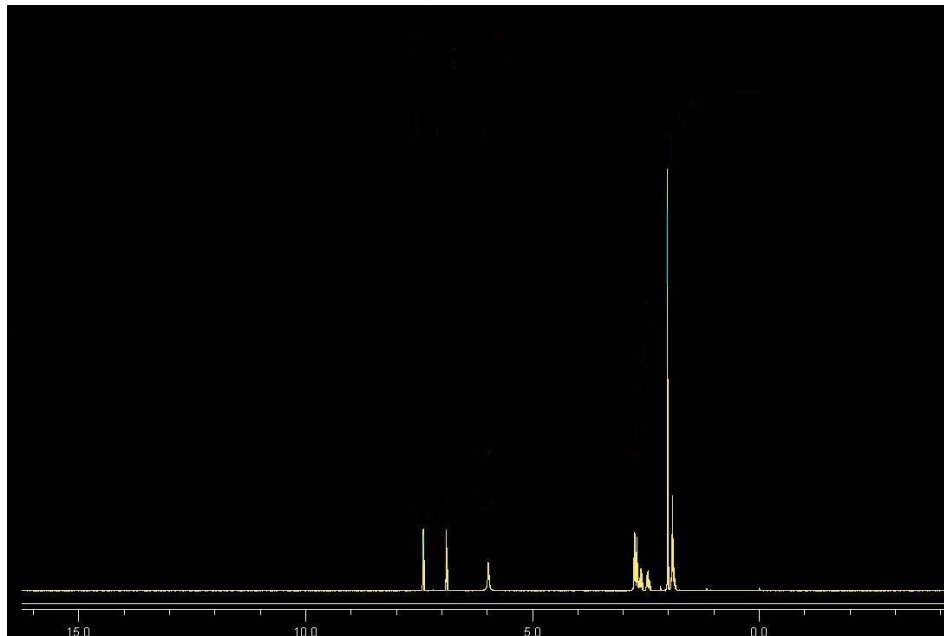
4.6.4. ^1H -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde aseton- d_6 içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.10.) de görülmektedir. δ 1,81-2,56-2,80 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 2,02 ppm deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki hidrojenlere aittir (3H). δ 5,97 ppm deki pik $-\text{NH}_2$ grubundaki

hidrojenlere aittir (2H). δ 6,90-7,41 ppm deki pikler aromatik karbona bağı hidrojenlere aittir (2H).



Şekil 4.9. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.10. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.7. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.7.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.2 de sentezlenen 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril erime noktası 204-207 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.7.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.7. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3412-3307 cm^{-1}	NH_2 ' ye ait gerilme pikleri
3147 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}-\text{H}$ ' a ait gerilme piki
2923 cm^{-1}	$-\text{C}-\text{H}$ ' a ait gerilme piki
2208 cm^{-1}	$-\text{CN}$ ' a ait gerilme piki
1644 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}$ ' a ait gerilme piki

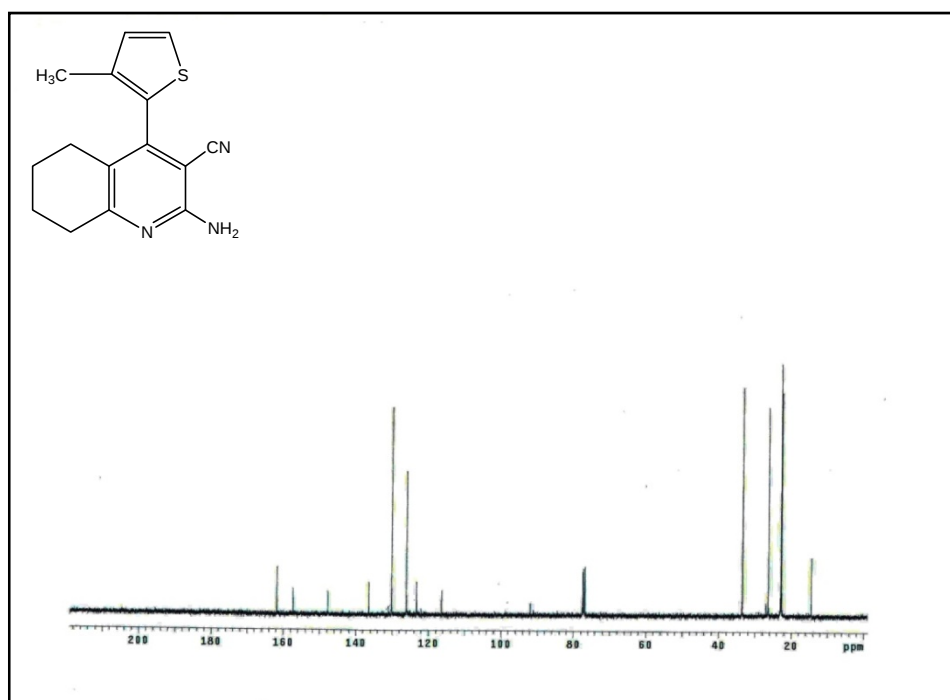
4.7.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.11.) de görülmektedir. δ 14,4 deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki karbona ait, δ 22,6-23,0-26,3-35,5 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 91,9 deki pik $-\text{CN}$ grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 116 ppm deki pik $-\text{CN}$ grubundaki karbona ait, δ 123,2-126,0-130-131,0 ppm deki pikler kükürt atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara

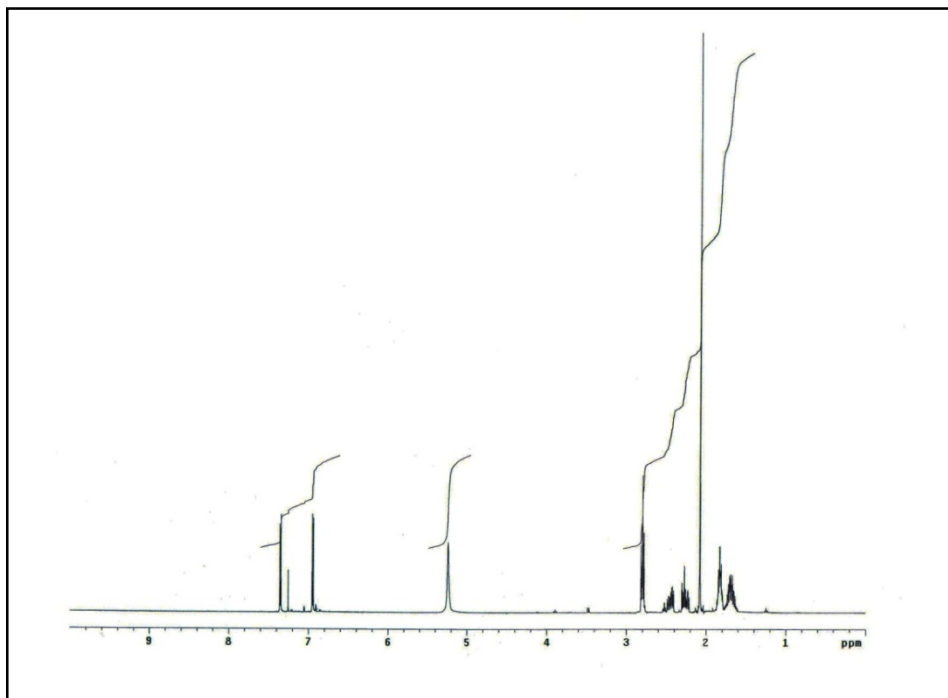
ait, δ 136,4-147,7-157,3 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 161,8 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.7.4. ^1H -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.12.) de görülmektedir. δ 1,64-2,23-2,81 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (8H). δ 2,06 ppm deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki hidrojenlere aittir. δ 5,24 ppm deki pik $-\text{NH}_2$ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,94-7,34 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).



Şekil 4.11. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.12. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.8. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.8.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.3 de sentezlenen 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril erime noktası 212-215 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.8.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.8. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3404-3314 cm^{-1}	NH_2 ' ye ait gerilme pikleri
3168 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}-\text{H}'$ a ait gerilme piki
2923 cm^{-1}	$-\text{C}-\text{H}'$ a ait gerilme piki
2210 cm^{-1}	$-\text{CN}'$ a ait gerilme piki
1658 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}'$ a ait gerilme piki

4.8.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.13.) de görülmektedir. δ 14,4 deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki karbona ait, δ 26,3-28,3-29,3-32,2-39,9 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 91,0 deki pik $-\text{CN}$ grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 116 ppm deki pik $-\text{CN}$ grubundaki karbona ait, δ 125,9-128,9-130,0-131,0 ppm deki pikler kükürt atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 136,6-146,0-157,4 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 168,1 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.8.4. ^1H -NMR spektrum verileri

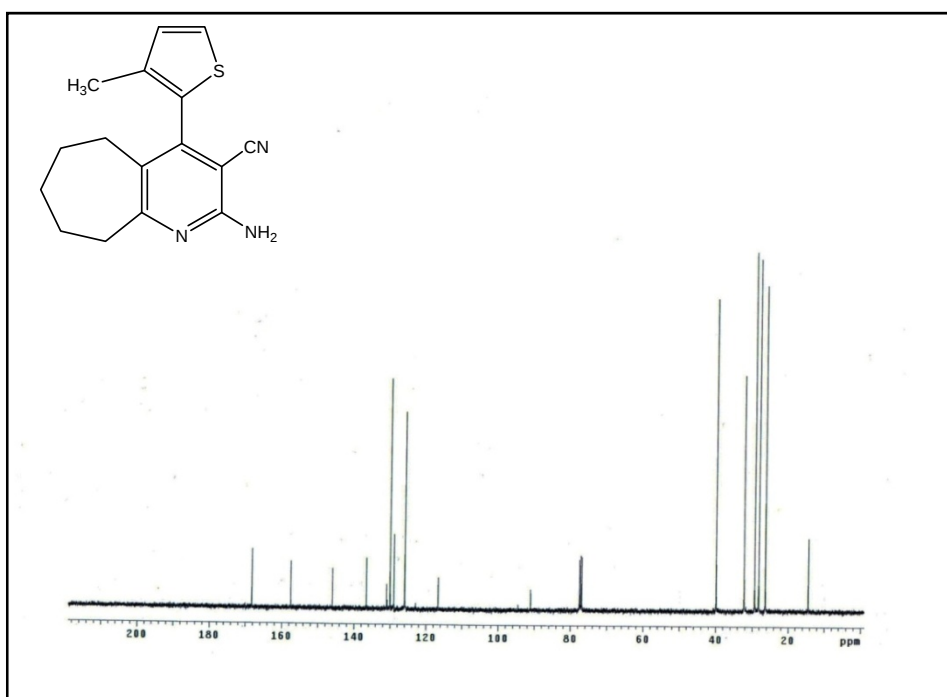
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.14.) de görülmektedir. δ 1,46-1,65-2,51-2,94 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (10H). δ 2,07 ppm deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki hidrojenlere aittir (3H). δ 5,22 ppm deki pik $-\text{NH}_2$ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,94-7,33 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.8.5. Element analizi verileri

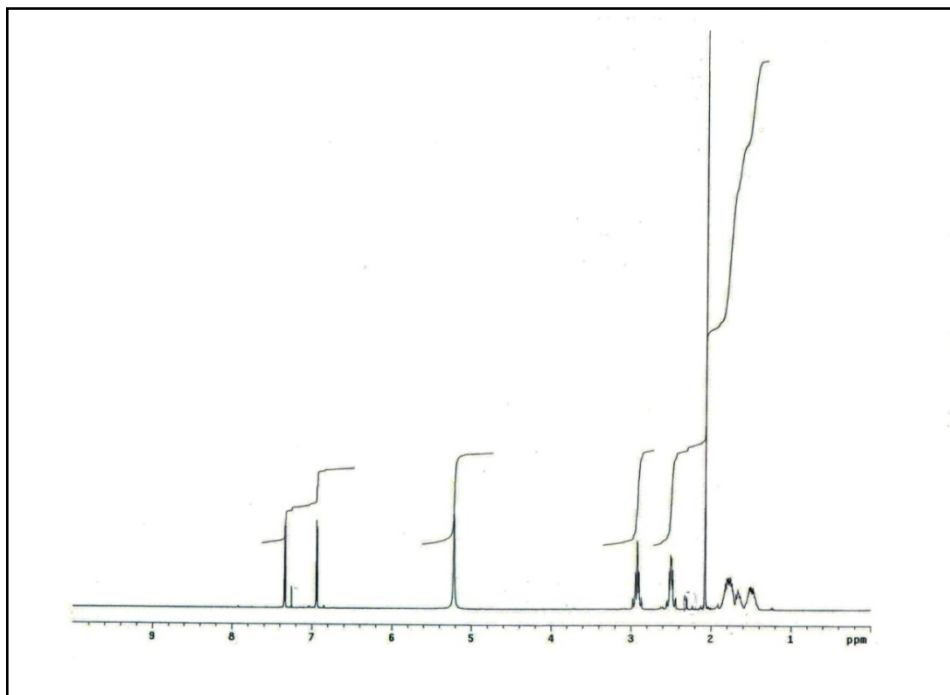
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.9. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>Deneysel %</u>
C	67,84	67,90
H	6,0	6,09
N	14,84	14,60
S	11,30	11,03



Şekil 4.13. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.14. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.9. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.9.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.4 de sentezlenen 2-amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril erime noktası 237-239 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.9.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.10. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3433-3286 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3161 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2965 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2200 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1632 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.9.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C-NMR spektrumu (Şekil 4.15.) de görülmektedir. δ 17,2 deki pik -CH₃ grubundaki karbona ait, δ 24,6-32,9-37,2 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 91,6 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 114,0 ppm deki pik -CN grubundaki karbona ait, δ 126,6-127,9-130,0-132,0 ppm deki pikler kükürt atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 137,0-145,5-162,5 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 172,0 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.9.4. ¹H-NMR spektrum verileri

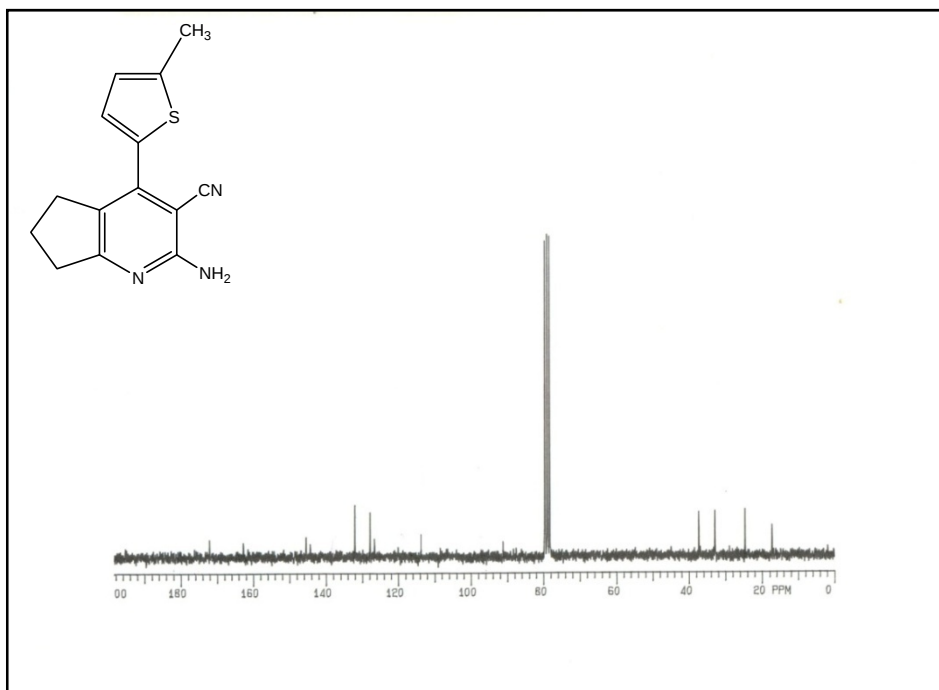
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.16.) de görülmektedir. δ 2,05-2,93-3,01 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 2,55 ppm deki pik -CH₃ grubundaki hidrojenlere aittir (3H). δ 5,17 ppm deki pik -NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,83-7,37 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.9.5. Element analizi verileri

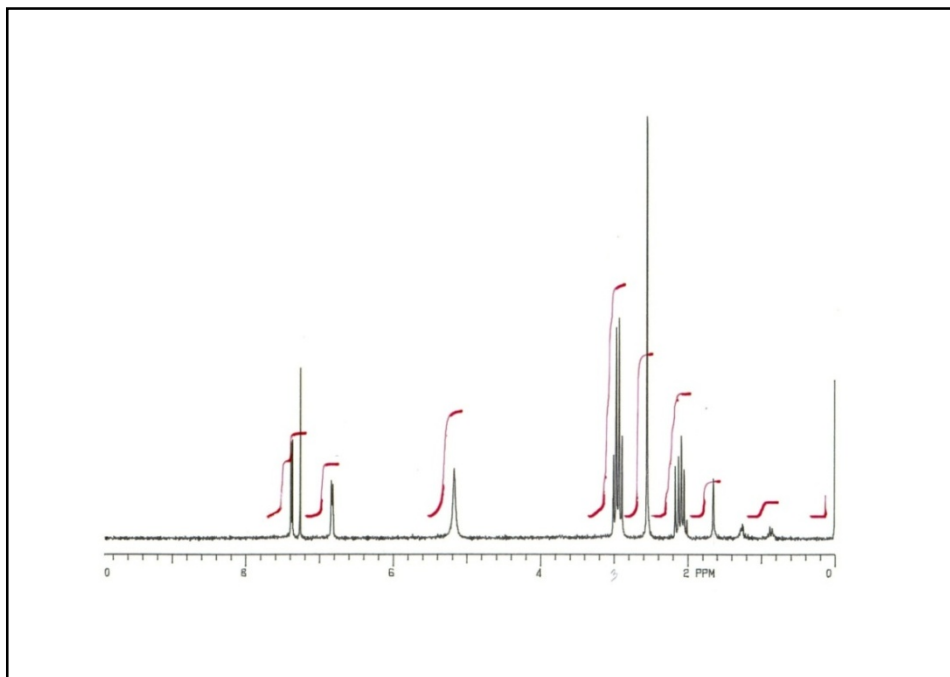
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.11. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>Deneysel %</u>
C	65,88	65,34
H	5,09	5,06
N	16,47	15,56
S	12,54	12,84



Şekil 4.15. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.16. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.10. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.10.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.5 de sentezlenen 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril erime noktası 245-248 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.10.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.12. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3454-3293 cm^{-1}	NH_2 ' ye ait gerilme pikleri
3154 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}-\text{H}$ ' a ait gerilme piki
2944 cm^{-1}	$-\text{C}-\text{H}$ ' a ait gerilme piki
2210 cm^{-1}	$-\text{CN}$ ' a ait gerilme piki
1637 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}$ ' a ait gerilme piki

4.10.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.17.) de görülmektedir. δ 17,1 deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki karbona ait, δ 24,4- 24,9-28,7-35,4 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 92,6 deki pik $-\text{CN}$ grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 118,7 ppm deki pik $-\text{CN}$ grubundaki karbona ait, δ 123,8-127,5-130,8-135,0 ppm deki pikler kükürt atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 144,5-149,3-159,2 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 163,5 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.10.4. ^1H -NMR spektrum verileri

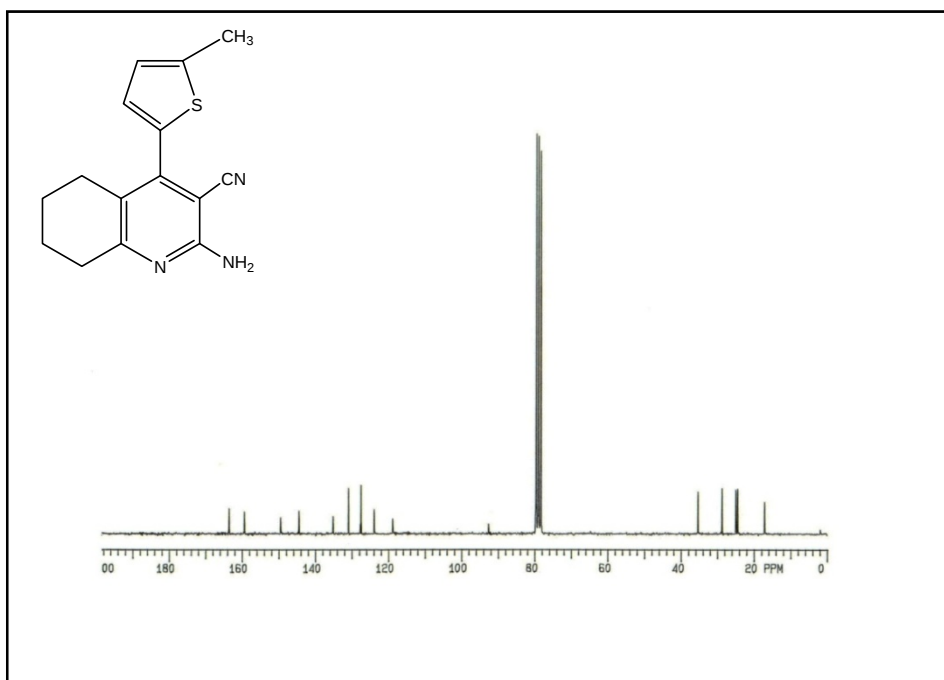
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.18.) de görülmektedir. δ 1,66-2,59-2,80 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (8H). δ 2,56 ppm deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki hidrojenlere aittir. δ 5,07 ppm deki pik $-\text{NH}_2$ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,78-6,94 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.10.5. Element analizi verileri

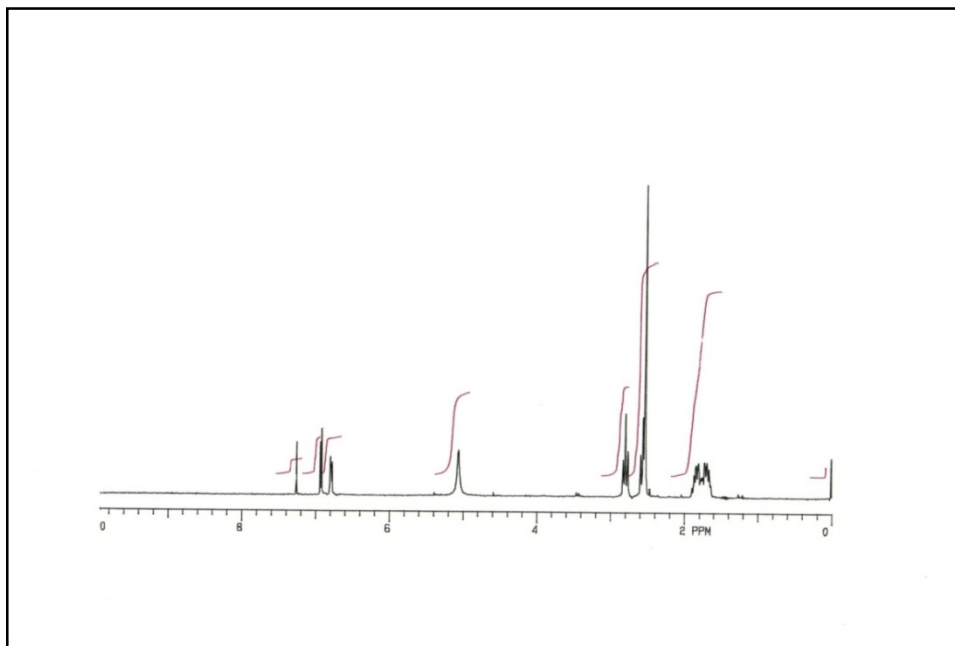
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.13. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>DeneySEL %</u>
C	66,91	66,64
H	5,57	5,51
N	15,61	15,28
S	11,89	12,18



Şekil 4.17. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in ¹³C-NMR spektrumu



Şekil 4.18. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.11. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.11.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.6 da sentezlenen 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril erime noktası 217-218 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.11.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.14. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3405-3314 cm^{-1}	NH_2 ' ye ait gerilme pikleri
3161 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}-\text{H}'$ a ait gerilme piki
2916 cm^{-1}	$-\text{C}-\text{H}'$ a ait gerilme piki
2210 cm^{-1}	$-\text{CN}'$ a ait gerilme piki
1651 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}'$ a ait gerilme piki

4.11.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.19.) de görülmektedir. δ 17,1 deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki karbona ait, δ 28,1-30,0-31,1-33,9-41,6 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 92,1 deki pik $-\text{CN}$ grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 118,8 ppm deki pik $-\text{CN}$ grubundaki karbona ait, δ 127,5-128,7-130,4-135,9 ppm deki pikler kükürt atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 144,2-147,8-159,3 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 169,9 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.11.4. ^1H -NMR spektrum verileri

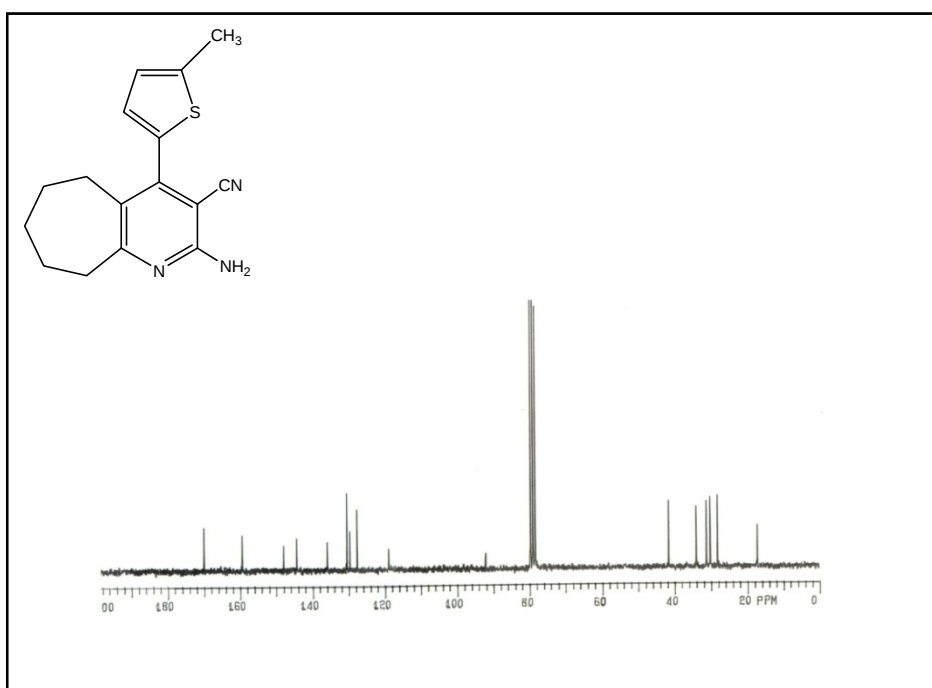
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.20.) de görülmektedir. δ 1,52-1,80-2,64-2,92 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (10H). δ 2,04 ppm deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki hidrojenlere aittir (3H). δ 5,13 ppm deki pik $-\text{NH}_2$ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,78-6,87 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.11.5. Element analizi verileri

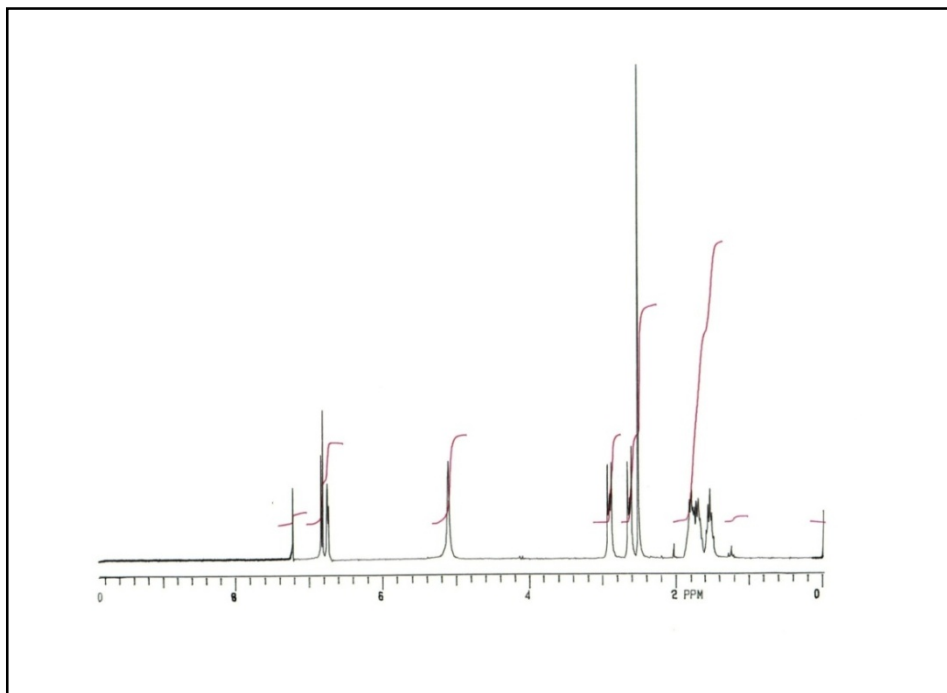
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.15. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>Deneysel %</u>
C	67,84	68,75
H	6,0	6,75
N	14,84	15,07
S	11,30	10,62



Şekil 4.19. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in ¹³C-NMR spektrumu



Şekil 4.20. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.12. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.12.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.7 de sentezlenen 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril erime noktası 227-228 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.12.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.16. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3433-3300 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3175 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2951 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2210 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1637 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.12.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C-NMR spektrumu (Şekil 4.21.) de görülmektedir. δ 17,1 ve 47,8 deki pikler –CH₃ grublarındaki karbonlara ait, δ 35,1-54,2-57,5 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 92,3 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 118,6 ppm deki pik –CN grubundaki karbona ait, δ 121,5-127,7-131,1-133,8 ppm deki pikler kükürt atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 144,9-147,7-159,9 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 160,8 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.12.4. ¹H-NMR spektrum verileri

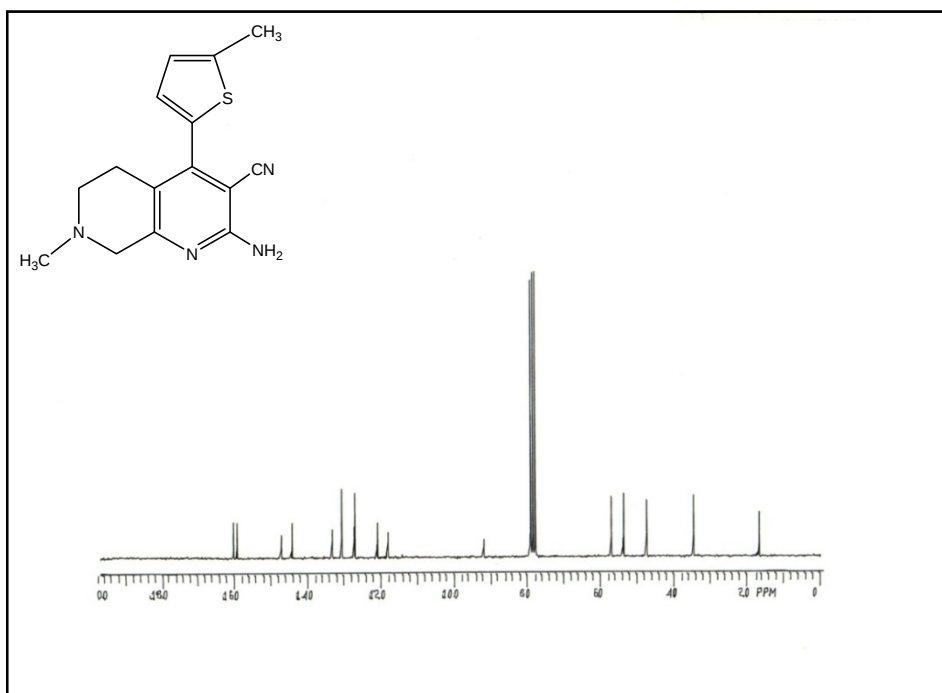
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.22.) de görülmektedir. δ 2,40-2,54 ppm deki pikler –CH₃ grubundaki hidrojenlere aittir. δ 2,68-2,93-3,37 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 5,22 ppm deki pik -NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,81-6,96 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.12.5. Element analizi verileri

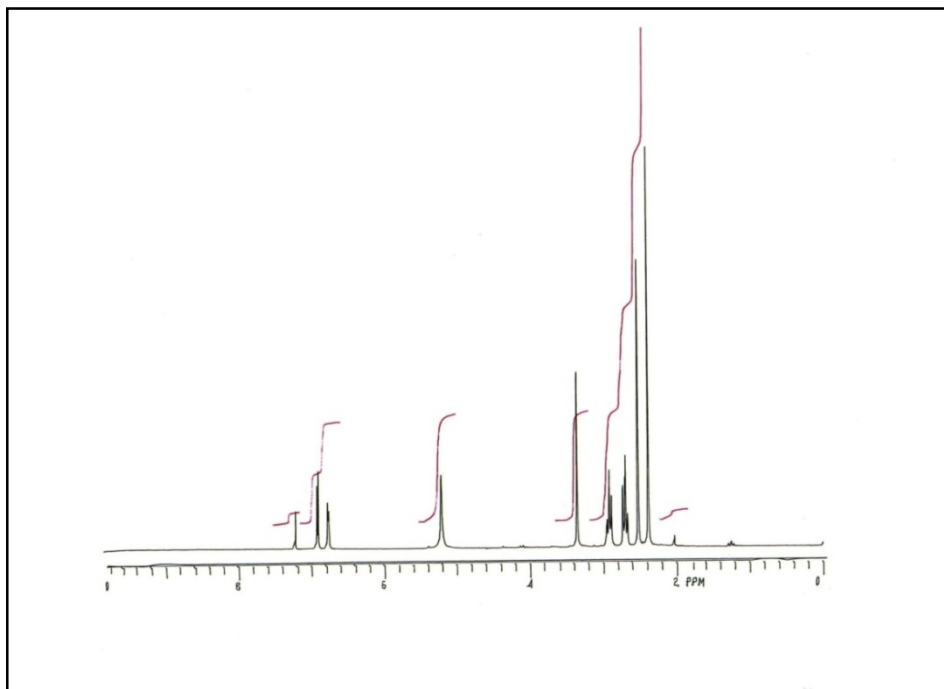
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.17. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>DeneySEL %</u>
C	63,38	64,17
H	5,63	5,92
N	19,71	19,92
S	11,26	11,20



Şekil 4.21. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.22. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.13. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.13.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.8 de sentezlenen 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril erime noktası 259-261 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.13.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.18. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3- karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3426-3307 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3147 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2944 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2210 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1650 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.13.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C-NMR spektrumu (Şekil 4.23.) de görülmektedir. δ 17,1 deki pik –CH₃ grubundaki karbona ait, δ 34,2-66,9-68,2 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 92,3 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 119 ppm deki pik –CN grubundaki karbona ait, δ 121,6-127,8-131,4-133,0 ppm deki pikler kükürt atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 145,3-146,8-159,8 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 160,3 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.13.4. ¹H-NMR spektrum verileri

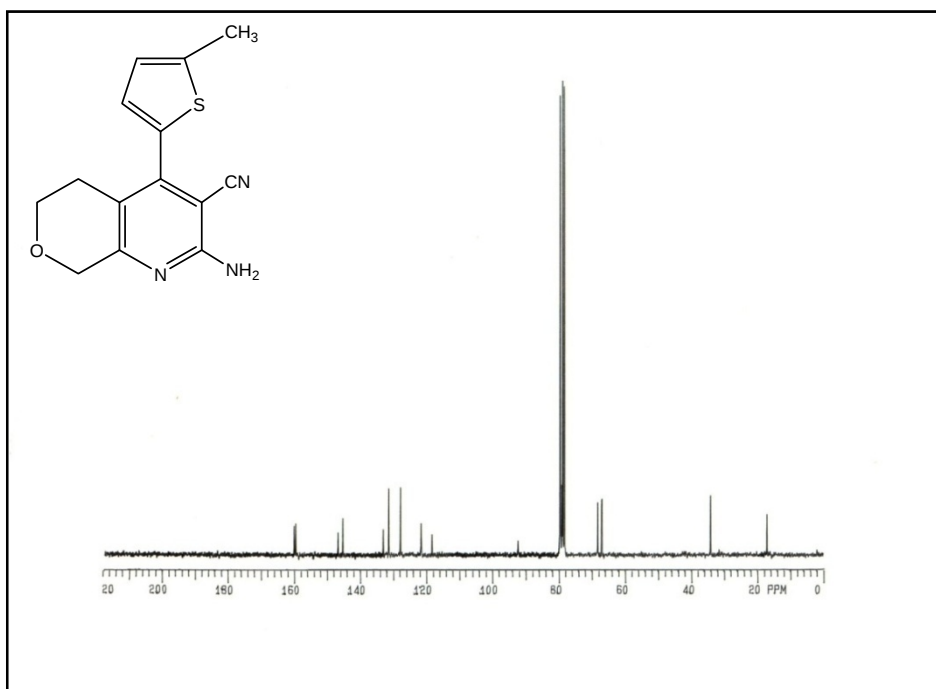
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.24.) de görülmektedir. δ 2,54 ppm deki pik –CH₃ grubundaki hidrojenlere aittir. δ 2,98-3,99-4,58 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 5,20 ppm deki pik –NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,81-6,98 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.13.5. Element analizi verileri

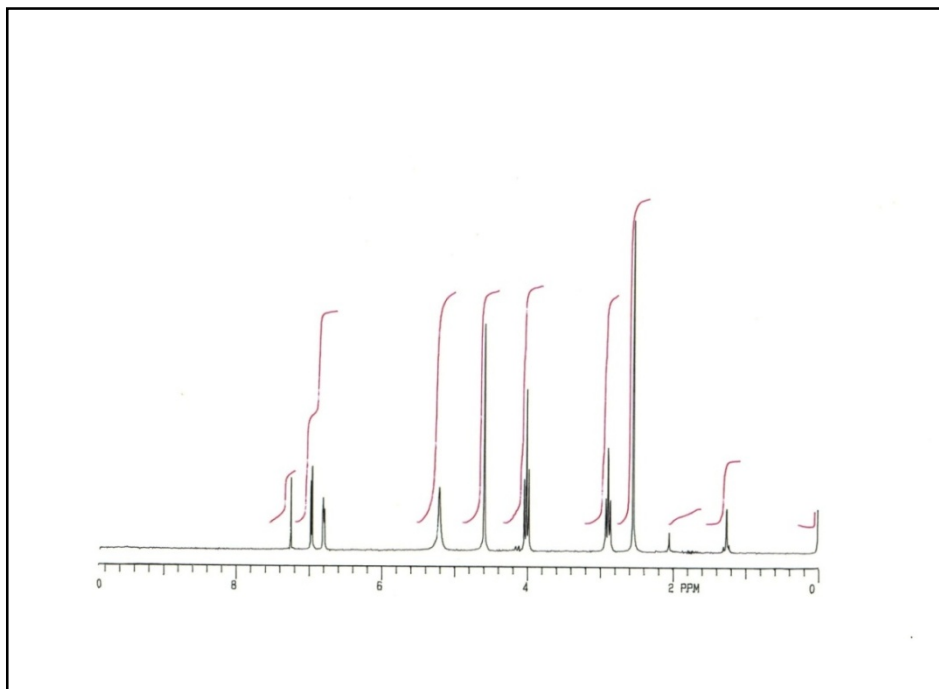
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.19. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>DeneySEL %</u>
C	61,99	62,58
H	4,79	4,73
N	15,49	15,28
S	11,80	11,38



Şekil 4.23. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.24. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.14. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.14.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.9 da sentezlenen 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril erime noktası 278-281 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.14.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.20. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3419-3307 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3161 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2895 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2210 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1644 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.14.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C-NMR spektrumu (Şekil 4.25.) de görülmektedir. δ 17,0 deki pik –CH₃ grubundaki karbona ait, δ 27,7-28,7-36,5 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 92,9 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 119 ppm deki pik –CN grubundaki karbona ait, δ 122,5-127,8-131,3-133,9 ppm deki pikler kükürt atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 145,1-149,1-1595 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 162,8 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.14.4. ¹H-NMR spektrum verileri

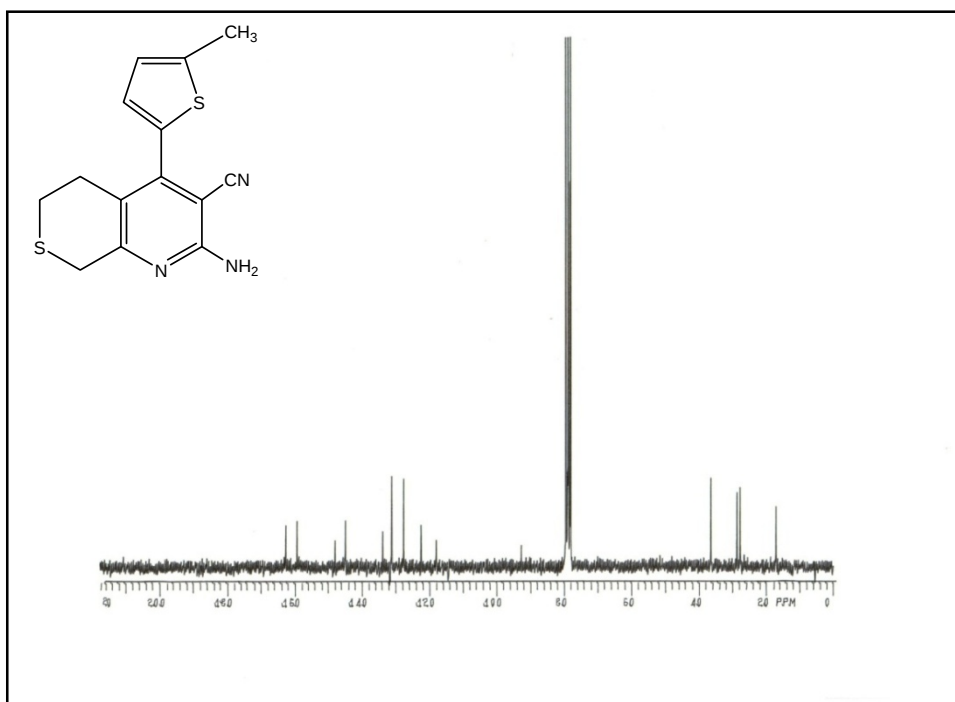
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.26.) de görülmektedir. δ 2,54 ppm deki pik –CH₃ grubundaki hidrojenlere aittir. δ 2,91-3,12-3,62 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 5,17 ppm deki pik –NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,82-6,94 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.14.5. Element analizi verileri

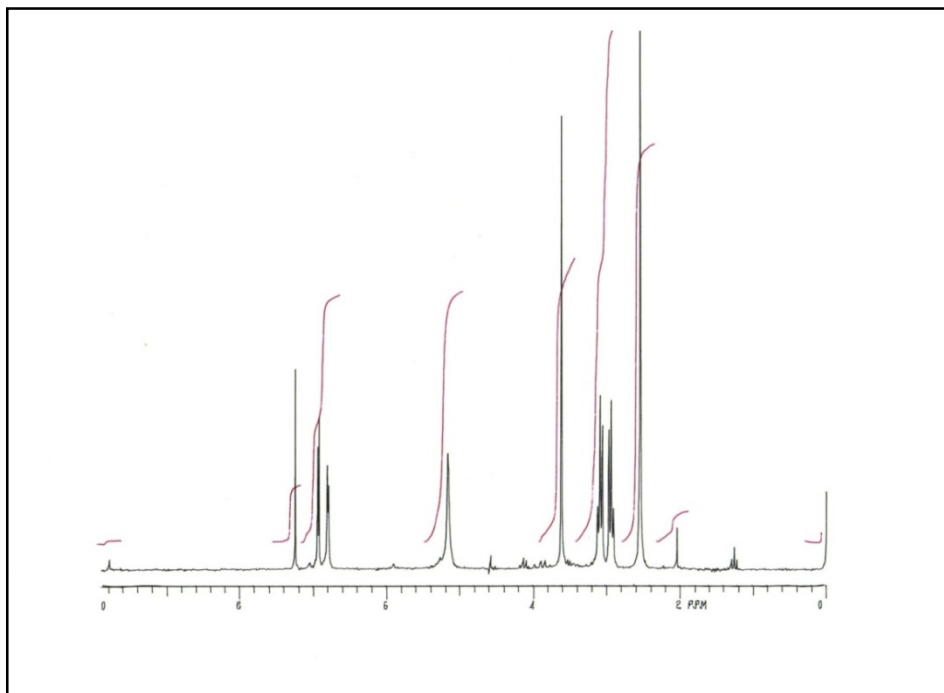
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.21. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>Deneysel %</u>
C	58,53	58,68
H	4,52	4,40
N	14,63	14,34
S	22,29	22,71



Şekil 4.25. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.26. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.15. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.15.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.10 da sentezlenen 2-amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril erime noktası 214-215 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.15.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.22. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3412-3300 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3154 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2916 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2196 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1644 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.15.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde DMSO-d₆ içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C-NMR spektrumu (Şekil 4.27.) de görülmektedir. δ 14,0 deki pik -CH₃ grubundaki karbona ait, δ 22,5-28,7-34,9 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 80,8 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 109,4 ppm deki pik -CN grubundaki karbona ait, δ 116,4-118,8-120,7-136,4 ppm deki pikler oksijen atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 147,4-154,8-170,9 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 162,1 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.15.4. ¹H-NMR spektrum verileri

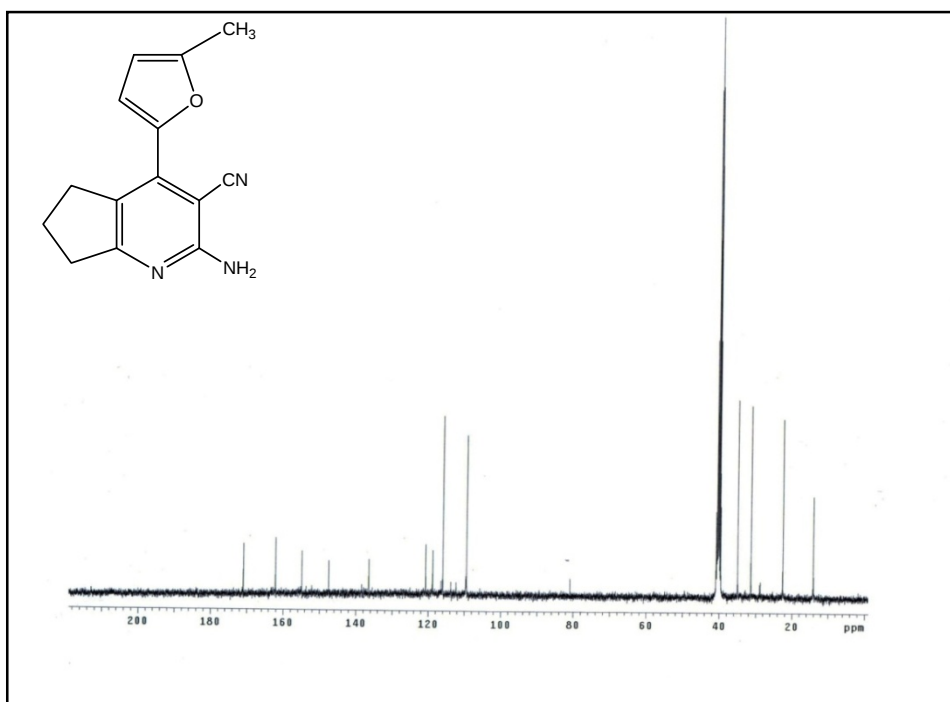
Sentezlenen madde DMSO-d₆ içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.28.) de görülmektedir. δ 2,00-2,92-2,94 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 2,49 ppm deki pik -CH₃ grubundaki hidrojenlere aittir (3H). δ 6,57 ppm deki pik -NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,35-7,07 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.15.5. Element analizi verileri

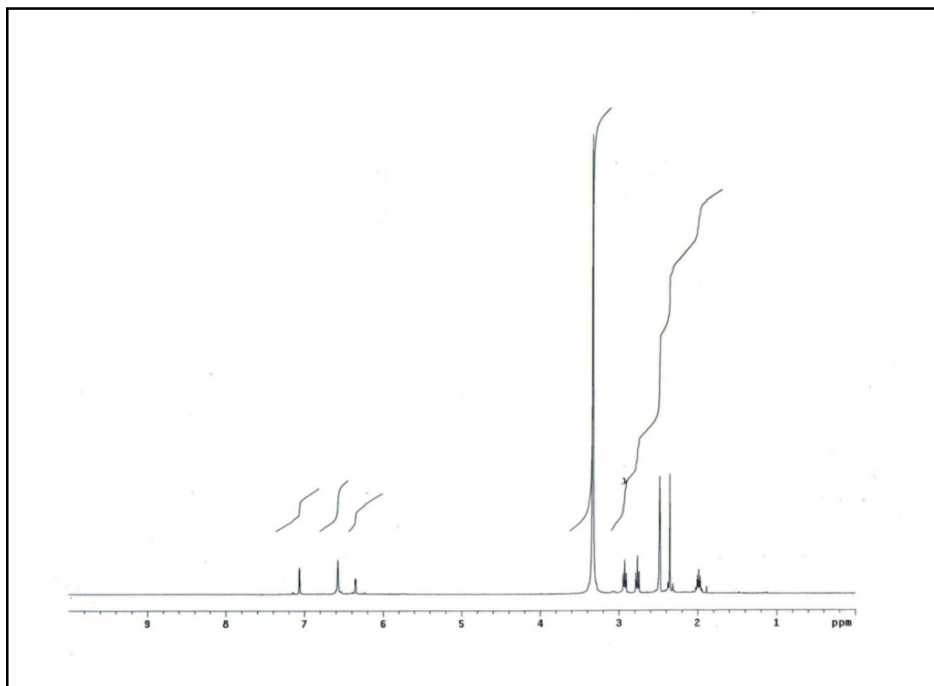
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.23. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>Deneyisel %</u>
C	70,29	71,0
H	5,43	5,07
N	17,57	15,01



Şekil 4.27. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.28. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.16. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.16.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.11 de sentezlenen 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitril erime noktası $191-192^\circ\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.16.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.24. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3433-3300 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3168 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2937 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2203 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1637 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.16.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C-NMR spektrumu (Şekil 4.29.) de görülmektedir. δ 15,5 deki pik –CH₃ grubundaki karbona ait, δ 24,3-24,9-28,9-35,5 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 89,9 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 109,8 ppm deki pik –CN grubundaki karbona ait, δ 117,4-119,5-121,9-143,4 ppm deki pikler oksijen atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 149,2-156,2-159,8 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 163,5 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.16.4. ¹H-NMR spektrum verileri

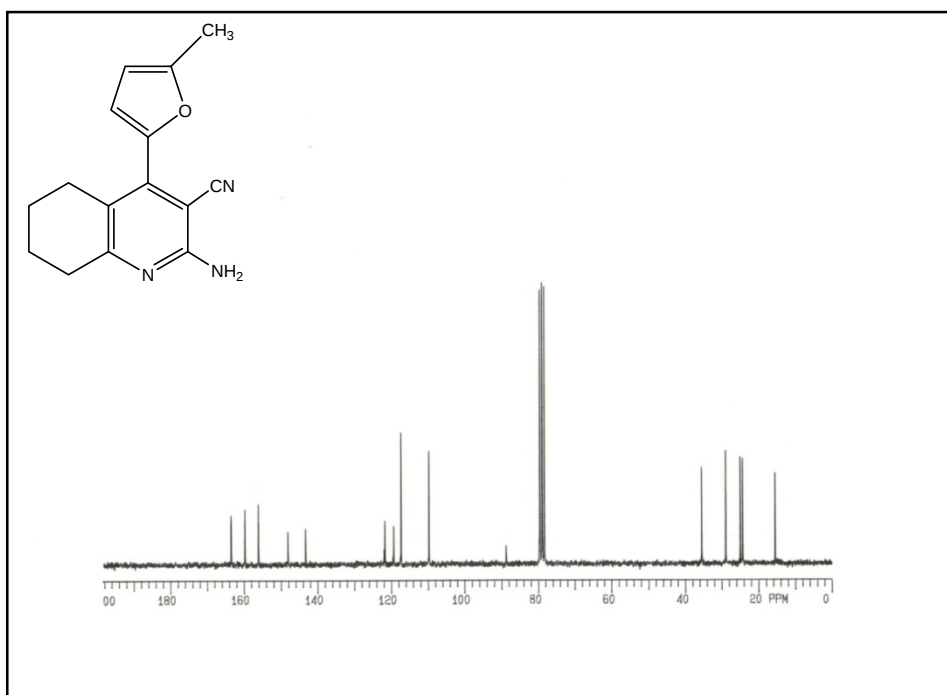
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.30.) de görülmektedir. δ 1,71-2,65-2,72 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (8H). δ 2,39 ppm deki pik –CH₃ grubundaki hidrojenlere aittir. δ 5,27 ppm deki pik –NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,17-6,77 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.16.5. Element analizi verileri

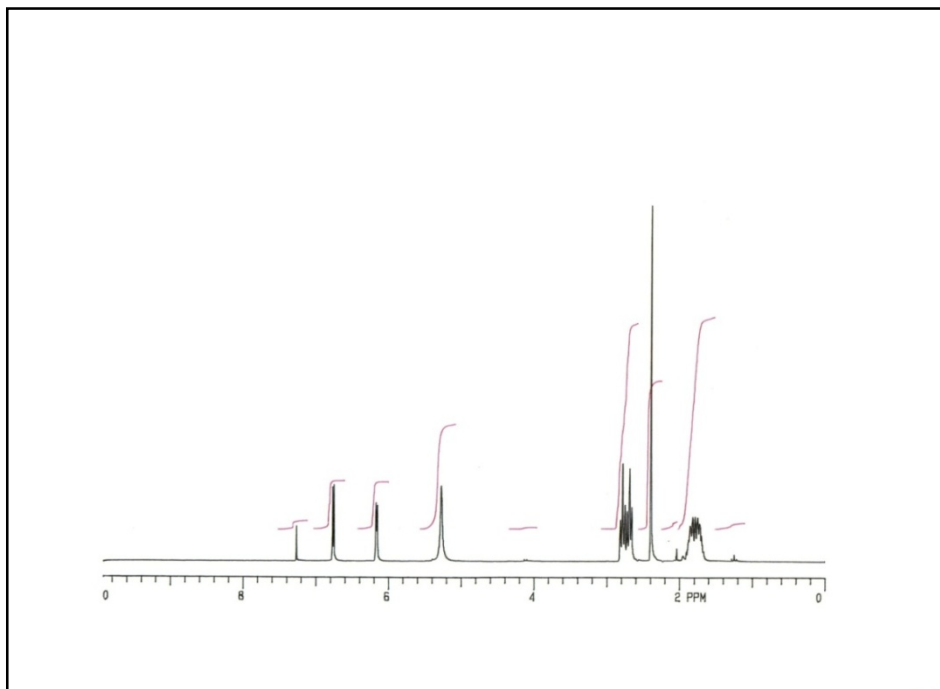
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.25. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>Deneyisel %</u>
C	71,14	70,77
H	5,92	5,74
N	16,60	16,14



Şekil 4.29. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitril'in ¹³C-NMR spektrumu



Şekil 4.30. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.17. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.17.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.12 de sentezlenen 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril erime noktası 164-166 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.17.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.26. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3412-3314 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3175 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2923 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2210 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1644 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.17.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C-NMR spektrumu (Şekil 4.31.) de görülmektedir. δ 15,5 deki pik –CH₃ grubundaki karbona ait, δ 28,2-29,6-31,2-33,8-41,4 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 89,3 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 109,5 ppm deki pik –CN grubundaki karbona ait, δ 116,0-119,2-128,1-142,9 ppm deki pikler oksijen atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 149,5-155,8-159,8 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 170,3 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.17.4. ¹H-NMR spektrum verileri

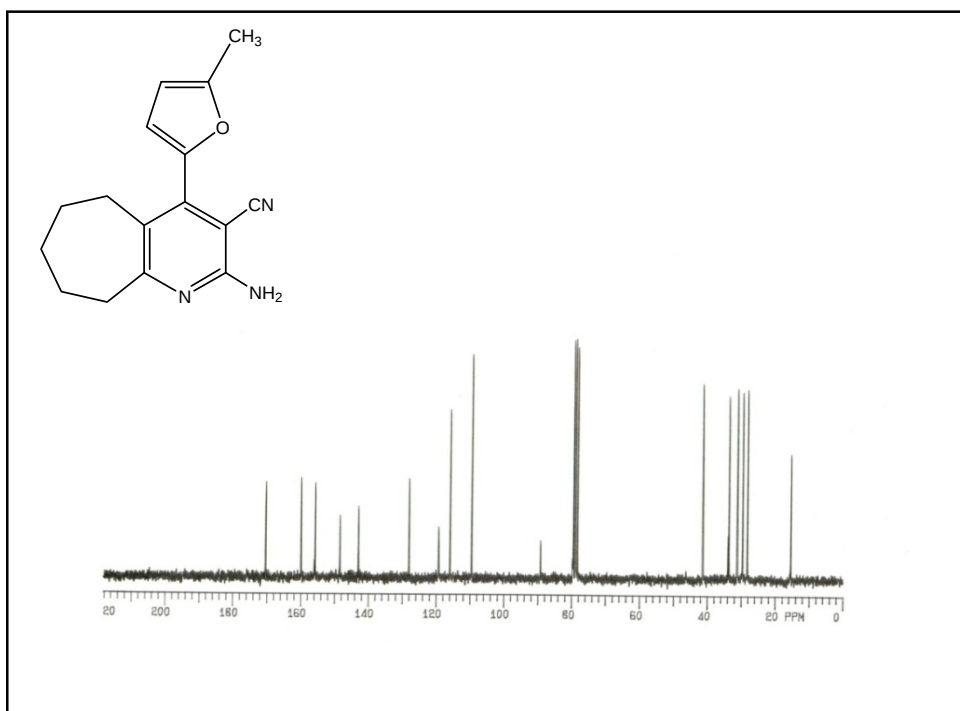
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.32.) de görülmektedir. δ 1,63-1,81-2,74-2,91 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (10H). δ 2,37 ppm deki pik –CH₃ grubundaki hidrojenlere aittir (3H). δ 5,28 ppm deki pik –NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,13-6,61 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.17.5. Element analizi verileri

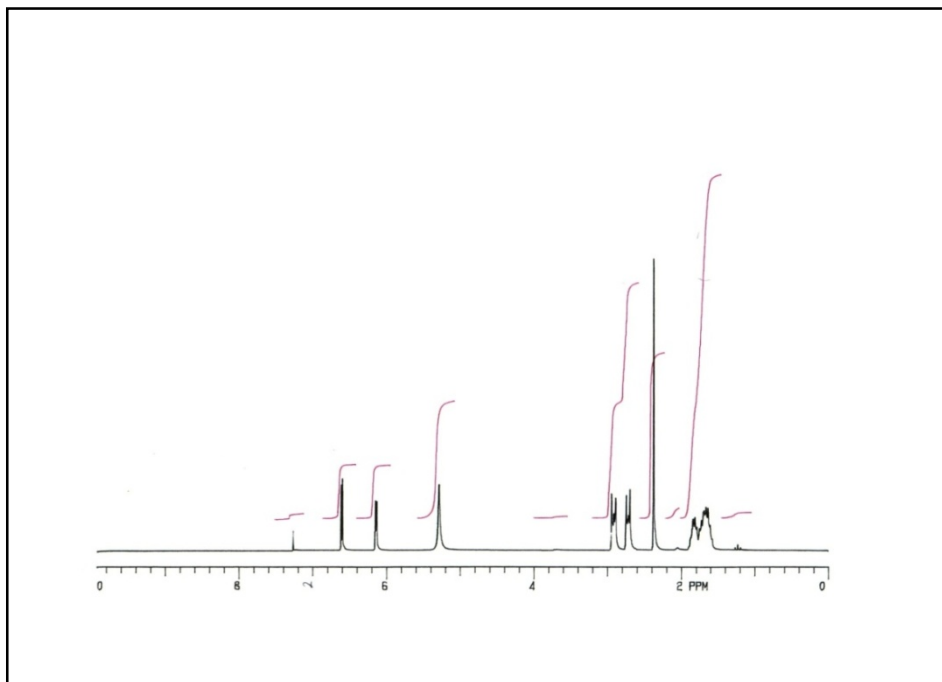
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.27. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>DeneySEL %</u>
C	71,91	70,67
H	6,36	6,41
N	15,73	15,30



Şekil 4.31. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.32. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.18. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.18.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.13 de sentezlenen 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril erime noktası $191-192^\circ\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.18.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.28. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3405-3314 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3168 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2944 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2210 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1651 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.18.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde DMSO-d₆ içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C -NMR spektrumu (Şekil 4.33.) de görülmektedir. δ 15,0 ve 47,2 deki pikler -CH₃ gruplarındaki karbonlara ait, δ 34,5-53,3-56,9 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 96,4 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 110,0 ppm deki pik -CN grubundaki karbona ait, δ 117,1-118,8-119,0-140,8 ppm deki pikler oksijen atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 146,9- 155,7-160,9 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 160,5 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.18.4. ¹H-NMR spektrum verileri

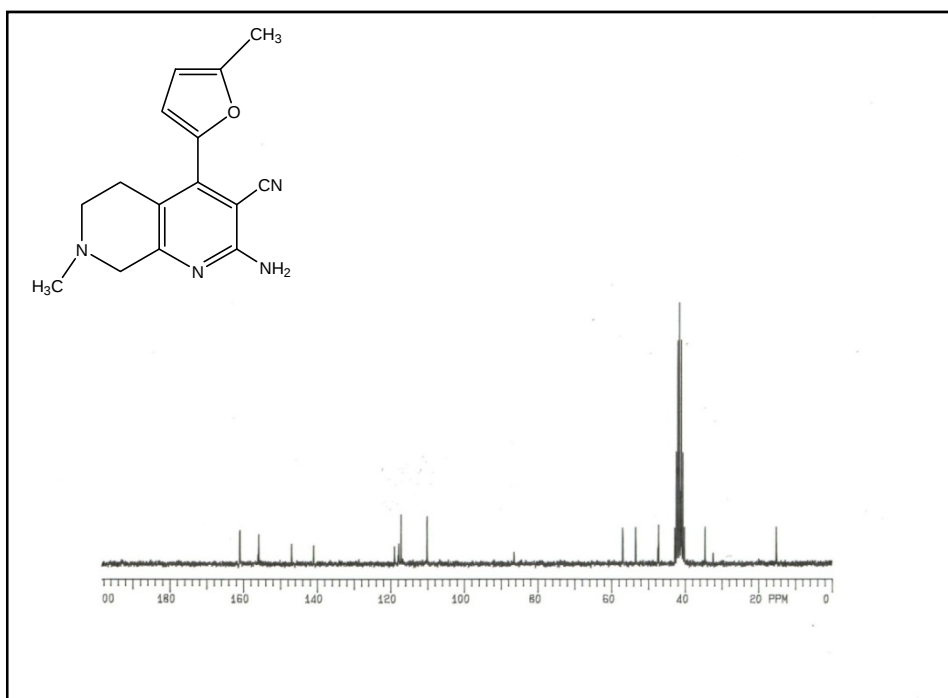
Sentezlenen madde DMSO-d₆ içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.34.) de görülmektedir. δ 2,33-2,51 ppm deki pikler -CH₃ gruplarındaki hidrojenlere aittir (6H). δ 2,65-2,77-3,32 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 6,62 ppm deki pik -NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,37-6,84 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.18.5. Element analizi verileri

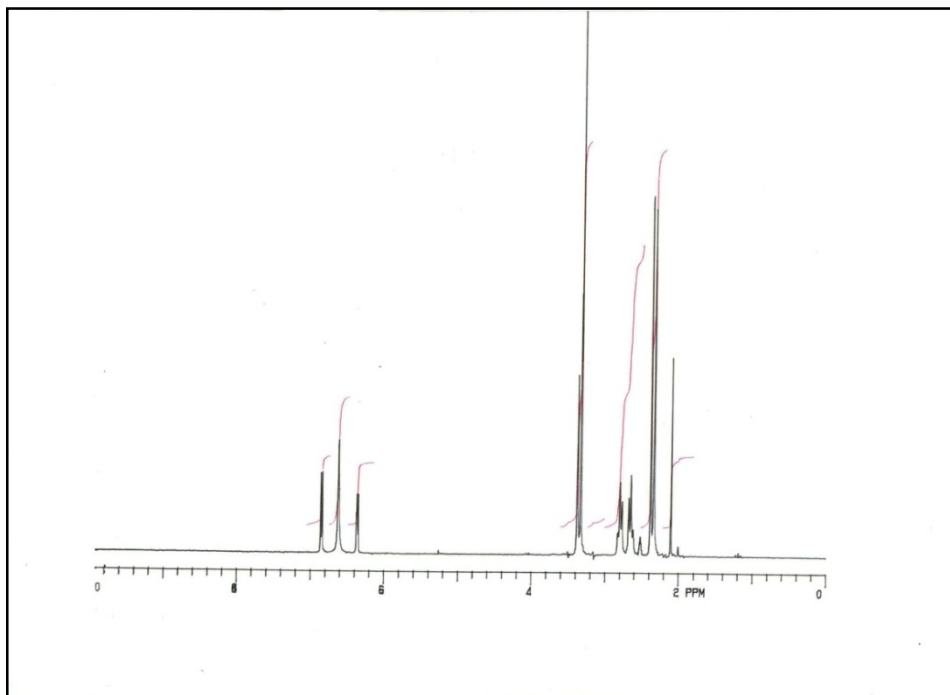
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.29. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>Deneysel %</u>
C	67,16	67,89
H	5,97	6,16
N	20,89	21,21



Şekil 4.33. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.34. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.19. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.19.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.14 de sentezlenen 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril erime noktası $228-229^\circ\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.19.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.30. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3433-3307 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3161 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2965 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2203 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1651 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.19.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde DMSO-d₆ içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C -NMR spektrumu (Şekil 4.35.) de görülmektedir. δ 15,1 deki pik –CH₃ grubundaki karbona ait, δ 33,7-65,8-67,5 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 85 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 110,2 ppm deki pik –CN grubundaki karbona ait, δ 117,5-118,8-139,8-146,7 ppm deki pikler oksijen atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 155,7-156,1-159,9 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 161,0 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.19.4. ¹H-NMR spektrum verileri

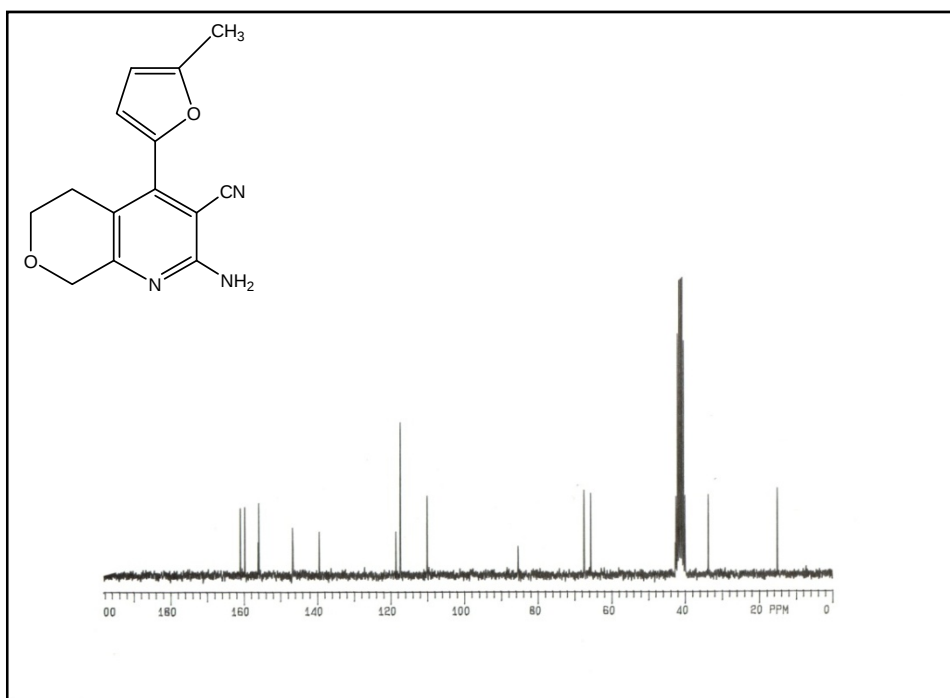
Sentezlenen madde DMSO-d₆ içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.36.) de görülmektedir. δ 2,39 ppm deki pik –CH₃ grubundaki hidrojenlere aittir. δ 2,75-3,93-4,61 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 6,66 ppm deki pik –NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,36-6,93 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.19.5. Element analizi verileri

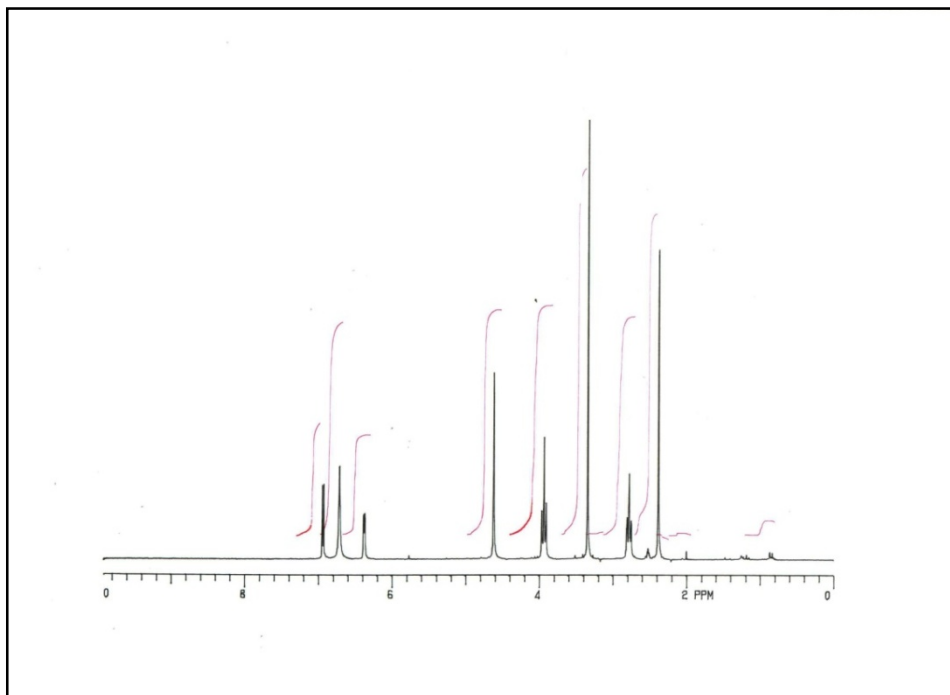
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.31. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>Deneysel %</u>
C	65,88	66,54
H	5,09	4,85
N	16,47	16,96



Şekil 4.35. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.36. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.20. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.20.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.15 de sentezlenen 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril erime noktası $222-225^\circ\text{C}$ olarak gözlendi.

4.20.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.32. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3412-3321 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3175 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2923 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2210 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1651 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.20.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde DMSO-d₆ içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C -NMR spektrumu (Şekil 4.37.) de görülmektedir. δ 15,0 deki pik -CH₃ grubundaki karbona ait, δ 26,7-27,7-35,8 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 87,1 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 109,9 ppm deki pik -CN grubundaki karbona ait, δ 117,1-118,5-118,8-1416 ppm deki pikler oksijen atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 146,8-155,9-160,6 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 163,0 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.20.4. ¹H-NMR spektrum verileri

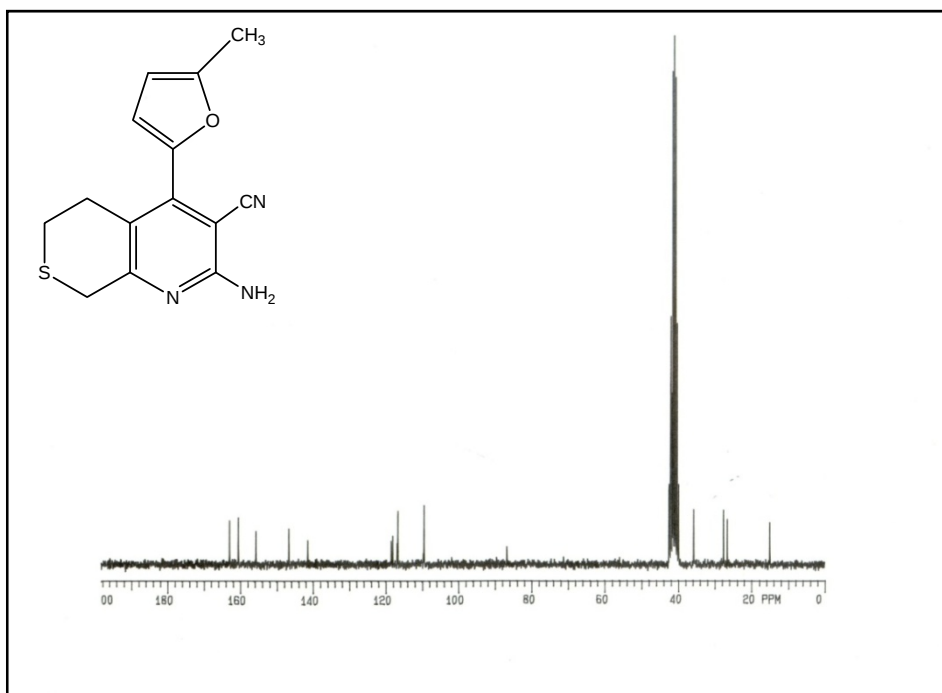
Sentezlenen madde DMSO-d₆ içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.38.) de görülmektedir. δ 2,39 ppm deki pik -CH₃ grubundaki hidrojenlere aittir. δ 2,92-2,99-3,33 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 6,76 ppm deki pik -NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,37-6,86 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).

4.20.5. Element analizi verileri

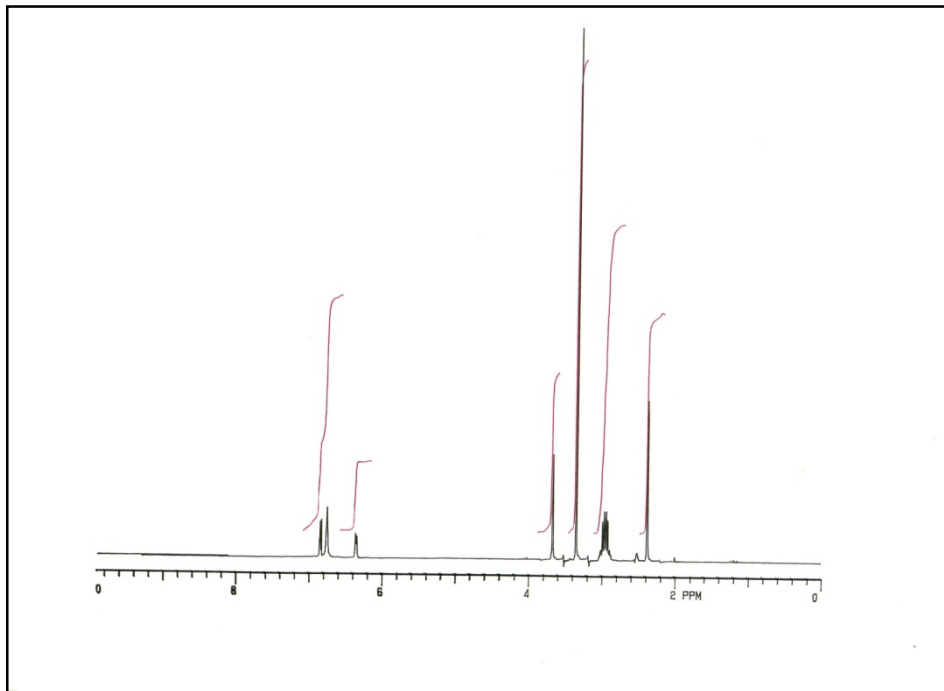
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.33. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>Deneysel %</u>
C	61,99	62,56
H	4,79	4,68
N	15,49	15,20
S	11,14	11,41



Şekil 4.37. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.38. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.21. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.21.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.16 da sentezlenen 2-amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3-karbonitril erime noktası $229-231^\circ\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.21.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.34. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b] piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

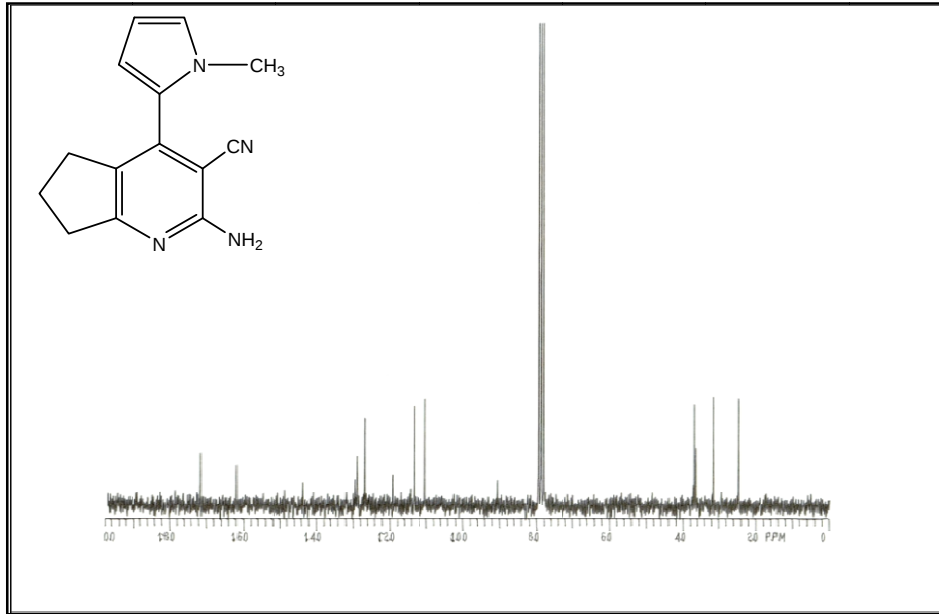
<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3440-3300 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3168 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2951 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2203 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1637 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.21.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

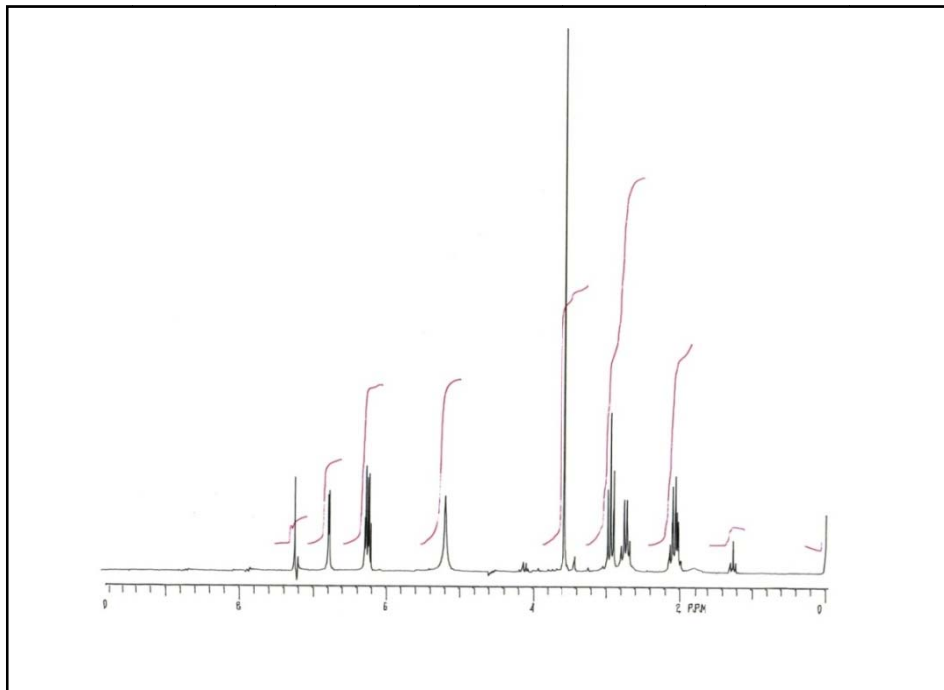
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C-NMR spektrumu (Şekil 4.39.) de görülmektedir. δ 24,7 deki pik -CH₃ grubundaki karbona ait, δ 31,8-36,7-37,2 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 90,8 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 110,6 ppm deki pik -CN grubundaki karbona ait, δ 113,4-119,4-127,0-128,9 ppm deki pikler N-CH₃ grubunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 129,5-143,8-171,8 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 162,0 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.21.4. ¹H-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.40.) de görülmektedir. δ 2,02-2,68-2,90 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 3,57 ppm deki pik -CH₃ grubundaki hidrojenlere aittir (3H). δ 5,20 ppm deki pik -NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,22-6,30-6,78 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (3H).



Şekil 4.39. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.40. 2-Amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.22. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3-karbonitrilin Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.22.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.17 de sentezlenen 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3-karbonitril erime noktası 205-208⁰C olarak gözlemlendi.

4.22.2. FT-IR spektrum veriler

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.35. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

Frekans	Yorum
3412-3314 cm^{-1}	NH_2 ' ye ait gerilme pikleri
3175 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}-\text{H}$ ' a ait gerilme piki
2930 cm^{-1}	$-\text{C}-\text{H}$ ' a ait gerilme piki
2210 cm^{-1}	$-\text{CN}$ ' a ait gerilme piki
1644 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}$ ' a ait gerilme piki

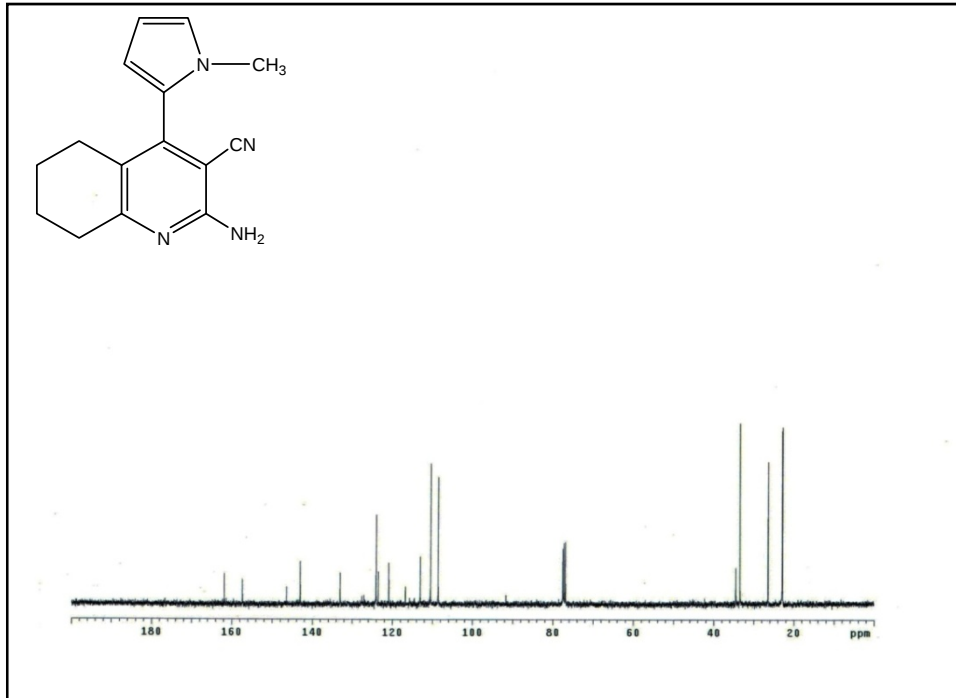
4.22.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.41.) de görülmektedir. δ 22,8 deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki karbona ait, δ 22,9-26,4-33,4-34,4 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 91,6 deki pik $-\text{CN}$ grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 110,5 ppm deki pik $-\text{CN}$ grubundaki karbona ait, δ 113,0-116,7-120,9-124,0 ppm deki pikler $\text{N}-\text{CH}_3$ grubunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 127,1-143,0-157,3 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer

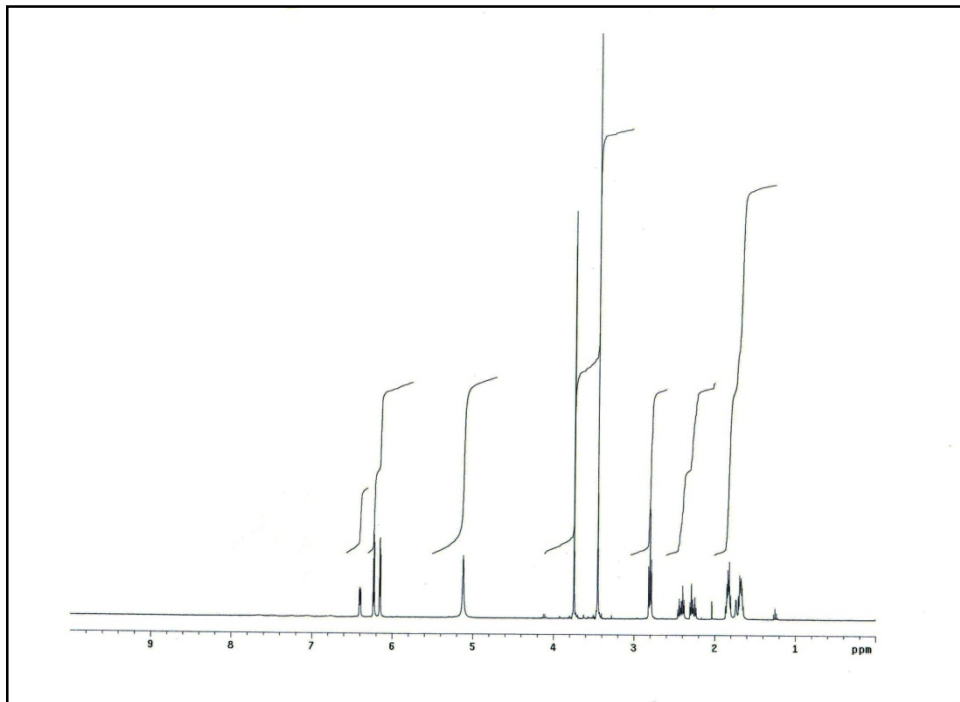
aromatik karbonlara ait, δ 161,8 ppm deki pik amin grubunun bağılı olduğu karbona aittir.

4.22.4. ^1H -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.42.) de görülmektedir. δ 1,66-2,42 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağılı hidrojenlere aittir (8H). δ 3,45 ppm deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki hidrojenlere aittir. δ 5,12 ppm deki pik $-\text{NH}_2$ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,15-6,39-6,41 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağılı hidrojenlere aittir (3H).



Şekil 4.41. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.42. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.23. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.23.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.18 de sentezlenen 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitril erime noktası 217-219 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.23.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.36. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

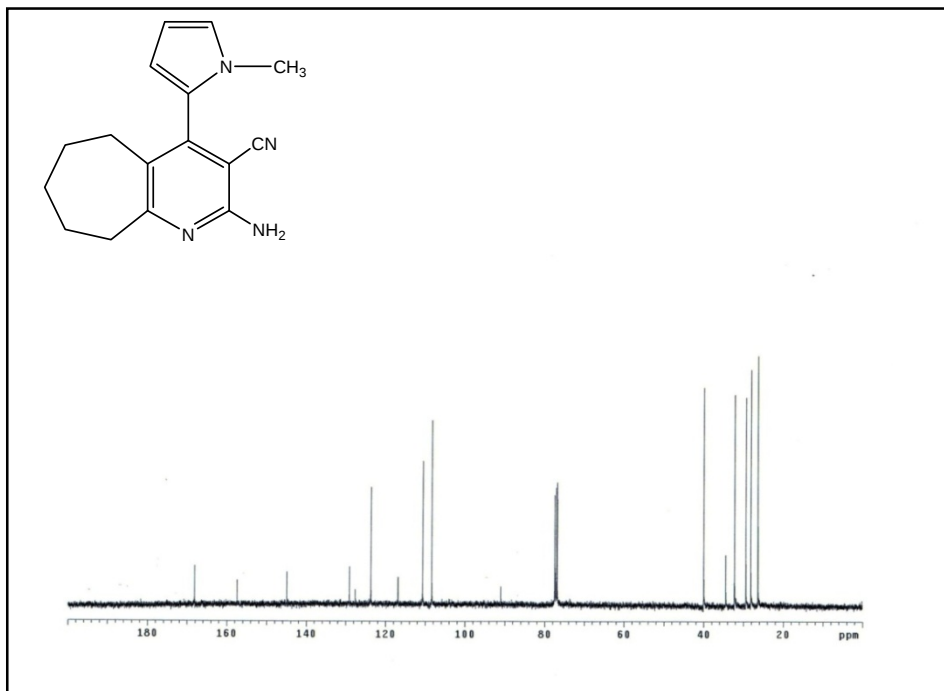
<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3412-3314 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3175 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2930 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2210 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1644 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.23.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

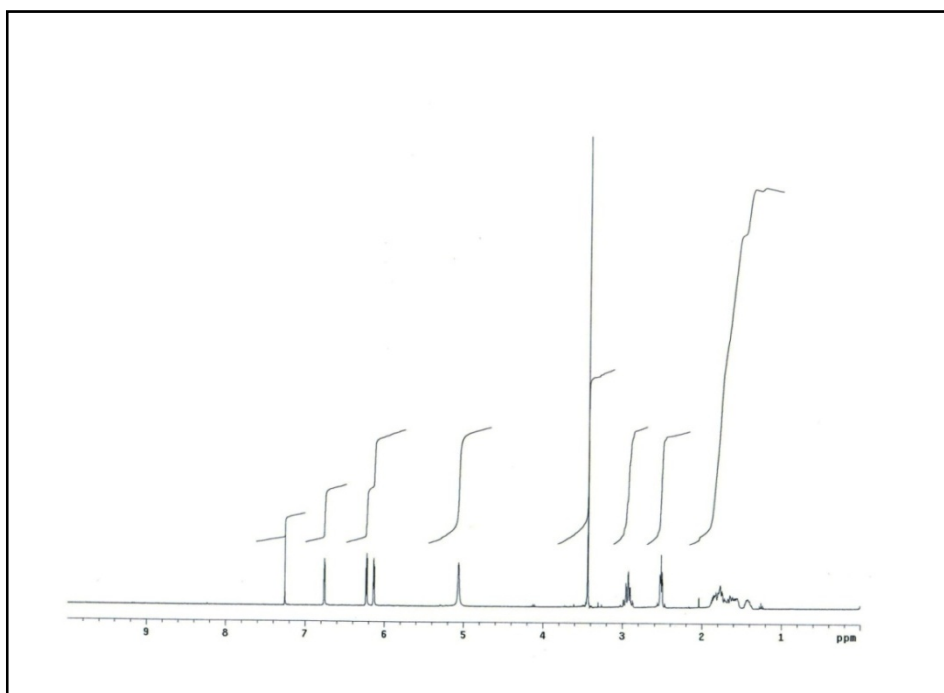
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C-NMR spektrumu (Şekil 4.43.) de görülmektedir. δ 26,3 deki pik –CH₃ grubundaki karbona ait, δ 28,1-29,3-32,2-34,4-40,0 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 91,0 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 108,4 ppm deki pik –CN grubundaki karbona ait, δ 110,7-116,9-123,7-1276 ppm deki pikler N-CH₃ grubunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 129,0-144,9-157,4 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 168,1 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.23.4. ¹H-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.44.) de görülmektedir. δ 1,74-1,82-2,52-2,92 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (10H). δ 3,43 ppm deki pik –CH₃ grubundaki hidrojenlere aittir (3H). δ 5,06 ppm deki pik –NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,12-6,23-6,75 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (3H).



Şekil 4.43. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.44. 2-Amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.24. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.24.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.19 da sentezlenen 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7- naftiridin -3-karbonitril erime noktası $159-160^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.24.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.37. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7-naftiridin -3-karbonitril'in FT-IR pikleri

Frekans	Yorum
3412-3314 cm^{-1}	NH_2 ' ye ait gerilme pikleri
3161 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}-\text{H}'$ a ait gerilme piki
2944 cm^{-1}	$-\text{C}-\text{H}'$ a ait gerilme piki
2210 cm^{-1}	$-\text{CN}'$ a ait gerilme piki
1644 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}'$ a ait gerilme piki

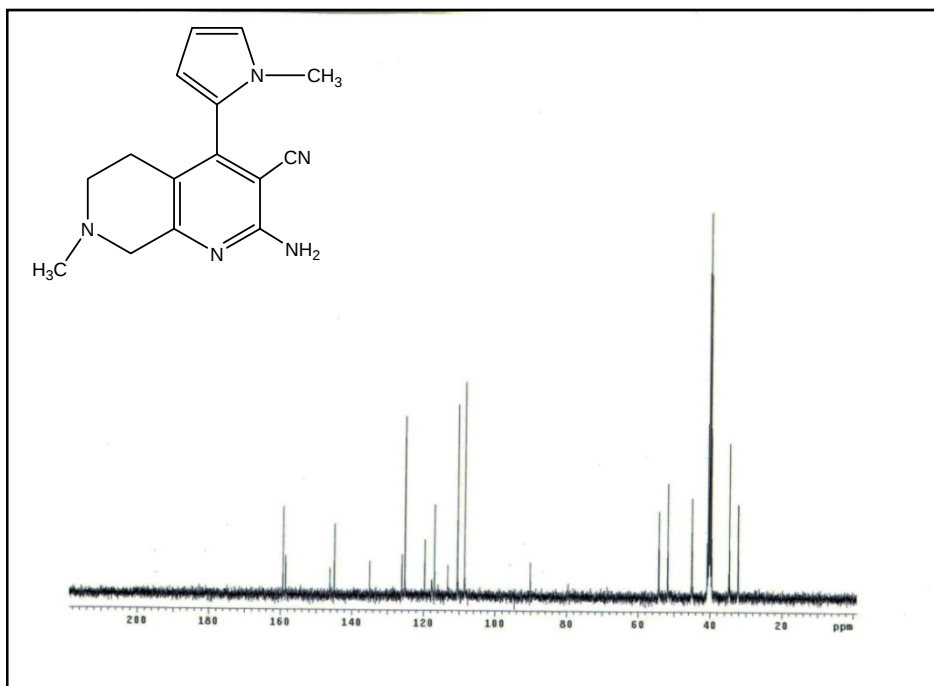
4.24.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde $\text{DMSO}-d_6$ içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.45.) de görülmektedir. δ 32,1 ve 45,1 deki pikler $-\text{CH}_3$ gruplarındaki karbonlara ait, δ 34,5-51,8-54,3 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 90,1 deki pik $-\text{CN}$ grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 116,9 ppm deki pik $-\text{CN}$ grubundaki karbona ait, δ 119,7-126,0-127,1-135,0-144,9 ppm deki pikler $\text{N}-\text{CH}_3$ grubunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 145,0-146,1-

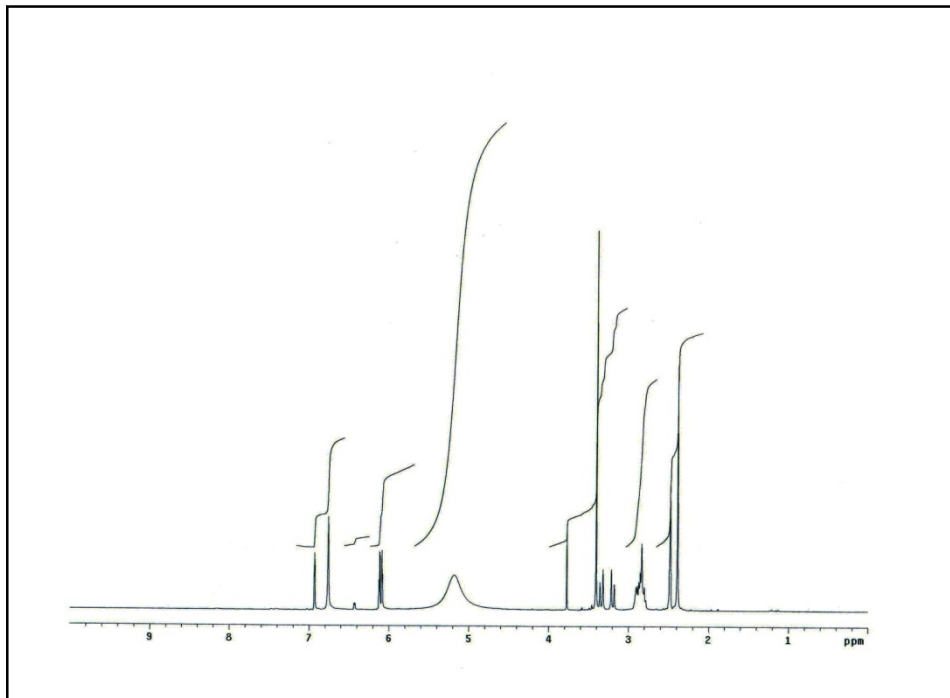
158,5 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 159,3 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.24.4. ^1H -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde DMSO- d_6 içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.46.) de görülmektedir. δ 2,39-3,40 ppm deki pikler $-\text{CH}_3$ gruplarındaki hidrojenlere aittir (6H). δ 3,21-3,35-3,77 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 5,18 ppm deki pik $-\text{NH}_2$ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,12-6,76-6,93 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (3H).



Şekil 4.45. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.46. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.25. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.25.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.20 de sentezlenen 2-amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril erime noktası 228-232 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlendi.

4.25.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.38. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

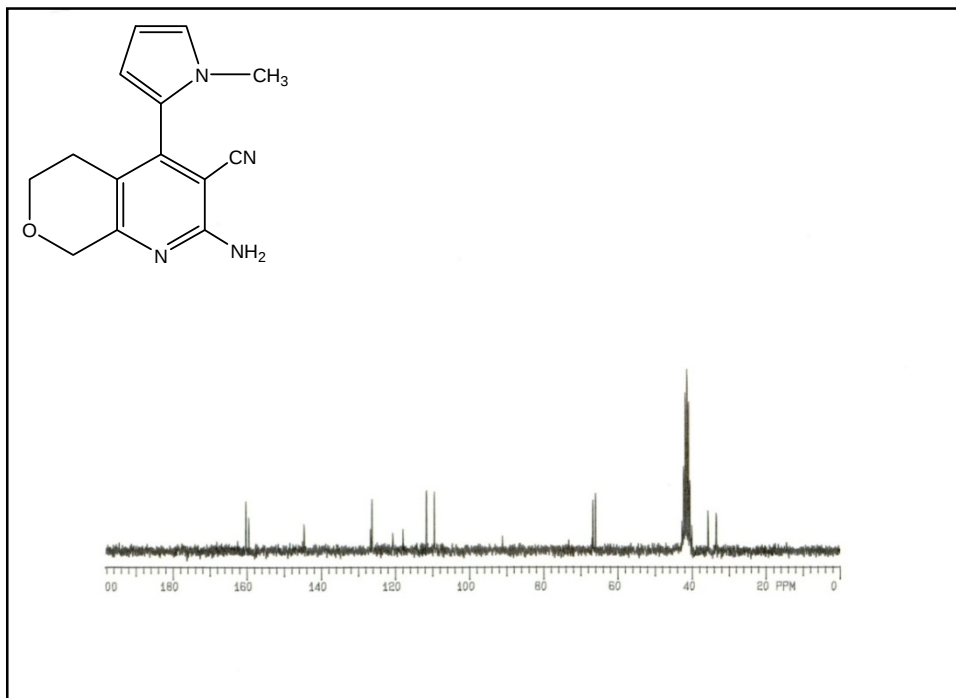
<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3447-3307 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3180 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2951 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2210 cm ⁻¹	-CN'a ait gerilme piki
1637 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.25.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

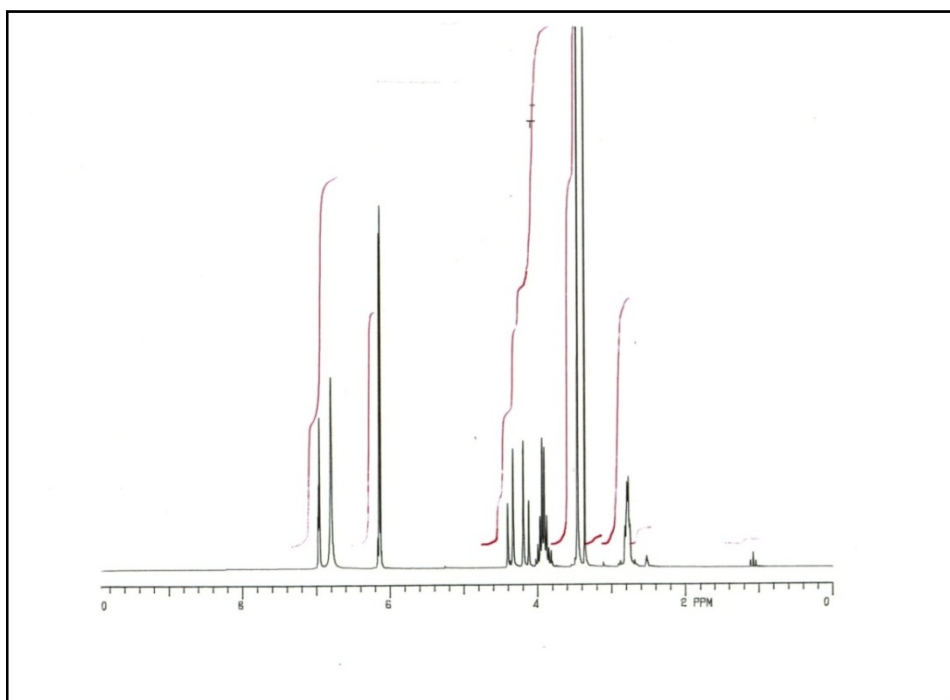
Sentezlenen madde DMSO-d₆ içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C -NMR spektrumu (Şekil 4.47.) de görülmektedir. δ 33,4 deki pik –CH₃ grubundaki karbona ait, δ 35,6-66,0-66,8 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 91,1 deki pik -CN grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 109,5 ppm deki pik –CN grubundaki karbona ait, δ 111,7-119,0-120,7-126,4 ppm deki pikler N-CH₃ grubunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 126,9-144,7-159,6 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 160,5 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.25.4. ¹H-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde DMSO-d₆ içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.48.) de görülmektedir. δ 3,34 ppm deki pik –CH₃ grubundaki hidrojenlere aittir. δ 2,75-3,87-4,02-4,43 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 6,13 ppm deki pik –NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,74-6,88 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).



Şekil 4.47. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.48. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in ^1H -NMR spektrumu

4.26. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.26.1. Erime noktası

Bölüm 3.2.21 de sentezlenen 2-amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril erime noktası $257-258^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.26.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.39. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

Frekans	Yorum
3426-3314 cm^{-1}	NH_2 ' ye ait gerilme pikleri
3154 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}-\text{H}$ ' a ait gerilme piki
2944 cm^{-1}	$-\text{C}-\text{H}$ ' a ait gerilme piki
2210 cm^{-1}	$-\text{CN}$ ' a ait gerilme piki
1651 cm^{-1}	$-\text{C}=\text{C}$ ' a ait gerilme piki

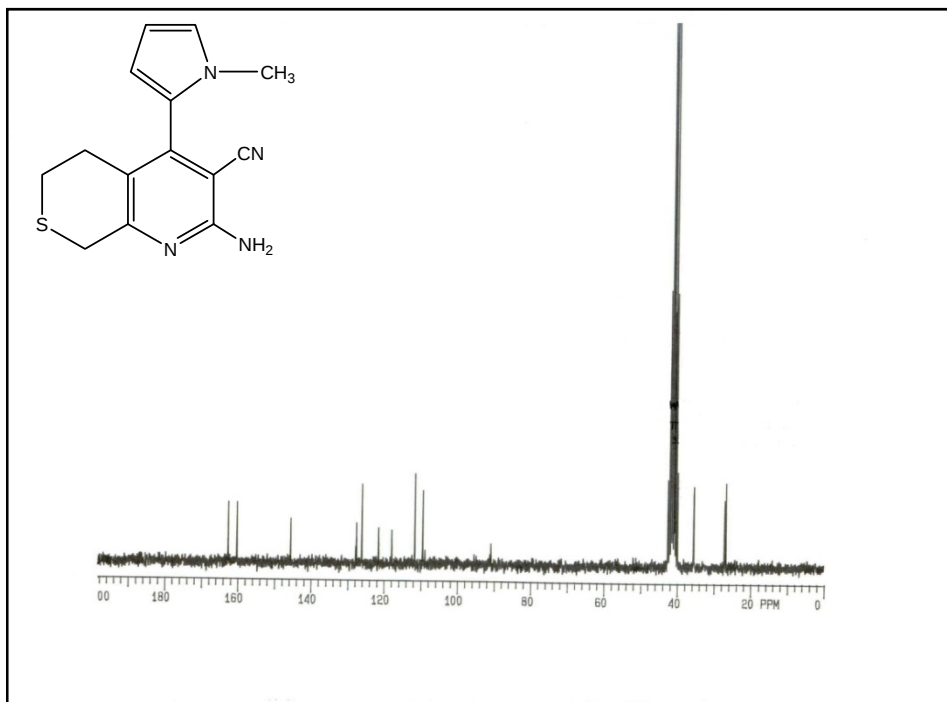
4.26.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde $\text{DMSO}-d_6$ içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.49.) de görülmektedir. δ 26,9-27,2 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 35,8 ppm deki pik $-\text{CH}_3$ grubuna ait, δ 91,1 deki pik $-\text{CN}$ grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 109,6 ppm deki pik $-\text{CN}$ grubundaki karbona ait, δ 111,8-118,0-121,5-126,2 ppm deki pikler $\text{N}-\text{CH}_3$ grubunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 127,7-145,7-160,1 ppm deki pikler

piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 162,7 ppm deki pik amin grubunun bağlı olduğu karbona aittir.

4.26.4. ^1H -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde DMSO- d_6 içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.50.) de görülmektedir. δ 3,40 ppm deki pik $-\text{CH}_3$ grubundaki hidrojenlere aittir. δ 2,87-2,92-3,28 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 5,03 ppm deki pik $-\text{NH}_2$ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6,13-6,72 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H).



Şekil 4.49. 2-Amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b] piridin-3-karbonitril'in ^{13}C -NMR spektrumu

Çizelge 4.40. 2-Amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-fenilkinolin-3-karbonitril'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3412-3307 cm ⁻¹	NH ₂ ' ye ait gerilme pikleri
3161 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2930 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2210 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1644 cm ⁻¹	-C=C' a ait gerilme piki

4.28. N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-2-il)asetamid'in Erime Noktası, FT-IR, ¹H-NMR Spektrum Verileri

4.28.1. Erime noktası

Bölüm 3.3.1 de sentezlenen N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-2-il)asetamid in erime noktası 220-223⁰C olarak gözlemlendi.

4.28.2. FT-IR spektrum verileri

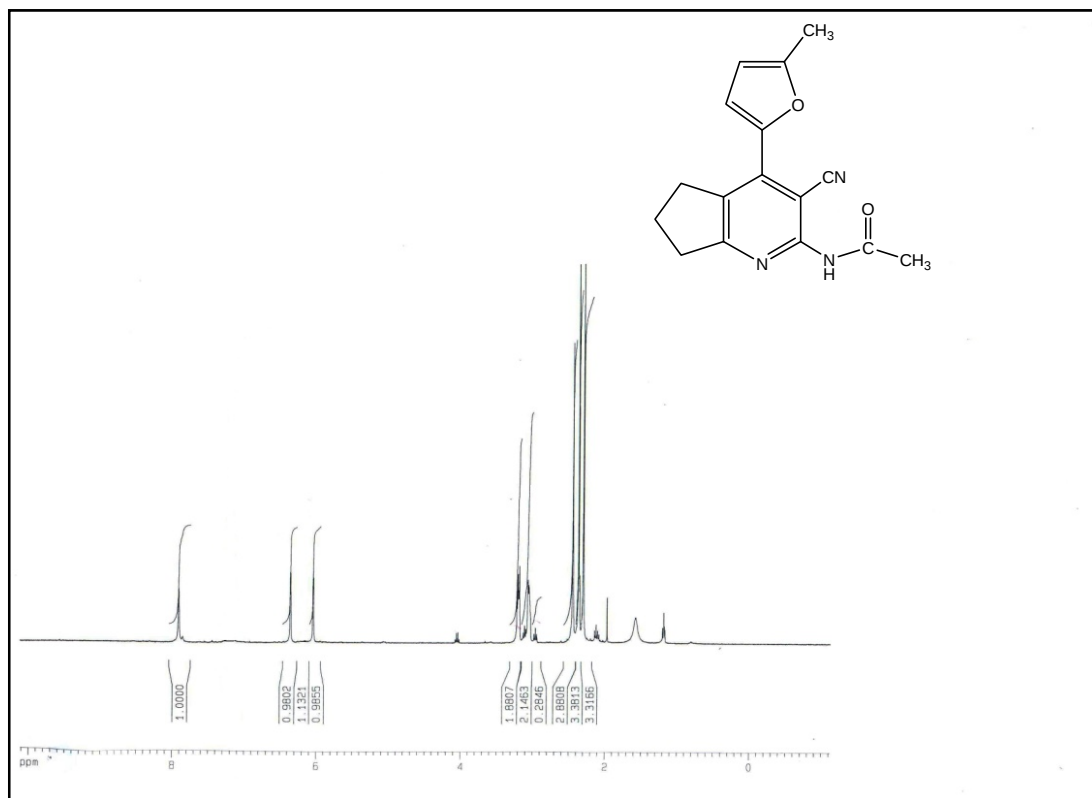
Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.41. N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-2-il)asetamid'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3243 cm ⁻¹	-NH' a ait gerilme piki
3115 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2924 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2214 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1680 cm ⁻¹	-C=O' ya ait gerilme piki

4.28.3. ^1H -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.51.) de görülmektedir. δ 2,40-3,04-3,20 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 2,29-2,30 ppm deki pikler $-\text{CH}_3$ gruplarındaki hidrojenlere aittir (6H). δ 6,03-6,35 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H). δ 7,90 ppm deki pik $-\text{NH}$ grubundaki hidrojene aittir (1H).



Şekil 4.51. N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-2-il)asetamid'in ^1H -NMR spektrumu

4.29. N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il)asetamid'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.29.1. Erime noktası

Bölüm 3.3.2 de sentezlenen N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il)asetamid in erime noktası 144-146 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.29.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.42. N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il)asetamid'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3314 cm^{-1}	-NH' a ait gerilme piki
3126 cm^{-1}	-C=C-H' a ait gerilme piki
2951 cm^{-1}	-C-H' a ait gerilme piki
2224 cm^{-1}	-CN' a ait gerilme piki
1721 cm^{-1}	-C=O' ya ait gerilme piki

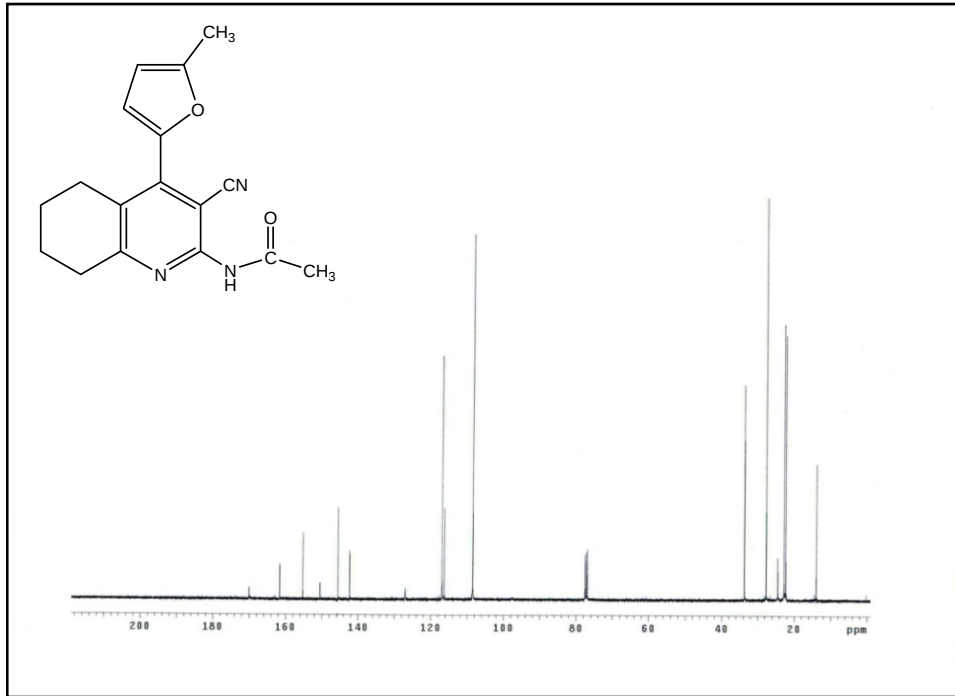
4.29.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.52.) de görülmektedir. δ 13,9 ve 22,1 ppm deki pikler $-\text{CH}_3$ gruplarındaki karbonlara ait, δ 22,3-22,3-24,4-33,7 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 108,4 deki pik siyan grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 116,2 ppm deki pik $-\text{CN}$ grubundaki karbona ait, δ 116,9-142,3-145,5-145,6 ppm deki pikler oksijen atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 150,4-150,5-155,2 ppm deki pikler piridin

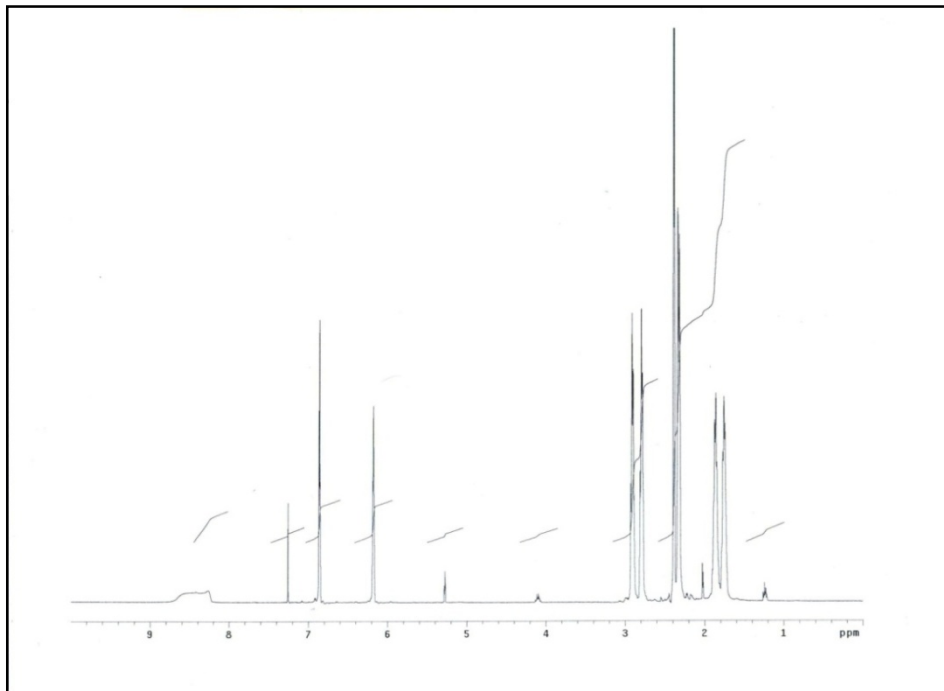
halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 161,6 ppm deki pik -NH grubunun bağlı olduğu aromatik karbona ait, δ 169,9 ppm deki pik C=O grubuna aittir.

4.29.4. ^1H -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.53.) de görülmektedir. δ 1,74-1,86-2,78-2,92 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (8H). δ 2,33-2,44 ppm deki pikler $-\text{CH}_3$ gruplarındaki hidrojenlere aittir (6H). δ 6,18-6,85 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H). δ 7,26 ppm deki pik $-\text{NH}$ grubundaki hidrojene aittir (1H).



Şekil 4.52. N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il) asetamid'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.53. N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il)asetamid'in ¹H-NMR spektrumu

4.30. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-2-il)asetamid'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³C-NMR ve ¹H-NMR Spektrum Verileri

4.30.1. Erime noktası

Bölüm 3.3.3 de sentezlenen N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-2-il)asetamidin erime noktası 154-156 °C olarak gözlemlendi.

4.30.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.43. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-2-il)asetamid'in FT-IR pikleri

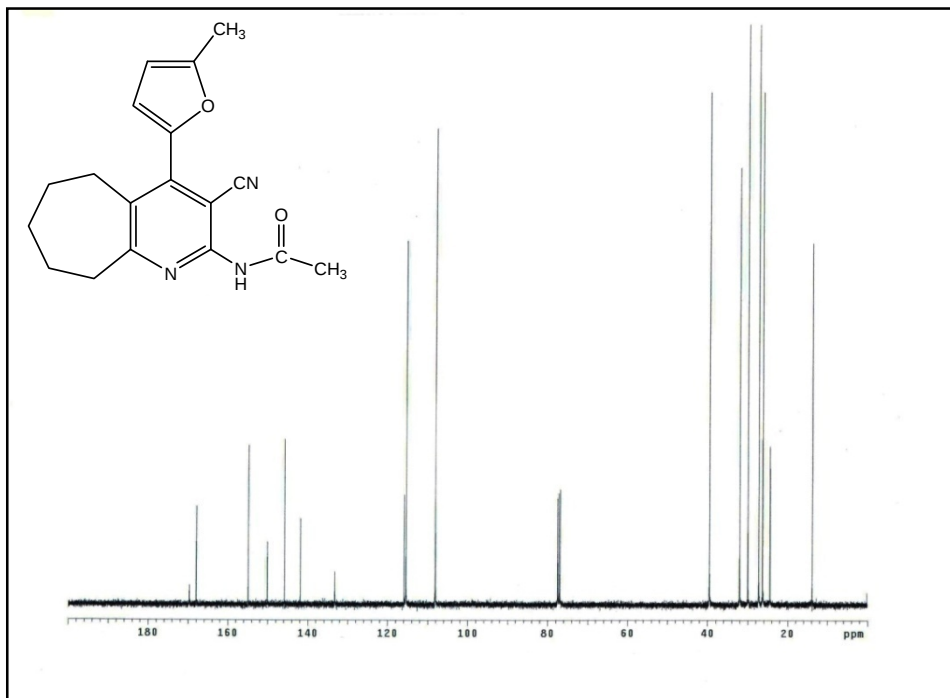
<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3224 cm ⁻¹	-NH' a ait gerilme piki
3056 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2916 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2231 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1672 cm ⁻¹	-C=O' ya ait gerilme piki

4.30.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

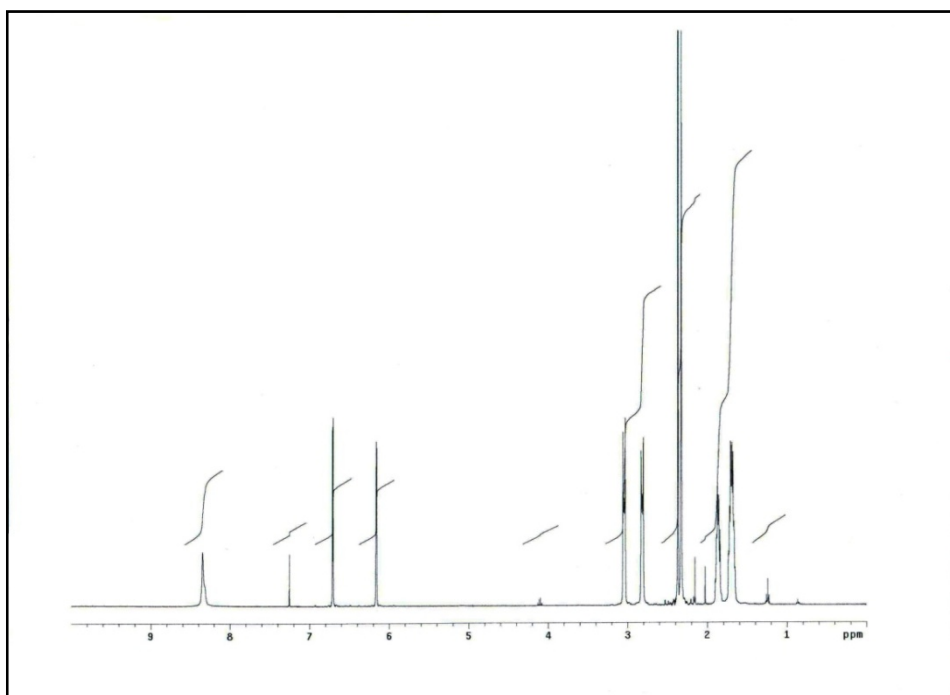
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C-NMR spektrumu (Şekil 4.54.) de görülmektedir. δ 13,8 ve 24,4 ppm deki pikler -CH₃ grublarındaki karbonlara ait, δ 26,2-27,2-30,0-32,0-39,5 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 108,1 deki pik siyan grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 115,4 ppm deki pik -CN grubundaki karbona ait, δ 115,9-133,2-141,9-145,8 ppm deki pikler kükürt atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 150,1-150,2-154,8 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 168,0 ppm deki pik -NH grubunun bağlı olduğu aromatik karbona ait, δ 169,7 ppm deki pik C=O grubuna aittir.

4.30.4. ¹H-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.55.) de görülmektedir. δ 1,72-1,86-2,81-3,04 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (10H). δ 2,35-2,37 ppm deki pikler -CH₃ gruplarındaki hidrojenlere aittir (6H). δ 6,16-6,71 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H). δ 8,34 ppm deki pik -NH grubundaki hidrojene aittir (1H).



Şekil 4.54. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-2-il)asetamid'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.55. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-2-il)asetamid'in ^1H -NMR spektrumu

4.31. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid'in Erime Noktası, FT-IR, ¹H-NMR Spektrum Verileri

4.31.1. Erime noktası

Bölüm 3.3.4 de sentezlenen N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid in erime noktası 198-199⁰C olarak gözlemlendi.

4.31.2. FT-IR spektrum verileri

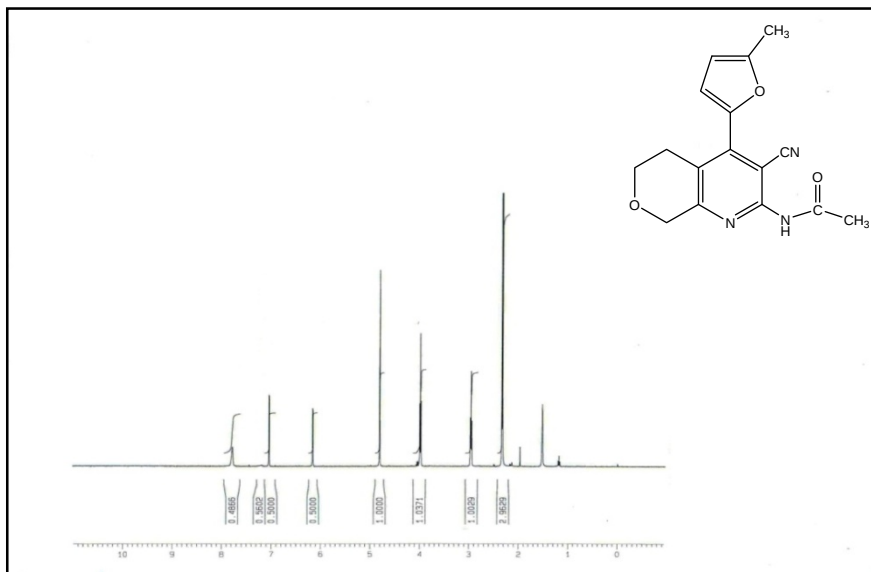
Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.44. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3217 cm ⁻¹	-NH' a ait gerilme piki
3049 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2958 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2231 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1693 cm ⁻¹	-C=O' ya ait gerilme piki

4.31.3. ¹H-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.56.) de görülmektedir. δ 2,95-3,98-4,80 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 2,32-2,33 ppm deki pikler -CH₃ gruplarındaki hidrojenlere aittir (6H). δ 6,15-7,03 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H). δ 7,81 ppm deki pik -NH grubundaki hidrojene aittir (1H).



Şekil 4.56. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid'in ¹H-NMR spektrumu

4.32. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-2-il)asetamid'in Erime Noktası, FT-IR, ¹³C-NMR ve ¹H-NMR Spektrum Verileri

4.32.1. Erime noktası

Bölüm 3.3.5 de sentezlenen N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H siklohepta[b]piridin-2-il)asetamidin erime noktası 166-169 °C olarak gözlemlendi.

4.32.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.45. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-2-il)asetamid'in FT-IR pikleri

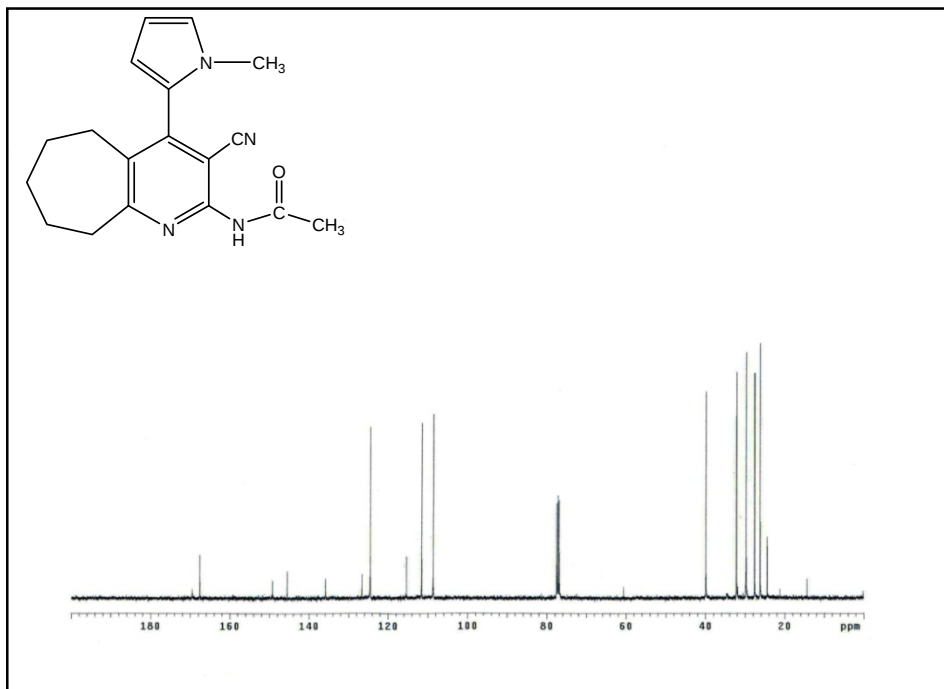
<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3231 cm ⁻¹	-NH' a ait gerilme piki
3014 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2923 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
2231 cm ⁻¹	-CN' a ait gerilme piki
1735 cm ⁻¹	-C=O' ya ait gerilme piki

4.32.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

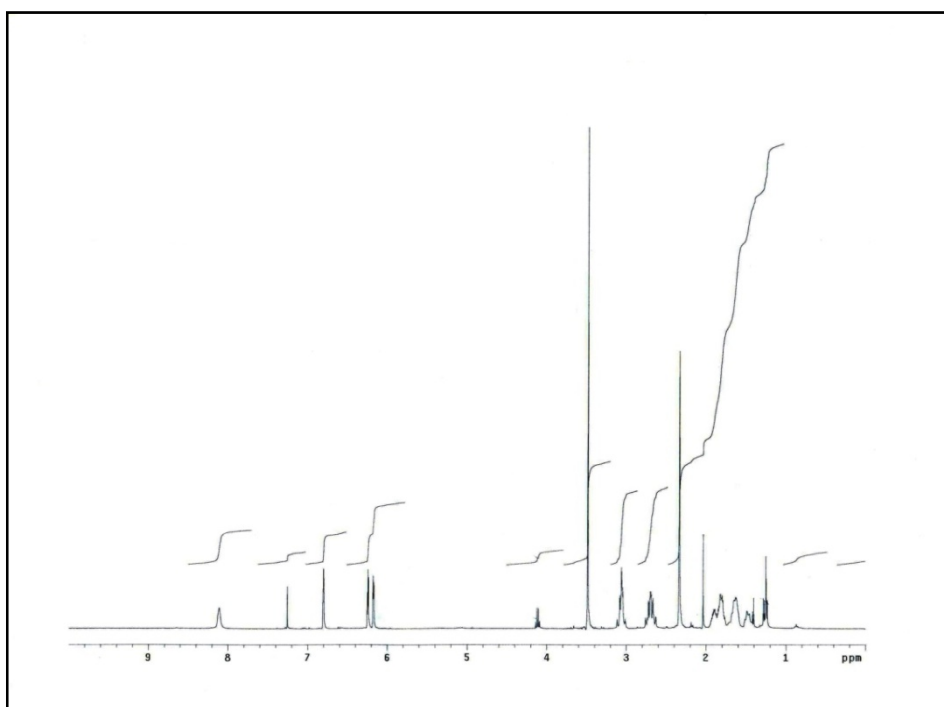
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki loraform içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C-NMR spektrumu (Şekil 4.57.) de görülmektedir. δ 14,3 ve 24,4 ppm deki pikler –CH₃ gruplarındaki karbonlara ait, δ 26,2-27,6-29,7-32,1-39,9 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 108,6 deki pik siyan grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 111,5 ppm deki pik –CN grubundaki karbona ait, δ 115,3 δ 124,4-124,6-126,6 ppm deki pikler kükürt atomunun bulunduğu halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 135,8-145,5-149,2 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 167,6 ppm deki pik -NH grubunun bağlı olduğu aromatik karbona ait, δ 167,9 ppm deki pik C=O grubuna aittir.

4.32.4. ¹H-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.58.) de görülmektedir. δ 1,46-1,64-1,87-2,72-3,05 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (10H). δ 2,33-3,49 ppm deki pikler –CH₃ gruplarındaki hidrojenlere aittir (6H). δ 6,18-6,23-6,80 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (3H). δ 8,11 ppm deki pik –NH grubundaki hidrojene aittir (1H).



Şekil 4.57. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta [b]piridin-2-il)asetamid'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.58. N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b] piridin-2-il)asetamid'in ^1H -NMR spektrumu

4.33. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR ve ^1H -NMR Spektrum Verileri

4.33.1. Erime noktası

Bölüm 3.3.5 de sentezlenen N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamidin erime noktası 182-184 $^{\circ}\text{C}$ olarak gözlemlendi.

4.33.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.46. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3210 cm^{-1}	-NH' a ait gerilme piki
2972 cm^{-1}	-C=C-H' a ait gerilme piki
2874 cm^{-1}	-C-H' a ait gerilme piki
2224 cm^{-1}	-CN' a ait gerilme piki
1700 cm^{-1}	-C=O' ya ait gerilme piki

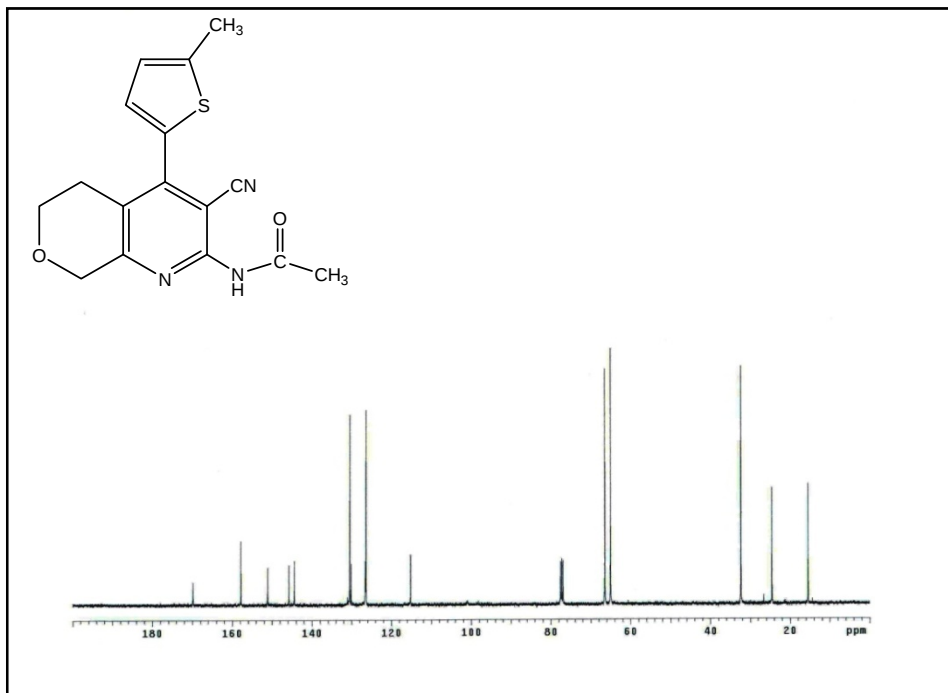
4.33.3. ^{13}C -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^{13}C -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.59.) de görülmektedir. δ 15,4 ve 24,5 ppm deki pikler $-\text{CH}_3$ gruplarındaki karbonlara ait, δ 32,3-65,0-66,4 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 100,0 deki pik siyan grubunun bağlı olduğu karbona ait, δ 115,2 ppm deki pik $-\text{CN}$ grubundaki karbona ait, δ 126,3-126,5-130,1-130,4 ppm deki pikler kükürt atomunun bulunduğu

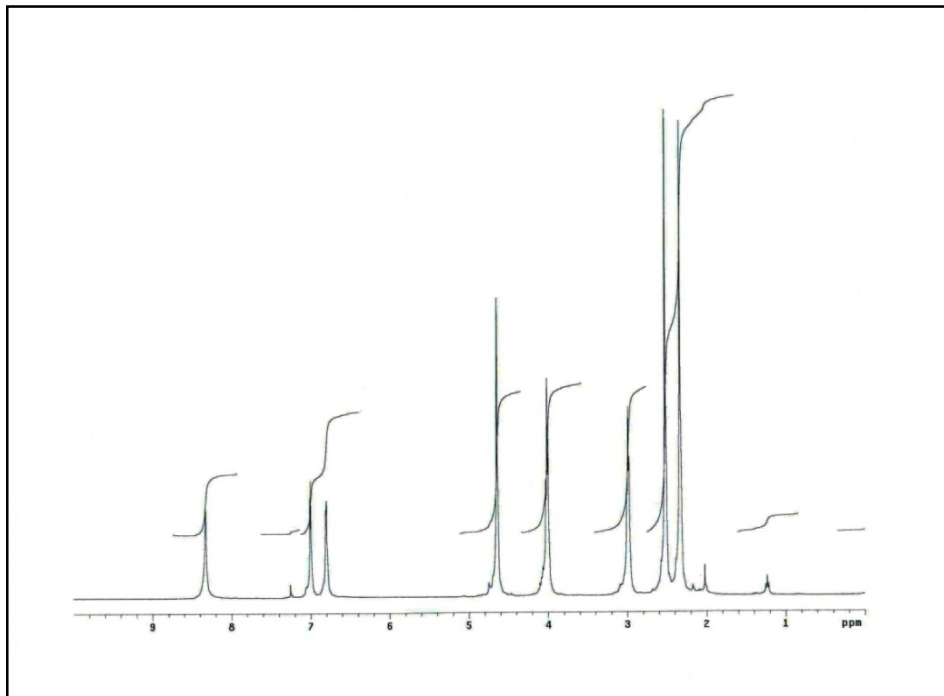
halkadaki aromatik karbonlara ait, δ 144,4-145,7-151,1 ppm deki pikler piridin halkasındaki diğer aromatik karbonlara ait, δ 157,8 ppm deki pik -NH grubunun bağlı olduğu aromatik karbona ait, δ 169,8 ppm deki pik C=O grubuna aittir.

4.33.4. ^1H -NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ^1H -NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ^1H -NMR spektrumu (Şekil 4.60.) de görülmektedir. δ 2,97-4,00-4,65 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (6H). δ 2,33-2,52 ppm deki pikler -CH₃ gruplarındaki hidrojenlere aittir (6H). δ 6,80-7,00 ppm deki pikler aromatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (2H). δ 8,33 ppm deki pik -NH grubundaki hidrojene aittir (1H).



Şekil 4.59. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid'in ^{13}C -NMR spektrumu



Şekil 4.60. N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid'in ^1H -NMR spektrumu

4.34. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin'in Erime Noktası, FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR Spektrumu ve Element Analizi Verileri

4.34.1. Erime noktası

Bölüm 3.1.28 de sentezlenen 5-(5-metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-aminin erime noktası $250\text{-}253^\circ\text{C}$ olarak gözlendi.

4.34.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.47. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin'in FT-IR pikleri

<u>Frekans</u>	<u>Yorum</u>
3440-3286 cm ⁻¹	-NH ₂ ' ye ait gerilme piki
3084 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2923 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki

4.34.3. ¹³C-NMR spektrum verileri

Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹³C-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹³C-NMR spektrumu (Şekil 4.61.) de görülmektedir. δ 13,5 ppm deki pik –CH₃ grubundaki karbona ait, δ 26,3-28,1-30,3-31,6-40,0 ppm deki pikler alifatik karbonlara ait, δ 106,6-107,3-112,3-133,8-145,8-154,2-156,8-157,2-162,0-171,4 ppm deki pikler aromatik karbonlar karbonlara aittir.

4.34.4. ¹H-NMR spektrum verileri

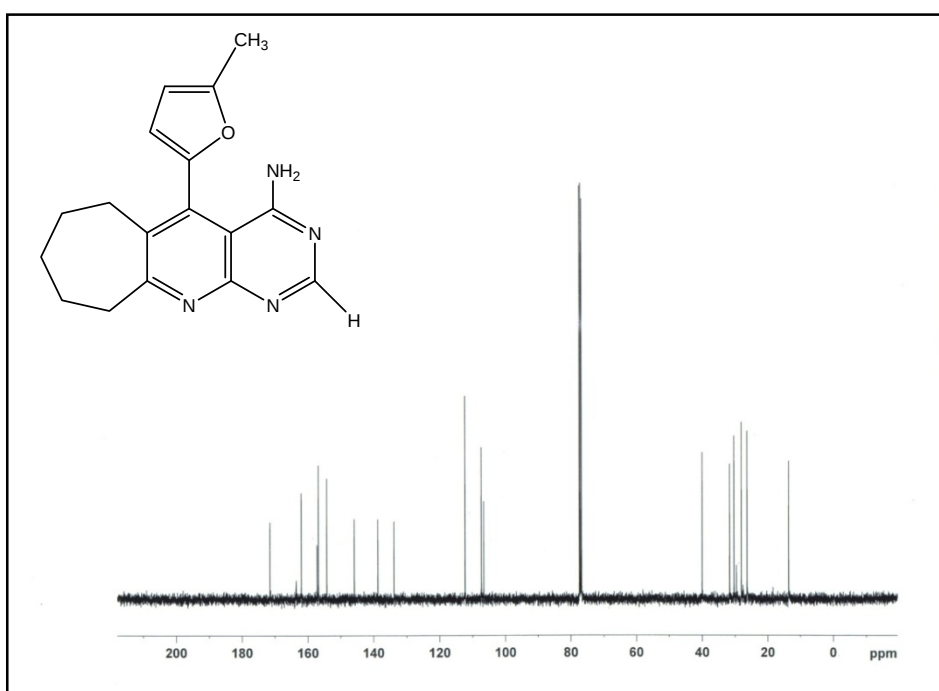
Sentezlenen madde spektroskopik saflıktaki kloroform içerisinde çözülerek ¹H-NMR spektrumu alındı. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumu (Şekil 4.62.) de görülmektedir. δ 1,57-1,77-1,79-2,63-3,20 ppm deki pikler alifatik karbonlara bağlı hidrojenlere aittir (10H). δ 2.32 ppm deki pik –CH₃ grubundaki hidrojene aittir (3H). δ 2.90 ppm deki pik –NH₂ grubundaki hidrojenlere aittir (2H). δ 6.16-6.38 ppm deki pikler aromatik karbona bağlı hidrojenlere aittir (2H). δ 8.51 ppm deki pik =C-H grubundaki hidrojene aittir (1H).

4.34.5. Element analizi verileri

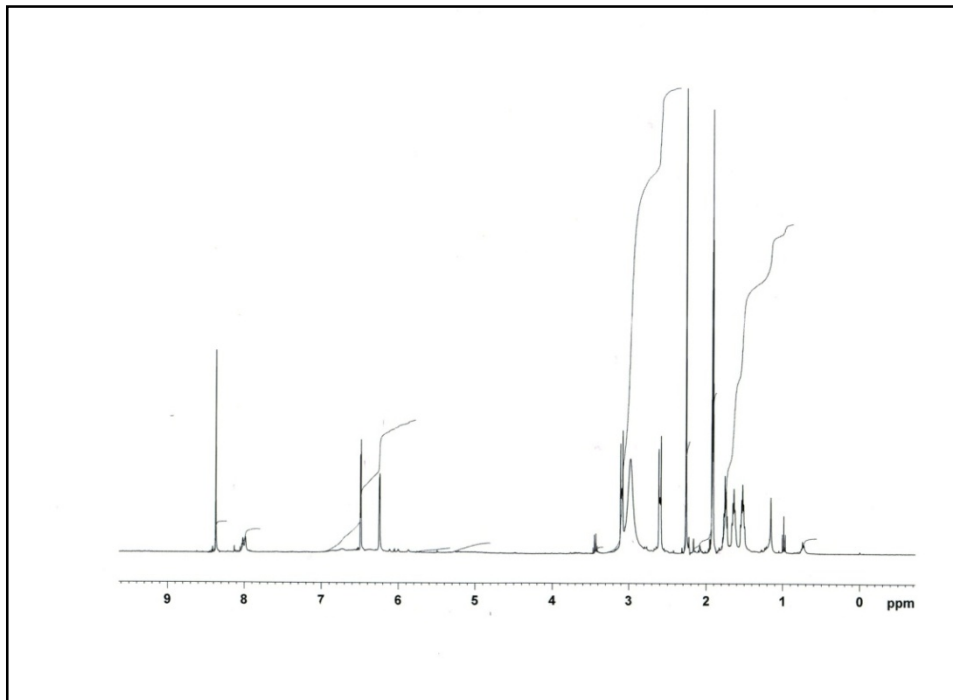
Sentezlenen maddenin element analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Çizelge 4.48. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin'in element analiz verileri

	<u>Teorik %</u>	<u>Deneysel %</u>
C	69,38	68,75
H	6,12	5,92
N	19,04	18,65



Şekil 4.61. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin'in ¹³C-NMR spektrumu



Şekil 4.62. 5-(5-Metilfuran-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin'in ^1H -NMR spektrumu

4.35. 6,7,8,9-Tetrahidro-2-metil-5-fenilpirimido[4,5-b]kinolin-4(3H)-on'un Erime Noktası ve FT-IR Spektrum Verisi

4.35.1. Erime noktası

Bölüm 3.1.29 de sentezlenen 6,7,8,9-tetrahidro-2-metil-5-fenilpirimido[4,5-b]kinolin-4(3H)-onun erime noktası 187-188⁰C olarak gözlemlendi.

4.35.2. FT-IR spektrum verileri

Sentezlenen maddenin FT-IR spektrumu KBr ile pellet hazırlanarak alındı. Gözlenen pikler ve yorumlar aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4.49. 6,7,8,9-Tetrahidro-2-metil-5-fenilpirimido[4,5-b]kinolin-4(3H)-on'un FT-IR pikleri

Frekans	Yorum
3485 cm ⁻¹	-NH' a ait gerilme piki
3069 cm ⁻¹	-C=C-H' a ait gerilme piki
2941 cm ⁻¹	-C-H' a ait gerilme piki
1673 cm ⁻¹	-C=O' ya ait gerilme piki

Bu tez çalışması kapsamında arilidenmalononitril türevleri olarak 2-((3-metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril, 2-((5-metiltiyofen-2-il)metilen)malononitril, 2-((5-metilfuran-2-il)metilen)malononitril, 2-((1-metil-1H-pirol-2-il)metilen)malononitril, 2-Benzilidenmalononitril sentezi, 2-amino-3-siyanopiridin türevleri olarak 2-amino-6,7-dihidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril, 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(3-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-6,7-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)kinolin-3-karbonitril, 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metiltiyofen-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril, 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metiltiyofen-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-3-karbonitril, 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(5-metilfuran-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril, 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-6,7-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)kinolin-3-karbonitril, 2-amino-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H siklohepta[b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-7-metil-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-1,7-naftiridin-3-karbonitril,

2-amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-6,8-dihidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-tiyopirano[3,4-b]piridin-3-karbonitril, 2-amino-5,6,7,8-tetrahidro-4-fenilkinolin-3-karbonitril sentezi, asetamid türevleri olarak N-(3-siyano-6,7-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklopenta[b]piridin-2-il)asetamid, N-(3-siyano-5,6,7,8-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)kinolin-2-il)asetamid, N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-2-il)asetamid, N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metilfuran-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid, N-(3-siyano-6,7,8,9-tetrahidro-4-(1-metil-1H-pirol-2-il)-5H-siklohepta[b]piridin-2-il)asetamid, N-(3-siyano-6,8-dihidro-4-(5-metil tiyofen-2-il)-5H-pirano[3,4-b]piridin-2-il)asetamid ve halka kapanması denemelerinde 5-(5-metil furan-2-il)-6H-sikloheptapirido[2,3-d]pirimidin-4-amin, 6,7,8,9-tetrahidro-2-metil-5-fenilpirimido[4,5-b]kinolin-4(3H)-on sentezleri gerçekleştirilmiştir.

Sentezlenen bileşiklerin yapıları FTIR, ¹H-NMR, ¹³C-NMR spektrumları ve element analizleri ile aydınlatılmıştır.

Sentezlenen bazı bileşiklerin biyolojik aktivitesine baktırılmış ve sonuçların olumlu çıkmasıyla çalışma yayın haline getirilmiştir.

KAYNAKLAR

1. Kaiser J., Feng Y., Bollag J. M., 'Microbial metabolism of pyridine, quinoline, acridine, and their derivatives under aerobic and anaerobic conditions', **Microbial. Rev.**, 60, 483-498, (1996).
2. Palacois F., Aparcio D., Garcia J., 'A Simple Strategy for the Preparation of 4-Aminoquinolines from 3-Functionalized Enamines' **Tetrahedron**, 54, 1647, (1998).
3. Atul R. Gholap, Kiran S. Toti, Fazal Shirazi, Ratna Kumari, Manoj Kumar Bhat, Mukund V. Deshpande, Kumar V. Srinivasan, 'Synthesis and evaluation properties of a series of the novel 2-amino-5-oxo-4-phenyl-5,6,7,8-tetrahydroquinoline-3-carbonitrile and its analogues', **Bioog. and Med. Chem.**, 15, 6705-6715, (2007).
4. Moussa H. H., Chabaka L.M., Zaki D., 'Reactivity centers in dimethoxybenzylideneacetophenone towards attack by active methylene compounds (Part X): Synthesis of five-membered ring compounds', **Egypt J.Chem.**, 26, 469-477, (1983).
5. Baldwin J. J., Engelhart E. L., Hirschmann R., Ponticello G. S., Atkinson J. G., Wasson B. K., Sweet C. S., Scriabine A., 'Heterocyclic analogues of the antihypertensive beta-adrenergic blocking agents (S)-2-[3-(ter-butylamino)-2-hydroxypropoxy]-3-cyanopyridine' **J. Med. Chem.**, 23, 65-70, (1980).
6. Krauze A., Vitolina R., Zarins G., Pelcers J., Kalme Z., Kimenis A., Duburs G., 'Synthesis and cardiovascular activity of substituted 3-cyano-3,4-dihydropyridine-2-thiones and 3-cyanopyridine-2-thiones' **Khim. Farm. Zh.**, 19, 540-545, (1985).
7. Manna F., Chimenti F., Bolasco A., Bizarri B., Filippelli A., Filippelli W., Gagliardi L., 'Anti-inflammatory, Analgesic and Antipyretic 4,6-disubstituted 3-cyano-2-aminopyridines' **Eur. J. Med. Chem.**, 34, 245-254, (1999).
8. Aly A. A., 'Synthesis of Polyfunctionally Substituted Pyrazolonaphthyridine, Pentaazanaphthalene, and Heptaazaphenanthrene Derivatives' **Sülfür Silicon Relat.Elem.**, 181, 2395-2409, (2006).
9. Popat K. H., Kachhadia V. V., Nimavat K. S., Joshi H. S., 'Synthesis of Some New Cyanopyrans and Cyanopyridines and Their Biological Activities' **J. Indian Chem. Soc.**, 81, 157-159, (2004).

10. David R. Anderson, Shridhar Hegde, Emily Reinhard, Leslie Gomez, William F. Vernier, Len Lee, Shuang Liu, Aruna Sambandam, Patricia A. Snider, Liaqat Masih, 'Aminocyanopyridine inhibitors of mitogen activated protein kinase-activated protein kinase 2 (MK-2)' **Bioorg. and Med. Chem.**, 15, 1587-1590, (2005).
11. Camussi G., Lupia E., 'The future of anti-TNF products in the treatment of rheumatoid arthritis' **Drugs**, 55, 613, (1998).
12. Braun J., Sieper J., 'Role of novel biological therapies in psoriatic arthritis: effects on joints and skin' **Biodrugs**, 17, 187, (2003).
13. Chen Z., Gibson T. B., Robinson F., Silvestro L., Pearson G., Xu B., Wright A., Vanderbilt C., Cobb M., 'MAP kinases' **Chem. Rev.**, 101, 2449, (2001).
14. Haddad J., 'VX-745 (Vertex Pharmaceuticals)' **Curr. Opin. Invest. Drugs**, 1, 1070, (2001).
15. Neininger A., Kontoyiannis D., Kotlyarov A., Winzen R., Eckert R., Volk H., 'MK2 targets AU-rich elements and regulates biosynthesis of tumor necrosis factor and interleukin-6 independently at different post-transcriptional levels' **J. Biol. Chem.**, 277, 3065, (2002).
16. Kotlyarov A., Neininger A., Schubert C, Eckert R, Birchmeier C., Volk H., 'MAPKAP kinase 2 is essential for LPS-induced TNF – biosynthesis' **Nat. Cell Biol.**, 1, 94, (1999).
17. Satya P., Rajive G., Andre L., 'Improved Synthesis of 2-Amino-3-cyanopyridines in Solvent Free Conditions under Microwave Irridiation' **J. Chem. Research (S)**, 330-331, (1998).
18. Doe K., Avasthi K., Pratap R.;Bakuni D. S., Joshi M.N., 'Synthesis of 2,4-bis(methylthio)-5-methyl-7-substituted-7h-pyrrolo[2,3-d]pyrimidines and their biological-activity' **Indian J. Chem. Sect B**, 29, 459, (1990).
19. Elkholy Y. M., Morsy M. A., 'Facile Synthesis of 5,6,7,8-Tetrahidropyrimido [4,5-b]-quinoline Derivatives' **Molecules**, 11, 890-903, (2006).
20. Joshi A. A., Viswanathan C. L., 'Recent developments in antimalarials drug discovery' **Anti-Infect. Agent. Med. Chem.**, 5, 105-122, (2006).
21. Dlugosz A., Dus D., 'Synthesis and anticancer properties of pyrimido[4,5-b]quinolines' **Farmaco**, 51, 364-374, (1996).
22. El-Sayed O. A., El-Bieh F. M., 'Novel 4-aminopyrimido[4,5-b]quinoline derivatives as potential antimicrobial agents' **Boll. Chim. Farm.**, 141, 461-465, (2002).

23. El-Sayed O. A., Al-Turki T. M., Al-Daffri H. M., Al-Bassam B. A., Hussein M. E., 'Pyrimidoquinoline derivatives as anti-inflammatory and antimicrobial agents' **Boll. Chim. Farm.**, 143, 227-238, (2004).
24. Elkholy Y. M., 'Studies with polyfunctionally substituted heterocycles' **Chem. Heterocycl. Comp.**, 38, 1342-1347, (2002).
25. Feng S., Shujiang T., Fang F., Tuanjie L., 'One-pot synthesis of 2-amino-3-cyanopyridine derivatives under microwave irradiation without solvent' **Arkivoc**, (i), 137-142, (2005).
26. Temple C., Renner Jr. G. A., Raud W. R., Noker P. E., 'Antimitotic Agents - Structure Activity Studies With Some Pyridine-Derivatives' **J. Med. Chem.**, 35, 3686, (1992).
27. Murata T., Shimada M., Sakakibara S., Yoshino T., Kadono H., Masuda T., Shimazaki M., Shintai T., Fuchikami K., Sakai K., Inbe H., Takeshita K., Niki T., Umeda M., Bacon K. B., Ziegelbauer K. B., Lowinger T. B., 'Discovery of novel and selective IKK-serine-threonine protein kinase inhibitors' **Bioorg. Med. Chem. Lett.**, 13, 913, (2003).
28. L. Prakash, Rashmi Sharma, Shalini Shukla, R. D. Goyal, 'Novel condensation products of 2-amino-3-cyano-4,6-disubstituted pyridine with urea, thiourea, formamide and carbondisulfide' **Pharmazie**, 48, 221-222, (1993).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : AYVAZ, Selçuk
Doğum tarihi ve yeri : 28.02.1984
Medeni hali : Bekar
e-mail : selcukayvaz34@hotmail.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	Gazi Üniversitesi/Kimya Bölümü	2010
Lisans	Gazi Üniversitesi/Kimya Bölümü	2007
Lise	Ümraniye Anadolu Lisesi	2002

Yabancı Dil

İngilizce

Yayınlar

Aliye Altundaş, Selçuk Ayvaz, Elif Loğoğlu, “Synthesis and evaluation of a series of aminocyanopyridines as antimicrobial agents”, Med. Chem. Res., 2009, (online).