

**POTANSİYEL KOROZYON İNHİBİTÖR ÖZELLİĞİ
TAŞIYAN BAZI AMİD BİLEŞİKLERİNİN TASARIMI
VE SENTEZİ**

Serkan ÖZTÜRK



T.C.
ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**POTANSİYEL KOROZYON İNHİBİTÖR ÖZELLİĞİ TAŞIYAN BAZI AMİD
BİLEŞİKLERİNİN TASARIMI VE SENTEZİ**

Serkan ÖZTÜRK

Prof. Dr. Mustafa TAVASLI
(Danışman)

DOKTORA TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI

BURSA – 2013

Her Hakkı Saklıdır

Bilimsel Etik Bildirim Sayfası

U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
 - görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
 - başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
 - atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
 - kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
 - ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı
- beyan ederim.**

08/10/2013

Serkan ÖZTÜRK

ÖZET

Doktora Tezi

POTANSİYEL KOROZYON İNHİBİTÖR ÖZELLİĞİ TAŞIYAN BAZI AMİD BİLEŞİKLERİNİN TASARIMI VE SENTEZİ

Serkan ÖZTÜRK

Uludağ Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Prof.Dr. Mustafa TAVASLI

Bu tez çalışmasında, farklı uzun zincirli amid fonksiyonel grubu içeren alifatik ve aromatik yapılu katyonik trietilaminyum ve piridinyum molekülleri ile katyonik olmayan N-substituentli 1,3-tiyazolidin-2,4-dion ve 5,5-difenilhidantoin heterohalkalarını içeren bileşik türevleri tasarlanarak 9 farklı sınıfta toplam 50 adet amid türevi sentezlendi. Hazırlanan bu bileşiklerin yapıları FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR spektroskopik yöntemleriyle karakterize edilirken elementel analiz tekniği ile de bileşiklerin C, H, N ve S elementi yüzdeleri belirlendi. Katyonik yüzey aktif madde özellikli trietilaminyum ile piridinyum türevleri asidik ortamda (1.5 M HCl ve 1.5 M H₂SO₄), katyonik olmayan heterohalkalı türevler ise mineral yağ-su ortamında test edilerek metal korozyonunu önleme etkinlikleri araştırıldı. Asidik ortamdaki korozyon testleri 24 saat boyunca oda sıcaklığında gravimetrik metotla gerçekleştirilirken mineral yağ ortamındaki testler ise standart bir metoda (TS 6830 ISO 7120) göre yapıldı. Korozyon testleri sonucunda, katyonik yüzey aktif maddelerin birçoğunun belirtilen korozif asidik ortamda oldukça iyi korozyon inhibisyon özelliği gösterdikleri ve metal yüzeyindeki genel korozyonu önledikleri gözlemlendi. Ayrıca, asidik ortamdaki testlerde, bileşiklerdeki karbon zincir uzunluğunun, korozif ortamın doğasının, inhibitör konsantrasyonunun ve inhibitörün korozif ortamdaki çözünürlüğünün korozyon inhibisyonunu etkilediği belirlendi. Bununla birlikte, mineral yağ-su korozif ortamında test edilen bileşiklerin tamamının iyi korozyon inhibitör özellik gösterip metal yüzeyinde çukurcuk korozyonuna sebep olan pas oluşumunu engelledikleri görüldü. Tüm bu sonuçlar, temas açısı ölçümleri ve metalin, optik profilometre ve taramalı elektron mikroskobu cihazları ile elde edilen yüzey görüntüleri ile desteklendi.

Anahtar Kelimeler: Korozyon, korozyon inhibitörü, asidik ortam, mineral yağ-su emülsiyonu, temas açısı, taramalı elektron mikroskobu

2013, xiv + 270 sayfa.

ABSTRACT

PhD Thesis

DESIGN AND SYNTHESIS OF SOME AMIDE COMPOUNDS AS POTENTIAL CORROSION INHIBITORS

Serkan ÖZTÜRK

Uludağ University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Chemistry

Supervisor: Prof. Dr. Mustafa TAVASLI

In this thesis study, aliphatic and aromatic derivatives of triethylaminium and pyridinium cationic molecules including different long chained amide functional group and non-cationic derivatives that contained the N-substituted 1,3-thiazolidine-2,4-dion and 5,5-diphenylhydantoin heterocyclic groups designed and a total of 50 pieces of amide derivatives in 9 different classes were synthesized. While the structures of the prepared compounds were characterized with the FT-IR, ^1H NMR and ^{13}C NMR spectroscopic methods, the percentage of C, H, N, S elements were determined via elemental analysis. Triethylaminium and pyridinium derivatives of cationic surfactants were tested in acidic media (1.5 M HCl and 1.5 M H_2SO_4) and the non-cationic heterocyclic derivatives were tested in mineral oil medium to investigate the metallic corrosion prevention efficiencies. While the corrosion tests in acidic medium were performed over 24 hours at room temperature via gravimetric method, the corrosion tests in mineral oil medium were done in according to a standard method (TS 6830 ISO 7120). As a result of the corrosion tests, it has been observed that the most of the cationic surfactants were showed good corrosion inhibition properties in corrosive acidic media and prevented the uniform corrosion on the metal surface. Furthermore, in the tests on acidic medium, it has been determined that the length of the carbon chain, the nature of corrosive medium, the concentration of inhibitor and the solubility of inhibitor in corrosive medium affected the corrosion inhibition. Nevertheless, it has been appeared that all of the compounds tested in mineral oil-water medium have avoided the rust formation that lead to pitting corrosion on metal surface and thus they have shown good corrosion inhibition in mineral oil medium. All of these results were supported with the contact angle measurements and with the images of the metal surface taken by optical profilometer and scanning electron microscope (SEM).

Keywords: Corrosion, corrosion inhibitor, acidic media, mineral oil-water emulsion, contact angle, scanning electron microscope

2013, xiv + 270 pages.

TEŞEKKÜR

Bu tezin danışmanlığını üstlenen ancak tezin bitimine yakın yaş haddinden emekli olduğu için danışmanlığını tamamlayamayan ve buna rağmen çalışmanın başından sonuna kadar destek ve önerilerini esirgemeyip sahip olduğu bilgi ve birikimini paylaşan değerli hocam sayın Prof. Dr. Mehmet Çetin'e; tezin bitimine yakın sorumluluğu üzerine alıp tez danışmanlığını üstlenen değerli hocam Prof. Dr. Mustafa Tavaslı'ya; temas açısı ölçümlerinin ve optik profilometre görüntülerinin elde edilmesinde yardımcı olan sayın Prof. Dr. Necati Beşirli ve Araş. Gör. Dr. Bilgen Osman'a; çalışmalar süresince çoğu zamanki yoğunluğumu hoşgörü ile karşılayan ve bana desteklerinden dolayı tüm aileme; tezin tamamlanmasına yönelik her türlü maddi desteği sağlayan Uludağ Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne (Proje No: UAP(F) – 2011/34) ve son olarak da çalışmaların her aşamasında bilgi ve becerileriyle bana sonuna kadar destek olan, aynı zamanda da süresinin bitimine yakın proje yürütücülüğünü üstlenen sayın Araş. Gör. Dr. Ayhan Yıldırım'a teşekkür ederim.

Serkan Öztürk

08/10/2013

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	x
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xiv
1. GİRİŞ.....	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI.....	4
2.1 Amid fonksiyonel grubu içeren organik korozyon inhibitörlerine yönelik literatür taraması.....	4
2.2 Amitlerin korozyonu önleme (inhibe) mekanizması.....	17
2.3 Korozyon inhibitörlerinin inhibe ettiği korozyon türleri.....	18
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	20
3.1. Materyal.....	20
3.1.1. Çalışmada kullanılan cihazlar.....	20
3.1.1.1. NMR spektrometresi.....	20
3.1.1.2. FT-IR spektrometresi.....	20
3.1.1.3. Elementel analiz cihazı.....	20
3.1.1.4. Temas açısı ölçüm cihazı.....	20
3.1.1.5. Optik profilometre cihazı.....	20
3.1.1.6. SEM analizi cihazı.....	21
3.1.1.7. Erime noktası tayin cihazı.....	21
3.1.1.8. Elektrikli ısıtıcı ve elektronik termometre.....	21
3.1.2. Çalışmada kullanılan reaktifler ve çözücüler.....	22
3.1.2.1. Merck reaktifleri ve çözücüleri.....	22
3.1.2.2. Fluka-Riedel reaktifleri ve çözücüleri.....	23
3.1.2.3. Aldrich reaktifleri ve çözücüleri.....	23
3.1.2.4. Teknik saflıktaki reaktifler ve çözücüler.....	23
3.1.3. Korozyon testlerinde kullanılan metal ve özellikleri.....	24
3.1.3.1. Asidik ortamda yapılan testlerde kullanılan metal plakalar ve özellikleri.....	24
3.1.3.2. Mineral yağ ortamında yapılan testlerde kullanılan metal çubuk, bileşimi ve özellikleri.....	24
3.1.3.3. Mineral yağ ortamında yapılan testlerde kullanılan yağ, bileşimi ve özellikleri.....	24
3.2. Yöntem.....	25
3.2.1. Korozyon inhibitörlerinin sentez prosedürleri.....	25
3.2.1.1. 2-Klor- <i>N</i> -alkil asetamid (1a-e) sentezi.....	25
3.2.1.1.1. 2-Klor- <i>N</i> -oktil asetamid (1a) sentezi.....	25
3.2.1.1.2. 2-Klor- <i>N</i> -desil asetamid (1b) sentezi.....	26
3.2.1.1.3. 2-Klor- <i>N</i> -dodesil asetamid (1c) sentezi.....	26
3.2.1.1.4. 2-Klor- <i>N</i> -tetradesil asetamid (1d) sentezi.....	27
3.2.1.1.5. 2-Klor- <i>N</i> -hekzadesil asetamid (1e) sentezi.....	28
3.2.1.2. <i>N</i> -Alkil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid' lerin (2a-e) sentezi.....	28
3.2.1.2.1. <i>N</i> -Oktil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (2a) sentezi.....	29

3.2.1.2.2. <i>N</i> -Desil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (2b) sentezi.....	30
3.2.1.2.3. <i>N</i> -Dodesil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (2c) sentezi.....	30
3.2.1.2.4. <i>N</i> -Tetradesil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (2d) sentezi.....	31
3.2.1.2.5. <i>N</i> -Hekzadesil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (2e) sentezi.....	32
3.2.1.3. <i>N</i> -Alkil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid' lerin (3a-e) sentezi.....	33
3.2.1.3.1. <i>N</i> -Oktil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (3a) sentezi.....	33
3.2.1.3.2. <i>N</i> -Desil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (3b) sentezi.....	34
3.2.1.3.3. <i>N</i> -Dodesil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (3c) sentezi.....	35
3.2.1.3.4. <i>N</i> -Tetradesil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (3d) sentezi.....	36
3.2.1.3.5. <i>N</i> -Hekzadesil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (3e) sentezi.....	37
3.2.1.4. <i>N</i> -Alkil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid' lerin (4a-e) sentezi	38
3.2.1.4.1. <i>N</i> -oktil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (4a) sentezi.....	38
3.2.1.4.2. <i>N</i> -desil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (4b) sentezi.....	40
3.2.1.4.3. <i>N</i> -dodesil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (4c) sentezi....	40
3.2.1.4.4. <i>N</i> -tetradesil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (4d) sentezi..	41
3.2.1.4.5. <i>N</i> -hekzadesil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (4e) sentezi	42
3.2.1.5. <i>N,N</i> -Dietil- <i>N</i> -(3-metoksi-4-(2-(alkilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminium klorür' lerin [5a-e _(VT1-5)] sentezi.....	43
3.2.1.5.1. <i>N,N</i> -dietil- <i>N</i> -(3-metoksi-4-(2-(oktilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminium klorür [5a _(VT1)] sentezi.....	43
3.2.1.5.2. <i>N,N</i> -dietil- <i>N</i> -(3-metoksi-4-(2-(desilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminium klorür [5b _(VT2)] sentezi.....	45
3.2.1.5.3. <i>N,N</i> -dietil- <i>N</i> -(3-metoksi-4-(2-(dodesilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminium klorür [5c _(VT3)] sentezi.....	46
3.2.1.5.4. <i>N,N</i> -dietil- <i>N</i> -(3-metoksi-4-(2-(tetradesilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminium klorür [5d _(VT4)] sentezi.....	47
3.2.1.5.5. <i>N,N</i> -dietil- <i>N</i> -(3-metoksi-4-(2-(hekzadesilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminium klorür [5e _(VT5)] sentezi.....	48
3.2.1.6. 1-[4-[2-(Alkylamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil]piridinyum klorür' lerin [6a-e _(VP1-5)] sentezi.....	49
3.2.1.6.1. 1-[4-[2-(oktilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil]piridinyum klorür [6a _(VP1)] sentezi.....	49
3.2.1.6.2. 1-[4-[2-(desilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil]piridinyum klorür [6b _(VP2)] sentezi.....	50
3.2.1.6.3. 1-[4-[2-(dodesilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil]piridinyum klorür [6c _(VP3)] sentezi.....	51
3.2.1.6.4. 1-[4-[2-(tetradesilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil]piridinyum klorür [6d _(VP4)] sentezi.....	52
3.2.1.6.5. 1-[4-[2-(hekzadesilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil]piridinyum klorür [6e _(VP5)] sentezi.....	53
3.2.1.7. 2-(4-Asetilfenoksi)- <i>N</i> -alkilasetamid' lerin (7a-c) sentezi.....	54
3.2.1.7.1. 2-(4-asetilfenoksi)- <i>N</i> -oktilasetamid (7a) sentezi.....	54

3.2.1.7.2. 2-(4-asetilfenoksi)- <i>N</i> -dodesilasetamid (7b) sentezi.....	55
3.2.1.7.3. 2-(4-asetilfenoksi)- <i>N</i> -hegzadesilasetamid (7c) sentezi.....	56
3.2.1.8. 2-[4-(Bromasetil)fenoksi]- <i>N</i> -alkilasetamid' lerin (8a-c) sentezi.....	57
3.2.1.8.1. 2-[4-(bromasetil)fenoksi]- <i>N</i> -oktilasetamid (8a) sentezi.....	57
3.2.1.8.2. 2-[4-(bromasetil)fenoksi]- <i>N</i> -dodesilasetamid (8b) sentezi.....	58
3.2.1.8.3. 2-[4-(bromasetil)fenoksi]- <i>N</i> -hegzadesilasetamid (8c) sentezi.....	59
3.2.1.9. <i>N, N, N</i> -trietil-2-{4-[2-(alkilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2- oksoetanaminyum bromür' lerin [9a-c _(HT1-3)] sentezi.....	60
3.2.1.9.1. <i>N, N, N</i> -trietil-2-{4-[2-(oktilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2- oksoetanaminyum bromür [9a _(HT1)] sentezi.....	60
3.2.1.9.2. <i>N, N, N</i> -trietil-2-{4-[2-(dodesilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2- oksoetanaminyum bromür [9b _(HT2)] sentezi.....	61
3.2.1.9.2. <i>N, N, N</i> -trietil-2-{4-[2-(hegzadesilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2- oksoetanaminyum bromür [9c _(HT3)] sentezi.....	62
3.2.1.10. 1-(2-{4-[2-(Alkilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetil)piridinyum bromür' lerin [10a-c _(HP1-3)] sentezi.....	63
3.2.1.10.1. 1-(2-{4-[2-(oktilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetil)piridinyum bromür [10a _(HP1)] sentezi.....	63
3.2.1.10.2. 1-(2-{4-[2-(dodesilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2- oksoetil)piridinyum bromür [10b _(HP2)] sentezi.....	64
3.2.1.10.3. 1-(2-{4-[2-(hegzadesilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2- oksoetil)piridinyum bromür [10c _(HP3)] sentezi.....	65
3.2.1.11. 5-Brompentanoil klorür (11) sentezi.....	66
3.2.1.12. 5-Brom- <i>N</i> -alkil-pentanamid' lerin (12a-d) sentezi.....	67
3.2.1.12.1. 5-brom- <i>N</i> -desil-pentanamid (12a) sentezi.....	67
3.2.1.12.2. 5-brom- <i>N</i> -dodesil-pentanamid (12b) sentezi.....	68
3.2.1.12.3. 5-brom- <i>N</i> -tetradesil-pentanamid (12c) sentezi.....	69
3.2.1.12.4. 5-brom- <i>N</i> -hegzadesil-pentanamid (12d) sentezi.....	69
3.2.1.13. <i>N,N,N</i> -trietil-5-(alkilamino)-5-oksopentan-1-aminyum bromür' lerin [13a-d _(AT1-4)] sentezi.....	70
3.2.1.13.1. <i>N,N,N</i> -trietil-5-(desilamino)-5-oksopentan-1-aminyum bromür [13a _(AT1)] sentezi.....	71
3.2.1.13.2. <i>N,N,N</i> -trietil-5-(dodesilamino)-5-oksopentan-1-aminyum bromür [13b _(AT2)] sentezi.....	72
3.2.1.13.3. <i>N,N,N</i> -trietil-5-(tetradesilamino)-5-oksopentan-1-aminyum bromür [13c _(AT3)] sentezi.....	73
3.2.1.13.4. <i>N,N,N</i> -trietil-5-(hegzadesilamino)-5-oksopentan-1-aminyum bromür [13d _(AT4)] sentezi.....	74
3.2.1.14. 1-[5-Okso-5-(alkilamino)pentil] piridinyum bromür' lerin [14a-d _(AP1-4)] sentezi.....	75
3.2.1.14.1. 1-[5-Okso-5-(desilamino)pentil] piridinyum bromür [14a _(AP1)] sentezi.....	75
3.2.1.14.2. 1-[5-Okso-5-(dodesilamino)pentil] piridinyum bromür [14b _(AP2)] sentezi.....	76
3.2.1.14.3. 1-[5-Okso-5-(tetradesilamino)pentil] piridinyum bromür [14c _(AP3)] sentezi.....	77
3.2.1.14.4. 1-[5-Okso-5-(hegzadesilamino)pentil] piridinyum bromür [14d _(AP4)] sentezi.....	78

3.2.1.15. 6-Bromhekzanoil klorür (15) sentezi.....	78
3.2.1.16. 6-Brom- <i>N</i> -alkil-hekzanamid' lerin (16a-d) sentezi.....	79
3.2.1.16.1. 6-Brom- <i>N</i> -desil-hekzanamid (16a) sentezi.....	79
3.2.1.16.2. 6-Brom- <i>N</i> -dodesil-hekzanamid (16b) sentezi.....	80
3.2.1.16.3. 6-Brom- <i>N</i> -tetradesil-hekzanamid (16c) sentezi.....	81
3.2.1.16.4. 6-Brom- <i>N</i> -hekzadesil-hekzanamid (16d) sentezi.....	82
3.2.1.17. <i>N,N,N</i> -trietyl-6-(alkilamino)-6-oksohekzan-1-aminyum bromür [17a-d _(AT5-8)] sentezi.....	82
3.2.1.17.1. <i>N,N,N</i> -trietyl-6-(desilamino)-6-oksohekzan-1-aminyum bromür [17a _(AT5)] sentezi.....	83
3.2.1.17.2. <i>N,N,N</i> -trietyl-6-(dodesilamino)-6-oksohekzan-1-aminyum bromür [17b _(AT6)] sentezi.....	84
3.2.1.17.3. <i>N,N,N</i> -trietyl-6-(tetradesilamino)-6-oksohekzan-1-aminyum bromür [17c _(AT7)] sentezi.....	85
3.2.1.17.4. <i>N,N,N</i> -trietyl-6-(hekzadesilamino)-6-oksohekzan-1-aminyum bromür [17d _(AT8)] sentezi.....	86
3.2.1.18 1-[6-Okso-6-(alkilamino)hekzil] piridinyum bromür' lerin [18a-d _(AP5-8)] sentezi.....	87
3.2.1.18.1. 1-[6-Okso-6-(desilamino)hekzil] piridinyum bromür [18a _(AP5)] sentezi.....	87
3.2.1.18.2. 1-[6-Okso-6-(dodesilamino)hekzil] piridinyum bromür [18b _(AP6)] sentezi.....	88
3.2.1.18.3. 1-[6-Okso-6-(tetradesilamino)hekzil] piridinyum bromür [18c _(AP7)] sentezi.....	89
3.2.1.18.4. 1-[6-Okso-6-(hekzadesilamino)hekzil] piridinyum bromür [18d _(AP8)] sentezi.....	90
3.2.1.19. 11-Bromundekanoil klorür (19) sentezi.....	91
3.2.1.20. 11-Brom- <i>N</i> -alkil-undekanamid' lerin (20a-d) sentezi.....	91
3.2.1.20.1. 11-Brom- <i>N</i> -desil-undekanamid (20a) sentezi.....	91
3.2.1.20.2. 11-Brom- <i>N</i> -dodesil-undekanamid (20b) sentezi.....	92
3.2.1.20.3. 11-Brom- <i>N</i> -tetradesil-undekanamid (20c) sentezi.....	93
3.2.1.20.4. 11-Brom- <i>N</i> -hekzadesil-undekanamid (20d) sentezi.....	94
3.2.1.21. <i>N,N,N</i> -trietyl-11-(alkilamino)-11-oksoundekan-1-aminyum bromür' lerin [21a-d _(AT9-12)] sentezi.....	95
3.2.1.21.1. <i>N,N,N</i> -trietyl-11-(desilamino)-11-oksoundekan-1-aminyum bromür [21a _(AT9)] sentezi.....	95
3.2.1.21.2. <i>N,N,N</i> -trietyl-11-(dodesilamino)-11-oksoundekan-1-aminyum bromür [21b _(AT10)] sentezi.....	96
3.2.1.21.3. <i>N,N,N</i> -trietyl-11-(tetradesilamino)-11-oksoundekan-1-aminyum bromür [21c _(AT11)] sentezi.....	97
3.2.1.21.4. <i>N,N,N</i> -trietyl-11-(hekzadesilamino)-11-oksoundekan-1-aminyum bromür [21d _(AT12)] sentezi.....	98
3.2.1.22 1-[11-Okso-11-(alkilamino)undesil] piridinyum bromür' lerin [22a-d _(AP9-12)] sentezi.....	99
3.2.1.22.1. 1-[11-Okso-11-(desilamino)undesil] piridinyum bromür [22a _(AP9)] sentezi.....	99
3.2.1.22.2. 1-[11-Okso-11-(dodesilamino)undesil] piridinyum bromür [22b _(AP10)] sentezi.....	100

3.2.1.22.3. 1-[11-Okso-11-(tetradecilamino)undecil] piridinyum bromür [22c _(AP11)] sentezi.....	101
3.2.1.22.4. 1-[11-Okso-11-(heksadesilamino)undecil] piridinyum bromür [22d _(AP12)] sentezi.....	102
3.2.1.23. 1,3-Tiyazolidin-2,4-dion (23) sentezi.....	103
3.2.1.24. 1,3-Tiyazolidin -2,4-dion' un potasyum tuzu (24) sentezi.....	104
3.2.1.25. 2 – (2,4 – Diokso – 1,3 – tiyazolidin – 3 – il) – N – alkilasetamid [25a-d _(Th1-4)] sentezi.....	104
3.2.1.25.1. 2 – (2,4 – diokso – 1,3 – tiyazolidin – 3 – il) – N – oktilasetamid [25a _(Th1)] sentezi.....	104
3.2.1.25.2. 2 – (2,4 – diokso – 1,3 – tiyazolidin – 3 – il) – N – dodesilasetamid [25b _(Th2)] sentezi.....	105
3.2.1.25.3. 2 – (2,4 – diokso – 1,3 – tiyazolidin – 3 – il) – N – tetradecilasetamid [25c _(Th3)] sentezi.....	106
3.2.1.25.4. 2 – (2,4 – diokso – 1,3 – tiyazolidin – 3 – il) – N – heksadesilasetamid [25d _(Th4)] sentezi.....	107
3.2.1.26. 5,5-Difenilhidantoin (26) sentezi.....	108
3.2.1.27. Alkil-2-klorasetat' ların (27a-c) sentezi.....	108
3.2.1.28. Alkil-(2,5-diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il) asetat [28a-c _(IE1-3)] sentezi.....	109
3.2.1.28.1. Dodesil-(2,5-diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il) asetat [28a _(IE1)] sentezi.....	109
3.2.1.28.2. Tetradecil-(2,5-diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il) asetat [28b _(IE2)] sentezi.....	110
3.2.1.28.3. Oktadesil-(2,5-diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il) asetat [28c _(IE3)] sentezi.....	111
3.2.1.29. 2-(2,5-Diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)-N-alkilasetamid' lerin [29a-c _(IA1-3)] sentezi.....	112
3.2.1.29.1. 2-(2,5-Diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)-N-dodesilasetamid [29a _(IA1)] sentezi.....	113
3.2.1.29.2. 2-(2,5-Diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)-N-tetradecilasetamid [29b _(IA2)] sentezi.....	114
3.2.1.29.3. 2-(2,5-Diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)-N-heksadesilasetamid [29c _(IA3)] sentezi.....	115
3.2.2. Korozyon testleri.....	117
3.2.2.1. Asidik korozif ortamda yapılan testlerde kullanılmak üzere metal plakaların hazırlanması.....	117
3.2.2.2. Asidik çözeltiler içinde gerçekleştirilen korozyon testleri.....	117
3.2.2.3. Asidik korozif ortamda yapılan testlerden sonra metal plakaların ölçüme hazırlanması.....	118
3.2.2.4. Gravimetrik ölçümler ve hesaplamalar.....	118
3.2.2.5. Yüzde inhibisyon etkinliklerinin hesaplanması.....	118
3.2.2.6. Parafin esaslı mineral yağ ortamında gerçekleştirilen korozyon testleri..	119
3.2.3. Temas açısı ölçümleri.....	120
3.2.4. Optik profilometre görüntüleri.....	124
3.2.5. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile metal yüzeyi görüntü alımı.....	125
4. BULGULAR ve TARTIŞMA.....	126

4.1. Asidik Sulu Ortam için Tasarlanan Organik Korozyon İnhibitörlerinin Sentezi.....	126
4.1.1. Vanilinden türetilmiş aromatik yapılı, katyonik trietilaminyum tuzu [5a-e _(VT1-5)] ve piridin tuzu [6a-e _(VP1-5)] içeren organik korozyon inhibitörlerinin sentezi.....	126
4.1.2. 4-Hidroksiasetofenondan türetilmiş aromatik yapılı, katyonik trietilaminyum tuzu [9a-c _(HT1-3)] ve piridinyum tuzu [10a-c _(HP1-3)] içeren organik korozyon inhibitörlerinin sentezi.....	129
4.1.3. ω-brom alifatik asitten türetilmiş katyonik trietilaminyum (AT1-12) ve piridinyum (AP1-12) tuzlarının sentezi.....	131
4.2. Mineral yağ-su Ortamı için Tasarlanan Organik Korozyon İnhibitörlerinin Sentezi.....	135
4.2.1. Tiyazolidinden türetilmiş uzun zincirli amid türevlerinin [25a-d _(Th1-4)] sentezi.....	135
4.2.2. İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli ester türevlerinin [28a-c _(IE1-3)] sentezi.....	137
4.2.3. İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli amid türevlerinin [29a-c _(IA1-3)] sentezi.....	139
4.3. Sentezlenen Organik Bileşiklere Ait Korozyon Testi Sonuçları.....	141
4.3.1. Asidik sulu (HCl _(aq) ve H ₂ SO _{4(aq)}) test ortamı sonuçları.....	141
4.3.2. Mineral yağ test ortamı sonuçları.....	154
5. SONUÇ.....	158
KAYNAKLAR.....	160
EKLER.....	164
EK 1: SENTEZLENEN BİLEŞİKLERE AİT FT-IR, ¹ H NMR ve ¹³ C NMR SPEKTRUMLARI.....	164
EK 2: SENTEZLENEN BAZI BİLEŞİKLERE AİT TEMAS AÇISI ÖLÇÜM SONUÇLARI.....	251
EK 3: SENTEZLENEN BAZI BİLEŞİKLERE AİT OPTİK PROFİLOMETRE GÖRÜNTÜLERİ.....	258
EK 4: SENTEZLENEN BAZI BİLEŞİKLERE AİT TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU (SEM) GÖRÜNTÜLERİ.....	264
ÖZGEÇMİŞ.....	270

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

Açıklama

α	Alfa
$\bar{\nu}$	Kızılötesi gerilme frekansı
δ	Kimyasal kayma

Kısaltmalar

Açıklama

DIN	Deutsches Institut für Normung (Alman Norm Enstitüsü)
TLC	Thin Layer Chromatography (İnce Tabaka Kromatografisi)
TS	Türk Standardı
AISI	American Iron and Steel Institute (Amerikan Demir-Çelik Enstitüsü)
DMF	N,N-Dimetilformamid
THF	Tetrahidrofuran
FT-IR	Fourier Transform Infrared (Spectroscopy)
NMR	Nükleer Manyetik Rezonans
Ar	Aromatik benzen halkası
SEM	Scanning Electron Microscopy (Taramalı Elektron Mikroskobu)

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 1.1	Sekonder amid genel formülü.....	1
Şekil 1.2	Tasarlanan korozyon inhibitörlerinin çıkış maddeleri.....	2
Şekil 1.3	Asidik ortamda test edilen korozyon inhibitörleri.....	2
Şekil 1.4	Mineral yağ-su ortamında test edilen korozyon inhibitörleri.....	3
Şekil 2.1.1	Uzun zincirli amit fonksiyonel grubu içeren imidazolin türevleri	4
Şekil 2.1.2	Poliaminlerden oluşmuş uzun zincirli amid bileşikleri.....	5
Şekil 2.1.3	<i>N,N</i> - di(poli oksitilen) amino lauril amid.....	5
Şekil 2.1.4	2-(Alkilsülfanil)- <i>N</i> -(piridin-2-yl) asetamid türevleri sentezi.....	6
Şekil 2.1.5	11-Siyano ve 11- tiyosiyano undekanoik asidin süstitüe olmayan ve mono süstitüe fenilamid türevleri sentezleri.....	7
Şekil 2.1.6	<i>N</i> -alkil-2-(feniltiyo) asetohidrazidlerin sentez şeması.....	8
Şekil 2.1.7	Tirosin ve glisin α – aminoasitlerin dodesil ve oktil amid türevleri...	8
Şekil 2.1.8	α -aminoasitlerin desilamid türevlerinin sentez şeması.....	9
Şekil 2.1.9	<i>N</i> -[morfolin-4-il(fenil)metil]benzamid bileşiğinin kimyasal formülü.....	10
Şekil 2.1.10	Benzotriazol – 1 – karboksamid.....	10
Şekil 2.1.11	Uzun zincir içeren bazı imidazolin ve amid türevleri.....	11
Şekil 2.1.12	<i>N</i> -fenasilpiridinyum bromürlerin sentez şeması.....	12
Şekil 2.1.13	1,1-(lauril amid)propil amonyum klorür bileşiğinin molekül formülü.....	12
Şekil 2.1.14	Amid fonksiyonel grubu içeren katyonik yüzey aktif maddeler.....	13
Şekil 2.1.15	Yüksek sıcaklık ve düşük pH’da etkili olan bir korozyon inhibitörü.....	14
Şekil 2.1.16	Amid fonksiyonel gruplu naftol türevlerinin sentez şeması.....	14
Şekil 2.1.17	1-aminoantrakinonun amid türevlerinin sentez basamağı.....	15
Şekil 2.1.18	Sinerjist etkiyle daha iyi korozyon inhibisyonu sergileyen tiyo ve amino grubu içeren bileşikler.....	16
Şekil 2.1.19	11-[(1 <i>H</i> -benzimidazol-2-ylmethyl)sulfanyl]- <i>N</i> -(3-nitrophenyl) undekanamide.....	16
Şekil 2.3.1	Genel korozyon ile çukurcuk korozyonunun şekilsel görünümü	19
Şekil 3.2.2.6.1	Mineral yağ ortamında yapılan korozyon testlerinde kullanılan düzenek.....	119
Şekil 3.2.3.1	Hidrofobik ve hidrofilik damla.....	120
Şekil 3.2.3.2	Yüzeye temas etmeyecek şekilde şırınga iğnesinin ucundan damlanın oluşturulması.....	121
Şekil 3.2.3.3	Damlanın iğnenin ucundan ayrılıp yüzeye düşüp ilk temas ettiği anda görülen titreşim hareketi.....	122
Şekil 3.2.3.4	Damlanın yüzeye temasından yarım saniye sonra hareketsiz kalması.....	122
Şekil 3.2.3.5	Temas açısı ölçümlerinde kullanılan cihaz.....	123
Şekil 3.2.4.1	Optik profilometre görüntülerini elde etmede kullanılan cihaz.....	124
Şekil 4.1.1.1	Vanilinden türetilmiş katyonik trietilaminyum 5a-e (ν_{T1-5}) ve piridinyum 6a-e (ν_{P1-5}) tuzlarının sentez şeması.....	128

Şekil 4.1.2.1 4-Hidroksiasetofenondan türetilmiş katyonik trietilaminyum 9a-c _(HT1-3) ve piridinyum 10a-c _(HP1-3) tuzlarının sentez şeması.....	130
Şekil 4.1.3.1 5-bromvalerik asitten yola çıkılarak elde edilen trietilaminyum 13a-d _(AT1-4) ve piridinyum 14a-d _(AP1-4) tuzlarının sentez şeması.....	132
Şekil 4.1.3.2 6-bromhekzanoik asitten yola çıkılarak elde edilen trietilaminyum 17a-d _(AT5-8) ve piridinyum 18a-d _(AP5-8) tuzlarının sentez şeması.....	133
Şekil 4.1.3.3 11-bromundekanoik asitten yola çıkılarak elde edilen trietilaminyum 21a-d _(AT9-12) ve piridinyum 22a-d _(AP9-12) tuzlarının sentez şeması	134
Şekil 4.2.1.1 Tiyazolidinden türetilmiş uzun zincirli amid türevlerinin 25a-d _(Th1-4) sentez şeması.....	136
Şekil 4.2.2.1 İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli ester türevlerinin sentezinde kullanılan 5,5-difenilhidantoin reaktifinin (26) sentezi.....	137
Şekil 4.2.2.2 5,5-Difenilhidantoin bileşiğinin potasyum tuzunun sentezi.....	137
Şekil 4.2.2.3 İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli ester türevlerinin sentezinde kullanılan 27a-c bileşiklerinin sentezi.....	138
Şekil 4.2.2.4 İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli ester türevlerinin 28a-c _(IE1-3) sentezi.....	138
Şekil 4.2.3.1 İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli amid türevlerinin 29a-c _(IA1-3) sentezi.....	140
Şekil 4.3.1.1 Korozyon inhibitörleri olarak vanilinden türetilmiş N,N,N-trietilaminyum (5a-e) ve piridinyum tuzu (6a-e) içeren türevlerin genel yapıları.....	142
Şekil 4.3.1.2 Asidik ortamda halojenür iyonları tarafından oluşturulan dipoller.....	143
Şekil 4.3.1.3 Kritik misel konsantrasyonunda 5b _(VT2) , 5c _(VT3) , 5d _(VT4) ve 6c _(VP3) inhibitörlerinin korozyon inhibisyon mekanizması.....	144
Şekil 4.3.1.4 5a _(VT1) , 6a _(VP1) , 6b _(VP2) ve 6d _(VP4) inhibitörlerinin korozyon inhibisyon mekanizması (ikincil tabaka oluşumu).....	144
Şekil 4.3.1.5 100 ppm konsantrasyonundaki 5a _(VT1) , 5c _(VT3) , 6b _(VP2) ve 10c _(HP3) inhibitörlerinin belirtilen korozif ortamlardaki temas açısı ölçümünde metal yüzeyinde elde edilen statik damla şekilleri (EK 2-B).....	253
Şekil 4.3.1.6 6c _(VP3) bileşiğinin 1.5 M HCl ortamında elde edilen metal yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri (EK 3-A).....	259
Şekil 4.3.1.7 6d _(VP4) ve 21c _(AT11) inhibitörlerine ait 1.5 M HCl ortamında elde edilen metal yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri (EK 3-B).....	260
Şekil 4.3.1.8 Korozyon inhibitörleri olarak 4-hidroksiasetofenondan türetilmiş aromatik yapılı N,N,N-trietilaminyum ve piridinyum tuzu içeren türevlerin genel yapıları.....	146
Şekil 4.3.1.9 6a _(VP1) , 6d _(VP4) ve 10c _(HP3) bileşiklerinin düşük inhibisyon etkinliği ve metal yüzeyinde yönlenmeleri.....	147
Şekil 4.3.1.10 Korozyon inhibitörleri olarak ω-brom alifatik asitten türetilmiş alifatik yapılı N,N,N-trietilaminyum ve piridinyum tuzu içeren türevlerin genel yapıları.....	148
Şekil 4.3.1.11 Alifatik yapılı trietilaminyum tuzu bileşiklerinden bazılarının belirtilen konsantrasyonlarında yapılan temas açısı ölçümlerinde metal yüzeyinde elde edilen statik damla şekilleri (EK 2-D)	255
Şekil 4.3.1.12 13a _(AT1) , 13b _(AT2) ve 17d _(AT8) bileşikleri için 1.5 M HCl ortamında elde edilen metal yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri (EK 3-C)....	261

Şekil 4.3.1.13 1.5 M H ₂ SO ₄ korozif ortamında 21a _(AT9) bileşiği için elde edilen metal yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri (EK 3-D).....	262
Şekil 4.3.1.14 Taramalı elektron mikroskobu ile 1.5 M H ₂ SO ₄ korozif ortamda; (1) inhibitörsüz ortamda 1000x, (2) inhibitörsüz ortamda 3000x, (3) inhibitörsüz ortamda 5000x, (4) 50 ppm 14b _(AP2) 1000x, (5) 50 ppm 14b _(AP2) 3000x, (6) 50 ppm 14b _(AP2) 5000x, (7) 25 ppm 14b _(AP2) 1000x, (8) 25 ppm 14b _(AP2) 3000x, (9) 25 ppm 14b _(AP2) 5000x elde edilen SEM görüntüleri (EK 4-A).....	265
Şekil 4.3.1.15 Taramalı elektron mikroskobu ile 1.5 M HCl korozif ortamda, (1) inhibitörsüz 1000x, (2) 50 ppm 13c _(AT3) 1000x, (3) 50 ppm 14b _(AP2) 1000x, (4) 50 ppm 18b _(AP6) 1000x ve (5) 50 ppm 21d _(AT12) 1000x elde edilen SEM görüntüleri (EK 4-B).....	266
Şekil 4.3.1.16 Taramalı elektron mikroskobu ile 1.5 M HCl korozif ortamda, (1) inhibitörsüz 3000x, (2) 50 ppm 13c _(AT3) 3000x, (3) 50 ppm 14b _(AP2) 3000x, (4) 50 ppm 18b _(AP6) 3000x ve (5) 50 ppm 21d _(AT12) 3000x elde edilen SEM görüntüleri (EK 4-C).....	267
Şekil 4.3.1.17 Taramalı elektron mikroskobu ile 1.5 M HCl korozif ortamda, (1) inhibitörsüz 5000x, (2) 50 ppm 13c _(AT3) 5000x, (3) 50 ppm 14b _(AP2) 5000x, (4) 50 ppm 18b _(AP6) 5000x ve (5) 50 ppm 21d _(AT12) 5000x elde edilen SEM görüntüleri (EK 4-D).....	268
Şekil 4.3.1.18 5a _(VT1) , 6c _(VP3) , 17c _(AT7) , 17d _(AT8) ve 21b _(AT10) bileşikleriyle 1,5 M HCl korozif ortamında yapılan korozyon testi sonrası metal yüzeylerin fotoğraf makinesi ile çekilen resimleri.....	152
Şekil 4.3.2.1 Mineral yağ-su ortamında test edilen [25a-d _(TH1-4)], [28a-c _(IE1-3)] ve [29a-c _(IA1-3)] bileşiklerinin genel yapıları.....	155
Şekil 4.3.2.2 Mineral yağ-su ortamında test edilen inhibitörlerin metal çubuk yüzeyine olan yönelmesinin mekanizması.....	156
Şekil 4.3.2.3 Mineral yağ-su ortamında yapılan korozyon testlerinin ardından yapılan temas açısı ölçümleri sırasında metal yüzeyinde elde edilen statik damla şekilleri (EK 2-F).....	257
Şekil 4.3.2.4 Mineral yağ-su ortamında 29b _(IA2) bileşiği için elde edilen metal çubuk yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri (EK 3-E).....	263
Şekil 4.3.2.5 Taramalı elektron mikroskobu ile mineral yağ – su korozif ortamda, (1) inhibitörsüz 1000x, (2) inhibitörsüz 3000x, (3) inhibitörsüz 5000x, (4) % 0.1' lik (w/v) 29b _(IA2) inhibitörü 1000x, (5) % 0.1' lik (w/v) 29b _(IA2) inhibitörü 3000x ve (6) % 0.1' lik (w/v) 29b _(IA2) inhibitörü 5000x elde edilen SEM görüntüleri (EK 4-E).....	269

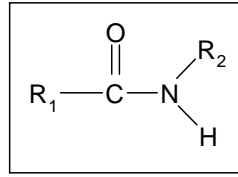
ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 4.3.1.1 1.5 M HCl ile 1.5 M H ₂ SO ₄ çözeltileri ortamında, 24 saat süre ile oda sıcaklığında test edilen vanilinden türetilmiş aromatik yapıları N,N,N-trietilaminyum ve piridinyum tuzu içeren organik bileşiklerin çeşitli derişimlerde korozyon inhibisyon etkinlikleri (% <i>İE</i>).....	142
Çizelge 4.3.1.2 100 ppm konsantrasyonundaki 5a _(VT1) , 5c _(VT3) , 6b _(VP2) ve 10c _(HP3) inhibitörleri için belirtilen korozif ortamlarda statik su damlası yöntemi kullanılarak elde edilen temas açısı ölçümleri (EK 2-A).....	252
Çizelge 4.3.1.3 1.5 M HCl ile 1.5 M H ₂ SO ₄ çözeltileri ortamında, 24 saat süre ile oda sıcaklığında test edilen 4-hidroksiasetofenondan türetilmiş aromatik yapıları N,N,N-trietilaminyum ve piridinyum tuzu içeren organik bileşiklerin çeşitli derişimlerde korozyon inhibisyon etkinlikleri (% <i>İE</i>).....	146
Çizelge 4.3.1.4 1.5 M HCl ile 1.5 M H ₂ SO ₄ çözeltileri ortamında, 24 saat süre ile oda sıcaklığında test edilen ω-brom alifatik asitten türetilmiş alifatik yapıları N,N,N-trietilaminyum tuzu içeren organik bileşiklerin çeşitli derişimlerde korozyon inhibisyon etkinlikleri (% <i>İE</i>).....	149
Çizelge 4.3.1.5 1.5 M HCl ile 1.5 M H ₂ SO ₄ çözeltileri ortamında, 24 saat süre ile oda sıcaklığında test edilen ω-brom alifatik asitten türetilmiş alifatik yapıları piridinyum tuzu içeren organik bileşiklerin çeşitli derişimlerde korozyon inhibisyon etkinlikleri (% <i>İE</i>).....	150
Çizelge 4.3.1.6 Çeşitli konsantrasyonlardaki alifatik yapıları trietilaminyum tuzu bileşiklerinden bazıları için ölçülen temas açısı değerleri (EK 2-C).....	254
Çizelge 4.3.1.7 Sentezlenen katyonik yapıları bazı yüzey aktif maddelerin 24 saat süre ile oda sıcaklığında farklı konsantrasyona sahip HCl çözeltilerindeki korozyon inhibisyon etkinlikleri (% <i>İE</i>).....	153
Çizelge 4.3.2.1 Mineral yağ ortamında, 50 saat süre ile, 60 °C' de test edilen organik bileşiklerin % 0.1 (w/v) derişimde korozyon inhibisyon sonuçları.....	154
Çizelge 4.3.2.2 Mineral yağ-su ortamında yapılan korozyon testlerinin ardından ölçülen temas açısı değerleri (EK 2-E).....	256

1. GİRİŞ

Amid türevleri asidik sulu ya da mineral yağ-su ortamlarında metal yüzeyinde gerçekleşen korozyon olayını önlemede veya geciktirmede korozyon inhibitörü olarak kullanılmaktadır. Sekonder amidler, **Şekil 1.1**'deki gibi verilen genel formülünde, hem karbonil karbonuna (R_1) hem de azot atomuna (R_2) bağlanmış olan alkil gruplarının özelliklerine bağlı olarak farklı korozif ortamlarda inhibitör özellik göstermektedirler.



Şekil 1.1 Sekonder amid genel formülü

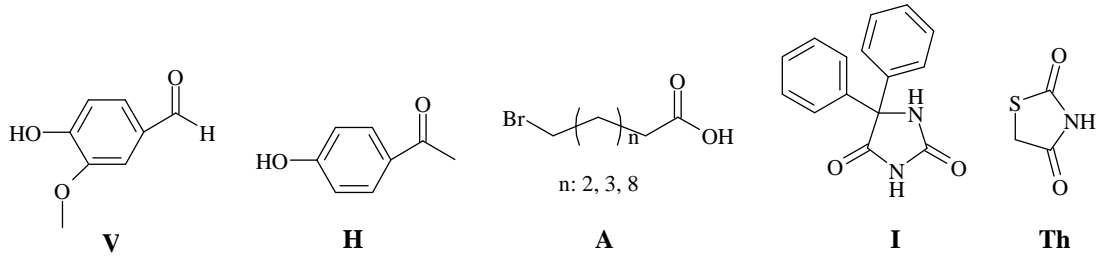
Amidlerin farklı korozif ortamlarda inhibitör özellik göstermeleri kendilerine bağlı alkil gruplarının karbon zincir uzunluğuna ve polar olup olmamalarına bağlıdır. Bu bağlamda bu tez kapsamında, 5 farklı çıkış maddesi (**Şekil 1.2**) kullanılarak (Vanilin, V; 4-Hidroksiasetofenon, H; ω -brom alifatik karboksilli asit, A; İmidazolin, İ; ve Tiyazolidin, Th) asidik sulu ve mineral yağ-su korozif ortamlarında ayrı ayrı olarak etkinlik gösterecek 9 farklı sınıfta toplam 50 adet amid türevi tasarlandı. Bu 9 farklı amid türevi korozyon inhibitörü sınıfından 6 tanesi asidik sulu ortamda (**Şekil 1.3**), geriye kalan 3 tanesi de mineral yağ-su ortamında (**Şekil 1.4**) test etmek üzere tasarlandı.

Asidik sulu ortam için tasarlananlar:

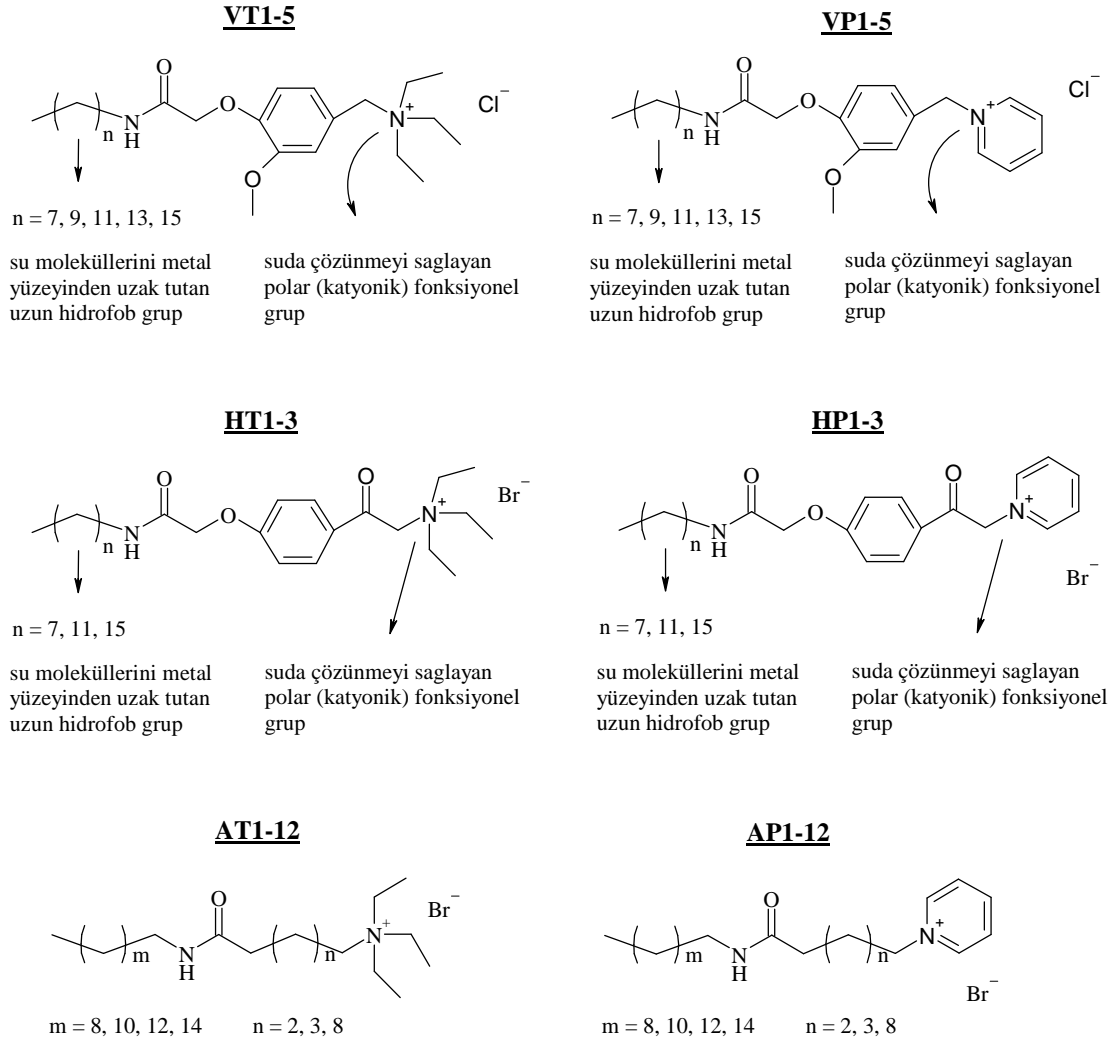
- Vanilinden türetilmiş katyonik trietilaminyum tuzları (VT1-5)
- Vanilinden türetilmiş katyonik piridinyum tuzları (VP1-5)
- 4-Hidroksiasetofenondan türetilmiş katyonik trietilaminyum tuzları (HT1-3)
- 4-Hidroksiasetofenondan türetilmiş katyonik piridinyum tuzları (HP1-3)
- ω -brom alifatik asitten türetilmiş katyonik trietilaminyum tuzları (AT1-12)
- ω -brom alifatik asitten türetilmiş katyonik piridinyum tuzları (AP1-12)

Mineral yağ-su ortamı için tasarlananlar

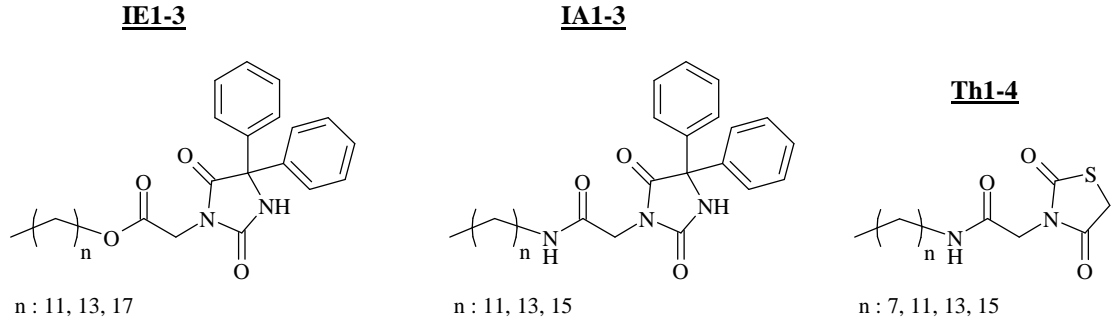
- ❖ İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli ester türevleri (IE1-3)
- ❖ İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli amid türevleri (IA1-3)
- ❖ Tiyazolidinden türetilmiş uzun zincirli amid türevleri (Th1-4)



Şekil 1.2 Tasarlanan korozyon inhibitörlerinin çıkış maddeleri



Şekil 1.3 Asidik ortamda test edilen korozyon inhibitörleri



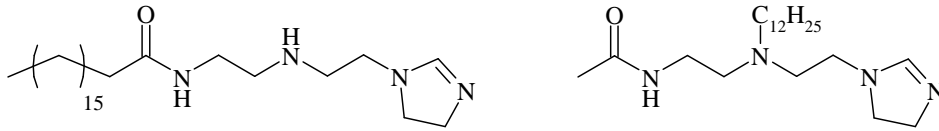
Şekil 1.4 Mineral yağ-su ortamında test edilen korozyon inhibitörleri

Asidik sulu ve mineral yağ-su korozif ortamları için tasarlanan bu korozyon inhibitörlerinde R₂ (**Şekil 1.1**), suyu metal yüzeyinden uzak tutacak uzun karbon zincirli apolar kısmı oluştururken, R₁ kısmı ise korozif ortama bağlı olarak ya suda çözünmeyi sağlayacak katyonik yapılı (Trietilamin T ve Piridin P tuzları) ya da metal yüzeyi ile etkileşip ona adsorbe olmasına katkıda bulunacak heterohalka içeren polar kısmı oluşturmaktadır. Tasarımı yapılan bileşiklerin her biri sentezlenip yapıları spektroskopik yöntemlerle (IR, H-NMR ve C-NMR) aydınlatıldıktan sonra korozyon testlerine geçildi. Bileşimi bilinen ve sanayide sıklıkla kullanılan çelik malzeme kullanılarak yapılan korozyon testlerinde korozif ortamlardan asidik ortamda test edilen inhibitörlerin korozyon türlerinden genel korozyona, mineral yağ-su ortamında test edilen inhibitörlerin ise korozyon türlerinden çukurcuk korozyonuna karşı etkin olup olmadıkları araştırıldı. Korozyon testlerinden elde edilen araştırma bulguları metal yüzeyi görüntüleme teknikleri (Temas açısı, optik profilometre ve SEM) kullanılarak desteklenmeye çalışıldı.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1 Amid fonksiyonel grubu içeren organik korozyon inhibitörlerine yönelik literatür taraması

Amidler endüstride (plastik ve lastik, kağıt, kozmetik, su ve kanalizasyon işlemleri, tekstil kimyasalları vb.) geniş yelpazede kullanım alanı bulmaktadır (Boyle 2004). Buna ilave olarak amidler ve türevleri, endüstrinin en önemli sorunlarından olan korozyon olayını önlemede veya geciktirmede korozyon inhibitörü olarak da kullanılmaktadır. Bu bağlamda, amidlerin literatürde korozyon inhibitörü olarak kullanıldığı, ilk kez 1949 yılında Blair ve ark.'ının yayınladığı bir patent çalışmasında rapor edilmiştir (Blair ve ark. 1949). Demir, çelik ve çeşitli demir alaşımları için azot içeren uzun zincirli imidazolin türevlerinin inorganic asit ve yağ içeren korozif ortamlarda iyi birer korozyon inhibitörü oldukları bildirilmiştir. Aşağıda, bu inhibitörlerden uzun zincirli amit fonksiyonel grubu içerenlerin yapısı görülmektedir (**Şekil 2.1.1**).

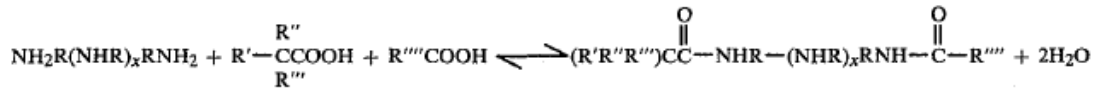


Şekil 2.1.1 Uzun zincirli amit fonksiyonel grubu içeren imidazolin türevleri

1976 yılında yayınlanan bir patent çalışmasında ise monomerik, dimerik ve trimerik 1,6-hekzandiamin bileşiğinin polifonksiyonlu asitlerle oluşturdukları poliamitlerin, korozyona dayanıklı olmayan metal yüzeyine kolaylıkla birikip onları korozyona karşı dirençli hale getirdiği ve bu sayede de korozyon inhibitörü olarak kullanıldığı bildirilmiştir (Trial 1976).

1982 yılında yayınlanmış bir diğer patent çalışmasında, 1 mol amin ile ekvivalent miktardaki dikarboksilli asitlerin reaksiyonuyla sentezlenmiş olan bazı bis-amid türevlerinin, petrol ve benzin dışındaki petrol fraksiyonlarıyla temas etmiş metal yüzeylerindeki inhibitör etkinliği araştırılmıştır (Joseph ve ark. 1982). N-oleil-1,3-propilendiamin, bis-amid oluşturmak üzere, çalışmada kullanılan aminlerden biridir.

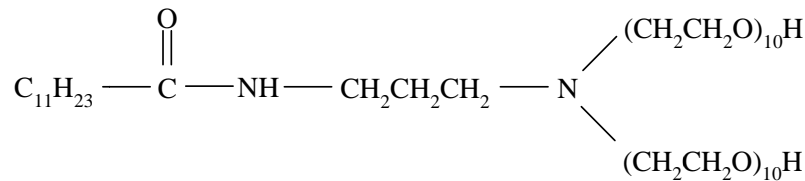
Miller ve ark.'larının 1984 yılında yayınladıkları bir patent çalışmasında da, akaryakıt gibi hidrokarbon içerikli sıvı ile temas etmiş metal yüzeylerinde, özellikle H₂S ile CO₂ gibi korozif asidik gaz ortamlarının yarattığı korozyon olayının, poliaminlerden oluşmuş ve aşağıda reaksiyonu verilmiş olan (Şekil 2.1.2) uzun zincirli amid bileşiklerinin varlığında azaldığı rapor edilmiştir (Miller ve ark. 1984). Korozyon testlerinde metal kuponlar 82 °C'de 24 saat süreyle korozif ortamda bekletilmiştir.



R', R'' ve R''' = 5 – 20 karbonlu zincir R'''' = 10 – 30 karbonlu zincir

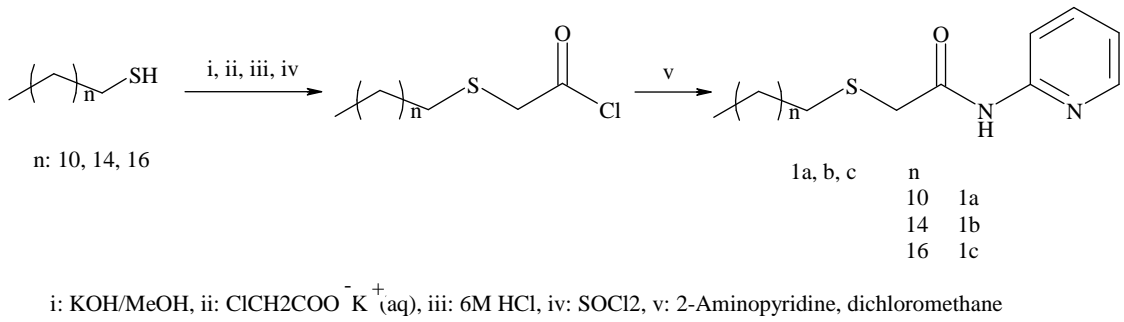
Şekil 2.1.2 Poliaminlerden oluşmuş uzun zincirli amid bileşikleri

İyonik olmayan kaplama malzemesi olarak kullanılan *N,N*- di(poli oksitilen) amino lauril amidin (Şekil 2.1.3), potansiyometrik ölçüm ve kütle kaybı teknikleri kullanılarak bir petrol şirketinden temin edilen 5.44 pH değerine sahip üretim suyunda karbon çeliğinin korozyonuna karşı inhibitörlük etkisi incelenmiştir. Aynı çalışmada karbon çeliğindeki korozyon oranının sıcaklıkla (30–70 °C arası) olan değişimi de tespit edilmiştir (Migahed 2005).



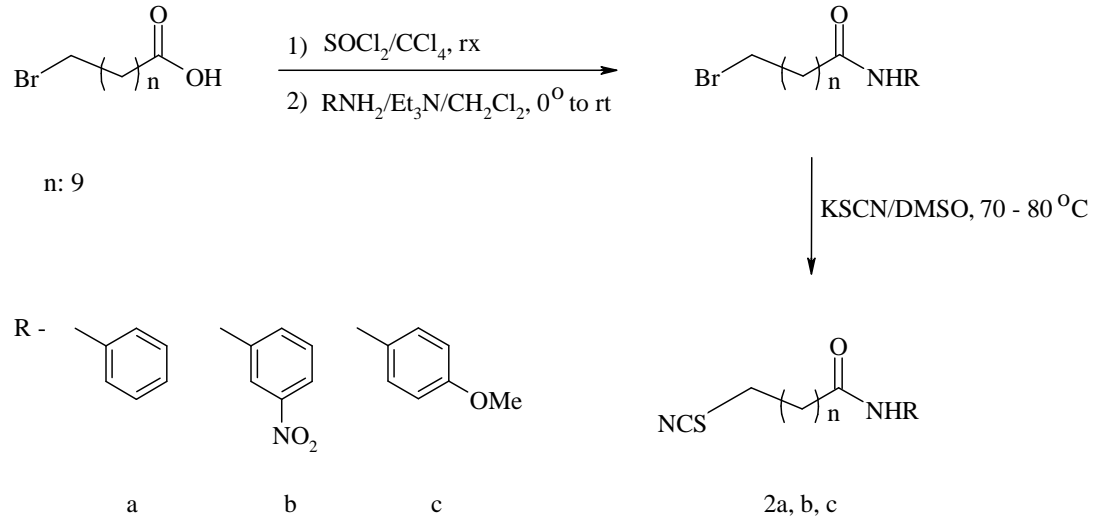
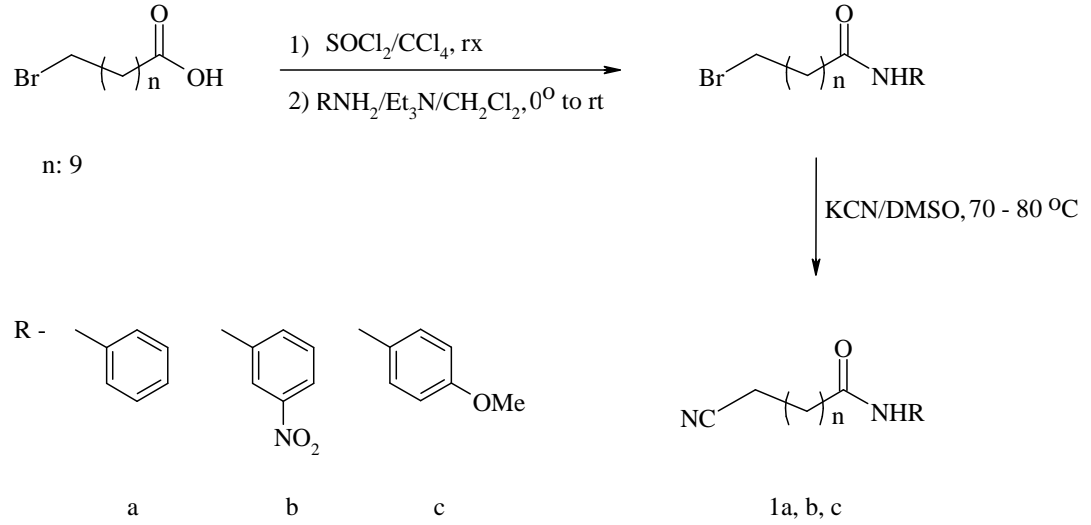
Şekil 2.1.3 *N,N*- di(poli oksitilen) amino lauril amid

Kükürt içeren uzun zincirli açıl klorürlerin 2-aminopiridin ile amidleşme reaksiyonu sonucu 2-(Alkilsülfanil)-*N*-(piridin-2-yl) asetamid türevleri sentezlenip (**Şekil 2.1.4**) FT-IR ve H-NMR teknikleri ile karakterizasyonları yapılmıştır, sonra bu bileşiklerin, 2 M HCl_(aq) çözeltisi ve mineral yağı ortamlarında, DIN EN 10130-99 normlarına sahip soğuk haddeli düşük karbon çeliğinin (0.07% C, 0.35% Mn, 0.015% P, 0.015% S) korozyonuna karşı inhibitörlük özellikleri araştırılmıştır (Yıldırım ve Çetin 2008 a).



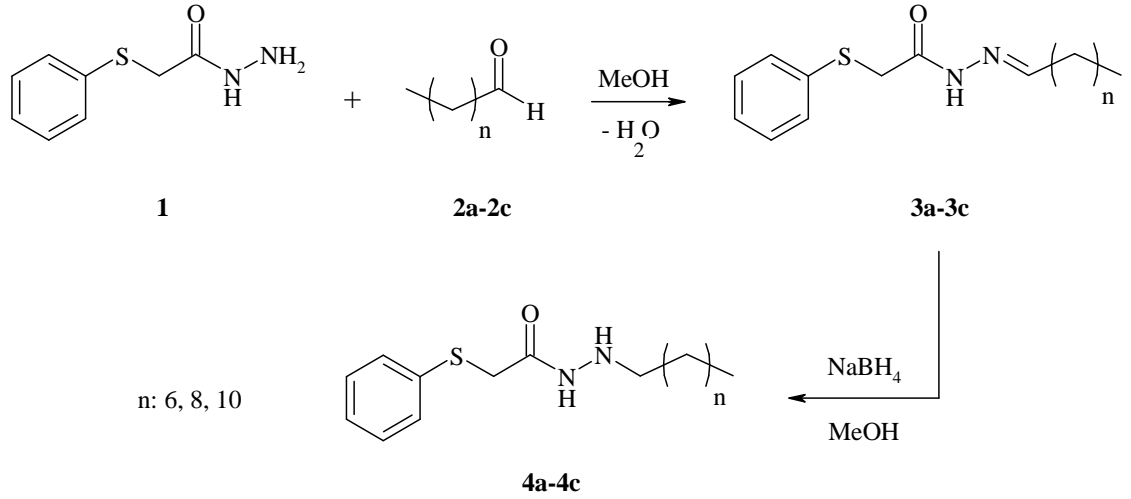
Şekil 2.1.4 2-(Alkilsülfanil)-*N*-(piridin-2-yl) asetamid türevleri sentezi

Ayrıca 11 – siyano ve 11- tiyosiyano undekanoik asidin süstitüe olmayan ve mono süstitüe fenilamid türevleri sentezlenip (**Şekil 2.1.5**) FT-IR ve H-NMR teknikleri ile karakterizasyonları yapılmıştır. Daha sonra bu bileşiklerin, 2 M HCl_(aq) çözeltisi ortamında, değişik sıcaklık ve inhibitör derişimlerinde, DIN EN 10130-99 normlarına sahip soğuk haddeli düşük karbon çeliğinin korozyonuna karşı inhibitörlük özellikleri araştırılmıştır (Yıldırım ve Çetin 2008 b). Bu çalışmada söz konusu bileşiklerin sentezlerinin kolay olduğu ve test edildikleri ortamda oldukça iyi korozyon inhibisyonu sağladıkları belirtilmiştir.



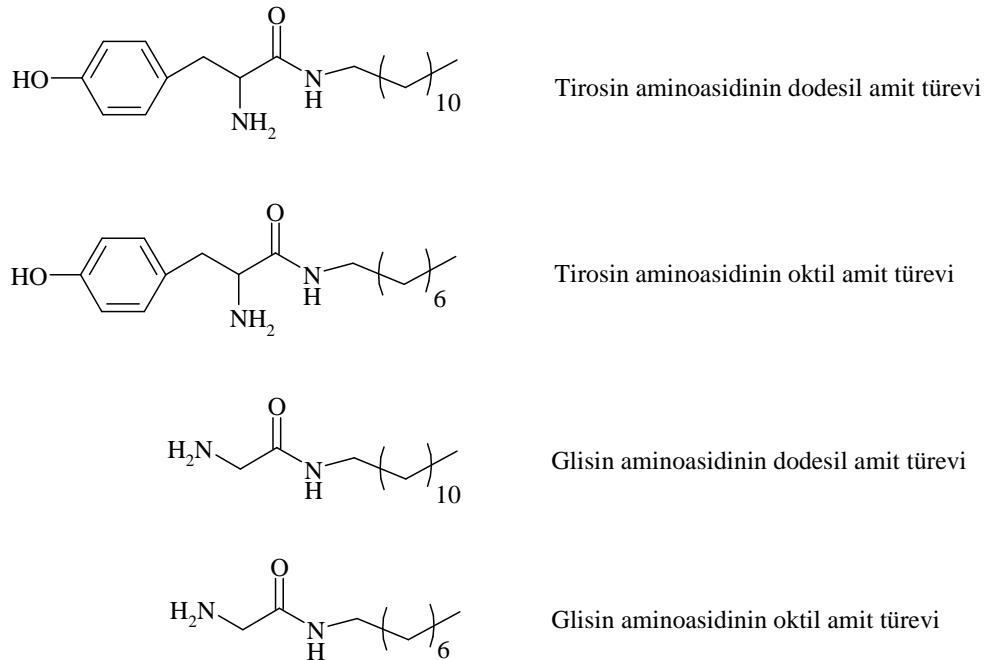
Şekil 2.1.5 11 – Siyano ve 11- tiyosiyano undekanoik asidin süstitüe olmayan ve mono süstitüe fenilamid türevleri sentezleri

Aynı araştırma grubunun bir başka çalışmasında, uzun-düz-zincirli aldehyitlerin 2-(feniltiyo)asetohidrazid ile reaksiyonlarından uzun-zincirli *N*-alkil-2-(feniltiyo)asetohidrazidler (**Şekil 2.1.6**) sentezlenmiş ve söz konusu maddelerin asidik ve mineral yağ ortamında korozyonu önleme yetenekleri test edilmiştir (Yıldırım ve Çetin 2008 c).



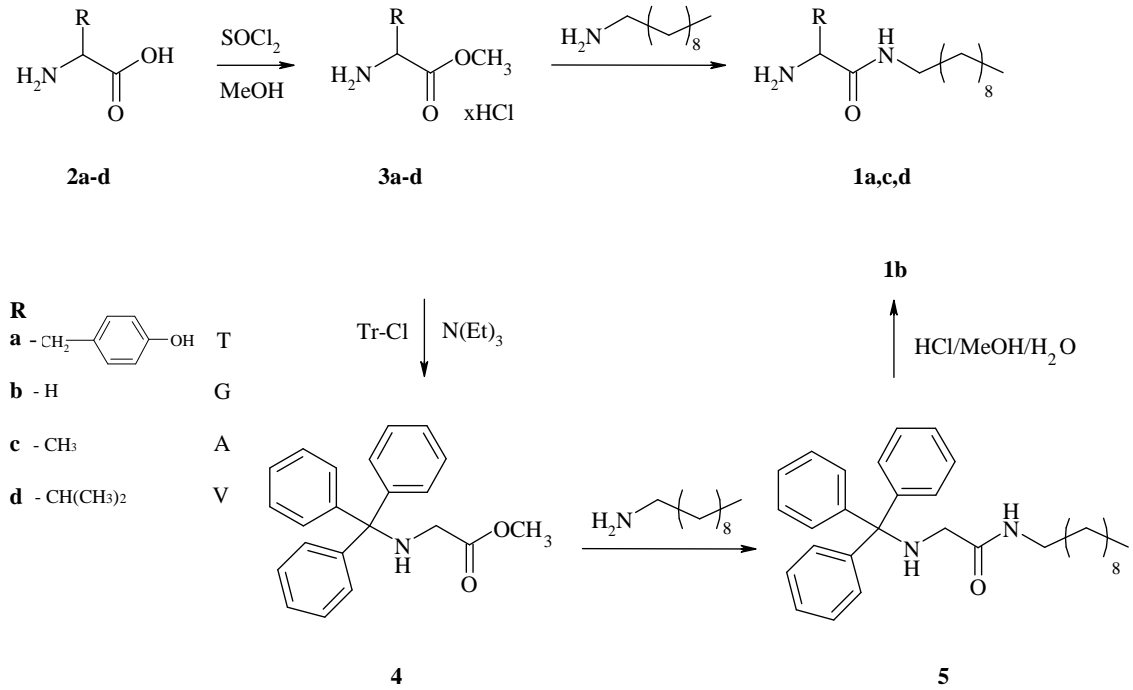
Şekil 2.1.6 N-alkil-2-(feniltiyo) asetohidrazidlerin sentez şeması

Tirosin ve glisin α – aminoasitlerin dodesil ve oktil amid türevlerinin (Şekil 2.1.7), 1 M $\text{HCl}_{(\text{aq})}$ çözeltisi ortamında, yumuşak karbon çeliğinin korozyonuna karşı iyi inhibitör özellik gösterdiği rapor edilmiştir (Olivares-Xometl ve ark. 2008).



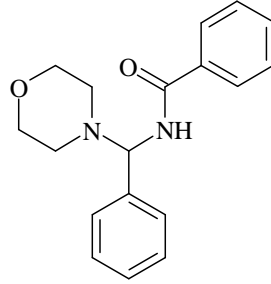
Şekil 2.1.7 Tirosin ve glisin α – aminoasitlerin dodesil ve oktil amid türevleri

Bir başka çalışmada α -aminoasitlerin desilamid türevleri sentezlenmiş ve asidik ortamda karbon çeliğinin korozyonuna karşı inhibitörlük özellikleri araştırılmıştır (Olivares ve ark. 2006). Tirozin, glisin, alanin ve valin α -aminoasitlerinin metil esteri hidroklorürleri, metanol içinde tiyonil klorür ile hazırlanmıştır. N-Tritilglisin metil esteri tritil klorür ve trietil amin kullanılarak kuru kloroform içinde hazırlanmıştır. Burada aminoasidin amin grubu korunarak oto kondenzasyonu engellenmiştir. İlgili amid türevlerinin sentez şeması Şekil 2.1.8’de verilmiştir. Sentezlenen korozyon inhibitörlerinin etkinlik sırası, $T > G > A > V$ şeklinde bulunmuştur.



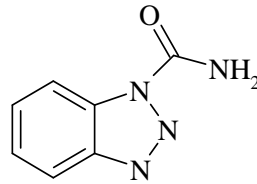
Şekil 2.1.8 α -aminoasitlerin desilamid türevlerinin sentez şeması

1 M HCl_(aq) çözelti ortamında, yumuşak çeliğinin korozyonuna karşı test etmek üzere sentezlenmiş olan N-[morfolin-4-il(fenil)metil]benzamid'in (Şekil 2.1.9) inhibisyon etkinliğinin araştırıldığı çalışmada kütle kaybı ile elektrokimyasal ölçüm metotları kullanılmış ve inhibisyon etkinliğinin sıcaklıkla nasıl değiştiği belirlenmiştir (Nasser and Sathiq 2010). Yapılan testler sonucunda, sentezlenen inhibitörün inhibisyon etkinliğinin, inhibitörün konsantrasyonu ile doğru orantılı, sıcaklıkla ters orantılı olarak değiştiği rapor edilmiştir.



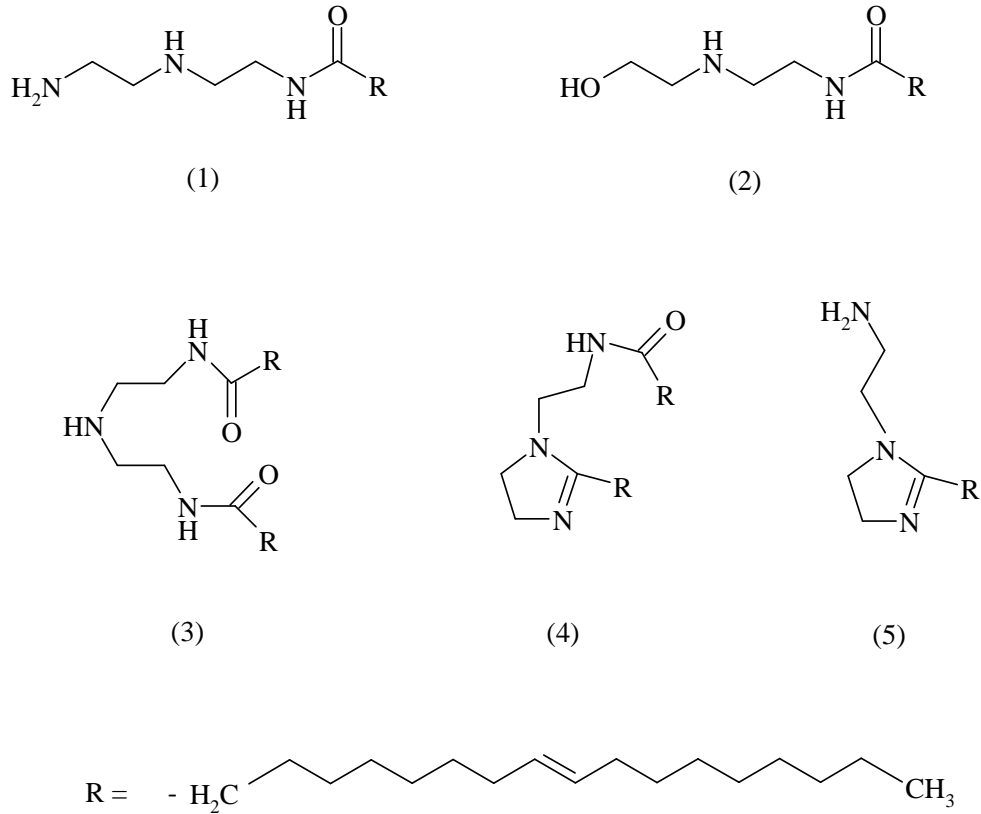
Şekil 2.1.9 N-[morfolin-4-il(fenil)metil]benzamid bileşiğinin kimyasal formülü

Bir benzotriazol türevi olan benzotriazol – 1 – karboksamid bileşiğinin (Şekil 2.1.10) ise 1M HNO_{3(aq)} çözeltisi ortamında bakır korozyonuna karşı iyi inhibitör özellik gösterdiği rapor edilmiştir (Khaled ve Amin 2009)



Şekil 2.1.10 Benzotriazol – 1 – karboksamid

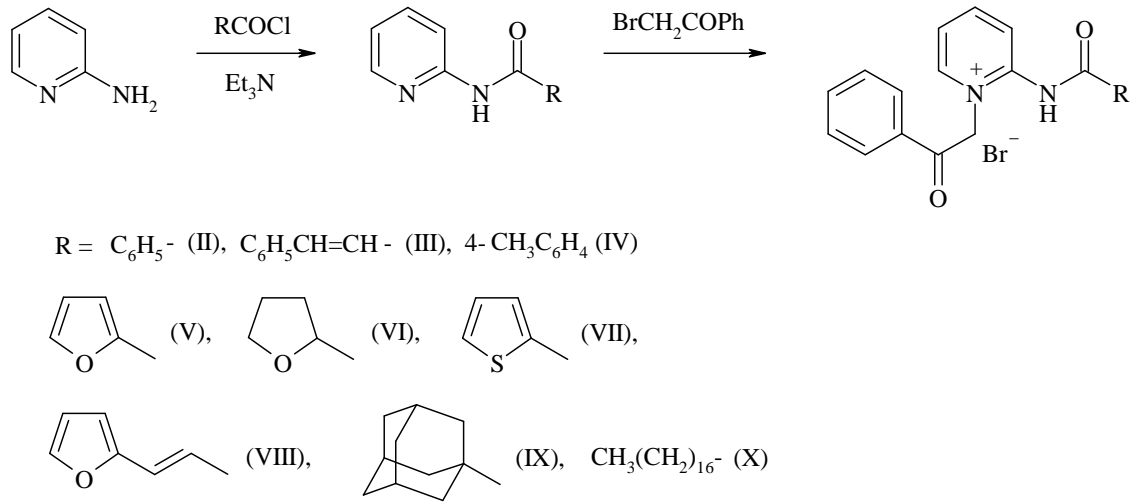
Uzun zincir içeren bazı imidazolin ve amid türevlerinin (Şekil 2.1.11) inhibitör etkinliği, standart yöntemlerle birlikte, AISI 1018 normuna sahip karbon çeliği (% 0.15 – 0.20 C, % 0.60 – 0.90 Mn, % 0.04 P, % 0.05 S, % 0.15 – 0.30 Si) üzerinde oluşturdukları film tabakasının 1M HCl_(aq) çözeltisi ortamında yüzey analizi incelenerek de gözlemlenmiştir (Olivares-Xometl ve ark. 2006).



- (1) Octadec-9-enoic acid[2-(2-amino-ethylamino)-ethyl]-amide
- (2) Octadec-9-enoic acid[2-(2-hydroxy-ethylamino)-ethyl]-amide
- (3) Octadec-9-enoic acid[2-(2-octadec-9-enoylamino-ethylamino)-ethyl]-amide
- (4) Octadec-9-enoic acid[2-(2-heptadec-8-enyl-4,5-dihydro-imidazol-1-yl)-ethyl]-amide
- (5) 2-(2-Heptadec-8-enyl-4,5-dihydro-imidazol-1-yl)ethylamine

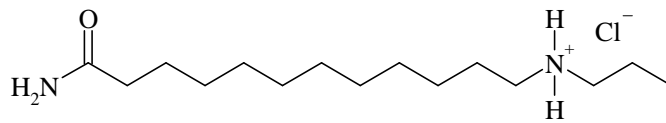
Şekil 2.1.11 Uzun zincir içeren bazı imidazolin ve amid türevleri

N-fenasilpiridinyum bromürlerin sentezlendiği diğer bir çalışmada, söz konusu bileşiklerin 3 M H₂SO₄ ortamında korozyon inhibitörlük özellikleri araştırılmıştır (Yurchenko ve ark. 2004). Sentezlenen korozyon inhibitörlerinin bu ortamda çok iyi inhibisyon sergiledikleri bildirilmiştir. Bileşiklerin inhibisyon etkinlikleri amid grubunda yer alan süstitüentlerin doğasına bağlıdır. Bileşiklerin sentez şeması aşağıda verilmiştir: (Şekil 2.1.12)



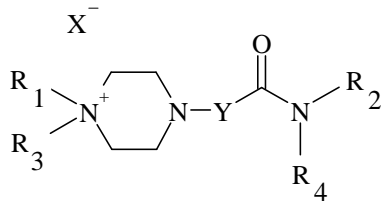
Şekil 2.1.12 N-fenasilpiridinyum bromürlerin sentez şeması

Alüminyum metalinin HCl ortamındaki korozyonuna karşı sentezlenen 1,1-(lauril amid)propil amonyum klorür katyonik yüzey aktif maddesinin (Şekil 2.1.13), inhibitörlük özellikleri araştırma kapsamında farklı tekniklerle test edilmiştir (Abd El Rehim ve ark. 2001). Maksimum inhibisyon değerine kritik misel konsantrasyonunda ulaşılmıştır.



Şekil 2.1.13 1,1-(lauril amid)propil amonyum klorür bileşiğinin molekül formülü

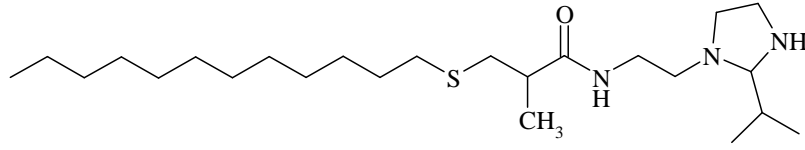
Amid fonksiyonel grubu içeren katyonik yüzey aktif maddelerin korozyon inhibitörü olarak kullanıldığı bir patent çalışmasında ise, karbon çeliğinin, korozif ortam olarak H₂S gazını ihtiva eden sıvı ortamındaki korozyonuna karşı söz konusu yüzey aktif maddelerinin değişik konsantrasyonlarında (5-100 ppm) inhibisyon etkinlikleri araştırılmış ve konsantrasyon arttıkça inhibisyon etkinliğinin de arttığı belirlenmiştir (Acosta ve ark. 2011). Kullanılan katyonik yüzey maddelerin genel formül şekli **Şekil 2.1.14**'te verilmektedir.



- R₁ = C_nH_{2n+1} n=0-12; benzil; akrilat veya H
- R₂ = C₄ – C₂₂ arası alkil grupları
- R₃ = C_nH_{2n+1} n=0-12; benzil; veya H
- R₄ = C_nH_{2n+1} n=0-22; veya H
- X⁻ = halojenür, karboksilat veya sülfat anyonu
- Y = (CH₂)_n n=1-8
- R₁ ve R₃ aynı anda H olamaz

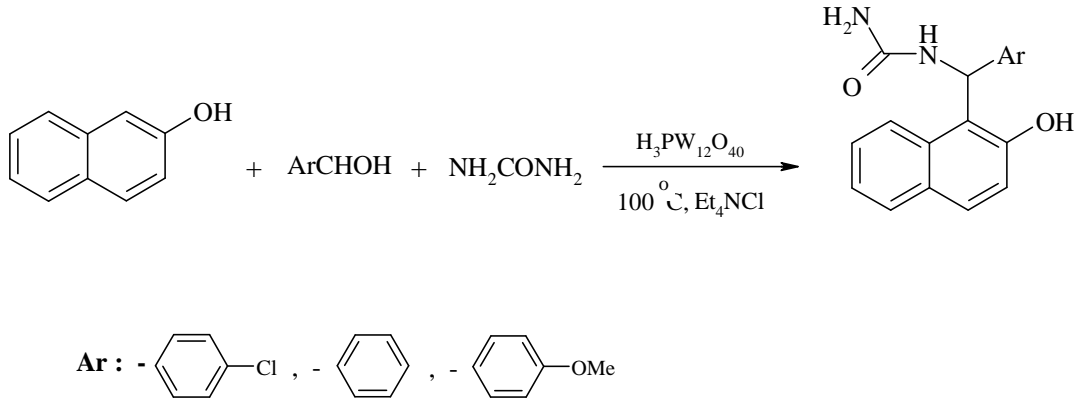
Şekil 2.1.14 Amid fonksiyonel grubu içeren katyonik yüzey aktif maddeler

Yüksek sıcaklık ve düşük pH, petrol rafinelerinde ve destilasyon kulelerindeki demir ve alaşımlarının yüzey aşınmasına ve korozyona sebep olmaktadır (Zetlmeisl ve ark. 1996). Hidrokarbonlarda kullanılan korozyon inhibitörleri düşük pH'da ve yüksek sıcaklık koşullarında yeterli ölçüde çözünemezler. Dolayısı ile çözünmüş olarak genellikle ortamın pH'nı yükseltmek için amonyak veya etilendiamin gibi organik aminler kullanılarak pH=6'ya çekilmektedir. Bu ise ek işlem gerektiren bir süreç olduğundan ve ayrıca asidik ortama eklenen aminler yapılarına proton bağlayıp korozif HCl tuzlarını oluşturdukları için avantajlı görünmemektedir. Bu bağlamda yukarıda verilen koşullarda ve ortamda, pH' ı yükseltmek amacıyla ortama bazik türler eklenmeden etkili olabilecek korozyon inhibitörleri geliştirilmiştir. **Şekil 2.1.17**'de bu inhibitörlerden iyi etki gösterenlerden birinin yapısı görülmektedir:



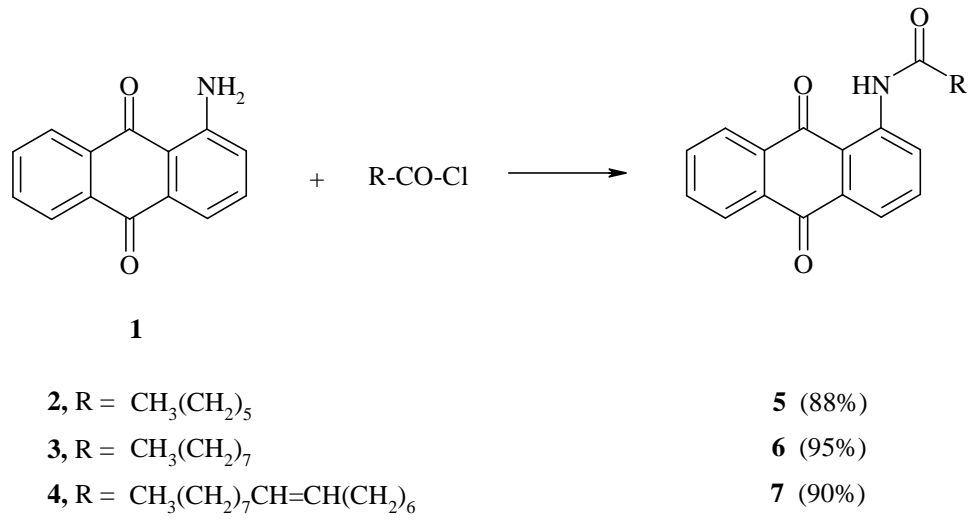
Şekil 2.1.15 Yüksek sıcaklık ve düşük pH’da etkili olan bir korozyon inhibitörü

Bahrami ve ark. (2010), β -Naftolden yola çıkılarak sentezledikleri üç adet amid fonksiyonel gruplu naftol türevlerinin 0.5 M H_2SO_4 ortamında yumuşak çeliğin korozyonuna karşı inhibitör etkinliğini kütle kaybı, potansiyostatik polarizasyon, FTIR spektroskopi ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) tekniklerini kullanarak incelemiştir. Bu çalışmada, sentezlenen korozyon inhibitörlerin en iyi etkinlik gösterdikleri konsantrasyon aralığının 8-10 ppm olduğu belirlenmiştir. İlgili naftol türevlerinin sentez şeması **Şekil 2.1.16**’da görülmektedir.



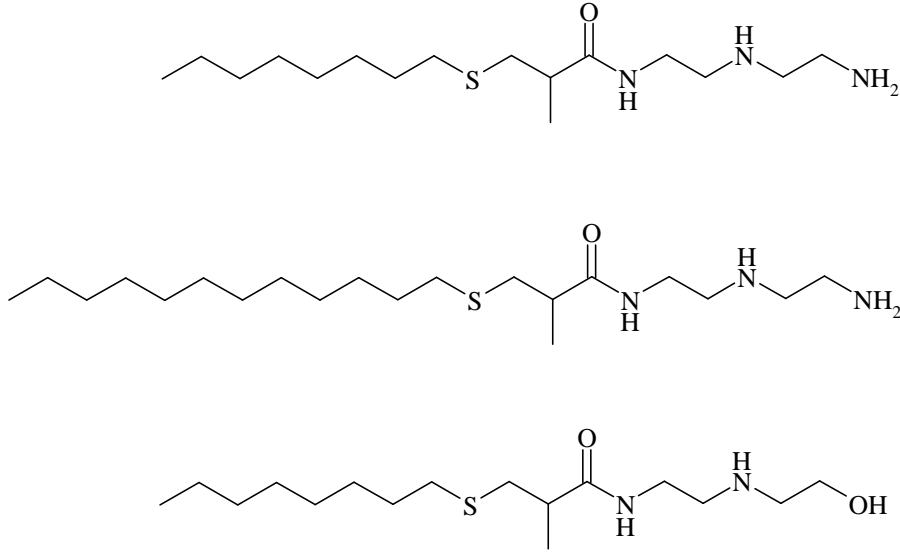
Şekil 2.1.16 Amid fonksiyonel gruplu naftol türevlerinin sentez şeması

Uzun zincirli yağ asitlerinden yola çıkılarak sentezlenen 1-aminoantrakinonun üç adet amid türevinin, oda sıcaklığında beyaz petrol-su karışımındaki (API 5L-X60) kodlu çeliğin korozyonuna karşı inhibisyon etkinliği araştırılmıştır (Muthukumar ve ark. 2009). Sentezlenen türevlerin hepsinin beyaz petrol-su karışımlarında iyi inhibisyon sergiledikleri belirtilmiştir. En iyi inhibisyon etkinliğinin oleik asitten hazırlanan amid türevinde görüldüğü tespit edilmiştir. Söz konusu amid türevlerinin sentez basamağı **Şekil 2.1.17**'de verilmiştir:



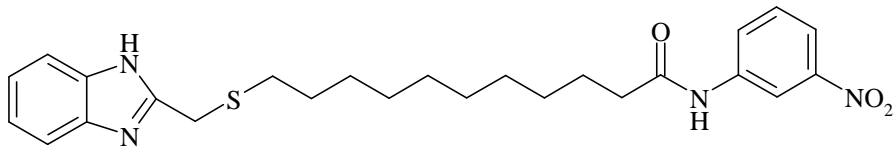
Şekil 2.1.17 1-aminoantrakinonun amid türevlerinin sentez basamağı

Aynı molekülde hem tiyo, hem de amino grubu içeren bileşiklerin sinerjistik bir etki sonucu daha iyi korozyon inhibisyonu sergiledikleri gözlenmiştir (Thompson ve ark. 1985). Sentezleri yapılan bu türden korozyon inhibitörlerin amid fonksiyonel grubu taşıyanlarına bazı örnekler **Şekil 2.1.18**'de verilmektedir:



Şekil 2.1.18 Sinerjist etkiyle daha iyi korozyon inhibisyonu sergileyen tiyo ve amino grubu içeren bileşikler

DIN EN 10130-99 normlarına sahip soğuk haddeli düşük karbon çeliğinin (0.07% C, 0.35% Mn, 0.015% P, 0.015% S) korozyonuna karşı inhibitörlük özellikleri araştırılan ve inhibitörlük sonuçları temas açısı ölçümleri ve optik profilometre görüntüleri ile desteklenen çalışmada kükürt içeren uzun zincirli benzimidazol serisi sentezlenmiştir (Yıldırım ve ark. 2013 a). 2-Benzimidazolmetantiol bileşiğinin 11-brom substitue aromatik undekanamidlerle reaksiyonu sonucu yüksek verimlerle sentezlenen bileşiklerin korozyon inhibisyon özellikleri 1.5 M H₂SO₄ ortamında incelenmiştir. **Şekil 2.1.19**'da sentezlenen bileşiklerden biri görülmektedir.



Şekil 2.1.19 11-[(1H-benzimidazol-2-ylmethyl)sulfanyl]-N-(3-nitrophenyl)undekanamide

Literatür taraması sonucunda amit türevlerinin metal korozyonunu önlemedeki etkinliğinin görülmesinin ardından, biz de bu doktora çalışması kapsamında, tezin “Giriş” bölümünde verildiği üzere, 9 farklı amit türevi sınıfından potansiyel korozyon inhibitör özellik taşıyan toplam 50 adet amit bileşimini, literatüre kazandırmak amacıyla sentezlemeyi hedefledik.

2.2 Amitlerin korozyonu önleme (inhibe) mekanizması

Korozyon inhibitörleri, “metalik malzemelerin içinde buldukları ortamın etkisiyle, kimyasal ve elektrokimyasal reaksiyonlar sonucunda fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikleri kapsamında değişime uğramalarıdır” (Görenler 2007) şeklinde literatürde tanımlanan metal korozyonuna karşı mücadele veren kimyasal maddelerdir. Korozyon inhibitörleri, ortama az miktarda eklendiği zaman metalin bulunduğu ortam ile tepkimesini etkin olarak denetler, azaltır ya da önlerler. İnhibitörler genelde metal yüzeyine adsorbe olarak koruyucu bir film tabakası oluştururlar ve böylece anot, katot ya da hem anot hem de katot tepkimelerinin hızlarını azaltarak korozyon hızını yavaşlatırlar. Korozyon hızını azaltırken anodik veya katodik polarizasyon davranışını değiştirirler, iyonların metal yüzeyine difüzyonunu azaltırlar ve metal yüzeyinin elektriksel direncini artırır (Roberge 2000). Korozyona karşı mücadele veren bu kimyasal maddeler, ortamda çözünerek veya disperse olarak etkinlik gösterirler (Papavinasam 2000).

Korozyona karşı etkinlik gösteren organik inhibitörlerin yapısında, amitlerde bulunan N ile O dışında S, Se veya P gibi heteroatomlar bulunurlar. Bu heteroatomlar sayesinde metal yüzeyine fiziksel adsorpsiyon (elektrostatik) veya kimyasal adsorpsiyon ile adsorbe olurlar. Organik inhibitörlerde yer alan heteroatomların p-orbitalleri ile metal yüzeyi atomlarının d-orbitalleri arasında gerçekleşen olası etkileşim adsorbsiyon olayına neden olmakta ve bu sayede de inhibitörler metal yüzeyinde koruyucu film tabakası oluşturmaktadır. Bu etkileşimden dolayı adsorbsiyon olayının fonksiyonel grupların fizikokimyasal özelliklerine ve heteroatomların (donör atom) elektron yoğunluğuna bağlı olduğu sonucu çıkarılabilir (Khamis 1990, Bentiss ve ark. 2000).

Bir bileşimin, inhibitör olarak kullanılabilmesi için aşağıda verilen şartları sağlaması gerekmektedir (Papavinasam 2000):

- Korozyon inhibitörü amaçlı kullanılacak olan organik bileşikler metalin de içinde bulunduğu korozif ortamda kolayca çözünebilmeli veya disperse olabilmelidir
- Sistemin içinde bulunduğu şartlarda metal yüzeyine adsorbe olabilmelidir
- İnhibitörün kendisi korozif olmamalı ve ortamdaki diğer türlerle kimyasal etkileşime girmemelidir yani kimyasal ve fiziksel açıdan kararlı olmalıdır
- İnhibitör olarak kullanılacak kimyasal maddeler istenen inhibitörlük etkisini düşük derişimlerde (ppm mertebesinde) verebilme özelliklerine sahip olmalıdır.

Yukarıda belirtilen şartları sağlayan bir inhibitörün korozyonu önleme etkinliği aşağıdaki eşitlikle belirlenmektedir:

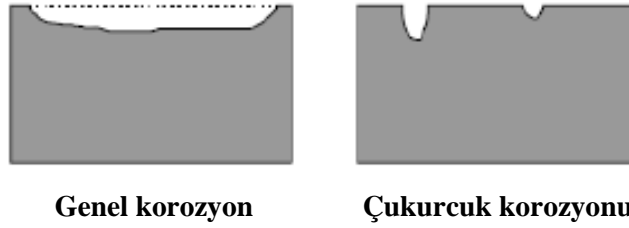
$$(IE) = \frac{W_o - W}{W_o} \times 100$$

Burada, (IE): Yüzde inhibisyon etkinliğini, W_o : Metal örneğinin inhibitör yokluğundaki kütle kaybını, W: Metal örneğinin inhibitör eklendiğindeki kütle kaybını göstermektedir. Pratik ve etkili korozyon testleri için laboratuvarlarda genelde metal kuponlarda veya elektrotlarda kütle kaybı ölçümleri yapılır. Kütle kaybı ölçümleri gravimetrik olarak veya dolaylı yoldan elektrokimyasal ölçümlerle yapılmaktadır (Yıldırım 2009).

2.3 Korozyon inhibitörlerinin inhibe ettiği korozyon türleri

Literatürde çok sayıda korozyon türü (genel korozyon, galvanik korozyon, aralık korozyon, çukurcuk korozyonu, taneler arası korozyon, seçimli korozyon, erozyon korozyonu, gerilmeli korozyon çatlaması vb.) bilinmekle birlikte (Üneri 1998), yapılan literatür taramaları sonucunda **Bölüm 2.1**'deki literatür çalışmalarında verilen amid

fonksiyonel gruplu organik bileşiklerde olduğu gibi, genel anlamda amid bileşiklerinin çoğunun, korozif ortamın doğasına da bağlı olarak, korozyon türlerinden genel korozyon ve çukurcuk korozyonuna (**Şekil 2.3.1**) karşı etkinlik gösterdiği tespit edilmiştir. Bu bağlamda, bu tez çalışmasında sentezlenmesi planlanan amid türevlerinin de bu iki korozyon türüne karşı inhibisyon etkinliklerinin hangi şartlarda ne ölçüde olduğunun incelenmesi hedeflenmiştir.



Şekil 2.3.1 Genel korozyon ile çukurcuk korozyonunun şekilsel görünümü

Kaynak: Roberge, Handbook of Corrosion Engineering 2000, s. 334

Şekil 2.3.1'de görüldüğü üzere genel korozyonda, geniş bir yüzey ya da bütün yüzeyin her yanında kimyasal ya da elektrokimyasal tepkimenin aynı biçimde gelişmesi sonucu metal yüzeyi her yanda aynı biçimde aşınmaktadır. Genel korozyon, en çok rastlanan ve düşük pH ortamlarında görülen bir korozyon türüdür. Buna karşın, çukurcuk korozyonu, genellikle halojenür iyonlarını içeren nötr ortamlarda görülen ve meydana gelen korozyon neticesinde metal yüzeyinde delikçikler ve çukurcukların oluştuğu bir korozyon türüdür. Bu bilgiler ışığında, amid fonksiyonel grubu içeren organik inhibitörlerin asidik korozif ortamda genel korozyona, korozifliği sudan kaynaklı olan mineral yağ-su korozif ortamında ise çukurcuk korozyonuna karşı mücadele verdikleri sonucu ortaya çıkmaktadır. Ortaya çıkan bu durumdan kaynaklı olarak da bu tez çalışmasında, asidik ortamda test edilmek üzere sentezlenen katyonik yapıli amid türevi bileşiklerin genel korozyona, mineral yağ-su ortamında test etmek üzere sentezlenen katyonik olmayan amid türevlerinin ise çukurcuk korozyonuna karşı etkin olup olmadıkları araştırılmıştır.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

3.1.1. Çalışmada kullanılan cihazlar

3.1.1.1. NMR spektrometresi

Bu çalışmada, sentezlenen bileşiklerin ^1H -NMR spektrumları Varian Mercury Plus (400 MHz) marka cihazda, ^{13}C -NMR spektrumları ise Varian 400 MR marka cihazda alındı

3.1.1.2. FT-IR spektrometresi

Bu çalışmada sentezlenen bileşiklerin FT-IR spektrumları, Thermo Nicolet 6700 FT-IR marka spektrometre ile alındı.

3.1.1.3. Elementel analiz cihazı

Bu çalışmada sentezlenen bileşiklerin elementel C,H,N yüzdeleri tayini, CHNS-932 (LECO) marka elementel analiz cihazında gerçekleştirildi.

3.1.1.4. Temas açısı ölçüm cihazı

Bu çalışmada sentezlenen ve korozif ortamdaki inhibisyon mekanizmalarını açıklamada destek olması bakımından bazı bileşiklerin metal yüzeyindeki temas açıları ölçümleri KSV Instrument Attension Optical Tensiometers Theta Lite cihazı ile gerçekleştirildi.

3.1.1.5. Optik profilometre cihazı

Bu çalışmada sentezlenen bazı bileşiklerin korozif ortamdaki testlerin ardından inhibisyon etkinliği sonuçlarını desteklemek amacıyla metalin yüzey görüntüsünü 3

boyutlu olarak veren profilometre görüntüleri Zeta-20 True Color 3D Optical Profiler (Zeta Instruments, CA, USA) cihazı ile elde edildi.

3.1.1.6. SEM analizi cihazı

Bu çalışmada sentezlenen bazı bileşiklerin korozif ortamdaki testlerin ardından inhibisyon etkinliği sonuçlarını desteklemek amacıyla metal yüzeyinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile elde edilen görüntüleri CARL ZEISS EVO 40 marka cihaz ile alındı.

3.1.1.7. Erime noktası tayin cihazı

Bu çalışmada sentezlenen katı bileşiklerin erime noktaları, BÜCHI B-540 marka erime noktası tayin cihazı ile kaydedildi.

3.1.1.8. Elektrikli ısıtıcı ve elektronik termometre

Bu çalışmada organik korozyon inhibitörlerin sentezleri ve parafin esaslı mineral yağ ortamındaki korozyon testleri esnasında kullanılan gliserin banyosu, Heidolph MR 3001K marka ısıtıcı ile ısıtıldı ve sıcaklık kontrolü Heidolph EKT 3001 marka elektronik termometre ile sağlandı.

3.1.2. Çalışmada kullanılan reaktifler ve çözücüler

3.1.2.1. Merck reaktifleri ve çözücüleri

<u>Katalog No:</u>	<u>Madde adı:</u>
100012	Aseton
822265	Kloroform
822271	Diklorometan
111727	Etanol
104368	Hekzan
108114	Tetrahidrofur
822277	Etil asetat
101775	Petrol eteri
822275	N,N-Dimetilformamid
808352	Trietilamin
108323	Toluen
100926	Dietil eter
106523	Sodyum iyodür
804311	4-Hidroksi asetofenon
822283	Metanol
820293	Sodyum klorasetat
105033	Potasyum hidroksit
108510	Vanillin
822286	Sodyum sülfat
806917	Oktilamin
803527	Dodesilamin
808154	Tiyonil klorür
100314	Hidroklorik asit (% 37)
196604	Hidrobromik asit (% 47)
100731	Sülfürik asit (% 95-97)
803462	1-Dodekanol
808146	1-Tetradekanol

806373	Sodyum borhidrür
104928	Potasyum karbonat
106462	Sodyum hidroksit
105554	Silika gel 60 F252 (TLC için)
802411	Klorasetil klorür
818329	5-Bromvalerik asit
841242	6-Bromhekzanoik asit
801756	Benzaldehit
818710	Üre
818591	Tiyüre
113358	Asetonitril

3.1.2.2. Fluka-Riedel reaktifleri ve çözücüleri

<u>Katalog No:</u>	<u>Madde adı:</u>
82703	Piridin
74722	1-Oktadekanol
16050	Brom
52300	Hekzadesilamin

3.1.2.3. Aldrich reaktifleri ve çözücüleri

<u>Katalog No:</u>	<u>Madde adı:</u>
165816	11-Bromundekanoik asit
D2404	Desilamin
T10200	Tetradesilamin

3.1.2.4. Teknik saflıktaki reaktifler ve çözücüler

Kalsiyum klorür	Sodyum bikarbonat
Petrol eteri	Hekzan
Etil asetat	

3.1.3. Korozyon testlerinde kullanılan metal ve özellikleri

3.1.3.1. Asidik ortamda yapılan testlerde kullanılan metal plakalar ve özellikleri

Gravimetrik ölçümlerde kullanılan metal plakalar, düşük karbon içerikli soğuk haddelenmiş çelikten hazırlandı ve DIN EN 10130 (Anonim 2007) normuna uygun olup bileşimi % 0.07 (C), % 0.35 (Mn), % 0.015 (P), % 0.015 (S)' dir. Plakalar dikdörtgen şeklinde ve 0.1 cm kalınlığında, 2.2 cm genişliğinde ve 5.0 cm uzunluğunda olacak şekilde kesildi.

3.1.3.2. Mineral yağ ortamında yapılan testlerde kullanılan metal çubuk, bileşimi ve özellikleri

TS standardında (Anonim 1999) belirtilen özellikte seçilen metal çubuk silindirik olup, 7 cm uzunluğunda ve 1.1 cm çapındadır. Metal çubuğun element bileşimi şöyledir: Element = % (m/m): C = (0.15 – 0.20), Mn = (0.60 – 0.90), P = (en fazla 0.040), S = (en fazla 0.050), Si = (en fazla 0.10), Pb = (0.15 – 0.35).

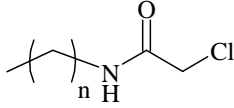
3.1.3.3. Mineral yağ ortamında yapılan testlerde kullanılan yağ, bileşimi ve özellikleri

Ürün ismi: *Spindle base oil* (Bu ürün sadece İzmir Rafinerisinde üretilmektedir), Parafin: % 70 – 72, Olefin: % 0, Naften: % 18 – 20, Aromatik: % 10 – 12, parlama noktası (min): 180 °C, akma noktası (max): - 15 °C, viskozite indeksi (min): 95, sediment ve su (% vol): eser miktarda, toplam asit sayısı (mg KOH / g, max): 0.1, sülfür: korozyon yapıcı olmayan ağır aromatik sülfürler.

3.2. Yöntem

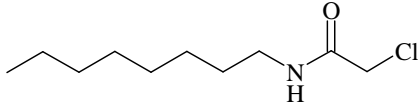
3.2.1. Korozyon inhibitörlerinin sentez prosedürleri

3.2.1.1. 2-Klor-N-alkil asetamid (1a-e) sentezi



$$n = 7, 9, 11, 13, 15$$

3.2.1.1.1. 2-Klor-N-oktil asetamid (1a) sentezi

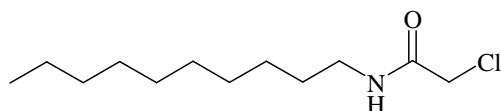


1a-e bileşiklerinin sentezi ilgili bileşikler için literatürde verilen prosedürlere (Tam-Chang ve ark. 1995, van Esch ve ark. 1995) benzer şekilde sentezlendi. Çift boyunlu balona 6.46 g (50 mmol) oktilamin ile 10.5 mL (75 mmol) trietilamin konuldu ve üzerine çözücü olarak diklorometan ilave edilerek çözünmesi sağlandı. Çözeltinin bulunduğu bu çift boyunlu balon buz banyosuna konuldu ve birkaç dakika buz banyosunda karıştırılarak karışımın soğuması sağlandı. Diğer taraftan, damlatma hunisinde 6.0 ml (75 mmol) klorasetil klorürün diklorometandaki çözeltisi hazırlandı ve damlatma hunisi çift boyunlu balonun yan boynuna takılarak buz banyosunda soğutulan reaksiyon karışımına yavaşça damlatıldı. İlave işleminin ardından reaksiyon karışımı oda sıcaklığında yaklaşık 4 saat karıştırıldı ve hemen ardından yarım saat süreyle de kalsiyum klorür tüpü takılı geri soğutucu altında sıcak su banyosunda karıştırıldı. Oda sıcaklığına soğutulan reaksiyon karışımı önce su, sonra % 5'lik NaHCO₃ çözeltisi ile yıkandı. Yıkama işlemlerinin ardından organik faz Na₂SO₄ ile kurutuldu, sodyum sülfat süzüldü ve kurutulan organik fazdaki çözücü (diklorometan) rotary evaporatörde uçuruldu. Elde edilen açık kahverengimsi katı petroleteri ile kristallendirildi. Verim = 3.9 g % 38, EN = 39 – 40 °C.

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 6.61 (t, 1H, HNC=O), 4.05 (s, 2H, $\text{O=CCH}_2\text{Cl}$), 3.29 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.54 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.35-1.26 (m, 14H, $-(\text{CH}_2)_5-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 165.76 ($\text{NH-CO-CH}_2\text{Cl}$), 42.72 ($\text{NH-CO-CH}_2\text{Cl}$), 39.93 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 31.78 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.33 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.21 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_3\text{-NH-CO}$), 29.18 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_4\text{-NH-CO}$), 26.84 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_5\text{-NH-CO}$), 22.65 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_6\text{-NH-CO}$), 14.10 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_7\text{-NH-CO}$) ppm.

3.2.1.1.2. 2-Klor-N-desil asetamid (1b) sentezi

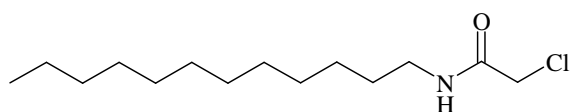


Yukarıda (1a) için verilen yöntemle hazırlandı. Açık kahverenkli katı olarak % 75 verimle elde edildi. EN = 54–55 °C.

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 6.58 (t, 1H, HNC=O), 4.03 (s, 2H, $\text{O=CCH}_2\text{Cl}$), 3.28 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.52 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.34-1.20 (m, 14H, $-(\text{CH}_2)_7-$), 0.86 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 165.69 ($\text{NH-CO-CH}_2\text{Cl}$), 42.68 ($\text{NH-CO-CH}_2\text{Cl}$), 39.88 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 31.85 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.47 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.29 (2C, $\text{(CH}_2)_2\text{-(CH}_2)_3\text{-NH-CO}$), 29.26 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_5\text{-NH-CO}$), 29.21 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_6\text{-NH-CO}$), 26.80 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_7\text{-NH-CO}$), 22.65 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_8\text{-NH-CO}$), 14.08 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_9\text{-NH-CO}$) ppm

3.2.1.1.3. 2-Klor-N-dodesil asetamid (1c) sentezi

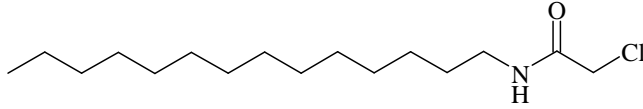


Yukarıda (**1a**) için verilen yöntemle hazırlandı. Açık kahverenkli katı olarak % 79 verimle elde edildi. EN = 62–64 °C. (lit. EN 53–54 °C, Tam-Chang ve ark. 1995)

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 6.60 (t, 1H, HNC=O), 4.05 (s, 2H, $\text{O=CCH}_2\text{Cl}$), 3.30 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.54 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.35-1.22 (m, 14H, $-(\text{CH}_2)_9-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 165.71 ($\text{NH-CO-CH}_2\text{Cl}$), 42.67 ($\text{NH-CO-CH}_2\text{Cl}$) 39.89 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 31.88 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.61 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.54 (2C, $(\text{CH}_2)_2\text{-(CH}_2)_3\text{-NH-CO}$), 29.48 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_5\text{-NH-CO}$), 29.32 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_6\text{-NH-CO}$), 29.29 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_7\text{-NH-CO}$), 29.21 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_8\text{-NH-CO}$), 26.80 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_9\text{-NH-CO}$), 22.66 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_{10}\text{-NH-CO}$), 14.09 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_{11}\text{-NH-CO}$) ppm

3.2.1.1.4. 2-Klor-N-tetradesil asetamid (**1d**) sentezi

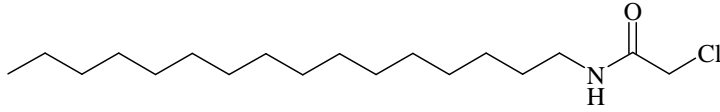


Yukarıda (**1a**) için verilen yöntemle hazırlandı. Açık kahverenkli katı olarak % 79 verimle elde edildi. EN = 70–71°C.

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 6.60 (t, 1H, HNC=O), 4.05 (s, 2H, $\text{O=CCH}_2\text{Cl}$), 3.30 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.55 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.35-1.22 (m, 14H, $-(\text{CH}_2)_{11}-$), 0.89 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 165.70 ($\text{NH-CO-CH}_2\text{Cl}$), 42.68 ($\text{NH-CO-CH}_2\text{Cl}$) 39.89 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 31.90 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.67 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.64 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_3\text{-NH-CO}$), 29.63 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_4\text{-NH-CO}$), 29.61 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_5\text{-NH-CO}$), 29.55 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_6\text{-NH-CO}$), 29.48 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_7\text{-NH-CO}$), 29.34 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_8\text{-NH-CO}$), 29.30 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_9\text{-NH-CO}$), 29.22 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{10}\text{-NH-CO}$), 26.81 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{11}\text{-NH-CO}$), 22.67 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_{12}\text{-NH-CO}$), 14.11 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_{13}\text{-NH-CO}$) ppm

3.2.1.1.5. 2-Klor-N-hekzadesil asetamid (1e) sentezi

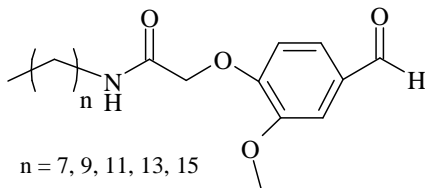


Yukarıda (1a) için verilen yöntemle hazırlandı. Açık kahverengi katı olarak % 75 verimle elde edildi. EN = 77–78 °C.

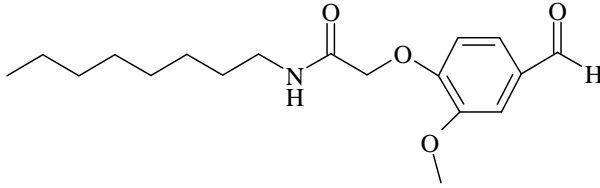
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 6.59 (t, 1H, HNC=O), 4.05 (s, 2H, $\text{O=CCH}_2\text{Cl}$), 3.30 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.54 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.35-1.22 (m, 14H, $-(\text{CH}_2)_{13}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 165.72 ($\text{NH-CO-CH}_2\text{Cl}$), 42.71 ($\text{NH-CO-CH}_2\text{Cl}$), 39.92 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 31.94 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.70 (4C, $(\text{CH}_2)_4\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.68 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_6\text{-NH-CO}$), 29.65 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_7\text{-NH-CO}$), 29.58 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_8\text{-NH-CO}$), 29.51 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_9\text{-NH-CO}$), 29.38 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{10}\text{-NH-CO}$), 29.33 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{11}\text{-NH-CO}$), 29.25 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{12}\text{-NH-CO}$), 26.84 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{13}\text{-NH-CO}$), 22.71 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_{14}\text{-NH-CO}$), 14.14 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_{15}\text{-NH-CO}$) ppm

3.2.1.2. N-Alkil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid' lerin (2a-e) sentezi



3.2.1.2.1. N-Oktil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (2a) sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonuna 1.1 g (7.29 mmol) vanilin (4-hidroksi-3-metoksi benzaldehit), 2.02 g (14.58 mmol) K_2CO_3 ve çözücü olarak 25 mL DMF konuldu ve birkaç dakika boyunca karıştırıldı. 1.50 g (7.29 mmol) 2-klor-N-oktil-asetamid reaksiyon karışımına ilave edildi ve reaksiyon balonu geri soğutucuya takılarak bir gece boyunca 65-70 °C' lik sıcak su banyosunda karıştırıldı. Reaksiyon bitiminde karışıma buzlu su eklendi ve kloroform ile ekstraksiyon işlemine tabi tutuldu. Organik faz (kloroform fazı) Na_2SO_4 ile kurutuldu, sodyum sülfat süzüldü ve organik fazdaki çözücü rotary evaporatörde uçuruldu. Geriye kalan ham ürün THF / petroleteri karışımı ile kristallendirildi (metanol / su karışımı ile de kristallendirilebilir). Verim: 1.53 g % 65, EN 86–87 °C.

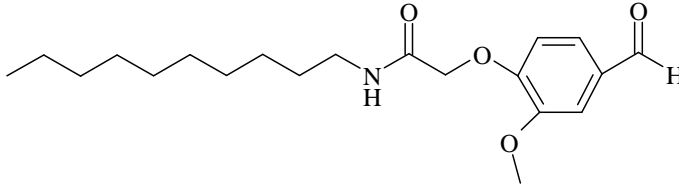
FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3279, 3074, 2968, 2926, 2863, 1683, 1654, 1589, 1550, 1510, 1468, 1428, 1406, 1288, 1273, 1228, 1143, 1028, 923, 861, 801, 736, 649 \text{ cm}^{-1}$.

1H NMR (400 MHz, $CDCl_3$): $\delta = 9.89$ (s, 1H, $-HC=O$), 7.48-7.45 (m, 2H, Ar-H), 6.98 (d, 1H, Ar-H), 6.79 (t, 1H, $HN-C=O$), 4.60 (s, 2H, $-CH_2O-$), 3.96 (s, 3H, CH_3O-), 3.34 (q, 2H, $-CH_2CH_2NH$), 1.54 (quin, 2H, $-CH_2CH_2CH_2NH$), 1.29-1.26 (m, 10H, $(CH_2)_5-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, $CDCl_3$): $\delta = 190.75$ (Ar-CHO), 167.29 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 152.09 (1C, ArC), 149.96 (1C, ArC), 131.44 (1C, ArC), 126.54 (1C, ArC), 113.21 (1C, ArC), 109.50 (1C, ArC), 68.50 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 55.96 (CH_3-O-Ar), 39.08 ($CH_2-NH-CO$), 31.73 ($CH_2-CH_2-NH-CO$), 29.42 ($CH_2-(CH_2)_2-NH-CO$), 29.26 ($CH_2-(CH_2)_3-NH-CO$), 29.16 ($CH_2-(CH_2)_4-NH-CO$), 26.77 ($CH_2-(CH_2)_5-NH-CO$), 22.57 ($CH_2-(CH_2)_6-NH-CO$), 14.05 ($CH_3-(CH_2)_7-NH-CO$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 67.26 (67.43); H, 8.47 (8.50); N, 4.36 (4.29); O, 19.91 (19.78).

3.2.1.2.2. *N*-Desil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (2b) sentezi



(2a)' nin hazırlanmasında kullanılan sentez prosedürüne göre beyaz renkli katı ürün % 42 verimle elde edildi. EN 94–95 °C.

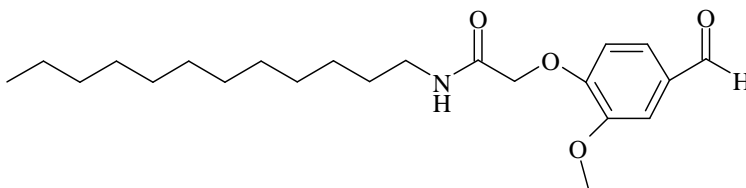
FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3287, 3077, 2956, 2925, 2850, 1690, 1654, 1589, 1550, 1509, 1470, 1433, 1408, 1280, 1274, 1226, 1164, 1141, 1027, 931, 866, 801, 735, 641 \text{ cm}^{-1}$.

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 9.89$ (s, 1H, $-\text{HC}=\text{O}$), 7.48-7.45 (m, 2H, Ar-H), 6.98 (d, 1H, Ar-H), 6.79 (t, 1H, $\text{HN}-\text{C}=\text{O}$), 4.60 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 3.96 (s, 3H, $\text{CH}_3\text{O}-$), 3.34 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.54 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.31-1.23 (m, 14H, $-(\text{CH}_2)_7-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 192.41$ (Ar- CHO), 168.90 (NH- $\text{CO}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{Ar}$), 153.73 (1C, ArC), 151.60 (1C, ArC), 133.08 (1C, ArC), 128.20 (1C, ArC), 114.83 (1C, ArC), 111.10 (1C, ArC), 70.14 (NH- $\text{CO}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{Ar}$), 57.62 ($\text{CH}_3-\text{O}-\text{Ar}$), 40.73 ($\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 33.50 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 31.17 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}-\text{CO}$), 31.14 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CO}$), 31.07 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_4-\text{NH}-\text{CO}$), 30.91 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_5-\text{NH}-\text{CO}$), 30.87 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{NH}-\text{CO}$), 28.45 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_7-\text{NH}-\text{CO}$), 24.29 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_8-\text{NH}-\text{CO}$), 15.74 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_9-\text{NH}-\text{CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 68.74 (68.62); H, 8.94 (8.91); N, 4.01 (3.97); O, 18.31 (18.50).

3.2.1.2.3. *N*-Dodesil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (2c) sentezi



(2a)'nın hazırlanmasında kullanılan sentez prosedürüne göre beyaz renkli katı ürün % 69 verimle elde edildi. EN 95–97 °C.

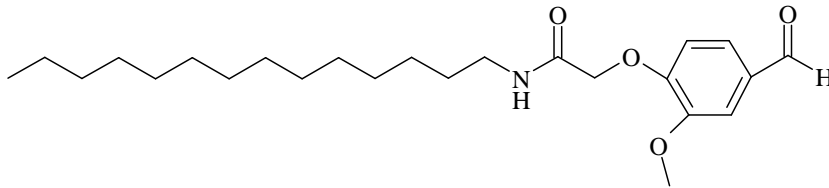
FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3289, 3076, 2955, 2924, 2850, 1690, 1658, 1589, 1549, 1509, 1470, 1433, 1409, 1285, 1273, 1226, 1163, 1141, 1028, 929, 866, 804, 737, 641 \text{ cm}^{-1}$.

$^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 9.88$ (s, 1H, $-\text{HC}=\text{O}$), 7.47-7.44 (m, 2H, Ar-H), 6.98 (d, 1H, Ar-H), 6.78 (s, 1H, $\text{HN}-\text{C}=\text{O}$), 4.59 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 3.95 (s, 3H, $\text{CH}_3\text{O}-$), 3.34 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.54 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.29-1.25 (m, 18H, $-(\text{CH}_2)_9-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

$^{13}\text{C NMR}$ (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 190.73$ (Ar- CHO), 167.24 (NH- $\text{CO}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{Ar}$), 152.09 (1C, ArC), 149.95 (1C, ArC), 131.43 (1C, ArC), 126.53 (1C, ArC), 113.19 (1C, ArC), 109.46 (1C, ArC), 68.50 (NH- $\text{CO}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{Ar}$), 55.95 ($\text{CH}_3-\text{O}-\text{Ar}$), 39.07 ($\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 31.87 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.61 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.59 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CO}$), 29.54 (2C, $(\text{CH}_2)_2-(\text{CH}_2)_4-\text{NH}-\text{CO}$), 29.42 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{NH}-\text{CO}$), 29.31 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_7-\text{NH}-\text{CO}$), 29.23 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_8-\text{NH}-\text{CO}$), 26.80 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_9-\text{NH}-\text{CO}$), 22.65 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CO}$), 14.09 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{11}-\text{NH}-\text{CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 69.99 (70.01); H, 9.34 (9.35); N, 3.71 (3.74); O, 16.95 (16.90).

3.2.1.2.4. N-Tetradesil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (2d) sentezi



(2a)'nın hazırlanmasında kullanılan sentez prosedürüne göre beyaz renkli katı ürün % 59 verimle elde edildi. EN 101–102 °C.

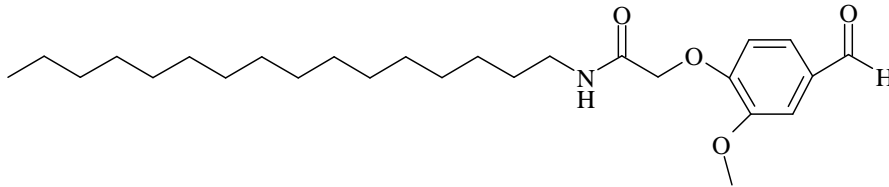
FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3286, 3071, 2955, 2924, 2848, 1734, 1691, 1657, 1589, 1549, 1509, 1469, 1433, 1408, 1287, 1273, 1226, 1163, 1141, 1056, 1027, 929, 803, 737, 689, 646 \text{ cm}^{-1}$. $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 9.89$ (s, 1H, $-\text{HC}=\text{O}$), 7.48-7.45 (m, 2H, Ar-H),

6.98 (d, 1H, Ar-H), 6.79 (t, 1H, HN-C=O), 4.60 (s, 2H, -CH₂O-), 3.96 (s, 3H, CH₃O-), 3.34 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.54 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.32-1.20 (m, 22H, -(CH₂)₁₁-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 190.77 (Ar-CHO), 167.29 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 152.11 (1C, ArC), 149.99 (1C, ArC), 131.48 (1C, ArC), 126.58 (1C, ArC), 113.23 (1C, ArC), 109.50 (1C, ArC), 68.54 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 56.00 (CH₃-O-Ar), 39.12 (CH₂-NH-CO), 31.92 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.70 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.68 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.66 (2C, (CH₂)₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.58 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.57 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.47 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 29.37 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.27 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 26.84 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 22.70 (CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 14.14 (CH₃-(CH₂)₁₁-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 71.07 (71.06); H, 9.69 (9.64); N, 3.45 (3.47); O, 15.79 (15.83).

3.2.1.2.5. N-Hekzadesil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (2e) sentezi



(2a)' nin hazırlanmasında kullanılan sentez prosedürüne göre beyaz renkli katı ürün % 65 verimle elde edildi. EN 99-101 °C.

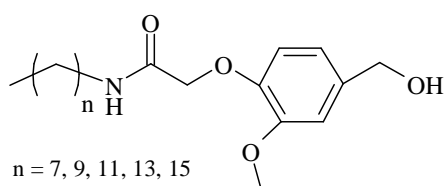
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3281, 3070, 2923, 2848, 1689, 1650, 1590, 1550, 1510, 1467, 1434, 1407, 1288, 1274, 1226, 1142, 1028, 929, 866, 804, 737, 647 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.88 (s, 1H, -HC=O), 7.47-7.44 (m, 2H, Ar-H), 6.98 (d, 1H, Ar-H), 6.78 (s, 1H, HN-C=O), 4.59 (s, 2H, -CH₂O-), 3.95 (s, 3H, CH₃O-), 3.34 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.53 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.29-1.24 (m, 26H, -(CH₂)₁₃-), 0.87 (t, 3H, CH₃) ppm.

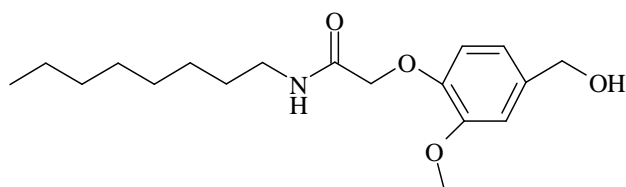
^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 190.76 (Ar-CHO), 167.28 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 152.12 (1C, ArC), 150.01 (1C, ArC), 131.49 (1C, ArC), 126.58 (1C, ArC), 113.23 (1C, ArC), 109.50 (1C, ArC), 68.54 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 56.00 (CH₃-O-Ar), 39.12 (CH₂-NH-CO), 31.93 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.70 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.67 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.59 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.58 (5C, (CH₂)₅-(CH₂)₅-NH-CO), 29.47 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 29.38 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 29.27 (CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 26.85 (CH₂-(CH₂)₁₃-NH-CO), 22.70 (CH₂-(CH₂)₁₄-NH-CO), 14.14 (CH₃-(CH₂)₁₅-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 72.02 (72.00); H, 10.00 (10.02); N, 3.23 (3.27); O, 14.76 (14.71).

3.2.1.3. *N*-Alkil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid' lerin (3a-e) sentezi



3.2.1.3.1. *N*-Oktil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (3a) sentezi



1.25 g (3.89 mmol) *N*-oktil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (**2a**) 100 mL' lik reaksiyon balonunda 15 mL etil alkol içerisinde çözüldü ve karışım buz banyosunda 0-5 °C' ye soğutuldu. Soğutulan karışıma 0.30 g (7.78 mmol) NaBH₄ kısımlar halinde yavaşça ilave edildi ve ardından buz banyosu kaldırılarak reaksiyon karışımının oda sıcaklığına gelmesi sağlandı. Oda sıcaklığında 3 saat boyunca karıştırıldı ve sürenin sonunda etil alkol vakum altında uçuruldu. Elde edilen yağimsı ürün etil asetat içerisinde çözüldü ve su ile iyice yıkandıktan sonra organik faz sodyum sülfat ile kurutuldu. Etil asetat vakum altında uçurulduktan sonra sarı renkli yağimsı ürün elde edildi. Verim 1.12 g, % 89.

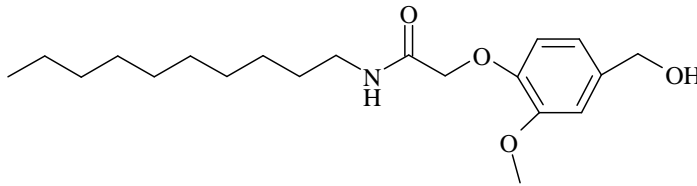
IR (ATR): $\bar{\nu}$ = 3352, 3083, 3006, 2954, 2924, 2855, 1654, 1595, 1542, 1509, 1463, 1421, 1373, 1253, 1220, 1156, 1134, 1031, 930, 854, 808, 734, 720 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 6.99 (d, 1H, Ar-H), 6.89 (d, 1H, Ar-H), 6.88 (s, 1H, Ar-H), 6.86 (s, 1H, HN-C=O), 4.65 (d, 2H, CH₂-OH), 4.53 (s, 2H, -CH₂O-), 3.91 (s, 3H, CH₃O-), 3.32 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.69 (t, 1H, CH₂-OH), 1.55-1.51 (m, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.31-1.26 (m, 10H, -(CH₂)₅-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 168.65 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 149.65 (1C, ArC), 146.54 (1C, ArC), 136.18 (1C, ArC), 119.50 (1C, ArC), 115.23 (1C, ArC), 110.88 (1C, ArC), 69.64 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 64.86 (Ar-CH₂-OH), 55.79 (CH₃-O-Ar), 39.08 (CH₂-NH-CO), 31.79 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.45 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.15 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.22 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 26.87 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 22.65 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 14.10 (CH₃-(CH₂)₇-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 66.84 (66.80); H, 9.04 (9.09); N, 4.33 (4.29); O, 19.79 (19.82).

3.2.1.3.2. *N*-Desil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**3b**) sentezi



1.15 g (3.29 mmol) *N*-desil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (**2b**) 100 mL' lik reaksiyon balonunda 15 mL etil alkol içerisinde çözüldü ve karışım buz banyosunda 0-5 °C' ye soğutuldu. Soğutulan karışıma 0.25 g (6.58 mmol) NaBH₄ kısımlar halinde yavaşça ilave edildi ve ardından buz banyosu kaldırılarak reaksiyon karışımının oda sıcaklığına gelmesi sağlandı. Oda sıcaklığında 3 saat boyunca karıştırıldı ve sürenin sonunda etil alkol vakum altında uçurulduktan sonra kalıntıya soğuk su ilave edildi. Elde edilen beyaz katı vakum altında süzülüp oda koşullarında kurutulduktan sonra metanol / su karışımı ile kristallendirildi. Verim 1.0 gr % 87, E.N 57–59 °C.

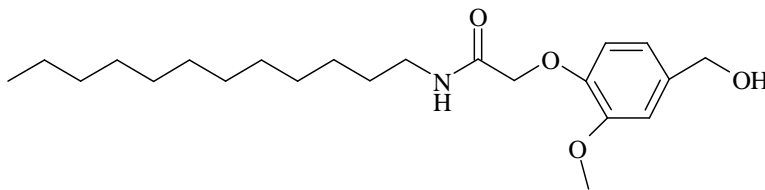
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3461, 3418, 3225, 2962, 2923, 2850, 1669, 1597, 1545, 1520, 1466, 1433, 1420, 1374, 1332, 1269, 1232, 1188, 1161, 1142, 1033, 1022, 857, 824, 723, 636, 550 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 6.99 (d, 1H, Ar-H), 6.90 (d, 1H, Ar-H), 6.88 (s, 1H, Ar-H), 6.85 (s, 1H, HN-C=O), 4.65 (d, 2H, CH₂-OH), 4.52 (s, 2H, -CH₂O-), 3.91 (s, 3H, CH₃O-), 3.32 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.79 (t, 1H, CH₂-OH), 1.56-1.50 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.32-1.22 (m, 14H, -(CH₂)₇-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 168.50 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 149.75 (1C, ArC), 146.69 (1C, ArC), 135.95 (1C, ArC), 119.56 (1C, ArC), 115.31 (1C, ArC), 110.89 (1C, ArC), 69.73 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 65.05 (Ar-CH₂-OH), 55.81 (CH₃-O-Ar), 39.06 (CH₂-NH-CO), 31.89 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.57 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.55 (2C, (CH₂)₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.48 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 29.32 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 26.87 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 22.69 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 14.13 (CH₃-(CH₂)₉-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 68.34 (68.26); H, 9.46 (9.38); N, 3.98 (4.05); O, 18.21 (18.31).

3.2.1.3.3. *N*-Dodesil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**3c**) sentezi



(3b)' nin hazırlanmasında kullanılan sentez prosedürüne göre beyaz renkli katı ürün % 87 verimle elde edildi. EN 74–75 °C.

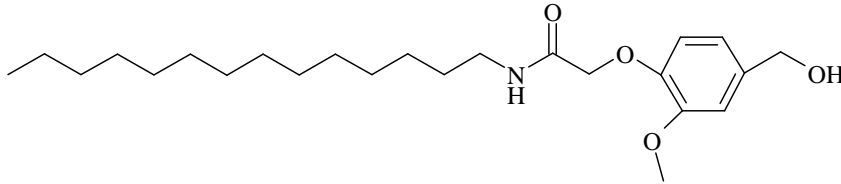
FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3464, 3417, 3277, 3075, 2920, 2850, 1668, 1597, 1547, 1520, 1466, 1434, 1420, 1373, 1333, 1269, 1232, 1161, 1143, 1062, 1033, 1022, 937, 856, 824, 723, 637, 551 \text{ cm}^{-1}$.

$^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 6.98$ (d, 1H, Ar-H), 6.87 (d, 1H, Ar-H), 6.86 (s, 1H, Ar-H), 6.84 (s, 1H, HN-C=O), 4.64 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-OH}$), 4.50 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O-}$), 3.89 (s, 3H, $\text{CH}_3\text{O-}$), 3.31 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.69 (s, 1H, $\text{CH}_2\text{-OH}$), 1.52 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.29-1.25 (m, 18H, $-(\text{CH}_2)_9-$), 0.87 (t, 3H, CH_3) ppm.

$^{13}\text{C NMR}$ (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 168.63$ (NH-CO- $\text{CH}_2\text{-O-Ar}$), 149.67 (1C, ArC), 146.57 (1C, ArC), 136.15 (1C, ArC), 119.51 (1C, ArC), 115.26 (1C, ArC), 110.90 (1C, ArC), 69.65 (NH-CO- $\text{CH}_2\text{-O-Ar}$), 64.89 (Ar- $\text{CH}_2\text{-OH}$), 55.79 ($\text{CH}_3\text{-O-Ar}$), 39.09 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 31.92 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.66 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.64 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_3\text{-NH-CO}$), 29.60 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_4\text{-NH-CO}$), 29.58 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_5\text{-NH-CO}$), 29.45 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_6\text{-NH-CO}$), 29.35 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_7\text{-NH-CO}$), 29.30 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_8\text{-NH-CO}$), 26.87 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_9\text{-NH-CO}$), 22.69 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{10}\text{-NH-CO}$), 14.14 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_{11}\text{-NH-CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 69.62 (69.64); H, 9.83 (9.86); N, 3.69 (3.70); O, 16.86 (16.80).

3.2.1.3.4. N-Tetradesil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (3d) sentezi



(3b)' nin hazırlanmasında kullanılan sentez prosedürüne göre beyaz renkli katı ürün % 83 verimle elde edildi. EN 84–86 °C.

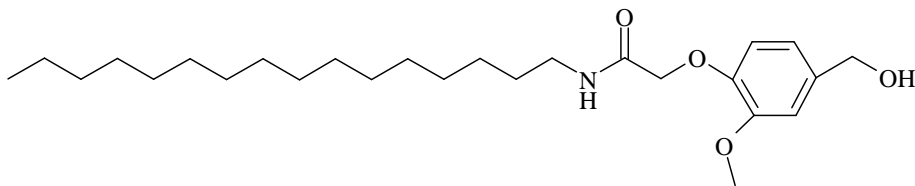
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3275, 3101, 3076, 2918, 2850, 1658, 1596, 1553, 1517, 1467, 1445, 1387, 1342, 1262, 1231, 1164, 1444, 1036, 1014, 1001, 935, 852, 804, 768, 735, 722, 637, 613 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 6.99 (d, 1H, Ar-H), 6.89 (d, 1H, Ar-H), 6.88 (s, 1H, Ar-H), 6.85 (s, 1H, HN-C=O), 4.65 (d, 2H, $\text{CH}_2\text{-OH}$), 4.53 (s, 2H, $\text{-CH}_2\text{O-}$), 3.91 (s, 3H, $\text{CH}_3\text{O-}$), 3.31 (q, 2H, $\text{-CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.74 (t, 1H, $\text{CH}_2\text{-OH}$), 1.55-1.50 (m, 2H, $\text{-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.32-1.23 (m, 22H, $\text{-(CH}_2\text{)}_{11}\text{-}$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 168.60 (NH-CO- $\text{CH}_2\text{-O-Ar}$), 149.68 (1C, ArC), 146.57 (1C, ArC), 136.19 (1C, ArC), 119.50 (1C, ArC), 115.26 (1C, ArC), 110.88 (1C, ArC), 69.67 (NH-CO- $\text{CH}_2\text{-O-Ar}$), 64.88 (Ar- $\text{CH}_2\text{-OH}$), 55.79 ($\text{CH}_3\text{-O-Ar}$), 39.07 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 31.93 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.70 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_2\text{-NH-CO}$), 29.69 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_3\text{-NH-CO}$), 29.67 (2C, $\text{(CH}_2\text{)}_2\text{-(CH}_2\text{)}_4\text{-NH-CO}$), 29.61 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_6\text{-NH-CO}$), 29.58 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_7\text{-NH-CO}$), 29.47 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_8\text{-NH-CO}$), 29.37 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_9\text{-NH-CO}$), 29.31 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{10}\text{-NH-CO}$), 26.88 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{11}\text{-NH-CO}$), 22.70 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{12}\text{-NH-CO}$), 14.14 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{13}\text{-NH-CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 70.72 (70.66); H, 10.14 (10.10); N, 3.44 (3.46); O, 15.70 (15.78).

3.2.1.3.5. N-Hekzadesil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (3e) sentezi



(3b)' nin hazırlanmasında kullanılan sentez prosedürüne göre beyaz renkli katı ürün % 87 verimle elde edildi. EN 81-83 °C.

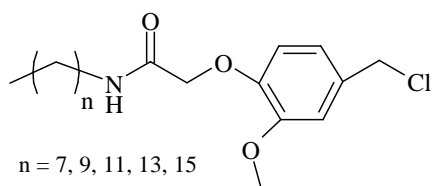
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3275, 3077, 2918, 2850, 1658, 1595, 1533, 1516, 1467, 1438, 1413, 1387, 1342, 1262, 1230, 1164, 1144, 1036, 1002, 934, 875, 853, 804, 770, 722, 618 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 6.98 (d, 1H, Ar-H), 6.88 (d, 1H, Ar-H), 6.87 (s, 1H, Ar-H), 6.85 (s, 1H, HN-C=O), 4.64 (d, 2H, $\text{CH}_2\text{-OH}$), 4.51 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 3.90 (s, 3H, $\text{CH}_3\text{O}-$), 3.31 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.61 (s, 1H, $\text{CH}_2\text{-OH}$), 1.52 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.30-1.25 (m, 26H, $-(\text{CH}_2)_{13}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

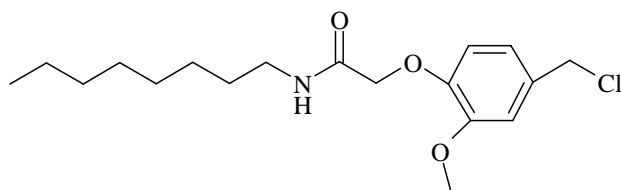
^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 168.57 (NH-CO- $\text{CH}_2\text{-O-Ar}$), 149.69 (1C, ArC), 146.59 (1C, ArC), 136.13 (1C, ArC), 119.50 (1C, ArC), 115.26 (1C, ArC), 110.88 (1C, ArC), 69.68 (NH-CO- $\text{CH}_2\text{-O-Ar}$), 64.91 (Ar- $\text{CH}_2\text{-OH}$), 55.79 ($\text{CH}_3\text{-O-Ar}$), 39.06 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 31.93 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.70 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.67 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_3\text{-NH-CO}$), 29.61 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_4\text{-NH-CO}$), 29.58 (5C, $\text{CH}_2)_5\text{-(CH}_2)_5\text{-NH-CO}$), 29.47 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{10}\text{-NH-CO}$), 29.37 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{11}\text{-NH-CO}$), 29.30 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{12}\text{-NH-CO}$), 26.87 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{13}\text{-NH-CO}$), 22.70 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{14}\text{-NH-CO}$), 14.14 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_{15}\text{-NH-CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 71,68 (71.64); H, 10.41 (10.40); N, 3.22 (3.23); O, 14.69 (14.73).

3.2.1.4. *N*-Alkil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid'lerin (4a-e) sentezi



3.2.1.4.1. *N*-oktil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (4a) sentezi



CaCl₂ kurutma tüpü ile korunmuş geri soğutucuya takılı çift boyunlu balona 1.12 g (3.46 mmol) *N*-oktil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksi-fenoksi]asetamid (**3a**) konuldu ve üzerine çözücü olarak diklorometan ilave edilerek çözünmesi sağlandı. Çözeltinin bulunduğu bu çift boyunlu balon buz banyosuna yerleştirildi ve birkaç dakika buz banyosunda karıştırılarak karışımın 0 C' ye soğuması sağlandı. Diğer taraftan, damlatma hunisinde 0.50 mL (6.92 mmol) tiyonil klorürün diklorometandaki çözeltisi hazırlandı ve çift boyunlu balonun yan boynundan buz banyosunda soğutulan reaksiyon karışımına yavaşça damlatıldı. Damlatma işleminin ardından reaksiyon karışımı oda sıcaklığında bir gece boyunca karıştırıldı ve karışım daha sonra önce 2 kez su ile akabinde 2 kez % 5'lik NaHCO₃ çözeltisi ile yıkandı. Organik faz Na₂SO₄ ile kurutuldu, sodyum sülfat süzüldü ve organik çözücü rotary evaporatörde uçuruldu. Geriye kalan kalıntı petroleteri / etil asetat karışımı ile kristallendirildi. Elde edilen beyaz renkli katının verimi 0.71 g % 60, E.N = 85-86 ° C.

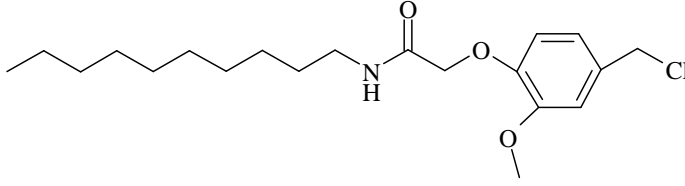
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3280, 3065, 2927, 2850, 1652, 1594, 1549, 1518, 1463, 1434, 1383, 1342, 1281, 1259, 1225, 1168, 1142, 1033, 929, 861, 808, 733, 686 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 6.96 (d, 1H, Ar-H), 6.92 (d, 1H, Ar-H), 6.86 (s, 1H, Ar-H), 6.84 (s, 1H, HN-C=O), 4.56 (s, 2H, CH₂-Cl), 4.53 (s, 2H, -CH₂O-), 3.91 (s, 3H, CH₃O-), 3.32 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.53 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.30-1.26 (m, 10H, -(CH₂)₅-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 168.17 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 149.70 (1C, ArC), 147.28 (1C, ArC), 132.25 (1C, ArC), 121.31 (1C, ArC), 114.97 (1C, ArC), 112.25 (1C, ArC), 69.46 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 55.83 (CH₃-O-Ar), 46.21 (Ar-CH₂-Cl), 39.02 (CH₂-NH-CO), 31.76 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.45 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.21 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.19 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 26.83 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 22.62 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 14.07 (CH₃-(CH₂)₇-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 63.24 (63.20); H, 8.26 (8.25); N, 4.10 (4.10).

3.2.1.4.2. *N*-desil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (4b) sentezi



(4a) için verilen yöntemle hazırlandı. Beyaz renkli katı olarak % 79 verimle elde edildi. EN 89–90 °C.

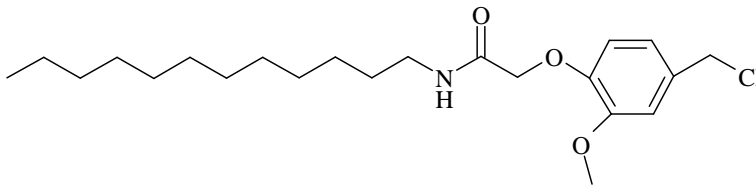
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3278, 3062, 2925, 2848, 1650, 1594, 1550, 1519, 1463, 1434, 1343, 1280, 1223, 1168, 1142, 1034, 927, 866, 809, 727, 678 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 6.96 (d, 1H, Ar-H), 6.92 (d, 1H, Ar-H), 6.86 (s, 1H, Ar-H), 6.84 (s, 1H, HN-C=O), 4.56 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Cl}$), 4.53 (s, 2H, $\text{-CH}_2\text{O-}$), 3.91 (s, 3H, $\text{CH}_3\text{O-}$), 3.32 (q, 2H, $\text{-CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.53 (quin, 2H, $\text{-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.32-1.22 (m, 14H, $\text{-(CH}_2\text{)}_7\text{-}$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 168.20 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 149.73 (1C, ArC), 147.30 (1C, ArC), 132.28 (1C, ArC), 121.34 (1C, ArC), 115.00 (1C, ArC), 112.28 (1C, ArC), 69.49 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 55.87 ($\text{CH}_3\text{-O-Ar}$), 46.24 (Ar-CH₂-Cl), 39.06 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 31.89 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.54 (2C, (CH_2)₂-(CH_2)₂-NH-CO), 29.48 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_4\text{-NH-CO}$), 29.32 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_5\text{-NH-CO}$), 29.29 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_6\text{-NH-CO}$), 26.87 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_7\text{-NH-CO}$), 22.69 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_8\text{-NH-CO}$), 14.12 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_9\text{-NH-CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 64.94 (64.90); H, 8.72 (8.75); N, 3.79 (3.74).

3.2.1.4.3. *N*-dodesil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (4c) sentezi



(4a) için verilen yöntemle hazırlandı. Beyaz renkli katı olarak % 72 verimle elde edildi. EN 93 °C.

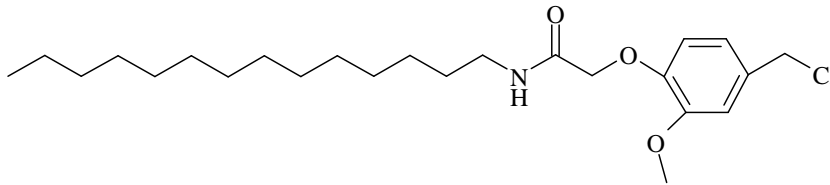
FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3279, 3064, 2956, 2924, 2848, 1650, 1560, 1519, 1463, 1434, 1336, 1280, 1227, 1169, 1143, 1034, 931, 862, 805, 735, 678 \text{ cm}^{-1}$.

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 6.96$ (d, 1H, Ar-H), 6.92 (d, 1H, Ar-H), 6.85 (s, 1H, Ar-H), 6.83 (s, 1H, HN-C=O), 4.55 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Cl}$), 4.52 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 3.90 (s, 3H, $\text{CH}_3\text{O}-$), 3.31 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.52 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.29-1.25 (m, 18H, $-(\text{CH}_2)_9-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 168.20$ (NH-CO- CH_2 -O-Ar), 149.73 (1C, ArC), 147.30 (1C, ArC), 132.28 (1C, ArC), 121.33 (1C, ArC), 115.00 (1C, ArC), 112.28 (1C, ArC), 69.49 (NH-CO- CH_2 -O-Ar), 55.86 (CH_3 -O-Ar), 46.24 (Ar- CH_2 -Cl), 39.05 (CH_2 -NH-CO), 31.92 (CH_2 - CH_2 -NH-CO), 29.66 (CH_2 -(CH_2) $_2$ -NH-CO), 29.64 (CH_2 -(CH_2) $_3$ -NH-CO), 29.59 (CH_2 -(CH_2) $_4$ -NH-CO), 29.57 (CH_2 -(CH_2) $_5$ -NH-CO), 29.48 (CH_2 -(CH_2) $_6$ -NH-CO), 29.35 (CH_2 -(CH_2) $_7$ -NH-CO), 29.29 (CH_2 -(CH_2) $_8$ -NH-CO), 26.87 (CH_2 -(CH_2) $_9$ -NH-CO), 22.69 (CH_2 -(CH_2) $_{10}$ -NH-CO), 14.13 (CH_3 -(CH_2) $_{11}$ -NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 66.39 (66.38); H, 9.12 (9.16); N, 3.52 (3.48).

3.2.1.4.4. N-tetradesil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (4d) sentezi



(4a) için verilen yöntemle hazırlandı. Beyaz renkli katı olarak % 87 verimle elde edildi. EN 97-98 °C

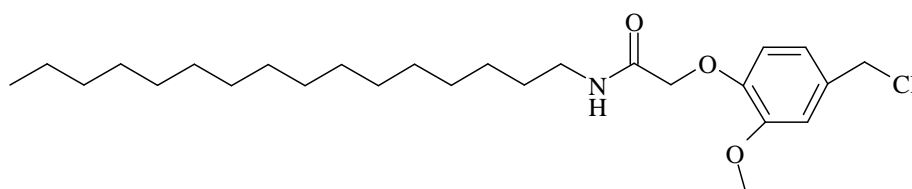
FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3279, 3062, 3018, 2957, 2924, 2848, 1657, 1594, 1549, 1519, 1462, 1433, 1343, 1281, 1256, 1224, 1192, 1168, 1142, 1034, 929, 862, 807, 726, 686, 613 \text{ cm}^{-1}$.

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 6.96 (d, 1H, Ar-H), 6.92 (d, 1H, Ar-H), 6.86 (s, 1H, Ar-H), 6.84 (s, 1H, HN-C=O), 4.57 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Cl}$), 4.53 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 3.91 (s, 3H, $\text{CH}_3\text{O}-$), 3.32 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.53 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.32-1.24 (m, 22H, $-(\text{CH}_2)_{11}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 168.19 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 149.73 (1C, ArC), 147.30 (1C, ArC), 132.28 (1C, ArC), 121.33 (1C, ArC), 115.00 (1C, ArC), 112.27 (1C, ArC), 69.49 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 55.86 (CH₃-O-Ar), 46.23 (Ar-CH₂-Cl), 39.05 (CH₂-NH-CO), 31.93 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.70 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.68 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.66 (2C, (CH₂)₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.60 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.57 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.48 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 29.37 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.29 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 26.87 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 22.70 (CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 14.13 (CH₃-(CH₂)₁₃-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 67.66 (67.57); H, 9.46 (9.49); N, 3.29 (3.21).

3.2.1.4.5. *N*-hekzadesil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**4e**) sentezi



(**4a**) için verilen yöntemle hazırlandı. Beyaz renkli katı olarak % 69 verimle elde edildi. EN 99–100 °C

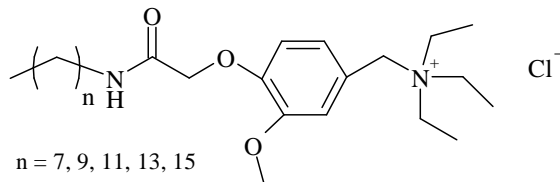
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3280, 3061, 2924, 2848, 1650, 1594, 1549, 1519, 1463, 1434, 1343, 1280, 1223, 1192, 1169, 1143, 1034, 929, 862, 808, 726, 687 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 6.96 (d, 1H, Ar-H), 6.92 (d, 1H, Ar-H), 6.85 (s, 1H, Ar-H), 6.84 (s, 1H, HN-C=O), 4.56 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Cl}$), 4.52 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 3.91 (s, 3H, $\text{CH}_3\text{O}-$), 3.32 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.53 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.29-1.25 (m, 26H, $-(\text{CH}_2)_{13}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

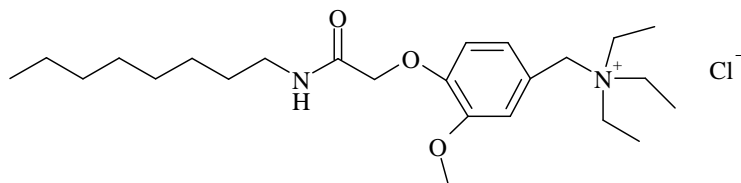
^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 168.19$ (NH-CO-CH₂-O-Ar), 149.73 (1C, ArC), 147.30 (1C, ArC), 132.28 (1C, ArC), 121.33 (1C, ArC), 115.00 (1C, ArC), 112.27 (1C, ArC), 69.49 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 55.85 (CH₃-O-Ar), 46.22 (Ar-CH₂-Cl), 39.05 (CH₂-NH-CO), 31.93 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.70 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.67 (5C, (CH₂)₅-(CH₂)₃-NH-CO), 29.60 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 29.57 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.48 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 29.37 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 29.29 (CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 26.87 (CH₂-(CH₂)₁₃-NH-CO), 22.70 (CH₂-(CH₂)₁₄-NH-CO), 14.13 (CH₃-(CH₂)₁₅-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 68.77 (68.78); H, 9.77 (9.74); N, 3.08 (3.08).

3.2.1.5. *N,N*-Dietyl-*N*-(3-metoksi-4-(2-(alkilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminyum klorür' lerin [5a-e_(VT1-5)] sentezi



3.2.1.5.1. *N,N*-dietyl-*N*-(3-metoksi-4-(2-(oktilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminyum klorür [5a_(VT1)] sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonuna, 0.35 g (1.02 mmol) *N*-oktil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**4a**), 0.56 mL (4.08 mmol) trietilamin ve çözücü olarak 15 mL asetonitril konuldu ve balondaki reaksiyon karışımı bir gece boyunca geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Reaksiyon sona erdiğinde (TLC ile kontrol) çözücü vakum altında uzaklaştırıldı ve ele geçen yağimsı kalıntıya dietil eter eklendi. Dietil eter ilavesi ile çöken ham ürün dietil eter / aseton karışımından kristallendirilerek beyaz renkli katı elde edildi. Verim 0.36 g % 80, EN 162–163 °C.

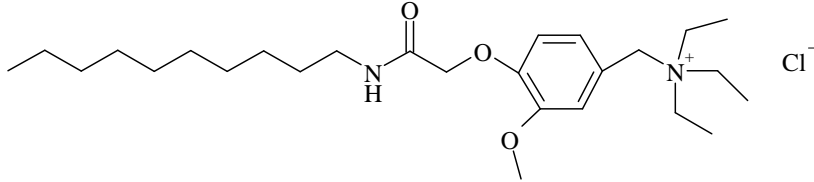
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3228, 3209, 3033, 3003, 2924, 2853, 1677, 1543, 1519, 1459, 1427, 1396, 1345, 1294, 1264, 1237, 1178, 1149, 1030, 890, 817, 795, 739, 723, 629, 572 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 7.66 (d, 1H, Ar-H), 6.99-6.95 (m, 2H, Ar-H), 6.87 (s, 1H, HN-C=O), 4.89 (s, 2H, ArCH₂-N⁺), 4.52 (s, 2H, -CH₂O-), 3.98 (s, 3H, CH₃O-), 3.46 (q, 6H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 3.33 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.55 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.47 (t, 9H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 1.31-1.27 (m, 10H, -(CH₂)₅-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 167.72 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 149.86 (1C, ArC), 148.72 (1C, ArC), 125.13 (1C, ArC), 121.69 (1C, ArC), 117.01 (1C, ArC), 114.54 (1C, ArC), 68.91 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 61.51 (CH₂-N⁺), 56.63 (CH₃-O-Ar), 53.04 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃), 39.14 (CH₂-NH-CO), 31.79 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.49 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.23 ((CH₂)₂-(CH₂)₃-NH-CO), 26.90 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 22.63 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 14.11 (CH₃-(CH₂)₇-NH-CO), 8.57 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 65.06 (65.07); H, 9.78 (9.74); N, 6.32 (6.31).

3.2.1.5.2. *N,N*-dietil-*N*-(3-metoksi-4-(2-(desilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminyum klorür [5b**_(VT2)] sentezi**



5a_(VT1) için verilen yöntemle hazırlandı. Beyaz renkli katı olarak % 91 verimle elde edildi. EN 166-167 °C

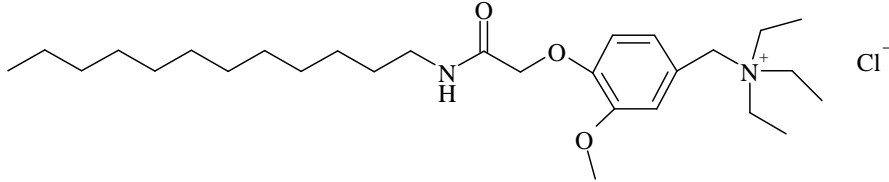
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3179, 3048, 3032, 2925, 2851, 1677, 1607, 1558, 1520, 1463, 1397, 1345, 1296, 1264, 1240, 1196, 1179, 1149, 1031, 899, 817, 796, 739, 578 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 7.66 (d, 1H, Ar-H), 7.00-6.95 (m, 2H, Ar-H), 6.84 (s, 1H, HN-C=O), 4.91 (s, 2H, ArCH₂-N⁺), 4.52 (s, 2H, -CH₂O-), 3.97 (s, 3H, CH₃O-), 3.46 (q, 6H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 3.33 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.55 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.47 (t, 9H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 1.31-1.24 (m, 14H, -(CH₂)₇-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 167.71 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 149.86 (1C, ArC), 148.72 (1C, ArC), 125.12 (1C, ArC), 121.72 (1C, ArC), 117.07 (1C, ArC), 114.54 (1C, ArC), 68.93 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 61.54 (CH₂-N⁺), 56.64 (CH₃-O-Ar), 53.05 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃), 39.15 (CH₂-NH-CO), 31.87 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.58 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.55 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.51 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.30 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 29.29 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 26.91 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 22.67 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 14.13 (CH₃-(CH₂)₉-NH-CO), 8.59 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 66.29 (66.27); H, 10.06 (10.02); N, 5.95 (5.91).

3.2.1.5.3. *N,N*-dietyl-*N*-(3-metoksi-4-(2-(dodesilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminyum klorür [5c_(VT3)] sentezi



5a_(VT1) için verilen yöntemle hazırlandı. Beyaz renkli katı olarak % 50 verimle elde edildi. EN 158–159 °C

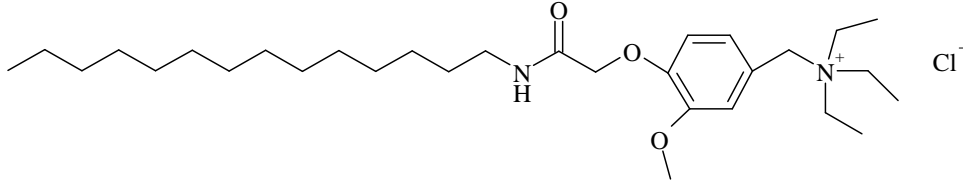
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3233, 3210, 3032, 2931, 2851, 2740, 2677, 2492, 1677, 1545, 1520, 1468, 1397, 1363, 1345, 1265, 1239, 1177, 1149, 1100, 1077, 1032, 931, 894, 845, 823, 796, 743, 571 cm^{-1} .

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 7.64 (d, 1H, Ar-H), 6.98 (d, 1H, Ar-H), 6.93 (d, 1H, Ar-H), 6.85 (s, 1H, HN-C=O), 4.89 (s, 2H, ArCH₂-N⁺), 4.49 (s, 2H, -CH₂O-), 3.95 (s, 3H, CH₃O-), 3.46 (q, 6H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 3.32 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.53 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.39 (t, 9H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 1.29-1.24 (m, 18H, -(CH₂)₉-), 0.85 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 167.74 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 149.89 (1C, ArC), 148.74 (1C, ArC), 125.11 (1C, ArC), 121.67 (1C, ArC), 116.97 (1C, ArC), 114.58 (1C, ArC), 68.91 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 61.51 (CH₂-N⁺), 56.65 (CH₃-O-Ar), 53.05 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃), 39.16 (CH₂-NH-CO), 31.91 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.65 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.63 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.61 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.58 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 29.51 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.34 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.29 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 26.91 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 22.68 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 14.13 (CH₃-(CH₂)₁₁-NH-CO), 8.55 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃) ppm.

Elementer Analiz [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 67.37 (67.37); H, 10.30 (10.32); N, 5.61 (5.63).

3.2.1.5.4. *N,N*-dietyl-*N*-(3-metoksi-4-(2-(tetradesilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminyum klorür [5d_(VT4)] sentezi



5a_(VT1) için verilen yöntemle hazırlandı. Beyaz renkli katı olarak % 88 verimle elde edildi. EN 148–150 °C

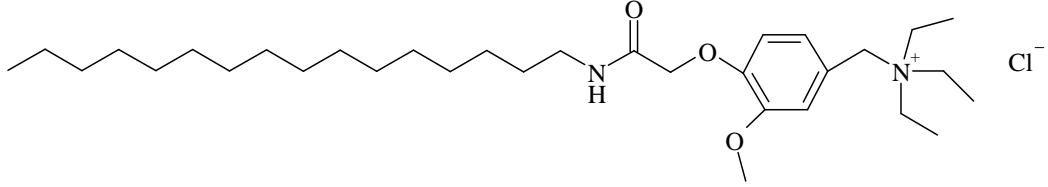
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3224, 3199, 3035, 2919, 2850, 1675, 1607, 1589, 1544, 1520, 1465, 1427, 1383, 1363, 1345, 1262, 1237, 1179, 1149, 1032, 825, 795 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 7.65 (d, 1H, Ar-H), 6.99 (d, 1H, Ar-H), 6.96 (d, 1H, Ar-H), 6.84 (s, 1H, HN-C=O), 4.89 (s, 2H, ArCH₂-N⁺), 4.52 (s, 2H, -CH₂O-), 3.97 (s, 3H, CH₃O-), 3.46 (q, 6H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 3.32 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.55 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.47 (t, 9H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 1.32-1.24 (m, 22H, -(CH₂)₁₁-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 167.67 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 149.80 (1C, ArC), 148.68 (1C, ArC), 125.08 (1C, ArC), 121.58 (1C, ArC), 116.85 (1C, ArC), 114.50 (1C, ArC), 68.83 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 61.40 (CH₂-N⁺), 56.53 (CH₃-O-Ar), 52.95 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃), 39.10 (CH₂-NH-CO), 31.85 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.62 (2C, (CH₂)₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.58 (2C, (CH₂)₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.55 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.53 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.45 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 29.29 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.23 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 26.85 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 22.62 (CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 14.07 (CH₃-(CH₂)₁₃-NH-CO), 8.45 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 68.34 (68.29); H, 10.51 (10.53); N, 5.31 (5.27).

3.2.1.5.5. *N,N*-dietyl-*N*-(3-metoksi-4-(2-(hegzadesilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminyum klorür [5e**_(VT5)] sentezi**



5a_(VT1) için verilen yöntemle hazırlandı. Beyaz renkli katı olarak % 50 verimle elde edildi. EN 148–151 °C

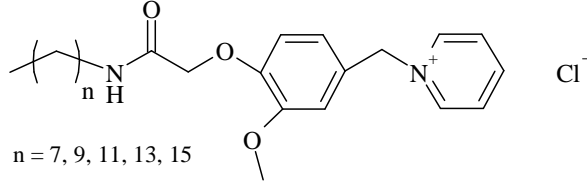
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3423, 3204, 3035, 2919, 2850, 2677, 2604, 2495, 1675, 1607, 1547, 1520, 1467, 1398, 1364, 1344, 1263, 1240, 1175, 1150, 1033, 898, 796, 745, 722, 628, 573 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 7.64 (d, 1H, Ar-H), 6.98 (d, 1H, Ar-H), 6.93 (d, 1H, Ar-H), 6.84 (s, 1H, HN-C=O), 4.88 (s, 2H, ArCH₂-N⁺), 4.50 (s, 2H, -CH₂O-), 3.95 (s, 3H, CH₃O-), 3.45 (q, 6H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 3.32 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.53 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.40 (t, 9H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 1.29-1.24 (m, 26H, -(CH₂)₁₃-), 0.85 (t, 3H, CH₃) ppm.

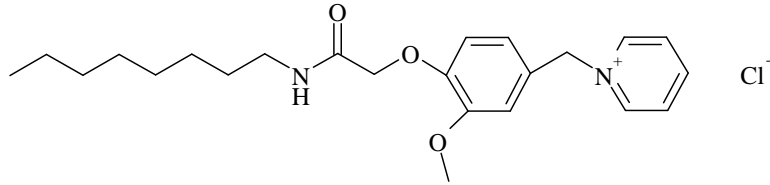
¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 167.74 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 149.94 (1C, ArC), 148.77 (1C, ArC), 125.14 (1C, ArC), 121.69 (1C, ArC), 117.16 (1C, ArC), 114.61 (1C, ArC), 68.95 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 61.76 (CH₂-N⁺), 56.83 (CH₃-O-Ar), 53.21 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃), 39.16 (CH₂-NH-CO), 31.92 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.70 (5C, (CH₂)₅-(CH₂)₂-NH-CO), 29.66 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.63 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 29.61 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.52 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 29.36 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 29.31 (CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 26.92 (CH₂-(CH₂)₁₃-NH-CO), 22.69 (CH₂-(CH₂)₁₄-NH-CO), 14.14 (CH₃-(CH₂)₁₅-NH-CO), 8.70 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 69.22 (69.21); H, 10.71 (10.72); N, 5.04 (5.03).

3.2.1.6. 1-{4-[2-(Alkylamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil}piridinyum klorür’ lerin [6a-e_(VP1-5)] sentezi



3.2.1.6.1. 1-{4-[2-(oktilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil}piridinyum klorür [6a_(VP1)] sentezi



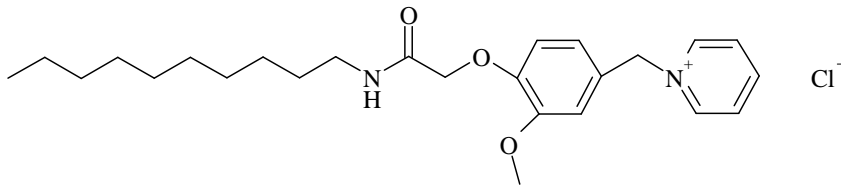
100 mL’ lik reaksiyon balonuna, 0.30 g (0.88 mmol) *N*-oktil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**4a**), 0.10 mL (1.32 mmol) piridin ve çözücü olarak 15 mL asetonitril konuldu ve balondaki reaksiyon karışımı 24 saat boyunca geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Reaksiyon sona erdiğinde (TLC ile kontrol) çözücü vakum altında uzaklaştırıldı ve ele geçen kalıntı dietil eter / hekzan (1:1) karışımı ile yıkandı. Yıkama esnasında çöken katı ürün vakumda süzüldü. Verim 0.32 g % 86, EN 69-70 °C. FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3411, 3279, 3123, 3056, 3011, 2954, 2927, 2851, 1652, 1597, 1550, 1520, 1484, 1466, 1430, 1340, 1279, 1264, 1229, 1173, 1152, 1030, 929, 795, 740, 725, 684, 645, 616, 572 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.73 (d, 2H, Py-H), 8.38 (t, 1H, Py-H), 8.01 (t, 2H, Py-H), 7.67 (d, 1H, Ar-H), 7.17 (dd, 1H, Ar-H), 7.00 (t, 1H, HNC=O), 6.84 (d, 1H, Ar-H), 6.27 (s, 2H, -CH₂ N⁺Py), 4.50 (s, 2H, -CH₂O-), 3.93 (s, 3H, CH₃O-), 3.30 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.53 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.30-1.26 (m, 10H, -(CH₂)₅-), 0.87 (t, 3H, CH₃) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 168.03$ (NH-CO-CH₂-O-Ar), 150.03 (1C, ArC), 148.17 (1C, ArC), 145.18 (para PyC), 144.97 (2C, orto PyC), 128.35 (2C, meta PyC), 127.74 (1C, ArC), 122.49 (1C, ArC), 115.00 (1C, ArC), 113.66 (1C, ArC), 68.88 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 63.88 (CH₂-Py⁺), 56.47 (CH₃-O-Ar), 39.19 (CH₂-NH-CO), 31.78 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.48 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.23 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.22 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 26.92 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 22.63 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 14.10 (CH₃-(CH₂)₇-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 66.28 (66.26); H, 9.12 (9.12); N, 6.18 (6.20).

3.2.1.6.2. 1-{4-[2-(desilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil}piridinyum klorür [6b_(VP2)] sentezi



6a_(VP1) için verilen yöntemle sentezlendi. Beyaz renkli katı ürün % 90 verimle elde edildi. EN 79-81 °C

FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3477, 3400, 3278, 3125, 3042, 3015, 2957, 2926, 2848, 1659, 1644, 1597, 1552, 1522, 1468, 1431, 1342, 1295, 1277, 1266, 1221, 1175, 1151, 1099, 1030, 930, 878, 795, 741, 725, 686, 646, 617, 574 \text{ cm}^{-1}$.

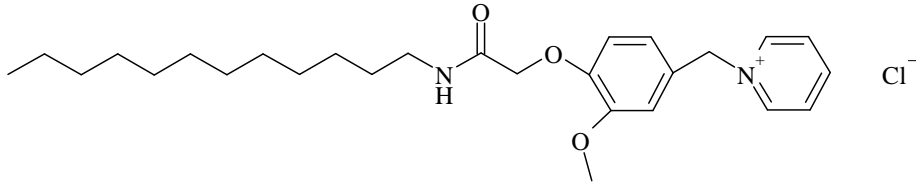
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 9.74$ (d, 2H, Py-H), 8.37 (t, 1H, Py-H), 8.00 (t, 2H, Py-H), 7.67 (d, 1H, Ar-H), 7.18 (dd, 1H, Ar-H), 7.00 (t, 1H, HNC=O), 6.83 (d, 1H, Ar-H), 6.27 (s, 2H, -CH₂N⁺Py), 4.50 (s, 2H, -CH₂O-), 3.93 (s, 3H, CH₃O-), 3.30 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.53 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.30-1.25 (m, 14H, -(CH₂)₇-), 0.86 (t, 3H, CH₃) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 168.02$ (NH-CO-CH₂-O-Ar), 150.09 (1C, ArC), 148.20 (1C, ArC), 145.13 (para PyC), 144.99 (2C, orto PyC), 128.33 (2C, meta PyC), 127.71 (1C, ArC), 122.49 (1C, ArC), 115.05 (1C, ArC), 113.70 (1C, ArC), 68.93

(NH-CO-CH₂-O-Ar), 63.94 (CH₂-Py⁺), 56.49 (CH₃-O-Ar), 39.20 (CH₂-NH-CO), 31.89 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.59 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.57 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.51 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.31 (2C, (CH₂)₂-(CH₂)₅-NH-CO), 26.94 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 22.68 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 14.13 (CH₃-(CH₂)₉-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 66.87 (66.82); H, 8.31 (8.30); N, 6.24 (6.26).

3.2.1.6.3. 1-{4-[2-(dodesilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil}piridinyum klorür [6c_(VP3)] sentezi



6a_(VP1) için verilen yöntemle sentezlendi. Beyaz renkli katı ürün % 88 verimle elde edildi. EN 178–179 °C.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3419, 3279, 3123, 3054, 3010, 2924, 2848, 1651, 1597, 1550, 1520, 1484, 1464, 1430, 1373, 1341, 1278, 1263, 1229, 1173, 1152, 1105, 1031, 929, 874, 854, 796, 741, 725, 684, 645, 617, 573 cm⁻¹.

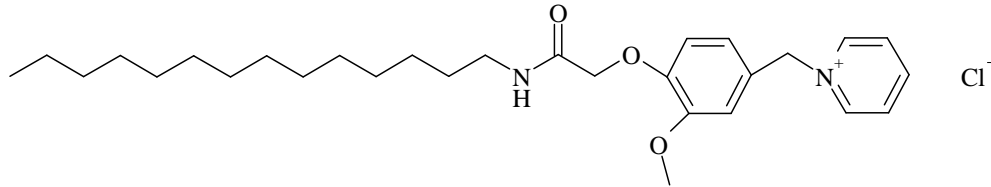
¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.72 (d, 2H, Py-H), 8.35 (t, 1H, Py-H), 7.99 (t, 2H, Py-H), 7.62 (s, 1H, Ar-H), 7.16 (dd, 1H, Ar-H), 7.02 (t, 1H, HNC=O), 6.82 (d, 1H, Ar-H), 6.24 (s, 2H, -CH₂N⁺Py), 4.47 (s, 2H, -CH₂O-), 3.90 (s, 3H, CH₃O-), 3.28 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.51 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.28-1.24 (m, 18H, -(CH₂)₉-), 0.85 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 168.00 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 150.12 (1C, ArC), 148.22 (1C, ArC), 145.10 (para PyC), 144.99 (2C, orto PyC), 128.35 (2C, meta PyC), 127.73 (1C, ArC), 122.51 (1C, ArC), 115.06 (1C, ArC), 113.77 (1C, ArC), 68.96 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 63.99 (CH₂-Py⁺), 56.53 (CH₃-O-Ar), 39.20 (CH₂-NH-CO), 31.92 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.67 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.64

($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_3\text{-NH-CO}$), 29.62 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_4\text{-NH-CO}$), 29.61 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_5\text{-NH-CO}$),
 29.51 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_6\text{-NH-CO}$), 29.35 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_7\text{-NH-CO}$), 29.32
 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_8\text{-NH-CO}$), 26.95 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_9\text{-NH-CO}$), 22.69
 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{10}\text{-NH-CO}$), 14.14 ($\underline{\text{C}}\text{H}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{11}\text{-NH-CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 68.41 (68.45); H, 9.70 (9.72); N, 5.50 (5.49).

3.2.1.6.4. 1-{4-[2-(tetradesilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil}piridinyum klorür [6d_(VP4)] sentezi



6a_(VP1) için verilen yöntemle sentezlendi. Beyaz renkli katı ürün % 92 verimle elde edildi. EN 88-90 °C.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3416, 3279, 3124, 3056, 3015, 2955, 2924, 2847, 1651, 1597, 1550, 1520, 1484, 1463, 1430, 1384, 1341, 1265, 1228, 1172, 1152, 1031, 929, 796, 741, 725, 683, 616, 572 cm^{-1} .

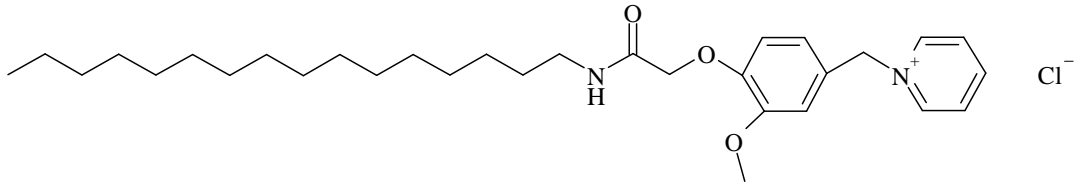
$^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): δ = 9.72 (d, 2H, Py-H), 8.38 (t, 1H, Py-H), 8.00 (t, 2H, Py-H), 7.64 (d, 1H, Ar-H), 7.18 (dd, 1H, Ar-H), 7.03 (t, 1H, HNC=O), 6.83 (d, 1H, Ar-H), 6.24 (s, 2H, $-\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{N}^+\text{Py}$), 4.50 (s, 2H, $-\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{O}-$), 3.92 (s, 3H, $\underline{\text{C}}\text{H}_3\text{O}-$), 3.30 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.53 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.30-1.24 (m, 22H, $-(\underline{\text{C}}\text{H}_2)_{11}-$), 0.88 (t, 3H, $\underline{\text{C}}\text{H}_3$) ppm.

$^{13}\text{C NMR}$ (100 MHz, CDCl_3): δ = 168.03 ($\text{NH-CO-CH}_2\text{-O-Ar}$), 150.05 (1C, ArC), 148.17 (1C, ArC), 145.25 (para PyC), 144.90 (2C, orto PyC), 128.37 (2C, meta PyC), 127.67 (1C, ArC), 122.49 (1C, ArC), 115.02 (1C, ArC), 113.62 (1C, ArC), 68.88 ($\text{NH-CO-CH}_2\text{-O-Ar}$), 63.97 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-Py}^+$), 56.43 ($\underline{\text{C}}\text{H}_3\text{-O-Ar}$), 39.22 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-NH-CO}$), 31.92 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.70 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_2\text{-NH-CO}$), 29.68 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_3\text{-NH-CO}$), 29.67 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_4\text{-NH-CO}$), 29.64 (2C,

(CH ₂) ₂ -(CH ₂) ₅ -NH-CO),	29.62	(CH ₂ -(CH ₂) ₇ -NH-CO),	29.52
(CH ₂ -(CH ₂) ₈ -NH-CO),	29.36	(CH ₂ -(CH ₂) ₉ -NH-CO),	29.33
(CH ₂ -(CH ₂) ₁₀ -NH-CO),	26.97	(CH ₂ -(CH ₂) ₁₁ -NH-CO),	22.69
(CH ₂ -(CH ₂) ₁₂ -NH-CO),	14.13	(CH ₃ -(CH ₂) ₁₃ -NH-CO)	ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 68.95 (68.90); H, 8.98 (9.00); N, 5.55 (5.52).

3.2.1.6.5. 1-{4-[2-(hekzadesilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil}piridinyum klorür [6e_(VP5)] sentezi



6a_(VP1) için verilen yöntemle sentezlendi. Beyaz renkli katı ürün % 88 verimle elde edildi. EN 184–185 °C.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3418, 3279, 3124, 3055, 3015, 2954, 2923, 2848, 1651, 1597, 1549, 1520, 1484, 1463, 1430, 1341, 1277, 1263, 1227, 1172, 1152, 1092, 1058, 1031, 929, 881, 796, 741, 725, 683, 644, 616, 572 cm⁻¹.

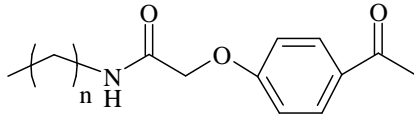
¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.70 (d, 2H, Py-H), 8.35 (t, 1H, Py-H), 7.99 (t, 2H, Py-H), 7.61 (s, 1H, Ar-H), 7.18 (d, 1H, Ar-H), 7.02 (t, 1H, HNC=O), 6.82 (d, 1H, Ar-H), 6.23 (s, 2H, -CH₂N⁺Py), 4.47 (s, 2H, -CH₂O-), 3.90 (s, 3H, CH₃O-), 3.28 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.52 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.28-1.24 (m, 26H, -(CH₂)₁₃-), 0.85 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 168.00 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 150.10 (1C, ArC), 148.20 (1C, ArC), 145.15 (para PyC), 145.01 (2C, orto PyC), 128.35 (2C, meta PyC), 127.71 (1C, ArC), 122.50 (1C, ArC), 115.06 (1C, ArC), 113.72 (1C, ArC), 68.94 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 63.99 (CH₂-Py⁺), 56.51 (CH₃-O-Ar), 39.21 (CH₂-NH-CO), 31.93 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.72 (6C, (CH₂)₆-(CH₂)₂-NH-CO), 29.67 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 29.63 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.53

(CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 29.38 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 29.34
(CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 26.97 (CH₂-(CH₂)₁₃-NH-CO), 22.70
(CH₂-(CH₂)₁₄-NH-CO), 14.14 (CH₃-(CH₂)₁₅-NH-CO) ppm.

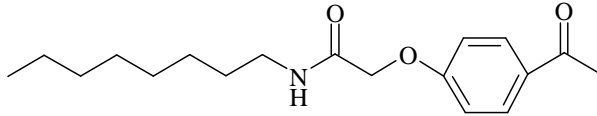
Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 70.12 (70.14); H, 10.16 (10.15); N, 4.96 (4.94).

3.2.1.7. 2-(4-Asetilfenoksi)-N-alkilasetamid' lerin (7a-c) sentezi



n = 7, 11, 15

3.2.1.7.1. 2-(4-asetilfenoksi)-N-oktilasetamid (7a) sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonuna 1.32 g (9.72 mmol) 4-hidroksiasetofenon, 2.68 g (19.44 mmol) K₂CO₃ ve çözücü olarak 25 mL DMF konuldu ve birkaç dakika boyunca karıştırıldı. 2.00 g (9.72 mmol) 2-klor-N-oktil-asetamid reaksiyon karışımına ilave edildi ve reaksiyon balonu geri soğutucuya takılarak bir gece boyunca 65-70 °C' lik sıcak su banyosunda karıştırıldı. Reaksiyon bitiminde karışıma buzlu su eklendi ve diklorometan ile ekstraksiyon işlemine tabi tutuldu. Organik faz Na₂SO₄ ile kurutuldu, sodyum sülfat süzüldü ve organik fazdaki çözücü rotary evaporatörde uçuruldu. Geriye kalan ham ürün metanol/su karışımı ile kristallendirildi. Verim 2.69 g % 91, EN 91-92 °C.

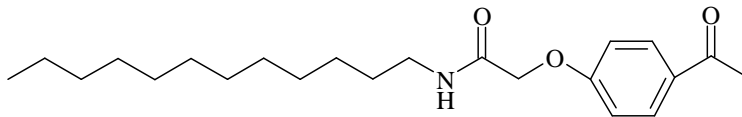
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3312, 3078, 2921, 2854, 1735, 1678, 1658, 1605, 1550, 1508, 1471, 1426, 1360, 1302, 1255, 1175, 1160, 1110, 1076, 1067, 956, 847, 811, 726, 600, 587 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 7.97 (d, 2H, Ar-H), 6.97 (d, 2H, Ar-H), 6.51 (t, 1H, HNC=O), 4.55 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 3.35 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 2.58 (s, 3H, $\text{CH}_3\text{C}=\text{O}$), 1.54 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.30-1.26 (m, 10H, $-(\text{CH}_2)_5-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 196.57 (Ar-CO- CH_3), 167.19 (NH-CO- CH_2), 160.78 (Ar-C), 131.49 (2C, Ar-C), 130.76 (1C, Ar-C), 114.36 (2C, Ar-C), 67.27 (NH-CO- CH_2 -O-Ar), 39.14 (CH_2 -NH-CO), 31.74 (CH_2 - CH_2 -NH-CO), 29.50 (CH_2 -(CH_2)₂-NH-CO), 29.18 (CH_2 -(CH_2)₃-NH-CO), 29.16 (CH_2 -(CH_2)₄-NH-CO), 26.82 (CH_2 -(CH_2)₅-NH-CO), 26.40 (Ar-CO- CH_3), 22.61 (CH_3 - CH_2 -(CH_2)₆-NH-CO), 14.08 (CH_3 -(CH_2)₉-NH-CO) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 70.79 (70.78); H, 8.91 (8.93); N, 4.59 (4.58); O, 15.72 (15.71).

3.2.1.7.2. 2-(4-asetilfenoksi)-*N*-dodesilasetamid (7b) sentezi



0.78 g (5.73 mmol) 4-hidroksiasetofenon, 1.58 g (11.46 mmol) K_2CO_3 ve 1.50 g (5.73 mmol) 2-chloro-*N*-dodesilasetamid kullanılarak, (7a) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 1.67 g (% 88) verimle elde edildi. EN 86–87 °C.

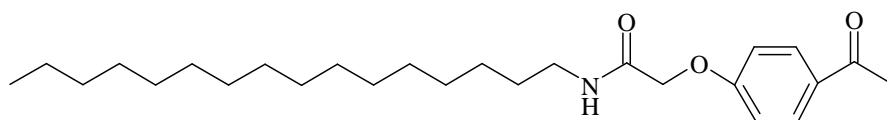
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3364, 3060, 2950, 2919, 2849, 1673, 1654, 1602, 1579, 1537, 1509, 1468, 1442, 1420, 1365, 1308, 1273, 1242, 1178, 1114, 1080, 1063, 964, 848, 816, 724, 656, 586, cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 7.97 (d, 2H, Ar-H), 6.97 (d, 2H, Ar-H), 6.52 (t, 1H, HNC=O), 4.55 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 3.35 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 2.58 (s, 3H, $\text{CH}_3\text{C}=\text{O}$), 1.54 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.30-1.25 (m, 18H, $-(\text{CH}_2)_9-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 196.59$ (Ar-CO-CH₃), 167.20 (NH-CO-CH₂), 160.79 (1C, ArC), 131.51 (2C, ArC), 130.79 (1C, ArC), 114.39 (2C, ArC), 67.27 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 39.16 (CH₂-NH-CO), 31.91 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.63 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.58 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.52 ((CH₂)₃-(CH₂)₄-NH-CO), 29.35 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.25 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 26.85 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 26.42 (Ar-CO-CH₃), 22.69 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 14.14 (CH₃-(CH₂)₁₁-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 73.09 (73.11); H, 9.76 (9.75); N, 3.87 (3.83); O, 13.28 (13.31).

3.2.1.7.3. 2-(4-asetilfenoksi)-*N*-hegzadesilasetamid (7c) sentezi



0.86 g (6.31 mmol) 4-hidroksiasetofenon, 1.74 g (12.60 mmol) K_2CO_3 ve 2.00 g (6.31 mmol) 2-chloro-*N*-hegzadesilasetamid kullanarak, (7a) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 2.16 g (% 82) verimle elde edildi. EN 95–97 °C.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3362, 3064, 2920, 2948, 2848, 1672, 1652, 1602, 1579, 1536, 1509, 1463, 1441, 1420, 1364, 1307, 1274, 1242, 1178, 1114, 1081, 1061, 963, 848, 816, 724, 656, 585 \text{ cm}^{-1}$.

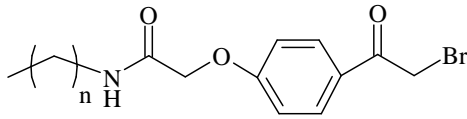
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 7.97$ (d, 2H, Ar-H), 6.97 (d, 2H, Ar-H), 6.51 (t, 1H, HNC=O), 4.55 (s, 2H, -CH₂O-), 3.35 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 2.58 (s, 3H, CH₃C=O), 1.54 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.30-1.25 (m, 26H, -(CH₂)₁₃-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 196.56$ (Ar-CO-CH₃), 167.17 (NH-CO-CH₂), 160.77 (1C, ArC), 131.50 (2C, ArC), 130.76 (1C, ArC), 114.36 (2C, ArC), 67.27 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 39.16 (CH₂-NH-CO), 31.92 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.69 ((CH₂)₄-(CH₂)₂-NH-CO), 29.67 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.65 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.64 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 29.57 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.52 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 29.36 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 29.24

($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{12}\text{-NH-CO}$), 26.85 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{13}\text{-NH-CO}$), 26.41 (Ar-CO-CH_3), 22.69 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{14}\text{-NH-CO}$), 14.13 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{15}\text{-NH-CO}$) ppm.

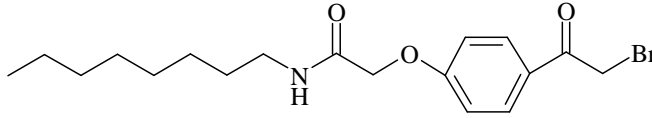
Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 74.77 (74.76); H, 10.38 (10.34); N, 3.35 (3.36).

3.2.1.8. 2-[4-(Bromasetil)fenoksi]-*N*-alkilasetamid' lerin (8a-c) sentezi



n = 7, 11, 15

3.2.1.8.1. 2-[4-(bromasetil)fenoksi]-*N*-oktilasetamid (8a) sentezi



100 mL' lik çift boyunlu balona 2.00 g (6.55 mmol) 2-(4-asetilfenoksi)-*N*-oktilasetamid (**7a**) ve çözücü olarak 15 mL 1,4-dioksan (çözücü olarak eter/kloroform karışımı da kullanılabilir) konuldu ve balon geri soğutucuya takıldı. Karışıma 3 damla HBr çözeltisi damlatıldıktan sonra çift boyunlu balon buz banyosuna yerleştirilerek 0 °C' ye kadar soğutuldu. Çift boyunlu balonun yan boynuna takılan damlatma hunisinden 0.40 mL (7.86 mmol) Br₂ çözeltisi karışıma yavaşça damlatıldı ve reaksiyon karışımı oda sıcaklığında bir gece boyunca karıştırıldı. Reaksiyon bitiminde (TLC ile kontrol) 100 mL soğuk su ortama ilave edildi ve su ilavesiyle çöken katı vakum altında süzüldü. Oda koşullarında iyice kurutulan açık kahverenkli ürün hekzan / etil asetat karışımı ile kristallendirildi. Verim 2.50 g % 99, EN 62–64 °C.

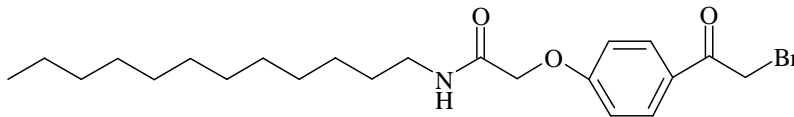
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3291, 3065, 3003, 2954, 2930, 2854, 1679, 1656, 1601, 1577, 1547, 1508, 1469, 1422, 1316, 1268, 1232, 1205, 1186, 1099, 1057, 997, 931, 826, 723, 682, 601, 547 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 8.02-7.96 (m, 2H, Ar-H), 7.03-6.98 (m, 2H, Ar-H), 6.58 (s, 1H, HNC=O), 4.61 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 4.40 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Br}$), 3.35 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.56 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.30-1.26 (m, 10H, $-(\text{CH}_2)_5-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 189.87 (Ar-CO- $\text{CH}_2\text{-Br}$), 167.04 (NH-CO- CH_2), 161.36 (1C, Ar-C), 131.55 (2C, Ar-C), 130.78 (1C, Ar-C), 114.39 (2C, Ar-C), 67.30 (NH-CO- $\text{CH}_2\text{-O-Ar}$), 39.20 (Ar-CO- $\text{CH}_2\text{-Br}$), 31.75 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 30.56 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.49 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.19 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_3\text{-NH-CO}$), 29.16 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_4\text{-NH-CO}$), 26.84 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_5\text{-NH-CO}$), 22.62 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_6\text{-NH-CO}$), 14.09 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_9\text{-NH-CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 56.26 (56.25); H, 6.82 (6.84); N, 3.64 (3.66).

3.2.1.8.2. 2-[4-(bromasetil)fenoksi]-*N*-dodesilasetamid (8b) sentezi



1.47 g (4.06 mmol) 2-(4-asetilfenoksi)-*N*-dodesilasetamid (**7b**) ve 0.25 mL (4.88 mmol) Br_2 kullanılarak (**8a**) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 1.34 g % 75 verimle elde edildi. EN 82–83 °C.

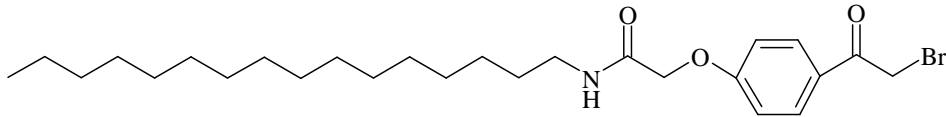
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3293, 3060, 3070, 2955, 2925, 2851, 1679, 1658, 1600, 1546, 1508, 1471, 1435, 1421, 1317, 1278, 1235, 1204, 1181, 1087, 1058, 988, 927, 827, 723, 686, 602, 547 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 8.02-8.00 (m, 2H, Ar-H), 7.03-6.99 (m, 2H, Ar-H), 6.49 (s, 1H, HNC=O), 4.56 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 4.40 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Br}$), 3.35 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.55 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.30-1.25 (m, 18H, $-(\text{CH}_2)_9-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 189.85$ (Ar-CO-CH₂-Br), 167.20 (NH-CO-CH₂), 160.77 (1C, ArC), 131.56 (2C, ArC), 130.79 (1C, ArC), 114.38 (2C, ArC), 67.30 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 39.20 (Ar-CO-CH₂-Br), 31.91 (CH₂-NH-CO), 30.50 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.64 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.58 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.52 ((CH₂)₃-(CH₂)₄-NH-CO), 29.35 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.25 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 26.85 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 22.69 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 14.14 (CH₃-(CH₂)₁₁-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 60.00 (60.03); H, 7.78 (7.79); N, 3.18 (3.14).

3.2.1.8.3. 2-[4-(bromasetil)fenoksi]-*N*-hegzadesilasetamid (**8c**) sentezi



2.00 g (4.79 mmol) 2-(4-asetilfenoksi)-*N*-hegzadesilasetamid (**7c**) ve 0.25 mL (4.88 mmol) Br₂ kullanılarak (**8a**) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 2.23 g % 94 verimle elde edildi. EN 84–85 °C.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3354, 3062, 2950, 2919, 2849, 1683, 1658, 1602, 1573, 1536, 1507, 1467, 1413, 1431, 1280, 1244, 1197, 1180, 1111, 1062, 968, 837, 813, 719, 670, 604, 555 \text{ cm}^{-1}$.

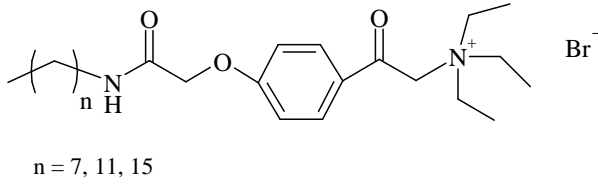
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 8.02\text{-}7.96$ (m, 2H, Ar-H), 7.02-6.97 (m, 2H, Ar-H), 6.50 (t, 1H, HNC=O), 4.57 (s, 2H, -CH₂O-), 4.40 (s, 2H, CH₂-Br), 3.35 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.55 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.30-1.25 (m, 26H, -(CH₂)₁₃-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 189.85$ (Ar-CO-CH₂-Br), 167.01 (NH-CO-CH₂), 160.77 (1C, ArC), 131.57 (2C, ArC), 130.80 (1C, ArC), 114.42 (2C, ArC), 67.41 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 39.23 (Ar-CO-CH₂-Br), 31.92 (CH₂-NH-CO), 30.52 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.69 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.65 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.58 ((CH₂)₆-(CH₂)₄-NH-CO), 29.52 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 29.36

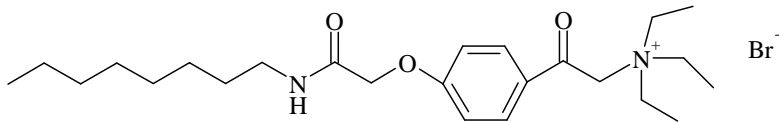
(<u>C</u> H ₂ -(CH ₂) ₁₁ -NH-CO),	29.25	(<u>C</u> H ₂ -(CH ₂) ₁₂ -NH-CO),	26.86
(<u>C</u> H ₂ -(CH ₂) ₁₃ -NH-CO),	22.70	(CH ₃ - <u>C</u> H ₂ -(CH ₂) ₁₄ -NH-CO),	14.14
(<u>C</u> H ₃ -(CH ₂) ₁₅ -NH-CO) ppm.			

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 62.89 (62.87); H, 8.53 (8.51); N, 2.82 (2.85).

3.2.1.9. *N, N, N*-trietyl-2-{4-[2-(alkilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetanaminyum bromür' lerin [9a-c_(HT1-3)] sentezi



3.2.1.9.1. *N, N, N*-trietyl-2-{4-[2-(oktilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetanaminyum bromür [9a_(HT1)] sentezi



0.5 g (1.30 mmol) 2-[4-(bromasetil)fenoksi]-*N*-oktilasetamid (**8a**) 100 mL' lik balona konuldu ve üzerine çözücü olarak 15 mL asetonitril ilave edildi. Kısa bir süre karıştırdıktan sonra ortama 0.72 mL (5.20 mmol) eklendi ve reaksiyon karışımı bir gece boyunca geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Reaksiyon bitiminde çözücü vakum altında uzaklaştırıldı ve ele geçen yağimsı kalıntıya sırasıyla dietil eter ve aseton ilave edilerek buz banyosunda soğutmaya bırakıldı. Ürün yağimsı ayrılınca silika jel dolgulu kolondan hekzan / etil asetat / metanol ile saflaştırma işlemine tabi tutuldu ve saflaştırma sonrasında sarımsı yağ halinde 0.28 g olarak % 44 verimle elde edildi.

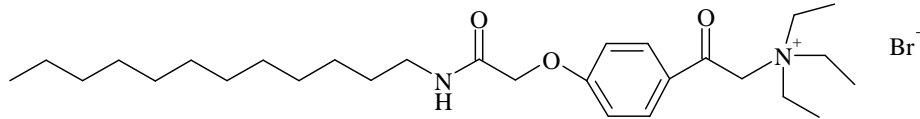
FT-IR (ATR): $\bar{\nu}$ = 3402, 2928, 2856, 1657, 1601, 1557, 1512, 1468, 1238, 899, 763, 665, 651, 643, 627, 618, 609, 600, 592, 551, 566, 583 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 8.41 (d, 2H, Ar-H), 7.07 (d, 2H, Ar-H), 6.56 (t, 1H, HNC=O), 5.51 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{N}^+$), 4.56 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 3.87 (q, 6H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 3.35 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.55 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.42 (t, 9H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 1.30-1.27 (m, 10H, $-(\text{CH}_2)_5-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 189.60 (Ar-CO- CH_2 - N^+), 166.94 (NH-CO- CH_2), 162.53 (1C, Ar-C), 131.79 (2C, ArC), 127.72 (1C, ArC), 115.15 (2C, ArC), 67.24 (NH-CO- CH_2 -O-Ar), 60.04 (Ar-CO- CH_2 - N^+), 54.66 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 39.26 (CH_2 -NH-CO), 31.79 (CH_2 - CH_2 -NH-CO), 29.51 (CH_2 -(CH_2)₂-NH-CO), 29.22 (CH_2 -(CH_2)₃-NH-CO), 29.20 (CH_2 -(CH_2)₄-NH-CO), 26.91 (CH_2 -(CH_2)₅-NH-CO), 22.64 (CH_3 - CH_2 -(CH_2)₆-NH-CO), 14.11 (CH_3 -(CH_2)₇-NH-CO), 8.45 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 59.37 (59.35); H, 8.51 (8.51); N, 5.77 (5.80).

3.2.1.9.2. *N, N, N*-trietyl-2-{4-[2-(dodesilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetanaminyum bromür [9b_(HT2)] sentezi



9a_(HT1)' nin sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Dietil eter ve aseton ilave edilip buz banyosunda soğutulduktan sonra çöken beyaz katı ürün vakum altında süzülerek % 40 verimle elde edildi. EN 232–234 °C.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3329, 2974, 2921, 2851, 2799, 2762, 2739, 2677, 2590, 2490, 1701, 1680, 1655, 1603, 1543, 1509, 1473, 1436, 1398, 1364, 1240, 1171, 1060, 1036, 944, 845, 796, 715, 678, 584 cm^{-1} .

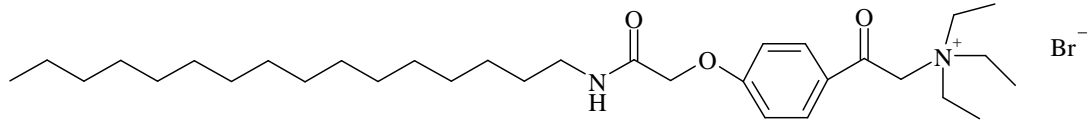
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 8.40 (d, 2H, Ar-H), 7.07 (d, 2H, Ar-H), 6.57 (s, 1H, HNC=O), 5.53 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{N}^+$), 4.55 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 3.87 (q, 6H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$),

3.34 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.56 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.45 (t, 9H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 1.30-1.25 (m, 18H, $-(\text{CH}_2)_9-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 189.57 (Ar-CO-CH₂-N⁺), 166.88 (NH-CO-CH₂), 162.51 (1C, ArC), 131.76 (2C, ArC), 127.71 (1C, ArC), 115.10 (2C, ArC), 67.24 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 60.08 (Ar-CO-CH₂-N⁺), 54.69 (3C, N⁺-(CH₂-CH₃)₃), 39.23 (CH₂-NH-CO), 31.88 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.61 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.58 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.52 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.49 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 29.32 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.26 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.22 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 26.89 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 22.65 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 14.11 (CH₃-(CH₂)₁₁-NH-CO), 8.45 (3C, N⁺-(CH₂-CH₃)₃) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 62.09 (62.13); H, 9.12 (9.11); N, 5.17 (5.16).

3.2.1.9.2. *N, N, N*-trietyl-2-{4-[2-(hekzadesilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetanaminyum bromür [**9c**_(HT3)] sentezi



9a_(HT1)' nın sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Dietil eter ve aseton ilave edilip buz banyosunda soğutulduktan sonra çöken beyaz katı ürün vakum altında süzülerek % 45 verimle elde edildi. EN 240–241 °C.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3425, 2970, 2918, 2850, 2803, 2754, 2739, 2677, 2490, 1682, 1657, 1601, 1547, 1512, 1470, 1434, 1398, 1320, 1238, 1173, 1035, 939, 835, 804, 721, 586 cm^{-1} .

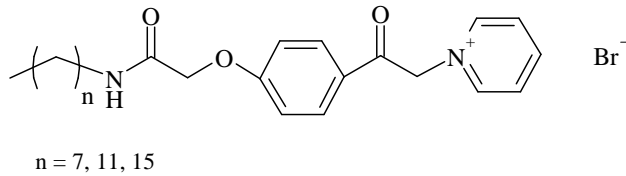
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 8.42 (d, 2H, Ar-H), 7.07 (d, 2H, Ar-H), 6.58 (t, 1H, HNC=O), 5.53 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{N}^+$), 4.56 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 3.87 (q, 6H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$),

3.34 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.56 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.45 (t, 9H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 1.30-1.25 (m, 26H, $-(\text{CH}_2)_{13}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

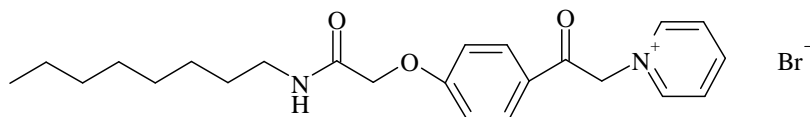
^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 189.49$ ($\text{Ar}-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{N}^+$), 166.86 ($\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2$), 162.47 (1C, ArC), 131.76 (2C, ArC), 127.71 (1C, ArC), 115.10 (2C, ArC), 67.20 ($\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{Ar}$), 60.03 ($\text{Ar}-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{N}^+$), 54.67 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$), 39.23 ($\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 31.89 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.67 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.62 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CO}$), 29.58 (6C, $(\text{CH}_2)_6-(\text{CH}_2)_4-\text{NH}-\text{CO}$), 29.52 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CO}$), 29.33 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{11}-\text{NH}-\text{CO}$), 29.26 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{12}-\text{NH}-\text{CO}$), 26.89 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{13}-\text{NH}-\text{CO}$), 22.67 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{14}-\text{NH}-\text{CO}$), 14.12 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{15}-\text{NH}-\text{CO}$), 8.45 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 64.30 (64.34); H, 9.61 (9.59); N, 4.69 (4.72).

3.2.1.10. 1-(2-{4-[2-(Alkilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetil)piridinyum bromür' lerin [10a-c_(HP1-3)] sentezi



3.2.1.10.1. 1-(2-{4-[2-(oktilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetil)piridinyum bromür [10a_(HP1)] sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonuna 0.5 g (1.30 mmol) 2-[4-(bromasetil)fenoksi]-*N*-oktilasetamid (**8a**), 0.2 mL (1.60 mmol) piridin ve çözücü olarak 15 mL asetonitril konuldu ve balon geri soğutucuya takıldı. Reaksiyon karışımı bir gece boyunca geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı ve reaksiyonun bitmesinin ardından oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Karışıma dietil eter ilave edildi ve çöken katı vakum altında süzülerek ele geçen ham ürün aseton / dietil eter karışımından kristallendirildi. Verim 0.30 g % 50, EN 81–82 °C.

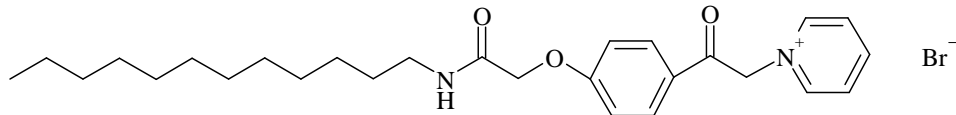
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3461, 3405, 3273, 3130, 3047, 2925, 2855, 1672, 1601, 1545, 1516, 1491, 1427, 1347, 1314, 1271, 1248, 1181, 1048, 994, 841, 757, 679, 596, 576 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.37 (d, 2H, Py-H), 8.50 (t, 1H, Py-H), 8.12 (d, 2H, Ar-H), 8.04 (t, 2H, Py-H), 7.13 (s, 2H, CH₂-N⁺Py), 7.01 (d, 2H, Ar-H), 6.92 (t, 1H, HNC=O), 4.56 (s, 2H, -CH₂O-), 3.30 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.56 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.30-1.27 (m, 10H, -(CH₂)₅-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 188.34 (Ar-CO-CH₂-Py⁺), 167.18 (NH-CO-CH₂), 162.35 (1C, ArC), 146.64 (1C, PyC), 146.03 (2C, PyC), 131.42 (2C, ArC), 127.53 (1C, ArC), 127.14 (2C, PyC), 115.11 (2C, ArC), 67.24 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 66.40 (Ar-CO-CH₂-Py⁺), 39.34 (CH₂-NH-CO), 31.80 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.51 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.24 ((CH₂)₂-(CH₂)₃-NH-CO), 26.99 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 22.65 (CH₃-CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 14.14 (CH₃-(CH₂)₇-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 59.61 (59.58); H, 6.74 (6.78); N, 6.05 (6.01).

3.2.1.10.2. 1-(2-{4-[2-(dodesilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetil)piridinyum bromür [10b_(HP2)] sentezi



0.35 g (0.80 mmol) 2-[4-(bromasetil)fenoksi]-*N*-dodesilasetamid (**8b**) ve 0.12 mL (1.6 mmol) piridin kullanılarak **10a_(HP1)** için verilen yöntemle sentezlenen turuncu renkli katı ürün 0.18 g olarak % 44 verimle elde edildi. EN 198–200 °C.

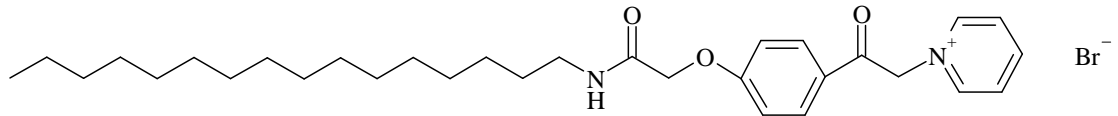
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3423, 3289, 3138, 3093, 3048, 2921, 2851, 1671, 1604, 1547, 1514, 1493, 1467, 1343, 1315, 1275, 1248, 1179, 1050, 988, 829, 747, 675, 576 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.37 (d, 2H, Py-H), 8.49 (t, 1H, Py-H), 8.12 (d, 2H, Ar-H), 8.03 (t, 2H, Py-H), 7.12 (s, 2H, CH₂-N⁺Py), 7.01 (d, 2H, Ar-H), 6.87 (t, 1H, HNC=O), 4.54 (s, 2H, -CH₂O-), 3.30 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.55 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.29-1.25 (m, 18H, -(CH₂)₉-), 0.87 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 188.37 (Ar-CO-CH₂-Py⁺), 167.15 (NH-CO-CH₂), 162.31 (1C, ArC), 146.54 (1C, PyC), 145.93 (2C, PyC), 131.37 (2C, ArC), 127.53 (1C, ArC), 127.06 (2C, PyC), 115.09 (2C, ArC), 67.18 (NH-CO-CH₂-O-Ar), 66.37 (Ar-CO-CH₂-Py⁺), 39.33 (CH₂-NH-CO), 31.90 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.67 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.64 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.61 ((CH₂)₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.51 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.35 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.33 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 27.01 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 22.67 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 14.13 (CH₃-(CH₂)₁₁-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 62.42 (62.43); H, 7.57 (7.52); N, 5.39 (5.41).

3.2.1.10.3. 1-(2-{4-[2-(hegzadesilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetil)piridinyum bromür [**10c_(HP3)**] sentezi



0.80 g (1.60 mmol) 2-[4-(bromasetil)fenoksi]-*N*-hegzadesilasetamid (**8c**) ve 0.26 mL (3.20 mmol) piridin kullanılarak **10a_(HP1)** için verilen yöntemle sentezlenen turuncu renkli katı ürün 0.52 g olarak % 57 verimle elde edildi. EN 237–238 °C.

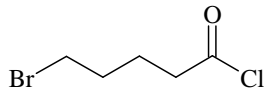
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3424, 3277, 3135, 3090, 3045, 2917, 2850, 1671, 1639, 1600, 1543, 1518, 1491, 1469, 1428, 1371, 1350, 1314, 1271, 1248, 1183, 1055, 996, 854, 760, 721, 680, 604, 574 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 9.37 (d, 2H, Py-H), 8.50 (t, 1H, Py-H), 8.13 (d, 2H, Ar-H), 8.05 (t, 2H, Py-H), 7.15 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-N}^+\text{Py}$), 7.02 (d, 2H, Ar-H), 6.88 (t, 1H, HNC=O), 4.56 (s, 2H, $-\text{CH}_2\text{O}-$), 3.31 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.56 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.30-1.25 (m, 26H, $-(\text{CH}_2)_{13}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 188.33 (Ar-CO- CH_2 - Py^+), 167.16 (NH-CO- CH_2), 162.31 (1C, ArC), 146.62 (1C, PyC), 146.09 (2C, PyC), 131.40 (2C, ArC), 127.50 (1C, ArC), 127.13 (2C, PyC), 115.08 (2C, ArC), 67.22 (NH-CO- CH_2 -O-Ar), 66.39 (Ar-CO- CH_2 - Py^+), 39.34 (CH_2 -NH-CO), 31.90 (CH_2 - CH_2 -NH-CO), 29.70 (CH_2 -(CH_2)₂-NH-CO), 29.65 (CH_2 -(CH_2)₃-NH-CO), 29.61 ((CH_2)₆-(CH_2)₄-NH-CO), 29.52 (CH_2 -(CH_2)₁₀-NH-CO), 29.36 (CH_2 -(CH_2)₁₁-NH-CO), 29.33 (CH_2 -(CH_2)₁₂-NH-CO), 27.01 (CH_2 -(CH_2)₁₃-NH-CO), 22.68 (CH_3 - CH_2 -(CH_2)₁₄-NH-CO), 14.13 (CH_3 -(CH_2)₁₅-NH-CO) ppm.

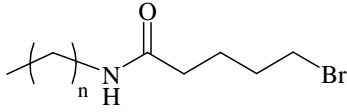
Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 64.68 (64.66); H, 8.23 (8.24); N, 4.87 (4.91).

3.2.1.11. 5-Brompentanoil klorür (11) sentezi



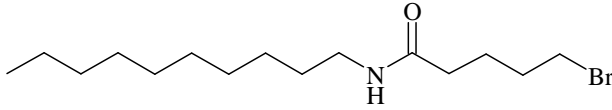
100 mL' lik reaksiyon balonuna 2.5 g (13.8 mmol) 5-brompentanoik asit (5-bromvalerik asit) konuldu ve üzerine çözücü ilave etmeden direkt olarak yavaşça 5 mL (69 mmol) SOCl_2 damlatıldı. Reaksiyon karışımı çözücsüz olarak 1 gece boyunca oda sıcaklığında karıştırıldı. Sürenin sonunda tiyonil klorürün aşırısı evaporatörde uçuruldu. Geriye kalan yağimsı ürün ek bir saflaştırma işlemine tabi tutulmadan bir sonraki aşamada kullanıldı. Verim 2.32 g % 84.

3.2.1.12. 5-Brom-N-alkil-pentanamid' lerin (12a-d) sentezi



n : 9,11,13,15

3.2.1.12.1. 5-brom-N-desil-pentanamid (12a) sentezi



100 mL' lik çift boyunlu balona 1.83 g (11.65 mmol) desilamin, 2.0 mL (14.50 mmol) trietilamin ve çözücü olarak 20 mL kloroform konuldu. Balon buz banyosuna yerleştirilip karışım soğutulduktan sonra damlatma hunisinden 2.32 g (11.65 mmol) 5-brompentanoil klorürün (**11**) kloroformdaki çözeltisi ortama ilave edildi. İlave işleminin ardından balon bir gece oda sıcaklığında karıştırıldı. Reaksiyon bitiminde karışım iki kez saf su ile yıkandı. Organik faz sodyum sülfat ile kurutuldu ve kloroform evaporatörde uçuruldu. Elde edilen beyaz renkli ham ürün THF / petroleteri karışımı ile kristallendirilerek 2.03 gr olarak % 54 verimle sentezlendi. EN 46–48 °C.

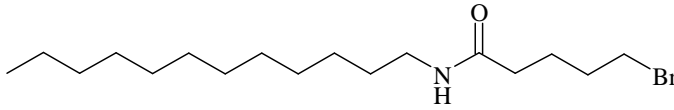
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3322, 2954, 2922, 2851, 1631, 1542, 1471, 1422, 1372, 1285, 1243, 1221, 1194, 1033, 980, 938, 721, 674, 653, 575 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.45 (t, 1H, HNC=O), 3.42 (t, 2H, CH_2Br), 3.23 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 2.20 (t, 2H, O=CCH_2), 1.90 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$), 1.80 (quin, 2H, $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2$), 1.49 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.33-1.20 (m, 14H, $-(\text{CH}_2)_7-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 173.20 (NH-CO-CH_2), 39.60 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 35.38 (NH-CO-CH_2), 33.25 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 32.03 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 31.79 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.46 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.41 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_3\text{-NH-CO}$), 29.24 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_4\text{-NH-CO}$), 29.21 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_5\text{-NH-CO}$), 29.02

($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_6\text{-NH-CO}$), 26.90 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_7\text{-NH-CO}$), 24.31 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 22.58 ($\text{CH}_3\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_8\text{-NH-CO}$), 14.02 ($\underline{\text{C}}\text{H}_3\text{-(CH}_2\text{)}_9\text{-NH-CO}$) ppm
 Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 56.25 (56.19); H, 9.44 (9.47); N, 4.37 (4.34).

3.2.1.12.2. 5-brom-*N*-dodesil-pentanamid (12b) sentezi



(**12a**)'nın sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Saf su ile yapılan yıkama işlemlerinden sonra elde edilen beyaz renkli katı ürün THF / petroleteri karışımı ile kristallendirilerek % 38 verimle sentezlendi. EN 58–59 °C.

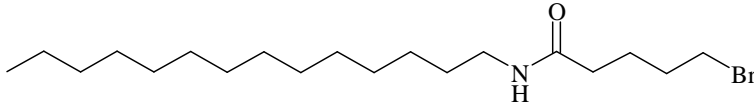
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3304, 2954, 2920, 2844, 1633, 1537, 1470, 1418, 1278, 1194, 940, 721, 685, 652 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.42 (t, 1H, $\underline{\text{H}}\text{NC=O}$), 3.42 (t, 2H, $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{Br}$), 3.24 (q, 2H, $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{NHC=O}$), 2.20 (t, 2H, $\text{O=C}\underline{\text{C}}\text{H}_2$), 1.90 (quin, 2H, $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{CH}_2\text{Br}$), 1.79 (quin, 2H, $\text{O=C}\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{CH}_2$), 1.49 (quin, 2H, $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.32-1.24 (m, 18H, $\text{-(}\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{)}_9\text{-}$), 0.88 (t, 3H, $\underline{\text{C}}\text{H}_3$) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 172.35 (NH-CO-CH_2), 39.54 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-NH-CO}$), 35.46 ($\text{NH-CO-}\underline{\text{C}}\text{H}_2$), 33.17 ($\text{CH}_2\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-Br}$), 32.11 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 31.85 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.60 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_2\text{-NH-CO}$), 29.58 (3C, $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{)}_3\text{-(CH}_2\text{)}_3\text{-NH-CO}$), 29.55 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_6\text{-NH-CO}$), 29.53 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_7\text{-NH-CO}$), 29.29 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_8\text{-NH-CO}$), 26.94 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_9\text{-NH-CO}$), 24.29 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 22.62 ($\text{CH}_3\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{10}\text{-NH-CO-}$), 14.06 ($\underline{\text{C}}\text{H}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{11}\text{-NH-CO}$) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 58.61 (58.54); H, 9.84 (9.80); N, 4.02 (4.05).

3.2.1.12.3. 5-brom-N-tetradesil-pentanamid (12c) sentezi



(12a)'nın sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Saf su ile yapılan yıkama işlemlerinden sonra elde edilen beyaz renkli katı ürün THF / petroleteri karışımı ile kristallendirilerek % 59 verimle sentezlendi. EN 67–69 °C.

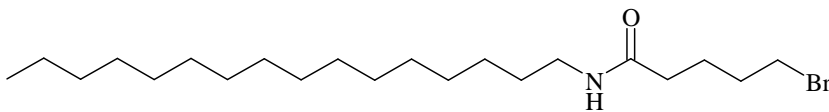
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3323, 2954, 2921, 2850, 1631, 1536, 1471, 1422, 1373, 1281, 1242, 1226, 1195, 1029, 937, 719, 676, 572 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.44 (t, 1H, HNC=O), 3.42 (t, 2H, CH_2Br), 3.24 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 2.20 (t, 2H, O=CCH_2), 1.90 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$), 1.80 (quin, 2H, $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2$), 1.49 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.33-1.20 (m, 22H, $-(\text{CH}_2)_{11}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 172.16 (NH-CO-CH_2), 39.55 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 35.59 (NH-CO-CH_2), 33.21 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 32.13 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 31.89 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.66 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.64 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_3\text{-NH-CO}$), 29.62 (3C, $\text{(CH}_2)_3\text{-(CH}_2)_4\text{-NH-CO}$), 29.56 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_7\text{-NH-CO}$), 29.53 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_8\text{-NH-CO}$), 29.33 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_9\text{-NH-CO}$), 29.29 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{10}\text{-NH-CO}$), 26.92 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{11}\text{-NH-CO}$), 24.27 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 22.66 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_{12}\text{-NH-CO}$), 14.09 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_{13}\text{-NH-CO}$) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 60.63 (60.68); H, 10.18 (10.15); N, 3.72 (3.66).

3.2.1.12.4. 5-brom-N-hekzadesil-pentanamid (12d) sentezi



(12a)'nın sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Saf su ile yapılan yıkama işlemlerinden sonra elde edilen beyaz renkli katı ürün THF / petroleteri karışımı ile kristallendirilerek % 73 verimle sentezlendi. EN 71–73 °C.

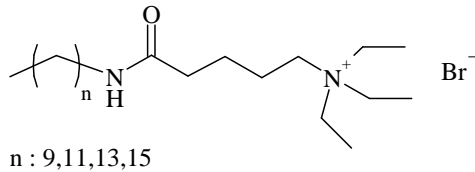
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3328, 2958, 2921, 2850, 1636, 1529, 1473, 1422, 1368, 1277, 1217, 1193, 939, 715, 670, 649, 568 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.43 (t, 1H, HNC=O), 3.42 (t, 2H, CH_2Br), 3.24 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 2.20 (t, 2H, O=CCH_2), 1.90 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$), 1.80 (quin, 2H, $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2$), 1.49 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.33-1.20 (m, 26H, $-(\text{CH}_2)_{13}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

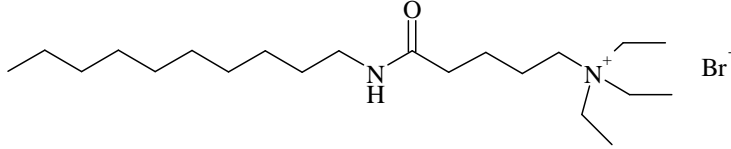
^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 172.12 (NH-CO-CH_2), 39.56 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 35.64 (NH-CO-CH_2), 33.21 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 32.13 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 31.90 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.67 (3C, $(\text{CH}_2)_3\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.66 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_5\text{-NH-CO}$), 29.64 (3C, $(\text{CH}_2)_3\text{-(CH}_2)_6\text{-NH-CO}$), 29.57 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_9\text{-NH-CO}$), 29.53 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{10}\text{-NH-CO}$), 29.34 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{11}\text{-NH-CO}$), 29.28 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{12}\text{-NH-CO}$), 26.92 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{13}\text{-NH-CO}$), 24.26 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 22.67 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_{14}\text{-NH-CO-}$), 14.10 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_{15}\text{-NH-CO}$) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 62.36 (62.42); H, 10.47 (10.48); N, 3.46 (3.50).

3.2.1.13. *N,N,N*-trietyl-5-(alkilamino)-5-oksoptan-1-aminyum bromür'lerin [13a-d_(AT1-4)] sentezi



3.2.1.13.1. *N,N,N*-trietyl-5-(desilamino)-5-oksoptan-1-aminyum bromür [13a_(AT1)] sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonuna, 1.0 g (3.12 mmol) 5-brom-*N*-desil-pentanamid (**12a**), 1.73 mL (12.48 mmol) trietilamin ve çözücü olarak 15 mL asetonitril konuldu ve balondaki reaksiyon karışımı bir gece boyunca geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Reaksiyon sona erdiğinde (TLC ile kontrol) çözücü vakum altında uzaklaştırıldı ve ele geçen yağimsı kalıntı, dietil eter / aseton karışımından saflaştırıldıktan sonra geriye kalan sarı renkli yağimsı ürün 1.11 g olarak % 84 verimle elde edildi.

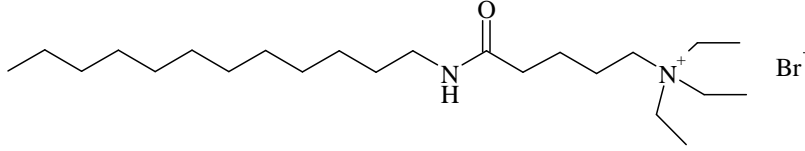
FT-IR (ATR): $\bar{\nu} = 3268, 2923, 2854, 1719, 1648, 1547, 1459, 1377, 1239, 1160, 1057, 940, 722, 626, 603, 570 \text{ cm}^{-1}$

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 3.38$ (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 3.14 (q, 6H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 2.48 (t, 2H, O=CCH_2), 1.94-1.66 (m, 6H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$ ve $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2$), 1.48 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.38 (t, 9H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 1.34-1.20 (m, 14H, $-(\text{CH}_2)_7-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 165.68$ (NH-CO-CH_2), 57.30 (CH_2-N^+), 53.23 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$), 46.16 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}^+$), 39.67 ($\text{CH}_2-\text{NH-CO}$), 34.74 (NH-CO-CH_2), 31.85 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH-CO}$), 29.61 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{NH-CO}$), 29.52 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_3-\text{NH-CO}$), 29.44 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_4-\text{NH-CO}$), 29.30 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_5-\text{NH-CO}$), 29.27 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{NH-CO}$), 26.90 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_7-\text{NH-CO}$), 26.70 ($\text{CO-CH}_2-\text{CH}_2$), 22.64 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_8-\text{NH-CO-}$), 14.09 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_9-\text{NH-CO}$), 7.92 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 59.84 (59.75); H, 10.76 (10.79); N, 6.65 (6.61).

3.2.1.13.2. *N,N,N*-trietyl-5-(dodesilamino)-5-oksopentan-1-aminyum bromür [13b_(AT2)] sentezi



13a_(AT1)' nın sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Sarı renkli yağmsı ürün % 75 verimle elde edildi.

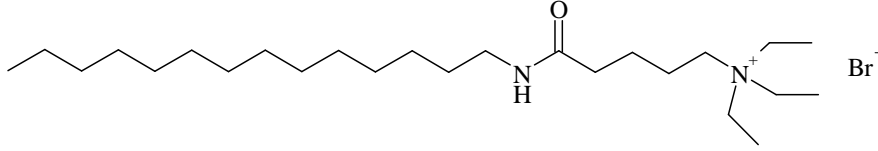
FT-IR (ATR): $\bar{\nu}$ = 3333, 2922, 2851, 2803, 2739, 2678, 2623, 2598, 2492, 2456, 1642, 1525, 1471, 1397, 1172, 1033, 935, 850, 805, 723, 662, 568 cm⁻¹

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 6.50 (t, 1H, HNC=O), 3.20 (q, 2H, CH₂NHC=O), 3.13 (q, 6H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 2.31 (t, 2H, O=CCH₂), 1.98-1.68 (m, 6H, CH₂CH₂N⁺, CH₂CH₂N⁺ ve O=CCH₂CH₂), 1.50 (quin, 2H, CH₂CH₂NHC=O), 1.43 (t, 9H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 1.34-1.20 (m, 18H, -(CH₂)₉-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 165.74 (NH-CO-CH₂), 57.48 (CH₂-N⁺), 53.27 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃), 46.04 (CH₂-CH₂-N⁺), 39.68 (CH₂-NH-CO), 34.60 (NH-CO-CH₂), 31.90 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.72 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.68 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.63 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.59 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 29.49 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.38 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.35 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 26.95 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 26.70 (CO-CH₂-CH₂), 22.67 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 14.11 (CH₃-(CH₂)₁₁-NH-CO), 7.96 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 61.45 (61.39); H, 10.99 (11.02); N, 6.23 (6.18).

3.2.1.13.3. *N,N,N*-trietyl-5-(tetradesilamino)-5-oksopentan-1-aminyum bromür
[13c_(AT3)] sentezi



13a_(AT1)' nın sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. 0.15 g olarak % 12 verimle elde edildi. EN 111–113 °C.

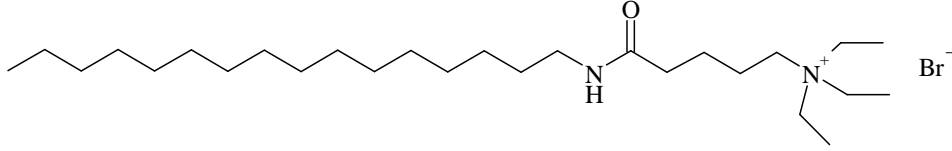
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3306, 3191, 2974, 2934, 2850, 2804, 2739, 2677, 2490, 1689, 1641, 1546, 1475, 1434, 1398, 1365, 1170, 1072, 1036, 849, 804, 721 cm⁻¹

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 3.20 (q, 2H, CH₂NHC=O), 3.15 (q, 6H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 2.50 (t, 2H, O=CCH₂), 1.84-1.66 (m, 6H, CH₂CH₂N⁺, CH₂CH₂N⁺ ve O=CCH₂CH₂), 1.50 (quin, 2H, CH₂CH₂NHC=O), 1.45 (t, 9H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 1.34-1.21 (m, 22H, -(CH₂)₁₁-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 165.61 (NH-CO-CH₂), 59.72 (CH₂-N⁺), 53.33 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃), 46.28 (CH₂-CH₂-N⁺), 39.53 (CH₂-NH-CO), 34.56 (NH-CO-CH₂), 31.84 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.66 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.62 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.60 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.59 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 29.54 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.51 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.29 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 29.28 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.21 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 26.86 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 26.64 (CO-CH₂-CH₂), 22.61 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 14.06 (CH₃-(CH₂)₁₃-NH-CO), 7.98 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 62.87 (62.78); H, 11.19 (11.15); N, 5.87 (5.90).

3.2.1.13.4. *N,N,N*-trietyl-5-(hegzadesilamino)-5-oksopentan-1-aminyum bromür
[13d_(AT4)] sentezi



13a_(AT1)' nin sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Verim % 50, EN 122–124 °C.

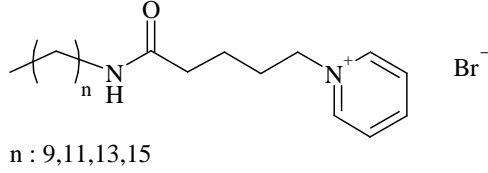
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3326, 2919, 2850, 2739, 2677, 2491, 1650, 1548, 1469, 1430, 1393, 1160, 1070, 1033, 719 cm^{-1}

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 3.39 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 3.15 (q, 6H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 2.50 (t, 2H, O=CCH_2), 1.92-1.64 (m, 6H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$ ve $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2$), 1.57 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.45 (t, 9H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 1.34-1.20 (m, 26H, $-(\text{CH}_2)_{13}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

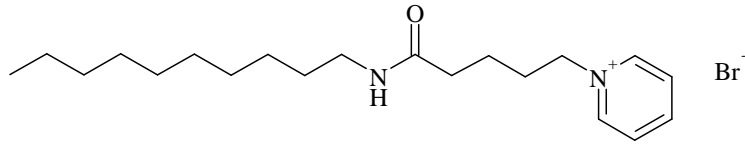
^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 165.52 ($\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2$), 59.72 (CH_2-N^+), 53.23 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$), 46.37 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}^+$), 39.46 ($\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 34.62 ($\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2$), 31.76 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.60 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.55 (4C, $(\text{CH}_2)_4-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CO}$), 29.50 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_7-\text{NH}-\text{CO}$), 29.48 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_8-\text{NH}-\text{CO}$), 29.45 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_9-\text{NH}-\text{CO}$), 29.27 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CO}$), 29.20 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{11}-\text{NH}-\text{CO}$), 29.16 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{12}-\text{NH}-\text{CO}$), 26.77 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{13}-\text{NH}-\text{CO}$), 26.57 ($\text{CO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2$), 22.52 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{14}-\text{NH}-\text{CO}$), 13.97 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{15}-\text{NH}-\text{CO}$), 7.89 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$)

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 64.13 (64.08); H, 11.36 (11.33); N, 5.54 (5.56).

3.2.1.14. 1-[5-Okso-5-(alkilamino)pentil] piridinyum bromür'lerin [14a-d_(AP1-4)] sentezi



3.2.1.14.1. 1-[5-Okso-5-(desilamino)pentil] piridinyum bromür [14a_(AP1)] sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonuna, 1.0 g (3.12 mmol) 5-brom-*N*-desil-pentanamid (**12a**), 1.0 mL (12.48 mmol) piridin ve çözücü olarak 15 mL asetonitril konuldu ve balondaki reaksiyon karışımı bir gece boyunca geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Reaksiyon sona erdiğinde (TLC ile kontrol) çözücü vakum altında uzaklaştırıldı ve ele geçen yağimsı kalıntı, dietil eter / aseton karışımından saflaştırıldı. Saflaştırma işleminden sonra ele geçen sarı renkli vaks kıvamındaki ürün 0.61 g olarak % 49 verimle elde edildi.

FT-IR (ATR): $\bar{\nu} = 3405, 3062, 2922, 2853, 2676, 2493, 1635, 1546, 1488, 1467, 1397, 1378, 1217, 1172, 1035, 772, 722, 683, 649, 591, 571 \text{ cm}^{-1}$

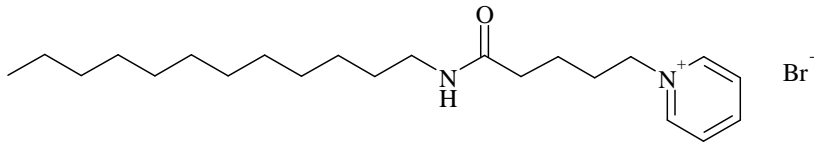
¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): $\delta = 9.55$ (d, 2H, Py-H), 8.46 (t, 1H, Py-H), 8.09 (t, 2H, Py-H), 5.08 (t, 2H, -CH₂N⁺Py), 3.19 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 2.46 (t, 2H, O=C-CH₂), 2.14 (quin, 2H, -CH₂CH₂N⁺Py), 1.77 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.53 (quin, 2H, O=CCH₂CH₂), 1.32-1.20 (m, 14H, -(CH₂)₇-), 0.87 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): $\delta = 173.11$ (NH-CO-CH₂), 145.53 (para PyC), 144.83 (2C, orto PyC), 128.50 (2C, meta PyC), 61.14 (CH₂-Py⁺), 39.64 (CH₂-NH-CO), 34.97 (NH-CO-CH₂), 31.84 (CH₂-CH₂-NH-CO), 30.78 (CH₂-CH₂-Py⁺), 29.65 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.59 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.46 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.40 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 29.30 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.20

(CH₂–(CH₂)₇–NH–CO), 27.14 (CO–CH₂–CH₂), 22.62 (CH₃–CH₂–(CH₂)₈–NH–CO–), 14.07 (CH₃–(CH₂)₉–NH–CO) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 60.14 (60.05); H, 8.83 (8.81); N, 7.01 (7.04).

3.2.1.14.2. 1-[5-Okso-5-(dodesilamino)pentil] piridinyum bromür [14b_(AP2)] sentezi



0.85 g (2.44 mmol) 5-brom-*N*-dodesil-pentanamid (**12b**) ve 0.78 mL (9.76 mmol) piridin kullanılarak **14a**_(AP1) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.50 g olarak % 48 verimle elde edildi. EN 73–74 °C.

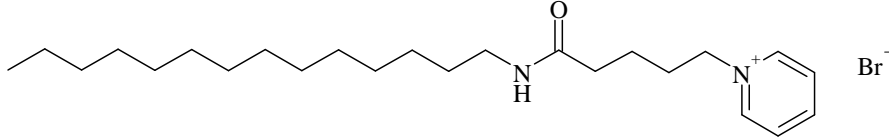
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3429, 3293, 3058, 2922, 2852, 1631, 1562, 1486, 1469, 1376, 1274, 1216, 1176, 1119, 1062, 960, 775, 721, 683 cm⁻¹

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.58 (d, 2H, Py–H), 8.46 (t, 1H, Py–H), 8.08 (t, 2H, Py–H), 5.11 (t, 2H, –CH₂N⁺Py), 3.20 (q, 2H, –CH₂CH₂NH), 2.48 (t, 2H, O=C–CH₂), 2.15 (quin, 2H, –CH₂CH₂N⁺Py), 1.78 (quin, 2H, –CH₂CH₂CH₂NH), 1.53 (quin, 2H, O=CCH₂CH₂), 1.32-1.20 (m, 18H, –(CH₂)₉–), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 172.82 (NH–CO–CH₂), 145.24 (para PyC), 145.05 (2C, orto PyC), 128.44 (2C, meta PyC), 60.99 (CH₂–Py⁺), 39.60 (CH₂–NH–CO), 34.84 (NH–CO–CH₂), 31.82 (CH₂–CH₂–NH–CO), 30.89 (CH₂–CH₂–Py⁺), 29.61 (CH₂–(CH₂)₂–NH–CO), 29.60 (CH₂–(CH₂)₃–NH–CO), 29.57 (CH₂–(CH₂)₄–NH–CO), 29.51 (CH₂–(CH₂)₅–NH–CO), 29.44 (CH₂–(CH₂)₆–NH–CO), 29.33 (CH₂–(CH₂)₇–NH–CO), 29.27 (CH₂–(CH₂)₈–NH–CO), 29.13 (CH₂–(CH₂)₉–NH–CO), 27.09 (CO–CH₂–CH₂), 22.58 (CH₃–CH₂–(CH₂)₁₀–NH–CO), 14.03 (CH₃–(CH₂)₁₁–NH–CO) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 61.82 (61.87); H, 9.20 (9.17); N, 6.55 (6.49).

3.2.1.14.3. 1-[5-Okso-5-(tetradesilamino)pentil] piridinyum bromür [14c_(AP3)] sentezi



1.0 g (2.65 mmol) 5-brom-*N*-tetradesil-pentanamid (**12c**) ve 0.85 mL (10.60 mmol) piridin kullanılarak **14a_(AP1)** için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.98 g olarak % 81 verimle elde edildi. EN 78–79 °C.

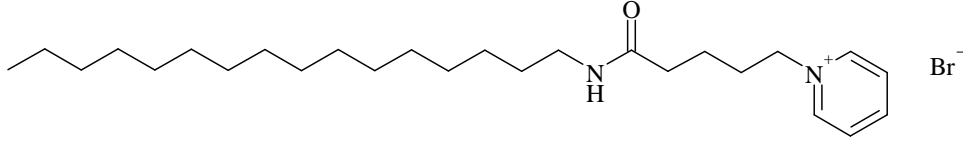
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3391, 3338, 3044, 2918, 2850, 1643, 1536, 1470, 1421, 1374, 1321, 1264, 1211, 1174, 782, 721, 688, 578 cm⁻¹

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.58 (d, 2H, Py–H), 8.45 (t, 1H, Py–H), 8.07 (t, 2H, Py–H), 5.10 (t, 2H, –CH₂N⁺Py), 3.19 (q, 2H, –CH₂CH₂NH), 2.46 (t, 2H, O=C–CH₂), 2.13 (quin, 2H, –CH₂CH₂N⁺Py), 1.76 (quin, 2H, –CH₂CH₂CH₂NH), 1.52 (quin, 2H, O=CCH₂CH₂), 1.32-1.20 (m, 22H, –(CH₂)₁₁–), 0.87 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 172.53 (NH–CO–CH₂), 145.25 (para PyC), 144.95 (2C, orto PyC), 128.35 (2C, meta PyC), 60.82 (CH₂–Py⁺), 39.45 (CH₂–NH–CO), 34.71 (NH–CO–CH₂), 31.71 (CH₂–CH₂–NH–CO), 30.79 (CH₂–CH₂–Py⁺), 29.52 (4C, (CH₂)₄–(CH₂)₂–NH–CO), 29.47 (CH₂–(CH₂)₆–NH–CO), 29.39 (CH₂–(CH₂)₇–NH–CO), 29.32 (CH₂–(CH₂)₈–NH–CO), 29.25 (CH₂–(CH₂)₉–NH–CO), 29.21 (CH₂–(CH₂)₁₀–NH–CO), 29.16 (CH₂–(CH₂)₁₁–NH–CO), 27.00 (CO–CH₂–CH₂), 22.48 (CH₃–CH₂–(CH₂)₁₂–NH–CO), 13.94 (CH₃–(CH₂)₁₃–NH–CO) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 63.28 (63.21); H, 9.51 (9.48); N, 6.15 (6.18).

3.2.1.14.4. 1-[5-Okso-5-(hekzadesilamino)pentil] piridinyum bromür [14d_(AP4)] sentezi



1.0 g (2.47 mmol) 5-brom-*N*-hekzadesil-pentanamid (**12d**) ve 0.80 mL (9.88 mmol) piridin kullanılarak **14a**_(AP1) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.76 g olarak % 63 verimle elde edildi. EN 82–83 °C.

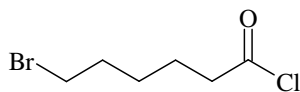
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3399, 3338, 3046, 2918, 2850, 1641, 1548, 1469, 1421, 1375, 1322, 1270, 1212, 1176, 1065, 780, 721, 685, 578 cm⁻¹

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.56 (d, 2H, Py-H), 8.46 (t, 1H, Py-H), 8.08 (t, 2H, Py-H), 5.10 (t, 2H, -CH₂N⁺Py), 3.19 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 2.47 (t, 2H, O=C-CH₂), 2.15 (quin, 2H, -CH₂CH₂N⁺Py), 1.78 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.53 (quin, 2H, O=CCH₂CH₂), 1.33-1.21 (m, 26H, -(CH₂)₁₃-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 172.72 (NH-CO-CH₂), 145.26 (para PyC), 144.99 (2C, orto PyC), 128.40 (2C, meta PyC), 60.92 (CH₂-Py⁺), 39.54 (CH₂-NH-CO), 34.80 (NH-CO-CH₂), 31.77 (CH₂-CH₂-NH-CO), 30.83 (CH₂-CH₂-Py⁺), 29.60 (3C, (CH₂)₃-(CH₂)₂-NH-CO), 29.58 (4C, (CH₂)₄-(CH₂)₅-NH-CO), 29.52 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.42 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 29.31 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 29.22 (CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 29.11 (CH₂-(CH₂)₁₃-NH-CO), 27.06 (CO-CH₂-CH₂), 22.53 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₄-NH-CO), 13.98 (CH₃-(CH₂)₁₅-NH-CO) ppm

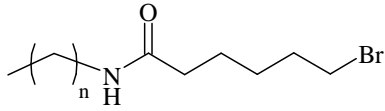
Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 64.58 (64.50); H, 9.80 (9.82); N, 5.79 (5.81).

3.2.1.15. 6-Bromhekzanoil klorür (15) sentezi



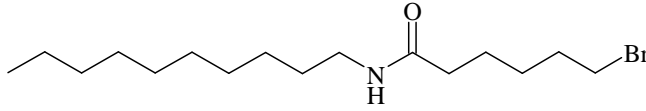
100 mL' lik reaksiyon balonuna 2.30 g (11.8 mmol) 6-bromhekzanoik asit konuldu ve üzerine çözücü ilave etmeden direkt olarak yavaşça 4.3 mL (59 mmol) SOCl₂ damlatıldı. Reaksiyon karışımı çözücsüz olarak yaklaşık 2.5 saat geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Sürenin sonunda tiyonil klorürün aşırısı evaporatörde uçuruldu. Geriye kalan yağimsı ürün ek bir saflaştırma işlemine tabi tutulmadan bir sonraki aşamada kullanıldı. Verim 2.36 g % 94.

3.2.1.16. 6-Brom-*N*-alkil-hekzanamid' lerin (16a-d) sentezi



n : 9,11,13,15

3.2.1.16.1. 6-Brom-*N*-desil-hekzanamid (16a) sentezi



100 mL' lik çift boyunlu balona 1.4 mL (6.95 mmol) desilamin, 1.15 mL (8.34 mmol) trietilamin ve çözücü olarak 20 mL kloroform konuldu. Balon buz banyosuna yerleştirilip karışım soğutulduktan sonra damlatma hunisinden 1.48 g (6.95 mmol) 6-bromhekzanoil klorürün (15) kloroformdaki çözeltisi ortama ilave edildi. İlave işleminin ardından balon bir gece oda sıcaklığında karıştırıldı. Daha sonra reaksiyon karışımı önce seyreltik HCl ile hemen ardından da saf su ile yıkandı. Organik faz sodyum sülfat ile kurutuldu ve kloroform evaporatörde uçuruldu. Elde edilen beyaz renkli ham ürün THF / petroleteri karışımı ile kristallendirilerek 1.78 gr olarak % 77 verimle sentezlendi. EN 57–58 °C.

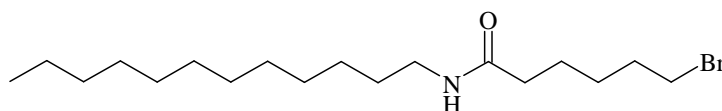
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3313, 3053, 2923, 2851, 1640, 1539, 1470, 1418, 1374, 1356, 1277, 1262, 1191, 1158, 1116, 1065, 1026, 940, 893, 818, 720, 677, 648, 577, 533 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.42 (t, 1H, HNC=O), 3.42 (t, 2H, CH_2Br), 3.24 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 2.18 (t, 2H, O=CCH_2), 1.88 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.67 (quin, 4H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$ ve $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2$), 1.50 (quin, 4H, $-(\text{CH}_2)-$ ve $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.37-1.20 (m, 12H, $-(\text{CH}_2)_6-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 172.59 (NH-CO-CH_2), 39.53 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 36.50 (NH-CO-CH_2), 33.70 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 32.43 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 31.87 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.64 (2C, $(\text{CH}_2)_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.54 (2C, $(\text{CH}_2)_2\text{-(CH}_2)_4\text{-NH-CO}$), 29.30 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_6\text{-NH-CO}$), 27.76 ($\text{CO-CH}_2\text{-CH}_2$), 26.93 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_7\text{-NH-CO}$), 24.86 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 22.69 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_8\text{-NH-CO}$), 14.12 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_9\text{-NH-CO}$) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 57.48 (57.55); H, 9.65 (9.67); N, 4.19 (4.14).

3.2.1.16.2. 6-Brom-N-dodesil-hekzanamid (16b) sentezi



(16a)' nin sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Verim % 83, EN 60–61 $^{\circ}\text{C}$.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3328, 2921, 2850, 1641, 1524, 1467, 1420, 1372, 1291, 1270, 1233, 1191, 1064, 1027, 937, 723, 667, 640, 569 cm^{-1} .

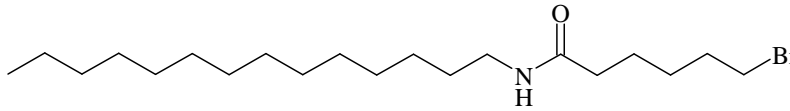
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.42 (t, 1H, HNC=O), 3.42 (t, 2H, CH_2Br), 3.24 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 2.18 (t, 2H, O=CCH_2), 1.89 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.68 (quin, 4H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$ ve $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2$), 1.50 (quin, 4H, $-(\text{CH}_2)-$ ve $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.38-1.21 (m, 16H, $-(\text{CH}_2)_8-$), 0.89 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 172.56 (NH-CO-CH_2), 39.52 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 36.49 (NH-CO-CH_2), 33.64 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 32.43 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 31.88

(CH₂-CH₂-NH-CO), 29.64 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.63 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.61 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.57 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 29.54 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.32 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.29 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 27.75 (CO-CH₂-CH₂), 26.93 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 24.85 (CH₂-CH₂-CH₂-Br), 22.66 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 14.11 (CH₃-(CH₂)₁₁-NH-CO) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 59.66 (59.71); H, 10.01 (9.97); N, 3.87 (3.80).

3.2.1.16.3. 6-Brom-N-tetradesil-hekzanamid (16c) sentezi



(16a)' nin sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Verim % 81, EN 68-69 °C.

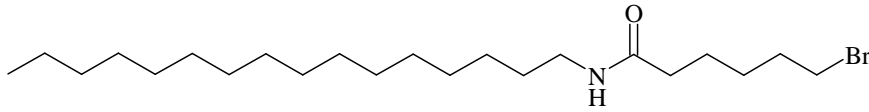
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3304, 2954, 2920, 2850, 1635, 1538, 1469, 1416, 1360, 1263, 1192, 1069, 1023, 940, 719, 678, 641, 580 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 5.41 (t, 1H, HNC=O), 3.42 (t, 2H, CH₂Br), 3.24 (q, 2H, CH₂NHC=O), 2.18 (t, 2H, O=CCH₂), 1.88 (quin, 2H, CH₂CH₂NHC=O), 1.67 (quin, 4H, CH₂CH₂Br ve O=CCH₂CH₂), 1.49 (quin, 4H, -(CH₂)₂- ve CH₂CH₂CH₂NHC=O), 1.37-1.20 (m, 20H, -(CH₂)₁₀-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 172.51 (NH-CO-CH₂), 39.53 (CH₂-NH-CO), 36.53 (NH-CO-CH₂), 33.66 (CH₂-CH₂-Br), 32.44 (CH₂-CH₂-Br), 31.91 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.68 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.66 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.64 (3C, (CH₂)₃-(CH₂)₄-NH-CO), 29.58 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.54 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 29.35 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.30 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 27.76 (CO-CH₂-CH₂), 26.92 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 24.84 (CH₂-CH₂-CH₂-Br), 22.68 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO-), 14.12 (CH₃-(CH₂)₁₃-NH-CO) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 61.52 (61.58); H, 10.33 (10.28); N, 3.59 (3.51).

3.2.1.16.4. 6-Brom-N-hekzadesil-hekzanamid (16d) sentezi



(16a)'nın sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Verim % 81, EN 74–75 °C.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3304, 3049, 2920, 2850, 1635, 1537, 1470, 1438, 1416, 1361, 1268, 1219, 1192, 1069, 1023, 940, 718, 677, 642, 578, 537 cm^{-1} .

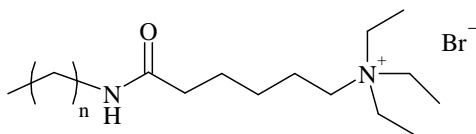
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.41 (t, 1H, HNC=O), 3.42 (t, 2H, CH_2Br), 3.24 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 2.18 (t, 2H, O=CCH_2), 1.88 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.67 (quin, 4H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$ ve $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2$), 1.49 (quin, 4H, $-(\text{CH}_2)-$ ve $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.33-1.20 (m, 24H, $-(\text{CH}_2)_{12}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 172.55 (NH-CO-CH_2), 39.53 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 36.50 (NH-CO-CH_2), 33.66 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 32.44 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 31.91 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.69 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.67 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_3\text{-NH-CO}$), 29.65 (4C, $\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_4\text{-(CH}_2)_4\text{-NH-CO}$), 29.59 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_8\text{-NH-CO}$), 29.56 (2C, $\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-(CH}_2)_9\text{-NH-CO}$), 29.36 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{11}\text{-NH-CO}$), 29.31 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{12}\text{-NH-CO}$), 27.76 ($\text{CO-CH}_2\text{-CH}_2$), 26.94 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_{13}\text{-NH-CO}$), 24.86 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 22.68 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_{14}\text{-NH-CO-}$), 14.13 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_{15}\text{-NH-CO}$) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 63.14 (63.18); H, 10.60 (10.56); N, 3.35 (3.30).

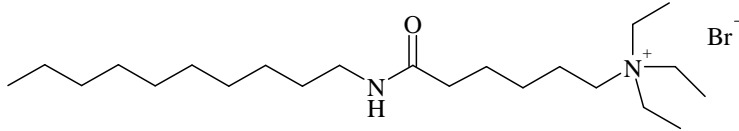
3.2.1.17. N,N,N-trietil-6-(alkilamino)-6-oksohekzan-1-aminyum bromür

[17a-d_(AT5-8)] sentezi



n : 9,11,13,15

3.2.1.17.1. *N,N,N*-trietyl-6-(desilamino)-6-oksoheksan-1-aminyum bromür [17a_(AT5)] sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonuna, 0.80 g (2.39 mmol) 6-brom-*N*-desil-hekzanamid (**16a**), 1.0 mL (7.21 mmol) trietilamin ve çözücü olarak 15 mL asetonitril konuldu ve balondaki reaksiyon karışımı bir gece boyunca geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Reaksiyon sona erdiğinde (TLC ile kontrol) çözücü vakum altında uzaklaştırıldı ve ele geçen yağimsı kalıntı, dietil eter / aseton karışımından saflaştırıldıktan sonra geriye kalan sarı-turuncu renkli yağimsı ürün 1.0 g olarak % 96 verimle elde edildi.

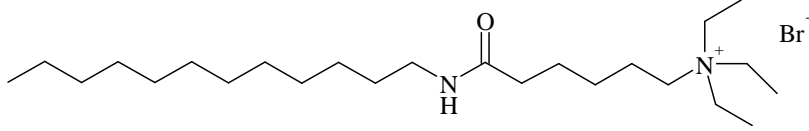
FT-IR (ATR): $\bar{\nu} = 3409, 2924, 2854, 1638, 1547, 1459, 1396, 1377, 1254, 1158, 1009, 941, 797, 721, 638, 589, 574 \text{ cm}^{-1}$

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 3.47$ (q, 6H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 3.29-3.16 (m, 4H, $-\text{CH}_2\text{N}^+$, $\text{CH}_2\text{NHC}=\text{O}$), 2.37 (t, 2H, $\text{O}=\text{CCH}_2$), 1.90-1.83 (m, 4H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$ ve $\text{O}=\text{CCH}_2\text{CH}_2$), 1.76 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC}=\text{O}$), 1.60-1.47 (m, 4H, $\text{O}=\text{CCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$ ve $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC}=\text{O}$), 1.36 (t, 9H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 1.32-1.20 (m, 12H, $-(\text{CH}_2)_6-$), 0.86 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 173.36$ ($\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2$), 57.40 (CH_2-N^+), 53.22 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$), 46.30 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}^+$), 39.54 ($\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 35.33 ($\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2$), 31.85 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.61 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.56 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CO}$), 29.53 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_4-\text{NH}-\text{CO}$), 29.36 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_5-\text{NH}-\text{CO}$), 29.29 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{NH}-\text{CO}$), 27.08 ($\text{CO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2$), 26.89 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_7-\text{NH}-\text{CO}$), 24.91 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}^+$), 22.69 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_8-\text{NH}-\text{CO}$), 14.09 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_9-\text{NH}-\text{CO}$), 7.90 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 60.67 (60.56); H, 10.88 (10.91); N, 6.43 (6.39).

3.2.1.17.2. *N,N,N*-trietyl-6-(dodesilamino)-6-oksohekzan-1-aminyum bromür
[17b_(AT6)] sentezi



0.90 g (2.48 mmol) 6-brom-*N*-dodesil-hekzanamid (**16b**) ve 1.0 mL (7.21 mmol) trietylamin kullanılarak **17a_(AT5)** için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.75 g % 65 verimle elde edildi. EN 89–90 °C.

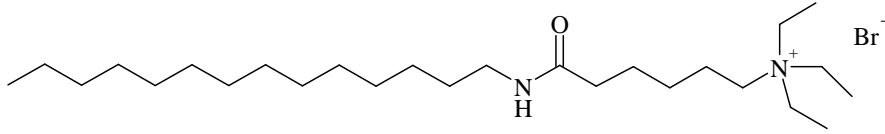
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3435, 2925, 2854, 1641, 1547, 1466, 1397, 1303, 1242, 1189, 1160, 1009, 796, 719 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 5.60 (t, 1H, HNC=O), 3.49 (q, 6H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 3.29-3.18 (m, 4H, -CH₂N⁺, CH₂NHC=O), 2.40 (t, 2H, O=CCH₂), 1.90-1.74 (m, 6H, CH₂CH₂N⁺, O=CCH₂CH₂ ve CH₂CH₂NHC=O), 1.56-1.45 (m, 4H, O=CCH₂CH₂CH₂CH₂N⁺ ve CH₂CH₂CH₂NHC=O), 1.37 (t, 9H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 1.32-1.22 (m, 16H, -(CH₂)₈-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 173.13 (NH-CO-CH₂), 57.36 (CH₂-N⁺), 53.21 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃), 46.25 (CH₂-CH₂-N⁺), 39.43 (CH₂-NH-CO), 35.33 (NH-CO-CH₂), 31.79 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.56 (2C, (CH₂)₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.54 (3C, (CH₂)₃-(CH₂)₄-NH-CO), 29.32 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.24 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 27.04 (CO-CH₂-CH₂), 25.38 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 24.85 (CH₂-CH₂-CH₂-N⁺), 22.57 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 14.03 (CH₃-(CH₂)₁₁-NH-CO), 7.88 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 62.18 (62.09); H, 11.09 (11.14); N, 6.04 (5.98).

3.2.1.17.3. *N,N,N*-trietyl-6-(tetradesilamino)-6-oksohekzan-1-aminyum bromür
[17c_(AT7)] sentezi



0.85 g (2.17 mmol) 6-brom-*N*-tetradesil-hekzanamid (**16c**) ve 1.0 mL (7.21 mmol) trietilamin kullanılarak **17a_(AT5)** için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.70 g % 71 verimle elde edildi. EN 124–125 °C.

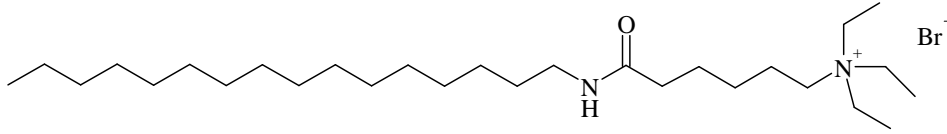
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3324, 2921, 2851, 1641, 1533, 1471, 1397, 1248, 1161, 801, 719 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 3.49 (q, 6H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 3.30-3.18 (m, 4H, $-\text{CH}_2\text{N}^+$, $\text{CH}_2\text{NHC}=\text{O}$), 2.39 (t, 2H, $\text{O}=\text{CCH}_2$), 1.94-1.74 (m, 6H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$, $\text{O}=\text{CCH}_2\text{CH}_2$ ve $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC}=\text{O}$), 1.58-1.47 (m, 4H, $\text{O}=\text{CCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$ ve $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC}=\text{O}$), 1.37 (t, 9H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 1.32-1.19 (m, 20H, $-(\text{CH}_2)_{10}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 173.09 ($\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2$), 57.07 (CH_2-N^+), 53.02 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$), 45.98 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}^+$), 39.24 ($\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 35.21 ($\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2$), 31.62 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.43 (3C, $(\text{CH}_2)_3-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.37 (4C, $(\text{CH}_2)_4-(\text{CH}_2)_5-\text{NH}-\text{CO}$), 29.18 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_9-\text{NH}-\text{CO}$), 29.07 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CO}$), 26.90 ($\text{CO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2$), 25.27 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{11}-\text{NH}-\text{CO}$), 24.78 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}^+$), 22.39 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{12}-\text{NH}-\text{CO}$), 13.86 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{13}-\text{NH}-\text{CO}$), 7.73 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 63.52 (63.45); H, 11.28 (11.24); N, 5.70 (5.74).

3.2.1.17.4. *N,N,N*-trietyl-6-(hegzadesilamino)-6-oksoheksan-1-aminyum bromür
[17d_(AT8)] sentezi



0.85 g (2.03 mmol) 6-brom-*N*-hegzadesil-hekzanamid (**16d**) ve 1.0 mL (7.21 mmol) trietilamin kullanılarak **17a**_(AT5) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.81 g % 77 verimle elde edildi. EN 134–135 °C.

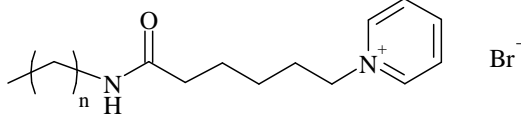
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3327, 2920, 2850, 1641, 1532, 1472, 1397, 1384, 1246, 1162, 1035, 801, 723, 678, 572 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 3.48 (q, 6H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 3.29-3.18 (m, 4H, -CH₂N⁺, CH₂NHC=O), 2.39 (t, 2H, O=CCH₂), 1.94-1.70 (m, 6H, CH₂CH₂N⁺, O=CCH₂CH₂ ve CH₂CH₂NHC=O), 1.56-1.43 (m, 4H, O=CCH₂CH₂CH₂CH₂CH₂N⁺ ve CH₂CH₂CH₂NHC=O), 1.37 (t, 9H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 1.32-1.20 (m, 24H, -(CH₂)₁₂-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 173.04 (NH-CO-CH₂), 57.32 (CH₂-N⁺), 53.15 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃), 46.22 (CH₂-CH₂-N⁺), 39.40 (CH₂-NH-CO), 35.27 (NH-CO-CH₂), 31.78 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.58 (4C, (CH₂)₄-(CH₂)₂-NH-CO), 29.52 (5C, (CH₂)₅-(CH₂)₆-NH-CO), 29.30 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 29.23 (CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 27.02 (CO-CH₂-CH₂), 25.33 (CH₂-(CH₂)₁₃-NH-CO), 24.81 (CH₂-CH₂-CH₂-N⁺), 22.56 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₄-NH-CO), 14.03 (CH₃-(CH₂)₁₅-NH-CO), 7.85 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃) ppm

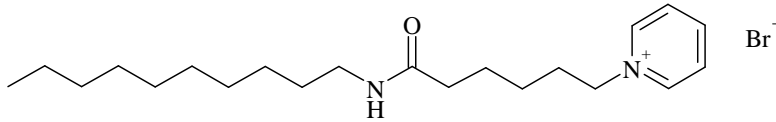
Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 64.71 (64.63); H, 11.44 (11.41); N, 5.39 (5.42).

3.2.1.18 1-[6-Okso-6-(alkilamino)heksil] piridinyum bromür'lerin [18a-d_(AP5-8)] sentezi



n : 9,11,13,15

3.2.1.18.1. 1-[6-Okso-6-(desilamino)heksil] piridinyum bromür [18a_(AP5)] sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonuna, 0.85 g (2.54 mmol) 6-brom-*N*-desil-hekzanamid (**16a**), 0.82 mL (10.16 mmol) piridin ve çözücü olarak 15 mL asetonitril konuldu ve balondaki reaksiyon karışımı bir gece boyunca geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Reaksiyon sona erdiğinde (TLC ile kontrol) çözücü vakum altında uzaklaştırıldı ve geriye kalan yağimsı kalıntı, dietil eter / aseton karışımından saflaştırıldı. Saflaştırma işleminden sonra ele geçen beyaz renkli katı ürün 0.96 g olarak % 91 verimle elde edildi. EN 113–114 °C

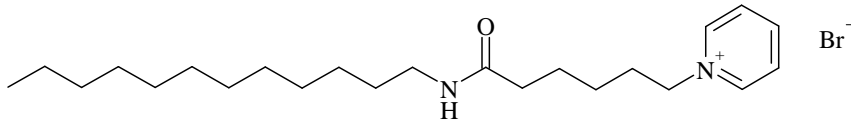
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3412, 3326, 3041, 2922, 2854, 1642, 1536, 1477, 1419, 1366, 1321, 1275, 1253, 1211, 1176, 1069, 1029, 940, 818, 779, 720, 690, 687, 578 cm⁻¹

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.58 (d, 2H, Py-H), 8.46 (t, 1H, Py-H), 8.09 (t, 2H, Py-H), 6.93 (t, 1H, HN-C=O), 4.98 (t, 2H, -CH₂N⁺Py), 3.17 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 2.28 (t, 2H, O=C-CH₂), 2.14 (quin, 2H, -CH₂CH₂N⁺Py), 1.73 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.54-1.44 (m, 4H, CH₂CH₂CH₂N⁺Py ve O=CCH₂CH₂), 1.30-1.22 (m, 14H, -(CH₂)₇-), 0.86 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 173.04 (NH-CO-CH₂), 145.21 (para PyC), 145.02 (2C, orto PyC), 128.34 (2C, meta PyC), 61.24 (CH₂-Py⁺), 39.39 (CH₂-NH-CO), 35.50 (NH-CO-CH₂), 31.69 (CH₂-CH₂-NH-CO), 31.02 (CH₂-CH₂-Py⁺), 29.46 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.41 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.29 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO),

29.22 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_5\text{-NH-CO}$), 29.13 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_6\text{-NH-CO}$), 26.95 ($\text{CO-CH}_2\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_2$),
 25.01 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_7\text{-NH-CO}$), 24.55 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Py}^+$), 22.48
 ($\text{CH}_3\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_8\text{-NH-CO-}$), 13.97 ($\underline{\text{C}}\text{H}_3\text{-(CH}_2\text{)}_9\text{-NH-CO}$) ppm
 Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 61.01 (60.90); H, 9.02 (9.06); N, 6.78
 (6.72).

3.2.1.18.2. 1-[6-Okso-6-(dodesilamino)hekzil] piridinyum bromür [18b_(AP6)] sentezi



1.0 g (2.76 mmol) 6-brom-*N*-dodesil-hekzanamid (**16b**) ve 0.89 mL (11.04 mmol) piridin kullanılarak **18a**_(AP5) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.55 g % 45 verimle elde edildi. EN 118–119 °C.

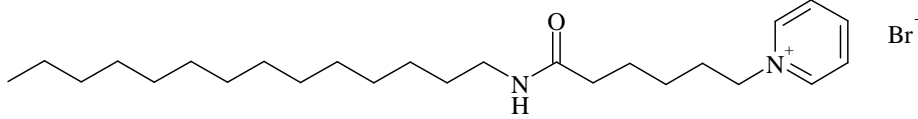
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3410, 3371, 3326, 3041, 2921, 2852, 1642, 1536, 1508, 1477, 1420, 1373, 1323, 1250, 1210, 1176, 1069, 944, 779, 719, 687, 578 cm⁻¹

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.58 (d, 2H, Py-H), 8.47 (t, 1H, Py-H), 8.10 (t, 2H, Py-H), 6.90 (t, 1H, HNC=O), 4.99 (t, 2H, -CH₂N⁺Py), 3.18 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 2.30 (t, 2H, O=C-CH₂), 2.16 (quin, 2H, -CH₂CH₂N⁺Py), 1.73 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.54-1.45 (m, 4H, CH₂CH₂CH₂N⁺Py ve O=CCH₂CH₂), 1.32-1.20 (m, 18H, -(CH₂)₉-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 173.17 (NH-CO-CH₂), 145.24 (para PyC), 145.06 (2C, orto PyC), 128.38 (2C, meta PyC), 61.31 (CH₂-Py⁺), 39.48 (CH₂-NH-CO), 35.51 (NH-CO-CH₂), 31.76 (CH₂-CH₂-NH-CO), 31.05 (CH₂-CH₂-Py⁺), 29.54 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.51 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.48 (2C, (CH₂)₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.45 (CH₂(CH₂)₆-NH-CO), 29.29 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.21 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 27.01 (CO-CH₂-CH₂), 25.07 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 24.60 (CH₂-CH₂-CH₂-Py⁺), 22.53 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO-), 14.00 (CH₃-(CH₂)₁₁-NH-CO) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 62.57 (62.50); H, 9.36 (9.33); N, 6.35 (6.37).

3.2.1.18.3. 1-[6-Okso-6-(tetradesilamino)hekzil] piridinyum bromür [18c_(AP7)] sentezi



0.88 g (2.25 mmol) 6-brom-*N*-tetradesil-hekzanamid (**16c**) ve 0.72 mL (9.0 mmol) piridin kullanılarak **18a_(AP5)** için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.76 g % 72 verimle elde edildi. EN 123–124 °C.

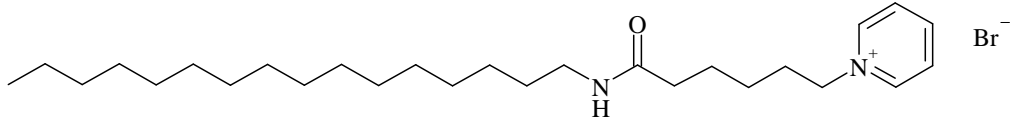
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3403, 3373, 3328, 3041, 2920, 2852, 1642, 1535, 1508, 1477, 1420, 1369, 1323, 1254, 1209, 1176, 1069, 940, 818, 779, 718, 687, 578 cm⁻¹

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.59 (d, 2H, Py-H), 8.46 (t, 1H, Py-H), 8.09 (t, 2H, Py-H), 6.99 (t, 1H, HNC=O), 4.99 (t, 2H, -CH₂N⁺Py), 3.19 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 2.31 (t, 2H, O=C-CH₂), 2.16 (quin, 2H, -CH₂CH₂N⁺Py), 1.75 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.54-1.45 (m, 4H, CH₂CH₂CH₂N⁺Py ve O=CCH₂CH₂), 1.33-1.20 (m, 22H, -(CH₂)₁₁-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 173.11 (NH-CO-CH₂), 145.22 (para PyC), 145.08 (2C, orto PyC), 128.38 (2C, meta PyC), 61.32 (CH₂-Py⁺), 39.48 (CH₂-NH-CO), 35.56 (NH-CO-CH₂), 31.79 (CH₂-CH₂-NH-CO), 31.08 (CH₂-CH₂-Py⁺), 29.59 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.54 (4C, (CH₂)₄-(CH₂)₃-NH-CO), 29.49 (2C, (CH₂)₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.32 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.24 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 27.04 (CO-CH₂-CH₂), 25.08 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 24.59 (CH₂-CH₂-CH₂-Py⁺), 22.56 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 14.03 (CH₃-(CH₂)₁₃-NH-CO) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 63.95 (64.01); H, 9.66 (9.60); N, 5.97 (6.00).

3.2.1.18.4. 1-[6-Okso-6-(hegzadesilamino)heksil] piridinyum bromür [18d_(AP8)] sentezi



0.80g (1.91 mmol) 6-brom-*N*-hegzadesil-hekzanamid (**16d**) ve 0.61 mL (7.64 mmol) piridin kullanılarak **18a**_(AP5) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.75 g % 79 verimle elde edildi. EN 126–127 °C.

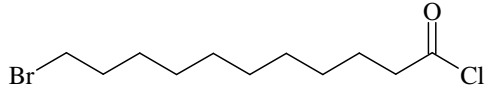
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3412, 3373, 3328, 3041, 2919, 2851, 1641, 1541, 1471, 1418, 1373, 1323, 1262, 1210, 1192, 1177, 1066, 935, 788, 719, 687, 645, 584 cm⁻¹

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 9.59 (d, 2H, Py-H), 8.46 (t, 1H, Py-H), 8.09 (t, 2H, Py-H), 6.85 (t, 1H, HNC=O), 4.99 (t, 2H, -CH₂N⁺Py), 3.19 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 2.31 (t, 2H, O=C-CH₂), 2.16 (quin, 2H, -CH₂CH₂N⁺Py), 1.75 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.54-1.45 (m, 4H, CH₂CH₂CH₂N⁺Py ve O=CCH₂CH₂), 1.33-1.20 (m, 26H, -(CH₂)₁₃-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 172.77 (-NH-CO-CH₂-), 145.19 (para PyC), 145.12 (2C, orto PyC), 128.38 (2C, meta PyC), 61.32 (CH₂-Py⁺), 39.48 (-CH₂-NH-CO-), 35.52 (-NH-CO-CH₂-), 32.35 (-CH₂-CH₂-NH-CO-), 31.80 (-CH₂-CH₂-Py⁺), 29.59 (4C, -(CH₂)₄-(CH₂)₂-NH-CO-), 29.52 (3C, -(CH₂)₃-(CH₂)₆-NH-CO-), 29.25 (-CH₂-(CH₂)₉-NH-CO-), 27.64 (-CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO-), 27.05 (-CO-CH₂-CH₂-), 26.89 (-CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO-), 25.07 (-CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO-), 24.83 (-CH₂-(CH₂)₁₃-NH-CO-), 24.55 (-CH₂-CH₂ CH₂-Py⁺), 22.57 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₄-NH-CO-), 14.03 (CH₃-(CH₂)₁₅-NH-CO)

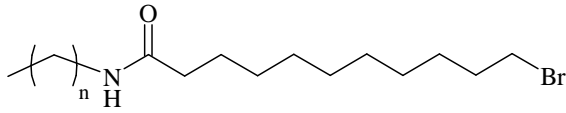
Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 65.17 (65.09); H, 9.93 (9.92); N, 5.63 (5.59).

3.2.1.19. 11-Bromundekanoil klorür (19) sentezi



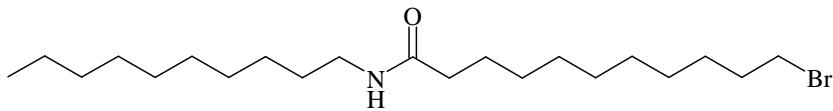
100 mL' lik reaksiyon balonuna 3.0 g (11.31 mmol) 11-bromundekanoik asit konuldu ve üzerine çözücü ilave etmeden direkt olarak yavaşça 2,5 mL (33,93 mmol) SOCl_2 damlatıldı. Reaksiyon karışımı çözücsüz olarak yaklaşık 2.5 saat geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Sürenin sonunda tiyonil klorürün aşırısı evaporatörde uçuruldu. Geriye kalan yağimsı ürün ek bir saflaştırma işlemine tabi tutulmadan bir sonraki aşamada kullanıldı. Verim 3.10 g % 96

3.2.1.20. 11-Brom-N-alkil-undekanamid' lerin (20a-d) sentezi



n : 9,11,13,15

3.2.1.20.1. 11-Brom-N-desil-undekanamid (20a) sentezi



100 mL' lik çift boyunlu balona 0.86 g (5.51 mmol) desilamin, 0.92 mL (6.61 mmol) trietilamin ve çözücü olarak 20 mL diklorometan konuldu. Balon buz banyosuna yerleştirilip karışım soğutulduktan sonra damlatma hunisinden 1.56 g (5.51 mmol) 11-

bromundekanoil klorürün (**19**) kloroformdaki çözeltisi ortama ilave edildi. İlave işleminin ardından balon bir gece oda sıcaklığında karıştırıldı. Daha sonra reaksiyon karışımı önce seyreltik HCl ile hemen ardından da saf su ile yıkandı. Organik faz sodyum sülfat ile kurutuldu ve kloroform evaporatörde uçuruldu. Elde edilen beyaz renkli ham ürün THF / petroleteri karışımı ile kristallendirilerek 1.44 gr olarak % 65 verimle sentezlendi. EN 64–65 °C.

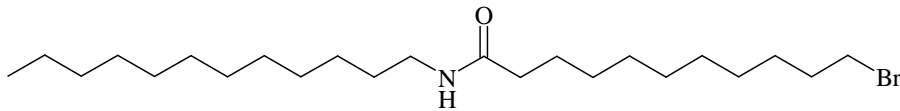
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3312, 3052, 2954, 2920, 2851, 1633, 1537, 1471, 1419, 1341, 1284, 1251, 1227, 938, 720, 680, 650, 580 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.39 (t, 1H, HNC=O), 3.41 (t, 2H, CH_2Br), 3.24 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 2.15 (t, 2H, O=CCH_2), 1.85 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.66-1.58 (m, 4H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$ ve $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$), 1.52-1.38 (m, 4H, $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2$ ve $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$), 1.36-1.20 (m, 22H, $-(\text{CH}_2)_4-$ ve $-(\text{CH}_2)_7-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 173.08 (NH-CO-CH_2), 39.46 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 36.84 (NH-CO-CH_2), 34.04 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 32.78 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 31.86 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.64 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.54 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_3\text{-NH-CO}$), 29.53 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_4\text{-NH-CO}$), 29.34 (2C, $-(\text{CH}_2)_2\text{-(CH}_2)_5\text{-NH-CO}$), 29.30 (3C, $\text{NH-CO-(CH}_2)_3\text{-(CH}_2)_3\text{-(CH}_2)_4\text{-Br}$), 29.27 ($\text{CO-(CH}_2)_2\text{-CH}_2$), 28.70 ($\text{NH-CO-(CH}_2)_6\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_3\text{-Br}$), 28.11 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-Br}$), 25.83 ($\text{CO-CH}_2\text{-CH}_2$), 26.92 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_7\text{-NH-CO}$), 22.65 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_8\text{-NH-CO}$), 14.11 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_9\text{-NH-CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 62.36 (62.36); H, 10.47 (10.51); N, 3.46 (3.39).

3.2.1.20.2. 11-Brom-N-dodesil-undekanamid (**20b**) sentezi



(**20a**)'nın sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Verim % 65, EN 73–74 °C.

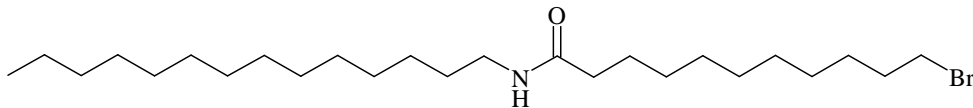
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3314, 2920, 2851, 1631, 1537, 1471, 1419, 1373, 1342, 1285, 1250, 1231, 1205, 937, 719, 678, 649, 579 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.41 (t, 1H, HNC=O), 3.41 (t, 2H, CH_2Br), 3.24 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 2.15 (t, 2H, O=CCH_2), 1.85 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.66-1.57 (m, 4H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$ ve $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$), 1.52-1.38 (m, 4H, $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2$, $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$), 1.36-1.20 (m, 26H, $-(\text{CH}_2)_4-$ ve $-(\text{CH}_2)_9-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 173.13 (NH-CO-CH_2), 39.44 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 36.74 (NH-CO-CH_2), 33.92 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 32.76 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-Br}$), 31.86 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.62 (2C, $(\text{CH}_2)_2\text{-(CH}_2)_2\text{-NH-CO}$), 29.59 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_4\text{-NH-CO}$), 29.57 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_5\text{-NH-CO}$), 29.54 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_6\text{-NH-CO}$), 29.34 (3C, $(\text{CH}_2)_3\text{-(CH}_2)_7\text{-NH-CO}$), 29.31 (3C, $\text{NH-CO-(CH}_2)_3\text{-(CH}_2)_3\text{-(CH}_2)_4\text{-Br}$), 29.26 ($\text{CO-(CH}_2)_2\text{-CH}_2$), 28.69 ($\text{NH-CO-(CH}_2)_6\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_3\text{-Br}$), 28.10 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_2\text{-Br}$), 25.83 ($\text{CO-CH}_2\text{-CH}_2$), 26.93 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2)_9\text{-NH-CO}$), 22.63 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2)_{10}\text{-NH-CO-}$), 14.07 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_{11}\text{-NH-CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 63.87 (63.70); H, 10.72 (10.66); N, 3.24 (3.28).

3.2.1.20.3. 11-Brom-N-tetradesil-undekanamid (20c) sentezi



(20a)' nin sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Verim % 78, EN 79–80 $^{\circ}\text{C}$.

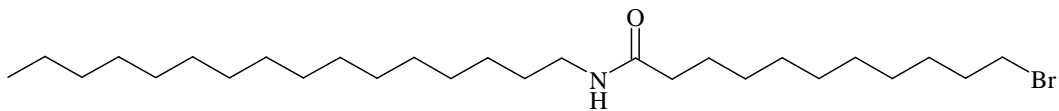
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3318, 3048, 2920, 2851, 1634, 1533, 1472, 1419, 1372, 1340, 1285, 1229, 1204, 1186, 1118, 1057, 938, 719, 677, 649, 579 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.39 (t, 1H, HNC=O), 3.41 (t, 2H, CH_2Br), 3.23 (q, 2H, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 2.15 (t, 2H, O=CCH_2), 1.85 (quin, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 1.64-1.56 (m, 4H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$ ve $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$), 1.51-1.37 (m, 4H, $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2$, $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$), 1.33-1.20 (m, 30H, $-(\text{CH}_2)_4-$ ve $-(\text{CH}_2)_{11}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 173.12$ ($\text{NH}-\underline{\text{CO}}-\text{CH}_2$), 39.44 ($\underline{\text{CH}}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 36.72 ($\text{NH}-\text{CO}-\underline{\text{CH}}_2$), 33.87 ($\text{CH}_2-\underline{\text{CH}}_2-\text{Br}$), 32.76 ($\underline{\text{CH}}_2-\text{CH}_2-\text{Br}$), 31.87 ($\underline{\text{CH}}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.64 (2C, ($\underline{\text{CH}}_2$)₂-(CH_2)₂-NH-CO), 29.62 (3C, ($\underline{\text{CH}}_2$)₃-(CH_2)₄-NH-CO) 29.57 ($\underline{\text{CH}}_2$ -(CH_2)₇-NH-CO), 29.54 ($\underline{\text{CH}}_2$ -(CH_2)₈-NH-CO), 29.34 (2C, ($\underline{\text{CH}}_2$)₂-(CH_2)₉-NH-CO), 29.31 (3C, -NH-CO-(CH_2)₃-($\underline{\text{CH}}_2$)₃-(CH_2)₄-Br), 29.26 ($\text{CO}-(\text{CH}_2)_2-\underline{\text{CH}}_2$), 28.69 ($\text{NH}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_6-\underline{\text{CH}}_2-(\text{CH}_2)_3-\text{Br}$) 28.10 ($\underline{\text{CH}}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Br}$), 25.83 ($\text{CO}-\text{CH}_2-\underline{\text{CH}}_2$), 26.94 ($\underline{\text{CH}}_2-(\text{CH}_2)_{11}-\text{NH}-\text{CO}$), 22.63 ($\text{CH}_3-\underline{\text{CH}}_2-(\text{CH}_2)_{12}-\text{NH}-\text{CO}$), 14.06 ($\underline{\text{CH}}_3-(\text{CH}_2)_{13}-\text{NH}-\text{CO}$)

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 65.19 (64.89); H, 10.94 (10.99); N, 3.04 (2.97).

3.2.1.20.4. 11-Brom-N-hekzadesil-undekanamid (20d) sentezi



(20a)' nin sentezinde kullanılan deneysel prosedür uygulandı. Verim % 78, EN 84–85 °C.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3325, 2920, 2851, 1632, 1535, 1471, 1419, 1372, 1341, 1286, 1227, 1204, 1186, 936, 718, 676, 648, 578, 537 \text{ cm}^{-1}$.

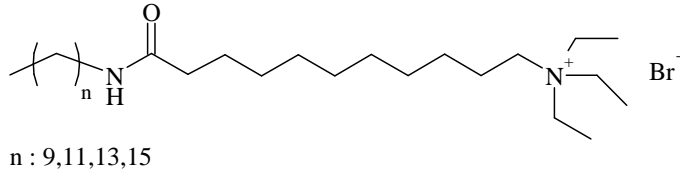
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 5.40$ (t, 1H, $\underline{\text{H}}\text{NC}=\text{O}$), 3.41 (t, 2H, $\underline{\text{CH}}_2\text{Br}$), 3.24 (q, 2H, $\underline{\text{CH}}_2\text{NHC}=\text{O}$), 2.15 (t, 2H, $\text{O}=\text{C}\underline{\text{CH}}_2$), 1.85 (quin, 2H, $\underline{\text{CH}}_2\text{CH}_2\text{NHC}=\text{O}$), 1.66-1.55 (m, 4H, $\underline{\text{CH}}_2\text{CH}_2\text{Br}$ ve $\underline{\text{CH}}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$), 1.51-1.38 (m, 4H, $\text{O}=\text{C}\underline{\text{CH}}_2\underline{\text{CH}}_2$ ve $\text{O}=\text{C}\underline{\text{CH}}_2\underline{\text{CH}}_2\underline{\text{CH}}_2$), 1.34-1.18 (m, 34H, $-(\underline{\text{CH}}_2)_4$ - ve $-(\text{CH}_2)_{13}$ -), 0.88 (t, 3H, $\underline{\text{CH}}_3$) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 173.07$ ($\text{NH}-\underline{\text{CO}}-\text{CH}_2$), 39.45 ($\underline{\text{CH}}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 36.82 ($\text{NH}-\text{CO}-\underline{\text{CH}}_2$), 33.94 ($\text{CH}_2-\underline{\text{CH}}_2-\text{Br}$), 32.77 ($\underline{\text{CH}}_2-\text{CH}_2-\text{Br}$), 31.88 ($\underline{\text{CH}}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.66 (5C, ($\underline{\text{CH}}_2$)₅-(CH_2)₂-NH-CO), 29.58 (3C, ($\underline{\text{CH}}_2$)₃-(CH_2)₇-NH-CO) 29.56 (3C, ($\underline{\text{CH}}_2$)₃-(CH_2)₁₀-NH-CO), 29.32 (4C, NH-CO-(CH_2)₂-($\underline{\text{CH}}_2$)₄-(CH_2)₄-Br), 28.70 ($\text{NH}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_6-\underline{\text{CH}}_2-(\text{CH}_2)_3-\text{Br}$), 28.10

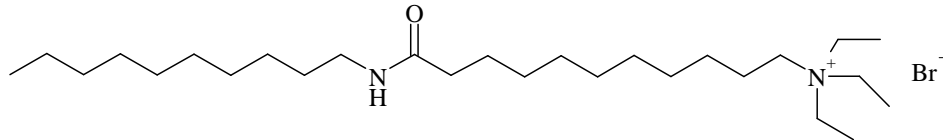
($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Br}$), 25.82 ($\text{CO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2$), 26.92 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{13}-\text{NH}-\text{CO}$), 22.64 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{14}-\text{NH}-\text{CO}$), 14.08 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{15}-\text{NH}-\text{CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 66.37 (66.28); H, 11.14 (11.09); N, 2.87 (2.73).

3.2.1.21. *N,N,N*-trietyl-11-(alkilamino)-11-oksoundekan-1-aminyum bromür'lerin [21a-d_(AT9-12)] sentezi



3.2.1.21.1. *N,N,N*-trietyl-11-(desilamino)-11-oksoundekan-1-aminyum bromür [21a_(AT9)] sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonuna, 0.65 g (1.60 mmol) 11-Brom-*N*-desil-undekanamid (**20a**), 1.0 mL (7.21 mmol) trietilamin ve çözücü olarak 15 mL asetonitril konuldu ve balondaki reaksiyon karışımı bir gece boyunca geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Reaksiyon sona erdiğinde (TLC ile kontrol) çözücü vakum altında uzaklaştırıldı ve ele geçen yağimsı kalıntı, dietil eter / aseton karışımından saflaştırıldıktan sonra beyaz renkli ürün 0.59 g olarak % 73 verimle elde edildi. EN 83–84 °C

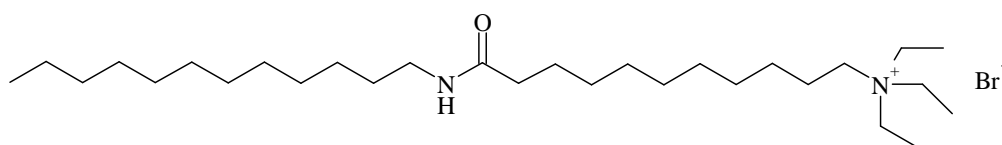
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3310, 2923, 2852, 2678, 2491, 1728, 1640, 1547, 1469, 1396, 1247, 1167, 1035, 1008, 939, 799, 722, 588, 535 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.84 (t, 1H, HNC=O), 3.50 (q, 6H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 3.31-3.20 (m, 4H, $-\text{CH}_2\text{N}^+$, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 2.18 (t, 2H, O=CCH_2), 1.74-1.60 (m, 6H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$ ve $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$), 1.50 (quin, 2H, $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$), 1.40 (t, 9H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 1.32-1.22 (m, 24H, $-(\text{CH}_2)_5-$ ve $-(\text{CH}_2)_7-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 173.27 (NH-CO-CH_2), 57.20 (CH_2-N^+), 53.13 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$), 46.24 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}^+$), 39.21 ($\text{CH}_2-\text{NH-CO}$), 36.36 (NH-CO-CH_2), 31.62 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH-CO}$), 29.39 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{NH-CO}$), 29.35 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_3-\text{NH-CO}$), 29.31 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_4-\text{NH-CO}$), 29.12 ($\text{CO}-(\text{CH}_2)_2-\text{CH}_2$), 29.05 ($\text{CO}-(\text{CH}_2)_3-\text{CH}_2$), 28.95 ($\text{CO}-(\text{CH}_2)_4-\text{CH}_2$), 28.92 ($\text{CO}-(\text{CH}_2)_5-\text{CH}_2$), 28.90 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{N}^+$), 28.73 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}^+$), 26.80 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_5-\text{NH-CO}$), 26.13 ($\text{CO-CH}_2-\text{CH}_2$), 25.63 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{NH-CO}$), 22.41 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_7-\text{NH-CO}$), 21.71 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_8-\text{NH-CO}$), 13.92 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_9-\text{NH-CO}$), 7.78 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 64.13 (64.01); H, 11.36 (11.28); N, 5.54 (5.58).

3.2.1.21.2. *N,N,N*-trietyl-11-(dodesilamino)-11-oksoundekan-1-aminyum bromür [21b_(AT10)] sentezi



1.0 g (2.31 mmol) 11-brom-*N*-dodesil-undekanamid (**20b**) ve 1.3 mL (9.36 mmol) trietylamin kullanılarak **21a**_(AT9) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 1.0 g olarak % 81 verimle elde edildi. EN 78–79 °C.

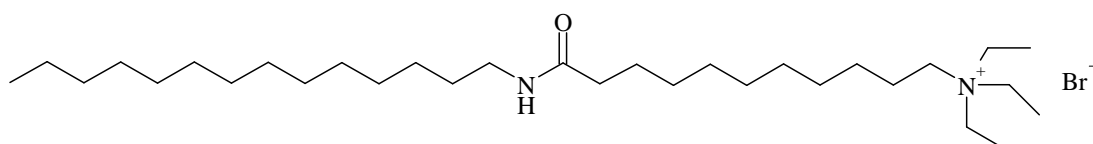
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3306, 2921, 2851, 1640, 1543, 1508, 1470, 1416, 1395, 1239, 1192, 1163, 1114, 1056, 1006, 939, 798, 720, 678, 577, 543 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.94 (t, 1H, HNC=O), 3.50 (q, 6H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 3.31-3.20 (m, 4H, $-\text{CH}_2\text{N}^+$, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 2.19 (t, 2H, O=CCH_2), 1.75-1.46 (m, 6H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$ ve $\text{O=CCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$), 1.40 (t, 9H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 1.33-1.20 (m, 30H, $-(\text{CH}_2)_6-$ ve $-(\text{CH}_2)_9-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 173.27 (NH-CO-CH_2), 57.04 (CH_2-N^+), 53.02 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$), 46.25 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}^+$), 39.09 ($\text{CH}_2-\text{NH-CO}$), 36.15 (NH-CO-CH_2), 31.52 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH-CO}$), 29.26 (3C, $(\text{CH}_2)_3-(\text{CH}_2)_4-\text{NH-CO}$), 29.03 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{NH-CO}$), 28.97 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_3-\text{NH-CO}$), 28.90 ($\text{CO-(CH}_2)_2-\text{CH}_2$), 28.85 (2C, $\text{CO-(CH}_2)_3-(\text{CH}_2)_2$), 28.82 (2C, $(\text{CH}_2)_2-(\text{CH}_2)_3-\text{N}^+$), 28.63 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}^+$), 26.72 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_7-\text{NH-CO}$), 26.02 ($\text{CO-CH}_2-\text{CH}_2$), 25.56 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_8-\text{NH-CO}$), 22.30 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_9-\text{NH-CO}$), 21.60 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH-CO-}$), 13.82 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{11}-\text{NH-CO}$), 7.70 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 65.26 (65.10); H, 11.52 (11.55); N, 5.25 (5.18).

3.2.1.21.3. *N,N,N*-trietyl-11-(tetradesilamino)-11-oksoundekan-1-aminyum bromür [21c_(AT11)] sentezi



0.80 g (1.73 mmol) 11-brom-*N*-tetradesil-undekanamid (**20c**) ve 1.0 mL (7.21 mmol) trietylamin kullanılarak **21a**_(AT9) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.60 g olarak % 61 verimle elde edildi. EN 82–83 °C.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3312, 2921, 2851, 2677, 2490, 1735, 1640, 1536, 1476, 1384, 1249, 1167, 1035, 940, 800, 720, 676, 579 cm^{-1} .

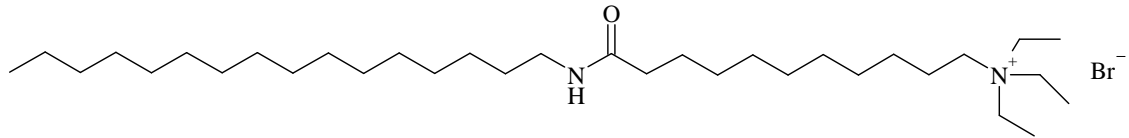
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.85 (t, 1H, HNC=O), 3.50 (q, 6H, $-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$), 3.30-3.20 (m, 4H, $-\text{CH}_2\text{N}^+$, $\text{CH}_2\text{NHC=O}$), 2.18 (t, 2H, O=CCH_2), 1.76-1.59 (m, 6H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHC=O}$, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$ ve $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+$), 1.50 (quin, 2H,

O=CCH₂CH₂CH₂), 1.39 (t, 9H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 1.33-1.20 (m, 32H, -(CH₂)₅- ve -(CH₂)₁₁-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 173.36 (NH-CO-CH₂), 57.22 (CH₂-N⁺), 53.17 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃), 46.26 (CH₂-CH₂-N⁺), 39.29 (CH₂-NH-CO), 36.43 (NH-CO-CH₂), 31.71 (CH₂-CH₂-NH-CO), 29.49 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.48 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.44 (5C, (CH₂)₅-(CH₂)₄-NH-CO), 29.19 (CO(CH₂)₂-CH₂), 29.16 (2C, CO-(CH₂)₃-(CH₂)₂), 28.99 (CO-(CH₂)₅-CH₂), 28.94 (CO-(CH₂)₆-CH₂), 28.77 (CH₂-(CH₂)₂-N⁺), 26.86 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 26.17 (CO-CH₂-CH₂), 25.69 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 22.49 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 21.75 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 13.98 (CH₃-(CH₂)₁₃-NH-CO), 7.82 (3C, N⁺(CH₂-CH₃)₃) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 66.28 (66.11); H, 11.66 (11.57); N, 4.99 (5.06).

3.2.1.21.4. N,N,N-trietil-11-(hekzadesilamino)-11-oksoundekan-1-aminyum bromür [21d_(AT12)] sentezi



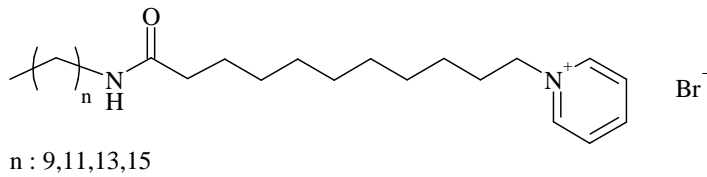
1.5 g (3.07 mmol) 11-brom-*N*-hekzadesil-undekanamid (**20d**) ve 1.7 mL (12.28 mmol) trietilamin kullanılarak **21a**_(AT9) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 1.49 g olarak % 82 verimle elde edildi. EN 73–74 °C.

FT-IR (ATR): $\bar{\nu}$ = 3310, 2912, 2850, 1634, 1536, 1469, 1418, 1394, 1223, 1161, 1005, 937, 797, 717, 677, 574 cm⁻¹.

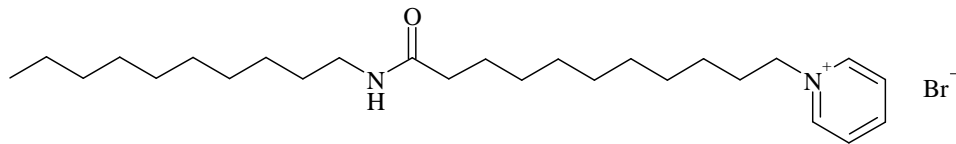
¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 5.83 (t, 1H, HNC=O), 3.51 (q, 6H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 3.31-3.20 (m, 4H, -CH₂N⁺, CH₂NHC=O), 2.18 (t, 2H, O=CCH₂), 1.74-1.54 (m, 6H, CH₂CH₂NHC=O, CH₂CH₂CH₂N⁺ ve CH₂CH₂CH₂N⁺), 1.50 (quin, 2H, O=CCH₂CH₂CH₂), 1.40 (t, 9H, -N⁺(CH₂CH₃)₃), 1.33-1.20 (m, 36H, -(CH₂)₅- ve -(CH₂)₁₃-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 173.34$ (NH-CO-CH_2), 57.09 ($\text{CH}_2\text{-N}^+$), 53.08 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2\text{-CH}_3)_3$), 46.25 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-N}^+$), 39.17 ($\text{CH}_2\text{-NH-CO}$), 36.18 (NH-CO-CH_2), 31.58 ($\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CO}$), 29.37 (6C, (CH_2)₆-(CH_2)₂-NH-CO), 29.33 (3C, (CH_2)₃-(CH_2)₈-NH-CO), 29.09 (CO-(CH_2)₂- CH_2), 29.03 (CO-(CH_2)₃- CH_2), 28.96 (CO-(CH_2)₄- CH_2), 28.89 (CO-(CH_2)₅- CH_2), 28.84 (CO-(CH_2)₆- CH_2), 28.66 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2$)₂- N^+), 26.78 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2$)₁₁-NH-CO), 26.06 ($\text{CO-CH}_2\text{-CH}_2$), 25.59 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2$)₁₂-NH-CO), 22.35 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2$)₁₃-NH-CO), 21.64 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2$)₁₄-NH-CO), 13.83 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2$)₁₅-NH-CO), 7.74 (3C, $\text{N}^+(\text{CH}_2\text{-CH}_3)_3$) ppm
 Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 67.20 (67.08); H, 11.79 (11.83); N, 4.75 (4.67).

3.2.1.22 1-[11-Okso-11-(alkilamino)undesil] piridinyum bromür'lerin [22a-d]_(AP9-12) sentezi



3.2.1.22.1. 1-[11-Okso-11-(desilamino)undesil] piridinyum bromür [22a]_(AP9) sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonuna, 0.65 g (1.60 mmol) 11-Brom-*N*-desil-undekanamid (**20a**), 0.6 mL (7.45 mmol) piridin ve çözücü olarak 15 mL asetonitril konuldu ve balondaki reaksiyon karışımı bir gece boyunca geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Reaksiyon sona erdiğinde (TLC ile kontrol) çözücü vakum altında

uzaklaştırıldı ve geriye kalan yağimsı kalıntı, dietil eter / aseton karışımından saflaştırıldı. Saflaştırma işleminden sonra ele geçen beyaz renkli katı ürün 0.66 g olarak % 85 verimle elde edildi. EN 84–86 °C

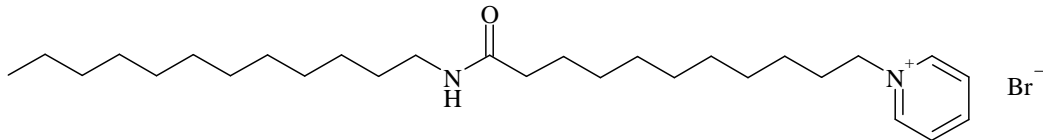
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3430, 3303, 3054, 2919, 2852, 1640, 1576, 1547, 1505, 1471, 1438, 1416, 1375, 1324, 1279, 1250, 1219, 1174, 1066, 940, 776, 717, 684, 577 cm^{-1}

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 9.52 (d, 2H, Py-H), 8.50 (t, 1H, Py-H), 8.12 (t, 2H, Py-H), 5.83 (t, 1H, HNC=O), 5.03 (t, 2H, $-\text{CH}_2\text{N}^+\text{Py}$), 3.22 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 2.17 (t, 2H, O=C- CH_2), 2.06 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+\text{Py}$), 1.61 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.50 (quin, 2H, O=C CH_2CH_2), 1.43-1.20 (m, 26H, $-(\text{CH}_2)_6$ ve $-(\text{CH}_2)_7-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 173.47 (NH-CO- CH_2), 145.31 (para PyC), 144.88 (2C, orto PyC), 128.44 (2C, meta PyC), 61.72 (CH_2 -Py $^+$), 39.36 (CH_2 -NH-CO), 36.42 (NH-CO- CH_2), 31.71 (CH_2 - CH_2 -NH-CO), 31.68 (CH_2 - CH_2 -Py $^+$), 29.41 (2C, $(\text{CH}_2)_2$ - $(\text{CH}_2)_2$ -NH-CO), 29.37 (2C, $(\text{CH}_2)_2$ - $(\text{CH}_2)_4$ -NH-CO), 29.18 (CO- CH_2 - CH_2 - CH_2), 29.11 (CO- $(\text{CH}_2)_3$ - CH_2), 28.98 (3C, $(\text{CH}_2)_3$ - $(\text{CH}_2)_3$ -Py $^+$), 28.70 (CH_2 - $(\text{CH}_2)_2$ -Py $^+$), 26.86 (CH_2 - $(\text{CH}_2)_6$ -NH-CO), 25.75 (CO- CH_2 - CH_2), 25.70 (CH_2 - $(\text{CH}_2)_7$ -NH-CO), 22.47 (CH_3 - CH_2 - $(\text{CH}_2)_8$ -NH-CO), 13.96 (CH_3 - $(\text{CH}_2)_9$ -NH-CO) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 64.58 (64.69); H, 9.80 (9.71); N, 5.79 (5.70).

3.2.1.22.2. 1-[11-Okso-11-(dodesilamino)undesil] piridinyum bromür [22b_(AP10)] sentezi



1.0 g (2.31 mmol) 11-brom-*N*-dodesil-undekanamid (**20b**) ve 0.74 mL (9.24 mmol) piridin kullanılarak **22a**_(AP9) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.75 g olarak % 63 verimle elde edildi. EN 94–95 °C.

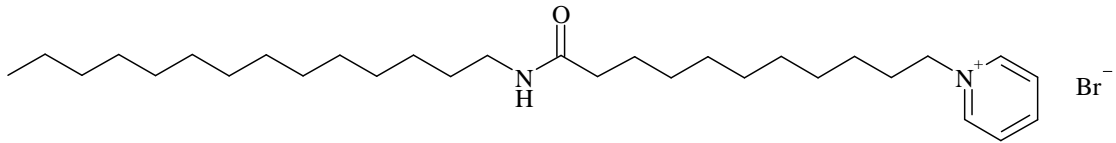
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3391, 3047, 3330, 2919, 2851, 1641, 1537, 1480, 1419, 1376, 1320, 1246, 1215, 1175, 1063, 937, 779, 717, 687, 581 cm^{-1}

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 9.49 (d, 2H, Py-H), 8.49 (t, 1H, Py-H), 8.13 (t, 2H, Py-H), 5.82 (t, 1H, HNC=O), 5.02 (t, 2H, $-\text{CH}_2\text{N}^+\text{Py}$), 3.22 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 2.17 (t, 2H, $\text{O}=\text{C}-\text{CH}_2$), 2.06 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+\text{Py}$), 1.60 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.50 (quin, 2H, $\text{O}=\text{CCH}_2\text{CH}_2$), 1.42-1.20 (m, 30H, $-(\text{CH}_2)_6$ ve $-(\text{CH}_2)_9$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 173.44 ($\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2$), 145.23 (para PyC), 145.03 (2C, orto PyC), 128.46 (2C, meta PyC), 61.79 (CH_2-Py^+), 39.43 ($\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 36.51 ($\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2$), 31.83 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}$), 31.77 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Py}^+$), 29.53 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}-\text{CO}$), 29.50 (4C, $(\text{CH}_2)_4-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CO}$), 29.24 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_7-\text{NH}-\text{CO}$), 29.21 ($\text{CO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2$), 29.01 (2C, $\text{CO}-(\text{CH}_2)_3-(\text{CH}_2)_2$), 29.00 (2C, $(\text{CH}_2)_2-(\text{CH}_2)_3-\text{Py}^+$), 28.73 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Py}^+$), 26.92 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_8-\text{NH}-\text{CO}$), 25.80 ($\text{CO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2$), 25.72 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_9-\text{NH}-\text{CO}$), 22.54 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CO}$), 14.02 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{11}-\text{NH}-\text{CO}$) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 65.73 (65.83); H, 10.05 (9.96.); N, 5.48 (5.40).

3.2.1.22.3. 1-[11-Okso-11-(tetradesilamino)undesil] piridinyum bromür [$22\text{c}_{(\text{AP11})}$] sentezi



0.80 g (1.73 mmol) 11-brom-*N*-tetradesil-undekanamid (**20c**) ve 0.6 mL (7.45 mmol) piridin kullanılarak **22a**_(AP9) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.85 g olarak % 91 verimle elde edildi. EN 93–95 °C.

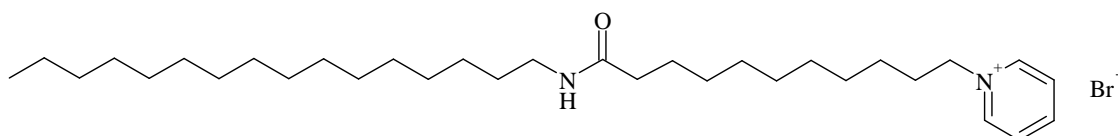
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3405, 3052, 3306, 2920, 2851, 1641, 1546, 1471, 1438, 1416, 1375, 1322, 1274, 1249, 1220, 1174, 1119, 1056, 940, 777, 718, 685, 576 cm^{-1}

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 9.50 (d, 2H, Py-H), 8.49 (t, 1H, Py-H), 8.12 (t, 2H, Py-H), 5.79 (t, 1H, HNC=O), 5.03 (t, 2H, $-\text{CH}_2\text{N}^+\text{Py}$), 3.22 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 2.17 (t, 2H, $\text{O}=\text{C}-\text{CH}_2$), 2.06 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+\text{Py}$), 1.61 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.50 (quin, 2H, $\text{O}=\text{CCH}_2\text{CH}_2$), 1.43-1.20 (m, 34H, $-(\text{CH}_2)_6$ ve $-(\text{CH}_2)_{11}$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 173.56 (NH-CO-CH₂), 145.14 (para PyC), 145.11 (2C, orto PyC), 128.49 (2C, meta PyC), 61.99 (CH₂-Py⁺), 39.59 (CH₂-NH-CO), 36.57 (NH-CO-CH₂), 31.96 (CH₂-CH₂-NH-CO), 31.88 (CH₂-CH₂-Py⁺), 29.63 (4C, (CH₂)₄-(CH₂)₂-NH-CO), 29.46 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.32 (3C, (CH₂)₃-(CH₂)₇-NH-CO), 29.21 (CO-CH₂-CH₂-CH₂), 29.15 (CO-(CH₂)₃-CH₂), 29.03 (3C, (CH₂)₃-(CH₂)₃-Py⁺), 28.76 (CH₂-(CH₂)₂-Py⁺), 26.98 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 25.86 (CO-CH₂-CH₂), 25.76 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 22.65 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 14.11 (CH₃-(CH₂)₁₁-NH-CO) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 66.77 (66.65); H, 10.27 (10.20); N, 5.19 (5.24).

3.2.1.22.4. 1-[11-Okso-11-(hekzadesilamino)undecil] piridinyum bromür [22d_(AP12)] sentezi



1.5 g (3.07 mmol) 11-brom-*N*-hekzadesil-undekanamid (**20d**) ve 0.99 mL (12.28 mmol) piridin kullanılarak **22a**_(AP9) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 1.46 g olarak % 83 verimle elde edildi. EN 96–97 °C.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3310, 3052, 2920, 2851, 1641, 1545, 1508, 1471, 1438, 1416, 1374, 1322, 1274, 1247, 1219, 1175, 1123, 1058, 938, 775, 718, 683, 575 cm^{-1}

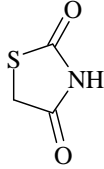
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 9.48 (d, 2H, Py-H), 8.49 (t, 1H, Py-H), 8.12 (t, 2H, Py-H), 5.79 (t, 1H, HNC=O), 5.02 (t, 2H, $-\text{CH}_2\text{N}^+\text{Py}$), 3.22 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 2.17 (t, 2H, $\text{O}=\text{C}-\text{CH}_2$), 2.06 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}^+\text{Py}$), 1.61 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$),

1.50 (quin, 2H, O=CCH₂CH₂), 1.42-1.20 (m, 38H, -(CH₂)₆ ve -(CH₂)₁₃-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 173.72 (NH-CO-CH₂), 145.19 (para PyC), 145.11 (2C, orto PyC), 128.45 (2C, meta PyC), 61.89 (CH₂-Py⁺), 39.65 (CH₂-NH-CO), 36.75 (NH-CO-CH₂), 31.94 (CH₂-CH₂-NH-CO), 31.86 (CH₂-CH₂-Py⁺), 29.64 (4C, (CH₂)₄-(CH₂)₂-NH-CO), 29.60 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.55 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.51 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 29.30 (3C, (CH₂)₃-(CH₂)₉-NH-CO), 29.26 (CO-CH₂-CH₂-CH₂), 29.21 (CO-(CH₂)₃-CH₂), 29.00 (2C, (CH₂)₂-(CH₂)₄-Py⁺), 28.96 (CH₂-(CH₂)₃-Py⁺), 28.73 (CH₂-(CH₂)₂-Py⁺), 26.98 (CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 25.84 (CO-CH₂-CH₂), 25.77 (CH₂-(CH₂)₁₃-NH-CO), 22.63 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₄-NH-CO), 14.08 (CH₃-(CH₂)₁₅-NH-CO) ppm

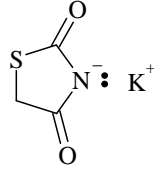
Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 67.70 (67.80); H, 10.47 (10.35); N, 4.93 (4.97).

3.2.1.23. 1,3-Tiyazolidin-2,4-dion (23) sentezi



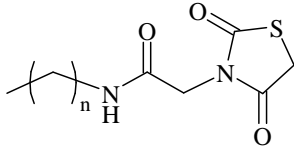
100 mL' lik reaksiyon balonunda 12.4 g (131.3 mmol) klorasetik asit 50 mL suda çözüldükten sonra üzerine 10 mL derişik HCl ve 10 g (131.3 mmol) tiyöüre eklendi. Reaksiyon karışımı 24 saat geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Sürenin sonunda reaksiyon oda sıcaklığına soğutmaya bırakıldı. Soğuması ile birlikte çöken katı vakum altında süzöldü ve yaklaşık 30 mL su ile kristallendirildi. Beyaz renkli kristaller halinde 7.63 g, % 50 verimle ürün elde edildi. EN 123–125 °C.

3.2.1.24. 1,3-Tiyazolidin -2,4-dion' un potasyum tuzu (24) sentezi



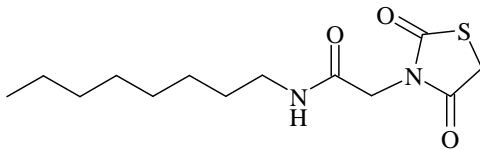
100 mL' lik reaksiyon balonunda 2.1 g (37.56 mmol) KOH etil alkol içerisinde çözüldükten sonra üzerine 4 g (34.15 mmol) 1,3-tiyazolidin-2,4-dion bileşiği eklendi. Reaksiyon karışımı önce 2 saat geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı daha sonra da 1 saat oda sıcaklığında karıştırılmaya devam edildi. Beyaz renkli çöken katı vakum altında süzülerek kurutuldu. Verim 4.70 g, % 89.

3.2.1.25. 2 – (2,4 – Diokso – 1,3 – tiyazolidin – 3 – il) – N – alkilasetamid [25a-d_(Th1-4)] sentezi



n : 7, 11, 13, 15

3.2.1.25.1. 2 – (2,4 – diokso – 1,3 – tiyazolidin – 3 – il) – N – oktilasetamid [25a_(Th1)] sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonuna, 0.3 g (1.46 mmol) 2-klor-*N*-oktilasetamid (**1a**), 0.22 g (1.46 mmol) (**24**) bileşiği ve çözücü olarak 25 mL DMF konuldu ve balon geri soğutucuya takıldı. Reaksiyon karışımı 3 saat geri soğutucu altında ısıtılarak karıştırıldı. Sürenin sonunda, oda sıcaklığına soğutulan karışıma soğuk su ilave edildi ve çöken katı vakum altında süzüldü. Süzülen katı oda koşullarında kurutulduktan sonra etanol / su karışımı ile kristallendirildi. Verim 0.25 g 61%, mp 131-132°C.

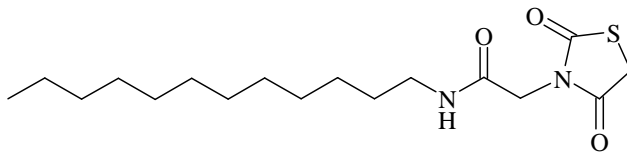
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3299, 3105, 2920, 2863, 1757, 1698, 1655, 1568, 1462, 1417, 1381, 1330, 1259, 1228, 1159, 1076, 963, 895, 787, 722, 670, 600, 576, 527, 470 cm⁻¹.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 5.64 (t, 1H, HN-C=O), 4.23 (s, 2H, -SCH₂C=O), 4.04 (s, 2H, -NCH₂C=O), 3.27 (q, 2H, -CH₂CH₂NH), 1.50 (quin, 2H, -CH₂CH₂CH₂NH), 1.32-1.27 (m, 10H, - (CH₂)₅-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 171.73 (-N-CO-CH₂-), 171.15 (-N-CO-S), 164.92 (-HN-CO-CH₂-), 43.69 (-HN-CO-CH₂-N-), 39.99 (CH₂-HN-CO-), 33.94 (CO-CH₂-S), 31.77 (CH₂-CH₂-HN-CO), 29.39 (CH₂-(CH₂)₂-HN-CO), 29.22 (CH₂-(CH₂)₃-HN-CO), 29.19 (CH₂-(CH₂)₄-HN-CO), 26.85 (CH₂-(CH₂)₅-HN-CO), 22.64 (CH₃-CH₂-(CH₂)₆-HN-CO), 14.11 (CH₃-(CH₂)₇-HN-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 54.52 (54.25); H, 7.74 (7.68); N, 9.78 (9.69); O, 16.76 (17.47); S, 11.20 (10.91)

3.2.1.25.2. 2 - (2,4 - diokso - 1,3 - tiyazolidin - 3 - il) - N - dodesilasetamid [25b_(Th2)] sentezi



0.60 g (2.30 mmol) 2-klor-*N*-dodesilasetamid (**1c**) ve 0.33 g (2.30 mmol) (**24**) bileşiği kullanılarak **25a_(Th1)** için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.39 g olarak % 50 verimle sentezlendi. EN 131-133 °C.

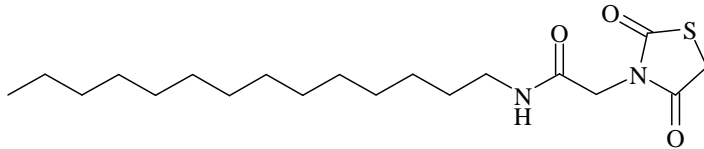
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3299, 3104, 2918, 2861, 1756, 1698, 1655, 1565, 1467, 1417, 1382, 1331, 1258, 1228, 1160, 1088, 975, 895, 788, 747, 721, 671, 601, 579, 531, 514, 471 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.61 (t, 1H, HN-C=O), 4.24 (s, 2H, $-\text{SCH}_2\text{C=O}$), 4.04 (s, 2H, $-\text{NCH}_2\text{C=O}$), 3.27 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.51 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.30-1.26 (m, 18H, $-(\text{CH}_2)_9-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 171.62 ($-\text{N-CO-CH}_2-$), 171.06 ($-\text{N-CO-S}$), 164.73 ($-\text{HN-CO-CH}_2-$), 43.75 ($-\text{HN-CO-CH}_2-\text{N-}$), 40.00 ($\text{CH}_2-\text{HN-CO-}$), 33.92 ($\text{CO-CH}_2-\text{S}$), 31.91 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{HN-CO}$), 29.65 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{HN-CO}$), 29.63 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_3-\text{HN-CO}$), 29.59 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_4-\text{HN-CO}$), 26.54 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_5-\text{HN-CO}$), 29.42 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{HN-CO}$), 29.36 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_7-\text{HN-CO}$), 29.26 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_8-\text{HN-CO}$), 26.85 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_9-\text{HN-CO}$), 22.69 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{10}-\text{HN-CO}$), 14.15 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{11}-\text{HN-CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 59.62 (59.40); H, 8.83 (8.80); N, 8.18 (8.11); O, 14.01 (14.48); S, 9.36 (9.21)

3.2.1.25.3. 2 - (2,4 - diokso - 1,3 - tiyazolidin - 3 - il) - N - tetradesilasetamid [25c_(Th3)] sentezi



1.86 g (6.44 mmol) 2-klor-*N*-tetradesilasetamid (**1d**) ve 1.0 g (6.44 mmol) (**24**) bileşiği kullanılarak **25a_(Th1)** için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 2.09 g olarak % 87 verimle sentezlendi. EN 130–131 °C.

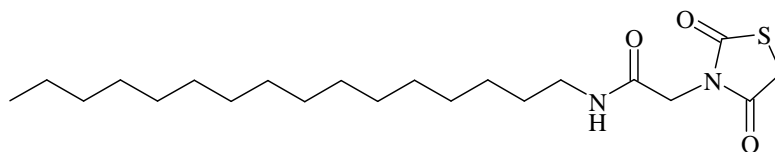
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3291, 3110, 2920, 2850, 1700, 1674, 1651, 1572, 1467, 1418, 1380, 1330, 1263, 1223, 1160, 978, 896, 790, 723, 674, 514 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 5.65 (t, 1H, HN-C=O), 4.24 (s, 2H, $-\text{SCH}_2\text{C=O}$), 4.05 (s, 2H, $-\text{NCH}_2\text{C=O}$), 3.26 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.50 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.32-1.24 (m, 22H, $-(\text{CH}_2)_{11}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 171.62$ ($-\text{N}-\underline{\text{CO}}-\text{CH}_2-$), 171.07 ($-\text{N}-\underline{\text{CO}}-\text{S}$), 164.84 ($-\text{HN}-\underline{\text{CO}}-\text{CH}_2-$), 43.73 ($-\text{HN}-\text{CO}-\underline{\text{CH}_2}-\text{N}-$), 39.99 ($\underline{\text{CH}_2}-\text{HN}-\text{CO}-$), 33.90 ($\text{CO}-\underline{\text{CH}_2}-\text{S}$), 31.90 ($\underline{\text{CH}_2}-\text{CH}_2-\text{HN}-\text{CO}$), 29.68 ($\underline{\text{CH}_2}-(\text{CH}_2)_2-\text{HN}-\text{CO}$), 29.63 ($\underline{\text{CH}_2}-(\text{CH}_2)_3-\text{HN}-\text{CO}$), 29.59 ($\underline{\text{CH}_2}-(\text{CH}_2)_4-\text{HN}-\text{CO}$), 29.53 ($\underline{\text{CH}_2}-(\text{CH}_2)_5-\text{HN}-\text{CO}$), 29.45 ($\underline{\text{CH}_2}-(\text{CH}_2)_6-\text{HN}-\text{CO}$), 29.40 ($\underline{\text{CH}_2}-(\text{CH}_2)_7-\text{HN}-\text{CO}$), 29.34 ($\underline{\text{CH}_2}-(\text{CH}_2)_8-\text{HN}-\text{CO}$), 29.26 ($\underline{\text{CH}_2}-(\text{CH}_2)_9-\text{HN}-\text{CO}$), 29.22 ($\underline{\text{CH}_2}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{HN}-\text{CO}$), 26.85 ($\underline{\text{CH}_2}-(\text{CH}_2)_{11}-\text{HN}-\text{CO}$), 22.69 ($\text{CH}_3-\underline{\text{CH}_2}-(\text{CH}_2)_{12}-\text{HN}-\text{CO}$), 14.10 ($\underline{\text{CH}_3}-(\text{CH}_2)_{13}-\text{HN}-\text{CO}$) ppm

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 61.59 (61.81); H, 9.25 (9,31); N, 7.56 (7.46); O, 12.95 (12.88); S, 8.65 (8.54)

3.2.1.25.4. 2 - (2,4 - diokso - 1,3 - tiyazolidin - 3 - il) - N - hegzadesilasetamid [25d_(Th4)] sentezi



0.50 g (1.61 mmol) 2-klor-N-hegzadesilasetamid (**1e**) ve 0.25 g (1.61 mmol) (**24**) bileşiği kullanılarak **25a**_(Th1) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 0.43 g olarak % 67 verimle sentezlendi. EN 129–131 °C.

FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3291, 3109, 2954, 2919, 2850, 1737, 1701, 1674, 1650, 1573, 1466, 1418, 1380, 1330, 1261, 1223, 1160, 1087, 968, 931, 897, 790, 722, 673, 605, 541, 507, 465 \text{ cm}^{-1}$.

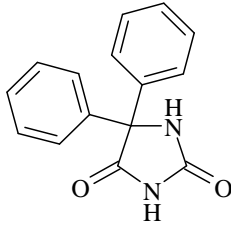
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 5.60$ (t, 1H, $\underline{\text{HN}}-\text{C}=\text{O}$), 4.24 (s, 2H, $-\text{SCH}_2\text{C}=\text{O}$), 4.04 (s, 2H, $-\text{NCH}_2\text{C}=\text{O}$), 3.26 (q, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), 1.50 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}$), $1.32-1.25$ (m, 26H, $-(\text{CH}_2)_{13}-$), 0.88 (t, 3H, $\underline{\text{CH}_3}$) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 171.64$ ($-\text{N}-\underline{\text{CO}}-\text{CH}_2-$), 171.08 ($-\text{N}-\underline{\text{CO}}-\text{S}$), 164.80 ($-\text{HN}-\underline{\text{CO}}-\text{CH}_2-$), 43.73 ($-\text{HN}-\text{CO}-\underline{\text{CH}_2}-\text{N}-$), 40.00 ($\underline{\text{CH}_2}-\text{HN}-\text{CO}-$), 33.91 ($\text{CO}-\underline{\text{CH}_2}-\text{S}$), 31.92 ($\underline{\text{CH}_2}-\text{CH}_2-\text{HN}-\text{CO}$), 29.69 – 29.27 (11C,

$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{11}\text{-(CH}_2\text{)}_2\text{-HN-CO}$), 26.86 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{13}\text{-HN-CO}$),
22.69 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{14}\text{-HN-CO}$), 14.13 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{15}\text{-HN-CO}$) ppm.

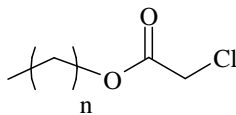
Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 63.28 (63.14); H, 9.61 (9,55); N, 7.03 (6.91); O, 12.04 (12.30); S, 8.04 (8.10)

3.2.1.26. 5,5-Difenilhidantoin (26) sentezi



250 mL' lik reaksiyon balonuna 13.3 g (63.3 mmol) benzil, 6.7 g (112 mmol) üre, 150 mL mutlak etanol ve 41.5 mL % 30' luk NaOH (aq) konuldu ve balon geri soğutucuya takıldı. Reaksiyon karışımı geri soğutucu altında 2 saat boyunca 110–120 °C aralığında ısıtılarak karıştırıldı. Sürenin sonunda reaksiyon balonu oda sıcaklığına kadar soğutuldu ve kısa bir süre buz banyosunda beklettikten sonra üzerine yaklaşık 100 mL soğuk su ilave edildi. Soğuk su ilavesiyle çöken katı vakumda süzülerek ayrıldı ve süzüntü derişik HCl ile asitlendirildi. Asitlendirme sonucunda çöken katı vakum altında süzülerek etanol ile kristallendirildi. Oluşan beyaz renkli kristaller 8.1 g olarak % 55 verimle elde edildi. EN 296–298 °C

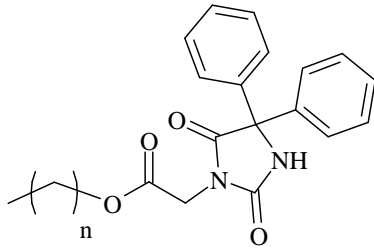
3.2.1.27. Alkil-2-klorasetat' ların (27a-c) sentezi



n : 11, 13, 17

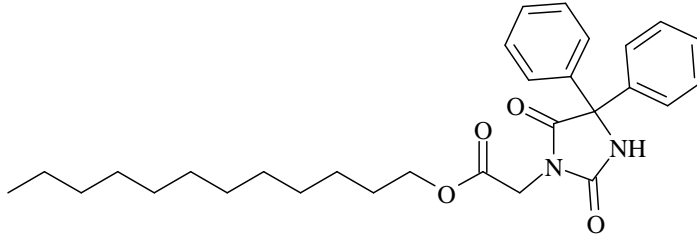
Dodesil (**27a**), tetradesil (**27b**) ve oktadesil (**27c**) -2-klorasetat' ların sentezleri, daha önce literatürde dodesil-2-klorasetat sentezi için uygulanan prosedüre (Lundberg ve ark. 2004) benzer şekilde gerçekleştirildi ve sırasıyla % 85, % 88 ve % 97 verimler elde edildi.

3.2.1.28. Alkil-(2,5-diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il) asetat [**28a-c**_(IE1-3)] sentezi



n : 11, 13, 17

3.2.1.28.1. Dodesil-(2,5-diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il) asetat [**28a**_(IE1)] sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonunda 0.49 g (8.72 mmol) KOH mutlak etanol içerisinde çözüldü. Karışıma 2 g (7.93 mmol) 5,5-difenilhidantoin (**26**) eklendi ve reaksiyon balonu geri soğutucuya takıldı. Reaksiyon karışımı 1 saat boyunca geri soğutucu altında ve 60 °C' lik su banyosunda karıştırıldı. Sürenin sonunda çözücü (mutlak etanol) vakum altında uzaklaştırıldı ve elde edilen kalıntıya, 2.08 g dodesil-2-klorasetat' ın (**27a**) DMF içerisindeki çözeltisi ilave edildi. Karışım 3 saat boyunca geri soğutucu altında 65–70 °C' lik su banyosunda karıştırıldı. Oda sıcaklığına kadar soğutulan reaksiyon ortamına 20 mL diklorometan ilave edildi ve bu esnada çöken KCl tuzu vakum altında süzüldü.

Süzüntü 2 defa saf su ile yıkandı organik faz sodyum sülfat ile kurutuldu. Çözücü vakum altında uçurulduktan sonra ele geçen beyaz renkli ham ürün etanol / su karışımı ile kristallendirildi. Verim 1.35 g 27%, EN 70-71 °C.

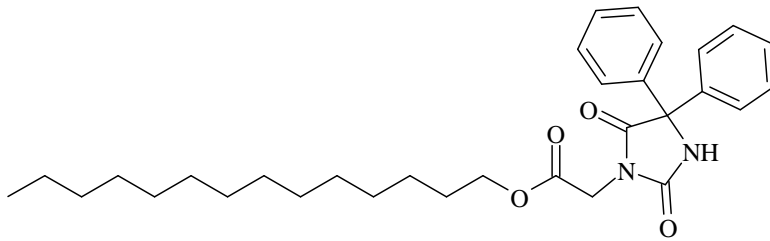
FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3460, 3236, 3103, 3060, 2956, 2921, 2851, 1774, 1753, 1717, 1593, 1493, 1452, 1396, 1366, 1328, 1217, 1151, 965, 945, 756, 745, 718, 698, 668, 628, 601, 501 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 7.43-7.36 (m, 10H, Ar-H), 6.15 (s, 1H, $\text{Ar}_2\text{C}-\text{NH}-\text{C}=\text{O}$), 4.30 (s, 2H, $-\text{N}-\text{CH}_2-\text{C}=\text{O}$), 4.16 (t, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-\text{C}=\text{O}$), 1.61 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}=\text{O}$), 1.32-1.26 (m, 18H, $-(\text{CH}_2)_9-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 173.28 ($\text{N}-\text{CO}-\text{C}(\text{Ar}_2)-\text{NH}$), 167.00 ($\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}-\text{CH}_2$), 156.07 ($\text{N}-\text{CO}-\text{NH}$) 138.90 (2C, ArC), 128.71 (4C, ArC), 128.52 (4C, ArC), 127.14 (2C, ArC), 70.68 ($\text{CO}-\text{C}(\text{Ar}_2)-\text{NH}-$), 66.13 ($\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}$), 39.73 ($-\text{O}-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{N}$), 31.97 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}$), 29.70 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-\text{CO}$), 29.69 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_3-\text{O}-\text{CO}$), 29.62 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_4-\text{O}-\text{CO}$), 29.51 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_5-\text{O}-\text{CO}$), 29.41 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{O}-\text{CO}$), 29.23 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_7-\text{O}-\text{CO}$), 28.41 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_8-\text{O}-\text{CO}$), 25.73 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_9-\text{O}-\text{CO}$), 22.75 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{10}-\text{O}-\text{CO}$), 14.20 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{11}-\text{O}-\text{CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 72.77 (72.64); H, 8.00 (7.93); N, 5.85 (5.91); O, 13.38 (13.52).

3.2.1.28.2. Tetradesil-(2,5-diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il) asetat [28b_(IE2)] sentezi



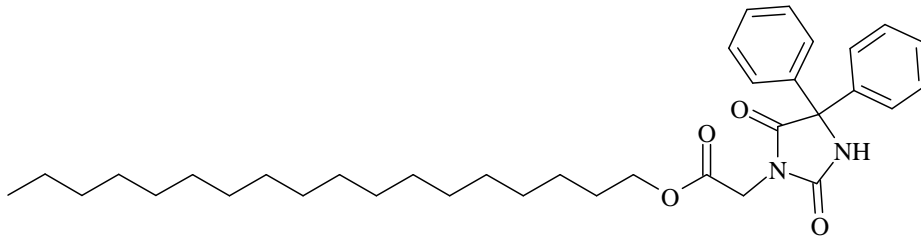
2.67 g (10.60 mmol) 5,5-difenilhidantoin (**26**), 0.65 g (11.60 mmol) KOH ve 3.08 g (10.60 mmol) tetradesil-2-klorasetat (**27b**) kullanılarak **28a_(IE1)** için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 2.30 g olarak % 43 verimle sentezlendi. EN 76–77 °C FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3459, 3235, 3103, 2955, 2921, 2851, 1775, 1753, 1718, 1493, 1452, 1396, 1366, 1327, 1214, 1151, 1033, 965, 946, 756, 745, 718, 699, 669, 628, 601, 501 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 7.43-7.36 (m, 10H, Ar-H), 6.14 (s, 1H, $\text{Ar}_2\text{C}-\text{NH}-\text{C}=\text{O}$), 4.30 (s, 2H, $-\text{N}-\text{CH}_2-\text{C}=\text{O}$), 4.16 (t, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-\text{C}=\text{O}$), 1.61 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}=\text{O}$), 1.32-1.26 (m, 22H, $-(\text{CH}_2)_{11}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 173.25 ($\text{N}-\text{CO}-\text{C}(\text{Ar}_2)-\text{NH}$), 166.98 ($\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}-\text{CH}_2$), 156.06 ($\text{N}-\text{CO}-\text{NH}$), 138.94 (2C, ArC), 128.69 (4C, ArC), 128.49 (4C, ArC), 127.14 (2C, ArC), 70.67 ($\text{CO}-\text{C}(\text{Ar})_2-\text{NH}$), 66.10 ($\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}$), 39.73 ($-\text{O}-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{N}$), 31.97 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}$), 29.75 – 29.22 (8C, $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_3-(\text{CH}_2)_8-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-\text{CO}$), 28.42 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{10}-\text{O}-\text{CO}$), 25.73 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{11}-\text{O}-\text{CO}$), 22.74 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{12}-\text{O}-\text{CO}$), 14.18 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{13}-\text{O}-\text{CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 73.49 (73.35); H, 8.36 (8.27); N, 5.53 (5.58); O, 12.62 (12.80).

3.2.1.28.3. Oktadesil-(2,5-diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il) asetat [**28c_(IE3)**] sentezi



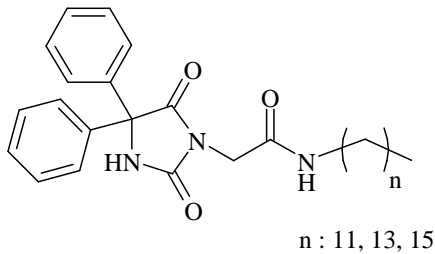
2.98 g (11.81 mmol) 5,5-difenilhidantoin (**26**), 0.72 g (12.99 mmol) KOH ve 4.10 g (11.81 mmol) oktadesil-2-klorasetat (**27c**) kullanılarak **28a_(IE1)** için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 2.70 g olarak % 40 verimle sentezlendi. EN 82–83 °C FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3461, 3237, 3103, 2954, 2920, 2850, 1776, 1754, 1717, 1493, 1451, 1396, 1366, 1328, 1214, 1151, 1033, 965, 945, 756, 745, 718, 699, 668, 628, 601, 501 cm^{-1} .

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ = 7.43-7.36 (m, 10H, Ar-H), 5.97 (s, 1H, $\text{Ar}_2\text{C}-\text{NH}-\text{C}=\text{O}$), 4.31 (s, 2H, $-\text{N}-\text{CH}_2-\text{C}=\text{O}$), 4.16 (t, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-\text{C}=\text{O}$), 1.61 (quin, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}=\text{O}$), 1.32-1.26 (m, 30H, $-(\text{CH}_2)_{15}-$), 0.88 (t, 3H, CH_3) ppm.

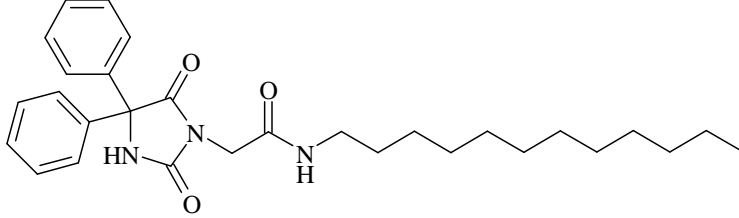
^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ = 173.22 ($\text{N}-\text{CO}-\text{C}(\text{Ar}_2)-\text{NH}$), 166.95 ($\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}-\text{CH}_2$), 156.00 ($\text{N}-\text{CO}-\text{NH}$), 138.89 (2C, ArC), 128.70 (4C, ArC), 128.51 (4C, ArC), 127.13 (2C, ArC), 70.67 ($\text{CO}-\text{C}(\text{Ar}_2)-\text{NH}-$), 66.11 ($\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}$), 39.73 ($-\text{O}-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{N}$), 31.96 ($\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}$), 29.75 – 29.22 (8C, $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_3-(\text{CH}_2)_{12}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}-\text{CO}$), 28.42 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{14}-\text{O}-\text{CO}$), 25.72 ($\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{15}-\text{O}-\text{CO}$), 22.73 ($\text{CH}_3-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_{16}-\text{O}-\text{CO}$), 14.16 ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{17}-\text{O}-\text{CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 74.70 (74.64); H, 8.95 (8.90); N, 4.98 (4.95); O, 11.37 (11.51).

3.2.1.29. 2-(2,5-Diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)-N-alkilasetamid'lerin [29a-c_(IA1-3)] sentezi



3.2.1.29.1. 2-(2,5-Diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)-N-dodesilasetamid [29a_(IA1)] sentezi



100 mL' lik reaksiyon balonunda 0.26 g (4.57 mmol) KOH metanol içerisinde çözüldü. Karışıma 0.89 g (3.83 mmol) 5,5-difenilhidantoin (**26**) eklendi ve reaksiyon balonu geri soğutucuya takıldı. Reaksiyon karışımı 1.5 saat boyunca geri soğutucu altında ve 60 °C' lik su banyosunda karıştırıldı. Sürenin sonunda çözücü (metanol) vakum altında uzaklaştırıldı ve elde edilen kalıntıya DMF ve 1.0 g (3.83 mmol) 2-klor-N-dodesilasetamid (**1c**) eklendi. Reaksiyon karışımı 5 saat geri soğutucu altında 65–70 °C' lik su banyosunda karıştırıldı. Sürenin sonunda oda sıcaklığına kadar soğutulan karışıma soğuk su ilave edildi ve etil asetat ile ekstrakte edildi. Etil asetat fazı Na₂SO₄ ile kurutulup etil asetat vakumda buharlaştırıldıktan sonra ele geçen beyazımsı katı THF/petroleteri karışımı ile kristallendirildi. Verim 1.33 g (% 73), EN 77–78 °C

FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3248, 3102, 2923, 2852, 1777, 1721, 1652, 1569, 1493, 1451, 1388, 1337, 1254, 1155, 1100, 945, 760, 709, 663 \text{ cm}^{-1}$.

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): $\delta = 7.45\text{-}7.36$ (m, 10H, Ar-H), 6.24 (s, 1H, O=C-NH-CAr₂), 5.65 (t, 1H, CH₂-NH-C=O), 4.19 (s, 2H, O=C-CH₂-N), 3.27 (q, 2H, -CH₂-NH-C=O), 1.47, (quin, 2H, -CH₂-CH₂-NH-C=O), 1.32-1.22 (m, 18H, -(CH₂)₉-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

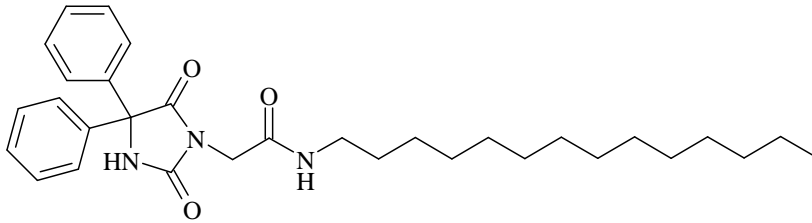
¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): $\delta = 173.75$ (N-CO-C(Ar₂)-NH), 165.69 (CH₂-NH-CO-CH₂), 162.66 (N-CO-NH), 138.98 (2C, ArC), 128.64 (4C, ArC), 128.40 (4C, ArC), 127.18 (2C, ArC), 70.58 (CO-C(Ar₂)-NH-), 41.28 (-NH-CO-CH₂-N), 39.83 (CH₂-NH-CO), 31.91 (CH₂-CH₂-NH-CO), 31.45 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 29.66 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 29.64 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.62 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 29.55 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.36

($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_7\text{-NH-CO}$), 29.28 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_8\text{-NH-CO}$), 26.85 ($\text{CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_9\text{-NH-CO}$), 22.69 ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{10}\text{-NH-CO}$), 14.15 ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{11}\text{-NH-CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 72.92 (72.80); H, 8.23 (8.27); N, 8.80 (8.81); O, 10.05 (10.12).

3.2.1.29.2. 2-(2,5-Diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)-N-tetradesilasetamid

[29b_(IA2)] sentezi



1.0 g (4.30 mmol) 5,5-difenilhidantoin (**26**), 0.29 g (5.16 mmol) KOH ve 1.25 g (4.30 mmol) 2-klor-N-tetradesilasetamid (**1d**) kullanılarak **29a_(IA1)** için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 1.10 g olarak % 50 verimle sentezlendi. EN 86–87 °C FT-IR (KBr): $\bar{\nu} = 3247, 3099, 3060, 2921, 2851, 1778, 1724, 1645, 1565, 1493, 1444, 1388, 1337, 1254, 1154, 1100, 944, 760, 710, 661, 617, 600, 527 \text{ cm}^{-1}$.

$^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 7.45\text{-}7.36$ (m, 10H, Ar-H), 6.22 (s, 1H, O=C-NH-CAr₂), 5.66 (t, 1H, CH₂-NH-C=O), 4.19 (s, 2H, O=C-CH₂-N), 3.27 (q, 2H, -CH₂-NH-C=O), 1.47, (quin, 2H, -CH₂-CH₂-NH-C=O), 1.32-1.20 (m, 22H, -(CH₂)₁₁-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

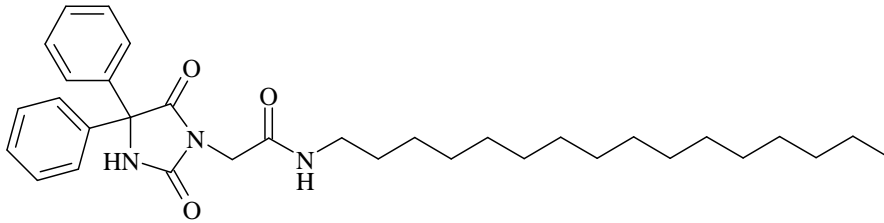
$^{13}\text{C NMR}$ (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 173.78$ (N-CO-C(Ar₂)-NH), 165.69 (CH₂-NH-CO-CH₂), 162.64 (N-CO-NH), 139.01 (2C, ArC), 128.62 (4C, ArC), 128.38 (4C, ArC), 127.19 (2C, ArC), 70.56 (CO-C(Ar₂)-NH-), 41.25 (-NH-CO-CH₂-N), 39.82 (CH₂-NH-CO), 36.54 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 31.92 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 31.43 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.70 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 29.63 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.56 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.37 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 29.35 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.29 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO),

26.86 ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{11}\text{-NH-CO}$), 22.69 ($\text{CH}_3\text{-}\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-(CH}_2\text{)}_{12}\text{-NH-CO}$), 14.15 ($\underline{\text{C}}\text{H}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{13}\text{-NH-CO}$) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 73.63 (73.55); H, 8.57 (8.55); N, 8.31 (8.33); O, 9.49 (9.57).

3.2.1.29.3. 2-(2,5-Diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)-N-hekzadesilasetamid

[29c_(IA3)] sentezi



0.79 g (3.14 mmol) 5,5-difenilhidantoin (**26**), 0.21 g (3.77 mmol) KOH ve 1.0 g (3.14 mmol) 2-klor-N-hekzadesilasetamid (**1e**) kullanılarak **29a**_(IA1) için verilen yöntemle sentezlenen beyaz renkli katı ürün 1.43 g olarak % 85 verimle sentezlendi. EN 85–87 °C FT-IR (KBr): $\bar{\nu}$ = 3247, 2920, 2850, 1778, 1722, 1652, 1566, 1493, 1444, 1388, 1336, 1253, 1154, 1100, 1071, 944, 760, 710, 663 cm^{-1} .

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ = 7.45-7.35 (m, 10H, Ar-H), 6.19 (s, 1H, O=C-NH-CAr₂), 5.65 (t, 1H, CH₂-NH-C=O), 4.19 (s, 2H, O=C-CH₂-N), 3.27 (q, 2H, -CH₂-NH-C=O), 1.47, (quin, 2H, -CH₂-CH₂-NH-C=O), 1.32-1.20 (m, 26H, -(CH₂)₁₃-), 0.88 (t, 3H, CH₃) ppm.

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ = 173.79 (N-CO-C(Ar₂)-NH), 165.71 (CH₂-NH-CO-CH₂), 162.64 (N-CO-NH), 139.03 (2C, ArC), 128.60 (4C, ArC), 128.36 (4C, ArC), 127.19 (2C, ArC), 70.55 (CO-C(Ar₂)-NH-), 41.24 (-NH-CO-CH₂-N), 39.81 (CH₂-NH-CO), 36.53 (CH₂-(CH₂)₂-NH-CO), 31.92 (CH₂-(CH₂)₃-NH-CO), 31.43 (CH₂-(CH₂)₄-NH-CO), 29.71 (CH₂-(CH₂)₅-NH-CO), 29.68 (CH₂-(CH₂)₆-NH-CO), 29.66 (CH₂-(CH₂)₇-NH-CO), 29.64 (CH₂-(CH₂)₈-NH-CO), 29.56 (CH₂-(CH₂)₉-NH-CO), 29.37 (CH₂-(CH₂)₁₀-NH-CO), 29.34 (CH₂-(CH₂)₁₁-NH-CO), 29.29 (CH₂-(CH₂)₁₂-NH-CO), 26.86

(CH₂-(CH₂)₁₃-NH-CO), 22.69 (CH₃-CH₂-(CH₂)₁₄-NH-CO), 14.14
(CH₃-(CH₂)₁₅-NH-CO) ppm.

Element Analizi [% hesaplanan (% bulunan)]: C, 74.26 (74.20); H, 8.88 (8.91); N, 7.87 (7.84); O, 8.99 (9.05).

3.2.2. Korozyon testleri

3.2.2.1. Asidik koroziv ortamda yapılan testlerde kullanılmak üzere metal plakaların hazırlanması

- Metal plakalar dikdörtgen şeklinde ve 0.1 cm kalınlığında, 2.2 cm genişliğinde ve 5.0 cm uzunluğunda olacak şekilde kesildi.
- Metal plakalar bir süre % 15' lik HCl çözeltisi içinde bekletilerek pas lekelerinin ve oksit tabakasının temizlenmesi sağlandı.
- Daha sonra plakalar piset kullanılarak saf su ile temizlendi.
- Plakalar bir süre aseton içinde bekletildi.
- Sonra plakalar sabit tartıma gelene kadar açık havada kurutuldu.
- Sabit tartıma gelen metalin test öncesi kütlesi tartıldı.

3.2.2.2. Asidik çözeltiler içinde gerçekleştirilen korozyon testleri

Asidik ortamda gerçekleştirilen korozyon testleri DIN EN 10130 (Anonim 2007) normuna göre yapıldı. Her testin öncesinde 1.5 M HCl ve 1.5 M H₂SO₄ stok çözeltileri taze olarak hazırlandı. Test edilecek organik korozyon inhibitörleri belirli miktarlarda tartıldıktan sonra, plastik kapaklı, 150 mL' lik cam kaplar içerisinde 100 mL 1.5 M HCl veya 1.5 M H₂SO₄ içerisinde çözülerek kapağı kapatıldı. Diğer taraftan kontrol testi ve karşılaştırma için, bir başka cam kaba 100 mL 1.5 M HCl veya 1.5 M H₂SO₄ çözeltisi konuldu ve içerisine herhangi bir inhibitör eklenmedi. Asit çözeltilerinde tam olarak çözünmeyen bazı inhibitörler, yukarıda anlatılandan farklı olarak, cam kap içerisinde önce 10 – 15 mL asetonda çözüldü ve daha sonra içerisine karıştırarak yavaşça 100 mL 1.5 M HCl veya 1.5 M H₂SO₄ çözeltisi eklendi. Asetonda çözülerek asidik ortamda korozyon testleri yapılan bu inhibitörlerin kontrol testi ve karşılaştırması için de yine bir başka cam kaba inhibitör eklemeksizin 10 – 15 mL aseton ve 100 mL 1.5 M HCl veya 1.5 M H₂SO₄ çözeltisi konuldu. Yukarıda anlatıldığı gibi hazırlanan inhibitörsüz asidik çözeltiye ve inhibitörlü asidik çözeltilere **Bölüm 3.1.3.1'** deki gibi hazırlanan ve tartımı alınan metal plakalar, bir iple bağlanarak daldırıldı ve oda koşullarında 24 saat süreyle çözeltiler karıştırma yapılmadan bekletildi.

3.2.2.3. Asidik koroziif ortamda yapılan testlerden sonra metal plakaların ölçüme hazırlanması

Öngörülen test süresinden sonra, koroziif ortamdan çıkarılan metal plakalar piset kullanılarak saf su ile temizlendi. Daha sonra plakalar aseton ile temizlendi ve sabit tartıma gelene kadar açık havada kurutularak metalin test sonrası kütlesi tartıldı.

3.2.2.4. Gravimetrik ölçümler ve hesaplamalar

Metal plakalar test öncesi ve test sonrası tartılarak iki değeri arasındaki farktan kütle kaybı g cinsinden hesaplandı.

3.2.2.5. Yüzde inhibisyon etkinliklerinin hesaplanması

Test edilen organik korozyon inhibitörlerinin yüzde inhibisyon etkinlikleri (% $\dot{I}E$) şu formülle hesaplandı:

$$\% \dot{I}E = \frac{W_o - W}{W_o} \times 100$$

Burada; % $\dot{I}E$: Yüzde inhibisyon etkinliği, W_o : İnhibitör içermeyen koroziif çözeltide ölçülen metal kütle kaybı, W : İnhibitör içeren koroziif çözeltide ölçülen metal kütle kaybı. Farklı korozyon inhibitörleri için hesaplanan yüzde inhibisyon etkinlikleri “Bulgular” kısmında ayrıntılı olarak verildi.

3.2.2.6. Parafin esaslı mineral yağ ortamında gerçekleştirilen korozyon testleri

Bölüm 3.1.3.2' de bileşimi ve özellikleri verilen metal çubuğun yüzeyi test öncesinde uygun çözücü ile silinerek temizlendi ve açık havada kurutuldu. Mineral yağ ortamında gerçekleştirilen testler TS 6830 ISO 7120 standardı (Anonim 1999) doğrultusunda gerçekleştirildi. 150 mL' lik bir cam silindir içine 100 mL mineral yağ konuldu. Üzerine sentezlenen uygun korozyon inhibitörlerinden biri eklenerek % 0.1' lik (w/v) çözeltisi hazırlandı. Bazı inhibitörlerde, inhibitörün yağ ortamında tamamen çözünebilmesi için gerekli olan hafif ısıtma işlemi yapıldı. İnhibitör ortamda tamamen çözüldükten sonra bir desteğe tutturulan metal çubuk atmosfere açık olan bu çözeltiliye daldırıldı. Silindir, ısıtıcı ve elektronik termometre ile ısıtılan gliserin banyosuna yerleştirilerek, 30 dakika 60 °C sabit sıcaklıkta ısıtılarak 700 rpm'de karıştırıldı. Sonra silindirdeki yağ çözeltisi üzerine yavaşça 10 mL destile su eklendi ve 60 °C' de 50 saat boyunca karıştırılmaya devam edildi. Bu arada test için kullanılan düzenek **Şekil 3.2.2.6.1'**de görülmektedir. Test sonunda metal çubuğa şu işlemler uygulandı:

Metal dikkatlice süzgeç kağıdı ile silindi ve kontrol için kullanılan metal çubuk ile karşılaştırıldı. Bu arada iki farklı kontrol testi yapıldı;

Kontrol test 1: Metal çubuk, karıştırılan mineral yağ – su ortamına daldırıldı ve 60 °C' de 50 saat süre ile bekletildi.

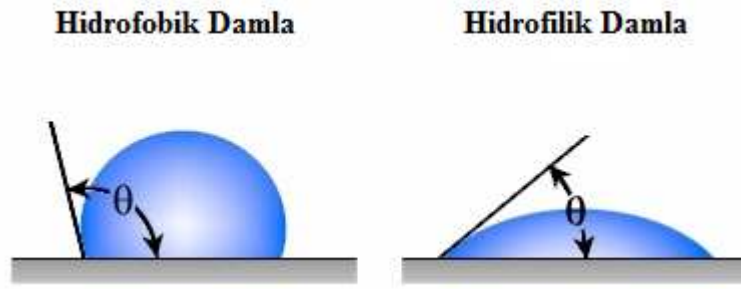
Kontrol test 2: Metal çubuk, karıştırılan ve sadece mineral yağ'dan oluşan ortama daldırıldı ve 60 °C' de 50 saat süre ile bekletildi. Testlerde süre olarak kullanılan 50 saat rastgele seçildi ve standartta belirtilen test süresinden daha uzun tutuldu.



Şekil 3.2.2.6.1 Mineral yağ ortamında yapılan korozyon testlerinde kullanılan düzenek

3.2.3. Temas açısı ölçümleri

Bir katı yüzeyi ile temastaki bir sıvı yüzeyi bir açı oluşturur. Temas açısı (θ) adı verilen bu açının büyüklüğü, sıvının kendi molekülleri arasındaki çekim kuvvetleri (kohezyon kuvvetleri) ile sıvı katı arası çekim kuvvetlerinin (adezyon kuvvetleri) göreceli büyüklüğüne bağlıdır. Kohezyon kuvvetlerinin büyüklüğü, adezyon kuvvetlerinin büyüklüğünden ne kadar fazla ise, sıvı katı arasındaki temas açısı da o denli büyük olur. Diğer bir ifade ile **Şekil 3.2.3.1'** de de görüldüğü üzere büyük bir temas açısı sıvı katı çekim kuvvetlerinin azlığının (hidrofobik damla), küçük bir temas açısı ise bu kuvvetlerin büyük olmasının bir göstergesidir (hidrofilik damla).

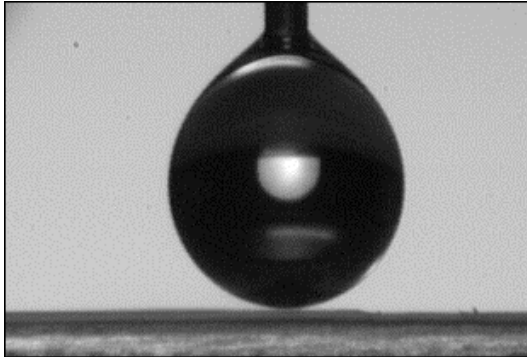


Şekil 3.2.3.1 Hidrofobik ve hidrofilik damla

Temas açısı ölçümleri için en yaygın kullanılan yöntem statik damla şekli yöntemidir. Damla şekli analizi, temas açılarının ölçümü ve buna dayanarak da yüzey enerjisinin belirlenmesi için çok uygun bir yoldur. Bu yöntem sırasıyla aşağıdaki basamaklar üzerinden yürümektedir (Woodward R.P.);

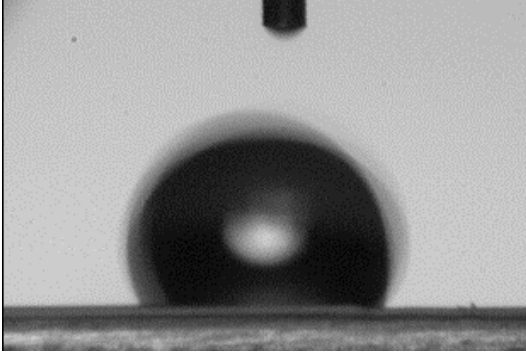
- Damla yönlendirmesinin belirlenmesi
- Cihazın ayarlanması
- Kamera açısının ayarlanması
- Kalibrasyon
- Sıvının doldurularak yüklenmesi
- Damla dağıtımı

Cihazın ayarlanması aşamasında damlatılacak sıvının fiziksel özelliklerinin (özellikle yoğunluk) cihaza tanıtılması gerekmektedir. Bu durum, yüzey üzerine düşürülecek damlanın yüzeye yaptığı temas açısının ölçülmesi ve yüzey serbest enerjisinin belirlenmesi için son derece önemlidir. Bu işlemin ardından kamera açısının titizlikle ayarlanması gerekir. Kamera görüntüsünün, örnek yüzeyi tam yatay olarak görecektir şekilde olması ve baseline çizgisinin buna göre tam olarak doğru şekilde belirlenmesi oldukça önem taşımaktadır. Çünkü baseline çizgisi temas açısı ölçümünü etkilemektedir. Yüzey üzerine damlatılacak sıvı belli bir hacimde (örneğin 10 µL) ve hava kabarcığı oluşmayacak şekilde şırıngaya doldurulduktan sonra şırınga sisteme yerleştirilir. Bu esnada, şırınganın iğnesi, kamera görüntüsünden de takip etmek suretiyle, damlanın düşeceği yüzeye üsten çok az bir mesafe oluşturacak şekilde konumlandırılmalıdır. Şırınga iğnesinin ucundan damla oluşturulurken damlanın yüzeye temas etmemesi için bu mesafenin bırakılması gerekmektedir (**Şekil 3.2.3.2**).



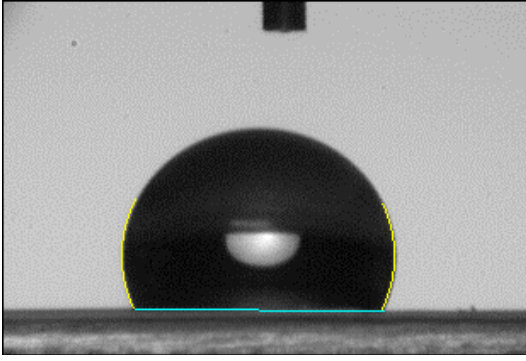
Şekil 3.2.3.2 Yüzeye temas etmeyecek şekilde şırınga iğnesinin ucundan damlanın oluşturulması.

Şırınganın tepesinde bulunan vida şeklindeki tıpanın hafifçe çevrilmesiyle **Şekil 3.2.3.2**'deki gibi oluşturulan damla, şırıngayı tutan mekanizmada bulunan düğmenin hızlı bir şekilde aşağıya doğru bastırılmasıyla iğnenin ucundan ayrılıp yüzeye düşürülmektedir (**Şekil 3.2.3.3**). İğnenin ucundan ayrılıp yüzeye düşmesinin etkisiyle ilk başta titreşim halinde yüzeye temas eden damla, yarım saniye sonra hareketsiz olarak kalmaktadır (**Şekil 3.2.3.4**).



Şekil 3.2.3.3 Damlanın iğnenin ucundan ayrılıp yüzeye düşüp ilk temas ettiği anda görülen titreşim hareketi.

Kaynak : Woodward R.P.



Şekil 3.2.3.4 Damlanın yüzeye temasından yarım saniye sonra hareketsiz kalması

Kaynak : Woodward R.P.

Damlanın yüzey üzerine düştüğü ilk andan bilgisayar programında belirtilen süre aralığına kadar belli aralıklarla kamera vasıtasıyla damlanın fotoğrafı çekilir. Daha sonra damlanın yüzey üzerinde hareketsiz kaldığı ilk fotoğraf seçilerek damlanın yüzeye temas halinde olduğu baseline çizgisi ayarlanır ve temas açısı ölçümlerine hazır hale getirilir. Temas açısı ölçümleri, baseline çizgisi belirlendikten sonra damlanın yüzeye temas halinde olduğu hem sağ hem de sol taraftan, istenilen süre aralığına kadar otomatik olarak cihaz tarafından gerçekleştirilmektedir. Yüzeyin hidrofobitesi fazla ise damla düştüğü ilk andan itibaren şeklini muhafaza eder ve zamanla temas açılarında dikkate değer bir değişim gözlenmez. Yüzeyin hidrofilik özelliğinin fazla olması durumunda ise damla ilk düştüğü andan itibaren zamanla yüzeye yayılacağından temas açılarında oldukça fazla bir düşüş gözlenmektedir.

Metal yüzeylerdeki temas açıları ölçümleri KSV Attention Theta (Hamburg, Germany) temas açısı ölçüm cihazı ile gerçekleştirildi (Şekil 3.2.3.5). Asidik ve mineral yağ-su korozyon ortamlarında yapılan korozyon testlerinin hemen ardından metal plakalar vakum desikatörü içerisinde oda sıcaklığında kurutuldu. Kurutma işleminin ardından metal yüzeyin temas açısı ölçümleri yukarıda yöntem olarak açıklanan statik damla metodu ile gerçekleştirildi. Metal yüzeyinin farklı noktalarına şırıngadan su damlatmak suretiyle yapılan ölçümlerde öncelikle farklı noktalara uygulandığında temas açıları nasıl bir değişim olduğu araştırıldı. Temas açıları önemli bir değişimin olmadığı durumlarda yüzeyin herhangi bir noktasına uygulanan su damlasının yüzey üzerinde 10 sn boyunca aldığı şeklin hem sağından hem de solundan olmak üzere iki taraftan da temas açısı değerleri belirlendi. Bununla birlikte 10 saniye boyunca her saniye için sağdan ve soldan ölçülen temas açıları ortalaması da bilgisayar sistemi tarafından tespit edildi. Sonuç olarak da temas açısı ölçümleri bu ortalama değerleri dikkate alınarak standart sapması ile birlikte verildi.



Şekil 3.2.3.5 Temas açısı ölçümlerinde kullanılan cihaz

3.2.4. Optik profilometre görüntüleri

Korozif ortamlarda yapılan testler sonrası metal yüzeyindeki olası değişiklikleri 3 boyutlu olarak resmeden optik profilometre görüntüleri elde etmek kullanılan Zeta-20 True Color 3D Optical Profiler (Zeta Instruments, CA, USA) cihazı **Şekil 3.2.4.1**'de görülmektedir. Optik profilometre cihazı ile yüzey analizi yapılmadan önce tıpkı temas açısı ölçümlerinde olduğu gibi korozif ortamlarda teste tabi tutulan metal yüzeyi vakum desikatöründe kurutuldu. Kurutma işleminin ardından asidik ortamda korozyon testine tabi tutulan metal plakalar ile mineral yağ ortamında korozyon testine tabi tutulan metal çubuklar, cihazda yer alan objektiflerin hemen altındaki bölmeye yerleştirildi. Yüzeyin 100 kat büyütülmüş görüntüsünü verecek olan objektif metal yüzeyine yaklaştırıldı ve bilgisayardaki program sayesinde objektifin metal yüzeyinde görüntü taraması yapacağı alan belirlendi. Bu işlemin ardından objektifin görüntü taraması yapması için start verildi ve belirlenen alanda tarama yapan objektifin elde ettiği en iyi görüntü bilgisayar ortamına aktarıldı. Başlangıçta iki boyutlu olarak aktarılan görüntü programdaki seçenikle 3 boyuta dönüştürüldü.



Şekil 3.2.4.1 Optik profilometre görüntülerini elde etmede kullanılan cihaz

3.2.5. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile metal yüzeyi görüntü alımı

Metal yüzeyinin SEM görüntüsü, 0.1 cm kalınlığında, 2.0 cm genişliğinde ve 2.0 cm uzunluğunda kare şeklinde kesilen metal plakalarda alındı. Metal plakalar bir süre % 15'lik HCl çözeltisi içinde bekletilerek pas lekelerinin ve oksit tabakasının temizlenmesi sağlandı. Akabinde saf su ile yıkanıp kağıt mendil ile yüzey temizlendikten sonra zımpara kağıdı ile hafifçe zımparalandı. Zımparalama işlemi ile ayna gibi parlatılan metal yüzeyi korozyon testine tabi tutulmadan önce aseton ile yıkanarak kurutuldu. Kurutma işleminin ardından metal plakalar **Bölüm 3.2.2.2.**'de anlatıldığı gibi asidik ortamda ve **Bölüm 3.2.2.6.**'da anlatıldığı gibi mineral yağ-su ortamında testlere tabi tutuldu. Testlerin ardından metal plakalar aseton ile yıkanıp vakum desikatöründe kurutulduktan sonra ilgili taramalı elektron mikroskobu cihazı ile yüksek vakum altında metal yüzeylerin 1000, 3000 ve 5000 kat büyütülmüş ortamlarına ait SEM görüntüleri elde edildi.

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

Tez kapsamında iki farklı korozif ortam dikkate alınarak Organik korozyon inhibitörleri tasarlandı. Önce asidik sulu ortam ($\text{HCl}_{(\text{aq})}$ ve $\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{aq})}$) için daha sonra da mineral yağ-su ortamı için tasarlanan organik korozyon inhibitörlerinin sentezini ve karakterizasyonlarını tartışacağız.

4.1. Asidik Sulu Ortam için Tasarlanan Organik Korozyon İnhibitörlerinin Sentezi

Asidik ortamda test etmek üzere tasarlanan sekonder amid grubu içeren organik korozyon inhibitörlerinin genel yapısında:

- 1) Su moleküllerini metal yüzeyinden uzak tutacak farklı uzunluklarda karbon zinciri,
- 2) Metal yüzeyine adsorpsiyonu sağlayacak heteroatomlar (N ve O) ve vanilin ya da 4-hidroksiasetofenondan türeyen aromatik gruplar ve ya ω -brom alifatik asitten türeyen alifatik gruplar
- 3) Suda çözünürlüğü sağlayacak katyonik yapıları trietilaminyum ve piridinyum fonksiyonel grupları bulunmaktadır.

Önce aromatik yapıları daha sonra da alifatik yapıları organik korozyon inhibitörlerinin sentezi ve karakterizasyonları tartışılacaktır.

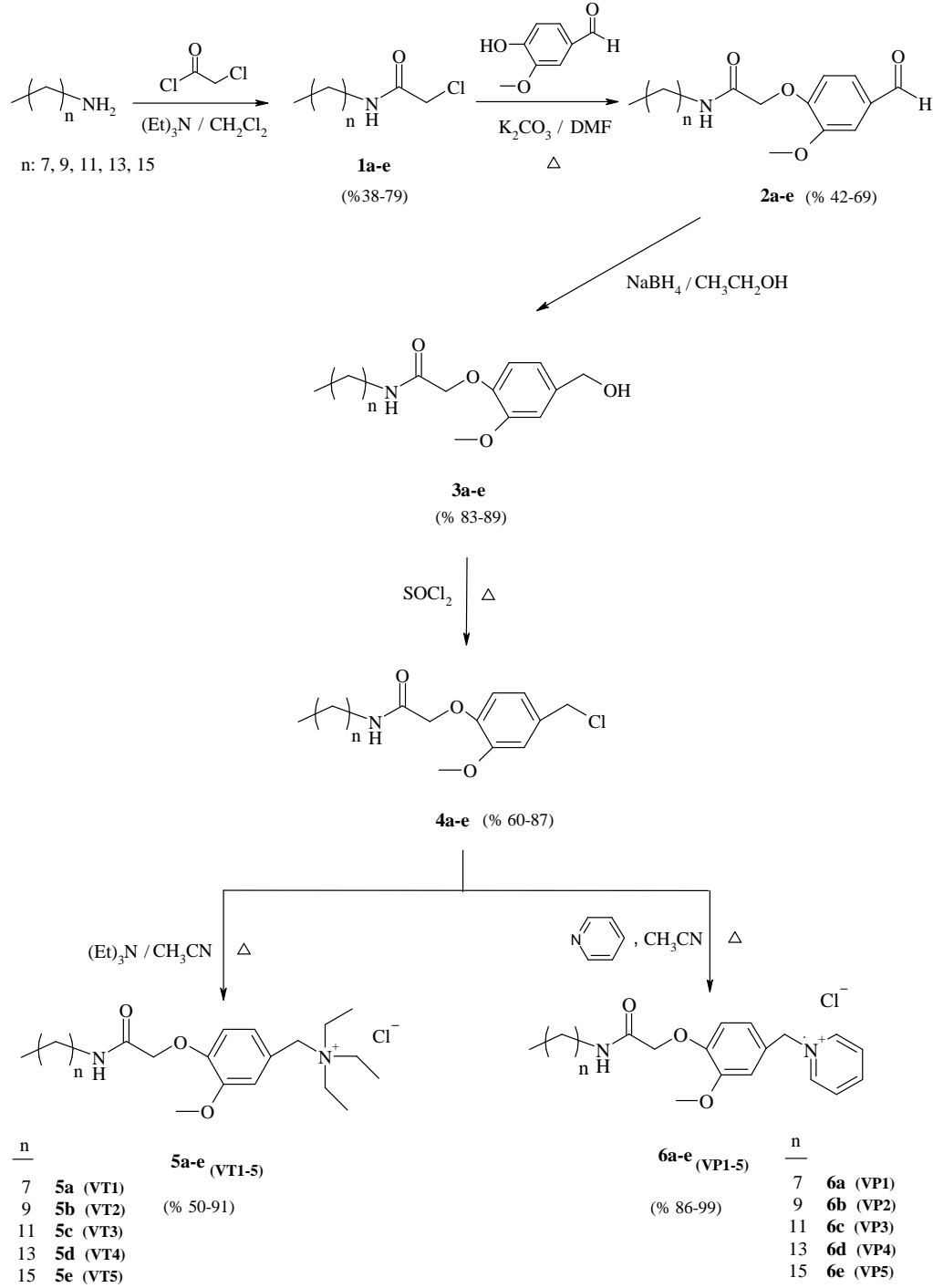
4.1.1. Vanilinden türetilmiş aromatik yapıları, katyonik trietilaminyum tuzu [5a-e_(VT1-5)] ve piridin tuzu [6a-e_(VP1-5)] içeren organik korozyon inhibitörlerinin sentezi

Bu sınıf bileşikler [5a-e_(VT1-5) ve 6a-e_(VP1-5)] 5 basamakta sentezlendi. İlk basamakta Tam-Chang ve ark. (1995) ile van Esch ve ark. (1995) tarafından rapor edilen prosedürler takip edilerek farklı uzunluklardaki N-alkil amin diklorometan içerisinde

klorasetil klorür ile reaksiyona tabi tutularak 2-klor-N-alkil-asetamid bileşikleri (**1a-e**) % 38 – 79 verimlerle elde edildi. Daha sonra ikinci basamakta **1a-e** bileşikleri vanilin ile K_2CO_3 beraberinde Ghate ve ark.'nın (2003) prosedüründen esinlenerek DMF içerisinde reaksiyona sokuldu ve **2a-e** türevleri orta verimlerde (% 42–69) elde edildi. Üçüncü basamakta **2a-e** bileşiklerindeki aldehit grubu Lecher (2007) tarafından rapor edilen prosedüre göre $NaBH_4$ ile indirgenerek primer alkol grubuna **3a-e** iyi verimlerle (% 83–89) dönüştürüldü. Dördüncü aşamada tiyonil klorür kullanarak primer alkoldeki OH grubu yerine klor grubunun bağlandığı **4a-e** türevlerin sentezi, Bissinger ve Kung (1947) ile Terrasson ve ark.'nın (2008) rapor ettikleri prosedürlerden esinlenerek gerçekleştirildi (verim: % 60–87). Son aşamada ise, asetonitril içerisinde trietilamin ile reaksiyon sonucu **5a-e**(VT_{1-5}) bileşikleri, piridin ile reaksiyon sonucu da **6a-e**(VP_{1-5}) bileşiklerinin sentezleri tamamlandı. Sentez basamaklarının tamamını içeren sentez şeması **Şekil 4.1.1.1**'de görülmektedir.

Katyonic yüzey aktif madde olan etanaminyum türevi **5a**(VT_1)' ye ait FT-IR spektrumunda, amid piki ($-NH$) $\bar{\nu} = 3228 \text{ cm}^{-1}$ ' de, amid karbonil gerilmesine ait pik ($-NHC=O$) $\bar{\nu} = 1677 \text{ cm}^{-1}$ 'de gözlemlendi. Bileşiğe ait 1H -NMR spektrumunda, $\delta = 7.66$ ppm' de aromatik halkadaki 1 protona ait bir dublet, 6.99 – 6.95 ppm bölgesinde ise aromatik halkada kalan diğer 2 protona ait bir multipllet tespit edildi. ($-HN-C=O$) grubuna ait olan tek protonluk singlet piki 6.87 ppm' de, ($ArCH_2-N^+$) grubuna ait iki protonluk singlet piki 4.89 ppm'de, ($O=C-CH_2O-$) grubuna ait iki protonluk singlet piki 4.52 ppm' de gözlemlendi. Aromatik halkaya bağlı metoksit (CH_3O-) grubundaki üç adet metil protonlarına ait singlet piki 3.98 ppm'de gözlenirken, 3.33 ve 1.55 ppm bölgelerinde ise sırasıyla ($-CH_2CH_2NH$) ve ($-CH_2CH_2CH_2NH$) gruplarına ait iki protonluk quartet ile quintet pikleri belirlenmiştir. Bileşikteki pozitif yüklü azot atomuna bağlı üç adet etil grubundaki ($-N^+(CH_2CH_3)_3$) eşdeğer olmayan iki farklı proton grubuna (CH_2 ve CH_3 protonları) ait altı protonluk quartet ile dokuz protonluk triplet pikleri sırasıyla 3.46 ve 1.47 ppm bölgelerinde tespit edilmiştir. Benzer spektroskopik veriler **5b**(VT_2), **5c**(VT_3), **5d**(VT_4) ve **5e**(VT_5) bileşiklerinde de görülmüştür. **6a**(VP_1) bileşiğinin 1H -NMR spektrumunda **5a**(VT_1) bileşiğinkinden farklı olarak 9.73 ppm'de piridin halkasındaki azota göre orto konumunda yer alan eşdeğer iki protona ait bir dublet, 8.38 ppm'de piridin halkasındaki azota göre para konumundaki tek protona

ait bir triplet ve 8.01 ppm’de yine piridin halkasındaki azota göre meta konumunda yer alan eşdeğer iki protona ait bir triplet pikleri gözlemlendi.

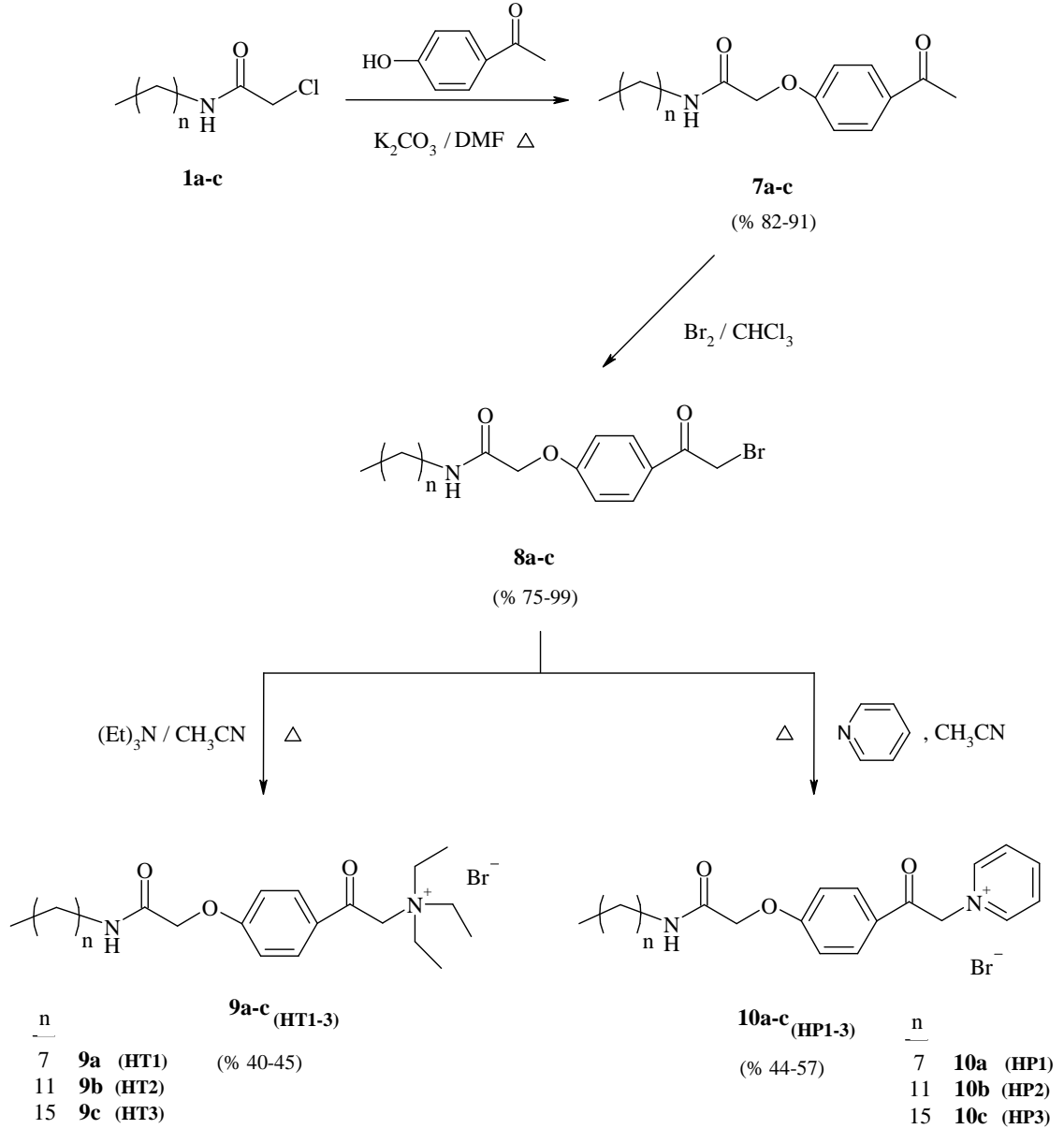


Şekil 4.1.1.1 Vanilinden türetilmiş kationik trietilaminyum **5a-e**(VT1-5) ve piridinyum **6a-e**(VP1-5) tuzlarının sentez şeması

4.1.2. 4-Hidroksiasetofenondan türetilmiş aromatik yapılı, katyonik trietilaminyum tuzu [**9a-c**_(HT1-3)] ve piridinyum tuzu [**10a-c**_(HP1-3)] içeren organik korozyon inhibitörlerinin sentezi

9a-c_(HT1-3) ve **10a-c**_(HP1-3) bileşiklerinin sentezi üç basamak üzerinden yapıldı. Birinci basamakta, daha önce sentezlenen **1a**, **1c** ve **1e** bileşikleri 4-hidroksi asetofenon ile DMF içerisinde reaksiyona sokularak eter bağının oluşumuyla **7a-c** türevleri iyi verimlerle (% 82–91) elde edildi. Elde edilen bu türevler ikinci basamakta kloroform ortamında Br₂ çözeltisi ile α -bromlama reaksiyonuna tabi tutularak **8a-c** türevleri sentezlendi (verim: % 75–99). Üçüncü ve son basamakta ise **8a-c** bileşikleri asetonitril içerisinde trietilamin ile reaksiyon sonucu **9a-c**_(HT1-3) bileşikleri, piridin ile reaksiyon sonucu da **10a-c**_(HP1-3) bileşiklerinin sentezleri orta verimlerde tamamlandı. Hedeflenen katyonik yapılı bileşiklerin sentez basamakları **Şekil 4.1.2.1**' de görülmektedir. FT-IR ve NMR (¹H ile ¹³C) teknikleriyle yapılan karakterizasyonlarda **9a-c**_(HT1-3) ile **10a-c**_(HP1-3) katyonik türevlerinin karakteristik fonksiyonel grup ve proton ile karbon pikleri tespit edildi. Örneğin **9a**_(HT1) bileşiği için FT-IR spektrumunda, amid piki (–NH) $\bar{\nu}$ = 3402 cm⁻¹ de, bileşikte yer alan karbonil gerilmelerine ait pikler sırasıyla $\bar{\nu}$ = 1657 cm⁻¹ ile 1601 cm⁻¹ de gözlemlendi. Bileşiğe ait ¹H-NMR spektrumunda, δ = 7.66 ppm' de aromatik halkadaki 2 eşdeğer protona ait, 7.07 ppm bölgesinde ise aromatik halkada kalan diğer 2 eşdeğer protona ait iki adet dublet pik tespit edildi. (–HN–C=O) grubuna ait olan tek protonluk triplet pik 6.56 ppm' de, (ArCH₂–N⁺) grubuna ait iki protonluk singlet piki 5.51 ppm'de ve pozitif yüklü azot atomuna bağlı üç adet etil grubundaki (–N⁺(CH₂CH₃)₃) eşdeğer olmayan iki farklı proton grubuna (CH₂ ve CH₃ protonları) ait altı protonluk quartet ile dokuz protonluk triplet pikleri sırasıyla 3.87 ve 1.42 ppm bölgelerinde tespit edilmiştir. Yine aynı bileşiğe ait ¹³C NMR spektrumunda ise pozitif azot atomuna yakın olan karbonil karbonuna ait pik 189.60 ppm'de, amit karbonil karbonuna ait pik ise 166.94 ppm'de görülmüştür. (N⁺–(CH₂–CH₃)₃) ve (N⁺–(CH₂–CH₃)₃) gruplarına ait üçer adet karbon atomlarına ait pikler sırasıyla 54.66 ile 8.45 ppm bölgelerinde tespit edilmiştir. Hedeflenen **9a** bileşiğinin sentezlendiğinin ispatı olan (Ar–CO–CH₂–N⁺) grubundaki karbona ait pik 60.04 ppm'de gözlenirken,

katyonik piridinyum tuzu serisine ait **10a** bileşiğinde yer alan (Ar-CO-CH₂-Py⁺) grubundaki karbon atomuna ait pik ise 66.40 ppm'de görülmüştür.



Şekil 4.1.2.1 4-Hidroksiasetofenondan türetilmiş katyonik trietilaminyum **9a-c**(HT1-3) ve piridinyum **10a-c**(HP1-3) tuzlarının sentez şeması

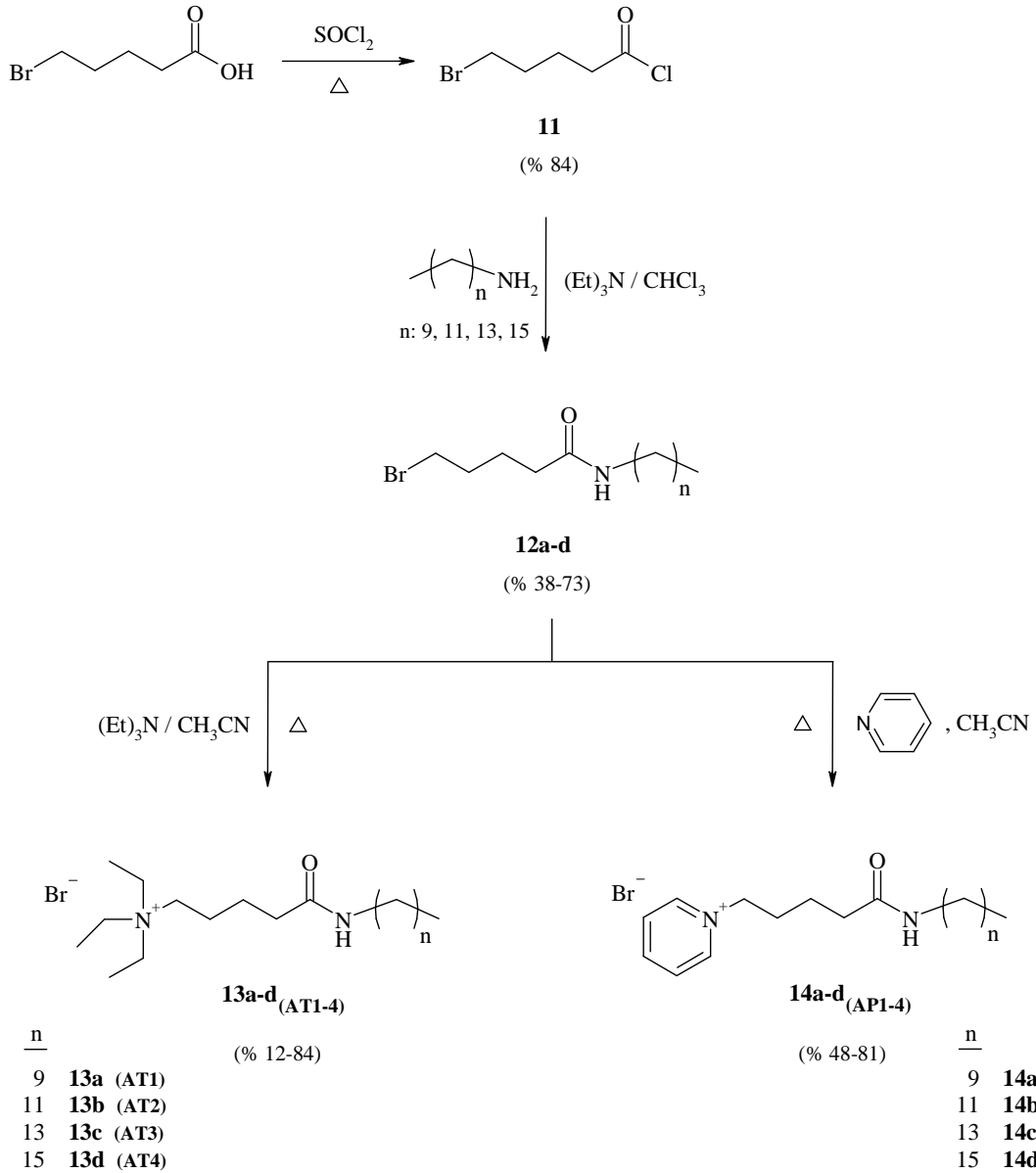
4.1.3. ω -brom alifatik asitten türetilmiş katyonik trietilaminyum (AT1-12) ve piridinyum (AP1-12) tuzlarının sentezi

Bu sınıf bileşiklerin sentezi üç alt sınıfta gerçekleştirildi. Bunlar;

- 1) 5-bromvalerik asitten yola çıkılarak sentezlenenler
13a-d_(AT1-4) ve **14a-d**_(AP1-4)
- 2) 6-bromhekzanoik asitten yola çıkılarak sentezlenenler
17a-d_(AT5-8) ve **18a-d**_(AP5-8)
- 3) 11-bromundekanoik asitten yola çıkılarak sentezlenenler
21a-d_(AT9-12) ve **22a-d**_(AP9-12)

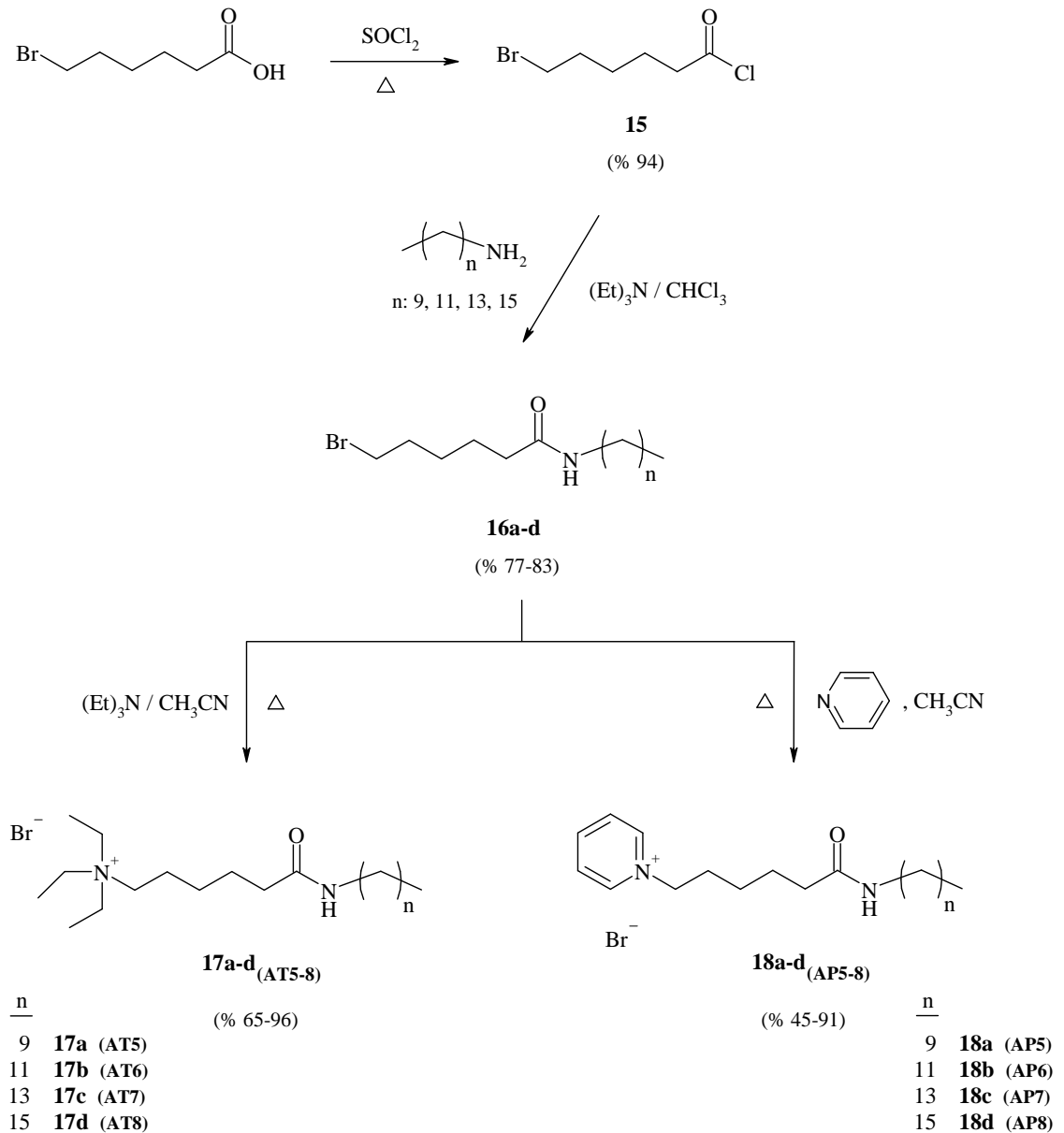
5-bromvalerik asitten yola çıkılarak sentezlenenler: Üç basamak üzerinden sentezlenen **13a-d**_(AT1-4) ve **14a-d**_(AP1-4) bileşiklerinin sentez aşamalarında (**Şekil 4.1.3.1**) ilk basamak, karboksilli asit türevinden tyonil klorür yardımıyla asit klorürün eldesidir. Toluen çözücü ortamında yüksek verimle sentezlenen asit klorür türevi (**11**) ikinci basamakta, diklorometan içerisinde uzun zincirli amin türevleri ile trietilamin beraberinde reaksiyona sokularak amid oluşum tepkimesi yoluyla ilgili amid bileşikleri (**12a-d**) değişken verimlerle (% 38 – 73) sentezlendi. Son basamakta ise amid türevleri, asetonitril çözücü ortamında bromun bağlı olduğu uçtan trietilamin ile reaksiyona tabi tutularak hedeflenen katyonik yapı **13a-d**_(AT1-4), piridin ile reaksiyona sokularak da hedeflenen katyonik yapı **14a-d**_(AP1-4) amid bileşiklerinin sentezi gerçekleştirildi. Elde edilen katyonik yapı amid türevlerinin FT-IR spektrumlarında, $\bar{\nu} = 3326 - 3333 \text{ cm}^{-1}$ ile $\bar{\nu} = 3391 - 3429 \text{ cm}^{-1}$ civarlarında amid N-H gerilmesine ait pikler, $\bar{\nu} = 1642 - 1650 \text{ cm}^{-1}$ ile $\bar{\nu} = 1631 - 1643 \text{ cm}^{-1}$ civarlarında ise amid karbonil (C=O) gerilmesine ait pikler gözlemlendi. Söz konusu bileşiklerin ¹H-NMR spektrumlarında ise 6.50 ppm civarında ($-\text{HNC}=\text{O}$) protonuna ait triplet, 3.13 ppm civarlarında ($-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$) protonlarına ait kuartet, 1.43 ppm civarlarında ise ($-\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$) protonlarına ait triplet pikleri görüldü. **14a**_(AP1) bileşiğinin ¹H-NMR spektrumunda **13a**_(AT1) bileşiğinkinden farklı olarak 9.55 ppm'de piridin halkasındaki azota göre orto konumunda yer alan eşdeğer iki protona ait bir dublet, 8.46 ppm'de piridin halkasındaki

azota göre para konumundaki tek protona ait bir triplet ve 8.09 ppm’de yine piridin halkasındaki azota göre meta konumunda yer alan eşdeğer iki protona ait bir triplet pikleri gözlemlendi. **12a** bileşiğinde 3.42 ppm’de görülen brom atomuna bağlı karbondaki iki protona ait triplet pikin, **14a**(AP1) bileşiğinde kaybolup yerine 5.08 ppm’de düz zincirin piridin halkasındaki pozitif azota bağlı ilk karbonunda yer alan iki adet protona ait triplet pikin ortaya çıkması reaksiyonun gerçekleştiğini kanıtlamaktadır. Bu durum aynı seride sentezlenen diğer bileşiklerde de görüldü.



Şekil 4.1.3.1 5-bromvalerik asitten yola çıkılarak elde edilen trietilaminyum **13a-d**(AT1-4) ve piridinyum **14a-d**(AP1-4) tuzlarının sentez şeması

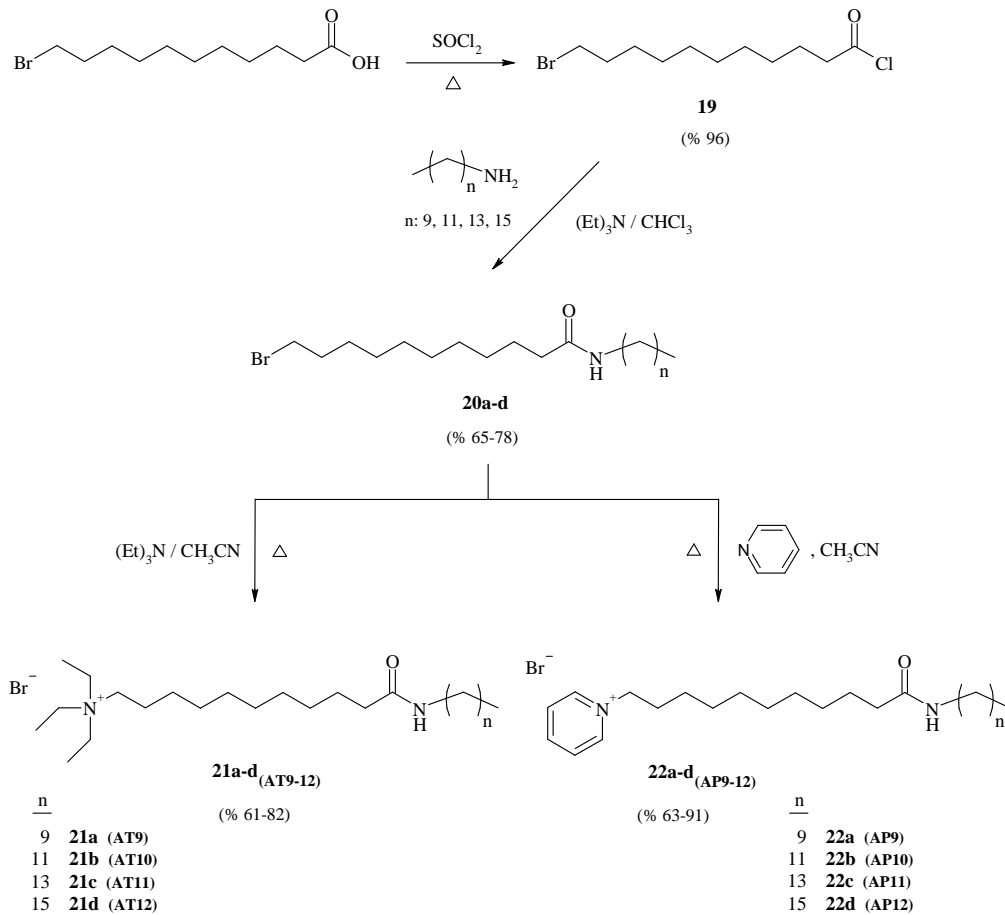
6-bromhekzanoik asitten yola çıkılarak sentezlenenler: 17a-d_(AT5-8) ile 18a-d_(AP5-8) bileşiklerinin sentezi **13a-d_(AT1-4)** ile **14a-d_(AP1-4)** bileşiklerinin sentez basamaklarıyla benzerdir. Tek fark çıkış bileşiği olarak kullanılan karboksilli asidin 6-bromhekzanoik asit olmasıdır (Şekil 4.1.3.2). Sentezlenen bileşiklerden **17a-d_(AT5-8)**'de **13a-d_(AT1-4)** bileşiklerine, **18a-d_(AP5-8)**'de ise **14a-d_(AP1-4)** bileşiklerine benzer spektroskopik veriler elde edildi.



Şekil 4.1.3.2 6-bromhekzanoik asitten yola çıkılarak elde edilen trietilaminyum **17a-d_(AT5-8)** ve piridinyum **18a-d_(AP5-8)** tuzlarının sentez şeması

Özellikle ^1H NMR spektrumunda **16a-d** bileşiklerinde 3.42 ppm'de görülen brom atomuna bağlı karbon atomundaki iki protona ait triplet pikin kaybolması ve yerine **18a-d**_(AP5-8) bileşiklerinde 4.99 ppm'de düz zincirin piridin halkasındaki pozitif azota bağlı ilk karbonunda yer alan iki adet protona ait triplet pikin ($\text{CH}_2\text{N}^+\text{Py}$) ortaya çıkması bu bileşik serisinde de reaksiyonun gerçekleştiğinin kanıtıdır.

11-bromundekanoik asitten yola çıkılarak sentezlenenler: 21a-d_(AT9-12) bileşiklerinin sentez basamakları **13a-d** ile **17a-d** bileşikleriyle, **22a-d**_(AP9-12) bileşiklerinin sentez basamakları ise **14a-d**_(AP1-4) ile **18a-d**_(AP5-8) bileşikleriyle benzerdir. Bileşiklerinin sentezlerinde tek fark çıkış bileşiği olarak kullanılan karboksilli asidin 11-bromundekanoik asit olmasıdır (Şekil 4.1.3.3). Bu bölümde sentezlenen bileşiklerde aynı serinin daha az karbon sayılı türevlerine benzer spektroskopik veriler elde edildi.



Şekil 4.1.3.3 11-bromundekanoik asitten yola çıkılarak elde edilen trietilaminyum **21a-d**_(AT9-12) ve piridinyum **22a-d**_(AP9-12) tuzlarının sentez şeması

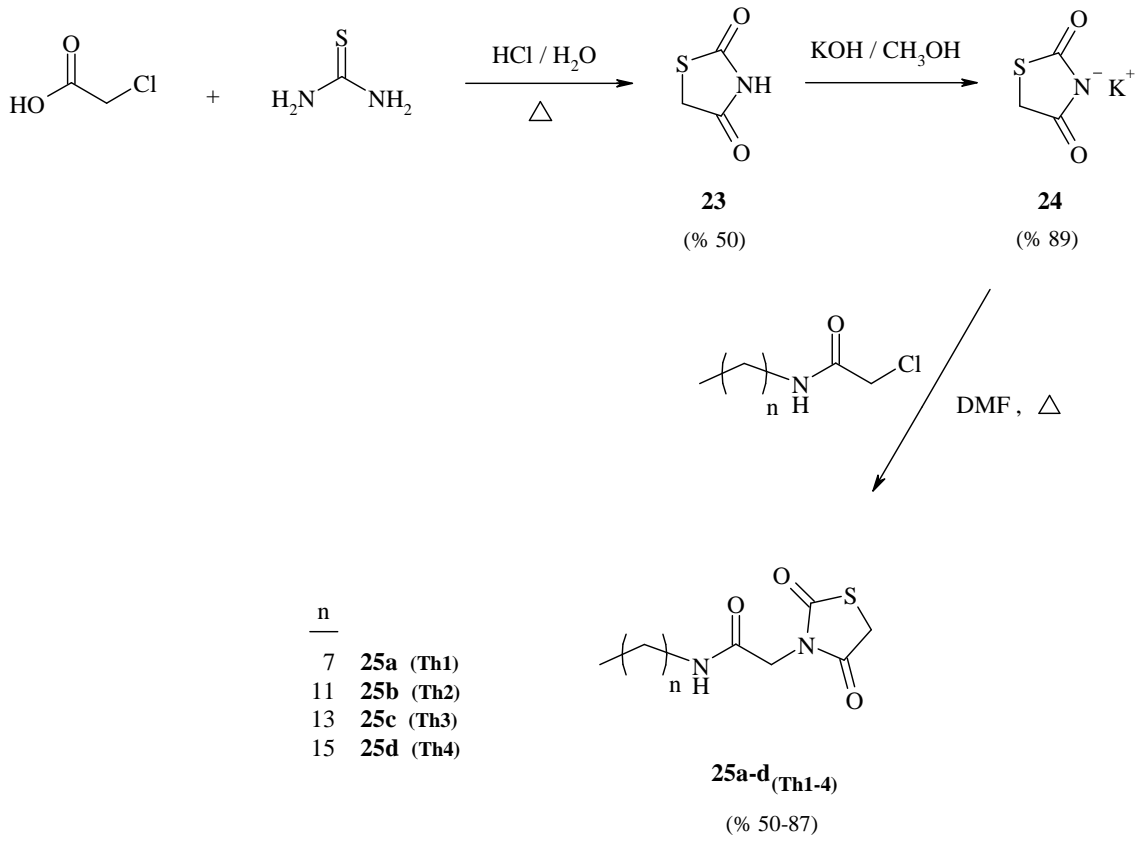
4.2. Mineral yağ-su Ortamı için Tasarlanan Organik Korozyon İnhibitörlerinin Sentezi

Mineral yağ-su ortamında test etmek üzere tasarlanan organik korozyon inhibitörlerinin yapısında, korozif ortamı temsil eden su moleküllerinin metal yüzeyinden uzak tutan uzun karbon zincirleri ve metal yüzeyi ile etkileşip tutunmayı sağlayan heteroatomları içeren heterohalka sistemleri (tiyazolidin ve imidazolidin halkaları) bulunmaktadır. Bu sınıftaki organik korozyon inhibitörlerinin sentezi ve karakterizasyonları yapılarında bulunan heterohalka sistemlerine göre ayrı ayrı tartışılacaktır.

4.2.1. Tiyazolidinden türetilmiş uzun zincirli amid türevlerinin [25a-d_(Th1-4)] sentezi

Mineral yağ ortamındaki korozyon testlerinde kullanılmak üzere tasarlanan **25a-d**_(Th1-4) bileşiklerinin sentezi 3 basamakta gerçekleştirildi (**Şekil 4.2.1.1**). İlk basamak, klorasetik asidin tiyoüre ile olan kondenzasyon reaksiyonu sonucu 1,3-Tiyazolidin-2,4-dion (**23**) bileşiğinin eldesidir. İkinci basamakta **23** nolu bileşik metanol içerisinde KOH ile etkileştirilerek potasyum tuzuna (**24**) dönüştürüldü. Üçüncü ve son basamakta ise 1,3-Tiyazolidin-2,4-dion bileşiğinin potasyum tuzu **1a**, **1c**, **1d** ve **1e** bileşikleriyle nükleofilik yer değiştirme reaksiyonu sonucu hedeflenen **25a-d**_(Th1-4) bileşiklerinin sentezi tamamlandı. Elde edilen bileşiklerden **25b**_(Th2)'nin FT-IR spektrumunda, $\bar{\nu} = 3299 \text{ cm}^{-1}$ değerinde amid N-H gerilmesine ait pik, $\bar{\nu} = 1756 \text{ cm}^{-1}$ değerinde beşli imit halkasındaki kükürt atomuna komşu olan karbonil grubunun gerilmesine ait pik, $\bar{\nu} = 1698 \text{ cm}^{-1}$ değerinde beşli imit halkasındaki diğer karbonil grubunun gerilmesine ait pik, $\bar{\nu} = 1655 \text{ cm}^{-1}$ değerinde ise amid karbonil grubuna ait pik görülmektedir. Aynı bileşiğin ¹H NMR spektrumunda, 5.61 ppm'de amid N-H (HN-C=O) protonuna ait triplet pik, 4.24 ppm'de beşli halkada yer alan (-SCH₂C=O) protonlarına ait singlet pik ve 4.04 ppm'de ise amidin karbonil grubu ile imit azotu arasında yer alan (-NCH₂C=O) protonlarına ait singlet pik görülmektedir. 4.04 ppm'de görülen singlet pikin varlığı reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Yine aynı bileşiğin ¹³C NMR spektrumunda ise, üç farklı karbonil karbonuna [(-N-CO-CH₂-), (-N-CO-S) ve (-HN-CO-CH₂-)]

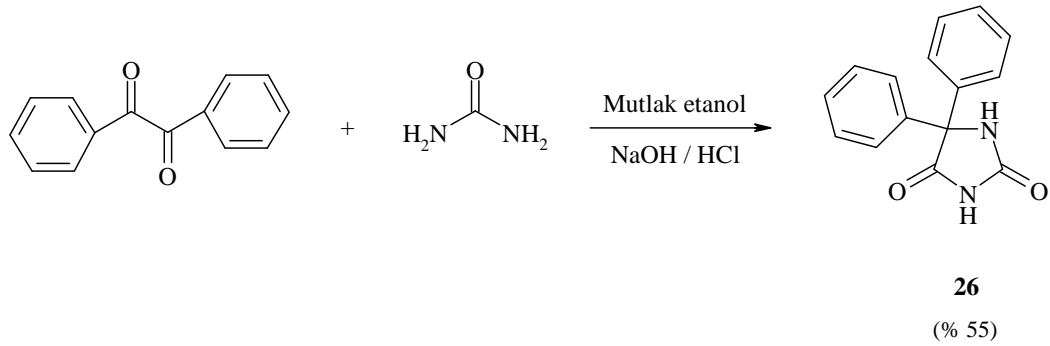
ait pikler sırasıyla 171.62, 171.06 ve 164.73 ppm bölgelerinde görülmektedir. Buna ilaveten, amid azotuna komşu karbonuna ait ($\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-HN-CO-}$) piki 40.00 ppm'de, tiyazolidin halkasındaki CH_2 karbonuna ait pik 33.92 ppm'de, reaksiyonun gerçekleştiğini gösteren ($\text{-HN-CO-}\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{-N-}$) grubundaki CH_2 karbonuna ait pik ise 43.75 ppm'de yer almaktadır. Benzer spektrum değerleri serideki diğer bileşiklerde de görüldü.



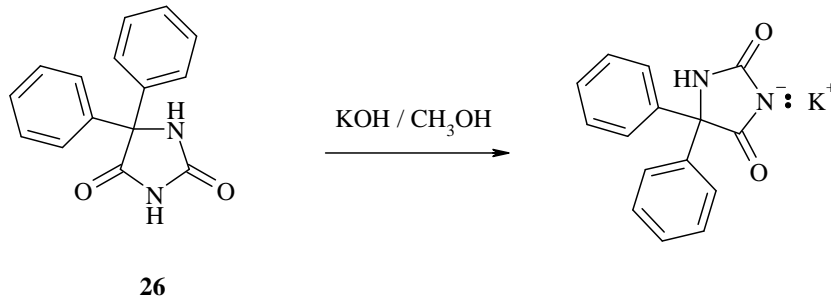
Şekil 4.2.1.1 Tiyazolidinden türetilmiş uzun zincirli amid türevlerinin **25a-d**(Th1-4) sentez şeması

4.2.2. İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli ester türevlerinin [28a-c_(IE1-3)] sentezi

28a-c_(IE1-3) bileşiklerinin sentezine öncelikle çıkış bileşiklerinin sentezi ile başlandı. Reaktiflerden 5,5-difenilhidantoin bileşiği (**26**), literatürde rapor edilen prosedüre göre (Liton ve Islam 2006) benzil ile üre arasında gerçekleşen kondenzasyon reaksiyonu ile elde edildi (**Şekil 4.2.2.1**). Daha sonra bu bileşik, metanol içerisinde potasyum hidroksit (KOH) ile etkileştirilerek potasyum tuzuna dönüştürüldü (**Şekil 4.2.2.2**).

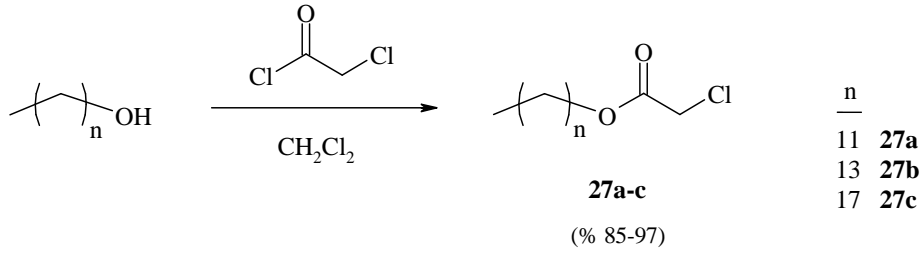


Şekil 4.2.2.1 İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli ester türevlerinin sentezinde kullanılan 5,5-difenilhidantoin reaktifinin (**26**) sentezi



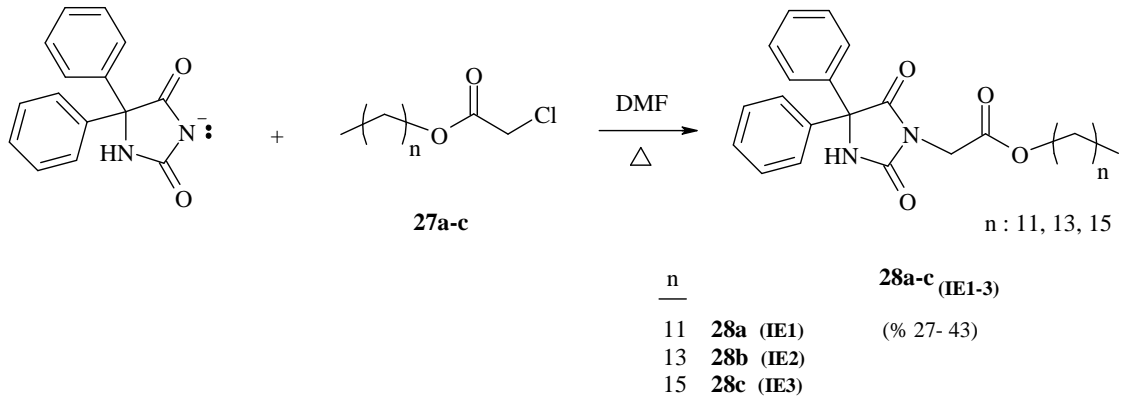
Şekil 4.2.2.2. 5,5-Difenilhidantoin bileşiğinin potasyum tuzunun sentezi

28a-c_(IE1-3) bileşiklerinin sentezinde kullanılan diğer reaktif grubu olan dodesil (**27a**), tetradesil (**27b**) ve oktadesil (**27c**) -2-klorasetat' ların sentezleri, daha önce literatürde dodesil-2-klorasetat sentezi için uygulanan prosedür (Lundberg ve ark. 2004) gereği ilgili uzun zincirli primer alkolün, diklorometan çözücü ortamında, klorasetil klorür ile olan tek yönlü ester oluşum reaksiyonu sonucu yapıldı (**Şekil 4.2.2.3**).



Şekil 4.2.2.3. İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli ester türevlerinin sentezinde kullanılan **27a-c** bileşiklerinin sentezi

27a-c bileşiklerinin N,N-dimetil formamid (DMF) çözücü ortamında 5,5-difenilhidantoin bileşiğinin potasyum tuzu ile reflüks edilmesiyle gerçekleşen nükleofilik yer değiştirme reaksiyonu ile istenilen alkil-(2,5-diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il) asetat türevlerinin **28a-c**_(IE1-3) sentezleri tamamlandı (**Şekil 4.2.2.4**). Elde edilen **28a-c**_(IE1-3) bileşikleri mineral yağ ortamındaki korozyon testlerinde kullanıldı.



Şekil 4.2.2.4. İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli ester türevlerinin **28a-c**_(IE1-3) sentezi

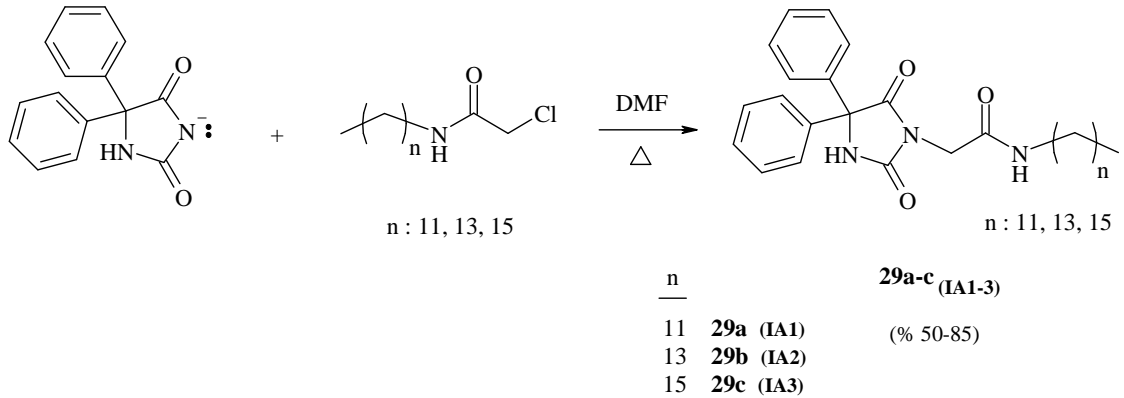
Sentezlenen bileşiklerden **28a**_(IE1) bileşiğinin FT-IR spektrumuna bakıldığında, $\bar{\nu} = 3236 \text{ cm}^{-1}$ frekans değerinde hidantoin halkasında yer alan N-H gerilmesine ait pik, $\bar{\nu} = 3103 \text{ cm}^{-1}$ frekansta aromatik halkadaki C-H gerilmelerine karşılık gelen pik, $\bar{\nu} = 1774$

cm⁻¹ frekansta ester karbonil grubuna ait pik ve $\bar{\nu} = 1753 \text{ cm}^{-1}$ ile $\bar{\nu} = 1717 \text{ cm}^{-1}$ frekans değerlerinde ise hidantoin halkasında yer alan karbonil gruplarının gerilmelerine ait pikler görülmektedir. Aynı bileşiğin ¹H NMR spektrumunda ise, 7.43-7.36 ppm bölgesinde iki adet aromatik benzen halkasında yer alan toplam 10 adet protona ait multipl pikler, 6.15 ppm bölgesinde hidantoin halkasında yer alan N-H protonuna (Ar₂C-NH-C=O) ait singlet pik ve 4.30 ppm bölgesinde ise ester karbonili ile hidantoin halkasındaki azota bağlı karbon atomundaki 2 adet protona (-N-CH₂-C=O) ait singlet pik yer almaktadır. Özellikle 4.30 ppm bölgesinde yer alan singlet pikin varlığı nükleofilik yerdeğiştirme reaksiyonunun gerçekleştiğinin bir göstergesidir. **28a**_(IE1) bileşiğinin ¹³C NMR spektrumuna bakıldığında ise, 173.28, 167.00 ile 156.07 ppm bölgelerinde üç farklı karbonil karbonuna ait [sırasıyla (N-CO-C(Ar₂)-NH), (CH₂-O-CO-CH₂) ve (N-CO-NH)] pikler yer almaktadır. Buna ilaveten, 138.90, 128.71, 128.52 ve 127.14 ppm bölgelerinde iki adet aromatik benzen halkasındaki toplam 12 adet karbon atomlarına ait pikler, 70.68 ppm bölgesinde ise imidazolidin halkasındaki iki adet benzen halkasının bağlı olduğu karbona ait (CO-C(Ar)₂-NH-) pik görülmektedir.

4.2.3. İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli amid türevlerinin [**29a-c**_(IA1-3)] sentezi

Mineral yağ ortamındaki korozyon testlerinde kullanılmak üzere tasarlanan bir diğer grup serisi olan **29a-c**_(IA1-3) bileşiklerinin sentezi, **28a-c**_(IE1-3) bileşiklerinin sentezinde de kullanılan 5,5-difenilhidantoin bileşiğinin potasyum tuzunun DMF çözücü içerisinde **1c**, **1d** ve **1e** bileşikleriyle su banyosunda ısıtmak suretiyle geniş bir verim aralığında gerçekleştirildi (Şekil 4.2.3.1). Nükleofilik yerdeğiştirme reaksiyonu sonucu elde edilen bileşiklerden **29b**_(IA2)'nin FT-IR spektrumunda, $\bar{\nu} = 3247 \text{ cm}^{-1}$ 'de hidantoin halkasında yer alan N-H gerilmesi ile amid N-H gerilmesinin çakışmasından kaynaklı hafif genişlemiş bir pik, $\bar{\nu} = 3099 \text{ cm}^{-1}$ 'de aromatik halkadaki C-H gerilmelerine karşılık gelen pik, $\bar{\nu} = 1778 \text{ cm}^{-1}$ ile $\bar{\nu} = 1724 \text{ cm}^{-1}$ frekans değerlerinde hidantoin halkasında yer alan karbonil gruplarının gerilmelerine ait pikler ve $\bar{\nu} = 1645 \text{ cm}^{-1}$ frekans civarında ise amid karbonil grubuna ait pik görülmektedir. Sentezlenen inhibitörün ¹H NMR

spektrumunda ise, 7.45-7.36 ppm bölgesinde iki adet aromatik benzen halkasında yer alan toplam 10 adet protona ait multiplet pikler, 6.22 ppm bölgesi civarlarında hidantoin halkasında yer alan N-H protonuna ($\text{Ar}_2\text{C}-\text{NH}-\text{C}=\text{O}$) ait singlet pik, 5.66 ppm bölgesinde amid N-H protonuna ait triplet pik ve 4.19 ppm bölgesinde ise amid karbonili ile hidantoin halkasındaki azota bağlı karbon atomundaki 2 adet protona ($-\text{N}-\text{CH}_2-\text{C}=\text{O}$) ait singlet pik yer almaktadır. 4.19 ppm bölgesinde yer alan singlet pik reaksiyonun gerçekleştiğinin kanıtıdır. **29b**(IA2) bileşiğinin ^{13}C NMR spektrumuna bakıldığında ise, 173.78, 165.69 ile 162.64 ppm bölgelerinde üç farklı karbonil karbonuna ait [sırasıyla ($\text{N}-\text{CO}-\text{C}(\text{Ar}_2)-\text{NH}$), ($\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2$) ve ($\text{N}-\text{CO}-\text{NH}$)] pikler yer almaktadır. Buna ilaveten, 139.01, 128.62, 128.38 ve 127.19 ppm bölgelerinde iki adet aromatik benzen halkasındaki toplam 12 adet karbon atomlarına ait pikler, 70.56 ppm bölgesinde ise imidazolidin halkasındaki iki adet benzen halkasının bağlı olduğu karbona ait ($\text{CO}-\text{C}(\text{Ar})_2-\text{NH}-$) pik görülmektedir.



Şekil 4.2.3.1 İmidazolidinden türetilmiş uzun zincirli amid türevlerinin **29a-c**(IA1-3) sentezi

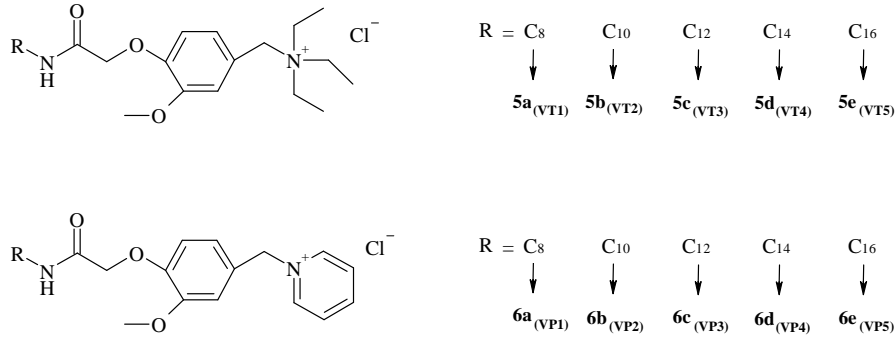
4.3. Sentezlenen Organik Bileşiklere Ait Korozyon Testi Sonuçları

Tez kapsamında sentezlenen organik moleküller asidik sulu ve mineral yağ ortamlarında test edildi. Trietilaminyum ve piridinyum tuzu içeren organik moleküllerin asidik sulu ortam (1.5M HCl ve 1.5M H₂SO₄) içerisindeki korozyon inhibisyon etkinlikleri, DIN EN 10130 normu dikkate alınarak kütle kaybı ölçümleri ile belirlendi. Heterohalkalı türevleri içeren organik moleküllerin mineral yağ ortamındaki korozyon önleme etkinlikleri ise, TS 6830 ISO 7120 standart yöntemi gereği, metal yüzeyinde pas lekelerinin gözlenmesi yoluyla belirlendi. Belirlenen korozyon önleme etkinlikleri yüzey görüntüleme teknikleri ile (Temas açısı ölçümleri, optik profilometre ve SEM görüntüleri) desteklendi. İlk olarak asidik sulu ortamdaki korozyon inhibisyon etkinliği sonuçları verilerek tartışılacak akabinde ise mineral yağ-su ortamındaki korozyon inhibisyon etkinliği sonuçları ele alınacaktır.

4.3.1. Asidik sulu (HCl_(aq) ve H₂SO_{4(aq)}) test ortamı sonuçları

Bu bölümde, sırasıyla vanilinden, 4-hidroksiasetofenondan ve ω-brom alifatik asitten türeyen organik moleküllerin kütle kaybı yöntemi kullanılarak metal korozyonunu önleme yetenekleri incelenmiştir.

Asidik ortamdaki test sonuçlarının inceleneceği ilk bileşik sınıfı, vanilinden türeyen ve **Şekil 4.3.1.1**'de genel formül şeklinde verilmiş olan farklı zincir uzunluklu organik moleküllerdir. İlgili moleküllere ait, kütle kaybı yöntemiyle elde edilen inhibisyon etkinliği sonuçları **Çizelge 4.3.1.1**'de görülmektedir.



Şekil 4.3.1.1 Korozyon inhibitörleri olarak vanilinden türetilmiş N,N,N-trietilaminyum (**5a-e**) ve piridinyum tuzu (**6a-e**) içeren türevlerin genel yapıları

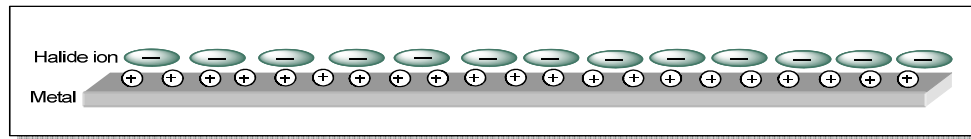
Çizelge 4.3.1.1 1.5 M HCl ile 1.5 M H₂SO₄ çözeltileri ortamında, 24 saat süre ile oda sıcaklığında test edilen vanilinden türetilmiş aromatik yapıları N,N,N-trietilaminyum ve piridinyum tuzu içeren organik bileşiklerin çeşitli derişimlerde korozyon inhibisyon etkinlikleri (% *IE*)

Organik bileşikler	Organik bileşiklerin inhibisyon etkinlikleri (<i>IE</i> %) ^x					
	25 ppm		50 ppm		100 ppm	
	1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄	1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄	1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄
5a _(VT1)	86.15	25.62	92.35	46.08	96.92	81.38
5b _(VT2)	87.53	49.21	90.22	48.44	89.48	73.05
5c _(VT3)	98.23	97.13	98.44	97.78	97.85	97.98
5d _(VT4)	89.75	86.03	89.00	84.67	88.75	87.48
5e _(VT5)	98.76	94.80	98.74	95.58	98.69	95.59
6a _(VP1)	91.05	13.02	93.12	24.97	95.64	34.45
6b _(VP2)	92.77	48.80	93.16	41.58	93.36	56.66
6c _(VP3)	99.23	91.09	99.21	88.74	99.16	80.10
6d _(VP4)	74.44	12.58	75.56	15.68	77.22	16.02
6e _(VP5)	82.59	9.76	80.52	13.62	89.17	–

^x İki değerin ortalaması.

Çizelge 4.3.1.1'deki inhibisyon etkinliği verileri incelendiğinde;

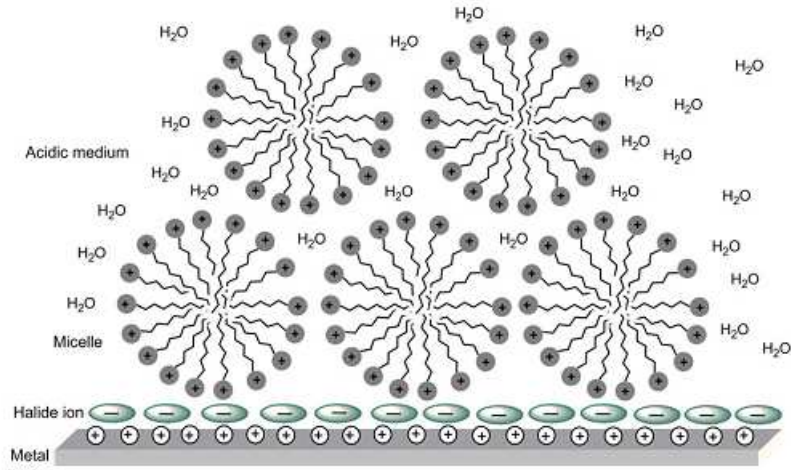
- Karbon zincir uzunluğu arttıkça (C_8 'den C_{12} 'ye) sentezlenen moleküllerin korozyonu önleme özelliğinin genel olarak arttığı, C_{12} 'den C_{16} 'ya arttığında ise genelde azaldığı
- Tuzun yapısında bulunan ilave aromatik halkanın varlığı (piridinyum tuzlarında ilave aromatik halka mevcut olması) metallerle etkileşimi artırıp molekülün metal yüzeyine tutunmasına katkı sağladığı, dolayısıyla da molekülün korozyonu önleme özelliğini arttırdığı
- Moleküllerin sulu HCl ortamındaki korozyonu önlemede daha etkin olduğu görüldü. Bunun nedeni, Cai ve ark. (1993) tarafından rapor edildiği üzere, HCl çözeltisinden gelen klorür iyonlarının, H_2SO_4 çözeltisinden gelen sülfat iyonlarına göre metal yüzeyine adsorplanma eğilimlerinin daha fazla olması ve bu sayede metal yüzeyinde daha güçlü dipoller (**Şekil 4.3.1.2**) oluşturmasıdır. Daha güçlü dipollere ise katyonik yapıli moleküller daha sağlam adsorbe olduğundan korozyon inhibisyon etkinliğini arttırmaktadır.



Şekil 4.3.1.2 Asidik ortamda halojenür iyonları tarafından oluşturulan dipoller

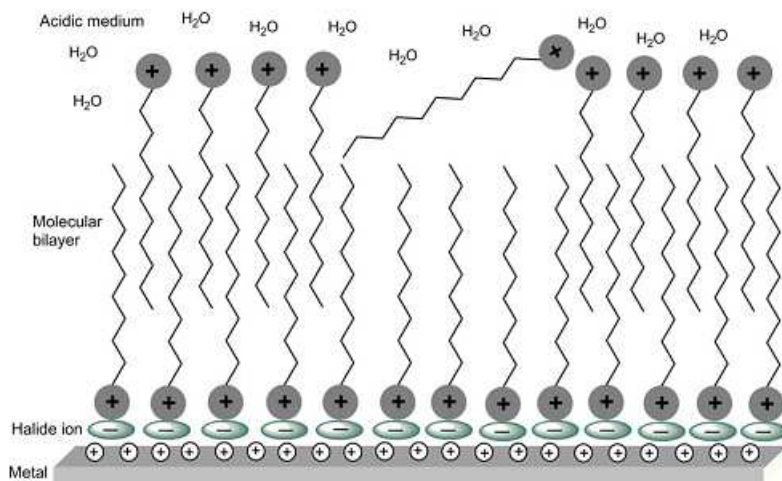
Kaynak: Yıldırım ve ark. 2013 b

- Sentezlenen moleküllerden bazılarının (**5b**_(VT2), **5c**_(VT3), **5d**_(VT4) ve **6c**_(VP3)) 1.5 M HCl ortamındaki konsantrasyonu 25 ppm'den 50 ppm'e yükseldiğinde inhibisyon etkinliklerinin arttığı, 50 ppm'den 100 ppm'e çıktığında ise azaldığı görülmektedir. Bu durum, **Şekil 4.3.1.3**'deki gibi metal – asidik çözelti ara yüzeyindeki kritik misel oluşumu ile açıklanmıştır (Yıldırım ve ark. 2013 b).



Şekil 4.3.1.3 Kritik misel konsantrasyonunda **5b**(VT₂), **5c**(VT₃), **5d**(VT₄) ve **6c**(VP₃) inhibitörlerinin korozyon inhibisyon mekanizması

Öte yandan, **5a**(VT₁), **6a**(VP₁), **6b**(VP₂) ve **6d**(VP₄) bileşiklerinin 1,5 M HCl ortamındaki inhibisyon etkinlikleri, inhibitör derişiminin 25 ppm'den 100 ppm'e doğru artmasıyla artış gösterdiği gözlenmiştir. Bu durum, **Şekil 4.3.1.4**'te görüldüğü gibi, kritik misel oluşumu yerine metal yüzeyinde lipidlerde olduğu gibi ikincil (bilayer) bir tabakanın oluşumu ile açıklanmıştır (Yıldırım ve ark. 2013b). Bu ikincil tabaka, uzun hidrokarbon zincirleri arasındaki van der Waals çekimleri ile oluşmakta olup korozyon ortamına karşı ilave engel oluşturduğu için daha etkin koruma sağlamaktadır.

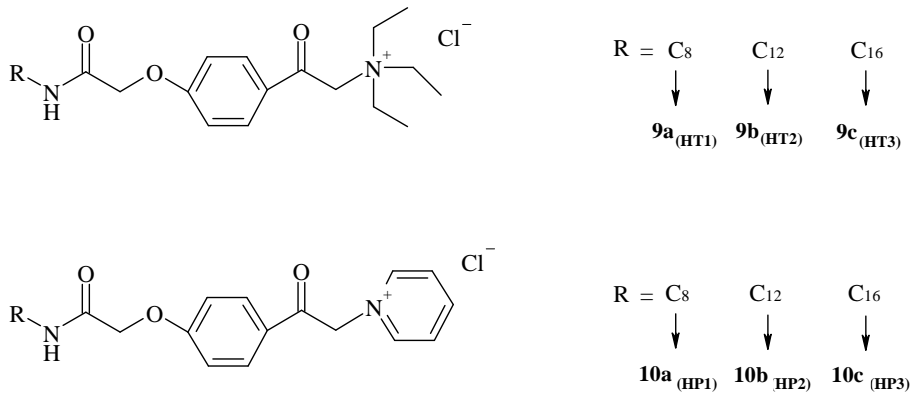


Şekil 4.3.1.4 **5a**(VT₁), **6a**(VP₁), **6b**(VP₂) ve **6d**(VP₄) inhibitörlerinin korozyon inhibisyon mekanizması (ikincil tabaka oluşumu)

Elde edilen bu sonuçlar metal yüzeyindeki temas açısı ölçümleri ile desteklenmiştir. Temas açısı, sentezlenmiş olan uzun karbon zincirli moleküllerin metal yüzeyine adsorplanıp adsorplanmadığı ile ilgili fikir vermesi bakımından önemlidir. Metal yüzeyine damlatılan suyun metal yüzeyi ile oluşturduğu temas açısının büyüklüğü arttıkça moleküllerin metal yüzeyine o kadar iyi adsorlandıkları ve buna paralel olarak da korozyon önleme etkinliğinin arttığı bilinmektedir (Barkhudarov ve ark. 2008, Ishizaki ve ark. 2010). Bu durumu gözlemlemek adına, 1.5M HCl ortamında iyi inhibisyon etkinliği sergileyen vanilin türevlerinden **5a**_(VT1) ve **5c**_(VT3) ile 1.5 M H₂SO₄ ortamında düşük inhibisyon sergileyen **6b**_(VP2) molekülleri seçildi. Seçilen bu moleküllerin 100 ppm konsantrasyonlarına ait, belirtilen korozif ortam çözeltilerine daldırılmış metal yüzeyindeki temas açısı ölçümü sonuçları **Çizelge 4.3.1.2**'de (bkz. **EK 2-A**) verilmiştir. Çizelge incelendiğinde, ilgili korozif ortamda iyi inhibisyon gösterenlerde temas açısının da yüksek olduğu (örneğin **5c**_(VT3) için 80.36 °), düşük inhibisyon gösteren de ise temas açısının düşük olduğu (**6b**_(VP2) için 30,22 °) gözlenmektedir. Bu sonuç, **5a**_(VT1), **5c**_(VT3) ve **6b**_(VP2) inhibitörleri için **Şekil 4.3.1.5**'te (bkz. **EK 2-B**) verilmiş olan, temas açısı ölçümü sırasında metal yüzeyinde elde edilen statik damla şekillerine bakıldığında da açıkça görülmektedir.

Kütle kaybı yöntemiyle yapılan korozyon testleri sonucunda, metal yüzeyindeki tahribat durumunu bir başka deyişle metal yüzeyinin zarar görüp görmediğini yakından gözlemlemek için, Optik Profilometre cihazı kullanmak suretiyle yüzeyin 100 kat büyütülmüş 3 boyutlu görüntüleri alındı. Bu görüntüler, vanilin türevlerinden **6c**_(VP3) ile **6d**_(VP4) bileşikleri için alınmış olup, söz konusu bileşiklerin belirtilen konsantrasyonlarıyla 1.5 M HCl ortamında yapılan korozyon testinin ardından metal yüzeyi için elde edilen profilometre görüntüleri sırasıyla **Şekil 4.3.1.6** (bkz. **EK 3-A**) ve **Şekil 4.3.1.7**'de (bkz. **EK 3-B**) verilmiştir. Şekillerden de görüldüğü üzere, inhibitörsüz metal yüzeyinde, oluşan korozyondan ötürü belirgin bir tahribat mevcut iken inhibitörlü metal yüzeyinde ise hemen hemen hiç tahribat görülmemektedir.

Asidik ortamda korozyonu önleme etkinlikleri incelenecek ikinci bileşik sınıfı, 4-hidroksiasetofenondan türeyen ve **Şekil 4.3.1.8**'de genel formül şeklinde verilmiş olan farklı zincir uzunluklu organik moleküllerdir. Söz konusu bileşiklere ait kütle kaybı yöntemiyle elde edilen inhibisyon etkinliği sonuçları **Çizelge 4.3.1.3**'te verilmektedir.



Şekil 4.3.1.8 Korozyon inhibitörleri olarak 4-hidroksiasetofenondan türetilmiş aromatik yapılı N,N,N-trietilaminyum ve piridinyum tuzu içeren türevlerin genel yapıları

Çizelge 4.3.1.3 1.5 M HCl ile 1.5 M H₂SO₄ çözeltileri ortamında, 24 saat süre ile oda sıcaklığında test edilen 4-hidroksiasetofenondan türetilmiş aromatik yapılı N,N,N-trietilaminyum ve piridinyum tuzu içeren organik bileşiklerin çeşitli derişimlerde korozyon inhibisyon etkinlikleri (% *İE*)

Organik bileşikler	Organik bileşiklerin inhibisyon etkinlikleri (IE%) ^x					
	25 ppm		50 ppm		100 ppm	
	1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄	1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄	1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄
9a_(HT1) ^y	76.20	58.57	77.07	69.69	80.57	73.75
9b_(HT2) ^y	89.48	94.89	90.30	95.71	93.80	95.71
9c_(HT3) ^y	89.01	89.41	87.78	93.43	91.64	85.24
10a_(HP1) ^y	80.10	63.03	83.58	67.75	88.56	77.19
10b_(HP2) ^y	93.69	97.08	93.45	96.72	94.62	96.93
10c_(HP3) ^y	32.94	22.74	35.98	38.60	51.28	24.20

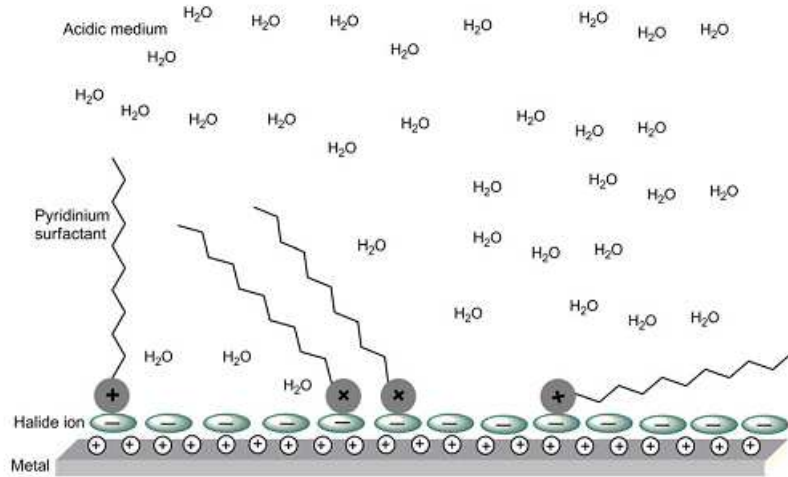
^x İki değerin ortalaması.

^y İlgili inhibitörlerin çözünlüklerini kolaylaştırmak için ortama % 10 oranında aseton eklendi.

Çizelge 4.3.1.3 incelendiğinde;

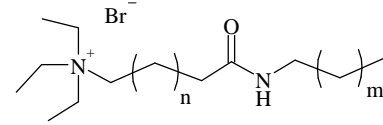
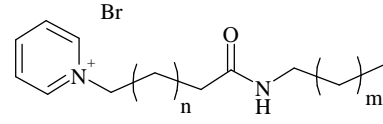
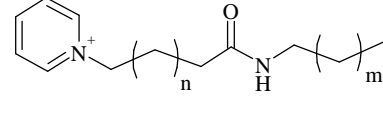
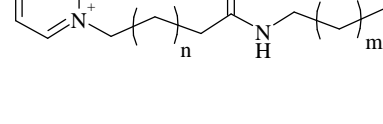
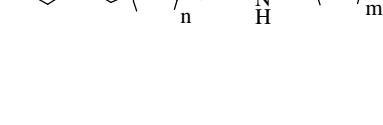
— Bu bileşiklerin etkin bir şekilde korozif ortamda çözünmedikleri tespit edildi. Bu bileşiklerin tam olarak çözünmesine yardımcı olması için asidik çözelti ortamına, korozif olmayan % 10 civarında aseton eklendi. Aynı miktarda aseton, inhibitör içermeyen ve referans olarak test edilen asidik çözeltiye de eklenerek çözücü etkisi ortadan kaldırıldı. Nitekim bu sayede **10c_(HP3)** bileşiği hariç diğer moleküller asidik sulu ortamda etkin bir inhibisyon sergilediler.

10c_(HP3) bileşiğinin kimyasal yapısına bakıldığında (**Şekil 4.3.1.8**) kendi serisindeki en uzun alkil zincirine sahip olduğu görülmektedir; ancak bu bileşiğin asidik korozif ortamdaki çözünürlüğünün, metal yüzeyinin tamamına tutunmasını sağlayacak yeterlilikte olmaması (**Şekil 4.3.1.9**), düşük korozyon inhibisyon etkinliği göstermesine neden olmuştur. **10c_(HP3)** inhibitörünün adsorbe olduğu metal yüzeyinin farklı iki yerine uygulanan su damlasından elde edilen temas açısı değerlerinin birbirinden oldukça farklı (54.27 ve 22.09 °) çıkması da (bkz **Çizelge 4.3.1.2, EK 2-A**), **10c_(HP3)** inhibitörünün metal yüzeyinin tamamına tutunmadığını destekleyen bir veri olmuştur. Benzer durumu, 1.5 M H₂SO₄ ortamında düşük korozyon inhibisyonu sergileyen **6a_(VP1)** ve **6d_(VP4)** bileşikleri için de söylemek mümkündür.



Şekil 4.3.1.9 **6a_(VP1)**, **6d_(VP4)** ve **10c_(HP3)** bileşiklerinin düşük inhibisyon etkinliği ve metal yüzeyinde yönelmeleri

Asidik sulu ortamda korozyon önleme yeteneklerinin inceleneceği üçüncü ve son bileşik sınıfı, ω-brom alifatik asitten türeyen ve **Şekil 4.3.1.10**'de genel formül şeklinde verilmiş olan farklı zincir uzunluklu, N,N,N-trietilaminyum tuzu ve piridinyum tuzu içeren alifatik yapılu organik bileşiklerdir. Bu bileşiklerin korozyon inhibisyon etkinlikleri sırasıyla **Çizelge 4.3.1.4** ve **Çizelge 4.3.1.5**'de verilmektedir.

A	B	n	m
	13a	2	8
	14a	2	8
	13b	2	10
	14b	2	10
	13c	2	12
	14c	2	12
	13d	2	14
	14d	2	14
	17a	3	8
	18a	3	8
	17b	3	10
	18b	3	10
	17c	3	12
	18c	3	12
	17d	3	14
	18d	3	14
	21a	8	8
	22a	8	8
	21b	8	10
	22b	8	10
	21c	8	12
	22c	8	12
	21d	8	14
	22d	8	14

Şekil 4.3.1.10 Korozyon inhibitörleri olarak ω-brom alifatik asitten türetilmiş alifatik yapılu N,N,N-trietilaminyum ve piridinyum tuzu içeren türevlerin genel yapıları

ω-brom alifatik asitten türeyen moleküllere ait korozyon inhibisyon etkinliği sonuçlarına bakıldığında;

- ❖ Vanilinden türeyenlerde olduğu gibi, genel olarak HCl ortamında daha yüksek inhibisyon etkinliği elde edildiği görülmektedir.
- ❖ İnhibitör konsantrasyonunun da inhibisyon etkinliğinde önemli bir rol oynadığı görülmektedir. Özellikle 1.5 M H₂SO₄ çözeltisinde yapılan inhibitörlük testlerinde **13b_(AT2)**, **13c_(AT3)**, **14a_(AP1)**, **14b_(AP2)**, **17a_(AT5)**, **17b_(AT6)**, **18b_(AP6)**, **21a_(AT9)** ve **22a_(AP9)** bileşiklerinin 24 saatin sonunda 25 ppm konsantrasyonda düşük inhibisyon etkinliği sergilerken daha yüksek derişimde (100 ppm'de) oldukça iyi inhibitörlük özellik gösterdikleri görülmektedir. Buna karşın, 1.5 M HCl çözeltisinde yapılan testlerde farklı inhibitör konsantrasyonlarında elde edilen inhibisyon etkinliklerinin birbirine çok yakın olduğu gözlenmektedir.

Çizelge 4.3.1.4 1.5 M HCl ile 1.5 M H₂SO₄ çözeltileri ortamında, 24 saat süre ile oda sıcaklığında test edilen ω-brom alifatik asitten türetilmiş alifatik yapıları N,N,N-trietilaminyum tuzu içeren organik bileşiklerin çeşitli derişimlerde korozyon inhibisyon etkinlikleri (% İE)

Organik bileşikler	Organik bileşiklerin inhibisyon etkinlikleri (IE%) ^x					
	25 ppm		50 ppm		100 ppm	
	1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄	1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄	1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄
<i>Trietilaminyum Türevleri</i>						
13a _(AT1)	96.34	88.35	96.24	97.26	96.44	98.22
13b _(AT2)	95.73	26.61	95.83	65.86	96.14	85.57
13c _(AT3)	93.95	18.25 ^y	94.69	26.21 ^y	94.91	51.78 ^y
13d _(AT4)	90.21	20.90 ^y	92.77	29.46 ^y	93.50	40.56 ^y
17a _(AT5)	97.03	16.34	96.63	30.42	96.95	74.24
17b _(AT6)	90.97	29.63	91.19	65.18	92.07	86.77
17c _(AT7)	92.21	80.75	91.24	84.15	91.05	85.06
17d _(AT8)	89.44	78.62	88.54	82.19	88.31	87.08
21a _(AT9)	90.84	49.77	92.06	78.44	92.26	90.35
21b _(AT10)	93.49	84.07	93.32	87.64	93.32	88.85
21c _(AT11)	89.44	83.09	89.16	86.03	88.06	87.89
21d _(AT12)	91.90	84.63	92.23	86.05	92.89	87.73

^x İki değerin ortalaması.

^y İlgili inhibitörlerin çözünürlüklerini kolaylaştırmak için ortama % 10 oranında aseton eklendi.

Çizelge 4.3.1.5 1.5 M HCl ile 1.5 M H₂SO₄ çözeltileri ortamında, 24 saat süre ile oda sıcaklığında test edilen ω-brom alifatik asitten türetilmiş alifatik yapılı piridinyum tuzu içeren organik bileşiklerin çeşitli derişimlerde korozyon inhibisyon etkinlikleri (% İE)

Organik bileşikler	Organik bileşiklerin inhibisyon etkinlikleri (IE%) ^x					
	25 ppm		50 ppm		100 ppm	
	1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄	1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄	1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄
<i>Piridinyum türevleri</i>						
14a _(AP1)	96.67	10.51	97.21	85.11	97.52	93.47
14b _(AP2)	96.37	58.28	96.37	93.23	96.01	93.95
14c _(AP3)	96.14	78.11	96.09	82.28	96.36	87.60
14d _(AP4) ^y	78.34	73.73	88.52	76.38	90.82	79.44
18a _(AP5)	93.21	2.34	95.49	13.35	96.18	33.95
18b _(AP6)	96.03	34.80	96.22	82.97	95.96	86.59
18c _(AP7)	95.96	80.25	94.77	83.46	95.90	86.44
18d _(AP8) ^y	90.10	65.17	91.54	65.07	91.25	69.71
22a _(AP9) ^y	93.27	8.32	93.36	20.61	93.81	69.44
22b _(AP10) ^y	92.76	15.03	92.98	20.98	94.12	26.87
22c _(AP11) ^y	92.98	17.24	93.44	15.54	93.77	22.19
22d _(AP12) ^y	74.03	15.90	75.04	12.28	77.19	15.83

^x İki değerin ortalaması.

^y İlgili inhibitörlerin çözünürlüklerini kolaylaştırmak için ortama % 10 oranında aseton eklendi.

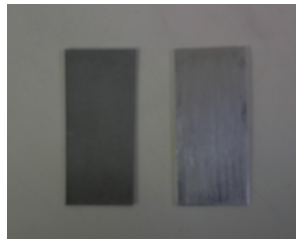
ω -brom alifatik asitten türeyen moleküller için yapılan temas açısı uygulamasında, alifatik yapılu trietilaminyum tuzu bileşiklerinden bazılarının belirtilen konsantrasyonlarında 1.5 M HCl korozif ortamında yapılan testlerin ardından ölçülen temas açısı değerleri **Çizelge 4.3.1.6**'da (bkz. **EK 2-C**), metal yüzeyinde elde edilen statik damla şekilleri ise **Şekil 4.3.1.11**'de (bkz. **EK 2-D**) görülmektedir. Çizelgedeki temas açısı değerlerine bakıldığında metal yüzeye en fazla hidrofobik özellik kazandıran bileşiğin 50 ppm konsantrasyona sahip **13b**_(AT2), en az hidrofobik özellik kazandıran bileşiğin ise 100 ppm konsantrasyona sahip **21a**_(AT9) olduğu görülmektedir (bkz. **EK 2-C**).

ω -brom alifatik asitten türeyen moleküllerle ilgili optik profilometre ile yapılan uygulamalar kapsamında, **13a**_(AT1), **13b**_(AT2) ve **17d**_(AT8) bileşiklerinin belirtilen konsantrasyonlarında HCl ortamında yapılan testlerin akabinde elde edilen metal yüzeyi görüntüleri **Şekil 4.3.1.12**'de verilmektedir (bkz. **EK 3-C**). Bununla birlikte, 1.5 M H₂SO₄ korozif ortamında **21a**_(AT9) bileşiğinin 25 ve 100 ppm konsantrasyonu ile yapılan korozyon testlerinin ardından profilometre ile elde edilen metal yüzeyin görüntüleri ise **Şekil 4.3.1.13**'te görülmektedir (bkz. **EK 3-D**). Söz konusu şekle bakıldığında, inhibitör içermeyen metal yüzeyi kadar olmasa da, **21a**_(AT9) molekülünün adsorbe olduğu metal yüzeyinde de yoğun bir tahribat göze çarpmaktadır. Buna rağmen, inhibitör konsantrasyonunun 100 ppm olduğu metal yüzeyindeki deformasyonun 25 ppm'dekine göre daha az olduğu açıkça görülmektedir.

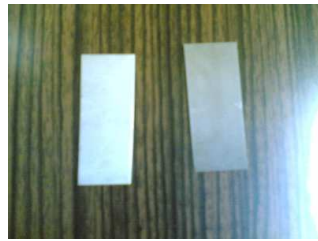
Asidik ortamda kütle kaybı yöntemiyle yapılan korozyon test sonuçlarını desteklemek ve metal yüzeyindeki tahribat durumunu daha da yakından görmek için bazı bileşiklerde Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) uygulaması gerçekleştirilmiştir. Burada, SEM cihazı ile metal yüzeyinin 1000, 3000 ve 5000 kat büyütülmüş görüntüleri elde edilmiştir. **Şekil 4.3.1.14**'te görüldüğü üzere (bkz. **EK 4-A**), **14b**_(AP2) bileşiğinin farklı konsantrasyonlarında 1.5 M H₂SO₄ ortamındaki korozyon testinin ardından elde edilen SEM görüntüleri verilmektedir. Şekildeki SEM görüntülerine bakıldığında, daha yüksek inhibisyon etkinliğinin elde edildiği 50 ppm inhibitör konsantrasyonunda (bkz. **Çizelge 4.3.1.5**), metal yüzeyindeki tahribatın daha az olduğu görülmektedir.

ω -brom alifatik asitten türeyen moleküllerle ilgili yapılan bir diğer SEM uygulamasında ise 1.5 M HCl ortamında iyi inhibitörlük gösterdiği tespit edilen **13c**_(AT3), **14b**_(AP2), **18b**_(AP6) ve **21d**_(AT12) bileşiklerinin aynı korozif ortamdaki testlerinin ardından inhibitörsüz ortamla karşılaştırmalı olarak metal yüzeyin 1000, 3000 ve 5000 kat büyütülmüş görüntüleri elde edilmiştir. 50 ppm olarak hazırlanan ilgili birleşikler için elde edilen SEM görüntüleri sırasıyla **Şekil 4.3.1.15** (bkz. **EK 4-B**), **Şekil 4.3.1.16** (bkz. **EK 4-C**) ve **Şekil 4.3.1.17**'de (bkz. **EK 4-D**) görülmektedir.

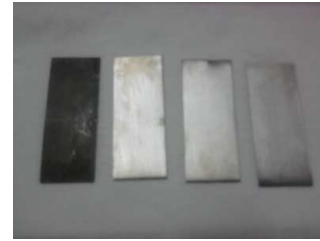
Bazı bileşikler için 1,5 M HCl korozif ortamında yapılan korozyon testi sonrası metal yüzeylerin fotoğraf makinesi ile çekilen resimleri **Şekil 4.3.1.18**'de görülmektedir. Resimlerden de görüldüğü üzere inhibitör içermeyen korozif ortamda metal yüzeyi yoğun bir oksit tabakası ile kaplandığı, (**5a**_(VT1), **17c**_(AT7), **17d**_(AT8), **21b**_(AT10) inhibitörlerinin olduğu resimlerde en soldaki, **6c**_(VP3) inhibitörünün olduğu resimde sağdaki metal yüzeyi), inhibitör içeren ortamda ise metal yüzeyinde önemli sayılabilecek bir oksit tabakasının oluşmadığı gözlemlendi.



5a_(VT1) (50 ppm)



6c_(VP3) (50 ppm)



17c_(AT7) (25, 50 ve 100 ppm)



17d_(AT8) (25, 50 ve 100 ppm)



21b_(AT10) (25, 50 ve 100 ppm)

Şekil 4.3.1.18 **5a**_(VT1), **6c**_(VP3), **17c**_(AT7), **17d**_(AT8) ve **21b**_(AT10) bileşikleri ile 1,5 M HCl korozif ortamında yapılan korozyon testi sonrası metal yüzeylerin fotoğraf makinesi ile çekilen resimleri

HCl ortamında gerçekleştirilen korozyon testlerinde, bileşiklerin şimdiye kadar hep 1.5 M HCl çözeltisi içindeki korozyon inhibisyon etkileri üzerinde duruldu ve bileşiklerin hemen hemen tamamının bu konsantrasyondaki HCl ortamında iyi inhibisyon etkinliği gösterdikleri görüldü. 1.5 M HCl ortamında elde edilen yüksek inhibisyon etkinliklerinin ışığında merak edilen ve incelenen bir diğer husus, inhibisyon etkinliğinin daha yüksek asit (HCl) konsantrasyonlarında nasıl değişeceği idi. Bunun için, özellikle HCl ortamında en iyi inhibisyon etkinliği gösteren **5c_(VT3)**, **5e_(VT5)** ve **6c_(VP3)** inhibitörleri seçildi. Testler için belirlenen HCl derişimleri 2, 4 ve 6 M olup testlerde kullanılan inhibitörlerin konsantrasyonu ise 50 ppm olarak alındı. Söz konusu bileşiklerin asit konsantrasyonuna dayalı korozyon testlerine ait sonuçlar **Çizelge 4.3.1.7** 'de verilmektedir.

Çizelge 4.3.1.7 Sentezlenen katyonik yapılı bazı yüzey aktif maddelerin 24 saat süre ile oda sıcaklığındaki farklı konsantrasyona sahip HCl çözeltilerindeki korozyon inhibisyon etkinlikleri (% *İE*)

<i>Katyonik yüzey aktif maddeler</i>	<i>Farklı HCl konsantrasyonlarında test edilen katyonik yüzey aktif maddelerin* korozyon inhibisyon etkinlikleri (% İE)</i>		
	<i>2 M</i>	<i>4 M</i>	<i>6 M</i>
5c_(VT3)	93.82	98.08	97.04
5e_(VT5)	93.94	97.81	89.11
6c_(VP3)	93.32	99.02	96.93

* Asidik ortamda test edilen katyonik yüzey aktif maddeler konsantrasyonu 50 ppm olarak hazırlanmıştır.

Çizelge 4.3.1.7'de görüldüğü üzere, 1.5 M HCl ortamında en iyi inhibisyon etkinliğini gösteren üç katyonik yüzey aktif maddenin, seçilen daha derişik HCl konsantrasyonlarında da oldukça iyi inhibitörlük sergiledikleri tespit edildi. Her üç inhibitör de korozyona karşı maksimum korumayı 4M HCl ortamında gösterdiler. 6 M asit derişiminde inhibisyon etkinliklerinde az miktarda bir düşüş olmasına rağmen bu yüksek konsantrasyonda bile oldukça iyi inhibisyon sergilemeleri bu bileşiklerin metal yüzeyine ne kadar sağlam tutunduklarını göstermesi bakımından önemli bir sonuçtur.

4.3.2. Mineral yağ test ortamı sonuçları

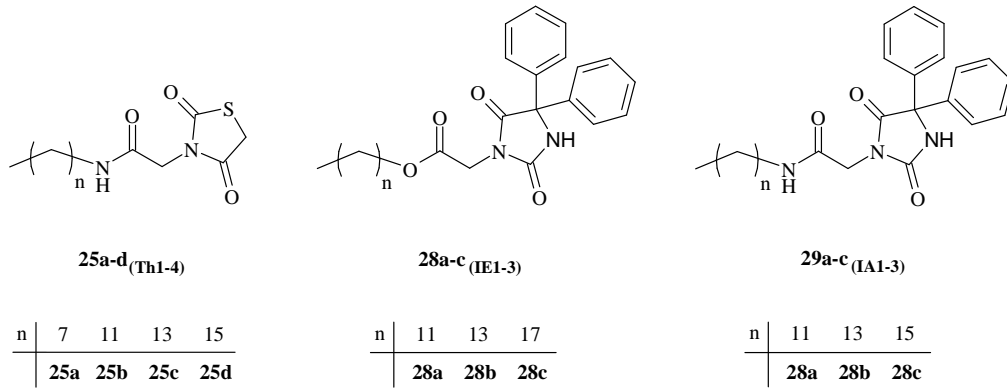
Bu bölümde, tiyazolidin halkasından türetilmiş organik bileşikler [25a-d_(Th1-4)] ile imidazolidin halkasından türetilmiş organik bileşiklerin [28a-c_(IE1-3) ve 29a-c_(IA1-3)] mineral yağ-su ortamındaki korozyon inhibisyon sonuçları verilmiştir. Metal yüzeyinde sudan kaynaklanabilecek pas lekeleri oluşumu gözlemine dayanan mineral yağ-su ortamındaki testlere ilişkin sonuçlar **Çizelge 4.3.2.1**' de özetlenmektedir.

Çizelge 4.3.2.1 Mineral yağ ortamında, 50 saat süre ile, 60 °C' de test edilen organik bileşiklerin % 0.1 (w/v) derişimde korozyon inhibisyon sonuçları

<i>Organik bileşikler^a</i>	<i>Test süresi (saat)^b</i>	<i>Sonuçlar</i>
Kontrol 1	50	Metal yüzeyinde gözle görülebilen sarımtırak veya kahverengimsi korozyon pas lekeleri oluştu. Metal kağıt mendille silindikten sonra bu lekelerin altında çukurcuk korozyonuna kanıt oluşturan çukurcukların oluştuğu gözlemlendi
Kontrol 2	50	Gözle görülür bir pas lekeleri oluşmadı
25a_(Th1)	50	Gözle görülür bir pas lekeleri oluşmadı
25b_(Th2)	50	Gözle görülür bir pas lekeleri oluşmadı
25c_(Th3)	50	Gözle görülür bir pas lekeleri oluşmadı
25d_(Th4)	50	Gözle görülür bir pas lekeleri oluşmadı
28a_(IE1)	50	Gözle görülür bir pas lekeleri oluşmadı
28b_(IE2)	50	Gözle görülür bir pas lekeleri oluşmadı
28c_(IE3)	50	Gözle görülür bir pas lekeleri oluşmadı
29a_(IA1)	50	Gözle görülür bir pas lekeleri oluşmadı
29b_(IA2)	50	Gözle görülür bir pas lekeleri oluşmadı
29c_(IA3)	50	Gözle görülür bir pas lekeleri oluşmadı

^a Bu ortamda test edilen bileşiklerin genel yapıları **Şekil 4.3.2.1**'de verilmiştir.

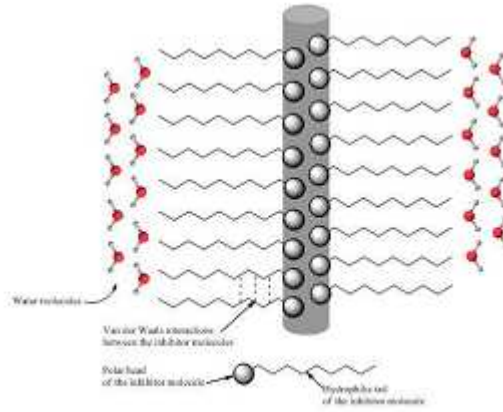
^b Test süresi rastgele seçilmiştir, konu ile ilgili standart test metodunda 24 saat sürenin yeterli olduğu belirtilmiştir.



Şekil 4.3.2.1 Mineral yağ-su ortamında test edilen [25a-d_(Th1-4)], [28a-c_(IE1-3)] ve [29a-c_(IA1-3)] bileşiklerinin genel yapıları

Çizelge 4.3.2.1'e bakıldığında, mineral yağ-su ortamı için sentezlenmiş olan uzun alkil zincirli 25a-d_(Th1-4), 28a-c_(IE1-3) ve 29a-c_(IA1-3) türevlerinin tamamı bu iki fazlı sistemde iyi inhibitör özellik gösterdikleri görülmektedir. Bu teste ait olan standart yöntemde test süresi 24 saat olarak öngörülmekte iken, yapılan testlerde süre 50 saate kadar çıkarıldığı halde kullanılan metal çubuk yüzeyinde korozyona kanıt oluşturacak bir pas lekeli ile karşılaşılması. Test inhibitörsüz mineral yağ-su ortamında yapıldığında (**Kontrol 1**) ilk 1–2 saat içinde korozyon pas lekelerinin oluşmaya başladığı görüldü. Bu pas lekeleri temizlendiğinde ise bu lekelerin altında çukurcuk korozyonuna kanıt oluşturan çukurcukların oluştuğu gözlemlendi. Buna karşın sadece mineral yağ ortamında yapılan kontrol testinde (**Kontrol 2**) hiç korozyon gözlenmedi (bkz. **Çizelge 4.3.2.1**). Bu da kullanılan saf mineral yağın test öncesi korozyon yapıcı bir bileşimde olmadığını gösterdi.

Mineral yağ-su ortamındaki korozyon inhibisyon mekanizmasını şu şekilde açıklamak mümkündür: Sentezlenen bileşiklerin yapısında bulunan ve metal yüzeyine tutunmayı sağlayacak heteroatomları (N, O ve S) içeren heterosiklik uç, metal yüzeyine doğru yönelerek burada hidrofobik özellikte koruyucu bir monomoleküler tabaka oluşturmaktadır. Aynı zamanda moleküllerin yapısında yer alan hidrofobik uzun alkil zinciri de, suyun metal yüzeyine olan korozif saldırısına engel olmak amacıyla su moleküllerini metal yüzeyinden uzaklaştırmaktadır (**Şekil 4.3.2.2**).



Şekil 4.3.2.2 Mineral yağ-su ortamında test edilen inhibitörlerin metal çubuk yüzeyine olan yönelmesinin mekanizması

Mineral yağ-su ortamındaki korozyon testlerinin ardından yapılan temas açısı uygulaması kapsamında **Çizelge 4.3.2.2'**de (bkz. **EK 2-E**), testlerde kullanılan silindirik yapıya sahip metal çubuğun hiçbir işlem görmediği yalın haline, inhibitörsüz teste tabi tutulduğu haline ve **29b_(IA2)** bileşiğinin % 0.1' lik (w/v) çözeltisi ile teste tabi tutulduğu haline ilişkin temas açısı ölçüm değerleri görülmektedir. Ölçümler sırasında metal yüzeyinde elde edilen statik damla şekilleri ise **Şekil 4.3.2.3'**de (bkz. **EK 2-F**) verilmektedir. Temas açıları ve statik damla şekillerinden görüldüğü üzere, inhibitörsüz ortamda yapılan test sonrası metal yüzeyin, yalın haline göre oldukça hidrofilik özellik kazandığı ve damlatılan suyun yayılıp yüzeyi ıslattığı görülmektedir. Buna karşılık, inhibitörlü ortamda yapılan test sonrası ise metal yüzeyin, yalın haline oranla daha fazla hidrofobik özellik kazandığı görülmektedir.

Mineral yağ-su ortamında **29b_(IA2)** bileşiği için yapılan testlerde kullanılan silindirik metal çubuğu yüzeyinin test öncesi, inhibitörsüz ve inhibitörlü test sonrası Optik Profilometre ile çekilen 3 boyutlu görüntüleri **Şekil 4.3.2.4'**te verilmektedir (bkz. **EK 3-E**). İnhibitörsüz ortamda yapılan testin henüz ikinci saatinde yoğun bir şekilde oluşmaya başlayan açık kahverenkli pas lekeleri yüzey üzerinde 3 boyutlu olarak da net bir şekilde görüldüğü gözlemlendi. Bununla birlikte, inhibitörsüz metal yüzeyinde oluşmaya başlayan pas lekelerinin altında yer alan çukurcukların, Taramalı Elektron Mikroskobu ile elde edilen görüntülerde açıkça görüldüğü tespit edilmiştir (bkz **Şekil**

4.3.2.5, EK4-E). Mineral yağ-su ortamı içerisindeki inhibitörlü metal yüzeyinde ise 50 saatin sonunda hiçbir pas lekesinin oluşmadığı, hem yüzeyin 100 kat büyütülmüş 3 boyutlu profilometre görüntüsüyle (bkz **Şekil 4.3.2.4**) hem de 1000, 3000 ve 5000 kat büyütülmüş SEM görüntüleriyle (bkz **Şekil 4.3.2.5**) kanıtlanmıştır.

5. SONUÇ

Bu tez çalışmasında;

- ✓ Farklı uzun zincirli amid fonksiyonel grubu içeren alifatik ve aromatik yapılu katyonik moleküller ile heterohalkalı bileşik türevleri tasarlandı ve bu kapsamda 9 farklı sınıfta toplam 50 adet amid türevi sentezlenerek spektroskopik yöntemler (FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR) ve elementel analiz tekniği ile karakterize edildi.
- ✓ Sentezlenen 9 farklı sınıftan 6 tanesinin (**VT1-5**, **VP1-5**, **HT1-3**, **HP1-3**, **AT1-12** ve **AP1-12**) asidik sulu ortamda, geriye kalan 3 tanesinin de (**Th1-4**, **IE1-3** ve **IA1-3**) mineral yağ-su ortamındaki metal korozyonunu önleme yetenekleri incelendi.
- ✓ Asidik sulu ortamda test edilen bileşiklerdeki hidrofob kısmın karbon zincir uzunluğu arttıkça (C₈'den C₁₂'ye) moleküllerin korozyonu önleme yeteneğinin genel olarak arttığı (inhibisyon etkinliği % 90'dan fazla), karbon zincir uzunluğu C₁₂'den C₁₆'ya arttığında ise bileşiğin ilgili korozif ortamdaki (özellikle 1.5 M H₂SO₄ ortamındaki) çözünürlüğünün azalması nedeniyle korozyon inhibisyon yeteneğinin genelde azaldığı görülmüştür.
- ✓ Katyonik yapılu tuzun yapısında bulunan ilave aromatik halkanın varlığı, molekülün korozyonu önleme özelliğini arttırdığı gözlenmiştir.
- ✓ Asidik ortamda test edilen bileşiklerin 1.5 M HCl korozif ortamında daha yüksek inhibisyon etkinliği gösterdikleri belirlendi.
- ✓ 1.5 M HCl korozif ortamında en yüksek inhibisyon etkinliği değeri **6c**(**VP3**) bileşiğinde gözlenirken (% 99.23); 1.5 M H₂SO₄ ortamında ise en yüksek inhibisyon etkinliği **13a**(**AT1**) bileşiğinde (% 98.22) tespit edildi.
- ✓ Asidik ortamdaki korozyon inhibisyon etkinliğinin, korozif ortamın koşullarına, inhibitörün konsantrasyonuna ve inhibitörün metal yüzeyindeki adsorpsiyon gücüne de bağlı olduğu belirlendi.
- ✓ Korozyon testlerinin ardından inhibitörsüz metal yüzeyinde yapılan gözlemlere dayanarak, asidik sulu ortamda test edilen katyonik yüzey aktif maddelerin birçoğunun metal yüzeyindeki genel korozyonu; mineral yağ-su ortamında test edilen heterohalkalı bileşiklerin ise metal yüzeyindeki çukurcuk korozyonunu önledikleri görüldü.

- ✓ Korozyon testlerinden elde edilen sonuçlar, metal yüzeyinde ölçülen temas açısı ölçümleri ve yine metal yüzeyinin optik profilometre ve SEM cihazlarıyla çekilen görüntüleri ile desteklendi.

Sonuç olarak bu tez çalışması ile, tasarımı yapıp sentezlenen 50 adet amid türevi organik kimya literatürüne kazandırılmış oldu. Ayrıca, sentezlenen bu bileşiklerin, bazılarının asidik sulu ortamda, bazılarının ise mineral yağ-su ortamında meydana gelen metal yüzeyindeki korozyonu önlemede etkin olduğu tespit edildi.

KAYNAKLAR

- Abd El Rehim, S.S., Hassan, H.H., Amin, M.A. 2001.** Corrosion Inhibition of Aluminium by 1,1-(Laurylamido)propyl ammonium chloride in HCl Solution. *Materials Chemistry and Physics*, 70 (1): 64-72.
- Acosta, E.J., Webber, P.A., Monk, K.A. 2011.** Corrosion inhibitors containing amid surfactants for a fluid. US Patent: 7,989,403 B2, Nalco Company, Naperville, IL (US)
- Anonim, 1999.** Petrol Ürünleri ve Yağlayıcılar-Petrol Esaslı Yağlar ve Diğer Akışkanlar-Su Mevcudiyetinde Pas Önleme Özelliklerinin Tayini, TS 6830 ISO 7120, Türk Standardları Enstitüsü, Ankara, 20 s.
- Anonim, 2007.** Cold rolled low carbon steel flat products for cold forming - Technical delivery conditions; German version EN 10130:2006, DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, Germany, 14 p.
- Bahrami, M.J., Hosseini, S.M.A., Pilvar, P. 2010.** Experimental and Theoretical Investigation of Organic Compounds as Inhibitors for Mild Steel Corrosion in Sulfuric Acid Medium. *Corrosion Science*, 52: 2793–2803.
- Barkhudarov, P.M., Shah, P.B., Watkins, E.B., Doshi, D.A., Brinker, C.J., Majewski, J. 2008.** Corrosion inhibition using superhydrophobic films. *Corrosion Science*, 50: 897–902.
- Bentiss, F., Lagrenee, M., Traisnel, M. 2000.** 2,5-Bis(n-Pyridyl)-1,3,4-oxadiazoles as corrosion inhibitors formild steel in acidic media. *Corrosion*, 56 (7): 733–742.
- Bissinger, W.E., Kung, F.E. 1947.** A study of the reaction of alcohols with thionyl chloride. *J. Am. Chem. Soc.*, 69 (9): 2158–2163.
- Blair, C.M., Groves, W., Gross, W.F. 1949.** Processes for preventing corrosion and corrosion inhibitors. US Patent: 2,468,163
- Boyle, C. 2004.** The Uses of Amides in Industry, www.chem.shef.ac.uk/chm131-2003/cha03cb/uses.html
- Cai Q.H., Shan Y.K., Lu B., Yuan X.H. 1993.** Inhibitive behavior of cadmium sulfate on corrosion of aluminium in hydrochloric acid. *Corrosion* 49: 486–490.
- Ghate, M., Manohar, D., Kulkarni, V., Shobha, R., Kattimani, S.Y. 2003.** Synthesis of vanillin ethers from 4-(bromomethyl) coumarins as antiinflammatory agents. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 38: 297-302.
- Görenler, A. 2007.** Al-Si Matrisli Kompozit Malzemelerin Korozyon Davranışlarının İncelenmesi. *Yüksek Lisans Tezi*, YTÜ, İstanbul.

Ishizaki, T., Hieda, J., Saito, N., Saito, N., Takai, O. 2010. Corrosion resistance and chemical stability of super-hydrophobic film deposited on magnesium alloy AZ31 by microwave plasma-enhanced chemical vapor deposition. *Electrochimica Acta*, 55: 7094–7101.

Joseph, L., Padgett, B.R., Gluck, I. 1982. Bis-amides as corrosion inhibitors. US Patent: 4,344,861, UOP Inc.

Khaled, K.F., Amin, M.A. 2009. Dry and wet lab studies for some benzotriazole derivatives as possible corrosion inhibitors for copper in 1.0 M HNO₃. *Corrosion Science*, 51: 2098–2106.

Khamis, E. 1990. The Effect of Temperature on the Acidic Dissolution of Steel in the Presence of Inhibitors. *Corrosion*, 46 (6): 476–484.

Lecher, C.S. 2007. Sodium borohydride reduction of vanillin: A low solvent synthesis of vanillyl alcohol. *GEMs 2007*, Marian College, Indianapolis, IN, clecher@marian.edu

Liton, A.K., Islam, M.R. 2006. Synthesis of hydantoin and thiohydantoin related compounds from benzil and study of their cytotoxicity. *Bangladesh J. Pharmacol.* 1: 10-15.

Lundberg, D., Ljusberg-Wahren, H., Norlin, A., Holmberg, K. 2004. Studies on dodecyl betainate in combination with its degradation products or with phosphatidyl choline–phase behavior and hemolytic activity. *Journal of Colloid and Interface Science*, 278: 478–487.

Migahed, M.A. 2005. Corrosion inhibition of steel pipelines in oil fields by *N,N*-di(poly oxy ethylene) amino propyl lauryl amide. *Progress in Organic Coatings*, 54 (2): 91–98.

Miller, R.F., Go, T.S., Wilson, G.R. 1984. Method of making corrosion inhibiting polyamine amides, the amides, and use therefor. US Patent: 4,440,666, Atlantic Richfield Company, Los Angeles, Calif.

Muthukumar, N., Ilangovan, A., Maruthamuthu, S., Palaniswamy, N., Kimura, A. 2009. 1-Aminoanthraquinone derivatives as a novel corrosion inhibitor for carbon steel API 5L-X60 in white petrol–water mixtures. *Materials Chemistry and Physics*, 115: 444–452.

Nasser, A.J.A., Sathiq, M.A. 2010. Adsorption and corrosion inhibition of mild steel in hydrochloric acid medium by *N*-[morpholin-4-yl(phenyl)methyl]benzamide. *International Journal of Engineering Science and Technology*, 2(11): 6417-6426.

Olivares, O., Likhanova, N.V., Gomez, B., Navarrete, J. Llanos-Serrano, M.E., Arce, E., Hallen, J.M. 2006. Electrochemical and XPS Studies of Decylamides of α -Amino Acids Adsorption on Carbon Steel in Acidic Environment. *Applied Surface Science*, 252 (8): 2894-2909.

Olivares-Xometl, O., Likhanova, N.V., Dominguez-Aguilar, M.A., Arce, E., Dorantesc, H., Arellanes-Lozada, P. 2008. Synthesis and corrosion inhibition of α -amino acids alkylamides for mild steel in acidic environment. *Materials Chemistry and Physics*, 110: 344–351.

Olivares-Xometl, O., Likhanova, N.V., Dominguez-Aguilar, M.A., Hallen, J.M., Zamudio, L.S., Arce, E. 2006. Surface analysis of inhibitor films formed by imidazolines and amides on mild steel in an acidic environment. *Applied Surface Science*, 252: 2139–2152.

Papavinasam, S. 2000. Corrosion Inhibitors. In: Uhlig's Corrosion Handbook, W.R. Revie (Editor), Wiley Interscience, p.1089-1105.

Roberge, P.R. 2000. Handbook of Corrosion Engineering. McGraw-Hill, Martinsburg, 1140 p.

Tam-Chang, S-W., Biebuyck, H.A., Whitesides, G.M., Jeon, N., Nuzzo, R.G. 1995. Self-Assembled Monolayers on Gold Generated from Alkanethiols with the Structure RNHCOCH₂SH. *Langmuir*, 11: 4371-4382.

Terrasson, V., Planas, J.G., Prim, D., Vinas, C., Teixidor, F., Light, M.E., Hursthouse, M.B. 2008. Cooperative effect of carborane and pyridine in the reaction of carboranyl alcohols with thionyl chloride: Halogenation versus Oxidation. *J. Org. Chem.*, 73: 9140–9143.

Thompson, N.E.S., Redmore, D., Oude Alink, B.A., Outlaw, B.T. 1985. Pyrimidines Containing Sulfur and Amino Groups as Corrosion Inhibitors. US Patent: 4,539,404, Petrolite Corporation, St. Louis, Mo., 13 p.

Trial, C.B. 1976. Polyamide corrosion inhibitor. US Patent: 3,962,122, Atlantic Richfield Company, Los Angeles, Calif.

Üneri, S. 1998. Korozyon ve Önlenmesi. Korozyon Derneği, Ankara, 413 s.

Woodward, R.P. Contact Angle Measurements Using the Drop Shape Method, First Ten Angstroms, 465 Dinwiddie Street, Portsmouth, VA 23704.

van Esch, J.H., Hoffmann, M.A.M., Nolte, R.J.M. 1995. Reduction of nicotinamides, flavins, and manganese porphyrins by formate, catalyzed by membrane-bound rhodium complexes. *J. Org. Chem.* 60: 1599-1610.

Yıldırım, A. 2009. Korozyon Önleyici Uzun Zincir İçerikli Yeni Organik Bileşiklerin Sentezi. *Doktora Tezi*, U.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Bursa.

Yıldırım, A., Çetin, M. 2008 a. Synthesis and evaluation of new long alkyl side chain acetamide, isoxazolidine and isoxazoline derivatives as corrosion inhibitors. *Corrosion Science*, 50 (1): 155–165.

Yıldırım, A., Çetin, M. 2008 b. Synthesis of undecanoic acid phenylamides as corrosion inhibitors. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 110 (6): 570–575.

Yıldırım, A., Çetin, M. 2008 c. Synthesis of corrosion preventive long-chain N-alkyl-2-(phenylthio)-acetohydrazide and 2-oxo-2-phenylethyl-2-alkanoyl hydrazine carbodithioates. *Monatshfte für Chemie*, 139 (11): 1279-1283.

Yıldırım, A., Öztürk, S., Çetin, M. 2013 a. Long-chain alkylthia-benzimidazoles as corrosion inhibitors for carbon steel in H₂SO₄ solution. *Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements*, 188(7): 855-863.

Yıldırım, A., Öztürk, S., Çetin, M. 2013 b. Novel amide-based cationic surfactants as efficient corrosion inhibitors for carbon steel in HCl and H₂SO₄ media. *Journal of Surfactants and Detergents*, 16: 13-23.

Yurchenko, R.I., Pogrebova, I.S., Pilipenko, T.N., Shubina, T.E. 2004. N-Phenacylpyridinium Bromides as Acid Corrosion Inhibitors. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 77 (7): 1117-1120.

Zetlmeisl, M.J., French, E.C. 1996. Corrosion Inhibition in Highly Acidic Environments. EP: O 517 376 B1, Petrolite Corporation, Saint Louis, Missouri, 63119 (US), 8 p.

EKLER

EK 1: SENTEZLENEN BİLEŞİKLERE AİT FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR SPEKTRUMLARI

- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 1.** *N*-Oktil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (**2a**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 2.** *N*-Desil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (**2b**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 3.** *N*-Dodesil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (**2c**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 4.** *N*-Tetradesil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (**2d**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 5.** *N*-Hekzadesil-2-(4-formil-2-metoksifenoksi)asetamid (**2e**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 6.** *N*-Oktil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**3a**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 7.** *N*-Desil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**3b**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 8.** *N*-Dodesil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**3c**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 9.** *N*-Tetradesil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**3d**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 10.** *N*-Hekzadesil-2-[4-(hidroksimetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**3e**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 11.** *N*-oktil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**4a**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 12.** *N*-desil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**4b**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 13.** *N*-dodesil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**4c**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 14.** *N*-tetradesil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**4d**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 15.** *N*-hekzadesil-2-[4-(klormetil)-2-metoksifenoksi]asetamid (**4e**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 16.** *N,N*-dietyl-*N*-(3-metoksi-4-(2-(oktilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminium klorür (**5a**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 17.** *N,N*-dietyl-*N*-(3-metoksi-4-(2-(desilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminium klorür (**5b**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 18.** *N,N*-dietyl-*N*-(3-metoksi-4-(2-(dodesilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminium klorür (**5c**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 19.** *N,N*-dietyl-*N*-(3-metoksi-4-(2-(tetradesilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminium klorür (**5d**)
- FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 20.** *N,N*-dietyl-*N*-(3-metoksi-4-(2-(hekzadesilamino)-2-oksoetoksi)benzil) etanaminium klorür (**5e**)

FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 21. 1-{4-[2-(oktilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil}piridinyum klorür (**6a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 22. 1-{4-[2-(desilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil}piridinyum klorür (**6b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 23. 1-{4-[2-(dodesilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil}piridinyum klorür (**6c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 24. 1-{4-[2-(tetradesilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil}piridinyum klorür (**6d**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 25. 1-{4-[2-(hegzadesilamino)-2-oksoetoksi]-3-metoksibenzil}piridinyum klorür (**6e**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 26. 2-(4-asetilfenoksi)-*N*-oktilasetamid (**7a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 27. 2-(4-asetilfenoksi)-*N*-dodesilasetamid (**7b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 28. 2-(4-asetilfenoksi)-*N*-hegzadesilasetamid (**7c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 29. 2-[4-(bromasetil)fenoksi]-*N*-oktilasetamid (**8a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 30. 2-[4-(bromasetil)fenoksi]-*N*-dodesilasetamid (**8b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 31. 2-[4-(bromasetil)fenoksi]-*N*-hegzadesilasetamid (**8c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 32. *N, N, N*-trietyl-2-{4-[2-(oktilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetanaminyum bromür (**9a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 33. *N, N, N*-trietyl-2-{4-[2-(dodesilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetanaminyum bromür (**9b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 34. *N, N, N*-trietyl-2-{4-[2-(hegzadesilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetanaminyum bromür (**9c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 35. 1-(2-{4-[2-(oktilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetil)piridinyum bromür (**10a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 36. 1-(2-{4-[2-(dodesilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetil)piridinyum bromür (**10b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 37. 1-(2-{4-[2-(hegzadesilamino)-2-oksoetoksi]fenil}-2-oksoetil)piridinyum bromür (**10c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 38. 5-brom-*N*-desil-pentanamid (**12a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 39. 5-brom-*N*-dodesil-pentanamid (**12b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 40. 5-brom-*N*-tetradesil-pentanamid (**12c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 41. 5-brom-*N*-hegzadesil-pentanamid (**12d**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 42. *N,N,N*-trietyl-5-(desilamino)-5-oksopentan-1-aminyum bromür (**13a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 43. *N,N,N*-trietyl-5-(dodesilamino)-5-oksopentan-1-aminyum bromür (**13b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 44. *N,N,N*-trietyl-5-(tetradesilamino)-5-oksopentan-1-aminyum bromür (**13c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 45. *N,N,N*-trietyl-5-(hegzadesilamino)-5-oksopentan-1-aminyum bromür (**13d**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 46. 1-[5-Okso-5-(desilamino)pentil] piridinyum bromür (**14a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 47. 1-[5-Okso-5-(dodesilamino)pentil] piridinyum bromür (**14b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 48. 1-[5-Okso-5-(tetradesilamino)pentil] piridinyum bromür (**14c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 49. 1-[5-Okso-5-(hegzadesilamino)pentil] piridinyum bromür (**14d**)

FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 50. 6-Brom-*N*-desil-hekzanamid (**16a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 51. 6-Brom-*N*-dodesil-hekzanamid (**16b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 52. 6-Brom-*N*-tetradesil-hekzanamid (**16c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 53. 6-Brom-*N*-hekzadesil-hekzanamid (**16d**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 54. *N,N,N*-trietyl-6-(desilamino)-6-oksohekzan-1-
 aminyum bromür (**17a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 55. *N,N,N*-trietyl-6-(dodesilamino)-6-oksohekzan-1-
 aminyum bromür (**17b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 56. *N,N,N*-trietyl-6-(tetradesilamino)-6-oksohekzan-1-
 aminyum bromür (**17c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 57. *N,N,N*-trietyl-6-(hekzadesilamino)-6-oksohekzan-1-
 aminyum bromür (**17d**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 58. 1-[6-Okso-6-(desilamino)hekzil] piridinyum bromür
 (**18a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 59. 1-[6-Okso-6-(dodesilamino)hekzil] piridinyum
 bromür (**18b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 60. 1-[6-Okso-6-(tetradesilamino)hekzil] piridinyum
 bromür (**18c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 61. 1-[6-Okso-6-(hekzadesilamino)hekzil] piridinyum
 bromür (**18d**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 62. 11-Brom-*N*-desil-undekanamid (**20a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 63. 11-Brom-*N*-dodesil-undekanamid (**20b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 64. 11-Brom-*N*-tetradesil-undekanamid (**20c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 65. 11-Brom-*N*-hekzadesil-undekanamid (**20d**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 66. *N,N,N*-trietyl-11-(desilamino)-11-oksoundekan-1-
 aminyum bromür (**21a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 67. *N,N,N*-trietyl-11-(dodesilamino)-11-oksoundekan-1-
 aminyum bromür (**21b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 68. *N,N,N*-trietyl-11-(tetradesilamino)-11-oksoundekan-
 1-aminyum bromür (**21c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 69. *N,N,N*-trietyl-11-(hekzadesilamino)-11-
 oksoundekan-1-aminyum bromür (**21d**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 70. 1-[11-Okso-11-(desilamino)undesil] piridinyum
 bromür (**22a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 71. 1-[11-Okso-11-(dodesilamino)undesil] piridinyum
 bromür (**22b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 72. 1-[11-Okso-11-(tetradesilamino)undesil] piridinyum
 bromür (**22c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 73. 1-[11-Okso-11-(hekzadesilamino)undesil]
 piridinyum bromür (**22d**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 74. 2-(2,4-diokso-1,3-tiyazolidin-3-il)-*N*-
 oktilasetamid (**25a**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 75. 2-(2,4-diokso-1,3-tiyazolidin-3-il)-*N*-
 dodesilasetamid (**25b**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 76. 2-(2,4-diokso-1,3-tiyazolidin-3-il)-*N*-
 tetradesilasetamid (**25c**)
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 77. 2-(2,4-diokso-1,3-tiyazolidin-3-il)-*N*-
 hekzadesilasetamid (**25d**)

FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 78. Dodesil-(2,5-diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)asetat (**28a**)

FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 79. Tetradesil-(2,5-diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)asetat (**28b**)

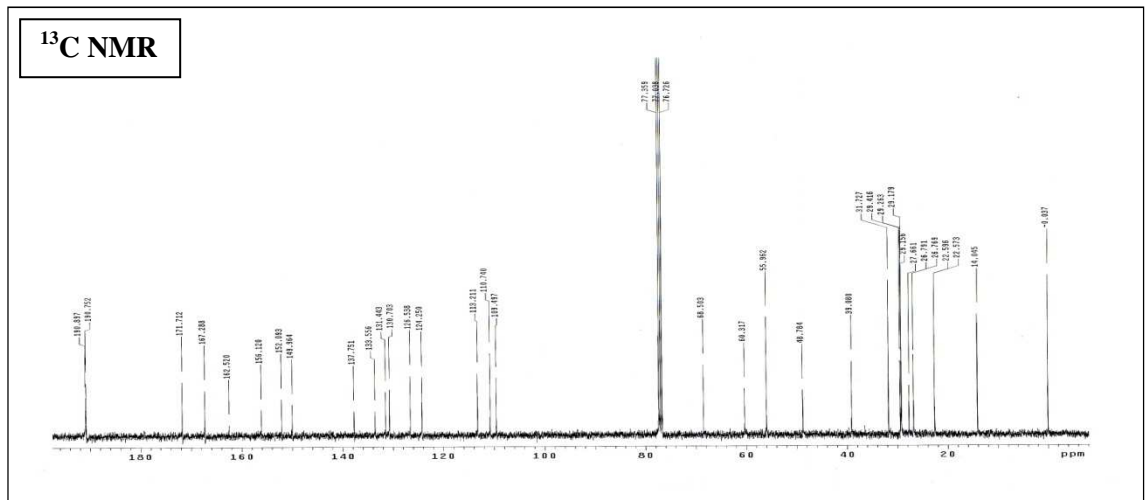
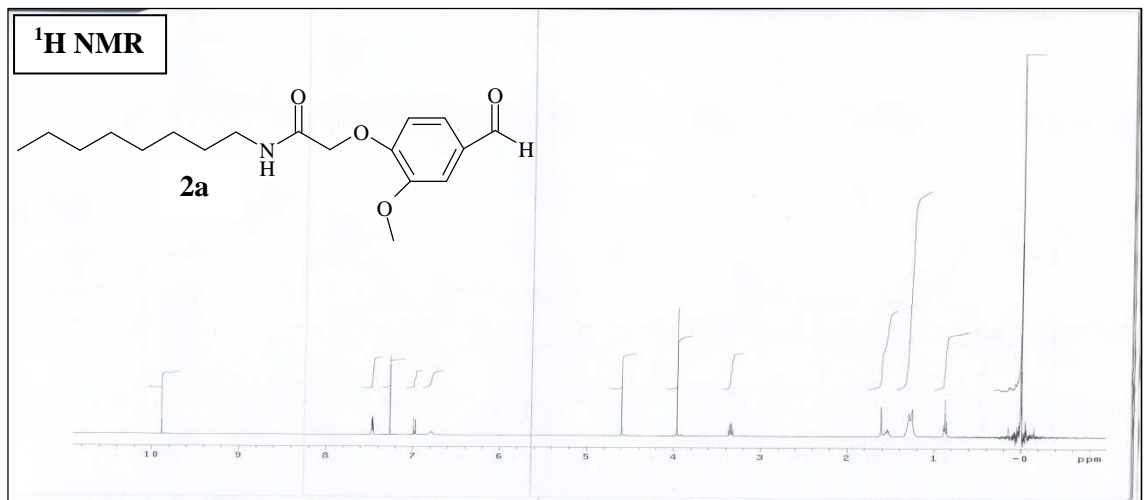
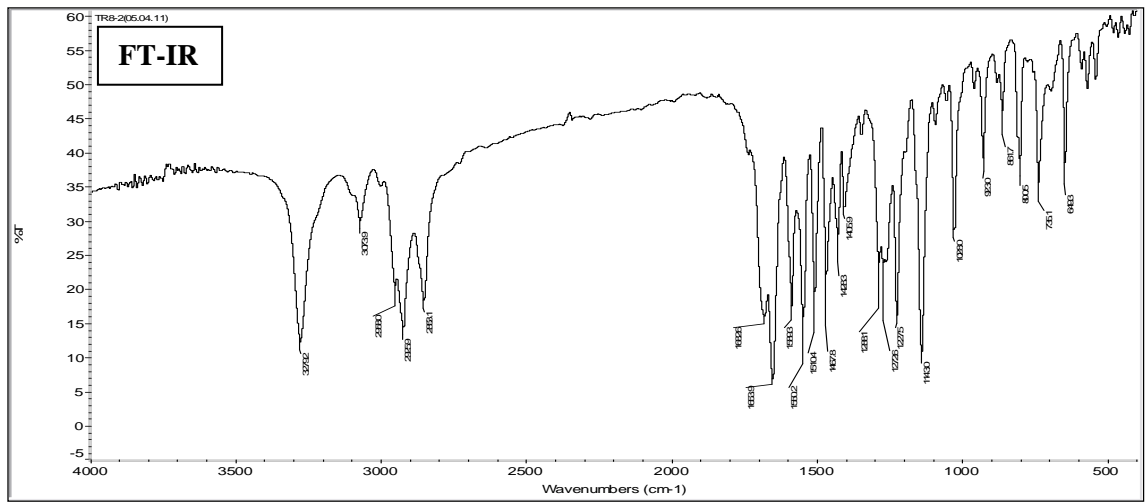
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 80. Oktadesil-(2,5-diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)asetat (**28c**)

FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 81. 2-(2,5-Diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)-N-dodesilasetamid (**29a**)

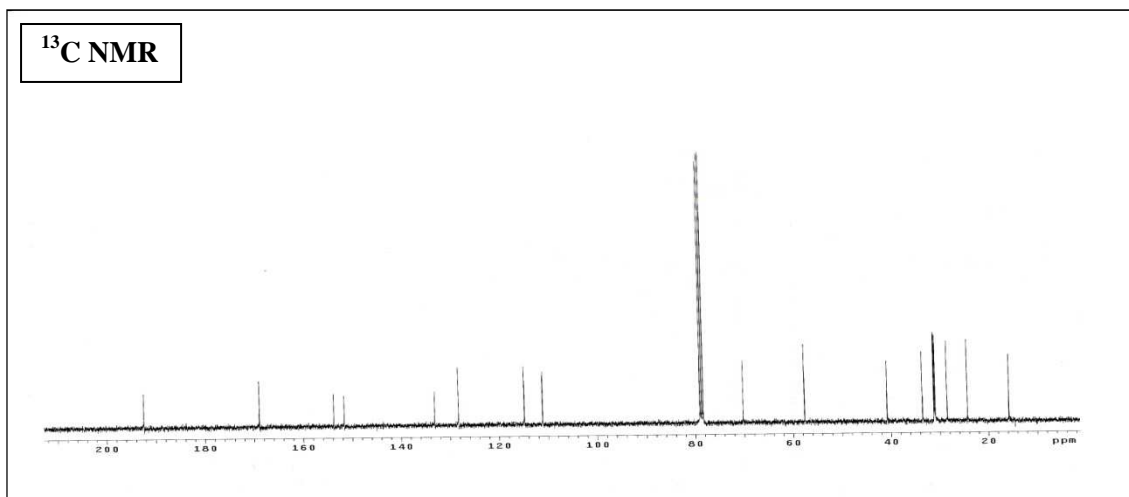
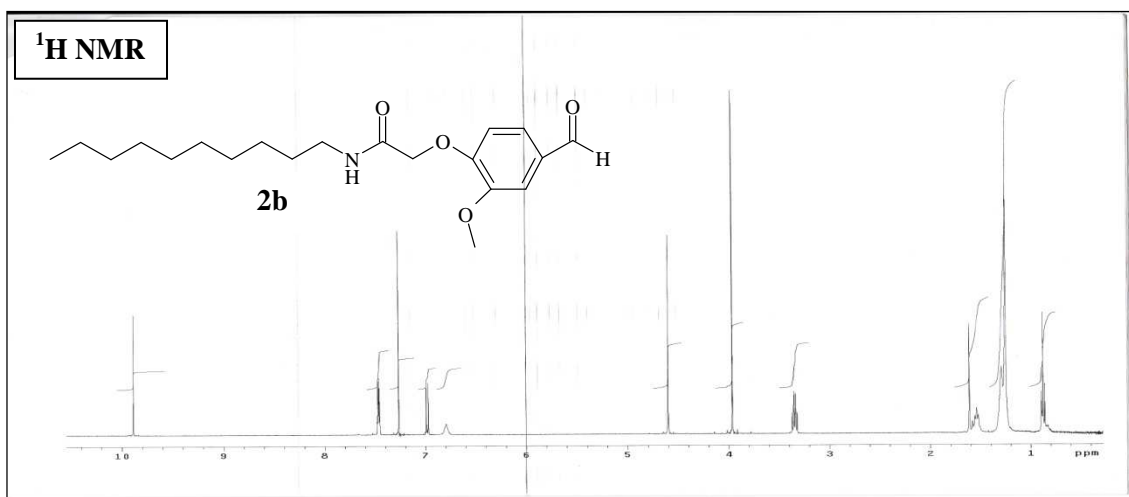
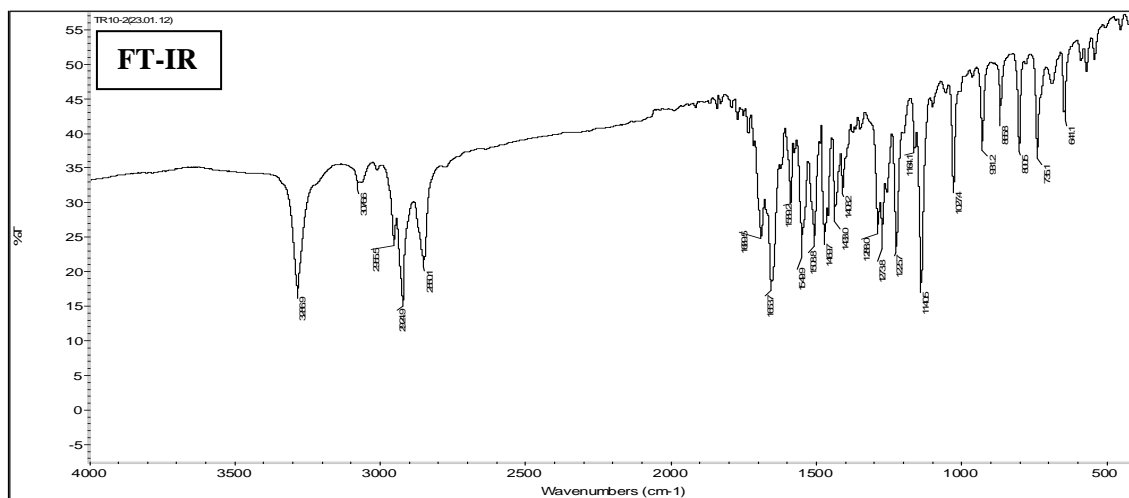
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 82. 2-(2,5-Diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)-N-tetradesilasetamid (**29b**)

FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 83. 2-(2,5-Diokso-4,4-difenilimidazolidin-1-il)-N-hekzadesilasetamid (**29c**)

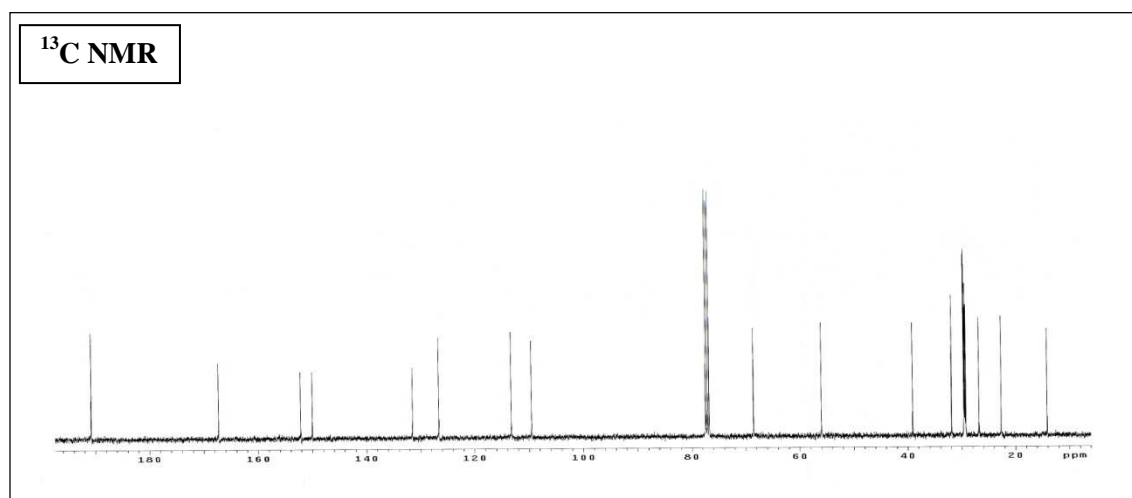
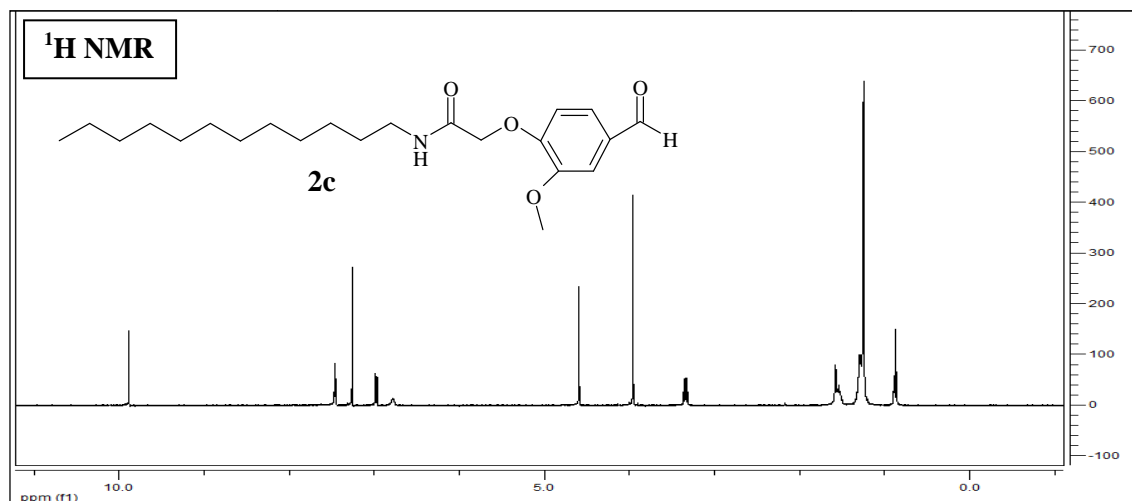
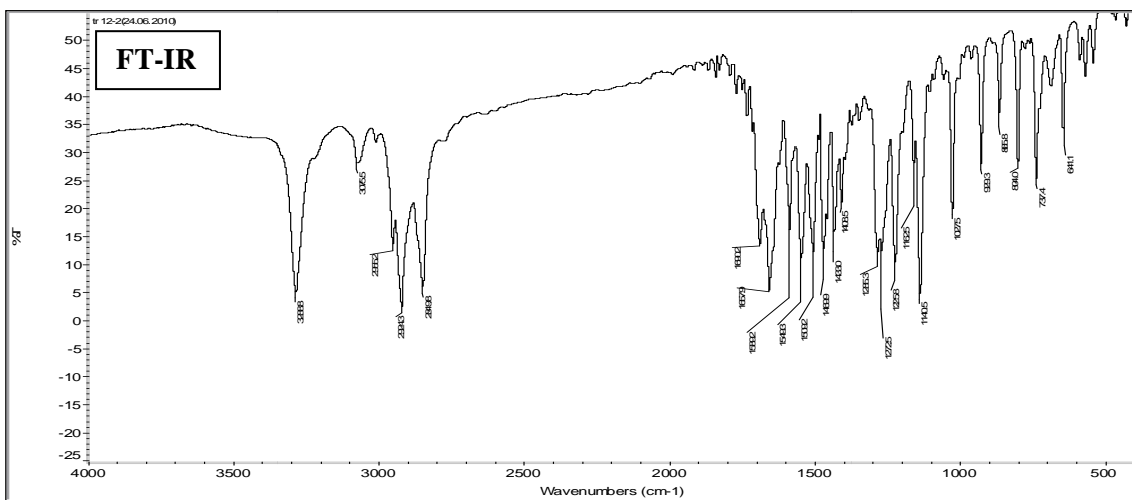
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 1



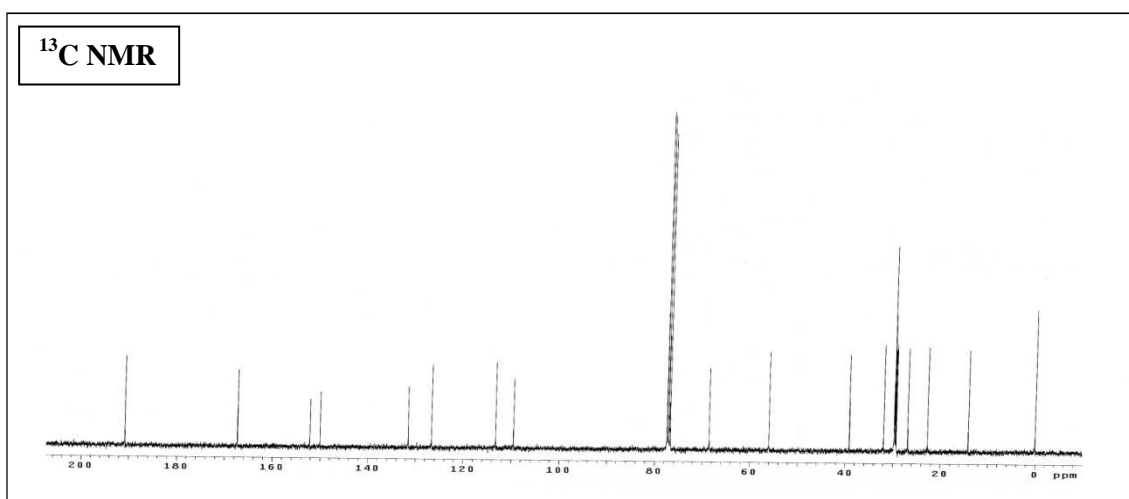
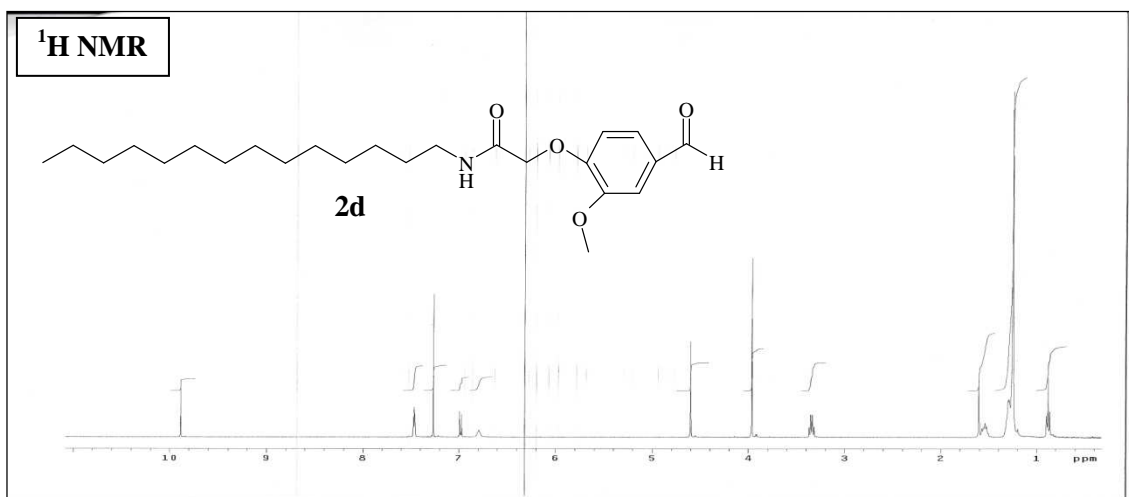
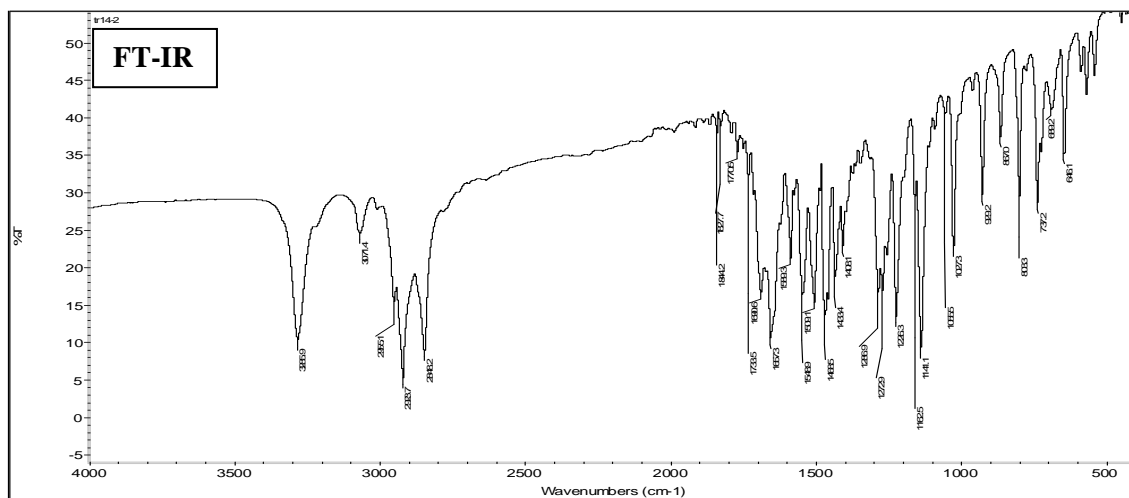
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 2



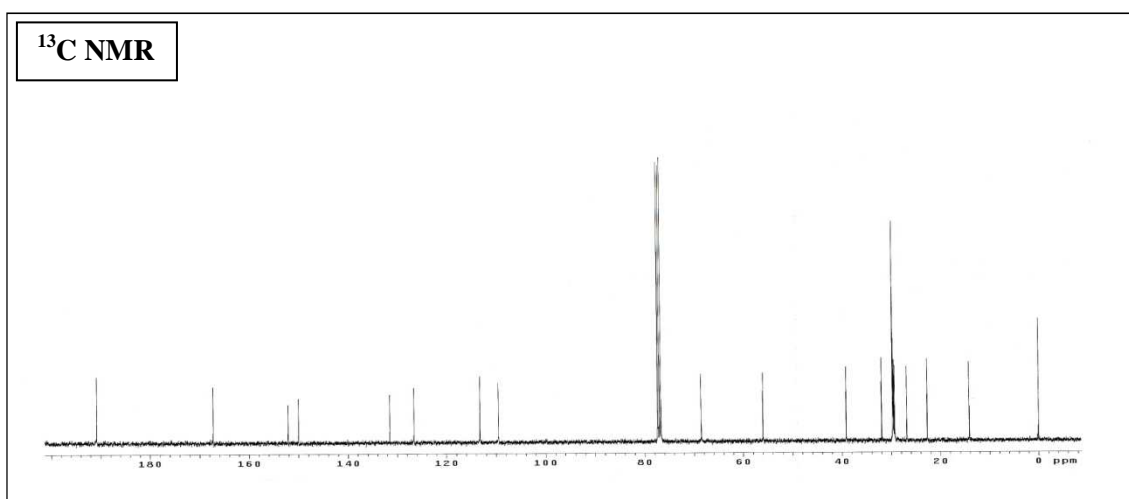
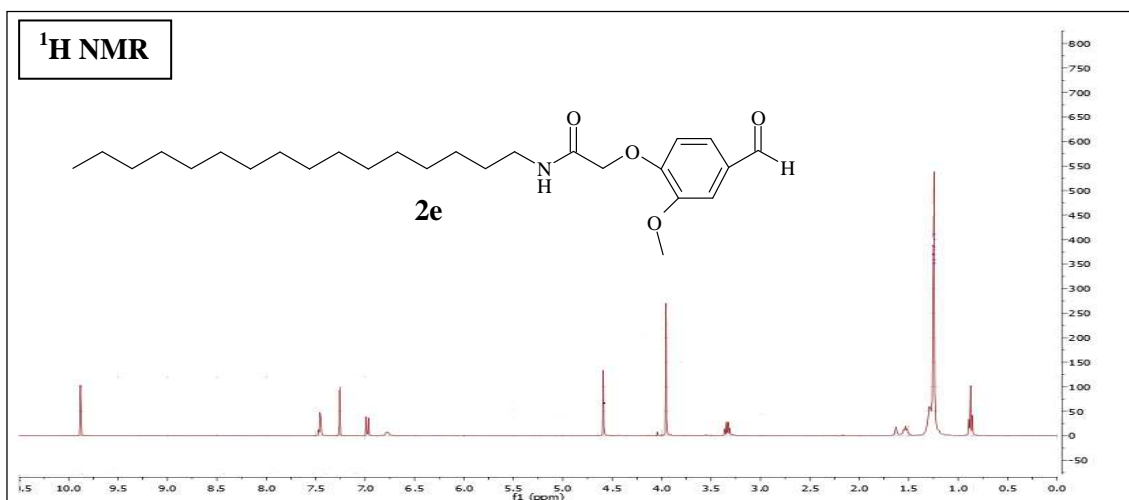
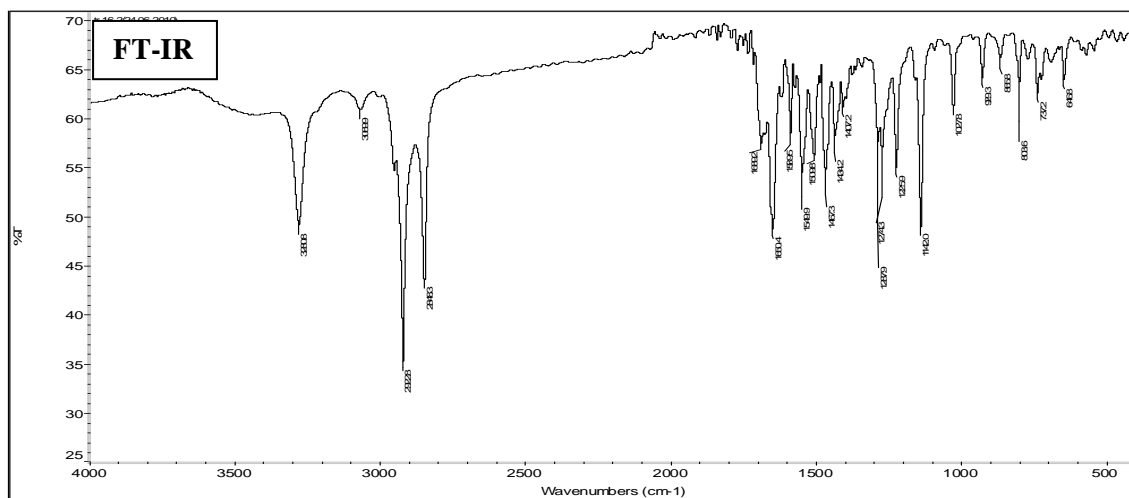
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 3



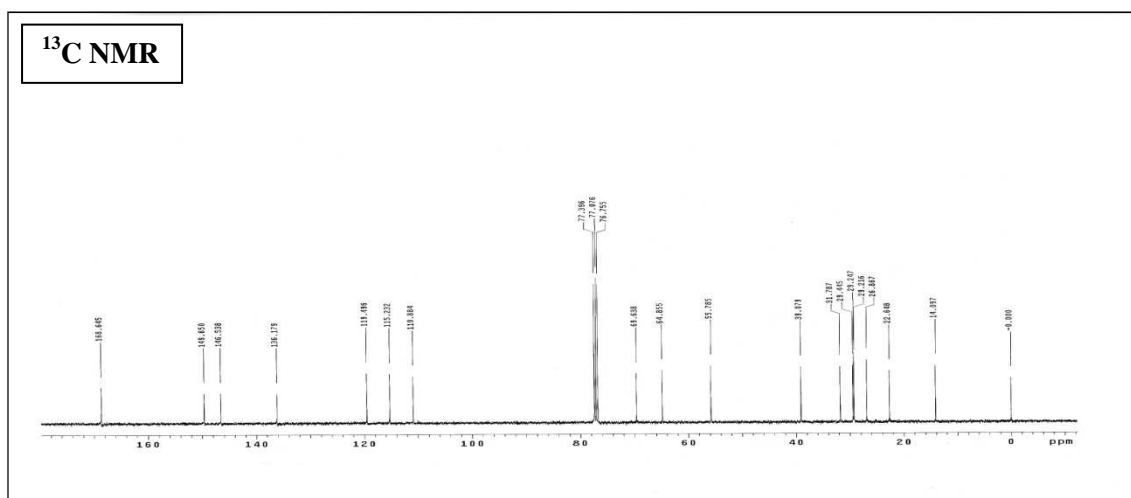
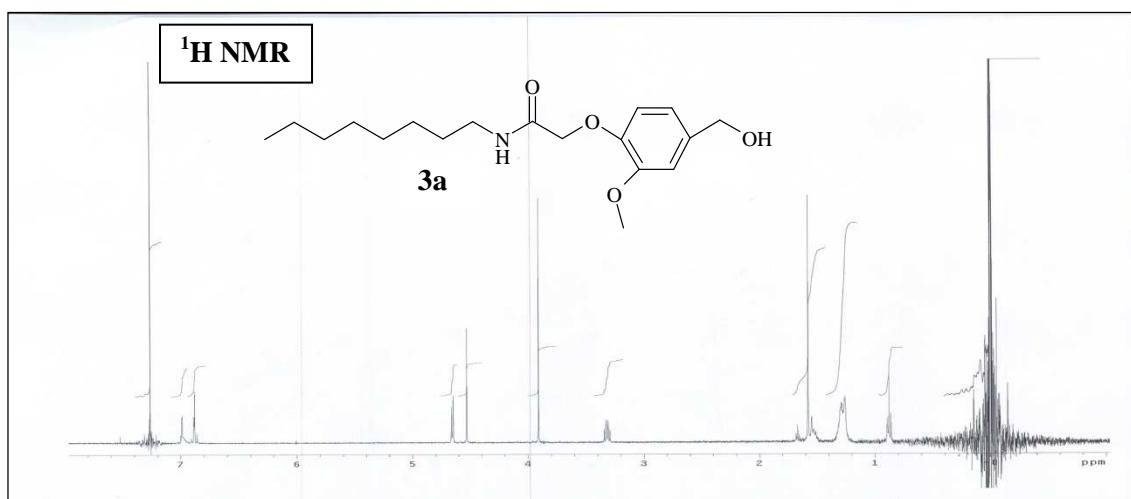
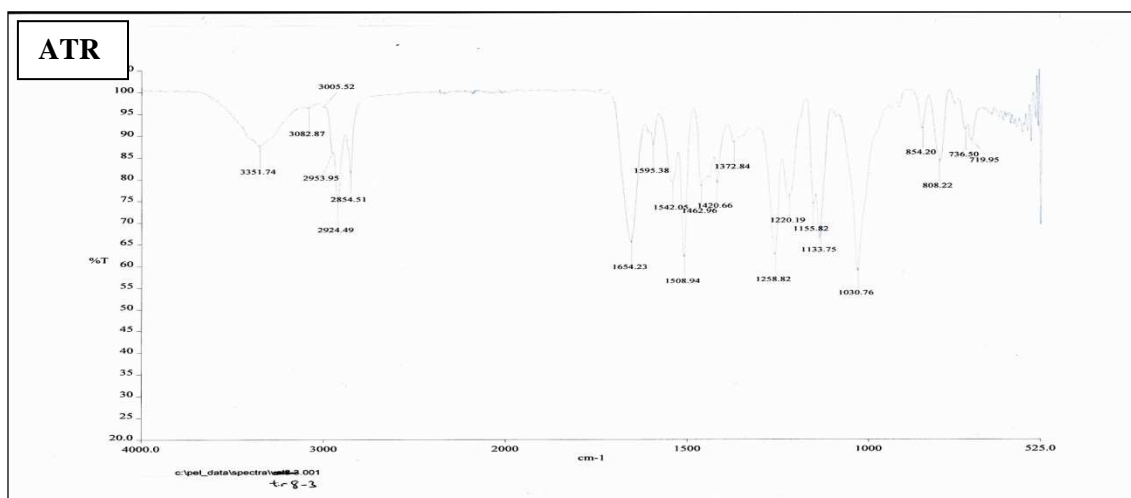
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 4



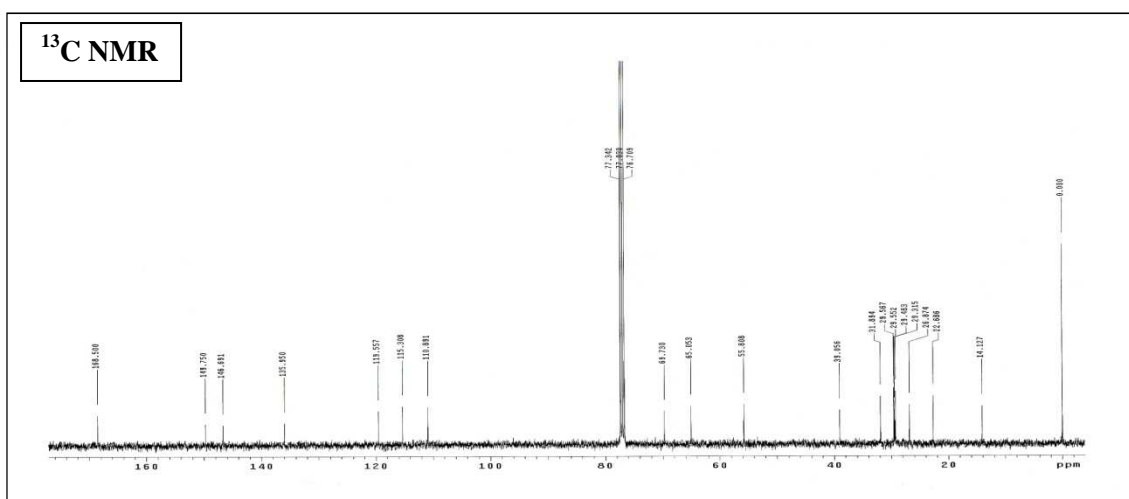
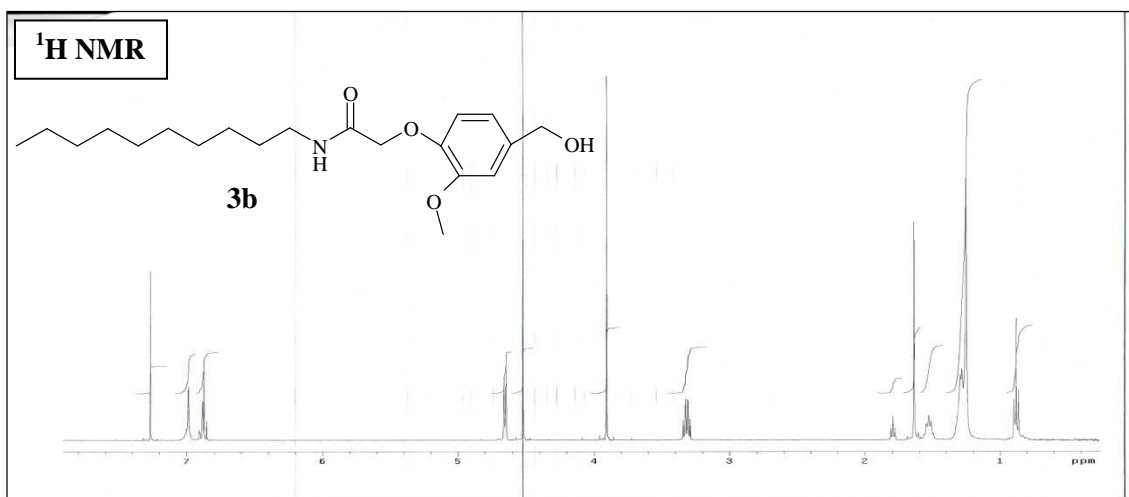
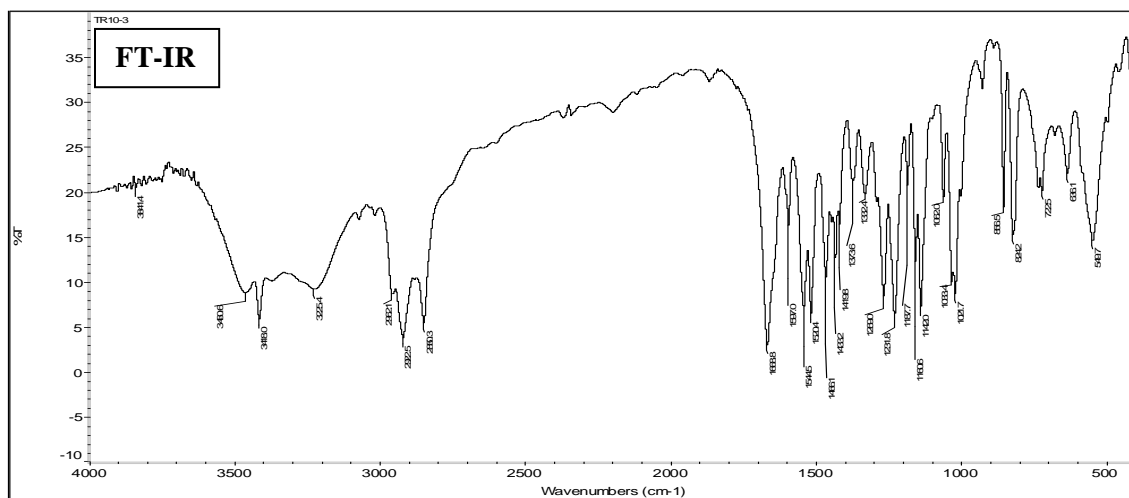
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 5



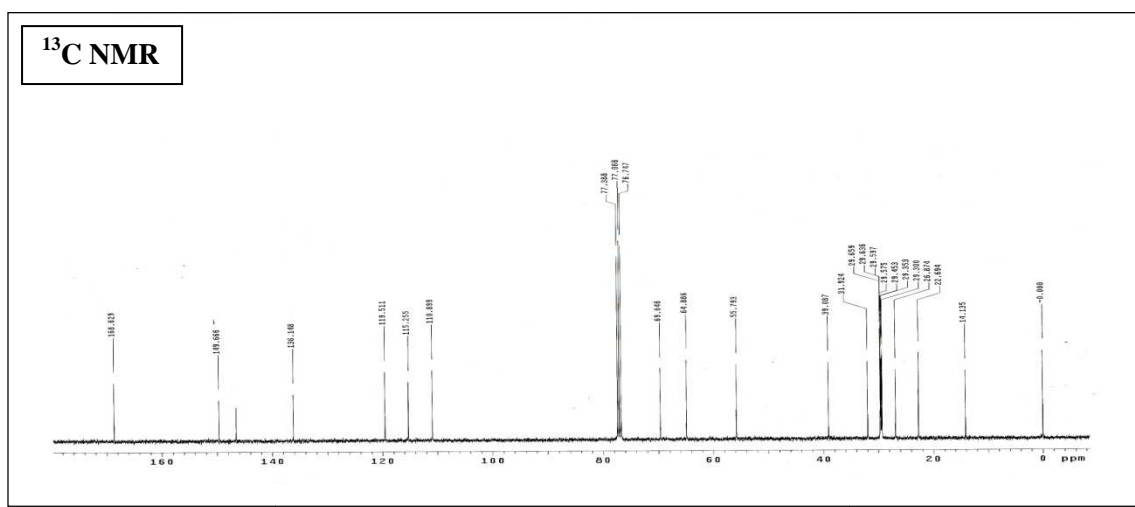
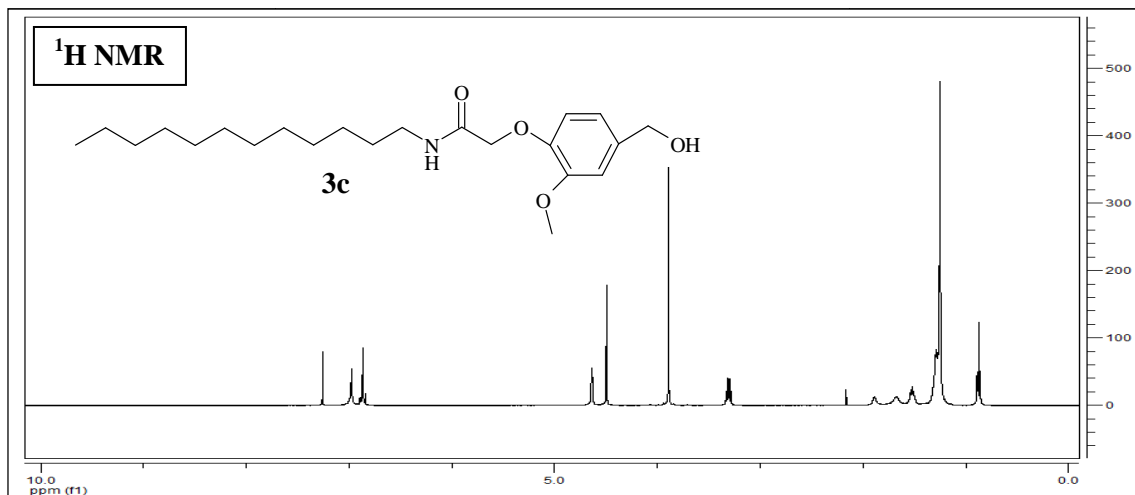
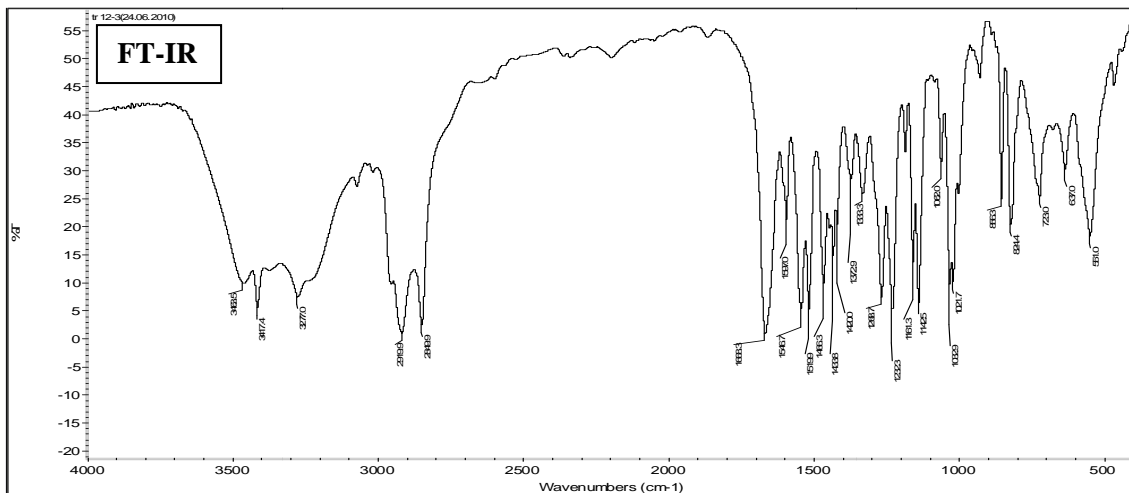
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 6



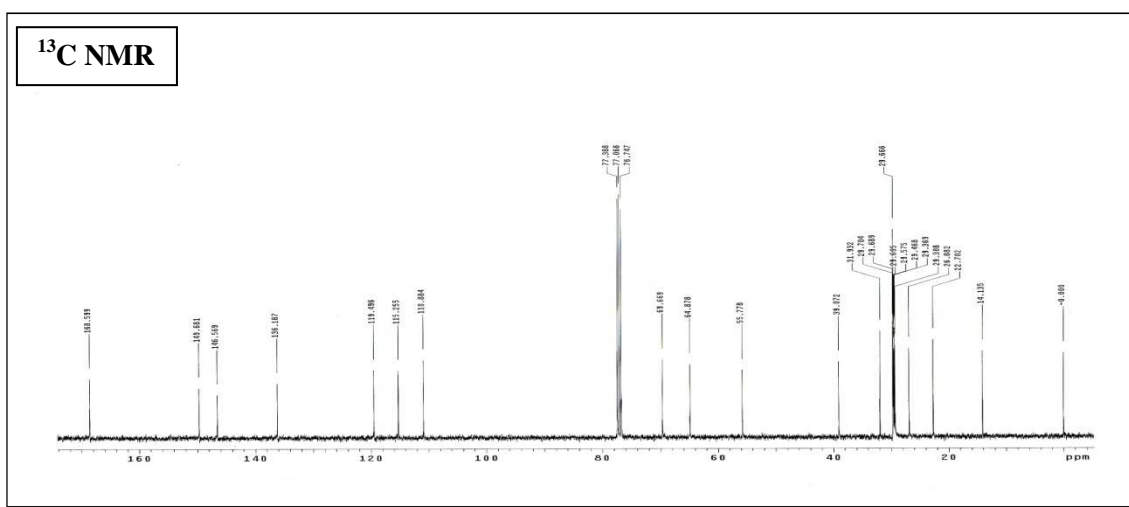
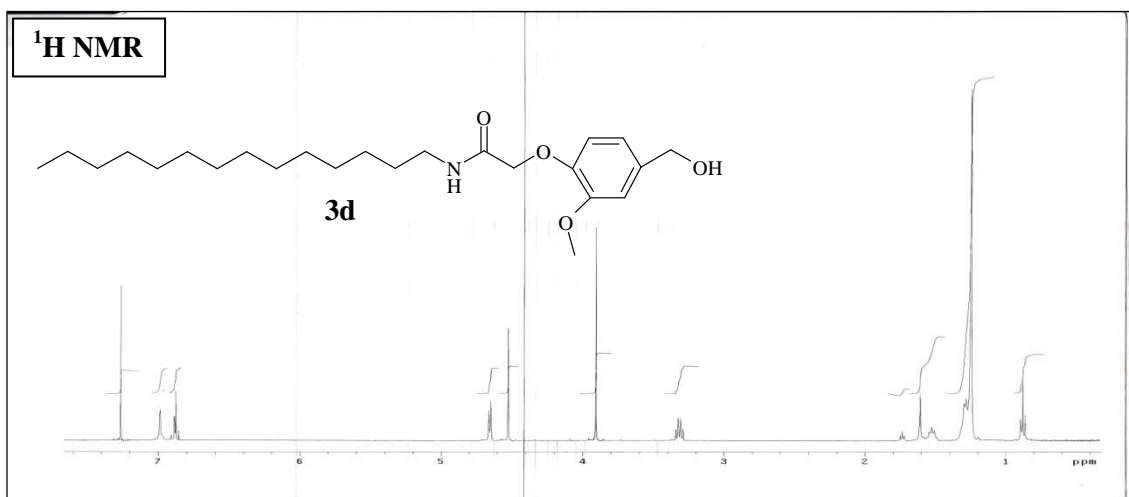
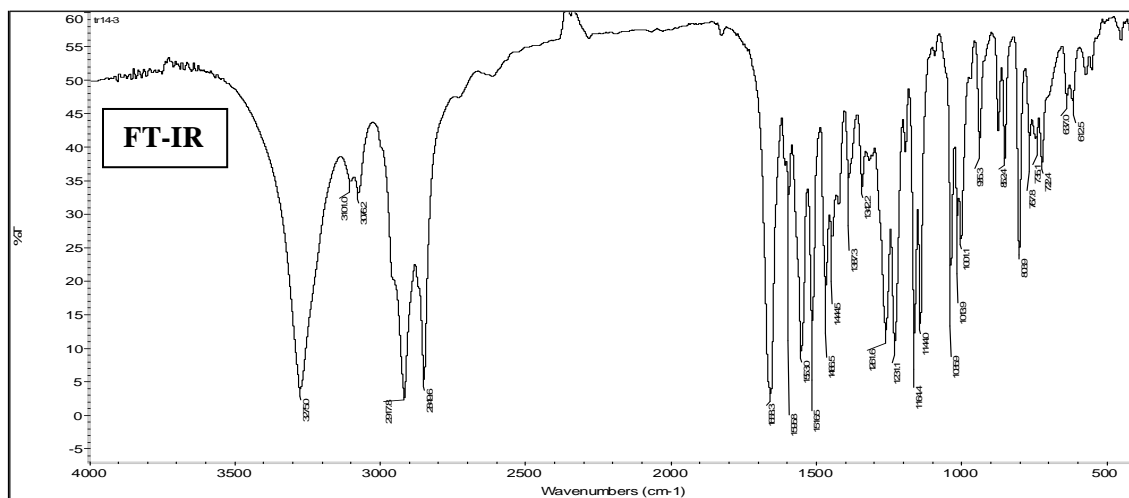
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 7



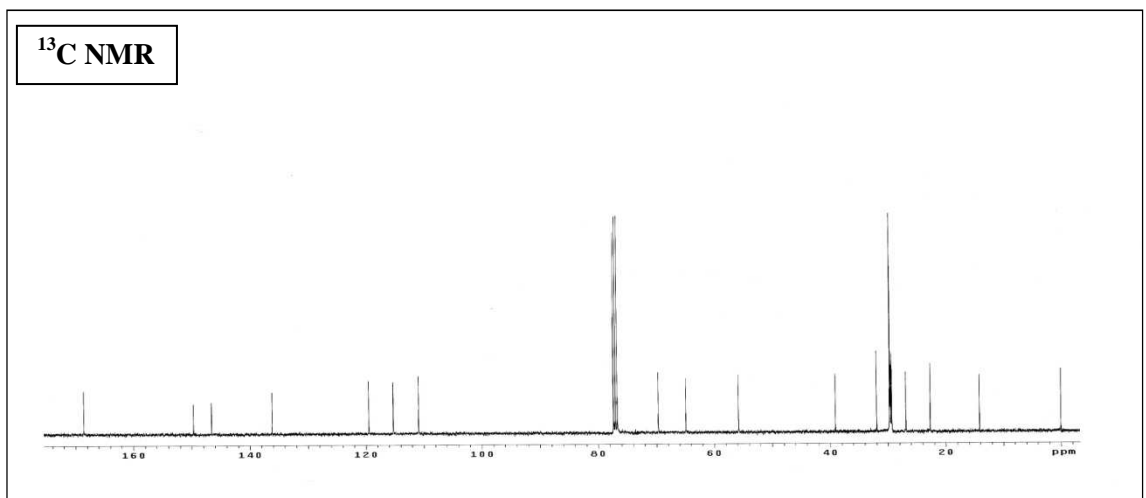
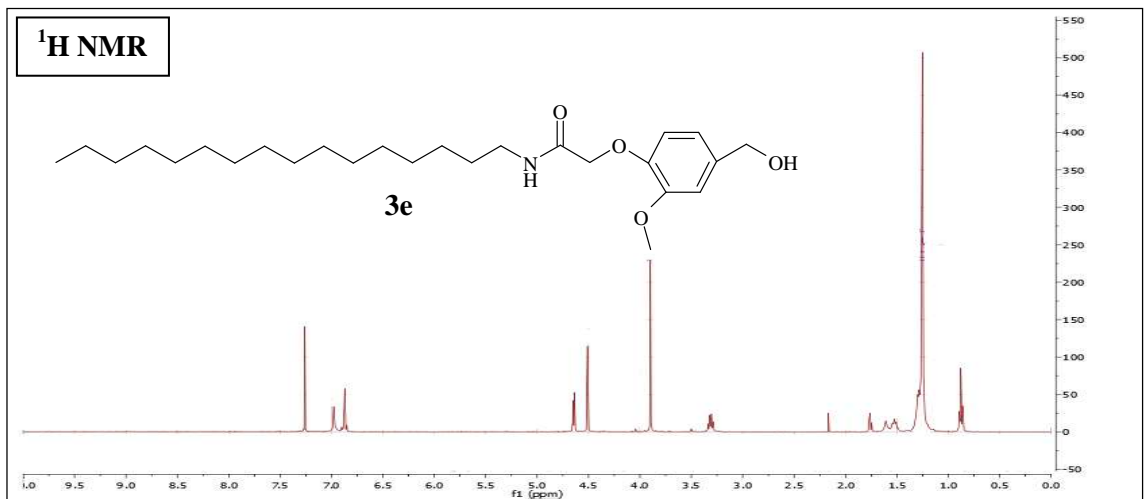
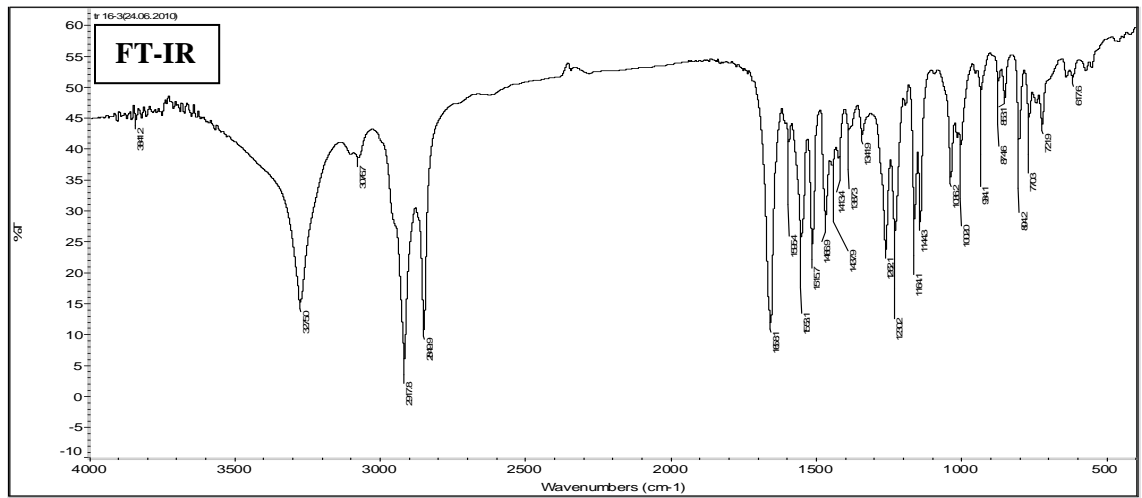
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 8



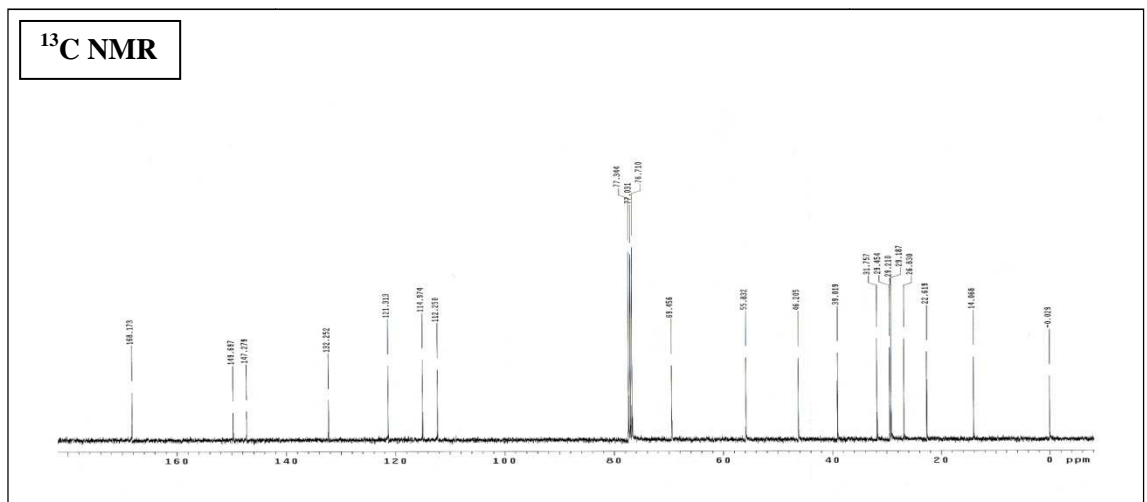
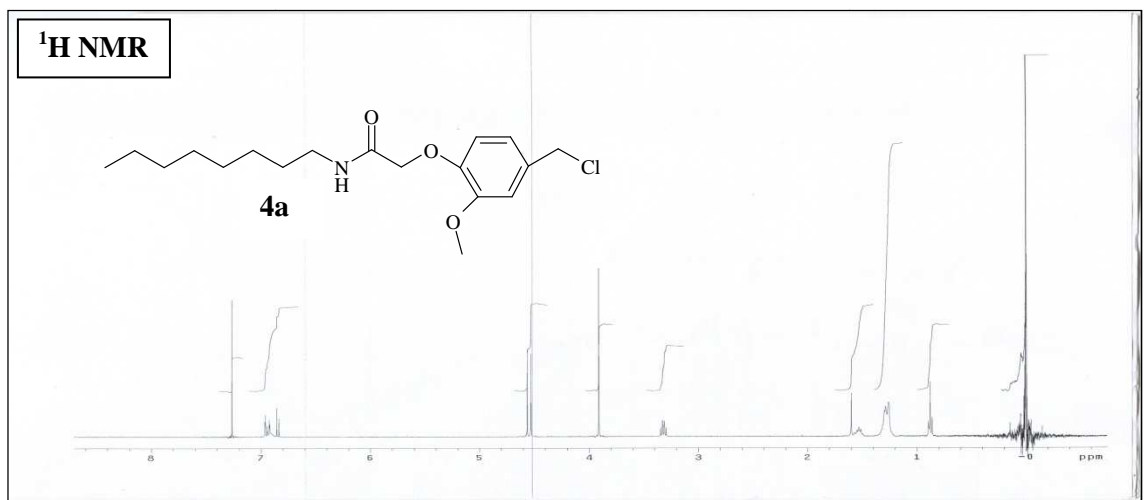
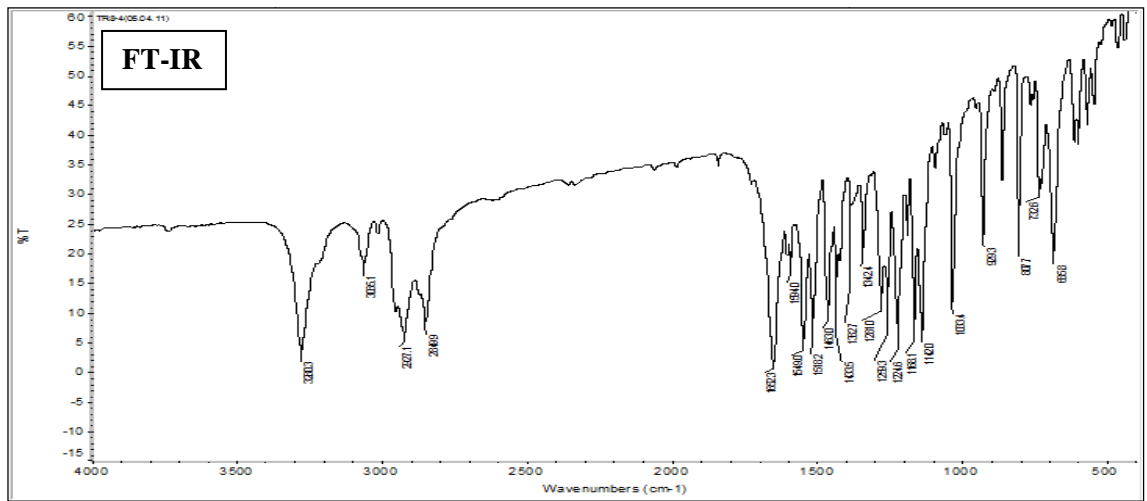
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 9



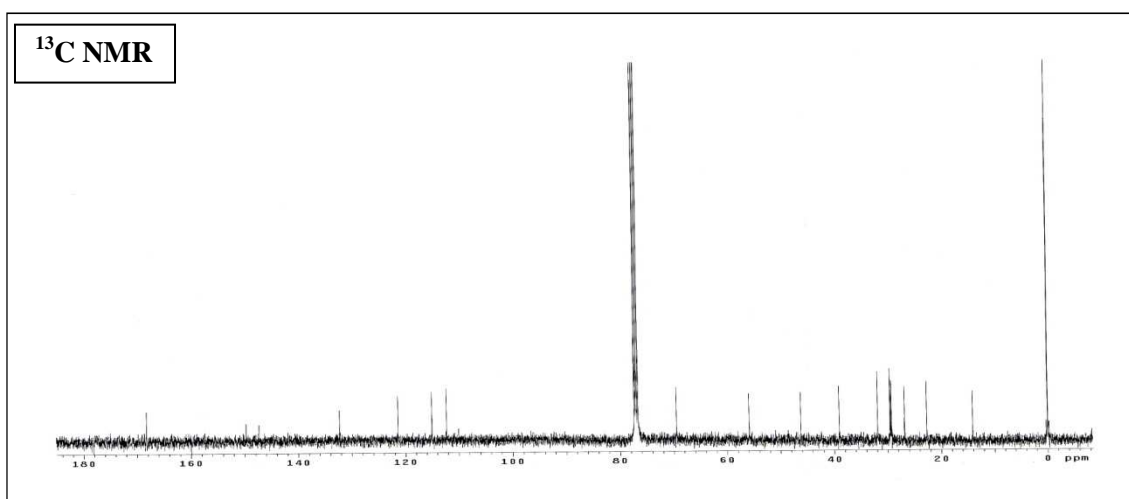
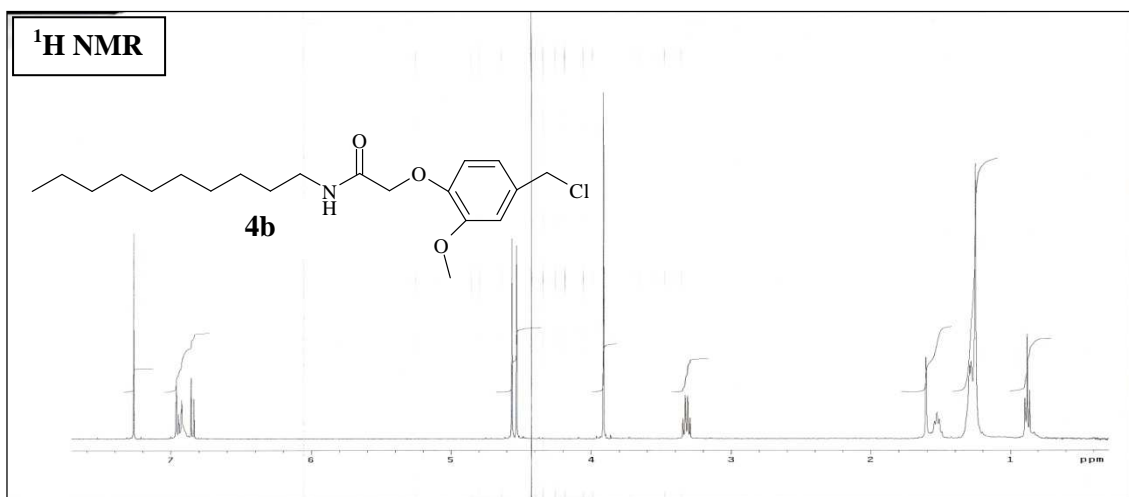
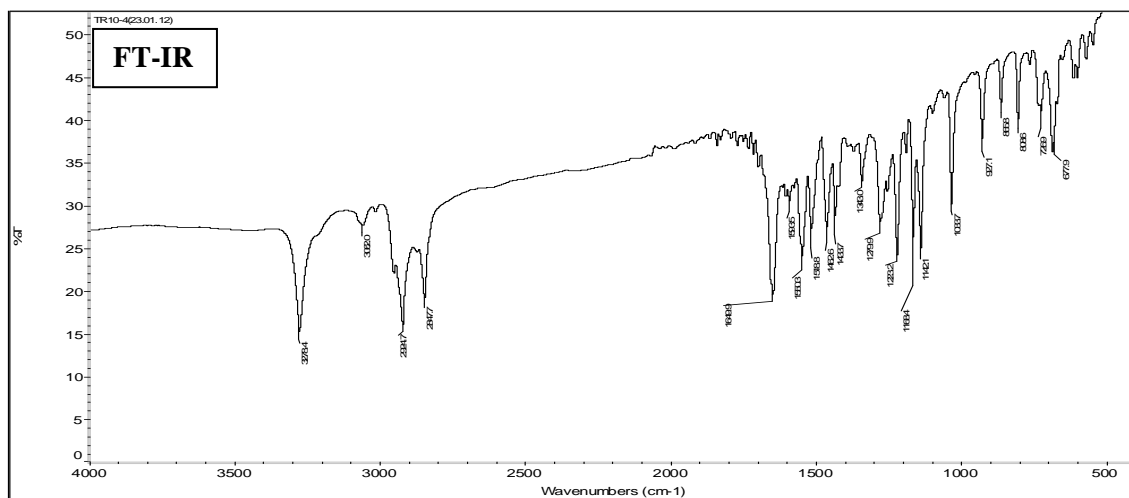
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 10



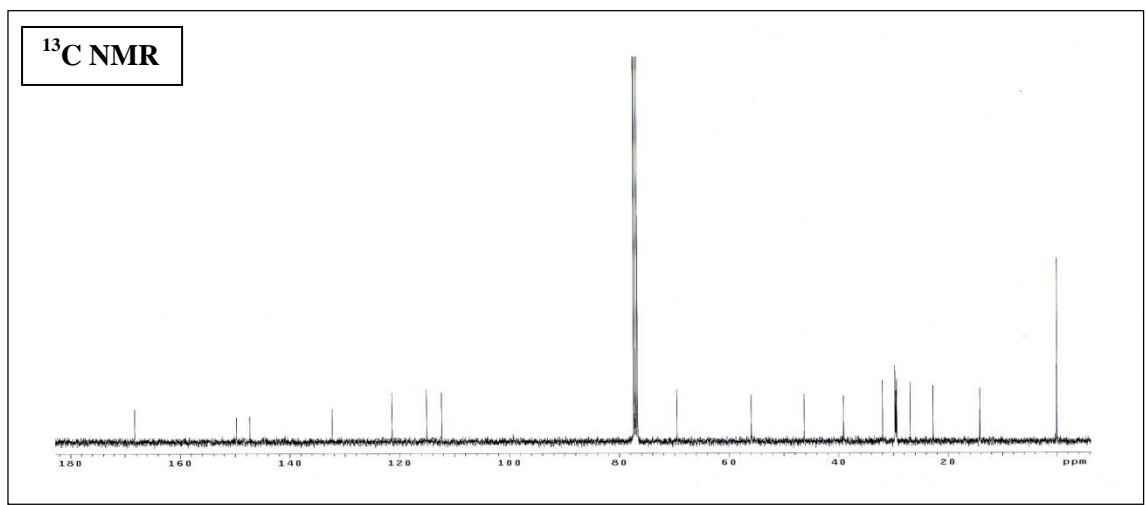
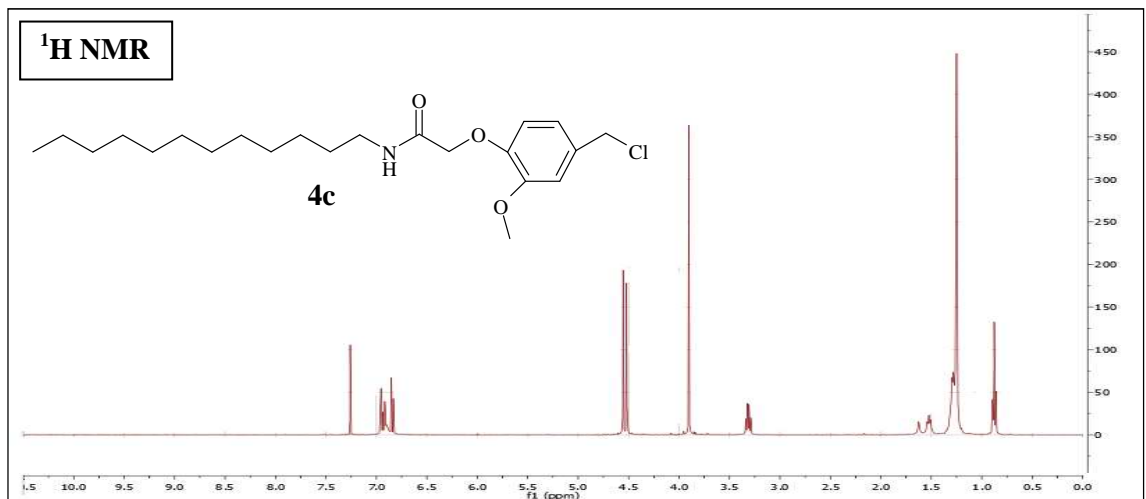
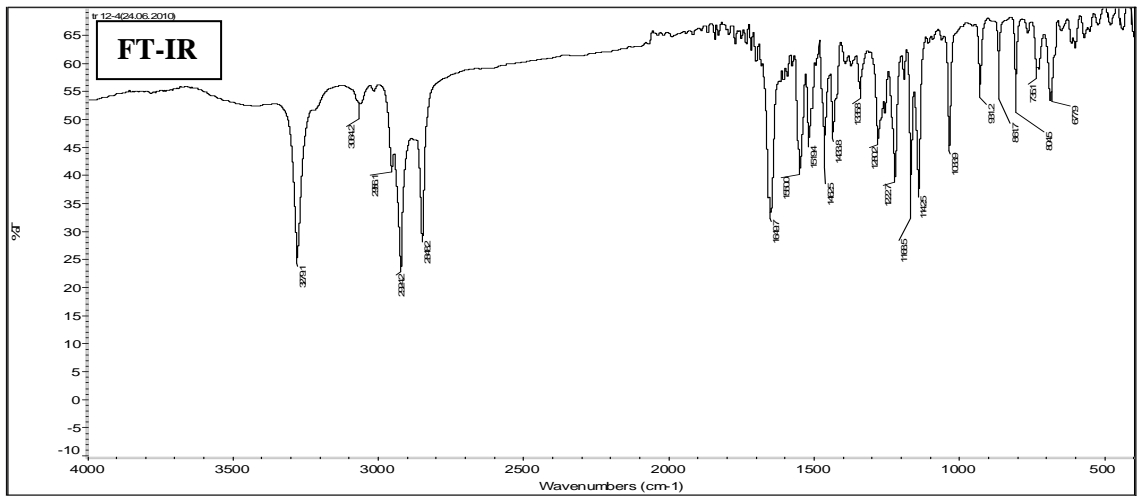
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 11



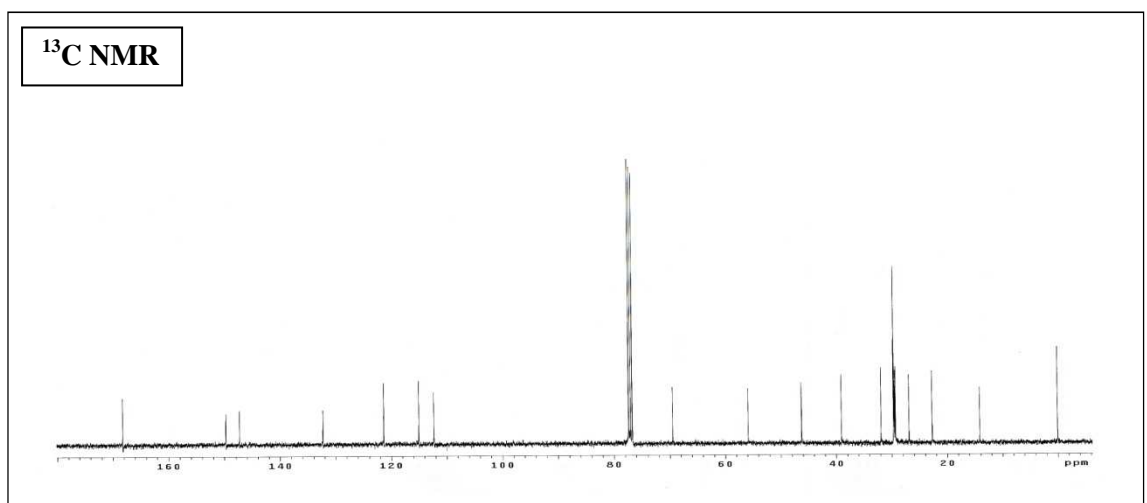
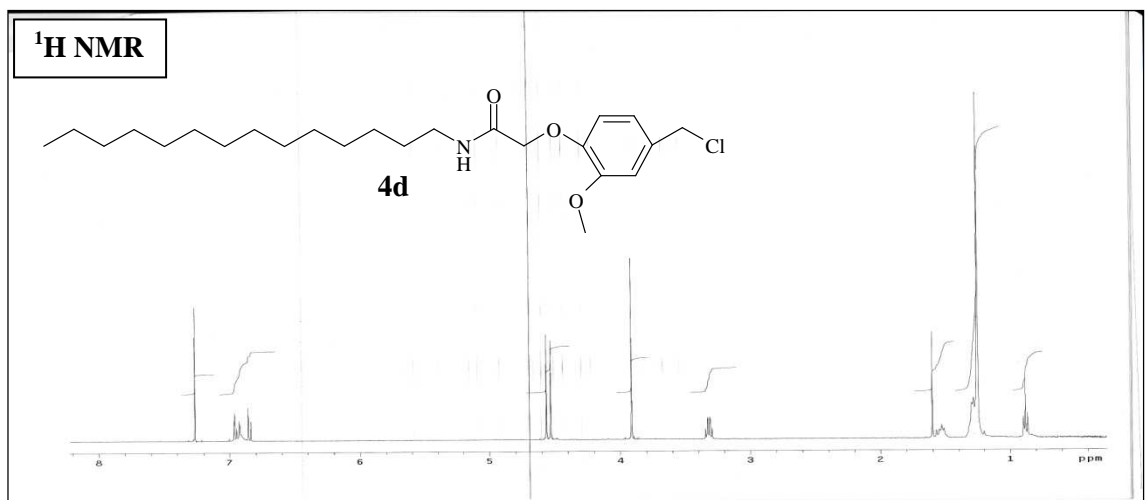
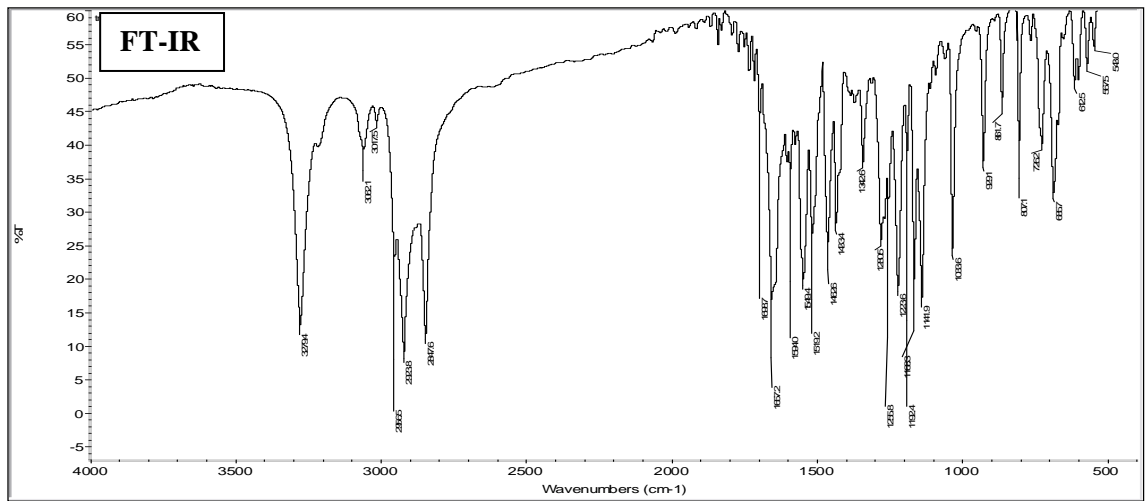
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 12



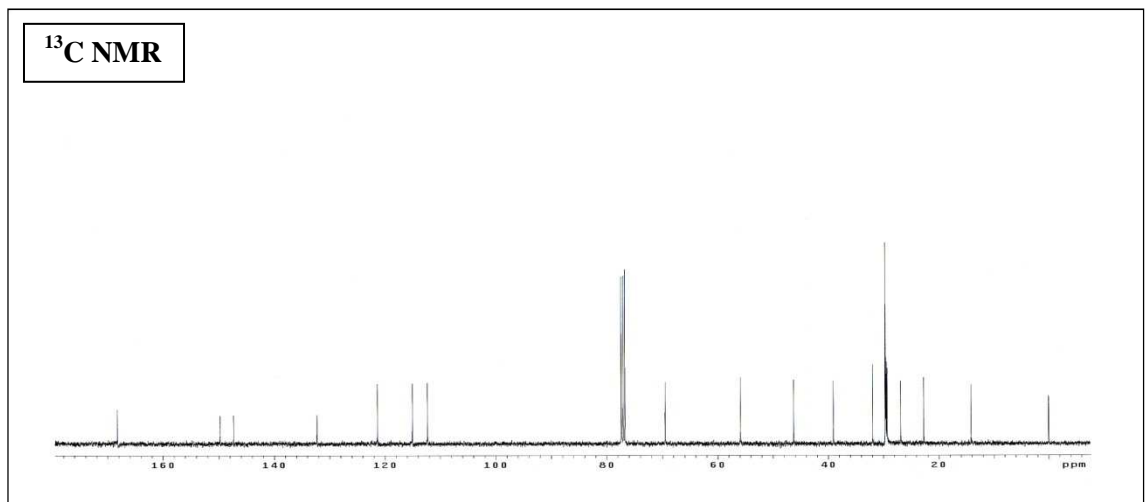
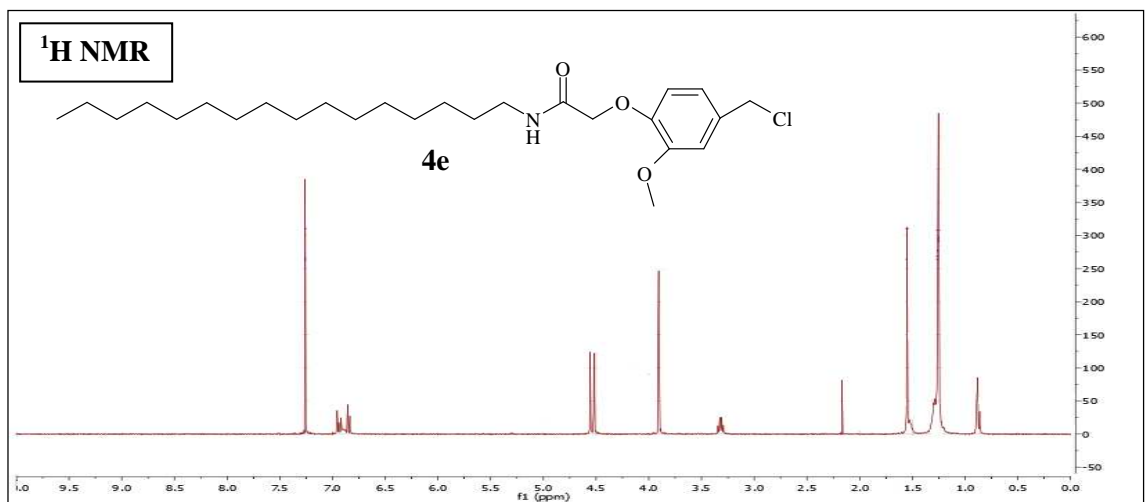
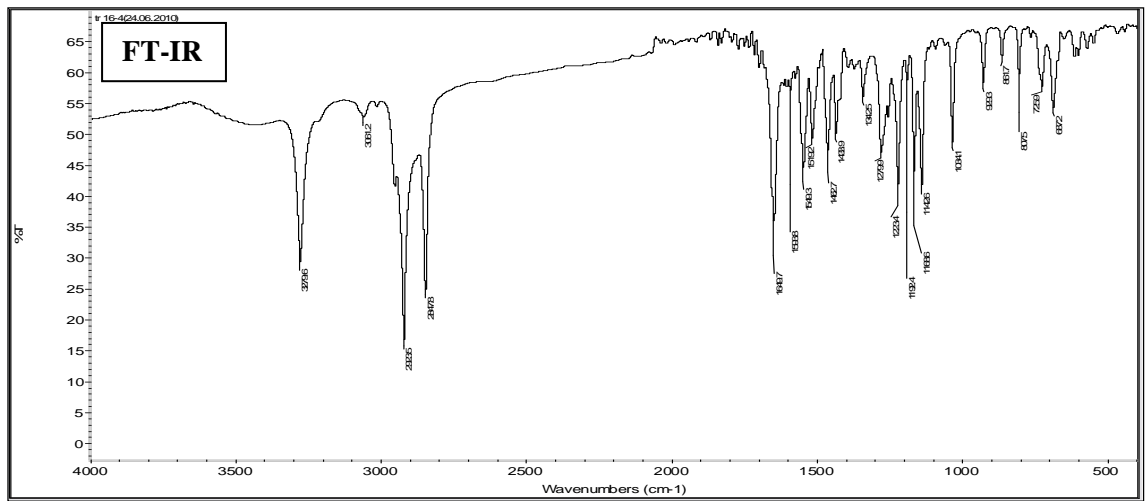
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 13



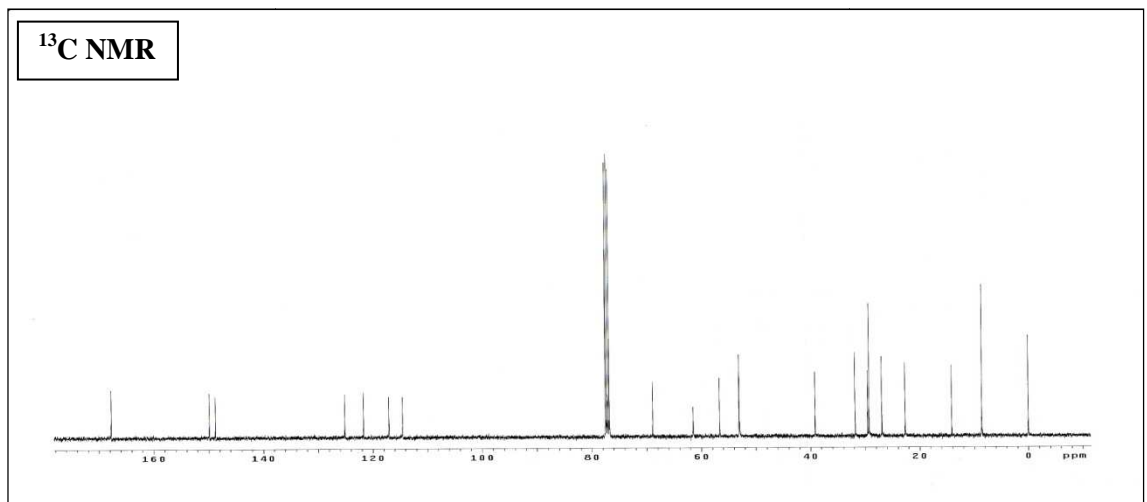
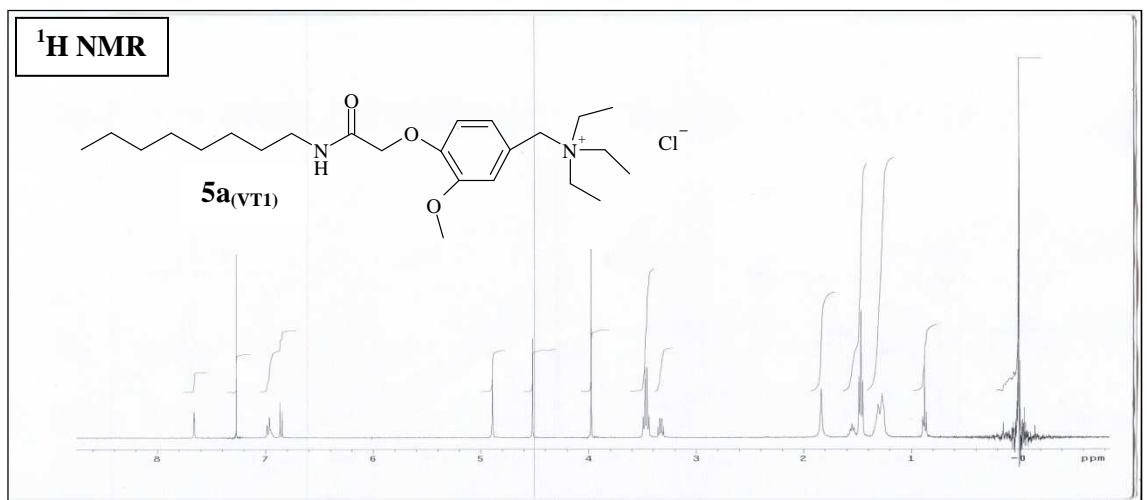
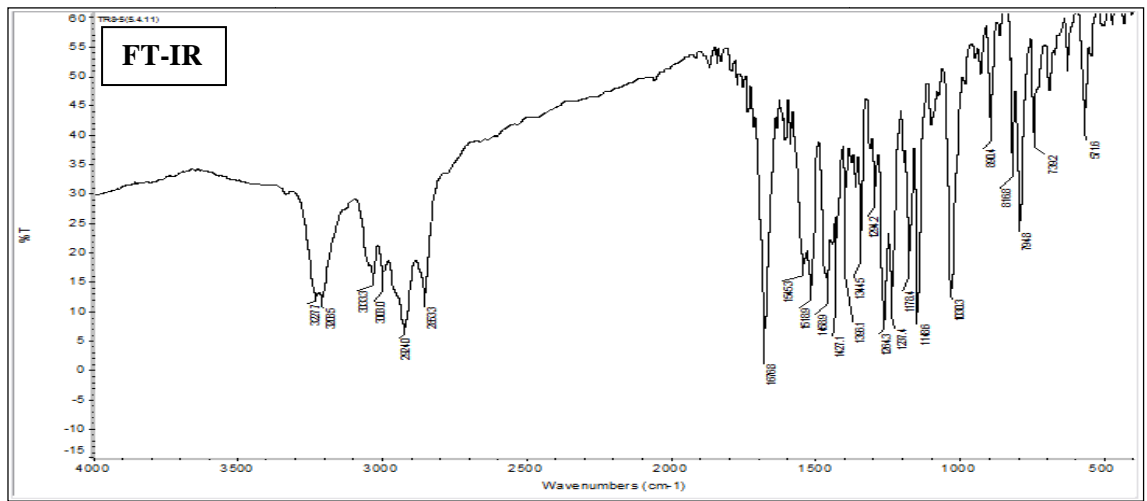
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 14



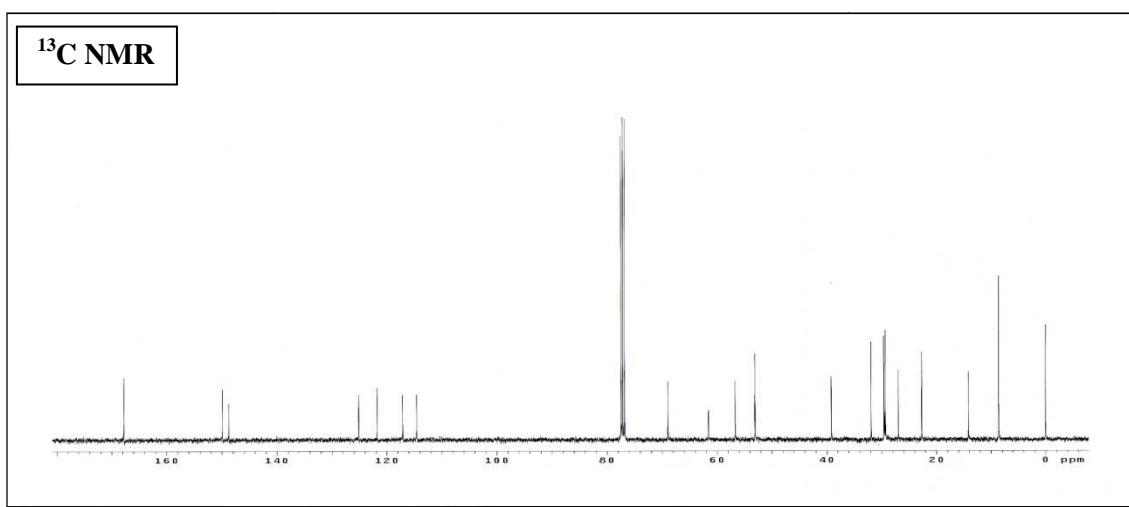
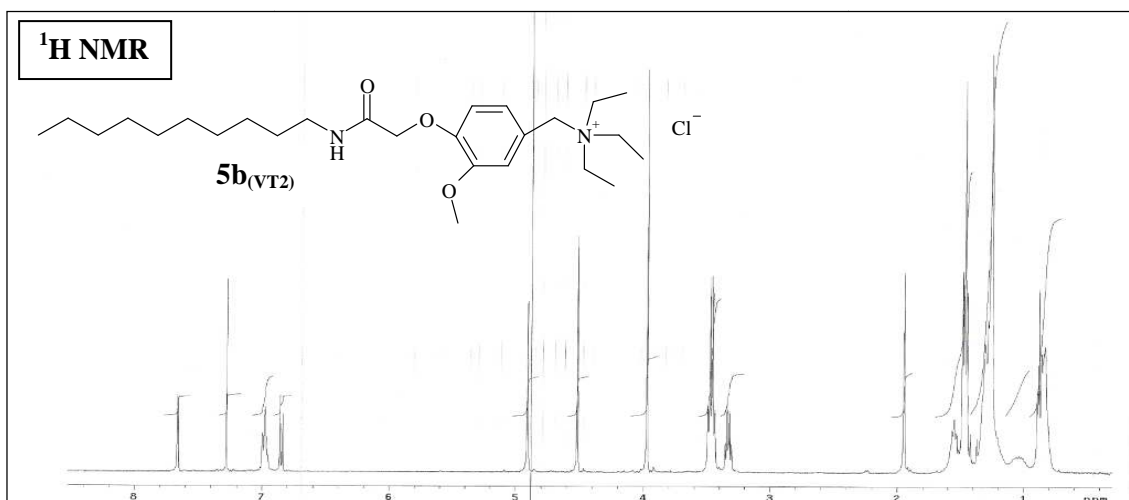
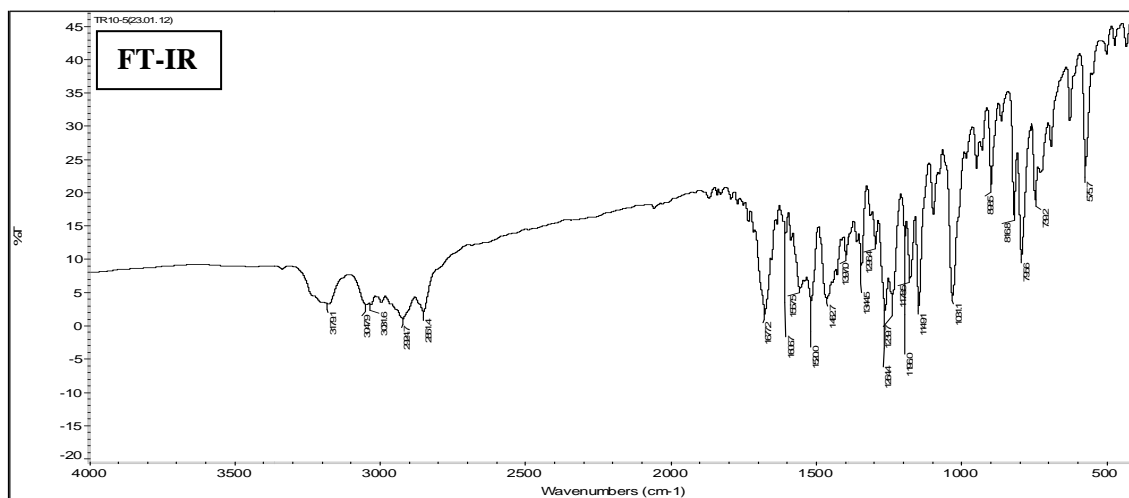
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 15



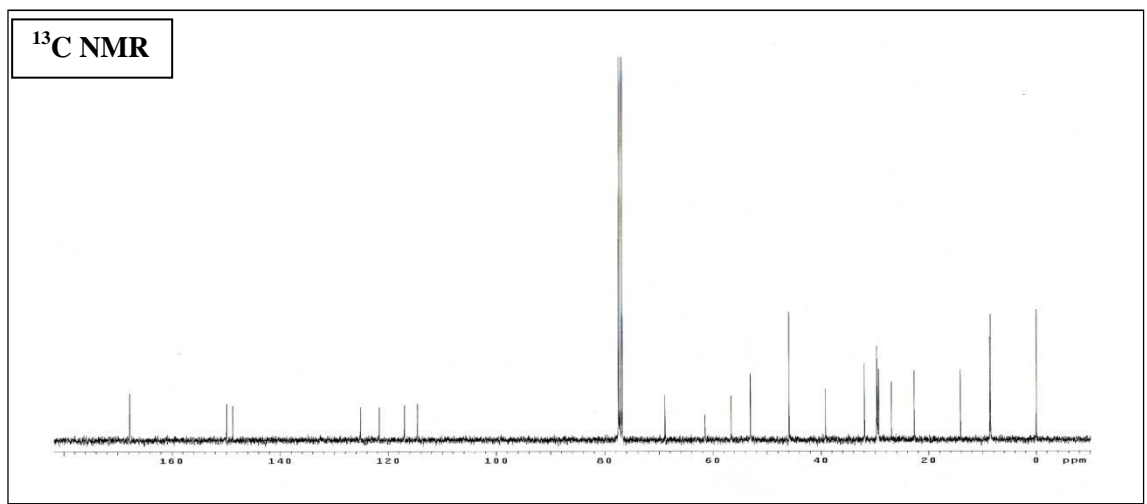
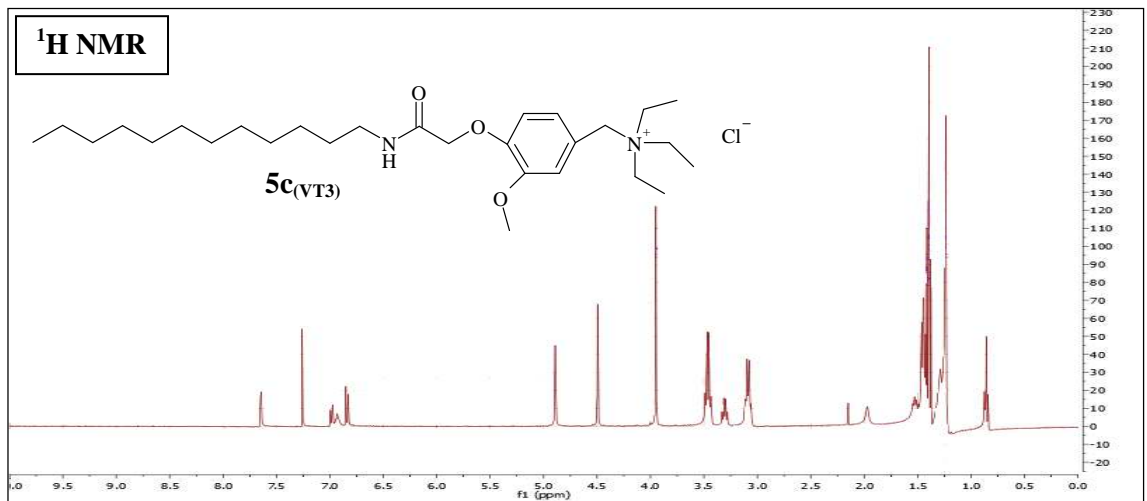
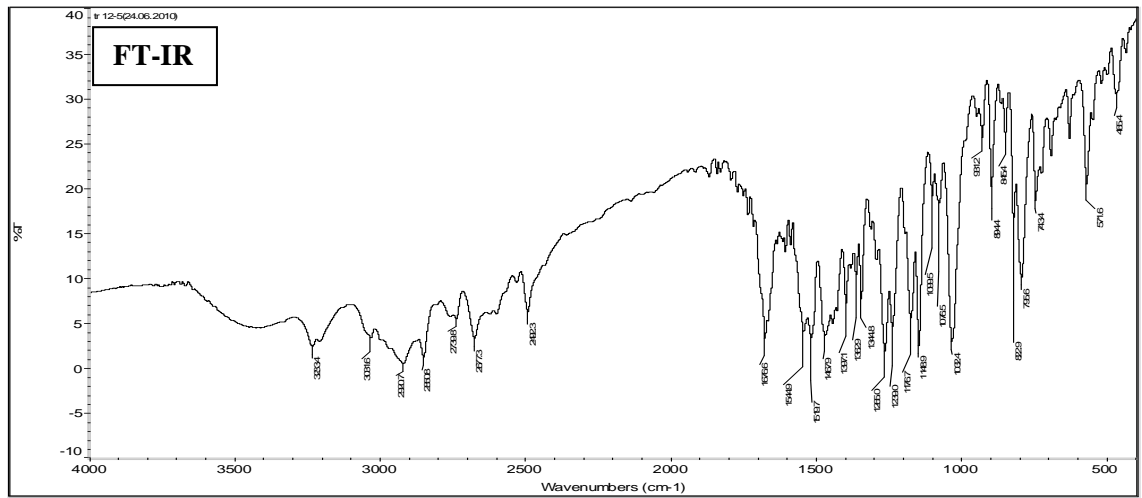
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 16



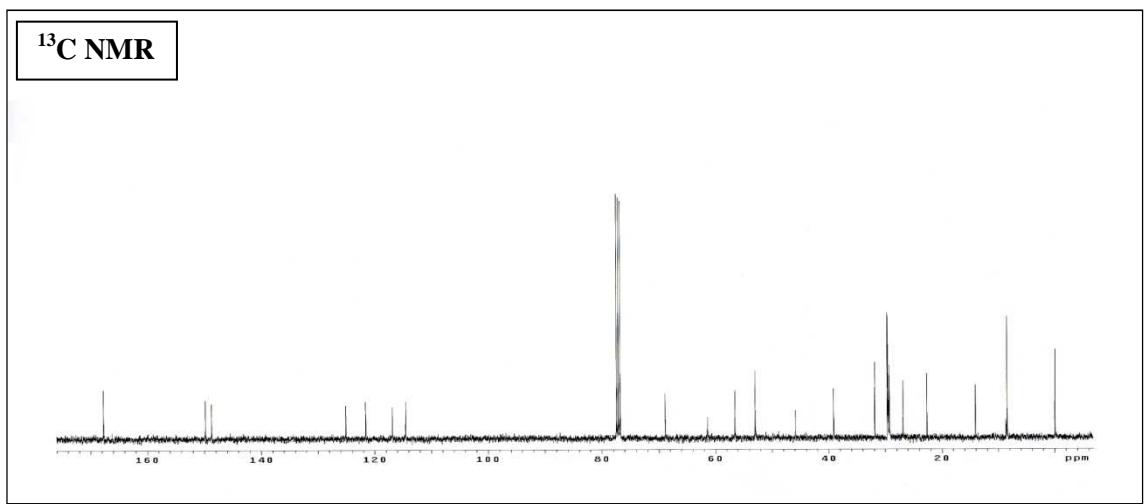
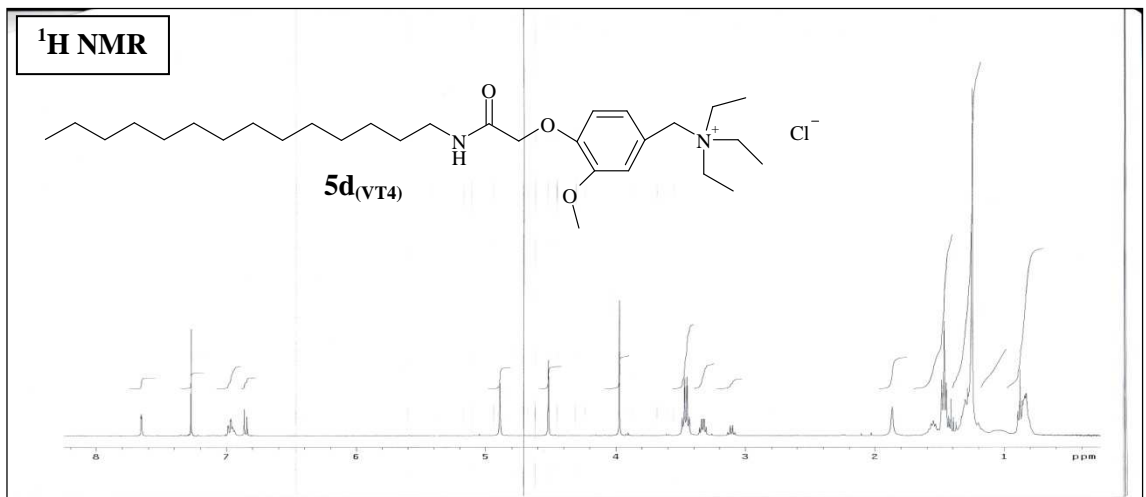
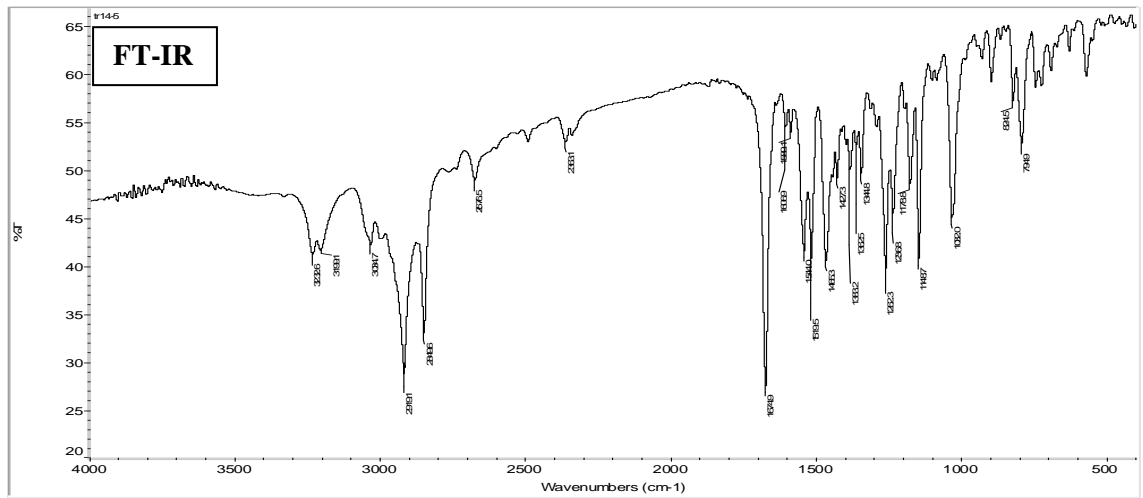
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 17



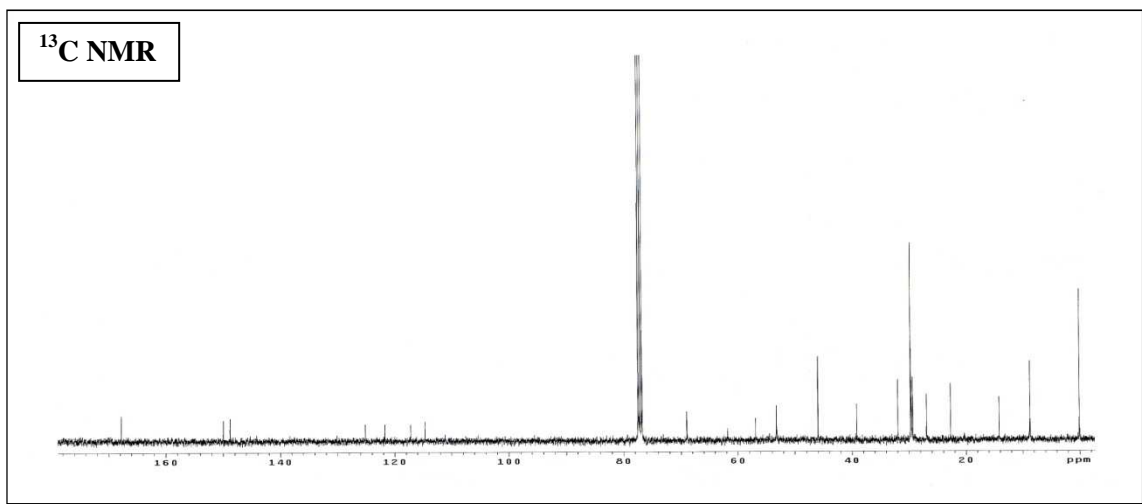
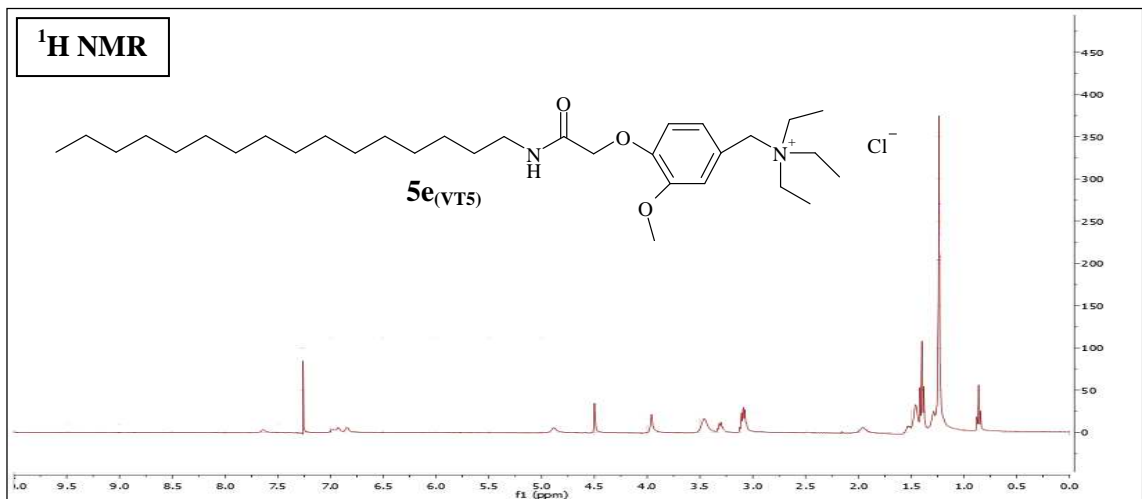
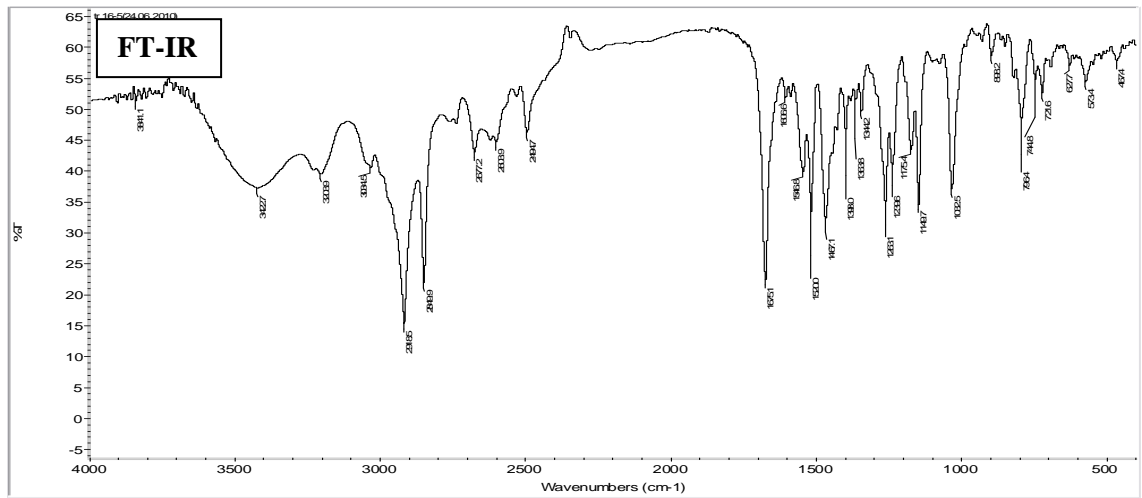
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 18



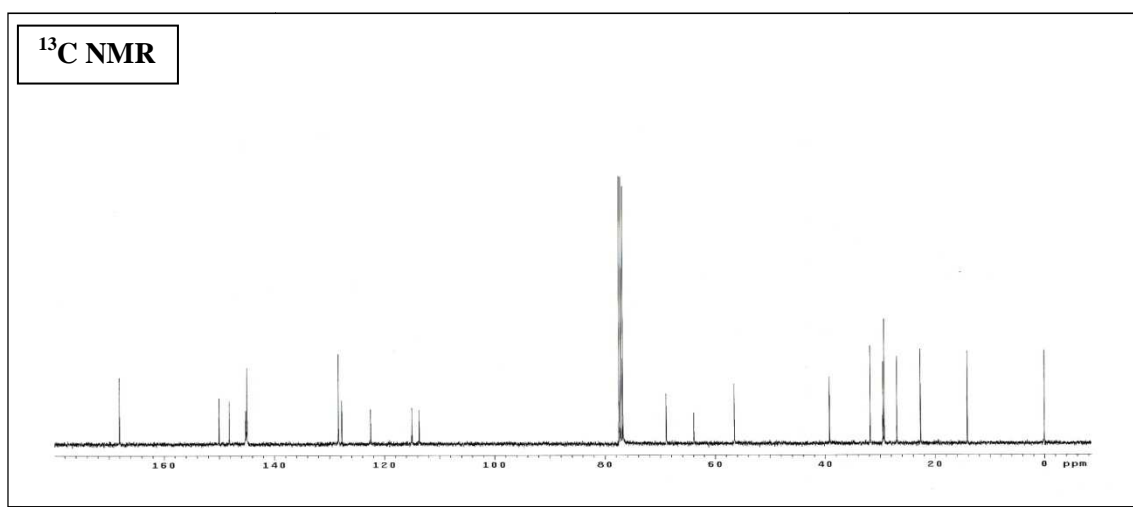
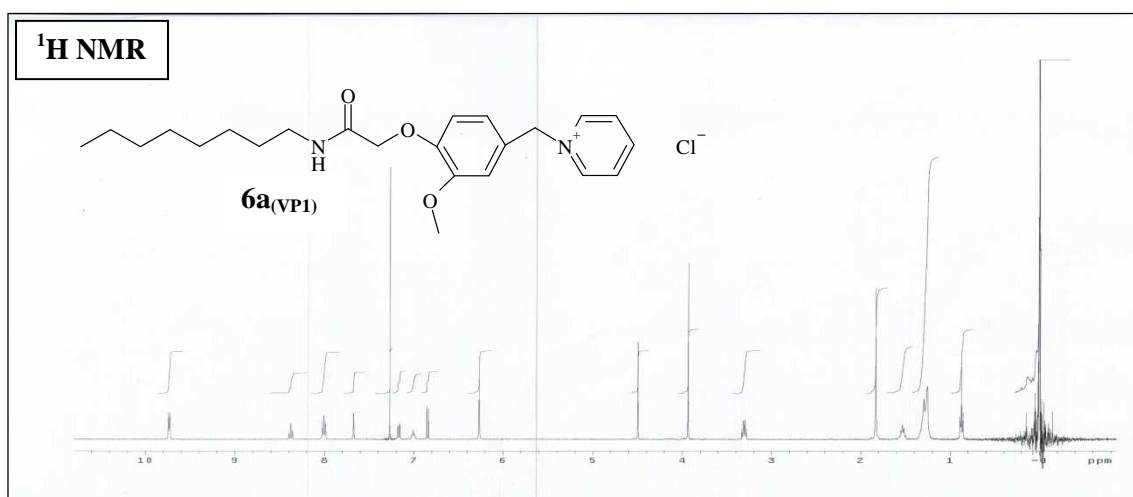
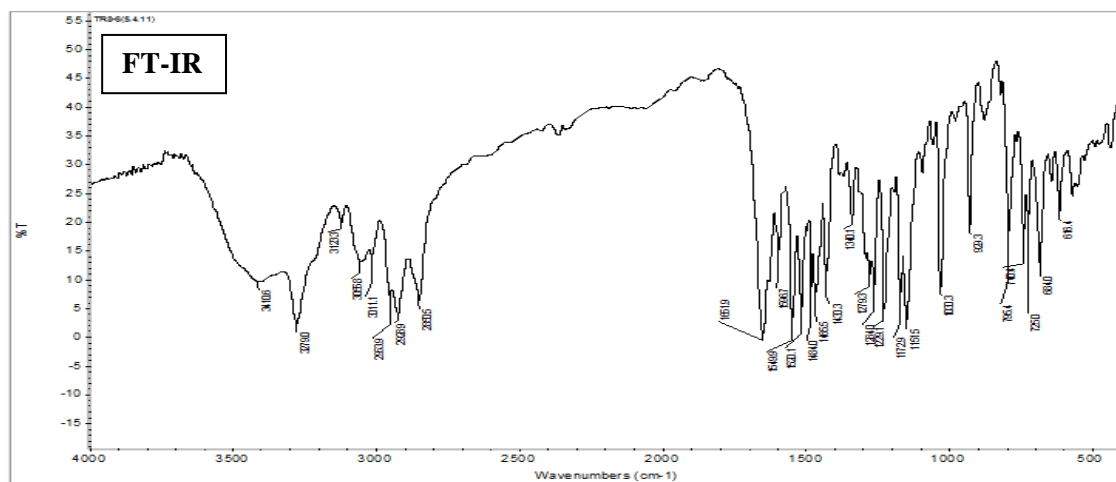
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 19



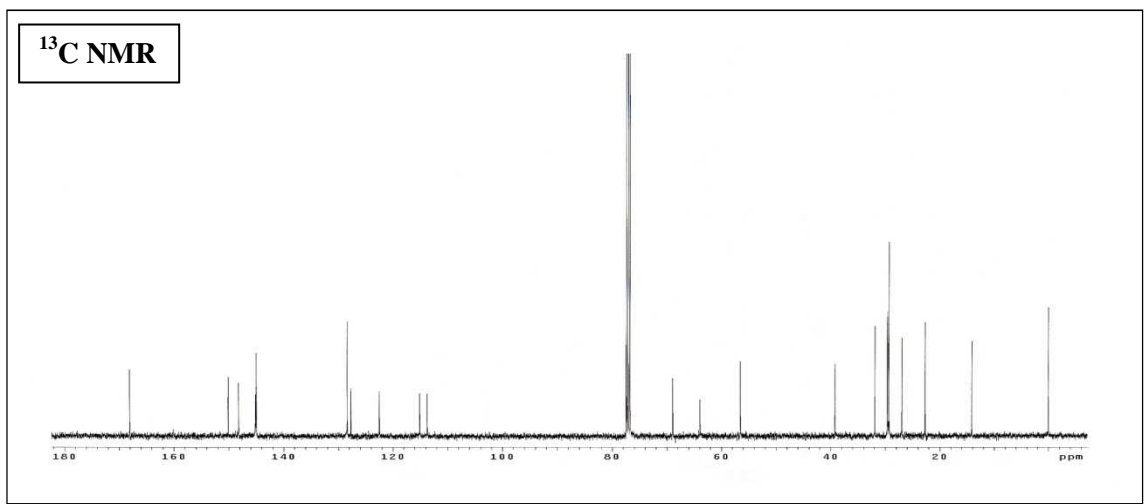
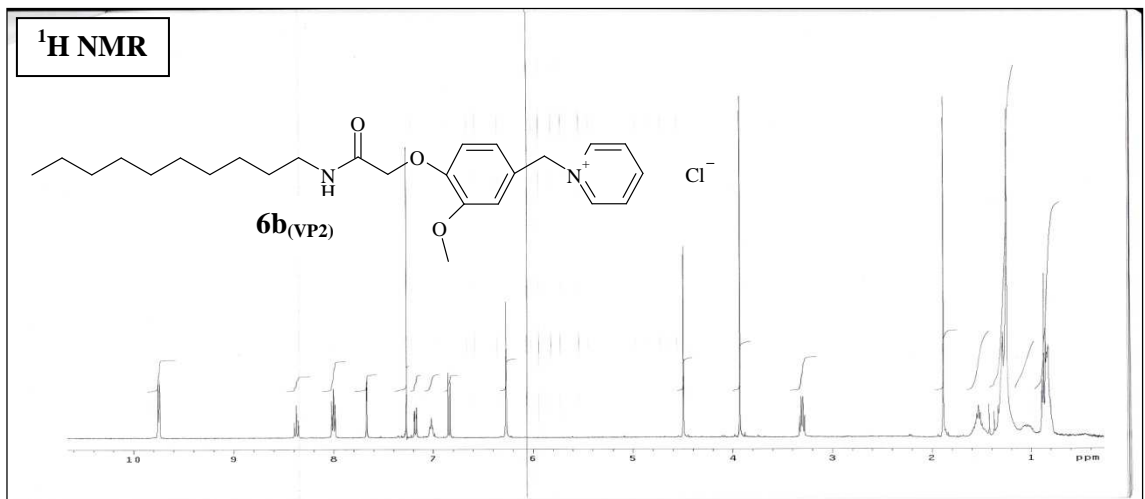
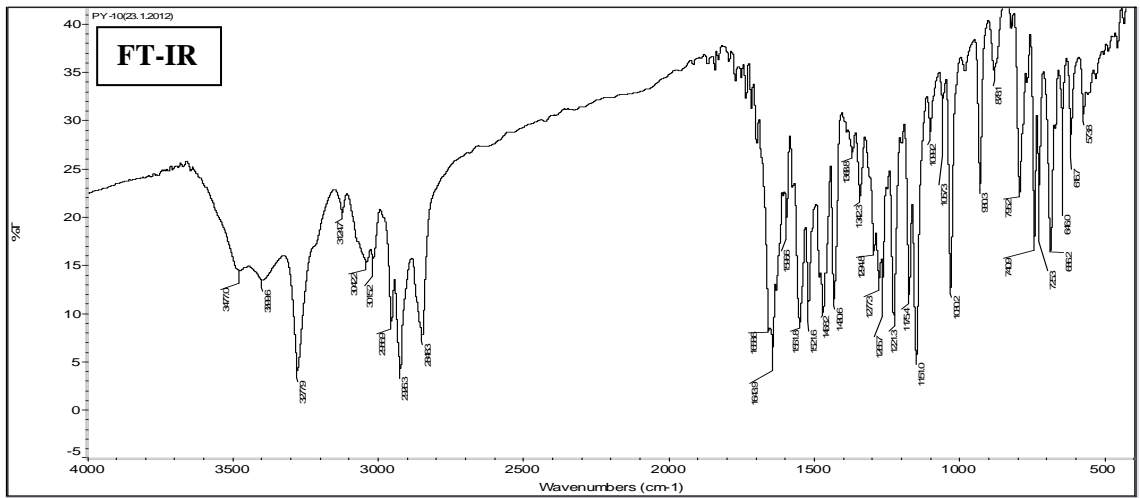
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 20



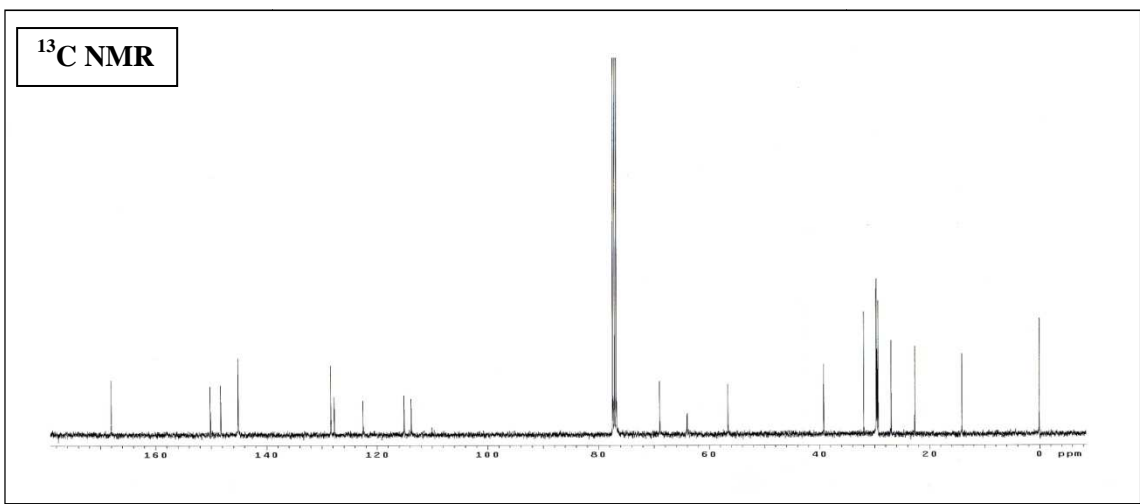
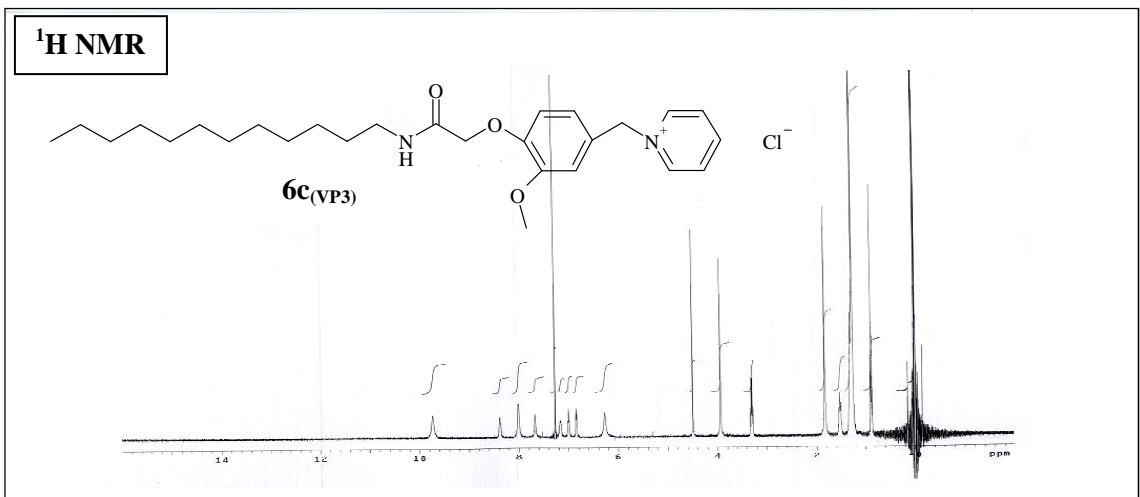
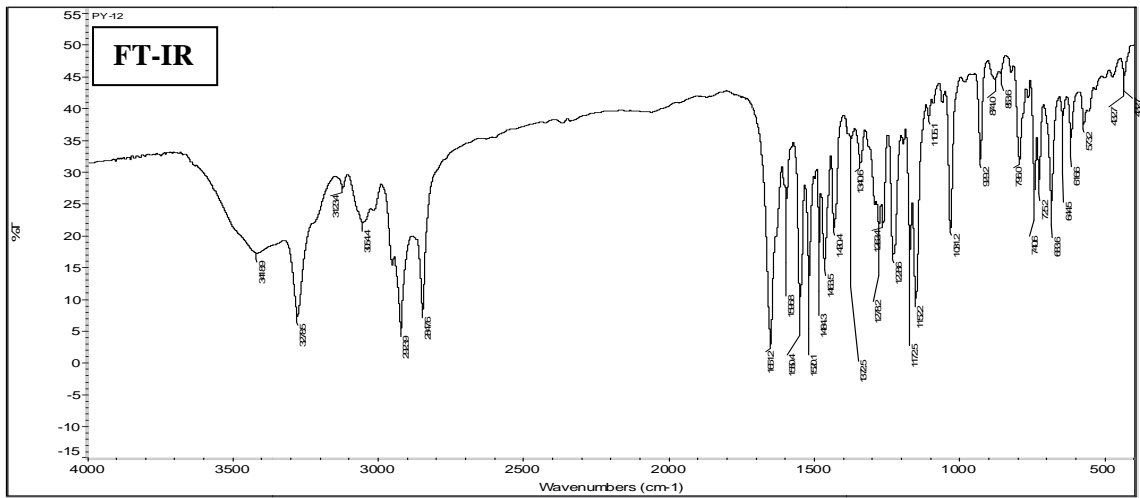
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 21



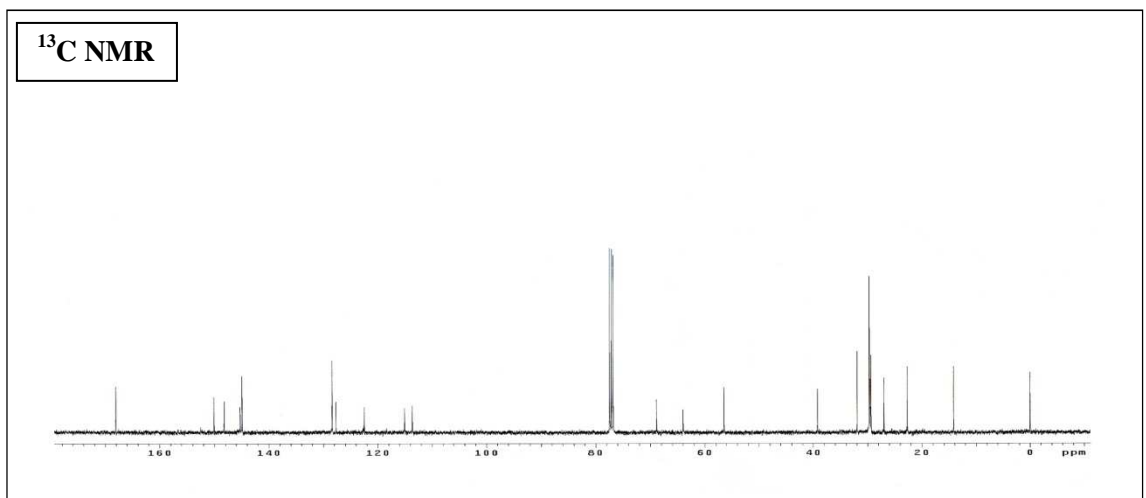
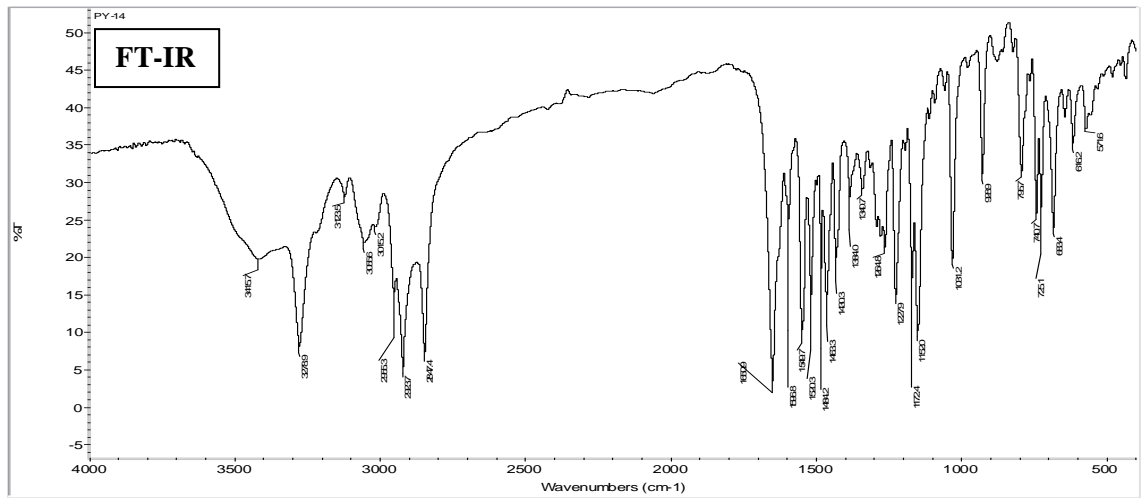
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 22



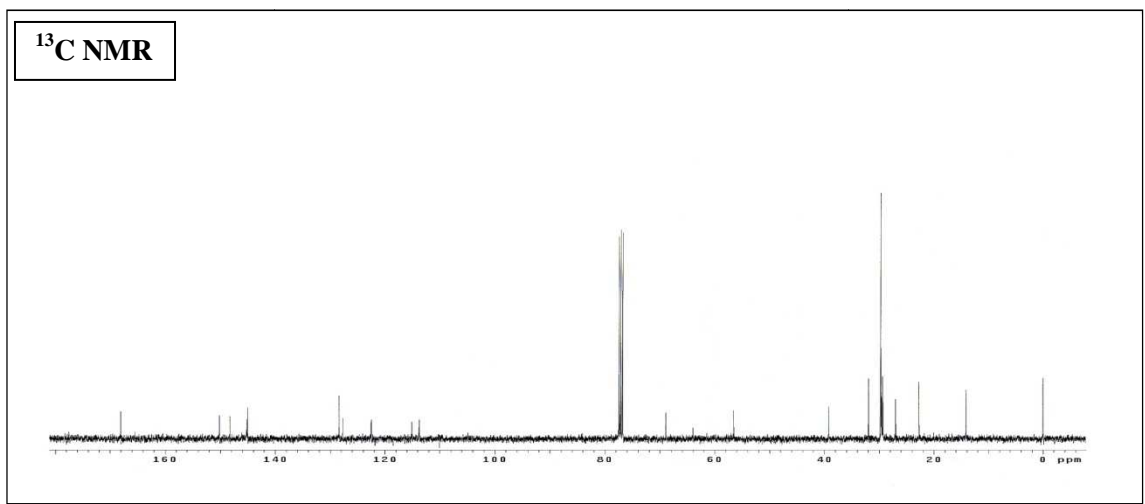
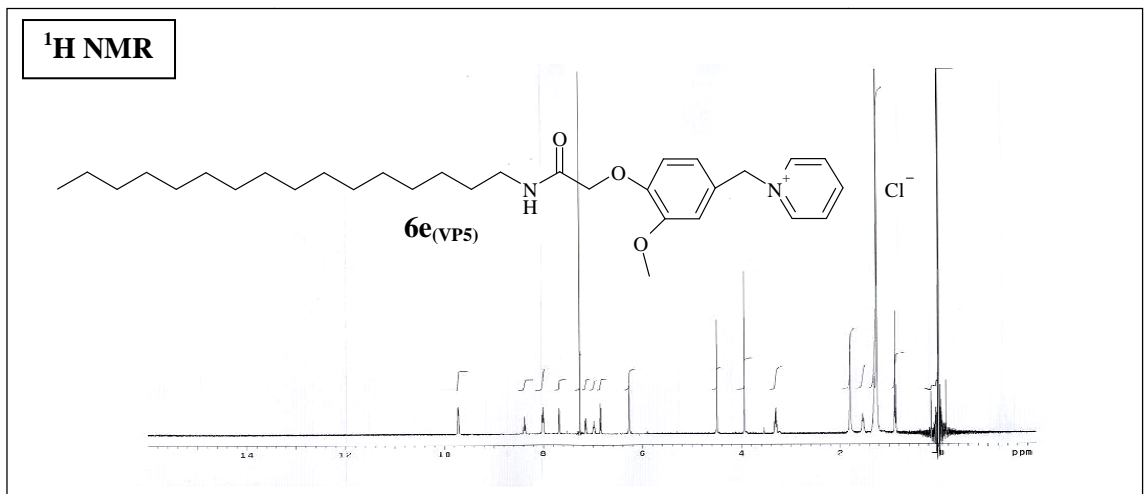
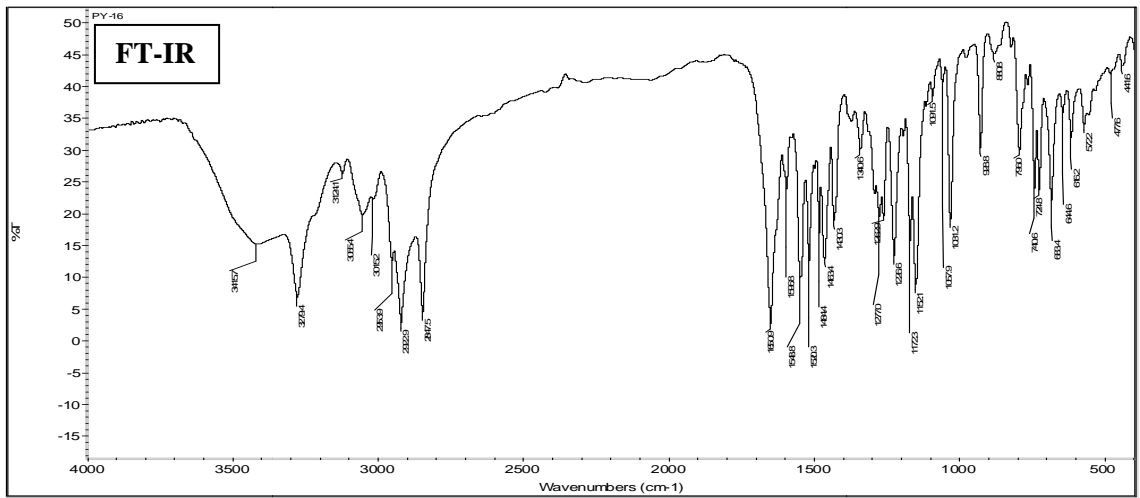
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 23



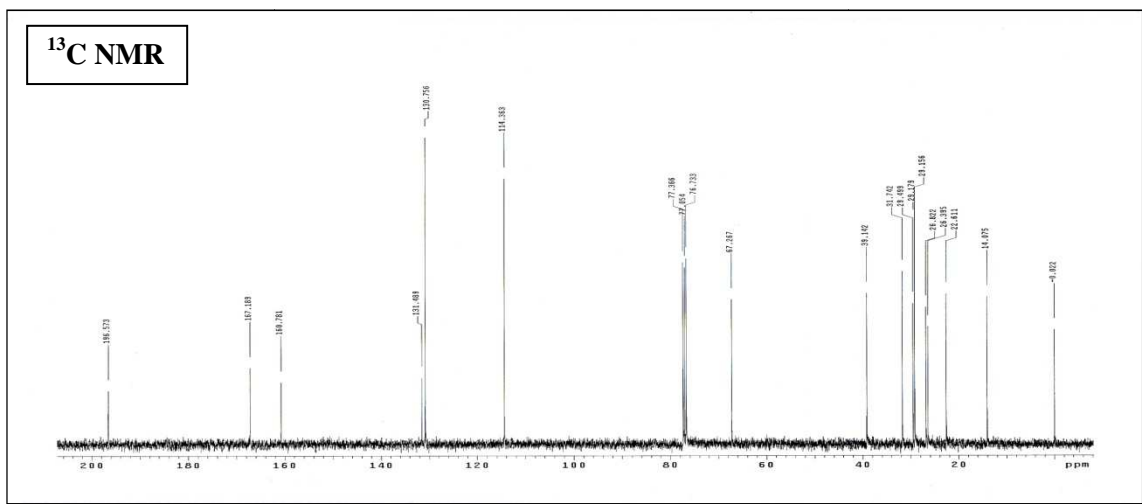
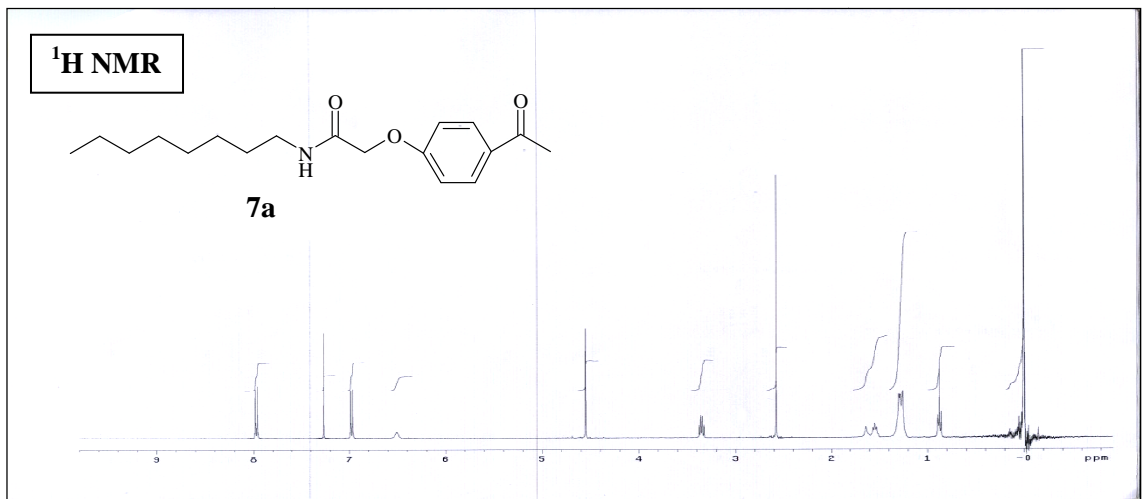
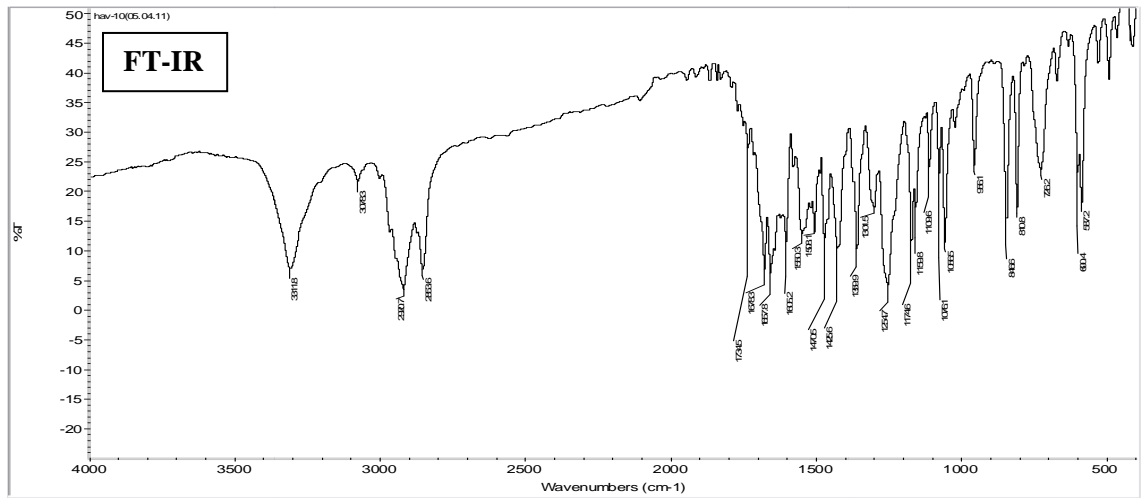
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 24



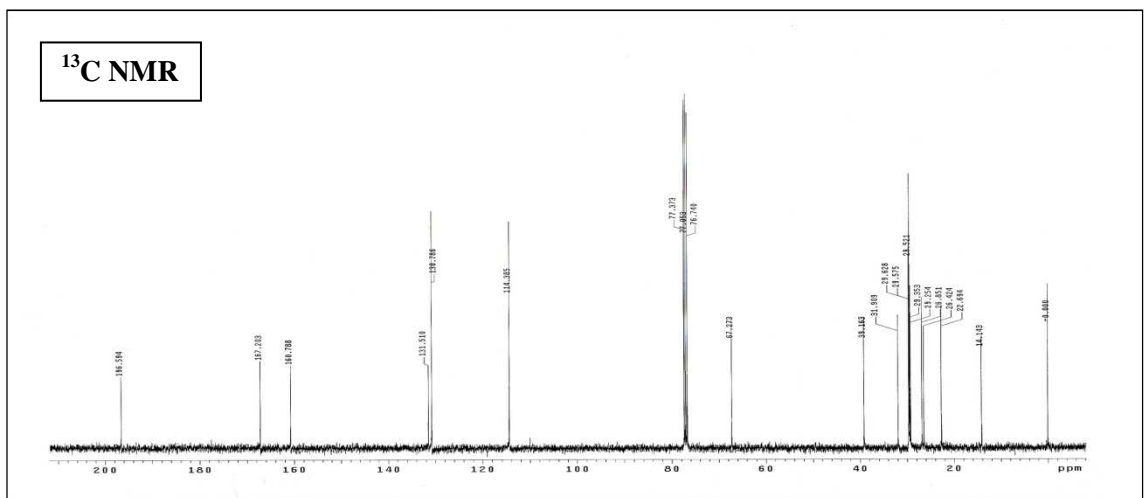
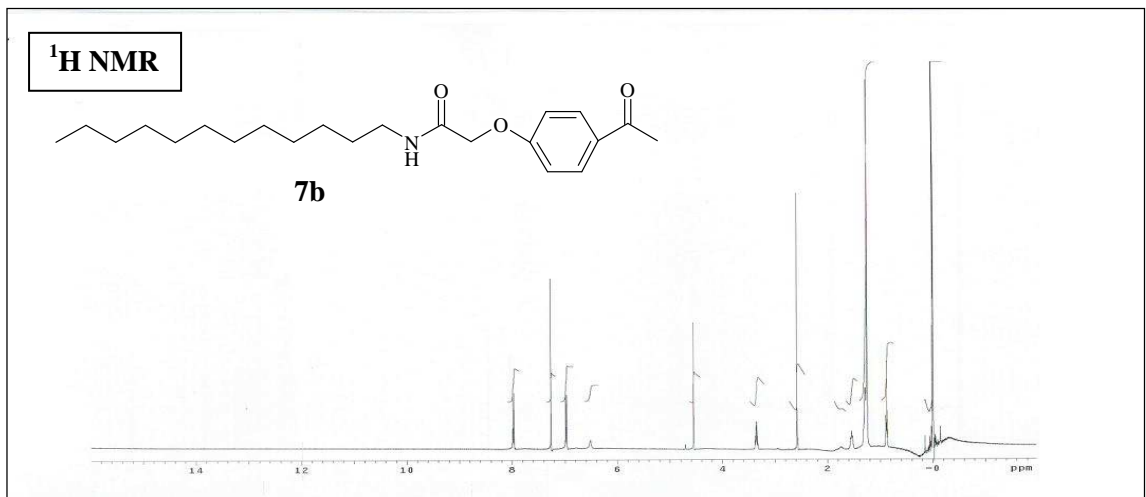
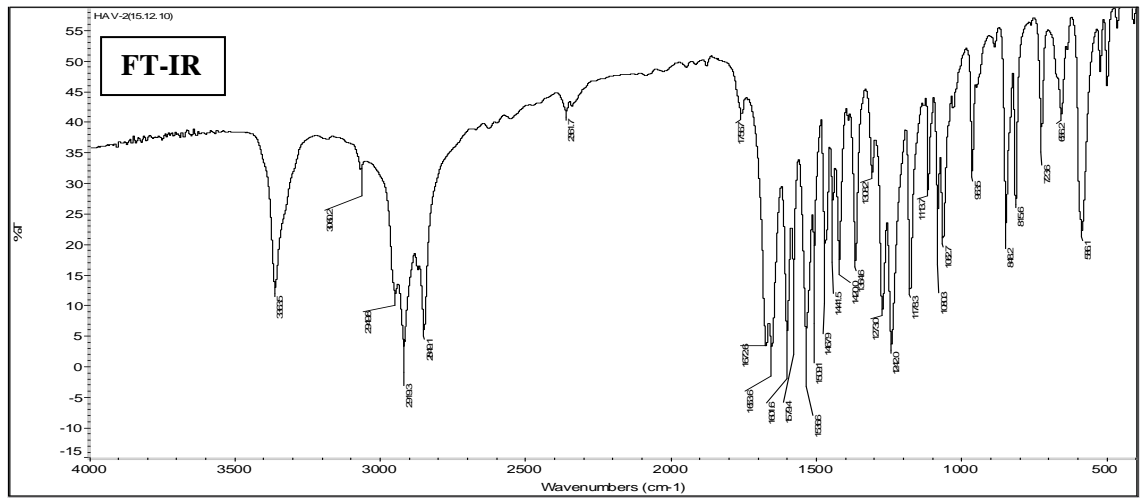
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 25



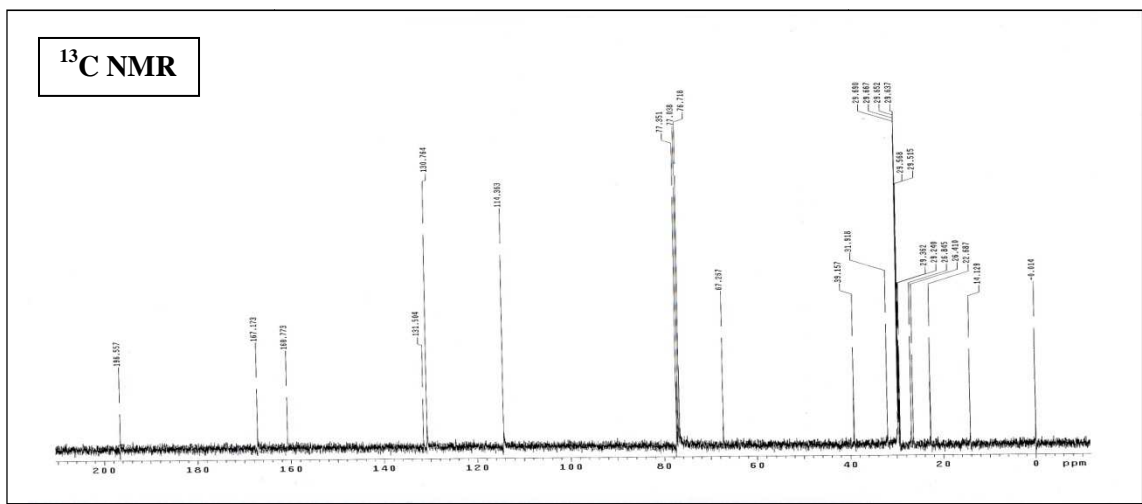
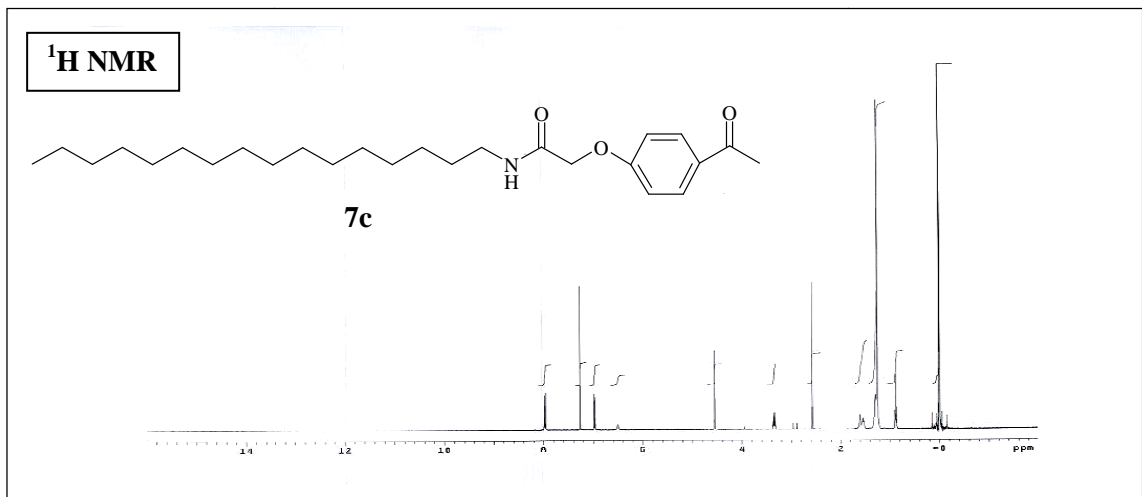
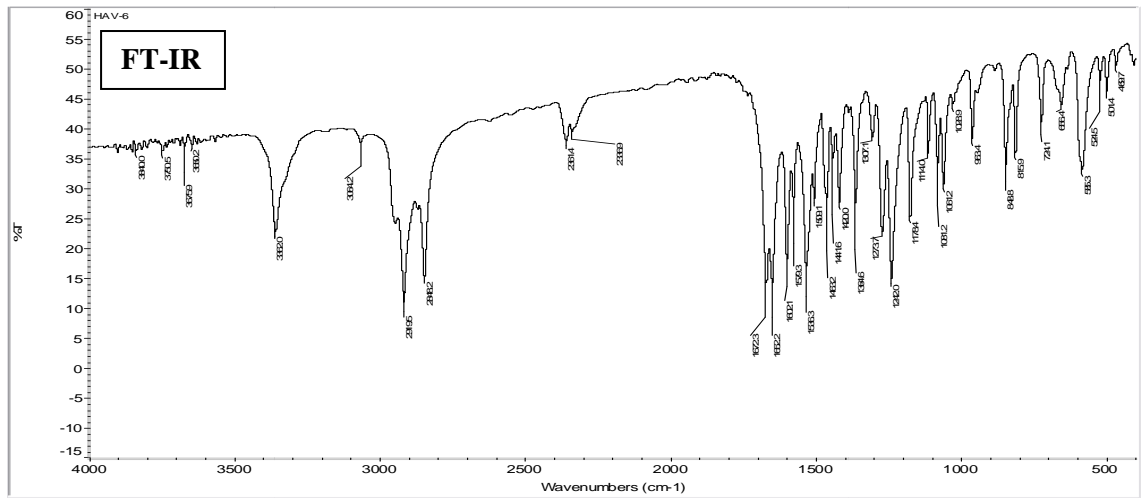
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 26



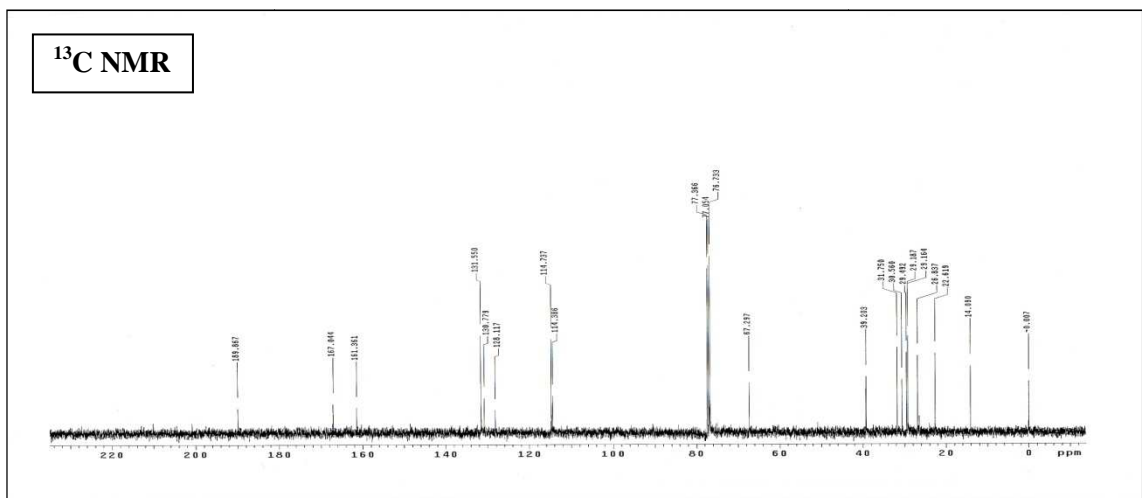
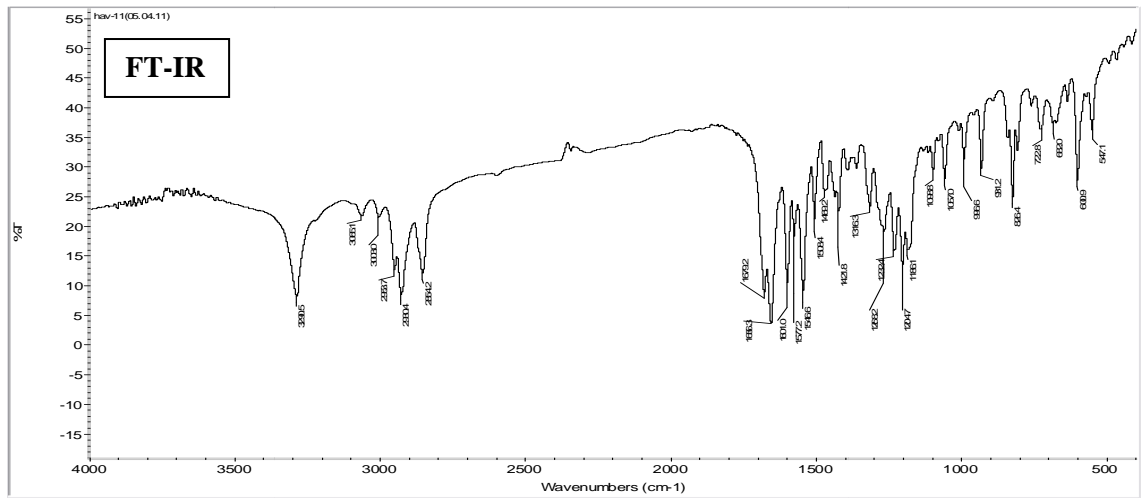
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 27



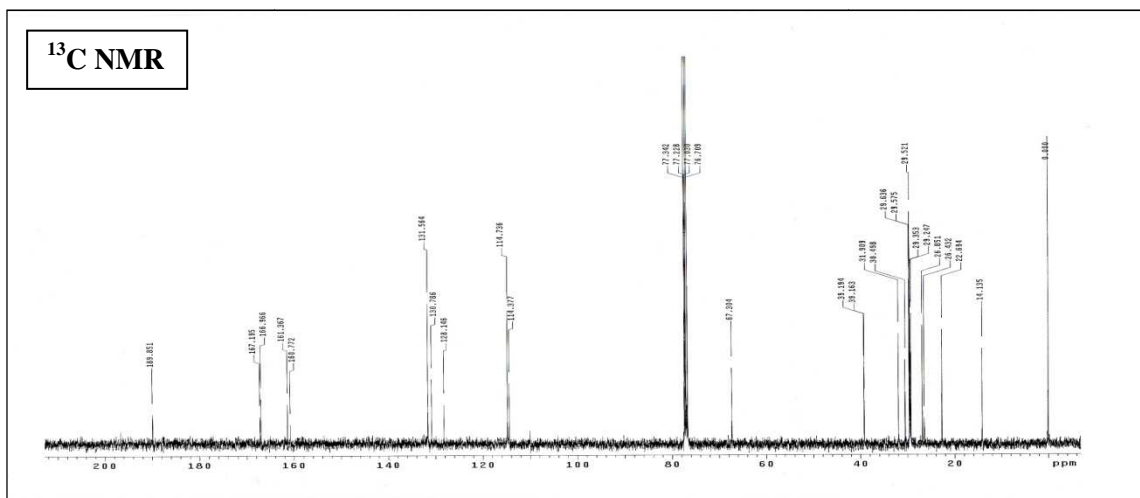
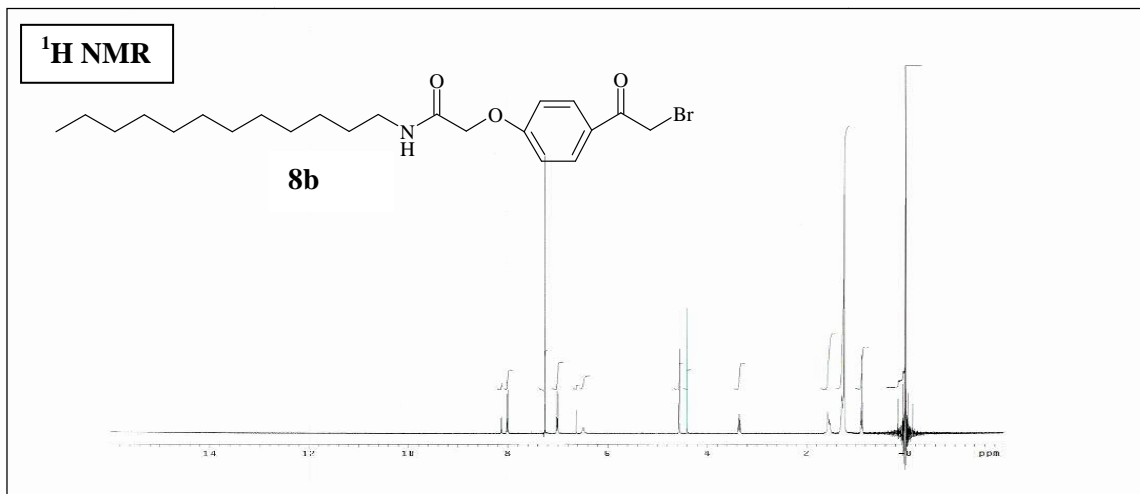
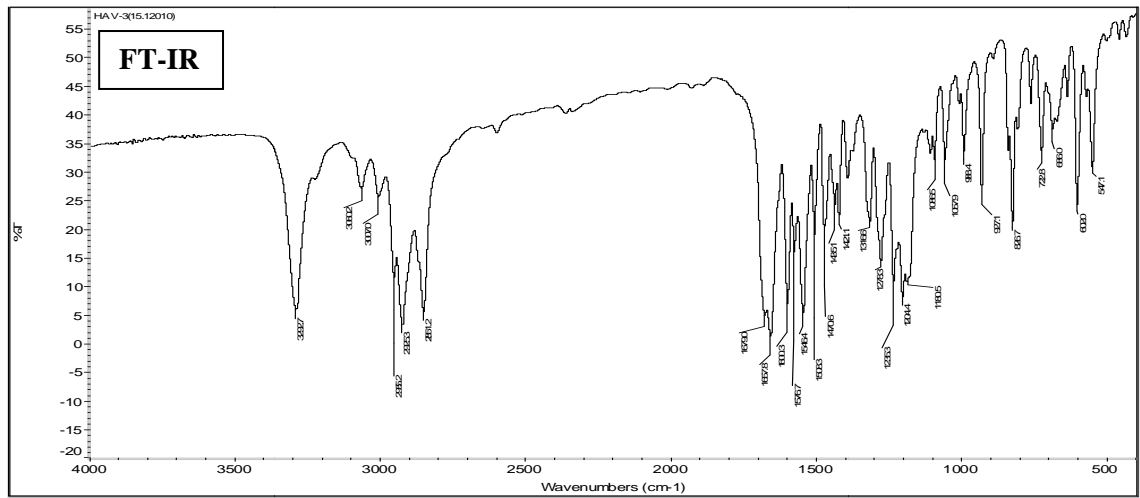
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 28



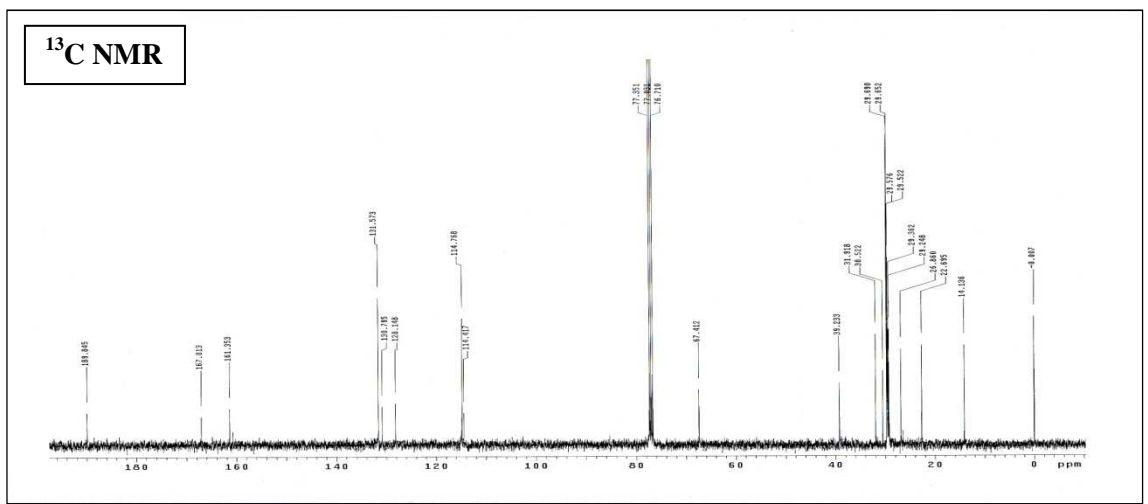
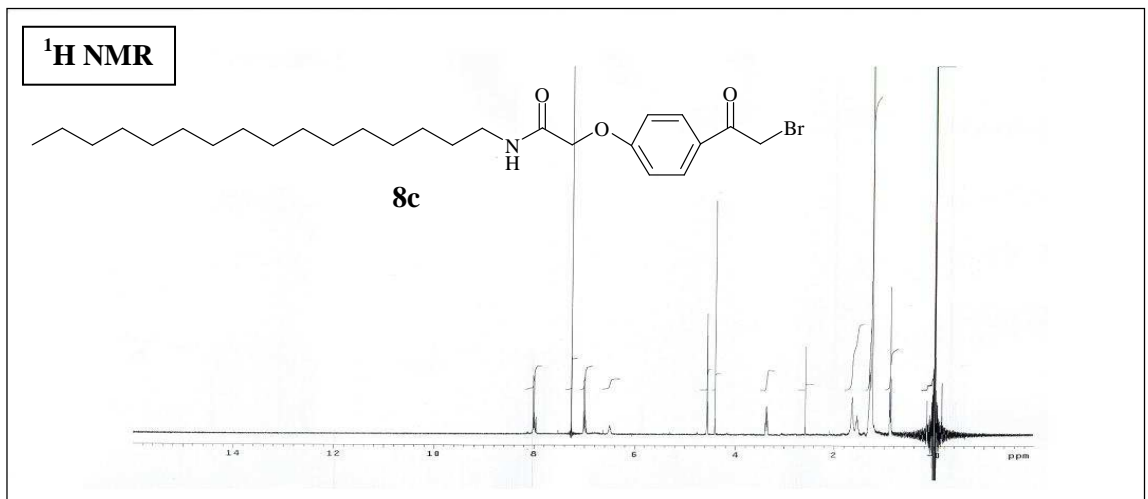
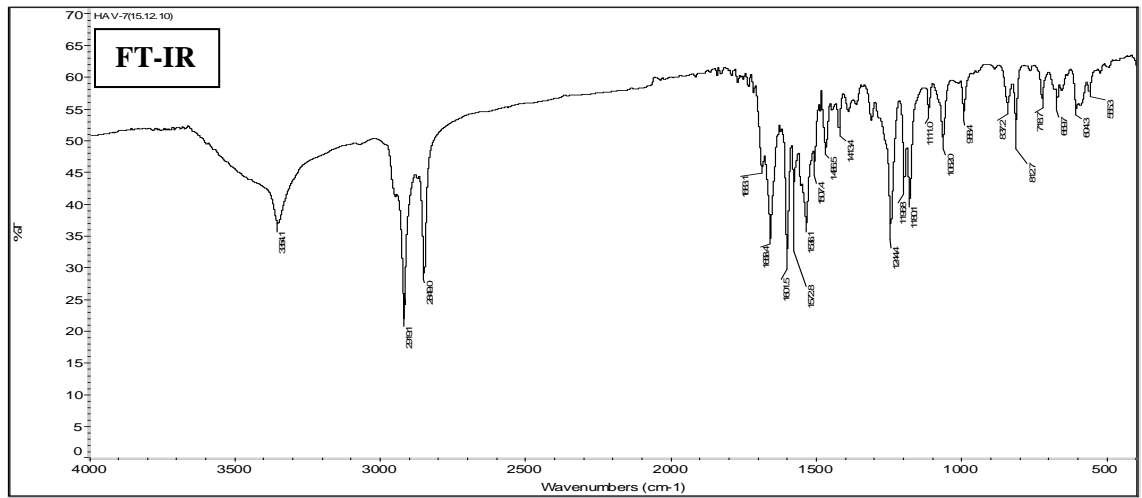
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 29



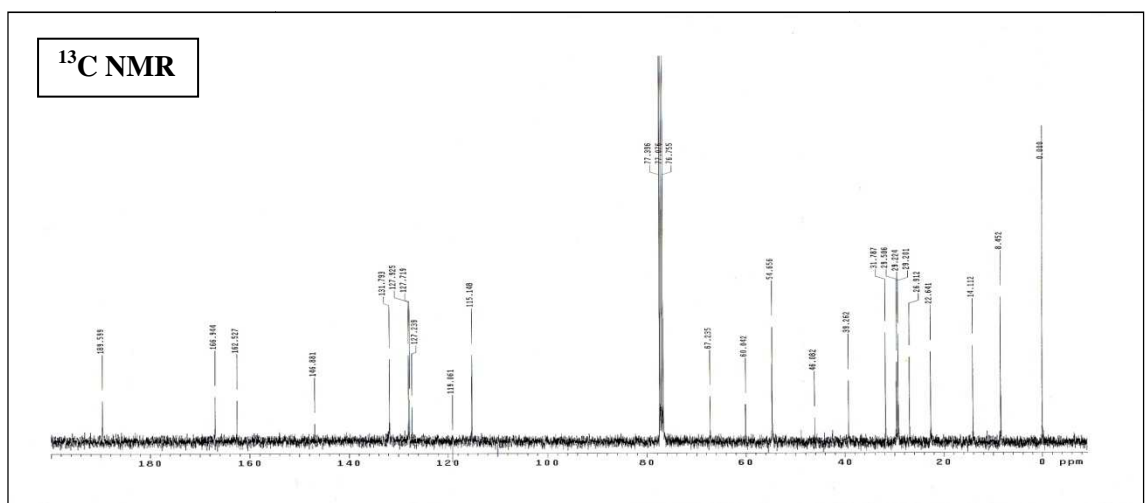
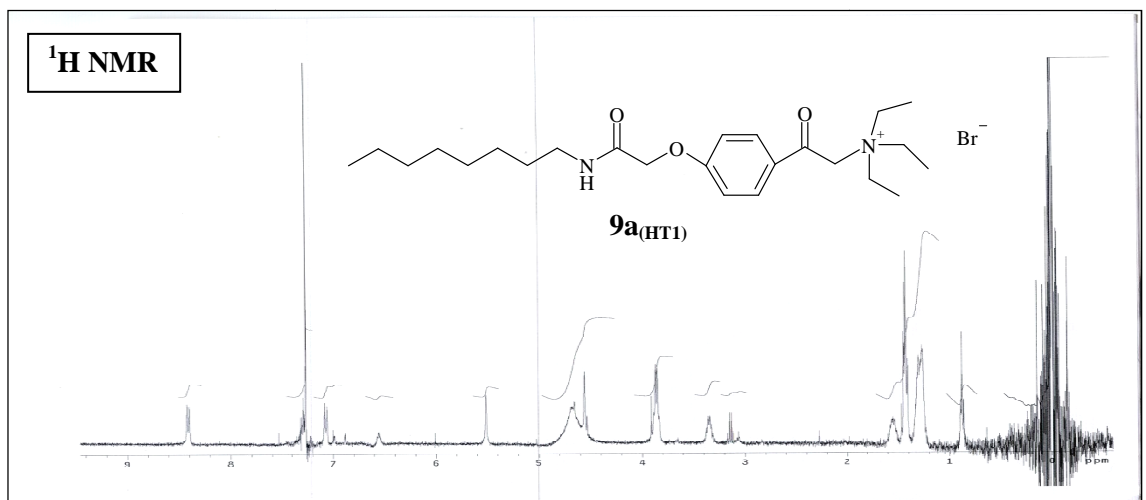
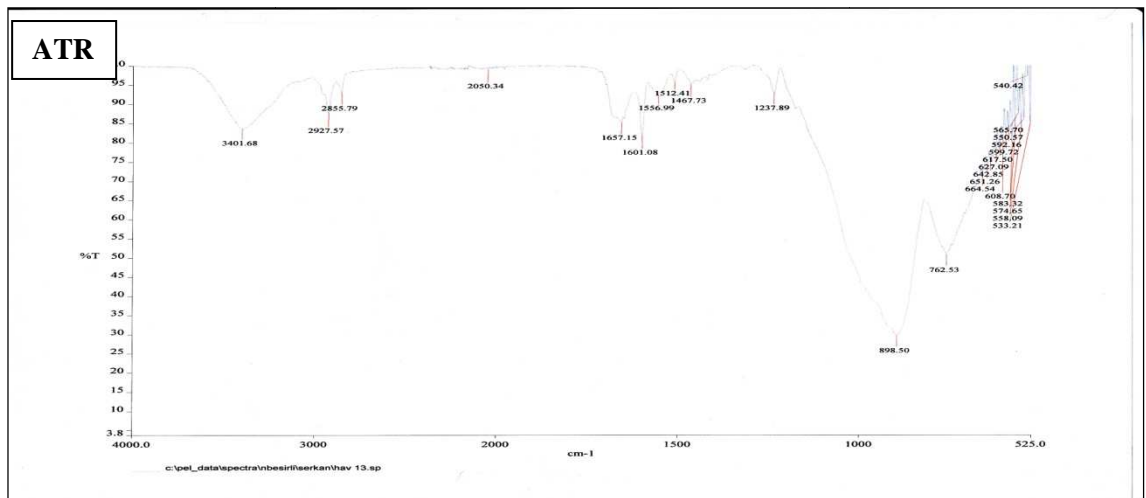
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 30



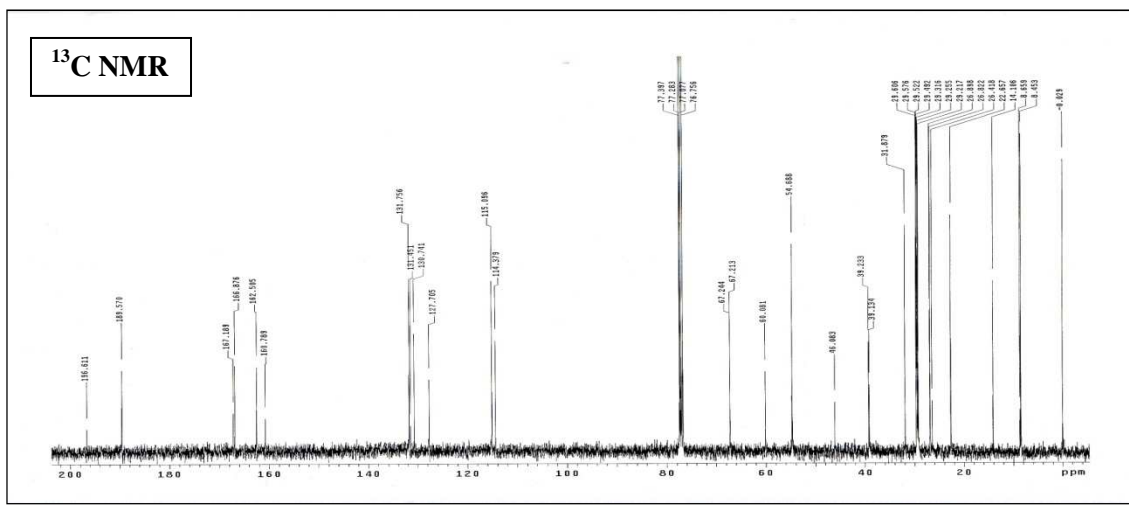
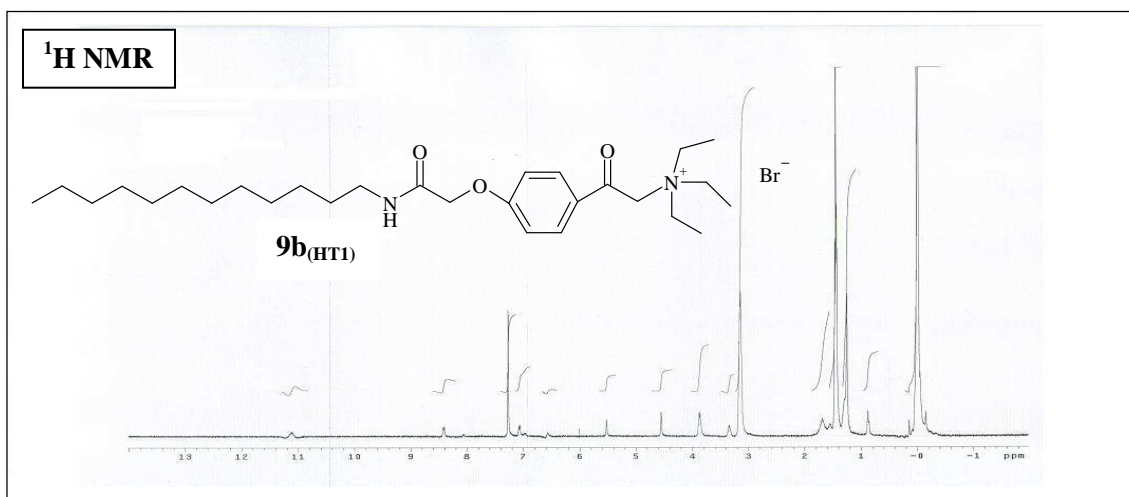
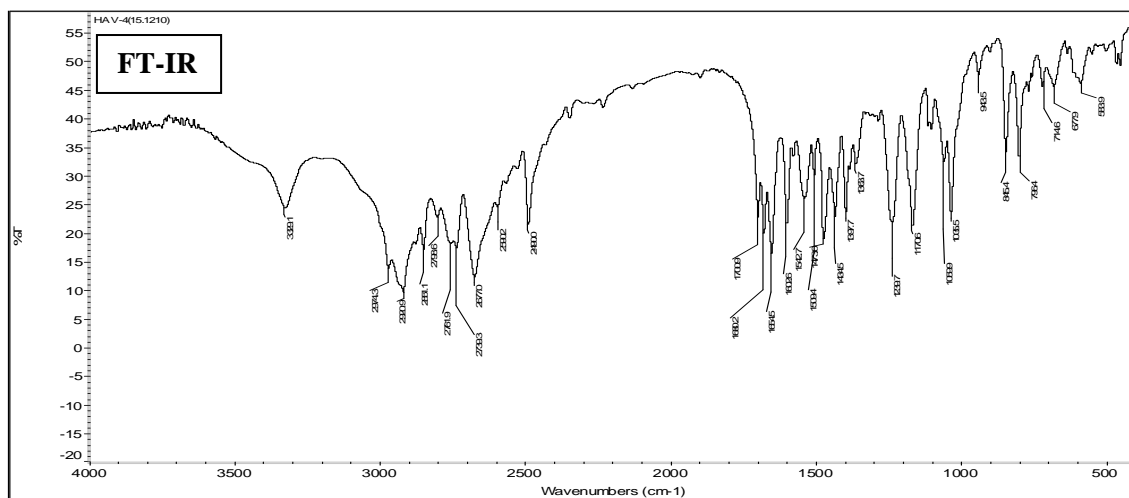
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 31



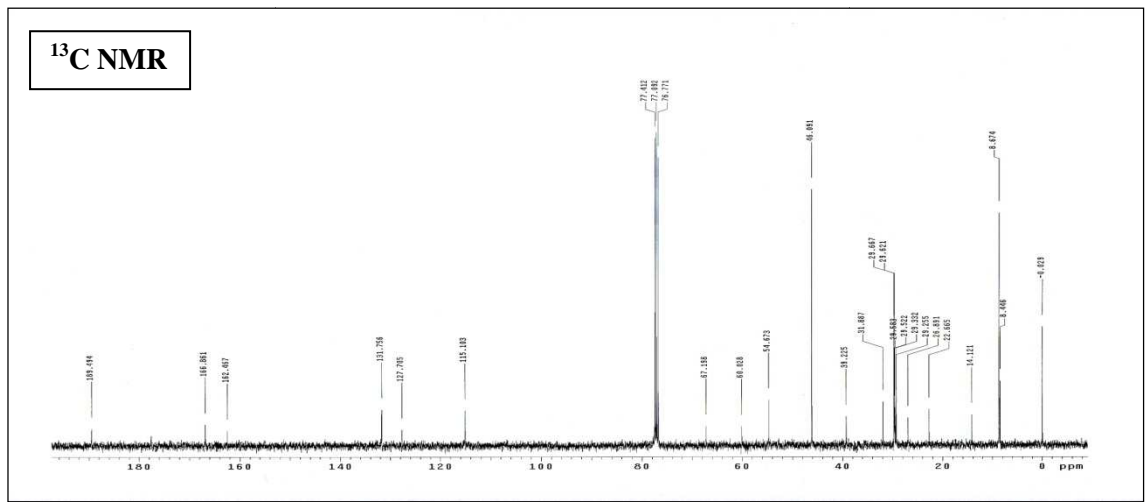
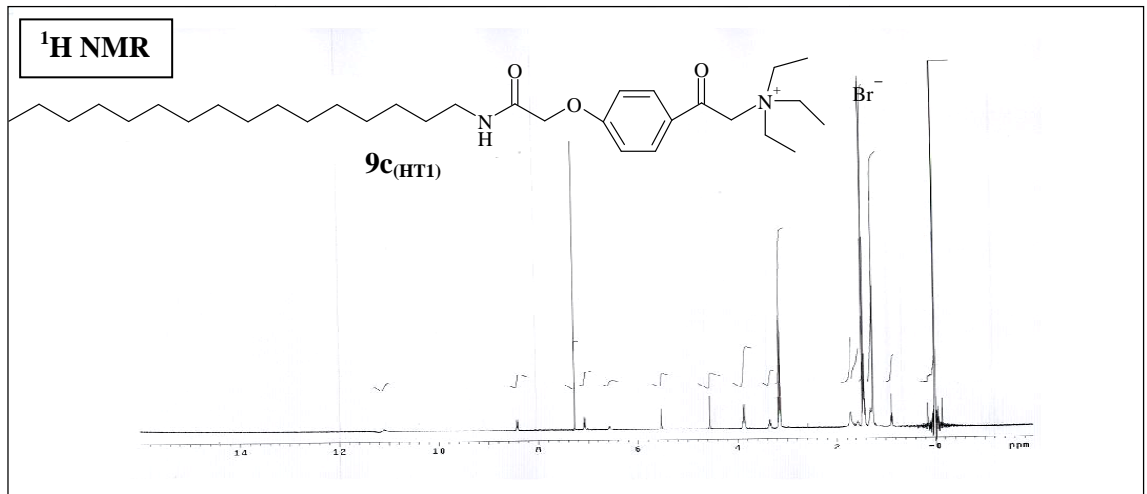
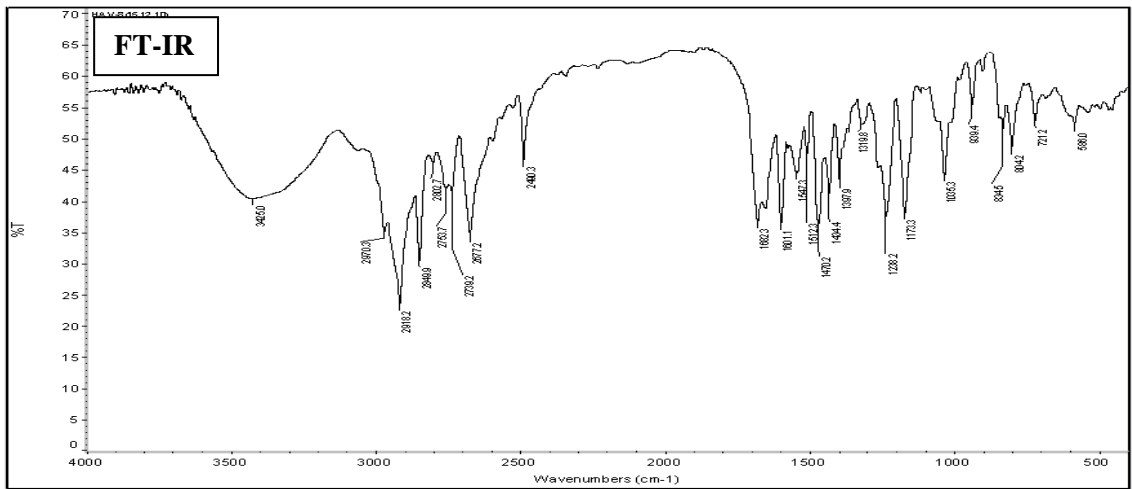
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 32



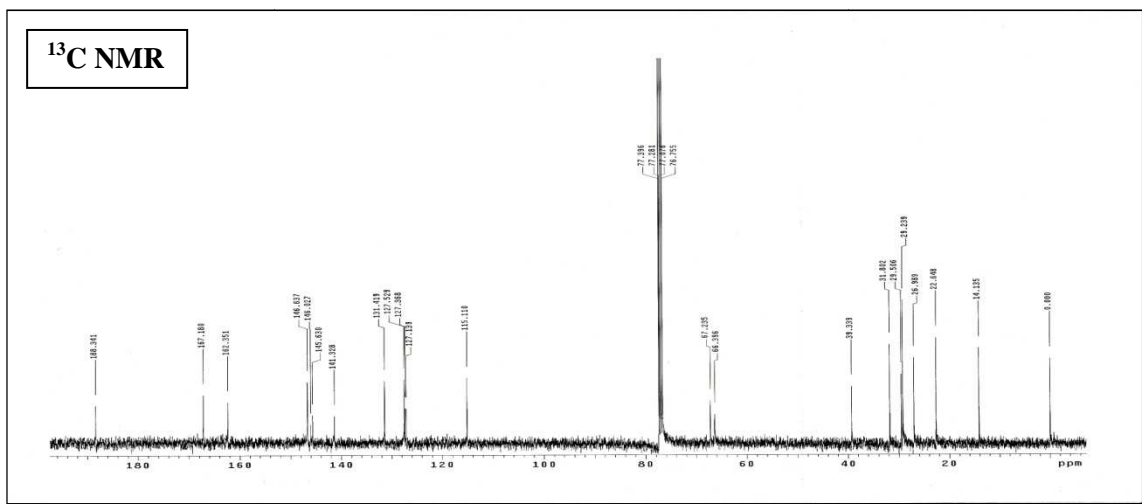
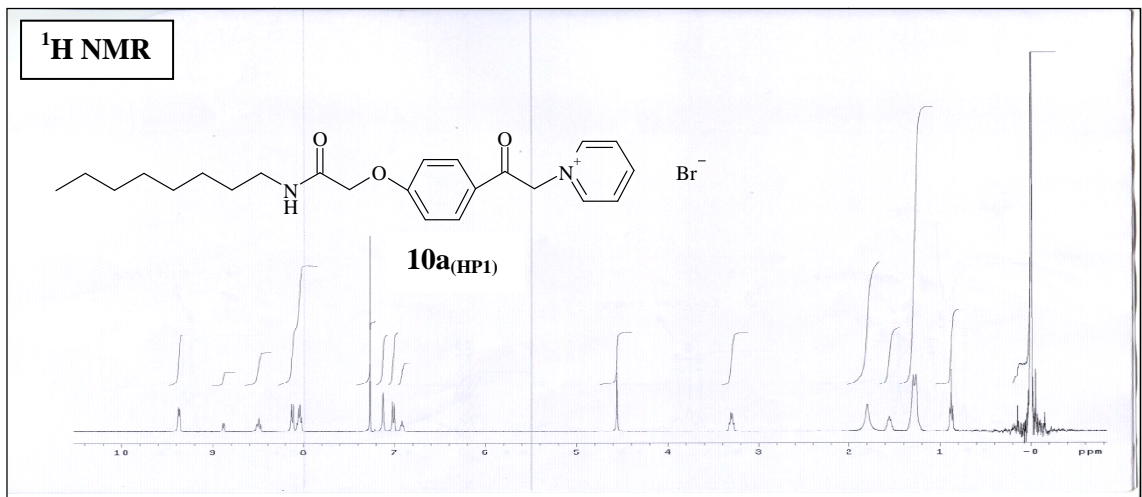
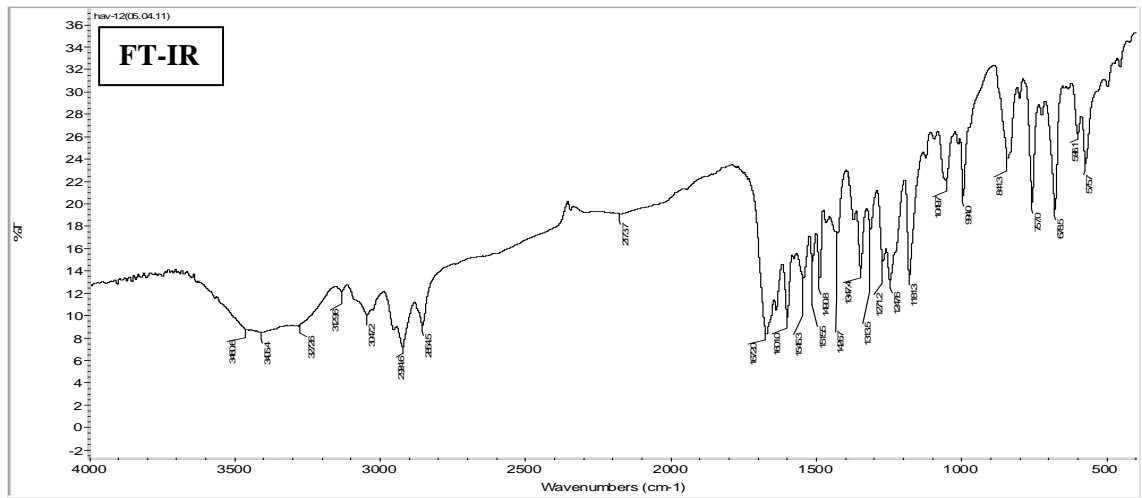
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 33



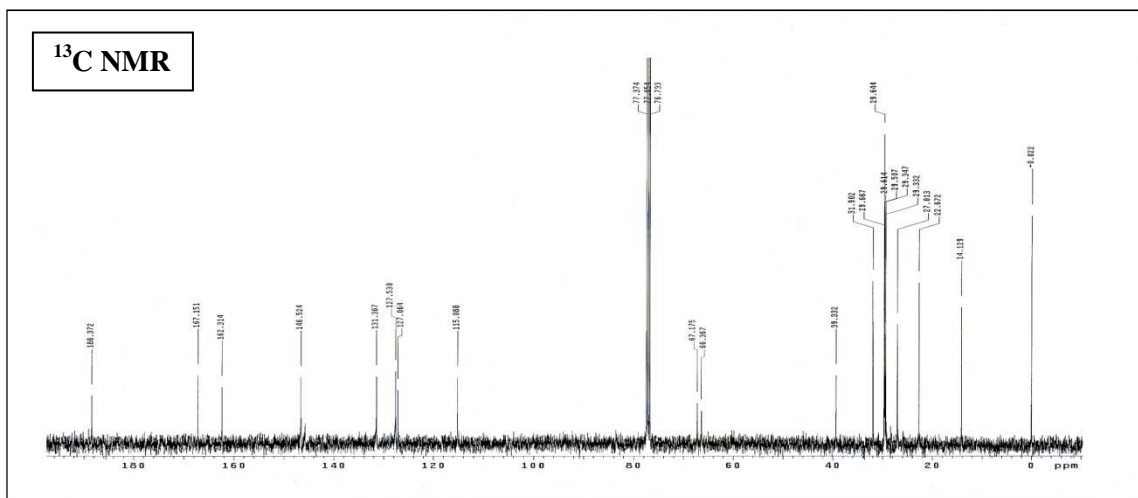
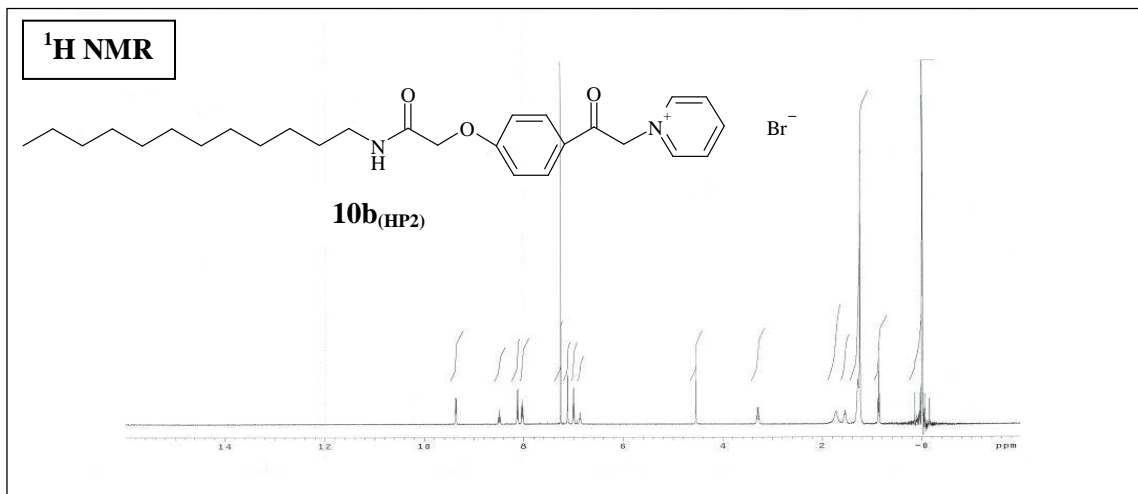
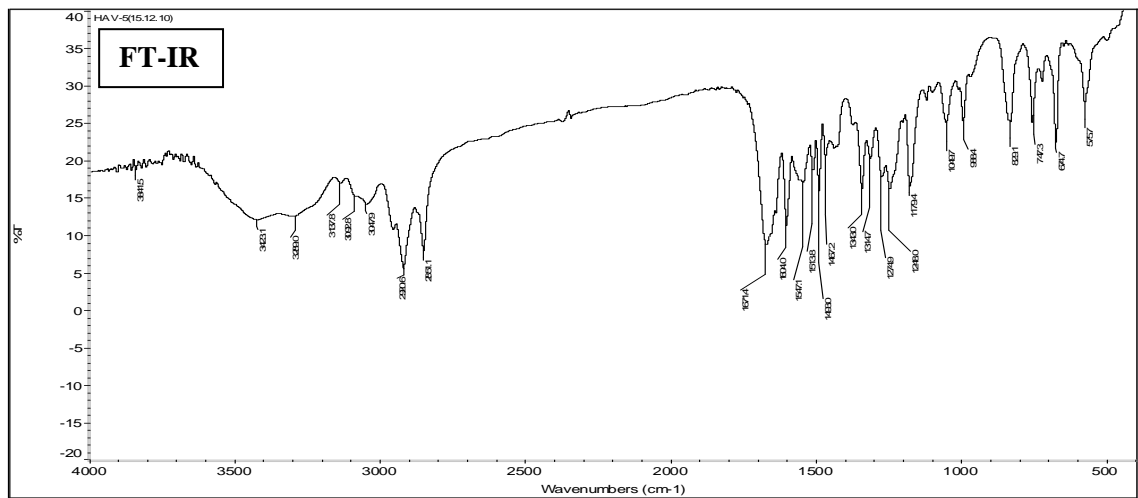
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 34



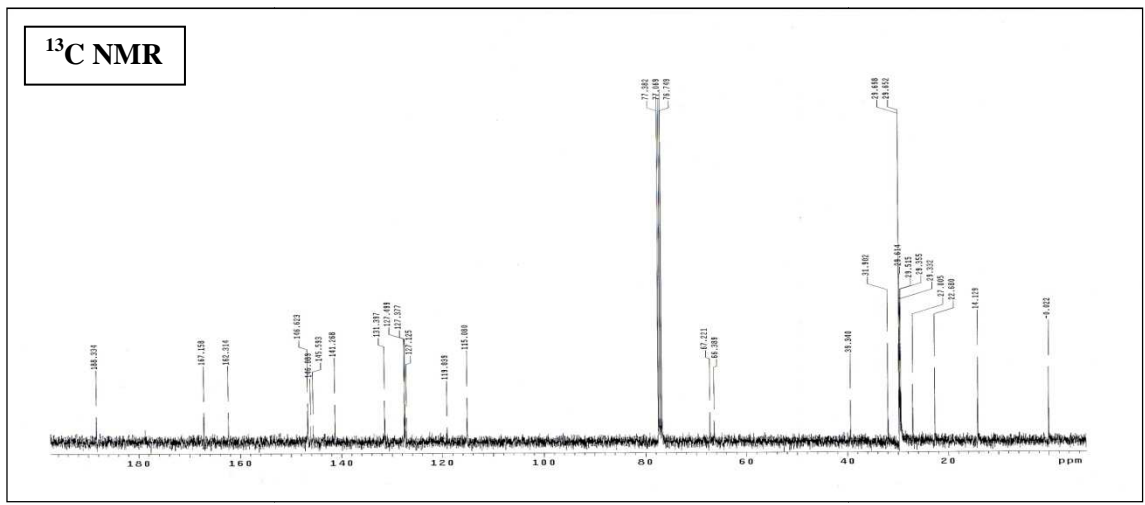
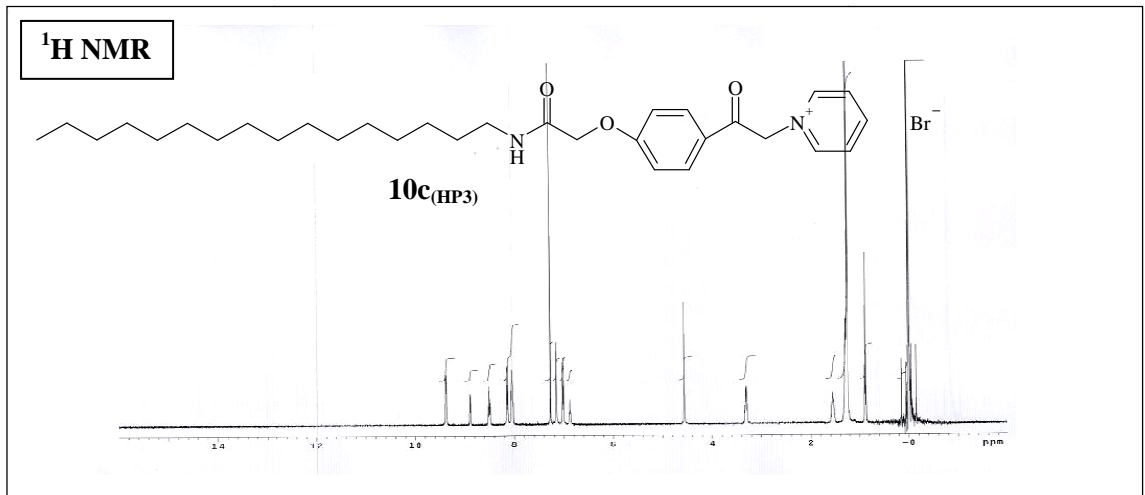
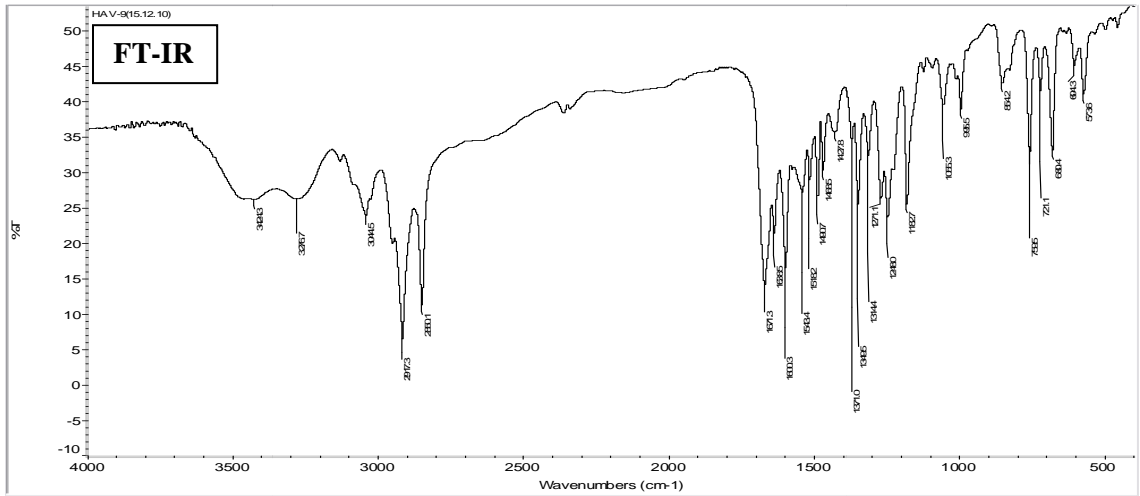
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 35



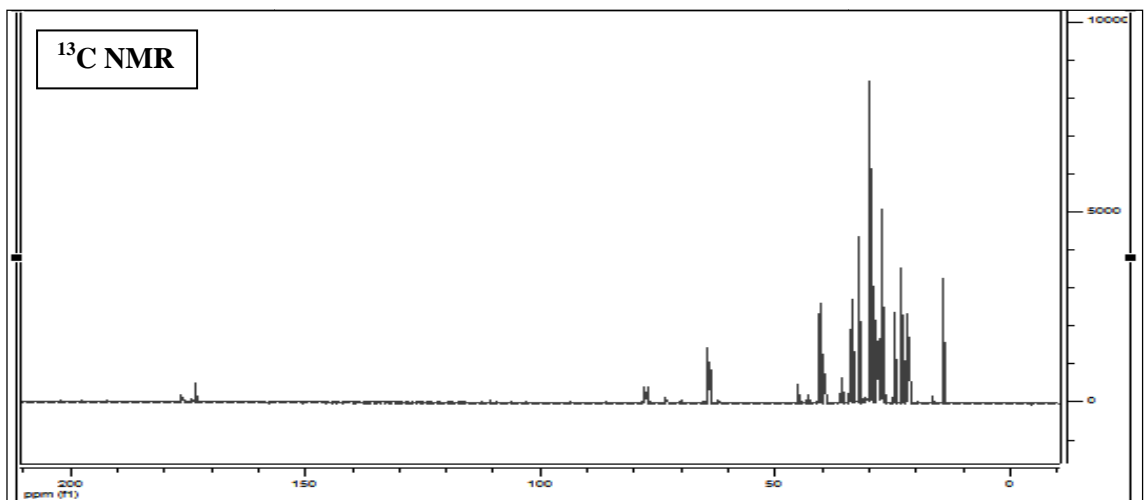
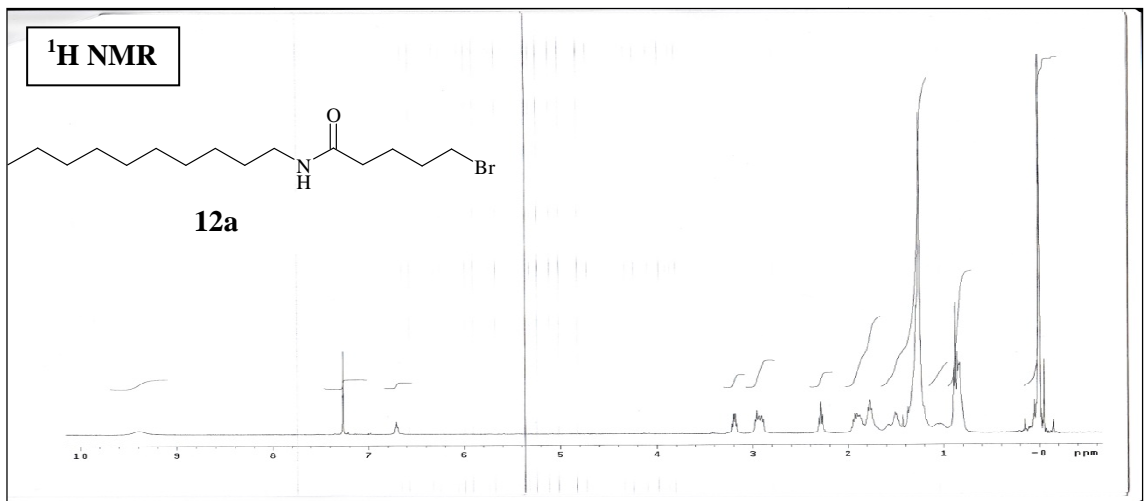
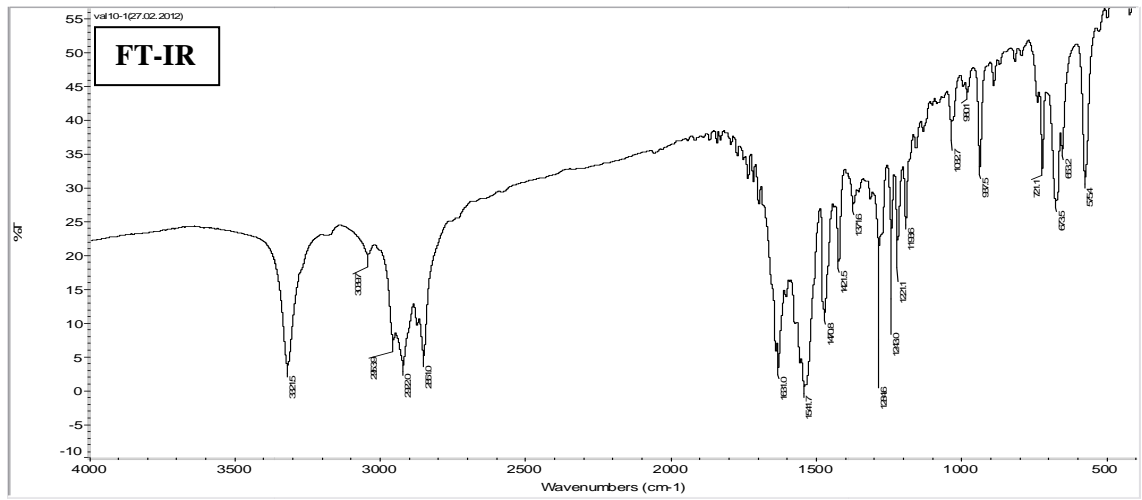
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 36



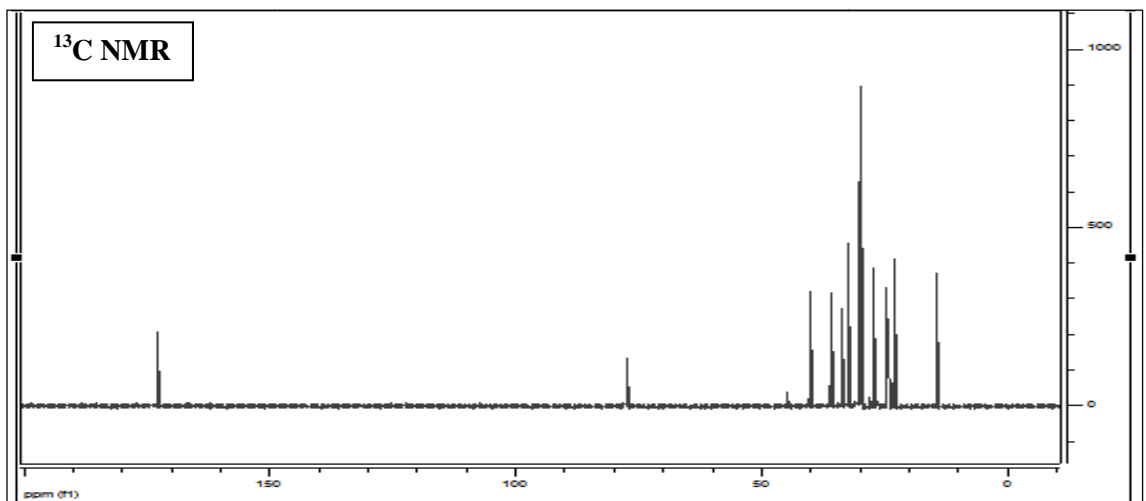
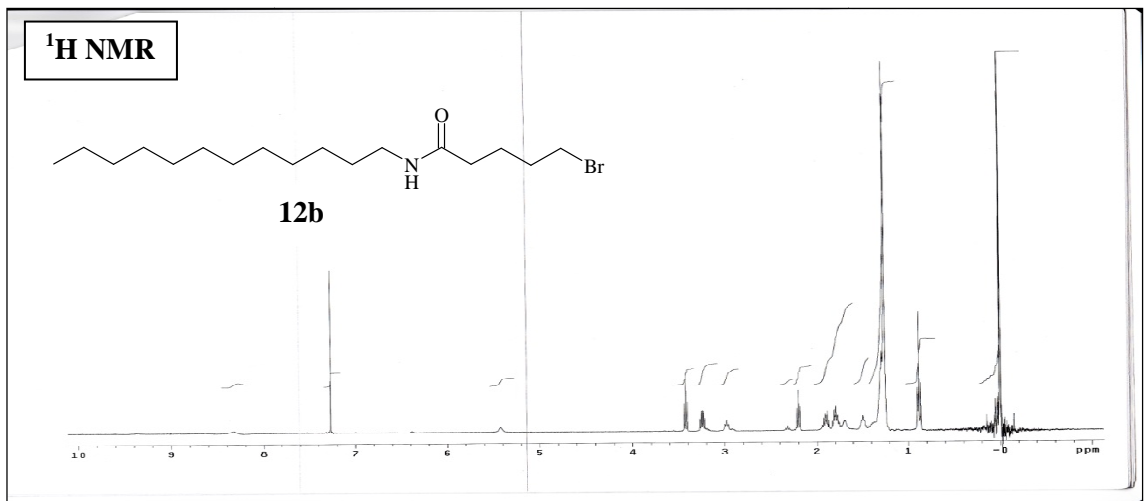
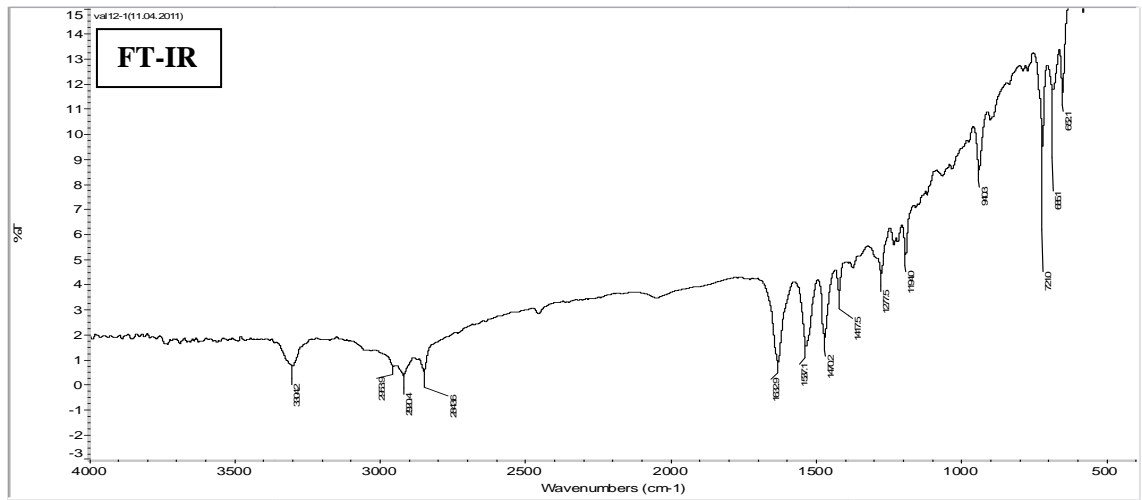
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 37



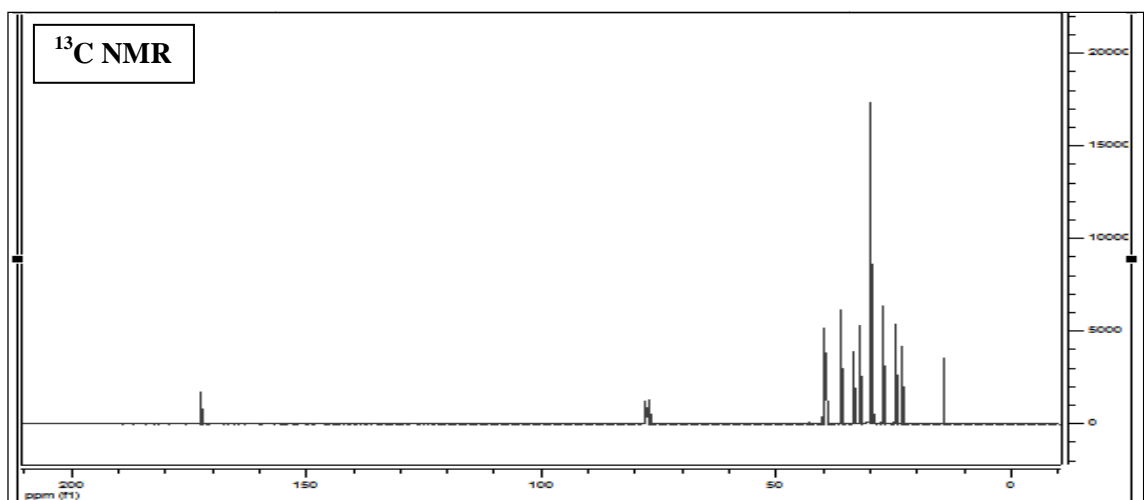
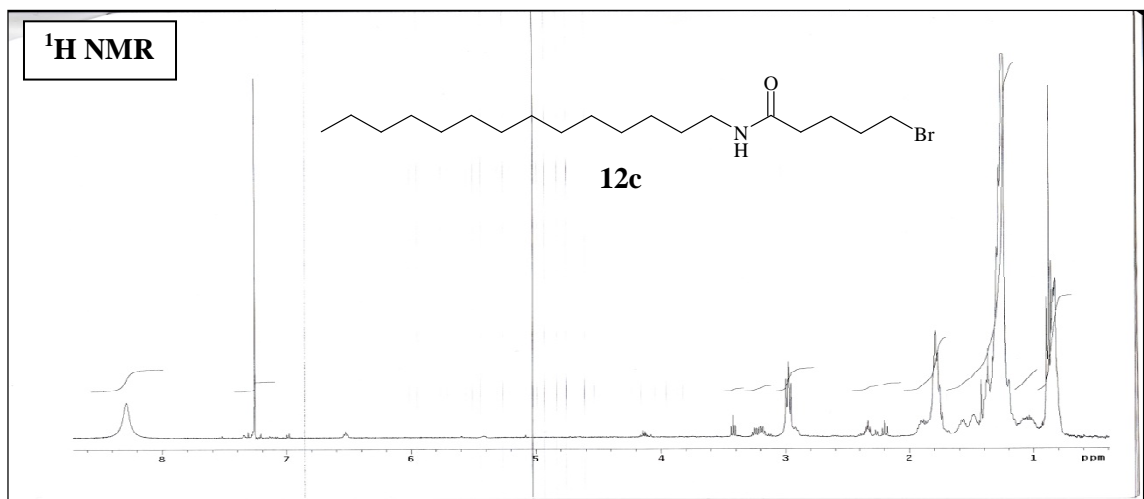
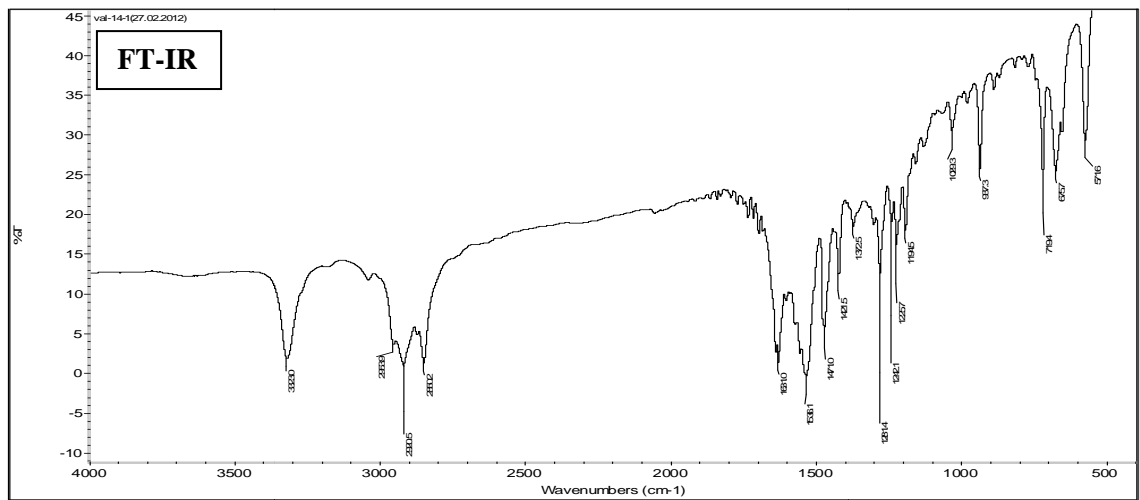
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 38



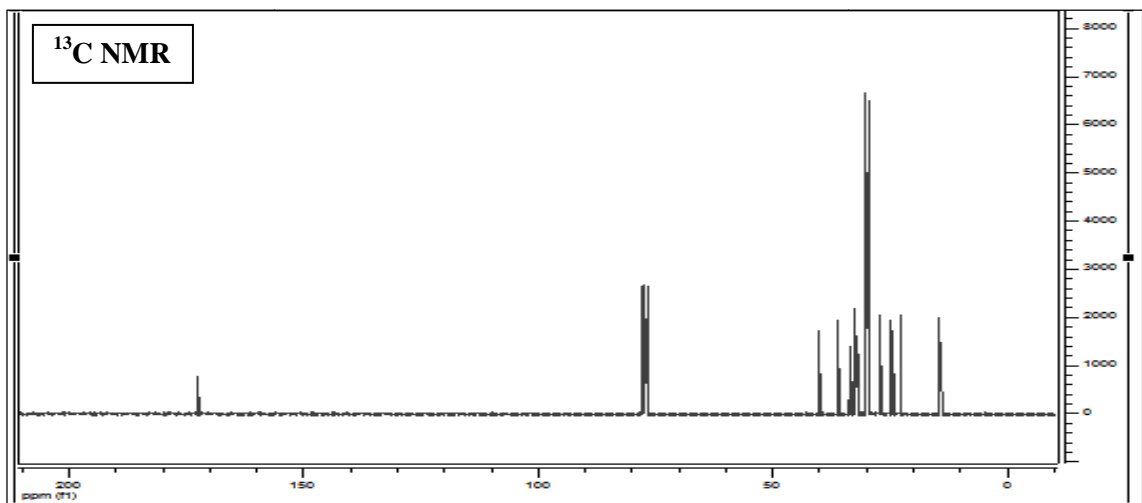
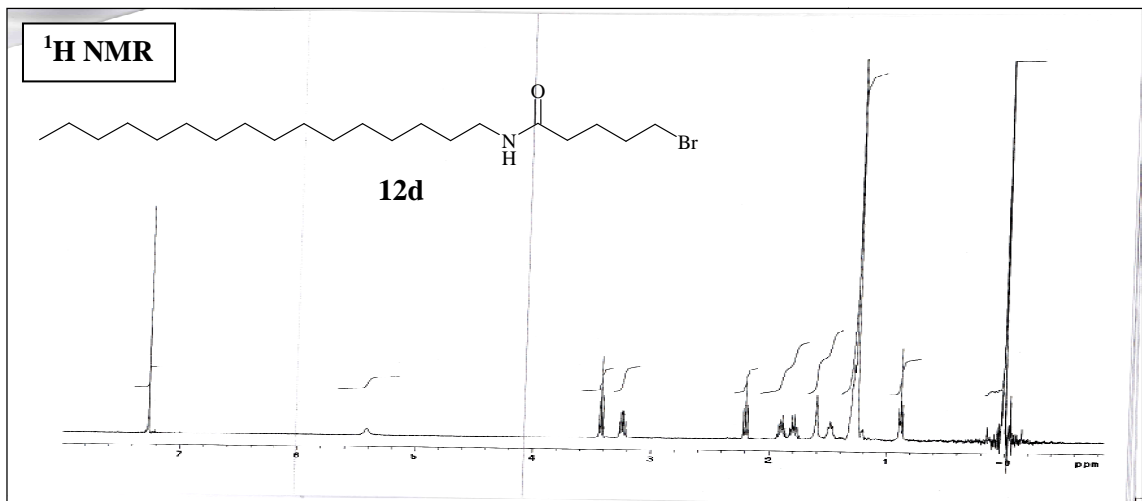
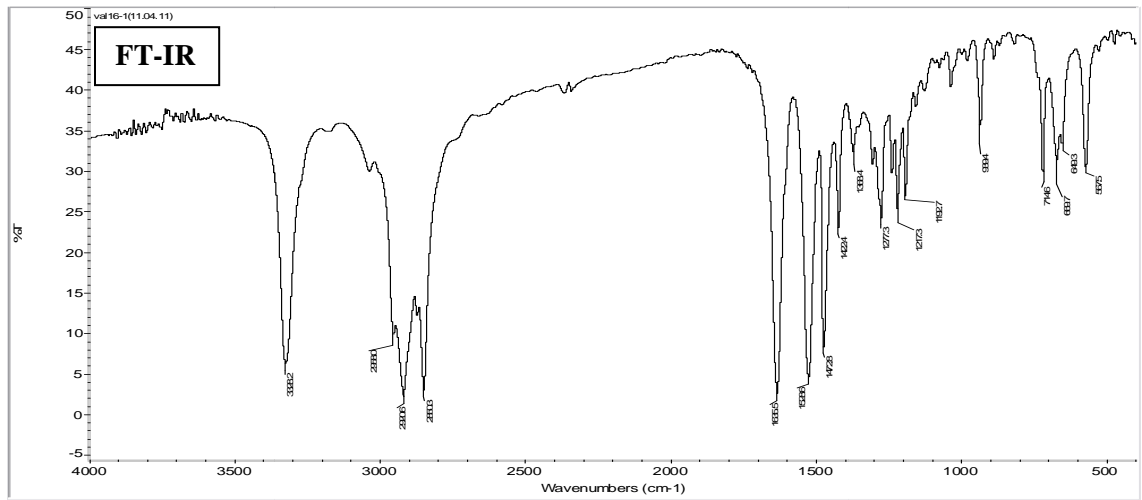
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 39



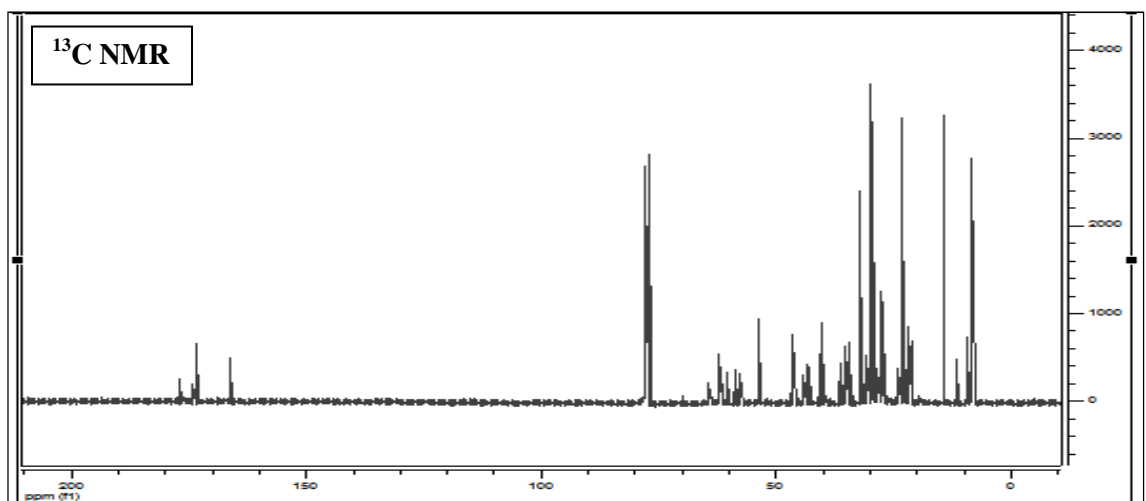
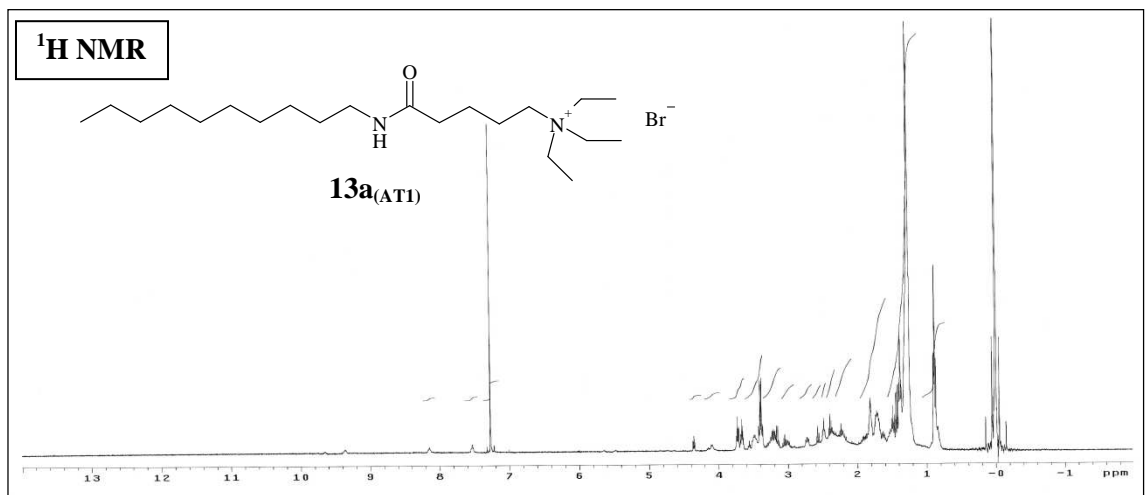
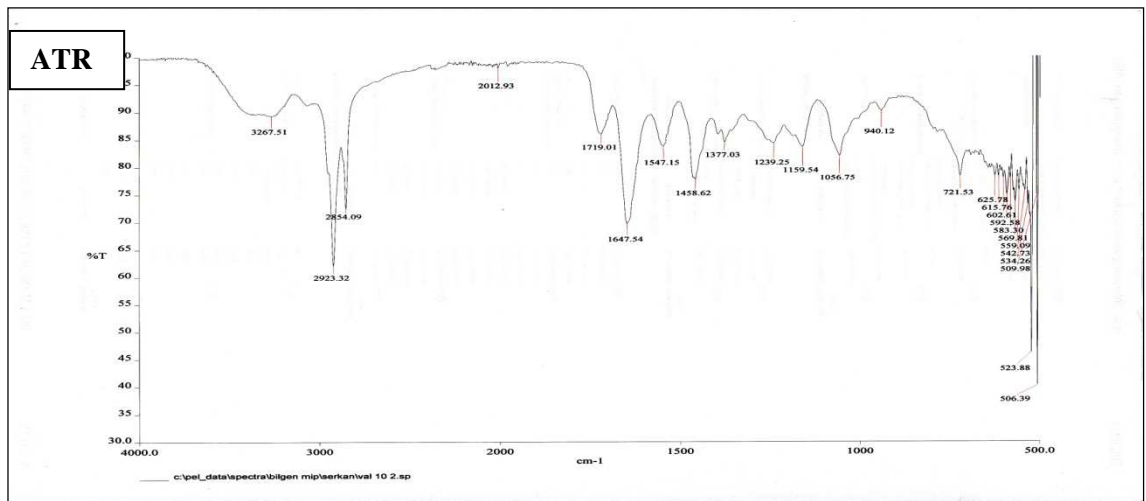
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 40



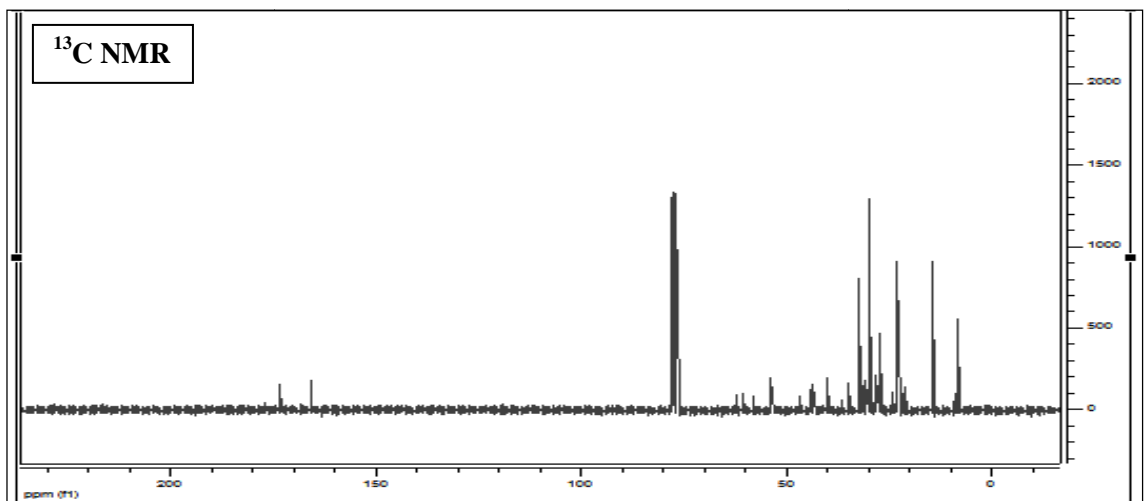
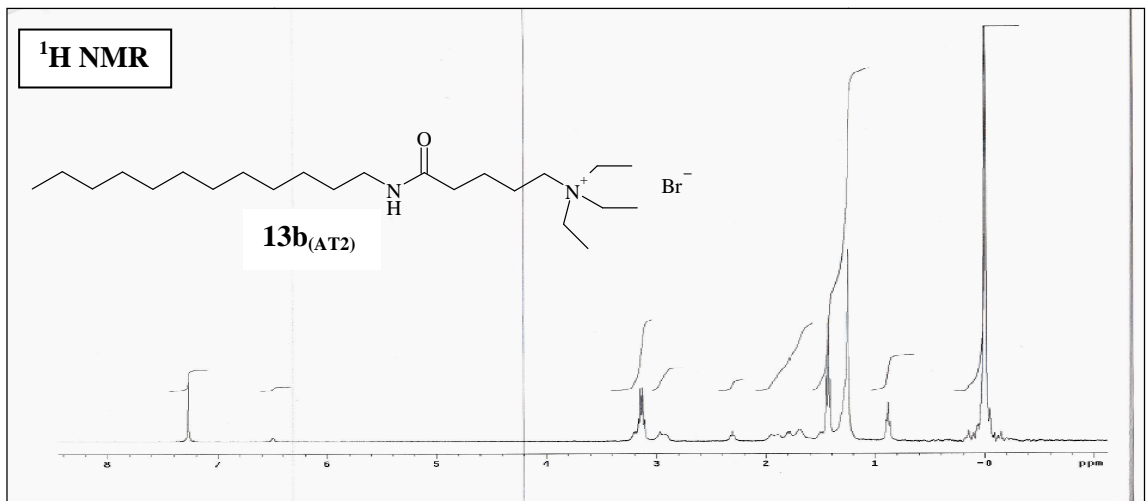
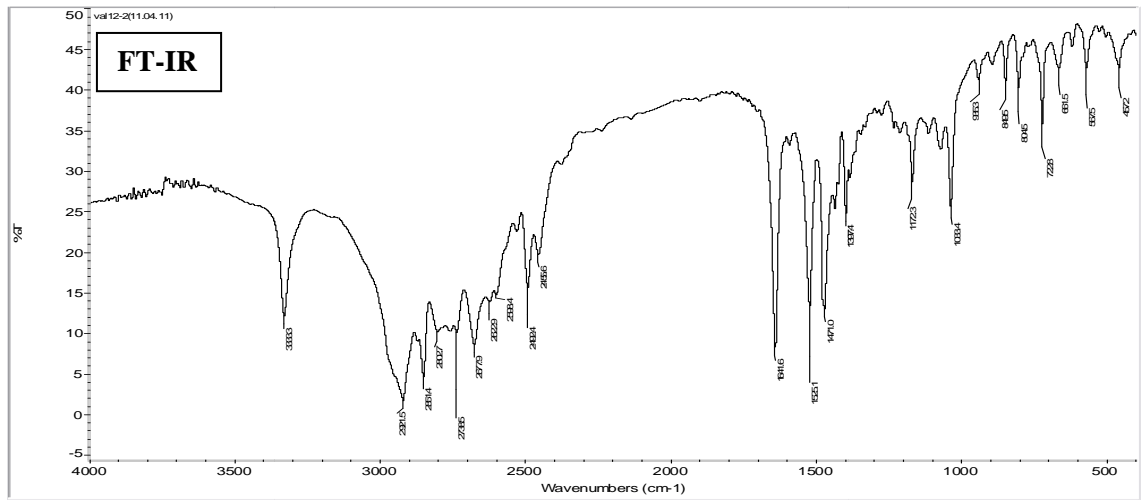
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 41



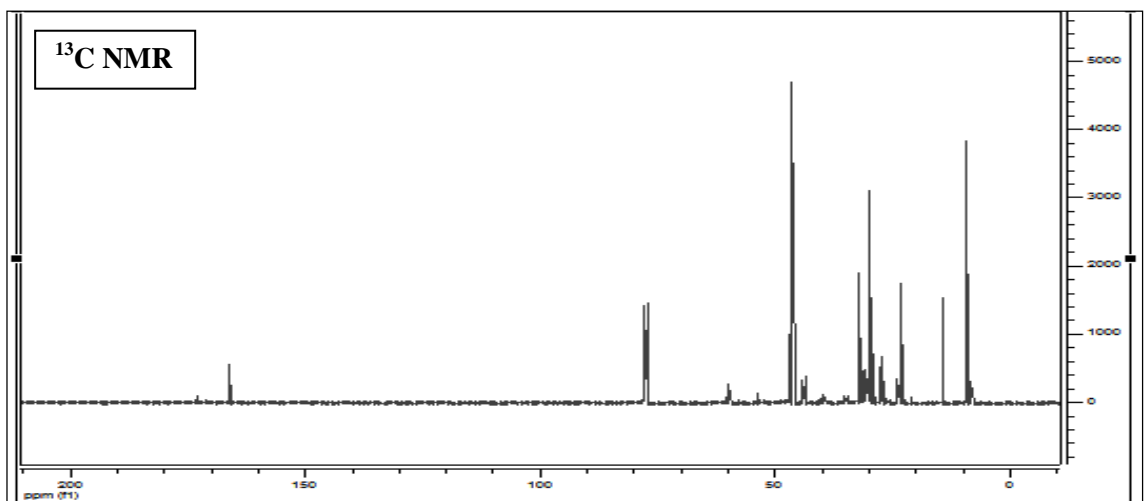
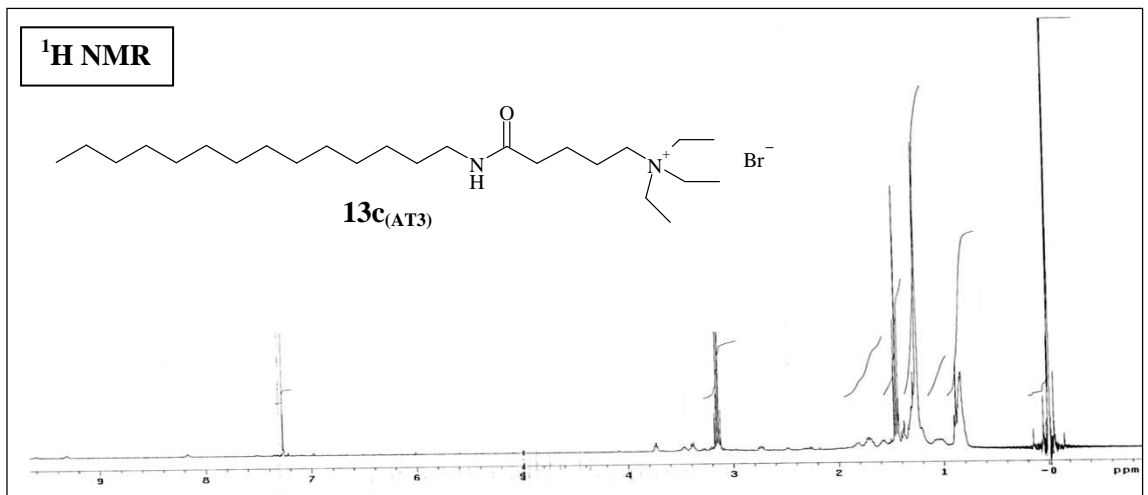
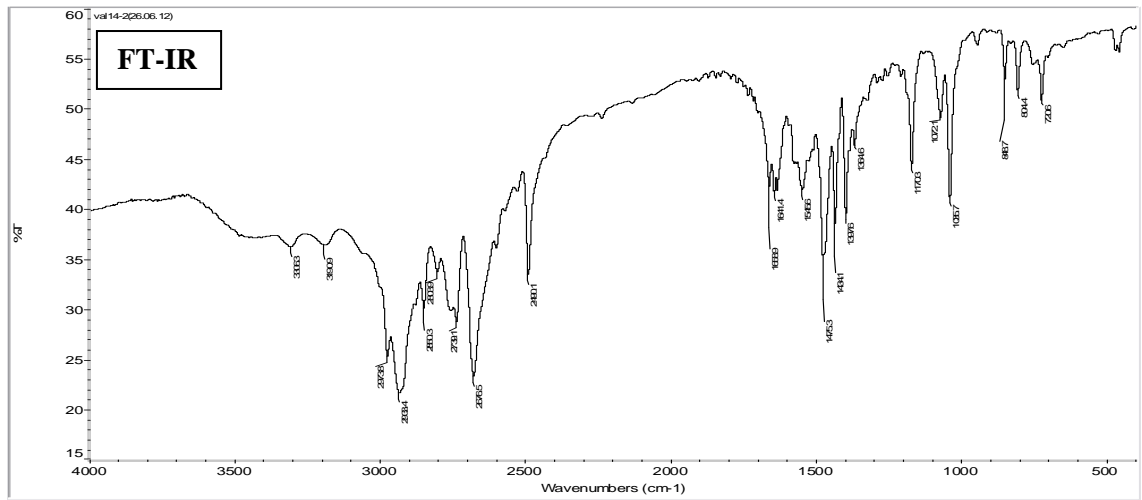
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 42



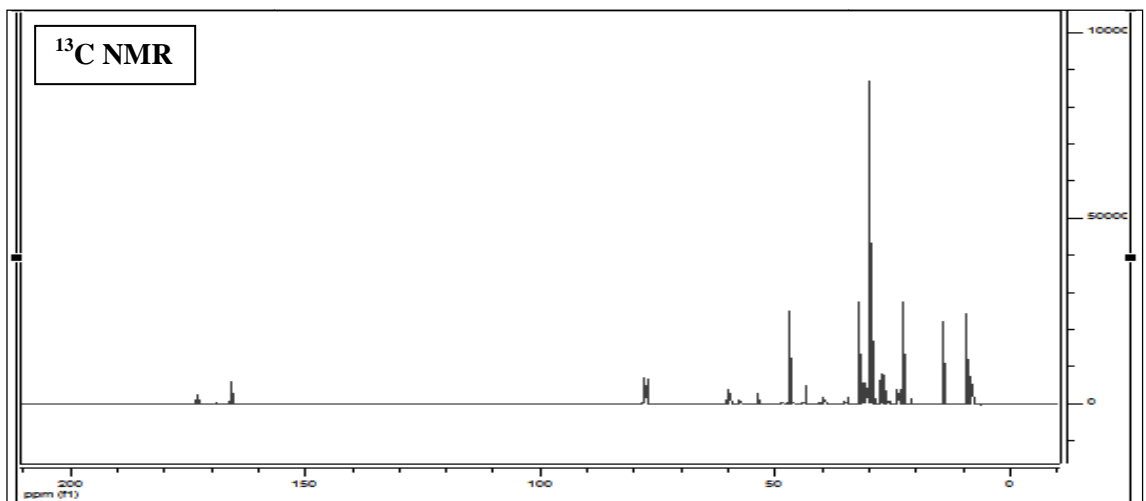
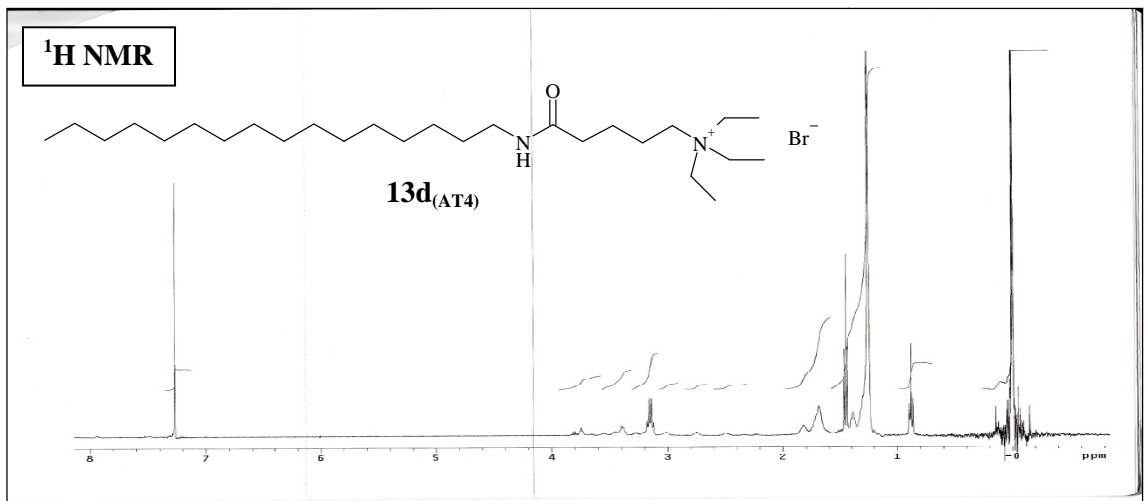
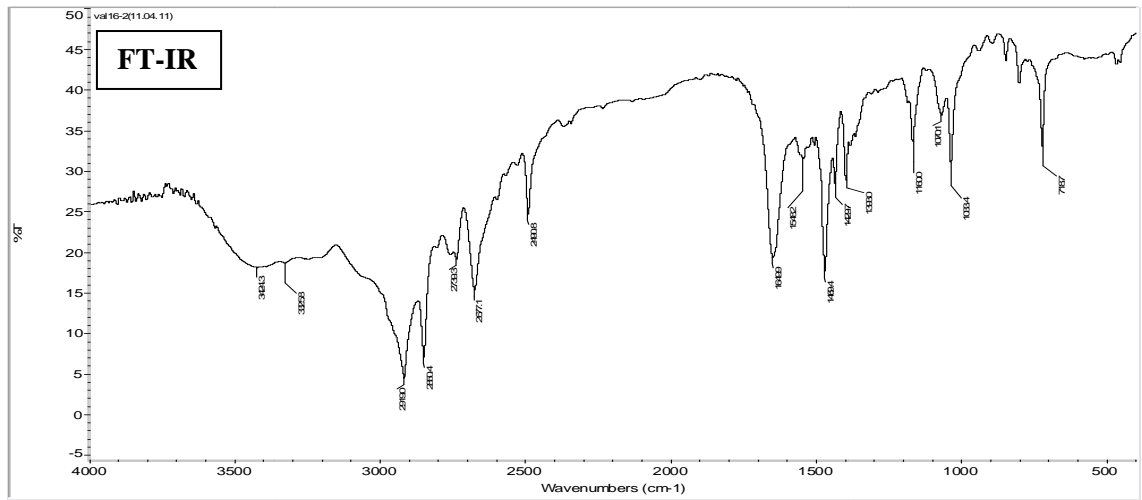
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 43



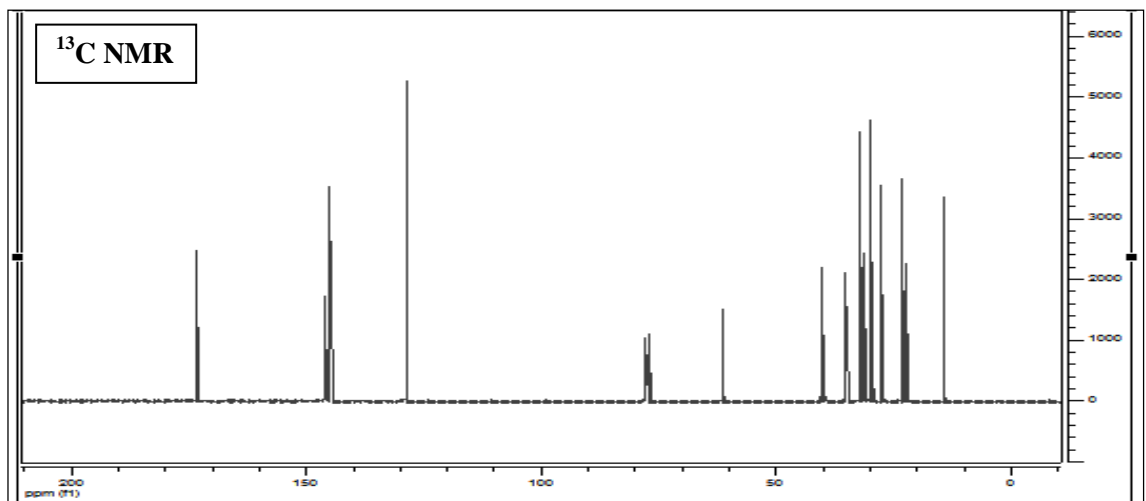
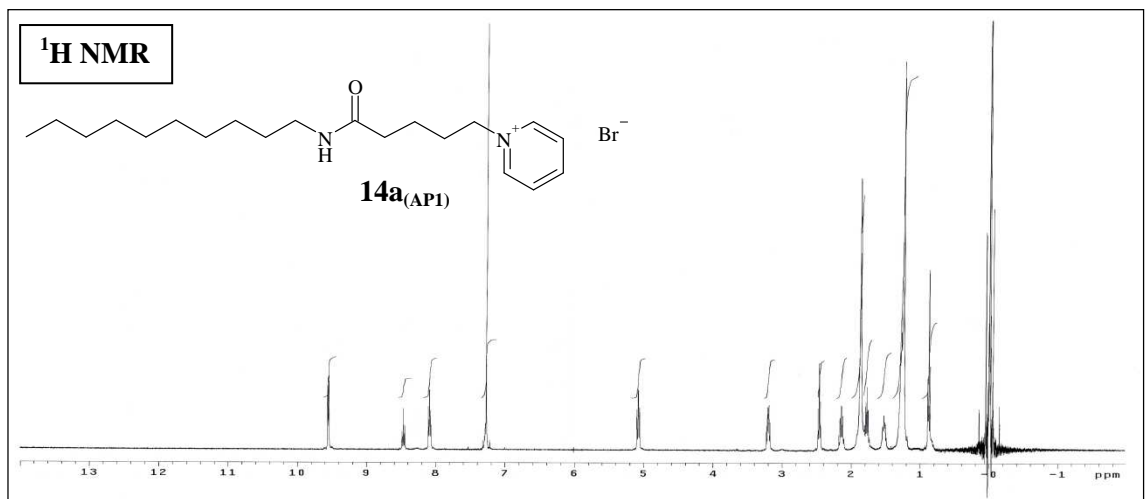
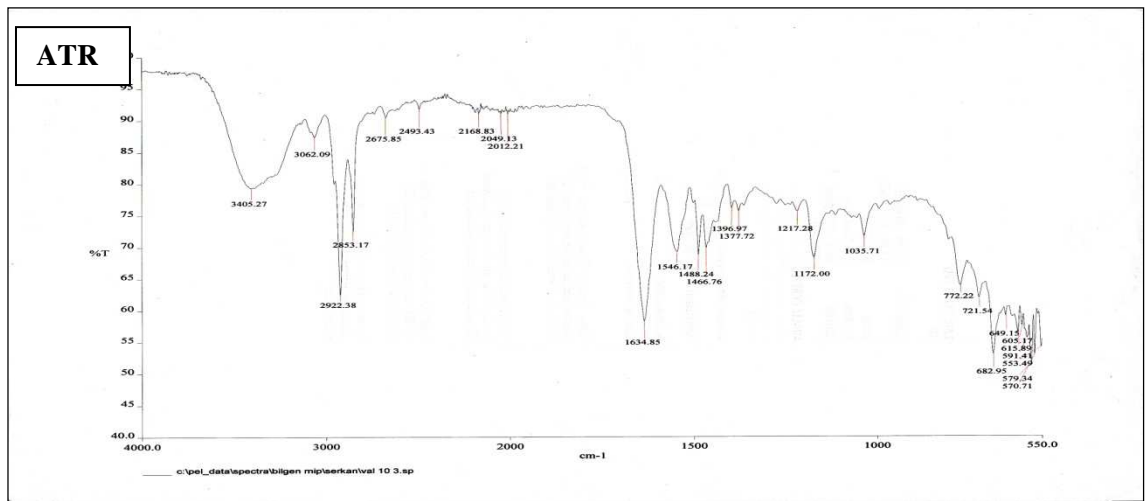
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 44



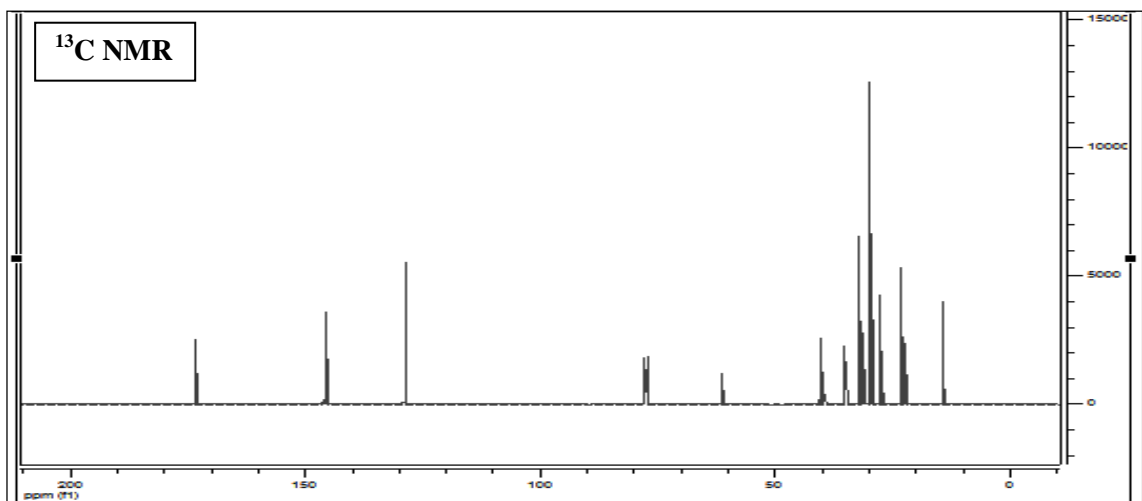
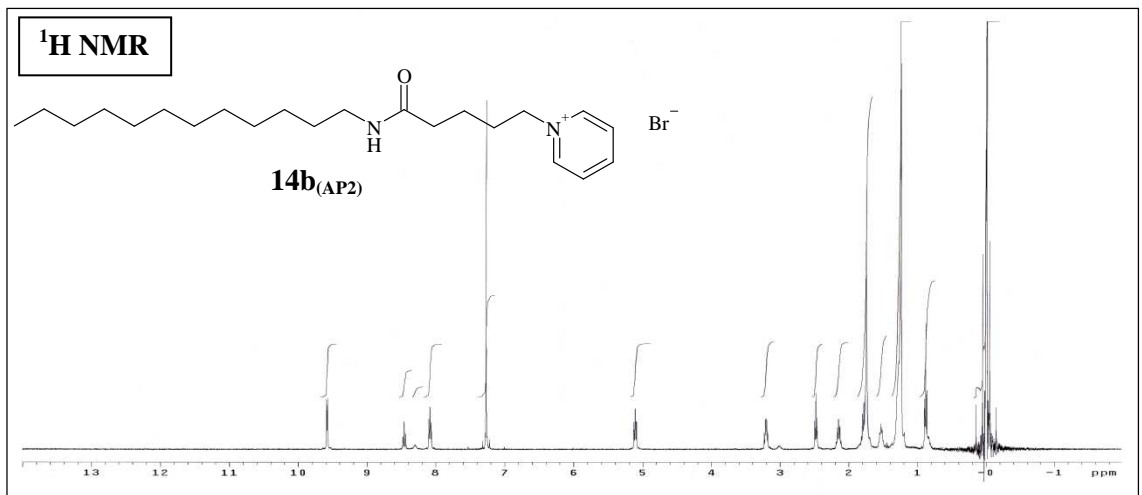
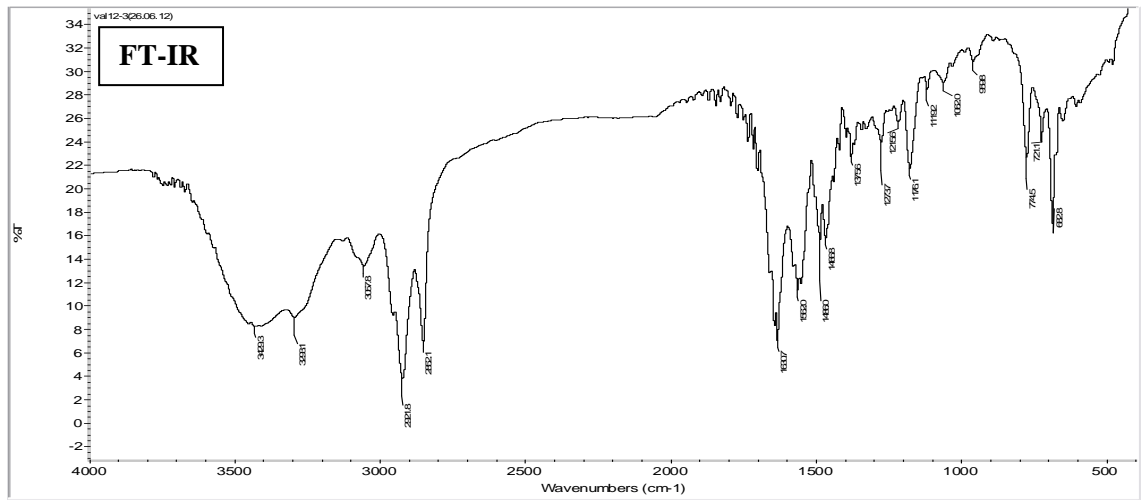
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 45



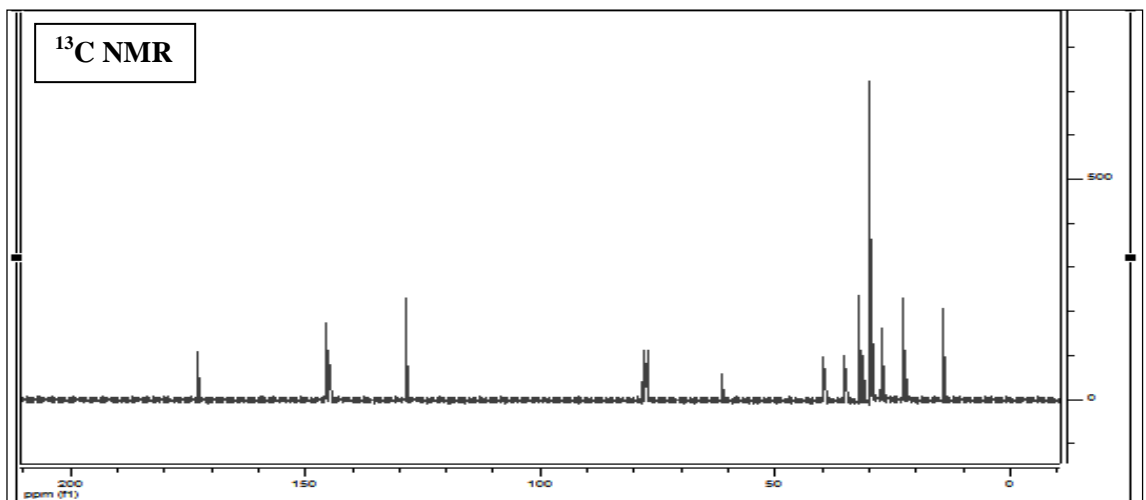
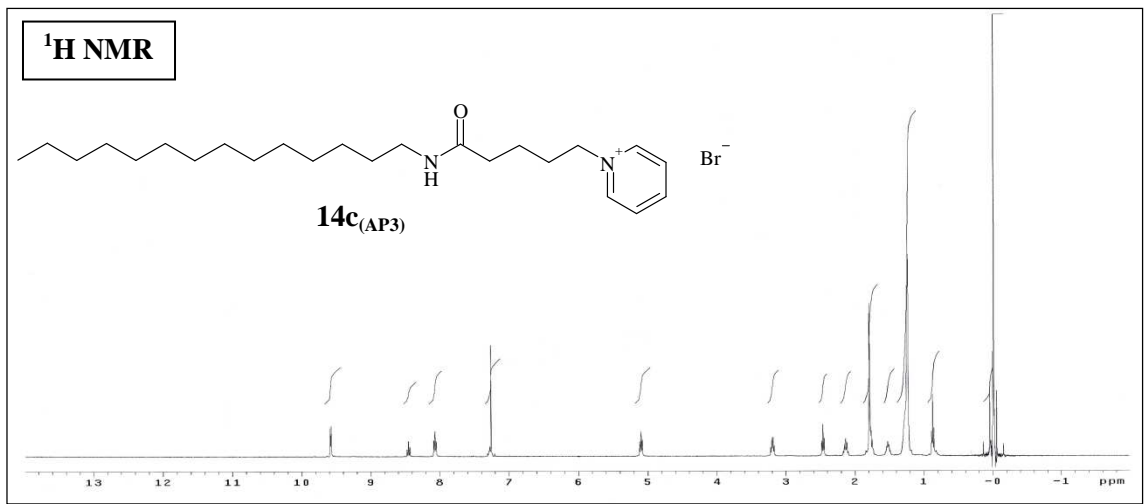
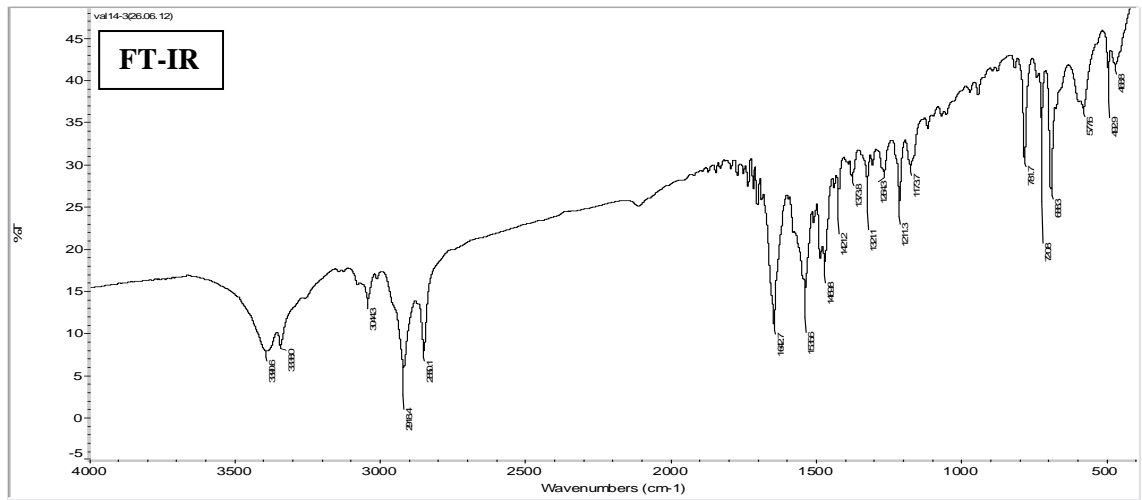
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 46



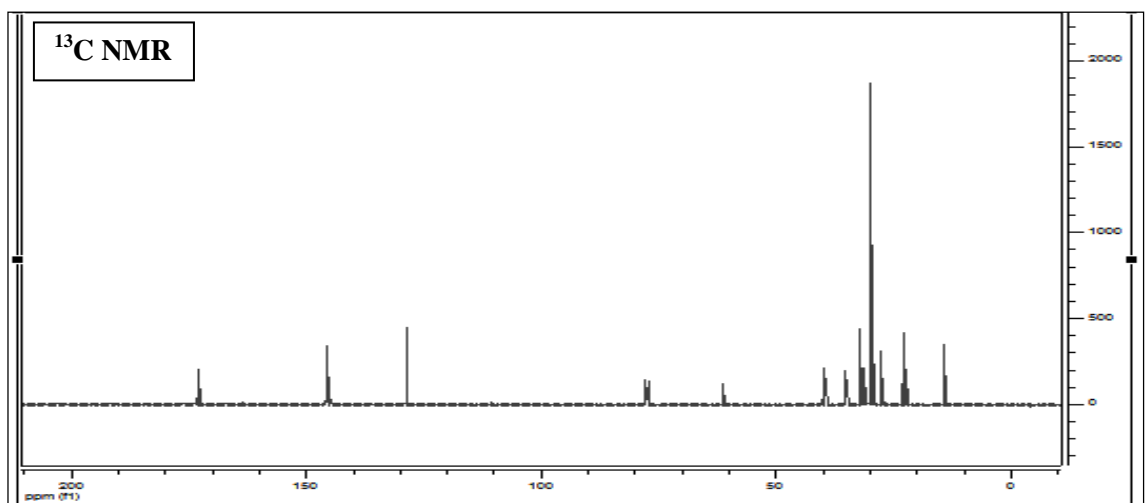
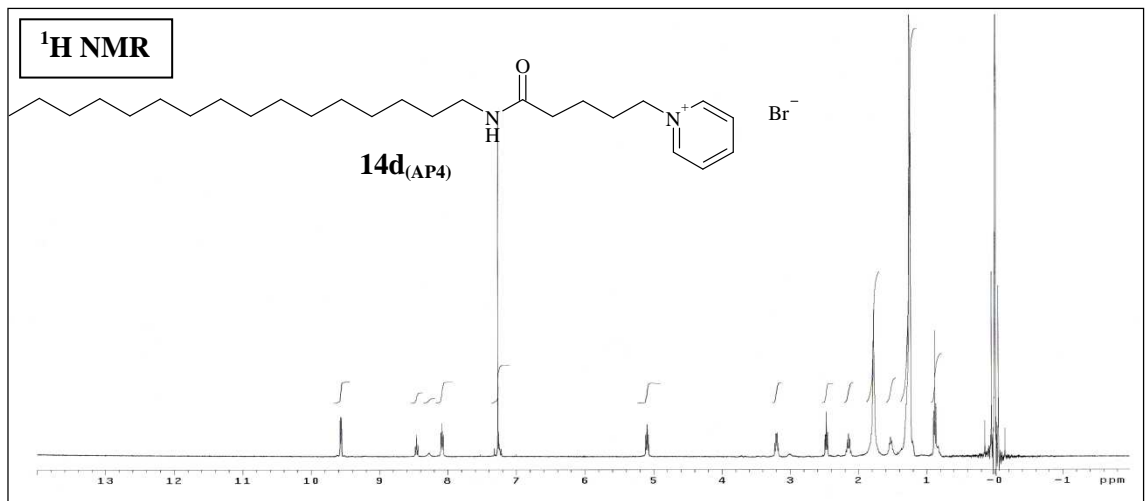
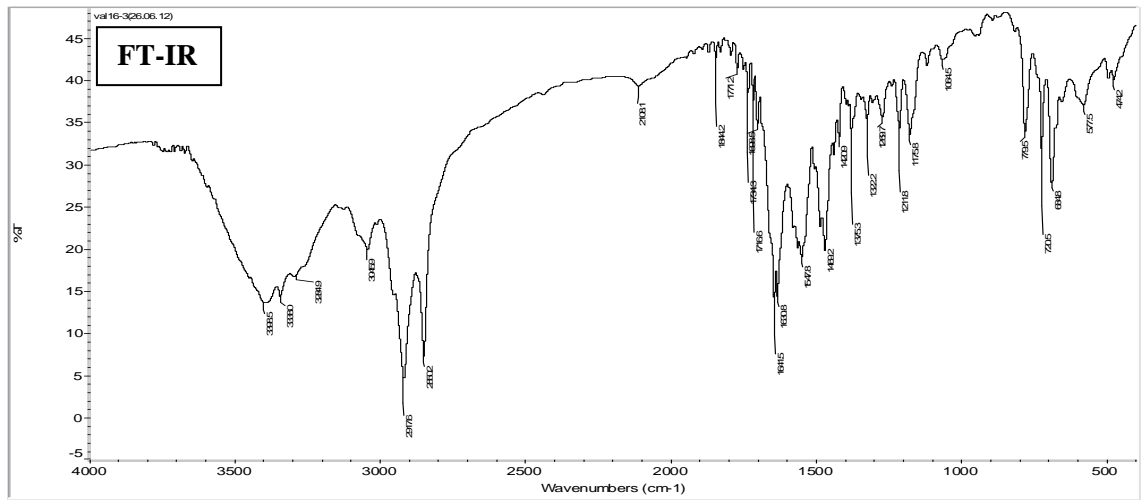
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 47



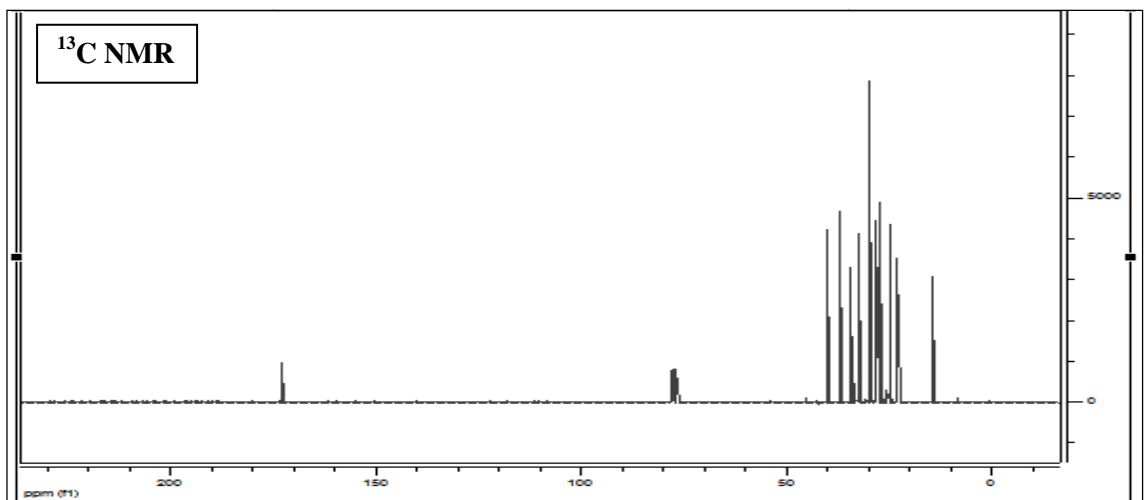
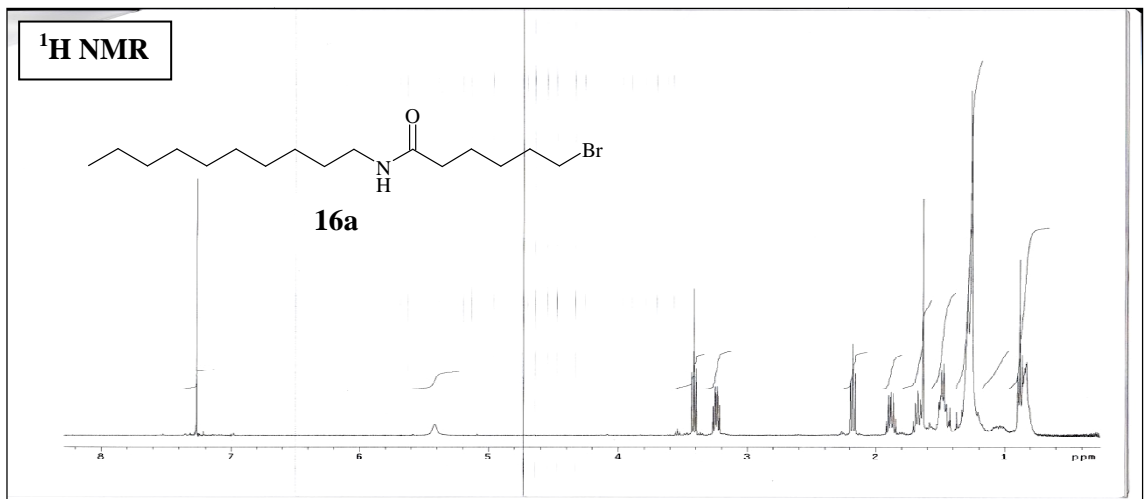
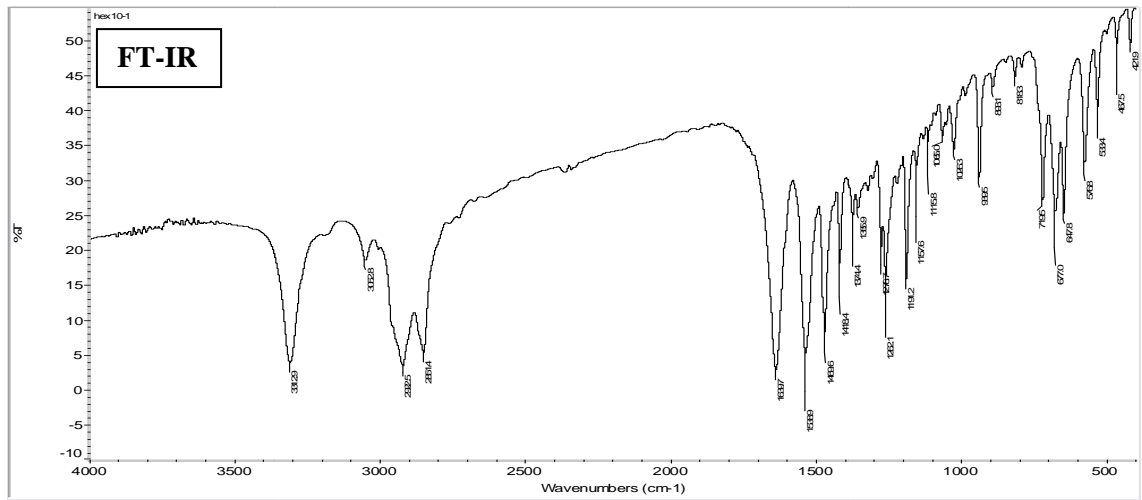
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 48



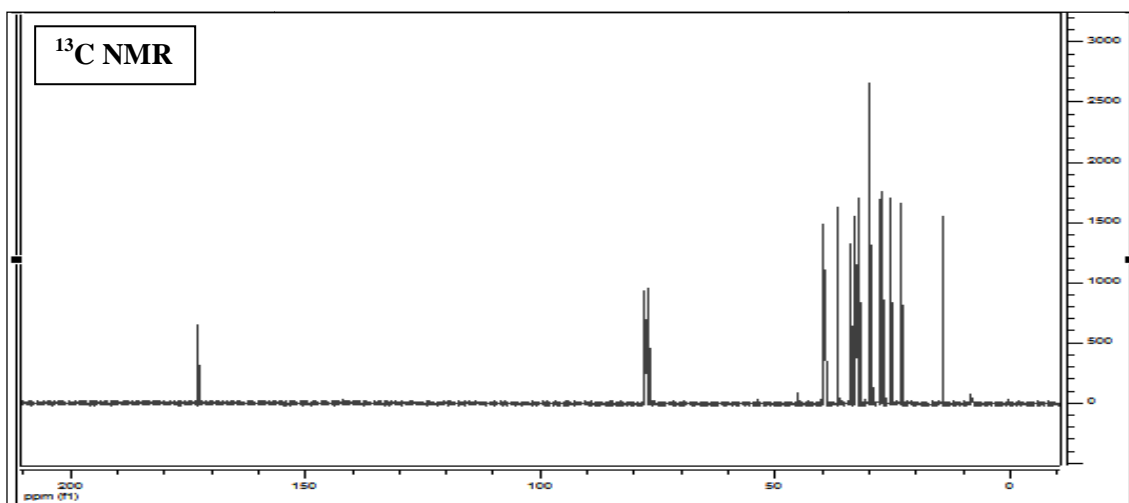
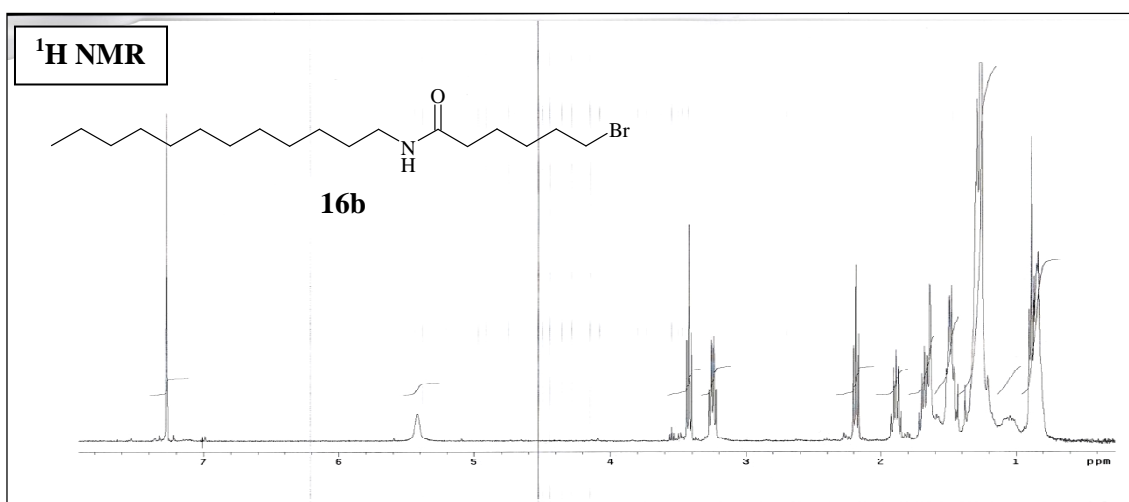
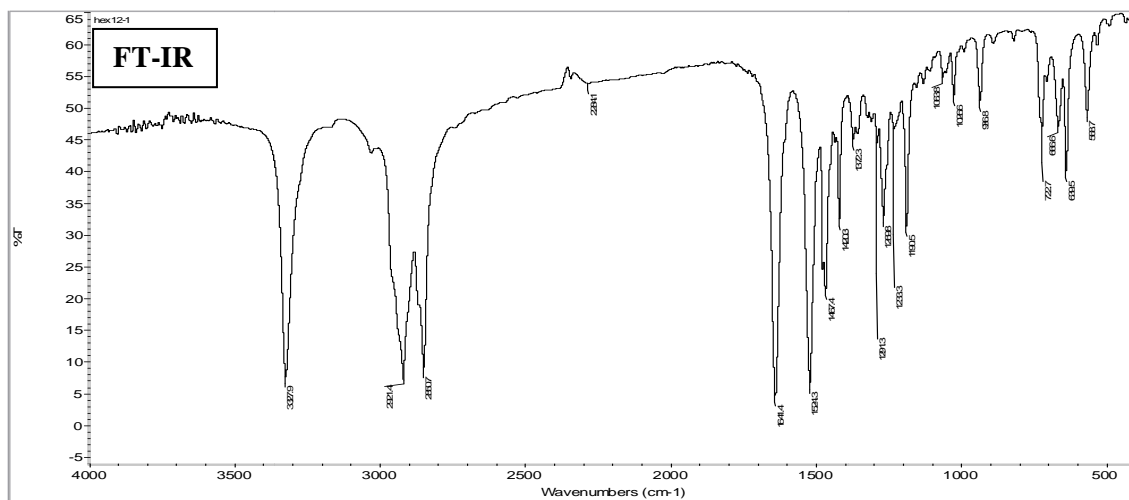
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 49



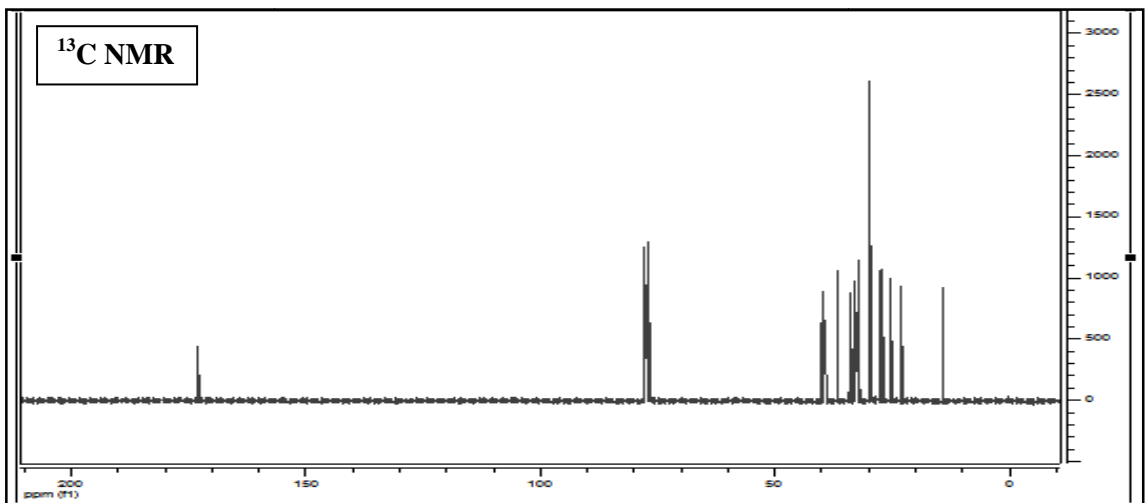
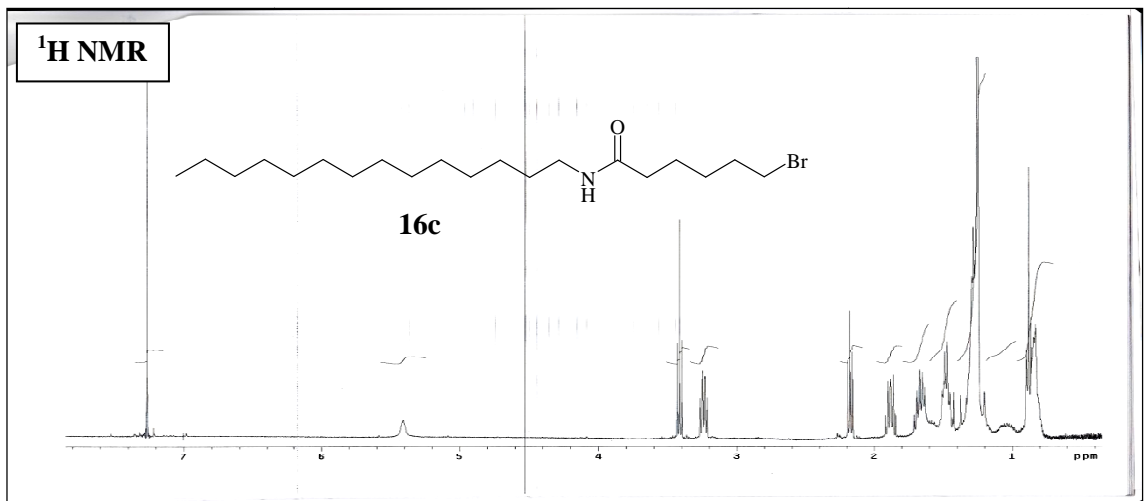
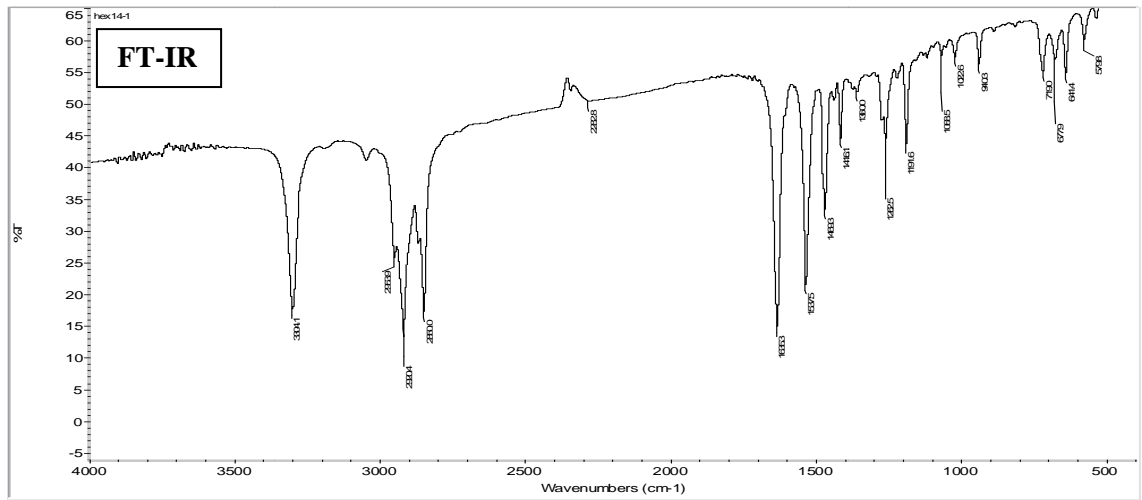
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 50



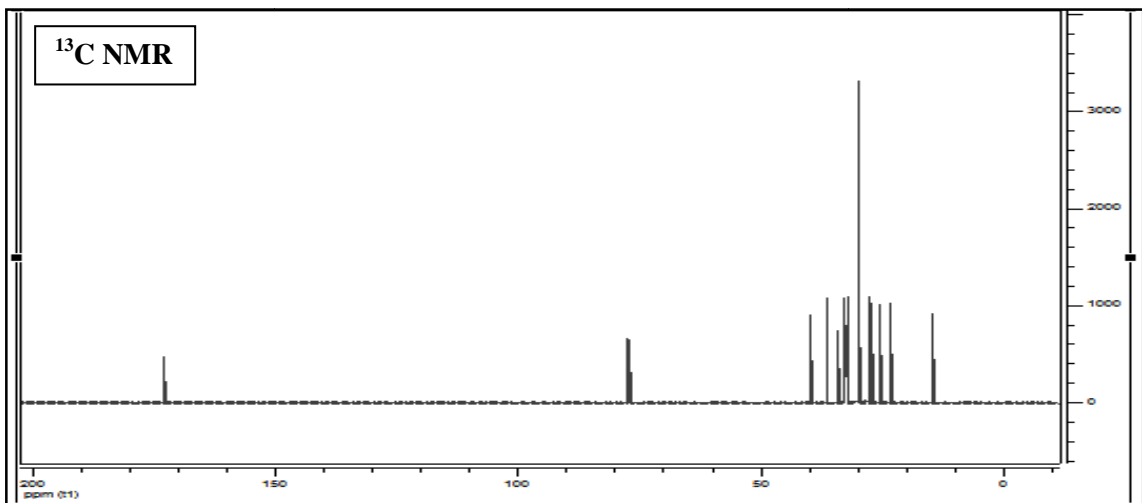
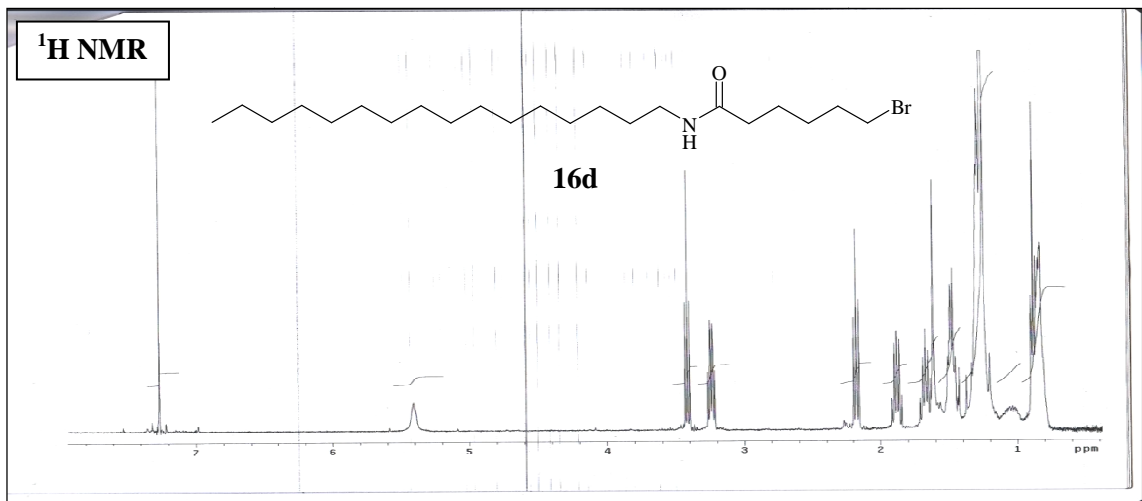
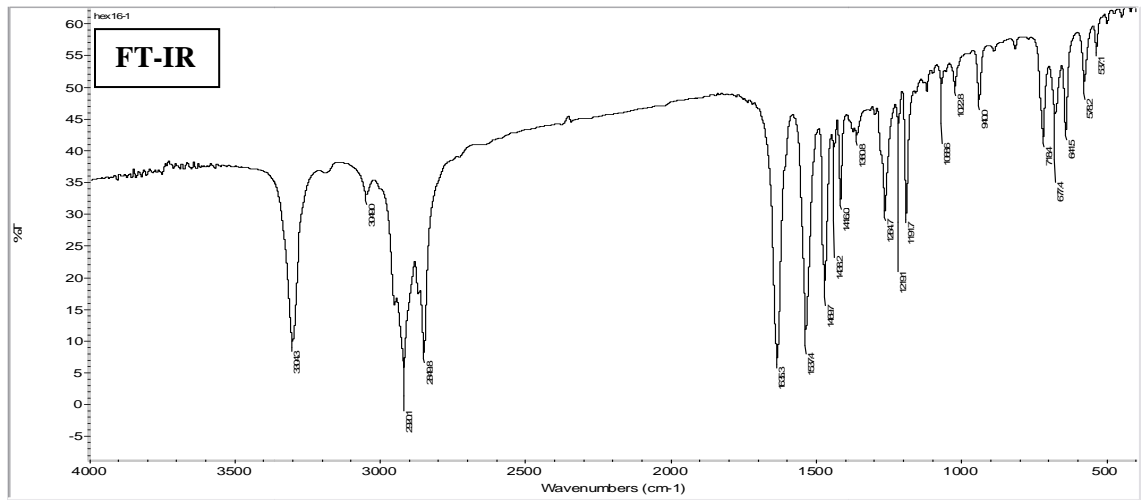
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 51



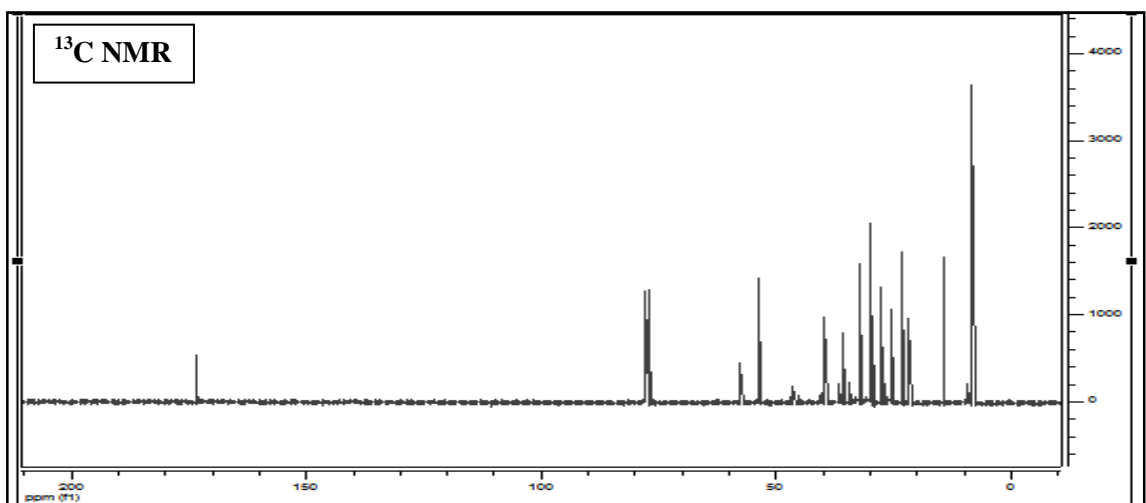
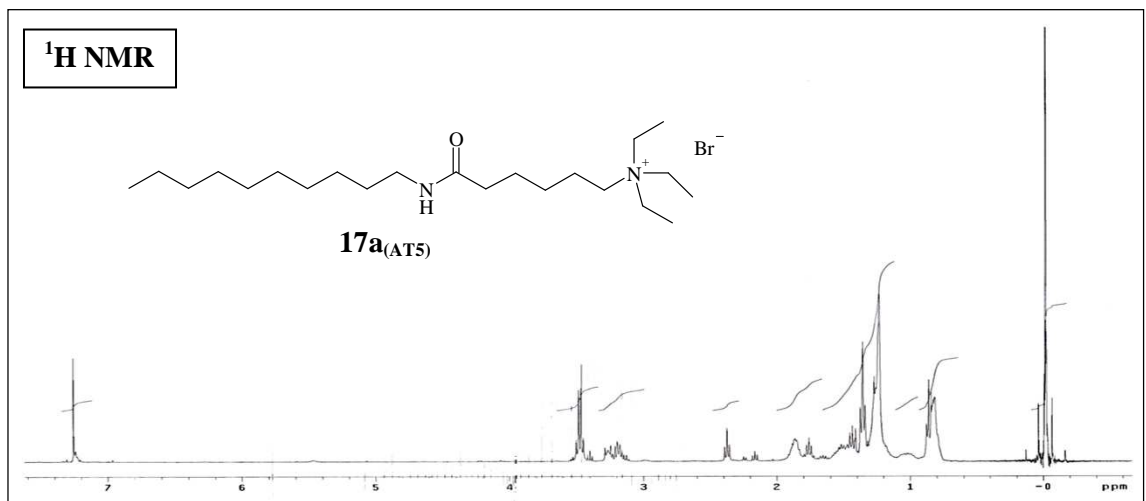
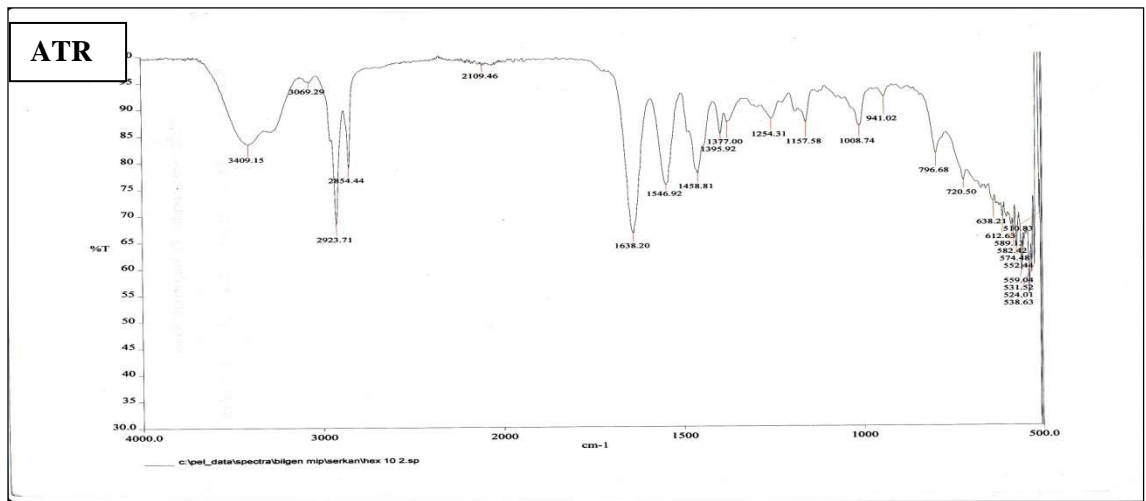
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 52



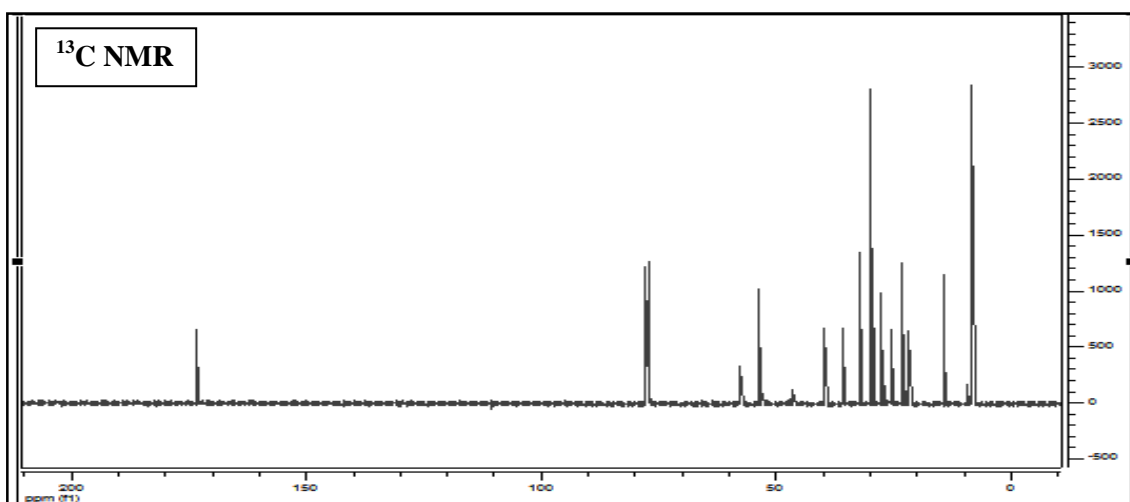
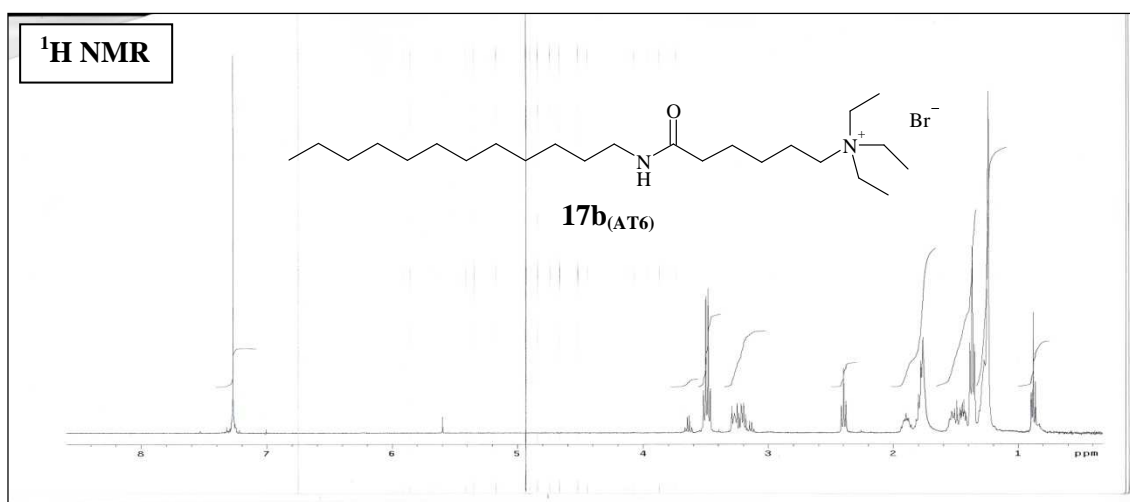
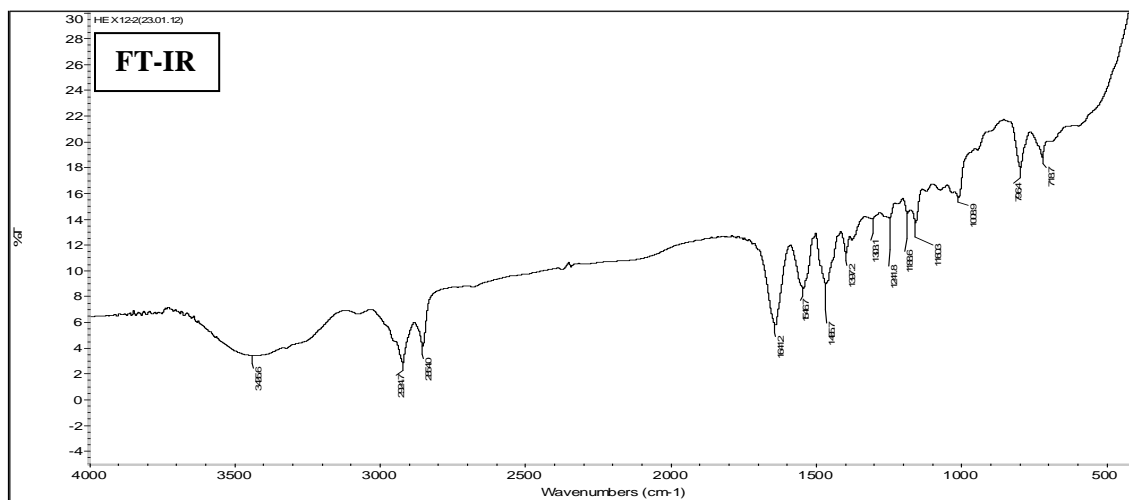
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 53



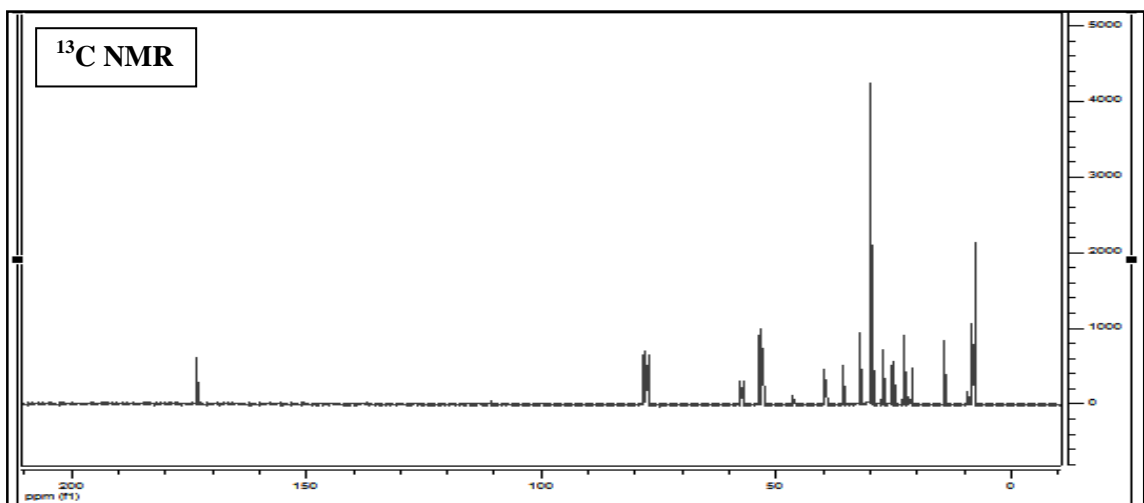
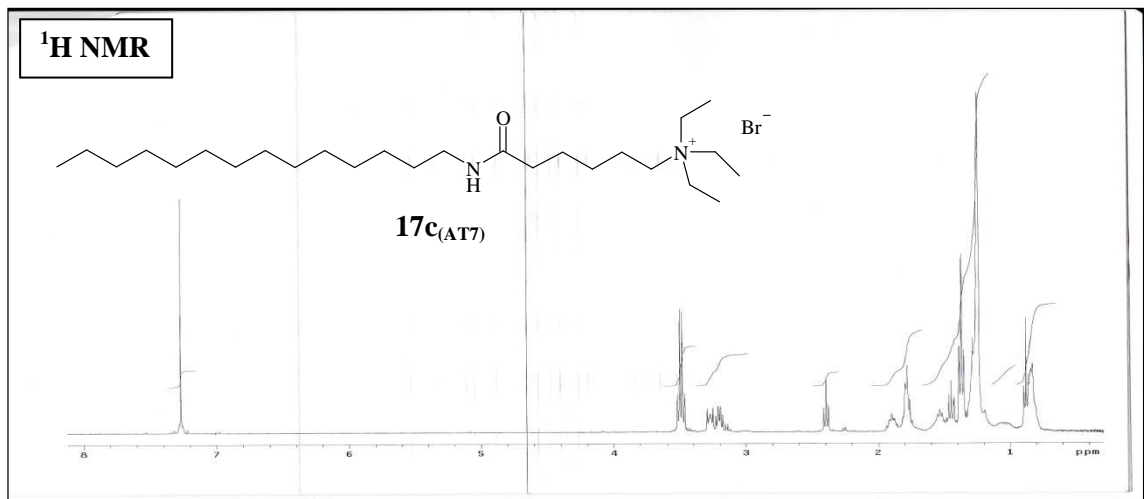
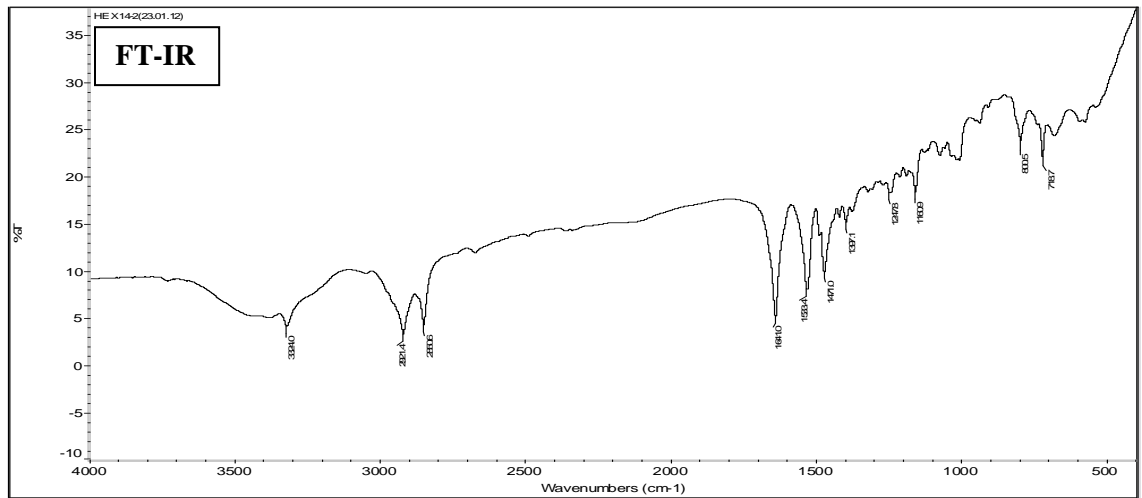
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 54



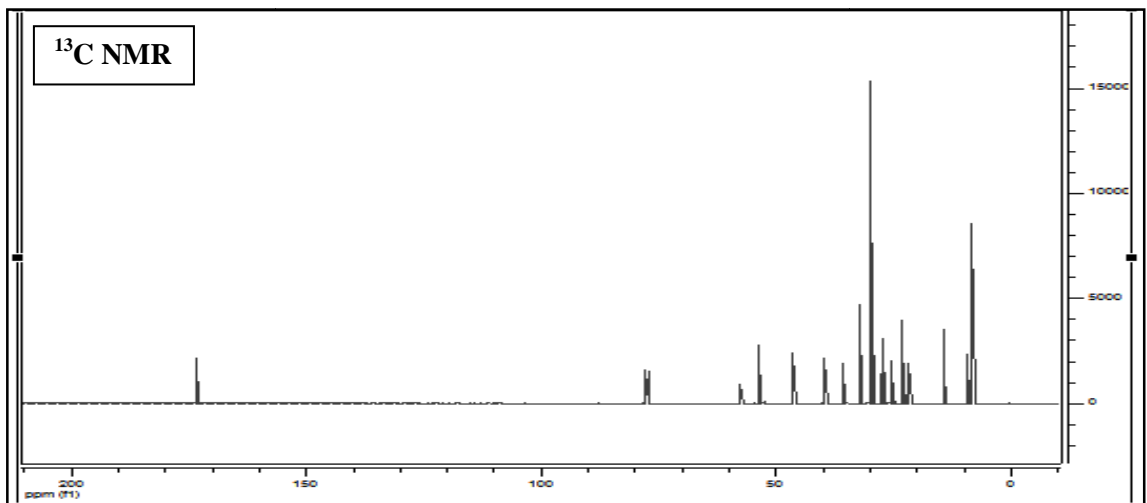
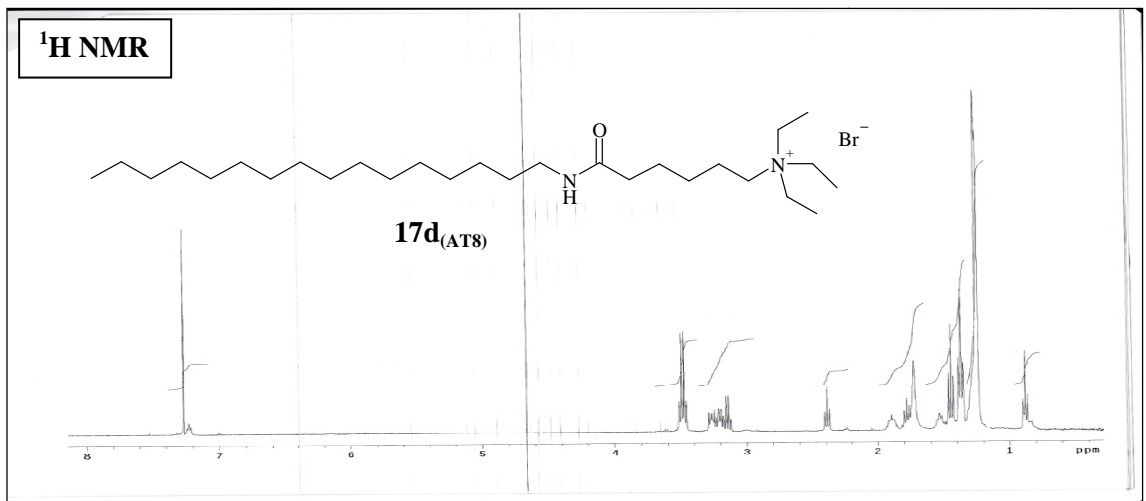
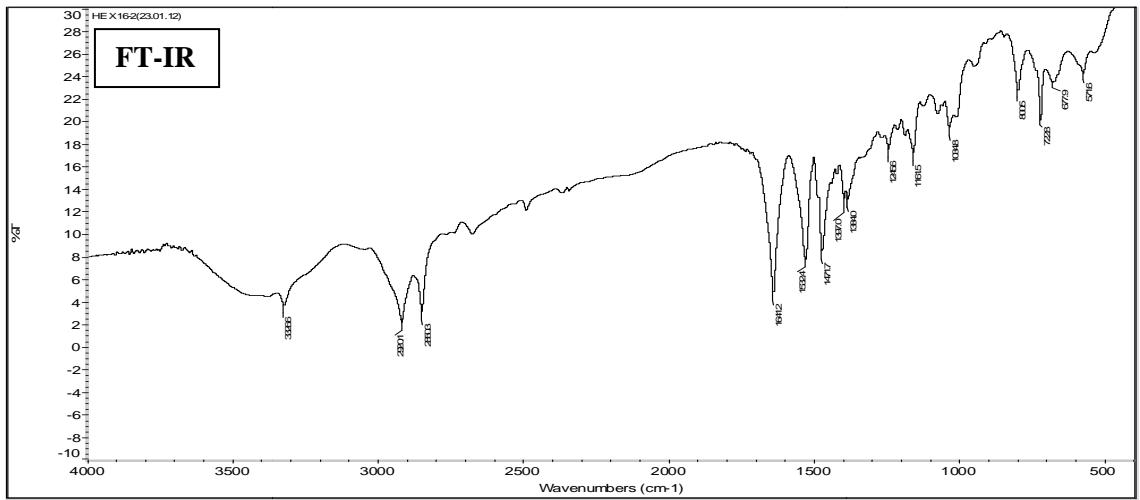
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 55



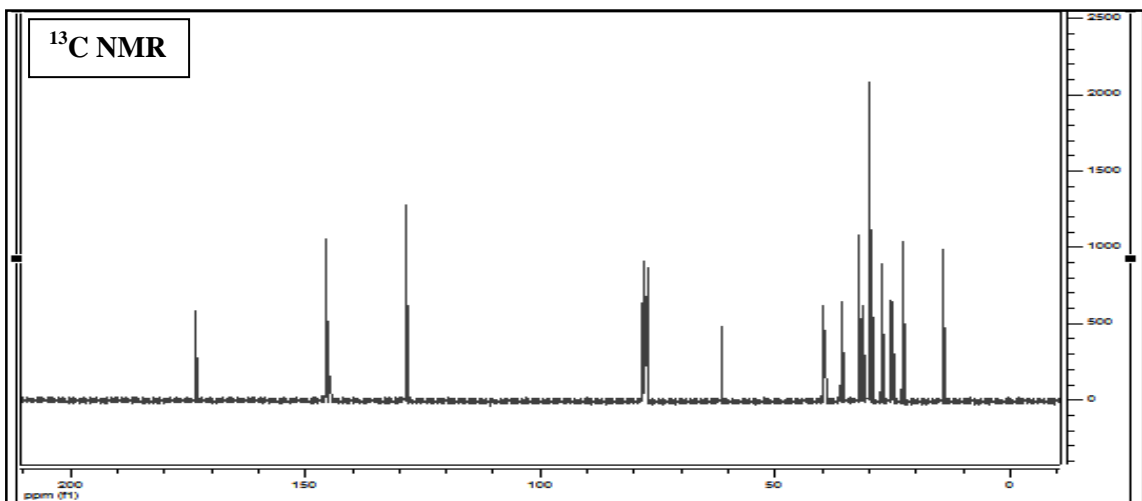
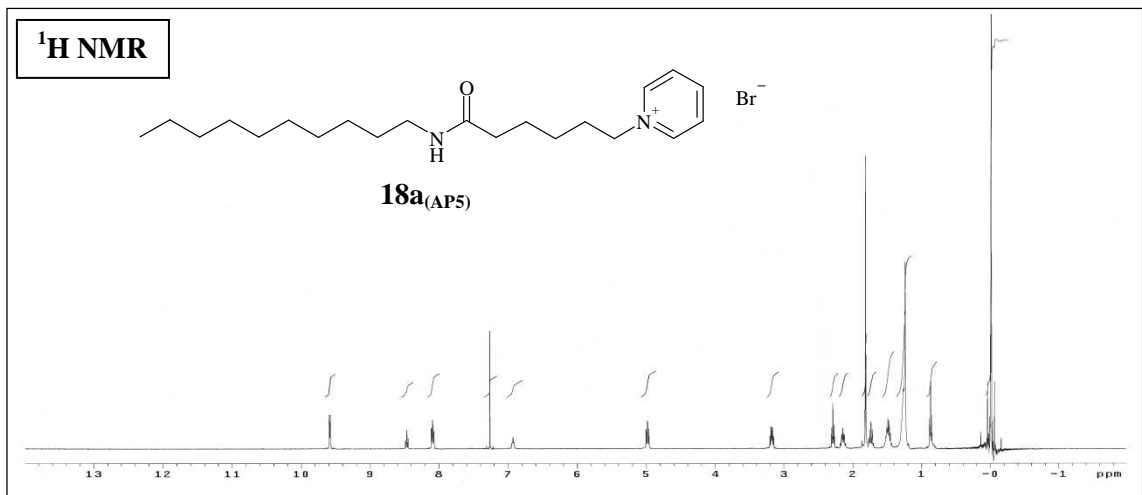
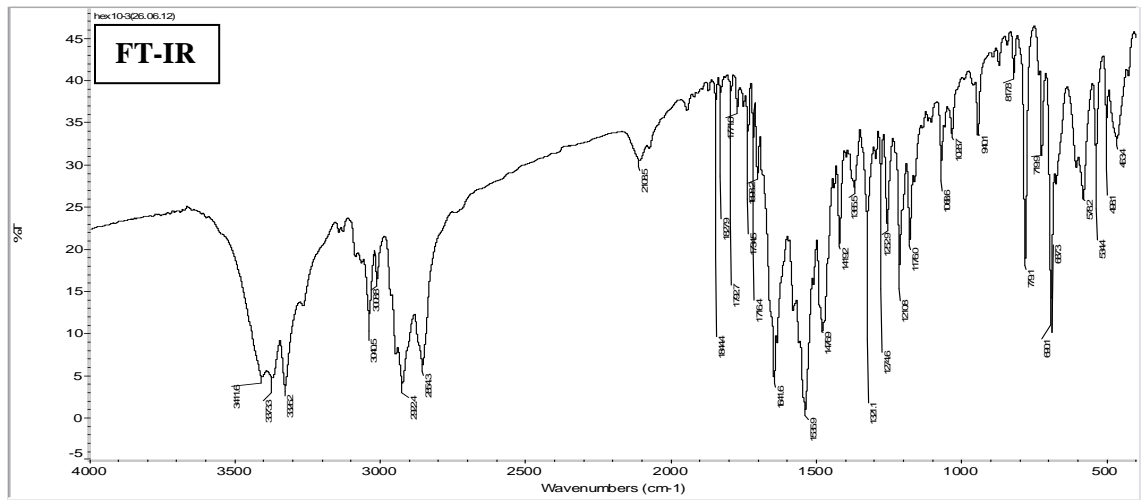
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 56



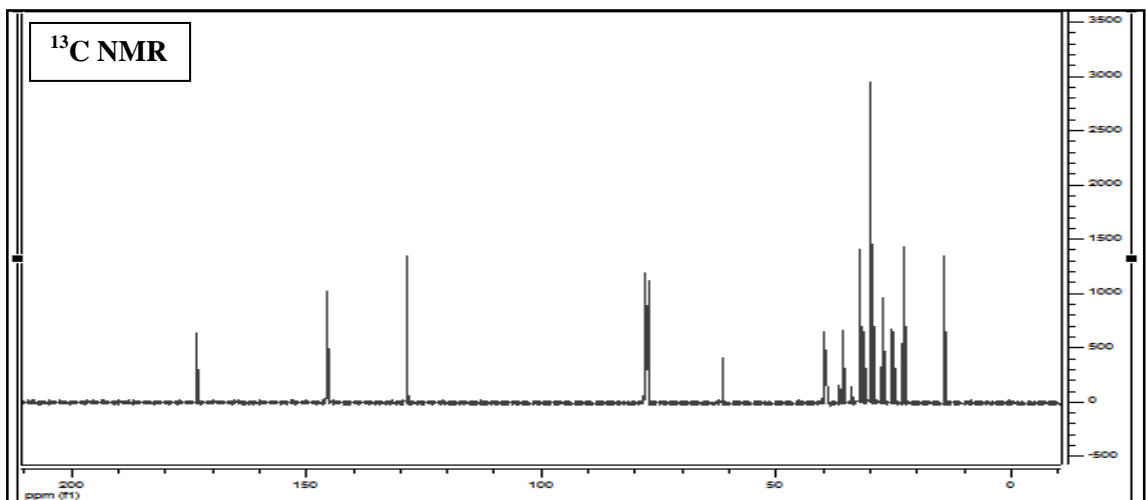
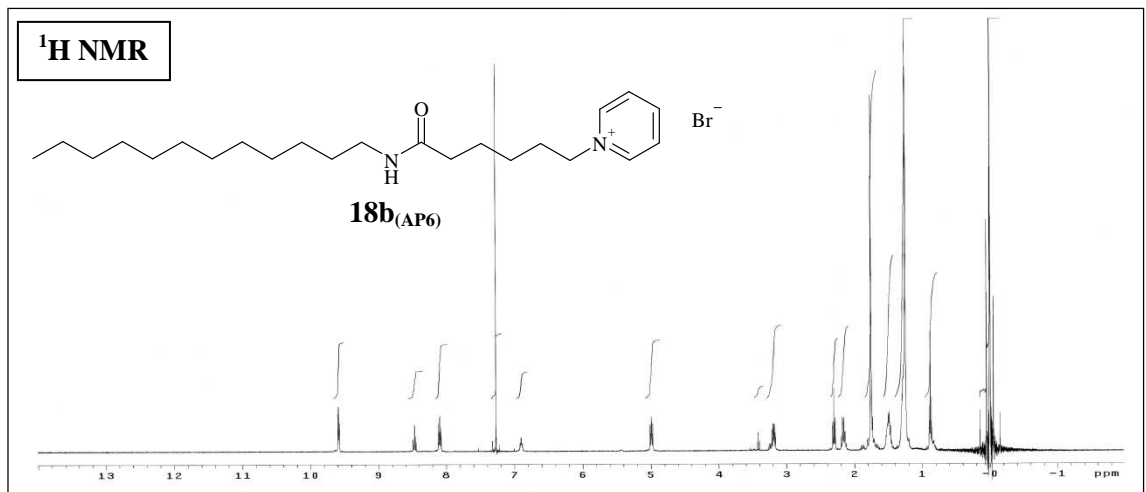
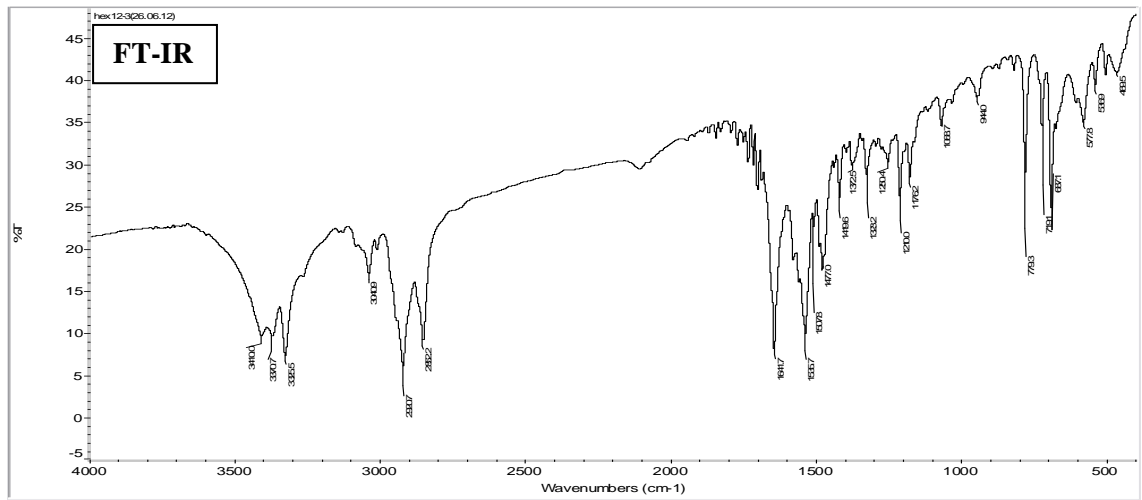
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 57



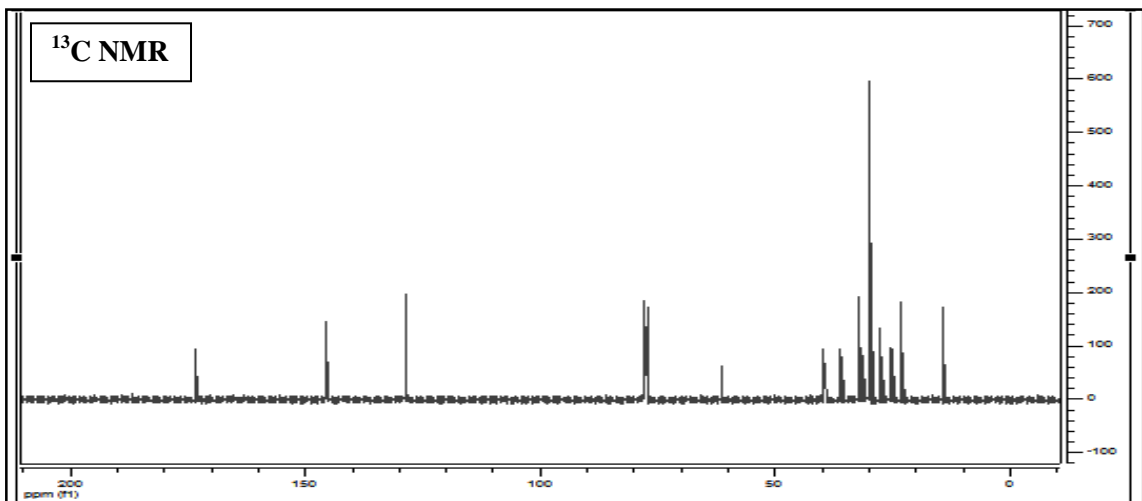
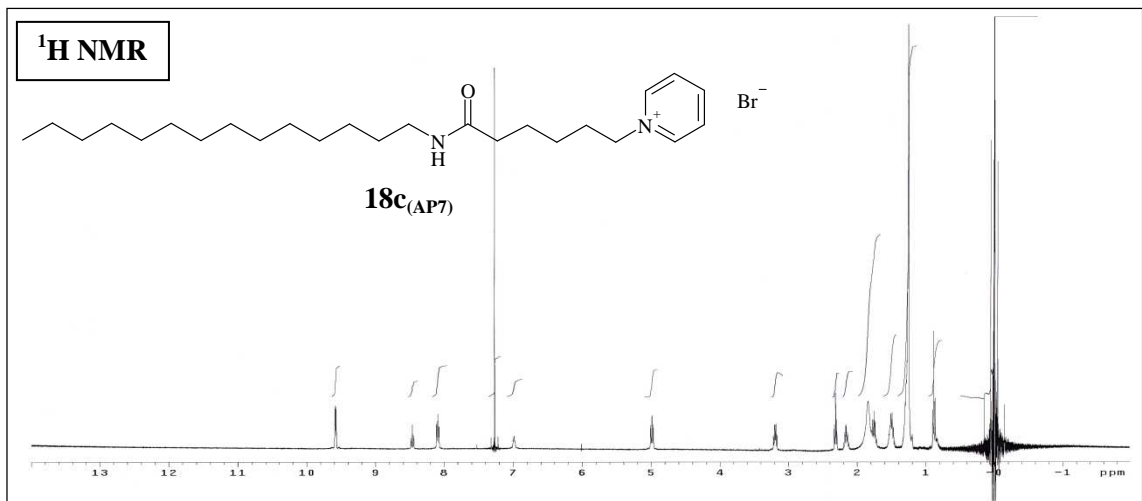
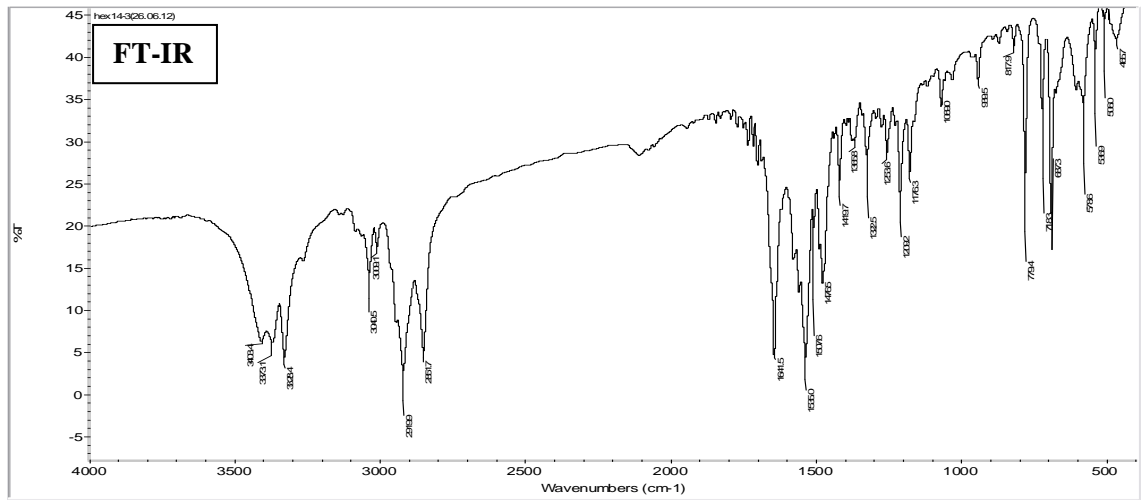
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 58



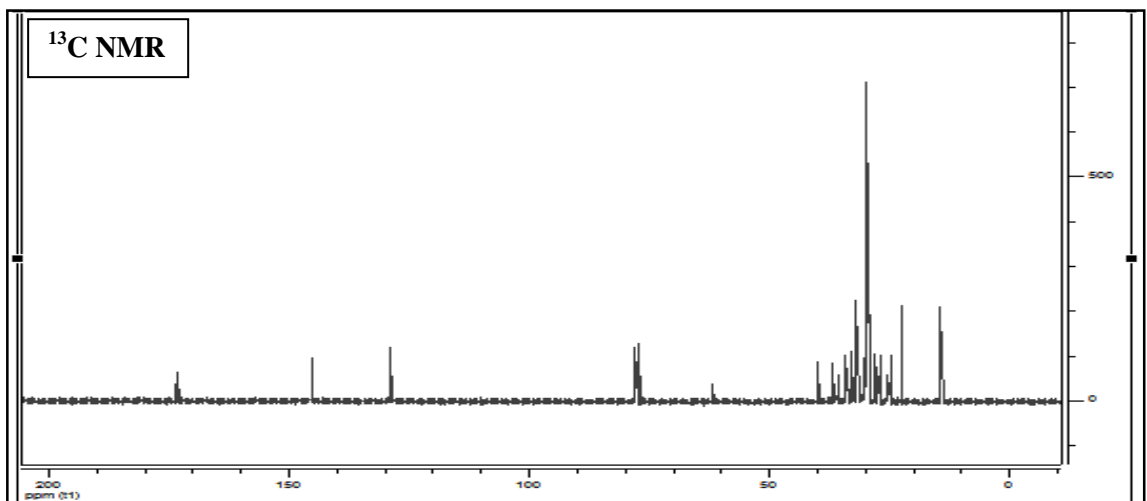
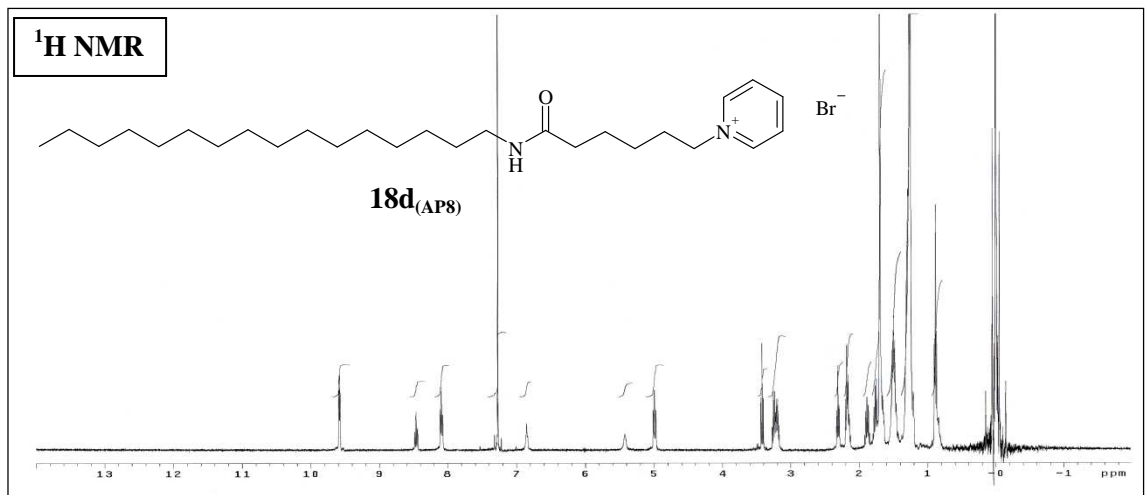
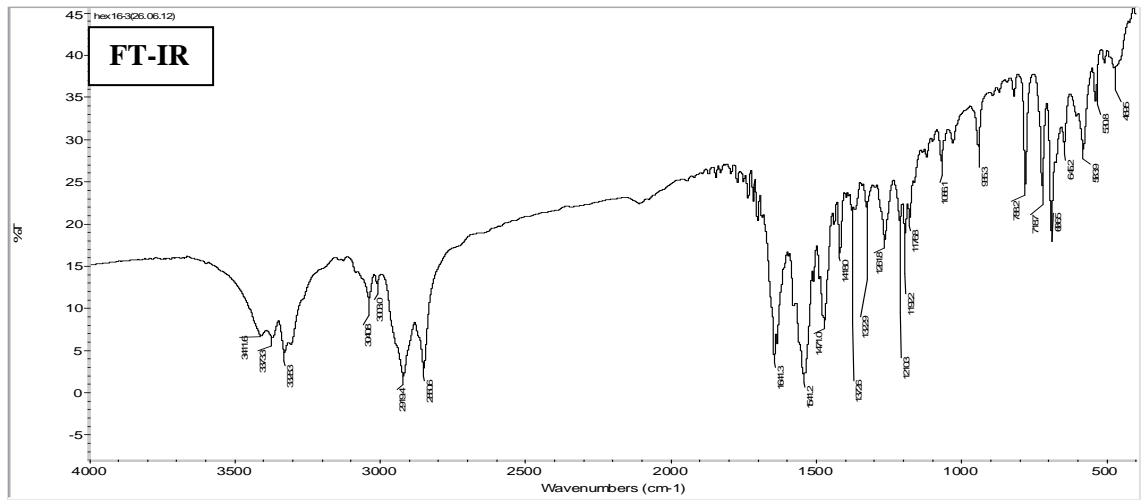
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 59



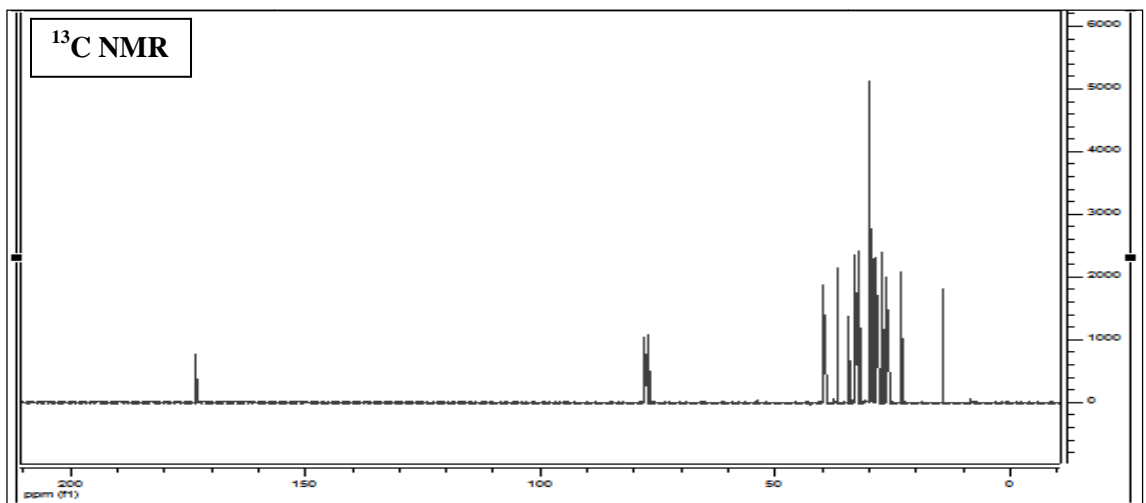
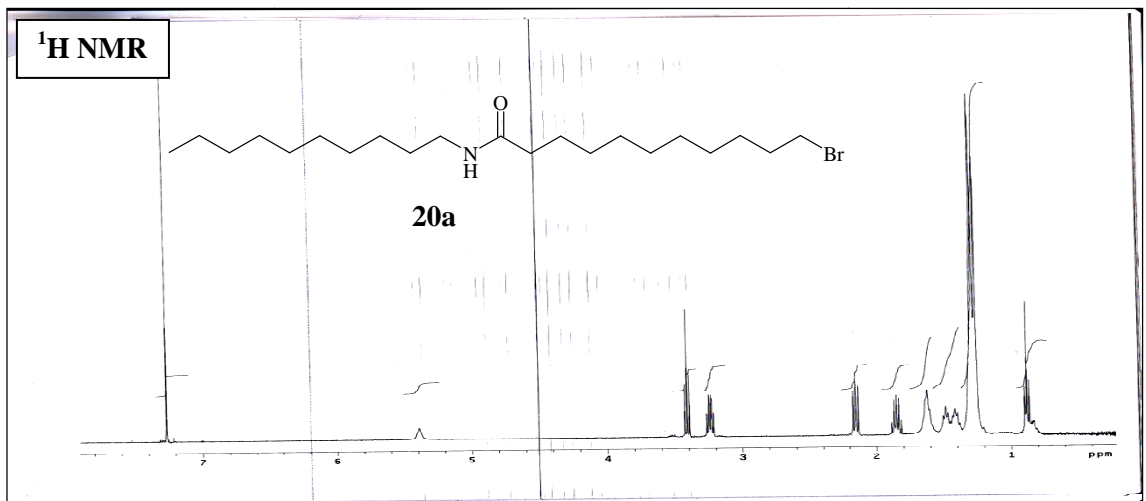
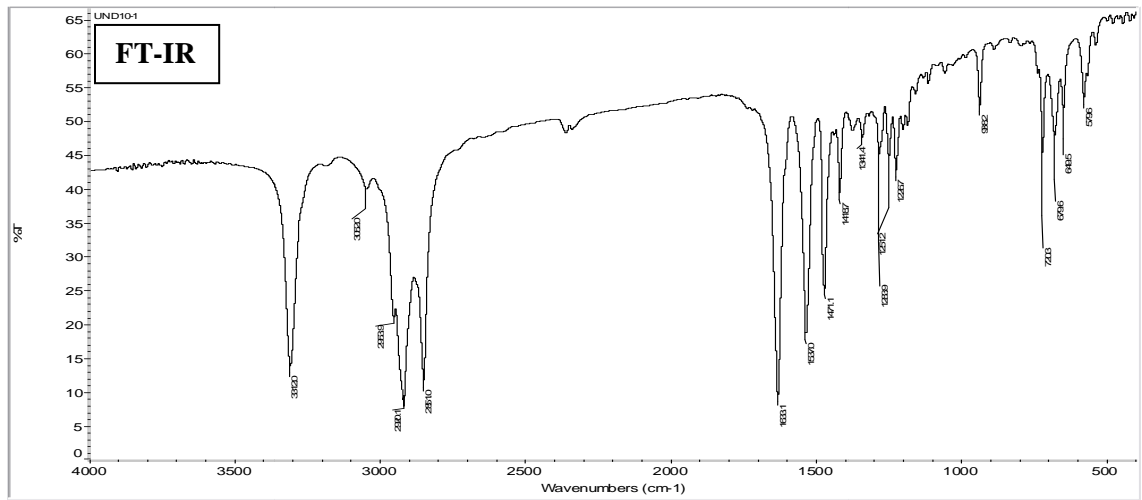
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 60



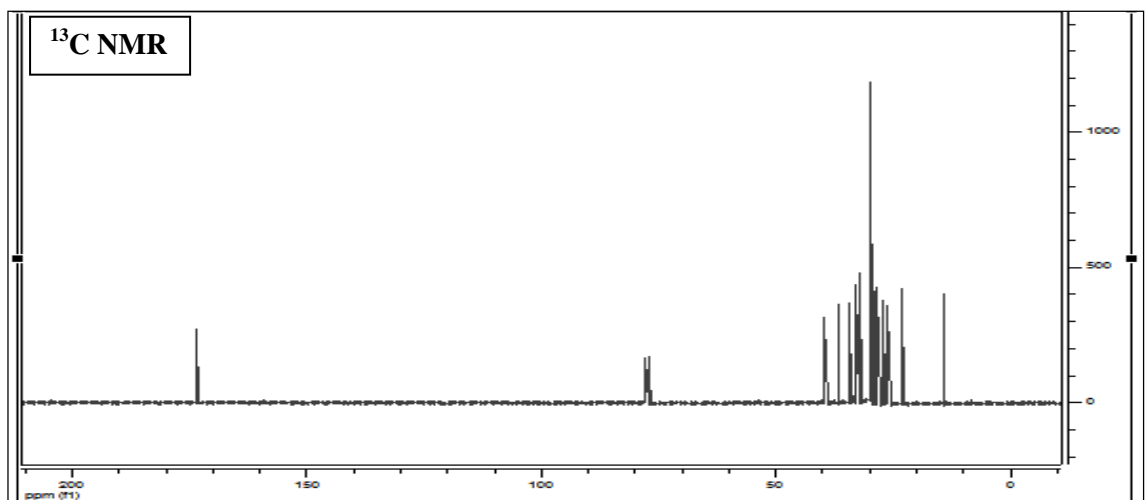
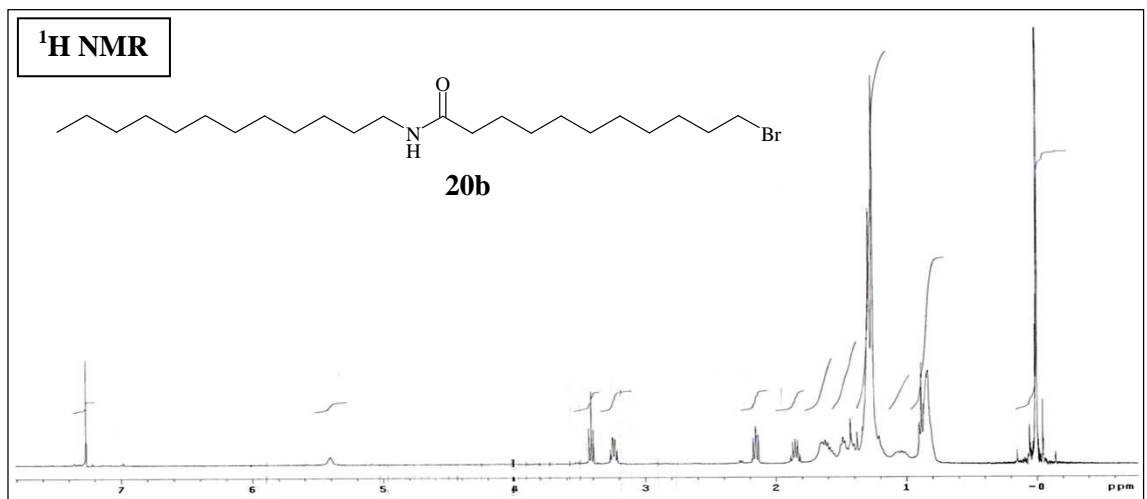
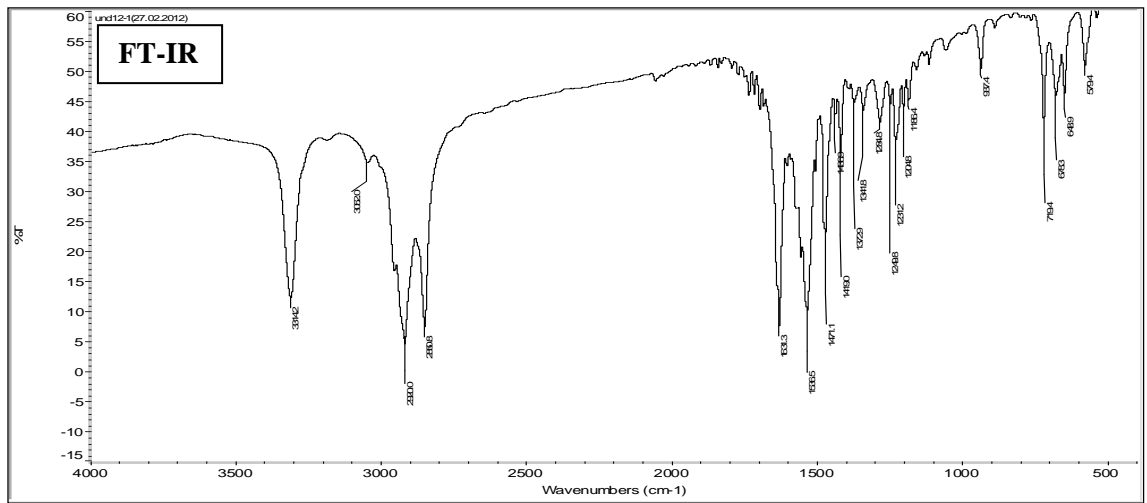
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 61



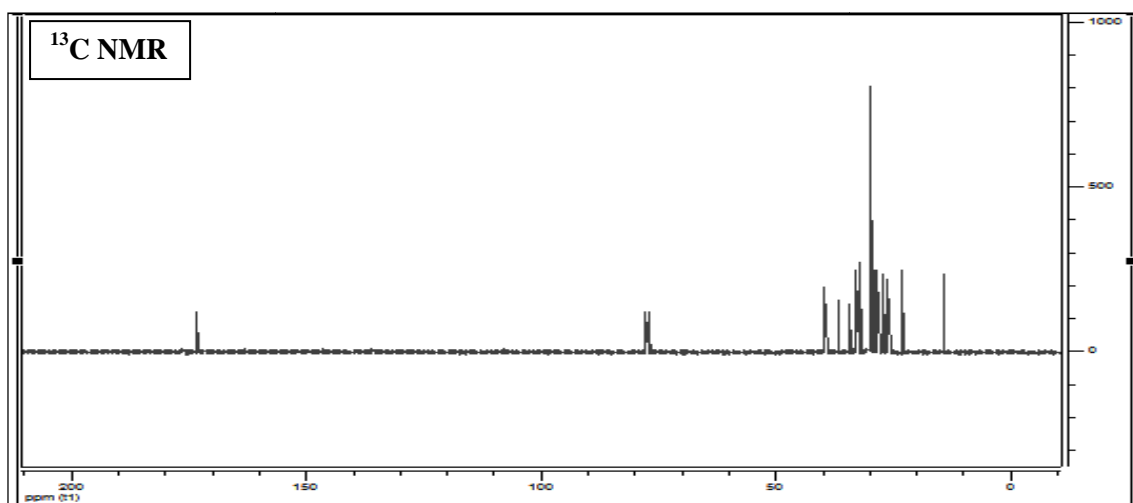
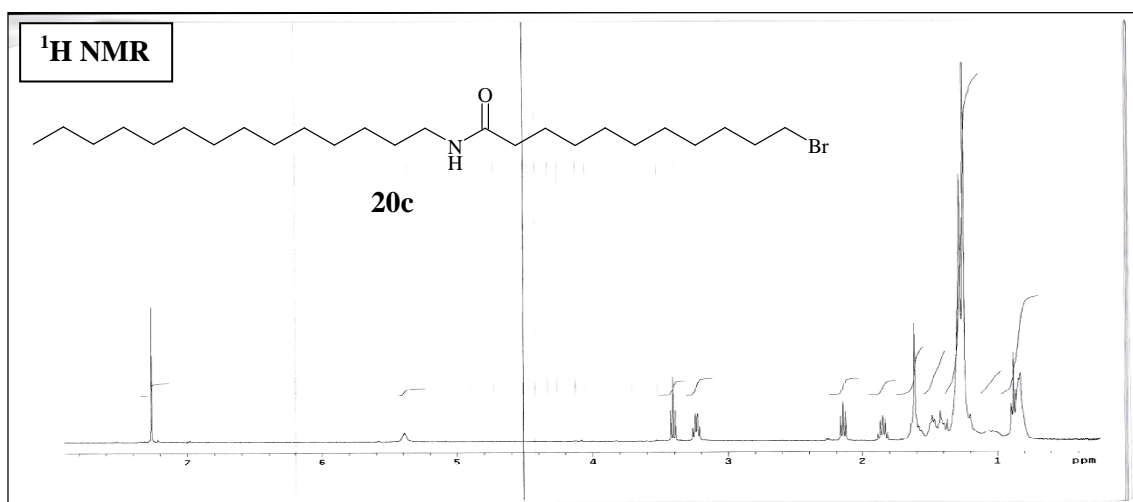
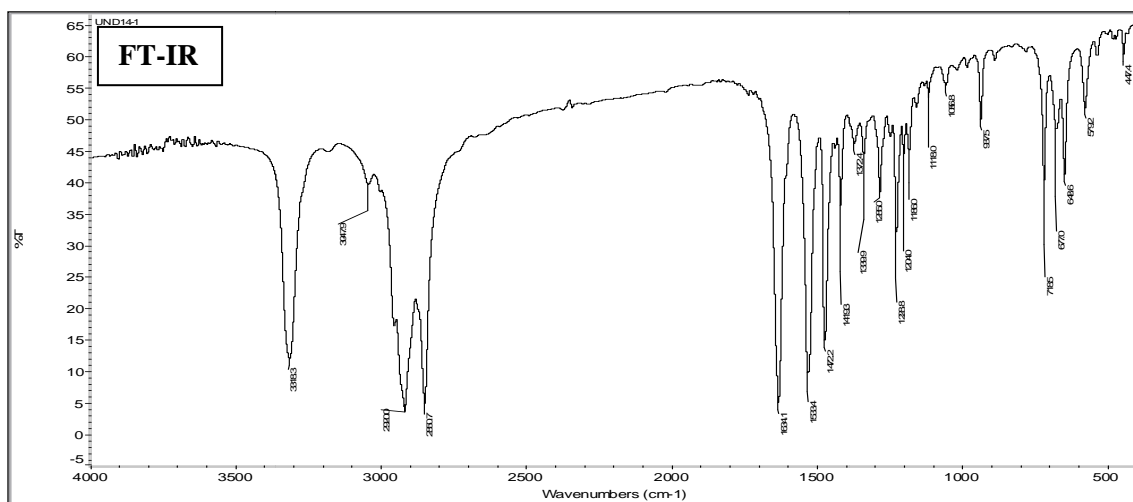
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 62



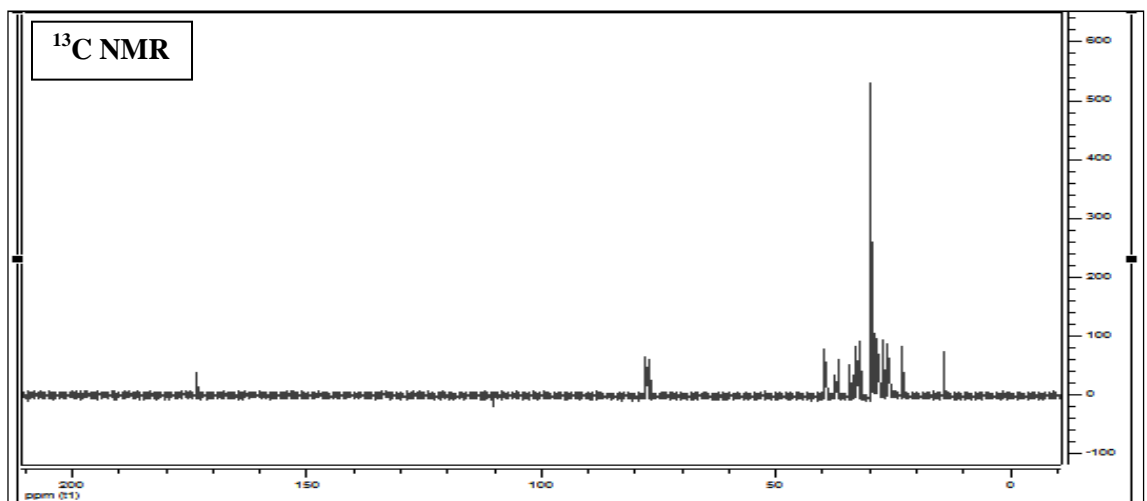
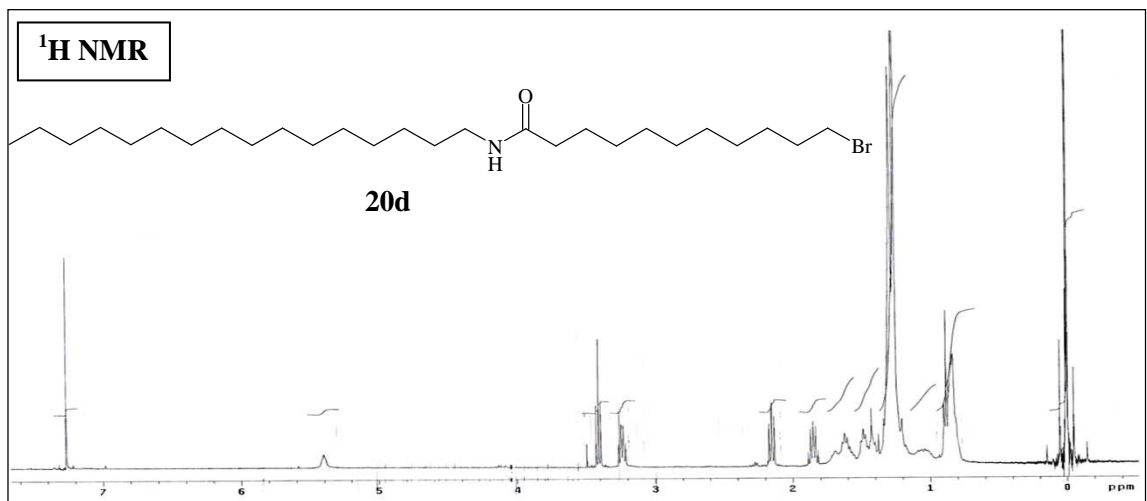
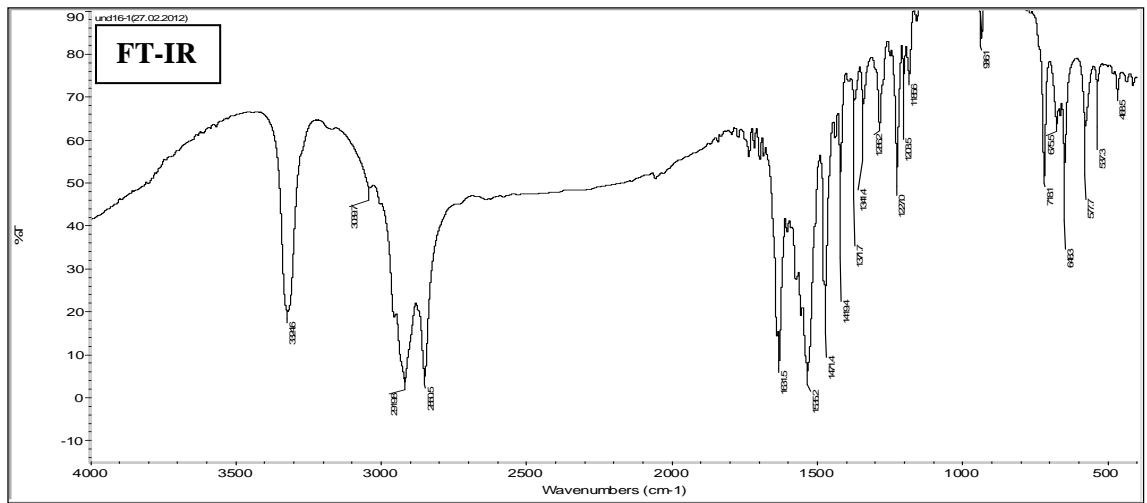
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 63



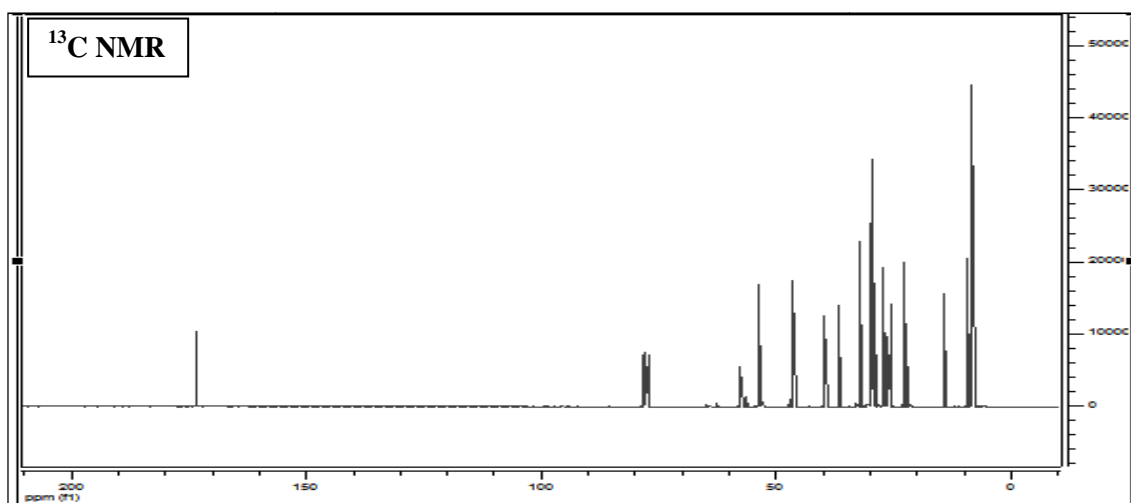
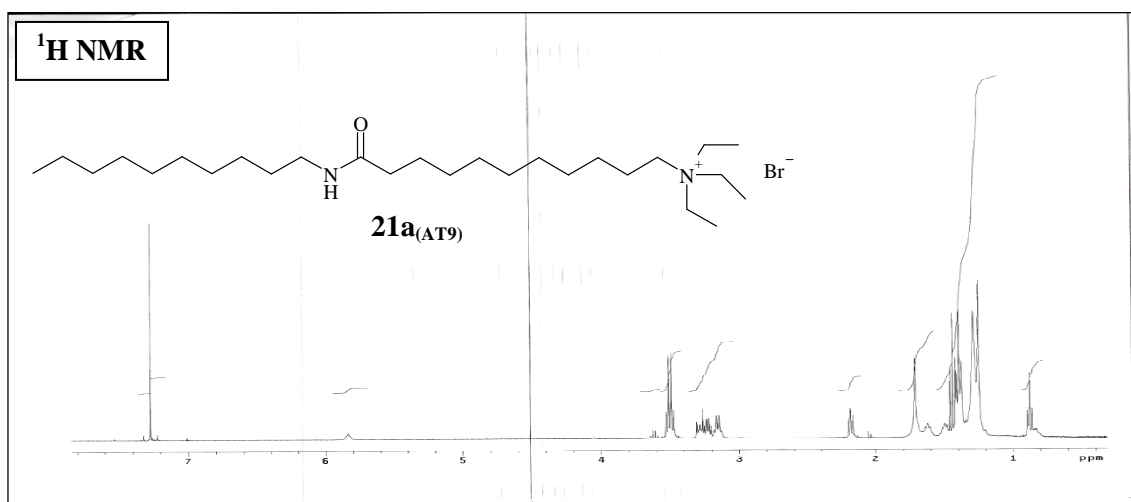
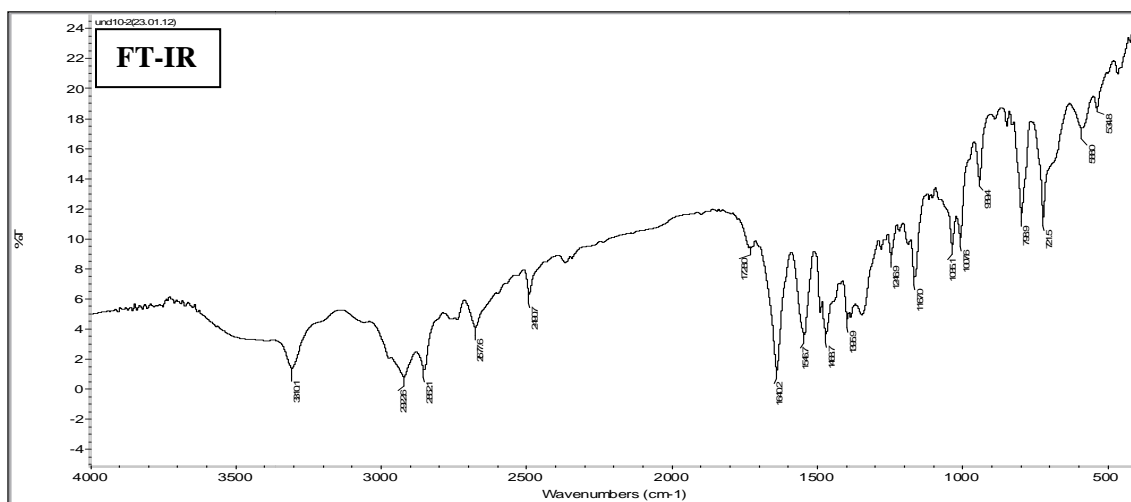
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 64



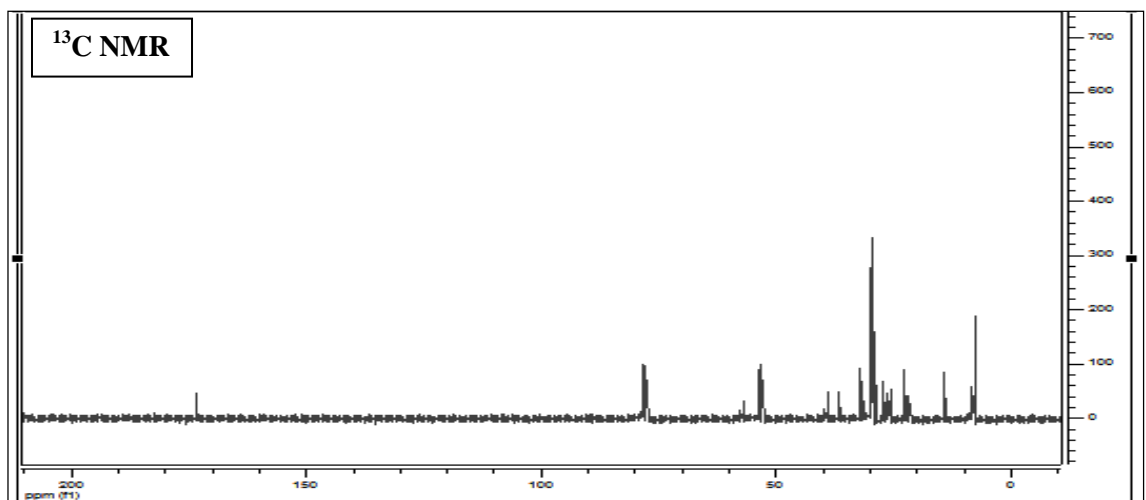
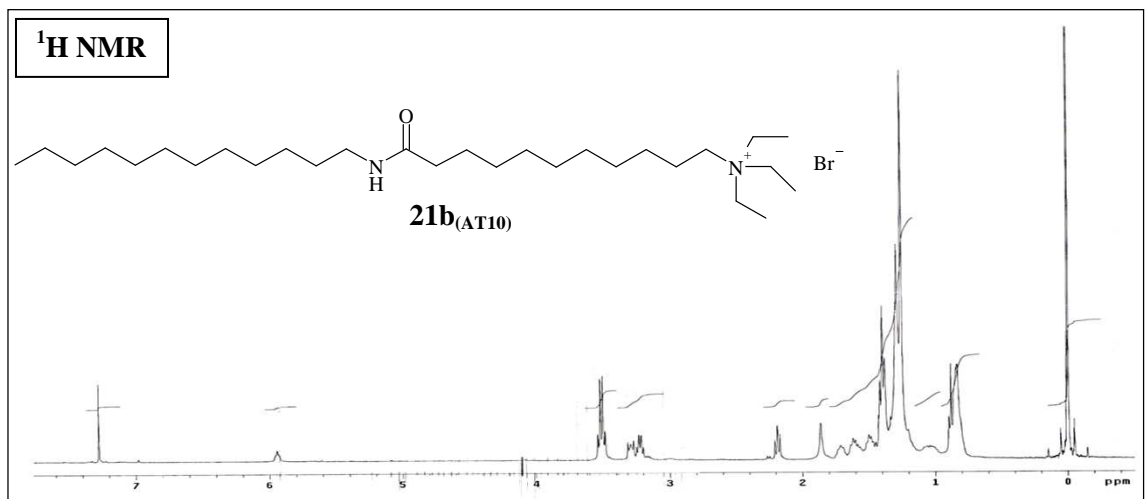
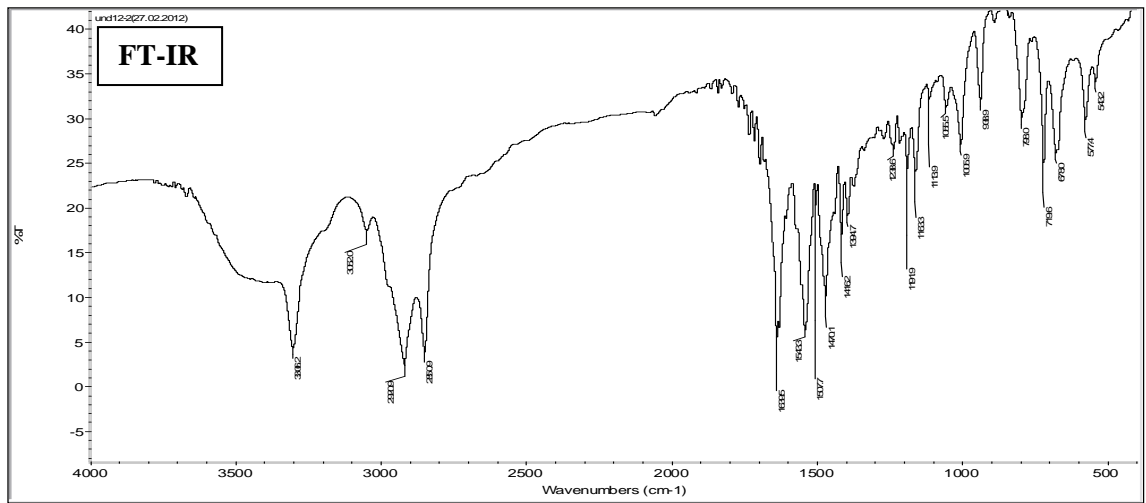
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 65



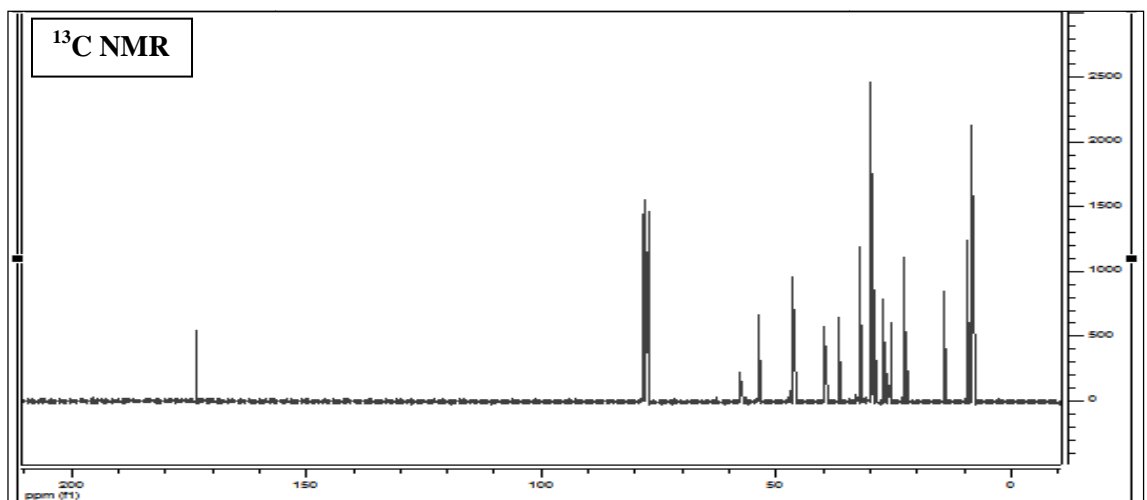
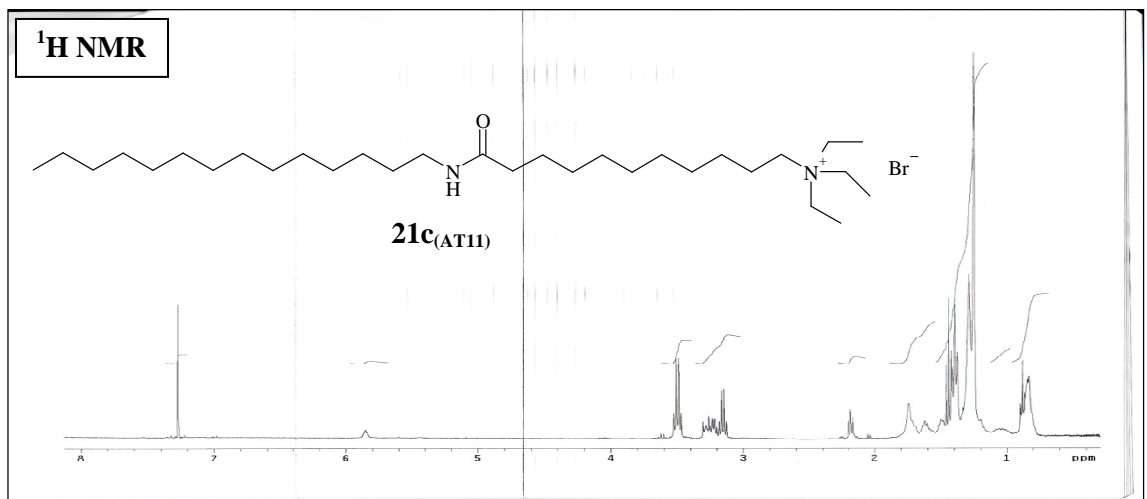
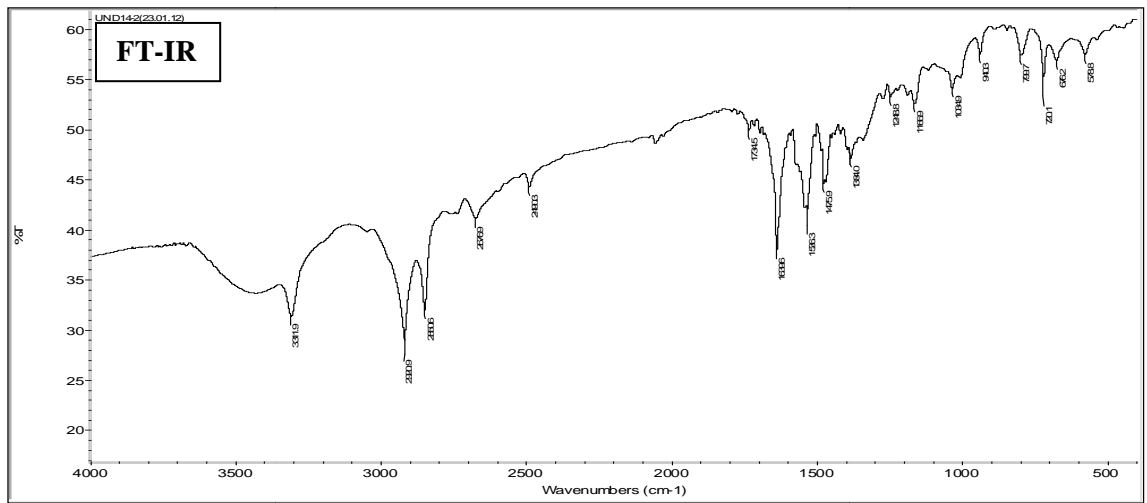
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 66



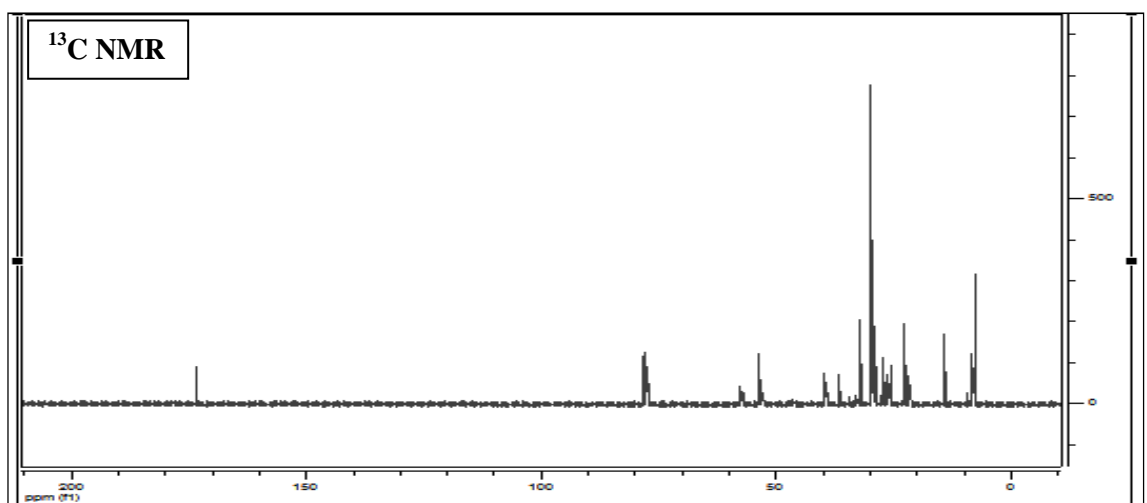
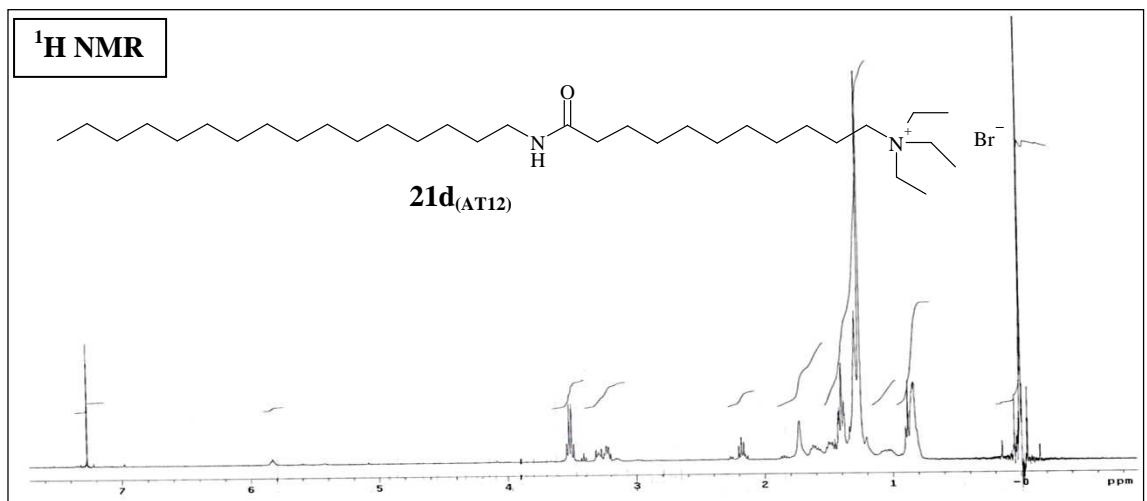
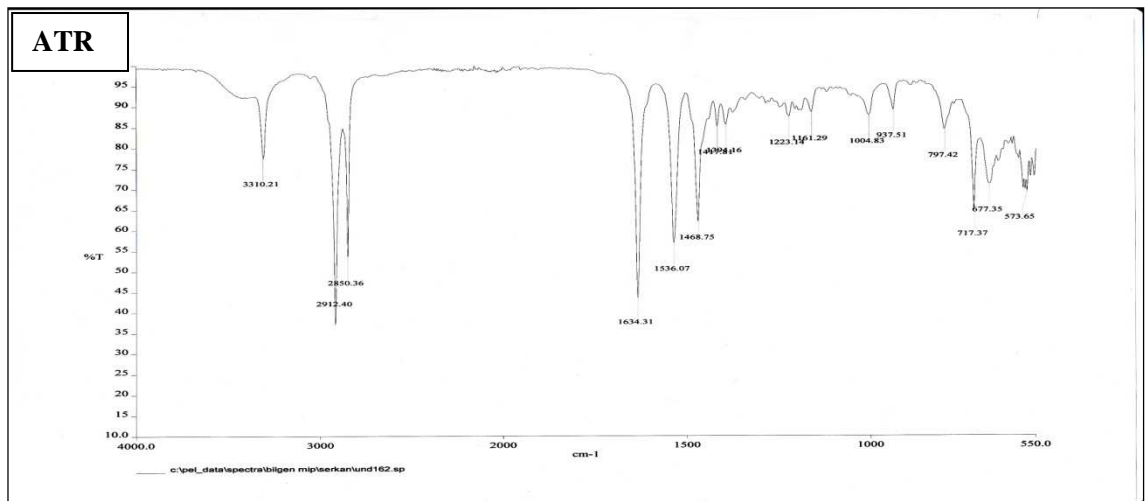
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 67



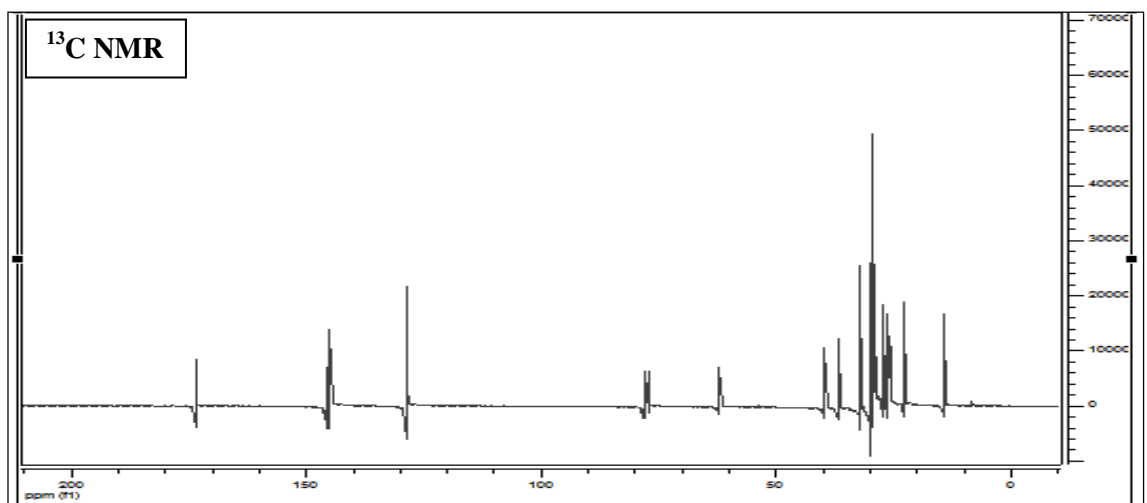
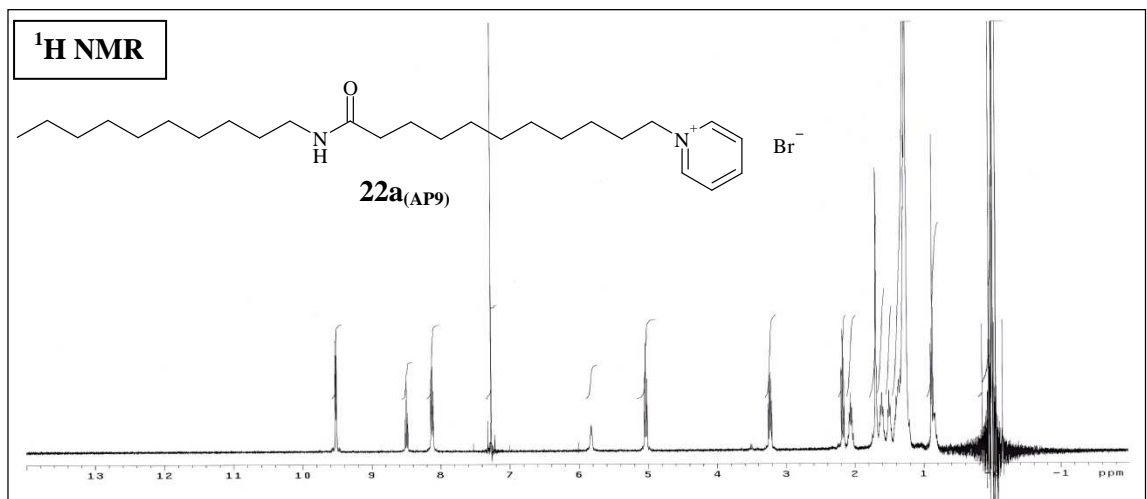
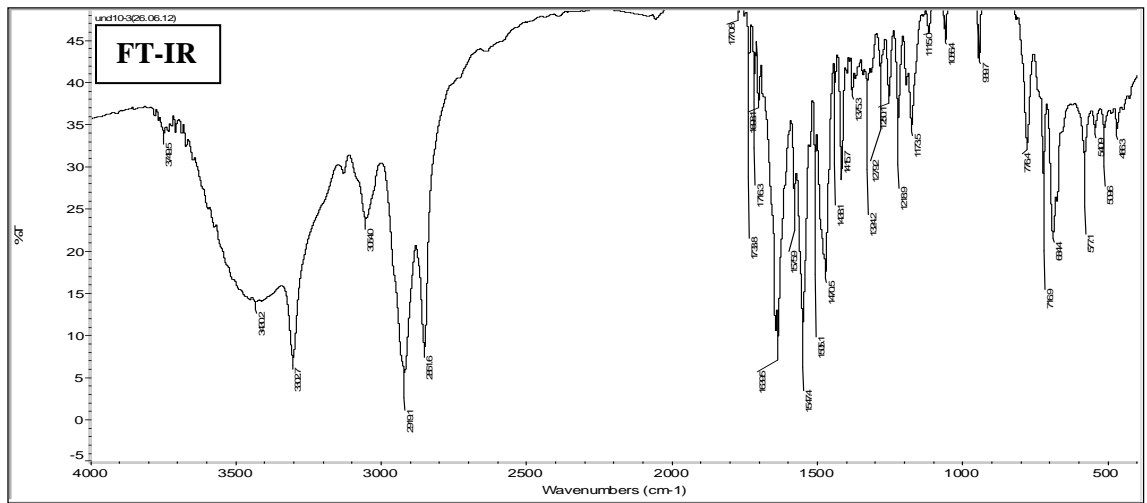
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 68



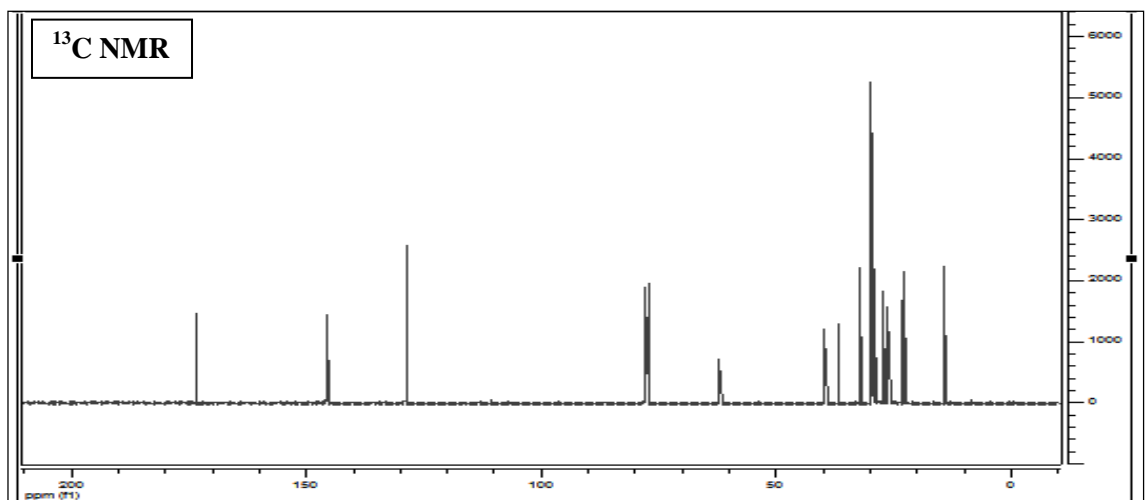
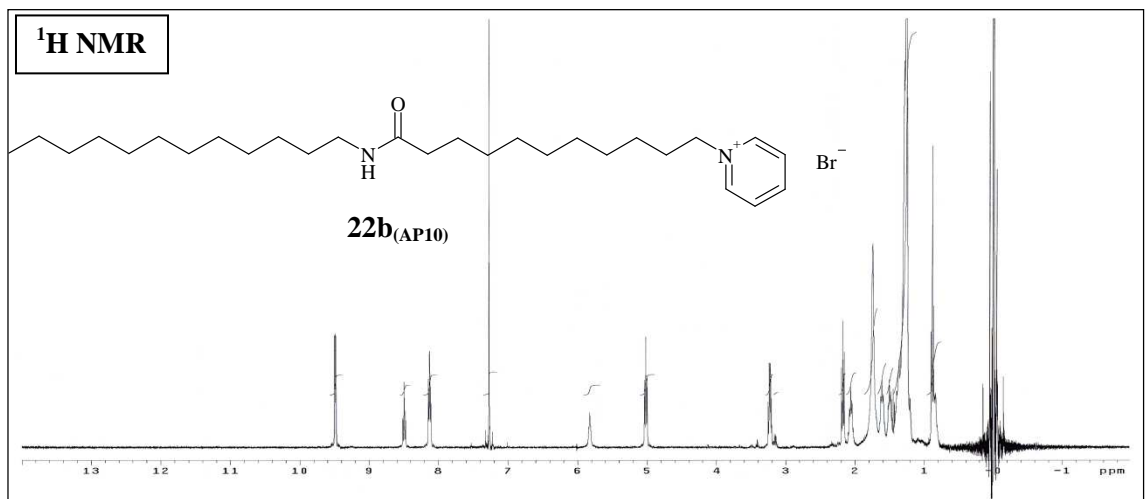
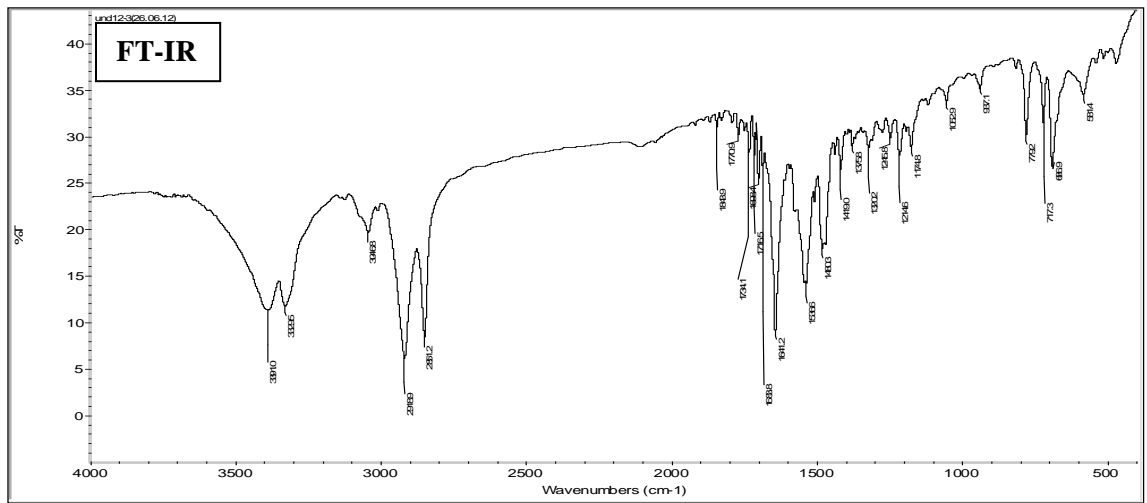
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 69



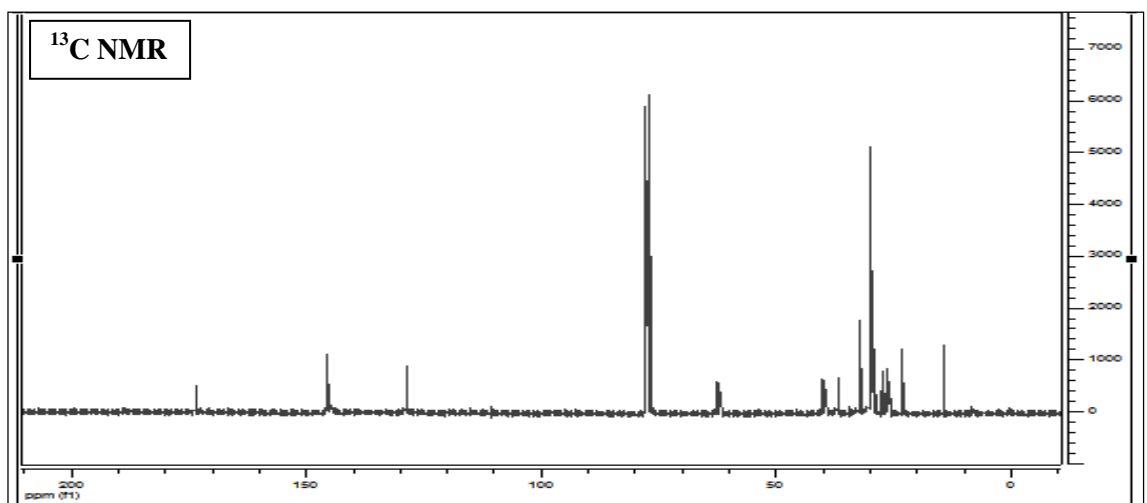
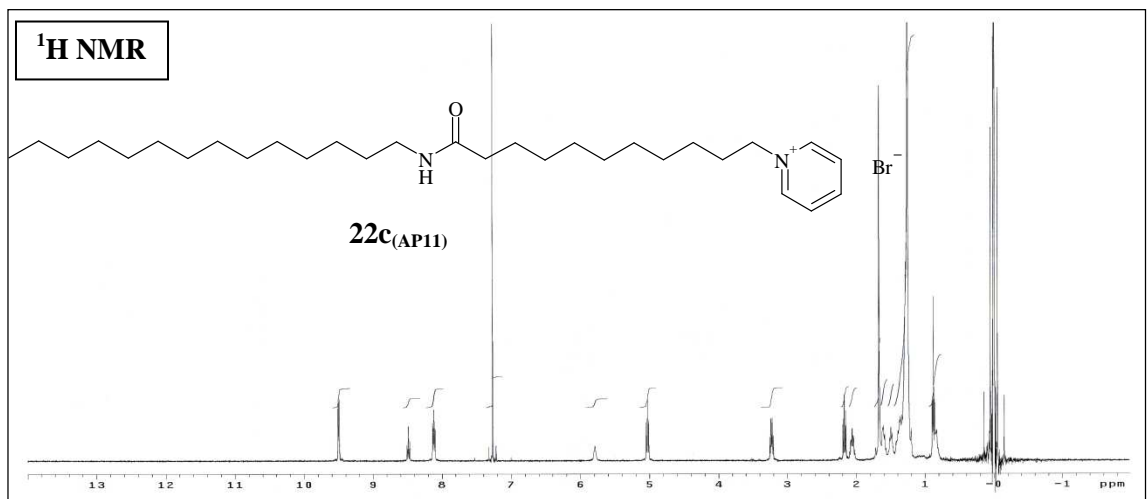
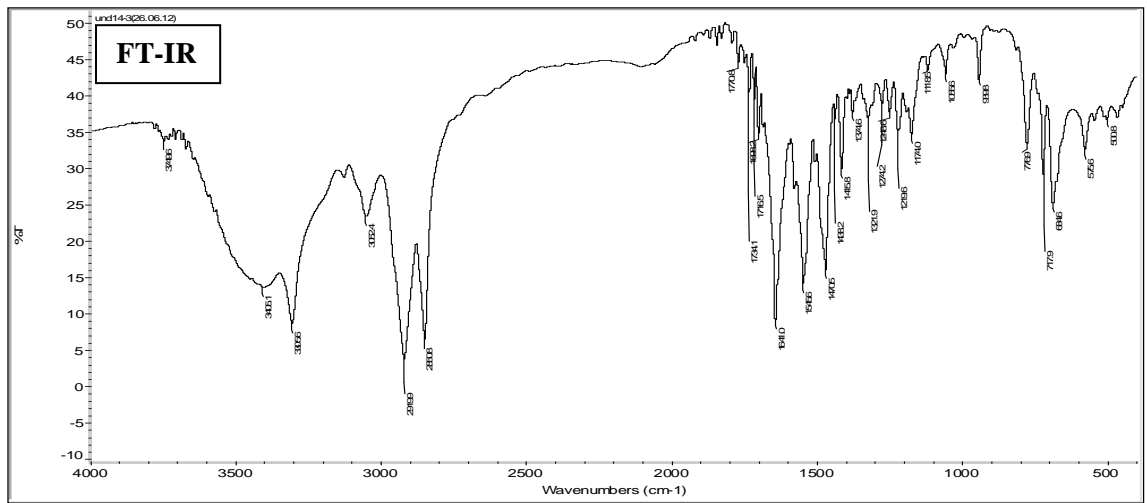
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 70



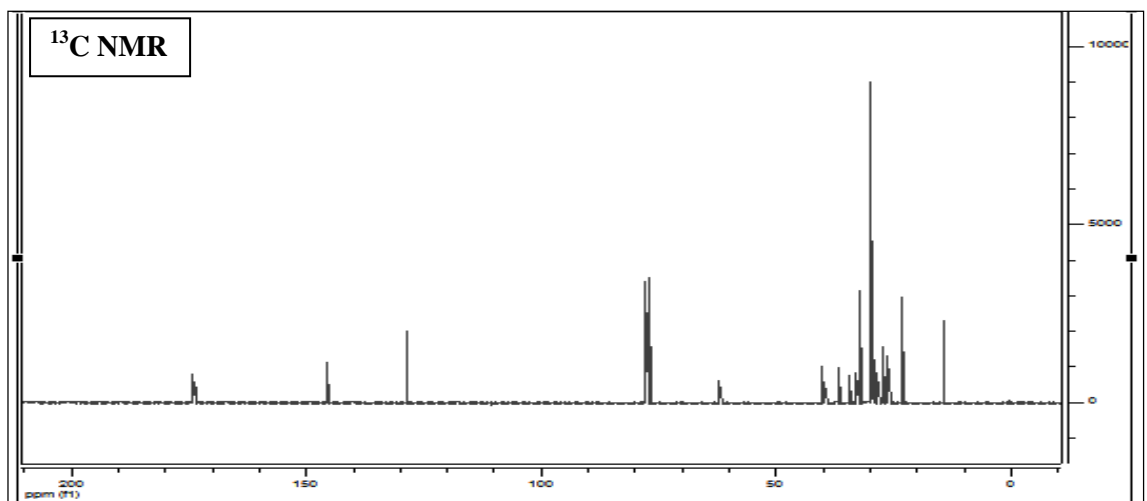
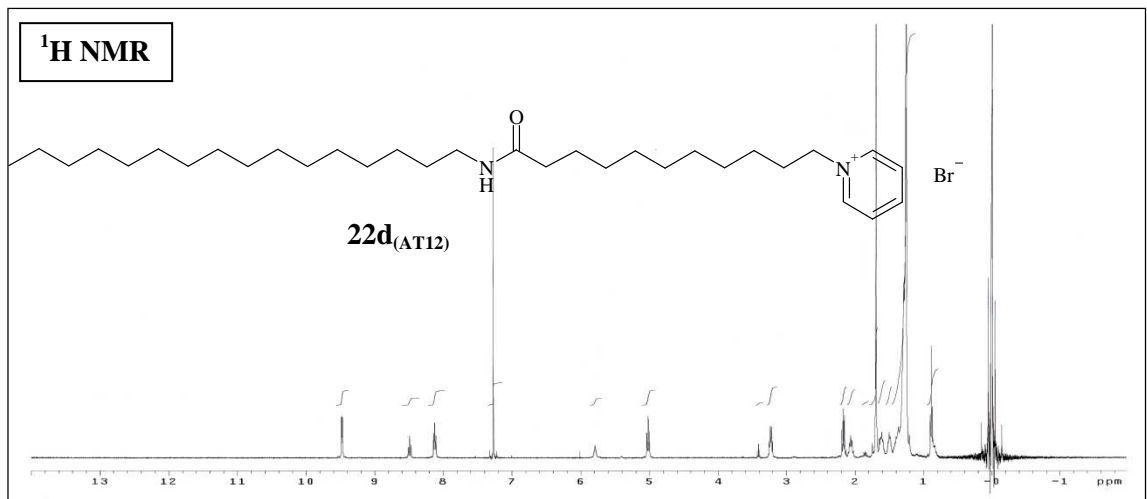
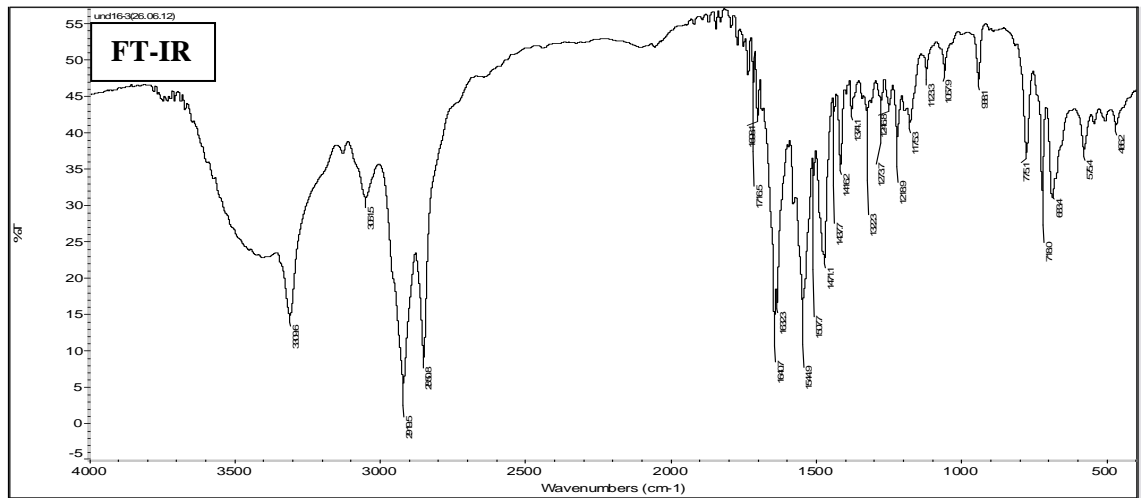
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 71



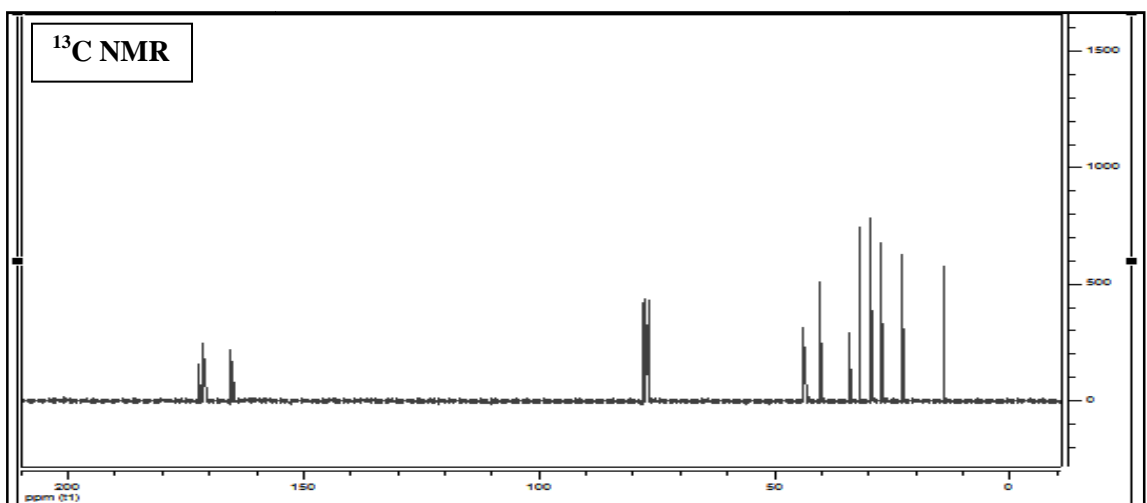
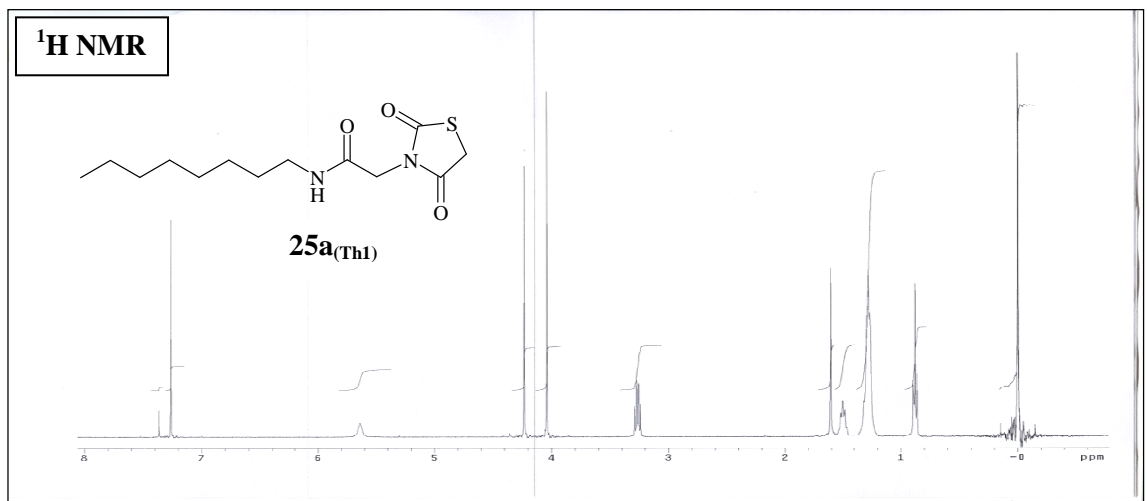
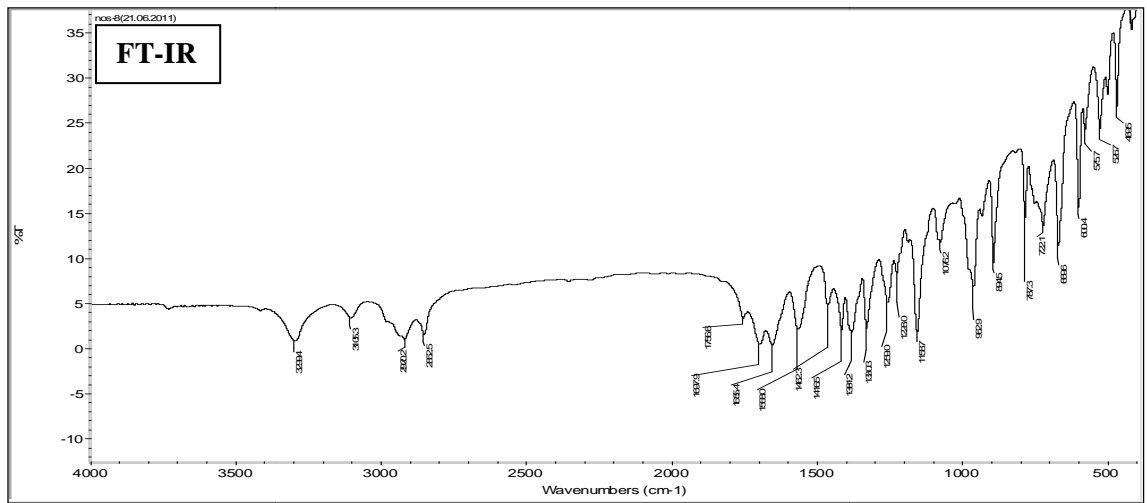
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 72



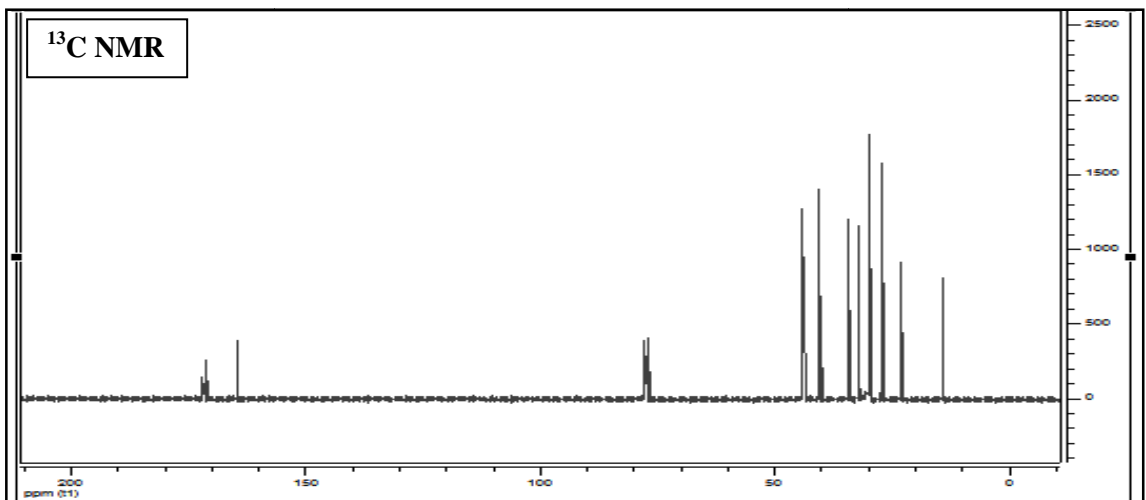
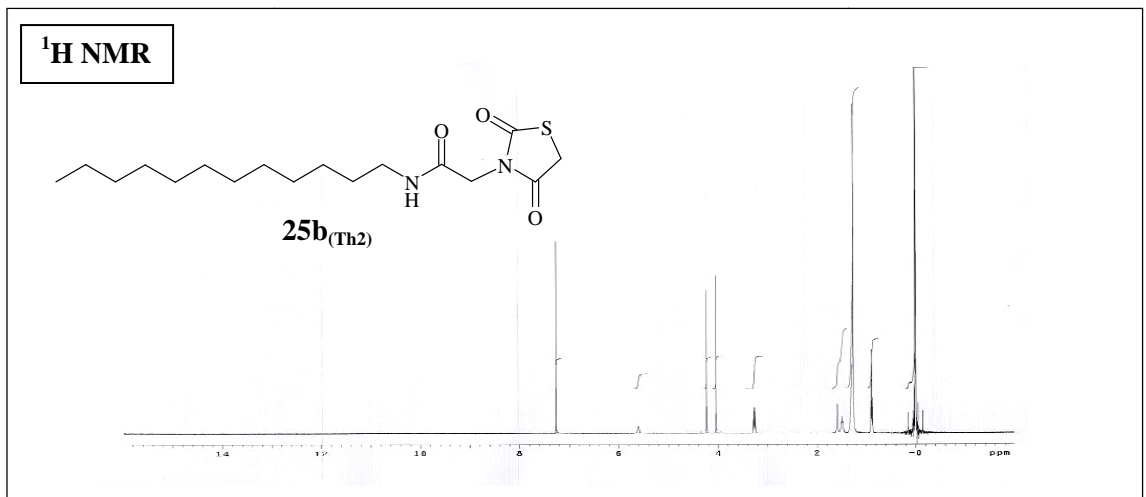
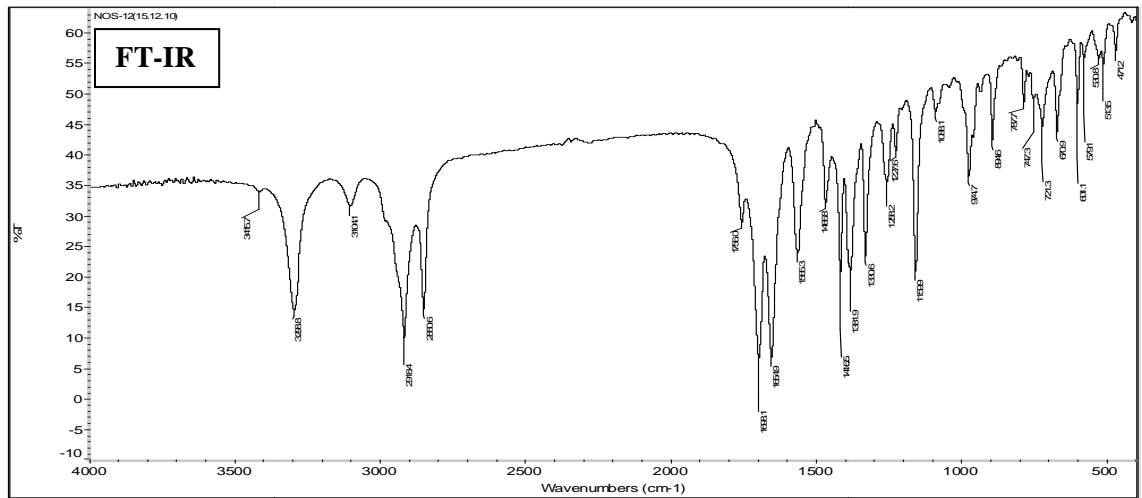
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 73



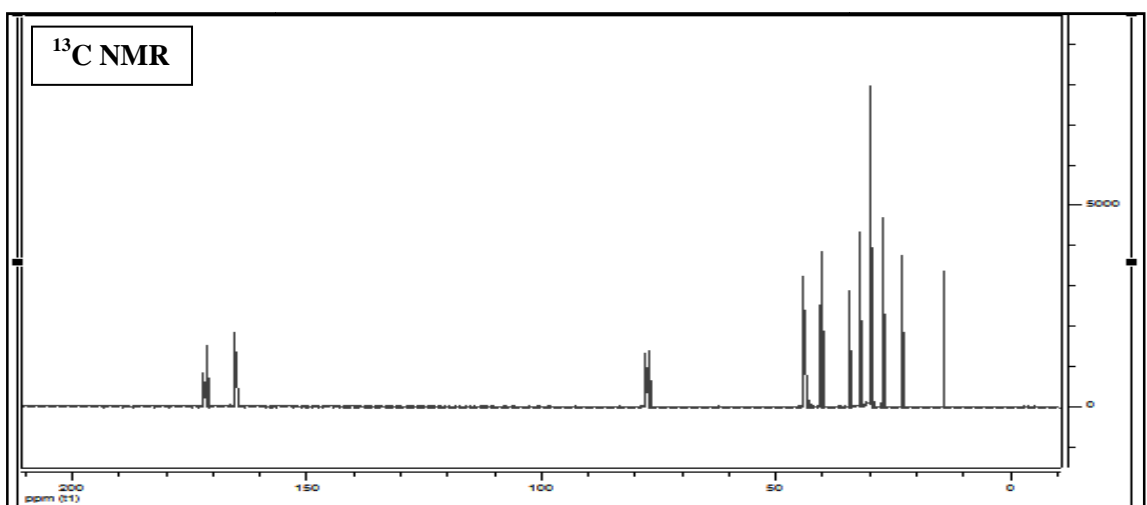
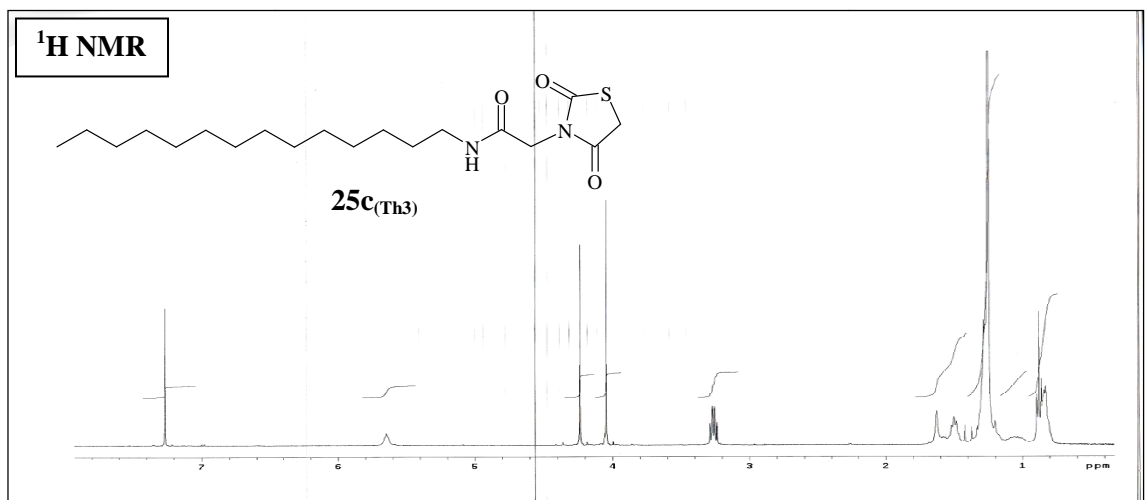
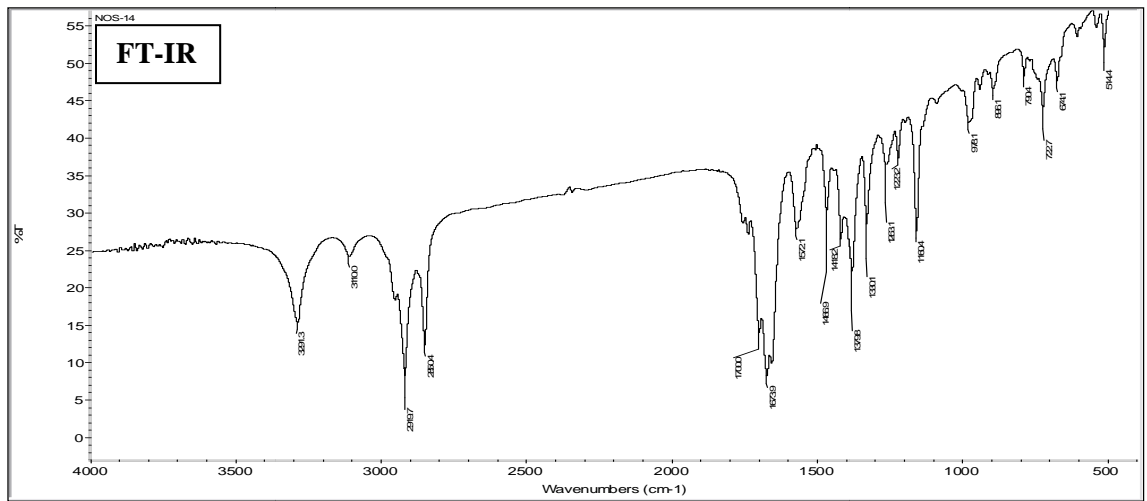
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 74



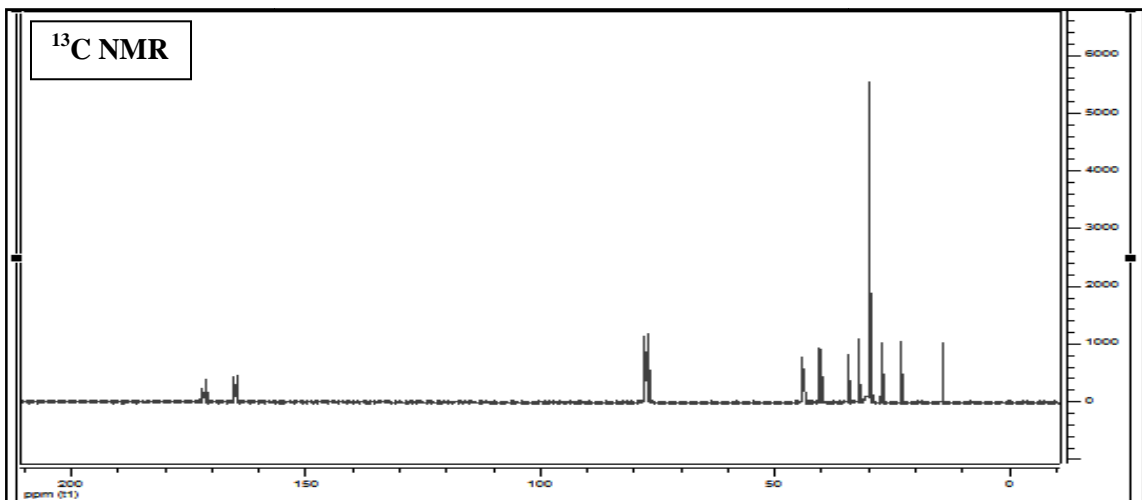
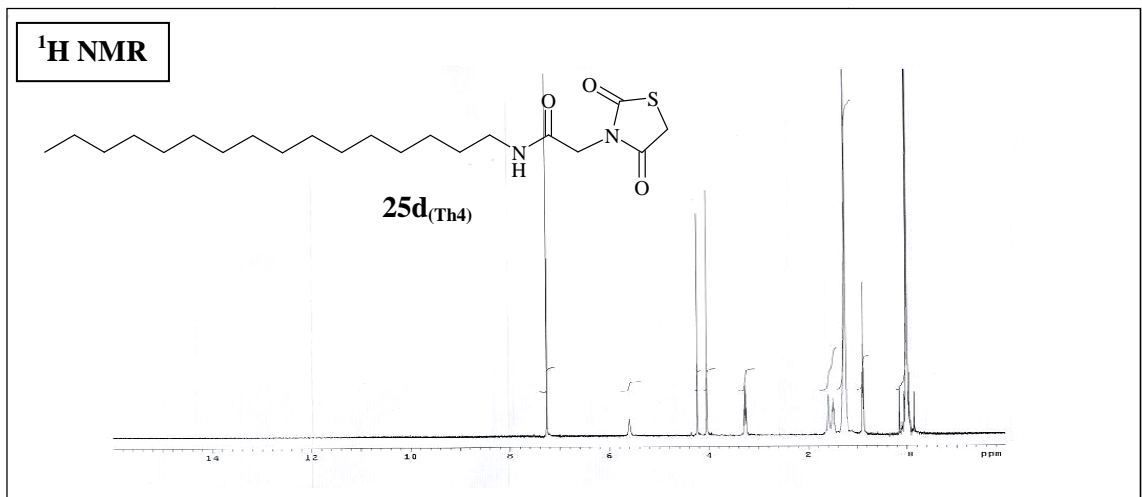
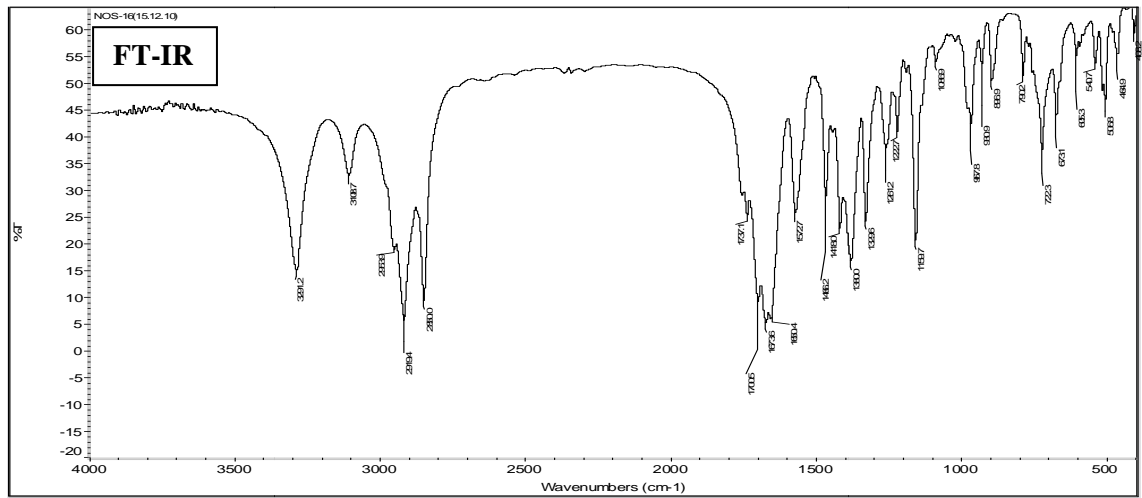
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 75



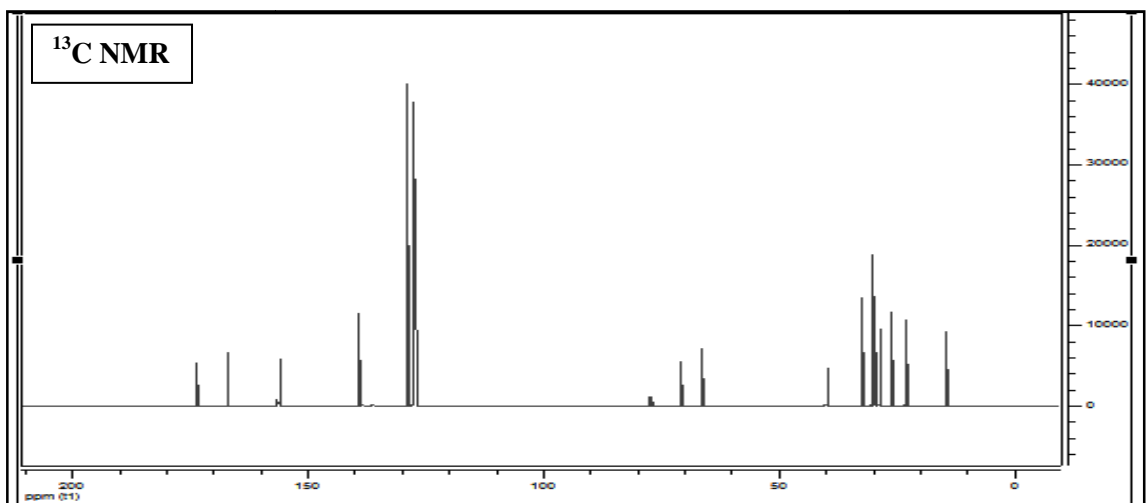
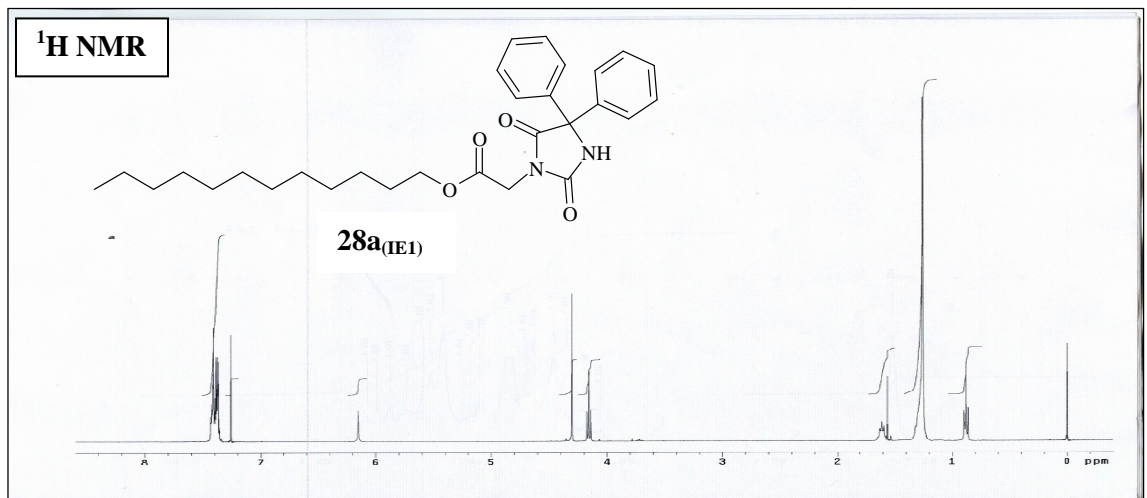
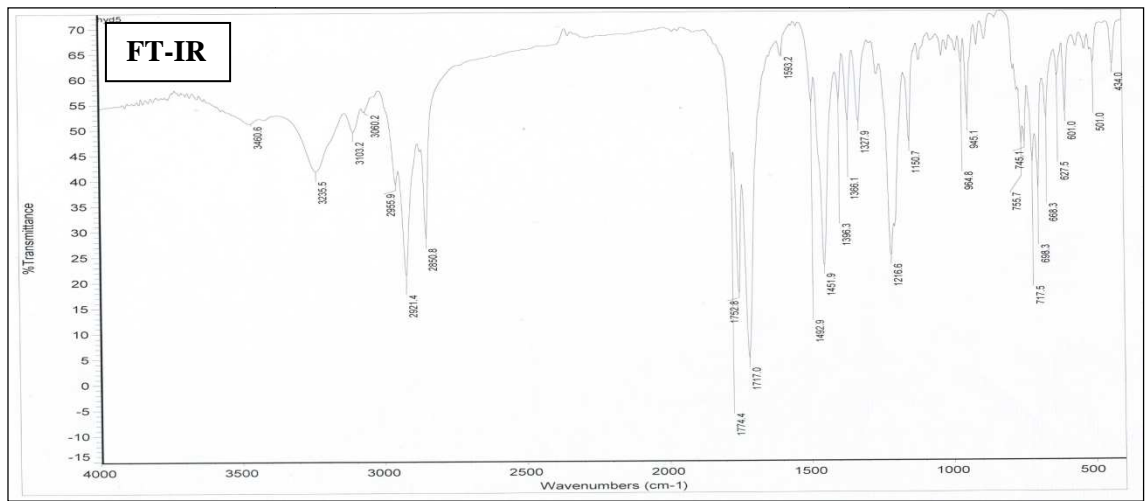
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 76



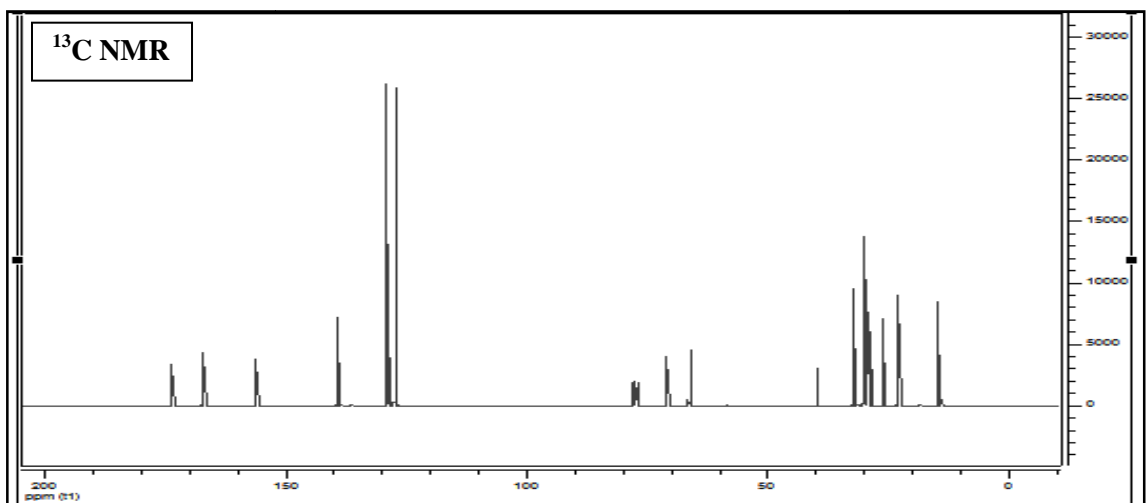
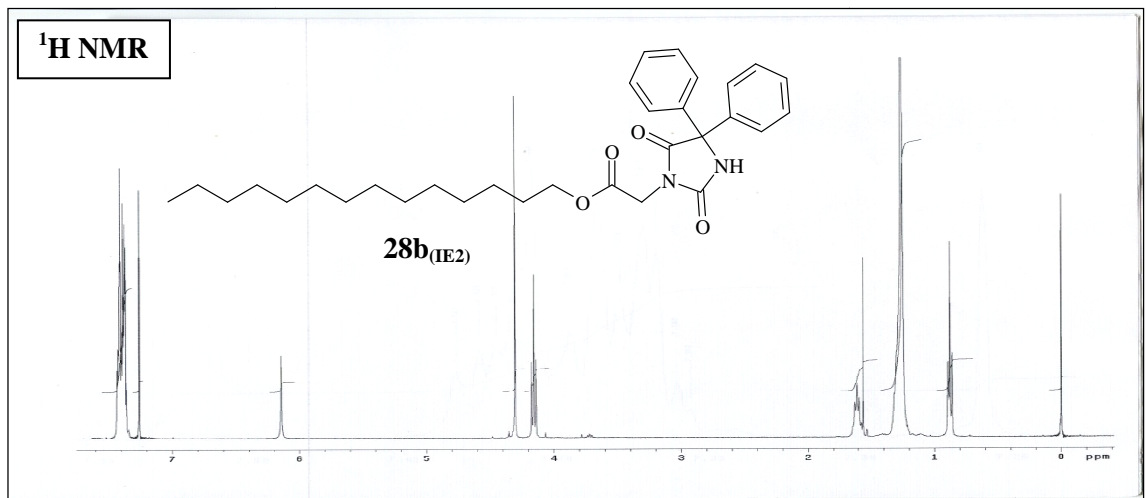
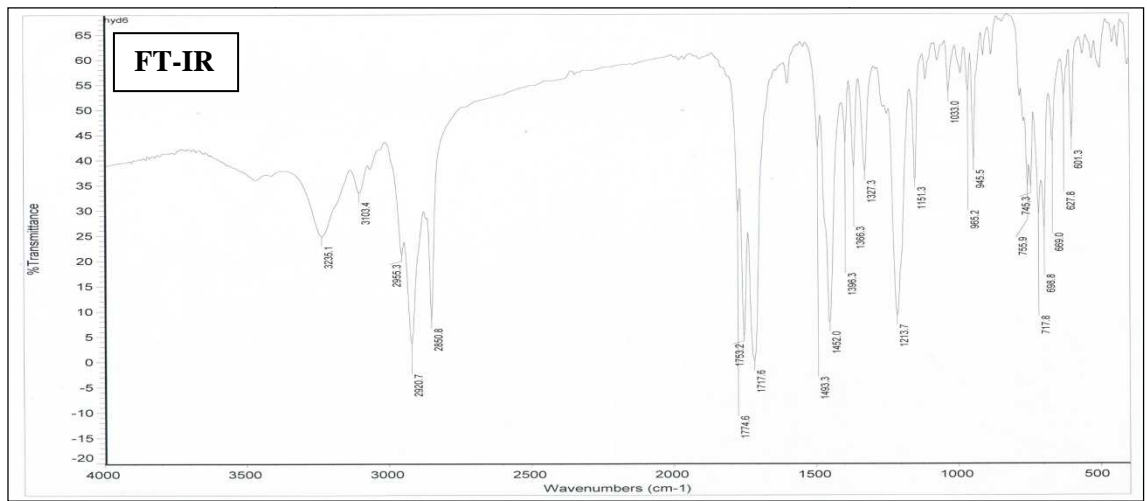
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 77



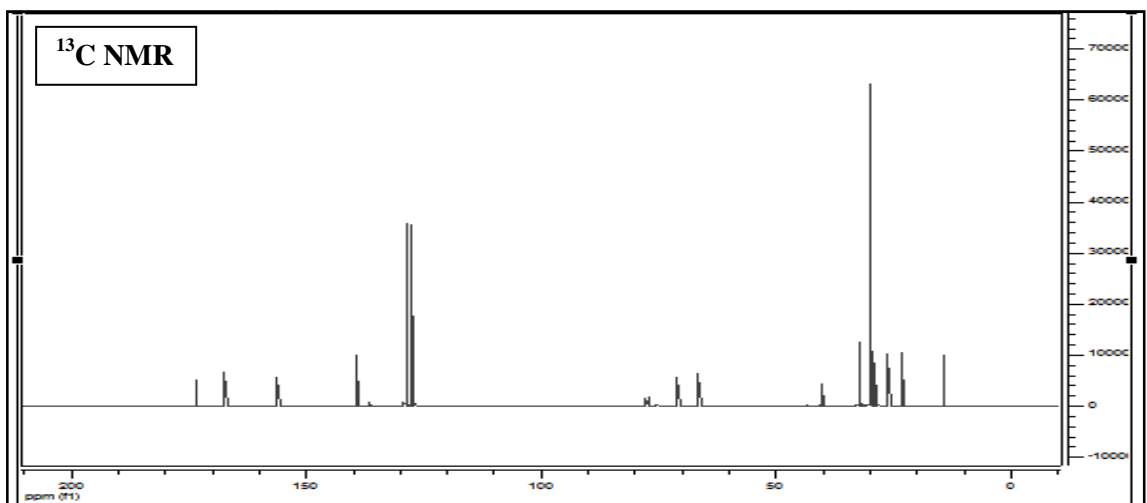
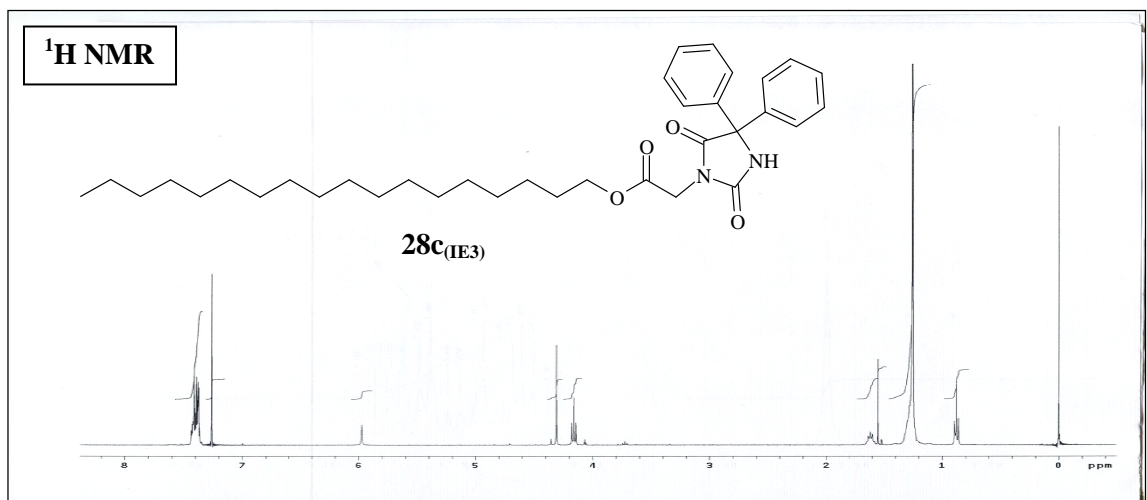
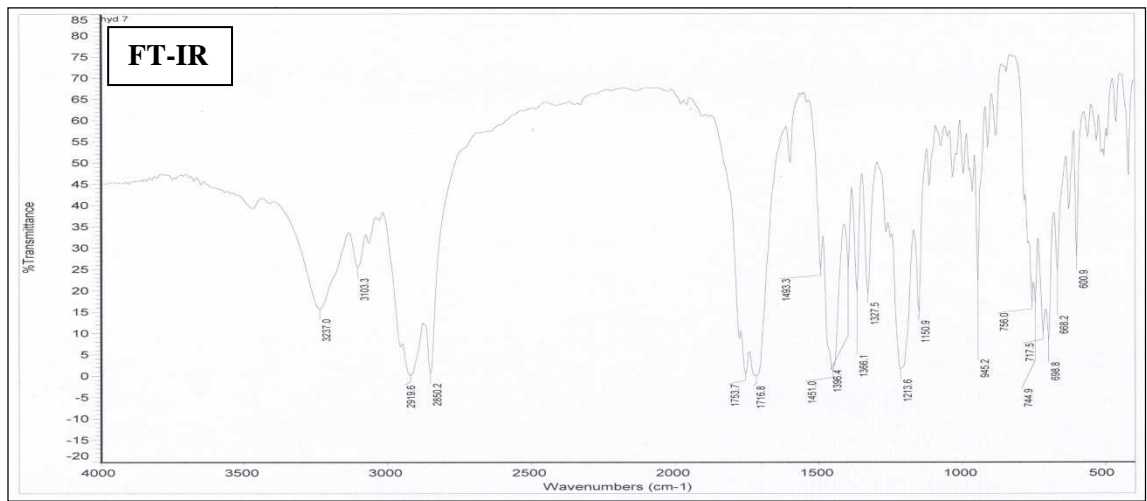
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 78



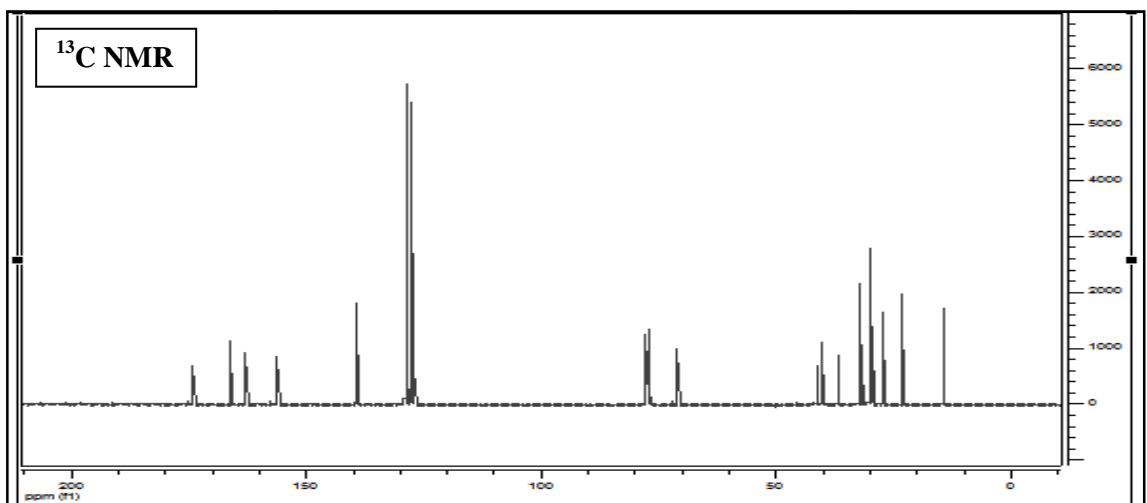
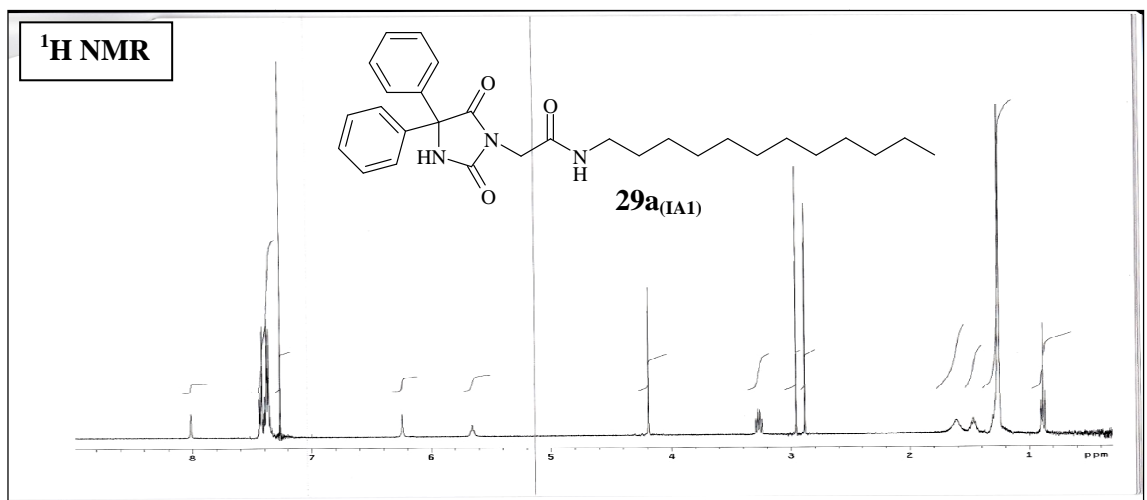
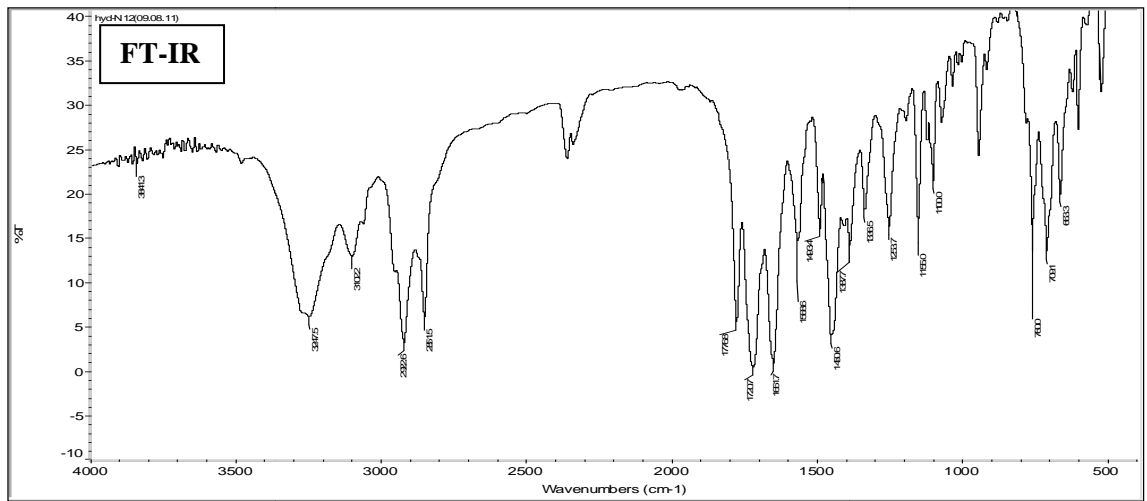
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 79



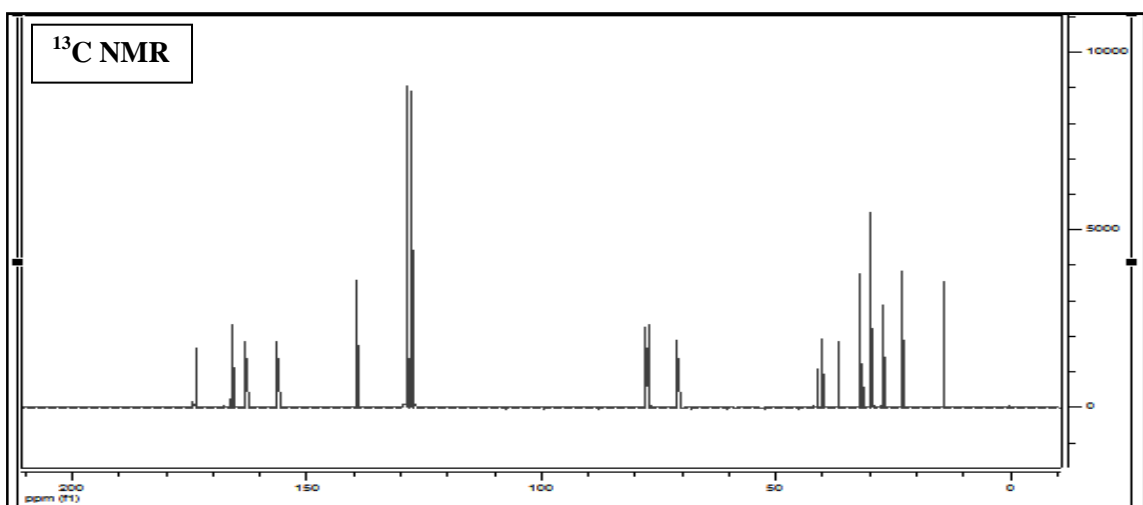
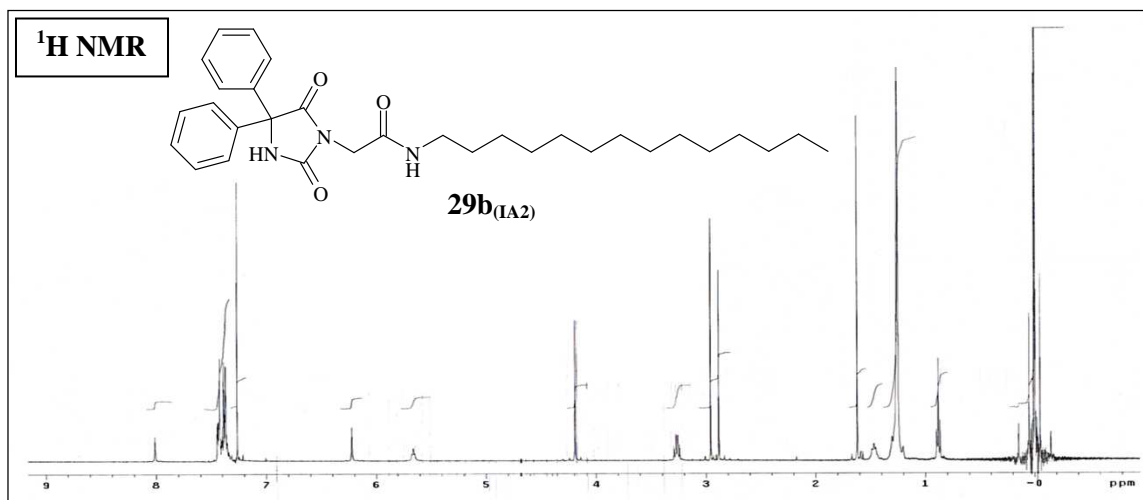
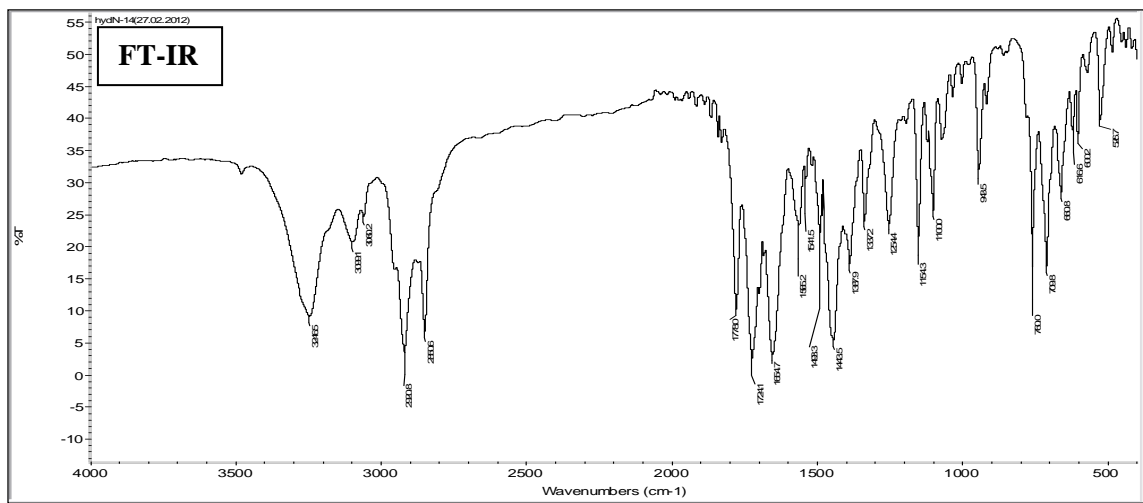
FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 80



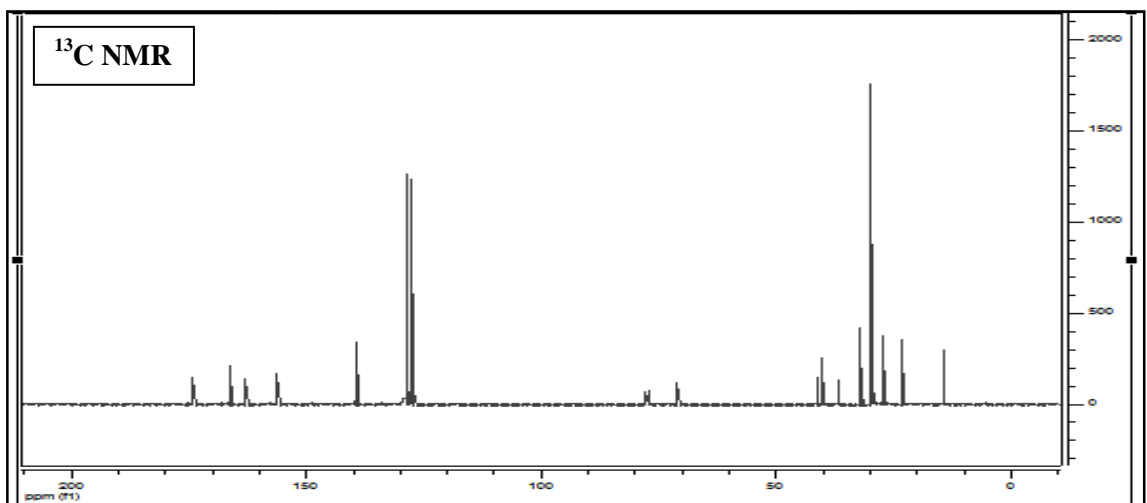
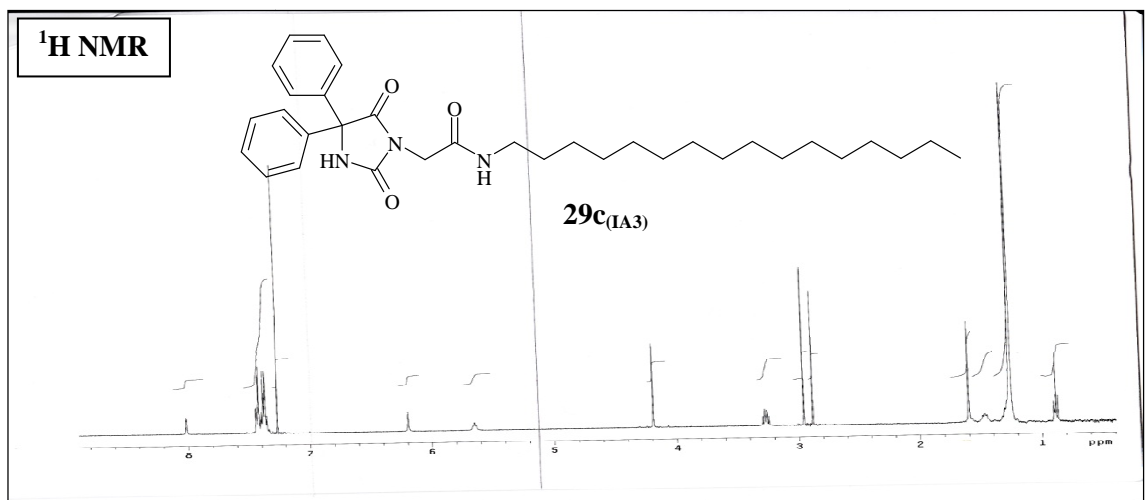
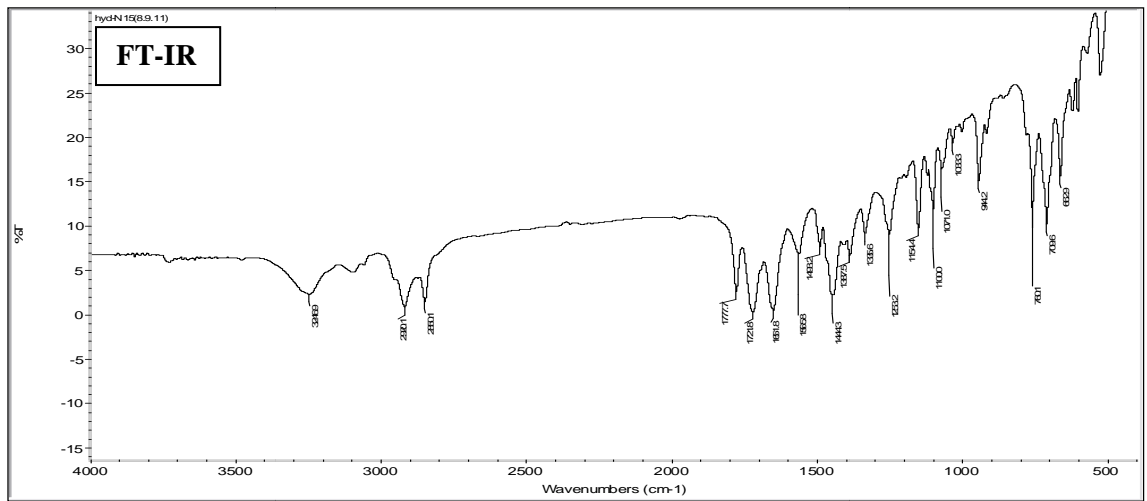
FT-IR, ¹H NMR ve ¹³C NMR 81



FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 82



FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR 83



EK 2: SENTEZLENEN BAZI BİLEŞİKLERE AİT TEMAS AÇISI ÖLÇÜM SONUÇLARI

EK 2-A: Çizelge 4.3.1.2 100 ppm konsantrasyonundaki **5a_(VT1)**, **5c_(VT3)**, **6b_(VP2)** ve **10c_(HP3)** inhibitörleri için belirtilen korozif ortamlarda statik su damlası yöntemi kullanılarak elde edilen temas açısı ölçümleri

EK 2-B: Şekil 4.3.1.5 100 ppm konsantrasyonundaki **5a_(VT1)**, **5c_(VT3)**, **6b_(VP2)** ve **10c_(HP3)** inhibitörlerinin belirtilen korozif ortamlardaki temas açısı ölçümünde metal yüzeyinde elde edilen statik damla şekilleri

EK 2-C: Çizelge 4.3.1.6 Çeşitli konsantrasyonlardaki alifatik yapılu trietilaminyum tuzu bileşiklerinden bazıları için ölçülen temas açısı değerleri

EK 2-D: Şekil 4.3.1.11 Alifatik yapılu trietilaminyum tuzu bileşiklerinden bazılarının belirtilen konsantrasyonlarında yapılan temas açısı ölçümlerinde metal yüzeyinde elde edilen statik damla şekilleri

EK 2-E: Çizelge 4.3.2.2 Mineral yağ-su ortamında yapılan korozyon testlerinin ardından ölçülen temas açısı değerleri

EK 2-F: Şekil 4.3.2.3 Mineral yağ-su ortamında yapılan korozyon testlerinin ardından yapılan temas açısı ölçümleri sırasında metal yüzeyinde elde edilen statik damla şekilleri

EK 2-A:

Çizelge 4.3.1.2 100 ppm konsantrasyonundaki **5a**_(VT1), **5c**_(VT3), **6b**_(VP2) ve **10c**_(HP3) inhibitörleri için belirtilen korozif ortamlarda statik su damlası yöntemi kullanılarak elde edilen temas açısı ölçümleri

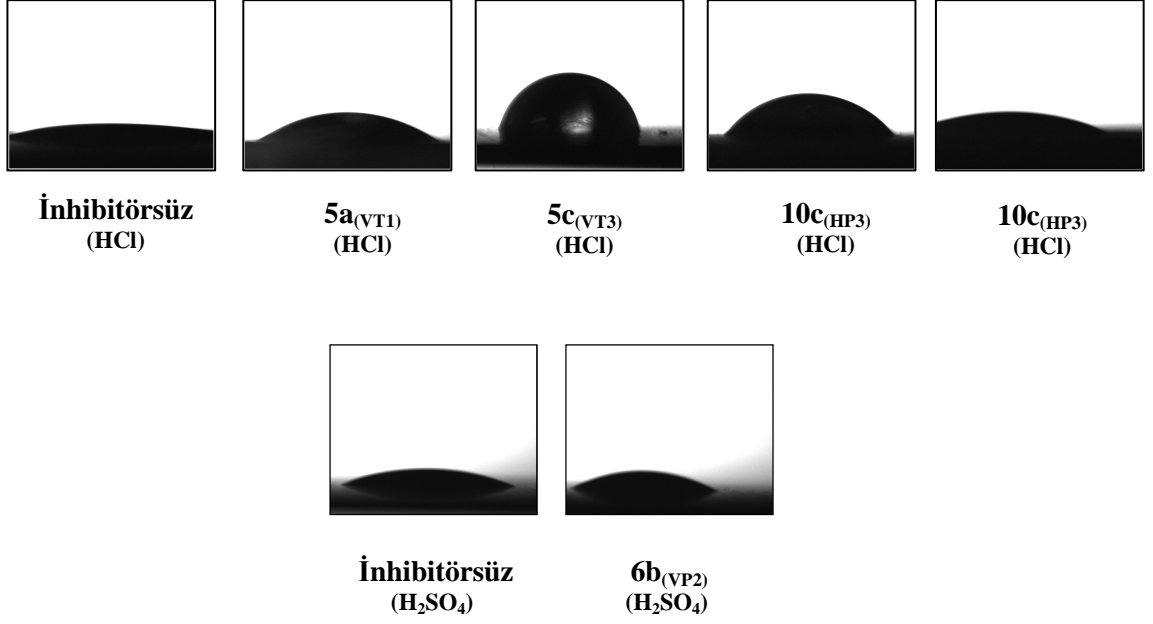
<i>Ölçülen temas açıları (°) (Ortalama değerler)^x</i>						
<i>İnhibitörsüz^y</i>		<i>İnhibitörler</i>				
1.5 M HCl	1.5 M H ₂ SO ₄	5a _(VT1) (HCl)	5c _(VT3) (HCl)	6b _(VP2) (H ₂ SO ₄)	10c _(HP3) ^z (HCl)	10c _(HP3) ^z (HCl)
16.31 ± 1.45	18,00 ± 7,17	35.29 ± 0.11	80.36 ± 0.65	30,22 ± 0,52	54.27 ± 0.22	22.09 ± 1.15

^x 10 adet ölçümün ortalaması.

^y İnhibitör içermeyen metal kuponda yapılan temas açısı ölçümleri.

^z Metal yüzeyinin iki farklı bölgesinden yapılan temas açıları ölçümleri.

EK 2-B:



Şekil 4.3.1.5 100 ppm konsantrasyonundaki **5a_(VT1)**, **5c_(VT3)**, **6b_(VP2)** ve **10c_(HP3)** inhibitörlerinin belirtilen korozif ortamlardaki temas açısı ölçümünde metal yüzeyinde elde edilen statik damla şekilleri

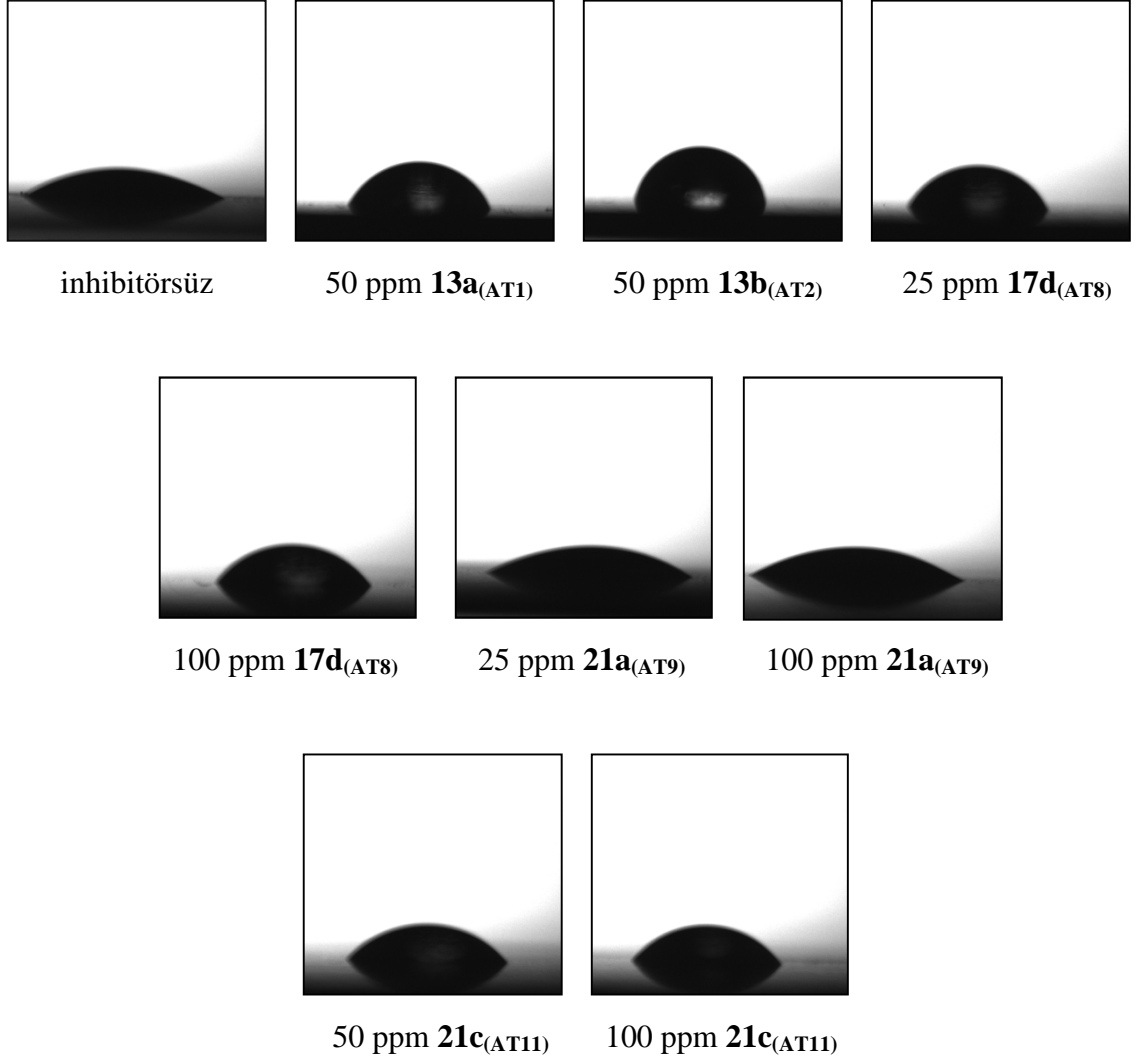
EK 2-C:

Çizelge 4.3.1.6 Çeşitli konsantrasyonlardaki alifatik yapılı trietilaminyum tuzu bileşiklerinden bazıları için ölçülen temas açısı değerleri

	Ölçülen Temas Açıları (Ortalama değerler)^x [°]
İnhibitörsüz	25,77 ± 3,16
İnhibitörler	
50 ppm 13a _(AT1)	67,13 ± 0,20
50 ppm 13b _(AT2)	84,32 ± 0,51
25 ppm 17d _(AT8)	67,52 ± 0,50
100 ppm 17d _(AT8)	57,76 ± 0,67
25 ppm 21a _(AT9)	33,07 ± 0,19
100 ppm 21a _(AT9)	32,88 ± 2,93
50 ppm 21c _(AT11)	54,58 ± 0,84
100 ppm 21c _(AT11)	52,77 ± 4,89

^x 10 adet ölçümün ortalaması

EK 2-D:



Şekil 4.3.1.11 Alifatik yapılu trietilaminyum tuzu bileşiklerinden bazılarının belirtilen konsantrasyonlarında yapılan temas açısı ölçümlerinde metal yüzeyinde elde edilen statik damla şekilleri

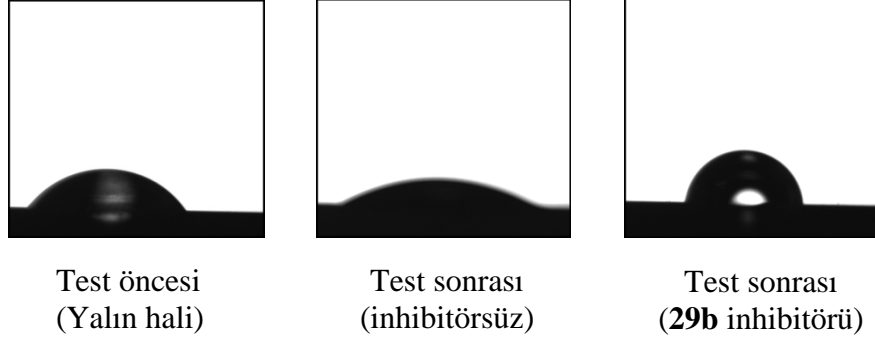
EK 2-E:

Çizelge 4.3.2.2 Mineral yağ-su ortamında yapılan korozyon testlerinin ardından ölçülen temas açısı değerleri

Ölçülen Temas Açıları (Ortalama değerler)^x [°]		
Test öncesi metal yüzeyi (Yalın hali)	Test sonrası metal yüzeyi (inhibitörsüz)	Test sonrası metal yüzeyi (29b _(IA2) inhibitörü)
55,42 ± 0,24	29,69 ± 0,74	84,35 ± 0,48

^x 10 adet ölçümün ortalaması

EK 2-F:



Şekil 4.3.2.3 Mineral yağ-su ortamında yapılan korozyon testlerinin ardından yapılan temas açısı ölçümleri sırasında metal yüzeyinde elde edilen statik damla şekilleri

EK 3: SENTEZLENEN BAZI BİLEŞİKLERE AİT OPTİK PROFİLOMETRE GÖRÜNTÜLERİ

EK 3-A: Şekil 4.3.1.6 **6c**_(VP3) bileşiğinin 1.5 M HCl ortamında elde edilen metal yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri

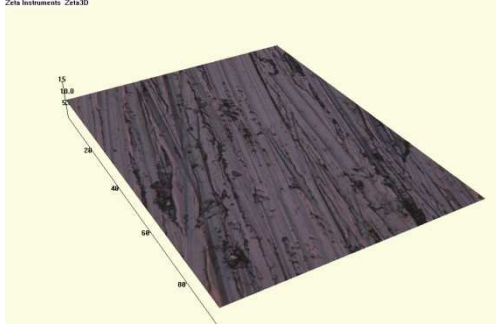
EK 3-B: Şekil 4.3.1.7 **6d**_(VP4) ve **21c**_(AT11) inhibitörlerine ait 1.5 M HCl ortamında elde edilen metal yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri

EK 3-C: Şekil 4.3.1.12 **13a**_(AT1), **13b**_(AT2) ve **17d**_(AT8) bileşikleri için 1.5 M HCl ortamında elde edilen metal yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri

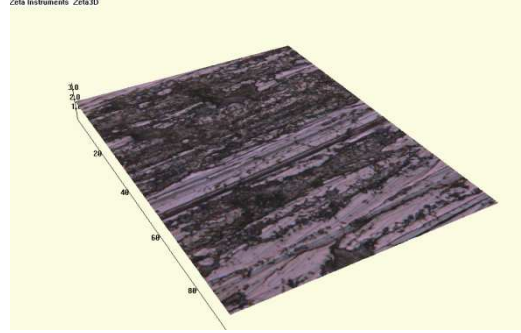
EK 3-D: Şekil 4.3.1.13 1.5 M H₂SO₄ korozif ortamında **21a**_(AT9) bileşiği için elde edilen metal yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri

EK 3-E: Şekil 4.3.2.4 Mineral yağ-su ortamında **29b**_(IA2) bileşiği için elde edilen metal çubuk yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri

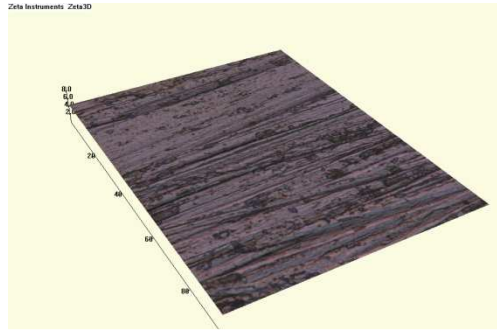
EK 3-A:



Referans (100x)



İnhibitörsüz (100x)



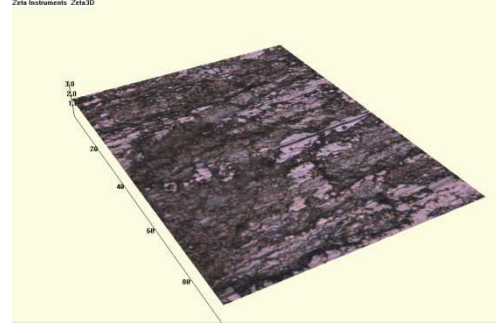
50 ppm 6c(VP3) (100x)

Şekil 4.3.1.6 6c(VP3) bileşiğinin 1.5 M HCl ortamında elde edilen metal yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri

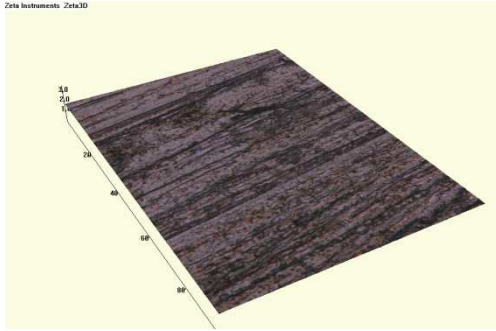
EK 3-B:



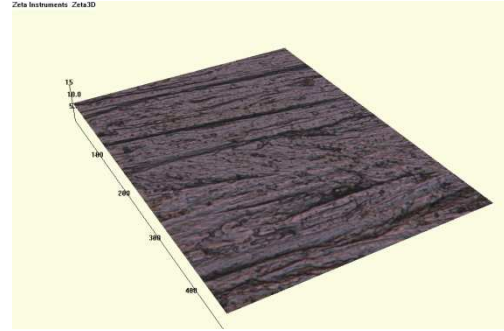
Referans (100x)



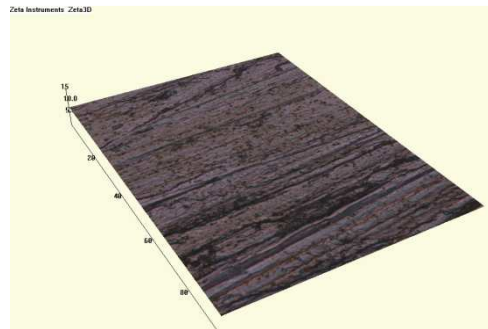
İnhibitörsüz (100x)



100 ppm 6d_(VP4) (100x)



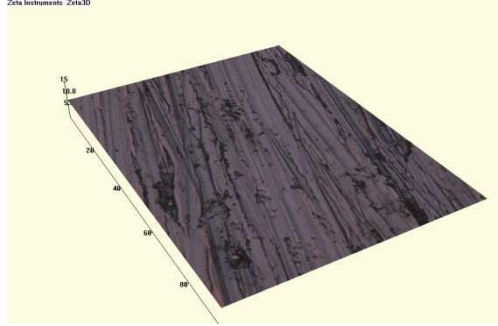
25 ppm 21c_(AT11) (100x)



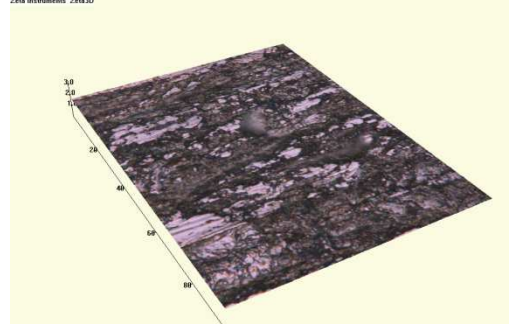
100 ppm 21c_(AT11) (100x)

Şekil 4.3.1.7 6d_(VP4) ve 21c_(AT11) inhibitörlerine ait 1.5 M HCl ortamında elde edilen metal yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri

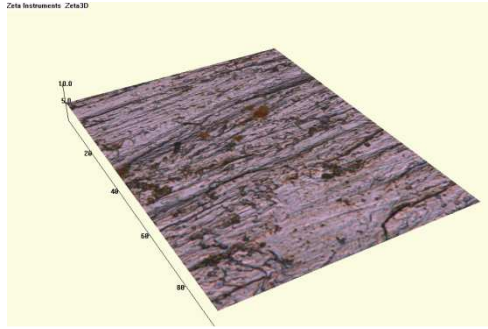
EK 3-C:



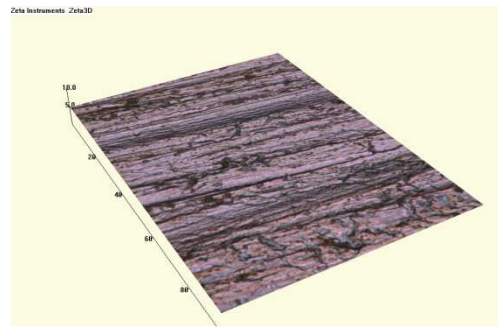
Referans (100x)



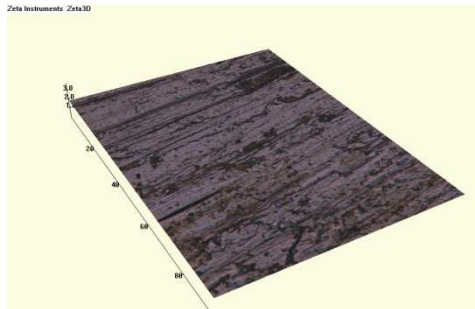
İnhibitörsüz (100x)



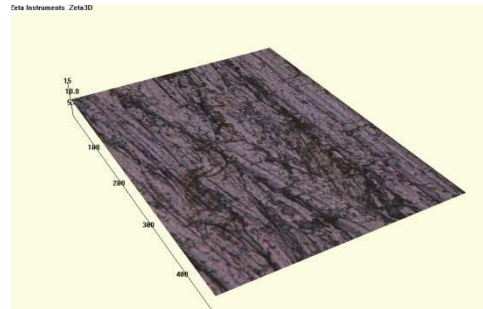
50 ppm 13a_(AT1) (100x)



50 ppm 13b_(AT2) (100x)



50 ppm 17d_(AT8) (100x)



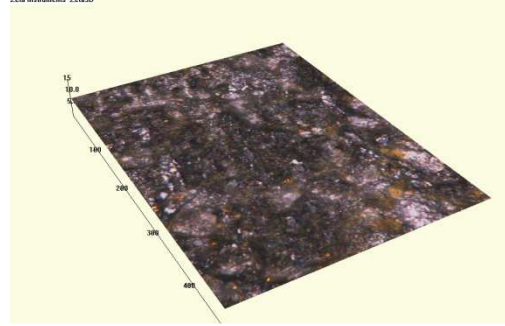
100 ppm 17d_(AT8) (100x)

Şekil 4.3.1.12 13a_(AT1), 13b_(AT2) ve 17d_(AT8) bileşikleri için 1.5 M HCl ortamında elde edilen metal yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri

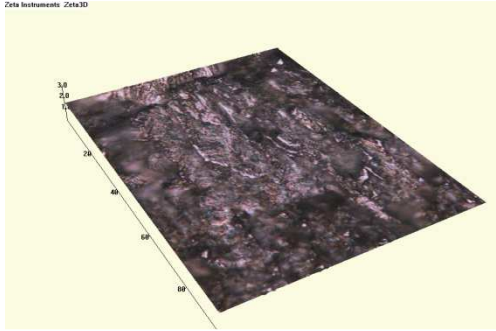
EK 3-D:



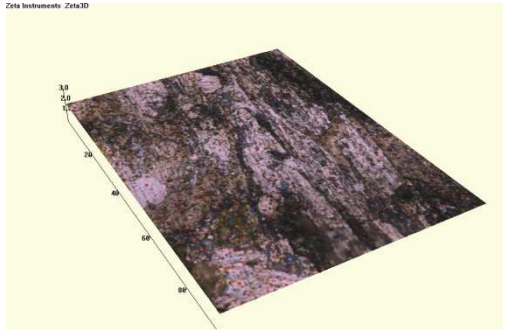
Referans (100x)



İnhibitörsüz (100x)



25 ppm 21a_(AT9) (100x)



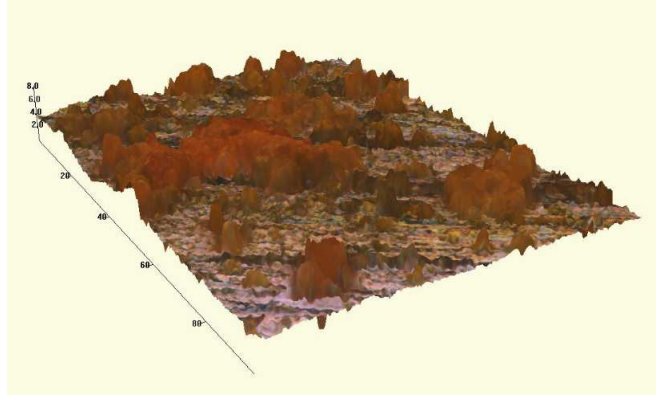
100 ppm 21a_(AT9) (100x)

Şekil 4.3.1.13 1.5 M H₂SO₄ korozif ortamında 21a_(AT9) bileşiği için elde edilen metal yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri

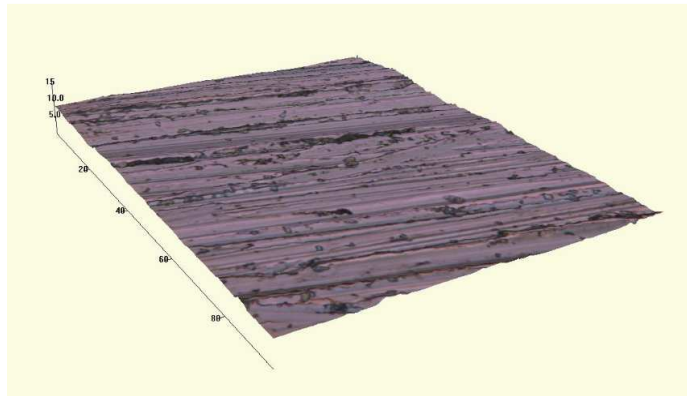
EK 3-E:



Test öncesi (100x)



Test sonrası (inhibitörsüz, 100x)



Test sonrası (29b_(IA2) inhibitörü, 100x)

Şekil 4.3.2.4 Mineral yağ-su ortamında 29b_(IA2) bileşiği için elde edilen metal çubuk yüzeyi Optik Profilometre görüntüleri

EK 4: SENTEZLENEN BAZI BİLEŞİKLERE AİT TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU (SEM) GÖRÜNTÜLERİ

EK 4-A: Şekil 4.3.1.14 Taramalı elektron mikroskobu ile 1.5 M H₂SO₄ korozif ortamda; (1) inhibitörsüz ortamda 1000x, (2) inhibitörsüz ortamda 3000x, (3) inhibitörsüz ortamda 5000x, (4) 50 ppm **14b**_(AP2) 1000x, (5) 50 ppm **14b**_(AP2) 3000x, (6) 50 ppm **14b**_(AP2) 5000x, (7) 25 ppm **14b**_(AP2) 1000x, (8) 25 ppm **14b**_(AP2) 3000x, (9) 25 ppm **14b**_(AP2) 5000x elde edilen SEM görüntüleri

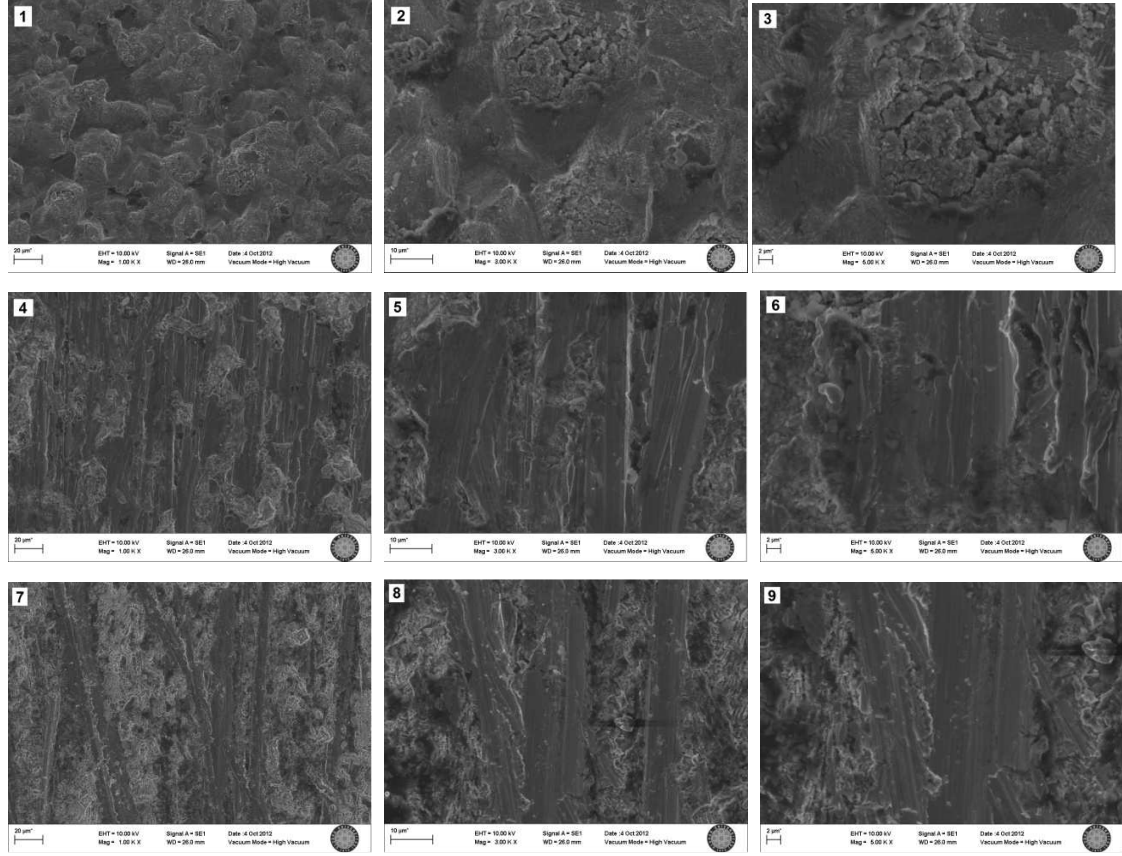
EK 4-B: Şekil 4.3.1.15 Taramalı elektron mikroskobu ile 1.5 M HCl korozif ortamda, (1) inhibitörsüz 1000x, (2) 50 ppm **13c**_(AT3) 1000x, (3) 50 ppm **14b**_(AP2) 1000x, (4) 50 ppm **18b**_(AP6) 1000x ve (5) 50 ppm **21d**_(AT12) 1000x elde edilen SEM görüntüleri

EK 4-C: Şekil 4.3.1.16 Taramalı elektron mikroskobu ile 1.5 M HCl korozif ortamda, (1) inhibitörsüz 3000x, (2) 50 ppm **13c**_(AT3) 3000x, (3) 50 ppm **14b**_(AP2) 3000x, (4) 50 ppm **18b**_(AP6) 3000x ve (5) 50 ppm **21d**_(AT12) 3000x elde edilen SEM görüntüleri

EK 4-D: Şekil 4.3.1.17 Taramalı elektron mikroskobu ile 1.5 M HCl korozif ortamda, (1) inhibitörsüz 5000x, (2) 50 ppm **13c**_(AT3) 5000x, (3) 50 ppm **14b**_(AP2) 5000x, (4) 50 ppm **18b**_(AP6) 5000x ve (5) 50 ppm **21d**_(AT12) 5000x elde edilen SEM görüntüleri

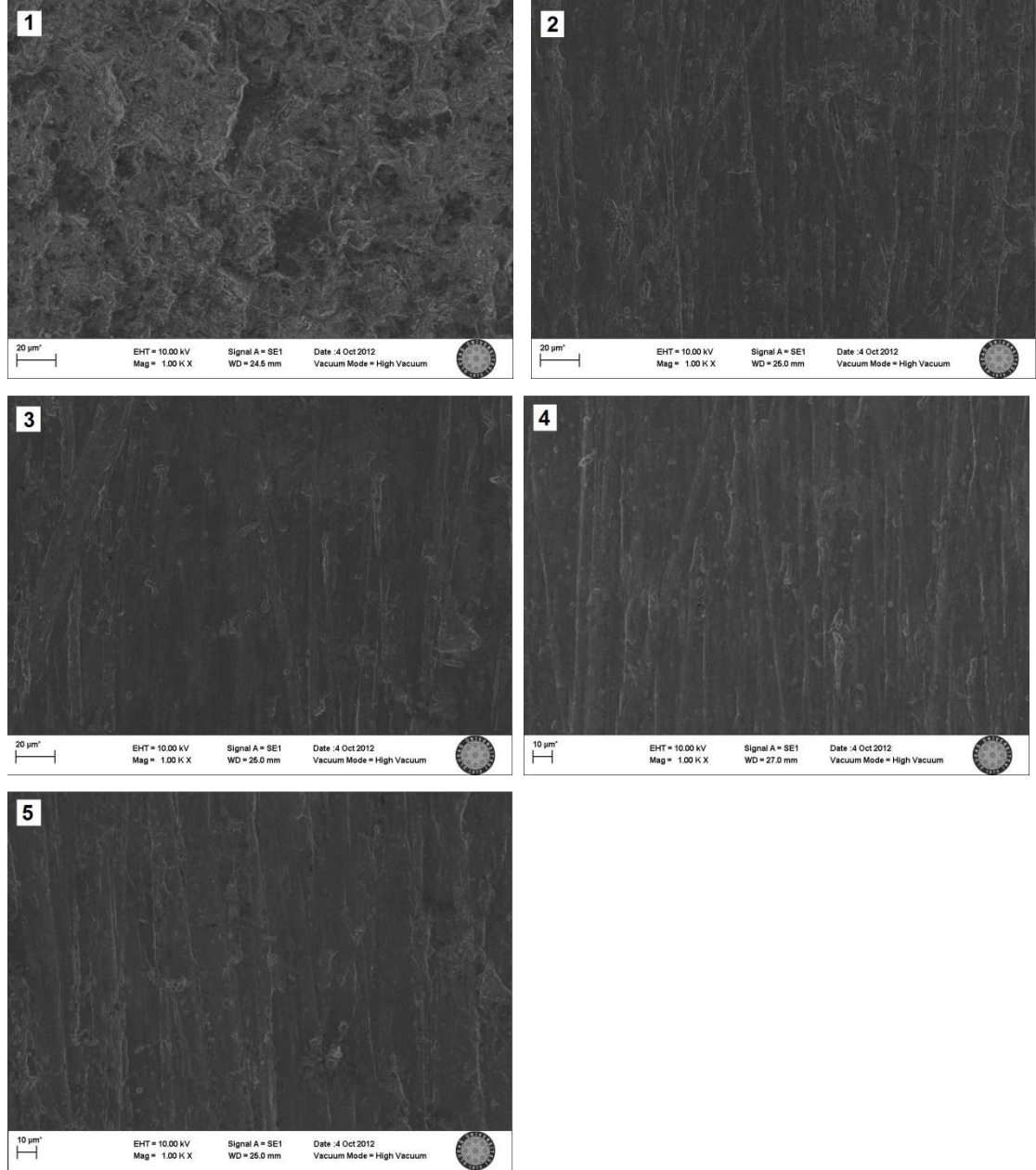
EK 4-E: Şekil 4.3.2.5 Taramalı elektron mikroskobu ile mineral yağ – su korozif ortamda, (1) inhibitörsüz 1000x, (2) inhibitörsüz 3000x, (3) inhibitörsüz 5000x, (4) % 0.1' lik (w/v) **29b**_(IA2) inhibitörü 1000x, (5) % 0.1' lik (w/v) **29b**_(IA2) inhibitörü 3000x ve (6) % 0.1' lik (w/v) **29b**_(IA2) inhibitörü 5000x elde edilen SEM görüntüleri

EK 4-A:



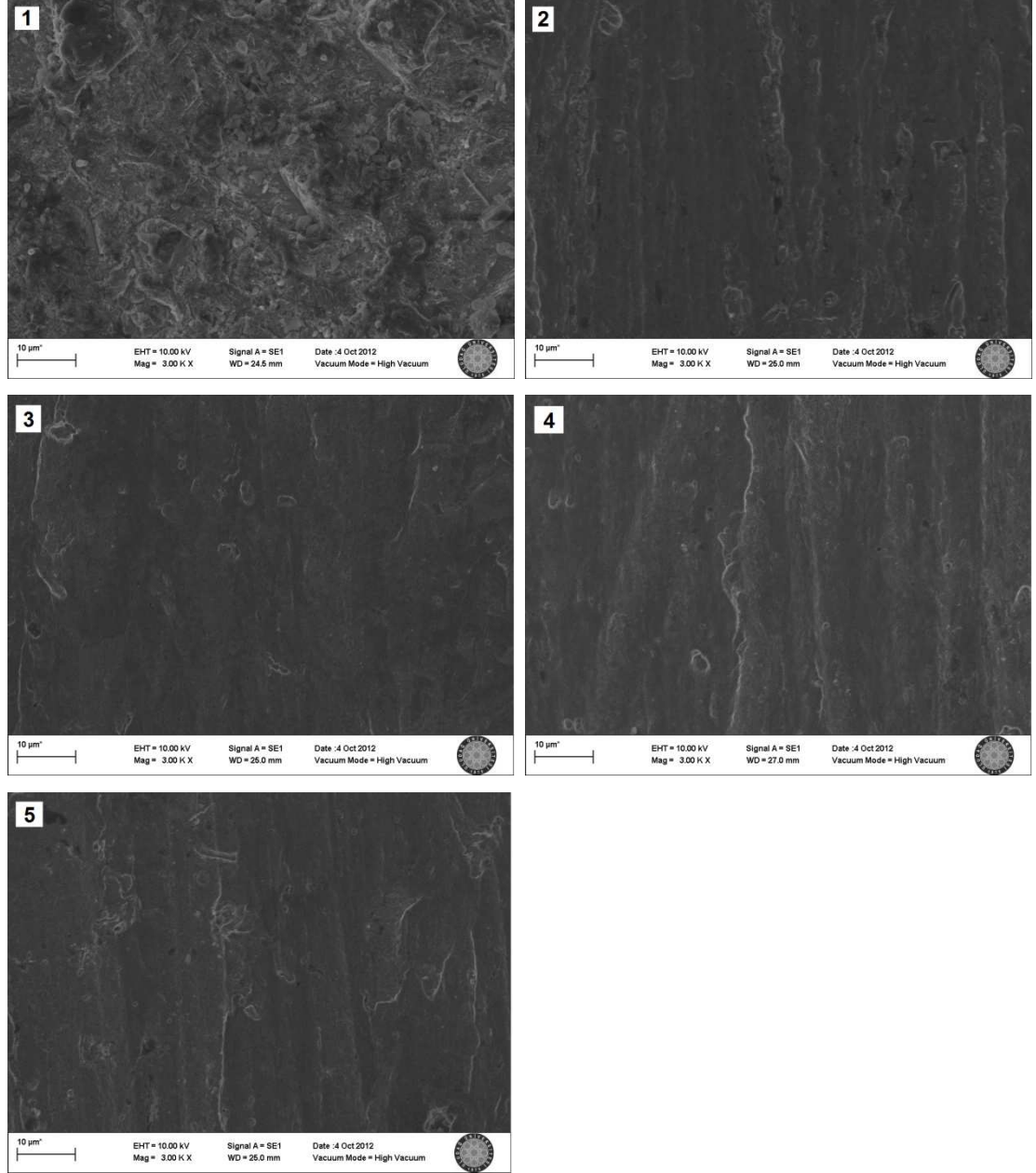
Şekil 4.3.1.14 Taramalı elektron mikroskobu ile 1.5 M H₂SO₄ korozif ortamda; (1) inhibitörsüz ortamda 1000x, (2) inhibitörsüz ortamda 3000x, (3) inhibitörsüz ortamda 5000x, (4) 50 ppm **14b**_(AP2) 1000x, (5) 50 ppm **14b**_(AP2) 3000x, (6) 50 ppm **14b**_(AP2) 5000x, (7) 25 ppm **14b**_(AP2) 1000x, (8) 25 ppm **14b**_(AP2) 3000x, (9) 25 ppm **14b**_(AP2) 5000x elde edilen SEM görüntüleri

EK 4-B:



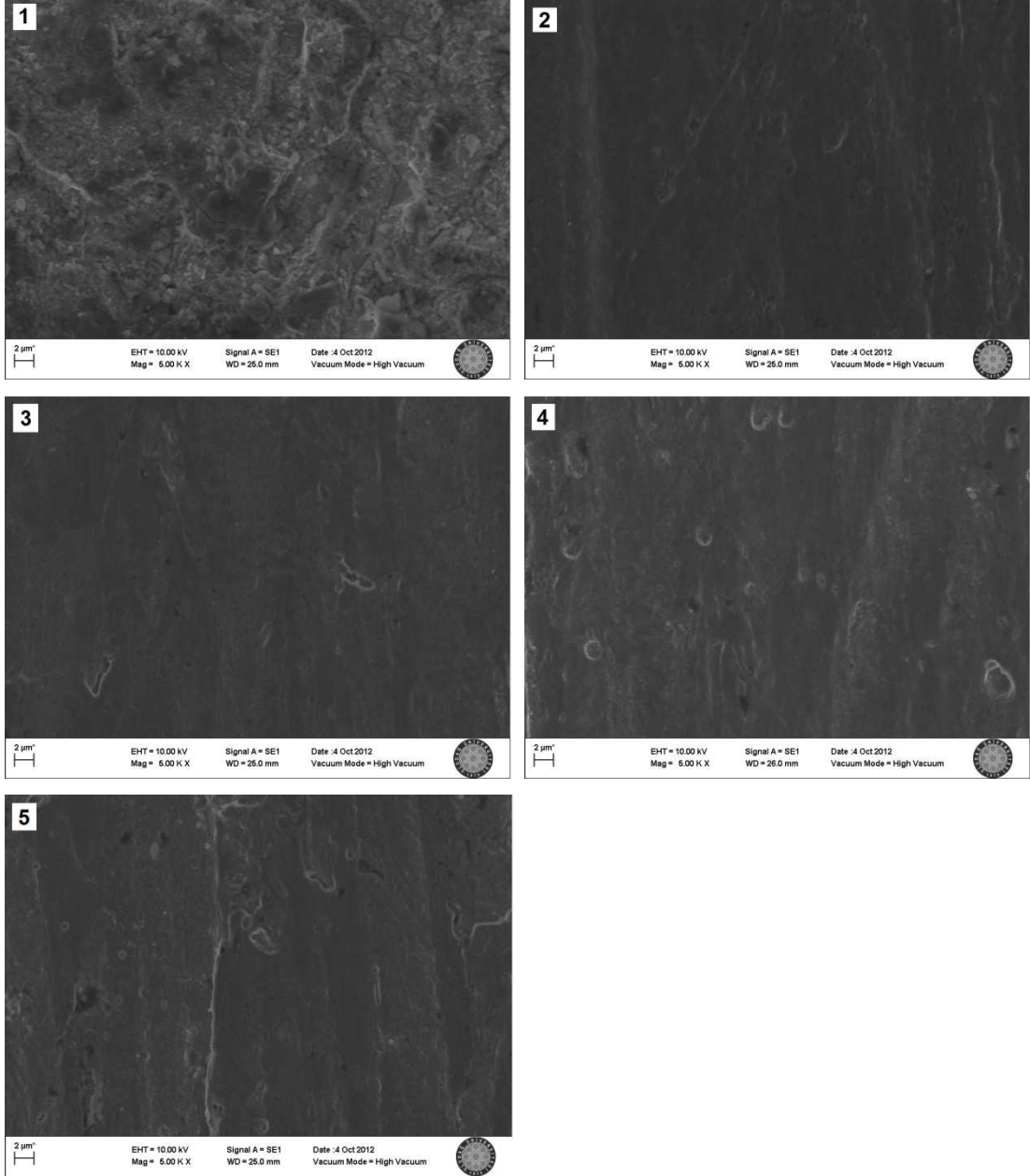
Şekil 4.3.1.15 Taramalı elektron mikroskobu ile 1.5 M HCl korozif ortamda, (1) inhibitörsüz 1000x, (2) 50 ppm **13c**_(AT3) 1000x, (3) 50 ppm **14b**_(AP2) 1000x, (4) 50 ppm **18b**_(AP6) 1000x ve (5) 50 ppm **21d**_(AT12) 1000x elde edilen SEM görüntüleri

EK 4-C:



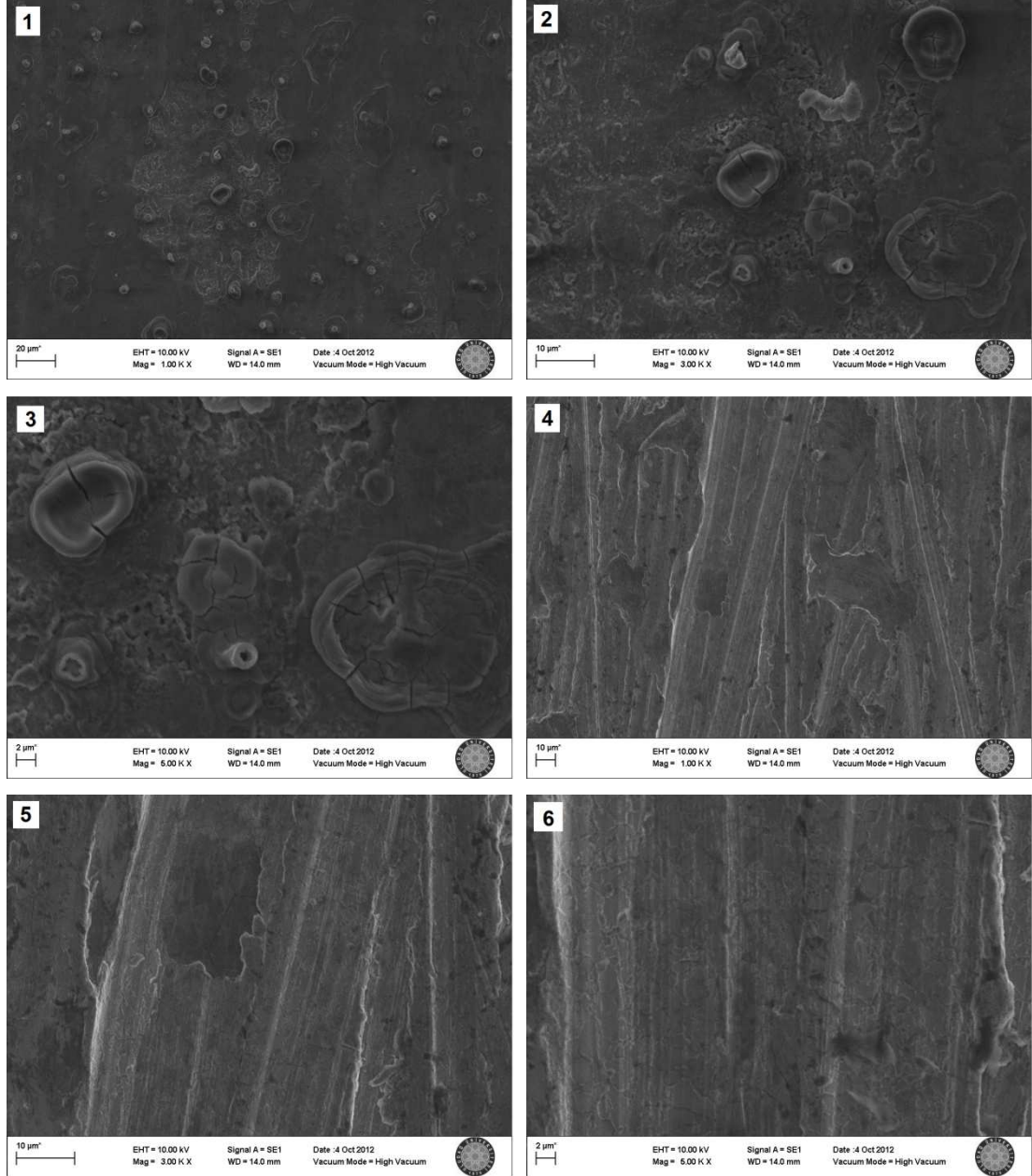
Şekil 4.3.1.16 Taramalı elektron mikroskobu ile 1.5 M HCl korozif ortamda, (1) inhibitörsüz 3000x, (2) 50 ppm **13c**_(AT3) 3000x, (3) 50 ppm **14b**_(AP2) 3000x, (4) 50 ppm **18b**_(AP6) 3000x ve (5) 50 ppm **21d**_(AT12) 3000x elde edilen SEM görüntüleri

EK 4-D:



Şekil 4.3.1.17 Taramalı elektron mikroskobu ile 1.5 M HCl korozif ortamda, (1) inhibitörsüz 5000x, (2) 50 ppm **13c**_(AT3) 5000x, (3) 50 ppm **14b**_(AP2) 5000x, (4) 50 ppm **18b**_(AP6) 5000x ve (5) 50 ppm **21d**_(AT12) 5000x elde edilen SEM görüntüleri

EK 4-E:



Şekil 4.3.2.5 Taramalı elektron mikroskobu ile mineral yağ – su korozif ortamda, (1) inhibitörsüz 1000x, (2) inhibitörsüz 3000x, (3) inhibitörsüz 5000x, (4) % 0.1' lik (w/v) **29b**_(IA2) inhibitörü 1000x, (5) % 0.1' lik (w/v) **29b**_(IA2) inhibitörü 3000x ve (6) % 0.1' lik (w/v) **29b**_(IA2) inhibitörü 5000x elde edilen SEM görüntüleri

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı	: Serkan ÖZTÜRK
Doğum Yeri ve Tarihi	: Köln / Almanya 10.10.1980
Yabancı Dili	: Almanca ve İngilizce
Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)	
Lise	: Bursa Atatürk Lisesi, 1995 – 1998
Lisans	: Uludağ Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 1999 – 2003
Yüksek Lisans	: Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, 2003 – 2007
Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl	: Uludağ Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 2006 –
İletişim (e-posta)	: serkanozturk@uludag.edu.tr
Yayınları*	:

- 1) **Öztürk, S., Çetin, M., Çetin, M. 2010.** Chemical composition and fatty acid contents of chestnuts grown in Bursa Province, Turkey. *Asian Journal of Chemistry*, 22(3): 1845-1852.
- 2) **Öztürk, S., Yıldırım, A., Çetin, M. 2013.** Some higher N-substituted 1,3-thiazolidine-2,4-diones and 5,5-diphenylhydantoin, their synthesis and corrosion preventive properties in mineral oil medium, *Applied Surface Science*, 265: 895-903.
- 3) **Yıldırım, A., Öztürk, S., Çetin, M. 2013.** Novel amide-based cationic surfactants as efficient corrosion inhibitors for carbon steel in HCl and H₂SO₄ media. *Journal of Surfactants and Detergents*, 16: 13-23.
- 4) **Yıldırım, A., Öztürk, S., Çetin, M. 2013.** Long-chain alkylthia-benzimidazoles as corrosion inhibitors for carbon steel in H₂SO₄ solution. *Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements*, 188(7): 855-863.