

T.C.

HİTİT ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ KİMYA ANABİLİM DALI

*(E)-2-((SÜBSTİTÜEBENZİLİDEN)AMİNO)-3a,4,7,7a-*TETRAHİDRO-1H-4,7-EPOKSİİNDOL-1,3(*2H*)-DİON BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE YAPILARININ SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLERLE AYDINLATILMASI

Yüksek Lisans Tezi

Volkan KUŞÇU

Çorum 2019

(E)-2-((SÜBSTİTÜEBENZİLİDEN)AMİNO)-*3a,4,7,7a*-TETRAHİDRO-1H-4,7-EPOKSİİNDOL-1,3(*2H*)-DİON BİEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE YAPILARININ SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLERLE AYDINLATILMASI

Volkan KUŞÇU

Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

TEZ DANIŞMANI Prof. Dr. Naki ÇOLAK

Çorum 2019

Volkan KUŞÇU tarafından hazırlanan "(E)-2-((Sübstitüebenziliden)amino)-3a,4,7,7atetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(2H)-dion bileşiklerinin sentezi ve yapılarının spektroskopik yöntemlerle aydınlatılması" adlı tez çalışması 04.02.2019 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından oy birliği ile Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dah'nda Yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

(Danışman) Prof. Dr. Naki ÇOLAK

Üye

Üye

Doç. Dr. Serkan YAVUZ

Doç. Dr. Sinan BAŞÇEKEN

Neldak 11

Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun@444-368. tarih ve 208/44. sayılı kararı ile (Volkan KUŞÇU) Kimya Anabilim Dah'nda Yüksek Lisans derecesi alması onanmıştır.

Doç. Dr. Ceneiz BAYK SOGLU

Fen Bilimlen Enstitüsü Müdürü

TEZ BEYANI

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını beyan ederim.

Volkan KUŞÇU



*(E)-2-((SÜBSTİTÜEBENZİLİDEN)AMİNO)-3a,4,7,7a-TETRAHİDRO-1H-4,7-*EPOKSİİNDOL-1,3(*2H*)-DİON BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE YAPILARININ SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLERLE AYDINLATILMASI

Volkan KUŞÇU

HİTİT ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ Şubat 2019

ÖZET

Bu çalışmada, çıkış maddesi olarak maleik anhidrit'in furan ile etkileştirilmesi sonucu diels-alder tepkimesiyle bisiklo bileşiği sentezlendi. Bu bileşiğin hidrazin hidrat ile etkileşitirilmesi ile N-amino grubu içeren imin bileşiği sentezlendi. Elde edilen N-amino imit bileşiğinin substitue benzaldehit türevleri ile Schiff bazı bileşikleri sentezlendi. Elde edilen bu bileşiklerin yapıları spektroskopik yöntemler (FT-IR, ¹H, ¹³C–APT, HETCOR, NOESY, COSY NMR ve LC-MS) kullanılarak aydınlatıldı.

Anahtar Kelimeler: Bisiklo, Diels-alder reaksiyonu, katılma reaksiyonu, Schiff-baz

SYNTHESIS OF 2-(*E*)- ((SUBSTITUEBENZYLIDENE)AMINO)-3a,4,7,7a-TETRAHYDRO-1H-4,7-EPOXYISOINDOLE-1,3(2H)-DIONE AND SPECTROSCOPIC INVESTIGATION OF THEIR STRUCTURES

Volkan KUŞÇU

HİTİT UNIVERSITY GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES February 2019

ABSTRACT

In this study, the bicyclo compounds were synthesized by reaction of maleic anhydride with furan as starting materials. By interacting this compound with hydrazine hydrate, the imine compound containing the N-amino group was synthesized. Schiff base compounds were synthesized with the substituted benzaldehyde derivatives of the obtained N-amino imid compounds. The structures of these compounds were elucidated using spectroscopic methods (FT-IR, 1H, 13C-APT, HETCOR, NOESY, COSY NMR and LC-MS).

Keywords: Bicyclo, diels-alder reaction, cyclo addition, schiff-base

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca yardımını esirgemeyen, mesleki konularda beni yönlendiren, her türlü konuda ilgi ve desteğini gördüğüm, bana karşı pek çok konuda toleranslı ve anlayışlı davranan danışman hocam saygı değer Prof. Dr. Naki ÇOLAK'a sonsuz teşekkürlerimi sunuyor,

Yüksek lisans tez deneysel çalışmam boyunca gerek fikirleri, gerek tecrübeleri ile yol göstererek, maddi ve manevi desteğini esirgemeyen çok değerli hocam; Öğr. Gör. Doğukan DOYDUK 'a ve ailesine teşekkür ederim.

Çalışmalarım boyunca destekleri ile yanımda olan değerli arkadaşlarım; Araş. Gör. Ahmet Furkan KAYİŞ, Cansu Tuğba KARAMAN, Bengü MACİT ve Büşra ÖZKAN'a teşekkür ederim.

Tüm hayatım boyunca maddi ve manevi olarak desteklerini esirgemeyen, her anımda yanımda olan, beni yalnız bırakmayan tez çalışmamı bitirmemde ilham veren eşim Şerife GÜLBOY KUŞÇU ve kızım prensesim Ayşe Eslem KUŞÇU'ya teşekkürü bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZETiv	I
ABSTRACT	V
TEŞEKKÜRv	i
İÇİNDEKİLERvi	i
ÇİZELGELER DİZİNİ x	i
ŞEKİLLER DİZİNİxi	i
SİMGELER VE KISALTMALARxxi	i
1. GİRİŞ	l
2. GENEL BİLGİLER	2
2.1. Siklo Katılma Reaksiyonları	2
2.1.1. Diels-Alder yapısı ve genel özellikleri	2
2.1.2. Diels-Alder reaksiyonundaki dien ve dienofilin konformasyonu	2
2.1.3. Bazı Diels-Alder reaksiyonları	3
2.2. Schiff Bazları	1
2.2.1. Schiff bazlarının mekanizması	5
2.3. Polisiklik Halkalar	5
2.4. Yapılan Benzer Çalışmalar	5
3. MATERYAL VE YÖNTEM 14	1
3.1. Kullanılan Kimyasallar14	1
3.2. Kullanılan Cihazlar14	1
3.3. Deneysel Kısım 14	1
3.3.1. Diels-Alder bileşiklerin sentezlenmesi	1
3.3.2. Schiff bazlarının genel sentez yöntemi 15	5

Sayfa

viii

3.3.2.1.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-klorobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion sentez tepkimesi	16
3.3.2.2.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-klorobenziliden)amino)-3 <i>a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2 <i>H</i>)-dion sentez tepkimesi	16
3.3.2.3.	(<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-brombenziliden)amino)- <i>3a</i> ,4,7, 7 <i>a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2 <i>H</i>)-dion sentez tepkimesi	17
3.3.2.4.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-florobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion sentez tepkimesi	17
3.3.2.5.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-flurobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion sentez tepkimesi	18
3.3.2.6.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion sentez tepkimesi	18
3.3.2.7.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-hidroksibenziliden)amino)-3 <i>a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2 <i>H</i>)-dion sentez tepkimesi	19
3.3.2.8.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-metilbenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion sentez tepkimesi	19
3.3.2.9.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-hidroksibenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion sentez tepkimesi	20
3.3.2.10). (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-metoksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion sentez tepkimesi	20
3.3.2.11	. 4-(<i>(E)</i> -(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -hekzahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-yl)imino)metil) benzoik asit sentez tepkimesi	21
3.3.2.12	2. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-brombenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion sentez tepkimesi	21

ix

3.3.2.13. (<i>3ak</i> <i>3a,4</i> sente	<i>4R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(benziloksi)benziliden)amino)- 7,7 <i>a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2 <i>H</i>)-dion ez tepkimesi	22
3.3.2.14. (<i>3aR</i> <i>3a,4</i> sente	<i>4R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)- 7,7 <i>a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2 <i>H</i>)-dion ez tepkimesi	22
3.3.2.15. (<i>3ak</i> 7 <i>a</i> -te tepk	<i>AR</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> ,4,7, etrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2 <i>H</i>)-dion sentez mesi	23
3.3.2.16. 2-((<i>I</i> heks benz	E)-(((3aR,4R,7S,7aS)-1,3-diokso-1,3,3a,4,7,7a- ahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil) onitril sentez tepkimesi	23
4. ARAŞTIRMA SONUÇ	LARI 2	24
4.1. (<i>3aR,4R,7S,7aS)-3</i> Bileşiğinin Yapısıı	a,4,7,7a-tetrahidro-4,7-epoksibenzofuran-1,3-dion nn Aydınlatılması	24
4.2. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)-2 1,3(<i>2H</i>)-dion Bileş	-amino- <i>3a,4,7,7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol- iğinin Yapısını Aydınlatılması3	30
4.3. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2 1H 4,7-epoksiizoir	-(((<i>E</i>)-4-klorobenziliden)amino)- <i>3a,4,7,7a</i> -tetrahidro- dol-1,3(<i>2H</i>)-dion Bileşiğinin Yapısını Aydınlatılması 3	31
4.4. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2 1H-4,7-epoksiizoin	-(((<i>E</i>)-2-klorobenziliden)amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro- adol-1,3(2 <i>H</i>)-dion Bileşiğinin Yapısını Aydınlatılması 3	37
4.5. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)-2 1H-4,7-epoksiindo	-(((<i>E</i>)-2-brombenziliden)amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro- l-1,3(2 <i>H</i>)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması4	10
4.6. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)-2 1H-4,7-epoksiizoii	-(((<i>E</i>)-2-florobenziliden)amino)- <i>3a,4,7,7a</i> -tetrahidro- adol-1,3(<i>2H</i>)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması4	-3
4.7. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)-2 1H-4,7-epoksiizoii	-(((<i>E</i>)-4-florobenziliden)amino)- <i>3a,4,7,7a</i> -tetrahidro- adol-1,3(2 <i>H</i>)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması4	6
4.8. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)-2 1H-4,7-epoksiizoii	-(((<i>E</i>)-4-nitrobenziliden)amino)- <i>3a,4,7,7a</i> -tetrahidro- idol-1,3(<i>2H</i>)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması4	19
4.9. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)-2 tetrahidro-1H-4,7- Aydınlatılması	-(((<i>E</i>)-2-hidroksibenziliden)amino)-3a,4,7,7a- epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dione Bileşiğin Yapısının 5	52
4.10. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)- 1H-4,7-epoksiizo	2-(((<i>E</i>)-2-metilbenziliden)amino)- <i>3a,4,7,7a</i> -tetrahidro- indol-1,3(<i>2H</i>)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması 5	55

Sayfa

х

 4.11. (<i>3aR</i>, <i>4R</i>, <i>7S</i>, <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-hidroksibenziliden)amino)-<i>3a</i>, <i>4</i>, <i>7</i>, <i>7a</i>-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması	58
4.12. (<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-metoksibenziliden)amino)- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2 <i>H</i>)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması	51
4.13. 4-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -hekzahidro-2H-4,7- epoksiizoindol-2-yl)imin)methyl)benzoik asit Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması	54
4.14. (<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-brombenziliden)amin)- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -tetrahidro- 1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2 <i>H</i>)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması 6	57
 4.15. (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((E)-4-(benziloksi)benziliden)amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması	70
4.16. (<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(<i>2H</i>)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması	73
4.17. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-nitrobenziliden)amino)- <i>3a,4,7,7a</i> -tetrahidro- 1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması 7	76
4.18. 2-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -heksahidro-2H-4,7- epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması	79
5. SONUÇ VE YORUM	34
KAYNAKLAR	35
EKLER	39
EK –1. Elde Edilen Bileşiklerinin Tablo Şeklinde Gösterimi	39
ÖZGEÇMİŞ9)1

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge	Si	ayfa
Çizelge 4.1.	4-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-yl)imin)metil)benzoik asit bileşiğinin HR-MS spektrumu	67
Çizelge 4.2.	(<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-brombenziliden)amin)- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu	70
Çizelge 4.3.	(<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(benziloksi)benziliden)amin)- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu	73
Çizelge 4.4.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu	76
Çizelge 4.5.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu	79
Çizelge 4 6.	2-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril HR-MS spektrumu	83

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil Sayfa	
Şekil 2.1. Diels-Alder reaksiyonunun genel katılma reaksiyonu	
Şekil 2.2. Cis-trans oluşum mekanizması	
Şekil 2.3. Dienofil gruplar	
Şekil 2.4. Hetero Diels-Alder reaksiyonu4	
Şekil 2.5. Schiff baz reaksiyonunun genel oluşum reaksiyonu4	
Şekil 2.6. Schiff bazının mekanizması birinci adım5	
Şekil 2.7. Schiff bazının mekanizması ikinci adım5	
Şekil 2.8. Bisiklo yapıdaki bileşikler6	
Şekil 2.9. Borikasit reaksiyonu sonucu oluşan kompleks Schiff bazının yapısı7	
Şekil 2.10. Benzaldehit ile bazı amin bileşiklerinin reaksiyonu7	
Şekil 2.11. N-(sübstitüe Benziliden)-4-aminosülfonilbenzenamin ve N-(4 aminosülfonil fenil)-N'-(sübstitüe fenilimino)benzamidin reaksiyonu 8	
Şekil 2.12. Schiff bazlarının protonlanma dengeleri	
Şekil 2.13. Sentetik Schiff bazlarının oluşumu V1, V2, V39	
Şekil 2.14. İzoindollerin seçici olarak Sentezlenmesi9	
Şekil 2.15. Azo boyar maddelerin sentezi	
Şekil 2.16. Amit ile furan türevli molekülerin Diels-Alder siklo katılması 10	
Şekil 2.17. Furan türevi bileşiklerin sentez katılması 11	
Şekil 2.18. Diels-alder yöntemi ile bisiklo yapıların sentezi 11	
Şekil 2.19. Diels-alder katılma reaksiyonu11	
Şekil 2.20. Tiyofen ve maleik anhidrit siklo katılmaları	
Şekil 2.21. Elektrosiklik tepkimeler	
Şekil 2.22. Karbazol türevli bileşikler 12	
Şekil 2.23. Asenaftakinon ile o-aminofenol bileşğinin diels alder reaksiyonu 13	

Şekil Sayfa
Şekil 2.24. Schiff bazı ligantından Cr(III) komplekslerinin sentezi 13
Şekil 2.25. Nitril grignard reaktifleri ile tepkimeye sokularak ketamin bileşiklerinin sentezlenmesi
Şekil 3.1. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-4, 7-epoksibenzofuran-1, 3-dion 14
Şekil 3.2. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-amino- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7- epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion
Şekil 3.3. Schiff bazlarının genel sentez yöntemi 15
Şekil 3.4. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-klorobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion
Şekil 3.5. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-klorobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion
Şekil 3.6. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-brombenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion
Şekil 3.7. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-florobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2 <i>H</i>)-dion
Şekil 3.8. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-flurobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion
Şekil 3.9. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion
Şekil 3.10. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-hidroksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion
Şekil 3.11. (<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-metilbenziliden)amino)- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2 <i>H</i>)-dion
Şekil 3.12. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-hidroksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion
Şekil 3.13. (<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-metoksibenziliden)amino)- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion
Şekil 3.14. 4-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -hekzahidro-2H-4, 7-epoksiizoindol-2-yl)imino)metil)benzoik asit
Şekil 3.15. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-brombenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2 <i>H</i>)-dion

Şekil

xiv

Şekil 3.16. (<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(benziloksi)benziliden)amino)- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2 <i>H</i>)-dion	22
Şekil 3.17. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion	22
Şekil 3.18. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion	23
Şekil 3.19. 2-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso- <i>1</i> , <i>3</i> , <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -heksahidro-2H-4, 7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril	23
Şekil 4.1. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)- <i>3a,4,7,7a</i> -tetrahidro-4,7-epoksibenzofuran-1,3-dion bileşiğin yapısı	24
Şekil 4.2. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)- <i>3a,4,7,7a</i> -tetrahidro-4,7-epoksibenzofuran-1,3-dion bileşiğinin FT-IR Spektrumu	27
Şekil 4.3. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-4, 7-epoksibenzofuran-1, 3-dion bileşiğinin ¹ H-NMR Spektrumu	27
Şekil 4.4. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-4, 7-epoksibenzofuran-1, 3-dion bileşiğinin COSY NMR spektrumu	28
Şekil 4.5. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-4, 7-epoksibenzofuran-1, 3-dion bileşiğinin NOESY NMR spektrumu	28
Şekil 4.6. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-4, 7-epoksibenzofuran-1, 3-dion bileşiğinin HMQC NMR spektrumu	29
Şekil 4.7. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-4,7-epoksibenzofuran-1,3-dion bileşiğinin HMBC NMR spektrumu	29
Şekil 4.8. (<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-amino- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol- 1,3(2 <i>H</i>)-dion bileşiğin yapısı	30
Şekil 4.9. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-amino-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol- 1,3(2H)-dion FT-IR spektrumu	30
Şekil 4.10. (<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-amino- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol- 1,3(2 <i>H</i>)-dion ¹ H NMR spektrumu	31
Şekil 4.11. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-klorobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H 4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğin yapısı	31
Şekil 4.12. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-klorobenziliden)amino)- <i>3a,4,7,7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin FTIR spektrumu	34

Şekil

XV

Şekil 4.13.	. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-klorobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹ H NMR	21
Şekil 4.14	spektrumu . (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)-2-(((E)-4-klorobenziliden)amino)- <i>3a,4,7,7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu	35
Şekil 4.15	. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-klorobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin COSY spektrumu	35
Şekil 4.16.	. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-klorobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HMQC spektrumu	36
Şekil 4.17.	. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-klorobenziliden)amino)- <i>3a,4,7,7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin NOESY spektrumu	36
Şekil 4.18.	(<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>a</i> S)-2-(((<i>E</i>)-4-klorobenziliden)amino)- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2 <i>H</i>)-dion bileşiğinin bileşiğinin HR-MS spektrumu	37
Şekil 4.19.	. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-klorobenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a- tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion bileşiğin yapısı	37
Şekil 4.20.	. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-klorobenziliden)amino)-3a,4,7,7a- tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu	38
Şekil 4.21.	. (<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-klorobenziliden)amino)- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epokiizoindol-1,3(2 <i>H</i>)-dion bileşiğinin ¹ H NMR spektrumu	39
Şekil 4.22.	. (<i>3aR,4R,7S,7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-klorobenziliden)amino)- <i>3a,4,7,7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dione bileşiğinin ¹³ C-APT NMR spektrumu	39
Şekil 4.23	. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-klorobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu	40
Şekil 4.24	. (<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-brombenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğin yapısı	40

	xvi
Say	fa

Şekil 4.25.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-brombenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu
Şekil 4.26.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-brombenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹ H NMR spektrumu
Şekil 4.27.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-brombenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu
Şekil 4.28.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-brombenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu
Şekil 4.29.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-florobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğin yapısı
Şekil 4.30.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-florobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu
Şekil 4.31.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-florobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹ H NMR spektrumu
Şekil 4.32.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-florobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu
Şekil 4.33.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-florobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu
Şekil 4.34.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-florobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğin yapısı
Şekil 4.35.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-florobenziliden)amino)-3a,4,7,7a- tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu
Şekil 4.36.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-florobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹ H NMR spektrumu

Sayfa

Şekil 4.37.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-florobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu.	. 48
Şekil 4.38.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-florobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu.	. 49
Şekil 4.39.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğin yapısı	. 49
Şekil 4.40.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu.	. 50
Şekil 4.41.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹ H NMR spektrumu.	.51
Şekil 4.42.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu.	. 51
Şekil 4.43.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu	. 52
Şekil 4.44.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-hidroksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dione bileşiğin yapısı	. 52
Şekil 4.45.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-hidroksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu.	. 53
Şekil 4.46.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-hidroksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹ H NMR spektrumu	. 54
Şekil 4.47.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-hidroksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu.	. 54
Şekil 4.48.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-hidroksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu.	. 55
Şekil 4.49.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-metilbenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğin yapısı	. 55

Sayfa

Şekil

Şekil 4.50.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-metilbenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu.	. 56
Şekil 4.51.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-metilbenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹ H NMR spektrumu.	. 57
Şekil 4.52.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-metilbenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu.	. 57
Şekil 4.53.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-metilbenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu.	. 58
Şekil 4.54.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-hidroksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğin yapısı	. 58
Şekil 4.55.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-hidroksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu	. 59
Şekil 4.56.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-hidroksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹ H NMR spektrumu	. 60
Şekil 4.57.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-hidroksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu	. 60
Şekil 4.58.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-hidroksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu.	. 61
Şekil 4.59.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-metoksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğin yapısı	. 61
Şekil 4.60.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-metoksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu	. 62
Şekil 4.61.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-metoksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹ H NMR spektrumu.	. 63

xix

Şekil 4.62.	(<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-metoksibenziliden)amino)- <i>3a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu.	63
Şekil 4.63.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-metoksibenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu	64
Şekil 4.64.	4-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-1, 3-diokso- <i>1</i> , <i>3</i> , <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -hekzahidro-2H-4, 7-epoksiizoindol-2-yl)imin)methyl)benzoik asit bileşiğin yapısı	64
Şekil 4.65.	4-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -heksahidro-2H-4, 7-epoksiizoindol-2-yl)imin)metil)benzoik asit bileşiğinin FT-IR spektrumu.	65
Şekil 4.66.	4-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-1,3-diokso- <i>1</i> , <i>3</i> , <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -heksahidro-2H-4, 7-epoksiizoindol-2-yl)imin)metil)benzoik asit bileşiğinin ¹ H NMR spektrumu.	66
Şekil 4.67.	4-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>a</i> S)-1,3-dikso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -heksahidro-2H-4, 7-epoksiizoindol-2yl)imin)metil)benzoik asit bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu.	66
Şekil 4.68.	4-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -heksahidro-2H-4, 7-epoksiizoindol-2-yl)imin)metil)benzoik asit bileşiğinin HR-MS spektrumu.	67
Şekil 4.69.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-brombenziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğin yapısı	67
Şekil 4.70.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-brombenziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu	68
Şekil 4.71.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-brombenziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7 epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹ H NMR spektrumu.	69
Şekil 4.72.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-brombenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu.	69
Şekil 4.73.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-brombenziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu.	70
Şekil 4.74.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(benziloksi)benziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğin yapısı	70

Şekil

Şekil 4.75.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(benziloksi)benziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu
Şekil 4.76.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(benziloksi)benziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹ H NMR spektrumu
Şekil 4.77.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(benziloksi)benziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu
Şekil 4.78.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(benziloksi)benziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu
Şekil 4.79.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğin yapısı
Şekil 4.80.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu
Şekil 4.81.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion ¹ H NMR spektrumu
Şekil 4.82.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu
Şekil 4.83.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu
Şekil 4.84.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğin yapısı
Şekil 4.85.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu
Şekil 4.86.	(3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((<i>E</i>)-2-nitrobenziliden)amino)- $3a, 4, 7, 7a$ -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2 <i>H</i>)-dion ¹ H NMR spektrumu78
Şekil 4.87.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> - tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin ¹³ C NMR spektrumu

Sayfa

Şekil

Şekil 4.88.	(<i>3aR</i> , <i>4R</i> , <i>7S</i> , <i>7aS</i>)-2-(((<i>E</i>)-2-nitrobenziliden)amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(<i>2H</i>)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu	79
Şekil 4.89.	2-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -heksahidro-2H-4, 7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril bileşiğin yapısı	79
Şekil 4.90.	2-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -heksahidro-2H-4, 7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril bileşiğinin FT-IR spektrumu	81
Şekil 4.91.	2-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -heksahidro-2H-4, 7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril ¹ H NMR spektrumu	32
Şekil 4.92.	2-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -heksahidro-2H-4, 7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril ¹³ C NMR spektrum	32
Şekil 4.93.	2-((<i>E</i>)-(((<i>3aR</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>S</i> ,7 <i>aS</i>)-1,3-diokso-1,3,3 <i>a</i> ,4,7,7 <i>a</i> -heksahidro-2H-4, 7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril HR-MS spektrumu	33

SİMGELER VE KISALTMALAR

Yapılan bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler

λ	Dalga boyu
ν	Frekans
П	Pi
σ	Kimyasal kayma

Kısaltmalar

Kısaltmalar	
COSY	Homonükleer Korrelasyon Spektroskopis
E.N.	Erime Noktası
FT-IR	İnfrared Spektroskopisi
HETCOR (HMQC)	Tek bağ Proton Karbon Etkileşmesi
NMR	Nükleer Manyetik Rezonans
THF	Tetrahidrofuran

1. GİRİŞ

Diels-Alder reaksiyonu, konjüge dien ve dienofilin tepkimesi sonucu $[4\pi+2\pi]$ 6 üyeli bir halka oluşturarak reaksiyonun gerçekleşmesidir (Christian ve Rondestved, 1963). Organik moleküllerin Diels-Alder sentez reaksiyonu sonucu, yüksek verimlerle ürünler elde edilmektedir. Organik bileşiklerin reaksiyonlarında kullanılan en önemli sentez reaksiyonlarından bir tanesi de, Diels-Alder reaksiyonu olarak bilinir. Çalışmamız içerisinde öncelikle Diels-Alder reaksiyonu ile furan ve maleik anhidrit bileşiğinden bir anhidrit bileşiği, bu bileşiğin hidrazin ile etkileştirilmesi ile amin bilesiği sentezlendi. Bu amin bilesiğinin aldehitlerle etkilestirilmesi sonucu Schiff bazı olarak adlandırılan İmin bileşikleri sentezlendi. Schiff bazları, koordinasyon kimyasında, organik karakterli bileşikler içerisinde, önemli bir yer tutmaktadır. Schiff bazları tepkimesi sonucu meydana gelen yapılar, ziraat, ilaç ve boya gibi endüstriyel alanların birçoğunda kendisine geniş bir yer bulmuştur. Günümüzde kullanılan ilaçların kimyasal bileşenleri incelendiğinde, büyük bir kısmı doğadan bulunan canlıların yapısından alındığı görülmektedir. Spande ve arkadaşları, kurbağa derisinden elde edilen 'epibatidin' isimli bi-siklo yapıdaki ekzo-2-(6-kloro-3-piridil)-7-azabisiklo [2.2.1] heptan bilesiğini, merkezi sinir sistemi hastalıklarından; alzheimer, Parkinson, şizofren hastalıklarını önlemek ve ağrılarını azaltma amaçlı olarak kullanmışlardır (Spande ve ark., 1992). Bisiklo bileşikler, biyolojik tepkimelerde, metal-iyon katalizörlerinde, organik sentezlerde, analitik metotlarda, tıp ve ilaç sanayisinde kullanıldığı bilinmektedir. Tarım endüstrisinde kullanılan bisiklo bileşikleri bitkilerde, koruyucu ve düzenleyici olarak kullanıldığı görülmüştür (Miersch ve ark., 2000). İlaç endüstrisinde bazı kimyasalların hazırlanmasında önem taşıyan farklı yapıdaki imit türevlerinin de anti depresan, anti kanser, anti bakteriel ve anti fungal özelliklere sahip olduğu görülmektedir (Brana ve ark., 2001, Zentz ve ark., 2002). Bu çalışmada, çıkış maddesi olarak maleikanhidrit'in furan ile etkileştirilmesi sonucu Diels-Alder tepkimesiyle bisiklo bileşikleri sentezlendi. Daha sonra elde edilen N-amino imit bileşiği üzerine farklı konumlardaki benzaldehit türevleri eklenerek Schiff bazı bileşiklerin sentezi gerçekleştirildi. Bileşiklerin yapıları (FT-IR, ¹H-NMR, ¹³C- NMR, ¹³C - APT, HETCOR ve COSY) teknikleri kullanılarak aydınlatıldı.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. Siklo Katılma Reaksiyonları

2.1.1. Diels-Alder yapısı ve genel özellikleri

Siklo katılma reaksiyonlarını kimyasal perisiklik reaksiyonlar olarak da tanımlamak mümkündür. Polisiklik ve heterosiklik yapıların meydana gelmesinde, kullanılan önemli tekniklerden bir tanesi siklo katılmadır (Noorizadeh ve Maihami, 2006). Reaksiyonda değişkenlik gösteren sübstitüent grupları kullanılılarak çok sayıda bilinmeyen, polisiklik , heterosiklik, ve buna benzer çok sayıda siklik yapısında bileşikler sentezlemek mümkündür (Paredes ve ark., 2007).



Şekil 2.1. Diels-Alder reaksiyonunun genel katılma reaksiyonu

Diels ve Alder 1928 yılında bütadien ile etilen arasındaki reaksiyonda 2 adet π bağının bir diğer π bağı ile etkileşmesi sonucu, yeni 2 adet σ bağı oluşması ile bir halka oluşma reaksiyonunu gerçekleştirmişlerdir. Reaksiyondaki, σ bağlarının, π bağlarına göre daha kararlı olduğunu belirlemişlerdir. Diels – Alder tepkimesi, siklo katılma tepkimesi veya halkalaşma reaksiyonu olarak da bilinmektedir (Nicolaou ve ark., 2002).

2.1.2. Diels-Alder reaksiyonundaki dien ve dienofilin konformasyonu

Diels-Alder reaksiyonun gerçekleşebilmesi için, dien bileşeni s-cis yapısında olmalıdır, çünkü s-cis yapısındaki çift bağa bağlı yapılar aynı yönde olduğundan yeni oluşan σ bağlarının p orbitaleri ile örtüşmesi gerekmektedir . Tepkime gerçekleşirken çözelti içerisindeki dienlerin bağlı olduğu karbon-karbon tek bağı, sürekli olarak denge yapıları, hem s-cis hem de s-trans konformasyonu şeklinde karışım halinde

bulunurlar. Diels-Alder tepkimelerinde s-trans konformasyonundaki bileşen(ler) reaksiyona girmez. Reaksiyonu kolaylaştırmak için dien bileşiğinin olduğunca zengin olması istenir. Diels-Alder reaksiyonu olması için dien yapısındaki karbonların s-cis konformasyonunda olmasıdır (Hersberg ve Ruhoff, 1943).



Şekil 2.2. Cis-trans oluşum mekanizması

Dienofil yapısındaki bileşikler elektronegatifliği yüksek olan gruplar veya elektron çekici grupların bağlı olması tepkimenin kolay olmasına (-NO₂, -CHO, -COR, -COR, -COR, -CN) neden olur.



Şekil 2.3. Dienofil gruplar

2.1.3. Bazı Diels-Alder reaksiyonları

Greico, 1993 yılında yaptıkları çalışmada Diels-Alder tepkimesinde, dienofil veya dienden herhangi birisi oksijen veya azot ise, Hetero Diels-Alder tepkimesi olarak isimlendirmiştir. 6'lı heterosiklik halkaların oluşumunda kullanılan, Hetero Diels-Alder reaksiyonu, önemli bir yöntem olarak kabul edilmiştir (Breslow ve Rideout, 1980). Reaksiyondaki dien ve dienofilin üzerindeki gruplar değiştiğinden dolayı çok farklı sayıda tepkime sonucu ürün meydana gelmektedir. Bu nedenle Diels-Alder, mekanizmaları hem teorik hem de deneysel olarak incelenebilmektedir (Jursic, 1999).



Şekil 2.4. Hetero Diels-Alder reaksiyonu

2.2. Schiff Bazları

Alman kimyacı Schiff tarafından 1860 yılında Schiff bazı ilk kez elde edilmiştir (Schiff, 1869). Pfeiffer tarafından 1930'larda ligant olarak kullanılmıştır (Pfeifer, 1932). Schiff bazlarının koordinasyon bileşenleri bugün kimyagerler tarafından incelenen bir konu olmuştur. Schiff bazlar, aldehit veya ketonların bir primer aminle verdiği kondensasyon ürünleri sonucu oluşan bileşiklerdir. Aşağıda gösterilen kondensasyon sonucu meydana gelen Karbon-azot çifte bağına (C=N) azometin veya imin bağı adı verilir (Schiff, 1869).



Şekil 2.5. Schiff baz reaksiyonunun genel oluşum reaksiyonu

Schiff bazları biyolojik aktiviteleri nedeniyle çeşitli kimya ve biyokimya alanlarında,. elektronik endüstrisinde, plastik sanayinde, sıvı kristal teknolojisinde, bazı ilaçların hazırlanmasında, elektronik endüstrisinde, plastik ve boya sanayiinde büyük önem taşıdığını görülmektedir (Frust, 1963; Blanz ve Frech, 1968; Masoud ve Refaat, 1982). Schiff bazları radyoaktif maddelerin zenginleştirilmesinde, polimer ve pestisitlerin üretiminde çok çalışılan bileşiklerin arasında yer almaktadır. Parfüm ve ecza endüstrisinde yaygın olarak kullanıldığı bilinen bu bileşikler, analitik kimyada, sentetik oksijen taşıyıcının, enzimatik reaksiyonlarda bir ara ürün olduğu, bazı metal iyonlarına karşıda seçici ve spesifik reaksiyon olduğu analitik kimyadan bilinmektedir. Schiff bazları, Antibakteriyel, antifungal, antitümör ve antikanser aktivitelerinden dolayı da ilaç sanayinde önemli bir yere sahiptir. Birçok önemli bileşiğin hazırlanmasında bir ara madde olarak kullanıldığı kanıtlanmıştır (Da Silva ve ark., 2011).

2.2.1. Schiff bazlarının mekanizması

Schiff bazları diğer adıyla imin olarak bilinen bu bileşikler, primer amin grubuna aldehit veya ketonların katılarak su ayrılması sonucu elde edilen üründür. Schif bazı mekanizması iki adımlı bir işlemdir. Karbon atomu bağ elektronlarından ayırması sonucu elektronları üzerine alarak, pozitif yüklü karbokatyon oluşur, oluşan bu pozitif yük taşıyan karbonil karbonuna amin türevinin katılması, ardından azotun bir proton kaybederek oksijeni protonlaması ve OH oluşturmasıdır.



Şekil 2.6. Schiff bazının mekanizması birinci adım

Sonraki basamakta OH'in protonlanarak H_2O şeklinde uzaklaşmasıdır. OH kuvvetli bir baz formunda iken zor ayrılabilen bir gruptur. $-OH_2^+$ ise zayıf bir bazdır ve H_2O şeklinde kolaylıkla uzaklaşabilir.



Şekil 2.7. Schiff bazının mekanizması ikinci adım

2.3. Polisiklik Halkalar

İki halkaya ortak bir karbon atomunun bulunduğu organik moleküller spirosiklik bileşikler olarak adlandırılırlar. Laboratuvarda sentezlenen en basit spirosiklik hidrokarbon spiropentan bileşiğidir. Spiropentandan daha karmaşık spirosiklik hidrokarbonlar sadece laboratuvarda sentezlenmekle kalmaz, doğal kaynaklardan da elde edilebilir. Örneğin, Alaska sarı sedir ağacının yapraklarından ekstrakte edilen hoş kokulu yağ olan α -alasken bunlardan biridir (Zhang ve ark., 2006).



Şekil 2.8. Bisiklo yapıdaki bileşikler

2.4. Yapılan Benzer Çalışmalar

Dayan, 2000 yılında yapmış olduğu çalışmasında, farklı gruplardaki benzaldehitler ile 2-amino tiyazol bileşiklerinden Schiff bazları sentezlemiştir. Sentezlemiş olduğu Schiff bazlarını, nitrobenzen ve piridin ortamında, potansiyometrik titrasyon yöntemi ile titre ederek nötralizasyon potansiyellerini tespit etmiştir (Dayan, 2000).

Yalçın ve arkadaşlarının 2001 yılında yaptıkları çalışmada; ONO tipi bir Schiff bazı olan N-2-hidroksifenilsalisilaldimin ile borik asitin asetonitril ortamında tepkimesi ile dimerik bir kompleks hazırlanmıştır. Hazırlanan bu yapı X-ışını tek kristal analiz metodu ile aydınlatılmıştır. Her bir boratın, kompleks bir yapıda bağlandığını belirlemişlerdir (Yalçın ve ark., 2001).



Şekil 2.9. Borikasit reaksiyonu sonucu oluşan kompleks Schiff bazının yapısı

Jarzabek ve arkadaşları tarafından 2009 yılında yaptıkları çalışmada konjuge aromatik imin sentezlenmişlerdir. Yapılarını, elemental analiz, ¹H-NMR, ¹³C-NMR, FT-IR spektroskopisi ölçümleri ile aydınlatmışlardır (Jarzabek ve ark, 2009).



Şekil 2.10. Benzaldehit ile bazı amin bileşiklerinin reaksiyonu

Kumar 2010 yılında yaptığı çalışmasında, 4-aminobenzensülfanamidin aromatik aldehit ile geri soğutucu altında etanol çözücüsü içerisinde Schiff bazlarını sentezlemiştir. İkinci basamakta N-(sübstitüe Benziliden)-4-amino sülfonil benzenamini, benzendiazonyum klorid ile diazolama reaksiyonu sonunda N-(4-aminosülfonil fenil)-N'-(sübstitüe fenilimino) benzamidin sentezlemiştir. Sentezlenen bu bileşiklerin antimikrobiyal aktivitelerini incelemiştir (Kumar, 2010).



Şekil 2.11. N-(sübstitüeBenziliden)-4-aminosülfonilbenzenaminveN-(4aminosülfonil fenil)-N'-(sübstitüe fenilimino)benzamidin reaksiyonu

Altundaş ve arkadaşlarının 2011 yılında yaptığı çalışmada, 2-aminotiyofen Schiff bazlarını sentezlemiş yapılarını aydınlattıktan sonra, schiff bazlarının antimikrobiyel etkilerinin olup olmadığını araştırmışlardır (Altundaş ve ark., 2010).



Şekil 2.12. Schiff bazlarının protonlanma dengeleri

Hadi ve arkadaşları 2013 yılında yaptığı çalışmada 2-hidroksi-1-naftaldehit ve amin bileşiği ile yeni heterosiklik Schiff bazlı içeren boyalar hazırlamışlardır. Yeni sentezlenen maddelerin FT-IR, ¹H-NMR,¹³C-NMR ve GC-MS spektroskopik metotlarla yapıları aydınlatmışlardır. Elemental analizle elde edilen sonuçların heterosiklik schiff bazlı boyaların saf olduğunu bulmuşlardır (Hadi ve ark., 2013).



Şekil 2.13. Sentetik Schiff bazlarının oluşumu V1, V2, V3

Sole ve Serrano 2010 yıllarında yaptıkları araştırmada, izo indol-α-amino asit esterlerinin, paladyum katalizör eşliğinde,pirrolo[3,4-b] indollere dönüştürmüşlerdir (Sole ve Serrano, 2010).



Şekil 2.14. İzoindollerin seçici olarak Sentezlenmesi

Clary ve ark., 2010 yılında yaptıkları çalışmada, bor trikloritin, nitril katalizör eşliğinde Diels-Alder tepkimesi gerçekleştirmişlerdir. Ester gruplarının oluşumu çoğaldığından çeşitli izoindolin ürünlerinin, bu tepkime ile kolayca temin edilebildiğini tespit etmişlerdir (Clary ve ark., 2010).



Li ve Padwa arkadaşlar 2011 senesinde yaptıkları çalışmada amit ve furan türevli bileşiklerin siklo katılma tepkimesini gerçekleşmişlerdir (Li ve Padwa, 2011).



Şekil 2.16. Amit ile furan türevli molekülerin Diels-Alder siklo katılması

Niu ve Hoye 2012 yılında yaptıkları incelemede Diels-Alder sentezini kullanarak molekül içi halkalama ile kompleks yapıların sentezini yapmışlardır (Niu ve Hoye, 2012).



Şekil 2.17. Furan türevi bileşiklerin sentez katılması

Taştan 1990 yılında yaptığı çalışmasında, siklopentedien üzerine 4-feniltriazolindion bileşiğini ekleyerek Diels-Alder tepkimesi ile bisiklo yapılar elde etmişlerdir (Taştan, 1990).



Şekil 2.18. Diels-alder yöntemi ile bisiklo yapıların sentezi

Sar, 2008 yılında yaptığı çalışmada alkil metakrilat türevi bileşikleri siklopentadien ekleyerek diels-alder reaksiyonu gerçekleştirmiştir (Sar,2008).



Şekil 2.19. Diels-alder katılma reaksiyonu

Kumamoto 2004 yılında yaptığı çalışmada tiyofenin ve maleik anhidrit 100 °C de reaksiyona sokarak (*3aR*,*4S*,*7R*,*7aS*)-*3a*,*4*,*7*,*7a*-tetrahidro-4,7-epitiyoizobenzofuran-1,3-dion bileşiğini elde etmiştir (Kumamto, 2004).



Şekil 2.20. Tiyofen ve maleik anhidrit siklo katılmaları

Mert 2006 yılında yapmış olduğu çalışmada, moleküllerin tekrar düzenlenmesi yöntemini kullanarak elektrosiklik tepkimeleri sentezlemiştir. (Mert, 2006).



Şekil 2.21. Elektrosiklik tepkimeler

Pindur 1991 yıllarında 2-vinilindol türevlerinin benzin ile tepkimesinden 5,6-dihidro-7H-benzo[c]karbazollerin türevleri sentezlemiştir (Pindur, 1991).



Şekil 2.22. Karbazol türevli bileşikler

Bıçak 1980 yılında yapmış olduğu çalışmasında, metanol içerisnde bulunan diketon bileşiği asenaftakinon, o-aminofenol ile doğrudan tepkimeye sokularak karbonil gruplarından sadece bir tanesinin o-aminofenol azometin bağı meydana getirdiğini ifade etmiştir (Şekil 2.23). Aynı tepkime UO_2^{2+} ve Co^{2+} iyonları varlığında yapıldığında ise metal iyonlarının yönlendirme etkisi ile asenaftakinondaki her iki karbonil grubunun imin bağına dönüştüğünü görmüşlerdir (Bıçak, 1980).



Şekil 2.23. Asenaftakinon ile o-aminofenol bileşğinin diels alder reaksiyonu

Aranha ve arkadaşları substitüe salisilaldehit bileşiklerini kullanarak N,N'bis(salisiliden)etilendiamin ligantlarını elde etmiş ve bunların Cr(III) komplekslerini incelemişlerdir (Aranha ve ark., 2007).



Şekil 2.24. Schiff bazı ligantından Cr(III) komplekslerinin sentezi

Duman 2007 yılında yapmış olduğu çalışmasında, fenantrolinin ligantının türevleri ve salisilaldehit ile Schiff bazı elde etmişlerdir. Ligandın ve komplekslerin yapıları elemental analiz, UV-Vis, FTIR, ¹³C NMR, ¹H NMR, LC-MS spektrum, ve termik analizler ile yapılarını aydınlatmışlardır (Duman, 2007).



Şekil 2.25. Nitril türevi bileşikler grignard reaktifleri ile tepkimeye sokularak ketamin bileşiklerinin sentezlenmesi
3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Kullanılan Kimyasallar

Maleik anhidrit, Tetrahidro Furan, hidrazin hidrat, Etanol, Metanol, Etil asetat, ve diğer kullanılan tüm kimyasallar Sigma-Aldrich ve Merck firmalarından temin edilmiştir. Kullanılan kimyasal maddeler sentezler için yeterli saflıkta olduklarından daha ileri bir saflaştırma işlemi uygulanmamıştır.

3.2. Kullanılan Cihazlar

- ¹H-NMR ve ¹³C-NMR spektrumları Bruker 300 MHz NMR cihazı ile alındı.
- FT-IR spektrumları Thermo Scientific Nicolet 6700 FT-IR cihazı ile alındı.
- Erime noktası Stuart SMP30 cihazı ile belirlendi.
- HR-MS analizleri Waters ACQUITY ultra performans Liquid kromatografi sistemi ile kombine Micromass LCT PremierTM XE TOF-MS ve elektro sprey iyonizasyon cihazı ile Gazi Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Merkez Laboratuvarında alınmıştır.

3.3. Deneysel Kısım

3.3.1. Diels-Alder bileşiklerin sentezlenmesi



Şekil 3.1. (3aR,4R,7S,7aS)-3a,4,7,7a-tetrahidro-4,7-epoksibenzofuran-1,3-dion

Altı yuvarlak tepkime balonuna (10 mL, 15 mmol) furan ve maleik anhidrit (0,98 g, 10 mmol) bileşikleri konuldu. Karışım 50 °C'ta manyetik karıştırıcıda 24 saat karıştırılmaya bırakıldı. Bu süre sonunda tepkime tamamlanıp tamamlanmadığı İTK (etil asetat - heksan 1:6) ile kontrol edildi. Tepkime tamamlandıktan sonra çöken

beyaz katı süzüldü, etil asetat içerisinde kristallendirildi. Verim: % 95, E.N: 122-123°C, Lit. EN:124-126 ⁰ C (Tian ve ark., 1992; Chola ve ark., 2008; Mccluskey ve ark., 2003; Köse ve ark., 2017).



Şekil 3.2. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-amino-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion

Tepkime balonundaki 30 mL metanol içerisine (*3aR*,*4R*,*7S*,*7aS*)-*3a*,*4*,*7*,*7a*-tetrahidro-4,7-epoksibenzofuran-1,3-dion (1,26 g, 10 mmol) ve hidrazin hidrat (%80, 0,66 g, 10 mmol) eklendi. Karışım yağ banyosunda 50 °C'ta ısıtıcı üzerinde 16 saat karıştırıldı. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığını İTK (etil asetat - heksan 1:6) ile kontrol edildi. Tepkime tamamlandıktan sonra çözücüsü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırıldı. Geriye kalan katı etil asetat ile kristallendirildi Verim: % 90, E.N: 144-145°C, Lit. EN:144-145⁰ C (Liu ve ark., 1980; Blaskovicova ve ark., 2007).

3.3.2. Schiff bazlarının genel sentez yöntemi



Şekil 3.3. Schiff bazlarının genel sentez yöntemi

Tepkime balonunda bulunan 20 mL etanol içerisine sırayla (*3aR*,*4R*,*7S*,*7aS*)-2-amino-*3a*,*4*,*7*,*7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion (1 eşdeğer mol) ve uygun aldehit (1 eşdeğer mol) bileşikleri eklendi. Karışım yağ banyosunda 50 °C'ta 3 saat karıştırıldı. 3 saat sonunda oluşan katılar süzülerek alındı. Etil alkol ile kristallendirildi. (Schiff, 1869; Yang ve ark., 2006; Bhagat ve ark., 2012). 3.3.2.1. (*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-2-(((*E*)-4-klorobenziliden)amino)-*3a*,4,7,7*a*-tetrahidro-*1H*-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.4. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((E)-4-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi *(3aR, 4R, 7S, 7aS)*-2-amino-*3a,4,7,7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(2H)-dion (0,144 g, 0,64 mmol), 4-klorobenzaldehit (0,09 g, 0,64 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, verim: % 75, E.N.: 158-160°C

3.3.2.2. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.5. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-amino-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,176 g, 0,78 mmol), 2-kloro benzaldehit (0,19 g, 0,78 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, verim: % 62, E.N.: 128-130°C

3.3.2.3. (*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-2-(((*E*)-2-brombenziliden)amino)-*3a*,4,7,7*a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.6. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-brombenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-amino-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,178 g, 0,79 mmol), 2-bromo benzaldehit (0,146 g, 0,79 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, verim: % 52, E.N.: 174-176°C

3.3.2.4. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-florobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.7. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-florobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-amino-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,156 g, 0,69 mmol), 2-florobenzaldehit (0,086 g, 0,69 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, verim: % 82, E.N.: 147-149°C

3.3.2.5. (*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-2-(((*E*)-4-flurobenziliden)amino)-*3a*,4,7,7*a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.8. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-flurobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi *(3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-amino-3a,4,7,7a-*tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,144 g, 0,67 mmol), 4-floro benzaldehit (0,08 g, 0,67 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı. Verim: %49, E.N.: 148-149°C

3.3.2.6. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-nitrobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.9. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-nitrobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi *(3aR, 4R, 7S, 7aS)*-2-amino-*3a,4,7,7*a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,140 g, 0,62 mmol), 4-nitro benzaldehit (0,094 g, 0,62 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Sarı katı, verim: % 75, E.N.: 220-222°C'ta bozunarak eridi.

3.3.2.7. (*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-2-(((*E*)-2-hidroksibenziliden)amino)-*3a*,4,7,7*a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.10. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-hidroksibenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi *(3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-amino-3a,4,7,7a-*tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,146 g, 0,64 mmol), 2-hidroksi benzaldehit (0,08 g, 0,65 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, verim: % 58, E.N.: 155-157°C

3.3.2.8. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-metilbenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.11. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-metilbenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi *(3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-*amino-*3a,4,7,7a-*tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,149 g, 0,659 mmol), 2-metilbenzaldehit (0,08 g, 0,659 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, verim: % 74, E.N.: 159-161°C

3.3.2.9. (*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-2-(((*E*)-4-hidroksibenziliden)amino)-*3a*,4,7,7*a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.12. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-hidroksibenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi *(3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-amino-3a,4,7,7a-*tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,150 g, 0,664 mmol), 4-Hidroksi benzaldehit (0,082 g, 0,66 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, verim: % 68, E.N.: 192-195°C

3.3.2.10. (*3aR*,*4R*,*7S*,*7aS*)-2-(((*E*)-4-metoksibenziliden)amino)-*3a*,*4*,*7*,*7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.13. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-metoksibenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(*2H*)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi *(3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-amino-3a,4,7,7a-*tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,152 g, 0,673 mmol), 4-metoksibenzaldehit (0,092g, 0,67 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, verim: % 33, E.N.: 152-154°C

3.3.2.11. 4-((*E*)-(((3*aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-1,3-diokso-1,3,3*a*,4,7,7*a*-hekzahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-yl)imino)metil)benzoik asit sentez tepkimesi



Şekil 3.14. 4-((*E*)-(((3*aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-1,3-diokso-1,3,3*a*,4,7,7*a*-hekzahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-yl)imino)metil)benzoik asit

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-amino-*3a*,*4*,*7*,*7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,153 g, 0,680 mmol), 4-karboksibenzaldehit (0,101 g, 0,68 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, verim: % 67, E.N.: 278-281°C

3.3.2.12. (*3aR*,*4R*,*7S*,*7aS*)-2-(((*E*)-4-brombenziliden)amino)-*3a*,*4*,*7*,*7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.15. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-brombenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-amino-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,15 g, 0,664 mmol), 4-bromobenzaldehit (0,122 g,0,66 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, verim: % 61, E.N.: 154-156°C

3.3.2.13. (*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-2-(((*E*)-4-(benziloksi)benziliden)amino)-*3a*,4,7,7*a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.16. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-(benziloksi)benziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-amino-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,15 g, 0,664 mmol), 4-benzoksibenzaldehit (0,14 g, 0,66 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, verim: % 72, E.N.: 187-189°C

3.3.2.14. (*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-2-(((*E*)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)-*3a*,4,7,7*a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.17. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi *(3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-*amino-*3a,4,7,7a-*tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,152 g, 0,673 mmol), 4-dimetilaminobenzaldehit (0,1 g, 0,673 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, Verim: % 58, E.N.: 181-183°C.

3.3.2.15. (*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-2-(((*E*)-2-nitrobenziliden)amino)-*3a*,4,7,7*a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion sentez tepkimesi



Şekil 3.18. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-2-nitrobenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi *(3aR, 4R, 7S, 7aS)*-2-amino-*3a,4,7,7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,120 g, 0,573 mmol), 2-nitrobenzaldehit (0,068 g, 0,573 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Sarı katı, verim: % 63, E.N: 160-162°C'te bozunarak eridi.

3.3.2.16. 2-((*E*)-(((3*aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-1,3-diokso-1,3,3*a*,4,7,7*a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril sentez tepkimesi



Şekil 3.19. 2-((*E*)-(((3*aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-1,3-diokso-1,3,3*a*,4,7,7*a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril

Madde 3.3.2 de belirtildiği gibi (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-amino-*3a*,*4*,*7*,*7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion (0,120 g, 0,57 mmol), 2-siyanobenzaldehit (0,068 g, 0,57 mmol), EtOH (20 mL) alındı ve genel sentez yöntemine göre sentezlendi.

Beyaz katı, verim: % 53, E.N: 164-166 °C

4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI

Birinci ve ikinci basamakta sentezlenen (3aR, 4R, 7S, 7aS)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-4, 7-epoksibenzofuran-1, 3-dion ve (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-amino-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiindol-1, 3(2H)-dion bileşiklerin erime noktalarının literatürdeki değerler ile uyum içerisinde olduğu görüldü. Diels-Alder reaksiyonu sonucu oluşan (3aR, 4R, 7S, 7aS)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-4, 7-epoksibenzofuran-1, 3-dion bileşiğinin yapısı (FT-IR, ¹H-NMR, NOESY-NMR, COSY-NMR, HMQC-NMR ve HMBC-NMR) teknikleri kullanılarak aydınlatıldı. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-amino-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1, 3(2H)-dion bileşiğinin analizleri (FT-IR ve ¹H-NMR ile incelendi. Literatürle uyum içerisinde olduğu görüldü. Sentezlenmiş olan özgün bileşiklerin spektrumları aşağıda verilmiştir.

4.1. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-4, 7-epoksibenzofuran-1, 3-dion Bileşiğinin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.1. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-4, 7-epoksibenzofuran-1, 3-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3032 cm⁻¹'de vinilik C-H gerilme bandı, 2998 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1784 cm⁻¹'de anhidrit C=O gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 6,58 ppm'de a protonuna ait birli, 2H (CH); 5,46 ppm'de b protonuna ait birli, 2H (CH); 3,18 ppm'de c protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

COSY spektrumu moleküldeki ¹H-¹H arasındaki spin-spin etkileşmelerini gösteren homonükleer 2D spektroskopisidir. Bu yöntemle moleküldeki protonlar arasındaki spin-spin etkileşmeleri hakkında bilgi elde ederiz. Her iki frekans eksenine de ¹H NMR spektumu kaydedilir. Kısaca ifade etmek gerekirse COSY spektrumunda iki farklı sinyal grubu bulunur. Bunlardan birincisi diyagonal sinyallerdir. Bu sinyaller aynı kimyasal kaymayı gösterir diğer sinyaller ise protonlar arasındaki etkileşmeleri gösteren sinyallerdir. Bu sinyallerde protonlar arasındaki spin-spin etkileşmesini gösterilmektedir. Bağ boyunca birbiri ile etkilesen protonların belirlenmesinde kullanılır. Bileşiğin COSY spektrumu incelendiğinde, H**a** ve H**b** protonlarının birbirleri etkileştiği görülmektedir.

HETCOR spektrumu ¹H ile ¹³C çekirdekler arasındaki spin-spin etkileşmelerini gösteren 2D spektroskopisidir. HETCOR spektrumunda frekans eksenlerinden birine proton NMR spektrumu kaydedilirken, diğer eksene ise karbon NMR spektrumu kaydedilir. Bu, bir bağ üzerindeki proton ile karbon arasındaki etkileşme incelenir. Doğrudan etkileşen karbon ve proton sinyallerinin kesiştiği noktalarda sinyaller gözlemlenir. Bu sinyaller vasıtasıyla hangi protonun hangi karbon ile etkileştiği gözlemlenir. Bu yöntemle protonların doğrudan bağlı olduğu karbonlar belirlenir. HETCOR (Heteronuclear Correlation Spectroscopy) iki boyutlu heteronükleer (¹H - ¹³C) etkileşimleri inceleyen bir yöntemdir. Bağ boyunca birbirleri ile etkileşen proton ve karbonların belirleninesinde kullanılır.

HMQC (Heteronuclear Multiple Quantum Correlation) spektrumunda HMQC spektrumu HETCOR spektrumuna benzer ¹H ile ¹³C çekirdekler arasındaki spin-spin etkileşmelerini gösteren bir ölçüm tekniğidir. Bu spektrumda ¹H sinyallerinden ¹³C eksenine pareleller çizildiği zaman ¹H ile ¹³C eşleşmelerine ait çapraz pikler elde edilmektedir. Elde edilen bu çapraz piklerden ¹³C eksenine çizilen dikler, bu protonların bağlı olan karbon atomları verecektir. Bileşiğe ait HMQC spektrumunda, proton sinyallerinden ¹³C eksenine paraleller çizildiğinde ¹³C-¹H eşleşmelerine ait çapraz pikler elde edilmektedir. İlgili çapraz piklerden ¹³C eksenine çizilen pikler, bu protonların bağlı oldukları karbon atomlarını verecektir. Ha protonunun C1 karbonuna, Hb protonunun C2 karbonuna, Hc protonunun C3 karbonuna bağlı olduğu belirlenmiştir. HMQC spektrumu ile proton içermeyen yani kuarterner karbonlara (C4

gibi) ait pikler hakkında herhangi bir bilgiye ulaşılamamaktadır. Bu karbonlara ait pikleri HMBC spektrumu yardımı ile belirlemek mümkündür.

2D NOESY bu ölçüm tekniği bize doğrudan etkilesmede bulunmayan uzayda birbirine yakın olan protonlar arasındaki ilişkiyi göstermektedir. Bu yöntemle molekülün konfigürasyonu hakkında bilgi sahibi oluruz. COSY spektrumunda birbirleri ile etkileşen protonlara ait sinyaller gözlenirken, 2D-NOESY spektrumunda protonların birbirleri ile uzaysal olarak etkileşmesi sonucu oluşan sinyaller gözlenir. Bileşikteki protonları uzaysal etkileşimlerini gösterdiği için ölçümü alınan bileşiğin stereo kimyasını belirlemek için de kullanılabilmektedir. 2D-NOESY (Nuclear Overhauser Effect Spectroscopy) spektrumu molekülde bulunan tüm protonlar arasındaki NOE etkilerini gösteren iki boyutlu bir spektrumdur. COSY spektrumunda bağ boyunca birbirleri ile etkileşen protonlara ait sinyaller gözlenirken, 2D-NOESY spektrumunda protonların birbirleri ile bağ boyunca değil uzaysal olarak etkileşmesi sonucu oluşan sinyaller gözlenir. Bileşikteki protonları uzaysal etkileşimlerini gösterdiği için stereokimya belirlemek için kullanılabilmektedir. Bileşiğe ait NOESY spektrumuna bakıldığında, Ha protonu, Hb protonu ile etkileşmesi görülmektedir. Hb protonu ise Hc protonu ile etkilesmesi Diels-Alder katılma tepkimesinin stereokimyası hakkında bilgi vermektedir. Bu protonlar aynı uzayı paylaştığına göre, katılma sırasında imit grubu düzlemin üzerine doğru yönlenmiştir. Bu etkileşmenin varlığı molekülün ekso konfigürasyonuna sahip olduğunu göstermektedir. HMQC spektrumu ile proton içermeyen yani kuarterner karbonlara ait pikler hakkında herhangi bir bilgiye ulaşılamamaktadır. Bu karbonlara ait pikleri HMBC spektrumu yardımı ile belirlemek mümkündür. HMBC spektrumunun yorumu ile elde edilen bilgiler bununla sınırlı değildir.

Bileşiğe ait HMBC spektrumunda gözlenen tüm çapraz piklerin yorumu Şekil 4.7. de verilmiştir. Yapı analizinde önemli olan bazı piklerin yorumları ise açıklanmıştır. HMQC'de belirleyemediğimiz C4 karbonu ile Hc protonunun etkileşimi 170 ppm civarında görülmektedir. Çıkan bu pikin C4 karbonuna ait olduğunu kanıtlamaktadır. Bunlara ek olarak C1 ile Ha, Hb ve Hc, C2 ile Ha ve Hc, C3 ile Ha ve Hc'nin etkileştiği görülmektedir.



Şekil 4.2. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-4, 7-epoksibenzofuran-1, 3-dion bileşiğinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.3. (3aR,4R,7S,7aS)-3a,4,7,7a-tetrahidro-4,7-epoksibenzofuran-1,3-dion bileşiğinin ¹H-NMR Spektrumu



Şekil 4.4. (*3aR,4R,7S,7aS*)-*3a,4,7,7a*-tetrahidro-4,7-epoksibenzofuran-1,3-dion bileşiğinin COSY NMR spektrumu



Şekil 4.5. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-4, 7-epoksibenzofuran-1, 3-dion bileşiğinin NOESY NMR spektrumu



Şekil 4.6. (*3aR,4R,7S,7aS*)-*3a,4,7,7a*-tetrahidro-4,7-epoksibenzofuran-1,3-dion bileşiğinin HMQC NMR spektrumu



Şekil 4.7. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-4, 7-epoksibenzofuran-1, 3-dion bileşiğinin HMBC NMR spektrumu

4.2. (3aR,4R,7S,7aS)-2-amino-3a,4,7,7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-

1,3(2H)-dion Bileşiğinin Yapısını Aydınlatılması



Şekil 4.8. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-amino-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3351 ve 3276 cm⁻ ¹'de N-H gerilme bandı, 3012 cm⁻¹'de vinilik C-H gerilme bandı, 2987 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bantları ve 1703 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin D₂O içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 6,49 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,20 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 2,97 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

Erime noktasının literatürdeki değerler ile uyum içerisinde olduğu gözlendiğinden başka bir analiz yapılmadan diğer basamaklara geçilmiştir.



Şekil 4.9. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-amino-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion FT-IR spektrumu



Şekil 4.10. (3aR,4R,7S,7aS)-2-amino-3a,4,7,7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion ¹H NMR spektrumu

4.3. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H 4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion Bileşiğinin Yapısını Aydınlatılması



Şekil 4.11. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H 4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3052 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2987 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1707 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1595 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 9,17 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 7,79 ppm'de (J_{ef}:7,8 Hz) **f** protonuna ait ikili, 2H (CH); 7.43 ppm'de (J_{fe}:8,0 Hz) **e** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,56 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,38 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 2,93 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, pozitif genlikte (δ , ppm) 160,3; 136,5; 129,8; 129,1; 81,1; 45,6'da, **5**, **7**, **8**, **1**, **2**, **3** -CH karbonları; negatif genlikte (δ , ppm) 172,6, **4** numaralı –H içermeyen karbon; 138,3; 131,5, **9** ve **6** numaralı -CH karbonları olarak gözlemlenmiştir.

COSY (Correlation Spektroscopy) iki boyutlu homonükleer (¹H - ¹H) etkileşimleri inceleyen bir yöntemdir. Bağ boyunca birbiri ile etkilesen protonların belirlenmesinde kullanılır. Bileşiğin COSY spektrumu incelendiginde, H**a** ve H**b** protonlarının birbirleri ile etkileştiği, bunların dışında H**e** ile H**f** protonlarının etkileştiği görülmektedir.

HETCOR (Heteronuclear Correlation Spectroscopy) iki boyutlu heteronükleer (¹H - ¹³C) etkileşimleri inceleyen bir yöntemdir. Bağ boyunca birbirleri ile etkilesen proton ve karbonların belirlenmesinde kullanılır. HMQC (Heteronuclear Multiple Quantum Correlation) spektrumunda protonların direk bağlı oldukları karbon çekirdekleri arasındaki etkileşimler gözlenir. Yani protonlar ile bir bağ uzaklıktaki karbon arasında çapraz pikler ortaya çıkar. Bu spektrum yardımı ile hangi protonun hangi karbona bağlı olduğu belirlenir. Ancak kuarterner karbon atomları ile ilgili çok fazla bilgi vermez. HMBC (Heteronuclear Multiple Bond Correlation) spektrumunda ise protonların iki veya üç bağ uzağındaki karbon çekirdekleri ile etkileşimleri gözlenir. Bu yöntemin en önemli avantajı, proton ve karbonlar arasındaki ilişkilerin belirlenmesinin yanı sıra, karbon iskeletinin belirlenmesinde dolaylı olarak yardımcı olmasıdır. Bu spektrumdan kuarterner karbonlar ile ilgili cek fazla bilgi vermez.

Bileşiğe ait HMQC spektrumunda, proton sinyallerinden ¹³C eksenine paraleller çizildiğinde ¹³C-¹H eşleşmelerine ait çapraz pikler elde edilmektedir. İlgili çapraz piklerden ¹³C eksenine çizilen pikler, bu protonların bağlı oldukları karbon atomlarını

verecektir. Hd protonunun C5 karbonuna, He protonunun C7 karbonunu, Hf protonunun C8 karbonuna, Ha protonunun C1 karbonuna, Hb protonunun C2 karbonuna, Hc protonunun C3 karbonuna bağlı olduğu belirlenmiştir. HMQC spektrumu ile proton içermeyen yani kuarterner karbonlara (C4,C6 ve C8) ait pikler hakkında herhangi bir bilgiye ulaşılamamaktadır. Bu karbonlara ait pikleri HMBC spektrumu yardımı ile belirlemek mümkündür.

2D-NOESY (Nuclear Overhauser Effect Spectroscopy) spektrumu molekülde bulunan tüm protonlar arasındaki NOE etkilerini gösteren iki boyutlu bir spektrumdur. COSY spektrumunda bağ boyunca birbirleri ile etkilesen protonlara ait sinyaller gözlenirken, 2D-NOESY spektrumunda protonların birbirleri ile bağ boyunca değil uzaysal olarak etkileşmesi sonucu oluşan sinyaller gözlenir. Bileşikteki protonları uzaysal etkileşimlerini gösterdiği için stereokimya belirlemek için kullanılabilmektedir. Bileşiğe ait NOESY spektrumuna bakıldığında, Ha protonu, Hb protonu ile etkileşmesi görülmektedir. Hb protonu ise Hc protonu ile etkileşmesi Diels-Alder katılma tepkimesinin stereokimyası hakkında bilgi vermektedir. Bu protonlar aynı uzayı paylastığına göre, katılma sırasında imit grubu düzlemin üzerine doğru yönlenmiştir. Bu etkileşmenin varlığı molekülün ekso konfigürasyonuna sahip olduğunu göstermektedir. Hd protonu ile He protonu ile etkileşmesi 7,78 ppm de çıkan pikin He protonuna ait olduğunu göstermektedir. He ile Hf protonlarının etkileştiği görülmektedir. Hc ile Hd protonlarının etkileştiği görülmektedir. Sonuç olarak Hb protonu ile Hc protonu ile etkileşmesi Diels-Alder katılma tepkimesinin stereokimyası hakkında bilgi vermektedir. Bu protonlar aynı uzayı paylaştığına göre, katılma sırasında imit grubu düzlemin üzerine doğru yönlenmiştir. Bu etkileşmenin varlığı molekülün ekso konfigürasyonuna sahip olduğu Hc ile Hd protonlarının etkileşmesinden ötürü, azot-karbon ikili bağ içeren yapılarda, bağın iki tarafındaki atomlar üzerinde bulunan grupların, birbirlerine göre "E" konumlanmalarını hakkında bilgi vermektedir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 303,0528 m/z değerinde gözlenmiştir (Hesaplanan: 303,0458).



Şekil 4.12. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin FTIR spektrumu



Şekil 4.13. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.15. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin COSY spektrumu

7.5 7.0

6.5 6.0

5.5 5.0

4.5 4.0

3.5 3.0 2.5 2.0 1.5 1.0

11.5

10.5

9.5 9.0 8.5 8.0



Şekil 4.16. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion bileşiğinin HMQC spektrumu



Şekil 4.17. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin NOESY spektrumu



Şekil 4.18. (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((E)-4-klorobenziliden)amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin bileşiğinin HR-MS spektrumu

4.4. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-

4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion Bileşiğinin Yapısını Aydınlatılması



Şekil 4.19. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3092 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2978 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bantları ve 1703 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1597 cm-1 C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 9,64 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 8.20 ppm'de (J:7,6 Hz) **g** protonuna ait ikili, 1H (CH); 7,30-7,43 ppm aralığında **e, f, g** protonlarına ait çoklu, 3H (CH); 6,56 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,40 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 2,94 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, negatif genlikte (δ, ppm) 165,1; 137,7; 131,6; 115,7; 81,4; 80,8; 56,2; 46,2'da, **5**, **1,10,9**, **8,7**, **2**, **3** -CH karbonları; negatif genlikte (δ, ppm) 174,2; 164,1; 126,4'de **4**, **6 ve 11** numaralı –H içermeyen karbonlar olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 303,0527 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 303,0458)



Şekil 4.20. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.21. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epokiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.22. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion bileşiğinin ¹³C-APT NMR spektrumu



Şekil 4.23. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-klorobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

4.5. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-brombenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-

4,7-epoksiindol-1,3(2H)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.24. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-brombenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3070 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2949 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1702 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1583 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

40

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 9,02 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 8,22 ppm'de **h** protonuna ait birli, 1H (CH) 8,19 ppm'de (J:1,9 ve J: 1,9 Hz) **f** protonuna ait ikili, 1H (CH); 7.61 ppm'de (J: 1,2 ve J: 1,3 Hz) **e** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,56 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,39 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 2,93 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, pozitif genlikte (δ , ppm) 161,4; 136,5; 131,9; 133,5; 127,6; 126,3; 81,1; 45,6'da, **5**, **1,10,9**, **8,7**, **2**, **3** -CH karbonları; negatif genlikte (δ , ppm) 172,5; 133,2; 127,7'de **4, 11 ve 6** numaralı –H içermeyen karbonlar olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 347,0029 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 347,1680).



Şekil 4.25. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-brombenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.26. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-2-brombenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.27. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-2-brombenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu



Şekil 4.28. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-brombenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

4.6. (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((E)-2-florobenziliden)amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro-1H-

4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.29. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-2-florobenziliden)amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3070 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2998 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1715 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1611 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 9,37 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 8,14 ppm'de **h** protonuna ait birli, 1H (CH); 7,27-7,03 ppm aralığında **e, f, g** protonlarına ait çoklu, 3H (CH); 6,57 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,39 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 2,94 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, pozitif genlikte (δ, ppm) 160,7; 136,5; 133,9; 127,5; 127,5; 115,7; 81,1; 45,6'da, **5**, **1**, **10**, **7**, **8**, **9**,**2**,**3** -CH karbonları; negatif genlikte (δ, ppm) 172,4; 155,5; 120,8; **4,11 ve 6** numaralı –H içermeyen karbonlar olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 287,0831 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan:286,2624).



Şekil 4.30. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-florobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.31. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-2-florobenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.32. (3*aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-2-(((*E*)-2-florobenziliden)amino)-3*a*,4,7,7*a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu

	Single M	ass Analysis	s													*
	Tolerance = 5.0 PPM / DBE: min = -1.5, max = 50.0															
Element prediction: Off																
	Number of isotope peaks used for i-FIT = 3												E			
	Monoisotopic Mass, Even Electron Ions															
19 formula(e) evaluated with 1 results within limits (up to 50 best isotopic matches for each mass)												L				
	Elements U	lsed:														Ŧ
	Mass	Calc. Mass	mDa	PPM	DBE	Formula	i-FIT	i-FIT (l	lorm)	C	Н	N (0	F		
	287.0831	287.0832	-0.1	-0.3	10.5	C15 H12 N2 O3 F	118.4	0.0		15	12	2	3	1		



Şekil 4.33. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-florobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

4.7. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-florobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.34. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-florobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3023 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2993 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1703 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1600 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 9,12 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 7,88 ppm'de **f** protonuna ait ikili, 2H (CH); 7,16

46

ppm'de **e** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,56 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,37 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 2,92 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, pozitif genlikte (δ , ppm) 160,7; 136,5; 130,9; 116,2; 81,1; 45,6'da, **5**, **1**, **7**, **8**, **2**, **3** -CH karbonları; negatif genlikte (δ , ppm) 172,6; 166,9; 130,8' de **4**, **6 ve 9** numaralı –H içermeyen karbonlar olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 287,0832 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 286,26).



Şekil 4.35. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-florobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.36. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-florobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.37. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-florobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu

Single Mass Analysis Tolerance = 5.0 PPM / DBE: min = -1.5, max = 50.0 Element prediction: Off Number of isotope peaks used for i-FIT = 3 Monoisotopic Mass, Even Electron Ions 19 formula(e) evaluated with 1 results within limits (up to 50 best isotopic matches for each mass) Elements Used:

lass	Calc. Mass	mDa	PPM	DBE	Formula	i-FIT	i-FIT (Norm)	С	Н	Ν	0	F	
87.0832	287.0832	0.0	0.0	10.5	C15 H12 N2 O3 F	358.0	0.0	15	12	2	3	1	



Şekil 4.38. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-florobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

4.8. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-nitrobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-

4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.39. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-4-nitrobenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3089 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 3000 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1703 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1581 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.
Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 9,47 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 8,32 ppm'de (J:8,7 Hz) **f** protonuna ait ikili, 2H (CH); 8,04 ppm'de (J:8,6 Hz) **e** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,59 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,41 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 2,96 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, negatif genlikte (δ , ppm) 157,4; 136,5; 129,4; 129,2; 81,3; 45,6'da, **5**, **1**, **7**, **8**, **2**, **3** -CH karbonları; pozitif genlikte (δ , ppm) 172,5; 149,7; 138,9 'te **4**, **9 ve 6** numaralı –H içermeyen karbonları olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 314,0782 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 313,27).



Şekil 4.40. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-nitrobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu





Şekil 4.41. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-4-nitrobenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



210 200 190 180 170 160 150 140 130 120 110 100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 0 -10

Şekil 4.42. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-4-nitrobenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu

 Single Mass Analysis

 Tolerance = 5.0 PPM
 / DBE: min = -1.5, max = 50.0

 Element prediction: Off
 Number of isotope peaks used for i-FIT = 3

 Monoisotopic Mass, Even Electron Ions
 19 formula(e) evaluated with 1 results within limits (up to 50 best isotopic matches for each mass)

 Elements Used:
 1

Mass	Calc. Mass	mDa	PPM	DBE	Formula	i-FIT	i-FIT (Norm)	С	Η	Ν	0	
314.0782	314.0777	0.5	1.6	11.5	C15 H12 N3 O5	80.0	0.0	15	12	3	5	



Şekil 4.43. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-nitrobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(*2H*)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

4.9. (*3aR*,*4R*,*7S*,*7aS*)-2-(((*E*)-2-hidroksibenziliden)amino)-*3a*,*4*,*7*,*7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dione Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.44. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-hidroksibenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dione bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3051 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2987 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1702 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1601 cm-1 C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 10,95 ppm'de **1** protonuna ait birli, 1H (OH); 9,33 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 7,41-6,94 ppm aralığında **e, f, g ve h** protonlarına ait çoklu, 4H (CH); 6,59 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,40 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 2,96 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, pozitif genlikte (δ , ppm) 163,2; 136,5; 133,8; 132,8; 119,5; 117,6; 81,1; 45,6'da, **5**, **1**, **7**, **8**,**9**,**10**, **2**, **3** -CH karbonları; negatif genlikte (δ , ppm) 171,8; 159,8; 116,7, **4**,**11 ve 6** numaralı –H içermeyen karbonlar olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 285,0875 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 284,27).



Şekil 4.45. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-hidroksibenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.46. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-hidroksibenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(*2H*)-dion bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.47. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-hidroksibenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu

Single Mass Analysis Tolerance = 5.0 PPM / DBE: min = -1.5, max = 50.0 Element prediction: Off Number of isotope peaks used for i-FIT = 3 Monoisotopic Mass, Even Electron Ions 11 formula(e) evaluated with 1 results within limits (up to 50 best isotopic matches for each mass) Elements Used:

Mass	Calc. Mass	mDa	PPM	DBE	Formula	i-FIT	i-FIT (Norm)	С	Η	Ν	0	
285.0875	285.0875	0.0	0.0	10.5	C15 H13 N2 O4	365.5	0.0	15	13	2	4	



Şekil 4.48. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-hidroksibenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

4.10. (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((E)-2-metilbenziliden)amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro-1H-

4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.49. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-2-metilbenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3031 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2978 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1714 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1590 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 9,37 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 8,03 ppm'de **h** protonuna ait birli, 1H (CH); 7,30-7,20 ppm aralığında **e, f, g** protonlarına ait çoklu, 3H (CH); 6,56 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,38 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 2,93 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH); 2,51 ppm'de **i** protonuna ait birli,3H (CH₃) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, pozitif genlikte (δ , ppm) 161,4; 136,5; 131,9; 130,9;127,6; 126,3; 81,1; 45,6'da, **5**, **1,10,9**, **8,7**, **2**, **3** -CH karbonları ve 19,5'ta –CH₃ karbonu; negatif genlikte (δ , ppm) 172,6; 139; 131,1'de **4**, **11 ve 6** numaralı –H içermeyen karbonlar olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 283,1085 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 283,1004).



Şekil 4.50. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-metilbenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.51. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-2-metilbenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.52. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-metilbenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu



Şekil 4.53. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-metilbenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

4.11. (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((E)-4-hidroksibenziliden)amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro-

```
1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması
```



Şekil 4.54. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-hidroksibenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3044 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bandı, 2989 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1708 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1587 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin d₆-DMSO içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 10,35 ppm'de **g** protonuna ait birli, 1H (OH); 8,74 ppm'de **d** protonuna ait ikili, 1H (CH); 7,75 ppm'de **f** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,94 ppm'de **e** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,64 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,26 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 3,03 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, negatif genlikte (δ , ppm) 164,7; 136,8; 131,1; 116,6; 80,9; 46,0'da **5**, **7**, **8**, **1**, **2 ve 3** numaralı -CH karbonları; pozitif genlikte (δ , ppm) 173,2; 161,9; 124,0'te **4**, **9**, **6** numaralı –H içermeyen karbonlar olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 284,0877 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 284,0797).



Şekil 4.55. (*3aR*,*4R*,*7S*,*7aS*)-2-(((*E*)-4-hidroksibenziliden)amino)-*3a*,*4*,*7*,*7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.56. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-4-hidroksibenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.57. (*3aR,4R,7S,7aS*)-2-(((*E*)-4-hidroksibenziliden)amino)-*3a,4,7,7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu



Şekil 4.58. (*3aR,4R,7S,7aS*)-2-(((*E*)-4-hidroksibenziliden)amino)-*3a,4,7,7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

4.12. (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((E)-4-metoksibenziliden)amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro-

1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.59. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-metoksibenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3055 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bandı, 2985 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1710 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1588 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 8,96 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 7,80 ppm'de **f** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,95 ppm'de **e** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,56 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,38 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 3,86 ppm'de **g** protonuna ait birli, 3H (CH₃); 2,91 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, pozitif genlikte (δ , ppm) 163,0; 136,5; 130,7; 114,2; 81,0; 55,4; 45,6 'da, **5**, **1**, **7**, **8**, **2**, **10**, **3** -CH karbonları; negatif genlikte (δ , ppm) 172,6; 162,6; 130,7, **9**, **6** ve **4** numaralı –H içermeyen karbonlar olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 299,1030 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 298,0954).



Şekil 4.60. (*3aR,4R,7S,7aS*)-2-(((*E*)-4-metoksibenziliden)amino)-*3a,4,7,7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.61. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-4-metoksibenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.62. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-4-metoksibenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu



- **Şekil 4.63.** (*3aR,4R,7S,7aS*)-2-(((*E*)-4-metoksibenziliden)amino)-*3a,4,7,7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu
- 4.13. 4-((E)-(((3aR,4R,7S,7aS)-1,3-diokso-1,3,3a,4,7,7a-hekzahidro-2H-4,7-

epoksiizoindol-2-yl)imin)methyl)benzoik asit Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.64. 4-(*(E)*-(((*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-1,3-diokso-1,3,3*a*,4,7,7*a*-hekzahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-yl)imin)methyl)benzoik asit bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3012 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2992 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1702 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1563 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin d₆-DMSO içerisinde alınan 1H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 13,47 ppm'de **g** protonuna ait yayvan, 1H (C) 9,38 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 8,29 ppm'de **f** protonuna ait ikili, 2H (CH); 8,19 ppm'de **e** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,82 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,47 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 3,26 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, pozitif genlikte (δ, ppm) 174,2; 168,1; 137,9; 134,9'da **4, 10, 8, ve 9** numaralı –H içermeyen karbonlar; negatif genlikte (δ, ppm) 162,8; 137,7; 131,1; 129,6; 81,5; 46,3'te **5, 7, 8, 1, 2, 3,** numaralı -CH karbonları olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 313,0825 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 312,2810).



Şekil 4.65. 4-((*E*)-(((*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-1,3-diokso-*1*,*3*, *3a*, *4*, *7*, *7a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-yl)imin)metil)benzoik asit bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.66. 4-((*E*)-(((*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-1,3-diokso-*1*,*3*,*3a*,4,7,7*a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-yl)imin)metil)benzoik asit bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.67. 4-(*(E)*-(((*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-1,3-dikso-*1*,*3*,*3a*,4,7,7*a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2yl)imin)metil)benzoik asit bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu



Şekil 4.68. 4-((*E*)-(((*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-1,3-diokso-1,3,3*a*,4,7,7*a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-yl)imin)metil)benzoik asit bileşiğinin HR-MS spektrumu

Çizelge 4.1. 4-((*E*)-(((*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-1,3-diokso-*1*,*3*,*3a*,*4*,7,7*a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-yl)imin)metil)benzoik asit bileşiğinin HR-MS spektrumu

m/z.	Z	Abund	Formula	Ion
313.0825	1	61175.75	$C_{16}H_{12}N_2O_5$	(M+H)+

4.14. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-brombenziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.69. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-brombenziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3025 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2965 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1701 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1587 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 9,18 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 7,74 ppm'de **f** protonuna ait ikili, 2H (CH); 7,58 ppm'de **e** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,57 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,39 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 2,93 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) g olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, negatif genlikte (δ , ppm) 160,4; 136,5; 132,1; 130,0; 81,2; 45,6'da, **5**, **8**, **7**, **1**, **2**, **3** -CH karbonları; pozitif genlikte (δ , ppm) 172,6; 132,0; 126,7 ' de **4**, **9** ve **6** numaralı –H içermeyen -C karbonlar olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 347,0025 ve 349,0006 m/z değerleri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 347,1680).



Şekil 4.70. (*3aR,4R,7S,7aS*)-2-(((*E*)-4-brombenziliden)amin)-*3a,4,7,7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.71. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-brombenziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7 epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.72. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-brombenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu



Şekil 4.73. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-brombenziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2*H*)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

Çizelge 4.2. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-brombenziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

m/z	Z	Abund	Formula	Ion
347.0025	1	168346	C15 H11 Br N2 O3	(M+H)+
349.0006	1	167818.69	C15 H11 Br N2 O3	(M+H)+

4.15. (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((E)-4-(benziloksi)benziliden)amino)-3a,4,7,7a-

tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.74. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-4-(benziloksi)benziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3008 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2993 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1702 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1566 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 8,97 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 7,82 ppm'de **e** protonuna ait ikili, 2H (CH); 7,46 ppm'de **h** protonuna ait ikili, 2H (CH); 7,05 ppm'de **f** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,56 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,38 ppm'de **g** protonuna ait birli, 2H (CH₂); 5,13 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 2,92 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, pozitif genlikte (δ , ppm) 162,4; 136,5; 130,7; 128,7; 128,3; 127,5; 125,7; 81,1; 45,6'da, **5**, **1**, **12**, **13**, **14**, **7**, **8**, **2**, **3** -CH karbonları; negatif genlikte (δ , ppm) 172,6; 162,1; 136,2; 125,7 ' te **4**, **9**, **6**, **11**, numaralı –H içermeyen karbonlar ayrıca 70,1' de **10** numaralı –CH₂ karbonu olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 375,1349 ve 376,1372 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 374,3960).



Şekil 4.75. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-(benziloksi)benziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.76. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-4-(benziloksi)benziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.77. (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((E)-4-(benziloksi)benziliden)amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu



- **Şekil 4.78.** (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-(benziloksi)benziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu
- **Çizelge 4.3.** (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-(benziloksi)benziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

m/z	Z	Abund	Formula	Ion
375.1349	1	4434950	$C_{22}H_{18}N_2O_4$	(M+H)+
376.1372	1	1204399.5	$C_{22}H_{18}N_2O_4$	(M+H)+

4.16. (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((E)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)-3a,4,7,7a-

tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(2H)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.79. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiindol-1, 3(2*H*)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3001 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2975 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1703

cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1590 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 8,74 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 7,73 ppm'de **f** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,70 ppm'de **e** protonuna ait ikili, 2H (CH); 6,55 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,37 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 3,06 ppm'de **g** protonuna ait birli, 6H (CH₃); 2,91 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, pozitif genlikte (δ , ppm) 164,1; 136,5; 130,8; 111,3; 80,9; 45,7; 40,0'da, **5, 1, 7, 8, 2, 3, 10,** -CH karbonları; negatif genlikte (δ , ppm) 172,6; 153,1; 119,9 'da **9, 6**, ve **4** numaralı –H içermeyen karbonlar olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 310,3530 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 312.1343).



Şekil 4.80. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.81. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2*H*)-dion ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.82. (*3aR,4R,7S,7aS*)-2-(((*E*)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)-*3a,4,7,7a*-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(*2H*)-dion bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu



- **Şekil 4.83.** (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(*2H*)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu
- **Çizelge 4.4.** (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-4-(dimetilamin)benziliden)amin)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(2H)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

m/z	Z	Abund	Formula	Ion
312.1343	1	461400.25	$C_{17}H_{17}N_3O_3$	(M+H)+
313.1375	1	81222.98	$C_{17}H_{17}N_3O_3$	(M+H)+

4.17. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-nitrobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-

4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion Bileşiğin Yapısının Aydınlatılması



Şekil 4.84. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-2-nitrobenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3012 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2918 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1698 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1605 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin CDCl₃ içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 9,61 ppm'de **d** protonuna ait birli, 1H (CH); 8,17 ppm'de **h** protonuna ait birli, 1H (CH); 7,90-7,78 ppm aralığında **e, f, g** protonlarına ait çoklu, 3H (CH); 6,60 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,26 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 3,03 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, pozitif genlikte (δ , ppm) 157,8; 136,9; 134,6; 132,9; 129,3; 125,3; 81,0; 46,0'da, **5**, **1,10,9**, **8,7**, **2**, **3** -CH karbonları; negatif genlikte (δ , ppm) 173,3; 149,1; 128,2'de **4**, **11 ve 6** numaralı –H içermeyen karbonlar olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 314,0777 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 313,2690).



Şekil 4.85. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-nitrobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1,3)-dion bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.86. (3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-2-nitrobenziliden)amino)-3a, 4, 7, 7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.87. (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((E)-2-nitrobenziliden)amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin ¹³C NMR spektrumu



Şekil 4.88. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-nitrobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(*2H*)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

Çizelge 4.5. (*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-2-(((*E*)-2-nitrobenziliden)amino)-*3a*, *4*, *7*, *7a*-tetrahidro-1H-4, 7-epoksiizoindol-1, 3(*2H*)-dion bileşiğinin HR-MS spektrumu

m/z.	Z	Abund	Formula	Ion
314.0777	1	312331.47	$C_{15}H_{11}N_3O_5$	(M+H)+

4.18. 2-((E)-(((3aR,4R,7S,7aS)-1,3-diokso-1,3,3a,4,7,7a-heksahidro-2H-4,7-

epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril Bileşiğin Yapısının

Aydınlatılması



Şekil 4.89. 2-((*E*)-(((*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-1,3-diokso-1,3,3*a*,4,7,7*a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril bileşiğin yapısı

Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu incelendiğinde 3083 cm⁻¹'de vinilik ve aromatik C-H gerilme bantları, 2978 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı ve 1698 cm⁻¹ imit C=O gerilme bandı ve 1485 cm⁻¹ C=N gerilme bandı olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğin d₆-DMSO içerisinde alınan ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde (δ) 9,74 ppm'de **d** protonuna ait birli, 8,38-7,94 ppm aralığında **e, f, g, h** protonlarına ait çoklu, 4H (CH); 6,82 ppm'de **a** protonuna ait birli, 2H (CH); 5,64 ppm'de **b** protonuna ait birli, 2H (CH); 3,27 ppm'de **c** protonuna ait birli, 2H (CH) olarak gözlemlenmiştir.

¹³C-APT NMR spektrumu incelendiğinde, pozitif genlikte (δ , ppm) 156,7; 136,9; 134,3; 134,2; 132,9; 127,4; 81,1; 46,0 'da, **5**, **1**, **10**, **9**, **8**, **7**, **2**, **3** -CH karbonları; negatif genlikte (δ , ppm) 173,3; 134,3; 117,50; 112,5 'te **4**, **6**, **12**, ve **11** numaralı –H içermeyen karbonlar olarak gözlemlenmiştir.

Bileşiğe ait moleküler iyon piki ([M+H]⁺) 294,0873 m/z değeri olarak gözlemlenmiştir. (Hesaplanan: 293,2820).



Şekil 4.90. 2-((*E*)-(((*3aR*,*4R*,*7S*,*7aS*)-1,3-diokso-*1*,*3*,*3a*,*4*,*7*,*7a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril bileşiğinin FT-IR spektrumu



Şekil 4.91. 2-(*(E)*-(((*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-1,3-diokso-*1*, *3*, *3a*, *4*, *7*, *7a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril ¹H NMR spektrumu



Şekil 4.92. 2-(*(E)*-(((*3aR*, *4R*, *7S*, *7aS*)-1,3-diokso-*1*, *3*, *3a*, *4*, *7*, *7a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril ¹³C NMR spektrum



Şekil 4.93. 2-(*(E)*-(((*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-1,3-diokso-1,3,3*a*,4,7,7*a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril HR-MS spektrumu

Çizelge 4.6. 2-((*E*)-(((*3aR*,4*R*,7*S*,7*aS*)-1,3-diokso-1,3,3*a*,4,7,7*a*-heksahidro-2H-4,7-epoksiizoindol-2-il)imino)metil)benzonitril HR-MS spektrumu

m/z.	Z	Abund	Formula	Ion
294.0873	1	127516.51	$C_{16}H_{11}N_3O_3$	(M+H)+

5. SONUÇ VE YORUM

Maleik anhidrit ve furan bileşiklerinden yola çıkılarak Diels-Alder reaksiyonu ile Madde 3.3.1. de belirtilen vönteme göre (3aR,4R,7S,7aS)-3a,4,7,7a-tetrahidro-4,7epoksibenzofuran-1,3-dion bileşiği sentezlendi. Bileşiğin FT-IR spektrumu ve erime noktası literatürle uyum içerisinde olduğu görüldü. Sonraki basamakta, sentezlenen bu bileşiğin metil alkol içerisinde hidrazin hidratla etkileştirilerek Madde.3.3.1.2. de belirtildiği gibi (3aR,4R,7S,7aS)-2-amino-3a,4,7,7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiindol-1,3(2H)-dion bileşiği sentezlendi. Bu bileşiğinde FT-IR ve erime noktasına bakıldığında literatür ile uyum içerisinde olduğu görüldü. Sonraki aşamalarda Madde 3.3.2. de açıklandığı gibi imin bileşiklerin sentezi gerçekleştirildi. Sentezlenen bileşiklerin FTIR, ¹H NMR, ¹³C-APT NMR, LC-MS, NOESY, COSY, HETCOR gibi 2D spektroskopik yöntemlerle yapıları aydınlatıldı. İmin bileşiklerin FTIR spektrumlarına bakıldığında Ar-H gerilmesine ait piklerin 3092 cm⁻¹ ile 3001 cm⁻¹ arasında olduğu görüldü. Alifatik C-H gerilmesine ait piklerin 3000 cm⁻¹ ile 2918 cm⁻¹ ¹ arasında olduğu görüldü. ¹H NMR spektrumuna bakıldığında imin protonların (CH=N) 9,74 ppm ile 8,74 ppm arasında olduğu, aromatik protonların 8,38 ppm ile 6,70 ppm arasında olduğu görülmektedir.

¹³C NMR spektruma bakıldığında sentezlenen her bir bileşiğe eşdeğer sayıda karbon atomu olduğu görülmektedir. Kütle spektrumu ilgili maddenin kütlesine uygun yerde pik verdiği görülmektedir.

3aR,4R,7S,7aS)-3a,4,7,7a-tetrahidro-4,7-epoksibenzofuran-1,3-dion bileşiği NOESY-NMR spektrumuna göre H**b** protonu ile H**c** protonu ile etkileşmesi Diels-Alder katılma ürününün ekso konfigürasyonuna sahip olduğu görülmektedir. (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((E)-4-klorobenziliden)amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro-1H-4,7 epoksiizoindol -1,3(2H)dion bileşiğinin NOESY- NMR spektrumuna göre H**c** ile H**d** protonlarının etkileşmesi nedeniyle, azot-karbon ikili bağına bağlı öncelikli grupların birbirlerine göre zıt taraflarda olduğu görülmektedir. Bu nedenle (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((E)-4-klorobenziliden) amino)-3a,4,7,7a-tetrahidro-1H-4,7-epoksiizoindol-1,3(2H)-dion bileşiğinin ''E'' konfigürasyonuna sahip olduğu belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

- Abdullah, M.A., Salman, A.K., Hadi, M.M., Kamlesh S., 2013. Biology- heterocyclic Schiff Base Derivatives as Antibacterial Agents on the Bases of in Vitro and Density Functional Theory, Journal of Photochemistry and Photobiology, (120), 82-89.
- Altundaş, A., Sarı, N., Çolak, N., Öğütücü, H., 2010. Synthesis and Biological Activity of new Cycloalkylthiophene, Schiff Bases and Their Cr(II) and Zn(II) Complexes. Medicine Chemistry Research, 19(6), 576-588.
- Aranha, P.E., Dos Santos, M. P., Romera, S., Dockal, E.R., 2007. Synthesis, Characterization, and Spectroscopic Studies of Tetradentate Schiff Base Chromium(III) Complexes. Polyhedron, (26), 1373-1382.
- Bhagat, S., Sharma, N., Chundawat, T. S. 2012. Synthesis of Some Salicylaldehyde-Based Schiff Bases in Aqueous Media. Journal of Chemistry, (2013).
- Bıçak, N., 1980. 1,2-Asenaftendion 'un Primer Aminlerle Doğrudan ve Metal İyonları Varlığındaki Reaksiyonları. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri, İstanbul.
- Blanz, E.J. and French, F.A., 1968. Cancer Research, 28, 2419-2422.
- Blaskovicova, M., Gaplovsky, A., Blasko, J., 2007. Synthesis and Photochemistry of 1-Iodocyclohexene Influence of Ultrasound on Ionic Radical Behaviour. Molecules, 12(2), 188-193.
- Brana, M. F., Domínguez, G., Sáez, B., Romerdahl, C., Robinson, S., Barlozzari, T., 2001. Synthesis of Antitumor Dendritic İmides, Bioorganic and Medicinal Chemistry Letters, 11(23), 3027-3029.
- Breslow, R., Rideout, D.C., 1980. Hydrophobic Acceleration of Diels-Alder Reactions. Journal of the American Chemical Society, 102(26), 7816-7817.
- Chola, J., Masesane, I. B., 2008. Stereoselective Synthesis of 3, 4, 5, 6-Tetrahydroxycyclohexyl β -amino acid Derivatives. Tetrahedron Letters, 49(39), 5680-5682.
- Christian, S., Rondestvedt, J., 1963.Organic Synthesis. Coll, 4(766), 31, 85.
- Clary, K. N., Parvez, M., Back, T. G., 2010. Rearrangements and Intramolecular Diels –Alder Reactions of Normal and Vinylogous Aza-Morita Baylis Hillman Products Leading to Isoindoline Derivatives. The Journal of Organic Chemistry, 75(11), 3751-3760.
- Da Silva C. M., Da Silva D. L., Modolo L. V., Alves R. B., De Resende M. A., Martins C.V. B. ve De Fatima A., 2011. Schiff bases: A short review of their antimicrobial activities. Journal of Advanced Research 2: 1-8.
- Dayan, O., 2000. Yeni Tiyazol Türevlerinin Sentezi Sulu ve Susuz Ortamda Analitik Uygulamaları.Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- Duman, H., 2007. 1,10-Fenantrolin Türevi Bir Schiff Bazı ve Geçiş Metal Komplekslerinin Sentezi Spektroskopik ve Termal Analizi. Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Frust, A., 1963. Chemistry of Chelation of Cancer, C.C. Thomas, Llinois, p.105.
- Greico, P., Larsen, S. D., 1993. Iminium ion based Diels-Alder reactions: N-Benzyl-2-Azanorbornene. Organic Syntheses, 8(31), 1990.
- Hershberg E.B., Ruhoff J. R., 1943. 1-3 Butadiene Organic Syntheses, (2), 102.
- Jarząbek, B., Kaczmarczyk, B., Sęk, D., 2009. Characteristic and Spectroscopic Properties of the Schiff-Base Model Compounds. Spectrochimica Acta Part A Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 74(4), 949-954.
- Jursic, B. S., 1999. The Inertia Principle and Implementation in The Cycloaddition Reaction With Aromatic Heterocycles Performed With AM1 Semiempirical and Density Functional Theory Study. Journal of Molecular Structure, Theochem, 459(1-3), 215-220.
- Köse, A., Bal, Y., Kishali, N. H., Şanlı-Mohamed, G., Kara, Y., 2017. Synthesis and Anticancer Activity Evaluation of New Isoindole Analogues. Medicinal Chemistry Research, 26(4), 779-786.
- Kumamoto, K., Fukada, I., Kotsuki, H., 2004. Diels–Alder Reaction of Thiophene Dramatic Effects of High- Pressure/Solvent- Free Conditions. Angewandte Chemie International Edition, 43(15), 2015-2017.
- Kumar, S., 2010. Synthesis and Antimicrobial Study of Some Schiff Bases of Sulfonamides. Master of Pharmacy in Pharmaceutical Chemistry, Rajiv Gandhi University of Health Sciences, Karnataka, India.
- Li, G., Padwa, A., 2011. Intramolecular Diels–Alder Cycloaddition/Rearrangement Cascade of an Amidofuran Derivative for the Synthesis of (±)-Minfiensine. Organic Letters, 13(15), 3767-3769.
- Liu, J. Y., Zhang, B. X., Li, R. X., 1980. A Study of Antitumor Chemotherapeutic Agents-Synthesis of Cantharidine Derivatives (author's transl). Yao Xue Xue Bao Acta pharmaceutica Sinica, 15(5), 271.

Masoud, M.S. and Refaat, L.S., 1982. Transition Metal Chemistry 23 A, 149-151.

McCluskey, A., Ackland, S. P., Bowyer, M. C., Baldwin, M. L., Garner, J., Walkom, C. C., Sakoff, J. A., 2003. Cantharidin Analogues: Synthesis and Evaluation of Growth Inhibition in a Panel Of Selected Tumour Cell Lines. Bioorganic Chemistry, 31(1), 68-79.

- Mert, H., 2006. Bazı Di ve Triarilimidazolin-3-Oksitlerin Maleat ve Maleimidler ile Halka katılma Reaksiyonlarının Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- Miersch, J., Grancharov, K., Pajpanova, T., Tabakova, S., Stoev, S., Krauss, G. J., Golovinsky, E., 2000. Synthesis and Biological Activity of Canavanine Hydrazide Derivatives. Amino Acids, 18(1), 41-59.
- Nicolaou, K. C., Snyder, S. A., Montagnon, T., Vassilikogiannakis, G., 2002. The Diels–Alder Reaction in total Synthesis. Angewandte Chemie International Edition, 41(10), 1668-1698.
- Niu, D., Hoye, T. R., 2012. A Concise Total Synthesis of (±)-and (–)-Okilactomycin D. Organic Letters, 14(3), 828-831.
- Noorizadeh, S., Maihami, H., 2006. A Theoretical Study on the Regioselectivity of Diels–Alder Reactions Using Electrophilicity Index. Journal of Molecular Structure, Theochem, 763(1-3), 133-144.
- Paredes, E., Brasca, R., Kneeteman, M., Mancini, P. M., 2007. A Novel Application of the Diels–Alder Reaction Nitronaphthalenes as Normal Electron Demand Dienophiles. Tetrahedron, 63(18), 3790-3799.
- Pfeifer, 1932. Trcyclische orthokondesierte Nebenvalenzringe. Ann. Chem, 492, 81.
- Pindur, U., 1988. New Diels- Alder Reactions with Vinylindoles: A Regio- and Stereocontrolled Access to Anellated Indoles and Derivatives. ChemInform, 19(43), 1253-1268.
- Sar, Y.S., 2008. Bazı 1,4-Dipolar Siklo Katılma Reaksiyonlarını Teorik Yöntemlerle İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Tekirdağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Edirne.
- Schiff, H., 1869. Untersuchungen Über Salicinderivate, Ann. Chem, 150-197.
- Sole, D., Serrano, O., 2010. Selective Synthesis of Either Isoindole-or Isoindoline-1carboxylic Acid Esters by Pd (0)-Catalyzed Enolate Arylation. The Journal of Organic Chemistry, 75(18), 6267-6270.
- Spande, T. F., Garraffo, H. M., Edwards, M. W., Yeh, H. J., Pannell, L., Daly, J. W., 1992. Epibatidine: a novel (chloropyridyl) Azabicycloheptane With Potent Analgesic Activity From an Ecuadoran Poison Frog. Journal of the American Chemical Society, 114(9), 3475-3478.
- Taştan, A., 1990. 8,9-Dimetilen-4-Fenil-2,4,6-Triazotrisiklo[5.2.1.02,6] Dekan -3,5-Dion ile 2,3- Dimetilen-Benzonorbornamın Sentezi ve Diels-Alder Reaktivitelerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Tian, S. L., Li, K. Q., Wang, Z. Y., Zhao, S. W., 1992. Synthesis of Exo-7-Oxabicyclo [2.2. 1] Hept-5-ene-2, 3-Dicarboxylic Acid Anhydride. Chinese Journal of Pharmaceuticals, (23), 33.

- Yalçın, N., Kenar, A., Arıcı, C., Atakol, O., Taştekin, M., 2001. The Crystal Structure of Dimeric Complex Formed Between Boric Acid and N-2-hydroxyphenyl salicylaldimin. Main Group Metal Chemistry, 24(4), 247-248.
- Yang, Z., Sun, P., 2006. Compare of Three Ways of Synthesis of Simple Schiff Base. Molbank, 2006(6), 514.
- Zentz, F., Valla, A., Le Guillou, R., Labia, R., Mathot, A. G., Sirot, D., 2002. Synthesis and Antimicrobial Activities of N-Substituted İmides. Il Farmaco, 57(5), 421-426.
- Zhang, J.L.G., Li, X.D., Qi, S.H., Liu, G.Q., Peng, X.Z. 2006. Source seasonality of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in subtropical city, Guangzhou, South China. Science of the Total Environment, 355, 145–155.

EKLER

EK –1. Elde Edilen Bileşiklerinin Tablo Şeklinde Gösterimi

This is a 1		
Bileşiğin Adı (3aR,4R,7S,7aS)-2-(((<i>E</i>)-4- chlorobenzylidene)amino)- 3a,4,7,7a-tetrahydro-1H-4,7- epoxyisoindole-1,3(2 <i>H</i>)-dione (1)		E.N. °C 158-160
(3aR,4R,7S,7aS)-2-(((<i>E</i>)-2- chlorobenzylidene)amino)- 3a,4,7,7a-tetrahydro-1H-4,7- epoxyisoindole-1,3(2 <i>H</i>)-dione (2)		128-130
(3aR,4R,7S,7aS)-2-(((<i>E</i>)-2- bromobenzylidene)amino)- 3a,4,7,7a-tetrahydro-1H-4,7- epoxyisoindole-1,3(2 <i>H</i>)-dione (3)	O Br N-N	174-177
(3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((<i>E</i>)-2-fluorobenzylidene)amino)- 3a, 4, 7, 7a-tetrahydro-1H-4,7- epoxyisoindole-1,3(2 <i>H</i>)-dione (4)		147
(3aR,4R,7S,7aS)-2-(((<i>E</i>)-4- fluorobenzylidene)amino)- 3a,4,7,7a-tetrahydro-1H-4,7- epoxyisoindole-1,3(2 <i>H</i>)-dione (5)	N-N F	148
(3aR,4R,7S,7aS)-2-(((<i>E</i>)-4- nitrobenzylidene)amino)- 3a,4,7,7a-tetrahydro-1H-4,7- epoxyisoindole-1,3(2 <i>H</i>)-dione (6)		220 karardı 150 °C de koyu sarı oldu
(3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((<i>E</i>)-2- hydroxybenzylidene)amino)- 3a, 4, 7, 7a-tetrahydro-1H-4,7- epoxyisoindole-1,3(2 <i>H</i>)-dione (7)		155-157
(3aR,4R,7S,7aS)-2-(((<i>E</i>)-2- methylbenzylidene)amino)- 3a,4,7,7a-tetrahydro-1H-4,7- epoxyisoindole-1,3(2 <i>H</i>)-dione (8)		159-161

Çizelge E.1. Yeni Bisiklo Schiff Bazı Bileşikleri

(3aR, 4R, 7S, 7aS) - 2 - (((E) - 4 -		192-195
hydroxybenzylidene)amino)-		
<i>3a,4,7,7a</i> -tetrahydro-1H-4,7-	N-N OH	
epoxyisoindole-1,3(2H)-dione	0	
(9)		152 154
(3aR, 4R, 7S, 7aS)-2-(((E)-4-		152-154
3a 4 7 7a totrohydro 1H 4 7		
5u,4,7,7u-tetranyuro-111-4,7-	Ň-N /	
(10)		
4-((E)-(((3aR 4R 7S 7aS)-1)3-	0	278-281
dioxo-1.3.3a.4.7.7a-		270 201
hexahvdro-2H-4.7-		
epoxyisoindol-2-		
yl)imino)methyl)benzoic acid	o <u>coo</u>	
(11)		
(3aR, 4R, 7S, 7aS) - 2 - (((E) - 4 -	0	154-156
bromobenzylidene)amino)-		
<i>3a,4,7,7a</i> -tetrahydro-1H-4,7-		
epoxyisoindole-1,3(2H)-dione	Br	
(12)	0	
(3aR, 4R, 7S, 7aS) - 2 - (((E) - 4 - ((E) - 4))))		187-189
(benzyloxy)benzylidene)amin		
0)-3a,4,7,7a-tetrahydro-1H-		
4,7-epoxylsoindole-1, $5(2H)$ -	0 <u> </u>	
diolle (13)		
(3aR, 4R, 7S, 7aS) - 2 - (((E) - 4 -		181-183
(dimethylamino)benzylidene)		
amino)- <i>3a</i> , <i>4</i> , <i>7</i> , <i>7a</i> -tetrahydro-	Ň–N	
IH-4,//epoxyisoindole-	o N	
$\frac{1,3(2H)-\text{dione} (14)}{(2\pi P_{1}AP_{1}7S_{1}7\pi S_{2}) 2 (((E)) 2}$	0	101 102
(3aK, 4K, 7S, 7aS)-2-(((E)-2-	p p	101-105
$3a \sqrt{7} 7a_{-}$ tetrahydro_1H- $\sqrt{7}$	O ₂ N	
enoxyisoindole-	Ň–N	
1.3(2H)-dione (15)	d V	
$2-((E)-(((3aR 4R 7S 7aS)-1)^2)$	Q	163-164
dioxo-1.3.3a.4.7.7a-		bozularak
hexahydro-2H-4.7-		eridi.
epoxyisoindol-2-		
yl)imino)methyl)	o/	
Benzonitrile (16)		

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

: KUŞÇU, Volkan
: T.C.
: 29/08/1989 – Konya
: Evli
: (0) 553 396 96 77
: esvkuscu@gmail.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	Hitit Üniversitesi/ Fen Bilimleri	
	Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı	2019
Pedagojik Formasyon	Gaziosmanpaşa Üniversitesi/	2012
	Eğitim Fakültesi	
Lisans	Hitit Üniversitesi/Kimya Bölümü	2011
Lise	Selçuklu Atatürk Lisesi	2006