OKTET STABİLİZE 1,3-DİPOLAR SİKLOKATILMA TEPKİMELERİ

Hamdi ÖZKAN

DOKTORA TEZİ
KİMYA

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

TEMMUZ 2008
ANKARA

Hamdi ÖZKAN tarafından hazırlanan "OKTET STABİLİZE 1,3-DİPOLAR SİKLOKATILMA TEPKİMELERİ" adlı bu tezin Doktora tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Yılmaz YILDIRIR …….
Tez Danışmanı, Kimya Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy çokluğu ile Kimya Anabilim Dalında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Gürol OKAY …….
Hacettepe Üniversitesi Kimya Anabilim Dalı

Prof. Dr. Yılmaz YILDIRIR …….
Gazi Üniversitesi, Kimya Anabilim Dalı

Prof. Dr. Lemi TÜRKER ……
ODTÜ Kimya Anabilim Dalı

Doç. Dr. Ali DİŞLİ …….
Gazi Üniversitesi, Kimya Anabilim Dalı

Doç. Dr. Aliye ALTUNDAŞ ..……...
Gazi Üniversitesi, Kimya Anabilim Dalı

Tarih: 09/07/2008

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

Prof. Dr. Nermin ERTAN …….
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

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

Hamdi ÖZKAN

OKTET STABİLİZE 1,3-DİPOLAR SİKLOKATILMA TEPKİMELERİ
(Doktora Tezi)

Hamdi ÖZKAN

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
Temmuz 2008

ÖZET

Bu çalışmada, bazı yeni nitronlar sentezlenmiş ve yapıları spektroskopik yöntemler kullanılarak aydınlatılmıştır. Daha sonra sentezlenen nitronların *N*-metil maleimit ve *N*-fenil maleimitle 1,3-dipolar siklokatılma tepkimeleri incelenmiştir. Tepkimeler sonucunda bazı yeni isoksazolidin türevleri sentezlenmiş ve sentezlenen bileşiklerin yapıları FT-IR, ^{1}H-NMR ^{13}C-NMR, X-Ray ve LC-MS spektroskopi yöntemleriyle aydınlatılmıştır. Pek çok isoksazolidin türevi antibakteriyel ve antifungal etki göstermekte ve antibiyotik olarak kullanılabilmektedir. İzoksazolidin halkasındaki azot atomunun varlığı çoğu alkaloit ve ilgili doğal ürünlerin sentezinde önemli bir rol oynar. İzoksazolidin türü nükleositler (urasil, timin ve sitozin) potansiyel anti-HIV ilacı özelliği göstermektedirler. İzoksazolidin türevleri hakkındaki çalışmalar bu özellikleri nedeniyle son derece önemlidir.

Bilim Kodu **:201.1.112**
Anahtar Kelimeler **:Nitron, 1,3-dipolar siklokatılma, izoksazolidin, dipolarofil, 1,3-dipol.**
Sayfa Adedi **:177**
Tez Yöneticisi **:Prof. Dr. Yılmaz YILDIRIR**

OCTET STABILIZIED 1,3-DIPOLAR CYCLOADDITION REACTIONS

(Ph.D Thesis)

Hamdi ÖZKAN

GAZİ UNIVERSITY
INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY
July 2008

ABSTRACT

In this study, some novel nitrones were synthesized and their structures were determined by the use of spectroscopic methods. Then 1,3-dipolar cycloaddition reactions of synthesized nitrones with *N*-methyl maleimide and *N*-phenyl maleimide were investigated. After these reactions, some novel isoxazolidine derivatives were synthesized, then the structures of the compounds were performed by FTIR, ^{1}H-NMR, ^{13}C-NMR , X-Ray and LC-MS spectroscopic methods. Many isoxazolidine derivatives show antimicrobial and antifungal effects also they can be used as antibiotics. The precense of nitrogen atom in isoxazolidine ring plays an important rule in many alkaloids and releated natural product synthesis. Isoxazolidine type nucleotides such as uracil, thymine, cytosine have shown potential anti-HIV drug property. The investigations of isoxazolidine deriavtives have highly importance due to these proporties.

Science Code :201.1.112
Key Words :Nitrone, 1,3-dipolar cycloaddition, isoxazolidine, dipolarophile, 1,3-dipole.
Page Number :177
Adviser :Prof. Dr. Yılmaz YILDIRIR

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca benden değerli yardım ve katkılarını esirgemeyen, beni yönlendiren kıymetli tecrübelerinden faydalandığım saygıdeğer hocam Prof. Dr. Yılmaz YILDIRIR'a teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım.

Doktora tez çalışmam sürecince bilgi ve birikimlerinden faydalandığım tez izleme komitesi üyeleri saygıdeğer hocalarım Prof.Dr. Lemi TÜRKER'e ve Prof. Dr. Tahsin UYAR'a teşekkür ederim.

Deneylerim sırasında bana yol gösteren hocalarım Doç. Dr. Ali Dişli'ye ve Doç.Dr. Aliye Alaylı Altundaş'a teşekkür ederim.

Çalışmam sürecince benden her türlü yardım ve desteğini esirgemeyen sevgili kardeşim Araş.Gör. Serkan Yavuz'a teşekkür ederim.

Çalışma arkadaşlarım Yard. Doç. Dr. Naki Çolak'a, Yard. Doç. Dr. Hüseyin Çelikkan'a, Araş. Gör Orhan Murat Kalfa'ya, Araş. Gör. Özcan Yalçınkaya'ya, Özgür Pamir'e ve diğer çalışma arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Benim bugünlere gelmem de büyük emeği olan anne ve babama, maddi ve manevi desteğini her zaman hissettiğim sevgili eşime ve küçük meleğim Zeynep'e teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET iv

ABSTRACT v

TEŞEKKÜR vi

İÇİNDEKİLER vii

ŞEKİLLERİN LİSTESİ xiii

SİMGELER VE KISALTMALAR xxiv

1. GİRİŞ 1

2. GENEL BİLGİLER 11

3. ARAÇ-GEREÇ VE YÖNTEM 22

3.1. Araç ve Gereçler 22

3.1.1. Kullanılan cihazlar 22

3.1.2. Kullanılan kimyasal maddeler 22

3.2. Yöntem 23

4. DENEYSEL KISIM 25

4.1. Nitronların (1,3-dipollerin sentezi) 25

4.1.1. *C*-(5-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron sentezi 25

4.1.2. *C*-(5-Tiyofen-2-il)-*N*-metil nitron sentezi 25

4.1.3. *C*-(3-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron sentezi 26

4.1.4. *C*-(4-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron sentezi 26

4.1.5. *C*-(5-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron sentezi 26

4.1.6. *C*-(2-Furil)-*N*-metil nitron sentezi 27

Sayfa

4.1.7. *C*-(5-Metil-2-furil)-*N*-metil nitron sentezi 27

4.1.8. *C*-[4-(Metiltiyo) fenil]-*N*-metil nitron sentezi.....27

4.1.9. *C*-(1-Metil-1H-pirol-2-il)-*N*-metil nitron sentezi.....28

4.1.10. *C*-(1-Metil-1H-indol-3-il)-*N*-metil nitron sentezi 28

4.2. *N*-Metil İsoksazolidin Türevlerinin Sentezi İçin Genel Yöntem 28

4.2.1. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 29

4.2.2. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 30

4.2.3. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 30

4.2.4. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 31

4.2.5. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 31

4.2.6. 2,5-Dimetil-3-[4-(Metiltiyo) fenil]-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 32

4.2.7. 2,5-Dimetil-3-(2-furil)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 32

4.2.8. 2,5-Dimetil-3-(5-metil-2-furil)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 33

4.2.9. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 33

4.2.10.2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 34

4.3. *N*-Fenil İsoksazolidin Türevlerinin Sentezi İçin Genel Yöntem.....34

4.3.1. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 35

Sayfa

4.3.2. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 36

4.3.3. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 36

4.3.4. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 37

4.3.5. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 37

4.3.6. 2-Metil-5-fenil-3-[4-(Metiltiyo) fenil]-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 38

4.3.7. 2-Metil-5-fenil-3-(2-furil)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 38

4.3.8. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metil-2-furil)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 38

4.3.9. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 39

4.3.10.2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi 39

5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA ……..40

5.1. Nitron Türü Bileşiklerin Yapılarının Aydınlatılması……...40

5.1.1. *C*-(5-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun yapısı ……..40

5.1.2. *C*-(5-tiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun yapısı..……..43

5.1.3. *C*-(3-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun yapısı 45

5.1.4. *C*-(4-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun yapısı.....48

5.1.5. *C*-(5-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun yapısı.....50

5.1.6. *C*-(2-Furil)-*N*-metil nitronun yapısı 53

5.1.7. *C*-(5-Metil-2-furil)-*N*-metil nitronun yapısı.....55

Sayfa

5.1.8. *C*-[4-(Metiltiyo) fenil]-*N*-metil nitronun yapısı 58

5.1.9. *C*-(1-Metil-1H-pirol-2-il)-*N*-metil nitronun yapısı……...61

5.1.10. *C*-(1-Metil-1H-indol-3-il)-*N*-metil nitronun yapısı.....63

5.2. Nitronlarla *N*-Metil Maleimitin 1,3-Dipolar Siklokatılma Tepkimeleri Sonucunda Oluşan Bileşiklerin Yapıları.....66

5.2.1. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı.....66

5.2.2. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı 69

5.2.3. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı.....72

5.2.4. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı.....75

5.2.5. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı.....77

5.2.6. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı.....80

5.2.7. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı.....83

5.2.8. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı.....86

5.2.9. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı.....88

5.2.10. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı.....91

5.2.11. 2,5-Dimetil-3-[4-(Metiltiyo) fenil]-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı.....93

5.2.12. 2,5-Dimetil-3-[4-(Metiltiyo) fenil]-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı.....96

Sayfa

5.2.13. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı.....99

5.2.14. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……102

5.2.15. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……104

5.2.16. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……107

5.2.17. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……109

5.2.18. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……...112

5.2.19. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……114

5.2.20. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……117

5.2. Nitronlarla *N*-Fenil Maleimitin 1,3-Dipolar Siklokatılma Tepkimeleri Sonucunda Oluşan Bileşiklerin Yapıları……...119

5.3.1. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……119

5.3.2. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……...122

5.3.3. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……...125

5.3.4. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……...127

5.3.5. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……...130

5.3.6. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……...132

Sayfa

5.3.7. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……...135

5.3.8. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……...137

5.3.9. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……...140

5.3.10. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……....142

5.3.11. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……145

5.3.12. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……147

5.3.13. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……150

5.3.14. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……152

5.3.15. 2-Metil-5-fenil-3-[4-(Metiltiyo) fenil]-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……155

5.3.16. 2-Metil-5-fenil-3-[4-(Metiltiyo) fenil]-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……157

5.3.17. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……160

5.3.18. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı……...112

5.3.19. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidropirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı……165

KAYNAKLAR 171

ÖZGEÇMİŞ 177

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil **Sayfa**

Şekil 1. 1,3-Dipolar siklokatılma tepkimelerinin Sustmann sınıflandırılması..... 9

Şekil 5.2. C-(5-Metiltiyofen-2-il)-N-metil nitronun KBr içinde alınan FT-IR spektrumu……...41

Şekil 5.3. *C*-(5-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu……..41

Şekil 5.4. *C*-(5-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR APT spektrumu……42

Şekil 5.5. *C*-(5-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun GC-MS spektrumu……42

Şekil 5.6. *C*-(Tiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT-IR spektrumu....44

Şekil 5.7. *C*-(Tiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu……44

Şekil 5.8 *C*-(Tiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR spektrumu……45

Şekil 5.9. *C*-(3-metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT-IR spektrumu……...46

Şekil 5.10. *C*-(3-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu……47

Şekil 5.11. *C*-(3-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR APT spektrumu 47

Şekil 5.12. *C*-(4-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT- IR spektrumu……..49

Şekil 5.13. *C*-(4-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu 49

Şekil 5.14. C-(4-Feniltiyofen-2-il)-N-metil nitronun ^{13}C-NMR spektrumu……...50

Şekil 5.15. C-(5-Feniltiyofen-2-il)-N-metil nitronun KBr içinde alınan FT- IR spektrumu…….51

Şekil 5.16. *C*-(5-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu……52

Şekil 5.17. *C*-(5-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR APT spektrumu…..52

Şekil 5.18. *C*-(2-Furil)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT- IR spektrumu…….54

Şekil 5.19. *C*-(2-Furil)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu…….54

Şekil **Sayfa**

Şekil 5.20. *C*-(2-Furil)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR spektrumu…….55

Şekil 5.21. *C*-(5-Metil2-Furil)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT-IR spektrumu…….56

Şekil 5.22. *C*-(5-Metil-2-furil)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu……57

Şekil 5.23. *C*-(5-Metil-2-furil)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR APT spektrumu..... 57

Şekil 5.24. *C*-[4-(Metiltiyo)fenil]-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT-IR spektrumu…….59

Şekil 5.25. *C*-[4-(Metiltiyo) fenil]-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu..... 59

Şekil 5.26. *C*-[4-(Metiltiyo) fenil]-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR APT spektrumu ... 60

Şekil 5.27. *C*-[4-(Metiltiyo) fenil]-*N*-metil nitronun GC-MS spektrumu..... 60

Şekil 5.28. *C*-(1-Metil-1H-pirol)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT-IR spektrumu…….62

Şekil 5.29. *C*-(1-Metil-1H-pirol)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu……..62

Şekil 5.30. *C*-(1-Metil-1H-pirol)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR spektrumu…….63

Şekil 5.31. *C*-(1-Metil-1H-indol-3-il)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT- IR spektrumu…….64

Şekil 5.32. *C*-(1-Metil-1H-indol-3-il)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu……...65

Şekil 5.33. *C*-(1-Metil-1H-indol-3-il)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR APT spektrumu..65

Şekil 5.34. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu…….67

Şekil 5.35. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……67

Şekil 5.36. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu……...68

Şekil 5.37. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) LC-MS spektrumu……...68

Şekil **Sayfa**

Şekil 5.38. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) X-Ray difraktometre cihazıyla yapılan tek kristal analizi…….69

Şekil 5.39. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……70

Şekil 5.40. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……71

Şekil 5.41. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu……..71

Şekil 5.42. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) LC-MS spektrumu……..72

Şekil 5.43. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu…….73

Şekil 5.44. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..74

Şekil 5.45. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu…….74

Şekil 5.46. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..76

Şekil 5.47. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..76

Şekil 5.48. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu…….77

Şekil 5.49. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……...78

Şekil 5.50. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...79

Şekil 5.51. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……..79

Şekil **Sayfa**

Şekil 5.52. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..81

Şekil 5.53. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..81

Şekil 5.54. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu……82

Şekil 5.55. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) LC-MS spektrumu…….82

Şekil 5.56. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) X-Ray Difraktometre cihazıyla yapılan tek kristal analizi…….83

Şekil 5.57. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..84

Şekil 5.58. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...85

Şekil 5.59. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……..85

Şekil 5.60. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..87

Şekil 5.61. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu…….87

Şekil 5.62. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……88

Şekil 5.63. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..89

Şekil 5.64. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..90

Şekil **Sayfa**

Şekil 5.65. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu……...90

Şekil 5.66. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..92

Şekil 5.67. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu…….92

Şekil 5.68. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu……...93

Şekil 5.69. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..94

Şekil 5.70. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...95

Şekil 5.71. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……..95

Şekil 5.72. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) LC-MS spektrumu…….96

Şekil 5.73. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..97

Şekil 5.74. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..98

Şekil 5.75. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu……98

Şekil 5.76. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) LC-MS spektrumu…….99

Şekil 5.77. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……100

Şekil 5.78. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu…….101

Şekil **Sayfa**

Şekil 5.79. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……101

Şekil 5.80. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……103

Şekil 5.81. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……103

Şekil 5.82. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……...104

Şekil 5.83. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu.....105

Şekil 5.84. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……106

Şekil 5.85. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……106

Şekil 5.86. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……108

Şekil 5.87. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……108

Şekil 5.88. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……...109

Şekil 5.89. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……110

Şekil 5.90. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……111

Şekil 5.91. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……111

Şekil **Sayfa**

Şekil 5.92. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……....113

Şekil 5.93. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……113

Şekil 5.94. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……...114

Şekil 5.95. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……115

Şekil 5.96. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu…….116

Şekil 5.97. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu……...116

Şekil 5.98. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……118

Şekil 5.99. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...118

Şekil 5.100. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu……...119

Şekil 5.101. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..120

Şekil 5.102. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...121

Şekil 5.103. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……..121

Şekil 5.104. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..123

Şekil **Sayfa**

Şekil 5.105. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..123

Şekil 5.106. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu…….124

Şekil 5.107. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) X-ışınları kırınımı cihazıyla tayin edilen kristal yapısı…….124

Şekil 5.108. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..126

Şekil 5.109. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...126

Şekil 5.110. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……..127

Şekil 5.111. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..128

Şekil 5.112. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..129

Şekil 5.113. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu…….129

Şekil 5.114. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..131

Şekil 5.115. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...131

Şekil 5.116. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……..132

Şekil 5.117. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu…….133

Şekil **Sayfa**

Şekil 5.118. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..134

Şekil 5.119. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu….....134

Şekil 5.120. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..136

Şekil 5.121. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...136

Şekil 5.122. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……..137

Şekil 5.123. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..138

Şekil 5.124. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..139

Şekil 5.125. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu…….139

Şekil 5.126. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..141

Şekil 5.127. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...141

Şekil 5.128. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……..142

Şekil 5.129. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..143

Şekil 5.130. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..144

Şekil 5.131. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu…….144

Şekil **Sayfa**

Şekil 5.132. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu…….....146

Şekil 5.133. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...146

Şekil 5.134. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……..147

Şekil 5.135. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..148

Şekil 5.136. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..149

Şekil 5.137. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu…….149

Şekil 5.138. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..151

Şekil 5.139. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...151

Şekil 5.140. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……..152

Şekil 5.141. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..153

Şekil 5.142. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..154

Şekil 5.143. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu…….154

Şekil 5.144. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..156

Şekil **Sayfa**

Şekil 5.145. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...156

Şekil 5.146. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu……..157

Şekil 5.147. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..158

Şekil 5.148. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..159

Şekil 5.149. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu…….159

Şekil 5.150. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..161

Şekil 5.151. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……...161

Şekil 5.152. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu…….162

Şekil 5.153. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..163

Şekil 5.154. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..164

Şekil 5.155. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu…….164

Şekil 5.156. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu……..166

Şekil 5.157. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu……..166

Şekil 5.157. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu…….167

SİMGELER VE KISALTMALAR

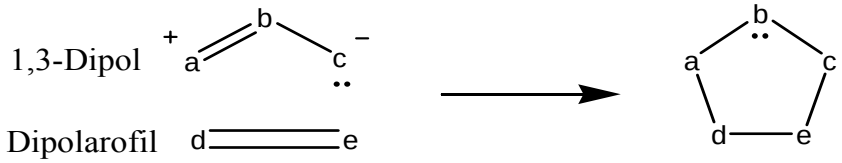
Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	**Açıklama**
ν	Dalga sayısı

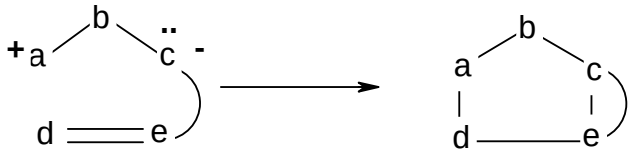
Kısaltmalar	**Açıklama**
mL	Mililitre
g	Gram
NMR	Nükleer Manyetik Rezonans
FT-IR	Fourier Transform Infrared
EN	Erime noktası
cm^{-1}	Dalga sayısı
nm	Nanometre
ppm	Milyonda bir (Kimyasal kayma)
DMSO	Dimetilsülfoksit
M	Molekül kütlesi

1.GİRİŞ

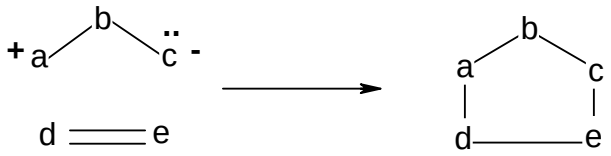
1960 yılında 5 üyeli heterosiklik bileşiklerin sentez tepkimeleri 1,3-dipolar siklokatılma tepkimeleri şeklinde adlandırılmıştır. Huisgene göre 1,3-dipolar siklokatılma tepkimeleri birine 1,3-dipol, diğerine dipolarofil adı verilen iki molekülün etkileşimiyle gerçekleşir. Moleküllerden 1,3-dipol; üzerinde dört elektronunun dağıldığı iç tuz yapısındaki üç atomdan oluşan bir sistemdir. Bu üç atom C, O ve N'un çeşitli birleşimlerinden oluşur. 1,3-Dipolar siklokatılma tepkimelerinde kullanılan çoklu bağ sistemlerine ise dipolarofil denir.



1,3-Dipolar siklokatılma tepkimesi sırasında formal yükler kaybolur. 1,3-Dipolar siklokatılma tepkimeleri ikiye ayrılır. Bunlar dipol ve dipolarofilin aynı molekül içinde yeraldığı molekül içi 1,3 dipolar siklo katılmalar ve dipol ile dipolarofilin farklı moleküllerde yeraldığı moleküller arası 1,3 dipolar siklokatılmalarıdır [1,2].



Molekül içi 1,3-dipolar siklokatılma tepkimeleri

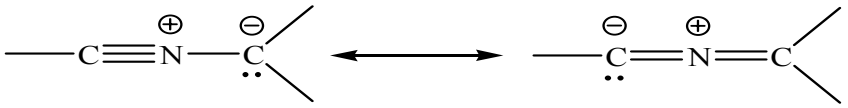


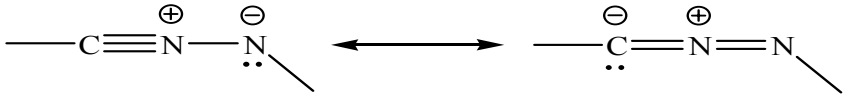
Moleküller arası 1,3-dipolar siklokatılma tepkimeleri

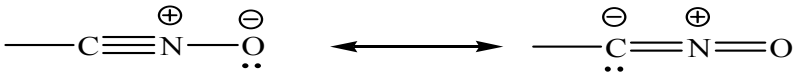
1,3-Dipollerin (betainlerin) başlıca rezonans yapıları aşağıda verilmiştir. 1,3-Dipoller proparjil allenil ve allil anyon tipi olmak üzere ikiye ayrılabilir.

Proparjil- Allenil Türü

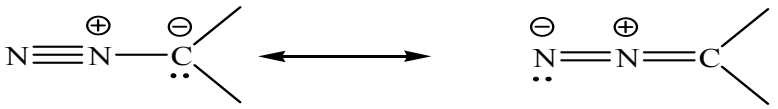
Nitrilyum Betainleri

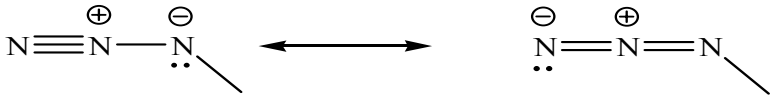


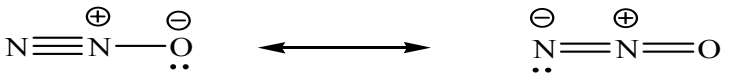




Diazonyum Betainleri

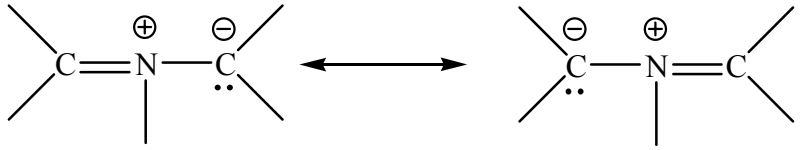




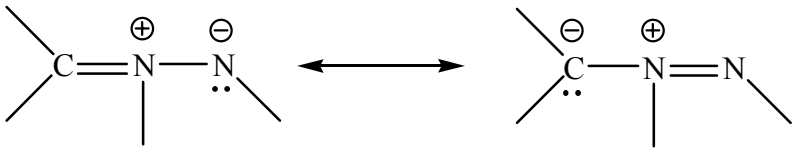


Allil Türü

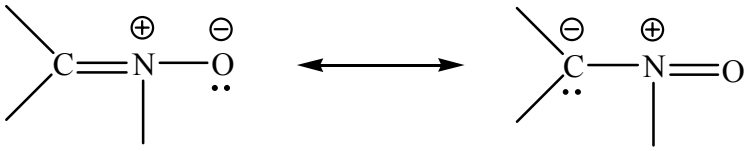
Azot merkezli



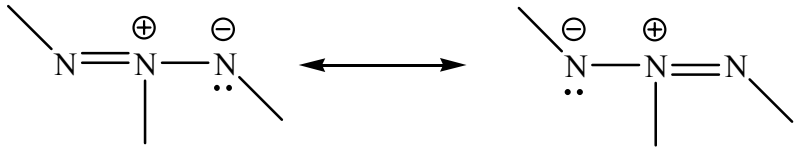
Azometin yilür



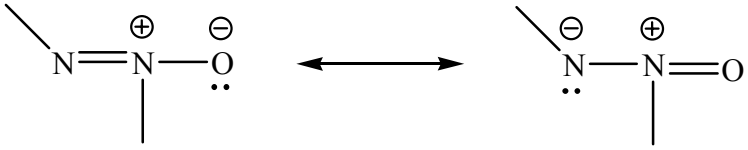
Azometin imin



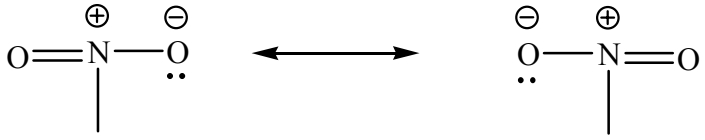
Nitron



Azimin

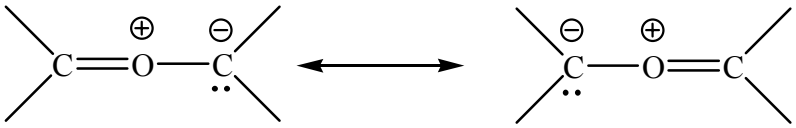


Azoksi

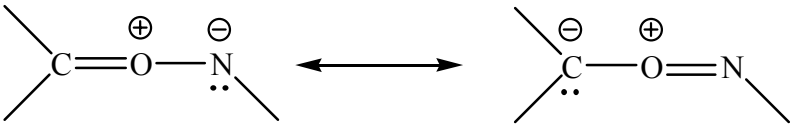


Nitro

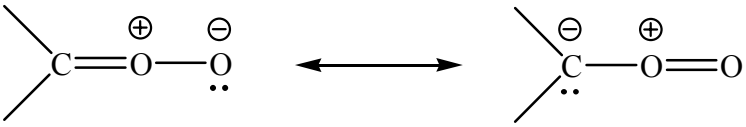
Oksijen merkezli



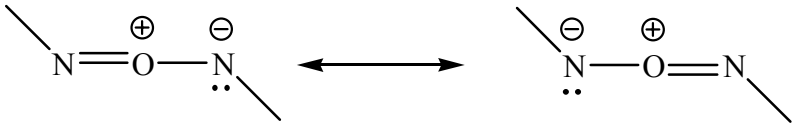
Karbonil yilür



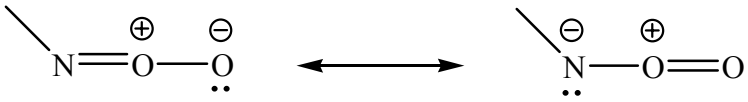
Karbonil imin



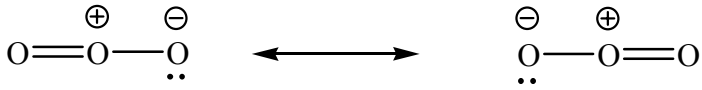
Karbonil oksit



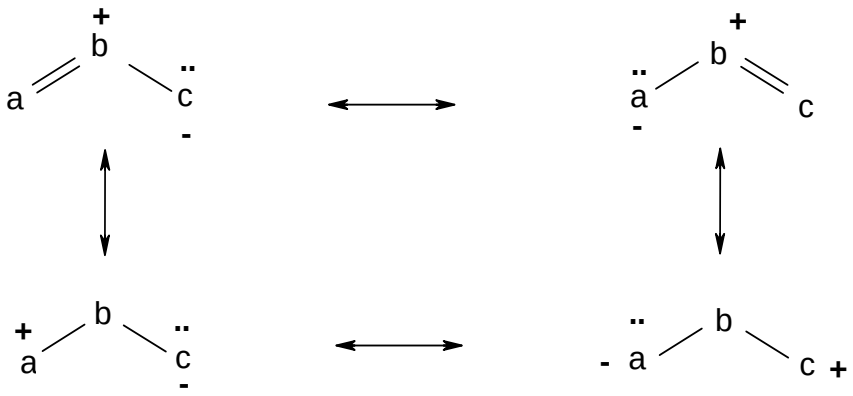
Nitröz imin



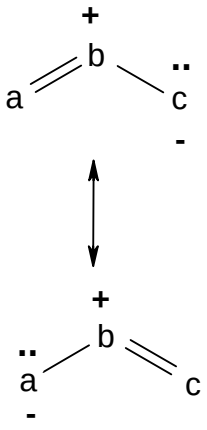
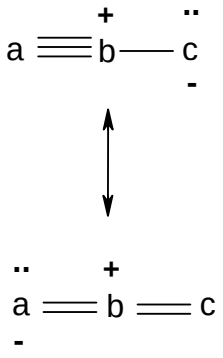
Nitröz oksit



Ozon



Allil anyonu tipindeki 1,3-dipollerin hepsinde 4 elektron üç paralel atomik orbital tarafından paylaşılır.

Allil Tipi 1,3 Dipol	Proparjil-Allenil Türü 1,3-Dipol
	

1,3-Dipolar siklokatılma tepkimelerinin mekanizması Huisgen ve arkadaşları tarafından ayrıntılı olarak incelenmiştir [3,4].

Dipolarofillerin (alken yada alkin) 1,3-dipollerle 1,3-dipolar siklokatılma tepkimelerinde 4π elektronları dipolden 2π elektronları dipolarofilden gelmektedir. Woodward-Hoffmann kurallarına göre 1,3-dipolar siklokatılma tepkimeleri uyumlu mekanizma üzerinden ilerler ve termal olarak [$_{\Pi}$4s + $_{\Pi}$2s] tanımlamasıyla

mümkündür [5,6]. Buna göre1,3-dipolün 3 tane p_z orbitali ve alkenin 2 tane p_z orbitali suprafasyal olarak birleşir.

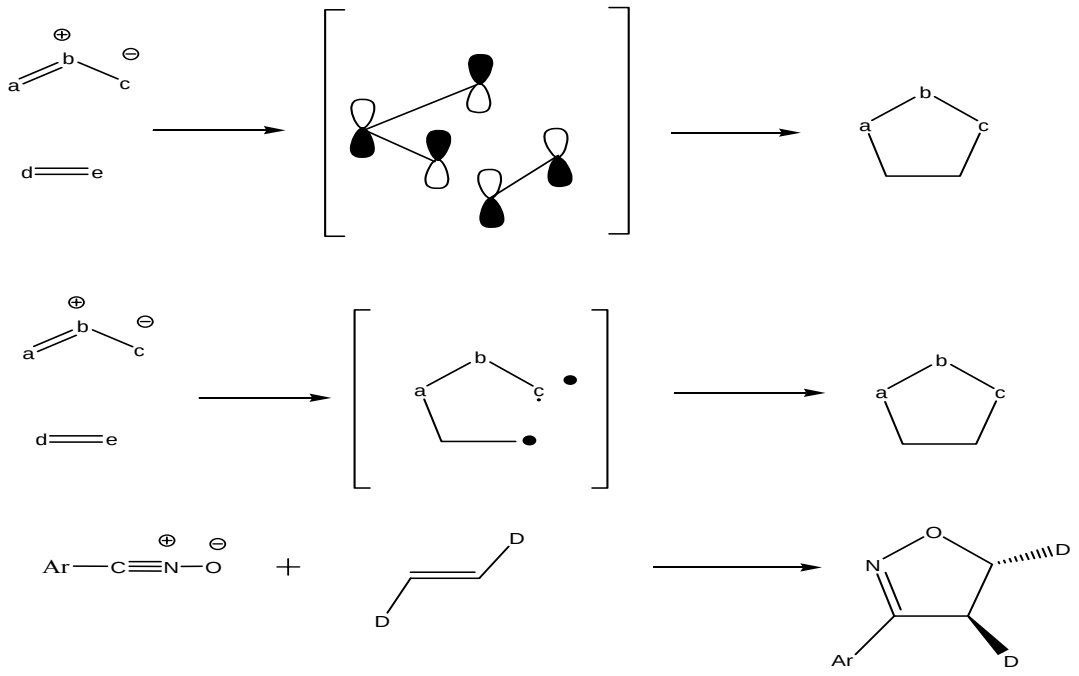
1,3-Dipolar siklokatılma tepkimelerinin tepkime mekanizması 1960'larda tartışılmaya başlanmıştır [7].

Huisgenin topladığı oldukça fazla verinin ışığında yapılan araştırmalardan elde edilen olağandışı diziler temel alınmış ve 1,3-dipolar siklokatılma tepkimeleriyle ilgili ayrıntılı ve gerçekci uyumlu bir mekanizma geliştirilmiştir.

Diğer taraftan Firestone, 1,3-dipolar siklokatılma tepkimelerinin singlet diradikal ortamda yürüdüğünü düşünmektedir. Hem Huisgen ve hem de Firestone tartışmalarının temelini deneysel sonuçlara dayandırmaktadırlar [7].

Uyumlu mekanizmanın hangi yolu izlediği tartışmasına tepkimenin stereoseçimliliğine bakılarak son verilmiştir.

Uyumlu mekanizmayla ilgili bazı örnekler bulunmaktadır. Örneğin; benzonitril oksit ve *trans*-didöterolanmış etilenin 1,3-dipolar siklokatılma tepkimesinde ürün *trans* -isoksazolindir. Diradikalik ortam uçtaki bağın 180^o dönüşüne neden olmakta ve sonuçta tepkime *cis-trans* izomerlerin karışımının oluşmasıyla sonuçlanmaktadır .



Huisgen ve arkadaşları 1,3-dipolar siklokatılma tepkimelerinin ara basamaklar da içerebileceğini ve bu durumlarda tepkimenin stereoseçiciliğinin kaybolabileceğini göstermişlerdir.

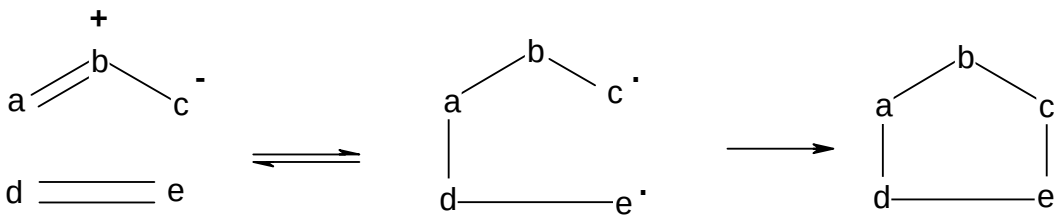
Uyumlu 1,3-dipolar siklokatılma tepkimelerinde geçiş durumu substratların sınır moleküler orbitalleri ile kontrol edilir. Tepkimenin gerçekleşebilmesi için tepkimeye giren her iki reaktifin sınır moleküler orbitalleri arasında, uygun yönlenmeyle, tam olarak örtüşmenin gerçekleşmesi gerekir. Etkileşmenin yoğun olabilmesi için orbitallerin enerjilerinin birbirine yakın olması gerekir. Ek olarak etkileşmelerin büyüklüğü, eşleşmenin derecesine bağlıdır; eşleşme arttıkça etkileşim artar. Tepkiyenlerdeki HOMO-LUMO etkileşimleri gerçekleştiğinde bağlanan orbitalin HOMO'su kararlı hale gelir, LUMO'su kararsızlaşır.

Dolu bir HOMO ile boş bir LUMO orbitalleri arasında etkileşim gerçekleştiğinde tüm sistem kararlı hale gelir. Elektronların ikisi de düşük enerjili orbitale geçer.

1,3-Dipolar siklokatılma tepkimelerindeki sınır molekül orbital teorisinin ilk uygulaması Sustmann tarafından gerçekleştirilmiştir [8]. Houk, Bastide ve Henri-Rousseau bu tepkimelerin reaktifliğini ve yerseçimliliğini bu uygulamayı kullanarak açıklamışlardır [9,10].

Huisgen tarafından önerilen mekanizma, tek basamaklı dört merkezli bir geçiş hali içerir.

Bu mekanizmaya alternatif olarak Firestone tarafından başka bir mekanizma önerilmiştir. Bu mekanizma spinlerin eşleştiği diradikal bir ara ürün içermektedir [11, 12].



Bir alternatif mekanizma da, Black ve arkadaşları tarafından önerilmiştir. Bu mekanizma dipolar iyon içeren iki basamaklı bir tepkime içerir ve böyle bir mekanizma aşırı polarize olmuş dipolarofillerle gerçekleşen katılmalar için kabul edilebilir [13].

1,3-Dipolar siklokatılma tepkimelerinde yer seçicililiğin açıklanmasıyla ilgili bazı örnek çalışmalar aşağıda verilmiştir.

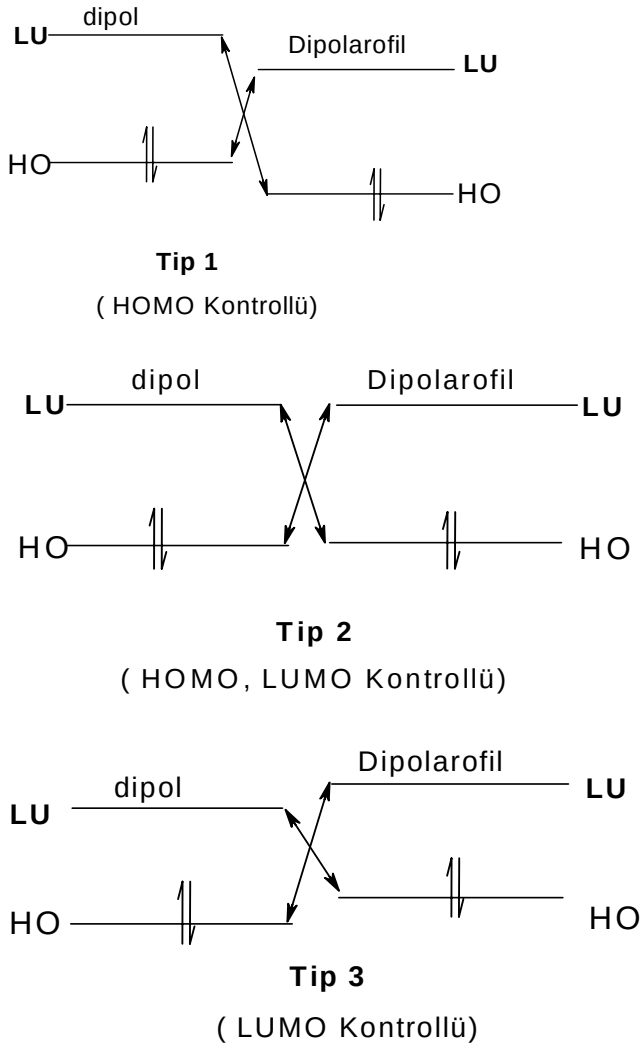
Houk ve arkadaşları 1,3-dipolar siklokatılma tepkimelerinde hız ve yerseçiclilik üzerine sübstitüent etkisini açıklamak için moleküler orbital kuramını kullanmışlardır [14-16]. Moleküler orbital kuramına göre; 1,3-dipolar siklokatılma tepkimelerinde dipolün dipolarofile karşı etkinliğini, iki reaktantın cephe orbitallerinin etkileşimiyle oluşan geçiş halinin kararlılığı belirler [14-17].

Sustman, 1,3-dipolar siklokatılma tepkimelerini 1,3-dipol ve 1,3-dipolarafilin cephe orbitallerinin bağıl düzenine göre 3'e ayırmıştır.

1) HOMO kontrollü (dipolün HOMO'su ile dipolarofilin LUMO'su arasındaki etkileşim en büyük)

2) HOMO-LUMO kontrollü (her iki sınır orbitalinin etkileşimi eşit büyüklükte)

3) LUMO kontrollü (dipolün LUMO'su ıle dipolarifilin HOMO' su arasındaki etkileşim en büyük)



Şekil 1. 1,3-Dipolar siklokatılma tepkimelerinin Sustmann sınıflandırılması.

Houk ve arkadaşları sübstitüe dipolarifilleri 3 sınıfa ayırmıştır.

1) Elektronca zengin dipolarofiller (CH_2CHX) X: -R, $-NR_2$, -OR

2) Elektronca yoksul dipolarofiller (CH_2CHY) Y: -CHO, -CN, $-CO_2R$,

3) Konjuge dipolarofiller (CH_2CHZ) Z: $-CHCH_2$, -Ph

Kantitatif olarak dipolün HOMO enerjisini arttıran (X, Z) veya dipolorafilin LUMO enejisini azaltan (Z,Y) sübstitüentler HOMO-kontrollü tepkimeleri hızlandıracak

ve LUMO kontrollü tepkimeleri yavaşlatacaktır. Tersine, dipolün LUMO enerjisini azaltan (Z,Y) veya dipolorofilin HOMO enerjisini artıran sübstitüentler (X, Z),

LUMO-kontrollü tepkimeleri hızlandıracak ve HOMO- kontrollü tepkimeleri yavaşlatacaktır.

HOMO- LUMO kontrollü tepkimeler her iki sınır orbital etkileşiminin artmasıyla hızlanacaktır [15]. Elektron çekici ve verici sübstitüentlerle konjugasyon bir çoklu bağın dipolarofil etkinliğini artırır [3].

Huisgen bu durumu iki etkiyle açıklanmıştır.

1) Konjugasyon dipolorafilin π bağlarının polarlanabilmesini arttırır.

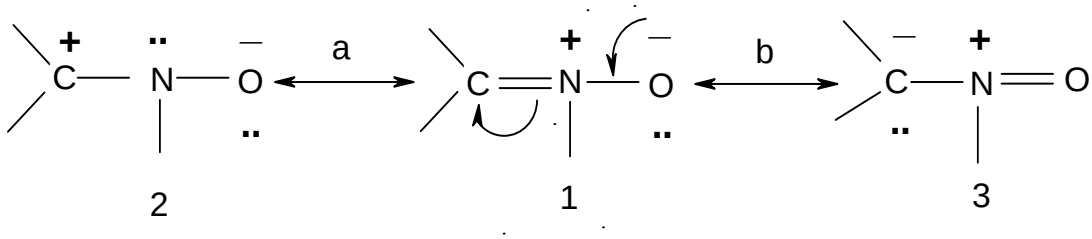
2) İki yeni σ bagının oluşumu tam olarak eş zamanlı olmak zorunda değildir. Geçiş halinde bağ oluşumunun eşit olmaması kısmi yüklerin oluşmasına neden olur.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. Nitronlar

Nitron kavramı azot ketonun kısaltması olup azometin *N*-oksit grubu içeren bileşikleri tanımlamak için kullanılır.

1,3-Dipolar halka katılma tepkimelerinde genel olarak kullanılan dipoller diazoalkanlar, alkil ve alil azürler, nitril iminler ve nitronlardır [18].



Nitronların kanonik yapılarının gösterimi yukarıdaki gibidir [19]. Azot oksijen arasındaki azometin N-oksit grubu dipol karakter taşır ve pek çok tepkimede **2** ve **3** kanonik şekilleri üzerinden tepkimeye girdiği gösterilmiştir. Kanonik şekil **2** (a) yönünde bir elektron kayması sonucu oluşurken, (b) yönünde bir elektron kayması sonucu **3** kanonik şekli oluşur. Gerçek yapısı kesin olarak bilinmemekle birlikte, kolaylık açısından **1** kanonik şekli kullanılır. Azometin *N*-oksit grubunun **1-3** kanonik şekillerinin tümü dipolar karakterdedir ve nitronlara özgü tepkimeler bu dipolar hale bağlıdır [20].

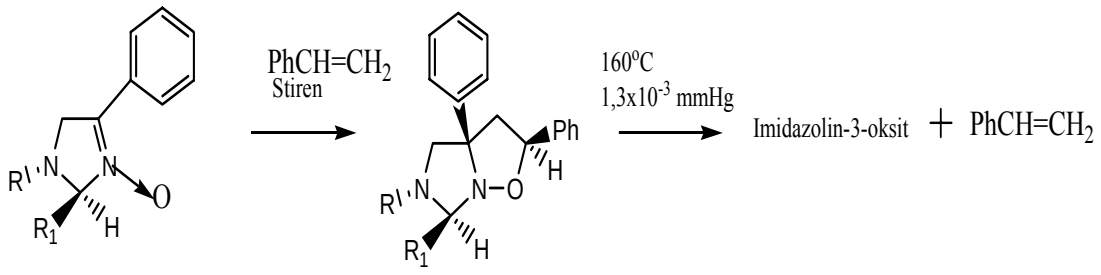
Nitronlar (azometin oksitler) 1887'den beri bilinmektedirler ve çeşitli yollardan sentezlenebilirler. En kullanışlı olanları N,N-disübstitüe hidroksilaminlerin dehidrojenlenmesi, oksimlerin alkillenmesi ve N-monosübstitüe hidroksilaminlerin karbonil bileşikleri ile olan tepkimelerdir [4].

Nitronlar kolay sentezlenebilme ve katılma ürünlerinin çeşitli yararlı ürünlere dönüştürülebilme özelliklerinden dolayı 1,3-dipoller arasında özel bir yere sahiptirler [2]. Beckmann 1890 yılında fenil izosiyanat ile *N*-benziliden benzilamin *N*-oksidin halka katılma reaksiyonunu tanımlamıştır fakat C=C ikili bağına nitronun katılması

ilk olarak 70 yıl sonra gerçekleştirilmiştir [21-23]. Nitronların alkenler, alkinler, izosiyanatlar, izotiyosiyanatlar, fosforanlar ve sülfinil bileşikleri ile 1,3-dipolar halka katılma reaksiyonları bilinmektedir. Bütün bu reaksiyonlar genellikle inert bir çözücü içerisinde iki reaktifin karıştırlarak ısıtılmasıyla gerçekleştirilir ve ürünler kolayca yüksek verimle izole edilir. Fakat katılma ürünleri her zaman kararlı değildir ve bazen ilginç bileşiklere dönüşürler [13].

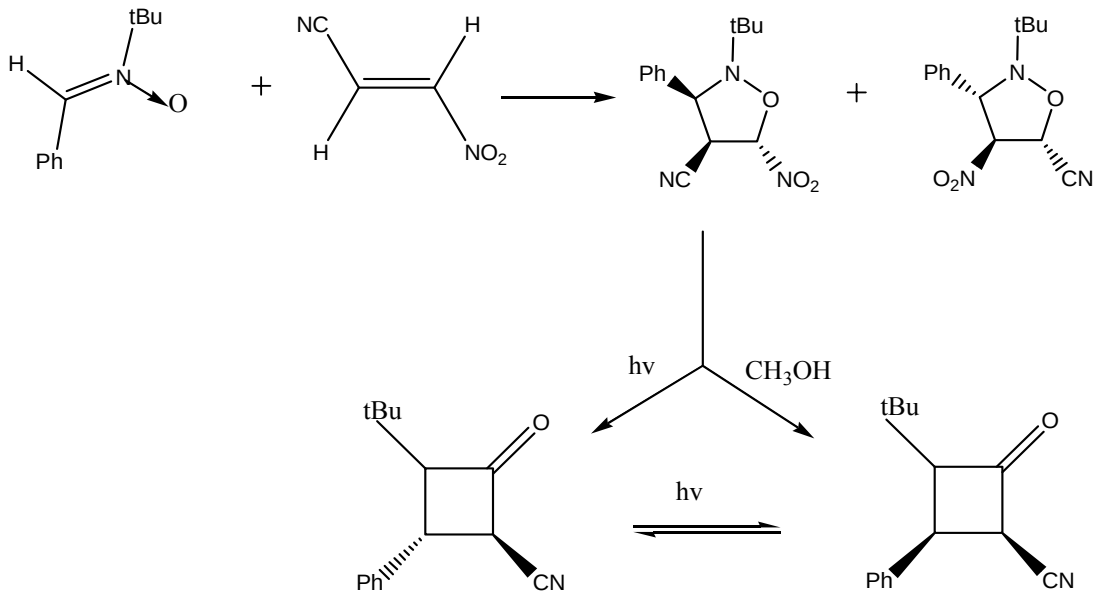
Nitronların alkenlerle siklokatılma tepkimeleri ile yüksek verimle isoksazolidinler elde edilir [24]. İsoksazolidin halkasındaki azot atomunun varlığı çok sayıda alkoloit ve ilgili doğal ürünlerin sentezi için bu heterohalkalı yapıyı oldukça ilgi çekici kılar [25]. İsoksazolidinlerin sodyum metoksit ile tepkimesinden sübstitüentlere bağlı olarak enaminler, hidroksi laktamlar veya enol laktamlar oluşmuştur [26].

Δ^3-İmidazolin-3-oksitlerin stiren ile siklokatılma tepkimeleri sonucu regio- ve diastereoseçici olarak imidazoizoksazolidinler sentezlenmiştir. İmidazoizoksazolidin sistemindeki bütün fenil grupları cis yönlenmiştir ve cis katılma ürünlerinin stirenin ekso yaklaşması sonucu oluştuğu düşünülmektedir. Bileşiklerin katı olarak düşük basınç altında 15-20 dakika ısıtılmasıyla gerçekleştirilen retro siklokatılma tepkimesi sonucu yüksek verimlerle imidazolin-3-oksitler elde edilmiştir [27].

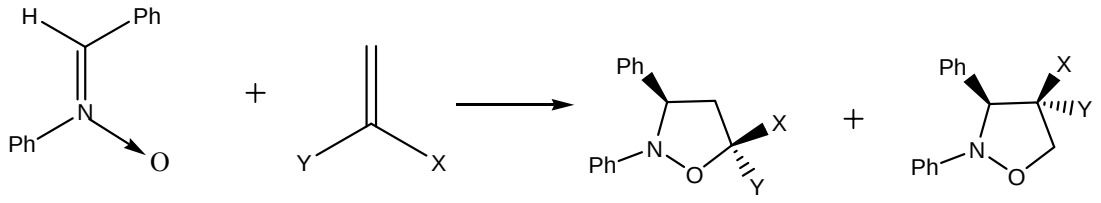


Imidazolin-3-oksit

Fenil-*N*-*ter*-bütil ve fenil-*N*-metilnitronların nitroetilen türevlerinin 1,3-dipolar siklokatılma tepkimeleri ile regioizomerik katılma ürünleri oluşmuştur. Regioizomerlerden biri fotokimyasal ve ısıl koşullarda β-laktam halkasına dönüştürülmüştür [28].

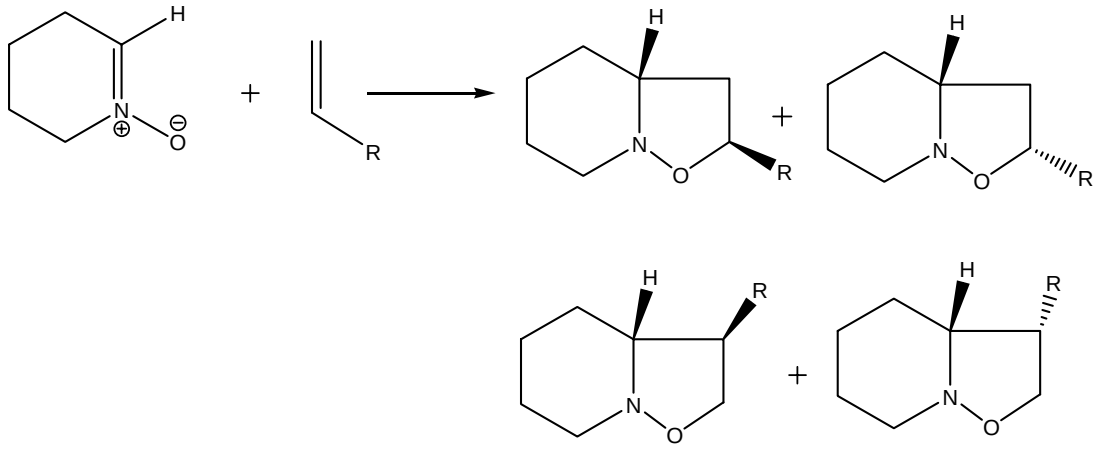


C, N-Difenil nitron ile akrilonitronun kinetik kontrollü 1,3-dipolar siklokatılma tepkimesinde regioizomerik izoksazolidinlerin karışımı oluşmaktadır [29].

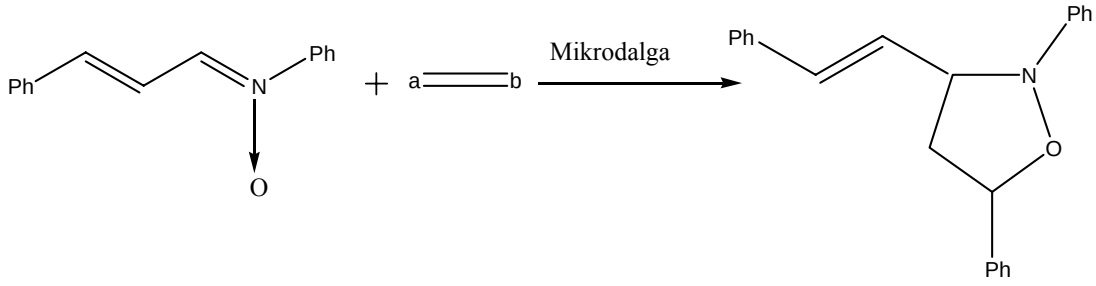


X=CN, Y=H X=H, Y=CN

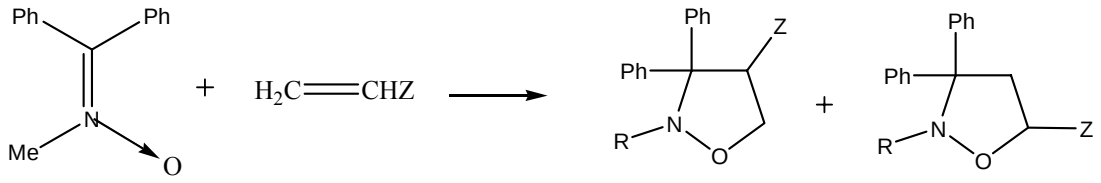
2,3,4,5-Tetrahidropiridin 1-oksit ile bir seri alkenin 1,3-dipolar siklokatılma tepkimeleri sonucunda regio ve stereokimyasal davravışları incelenmiştir. Pek çok monosübstitüe ve 1,1-disübstitüe alkenler 5-sübstitüe katılma ürünlerini verirken, monosübstitüe alkenlerin elektron ilgisi arttıkça 4-sübstitüe katılma ürünlerinin oluşumuna doğru bir eğilimin arttığı gözlenmiştir. Bu tepkimede stiren regioselektif olarak katılırken, akrilonitril toplam 4 katılma ürününün regioizomerik karışımlarını vermiştir [30].



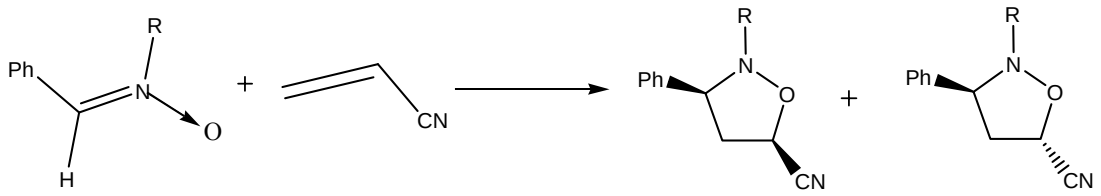
1,3-Dipol olarak α-sinnamil-*N*-fenil nitronla dipolarofil olarak stiren, 4-metilstiren ve akrilonitril gibi monosübstitüe alkenlerin kullanıldığı 1,3-dipolar siklokatılma tepkimesi mikrodalga ışık altında gerçekleştirilmiştir. Tepkime çok kısa sürede tamamlanmış ve tepkime sonucunda regioseçimli olarak yüksek verimle izoksazolidin türevleri sentezlenmiştir [31].



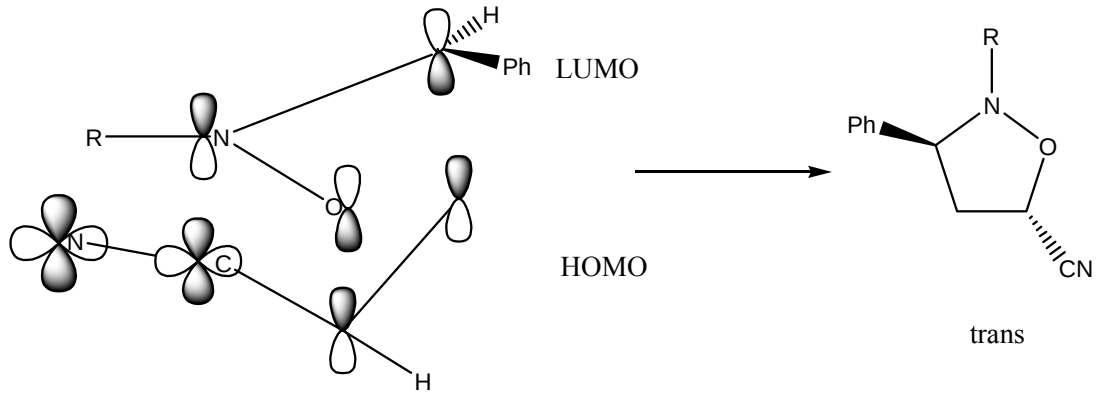
Trifenilnitron ve *C,C*-difenil-*N*-metilnitronun oda sıcaklığında elektron-çekici grup (formil, asetil, sülfonil ve nitro grupları gibi) taşıyan monosübstitüe alkenlerle tepkimesinden iki regioizomerin kinetik kontrollü karışımları elde edilmiştir. Bu tepkimeler tersinir tepkimeler olduğu için, daha yüksek sıcaklıklarda termodinamik kontrol sağlanabilmiştir [32].



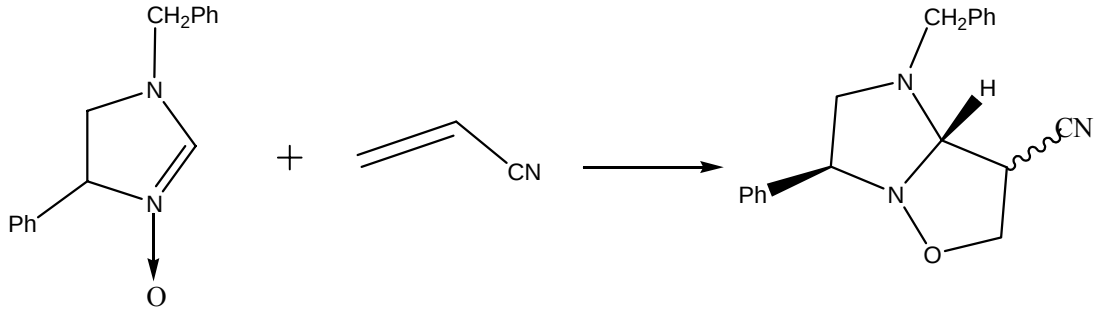
N-Metil-*C*-fenilnitron ve *N*-*ter*-bütil-*C*-fenilnitronun akrilonitril ile 1,3-dipolar siklokatılma tepkimesi sonucu *cis*- ve *trans*- 5-siyanosübstitüe izoksazolidinlerin karışımı elde edilmiştir.



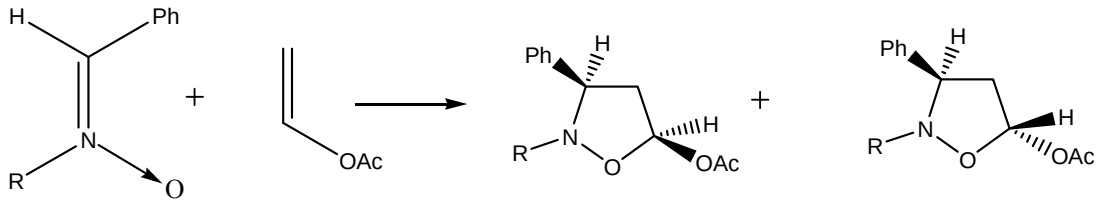
N-Metilnitron ile akrilonitril molekülleri arasında daha baskın olan etkileşim $LUMO_{dipol}$ - $HOMO_{dipolarofil}$ arasındadır. Sekonder orbital etkileşimi endo geçiş halini kolaylaştırır, bu yüzden trans izomerin oluşması tercih edilir [33].



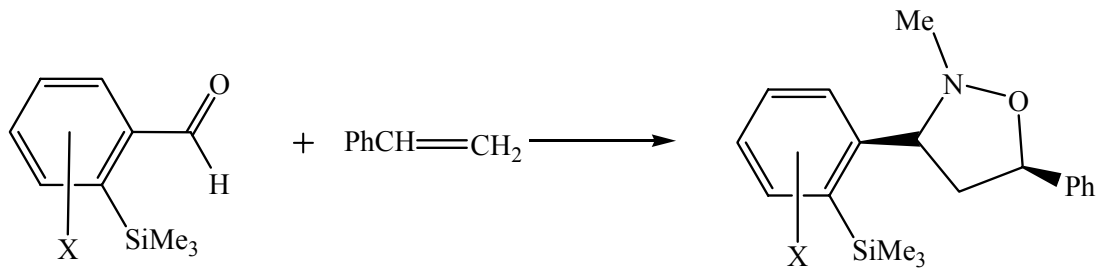
2-imidazolin-3-oksitin akrilonitril ile tepkimesi sonucu % 23 verimle endo ve ekso ürünlerin karışımı meydana gelmiştir [34].



C-Fenil-*N*-benzil nitron ile vinil asetatın siklokatılma tepkimesi sonucu iki diastereomerik izoksazolidin türevi oluşmuştur [35].



1,3-Dipolar siklokatılma tepkimelerinde endo/ekso seçicilik başlıca substratların yapılarıyla veya bir katalizör yardımıyla kontrol edilebilir [36]. Trikarbonil (η^6-aren) krom (0)-türevi bir nitron, stiren gibi elektronca zengin alkenlerle kiral cis-3,5-disübstitüe izoksazolidinleri vermiştir. Trikarbonilkrom kısmı nitronun bir yüzünü koruyarak, reaksiyonun yüksek derecede diastereoseçici olarak gerçekleşmesini sağlamıştır [37].



a: X yok

b: X= $Cr(CO)_3$

ekso-c: X yok

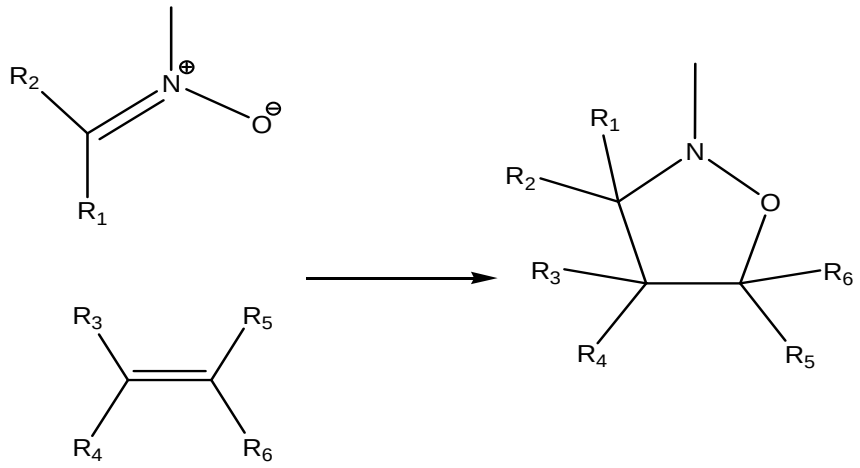
endo:ekso= 82:18

ekso-d: X= $Cr(CO)_3$

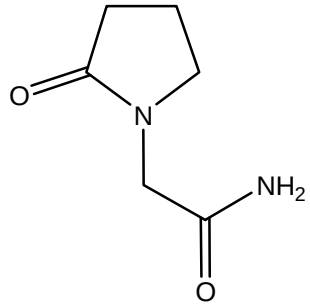
endo:ekso=4-2:96-98

Ayrıca nitronlarla alkenler arasında metal katalizli asimetrik 1,3-dipolar siklokatılma tepkimeleri de gerçekleştirilmiştir [38, 39].

İsoksazolidinler 1 ve 2 konumunda N ve O atomları içeren heteroatomlu beş üyeli halkalı bileşiklerdir. Nitronların alkenlerle 1,3-dipolar siklo katılma tepkimeleri izoksazolidinlerin hazırlanması için önemli bir yöntemdir [40]. Pek çok isoksazolidin türevi yüksek antibakteriyel ve antifungal etki göstermekte ve antibiyotik olarak kullanılabilmektedir [41]. Ayrıca bakteriyel enfeksiyonların tedavisinde kullanılan beta laktamların sentezi isoksazolidinlerden yapılmaktadır [42]. İsoksazolidin halkasındaki azot atomunun varlığı, çok sayıda alkaloit ve ilgili doğal ürünlerin sentezinde bu bileşikleri önemli kılar. İsoksazolidin türü nükleositler AİDS terapisinde seçici antiviral ajan olarak etki etmektedirler. İsoksazolidin türü nükleositler (urasil, timin ve sitozin) potansiyel anti-HIV ilacı özelliği göstermektedirler. Bahsedilen özelliklerinden dolayı isoksazolidin türevi bileşikler günümüzde oldukça büyük önem kazanmaktadır.



İsoksazolidinler alkenlerle nitronlar arasındaki 1,3-dipolar siklo katılma tepkimeleri sonucunda oluşan 5 üyeli halkalı doymuş bileşiklerdir [43-51] ve bu 5 üyeli halkada azot ve oksijen atomları komşu atomlardır. İsoksazolidinler N-O bağının yapısından dolayı zayıf indirgen koşullarda önemli sentetik araürünler olarak bilinirler. İsoksazolidinler doğal ürünler (alkoloitler, aminoasit ve şekerler) ve onlara eşdeğer ürünlerin sentezinde kullanılmaktadır.

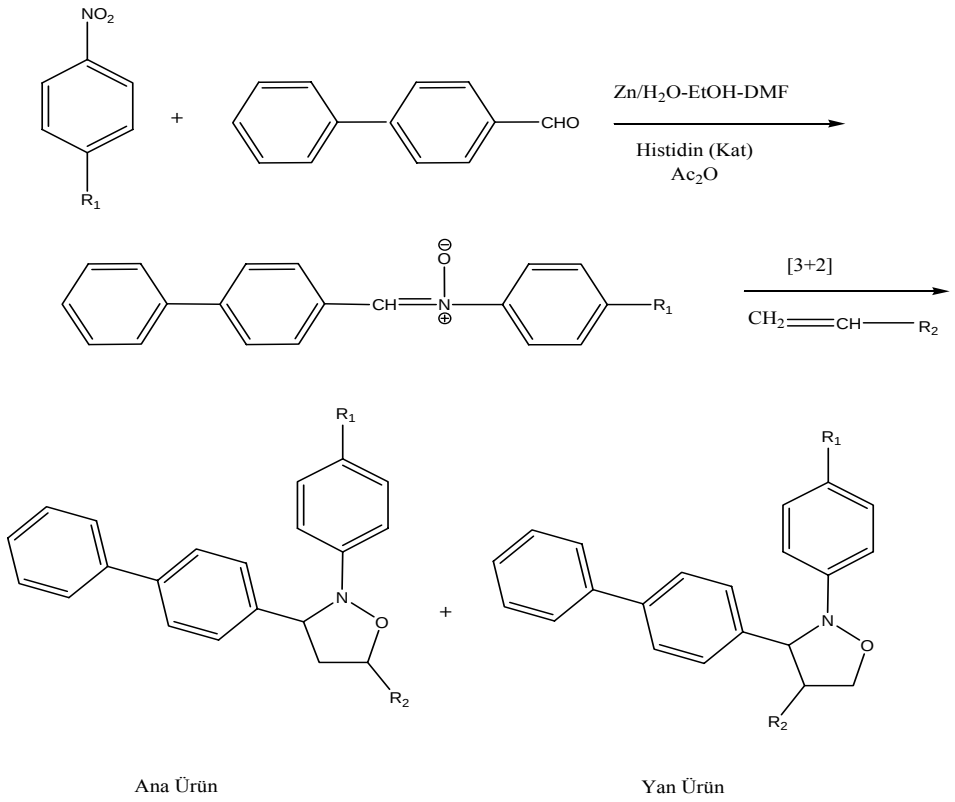


2-(2-oksopirolidin-1-il-)asetamit (Piracetam)

Son zamanlarda beyin dejenerasyonu rahatsızlıkları Alzheimer, Parkinson gibi hastalıkları olan hastaların sağlıklarına kavuşabilmesi ve mental fonksiyonlarını normal hale getirebilmek için yeni akıllı ilaçlar (smart drug) geliştirilmiştir. Piracetam orijinal nootropiktir ve antioksidan olarak etki etmektedir. Antioksidanlar kanser, diyabet ve diğer rahatsızlıkların tedavisinde artan bir öneme sahiptirler. Nitronların elektron yakalama özelliklerinden dolayı, oksidatif hasarları ve bunlara bağlı rahatsızlıkları tersine çevirdiği (iyileşme sürecine katıldığı) bilinmektedir. Bu

olayın antioksidanlarınkinden farklı bir mekanizma üzerinden (Nitrik oksit sintaz enzimini inhibe ederek) yürüdüğü düşünülmektedir [52].

Serbest radikaller pek çok fizyolojik ve patolojik olaylarda önemli rol oynarlar [53]. İnsan vücudunda O_2 serbest radikalleri üretimi ve yakalanması dengelenmiştir. Bu dengede meydana gelecek bir değişiklik hastalıklara neden olacaktır. Serbest radikal reaksiyonları; membran, protein, enzim ve DNA yapılarındaki değişikliklerin yol açtığı kanser, Alzheimer, Parkinson, astım, diabet, artrit, göz dejenerasyonu gibi hastalık risklerini arttırır [54-62]. Bu nedenle etkili serbest radikal yakalayıcılarının bulunması hastalıkların teşhisi ve tedavisi için önemlidir. Nitronlar radikal yakalayıcı olarak kullanılabilmektedir [63].



Ana Ürün Yan Ürün

Rangappa ve arkadaşları yeni isoksazolidin türevleri sentezlemişler ve sentezledikleri bileşiklerin antifungal etkilerini incelemişlerdir. İsoksazolidin türevlerinin

Aspergillusflavus, Fusarium moniliforme ve *Botrydiplodia theobromae* mantarlarına karşı etkinlik gösterdiğini belirlemişlerdir [64].

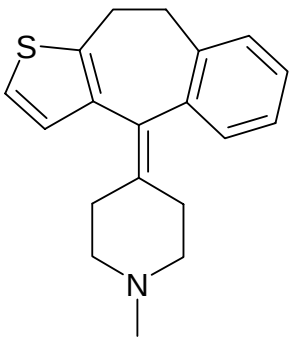
1,3-Dipolar siklokatılma tepkimeleri 5 üyeli heterosiklik yapıların oluşturulmasında çok önemli role sahiptir. Bunlar β-laktam, şeker türevleri, aminoasitler ve alkoloit gibi doğal ürünlerin sentezinde kullanılır. Kumar ve arkadaşları mikrodalga radyasyon yöntemiyle 1,3-dipolar siklokatılma tepkimeleri gerçekleştirmişlerdir. Bu yöntemle sentezledikleri indol türü isoksazolidin türevlerinin biyolojik aktivitelerini incelemişlerdir. Sentezledikleri indol türü isoksazolidin türevlerinin *Mycobacterium tuberculosis* H37Rv (ATCC 27294) bakterisine karşı etkinlik gösterdiğini belirlemişlerdir [65].

Nitronlar antikarsinojen sentezinde kullanılan biyolojik açıdan önemli sentetik moleküllerdir [66-70]. Nitronların alkenlerle 1,3-dipolar siklo katılma tepkimeleri isoksazolidinlerin yerseçimli ve stereoseseçimli sentezinde kullanılan önemli tepkimelerdir [71]. Bu yöntemle bakteriyel enfeksiyonların tedavisinde kullanılan β-laktamlar sentezlenebilir [72]. İsoksazolidinler sentetik araürünler olarak kullanılırlar, biyolojik açıdan ilgi çekicidirler ve doğal ürünlerin sentezinde kullanılan önemli ara ürünlerdir [73, 74].

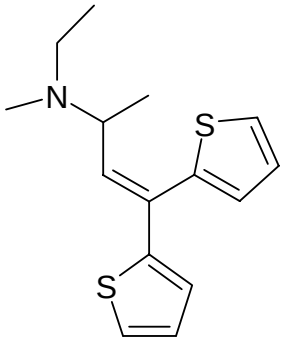
Doktora tez çalışması sırasında sentezlenen bileşikler tiyofen, furan, pirol ve indol halkası içermektedir. Bu tür bileşiklerin seçilmesinin nedenleri aşağıda sıralanmıştır.

Tiyofen ve furan halkası içeren aromatik karboksamit bileşiklerinin eczacılıkta ve klinik amaçlı çalışmalarda biyolojik aktivite gösterdiği bilinmektedir, Tiyofen türevlerinin; antialerjik, antimigren, antibakteriyel ajan olarak ve yarı sentetik antibiyotik sentezinde, molekül ve polimer olarak teknolojide, elektronik aletlerin fabrikasyonunda, katı hal bataryalarda, kimyasal yollardan değiştirilmiş elektrotlarda, biyosensörlerde, elektrokatalizde, ilaç sanayisinde uygulama alanları vardır.

Örneğin;



Pizotifen



Etil-metil-(1-metil-3,3-tiyofen-2-il-allil)

Pizotifen migren tedavisinde kullanılmaktadır. Etil-metil-(1-metil-3,3-tiyofen-2-il-allil)amin ağrı kesici olarak kullanılmaktadır. Teknolojide yaygın olarak kullanıldıklarından dolayı bu moleküller son zamanlarda bir çok teorik ve deneysel çalışmalara konu olmuştur. Aminotiyofen türevleri eczacılıkta, boyalarda, iletken polimerlerde, ziraat ve diğer ilgili birçok alanda kullanılan önemli maddelerdir. Özellikle sübstitüe 2-aminotiyofen türevleri antimikrobiyal, antialerjik, analjezik, gibi çeşitli farmakolojik özelliklere sahip tiyanopirimidinlerin ve tiyanoimidazollerin sentezinde başlangıç maddeleri olarak kullanılırlar.

Furan halkası içeren bileşikler, α-amino asitler, β-laktamlar, indolizilinler ve piperidin alkaloidleri gibi pekçok doğal ürünün sentezinde kullanılan yapı taşlarıdır. 2-Kloro-1-(2-furil) etanol ve asetil türevi 2-kloro-1-(furan-2-il) etil asetat antiviral moleküllerin sentezlerinde kullanılmaktadır.

Furan türevleri bakteri yokedici ve bakterilerin gelişimini önleyici etkiler göstermektedir. Gram pozitif ve gram negatif bakterilere karşı etkinlik göstermektedirler. Nitrofurazon, nitrofurantoin ve furazolidon yaklaşık 40 yıldır bakteriyel enfeksiyonlara karşı kullanılmaktadır.

3. ARAÇ-GEREÇ VE YÖNTEM

3.1. Araç ve Gereçler

3.1.1. Kullanılan kimyasal maddeler

Tiyofen karbaldehit, 3-metiltiyofenkarbaldehit, 5-metiltiyofenkarbaldehit, 4-feniltiyofenkarbaldehit, 5-feniltiyofenkarbaldehit, furfural, 5-metilfurfural, *N*-metilpirolkarbaldehit, 1-metilindol-3-karbaldehit, *N*-metilhidroksilamin hidroklorür, *N*-fenilmaleimit, *N*-metilmaleimit, hidrokinon, $CDCl_3$, DMSO-d_6, etil asetat, heksan, diklorometan, kloroform, silikajel (Merck 60 0.040-0.060 nm) ve $MgSO_4$ (susuz) Merck ve Aldrich firmalarından temin edildi.

Kullanılan kimyasal maddeler sentezler için yeterli saflıkta olduklarından daha ileri bir saflaştırma işlemine tabi tutulmadı.

3.1.2. Kullanılan cihazlar

a) ^{1}H-NMR ve ^{13}C-NMR spektrumlarının bazıları Bruker 400 MHz NMR spektrometresi ile Tübitak ATAL' da aldırıldı. Bir kısmı ise Bruker 300 MHz NMR Spektrometeresi ile Gazi Üniversitesi İleri Malzeme ve Boya Araştırma Merkezinde alındı.

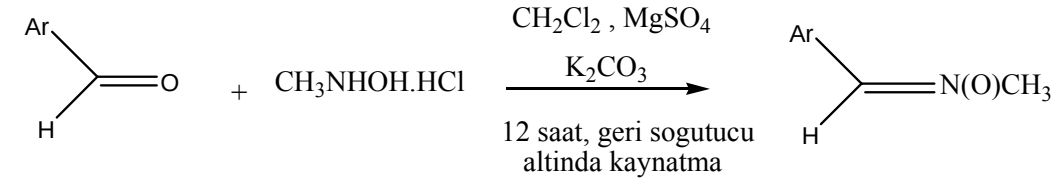
b) FT-IR spektrumları Mattson 1000 spektrofotometresi ve Thermo Nicolet 6700 ATR cihazı ile alındı.

c) Sentezlenen bileşiklerin erime noktaları Elektrotermal 9100 erime noktası cihazında ölçüldü.

d) Sentezlenen bileşiklerden bazılarının kütle spektrumları Apilent 5973 Network Kütle Seçici dedektör cihazında Tübitak ATAL'da aldırıldı (EI, 70 eV). Bazılarının kütle spektrumları ise GC-MS Thermo Finnigan Trace DSQ marka GC-MS cihazıyla Gazi Üniversitesi İleri Malzeme ve Boya Araştırma Merkezinde alındı.

3.2. Yöntem

Nitronların genel sentez tepkimeleri aşağıdaki gibidir.

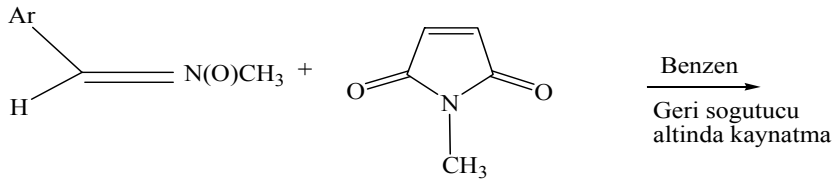


Sübstitüe Aldehit

N-Metilhidroksil amin hidroklorür

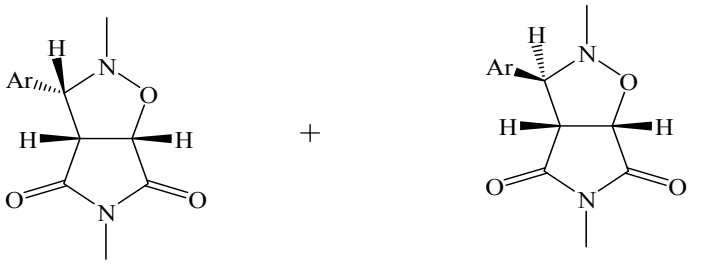
Sübstitüe Nitron

Diğer basamakta ise sentezlenen nitronların bazı dipolarofillerle (*N*-metil maleimit, *N*-fenil maleimit) 1,3-dipolar siklo katılma tepkimeleri gerçekleştirilmiştir. Tepkimeler sonucunda sübstitüe isoksazolidin türevleri sentezlenmiştir.



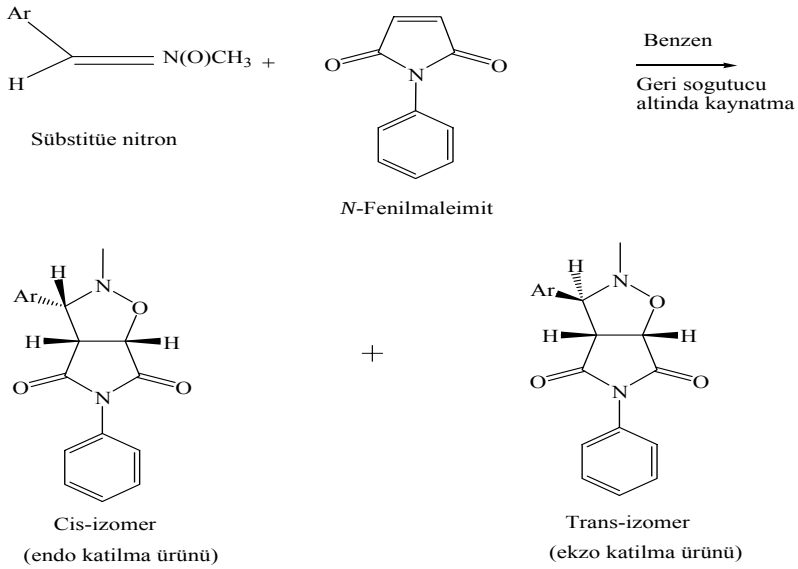
Sübstitüe nitron

N-Metilmaleimit

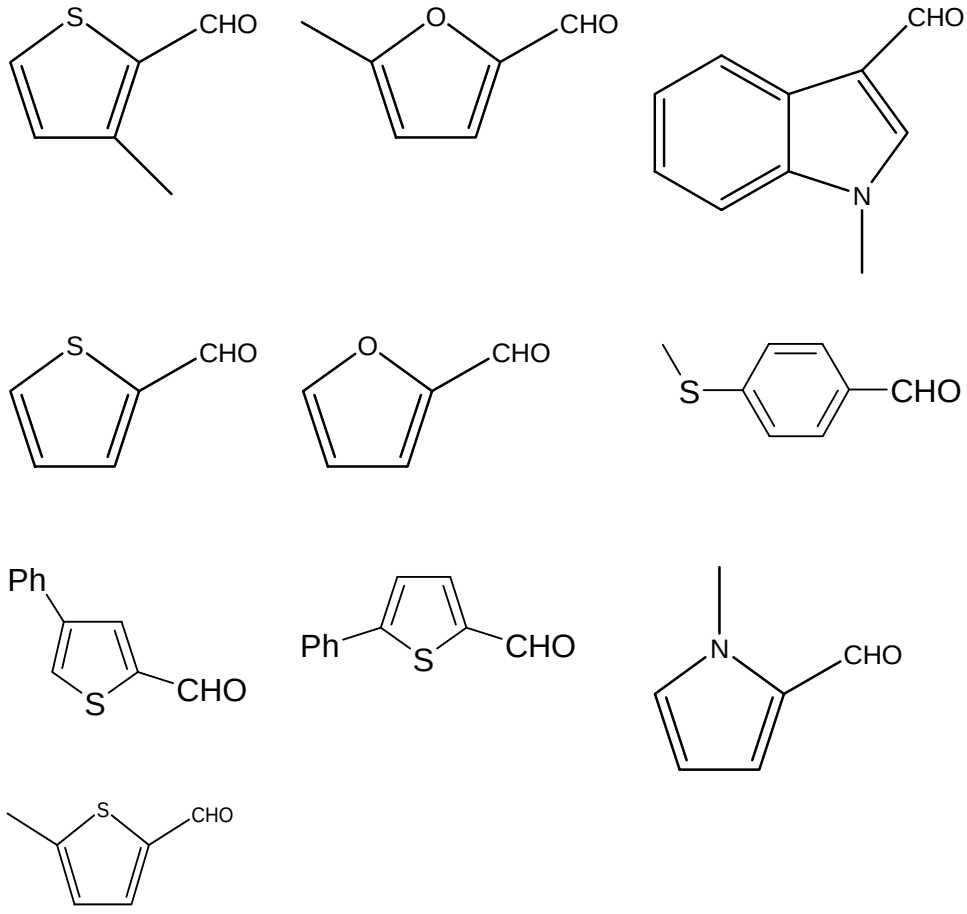


Cis-izomer
(endo katilma ürünü)

Trans-izomer
(ekzo katilma ürünü)



Sübstitüe nitronlar elde edilirken kullanılan aldehiter aşağıda verilmiştir (Ar).



4. DENEYSEL KISIM

Çalışmamızın ilk aşamasında bazıları özgün nitronlar (betain ya da 1,3-dipoller) sentezlenmiş ve yapıları spektroskopik yöntemlerle aydınlatılmıştır. Daha sonraki aşamada ise sentezlenen nitronların *N*-metil maleimit ve *N*-fenil maleimit ile 1,3-dipolar siklo katılma tepkimeleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen katılma ürünleri kolon kromatografisi ile saflaştırılmış ve bileşiklerin yapıları spektroskopik yöntemlerle aydınlatılmıştır.

4.1. Nitronların (1,3-dipollerin) Sentezi

4.1.1. *C* –(5-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron sentezi

100 Mililitrelik tepkime balonuna 1,26 g 5-metiltiyofen-2-karbaldehit (10 mmol), 1,65 g *N*-metilhidroksilamin hidroklorür (20 mmol), 3,03 g potasyum karbonat (22 mmol) ve 0,60 g magnezyum sülfat (5 mmol) konulur. Üzerine 50 mL diklorometan ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde ve geri soğutucu altında 12 saat kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Bu süre sonunda tepkime karışımı süzülür, süzüntünün çözücüsü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Geride kalan katı madde silikajel dolgulu kolonda etilasetat-heksan çözücü çiftiyle (1:1) kolon kromatografisi yöntemiyle saflaştırılır. Elde edilen katı madde diklorometan ve heksan çözücü çiftinden kristallendirilir ve oda sıcaklığında kurutulur. Verim (% 86) e.n.:90-91 ^{o}C

4.1.2. *C* –(Tiyofen-2-il)-*N*-metil nitron sentezi

100 Mililitrelik tepkime balonuna 1,12 g tiyofen-2-karbaldehit (10 mmol), 1,65 g *N*-metilhidroksilamin hidroklorür (20 mmol), 3,03 g potasyum karbonat (22 mmol) ve 0,60 g magnezyum sülfat (5 mmol) konulur. Üzerine 50 mL diklorometan ilave edilir. Tepkime bölüm 4.1.1 de belirtilen koşullarda gerçekleştirilir ve ham ürün yine madde 4.1.1. de belirtildiği gibi saflaştırılır. Elde edilen katı madde diklorometan ve

heksan çözücü çiftinden kristallendirilir ve oda sıcaklığında kurutulur. Verim (% 85) e.n.:117-118 ^{o}C (lit. e.n.: 118-119 ^{o}C) [75].

4.1.3. *C* –(3-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron sentezi

100 Mililitrelik tepkime balonuna 1,26 g 3-metil tiyofen-2-karbaldehit (10 mmol), 1,65 g *N*-metilhidroksilamin hidroklorür (20 mmol), 3,03 g potasyum karbonat (22 mmol) ve 0,60 g magnezyum sülfat (5 mmol) konulur. Üzerine 50 mL diklorometan ilave edilir. Tepkime bölüm 4.1.1 de belirtilen koşullarda gerçekleştirilir ve ham ürün yine bölüm 4.1.1. de belirtildiği gibi saflaştırılır. Elde edilen katı madde diklorometan ve heksan çözücü çiftinden kristallendirilir ve oda sıcaklığında kurutulur. Verim (% 81) e.n.:135-136 ^{o}C

4.1.4. *C* –(4-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron sentezi

100 Mililitrelik tepkime balonuna 1,88 g 4-fenil tiyofen-2-karbaldehit (10 mmol), 1,65 g *N*-metilhidroksilamin hidroklorür (20 mmol), 3,03 g potasyum karbonat (22 mmol) ve 0,60 g magnezyum sülfat (5 mmol) konulur. Üzerine 50 mL diklorometan ilave edilir. Tepkime bölüm 4.1.1 de belirtilen koşullarda gerçekleştirilir ve ham ürün yine bölüm 4.1.1. de belirtildiği gibi saflaştırılır. Elde edilen katı madde diklorometan ve heksan çözücü çiftinden kristallendirilir ve oda sıcaklığında kurutulur. Verim (% 80) e.n.:193-195 ^{o}C

4.1.5. *C* –(5-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron sentezi

100 Mililitrelik tepkime balonuna 1,88 g 5-fenil tiyofen-2-karbaldehit (10 mmol), 1,65 g *N*-metilhidroksilamin hidroklorür (20 mmol), 3,03 g potasyum karbonat (22 mmol) ve 0,60 g magnezyum sülfat (5 mmol) konulur. Üzerine 50 mL diklorometan ilave edilir. Tepkime bölüm 4.1.1 de belirtilen koşullarda gerçekleştirilir ve ham ürün yine bölüm 4.1.1. de belirtildiği gibi saflaştırılır. Elde edilen katı madde diklorometan ve heksan çözücü çiftinden kristallendirilir ve oda sıcaklığında kurutulur. Verim (% 84) e.n.:113-114 ^{o}C

4.1.6. *C* –(2-Furil)-*N*-metil nitron sentezi

100 Mililitrelik tepkime balonuna 0,96 g furfural (10 mmol), 1,65 g *N*-metilhidroksilamin hidroklorür (20 mmol), 3,03 g potasyum karbonat (22 mmol) ve 0,60 g magnezyum sülfat (5 mmol) konulur Üzerine 50 mL diklorometan ilave edilir. Tepkime bölüm 4.1.1 de belirtilen koşullarda gerçekleştirilir ve ham ürün yine bölüm 4.1.1. de belirtildiği gibi saflaştırılır. Elde edilen katı madde diklorometan ve heksan çözücü çiftinden kristallendirilir ve oda sıcaklığında kurutulur. Verim (% 79) e.n.:89-90 ^{o}C (lit. e.n.:89-90 ^{o}C) [76].

4.1.7. *C* –(5-Metil-2-furil)-*N*-metil nitron sentezi

100 Mililitrelik tepkime balonuna 1,10 g 5-metil furfural (10 mmol), 1,65 g *N*-metilhidroksilamin hidroklorür (20 mmol), 3,03 g potasyum karbonat (22 mmol) ve 0,60 g magnezyum sülfat (5 mmol) konulur. Üzerine 50 mL diklorometan ilave edilir. Tepkime bölüm 4.1.1 de belirtilen koşullarda gerçekleştirilir ve ham ürün yine bölüm 4.1.1. de belirtildiği gibi saflaştırılır. Elde edilen yağımsı maddenin çözücüsü buharlaştırılır. Verim (% 76)

4.1.8. *C*- [4-(Metiltiyo) fenil]-*N*-metil nitron sentezi

100 Mililitrelik tepkime balonuna 1,52 g 4-(metiltiyo)benzaldehit (10 mmol), 1,65 g *N*-metilhidroksilamin hidroklorür (20 mmol), 3,03 g potasyum karbonat (22 mmol) ve 0,60 g magnezyum sülfat (5 mmol) konulur. Üzerine 50 mL diklorometan ilave edilir. Tepkime bölüm 4.1.1 de belirtilen koşullarda gerçekleştirilir ve ham ürün yine bölüm 4.1.1. de belirtildiği gibi saflaştırılır. Elde edilen katı madde diklorometan ve heksan çözücü çiftinden kristallendirilir ve oda sıcaklığında kurutulur. Verim (% 87) e.n.:102-103 ^{0}C (lit. e.n.: 103-104 ^{o}C) [75].

4.1.9. *C*-(1-Metil-1H-pirol-2-il)-*N*-metil nitron sentezi

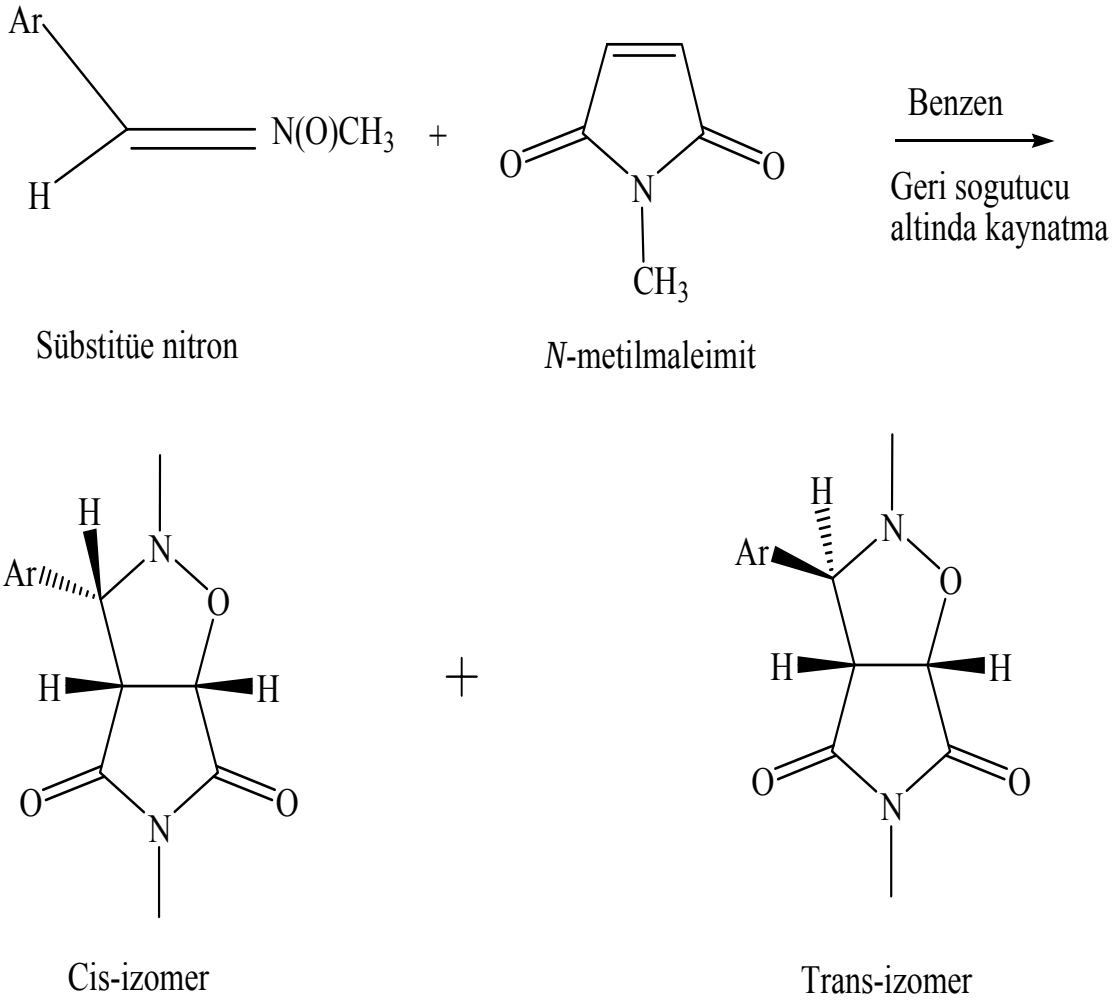
100 Mililitrelik tepkime balonuna 1,09 g *N*-metilpirolkarbaldehit (10 mmol), 1,65 g *N*-metilhidroksilamin hidroklorür (20 mmol), 3,03 g potasyum karbonat (22 mmol) ve 0,60 g magnezyum sülfat (5 mmol) konulur. Üzerine 50 mL diklorometan ilave edilir. Tepkime bölüm 4.1.1 de belirtilen koşullarda gerçekleştirilir ve ham ürün yine bölüm 4.1.1. de belirtildiği gibi saflaştırılır. Elde edilen katı madde diklorometan ve heksan çözücü çiftinden kristallendirilir ve oda sıcaklığında kurutulur. Verim (% 81) e.n:132-133 ^{0}C

4.1.10. *C* -(1-Metil-1H-indol-3-il)-*N*-metil nitron sentezi

100 Mililitrelik tepkime balonuna 1,59 g 1-metilindol-3-karbaldehit (10 mmol), 1,65 g *N*-metilhidroksilamin hidroklorür (20 mmol), 3,03 g potasyum karbonat (22 mmol) ve 0,60 g magnezyum sülfat (5 mmol) konulur. Üzerine 50 mL diklorometan ilave edilir. Tepkime bölüm 4.1.1 de belirtilen koşullarda gerçekleştirilir ve ham ürün yine bölüm 4.1.1. de belirtildiği gibi saflaştırılır. Elde edilen katı madde diklorometan ve heksan çözücü çiftinden kristallendirilir ve oda sıcaklığında kurutulur. Verim (% 75) e.n.:148-149 ^{o}C (lit. e.n.: 148-150 ^{o}C) [74].

4.2. *N*-Metil İsoksazolidin Türevlerinin Sentezi İçin Genel Yöntem

Çalışmanın 1. aşamasında sentezlenen nitronların *N*-metil maleimit ile katılma tepkimeleri gerçekleştirilmiştir. Tepkime denklemi aşağıdaki gibidir. Tepkime, tepkiyenlerin manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında kaynatılmasıyla gerçekleştirilmiştir. Tepkime süresi 9-12 saat arasındadır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile kontrol edilir. 1,3-Dipolar siklo katılma tepkimesinin radikalik mekanizma üzerinden yürümesini önlemek amacıyla gerçekleştirilen bütün katılma tepkimelerinde ortama radikal yakalayıcı olarak birkaç tane hidrokinon kristali eklenmiştir.



Tepkime sonucu birbirinin stereoizomeri olan iki yapı oluşmaktadır. Bu yapıları birbirlerinden ayırmak için kolon kromatografisi yöntemi kullanılmıştır. Tepkime sonucunda oluşan cis ve trans izomerler silikajel dolgulu kolonda etilasetat ve petrol eteri çözücü çiftiyle birbirlerinden ayrılmışlardır. Kolonda önce cis daha sonra trans izomer gelmektedir.

4.2.1. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,471 g *C* –(5-metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,366 g *N*-metil maleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre

benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 12 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:1) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: % 64 , e.n:121-122, trans ürün için verim: %30, e.n:135-136 ^{o}C.

4.2.2. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,429 g *C* –(tiyofen-2-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,366 g *N*-metil maleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 10 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: % 63 e.n: 149-150, trans ürün için verim : %35 e.n: 168-169 ^{o}C.

4.2.3. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,471 g *C* –(3-metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,366 g *N*-metil maleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 9 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:1) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla

kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: % 61, e.n: 130-132, trans ürün için verim:%30, e.n: 137-138 ^{o}C.

4.2.4. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,657 g *C* –(4-feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,366 g *N*-metil maleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 9 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (2:3) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim : %65, e.n: 146-148, trans ürün için verim : %32, e.n:158-160 ^{o}C.

4.2.5. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,657 g *C* –(5-feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,366 g *N*-metil maleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 militre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 12 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: %60, e.n: 180-181, trans ürün için verim: %33, e.n: 126-128 ^{o}C.

4.2.6. 2,5-Dimetil-3-[4-(metiltiyo)fenil]-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,549 g *C* –[4-(metiltiyo)fenil]-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,366 g *N*-metil maleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 12 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: %62, e.n:140-141, trans ürün için verim: %32, e.n: 148-150 ^{o}C.

4.2.7. 2,5-Dimetil-3-(2-furil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,381 g (3 mmol) *C* –(2-furil)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,366 g *N*-metil maleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 11 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: %52, e.n: 143-144, trans ürün için verim: %40, e.n: 150-152 ^{o}C.

4.2.8. 2,5-Dimetil-3-(5-metil-2-furil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,423 g *C*–(5-metil-2-furil)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,366 g *N*-metil maleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 9 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: %64, e.n:150-151, trans ürün için verim: %33, e.n: 154-155 ^{o}C.

4.2.9. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

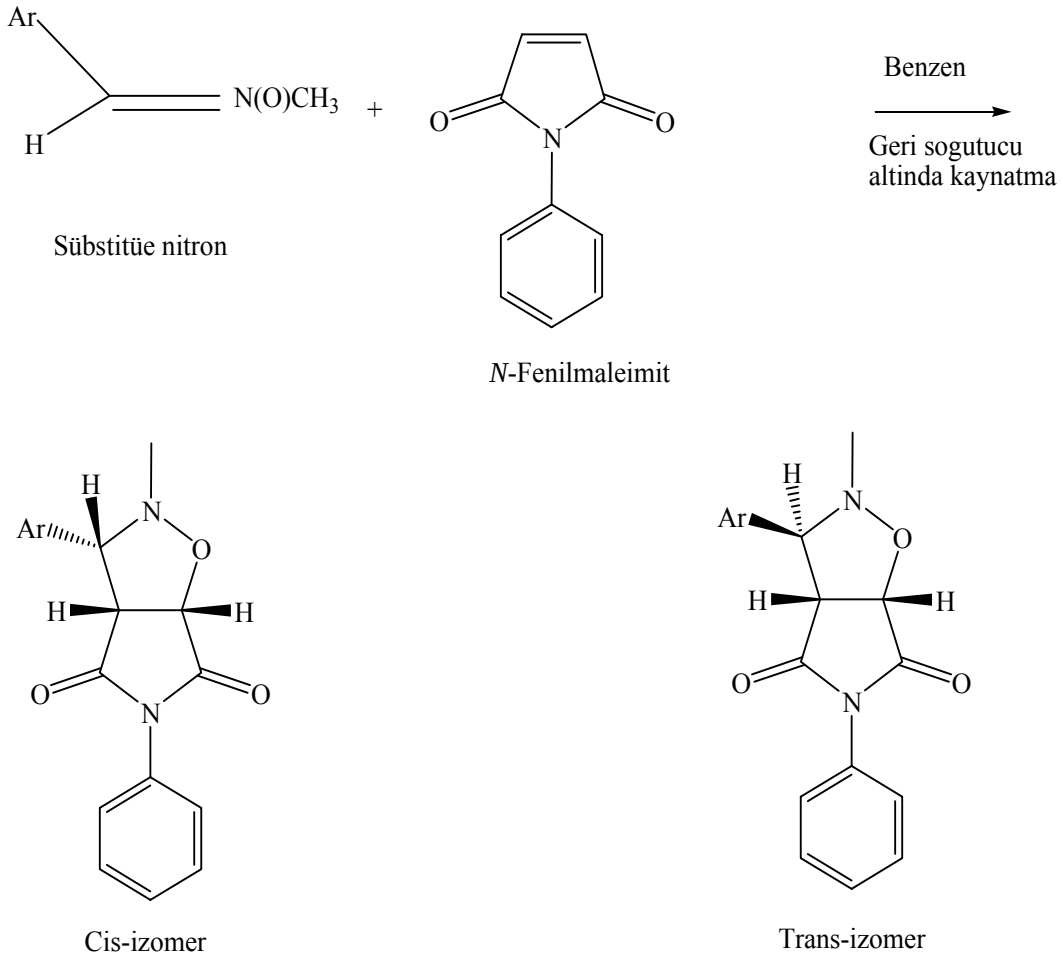
100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,420 g *C*-(1-metil-1H-pirol-2-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,366 g *N*-metil maleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 10 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: % 62, e.n: 179-180, trans ürün için verim: % 29, e.n: 145-146 ^{o}C.

4.2.10. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,570 g *C*-(1-metil-1H-indol-3-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,366 g *N*-metil maleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 11 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (3:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: % 60, e.n: 198-200, trans ürün için verim: % 32, e.n:131-133 ^{o}C.

4.3. *N*-Fenil İsoksazolidin Türevlerinin Sentezi İçin Genel Yöntem

Çalışmanın 1. aşamasında sentezlenen nitronların *N*-fenilmaleimit ile katılma tepkimeleri gerçekleştirilmiştir. Tepkime denklemi aşağıdaki gibidir. Tepkime manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında kaynatılarak gerçekleştirilmiştir. Tepkime süresi 9-12 saat arasındadır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile kontrol edilir. 1,3-Dipolar siklo katılma tepkimesinin radikalik mekanizma üzerinden yürümesini önlemek amacıyla gerçekleştirilen bütün katılma tepkimelerinde ortama radikal yakalayıcı olarak birkaç tane hidrokinon kristali eklenmiştir.



Tepkime sonucu birbirinin stereoizomeri olan iki yapı oluşmaktadır. Bu yapıları birbirlerinden ayırmak için kolon kromatografisi yöntemi kullanılmıştır. Tepkime sonucunda oluşan cis ve trans izomerler silikajel dolgulu kolonda etil asetat ve petrol eteri çözücü çiftiyle birbirlerinden ayrılmışlardır. Kolonda önce cis daha sonra trans izomer gelmektedir.

4.3.1. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,429 g *C*–(tiyofen-2-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,57 g *N*-fenilmaleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 10 saat

süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: % 43, e.n:154-156, trans ürün için verim: % 46, e.n: 143-144 ^{o}C.

4.3.2. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,471 g *C* –(5-metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,57 g *N*-fenilmaleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 12 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: % 41, e.n:139-141, trans ürün için verim: % 47, e.n: 152-155 ^{o}C.

4.3.3. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,471 g *C*–(3-metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,57 g *N*-fenilmaleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 11 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: % 40, e.n:108-109, trans ürün için verim: % 46, e.n: 144-145 ^{o}C.

4.3.4. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,657 g *C* –(4-feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,57 g *N*-fenilmaleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 10 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: % 41, e.n: 145-146, trans ürün için verim: % 44, e.n: 134-138 ^{o}C.

4.3.5. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,657 g *C* –(5-feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,57 g *N*-fenilmaleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 9 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: % 43, e.n:166-167, trans ürün için verim: % 48, e.n: 175-176 ^{o}C.

4.3.6. 2-Metil-5-fenil-3-[4-(metiltiyo)fenil]-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,549 g *C* –[4-(metiltiyo)fenil]-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,57 g *N*-fenilmaleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 12 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: % 40, e.n:172-174, trans ürün için verim: % 42, e.n: 184-185 ^{o}C.

4.3.7. 2-Metil-5-fenil-3-(2-furil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,381 g *C* –(2-furil)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,57 g *N*-fenilmaleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 10 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı ITK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Cis ürün için verim: % 40, e.n: 101-103, trans ürün için verim: % 47, e.n: 142-143 ^{o}C.

4.3.8. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metil-2-furil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,423 g *C* –(5-metil-2-furil)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,57 g *N*-fenilmaleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 11 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu

kolonda etil asetat-petrol eteri (1:2) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim: % 42, e.n:137-140, trans ürün için verim: % 46, e.n: 102-104 ^{o}C.

4.3.9. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis ve trans yapılarının sentezi

100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,420 g *C* –(1-metil-1H-pirol)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,57 g *N*-fenilmaleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 10 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (1:1) karışımıyla saflaştırılır. Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim : % 40, e.n: 141-143, trans ürün için verim : % 45, e.n: 162-164 ^{o}C.

4.3.10. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol- 4,6-dionun cis yapısının sentezi

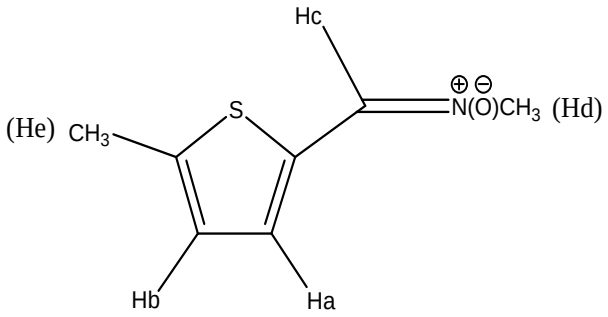
100 Militrelik bir tepkime balonuna 0,570 g *C*-(1-metil-1H-indol-3-il)-*N*-metil nitron (3 mmol), 0,57 g *N*-fenilmaleimit (3,3 mmol) konulur. Üzerine 50 mililitre benzen ilave edilir. Tepkime karışımı manyetik karıştırıcı üzerinde geri soğutucu altında 12 saat süreyle kaynatılır. Tepkimenin tamamlanıp tamamlanmadığı İTK ile takip edilir. Çözücü döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır. Kalan ham ürün silikajel dolgulu kolonda etil asetat-petrol eteri (2:3) karışımıyla saflaştırılır . Kolonda birbirlerinden ayrılan cis ve trans izomerler daha sonra kloroform-heksan çözücü karışımıyla kristallendirilerek saflaştırılmıştır. Cis ürün için verim : % 44, e.n: 165-166, trans ürün saflaştırılamamıştır.

5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

5.1. Nitron Türü Bileşiklerin Yapılarının Aydınlatılması

Bölüm 4 de sentezlenen nitronların ve bu nitronların N-metilmaleimit ve N-fenil maleimit ile 1,3-dipolar siklo katılma tepkimeleri sonucu oluşan bileşiklerin yapıları FT-IR, ^{1}H-NMR, ^{13}C-NMR APT (20 adet), ^{13}C-NMR (27 adet), X-Ray (3 adet), GC-MS (2 adet), LC-MS (4 adet) kütle spektrumları ve element analiziyle aydınlatılmıştır.

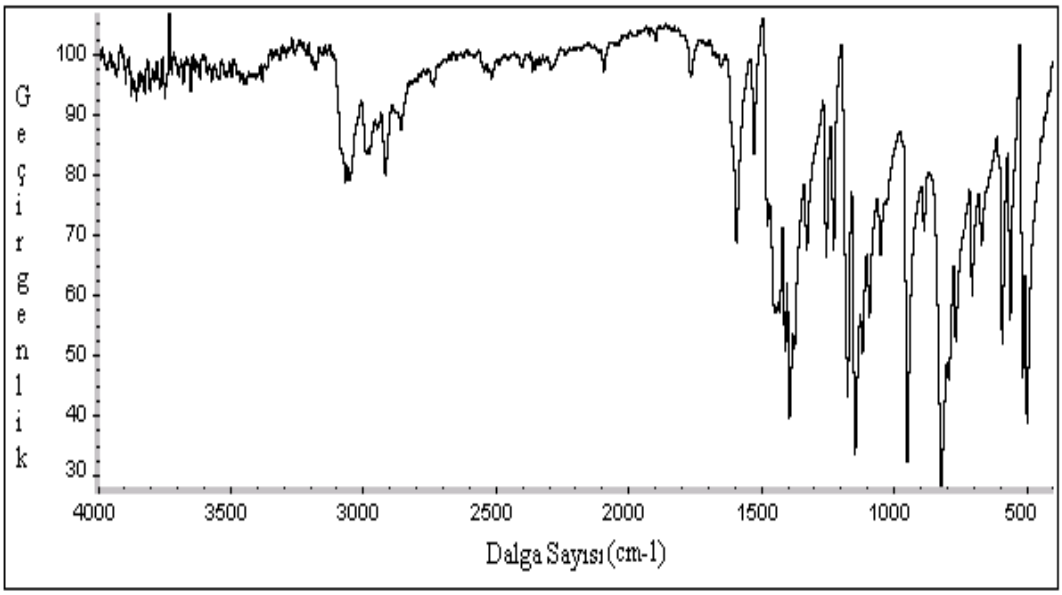
5.1.1. *C* –(5-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun yapısı



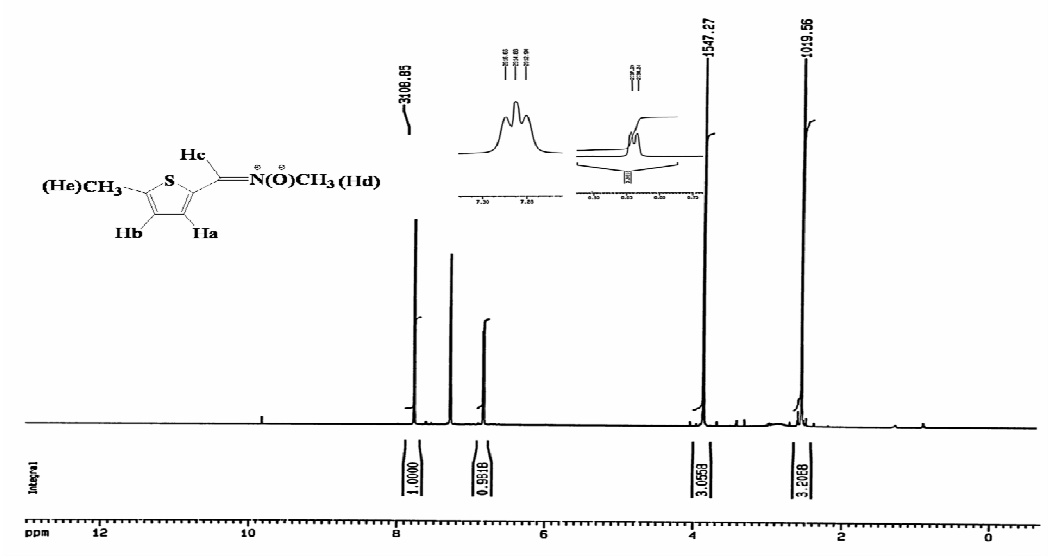
Bileşiğin KBr içinde alınan FT-IR spektrumunda 3068 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2990 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1593 cm^{-1} deki bant C=N gerilme titreşiminden, 1160 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 591 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,85 ppm'de C=N grubuna bağlı olan H'ne ait birli pik (Hc protonu), 7,3 ppm'de aromatik halkaya bağlı Ha protonuna ait ikili pik (J=3,72 Hz), 6,85 ppm'de aromatik halkaya bağlı olan Hb protonuna ait ikili pik (J=3,75 Hz) görülmektedir. 3,9 ppm'de N atomuna bağlı CH_3 grunundaki H'lere ait birli pik, 2,55 ppm de ise aromatik halkaya bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik yeralmaktadır.

Bileşiğin kütle spektrumunda moleküler iyon piki M^+ (m/z) 157 de görülmektedir.

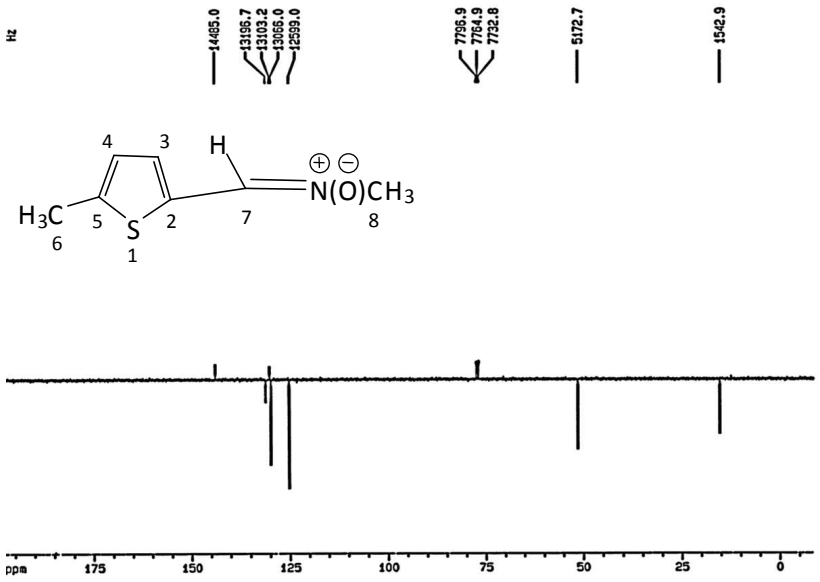
^{13}C –NMR APT spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); negatif genlikte 15 ppm'de (C6), ppm'de, (C8),125 ppm'de (C4), 129 ppm'de (C3), 132 ppm'de (C7); pozitif genlikte ise 131 ppm'de (C5), 144 ppm'de (C2) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



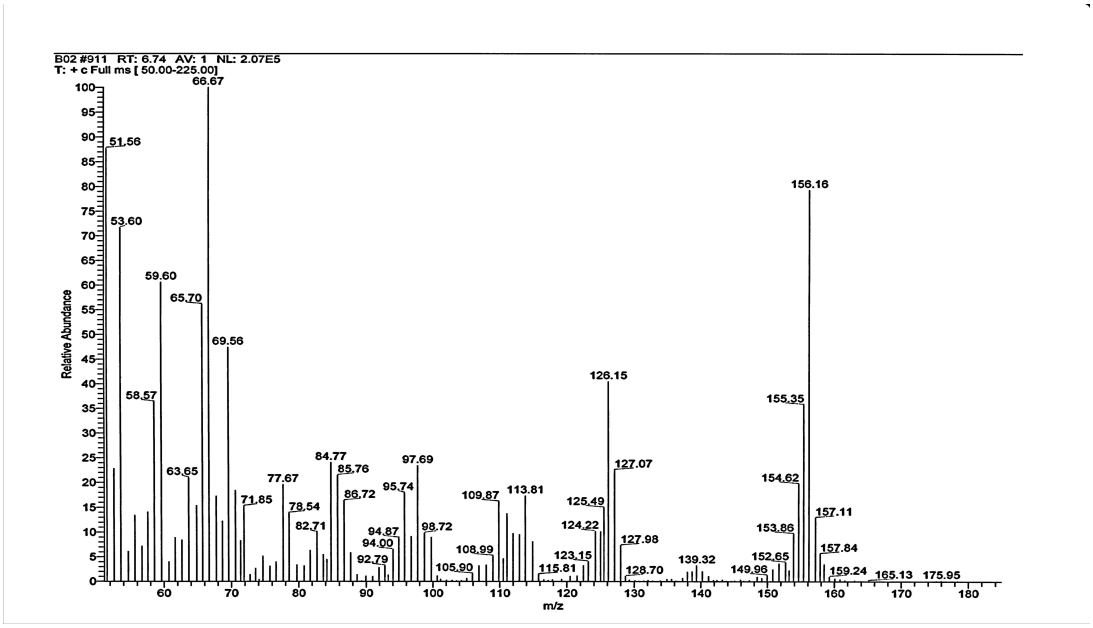
Şekil 5.2. *C*-(5-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT- IR spektrumu



Şekil 5.3. *C*-(5-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu

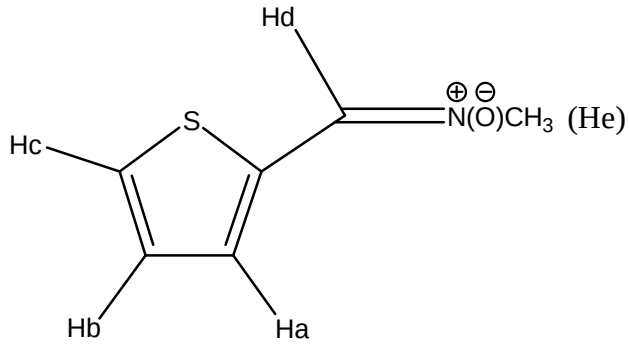


Şekil 5.4. *C*-(5-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR APT spektrumu



Şekil 5.5. *C*-(5-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun GC-MS spektrumu

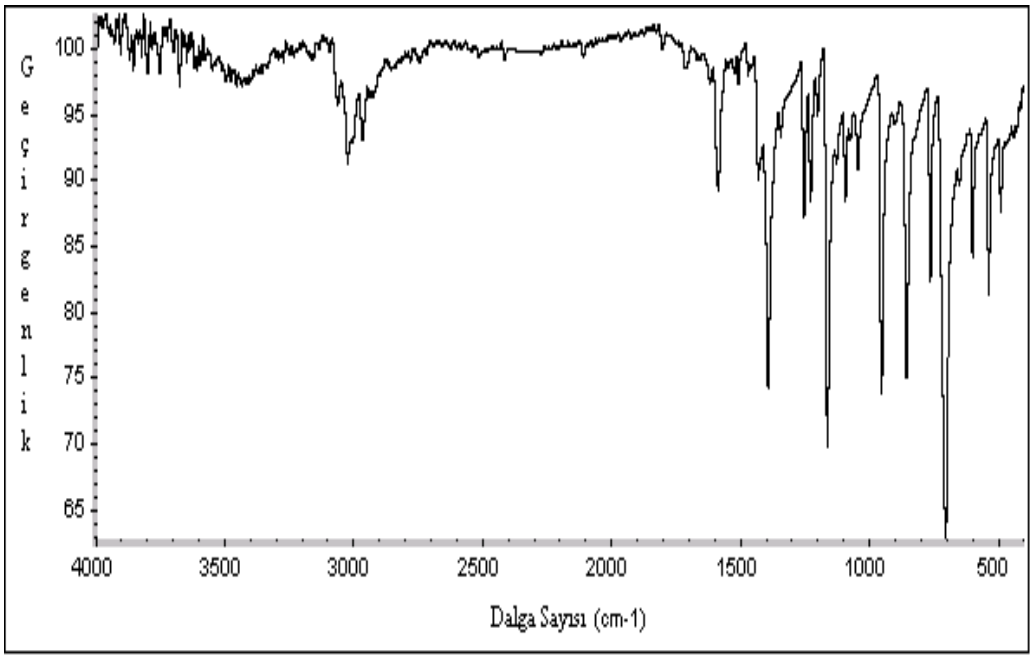
5.1.2. *C* –(Tiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun yapısı



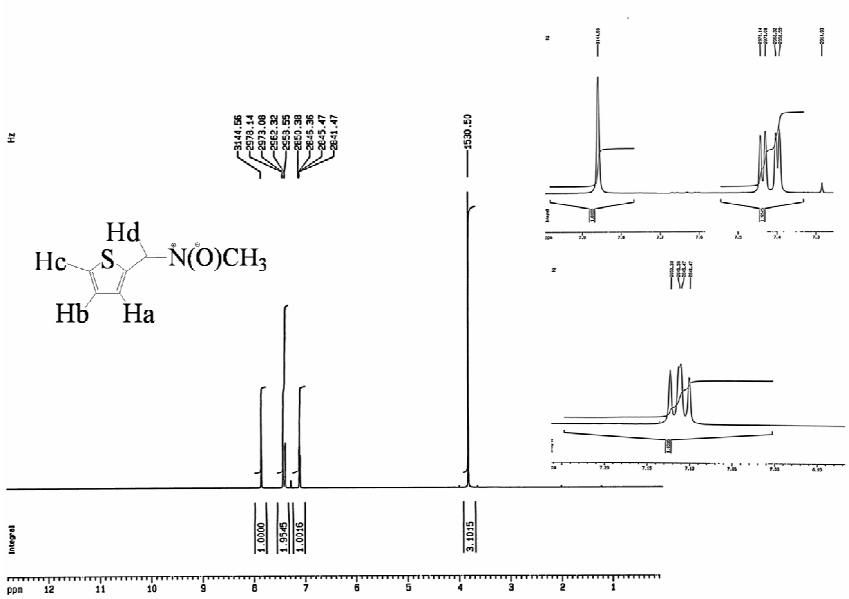
Bileşiğin KBr içinde alınan FT-IR spektrumunda 3068 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2990 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1593 cm^{-1} deki bant C=N gerilme titreşiminden, 1174 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 590 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,85 ppm'de C=N grubuna bağlı olan H'ne ait birli pik (Hd protonu), 7,43 ppm'de aromatik halkaya bağlı Ha protonuna ait ikili pik (J Ha-Hb=5,08 Hz), 7,40 ppm'de aromatik halkaya bağlı olan Hc protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=3,77 Hz) görülmektedir. 7,09-7,11 ppm de Hb protonuna ait çoklu pik görülmektedir (J Hb-Ha= 4,91 Hz , J Hc-Hb= 4.01 Hz). 3,80 ppm de ise N atomuna bağlı CH_3 grunundaki H'lere ait birli pik yeralmaktadır.

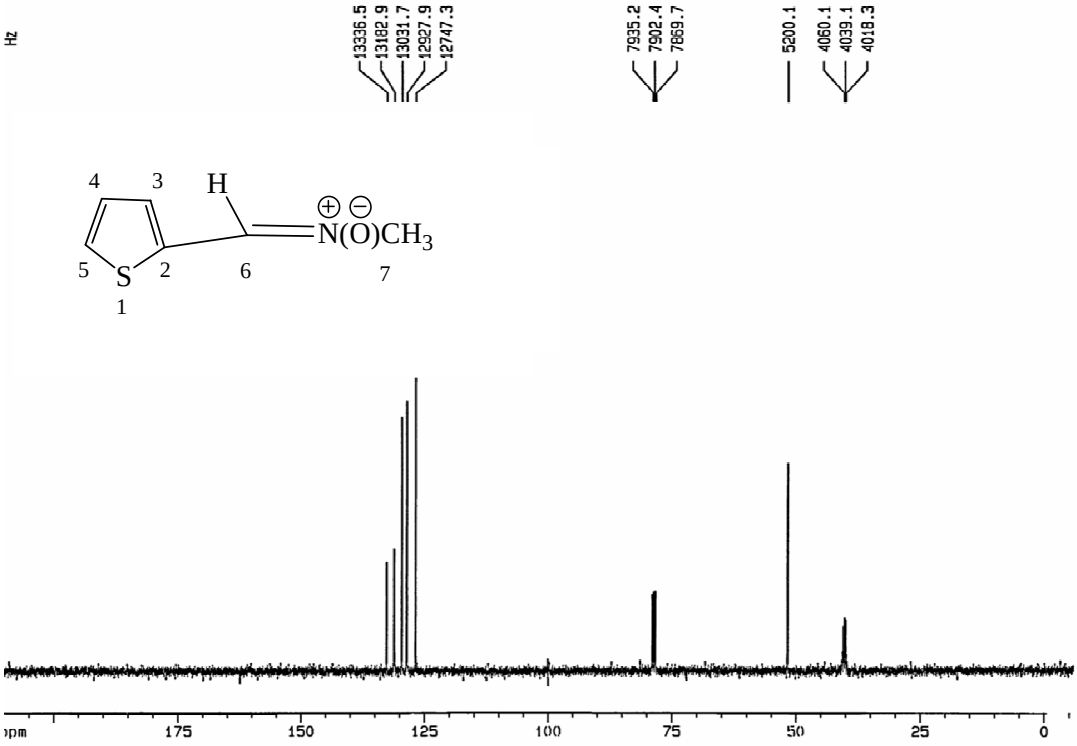
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 133 ppm'de (C2), 131 ppm'de, (C6), 129 ppm'de (C3), 128 ppm'de (C4), 126 ppm'de (C5), 54 ppm'de (C7) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.6. *C*-(Tiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT-IR spektrumu

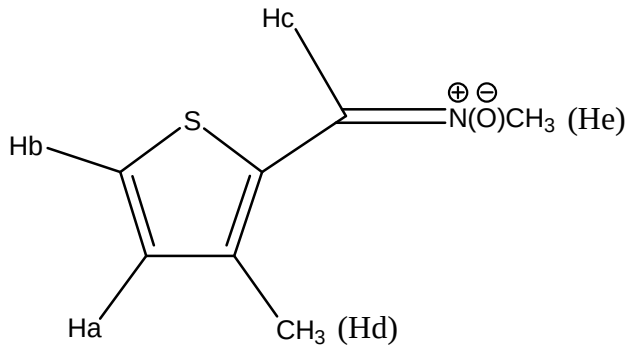


Şekil 5.7. *C*-(Tiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.8 *C*-(Tiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR spektrumu

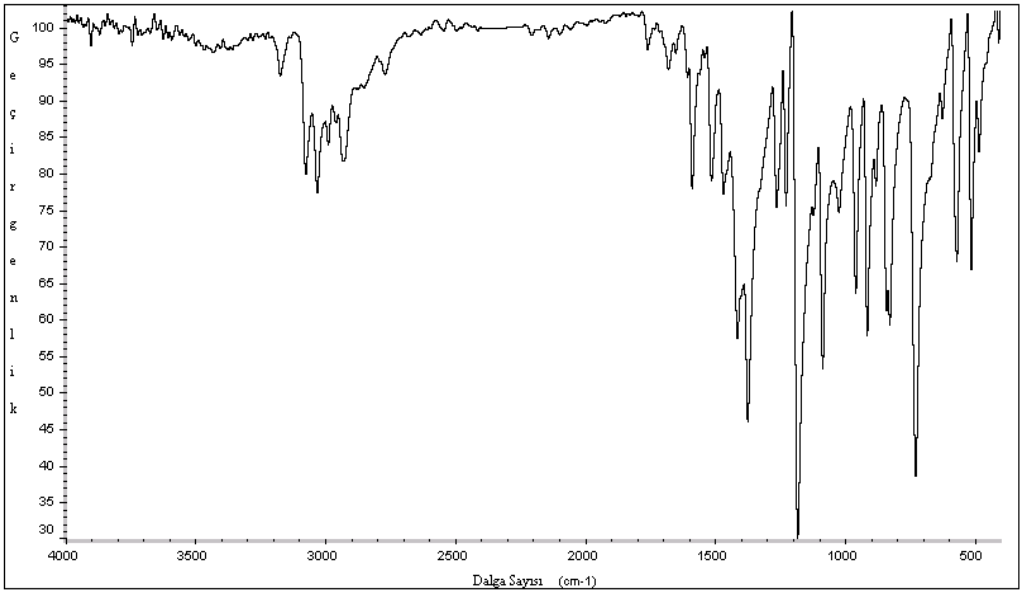
5.1.3. *C* –(3-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun yapısı



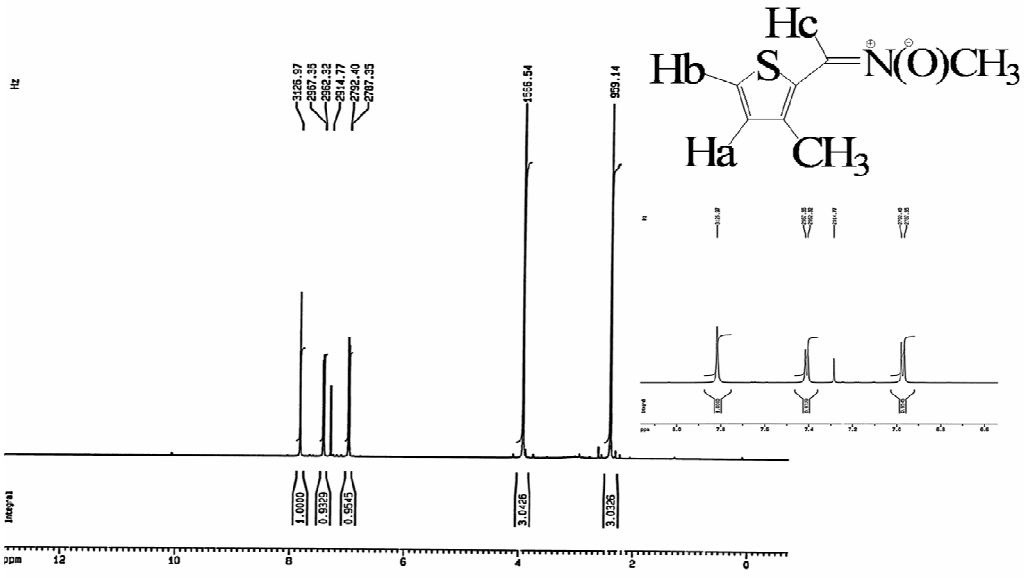
Bileşiğin KBr içinde alınan FT-IR spektrumunda 3077 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2930 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1589 cm^{-1} deki bant C=N gerilme titreşiminden, 1183 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 571 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,81 ppm'de C=N grubuna bağlı olan H'ne ait birli pik (Hc protonu), 7,41 ppm'de aromatik halkaya bağlı Ha protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=5.04 Hz), 6,89 ppm'de aromatik halkaya bağlı olan Hb protonuna ait ikili pik (J Ha-Hb=5,05 Hz) görülmektedir. 3,92 ppm de N atomuna bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik, 2,40 ppm de ise aromatik halkaya bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik, yeralmaktadır.

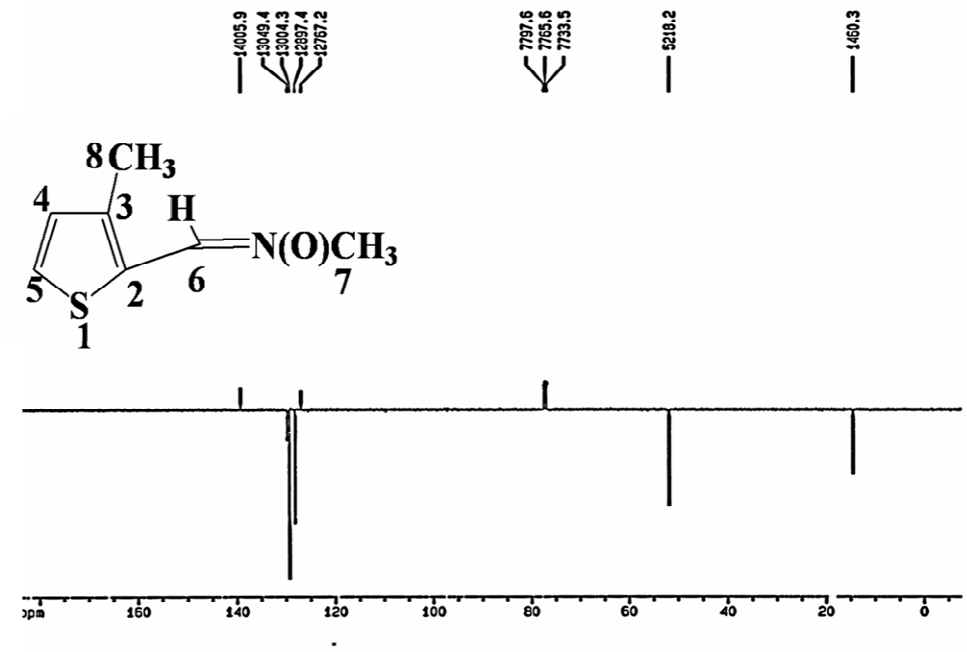
^{13}C-NMR APT spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); negatif genlikte 14 ppm'de (C8), 52 ppm'de (C7), 129 ppm'de (C4), 130 ppm'de (C5), 131 ppm'de (C6); pozitif genlikte ise 127 ppm'de (C3), 140 ppm'de (C2) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.9. *C*-(3-metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT-IR spektrumu

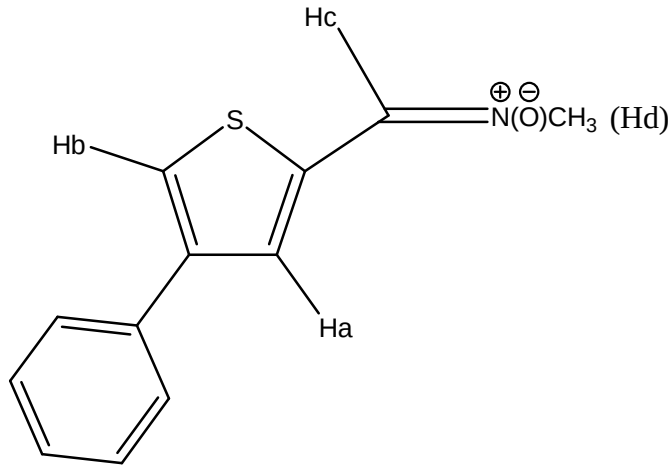


Şekil 5.10. *C*-(3-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.11. *C*-(3-Metiltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR APT spektrumu

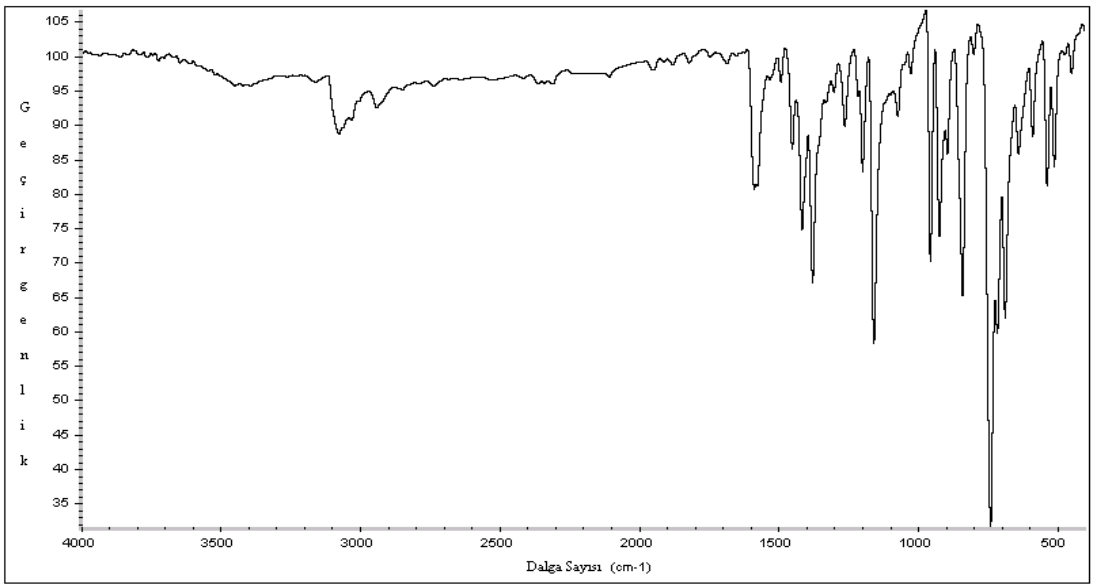
5.1.4. *C* –(4-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun yapısı



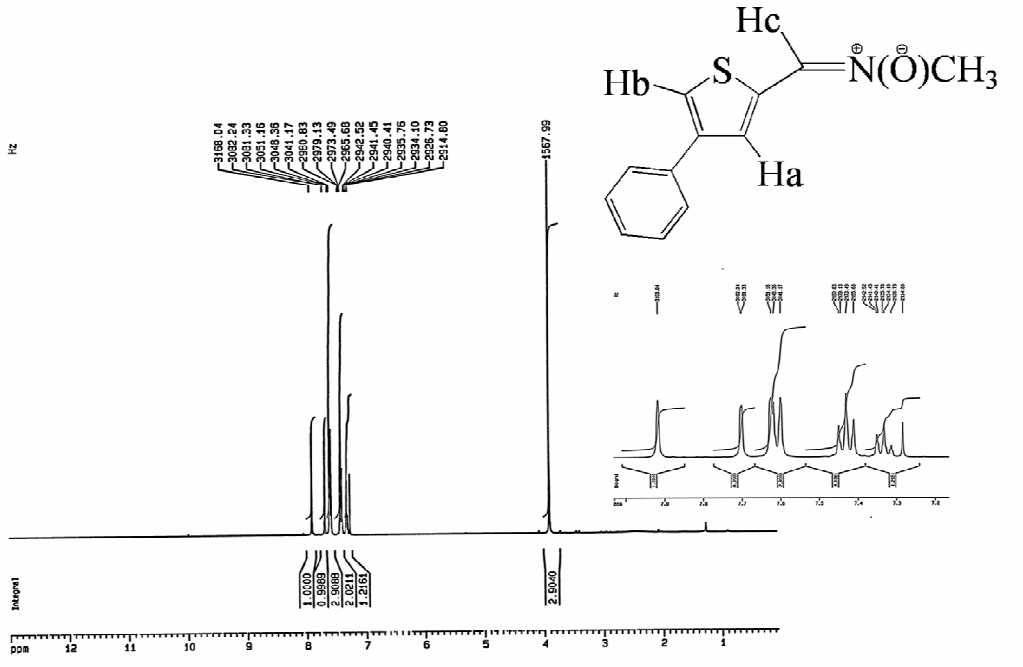
Bileşiğin KBr içinde alınan FT-IR spektrumunda 3097 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2980 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1588 cm^{-1} deki bant C=N gerilme titreşiminden, 1159 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 610 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,92 ppm'de C=N grubuna bağlı olan H'ne ait birli pik (Hc protonu), 7,71 ppm'de tiyofen halkasındaki Ha protonuna ait birli pik, 7,60 ppm'de tiyofen halkasına bağlı olan Hb protonuna ait birli pik, 7,31-7,63 ppm de benzen halkasındaki hidrojenlere ait çoklu pik görülmektedir. 3,91 ppm de N atomuna bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik yeralmaktadır.

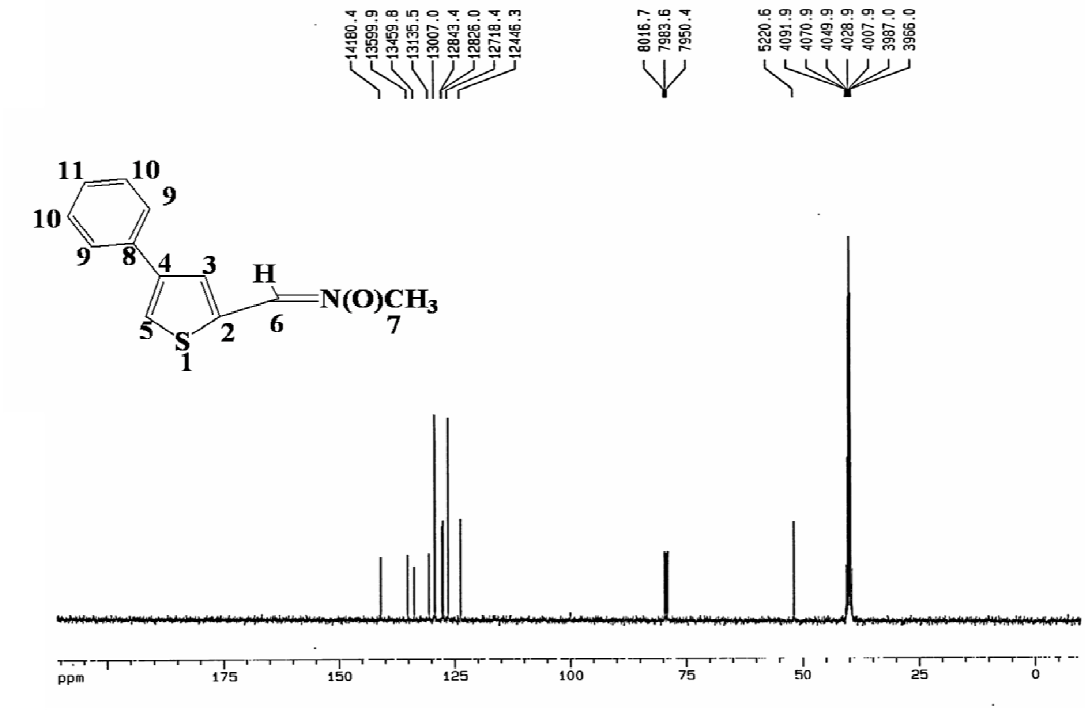
^{13}C-NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 141 ppm'de (C2), 136 ppm'de, (C4), 134 ppm'de (C6), 131-124 ppm aralığında (C3, C5, C9, C8, C10, C11) karbonlarına ait pikler, 54 ppm'de (C7) karbonuna ait pik görülmektedir.



Şekil 5.12. *C*-(4-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT- IR spektrumu

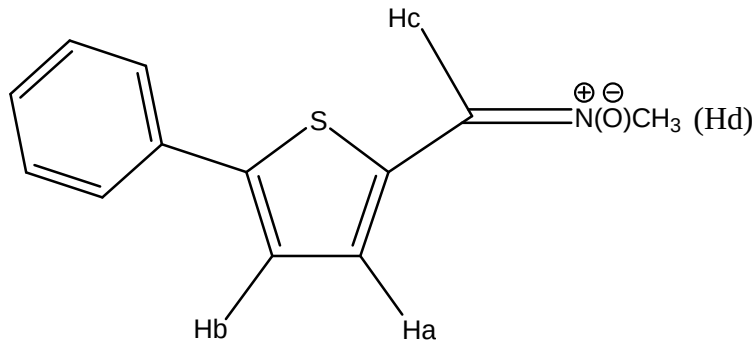


Şekil 5.13. *C*-(4-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.14. C-(4-Feniltiyofen-2-il)-N-metil nitronun ^{13}C-NMR spektrumu

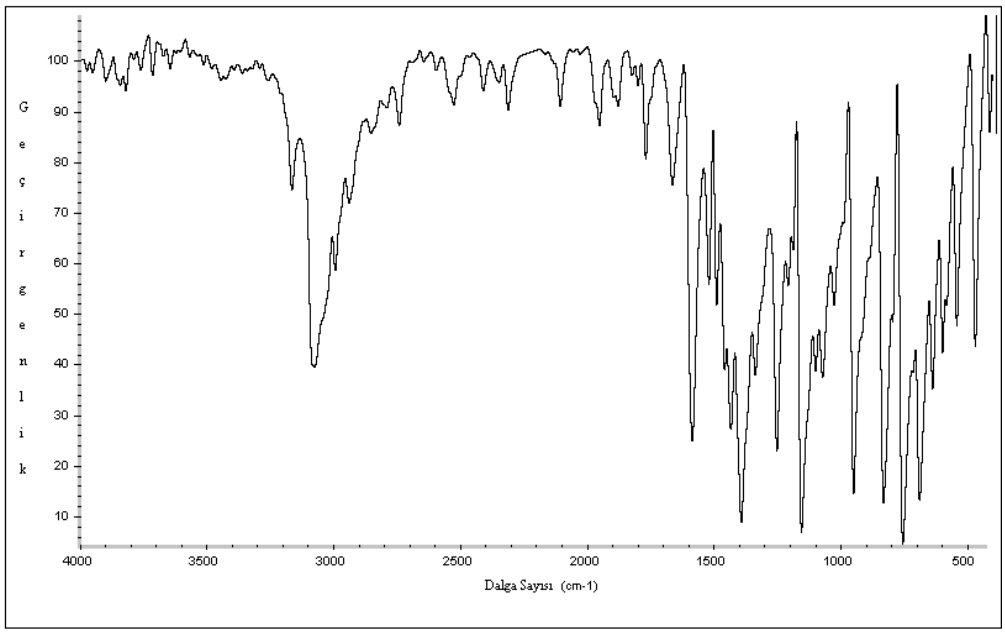
5.1.5. *C* –(5-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun yapısı



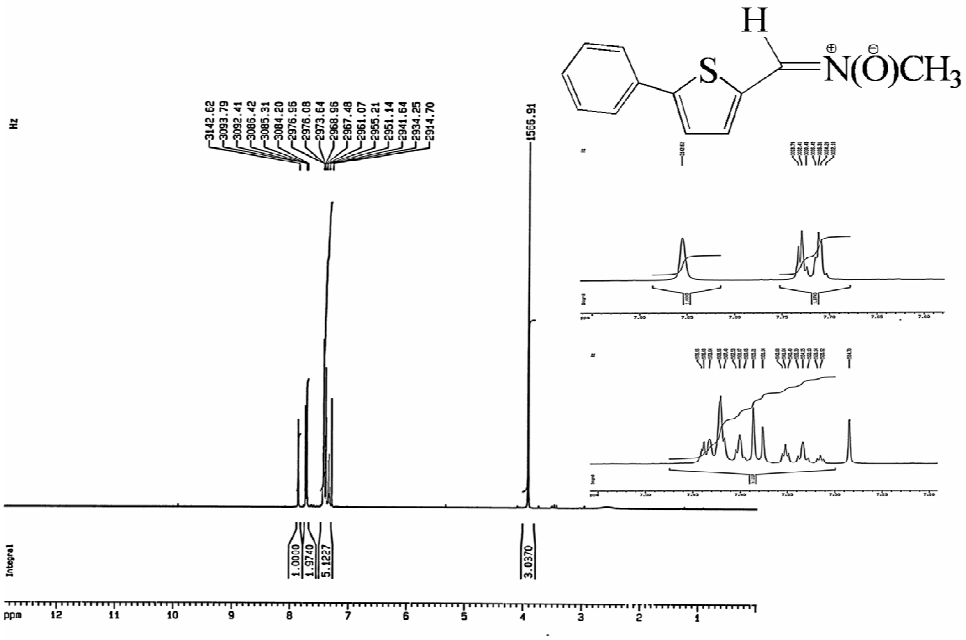
Bileşiğin KBr içinde alınan FT-IR spektrumunda 3075 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2994 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1585 cm^{-1} deki bant C=N gerilme titreşiminden, 1155 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 638 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,85 ppm'de C=N grubuna bağlı olan H'ne ait birli pik (Hc protonu), 7,73 ppm'de tiyofen halkasındaki Hb protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=1,37 Hz), 7,71 ppm'de tiyofen halkasına bağlı olan Ha protonuna ait ikili pik (J Ha-Hb=1,11 Hz), 7,31-7,44 ppm de benzen halkasındaki hidrojenlere ait çoklu pik (5H) görülmektedir. 3,91 ppm de N atomuna bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait tekli pik yeralmaktadır.

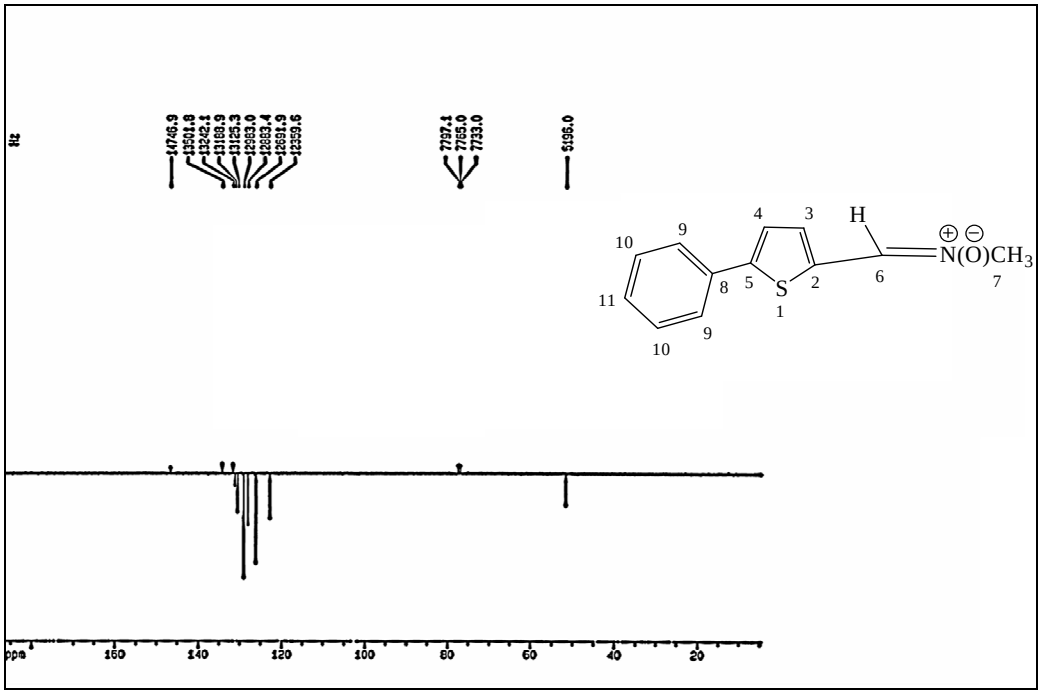
^{13}C APT-NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); negatif genlikte 52 ppm'de, (C7), 129 ppm'de (C4), 123-132 ppm aralığında (C3, C4, C9, C10, C11) karbonlarına ait pikler, pozitif genlikte ise 132 ppm'de (C8), 135 ppm'de (C5), 147 ppm'de (C2) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.15. *C*-(5-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT- IR spektrumu

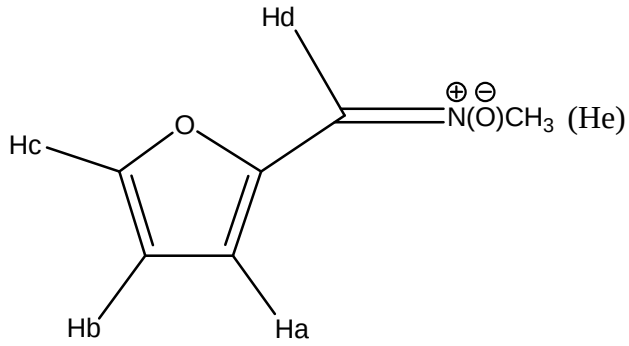


Şekil 5.16. *C*-(5-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.17. *C*-(5-Feniltiyofen-2-il)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR APT spektrumu

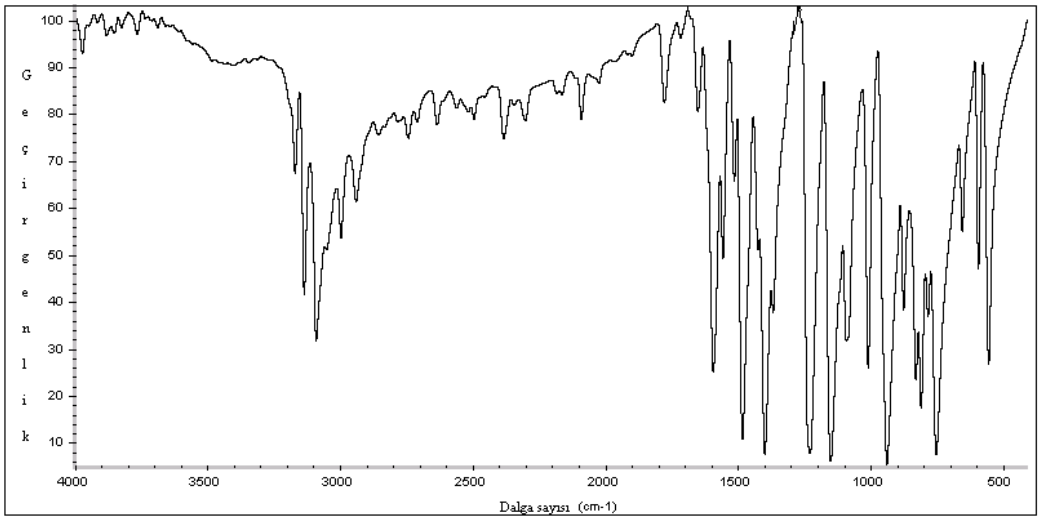
5.1.6. *C* –(2-Furil)-*N*-metil nitronun yapısı



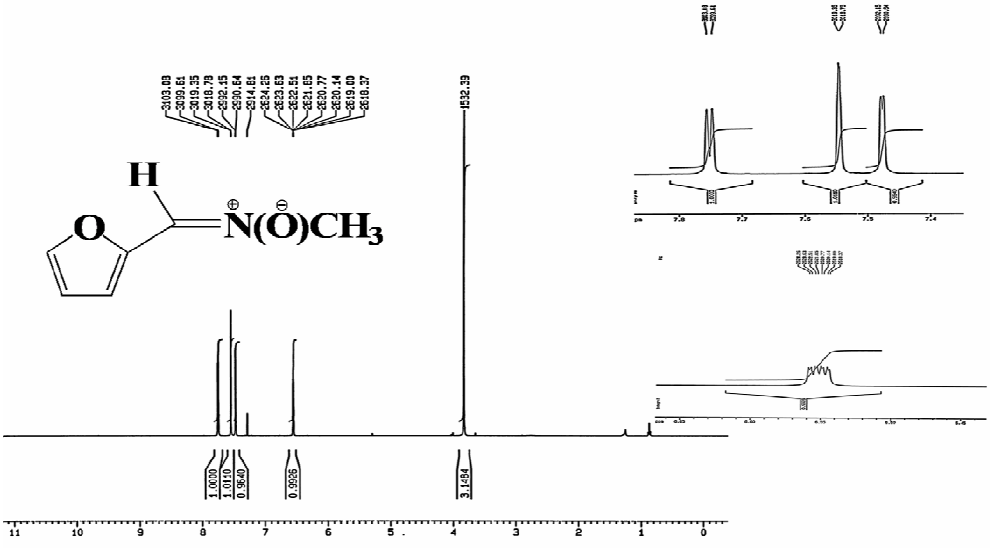
Bileşiğin KBr içinde alınan FT-IR spektrumunda 3093 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2988 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1593 cm^{-1} deki bant C=N gerilme titreşiminden, 1150 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 610 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,55 ppm'de C=N grubuna bağlı olan H'ne ait pik (Hd protonu), 7,75 ppm'de furan halkasındaki Hc protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc= 3,47 Hz), 7,48 ppm'de furan halkasına bağlı olan Ha protonuna ait ikili pik, 6,50 ppm de furan halkasındaki Hb protonuna ait olan çoklu pik görülmektedir. 3,83 ppm de N atomuna bağlı CH_3 grunundaki H'lere ait birli pik yeralmaktadır.

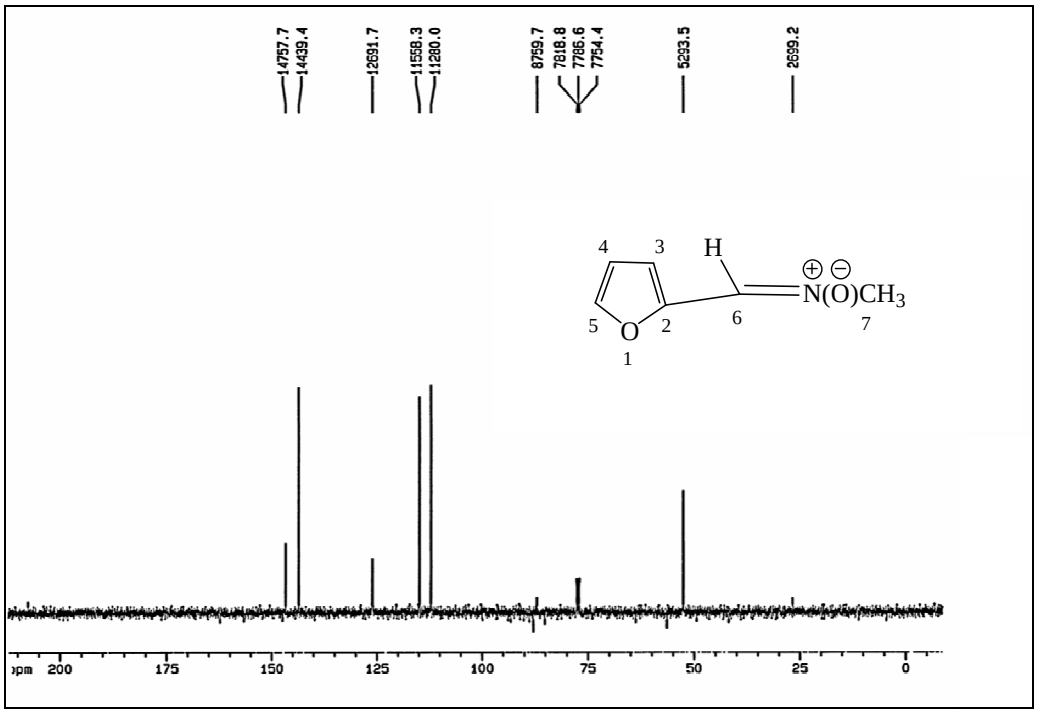
^{13}C NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 147 ppm'de (C2), 144 ppm'de, (C6),127 ppm'de (C5), 116 ppm'de (C3), 113 ppm'de (C4), 53 ppm'de (C7) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.18. *C*-(2-Furil)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT- IR spektrumu

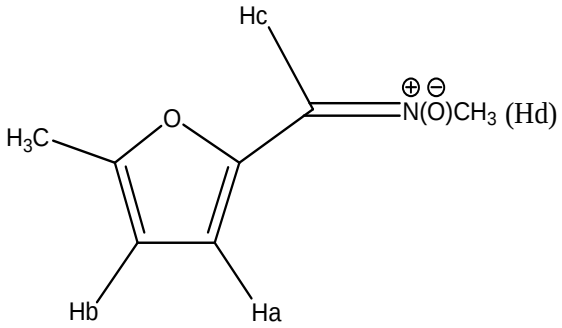


Şekil 5.19. *C*-(2-Furil)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.20. *C*-(2-Furil)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR spektrumu

5.1.7. *C* –(5-Metil-2-furil)-*N*-metil nitronun yapısı

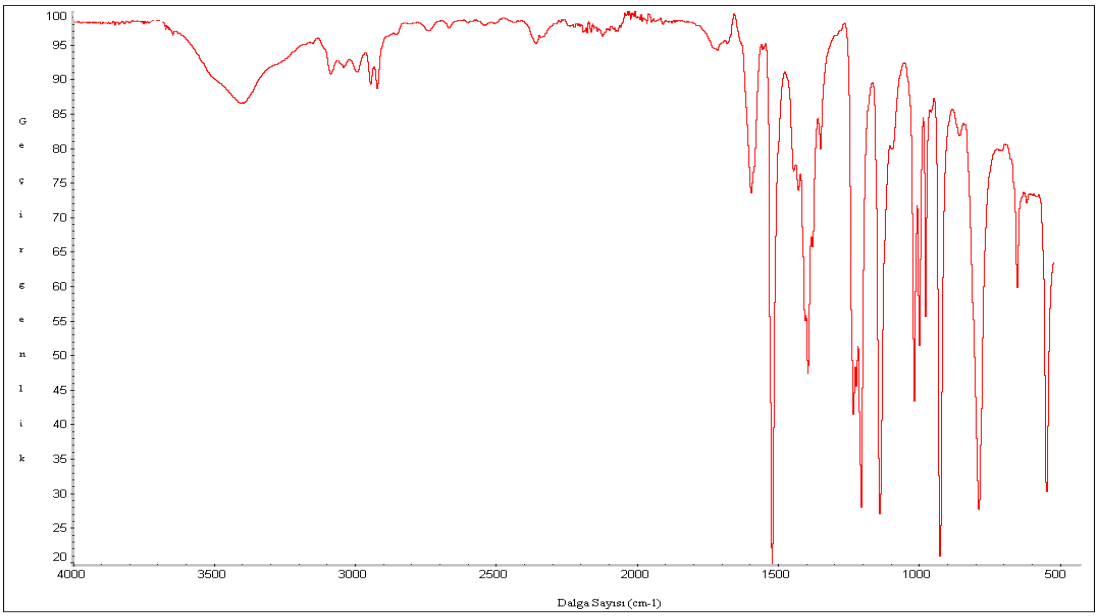


Bileşiğin KBr içinde alınan FT-IR spektrumunda 3088 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2995 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1597 cm^{-1} deki bant C=N gerilme titreşiminden, 1140 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 620 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

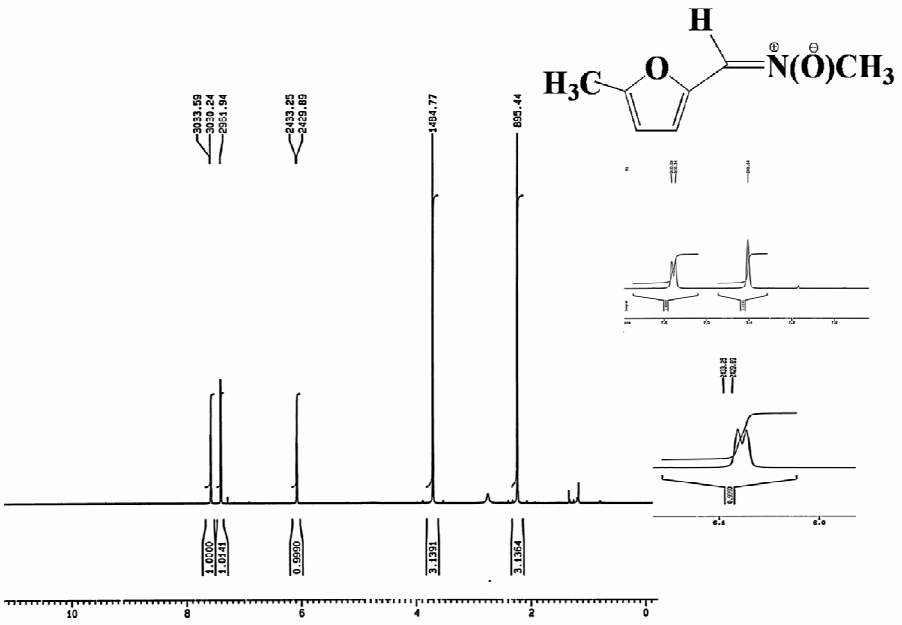
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,40 ppm'de C=N grubuna bağlı olan H'ne ait pik (Hc protonu), 7,58 ppm'de furan halkasındaki Ha protonuna

ait ikili pik (J Hb-Ha= 3,35 Hz), 6,09 ppm'de furan halkasına bağlı olan Hb protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=3,36 Hz), 2,30 ppm de furan halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan tekli pik görülmektedir. 3,80 ppm de N atomuna bağlı CH_3 grunundaki H'lere ait tekli pik yeralmaktadır.

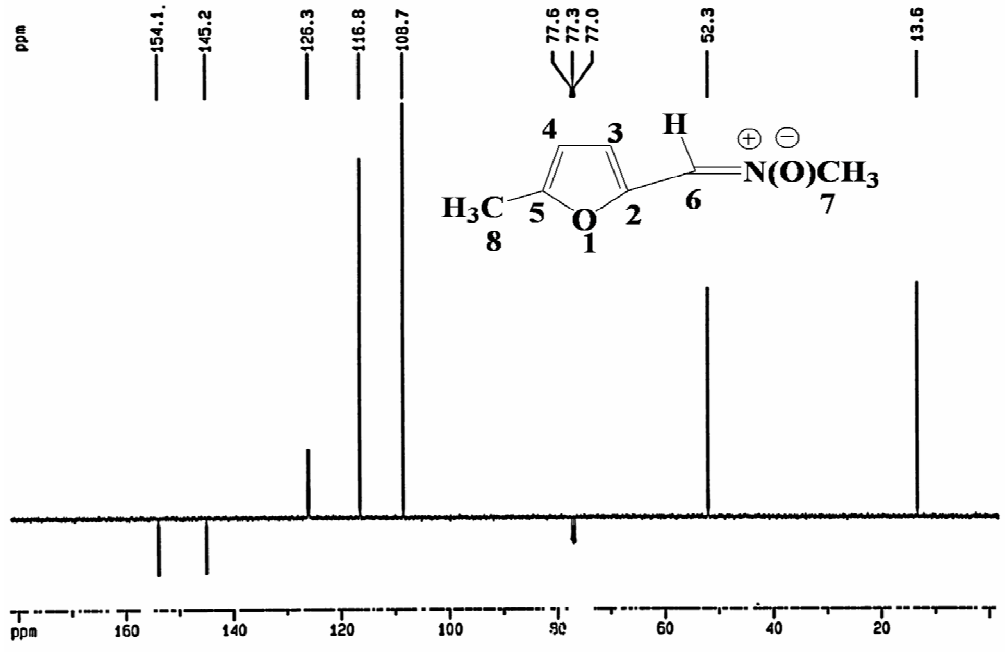
^{13}C APT-NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); pozitif genlikte; 14 ppm'de (C8), 52 ppm'de (C7), 126 ppm'de (C6), 116 ppm'de (C3), 108 ppm'de (C4), negatif genlikte ise; 154 ppm'de (C2), 145 ppm'de (C5) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.21. *C*-(5-Metil2-Furil)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT-IR spektrumu

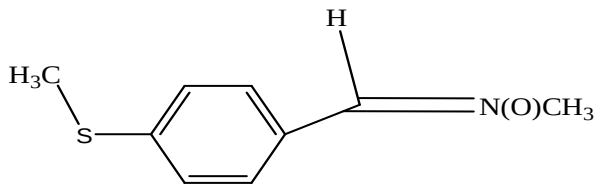


Şekil 5.22. *C*-(5-Metil-2-furil)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.23. *C*-(5-Metil-2-furil)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR APT spektrumu

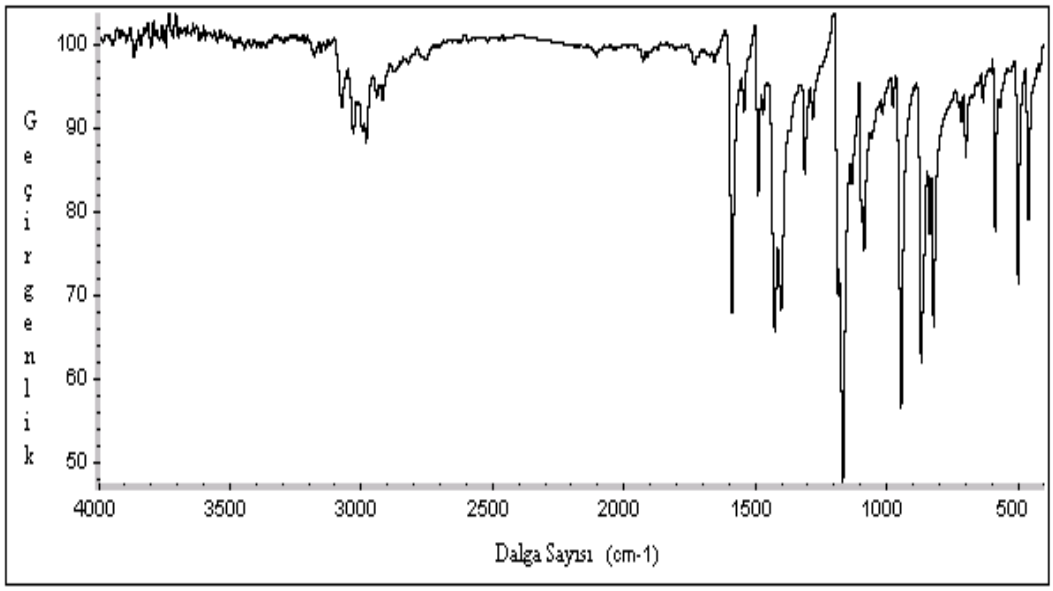
5.1.8. *C*- [4-(Metiltiyo) fenil]-*N*-metil nitronun yapısı



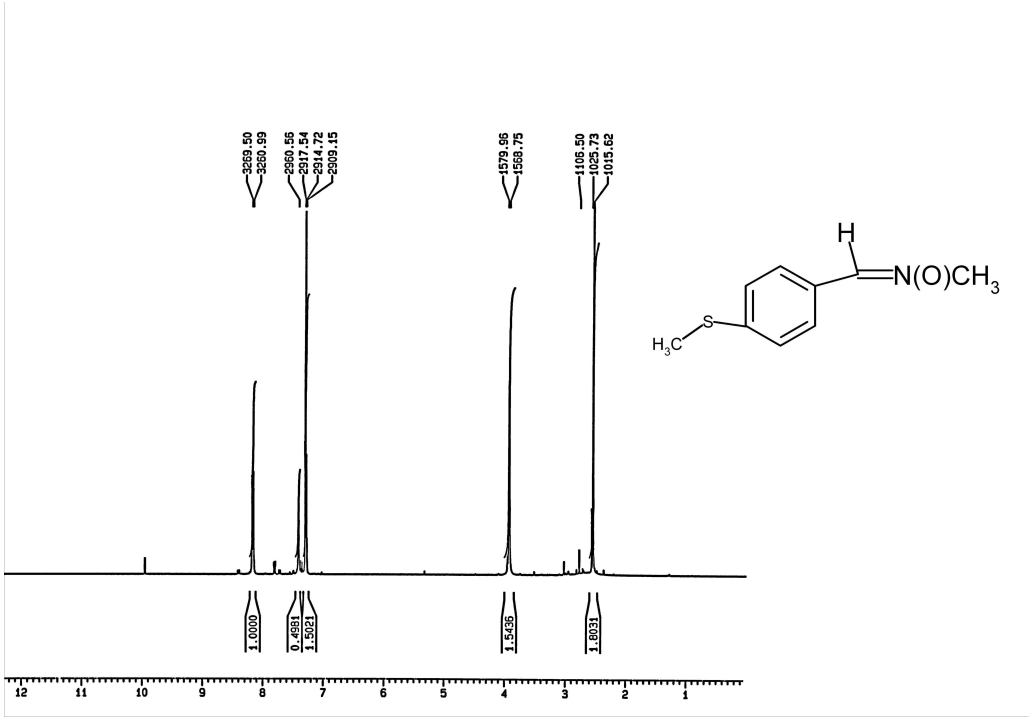
Bileşiğin KBr içinde alınan FT-IR spektrumunda 3030 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2981 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden,1588 cm^{-1} deki bant C=N gerilme titreşiminden, 1165 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 586 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,20-8,20 ppm'de C=N grubuna bağlı olan hidrojene ve benzen halkasındaki hidrojenlere ait çoklu pik görülmektedir. 3,91 ppm de N atomuna bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik ve 2,60 ppm de S atomuna bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait pik yeralmaktadır. Bileşiğin kütle spektrumunda moleküler iyon piki M^+ (m/z) 183 de görülmektedir.

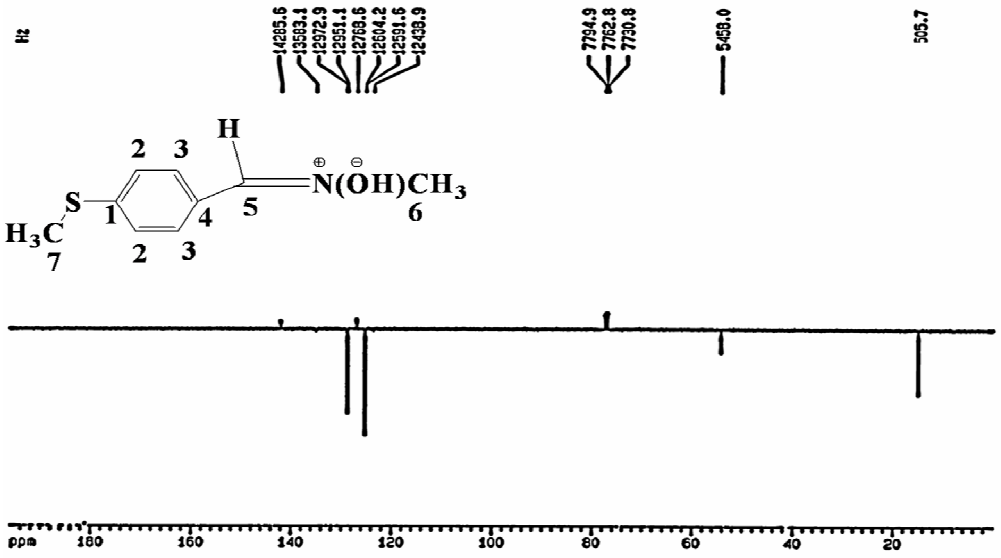
^{13}C APT-NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); negatif genlikte; 15 ppm'de (C7), 52 ppm'de, (C6), 136 ppm'de (C5), 129 ppm'de (C3), 126 ppm'de (C2), pozitif genlikte ise; 142 ppm'de (C4), 127 ppm'de (C1) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



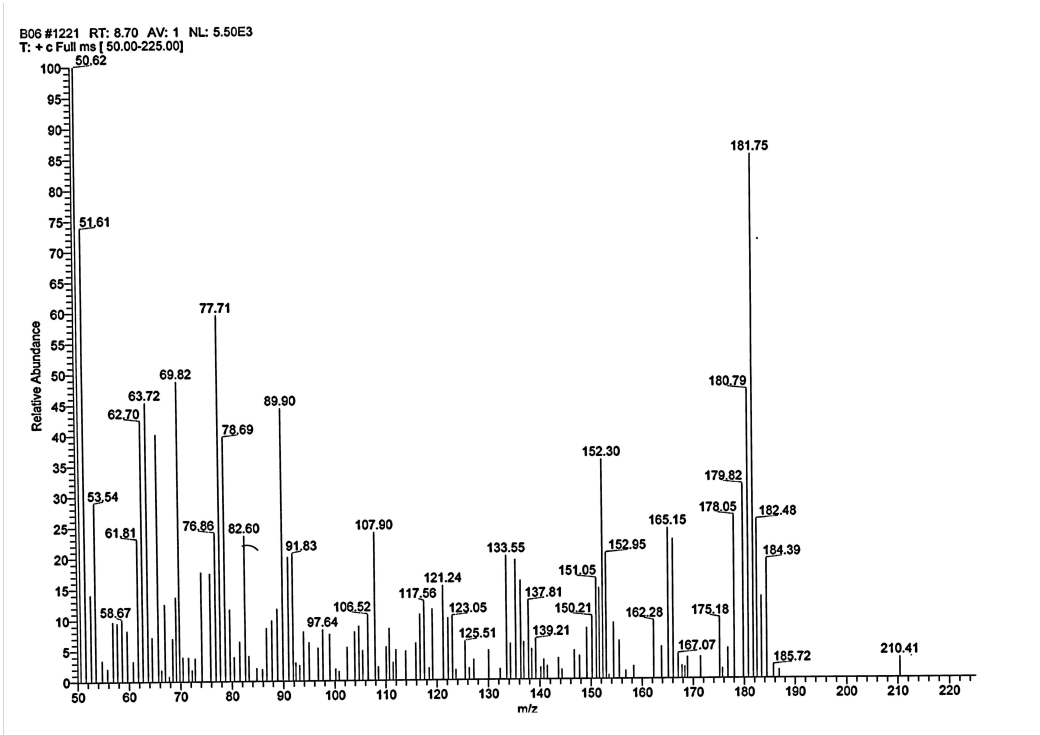
Şekil 5.24. *C*-[4-(Metiltiyo)fenil]-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT-IR spektrumu



Şekil 5.25. *C*-[4-(Metiltiyo) fenil]-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu

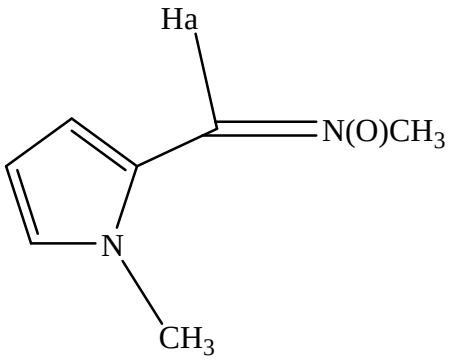


Şekil 5.26. *C*-[4-(Metiltiyo) fenil]-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR APT spektrumu



Şekil 5.27. *C*-[4-(Metiltiyo) fenil]-*N*-metil nitronun GC-MS spektrumu

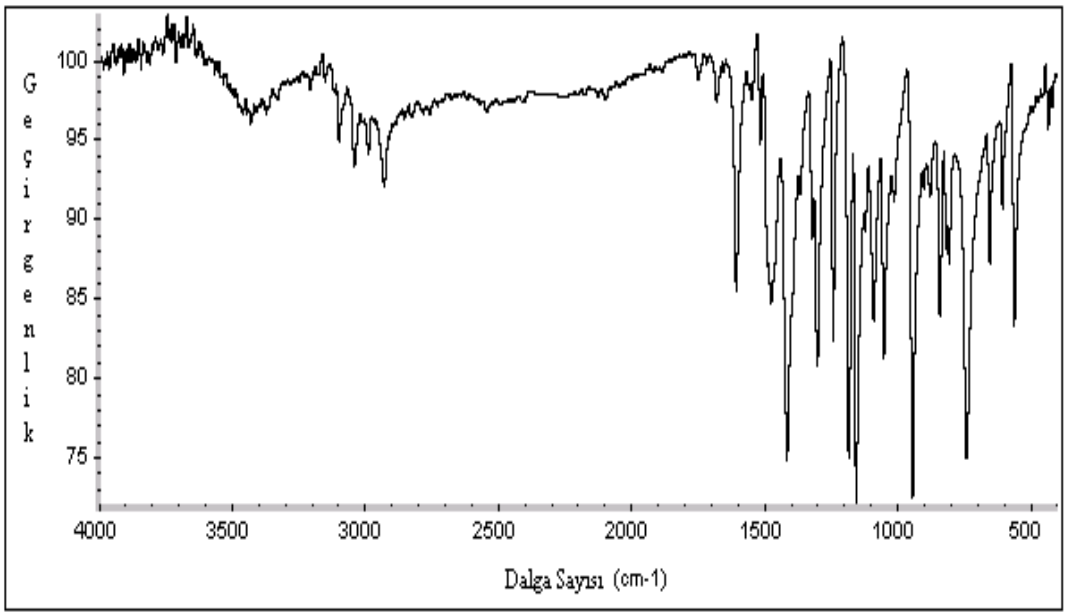
5.1.9. *C*-(1-Metil-1H-pirol-2-il)-*N*-metil nitronun yapısı



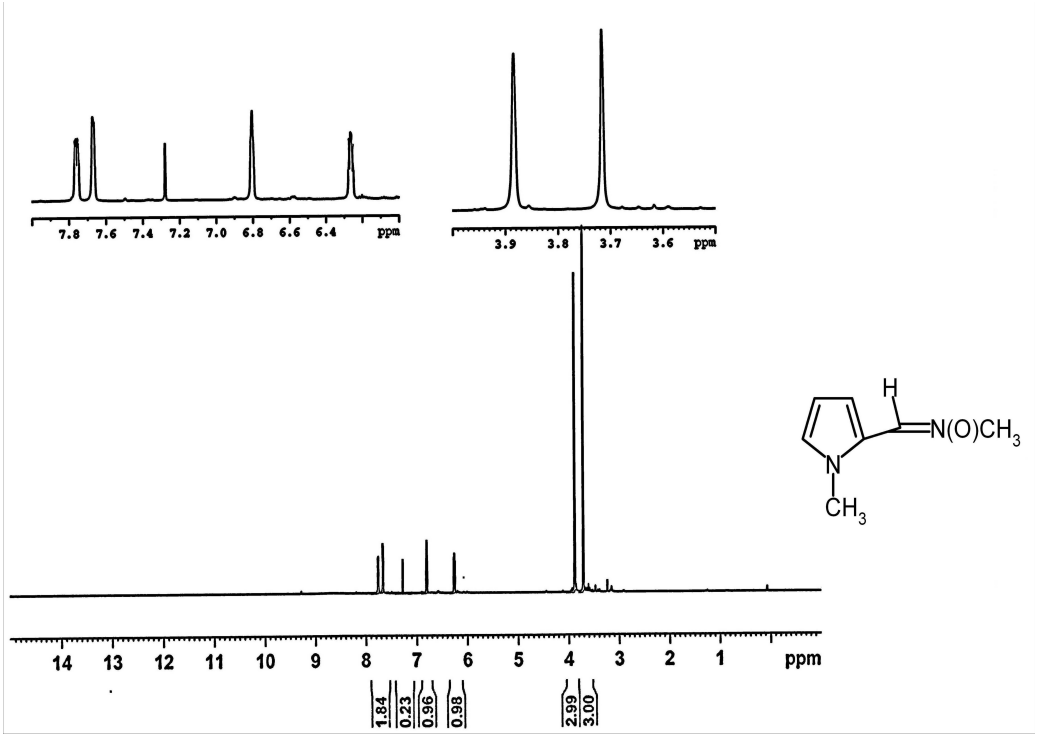
Bileşiğin KBr içinde alınan FT-IR spektrumunda 3042 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2989 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1605 cm^{-1} deki bant C=N gerilme titreşiminden, 1155 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 561 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,30-7,80 ppm'de C=N grubuna bağlı olan hidrojen (Ha) ve pirol halkasındaki hidrojenlere ait pikler (4H) görülmektedir. 3,90 ppm de C=N grubuna bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik yeralmaktadır. 3,70 ppm de pirol halkasındaki azota bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik yer almaktadır.

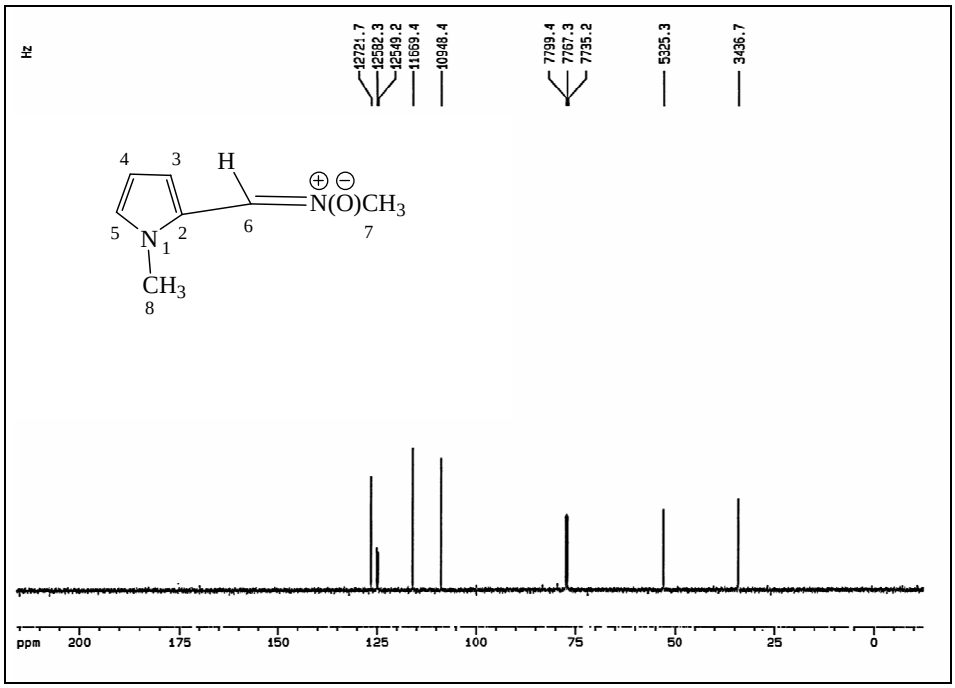
^{13}C NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 127 ppm'de (C2), 126 ppm'de, (C6),125 ppm'de (C5), 117 ppm'de (C3), 109 ppm'de (C4), 53 ppm'de (C7), 34 ppm'de ise (C8) karbonuna ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.28. *C*-(1-Metil-1H-pirol)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT-IR spektrumu

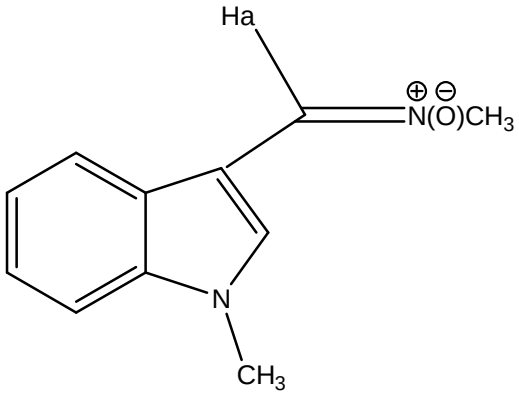


Şekil 5.29. *C*-(1-Metil-1H-pirol)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.30. *C*-(1-Metil-1H-pirol)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR spektrumu

5.1.10. *C* -(1-Metil-1H-indol-3-il)-*N*-metil nitronun yapısı

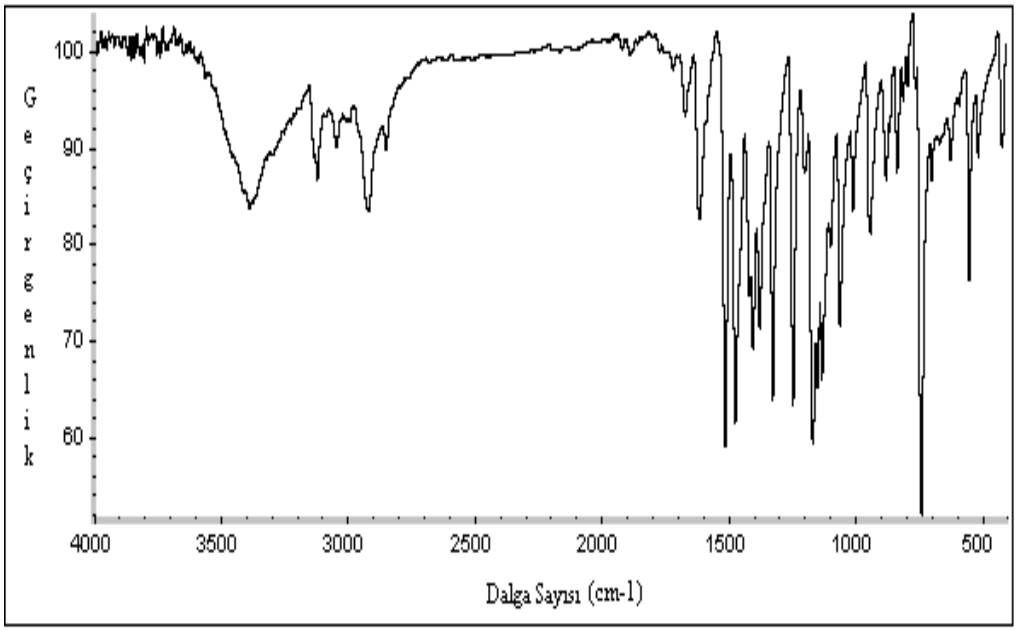


Bileşiğin KBr içinde alınan FT-IR spektrumunda 3047 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2970 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1515 cm^{-1} deki bant C=N gerilme titreşiminden, 1168 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 553 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

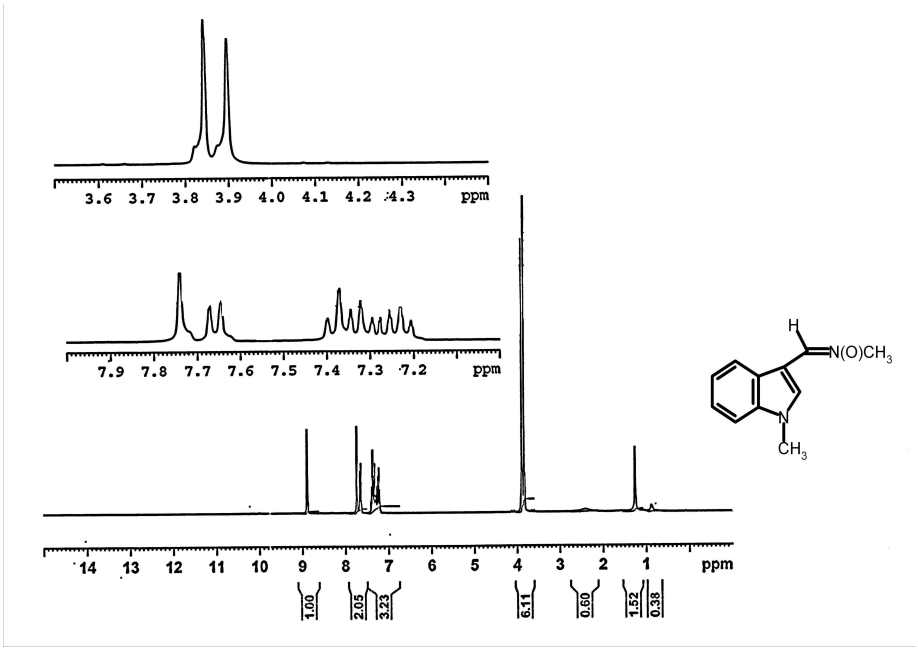
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 8,80 ppm'de C=N grubuna bağlı olan H'ne ait tekli pik (Ha protonu), 7,10-7,80 ppm'de indol halkasındaki ve

aromatik halkadaki protonlara ait çoklu pik görülmektedir (5H). 3,90 ppm de C=N grubuna bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik ve 3,80 ppm de indol halkasındaki N atomuna bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik yeralmaktadır.

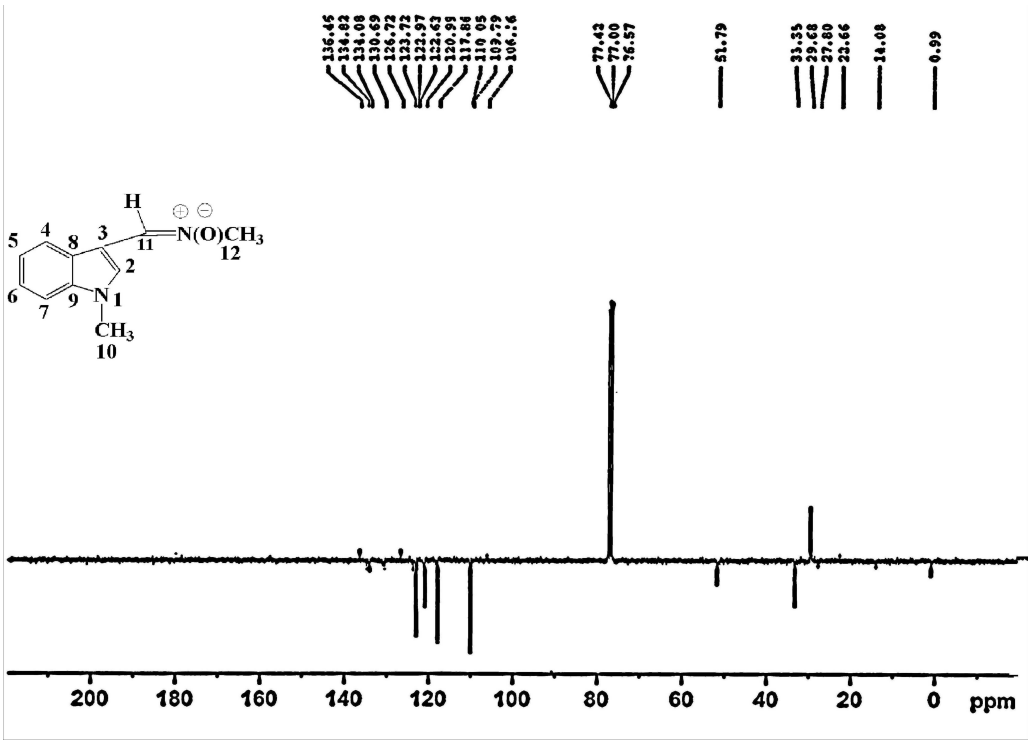
^{13}C APT-NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); negatif genlikte; 33 ppm'de (C10), 51,8 ppm'de, (C12), 110-126 ppm aralığında (C4, C5, C6, C7) karbonlarına ait pikler, 134 ppm'de (C2), 126 ppm'de (C11), pozitif genlikte ise; 136 ppm'de (C8), 134 ppm'de (C9), 106 ppm'de ise (C3) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.31. *C*-(1-Metil-1H-indol-3-il)-*N*-metil nitronun KBr içinde alınan FT- IR spektrumu



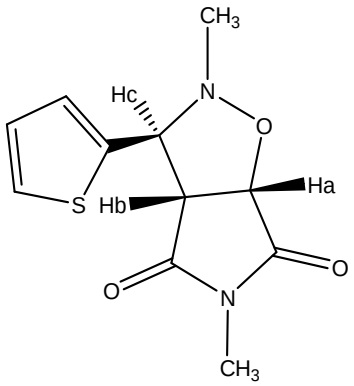
Şekil 5.32. *C*-(1-Metil-1H-indol-3-il)-*N*-metil nitronun ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.33. *C*-(1-Metil-1H-indol-3-il)-*N*-metil nitronun ^{13}C-NMR APT spektrumu

5.2. Nitronlarla *N*-Metil Maleimitin 1,3-Dipolar Siklokatılma Tepkimeleri Sonucunda Oluşan Bileşiklerin Yapıları

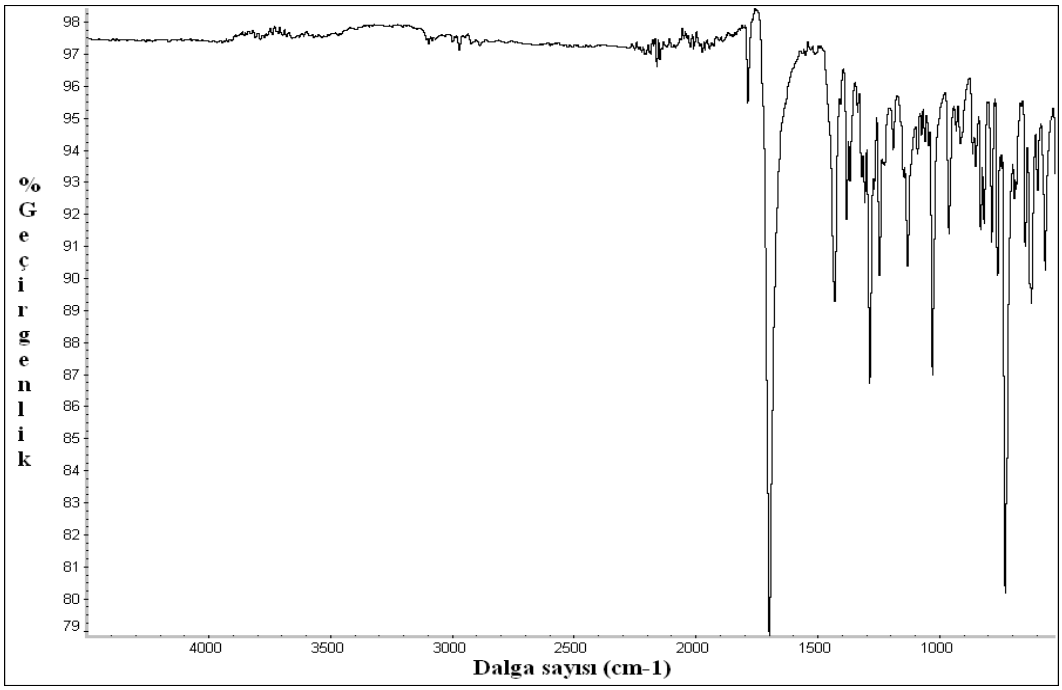
5.2.1. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı



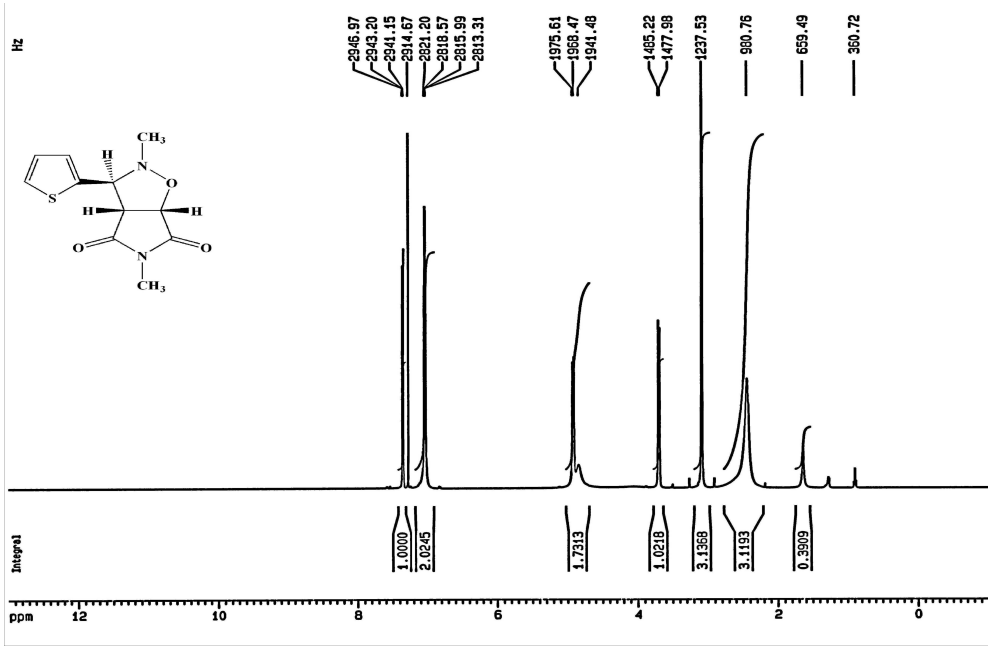
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3080 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2973 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1700 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1190 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 586 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,0-7,4 ppm'de tiyofen halkasındaki H'lere ait olan çoklu pik yeralmaktadır. 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J=7,14 Hz), 4,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait yayvan birli pik, 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait ikili pik (J=7,24 Hz) yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,5 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

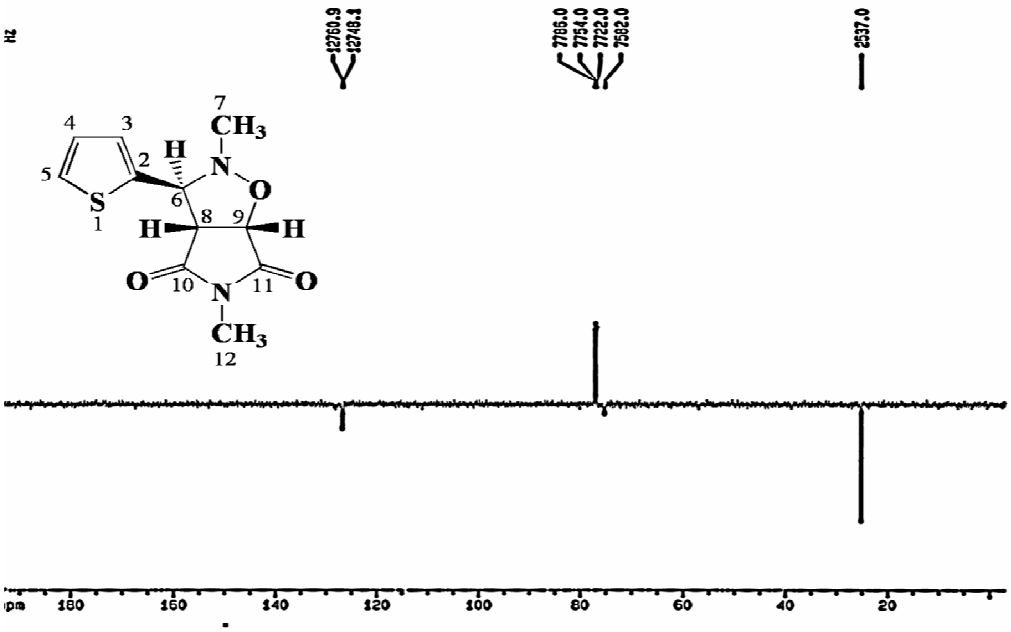
Bileşiğin kütle spektrumunda moleküler iyon piki $M\text{-}H^+$ (m/z) 253'de görülmektedir.



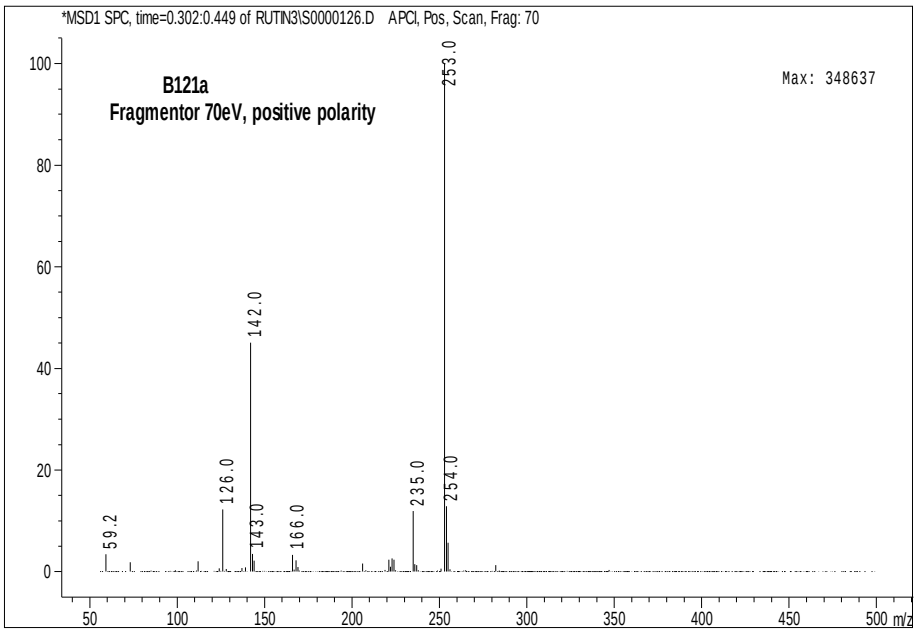
Şekil 5.34. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu



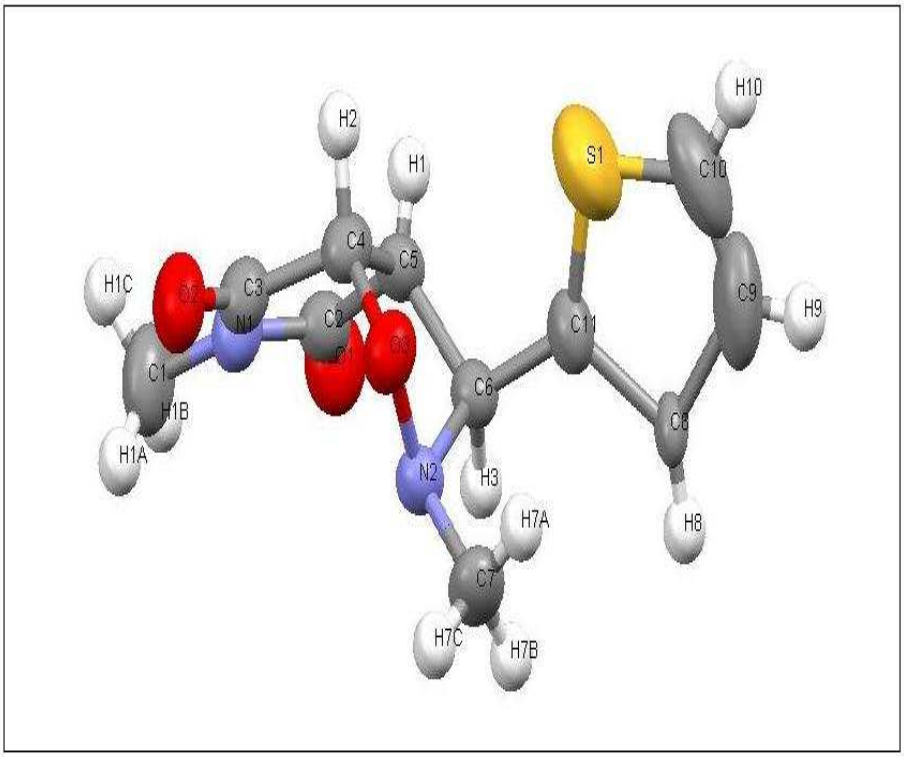
Şekil 5.35. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.36. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu

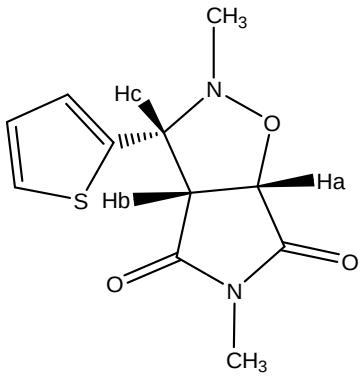


Şekil 5.37. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) LC-MS spektrumu



Şekil 5.38. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) X-Ray difraktometre cihazıyla yapılan tek kristal analizi

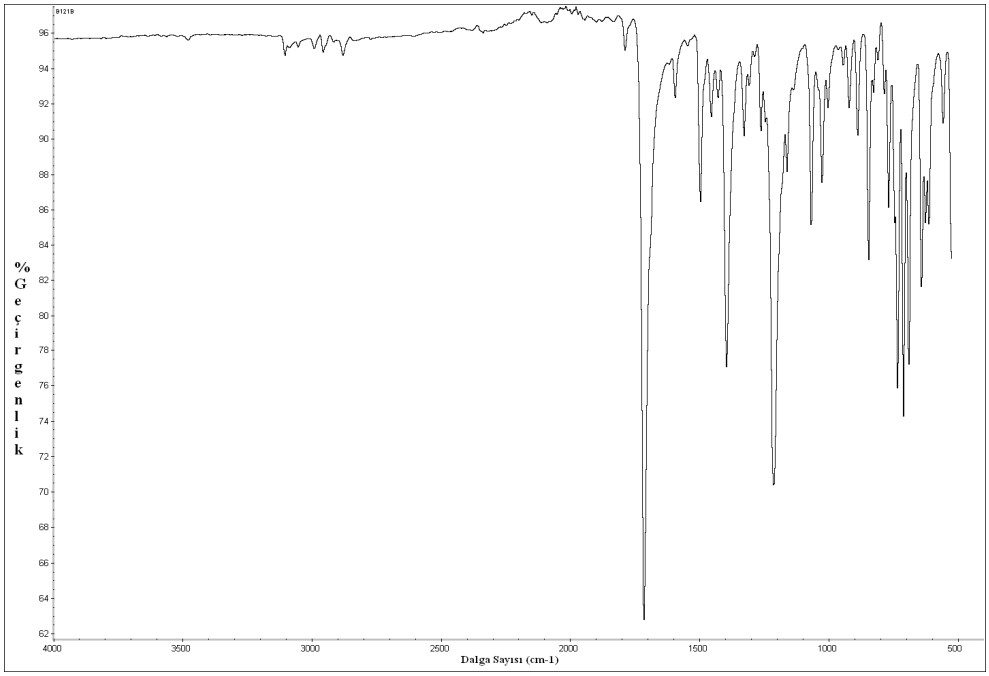
5.2.2. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı



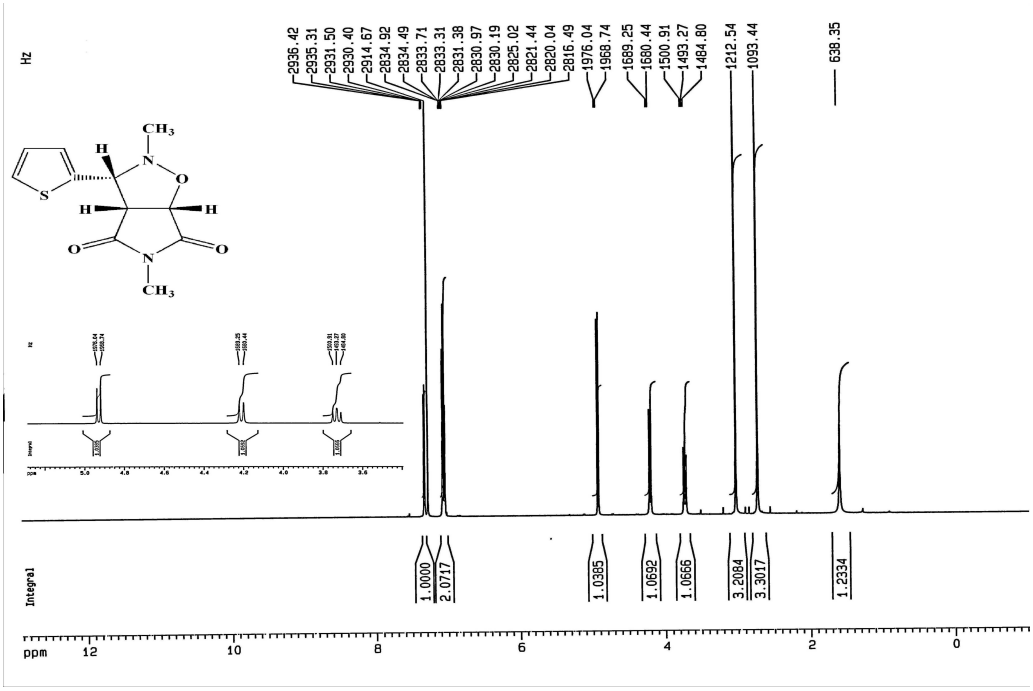
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3100 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2973 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1714 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1190 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 567 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,0-7,4 ppm'de tiyofen halkasındaki protonlara ait çoklu pik görülmektedir (3H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,3 Hz), 4,2 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,81 Hz), 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,64 Hz, J Hc-Hb= 8,47 Hz) yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

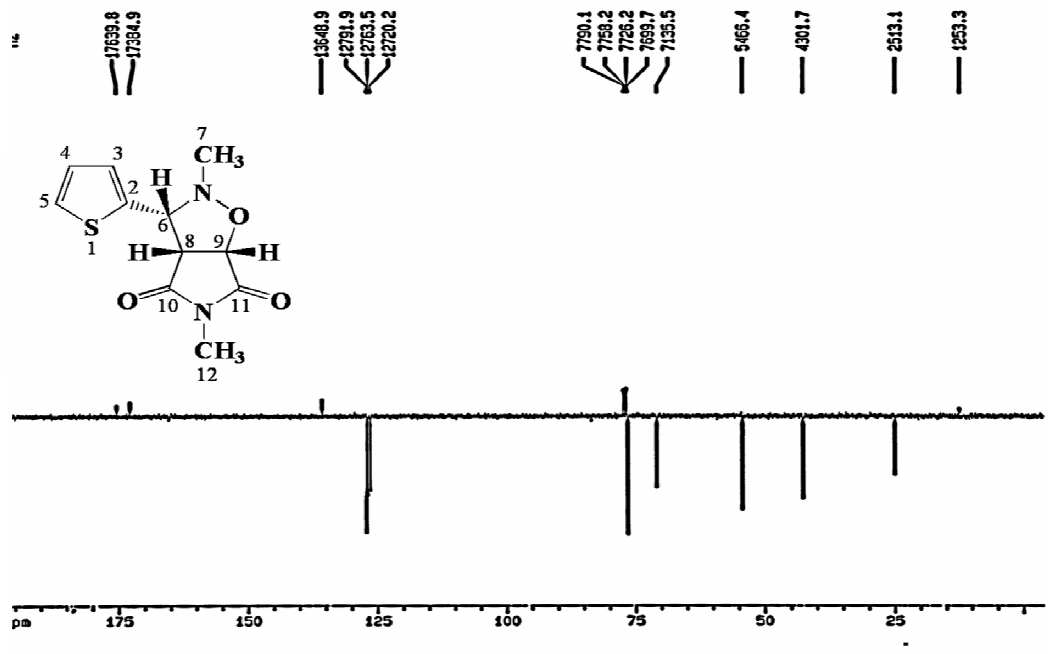
Bileşiğin kütle spektrumunda moleküler iyon piki M-H^+ (m/z) 253 de görülmektedir. ^{13}C APT-NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); negatif genlikte; 25 ppm'de (C12), 43 ppm'de, (C7), 77 ppm'de (C9), 71,35 ppm'de (C8), 54 ppm'de (C6), 127,0-127,9 ppm aralığında (C3, C4, C5) karbonlarına ait pikler, pozitifgenlikte ise; 136 ppm'de (C2), 176 ppm'de (C11), 173 ppm'de (C10), karbonlarına ait pikler görülmektedir.



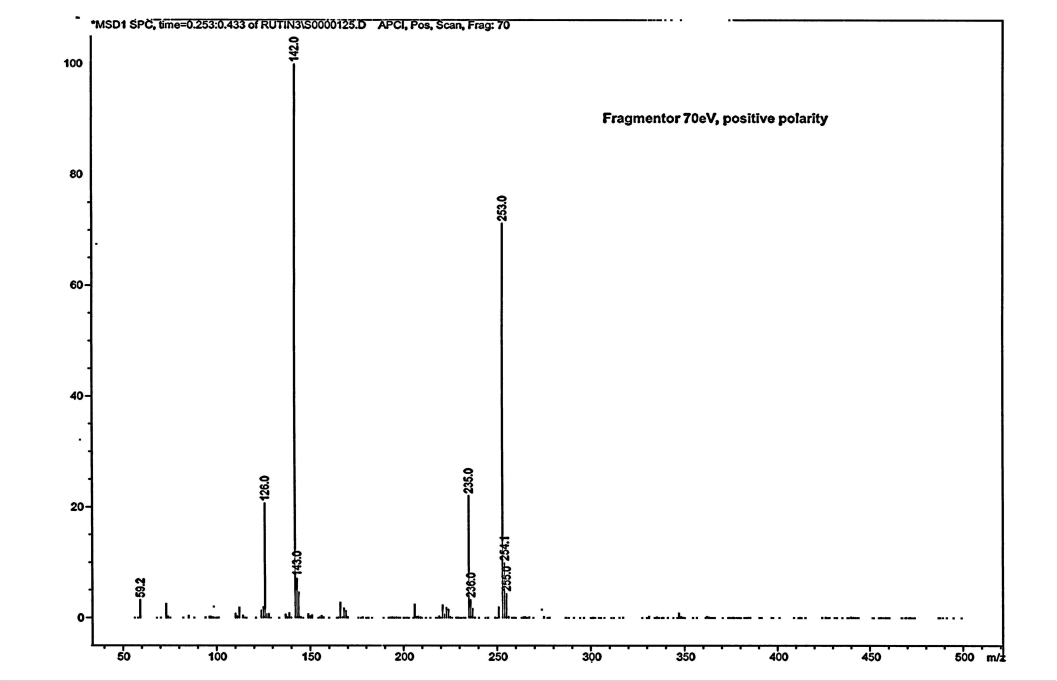
Şekil 5.39. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu



Şekil 5.40. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu

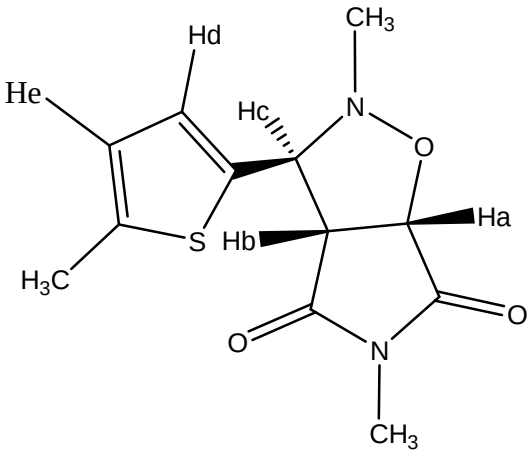


Şekil 5.41. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu



Şekil 5.42. 2,5-Dimetil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) LC-MS spektrumu

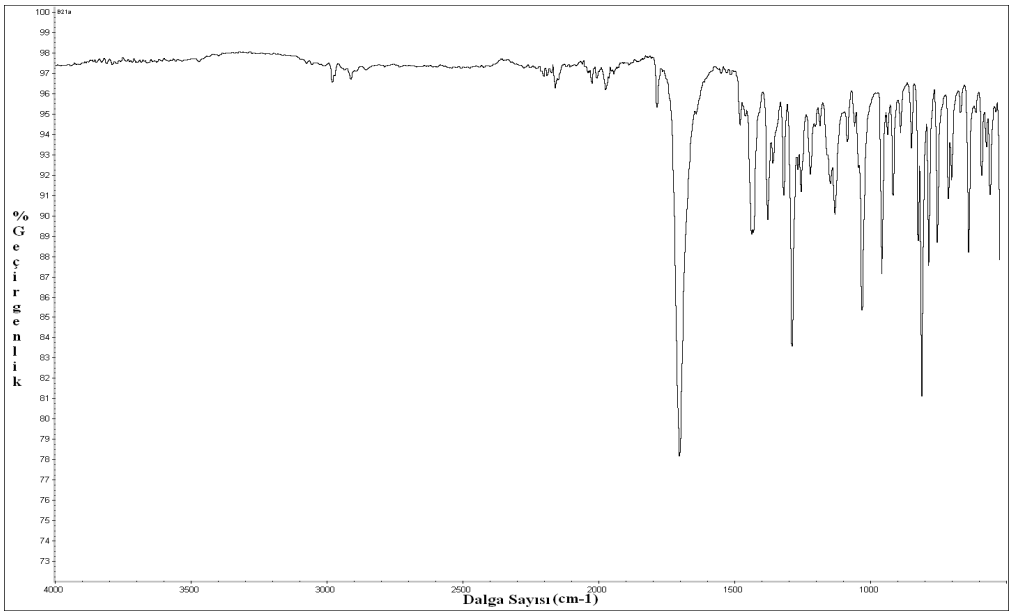
5.2.3. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı



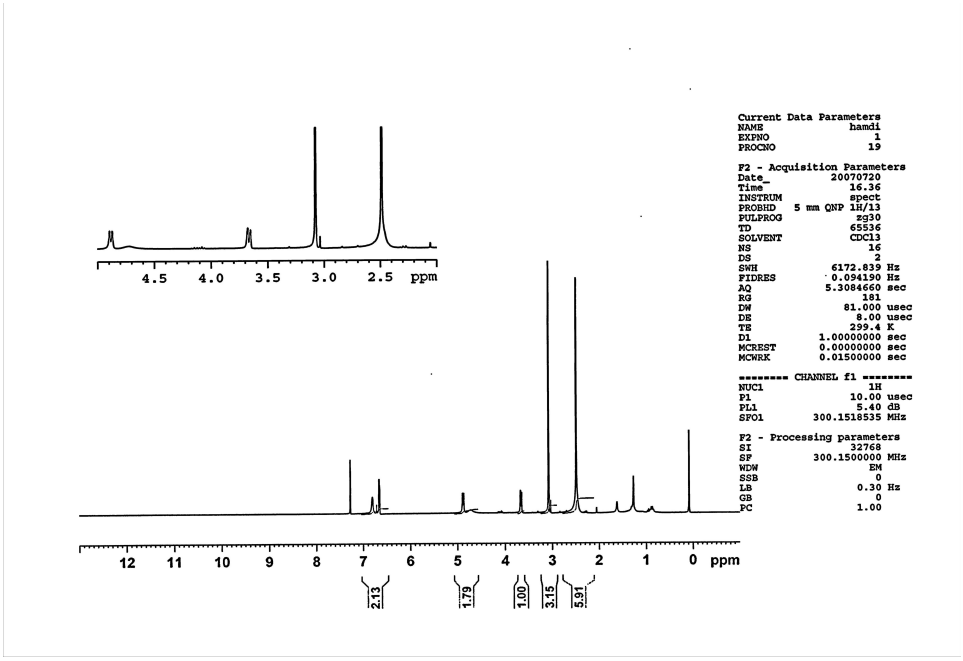
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3020 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2980 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1704 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1185 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 590 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,5-6,9 ppm'de tiyofen halkasındaki protonlara ait çoklu pik görülmektedir (2H). 4,8-5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik, 4,5-4,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait yayvan birli pik, 3,6-3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait ikili pik yeralmaktadır. 3,0 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,4 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

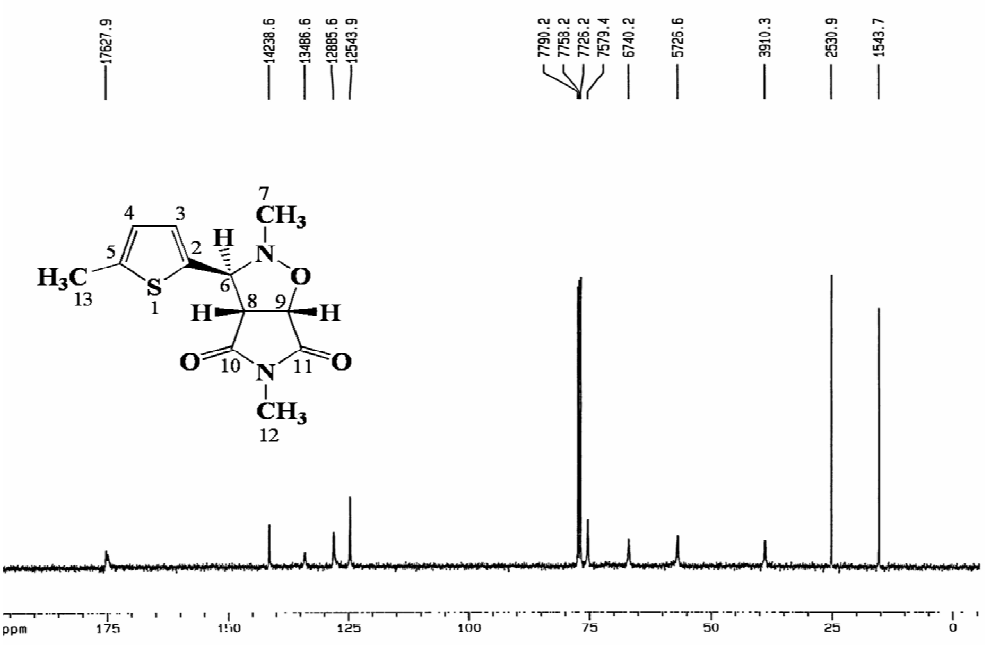
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 15 ppm'de (C13), 25 ppm'de, (C12), 39 ppm'de (C7), 57 ppm'de (C6), 67 ppm'de (C8), 75 ppm'de (C9), 125-142 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5) karbonlarına ait pikler, 176 ppm'de (C10) karbonuna ait pik görülmektedir.



Şekil 5.43. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

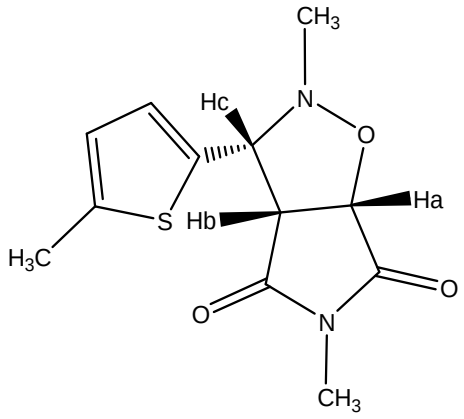


Şekil 5.44. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



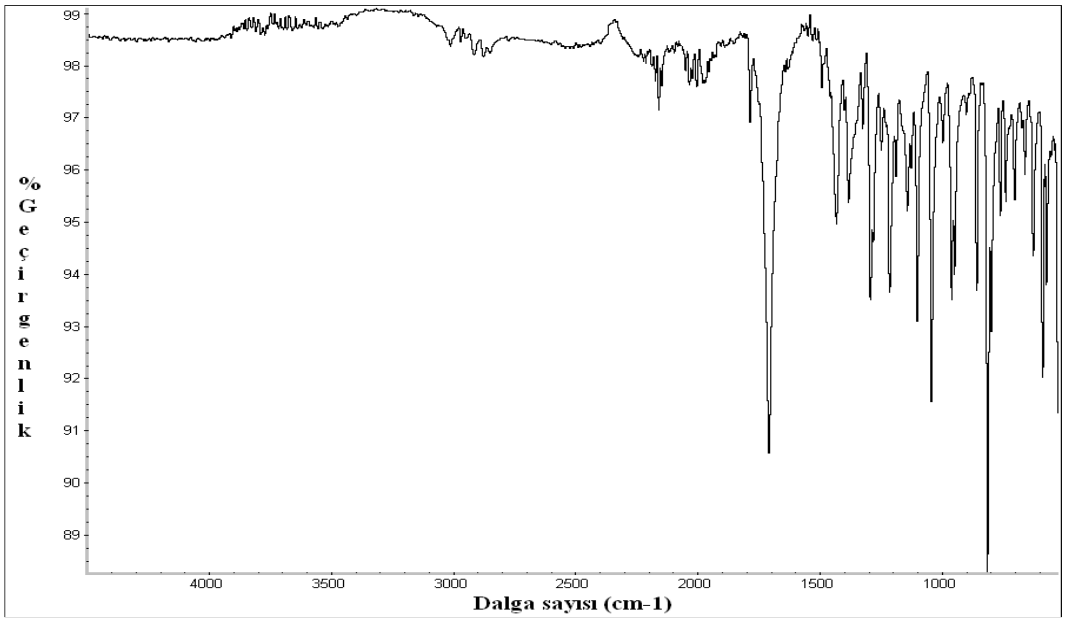
Şekil 5.45. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.2.4. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı

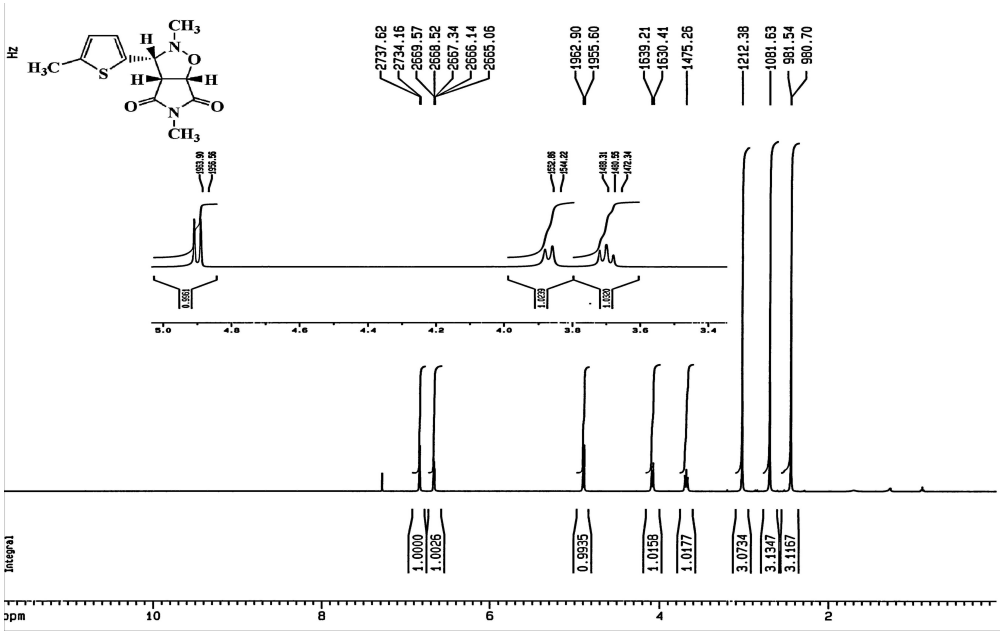


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3029 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2967 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1707 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1190 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 591 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,6-6,9 ppm'de tiyofen halkasındaki protonlara ait çoklu pik görülmektedir (2H). 4,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,3 Hz), 4,1 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,8 Hz), 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,76 Hz, J Hc-Hb= 8,31 Hz) yeralmaktadır. 3,0 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,4 ppm'de ise tiyofen halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait pikler görülmektedir.

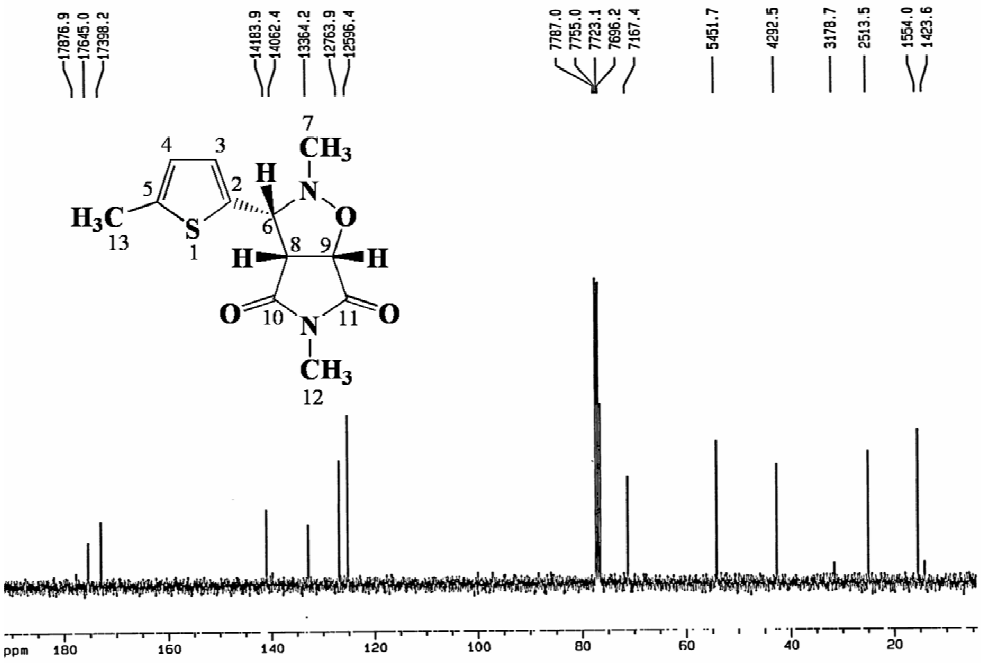
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 15 ppm'de (C13), 25 ppm'de (C12), 42 ppm'de (C7), 54 ppm'de (C6), 71 ppm'de (C8), 77 ppm'de (C9), 126 -142 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5) karbonlarına ait pikler, 176 ppm'de (C11), 174 ppm'de (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.46. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

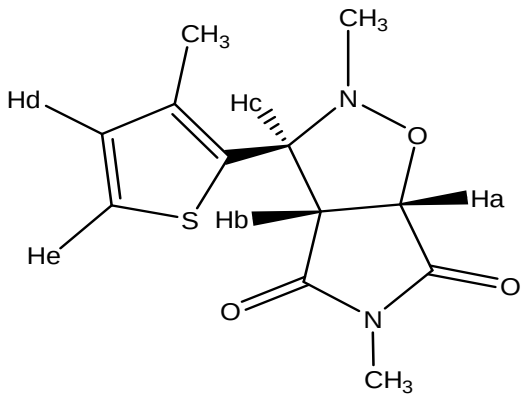


Şekil 5.47. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



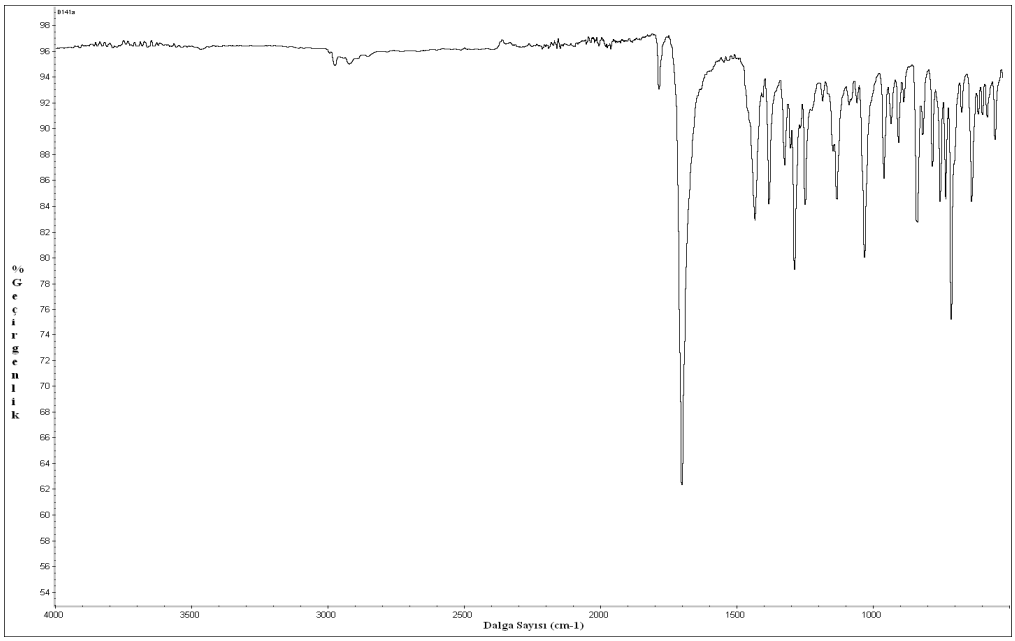
Şekil 5.48. 2,5-Dimetil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.2.5. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı

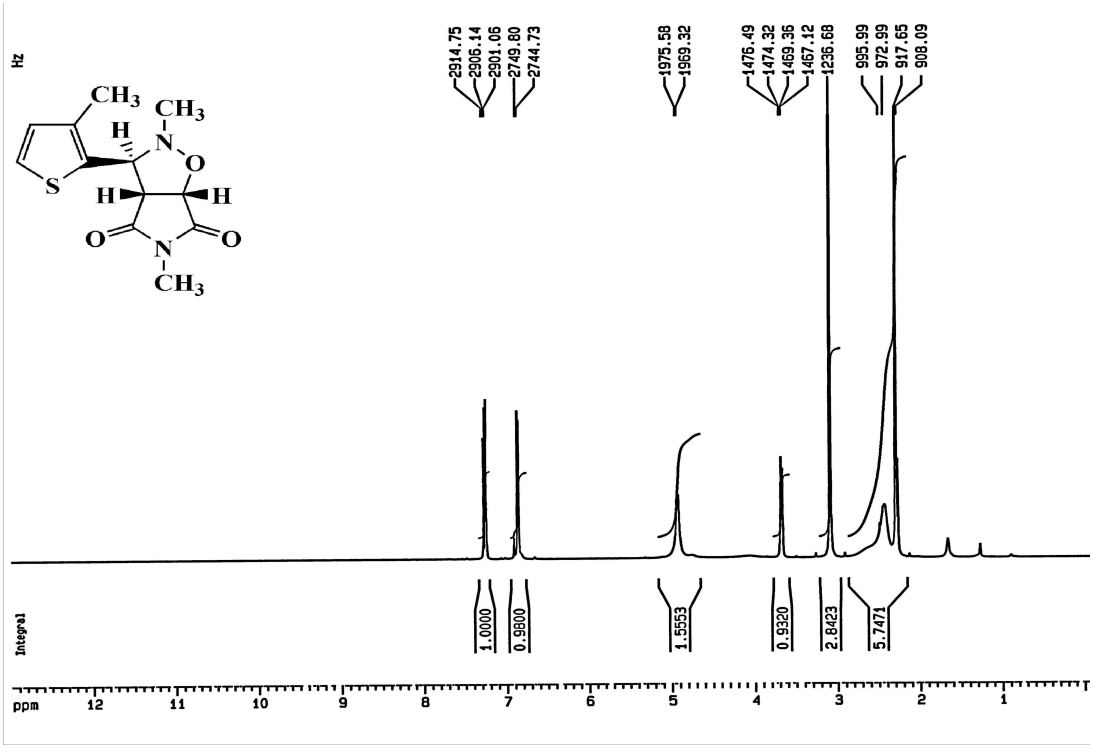


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3101 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2973 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1714 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1191 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 567 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

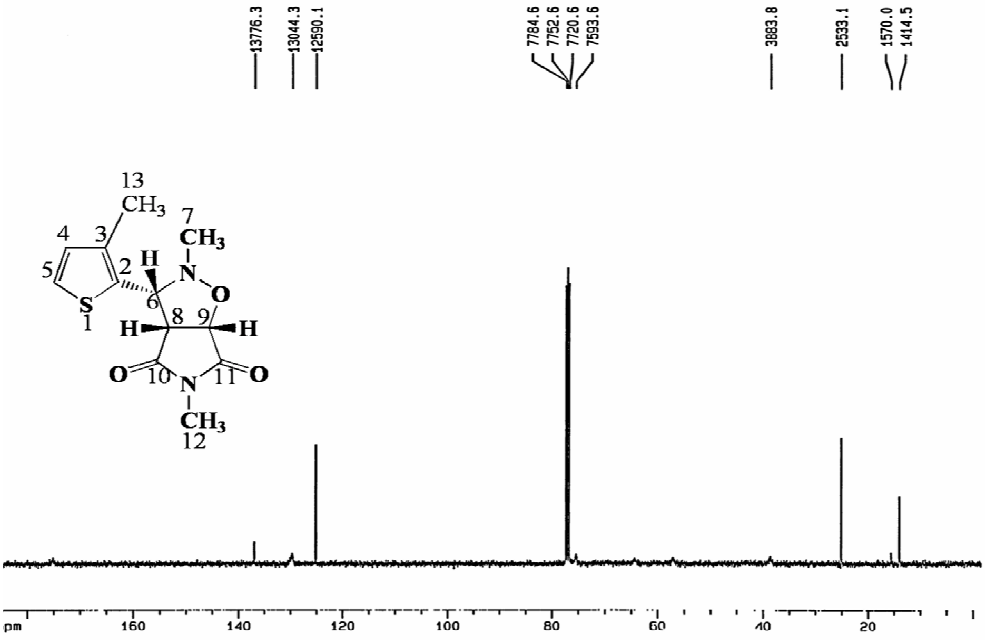
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,2-7,3 ppm'de tiyofen halkasındaki He protonuna ait ikili pik (J=5,08 Hz), 6,8 ppm'de Hd protonuna ait ikili pik (J= 5,07 Hz) görülmektedir. 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı Ha ve Hc protonlarına ait ikili pik (2H), 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait çoklu pik yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,4 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,3 ppm'de tiyofen halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.49. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

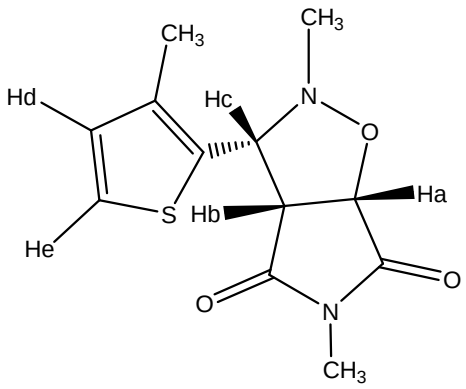


Şekil 5.50. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



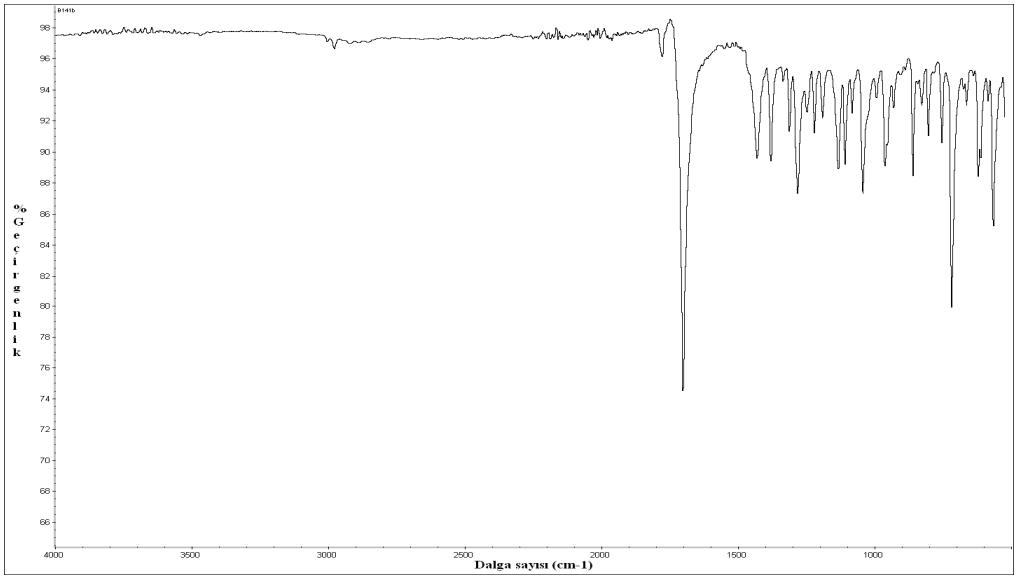
Şekil 5.51. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.2.6. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı

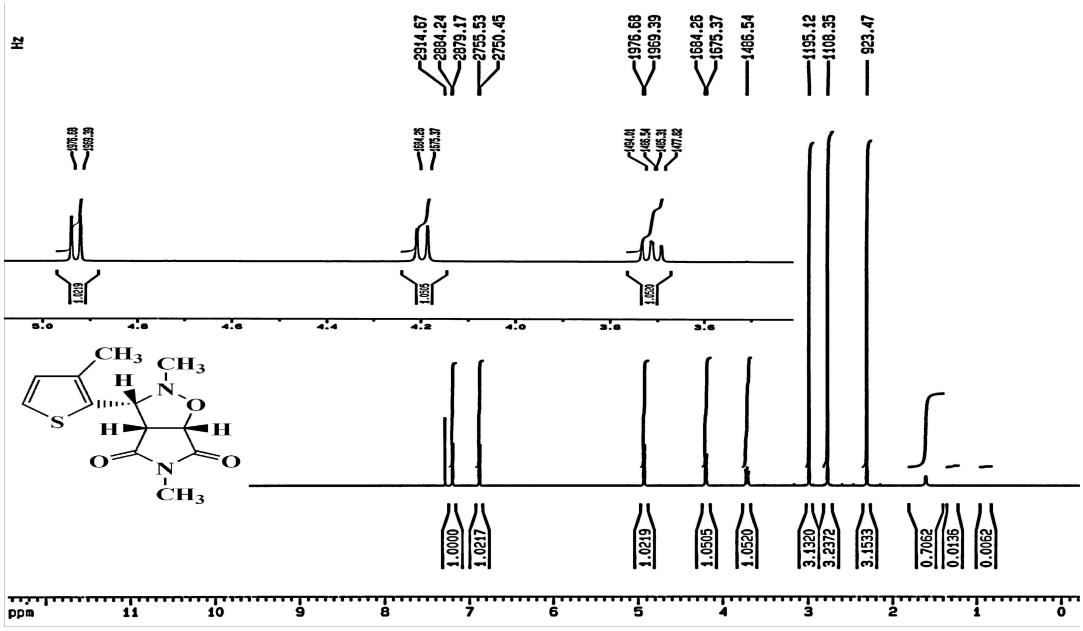


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3107 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2977 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1704 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1185 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 580 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,2 ppm'de tiyofen halkasına bağlı He protonuna ait ikili pik (J=5,07 Hz), 6,8 ppm'de Hd protonuna ait ikili pik (J=5,08 Hz) yeralmaktadır. 4,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,29 Hz), 4,2 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait üçlü pik (J Hb-Hc=8,89 Hz), 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait ikili pik (J Ha-Hb=7,48 Hz, J Hc-Hb=8,7 Hz) yeralmaktadır. 3,0 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik 2,3 ppm'de tiyofen halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

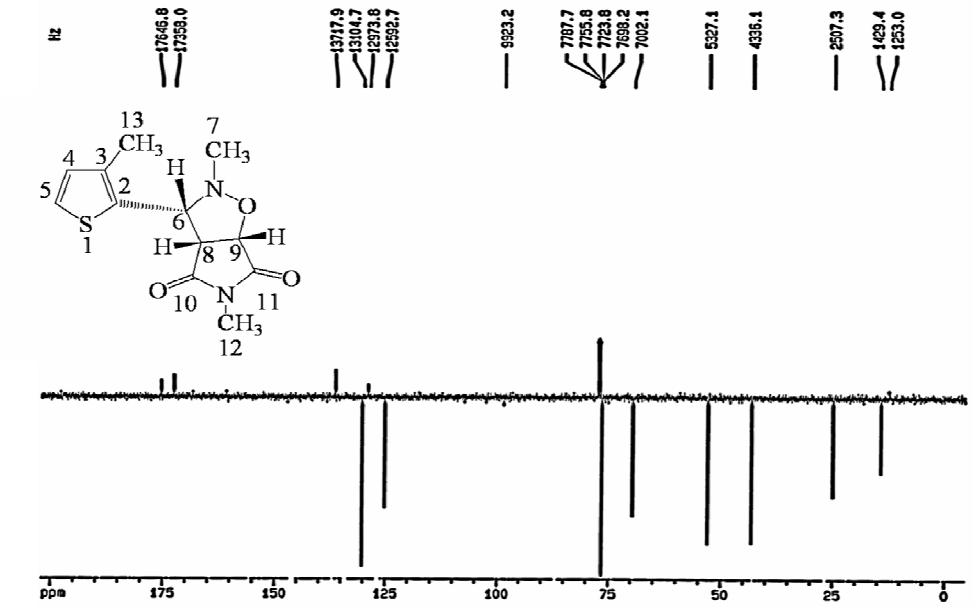
Bileşiğin kütle spektrumunda moleküler iyon piki M-H^+ (m/z) 267 de görülmektedir.
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); negatif genlikte 14 ppm'de (C13), 25 ppm'de (C12), 43 ppm'de (C7), 53 ppm'de (C6), 70 ppm'de (C8), 77 ppm'de (C9), 126 -137 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5) karbonlarına ait pikler, 176 ppm'de (C11), 174 ppm'de (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



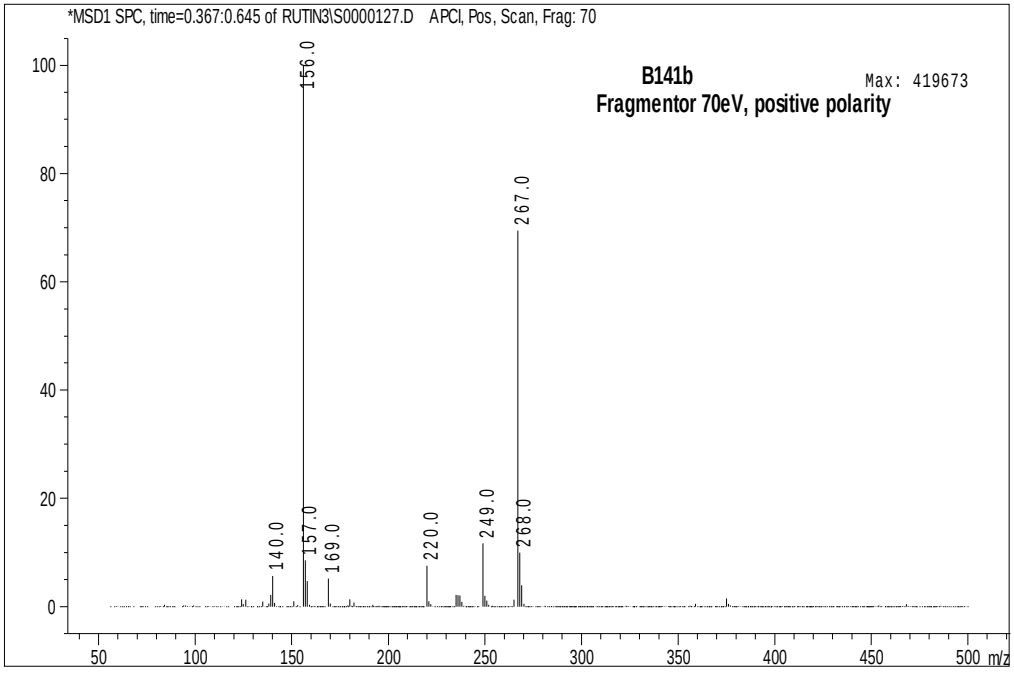
Şekil 5.52. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu



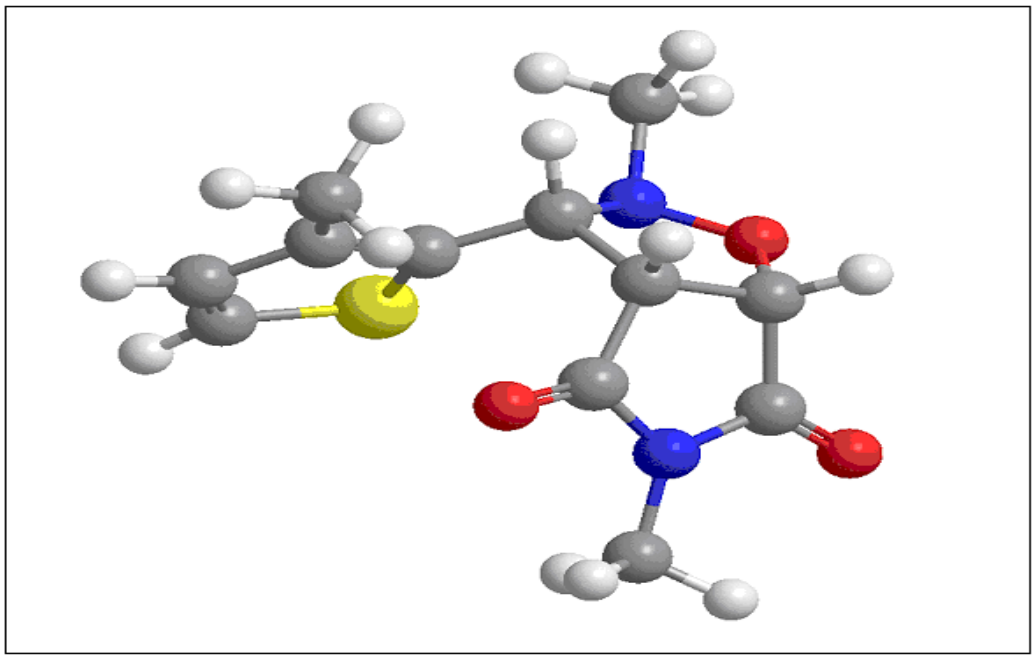
Şekil 5.53. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.54. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu

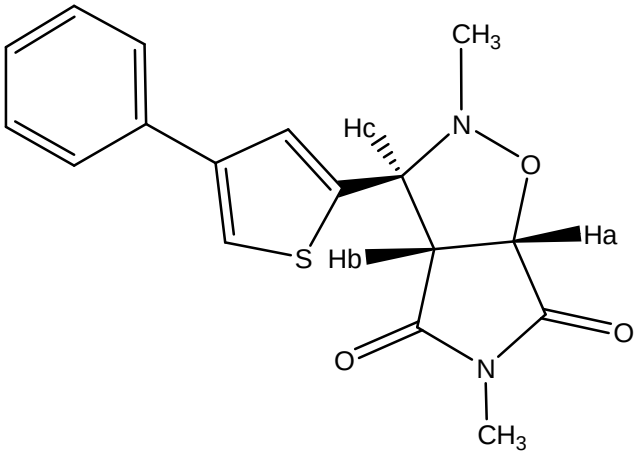


Şekil 5.55. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) LC-MS spektrumu



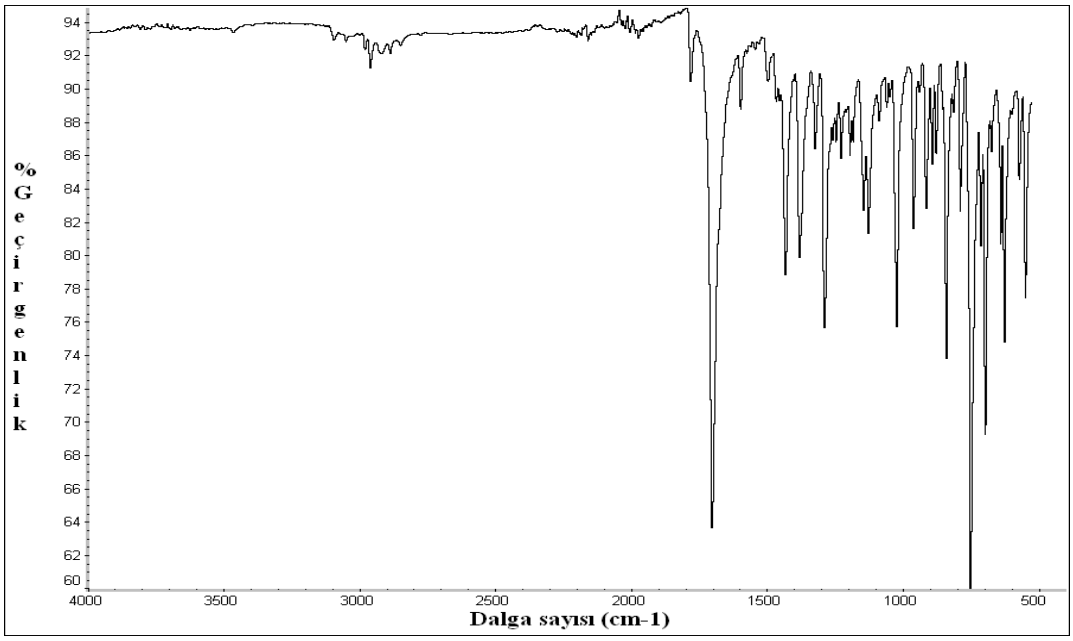
Şekil 5.56. 2,5-Dimetil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) X-Ray Difraktometre cihazıyla yapılan tek kristal analizi

5.2.7. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı

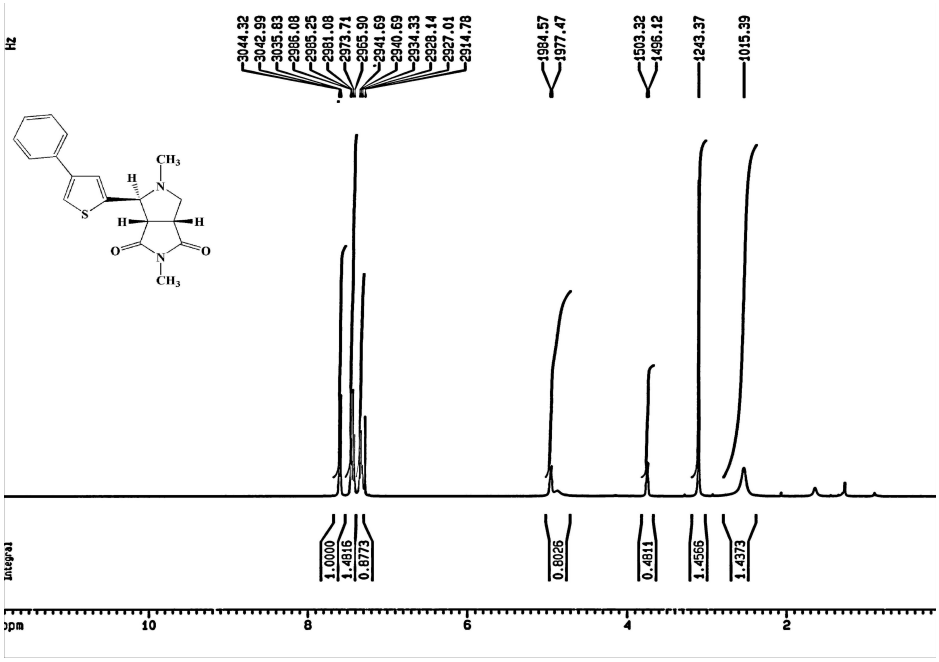


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3086 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2967 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1700 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1128 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 562 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

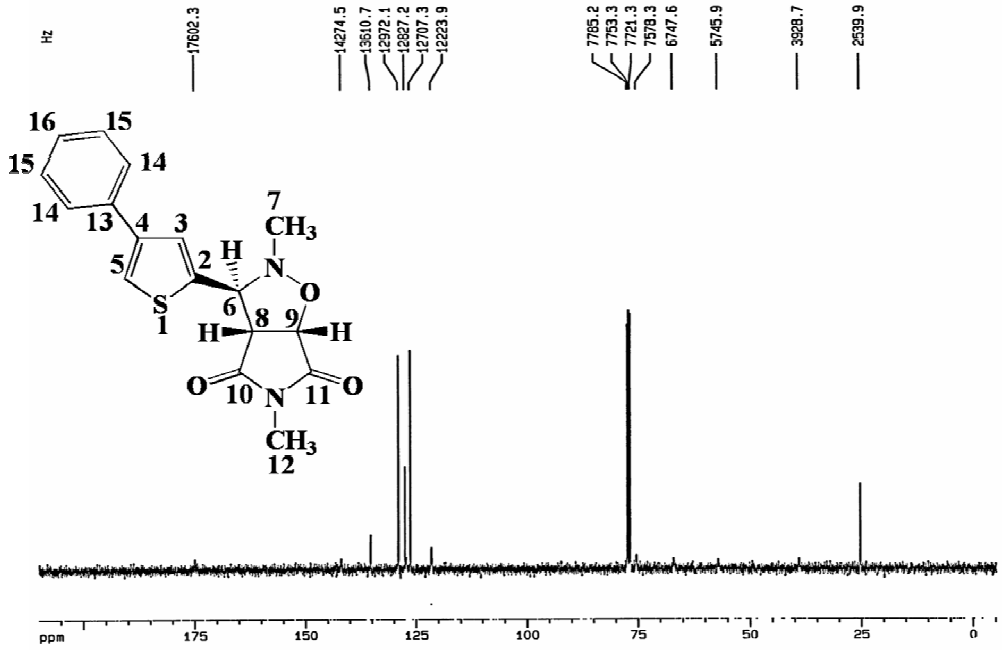
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,3-7,7 ppm'de tiyofen halkasındaki ve aromatik halkadaki H'lere ait çoklu pik görülmektedir (7H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı Ha protonuna ait ikili pik (JHb-Ha: 7,1 Hz), 4,9 ppm de isoksazoldin halkasına bağlı Hc protonuna ait olan yayvan birli pik, 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait ikili pik yeralmaktadır (JHa-Hb: 7,2 Hz). 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,5 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.57. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

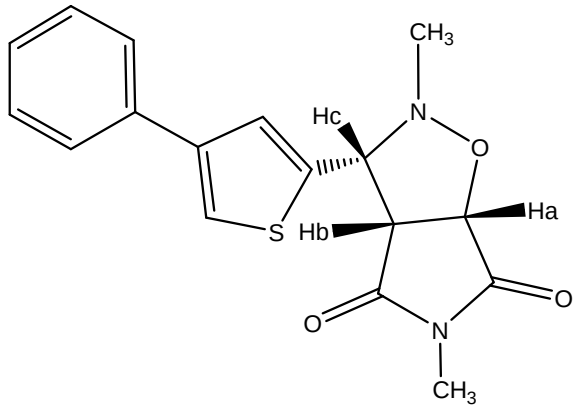


Şekil 5.58. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.59. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

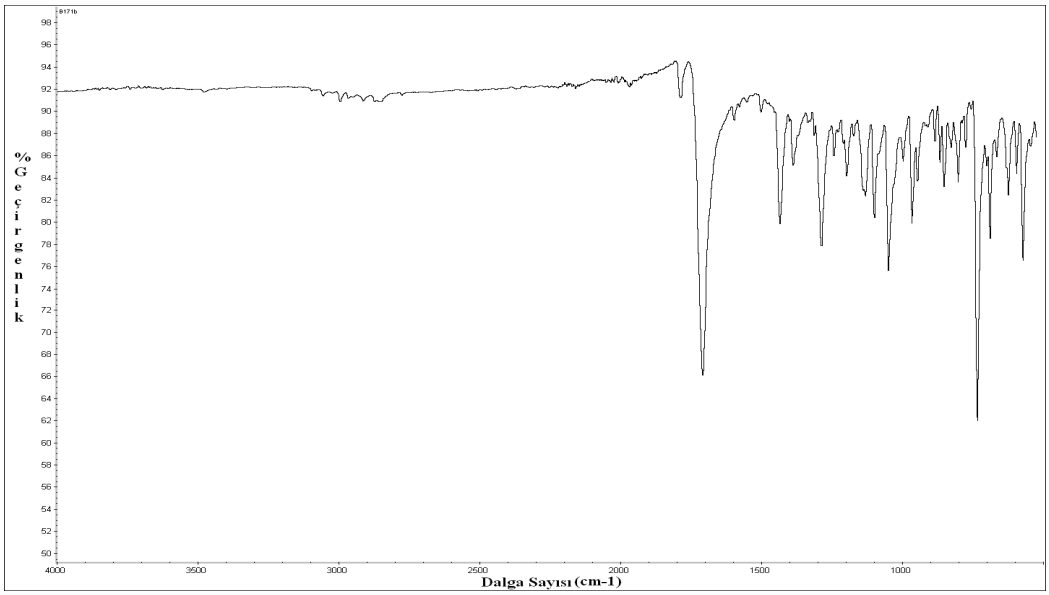
5.2.8. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı



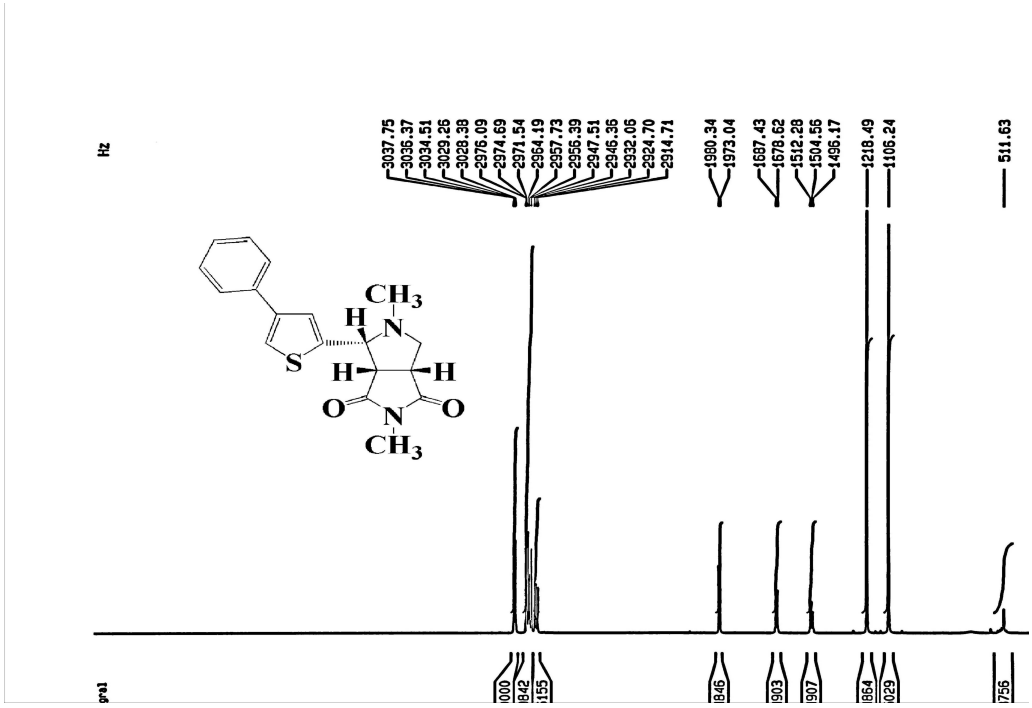
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3056 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2996 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1716 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1139 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 571 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,29-7,60 ppm'de benzen ve tiyofen halkasındaki protonlarına ait çoklu pik (7H) görülmektedir. 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,3 Hz), 4,2 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,81 Hz), 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,72 Hz, J Hc-Hb= 8,39 Hz) yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

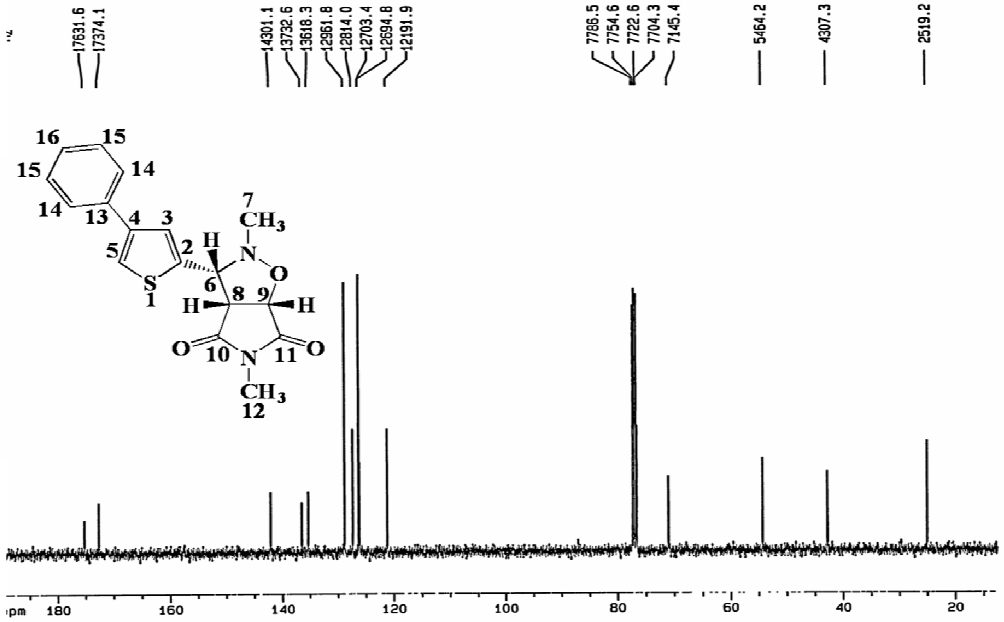
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 25 ppm'de (C12), 43 ppm'de (C7), 54 ppm'de (C6), 71 ppm'de (C8), 77 ppm'de (C9), 122 -143 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5, C13, C14, C15, C16) karbonlarına ait pikler, 176,5 ppm'de (C11), 173 ppm'de (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.60. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

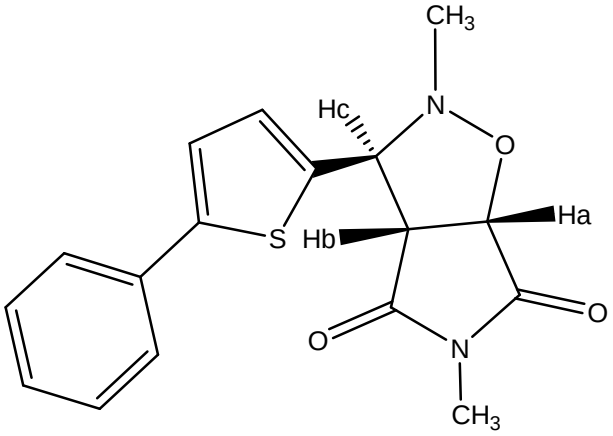


Şekil 5.61. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.62. 2,5-Dimetil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

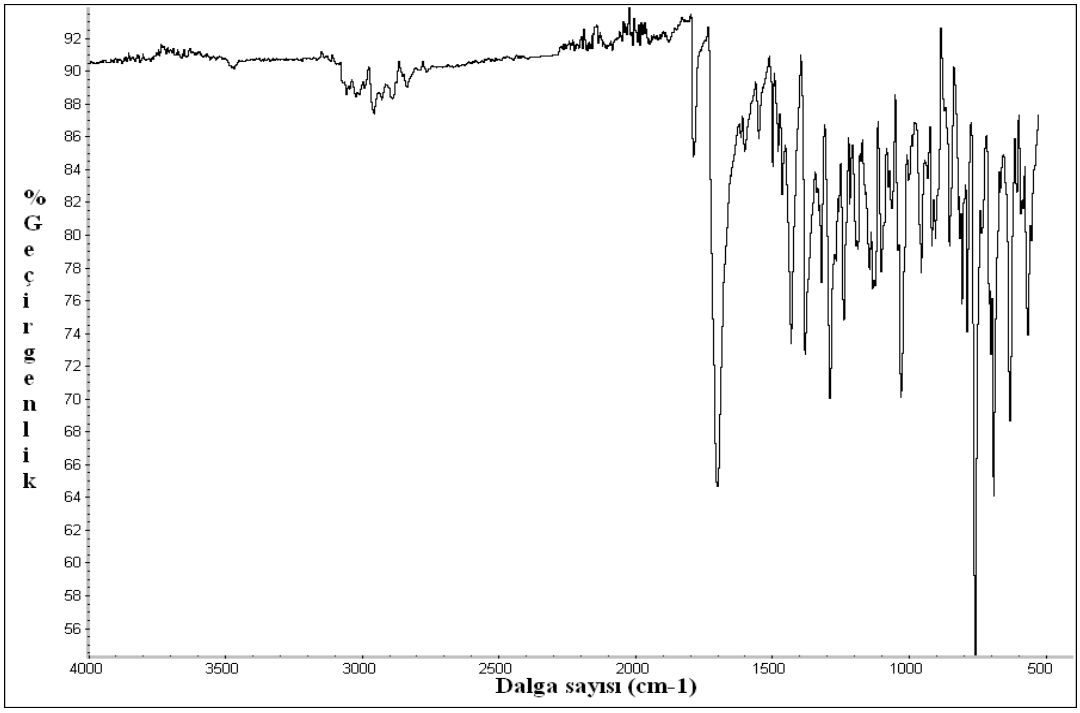
5.2.9. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı



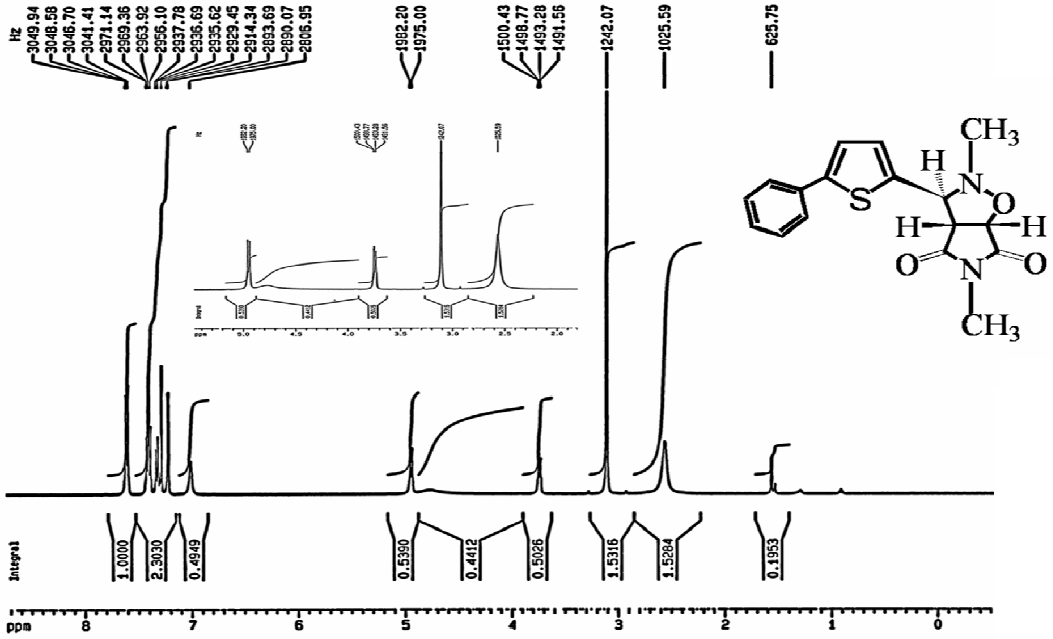
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3055 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2957 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1699 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1186 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 563 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,80-7,70 ppm'de benzen ve tiyofen halkasındaki protonlarına ait çoklu pik (7H) görülmektedir. 4,9-5,0 ppm'de

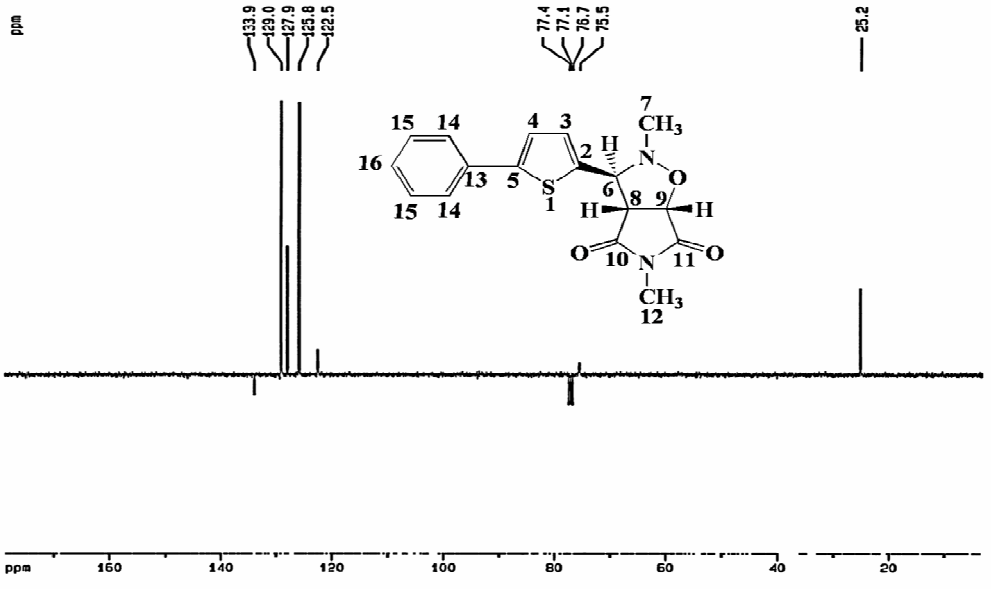
isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,2 Hz), 4,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait birli yayvan pik, 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait pik (J Ha-Hb=7,2 Hz) yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,5 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.63. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

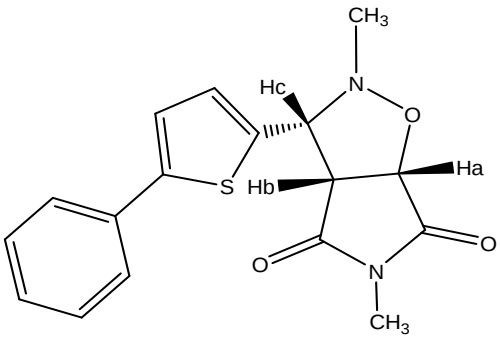


Şekil 5.64. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.65. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu

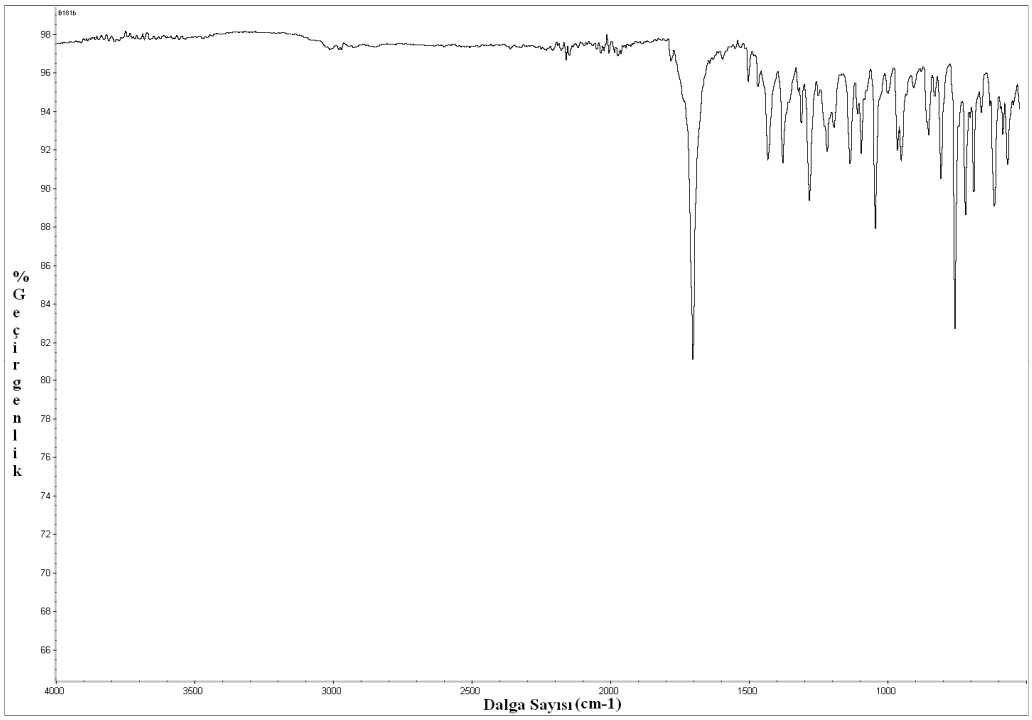
5.2.10. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı



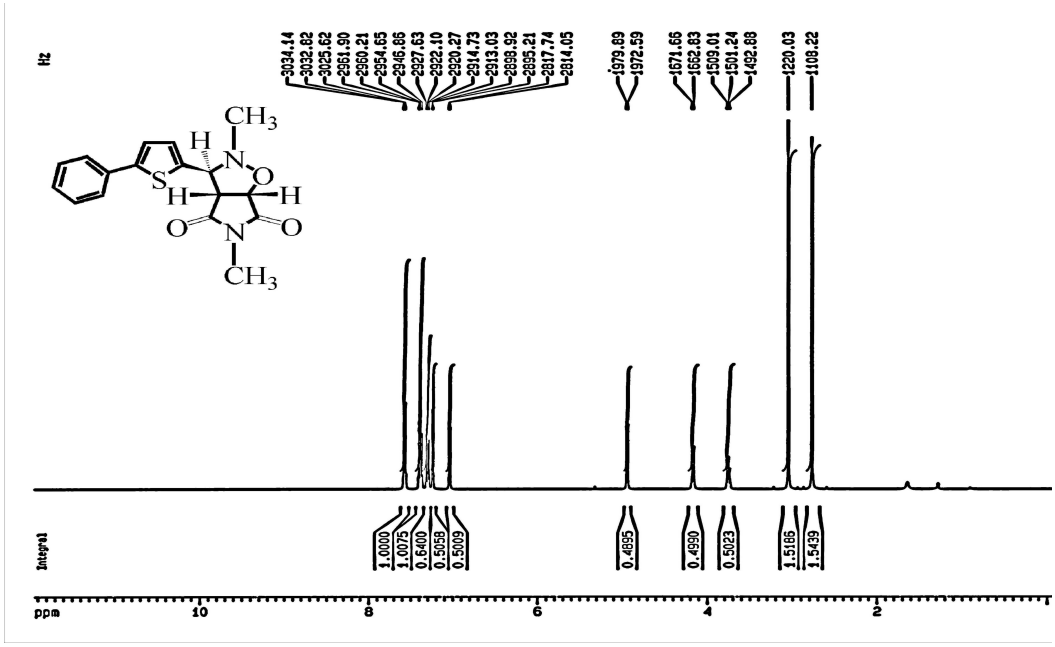
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3014 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2979 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1704 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1136 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 584 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda; 7,20 ppm'de tiyofen halkasındaki He protonuna ait ikili pik (J Hd-He: 3,71 Hz), 7,1 ppm'de tiyofen halkasındaki Hd protonuna ait ikili pik (JHe-Hd: 3,69), 7,27-7,6 ppm de benzen halkasındaki H'lere ait çoklu pik yeralmaktadır (5H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,3 Hz), 4,1 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,83 Hz), 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,77 Hz, J Hc-Hb= 8,36 Hz) yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,8 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

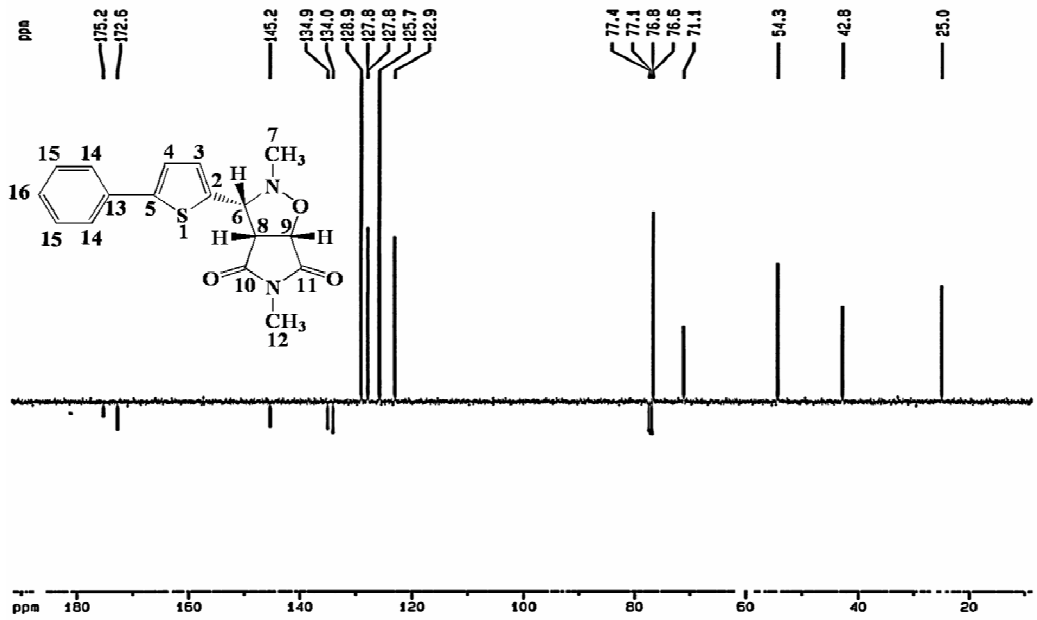
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); pozitif genlikte 25 ppm'de (C12), 43 ppm'de (C7), 54 ppm'de (C6), 71 ppm'de (C8), 77 ppm'de (C9), 123 -128 ppm aralığında (C3, C4, C14, C15) karbonlarına ait pikler, 134-145 ppm aralığında (C2, C5, C13) karbonlarına ait pikler, 175 ppm'de (C11), 172 ppm'de ise (C10) karbonuna ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.66. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

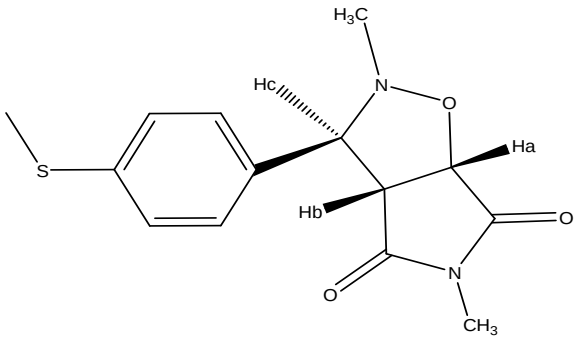


Şekil 5.67. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.68. 2,5-Dimetil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu

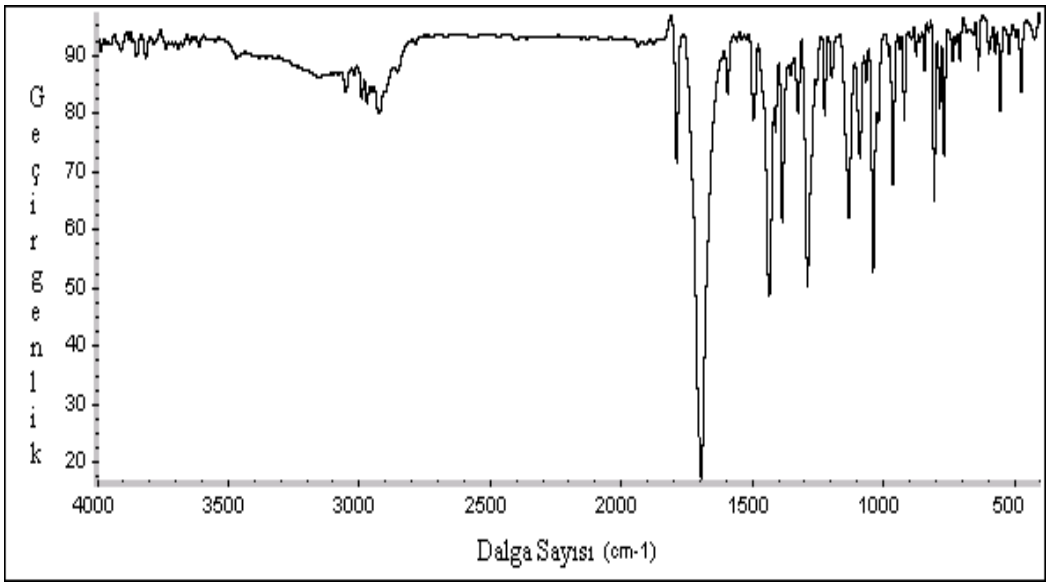
5.2.11. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı



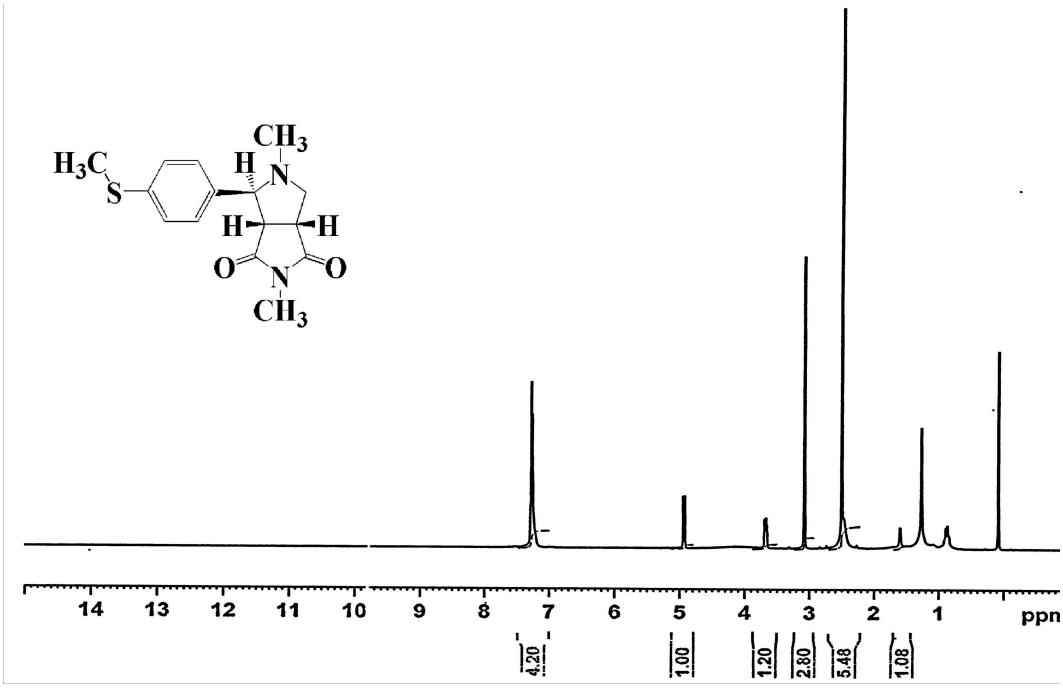
Bileşiğin ATR cihazında alınan spektrumunda 3052 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2990 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1696 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1131 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 552 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda; 7,2-7,4 ppm'de benzen halkasındaki H'lere ait çoklu pik yeralmaktadır (4H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,27 Hz), 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait pik (J Ha-Hb=7,29 Hz) yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,4-2,8 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ve S atomuna bağlı olan H'lere ait olan pikler görülmektedir (6H).

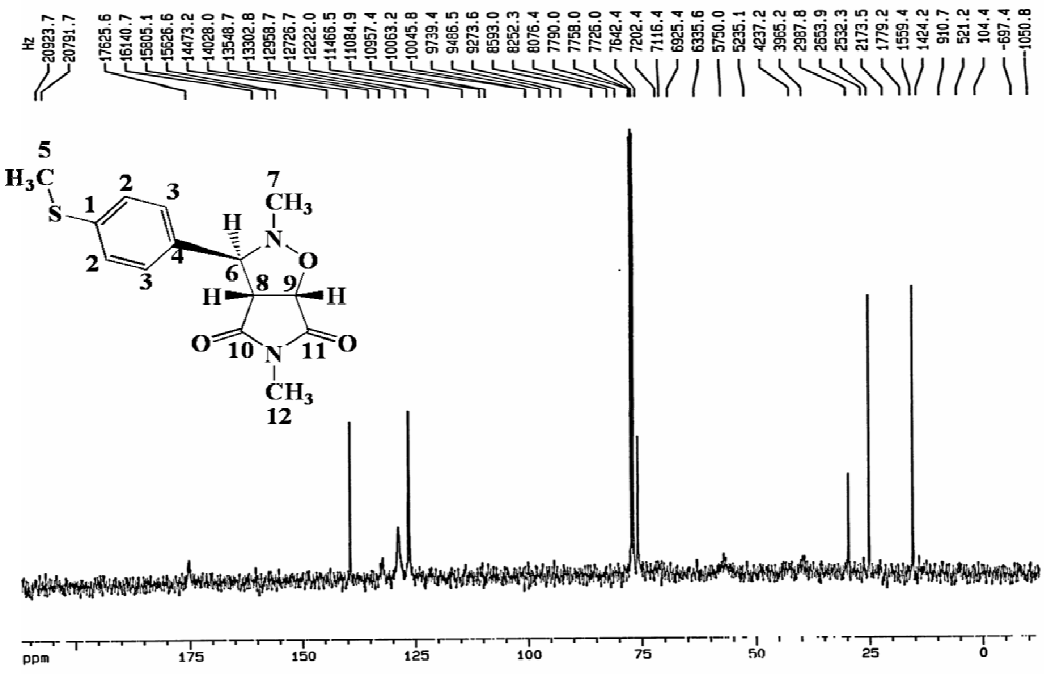
Bileşiğin kütle spektrumunda moleküler iyon piki $M\text{-}H^+$ (m/z) 293 de görülmektedir.



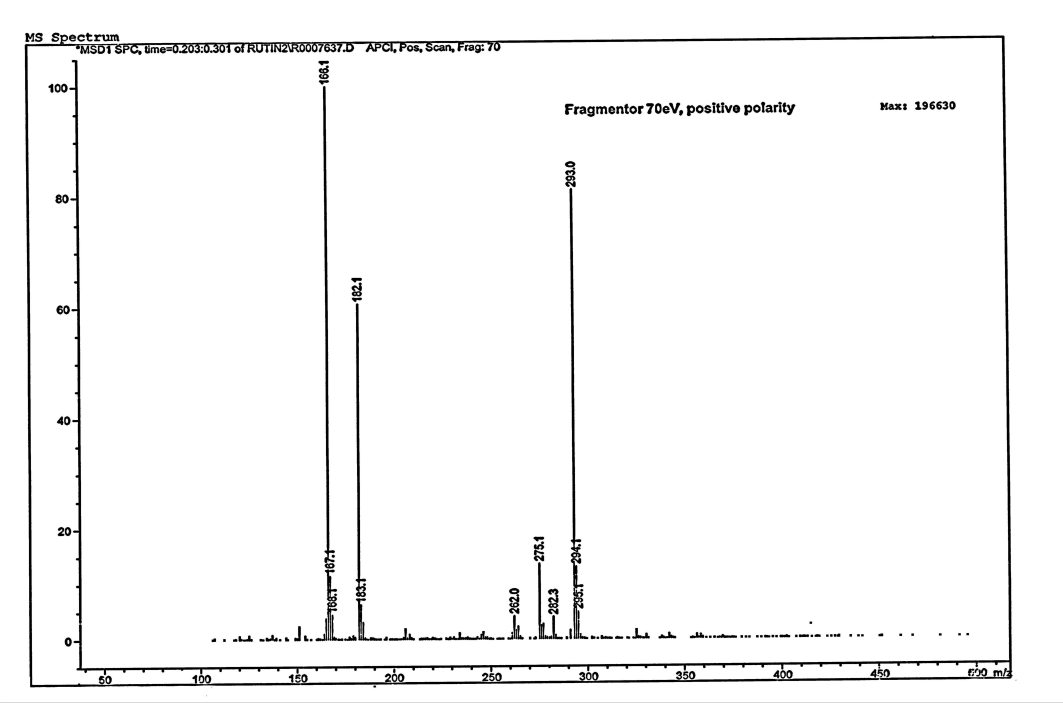
Şekil 5.69. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu



Şekil 5.70. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu

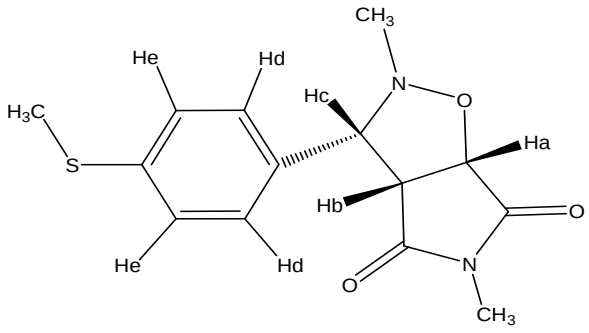


Şekil 5.71. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu



Şekil 5.72. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) LC-MS spektrumu

5.2.12. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı

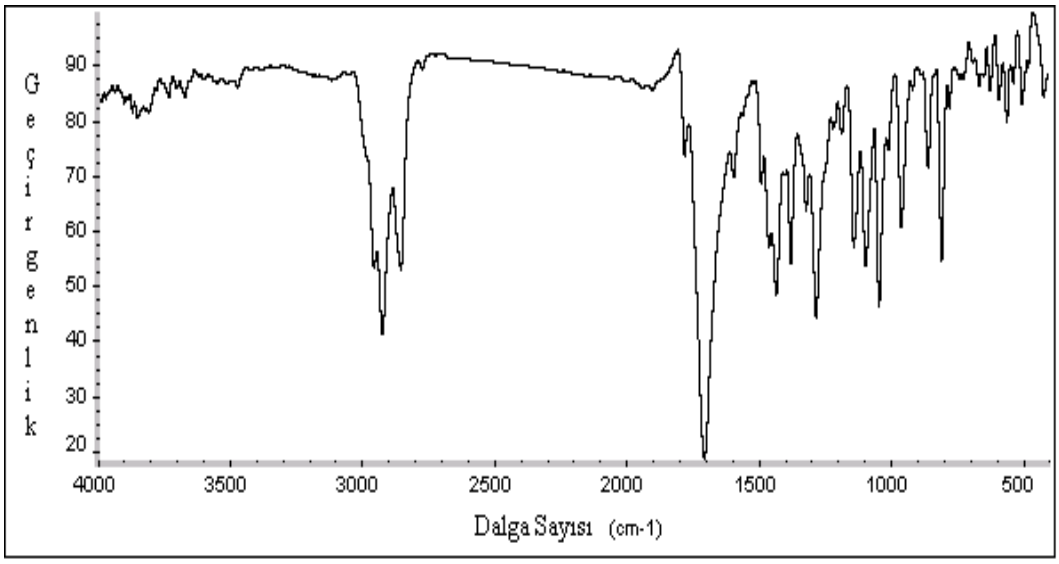


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3029 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2987 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1718 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1142 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 562 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

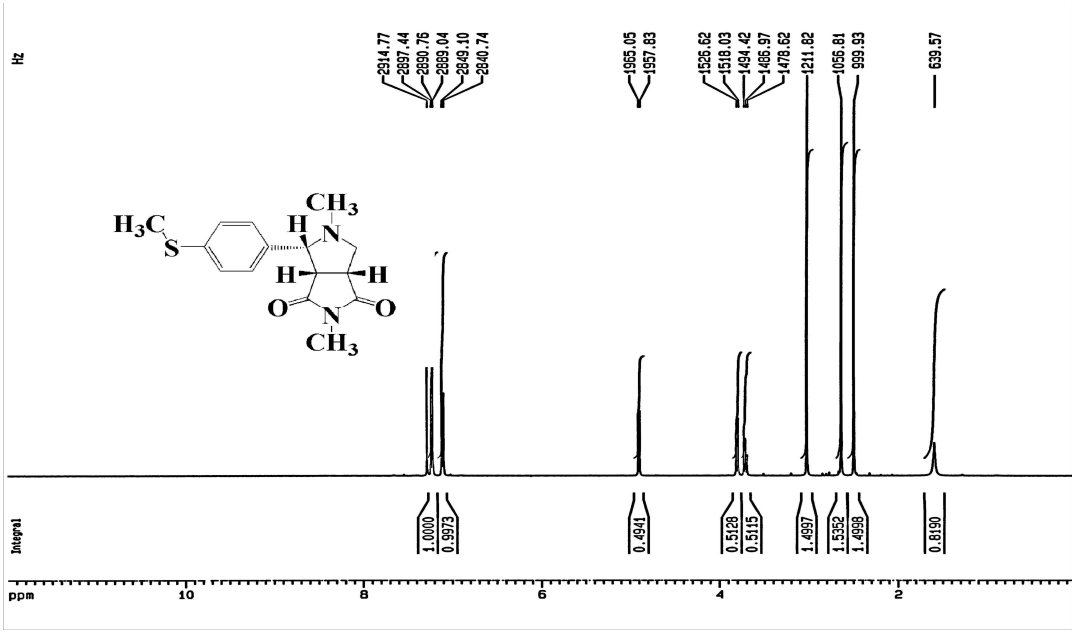
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,2 ppm'de aromatik halkadaki He protonlarına ait ikili pik (J Hd-He=8,41 Hz, 2H) ve 7,1 ppm'de aromatik halkadaki Hd protonlarına ait ikili pik (J He-Hd=8,33 Hz, 2H) görülmektedir. 4,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,22 Hz), 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,59 Hz), 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,45 Hz, J Hc-Hb= 8,35 Hz) yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,5 ppm'de ise S atomuna bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

Bileşiğin kütle spektrumunda moleküler iyon piki $M\text{-}H^+$ (m/z) 293 de görülmektedir.

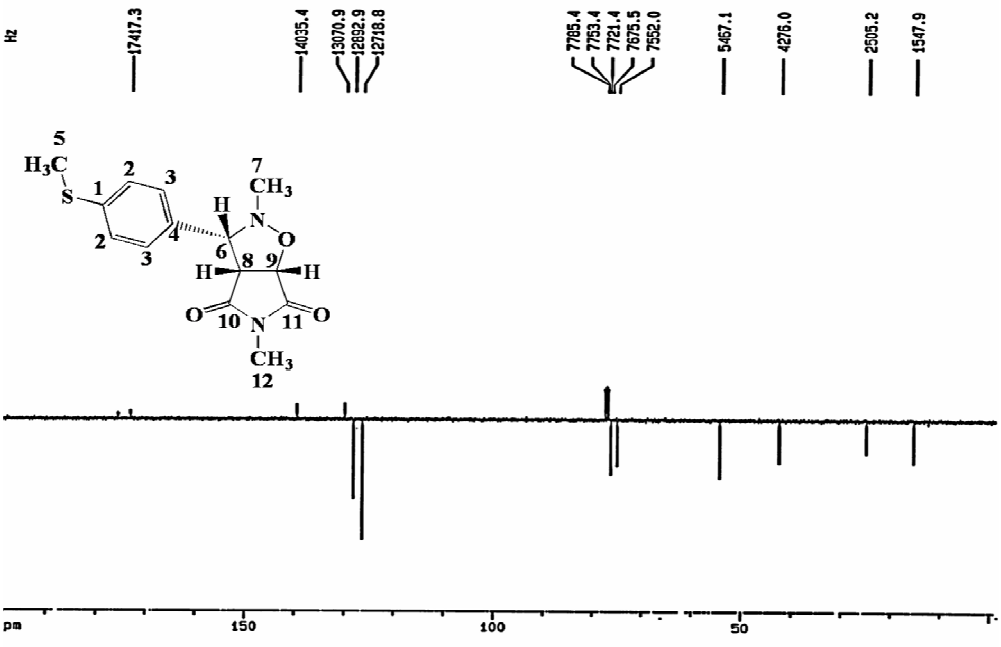
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); negatif genlikte 15 ppm'de (C5), 25 ppm'de (C12), 42,8 ppm'de (C7), 54,6 ppm'de (C6), 75 ppm'de (C8), 76,75 ppm'de (C9), 127 -128 ppm aralığında (C2, C3) karbonlarına ait pikler, 130 ppm'de (C1), 140 ppm'de (C4) karbonlarına ait pikler, 176 ppm'de (C11), 174 ppm'de ise (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



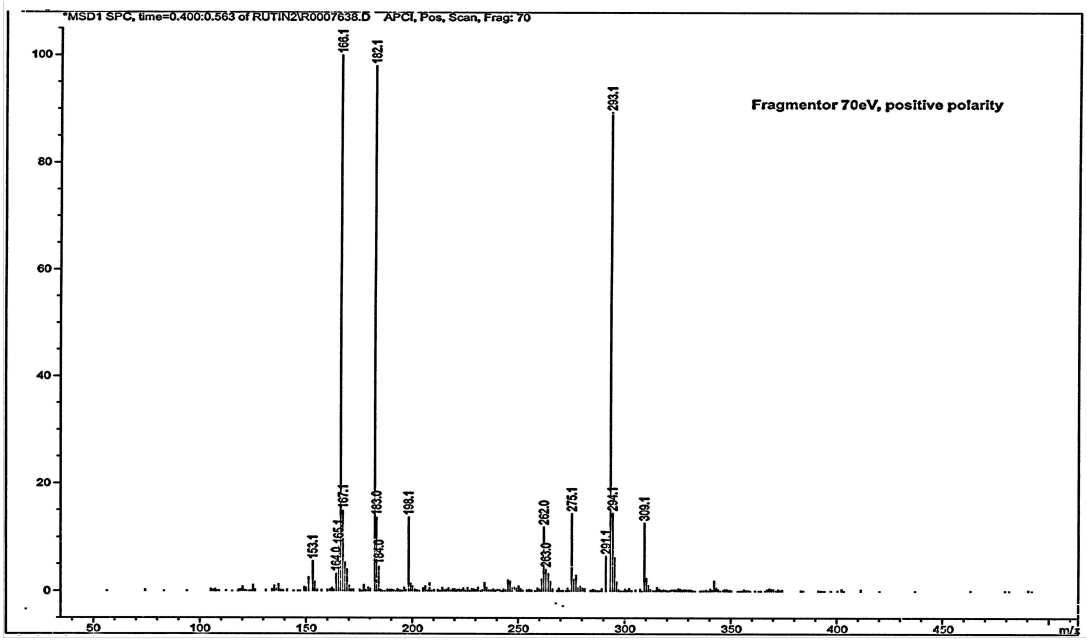
Şekil 5.73. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu



Şekil 5.74. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu

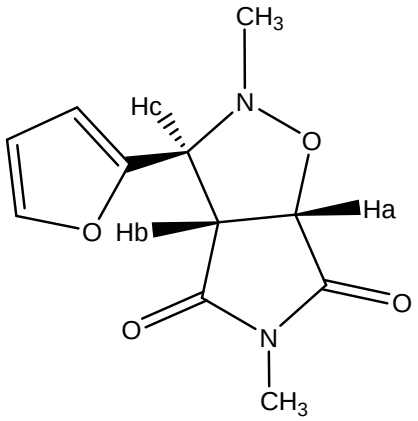


Şekil 5.75. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu



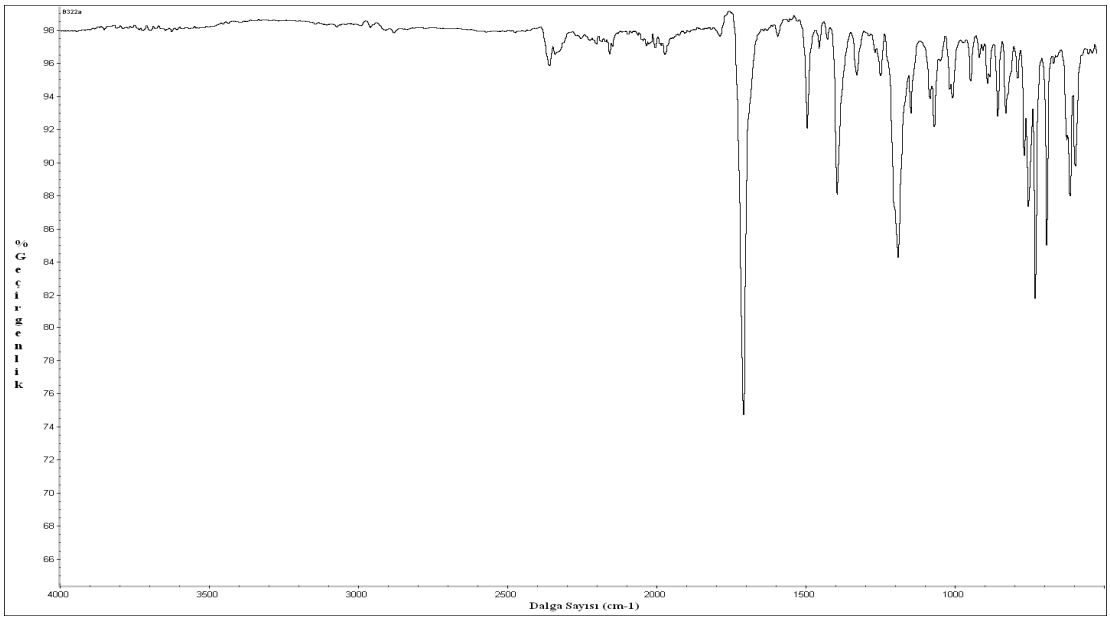
Şekil 5.76. 2,5-Dimetil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) LC-MS spektrumu

5.2.13. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı

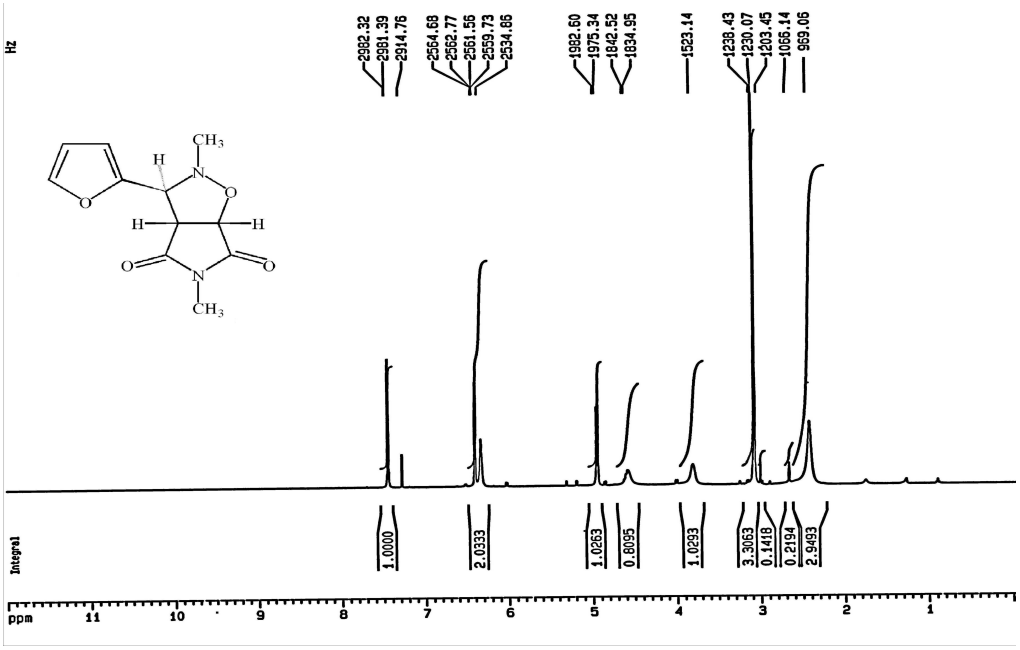


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3100 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2980 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1704 cm^{-1} deki pik C=O gerilme titreşiminden, 1132 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

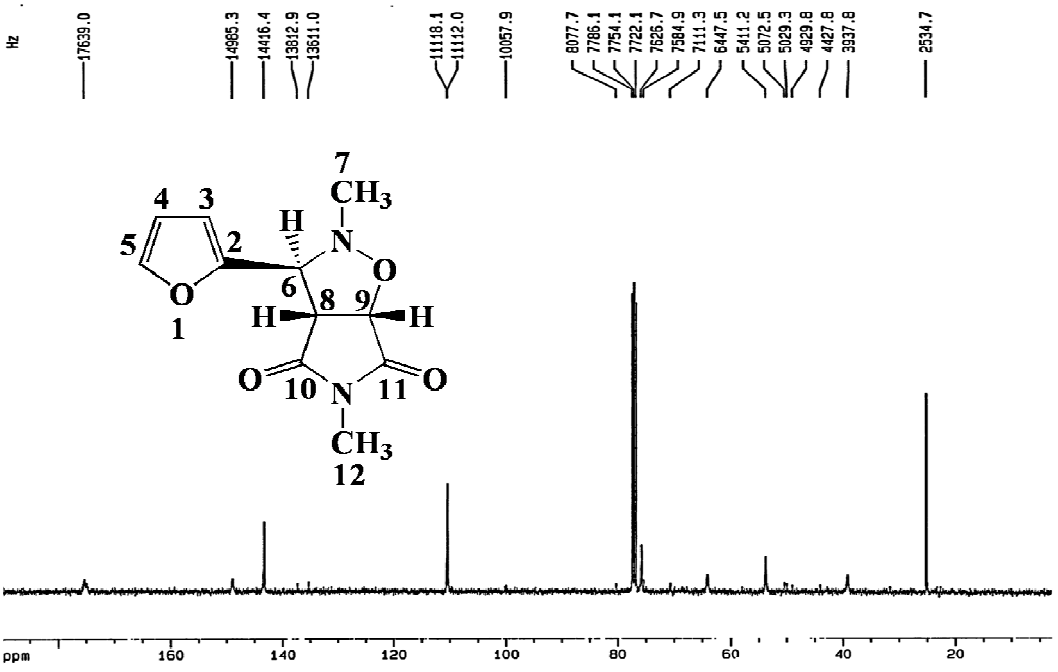
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,3-7,5 ppm'de furan halkasındaki H'lere ait çoklu pik görülmektedir (3H). 4,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik , 4,6 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait birli pik, 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait birli pik yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,4 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.77. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

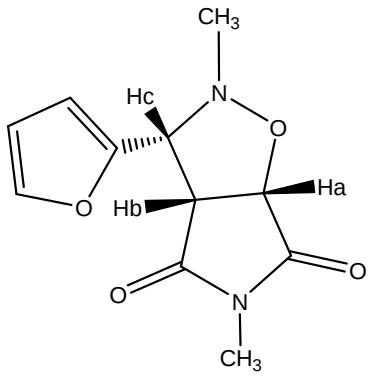


Şekil 5.78. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.79. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

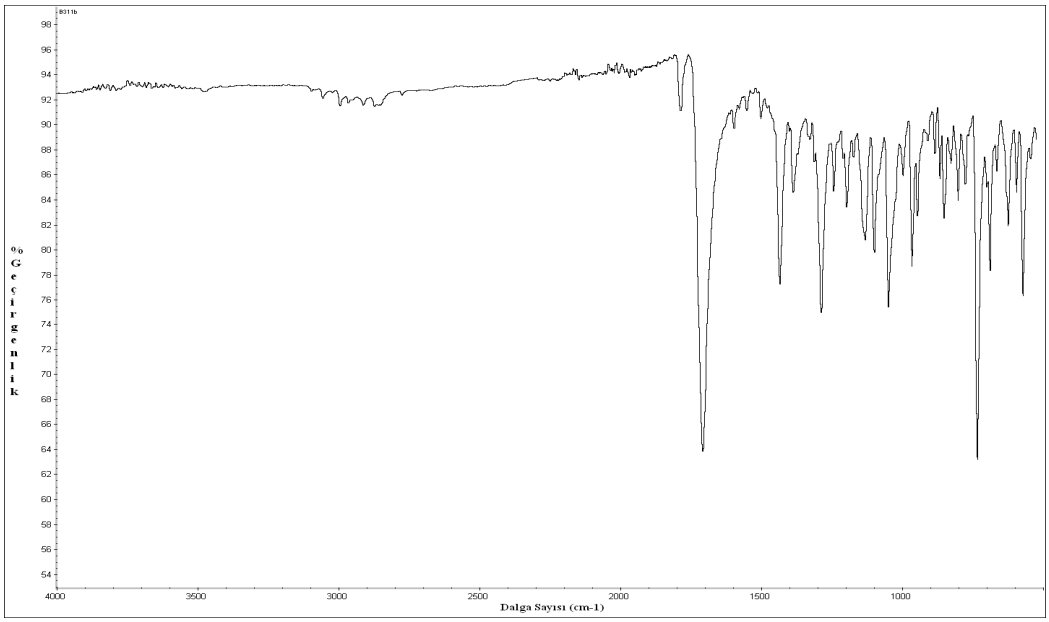
5.2.14. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı



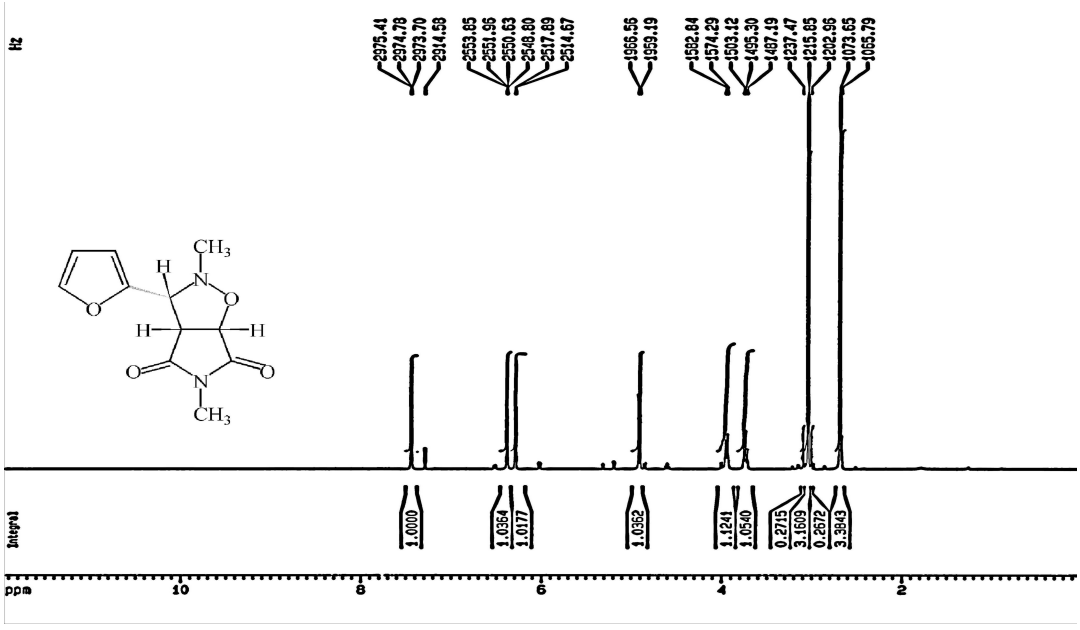
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3074 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2975 cm^{-1} deki band alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1717 cm^{-1} deki pik C=O gerilme titreşiminden, 1180 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,2-7,5 ppm'de furan halkasındaki H'lere ait çoklu pik görülmektedir (3H). 4,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,37 Hz), 3,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,55 Hz), 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,82 Hz, J Hc-Hb= 8,11 Hz) yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

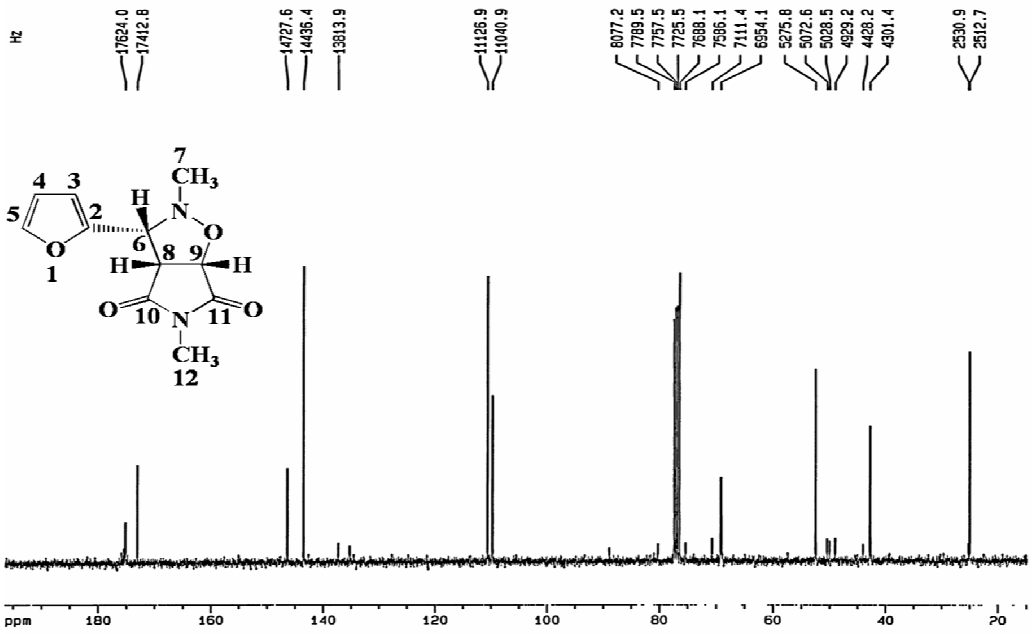
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 25 Hz'de (C5), 25 ppm'de (C12), 44 ppm'de (C7), 50 ppm'de (C6), 69 ppm'de (C8), 76 ppm'de (C9), 110 -147 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5) karbonlarına ait pikler, 176 ppm'de (C11), 174 ppm'de ise (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.80. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

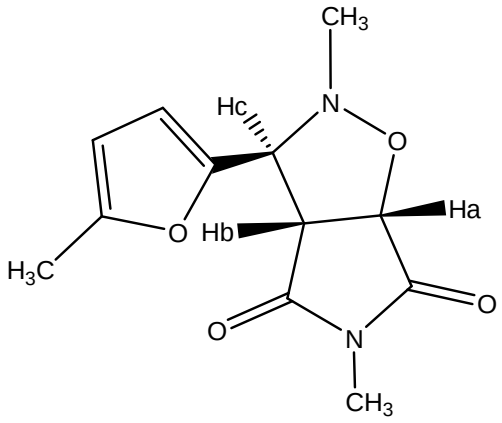


Şekil 5.81. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



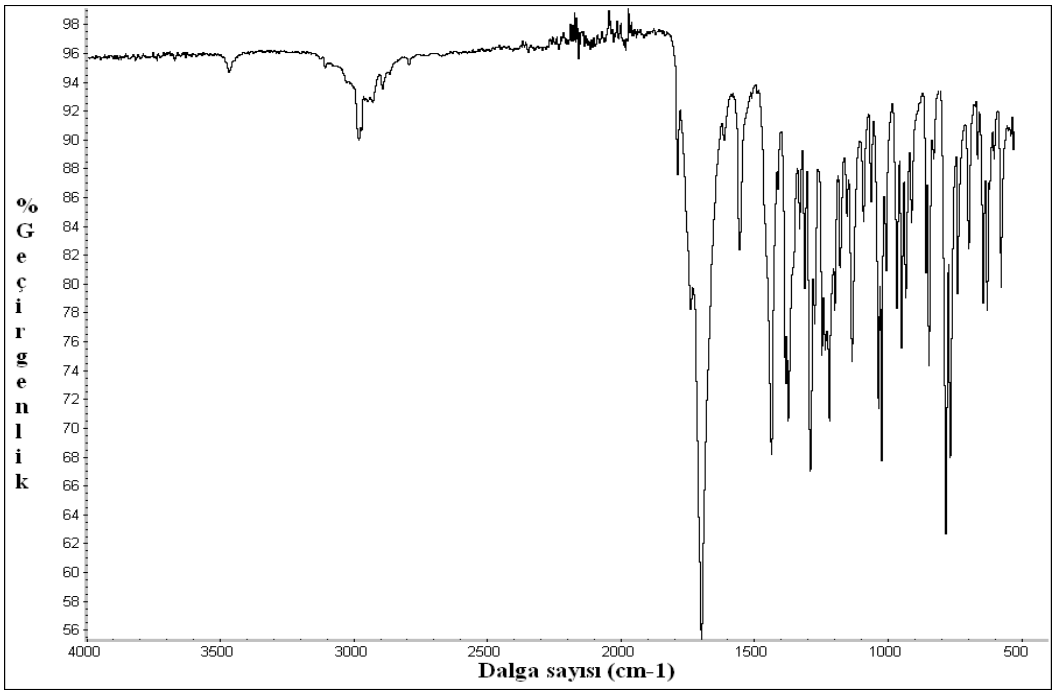
Şekil 5.82. 2,5-Dimetil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.2.15. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun trans yapısı

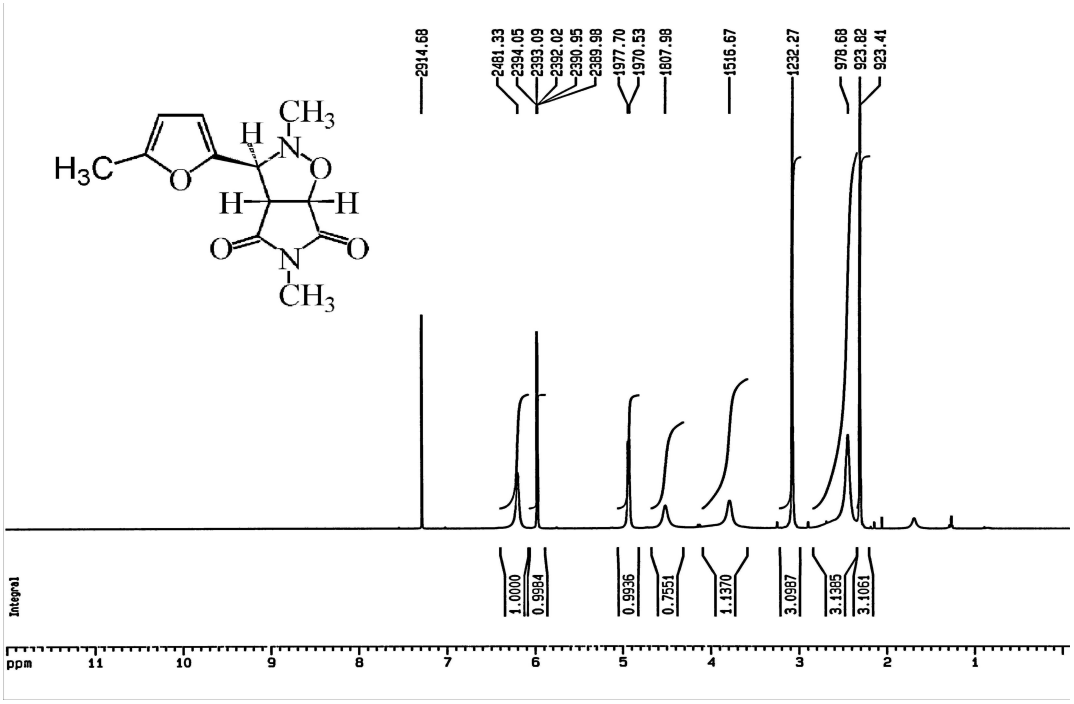


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3105 cm^{-1} deki band aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2982 cm^{-1} deki band alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1701 cm^{-1} deki pik C=O gerilme titreşiminden, 1133 cm^{-1} deki band N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

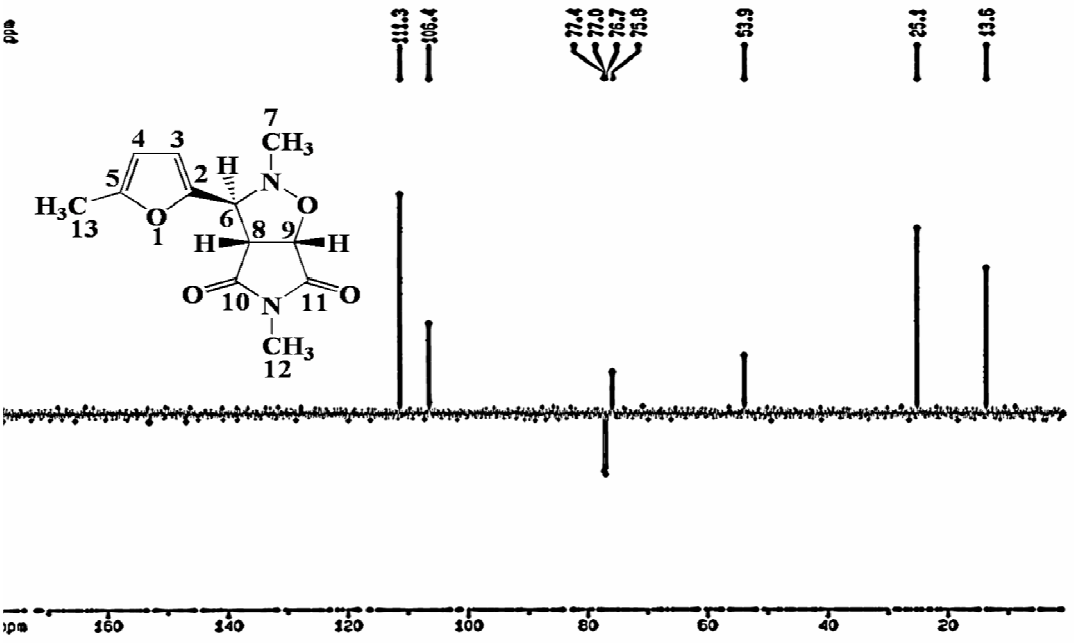
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 5,98-6,25 ppm'de 5-metil furan halkasındaki H'lere ait çoklu pik görülmektedir (2H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik , 4,5 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait birli pik , 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait birli pik yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,4 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,3 ppm de ise furan halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik görülmektedir.



Şekil 5.83. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

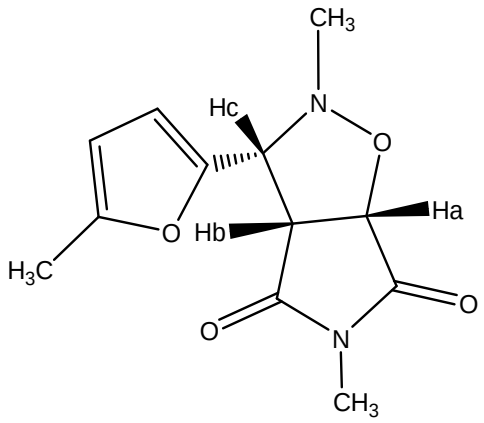


Şekil 5.84. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.85. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

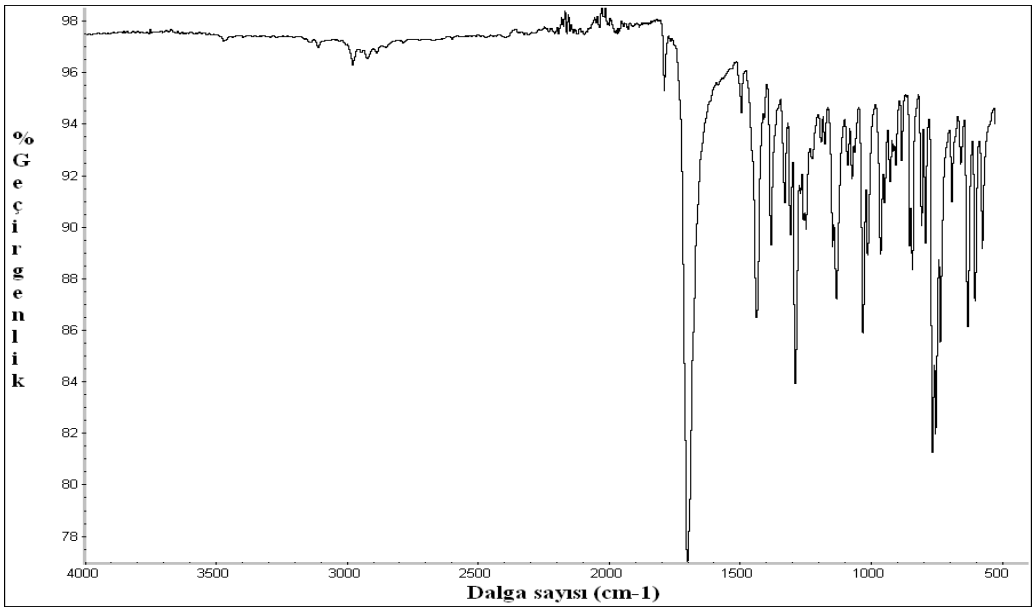
5.2.16. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun cis yapısı



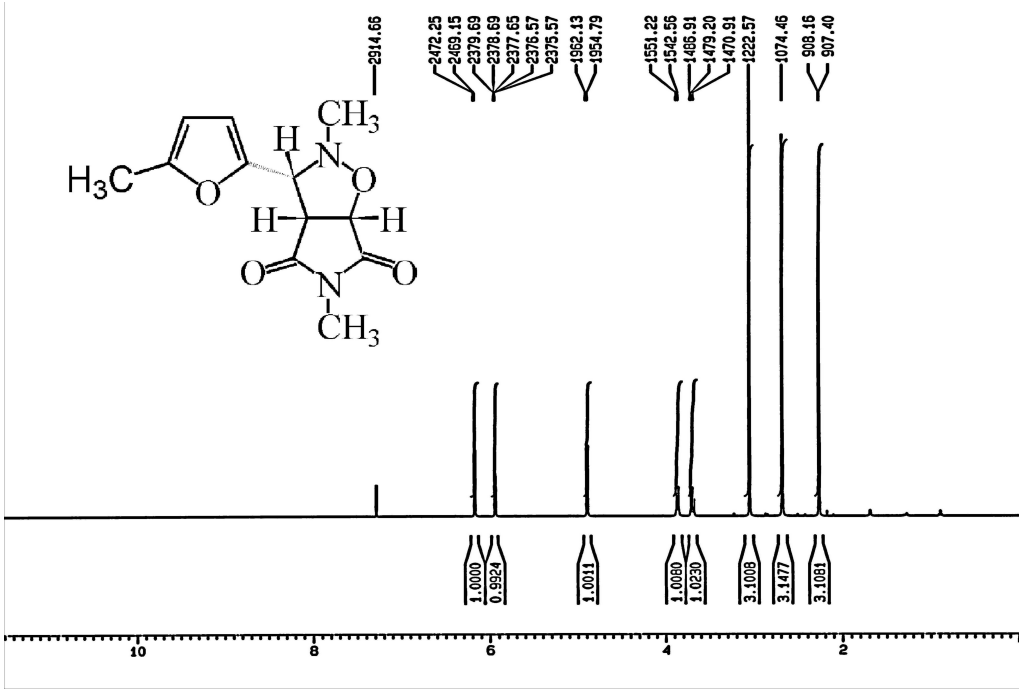
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3105 cm^{-1} deki band aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2982 cm^{-1} deki band alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1702 cm^{-1} deki pik C=O gerilme titreşiminden, 1134 cm^{-1} deki band N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 5,9-6,2 ppm'de 5-metil furan halkasındaki H'lere ait pikler görülmektedir (2H). 4,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,34 Hz), 3,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,66 Hz), 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,71 Hz, J Hc-Hb= 8,29 Hz) yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

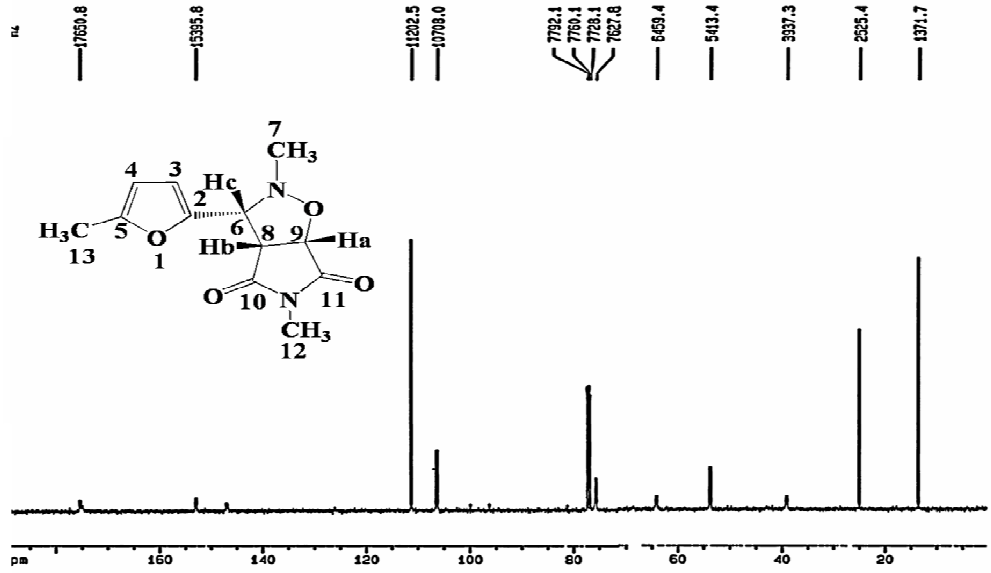
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 13 ppm'de (C5), 25 ppm'de (C12), 39 ppm'de (C7), 54 ppm'de (C6), 69 ppm'de Hz'de (C8), 76 ppm'de (C9), 110 -153 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5) karbonlarına ait pikler, 176 ppm'de (C10, C11) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.86. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

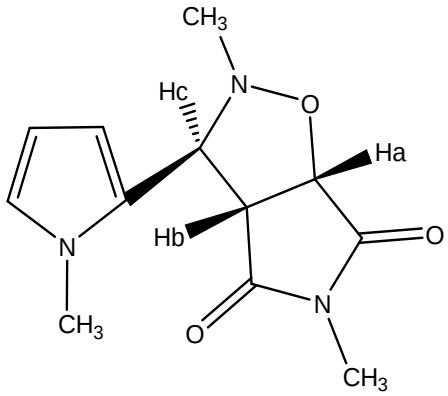


Şekil 5.87. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.88. 2,5-Dimetil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

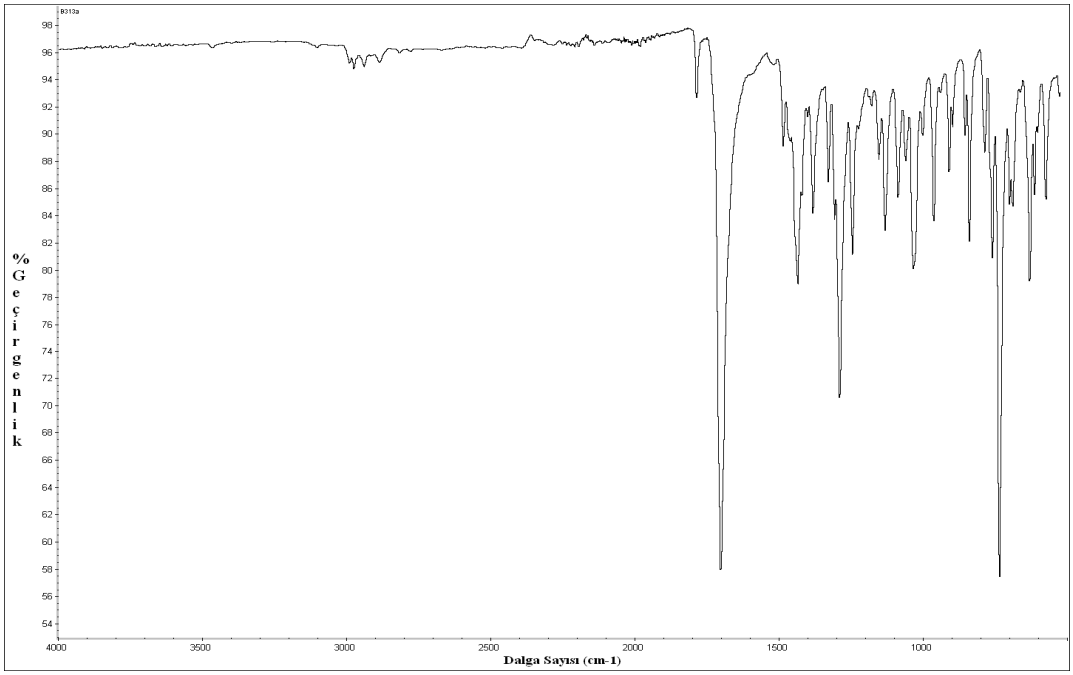
5.2.17. 2,5-dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun trans yapısı



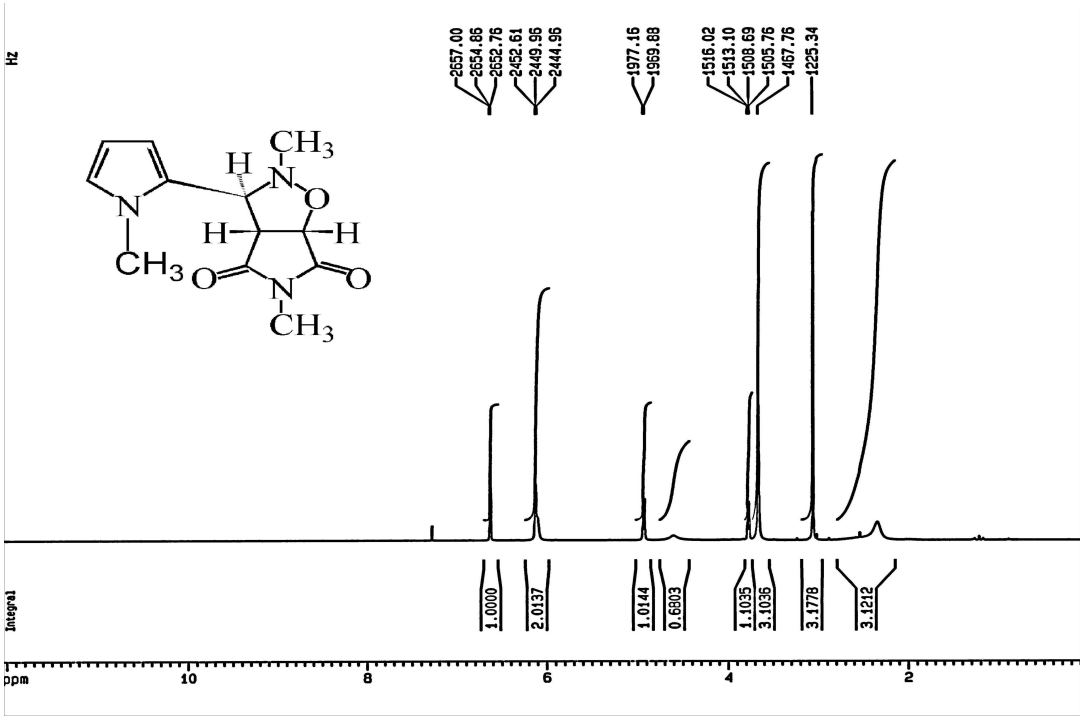
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3100 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2966 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1705 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1131 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,0-6,7 ppm'de pirol halkasındaki H'lere ait çoklu pik görülmektedir (3H). 5,0 ppm'de isoksazolidin

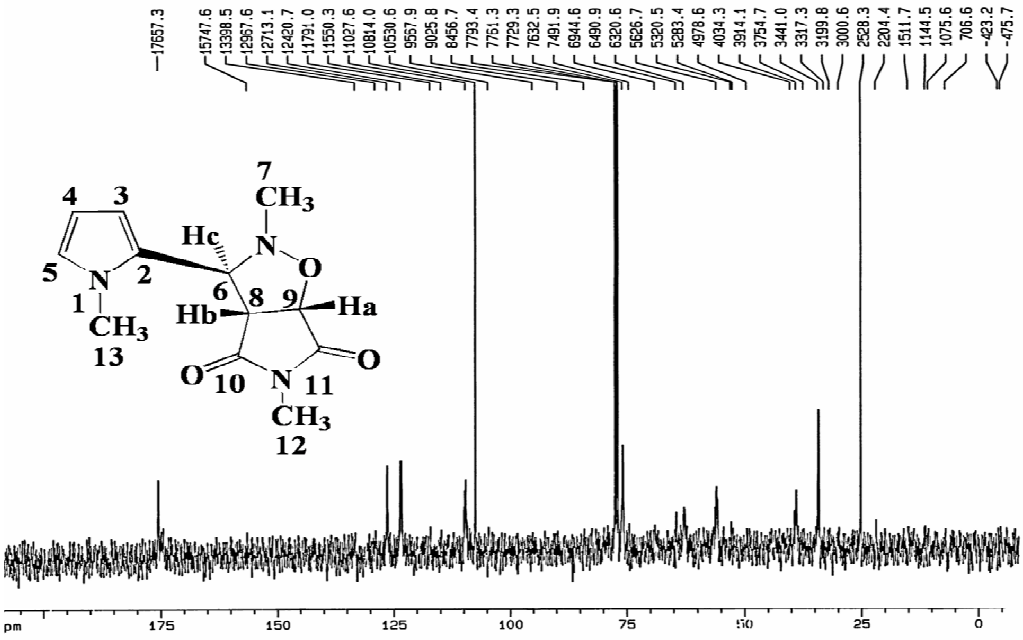
halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik , 4,6 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait birli pik, 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait birli yeralmaktadır. 3,7 ppm'de pirol halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,5 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.89. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

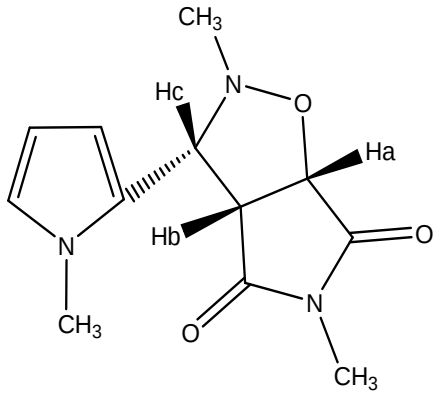


Şekil 5.90. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.91. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

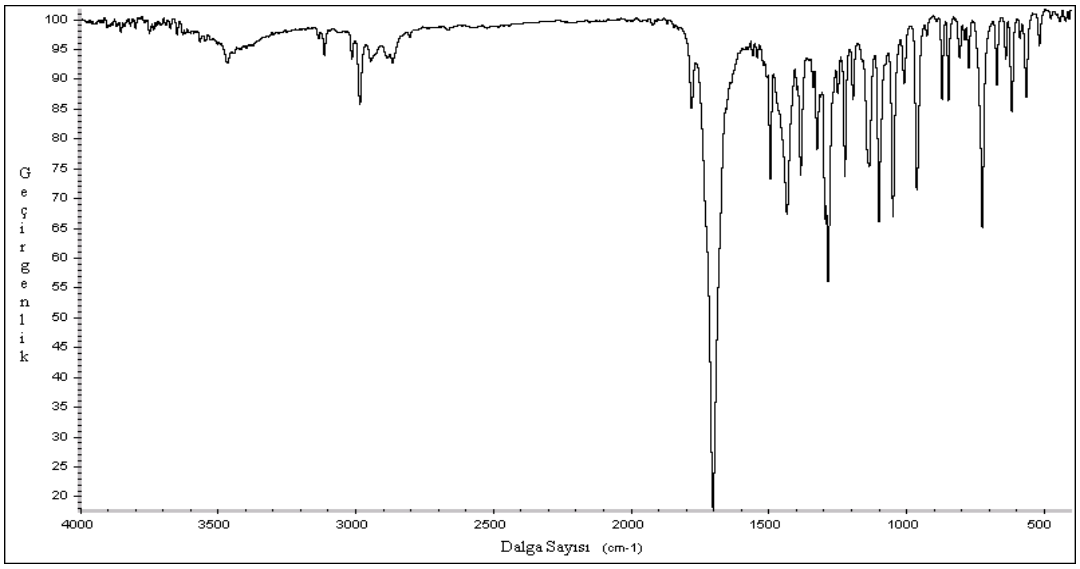
5.2.18. 2,5-dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun cis yapısı



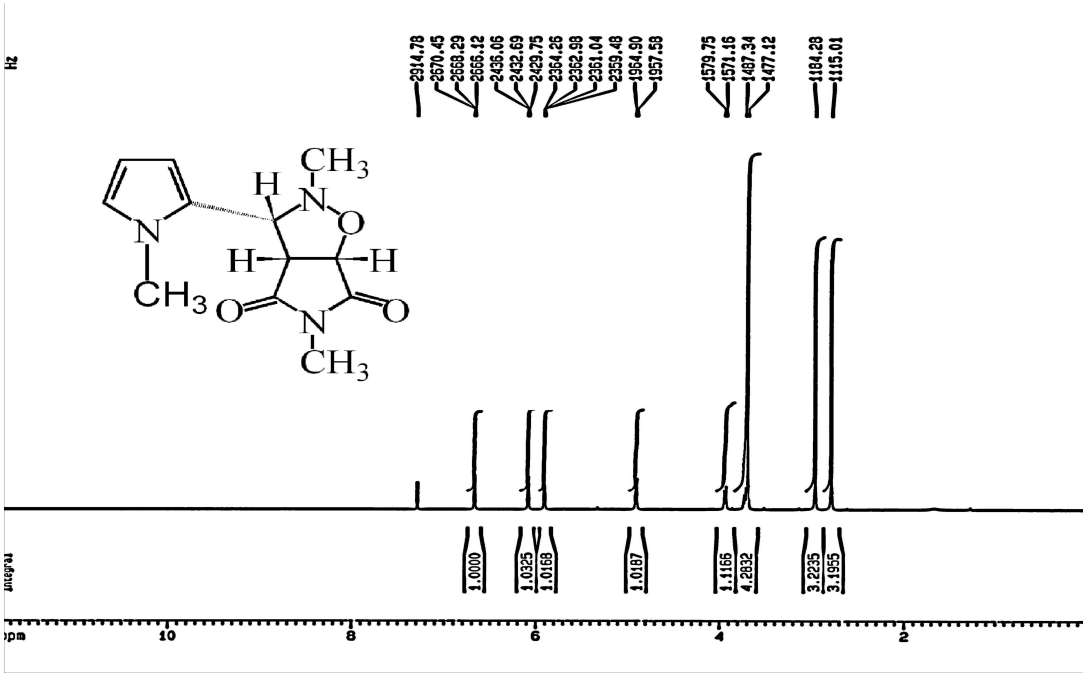
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3014 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2985 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1703 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1193 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,2-7,5 ppm'de furan halkasındaki H'lere ait çoklu pik görülmektedir (3H). 4,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,32 Hz), 3,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,59 Hz), 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,86 Hz,) yeralmaktadır. 3,7 ppm'de pirol halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 3,0 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir

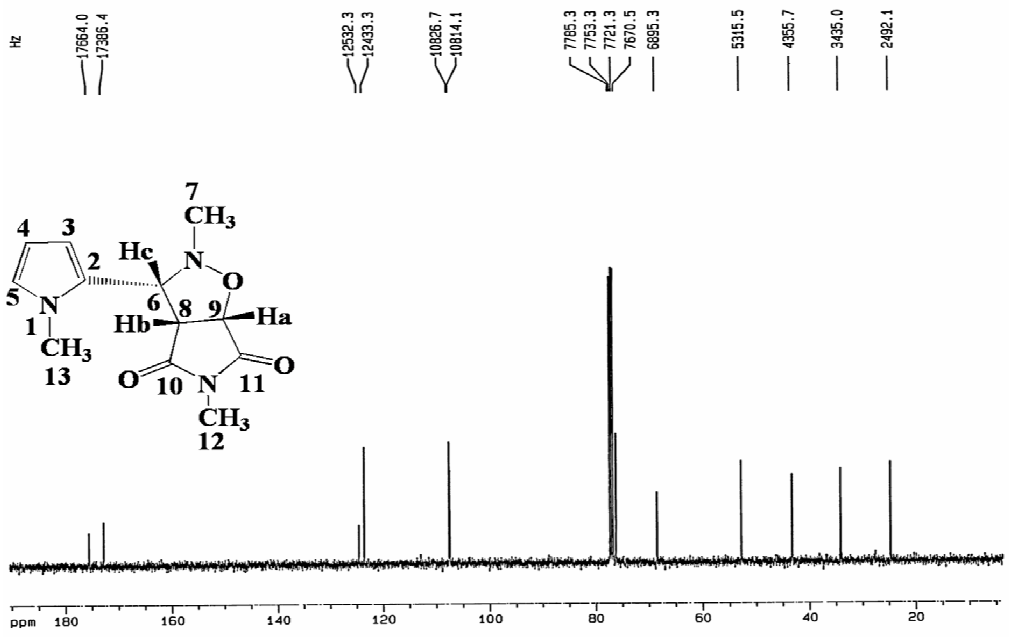
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 25 ppm'de (C13), 34 ppm'de (C12), 43 ppm'de (C7), 53 ppm'de (C6), 69 ppm'de (C8), 76 ppm'de (C9), 110 -125 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5) karbonlarına ait pikler, 176 ppm'de (C10), 174 ppm'de (C11) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.92. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

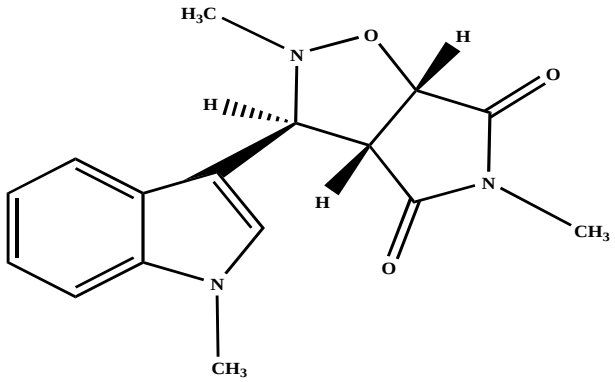


Şekil 5.93. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



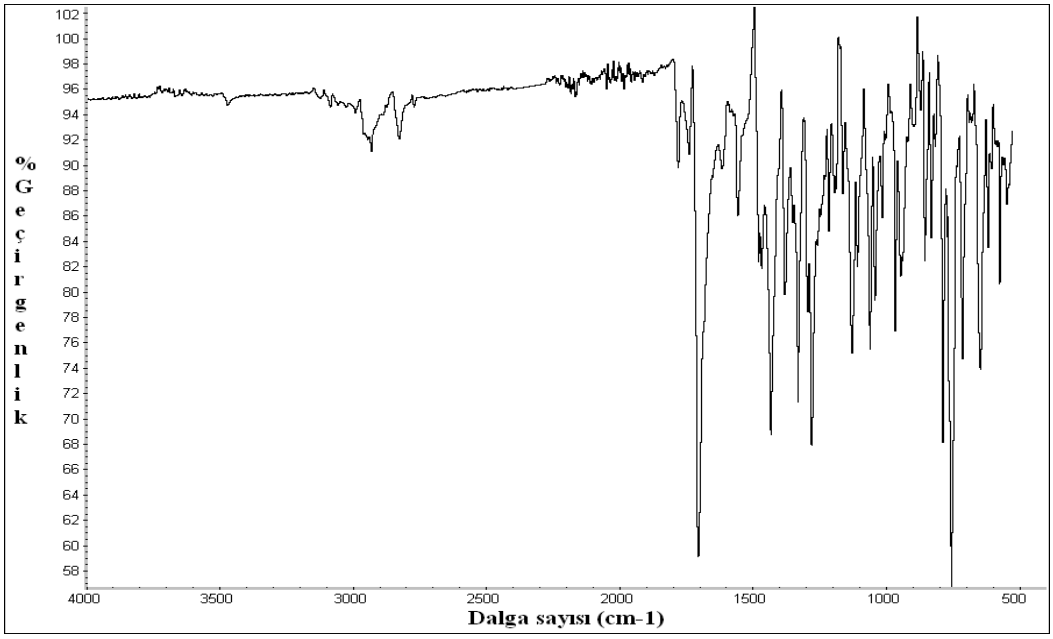
Şekil 5.94. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.2.19. 2,5-dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun transyapısı

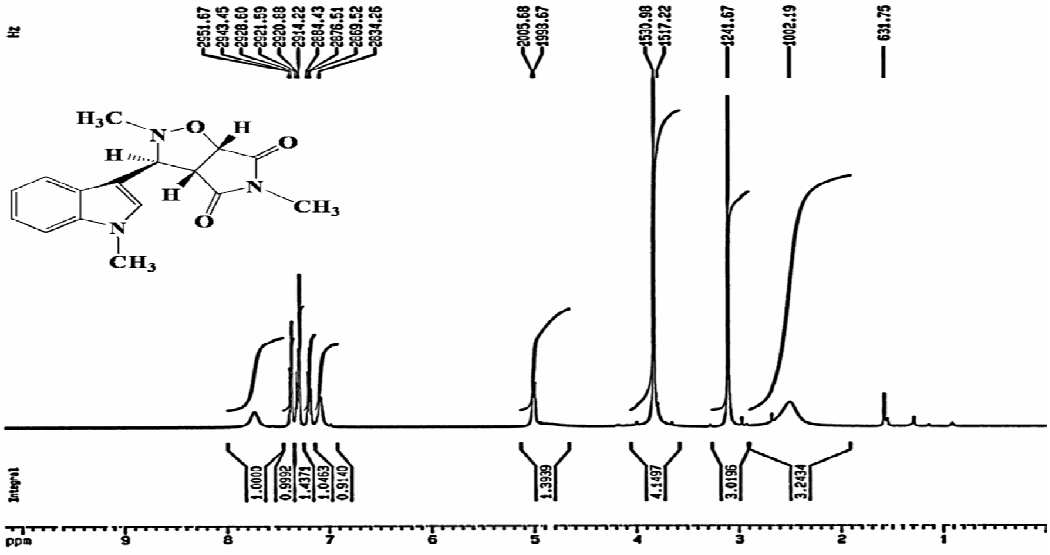


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3086 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2990 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1704 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1192 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

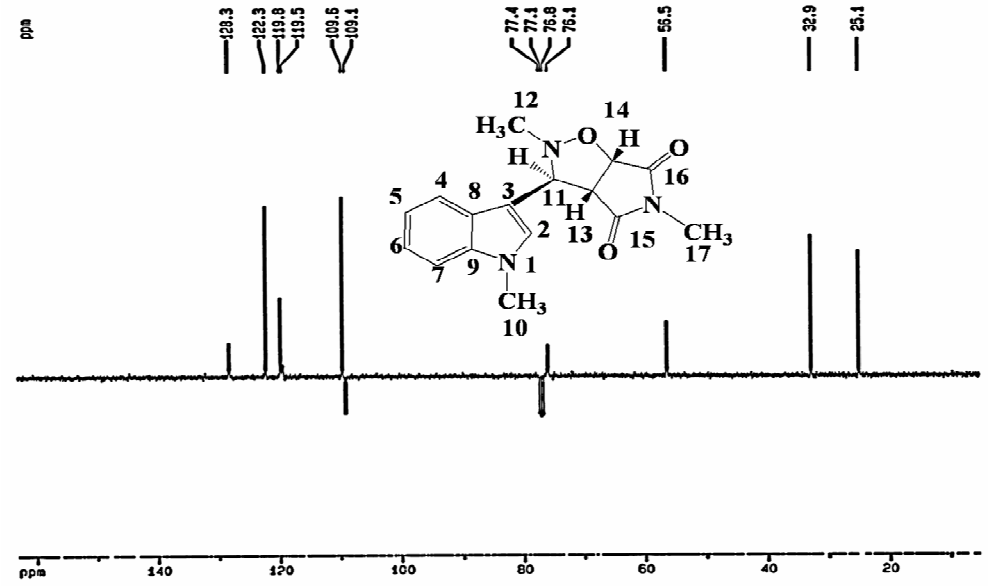
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda; 7,1 ppm'de indol halkasındaki H'ne ait tekli pik ,7,1-7,8 ppm'de benzen halkasındaki H'lere ait çoklu pik yeralmaktadır (4H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,01 Hz), 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait pik (J Ha-Hb= Hz) yeralmaktadır. 3,9 ppm'de indol halkasındaki N atomuna bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik yeralmaktadır. 3,1 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,5 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.95. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

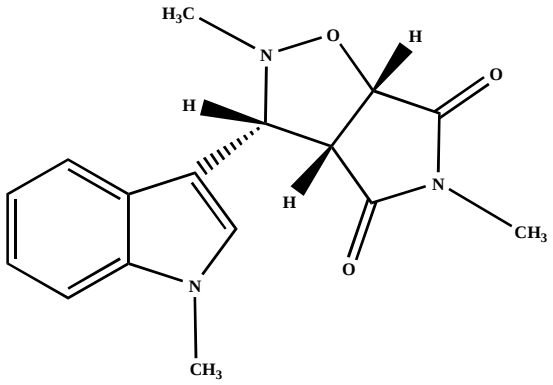


Şekil 5.96. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.97. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu

5.2.20. 2,5-dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun cis yapısı

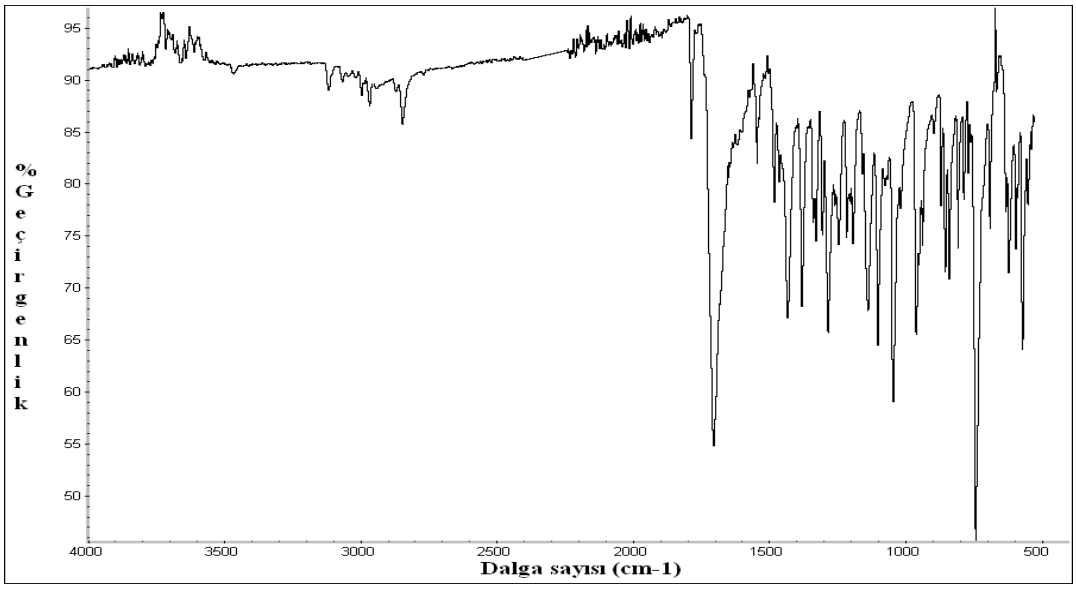


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3067 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2967 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1703 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1191 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

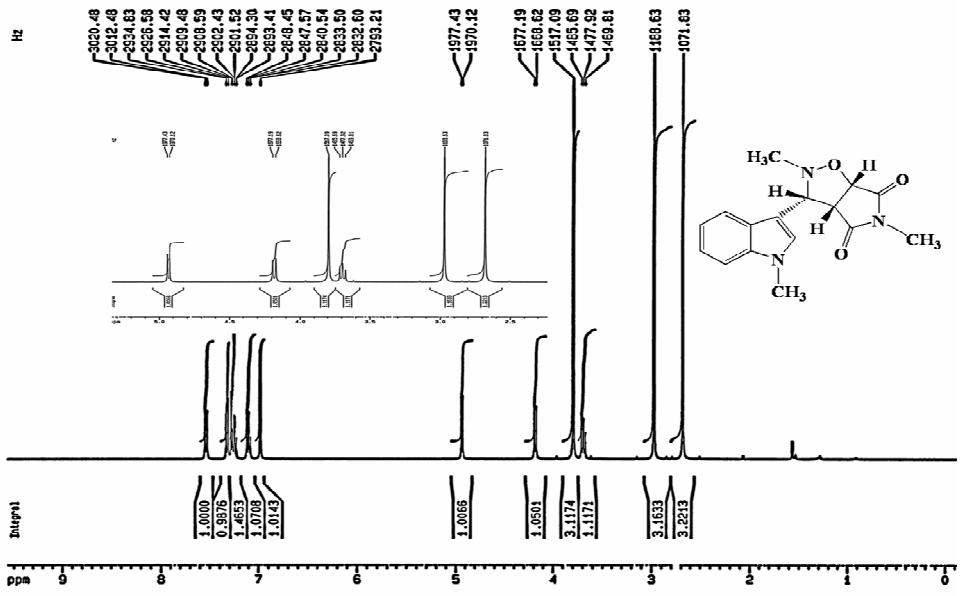
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda; 6,9-7,0 ppm'de indol halkasındaki H'ne ait tekli pik , 7,1-7,6 ppm'de benzen halkasındaki H'lere ait çoklu pik yeralmaktadır (4H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,31 Hz), 4,1 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,57 Hz), 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,77 Hz, J Hc-Hb= 8,0 Hz) yeralmaktadır. 3,8 ppm'de indol halkasındaki N atomuna bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik yeralmaktadır, 3,0 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); pozitif genlikte 25 ppm'de (C17), 33 ppm'de (C10), 43 ppm'de (C12), 54 ppm'de (C11), 70 ppm'de (C13), 76 ppm'de (C14), 109 -127 ppm aralığında (C2, C4, C5, C6, C7) karbonlarına ait pikler,

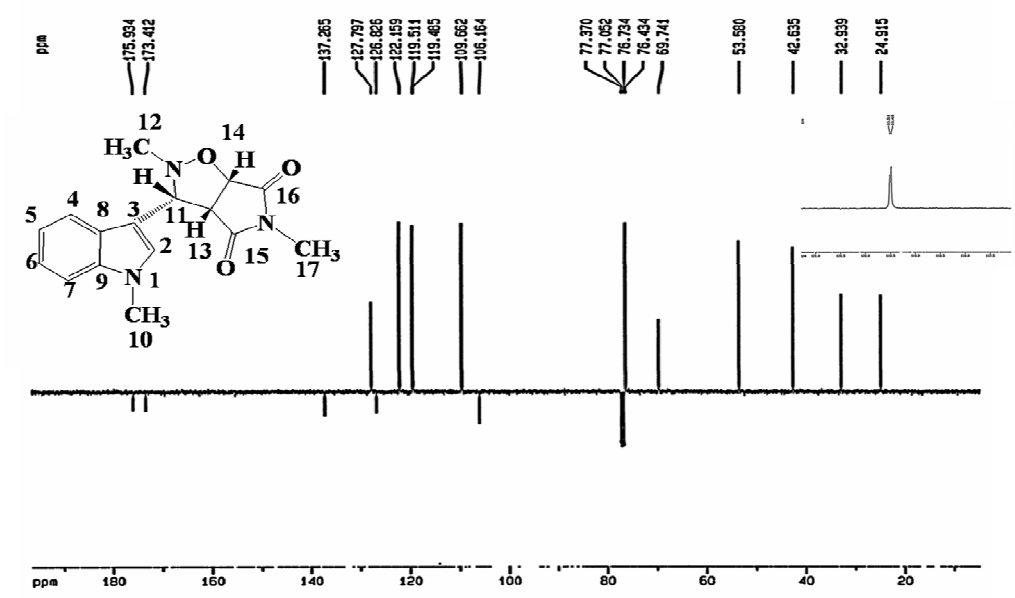
negatif genlikte 176 ppm'de (C16), 173 ppm'de (C15), 137 ppm'de (C9), 126 ppm'de (C8), 106 ppm'de (C3) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.98. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınanFT-IR spektrumu



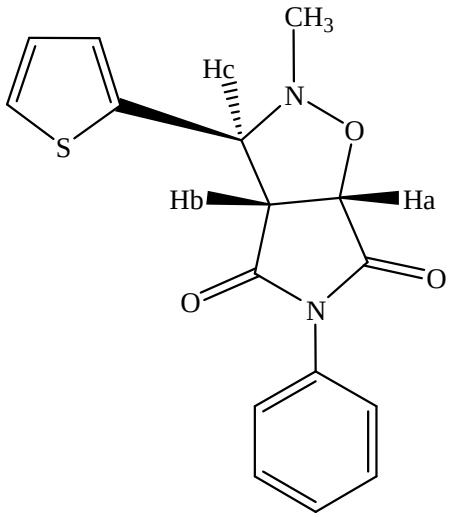
Şekil 5.99. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.100. 2,5-Dimetil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu

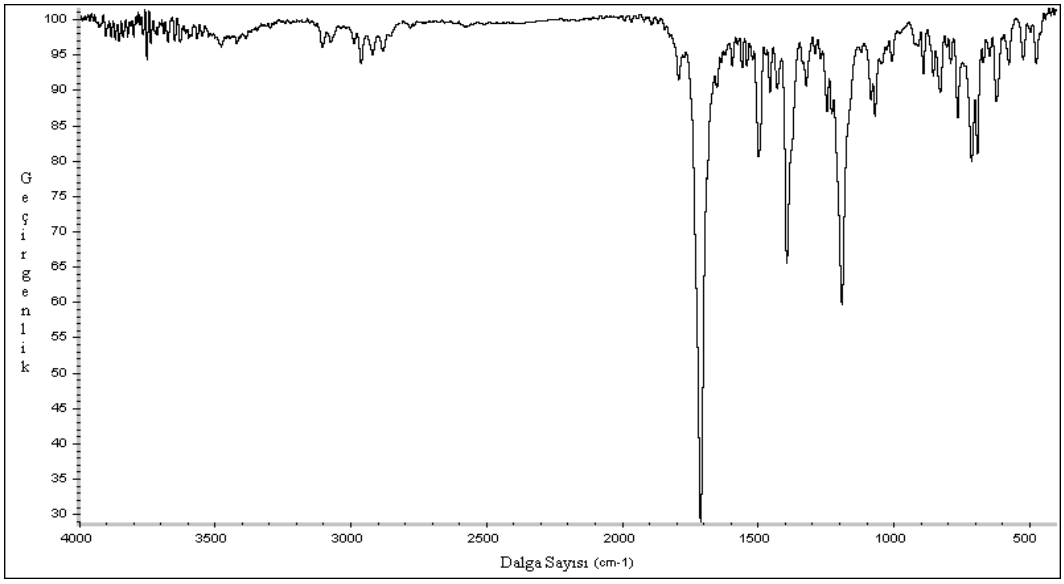
5.3. Nitronlarla N-Fenil Maleimidin 1,3-Dipolar Siklo Katılma Tepkimeleri Sonucunda Oluşan Bileşiklerin Yapıları

5.3.1. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun trans yapısı

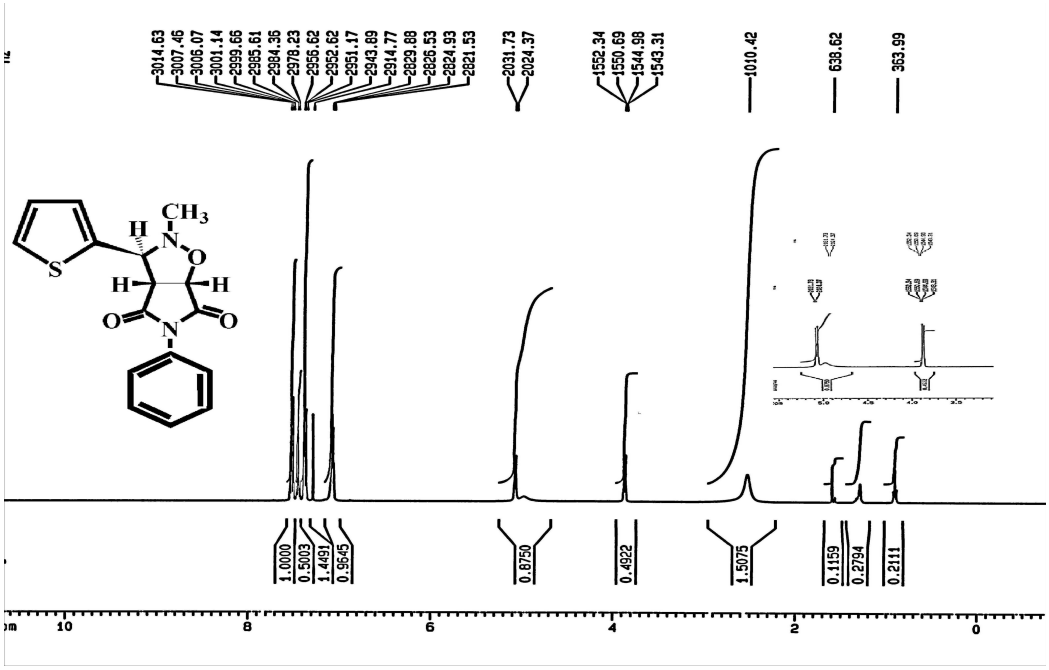


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3074 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2962 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1711 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1190 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

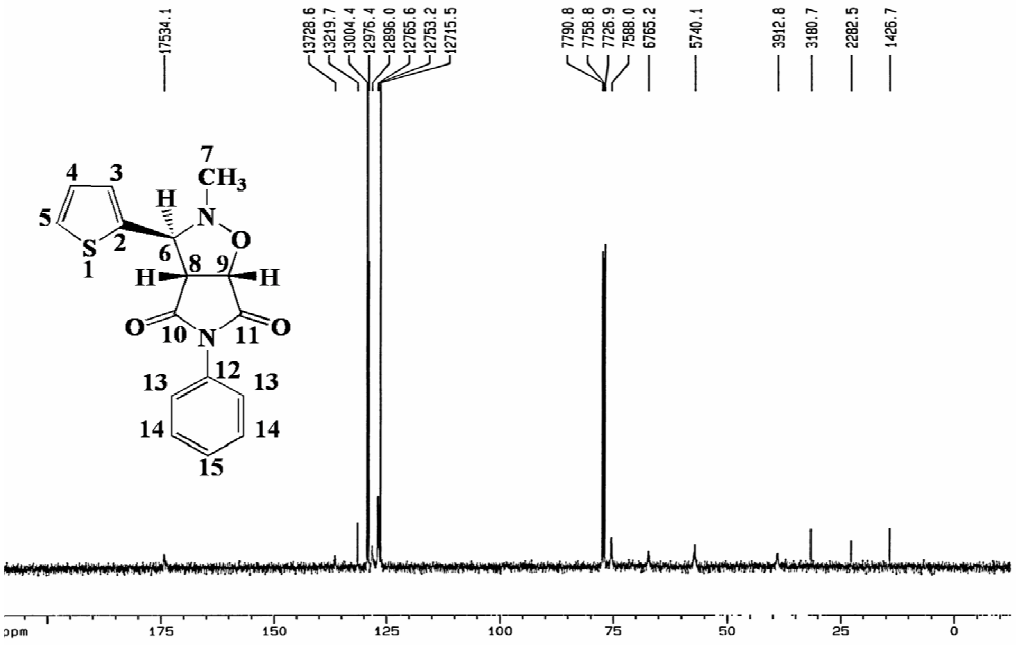
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda; 7,0-7,6 ppm'de tiyofen ve benzen halkasındaki H'lere ait çoklu pik yeralmaktadır (8H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait birli pik (J Hb-Ha=7,36 Hz), 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait birli yayvan pik, 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait pik (J Ha-Hb=7,37 Hz) yeralmaktadır. 2,6 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.101. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

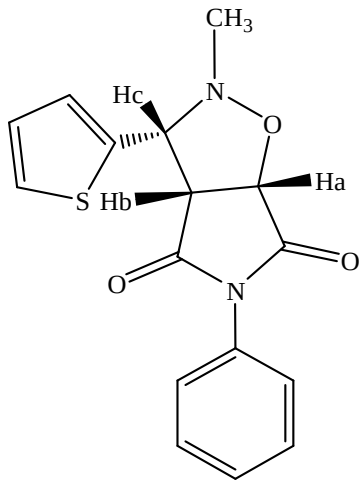


Şekil 5.102. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.103. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

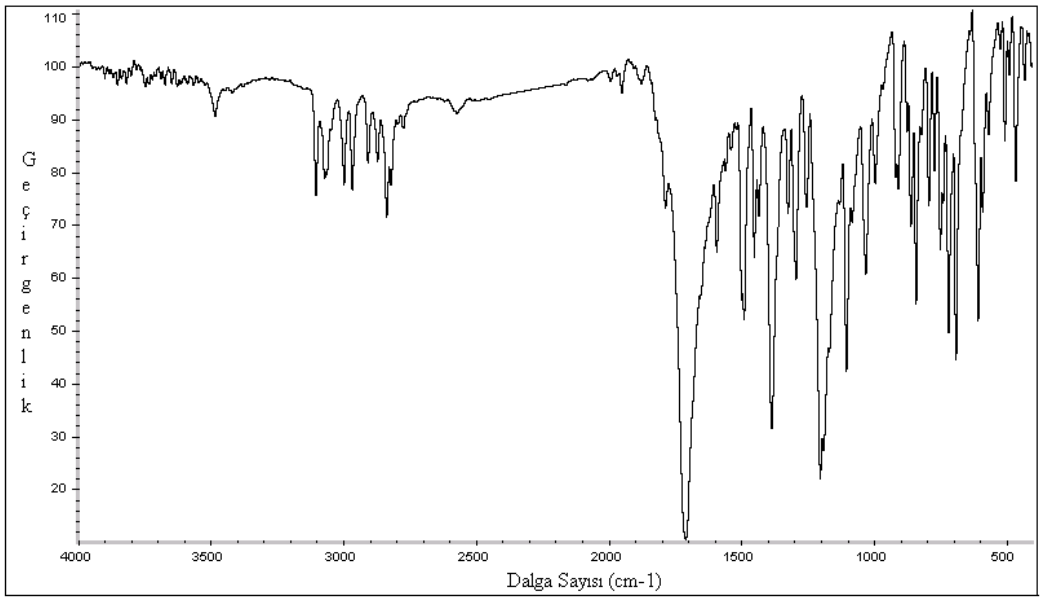
5.3.2. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun cis yapısı



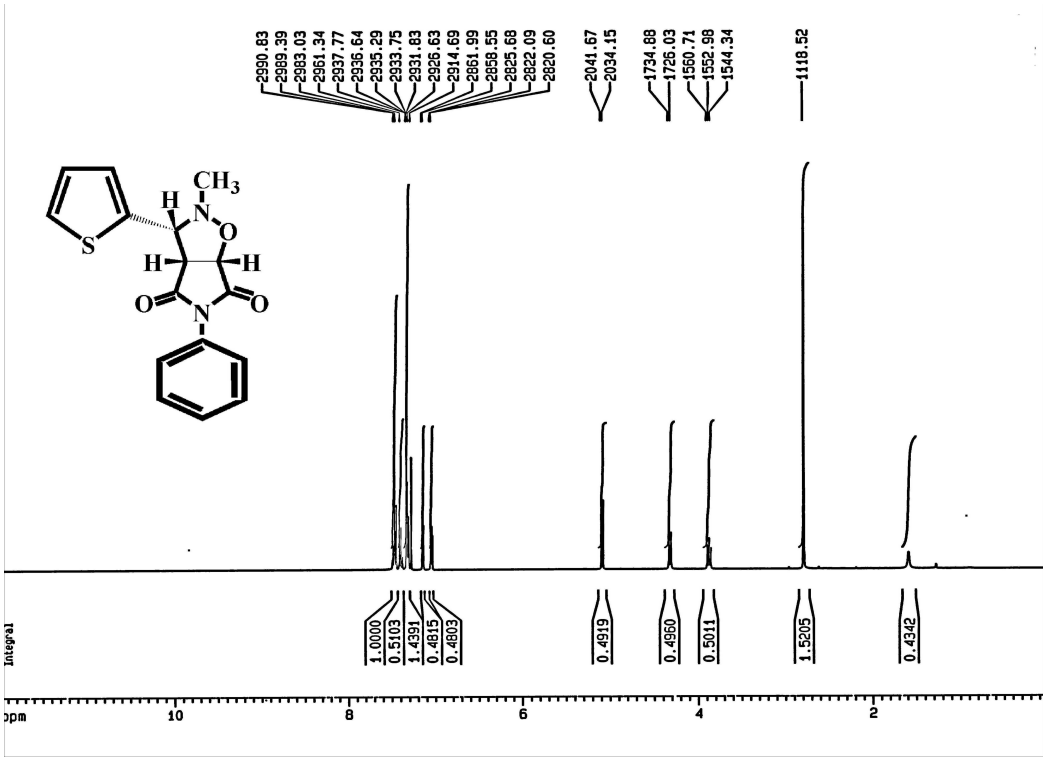
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3072 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2968 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1711 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1106 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 590 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,0-7,5 ppm'de tiyofen ve benzen halkasındaki protonlara ait çoklu pik görülmektedir (8H). 5,1 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait birli pik (J Hb-Ha=7,53 Hz), 4,4 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait birli pik (J Hb-Hc=8,84 Hz), 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=8,05 Hz, J Hc-Hb= 8,31 Hz) yeralmaktadır. 2,8 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

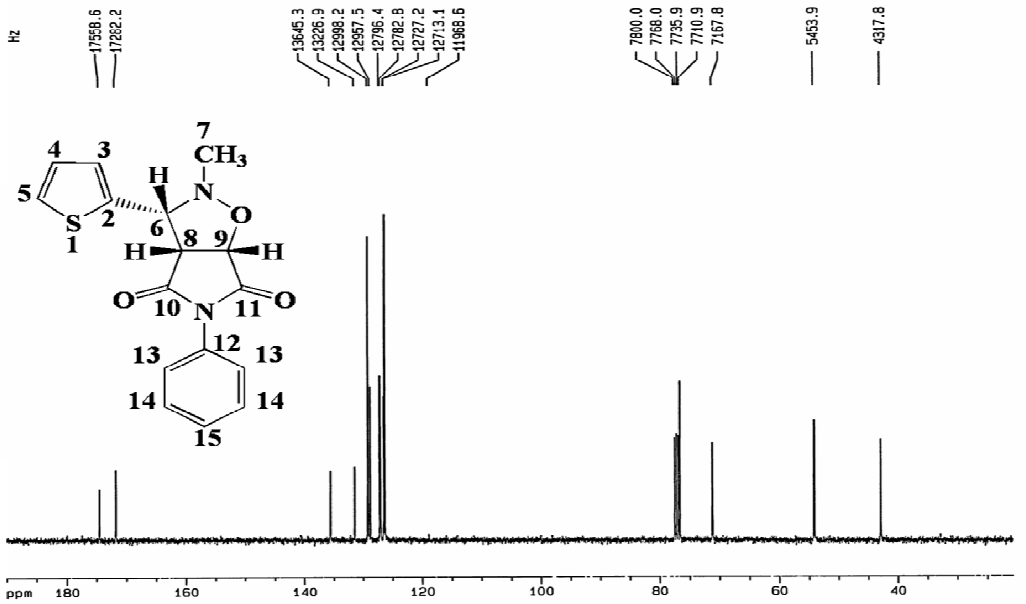
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 43 ppm'de (C7), 55 ppm'de (C6), 72 ppm'de (C8), 77 ppm'de (C9), 112 -136 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5, C12, C13, C14, C15) karbonlarına ait pikler, 176 ppm'de (C11), 173 ppm'de (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



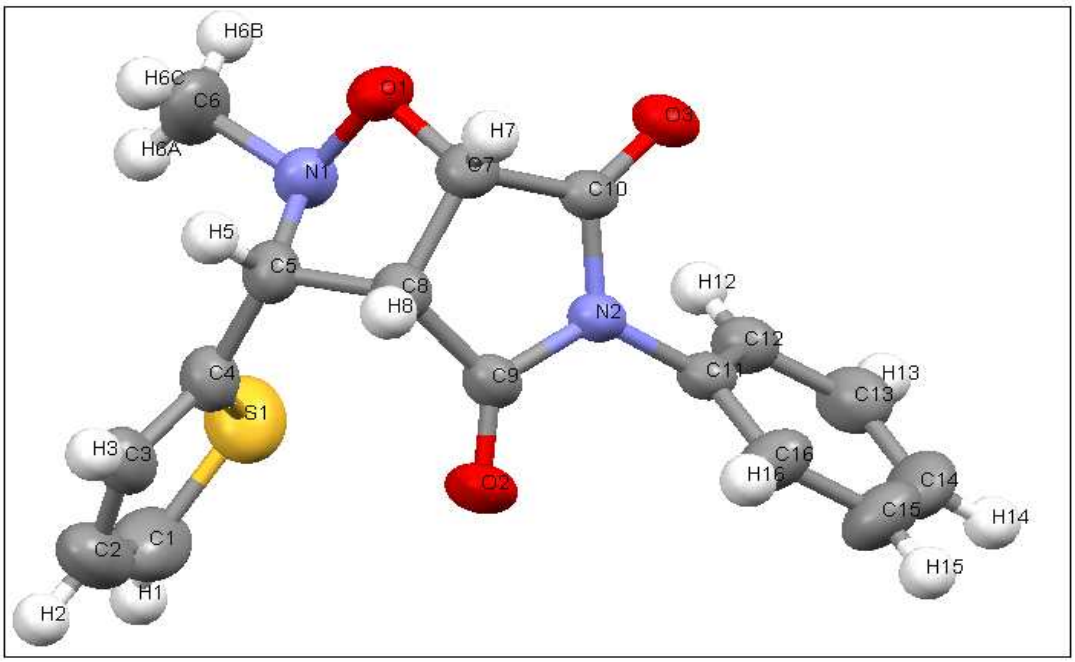
Şekil 5.104. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu



Şekil 5.105. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu

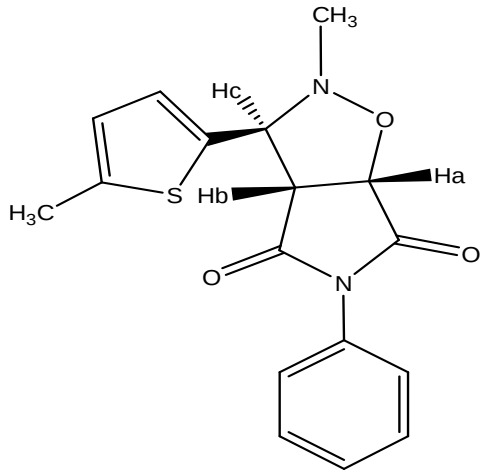


Şekil 5.106. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu



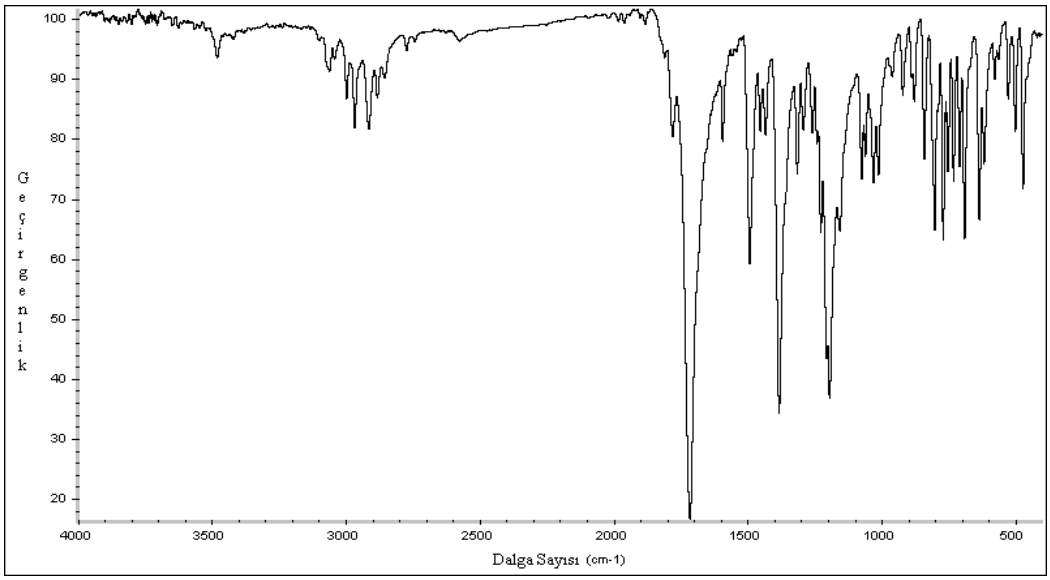
Şekil 5.107. 2-Metil-5-fenil-3-(tiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) X-ışınları kırınımı cihazıyla tayin edilen kristal yapısı

5.3.3. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun trans yapısı

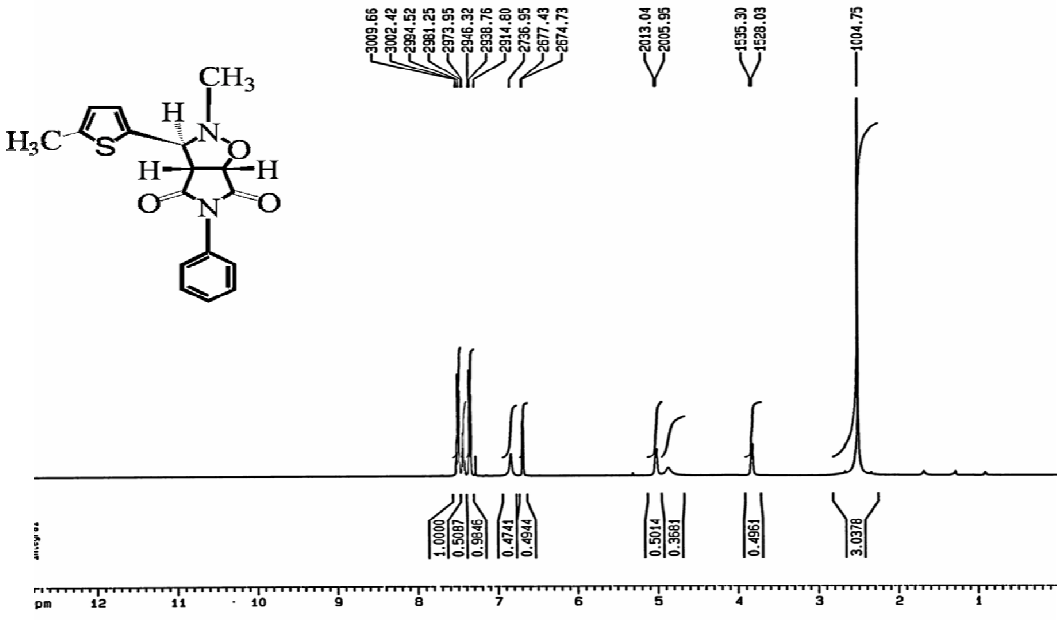


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3055 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2991 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1718 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1160 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 610 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

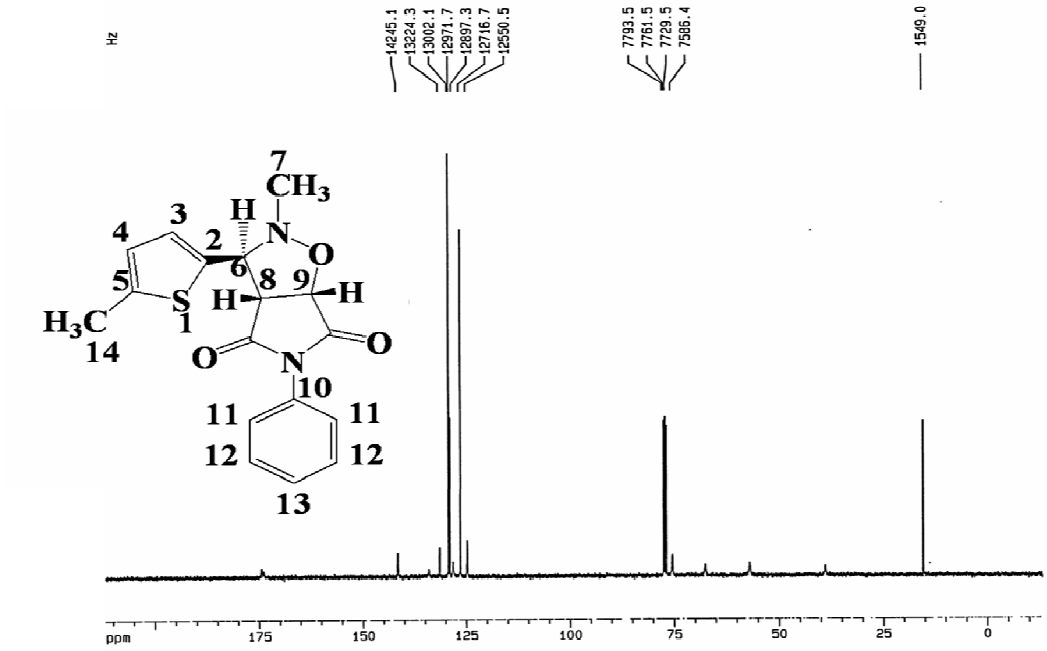
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,6-7,6 ppm'de benzen ve tiyofen halkasındaki protonlara ait çoklu pik (8H) görülmektedir. 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,09 Hz), 4,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait birli yayvan pik, 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,27 Hz) yeralmaktadır. 2,6 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ve tiyofen halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan pik görülmektedir.



Şekil 5.108. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

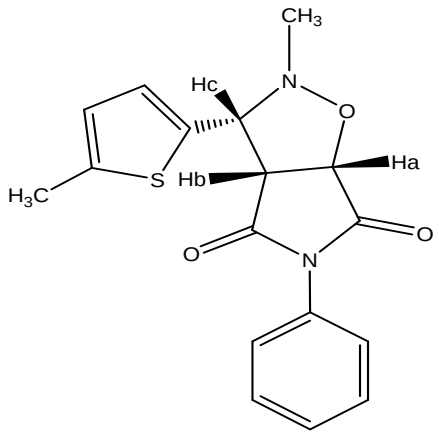


Şekil 5.109. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.110. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

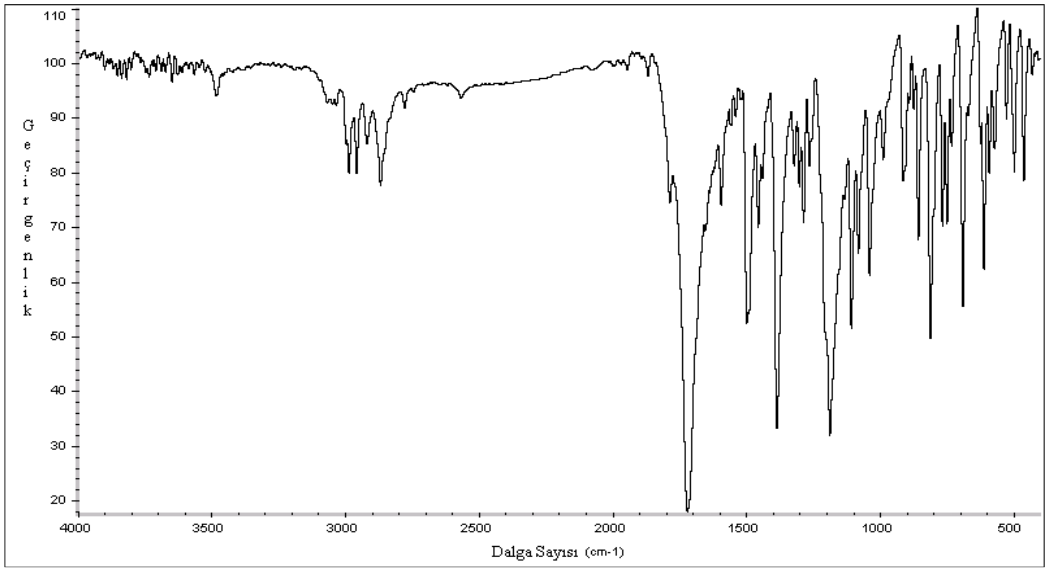
5.3.4. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun cis yapısı



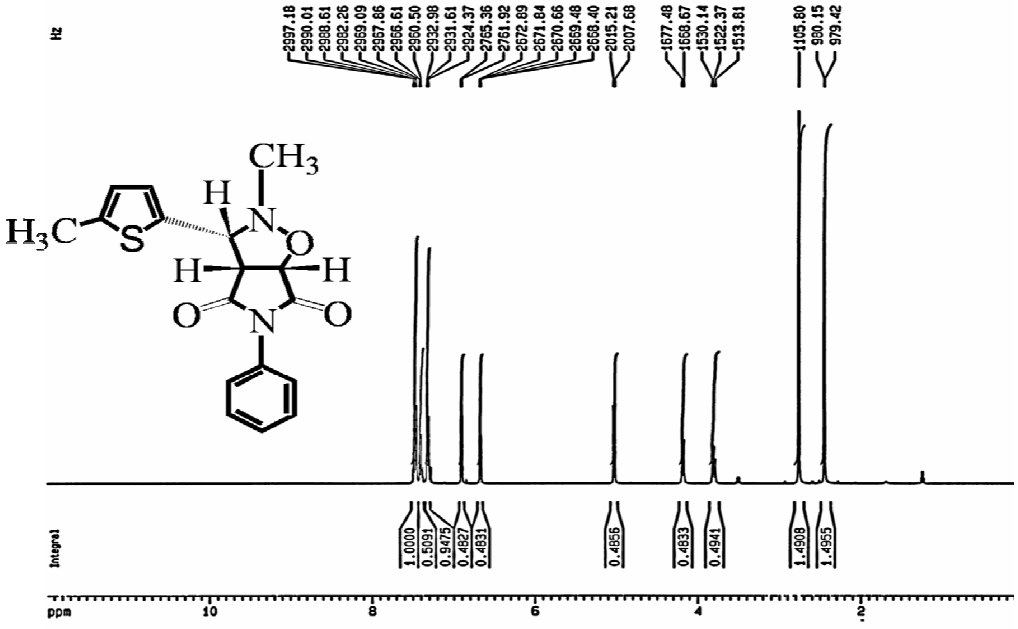
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3035 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2957 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1722 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1108 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 592 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,6-7,5 ppm'de tiyofen ve benzen halkasındaki protonlara ait çoklu pik görülmektedir (7H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,53 Hz), 4,2 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,81 Hz), 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,77 Hz, J Hc-Hb= 8,56 Hz) yeralmaktadır. 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,5 ppm de ise tiyofen halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

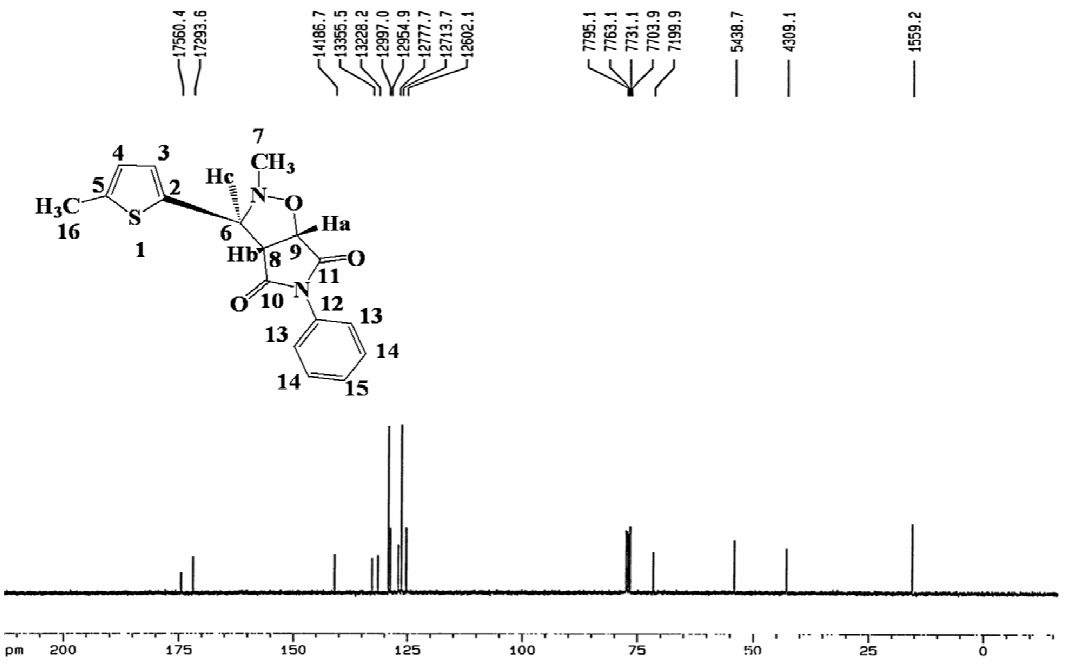
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 16 ppm'de (C16), 43 ppm'de (C7), 54 ppm'de (C6), 72 ppm'de (C8), 77 ppm'de (C9), 126 -142 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5, C12, C13, C14, C15) karbonlarına ait pikler, 176 ppm'de (C11), 173 ppm'de (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.111. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

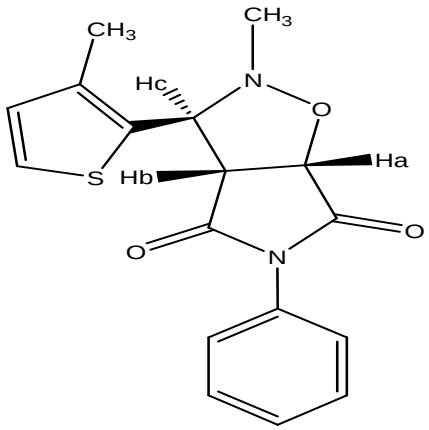


Şekil 5.112. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



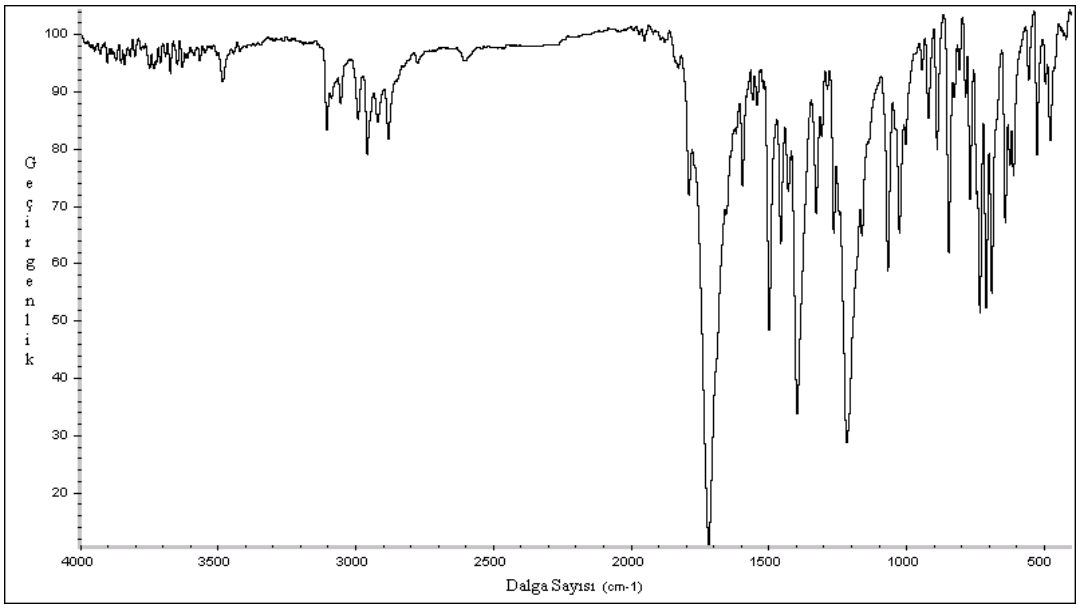
Şekil 5.113. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.3.5. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun trans yapısı

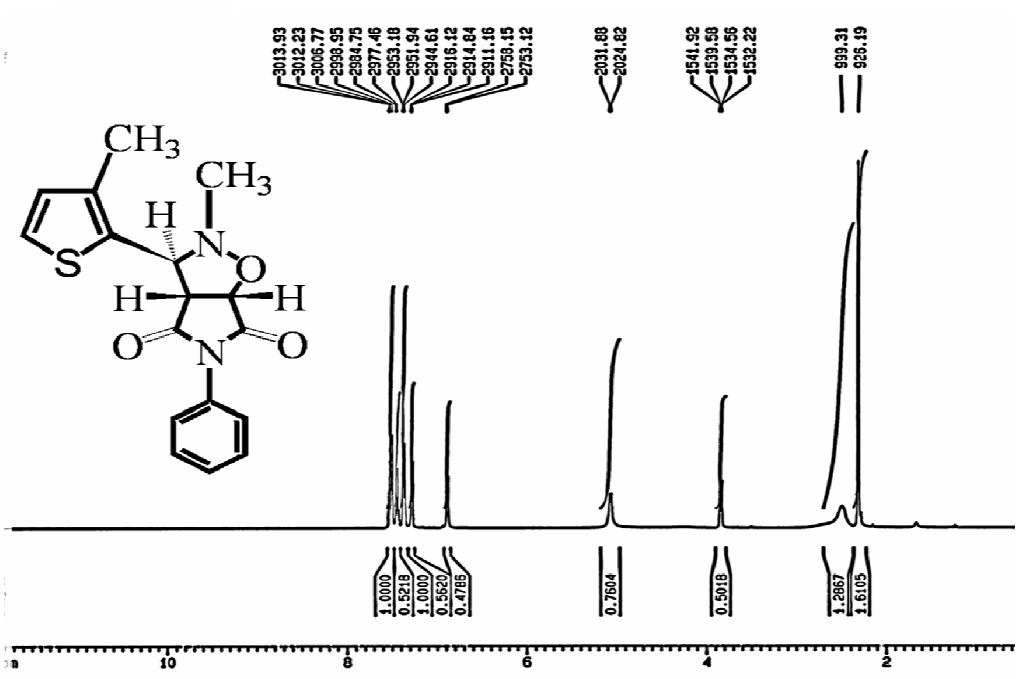


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3055 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2958 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1718 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1160 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 610 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

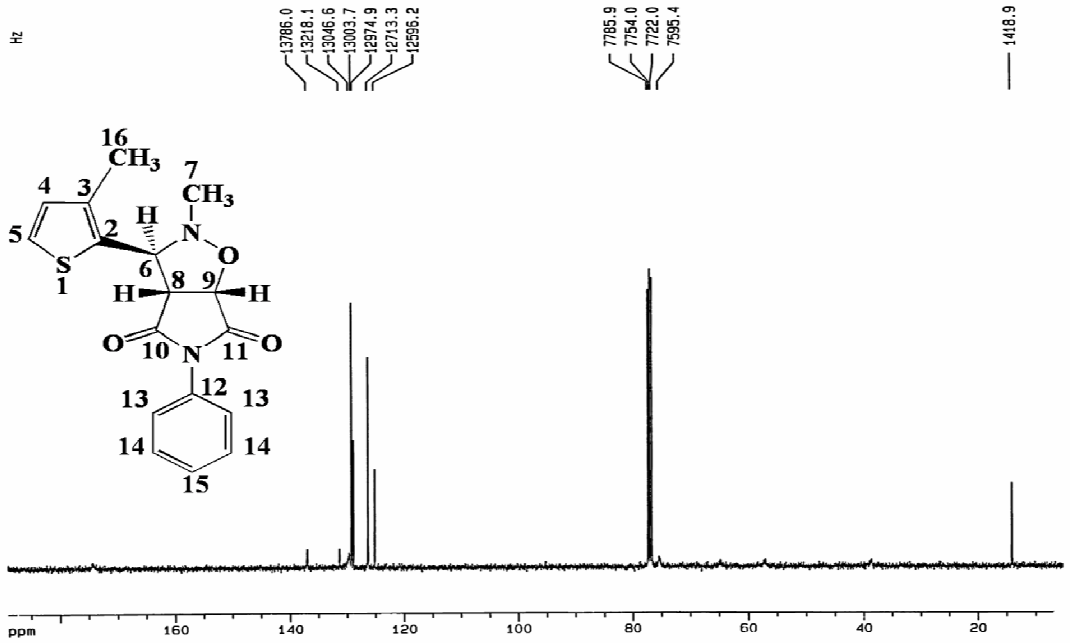
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,8-7,6 ppm'de tiyofen ve benzen halkasındaki protonlara ait çoklu pik görülmektedir (7H). 5,1 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,06 Hz), 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait pik, 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait çoklu pik yeralmaktadır. 2,6 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,4 ppm de ise tiyofen halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.114. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

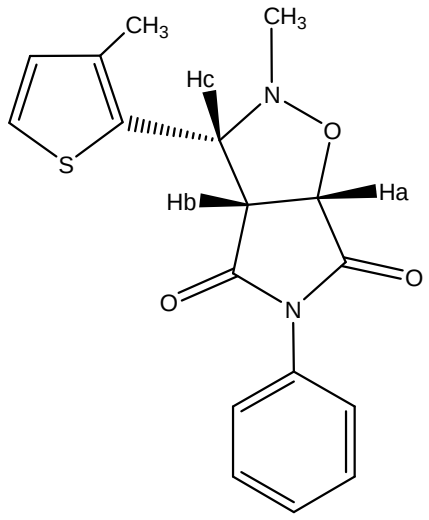


Şekil 5.115. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.116. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.3.6. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun cis yapısı

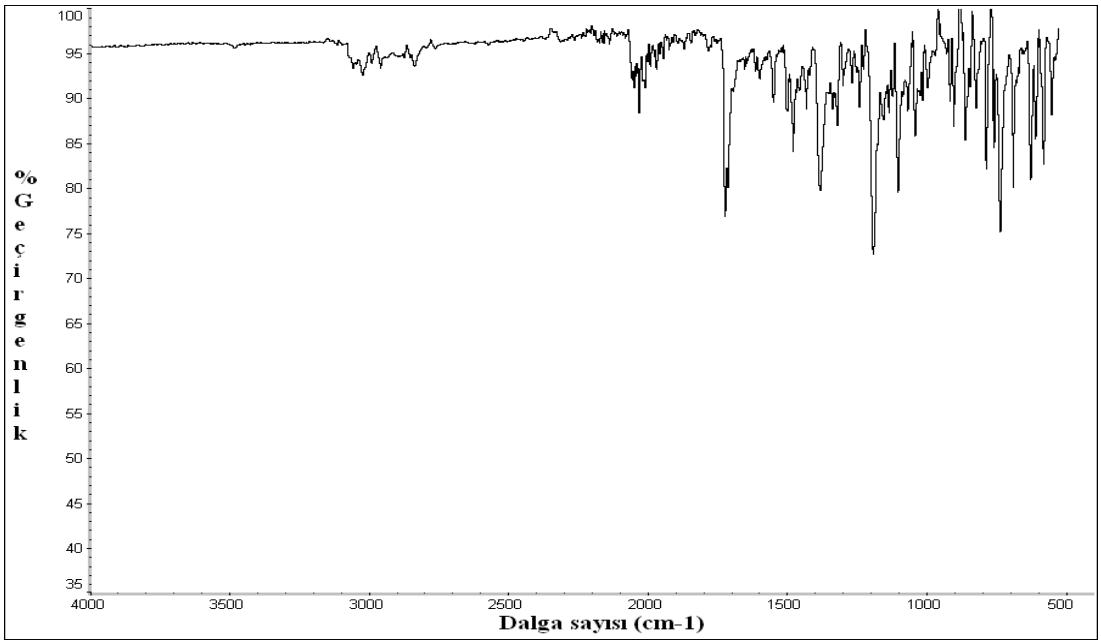


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3057 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2957 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden,

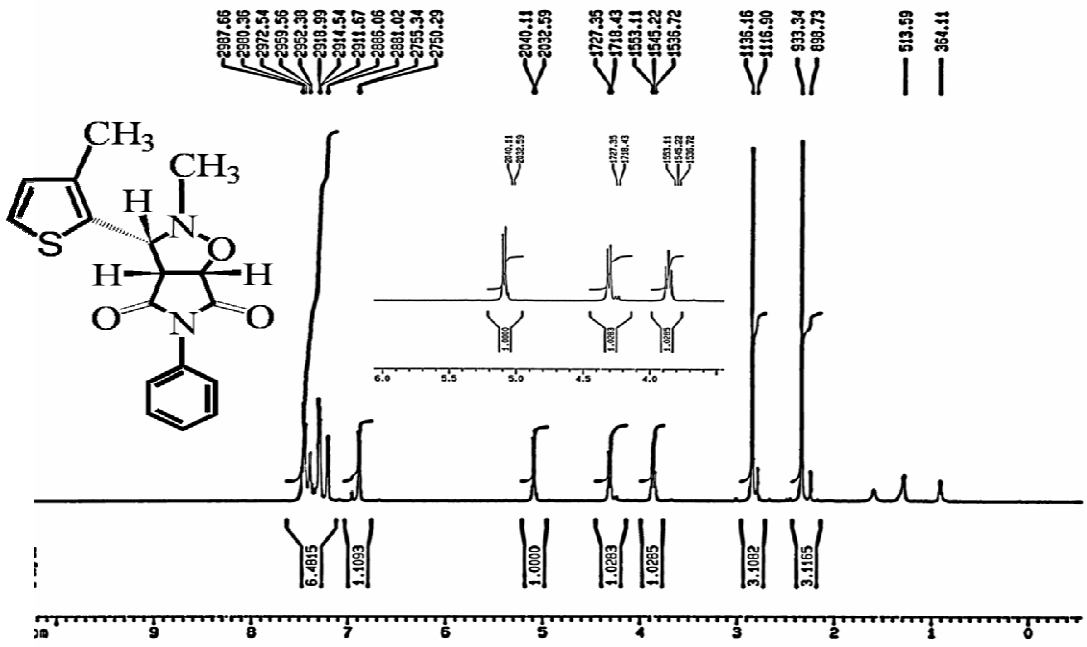
1721 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1190 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 608 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,8-7,6 ppm'de tiyofen ve benzen halkasındaki protonlara ait çoklu pik görülmektedir (7H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,52 Hz), 4,3 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc= 8,92), 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik yeralmaktadır (J Ha-Hb=7,89 Hz, J Hc-Hb= 8,5 Hz). 2,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,5 ppm de ise tiyofen halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

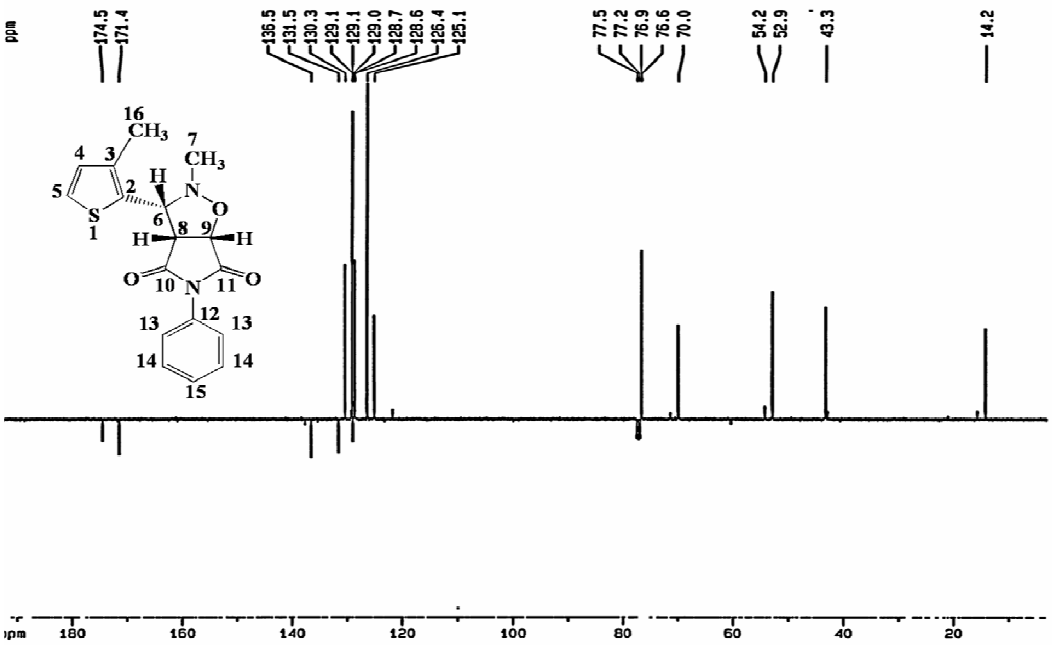
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 14 ppm'de (C16), 43 ppm'de (C7), 53 ppm'de (C6), 70 ppm'de (C8), 77 ppm'de (C9), 125 -137 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5, C12, C13, C14, C15) karbonlarına ait pikler, 175 ppm'de (C11), 171 ppm'de (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.117. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

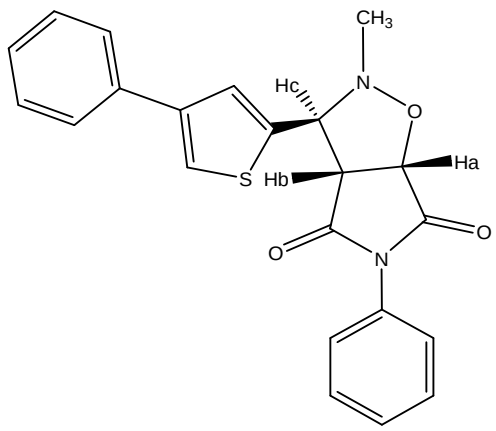


Şekil 5.118. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



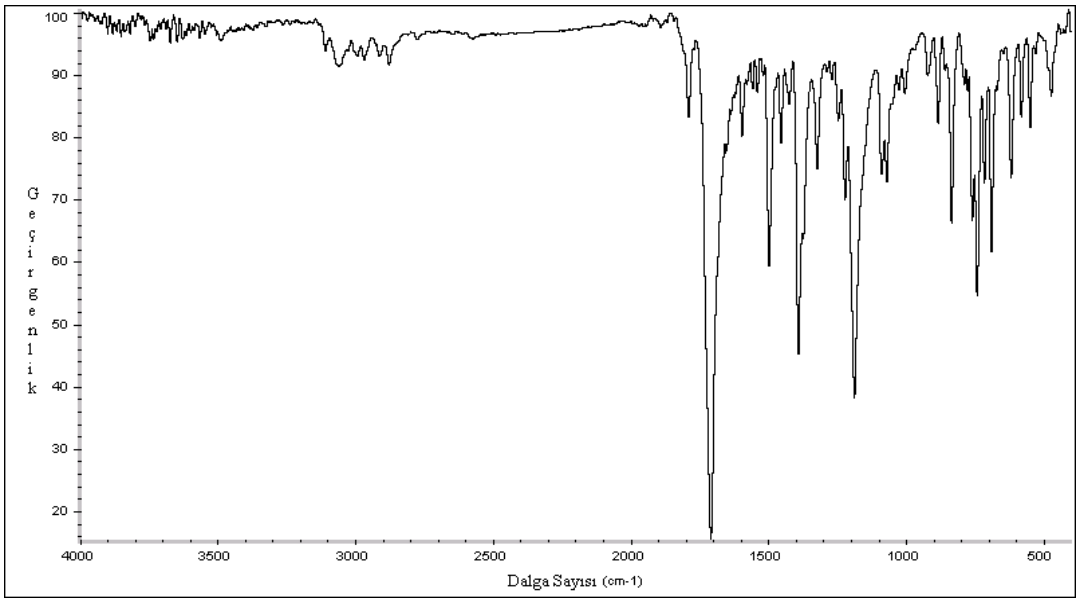
Şekil 5.119. 2-Metil-5-fenil-3-(3-metiltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu

5.3.7. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun trans yapısı

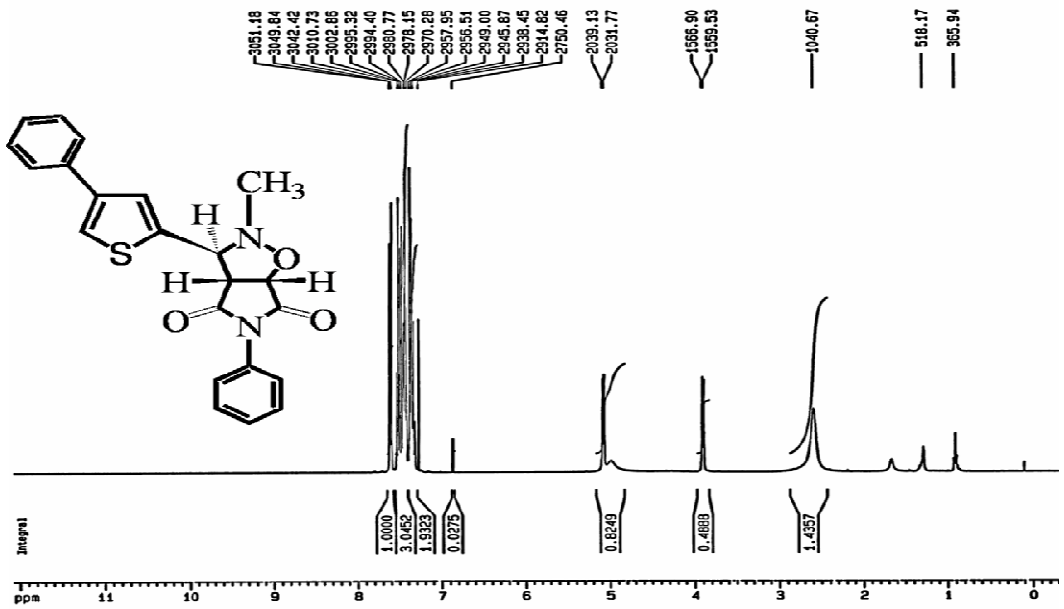


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3062 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2969 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1710 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1180 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 620 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

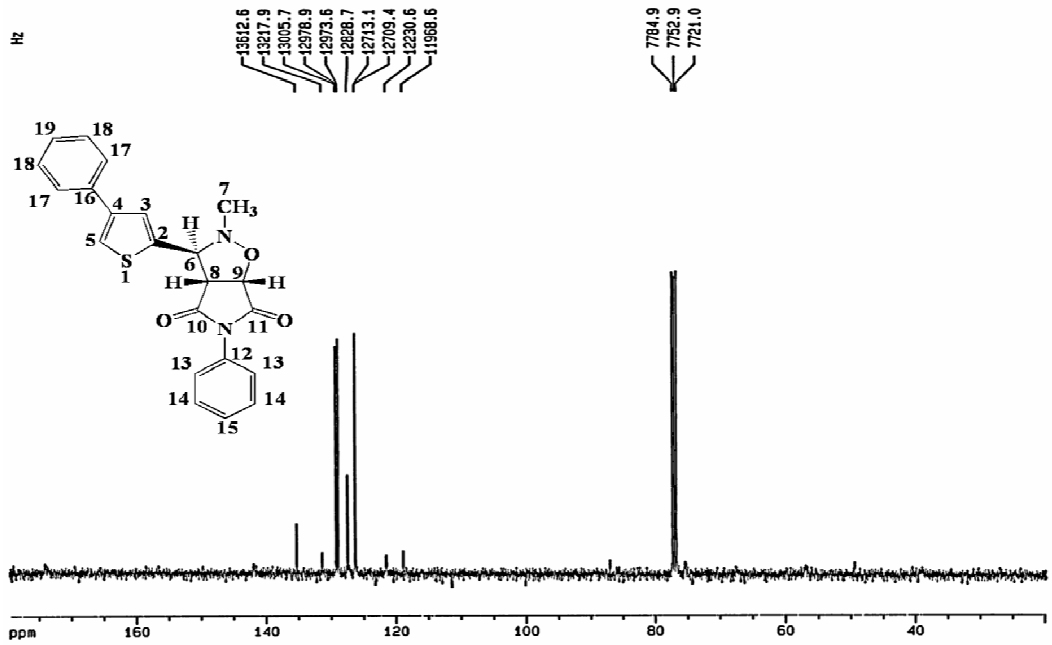
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,8-7,6 ppm'de tiyofen ve benzen halkasındaki protonlara ait çoklu pik görülmektedir (7H). 5,2 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,06 Hz), 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait pik, 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait çoklu pik yeralmaktadır. 2,6 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,4 ppm de ise tiyofen halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.120. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

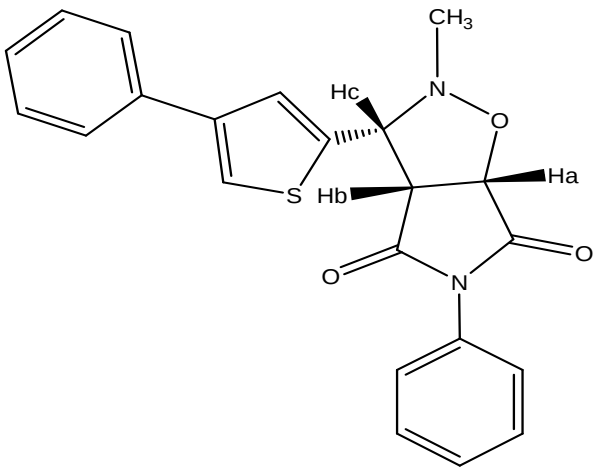


Şekil 5.121. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.122. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

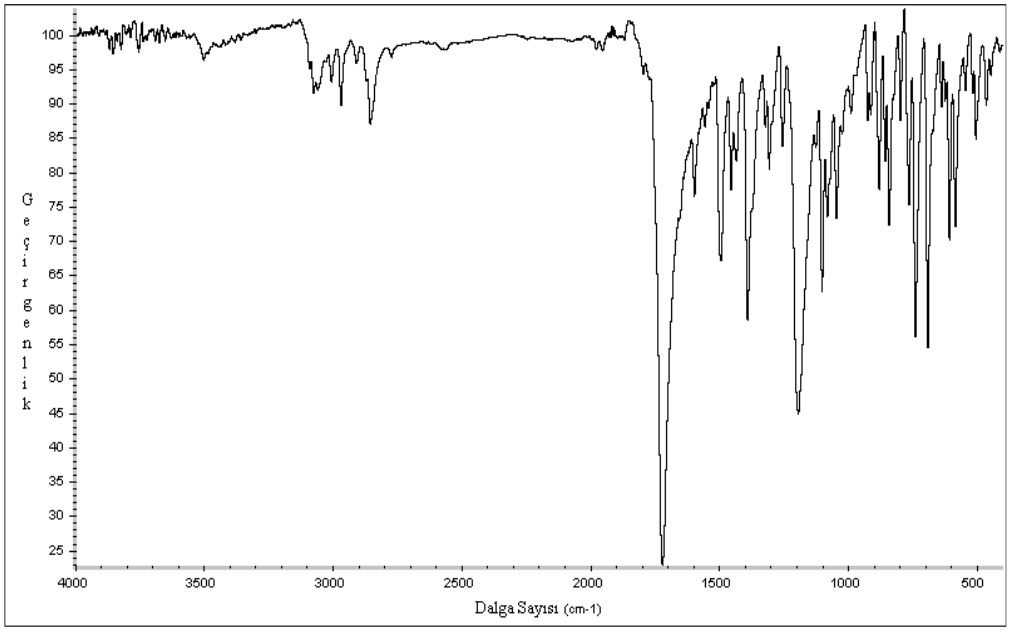
5.3.8. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun cis yapısı



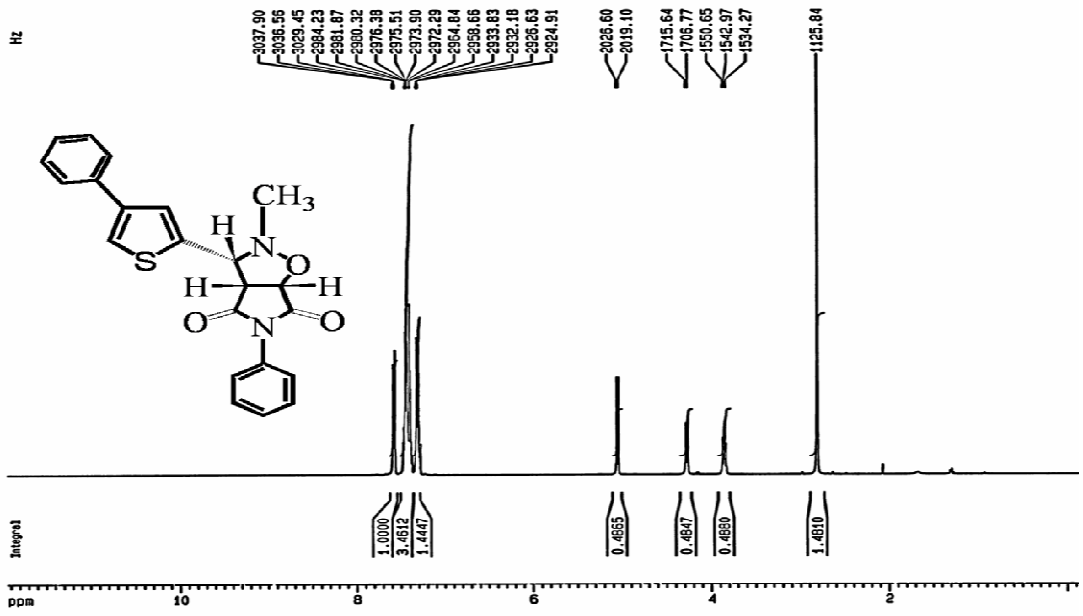
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3075 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2969 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1723 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1102 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 544 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,2-7,6 ppm'de tiyofen halkasındaki protonlara, tiyofen halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ve maleimit halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ait çoklu pik görülmektedir (12H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,5 Hz), 4,3 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,87 Hz), 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,68 Hz, J Hc-Hb= 8,7 Hz) yeralmaktadır. 2,8 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

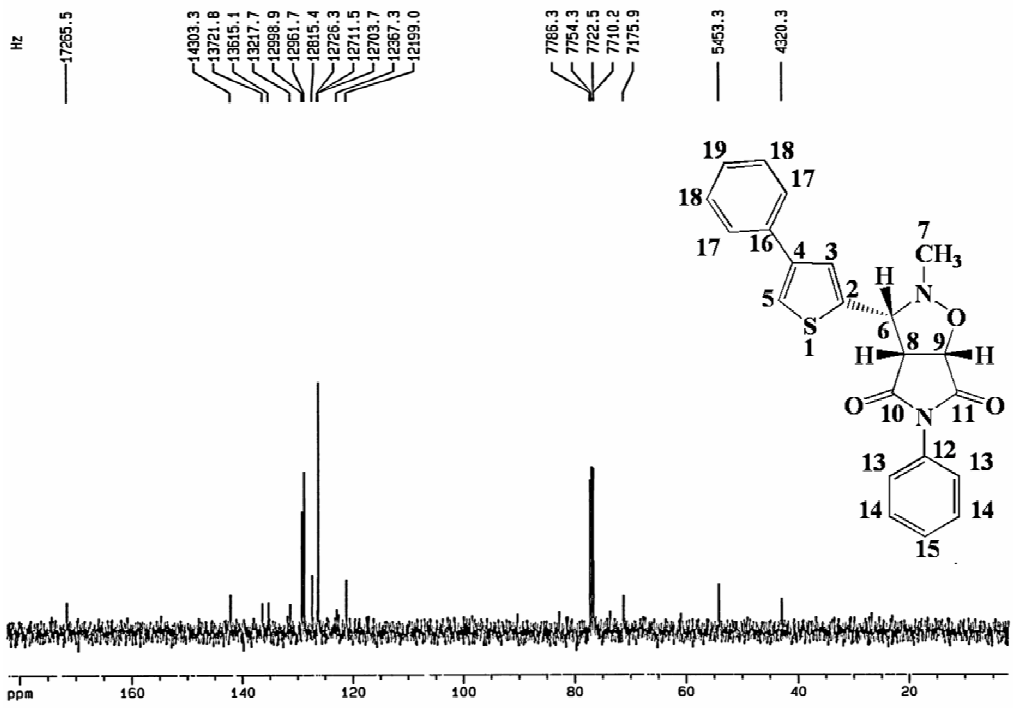
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 43 ppm'de (C7), 55 ppm'de (C6), 72 ppm'de (C8), 77 ppm'de (C9), 122-143 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5, C12, C13, C14, C15) karbonlarına ait pikler, 173 ppm'de (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.123. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

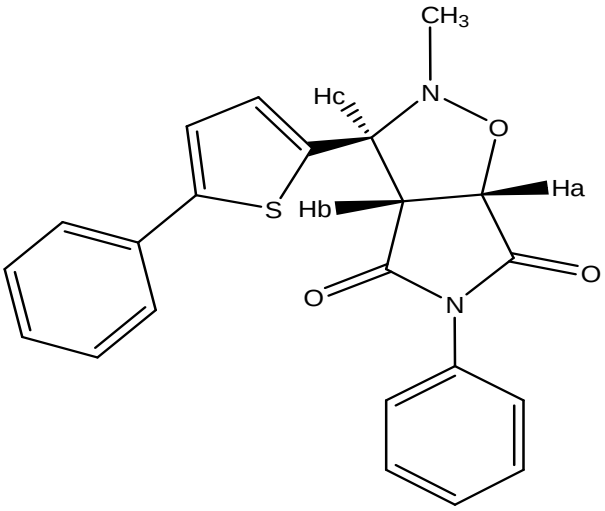


Şekil 5.124. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



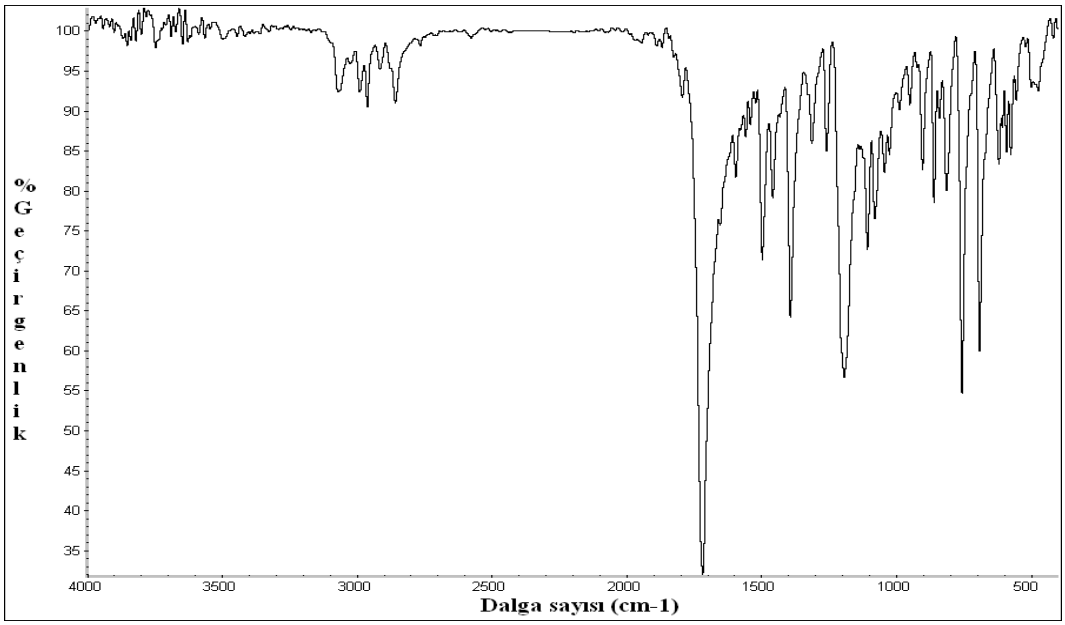
Şekil 5.125. 2-Metil-5-fenil-3-(4-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.3.9. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun trans yapısı

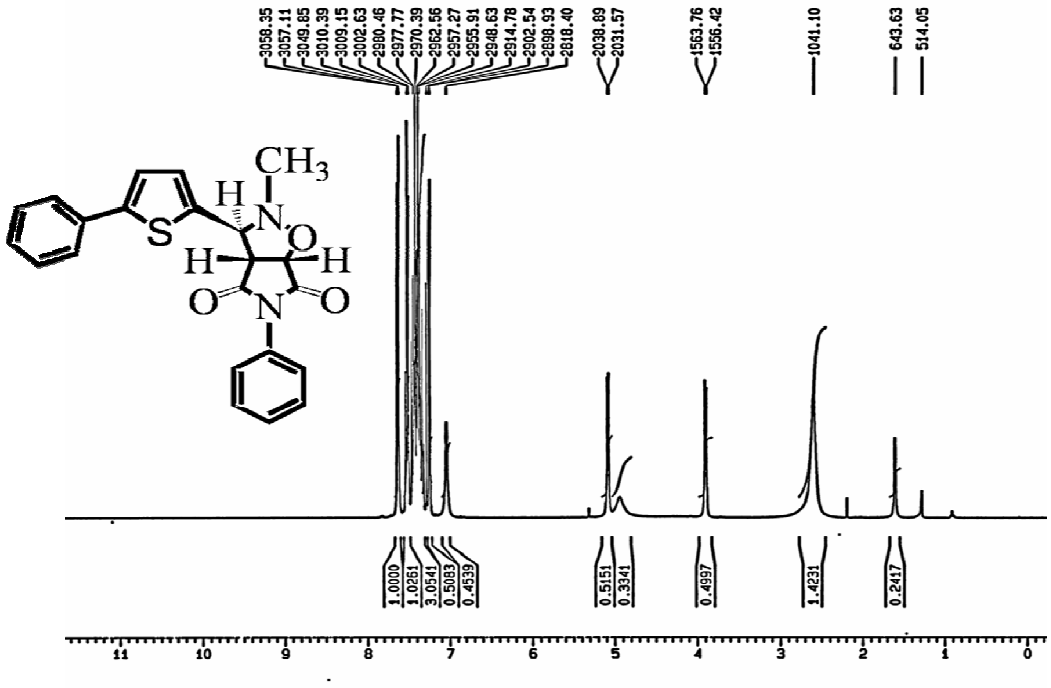


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3070 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2962 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1718 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1107 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 575 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

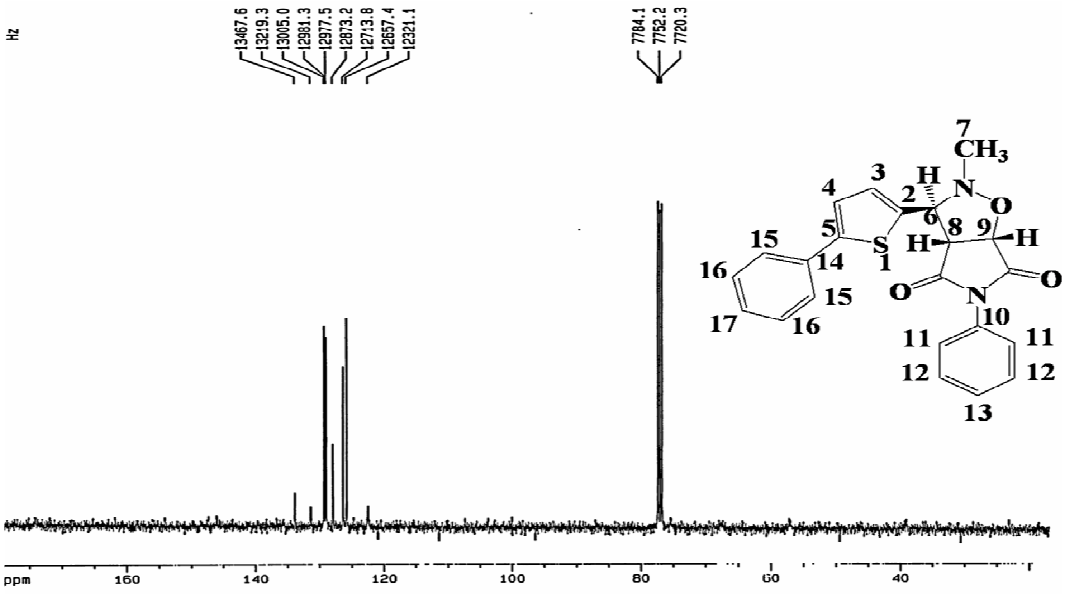
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,0-7,7 ppm'de tiyofen halkasındaki protonlara, tiyofen halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ve maleimit halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ait çoklu pik görülmektedir (12H). 5,1 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,32 Hz), 4,3 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait yayvan birli pik, 3,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait ikili pik (J Ha-Hb=7,34 Hz) yeralmaktadır. 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.126. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

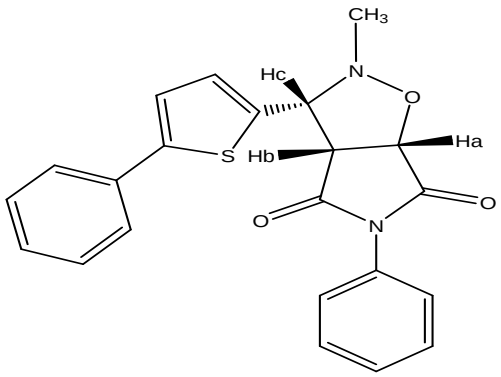


Şekil 5.127. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.128. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.3.10. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun cis yapısı

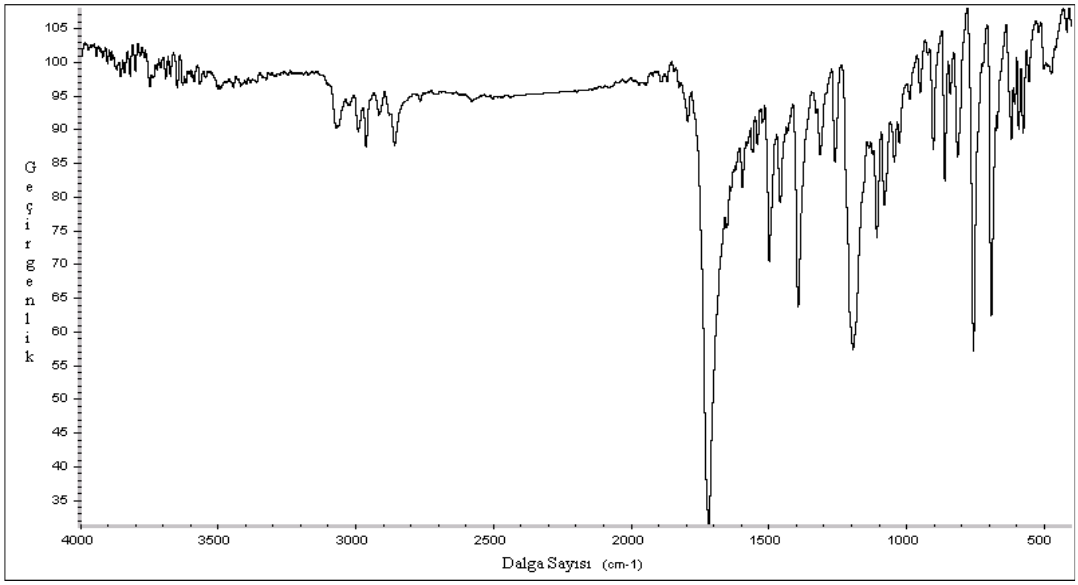


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3070 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2991 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1717 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1108 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden, 576 cm^{-1} deki bant C=C-S gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

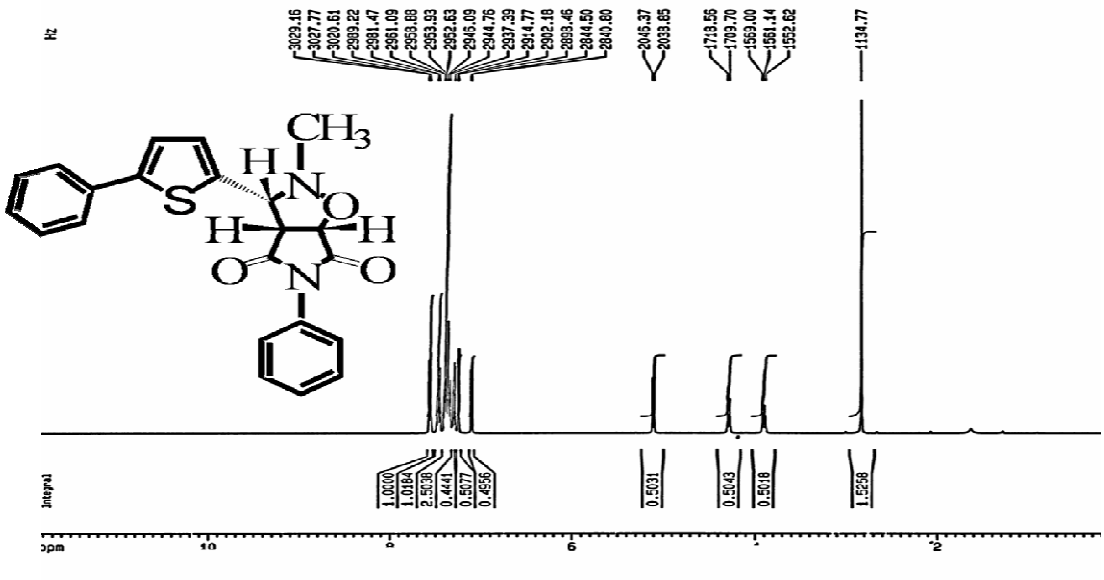
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,2-7,6 ppm'de tiyofen halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ve maleimit halkasına bağlı benzen

halkasındaki protonlara ait çoklu pik görülmektedir (10H). 7,3 ppm de tiyofen halkasındaki He protonuna ait ikili pik (J Hd-He= 3,72 Hz), 7,1 ppm'de tiyofen halkasındaki Hd protonuna ait ikili pik (J He-Hd= 3,70 Hz). 5,1 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,52 Hz), 4,3 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,86 Hz), 3,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,86 Hz, J Hc-Hb= 8,52 Hz) yeralmaktadır. 2,9 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

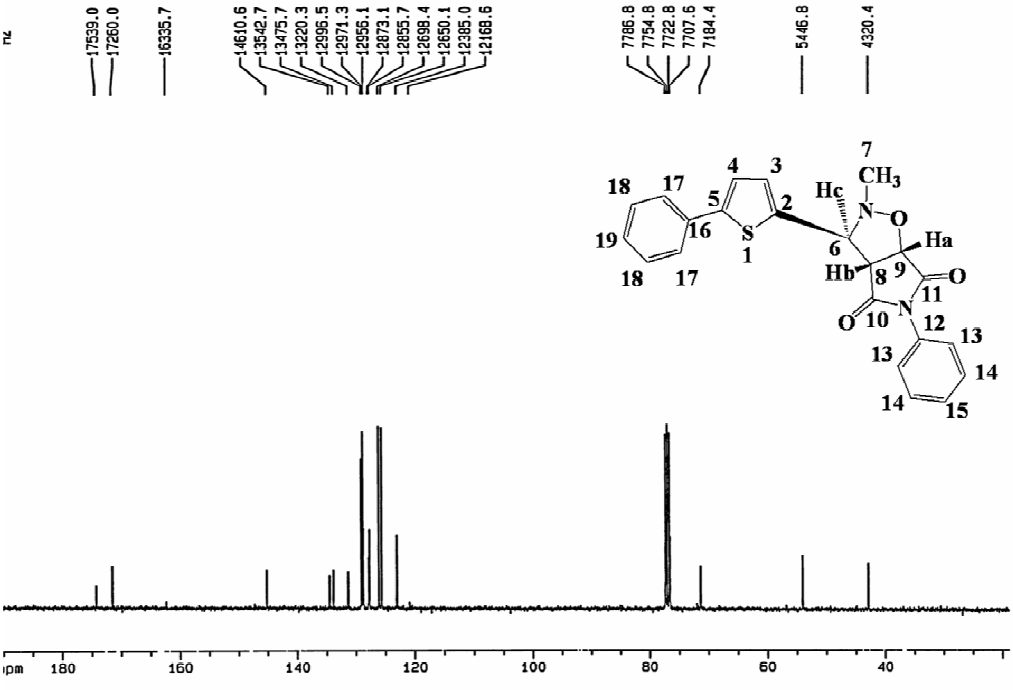
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 43 ppm'de (C7), 55 ppm'de (C6), 72 ppm'de (C8), 77 ppm'de (C9), 122-135 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5, C12, C13, C14, C15, C16, C17, C18, C19) karbonlarına ait pikler, 175 ppm'de (C11), 173 ppm'de (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.129. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

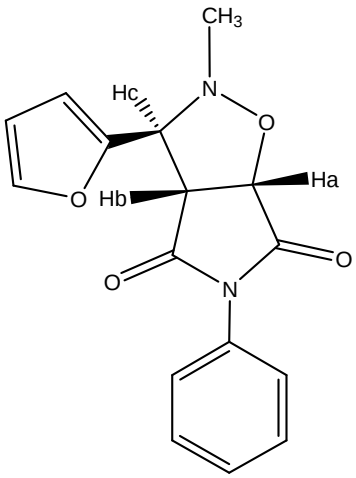


Şekil 5.130. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



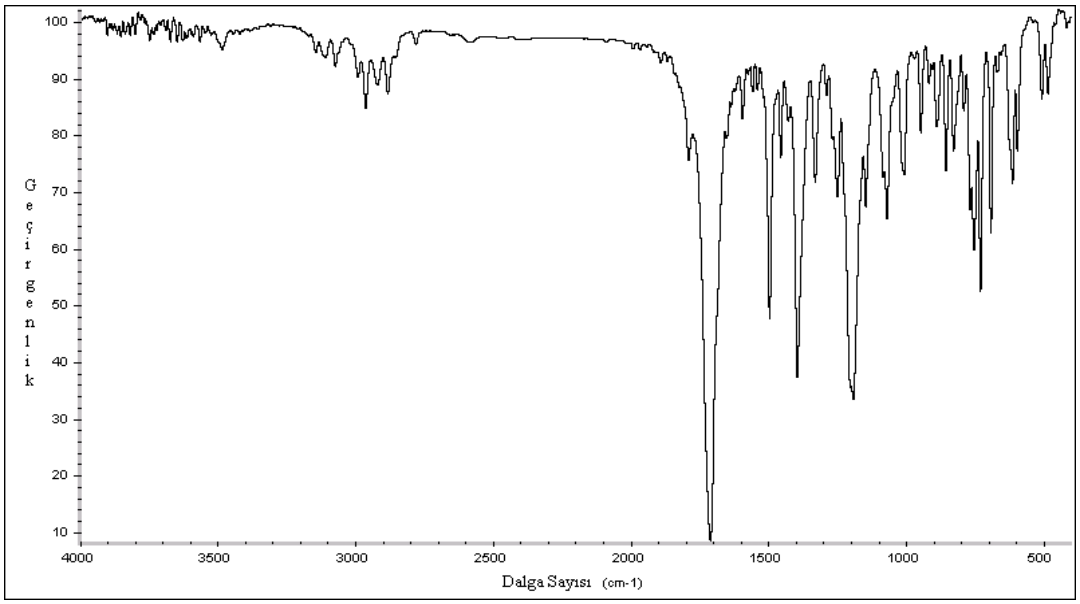
Şekil 5.131. 2-Metil-5-fenil-3-(5-feniltiyofen-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.3.11. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun trans yapısı

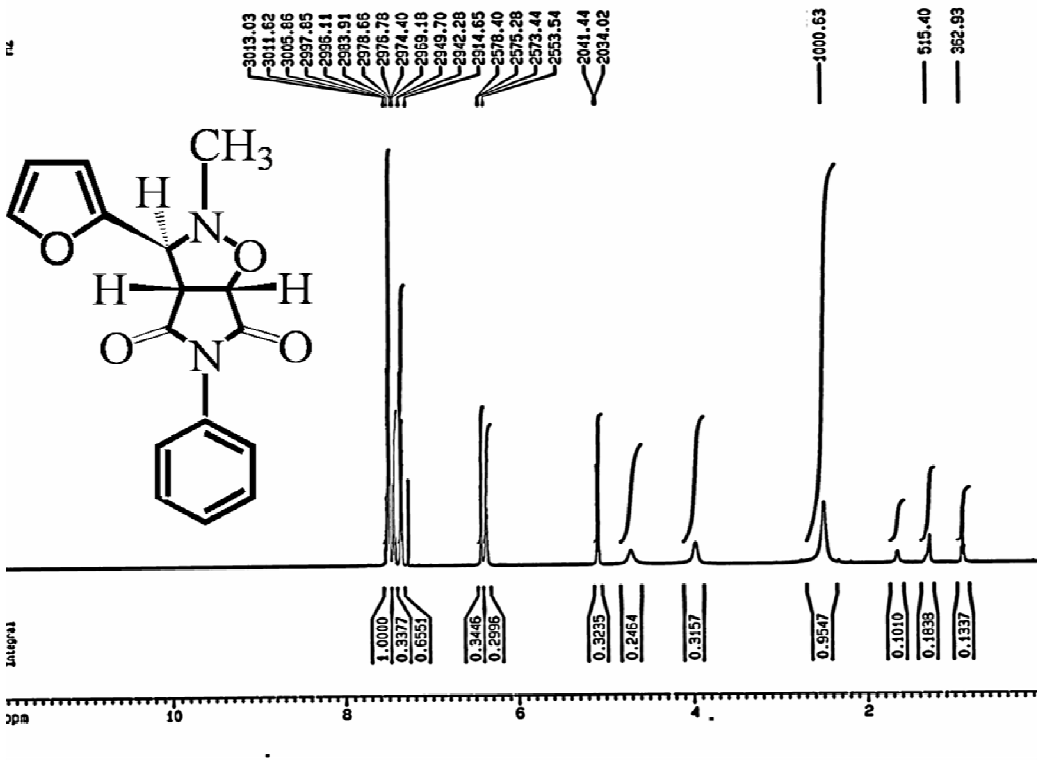


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3074 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2963 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1712 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1147 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

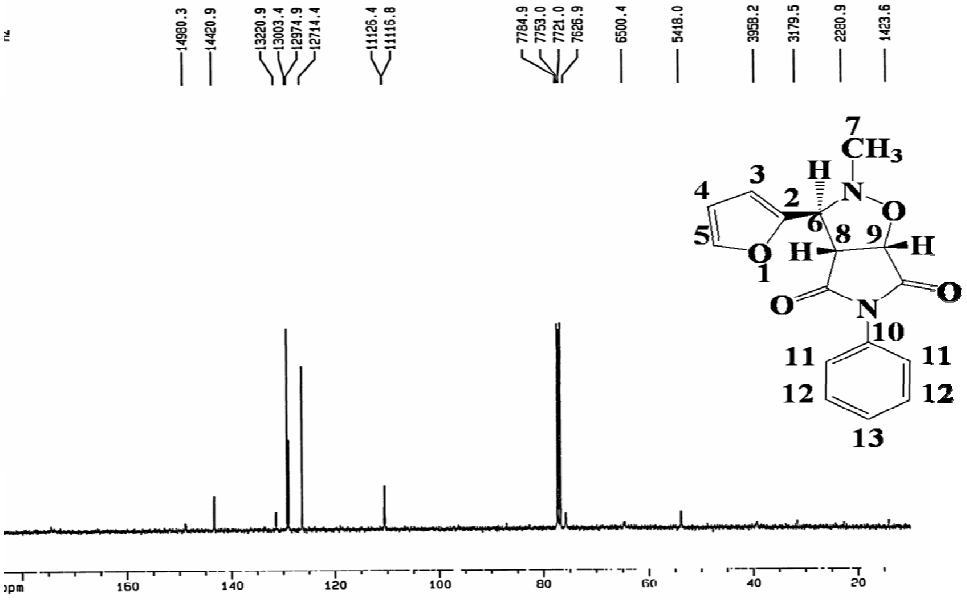
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,35-7,55 ppm'de maleimit halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ait çoklu pik (5H), 6,35-6,45 ppm de furan halkasına bağlı protonlara ait çoklu pik görülmektedir (3H). 5,1 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Ha-Hb= 7,42 Hz), 4,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait birli pik, 3,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait birli pik yeralmaktadır. 2,5 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.132. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

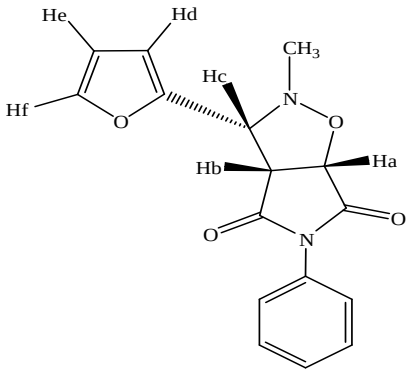


Şekil 5.133. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.134. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.3.12. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun cis yapısı

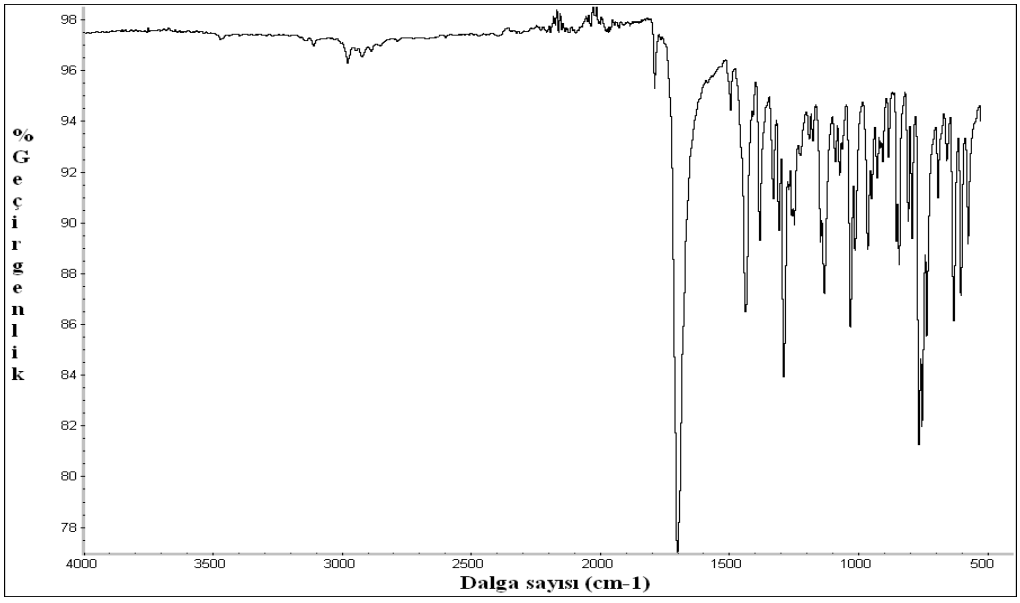


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3075 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2974 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1710 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1137 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

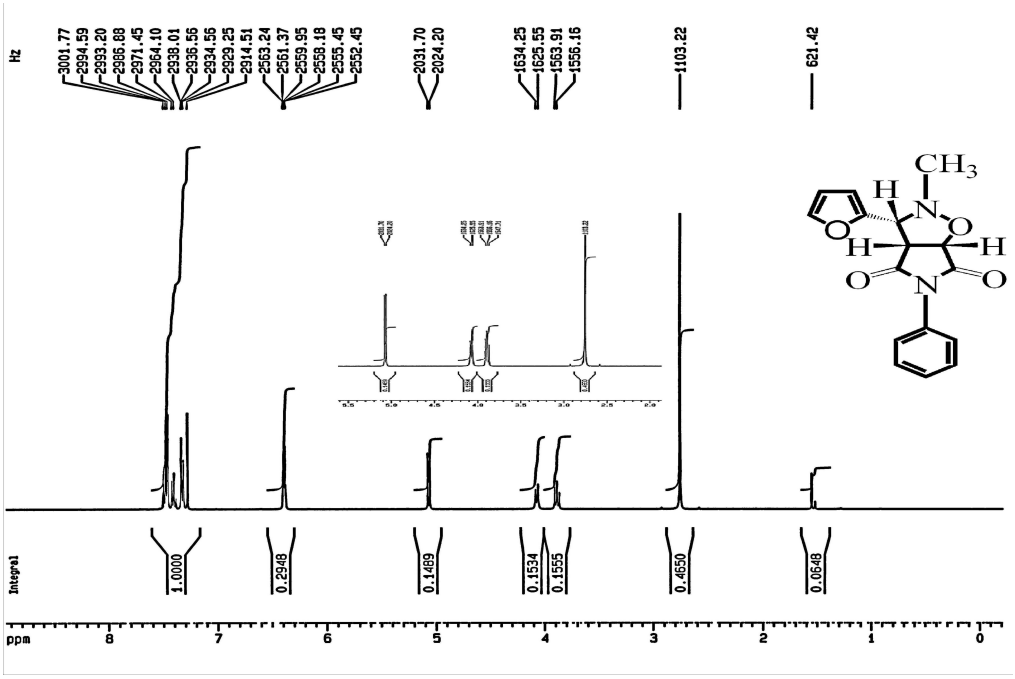
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 6,3-6,5 ppm'de furan halkasına bağlı Hd-He protonloruna ait çoklu pik (2H), 7,2-7,6 ppm'de ise maleimit

halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ve furan halkasındaki Hf protonuna ait çoklu pik görülmektedir (6H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,5 Hz), 4,1 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,7 Hz), 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,75 Hz, J Hc-Hb= 8,45 Hz) yeralmaktadır 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

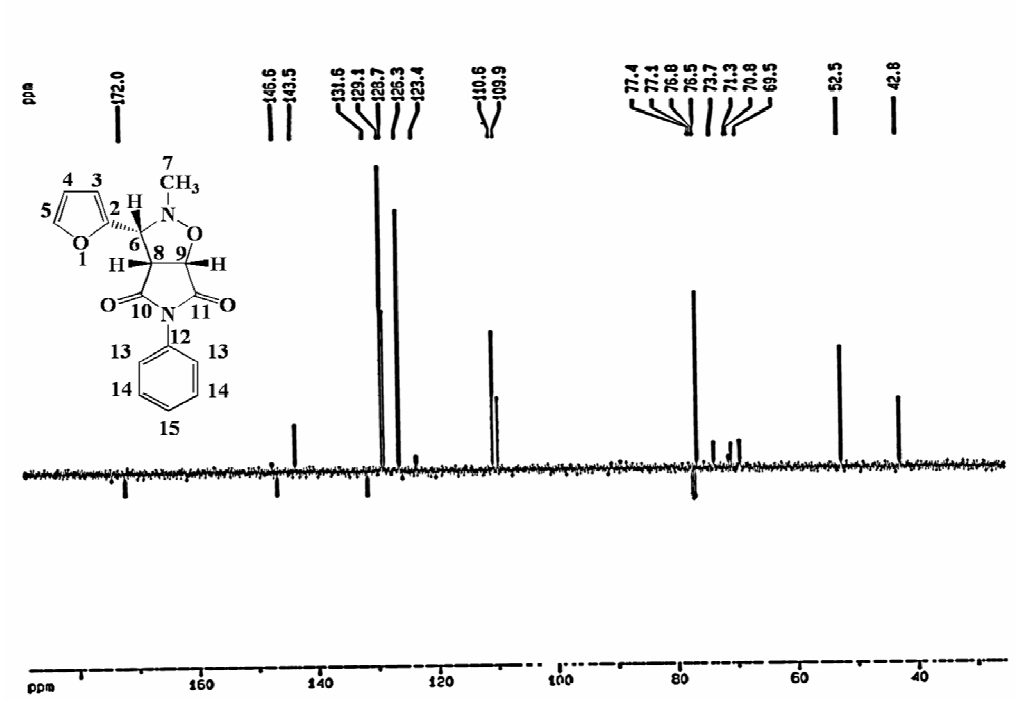
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); pozitif genlikte 43 ppm'de (C7), 53 ppm'de (C6), 71 ppm'de (C8), 77 ppm'de (C9), 110-147 Hz arasında (C2, C3, C4, C5, C12, C13, C14, C15, C16, C17, C18, C19) karbonlarına ait pikler, pozitif genlikte 132 ppm'de (C12), 147 ppm'de (C2), 175 ppm'de (C11), 172 ppm'de (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir



Şekil 5.135. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

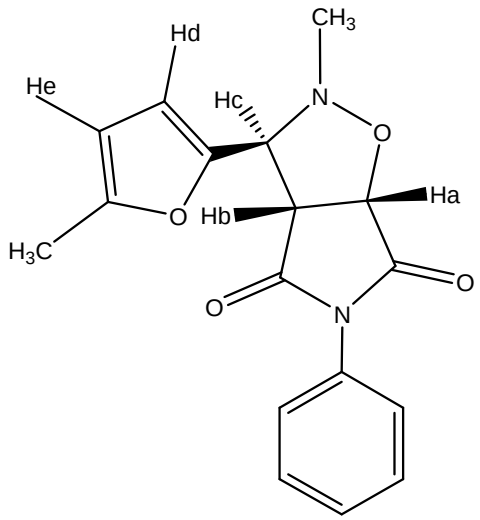


Şekil 5.136. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



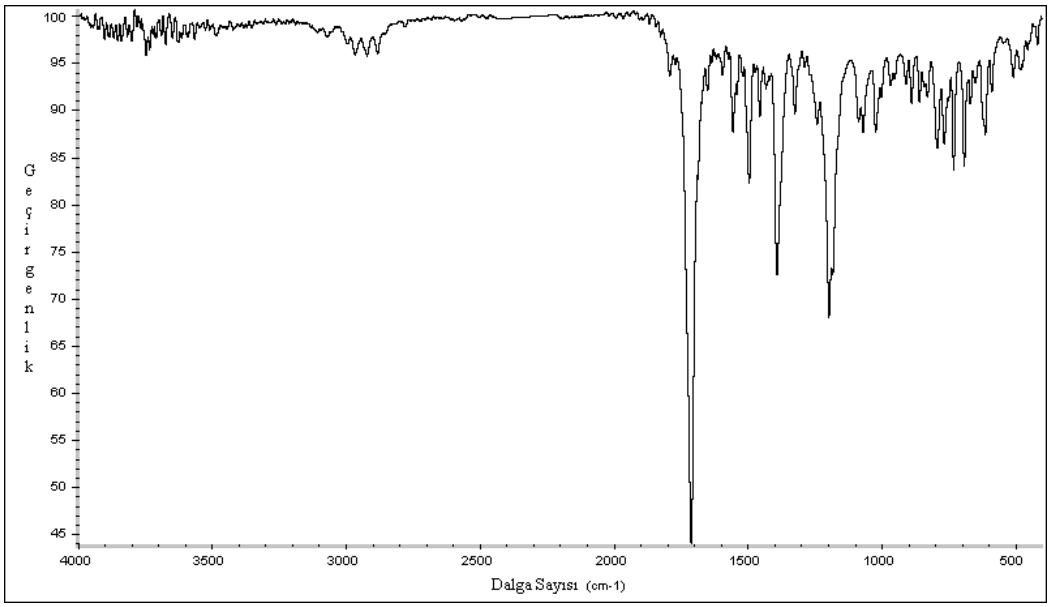
Şekil 5.137. 2-Metil-5-fenil-3-(furan-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.3.13. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun trans yapısı

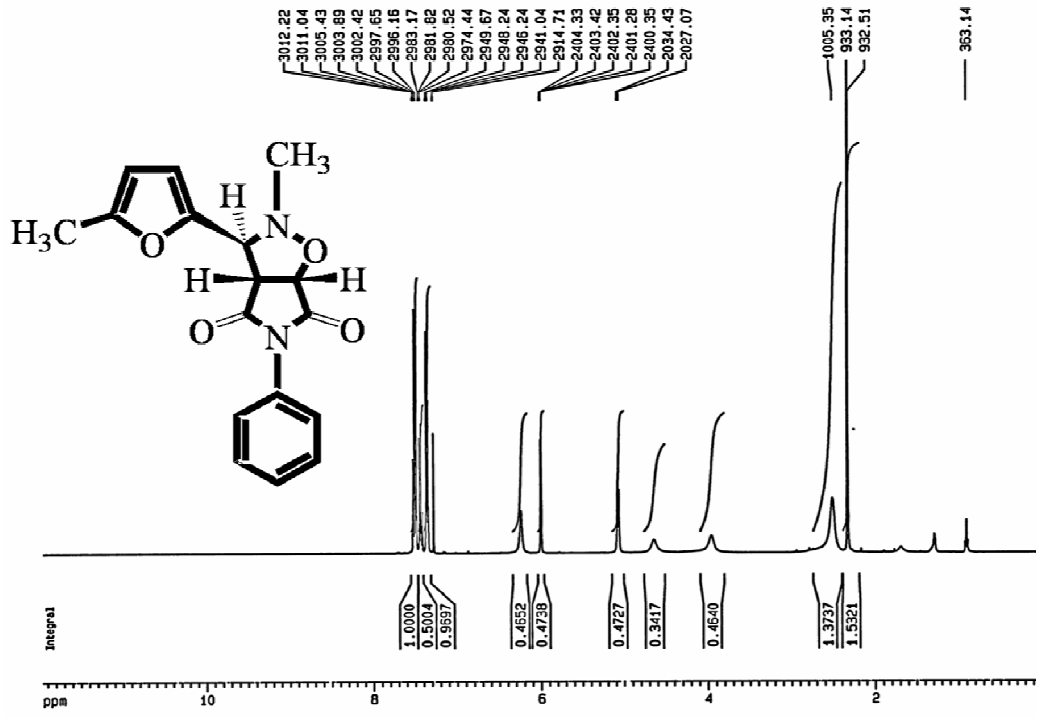


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3071 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2966 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1713 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1197 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

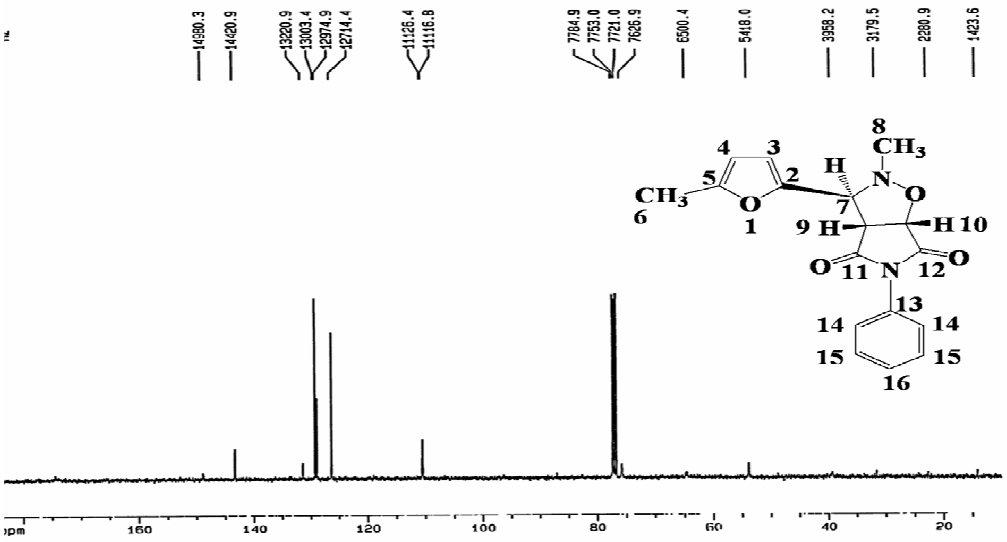
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,34-7,54 ppm'de maleimit halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ait çoklu pik (5H), 6,0-6,3 ppm de furan halkasına bağlı protonlara ait çoklu pik görülmektedir (2H). 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik, 4,6 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait birli pik, 4,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait birli pik yeralmaktadır. 2,6 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,4 ppm de ise furan halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.138. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

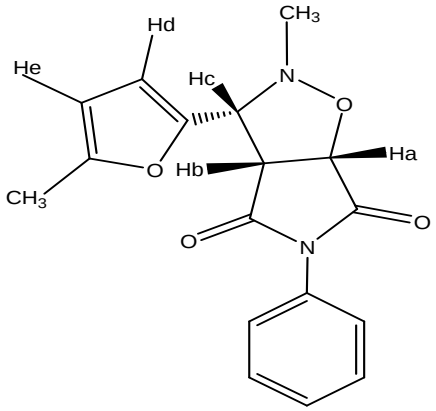


Şekil 5.139. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.140. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.3.14. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun cis yapısı

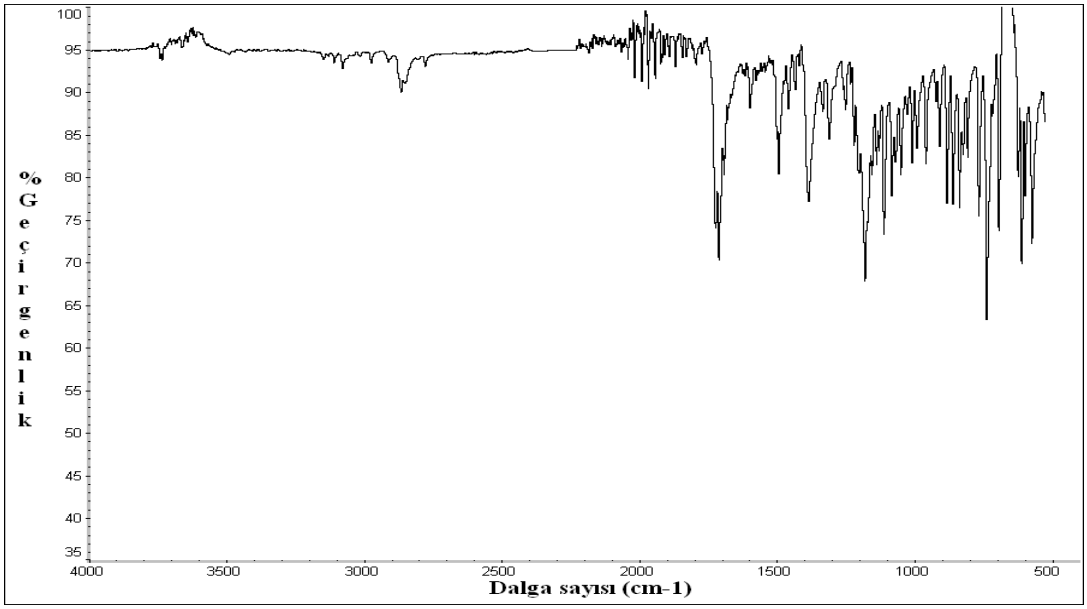


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3105cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2982 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1701 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1133 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

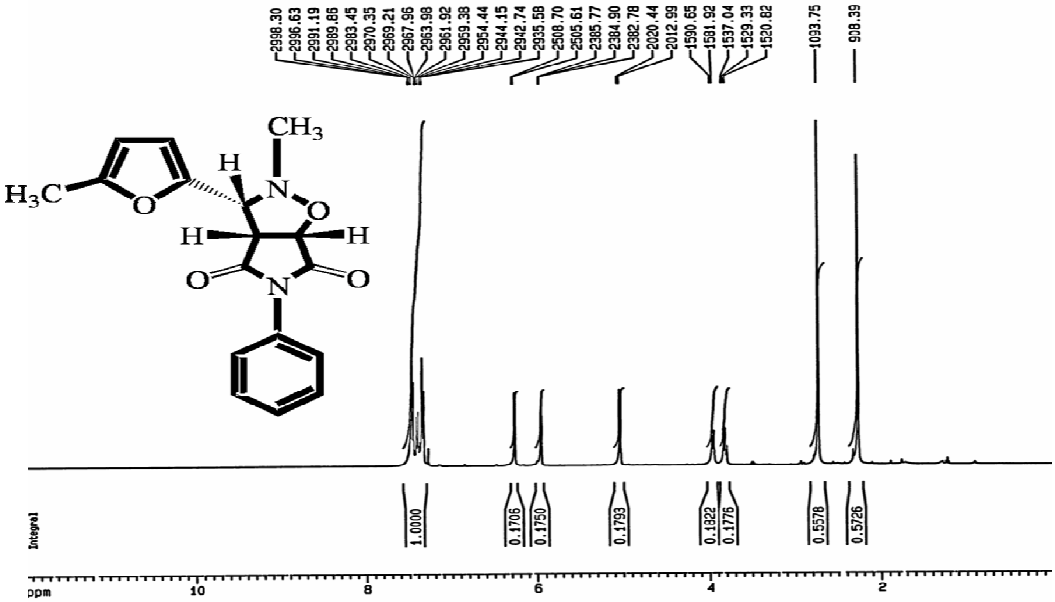
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,3-7,6 ppm de maleimit halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ait çoklu pik (5H), 6,2 ppm de furan

halkasındaki He protonuna ait ikili pik (J Hd-He= 3,09 Hz), 6,0 ppm'de furan halkasındaki Hd protonuna ait ikili pik (J He-Hd= 2,99 Hz) görülmektedir. 5,1 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,45 Hz), 4,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,73 Hz), 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,71 Hz, J Hc-Hb= 8,51 Hz) yeralmaktadır. 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,4 ppm de ise furan halkasına bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik görülmektedir.

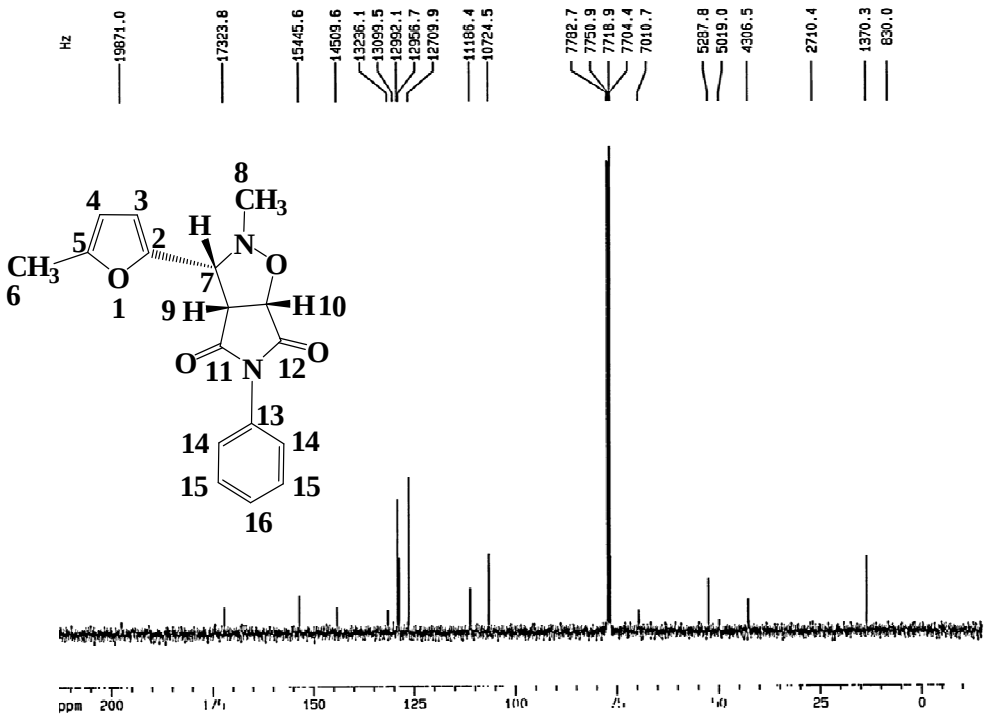
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 14 ppm'de (C6), 43 ppm'de (C8), 50 ppm'de (C7), 53 ppm'de (C9), 77 ppm'de (C10), 111-147 ppm aralığında (C2, C3, C4, C5, C13, C14, C15, C16) karbonlarına ait pikler, 176 ppm'de (C12), 155 ppm'de ise (C11) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.141. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

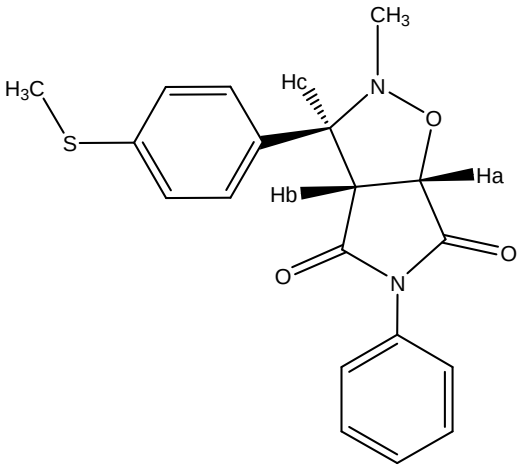


Şekil 5.142. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.143. 2-Metil-5-fenil-3-(5-metilfuran-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

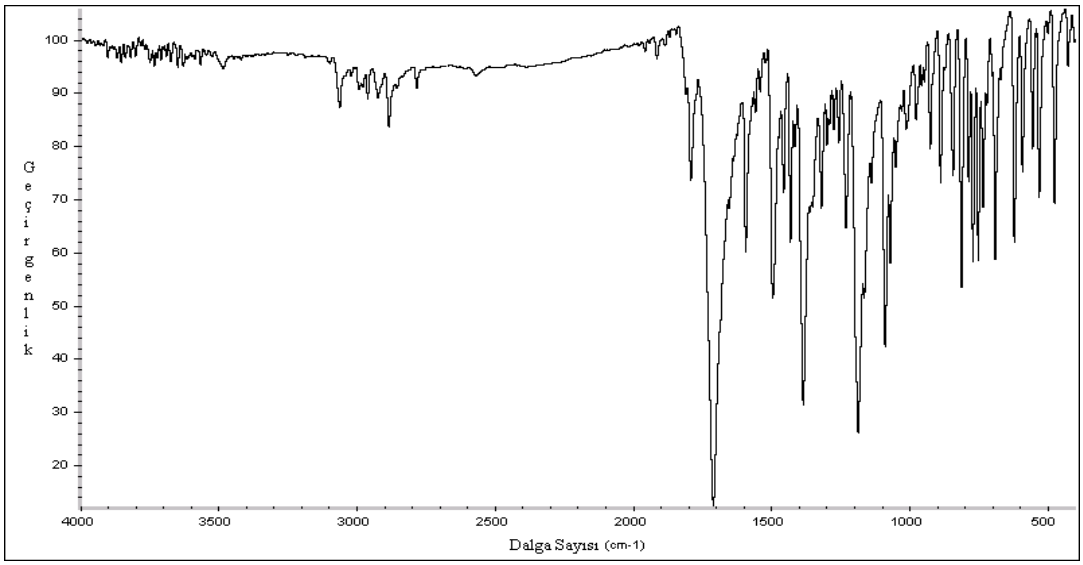
5.3.15. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun trans yapısı



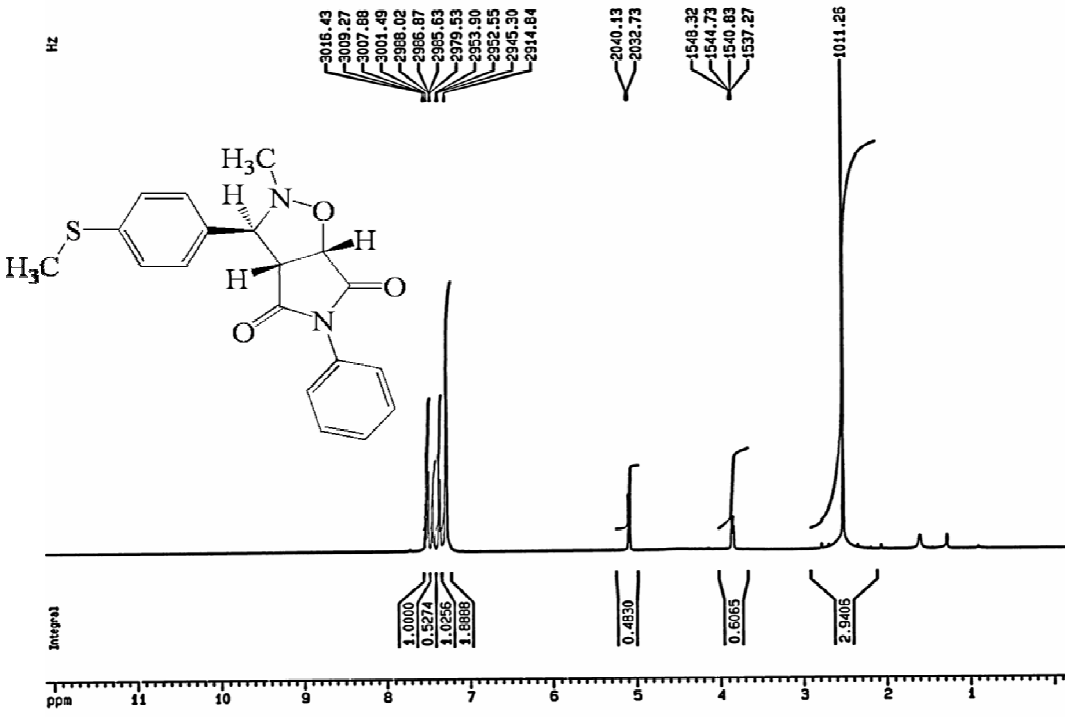
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3063 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2961 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1711 cm^{-1} deki pik C=O gerilme titreşiminden, 1186 cm^{-1} deki band N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,2-7,6 ppm de maleimit halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ve 4-metil tiyofen grubunun bağlı olduğu benzen halkasındaki H'lere ait çoklu pik (9H), görülmektedir. 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,4 Hz),

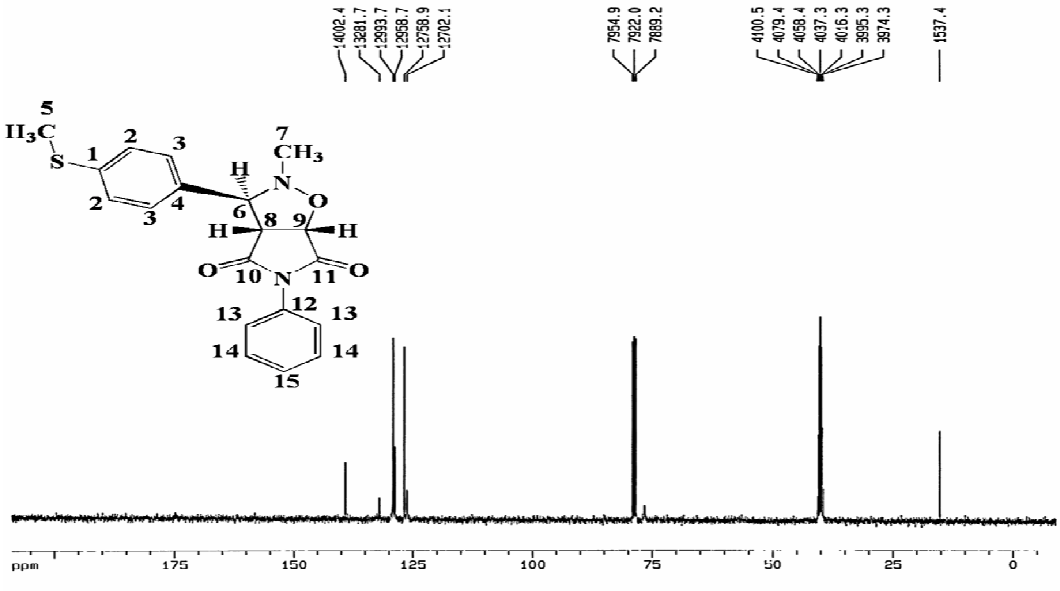
3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,48 Hz) yeralmaktadır. 2,0-3,0 ppm de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ve S atomuna bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik görülmektedir.



Şekil 5.144. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

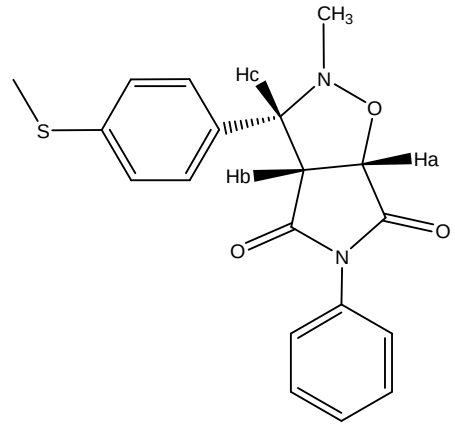


Şekil 5.145. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.146. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

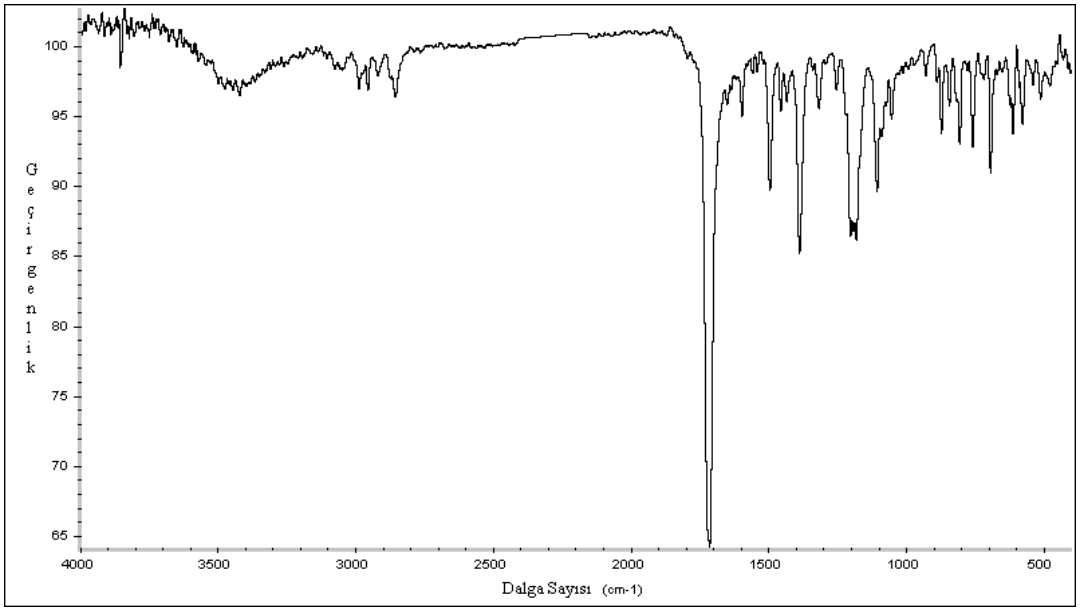
5.3.16. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun cis yapısı



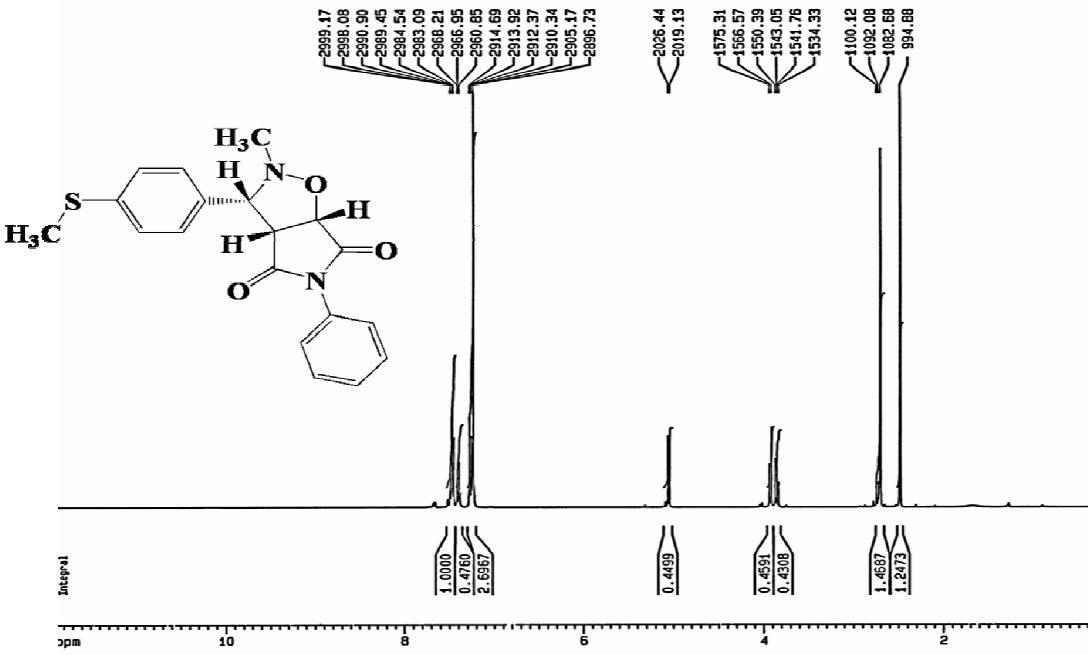
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3048 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2956 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1714 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1181 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda 7,2-7,5 ppm de maleimit halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ve 4-metil tiyofen grubunun bağlı olduğu benzen halkasındaki H'lere ait çoklu pik (9H), görülmektedir. 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,31 Hz), 4,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,74 Hz), 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,34 Hz, J Hc-Hb= 7,43 Hz) yeralmaktadır. 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,5 ppm de ise S atomuna bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik görülmektedir.

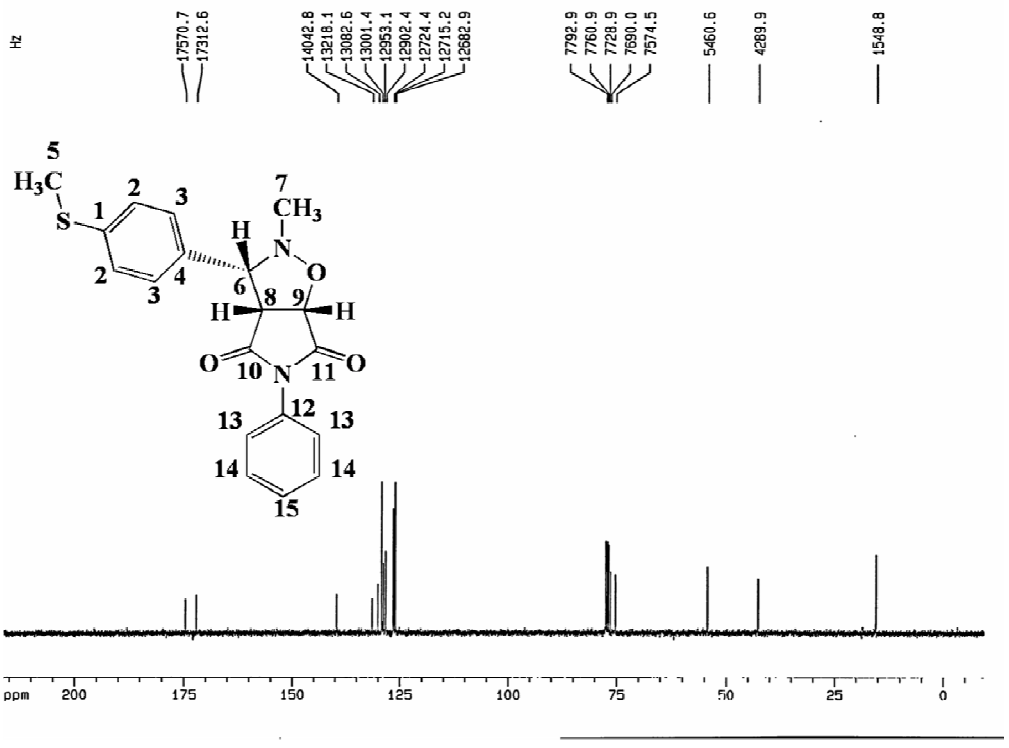
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); 16 ppm'de (C5), 43 ppm'de (C7), 55 ppm'de (C6), 76 ppm'de (C8), 77 ppm'de (C9), 127-140 ppm aralığında (C1, C2, C3, C4, C12, C13, C14, C15) karbonlarına ait pikler, 176 ppm'de (C11), 174 ppm'de ise (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir



Şekil 5.147. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

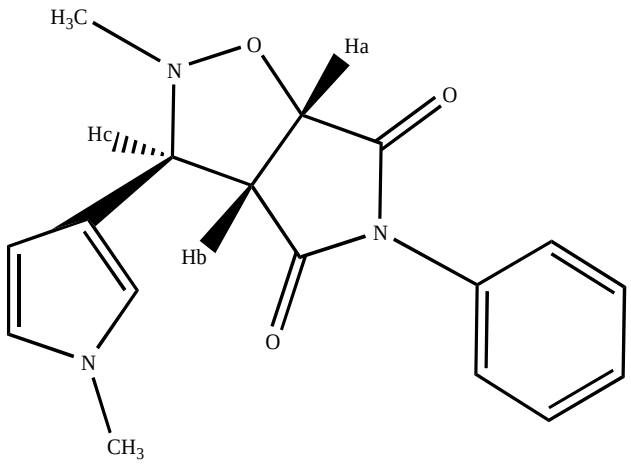


Şekil 5.148. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



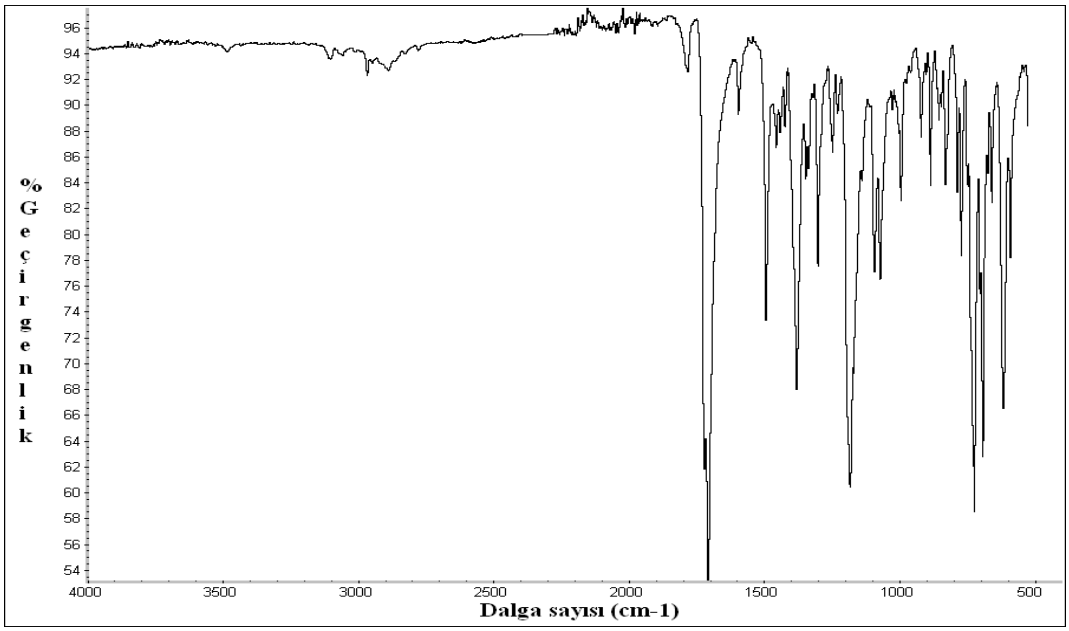
Şekil 5.149. 2-Metil-5-fenil-3-(4-metiltiyofenil)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.3.17. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun trans yapısı

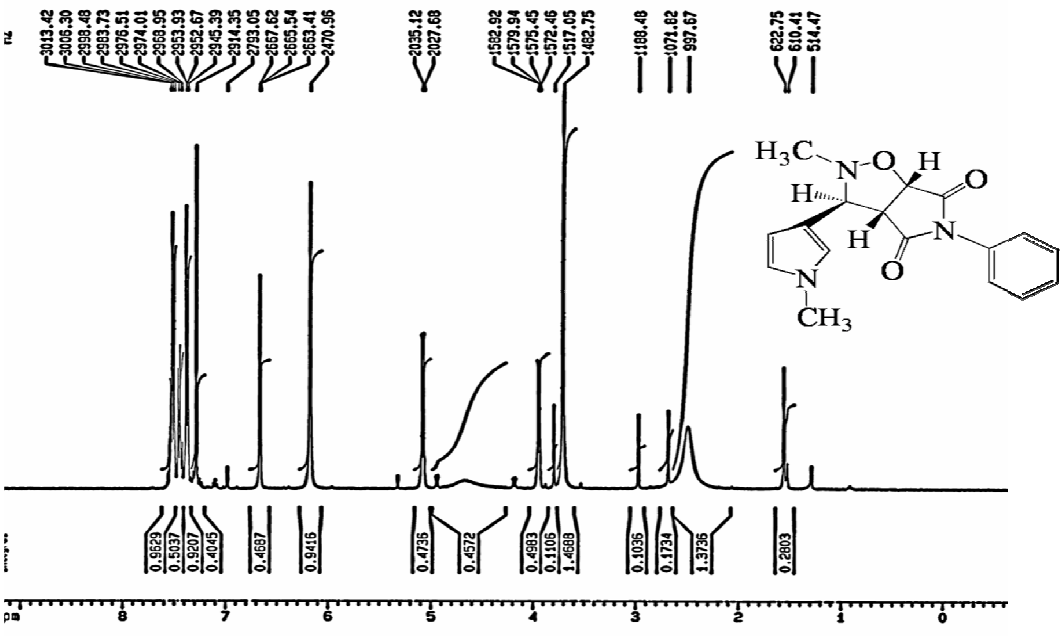


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3102 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2967 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1706 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1181 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

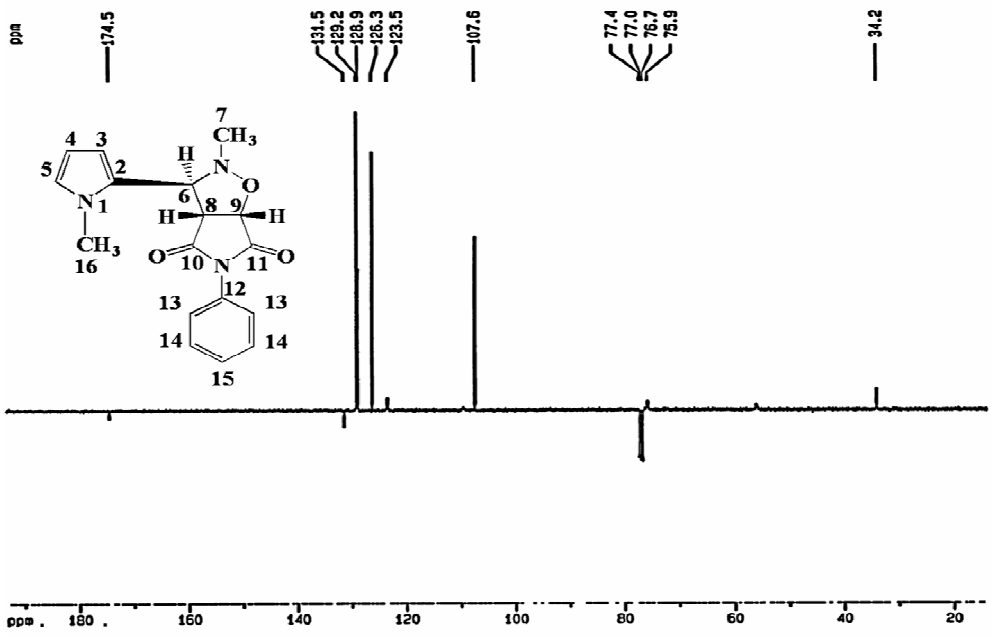
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda; 6,1-6,7 ppm'de pirol halkasıdaki H'lere ait çoklu pik (3H), 7,2-7,6 ppm de maleimit halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ait çoklu pik (5H) görülmektedir. 5,1 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,44 Hz), 4,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili birli yayvan pik, 4,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait pik (J Ha-Hb=7,45 Hz) yeralmaktadır. 3,6 ppm'de pirol halkasındaki N atomuna bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik, 2,6 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.



Şekil 5.150. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

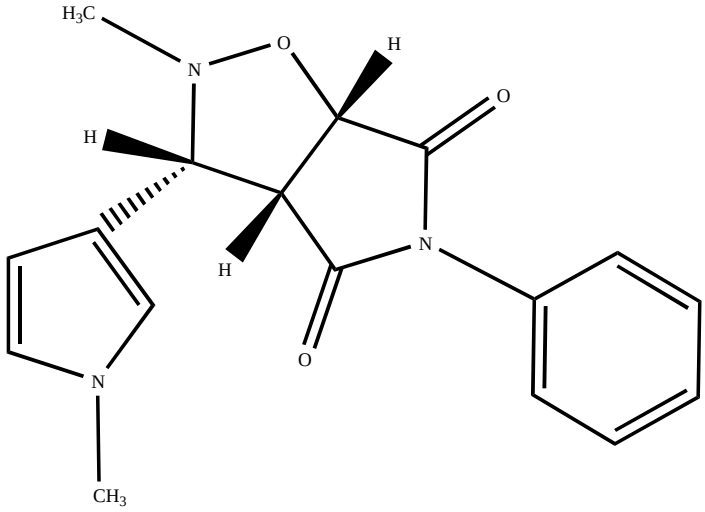


Şekil 5.151. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



Şekil 5.152. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (trans yapı) ^{13}C-NMR APT spektrumu

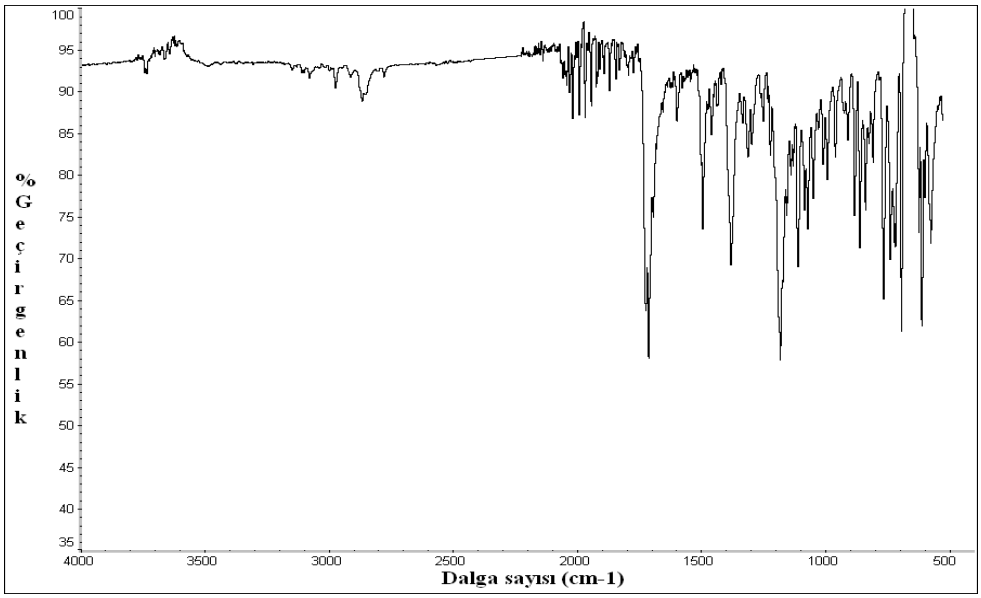
5.3.18. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun cis yapısı



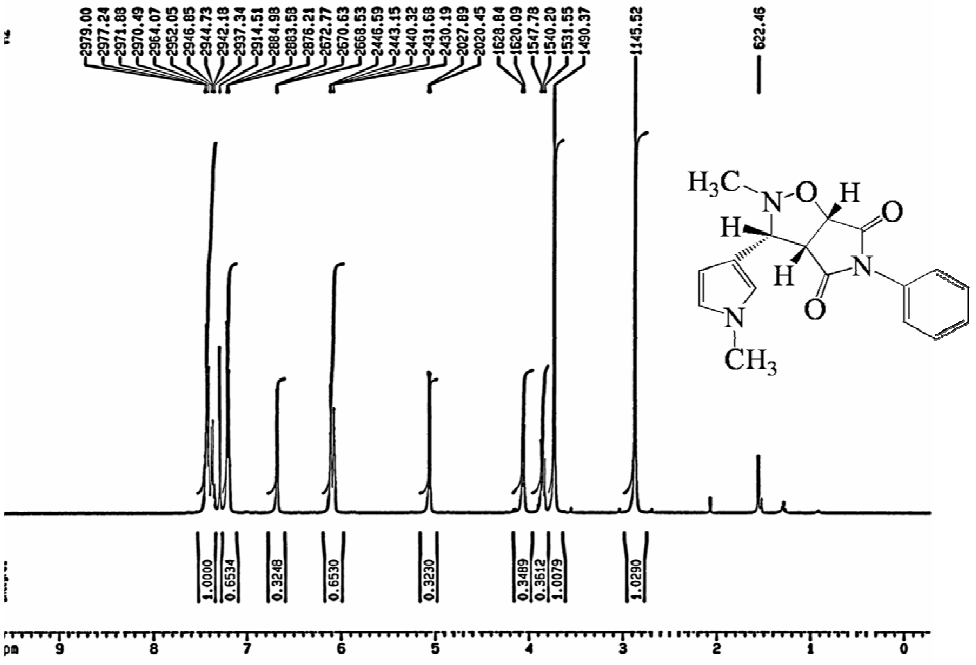
Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3078 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2973 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1711 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1180 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda; 6,0-6,8 ppm'de pirol halkasıdaki H'lere ait çoklu pik (3H), 7,2-7,5 ppm de maleimit halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ait çoklu pik (5H) görülmektedir. 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,44 Hz), 4,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,75 Hz), 3,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,58 Hz, J Hc-Hb= 8,65 Hz) yeralmaktadır. 3,7 ppm'de pirol halkasındaki N atomuna bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik, 2,8 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

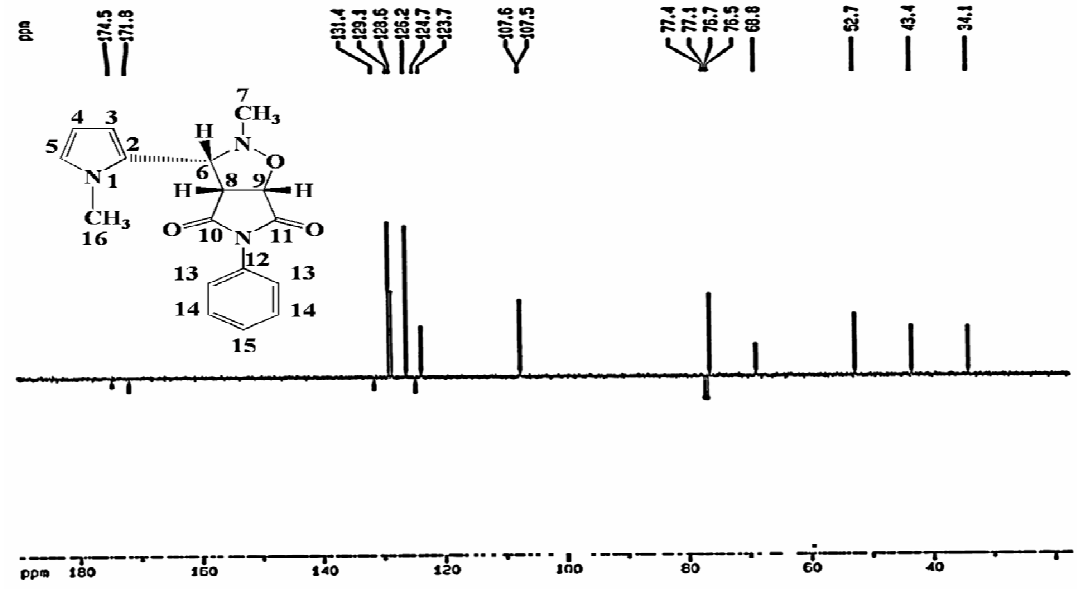
^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); pozitif genlikte 34 ppm'de (C16), 43 ppm'de (C7), 53 ppm'de (C6), 69 ppm'de (C8), 77 ppm'de (C9), 107 -123 ppm aralığında (C3, C4, C5) karbonlarına ait pikler, 126-129 ppm'de (C13, C14, C15) karbonlarına ait pikler, negatif genlikte 125 ppm'de (C2), 131 ppm'de (C12), 175 ppm'de (C11), 172 ppm'de (C10) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.153. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu

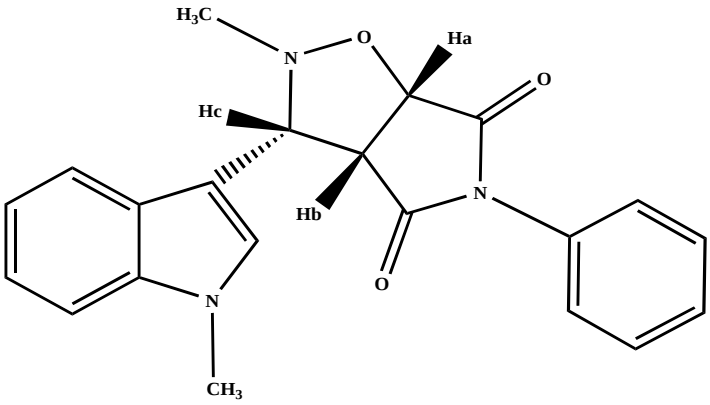


Şekil 5.154. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



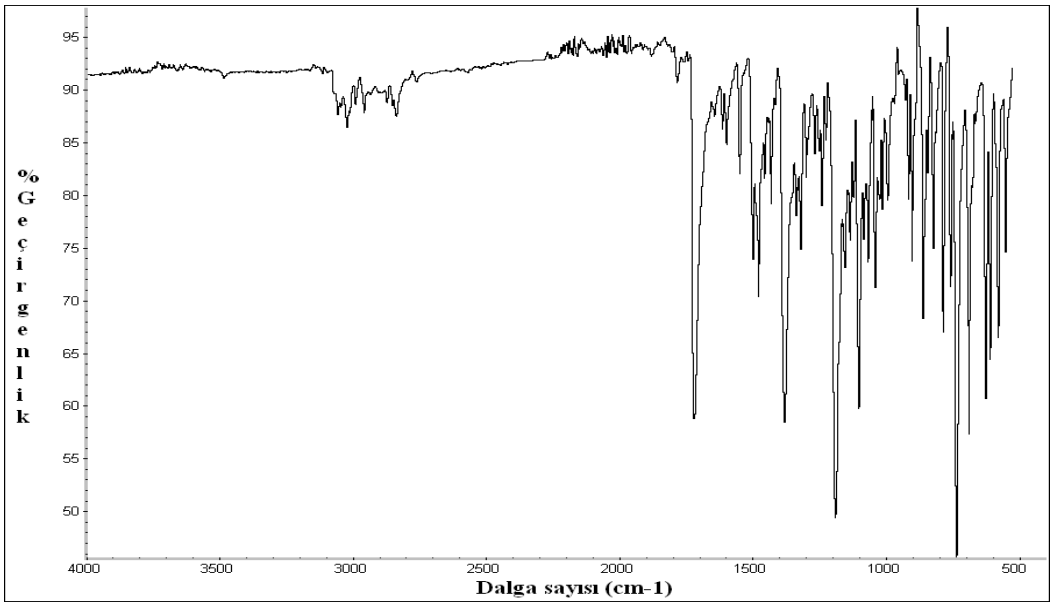
Şekil 5.155. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-pirol-2-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

5.3.19. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3, 4-d] izoksazol-4, 6 dionun cis yapısı

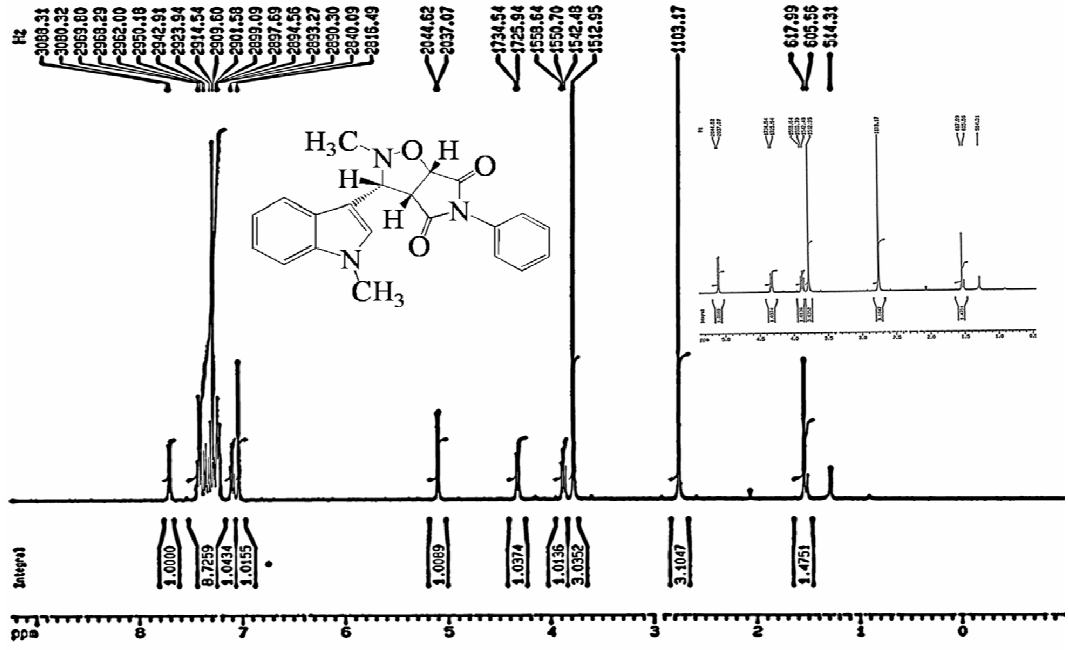


Bileşiğin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumunda 3056 cm^{-1} deki bant aromatik C-H gerilme titreşiminden, 2957 cm^{-1} deki bant alifatik C-H gerilme titreşiminden, 1719 cm^{-1} deki bant C=O gerilme titreşiminden, 1189 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

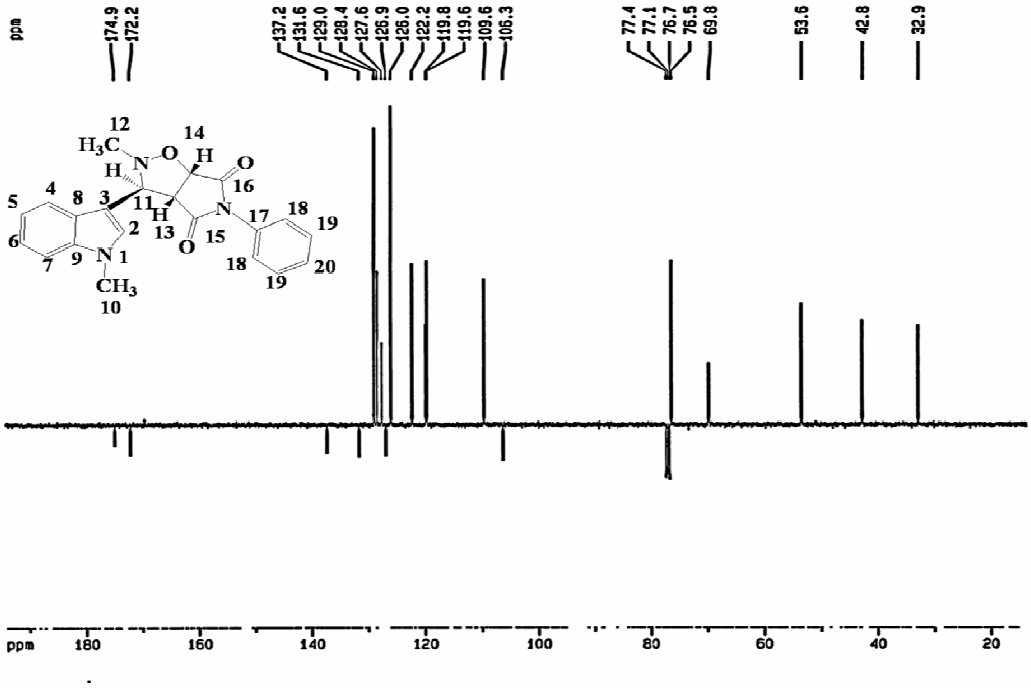
Bileşiğin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumunda; 7,0-7,8 ppm de maleimit halkasına bağlı benzen halkasındaki protonlara ve indol halkasındaki protonlara ait çoklu pik (10H) görülmektedir. 5,0 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J Hb-Ha=7,6 Hz), 4,3 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J Hb-Hc=8,6 Hz), 3,8 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J Ha-Hb=7,94 Hz, J Hc-Hb= 8,22 Hz) yeralmaktadır. 3,6 ppm'de indol halkasındaki N atomuna bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik, 2,7 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir. ^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde ($CDCl_3$, ppm); pozitif genlikte 33 ppm'de (C10), 42 ppm'de (C12), 53 ppm'de (C11), 69 ppm'de (C13), 76 ppm'de (C14), 109 ppm'de (C2), 119-121 ppm'de (C4, C5, C6, C7, C18, C19, C20) karbonlarına ait pikler, negatif genlikte 106 ppm'de (C3), 127 ppm'de (C8), 131 ppm'de (C9), 136 ppm'de (C17), 172 ppm'de (C15), 175 ppm'de (C16) karbonlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.156. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ATR cihazında alınan FT-IR spektrumu



Şekil 5.157. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{1}H-NMR spektrumu



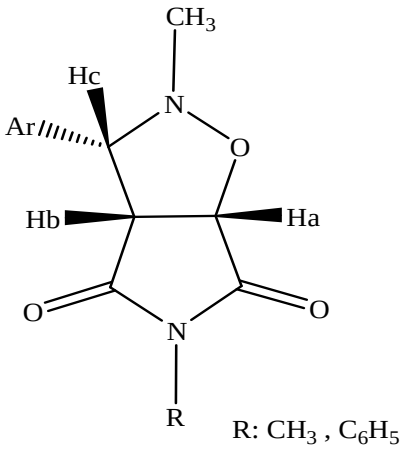
Şekil 5.158. 2-Metil-5-fenil-3-(1-metil-1H-indol-3-il)-tetrahidro-pirol [3,4-d] izoksazol-4,6-dionun (cis yapı) ^{13}C-NMR spektrumu

Sonuç olarak; sentezlenen 10 nitron (6'sı özgün) ve katılma ürünlerinin (39 özgün ürün) yapısı spektroskopik yöntemlerle aydınlatılmıştır. Nitronların ATR cihazında alınan FT-IR spektrumları incelendiğinde beklenilen diğer piklere ek olarak yaklaşık 1590 cm^{-1} de nitronlara özgü C=N gerilme titreşiminden kaynaklanan bant gözlenmektedir. Yaklaşık 1160 cm^{-1} de gözlenen bant ise yine nitronlara özgü N-O gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır.

Nitronların $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumları incelendiğinde ise yine moleküle ait diğer piklerin yanı sıra nitronlara özgü 7,90 ppm civarında C=N grubuna bağlı olan H'ne ait birli pik , 3,90 ppm civarında nitron yapısındaki N atomuna bağlı CH_3 grubundaki H'lere ait birli pik gözlenmektedir.

Sentezlenen nitronların (1,3-dipol), N-metilmaleimit (dipolarofil) ile 1,3-dipolar siklo katılma tepkimeleri sonucunda iki ürün oluşmaktadır. Bunlardan bir tanesi *cis* (endo), diğeri ise *trans* (ekso) katılma ürünüdür.

Aşağıda, *cis* (endo) katılma ürününe örnek olarak genel bir yapı formülü verilmiştir.



R: CH_3 , C_6H_5

Cis (endo) ürün

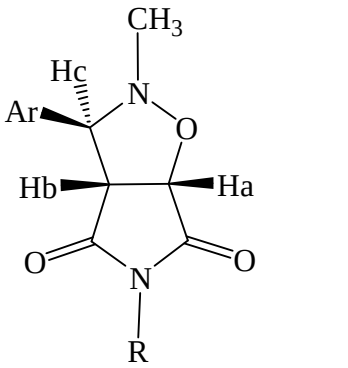
Cis katılma ürünlerinin ATR cihazında alınan FT-IR spektrumları incelendiğinde; özellikle yaklaşık 1700 cm^{-1} de C=O gerilme titreşiminden, 1190 cm^{-1} deki bant N-O gerilme titreşiminden kaynaklanan bantlar gözlenmektedir.

Cis katılma ürünlerinin $CDCl_3$ içinde alınan ^{1}H-NMR spektrumları incelendiğinde; yaklaşık 4,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_a protonuna ait ikili pik (J_{ab} ~ 7,50 Hz), yaklaşık 3,9 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_c protonuna ait ikili pik (J_{bc} ~ 8,5 Hz), yaklaşık 3,7 ppm'de isoksazolidin halkasına bağlı H_b protonuna ait üçlü pik (J_{ab}~ 7,3 Hz, J_{cb} ~ 8,4 Hz) yer almaktadır. Yaklaşık 3,0 ppm'de maleimit halkasındaki CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik, 2,8 ppm'de ise isoksazolidin halkasına bağlı olan CH_3 grubundaki H'lere ait olan birli pik görülmektedir.

^{1}H-NMR spektrumlarında Ha, Hb, Hc protonları arasında beklenen yarılmalar gözlenmektedir ve belirlenen J değerleri birbiriyle uyum içerisinde çıkmaktadır.

Ayrıca belirlenen bu J değerleri literatür değerleriyle de uyum içerisindedir [36,77,78].

Cis katılma ürünlerinin $CDCl_3$ içinde alınan ^{13}C-NMR spektrumları incelendiğinde yapıdaki farklı karbonlara ait tüm pikler beklenen yerlerde gözlenmiştir.



R= CH_3 , C_6H_5

Trans (ekso) ürün

Yukarıda *trans* (ekso) katılma ürününe örnek olarak genel bir yapı formülü verilmiştir.

Cis katılma ürünleriyle *trans* katılma ürünlerinin FT-IR spektrumları arasında beklenildiği gibi farklılık gözlenmemiştir. Ancak her iki ürünün ^{1}H-NMR spektrumları incelendiğinde göze çarpan bazı farklılıklar belirlenmiştir.

Trans yapıdaki katılma ürünlerinin ^{1}H-NMR spektrumları incelendiğinde; Ha ve Hb protonları arasındaki spin-spin eşleşmelerinden kaynaklanan pik çoklukları net olarak görülürken, Hb ve Hc protonları arasındaki spin spin eşleşmelerinden kaynaklanan pik çokluğu net olarak görülmemekte ve Hc protonuna ait olan pik yayvan birli olarak çıkmaktadır. Bu literatür verileriyle de uyum içerisindedir [79]. Bu duruma şöyle bir açıklama getirilebilir: Molekülün X-Ray cihazıyla yapılan tek krsital analizinden elde edilen Ortep çizimindende görülebileceği gibi Hc protonu ile izoksazolidin halkasındaki N atomuna bağlı olan metil grubu düzlemin aynı tarafında ve birbirine oldukça yakındır. N-C birli bağı etrafındaki serbest dönmeden dolayı metil grubundaki protonların ve Hc protonu sterik olarak birbirlerini itmektedirler(Hc protonunun elektronik çevresi sürekli değişmektedir). Bundan dolayı Hc protonuna ait olan pik ve aynı zamanda izoksazolidin halkasındaki N atomuna bağlı metil protonlarına ait olan pik ^{1}H-NMR spektrumunda yayvan olarak çıkmaktadır.

Ayrıca trans ürünlerin ^{13}C-NMR spektrumları incelendiğinde ise; spektrumlarda farklı kimyasal çevreye sahip karbonlara ait olan piklerin tamamının çıkmadığı gözlenmiştir. Bunun nedeni ise trans ürünlerin çözünürlüklerinin düşük olması ve spektrumların aldırıldığı ATAL'da ^{13}C-NMR örneklerinin cihazda kısa süre tutulması yani tarama sayısının az olması şeklinde açıklanabilir.

Doktora tez çalışması sırasında sentezlenen çoğunluğu özgün olan nitronların radikal yakalayıcı (Antioksidan) özellikleri Gazi Üniversitesi Tıp Fakültesinde araştırılmaktadır. Ancak sonuçlar, bu araştırma doktora tez çalışması kapsamı dışında tutulduğu için teze dahil edilmemiştir.

Ayrıca 1,3-dipolar siklokatılma tepkimeleri sonucunda sentezlenen tamamı özgün izoksazolidin türü katılma ürünleri potansiyel biyolojik aktiflik gösterme özelliğine sahip bileşiklerdir. Bu bileşiklerin biyolojik aktifliklerinin incelenmesi düşünülmektedir. Bu çalışmaların doktora sonrası yapılması amaçlanmaktadır.

KAYNAKLAR

1. Padwa, A., **"**Intramolecular 1,3-Dipolar Cycloaddition Reactions", ***Angew. Chem. Int. Ed. Engl.,*** 15 (3): 123-180 (1976).

2. Oppolzer, W., **"**Intramolecular [4+2] and [3+2] Cycloadditions in Organic Synthesis" ***Angew. Chem. Int. Ed. Engl.,*** 16:10-23 (1977).

3. Huisgen, R., **"**On the Mechanism of 1,3-Dipolar Cycloadditions" ***J. Org. Chem.,*** 33(6):2291-2297 (1968).

4. Huisgen, R., Grashey, R., Sauer, J., "The Chemistry of Alkenes, S. Patai" ***Interscience***, London, 806-867 (1964).

5. Woodward, R.B., Hoffmann, R., "The Conservation of Orbital Symmetry" ***Verlag Chemie,*** Weinheim 71-72, (1970).

6. Woodward, R.B., Hoffmann, R., "Orbital Symmetries and Endo-Exo Relationships in Concerted Cycloaddition Reactions**"** ***J. Am. Chem. Soc.,*** 87:395 (1965).

7. Houk, K.N., Gonzales , J., Li, Y., "Pericyclic Reaction Transition States: Passions and Punctilios" ***Acc. Chem. Res.,*** 28:81 (1995).

8. Sustmann, R., "Simple Model for Substituent Effects in Cycloaddition Reactions. I. 1,3-Dipolar Cycloadditions" ***Tetrahedron Letters.,*** 2717 (1971).

9. Houk, K.N., "Frontier Molecular Orbital Theory of Cycloaddition Reactions**"** ***Acc. Chem. Res.,*** 8:361 (1975).

10. Bastide, J., Rousseau, O.H., "Interpretation of the Orientation of 1,3-Dipolar Cycloadditions. Application to Alkynes" ***Bull. Soc. Chim. Fr.,*** 2294-2296 (1973).

11. Firestone, R.A., "On the Mechanism of 1,3-Dipolar Cycloadditions" ***J. Org. Chem.,*** 33(6): 2285-2290 (1968).

12. Firestone, R.A., "Orientation in 1,3-Dipolar Cycloadditions According to the Diradical Mechanism. Partial Formal Charges in the Linnett Structures of the Diradical Intermadiates" ***J. Org. Chem.,*** 37(13): 2181-2191 (1972).

13. Black, D.St.C., Crozier R.F., Davis, V.C., "1,3-Dipolar Cycloaddition Reactions of Nitrones" ***Synthesis***, 205-221 (1975).

14. Houk, K.N., "Regioselectivity and Reactivity in the 1,3-dipolar Cycloadditions of Diazanium Betaines (Diazoalkanes, Azides and Nitrous Oxide)" ***J. Amer. Chem. Soc.***, 94: 8953-8955 (1972).

15. Houk, K.N., Sims, J., Duke, R.E., Jr., Strozier, R.W., George, J.K., "Frontier Molecular Orbitals 1,3 Dipoles and Dipolarophiles" ***J. Amer. Chem. Soc.***, 95: 7287-7300 (1973a).

16. Houk , K.N., Sims, J., Watts, C.R., Luskus, L.J., "The Origin of Reactivity, Regioselectivity and Periselectivity in 1,3-dipolar Cycloadditions" ***J. Amer. Chem. Soc.***, 95: 7301-7315 (1973b).

17. Tat, F., "İmidazolin 3-Oksitlerin Bazı Dipolarofillerle1,3-Dipolar Halkakatılma Reaksiyonlarının Araştırılması", Doktora Tezi, ***Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü***, Zonguldak, 3-7, 14-21 (2001).

18. Broeckx, W., Overbergh, N., Samyn, C., Smets, G., L'Abbe, G.,"Cycloaddition Reactions of Azides with Electron-poor Olefins" ***Tetrahedron,*** 27: 3527-3534 (1971).

19. Lamchen, M., "Mechanism of Molecular Migrations", ***Ed. B.S. Thyagarajan,*** 1: 54 (1968).

20. Le Bel, N.A., Whang, J.J., "The addition of nitrones to Olefins. A New Route to Isoxazolidines" ***J. Am. Chem. Soc.,*** 81: 6334 (1959).

21. Grashey, R., Huisgen, R., Leitermann, H., "1,3-Dipolar-Dipolare Additionen Der Nitrone" ***Tetrahedron Lett.,*** 12: 9-13 (1960).

22. Brown, C.W., Marsden, K., Rogers, M.A.T., Tylor, C.M.B., Wright, R., "The Condensation of Nitrons and Olefins" ***Proc. Chem. Soc.,*** (London) 254 (1960)

23. Tufariello, J. J., "1,3-Dipolar Cycloaddition Chemistry (Ed.: A. Padwa)" ***Wiley Interscience,*** New York, 277–312 (1984).

24. Huisgen, R., "1,3-Dipolare Cycloadditionen" ***Angew. Chem.,*** 75:604 (1963).

25. Tufariello, J.J., Mullen, G.B., " A Synthesis of dl-Cocaine using Nitrone İntermediates" ***J. Am. Chem. Soc.,*** 100:3638 (1978).

26. Joucla, M., Hamelin, J., Carrie, R., "Evolution De Quelques İsoxazolidines En Millieu Basique" ***Tetrahedron.,*** 30: 1121 (1974).

27. Coşkun, N., Ay, M., " Regio- and Diastereoselective 1,3-Dipolar Cycloaddition of İmidazoline 3-Oxides to Styrene" ***Heterocycles.,*** 48:537-544 (1998).

28. Padwa, A., Koehler, F.K., Rodriguez, A., " Nitrone Cycloaddition. A New Approach to β-Lactames" ***J. Am. Chem. Soc.,*** 103:4974-4975 (1981).

29. Ali, Sk.A., Khan, J.H., Wazeer, M.I.M., "The Regiochemistry and Stereochemistry of 1,3-Dipolar Cycloaddition of Cyclic Nitrone" ***J. Chem. Soc. Perkin. Trans.,*** I :597-605 (1988).

30. Ali, Sk.A., Khan, J.H., Wazeer, M.I.M., "1,3-Dipolar Cycloaddition of Cyclic Nitrones with Trisubstituted Alkenes" ***J. Chem. Soc. Perkin. Trans.,*** II(6):1035-1039 (1990).

31. Baruah, B., Prajapati, D., Boruah, A., Sandhu, J.S., " Microwave Induced 1,3-Dipolar Cycloaddition Reactions of Nitrones" ***Synth. Commun.,*** 27(15):2563-2567 (1997).

32. Burdisso, M., Gandolfi, R., Grünanger, P., " Control of Regiochemistry in Nitrone Cycloadditions. Regioselectivity of the Reactions of Trisubstituted Nitrones with Electron-Deficient and Conjugated Dipolarophiles" ***Tetrahedron.,*** 45(17):5579-5594 (1989).

33. Padwa, A., Fisera, L., Koehler, K.F., Rodriguez, A., Wong, G.S.K., "Regioselectivity Associated with the 1,3-Dipolar Cyclo Addition of Nitrones with Electron-Deficient Dipolarophiles" ***Journal of Organic Chemistry.,*** 49(2):276-281 (1984).

34. Jones, R.C.F., Martin, J.N., Smith, P., " Chiral Nitrone Reagents for Cycloaddition Reactions" ***Journal of Heterocyclic Chemistry.,*** 37 (3):481-486 (2000).

35. Keirs, D., Moffat, D., Overton, K., Tomanek, R., "β-Amino Acids, β-Lysine, β-Leucine and β-Phenyl- β-alanine via Nitrone Cycloaddition" ***J. Chem. Soc. Perkin Trans.,*** I:1041-1051 (1991).

36. Gothelf, K.V., Jorgensen, K.A., " Transition-metal Catalyzed Asymmetric 1,3-Dipolar Cycloaddition Reactions between Alkenes and Nitrones" ***J. Org. Chem.,*** 59:5687-5691 (1994).

37. Mukai, C., Kim, I.J., Cho, W.J., Kido, M., Hanaoka, M., " Optiaclly Active Tricarbonyl (η^6–O-trimethylsilylbenzaldehyde) chromium(0) Complexes in Organic Synthesis: A Higly Diastereoselective 1,3-Dipolar Cycloaddition with Electron-rich Olefin" ***J. Chem. Soc. Perkin Trans.,*** I:2495 (1993).

38. Gothelf, K.V., Jorgensen, K.A., " Catalytic an Antioselective 1,3-Dipolar-Dipolar Cycloaddition Reactions of Nitrones" ***Chem. Commun.,*** 1449-1458 (2000).

39. Dell, C.P., " Cycloaddition in Synthesis" ***J. Chem. Soc. Perkin Trans.,*** I: 3873-3905 (1998).

40. Ochiai, M., Obayashi, M., Morita, K., "A new 1,3-dipolar cycloaddition reaction. Synthesis of some isoxazolidine derivatives" ***Tetrahedron,*** 23(6):2641-2648 (1967).

41. Kumar, K.R., Malesha, H., Rangappa, K.S., "Synthesis of Novel İsoxazolidine Derivatives and Their Antifungal and Antibacterial Properties" ***Arch. Pharm.,*** 336(3):159-64 (2003).

42. Tufariello, J.J., "1,3-Dipolar Cycloaddition Chemistry" Padwa, A. Ed.; ***John Wiley and Sons,*** New York, 2: 83-168 (1984).

43. Torsell, K.B.G., "Nitrile Oxides, Nitrones and Nitronates in Organic Synthesis" ***VCH,*** New York, Chapter 2: 55-60 (1988).

44. Confalone, P.N., Huie, E.M., "The [3 + 2] Nitrone-olefin Cycloaddition Reaction**"** ***Org. React.,*** 36: 1-173 (1988).

45. Annunziata, R., Cinquini, M., Cozzi, F., Raimondi, L., "Stereocontrol in the Cycloaddition of Nitrile Oxides and Nitrones to Alkenes" ***Gazz. Chim. ital.,*** 119(5): 253-269 (1989).

46. Padwa, A., Trost, B.M., Fleming, I., "İn Comprehensive Organic Synthesis" ***Pergamon Press***, Oxford, 4:1069-l 109 (1991)

47. Sims, J., Houk, K.N., "Reversal of Nitrone Cycloaddition Regioselectivity with Electron-deficient Dipolarophiles" ***J. Am. Chem. Soc.,*** 95: 5798-5800 (1973).

48. Wade, P.A., Trost, B.M., Fleming, I., "İn Comprehensive Organic Synthesis" ***Pergamon Pres,*** Oxford, 4: 111l-l168 (1991).

49. Breuer, E., Breuer, E, Aurich., H.G.., Nielsen, A., "İn Nitrones, Nitronates and Nitroxides" ***John Wiley and Sons***:, Chichester, 139-244 (1989).

50. Tufariello, J.J., "Alkaloids from nitrones**"** ***Acc. Chem. Res.,*** 12: 396-403 (1979).

51. Marwaha, A., Goelb, R.K., Mahajan M.P., "PASS-Predicted Design, Synthesis and Biological Evaluation of Cyclic Nitrones as Nootropics" ***Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters***, 17: 5251–5255 (2007).

52. Vendemiale, G.., Grattagliano, I., Altomare, E., "An Update on the Role of Free Radicals and Antioxidant Defense in Human Disease" ***Int. J. Clin.Lab. Res,*** 29(2): 49–55 (1999).

53. Cooke, M.S., Evans, M.D., Dizdaroglu, M., Lunec, J., **"** Oxidative DNA Damage: Mechanisms, Mutation, and Disease" ***FASEB J.,*** 17(10): 1195–1214 (2003).

54. Terranova, R., Sorace, R., Romeo, A., Mauro, C.D., Romeo, R., Luca, S., "Behaviour of Free Radicals in Alzheimer's Disease" ***Minerva Med.,*** 92(6): 405–410 (2001).

55. Olanow, C. W., "An İntruduction to the Free Radical Hypothesis in Parkinsons Disease" ***Ann. Neurol.,*** 32: S2–S9 (1992).

56. Bankson, D. D., Kestin, M., Rifai, N., "Role of Free radicals in Cancer and Atheroscloresis" ***Clin. Lab. Med.***, 13(2): 463–480 (1993).

57. Jaswal, S., Mehta, H.C., Sood, A.K., Kaur, J., "Antiooxidant Status in Rheumatoid Arthritis and Role of Antioxidant Therapy" ***Clin. Chim. Acta,*** 338(1): 123–129 (2003).

58. Mak, J.C., Chan, Y., Moira M.W., "Reactive Oxidant Species in Asthma" ***Curr. Opin. Pulm. Med.,*** 12(1): 7–11 (2006).

59. Sheu, S.S., Nauduri, D., Anders, M.W., "Targeting Antioxidants to Mitocondria: a New Theurapeutic Direction" ***Biochim. Biophys. Acta,*** 1762(2): 256–265 (2006).

60. Anderson, R.E., Kretzer, F.L., Rapp, L.M., "Free Radicals and Ocular Disease" ***Adv. Exp.Med. Biol.***, 366: 73–86 (1994).

61. Yihui, W., Lanrong B., Wei, B., Zeng, L., Ming, Z., Chao, W., Jingfang, J., Shiqi, P., "Novel 2-Substituted Nitronyl Nitroxides as Free Radical Scavengers: Synthesis, Biological Evaluationand Structure–Activity Relationship" ***Bioorganic & Medicinal Chemistry,*** 14: 5711–5720 (2006).

62. Kodagahally, R., Ravi, K., Honnaiah, Mallesha, B., Kanchugarakoppal, S.R., "Synthesis of Novel isoxazolidine Derivatives and Studies for Their Antifungal Properties" ***European Journal of Medicinal Chemistry,*** 38: 613-619 (2003).

63. Raunak, V.K., Shubhasish, M., Poonam, A.K., Carl, E.O., Susan, J.C., Sunil, K.S., Arthur, C.W., William, E., Virinder S.P., "Microwave Mediated Synthesis of Spiro-(İndoline-İsoxazolidines): Mechanistic Study and Biological Activity Evaluation" ***Tetrahedron*** 61: 5687–5697 (2005).

64. D.Black, St., Crozier, C.R.F., Davis, V.C., "1,3-Dipolar Cycloaddition Reactions of Nitrones" ***Synthesis***, 4:205–221 (1975).

65. Banerji, A., Sahu, A.J., "Recent advances in cycloaddition reactions of nitrone" ***Scient. Indus. Res.***, 45: 355–369 (1986).

66. Breuer, E., Günter, H.A., Nielsen, A., "Nitrones, Nitronates and Nitrpxides" ***John Wiley & Sons,*** New York , 105-111, (1989).

67. Banerji A., Basu, S., "Cycloaddition of C,N-diaryl Nitrones to 2-Butenolide: Synthesis of 2,3,6,6a-Tetrahydrofuro[3,4-d]isoxazol-4(3aH)-one" ***Tetrahedron,*** 48(16): 3335–3344 (1992).

68. Mallesha, H., Ravikumar, K.R., Mantelingu, K., Rangappa, K.S., "Synthesis and Characterization of Model Ultimate Carcinogens/metabolites Derivated from Lead Tetraacetate Oxidation of Arylnitrones: 2'-Deoxyguanosine Adducts" ***Synthesis,*** 10: 1459-1461 (2001).

69. Mallesha H.K., Kodagahally, R.R., Rangappa S.K., **"**Synthesis of N-acetoxy-*N*-Benzoyl-2-aminofluorene, an Ultimate Carcinogen by LTA Oxidation of Phenyl-*N*-(2-aminofluorenyl)nitrone, and *N*-(2'-deoxyguanosine-8-yl)-2-aminofluorene**"** ***Synthesis,*** 16: 2415–2418 (2001).

70. Padwa, A., Koehler, K.F., Rodriguez, A., "New Synthesis of β-Lactams Based on Nitrone Cycloaddition to Nitroalkenes" ***Journal of Organic Chemistry,*** 49(2):282-8 (1984).

71. Baldwin, S.W., Aube, J., "Asymmetric Synthesis with Chiral Hydroxylamines. Synthesis of Optically Pure 4-Substituted Azetidinones" ***Tetrahedron Letters***, 28(2): 179-82 (1987).

72. Padwa, A., "1,3-Dipolar Cycloadditon Chemistry" ***John Wiley and Sons***, New York, Vol. 1 and 2 (1984).

73. Kodagahally, R.R.K., Honnaiah, M., Kanchugarakoppal, S.R., "Synthesis of Novel Isoxazolidine Derivatives and Their Antifungal and Antibacterial Properties" ***Arch. Pharm. Med. Chem.***, 336:159–164 (2003).

74. Colonna, S., Pironti, V., Carrea, G., Pasta, P., Zambianchi, F., Oxidation of Secondary Amines by Molecular Oxygen and Cyclohexanone Monooxygenase. ***Tetrahedron,*** 60:3, 569-575 (2004).

75. Bigdeli, M.A., Nikje, M.M.A.., "An Efficient and Rapid Chemoselective Synthesis of Aryl-N-methylnitrones in Dry Media" ***Monatshefte für Chemie*** 132(12): 1547-1549 (2001).

76. Coutouli, A.E., Malamidou-X..E., Stampelos, X.N., Alexopoulou, I.N., "Formation and Reduction Reactions of 3-İndolylisoxazolidines" ***Tetrahedron,*** 53(2): 707-718 (1997).

77. Gothelf, K.V., Hazell, R.G., Jorgensen, K.A., "Control of Diastereo- and Enantioselectivity in Metal-Catalyzed 1,3-Dipolar Cycloaddition Reactions of Nitrones with Alkenes. Experimental and Theoretical Investigations" ***Org. Chem.,*** 61:346-355 (1996).

78. Huisgen, R:; Hauck, H., Seidl, H., Burger, M., "1,3-Dipolar cycloaddition. L. Characterization of unsaturated compounds as acylnitrone adducts" ***Chem. Ber.,*** 102:1117-1128 (1969).

79. Heaney, F., Rooney, O., Cunningham, D., Mcardle, P., "Simultaneous Double 1,3-Dipolar Cycloaddition Reactions İnvolving Bisnitrones or Dipolarophiles. H-NMR İnvestigation of The Conformational Preferences of N-Methyl- and N-Phenyl- İsoxazolidines" ***J. Chem. Soc. Perkin Trans.,*** 2:373-378 (2001).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : ÖZKAN, Hamdi

Uyruğu : T.C.

Doğum tarihi ve yeri : 10.08.1972, Aksaray

Medeni hali : Evli

Telefon : 0 (312) 2021160

Faks : 0 (312) 2122279

e-mail : hozkan@gazi.edu.tr

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Yüksek lisans	Gazi Üniversitesi /Kimya Bölümü	2002
Lisans	Hacettepe Üniversitesi/ Kimya Öğr.	1994
Lise	Mimar Sinan Lisesi	1989

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
1994-1996	Milli Eğitim Bakanlığı	Kimya Öğretmeni
1996-1999	Kırıkkale Üni./Kimya Bölümü	Araştırma Görevlisi
1999-	Gazi Üniversitesi /Kimya Bölümü	Araştırma Görevlisi

Yabancı Dil

Almanca (iyi)