

**T.C.  
BOZOK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI**

**Yüksek Lisans Tezi**

**YENİ PİRROL-3-ON TÜREVLERİNİN SENTEZİ**

**Cemal YILMAZ**

**Tez Danışmanı  
Doç. Dr. Mustafa SAÇMACI**

**Yozgat 2012**



**T.C.  
BOZOK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI**

**Yüksek Lisans Tezi**

**YENİ PİRROL-3-ON TÜREVLERİNİN SENTEZİ**

**Cemal YILMAZ**

**Tez Danışmanı**

**Doç. Dr. Mustafa SAÇMACI**

**Bu çalışma, Bozok Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi  
tarafından I. F. E.-2011/ 48 kodu ile desteklenmiştir.**

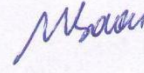
**Yozgat 2012**

T.C.  
BOZOK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

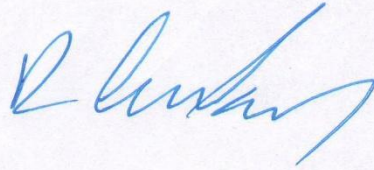
TEZ ONAYI

Enstitümüzün Kimya Anabilim Dalı 70110110006 numaralı öğrencisi Cemal YILMAZ'ın hazırladığı “Yeni Pirrol-3-on Türevlerinin Sentezi” başlıklı YÜKSEK LİSANS tezi ile ilgili TEZ SAVUNMA SINAVI, Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği uyarınca 26/07/2012 Perşembe günü saat 13.<sup>00</sup>’da yapılmış, tezin onayına OY BİRLİĞİYLE karar verilmiştir.

Başkan : Doç. Dr. Mustafa SAÇMACI (Danışman)



Üye : Yrd. Doç. Dr. Ramazan COŞKUN



Üye : Yrd. Doç. Dr. İrfan KOCA



ONAY:

Bu tezin kabulü, Enstitü Yönetim Kurulu'nun 29/8/2012 tarih ve 9 sayılı kararı ile onaylanmıştır

29/8/2012  
Enstitü Müdürü  
Doç. Dr. Hidayet ÇETİN



# YENİ PİRROL-3-ON TÜREVLERİNİN SENTEZİ

CEMAL YILMAZ

Bozok Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Kimya Anabilim Dalı  
Yüksek Lisans Tezi

2012; Sayfa: 104

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Mustafa SAÇMACI

## ÖZET

Bu çalışmada, furan-2-yiliden asetat (furan-3-on) bileşiklerinin (**2a-f**) L-Fenilalanin (**1a**), 3-Nitro-L-Trozin (**1b**) ve L-Triptofan (**1c**) aminoasitleri ile reaksiyonlarından, literatürde yer almayan on altı yeni pirrol-2-yiliden asetatların (pirrol-3-on) (**3a-p**) sentezi ve karakterizasyonu yapılmıştır. Tüm reaksiyonlar piridin katalizörlüğünde ve metanol çözücü ortamında geri soğutucu altında optimum sürede gerçekleştirilmiştir. Metot aminoasitlerin (**1a-c**), furan-2-yiliden asetatlar ile Michael Katılması sonucunda pirrol-2-yiliden asetatlara dönüşümünü kapsamaktadır. Sentezlenen bu yeni bileşiklerin yapıları elementel analiz, IR, <sup>1</sup>H-NMR ve <sup>13</sup>C-NMR spektrumları yardımıyla aydınlatılmıştır. Sonuçlar, reaksiyonlarda kullanılan nükleofillerin ve sentez edilip kullanılan substratların yapı ve özellikleri yönünden mukayeseli olarak tartışılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Furan-3-on, Pirrol-3-on, Amino asit, Michael Katılması,

# **THE SYNTHESIS OF NOVEL PYRROL-3-ONE DERIVATIVES**

**Cemal YILMAZ**

**Bozok University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Chemistry  
Master of Science Thesis**

**2012; Page: 104**

**Thesis Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Mustafa SAÇMACI**

## **ABSTRACT**

In this study, the synthesis and characterizations of novel sixteen pyrrol-3-ones, which is absent from literature, from the reactions of furan-3-ones with amino acids as L-Phenylalanine (**1a**), 3-Nitro-L-Tyrosine (**1b**) and L-Tryptophan (**1c**) were performed. All the reactions were accomplished by refluxing in the presence of pyridine in methanol. The method is contained in the transformations of amino acids (**1a-c**) with furan-3-ones (**2a-f**) via Michael Addition. The structures of these newly synthesized compounds were determined by the result of elemental analysis, IR, <sup>1</sup>H-NMR and <sup>13</sup>C-NMR spectra. The effects and the behaviors of the nucleophiles and the new substrate in this reaction were discussed comparably according to their properties and structures.

**Key Words:** Furan-3-one, Pyrrol-3-one, Amino acid, Michael Addition

## TEŞEKKÜR

Hiçbir desteğini benden esirgemeyen, tüm samimiyetiyle benimle ilgilendiğinden kuşku duymadığım çok değerli ve saygıdeğer danışman hocam, Sayın Doç. Dr. Mustafa SAÇMACI' ya teşekkürlerimi saygılarımla sunarım.

Laboratuar çalışmalarım sırasında, gerek laboratuar gerekse teorik bilgilerini benden esirgemeyen sayın hocalarım Yrd. Doç.Dr İrfan KOCA'ya, Yrd. Doç.Dr. Şevket Hakan ÜNGÖREN'e ve Arş. Gör. İbrahim Evren KIBRIZ'a, Elementel Analiz ölçümleri konusunda yardımlarını esirgemeyen sayın Uzm. Mehmet GÜMÜŞ'e teşekkürlerimi borç bilirim.

Bu çalışmayı maddi olarak destekleyen Bozok Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne katkılarından dolayı teşekkür ederim.

Her şeyden çok bağlı olduğum sevgili aileme, eğitim hayatım boyunca bana her türlü desteği verdikleri için sonsuz teşekkürlerimi sevgilerimle sunarım.

## İÇİNDEKİLER

|                                  |     |
|----------------------------------|-----|
| <b>ÖZET</b> .....                | i   |
| <b>ABSTRACT</b> .....            | ii  |
| <b>TEŞEKKÜR</b> .....            | iii |
| <b>ŞEKİLLER LİSTESİ</b> .....    | vii |
| <b>KISALTMALAR LİSTESİ</b> ..... | ix  |

|                                                                                       |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>1. GİRİŞ</b> .....                                                                 | 1  |
| 1.1. Araştırmanın Amacı .....                                                         | 1  |
| 1.2. Literatür Bölümü .....                                                           | 1  |
| 1.3. (1) Bileşiğinin Reaksiyonları.....                                               | 3  |
| 1.3.1. Termoliz Sonucu Oluşan Sikloadisyonlar .....                                   | 4  |
| 1.3.2. Direk Sikloadisyonlar .....                                                    | 5  |
| 1.3.3. Nükleofiller ile Olan Reaksiyonlar.....                                        | 7  |
| 1.3.4. Fotokimyasal Reaksiyonları .....                                               | 11 |
| <b>2. MATERYAL VE METOT</b> .....                                                     | 13 |
| 2.1. Deneylerde Kullanılan Kimyasal Maddeler .....                                    | 13 |
| 2.2. Deneylerde Faydalanılan Araç ve Cihazlar .....                                   | 13 |
| 2.3. Deneylerde Kullanılan Metotlar .....                                             | 14 |
| <b>3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR</b> .....                                                   | 15 |
| 3.1. Pirrol-3-on Türevlerinin Sentezleri .....                                        | 15 |
| 3.2. <b>2a</b> 'nın Fenil Alanin ( <b>1a</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3a</b> ) .....     | 15 |
| 3.3. <b>2b</b> 'nin Fenilalanin ( <b>1a</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3b</b> ).....       | 19 |
| 3.4. <b>2a</b> 'nın 3-Nitro-L-Trozin ( <b>1b</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3c</b> ).....  | 22 |
| 3.5. <b>2b</b> 'nin 3-Nitro-L-Trozin ( <b>1b</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3d</b> ) ..... | 26 |
| 3.6. <b>2c</b> 'nin L-Fenilalanin ( <b>1a</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3e</b> ) .....    | 30 |
| 3.7. <b>2c</b> 'nin 3-Nitro-L-Trozin ( <b>1b</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3f</b> ) ..... | 34 |
| 3.8. <b>2a</b> 'nın L-Triptofan ( <b>1c</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3g</b> ).....       | 38 |
| 3.10. <b>2c</b> 'nin L-Triptofan ( <b>1c</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3i</b> ).....      | 46 |
| 3.11. <b>2d</b> 'nin L-Triptofan ( <b>1c</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3j</b> ) .....     | 50 |
| 3.12. <b>2e</b> 'nin L-Fenilalanin ( <b>1a</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3k</b> ).....    | 54 |
| 3.13. <b>2e</b> 'nin 3-Nitro-L-Trozin ( <b>1b</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3l</b> )..... | 58 |



|                                                                                                                                                                                                           |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.14. <b>2e</b> 'nin L-Triptofan ( <b>1c</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3m</b> ).....                                                                                                                          | 62 |
| 3.15. <b>2f</b> 'nin L-Triptofan ( <b>1c</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3n</b> ) .....                                                                                                                         | 66 |
| 3.16. <b>2f</b> 'nin 3-Nitro-L-Trozin ( <b>1b</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3o</b> ) .....                                                                                                                    | 70 |
| 3.17. <b>2f</b> 'nin L-Fenilalanin ( <b>1a</b> ) ile Reaksiyonu ( <b>3p</b> ) .....                                                                                                                       | 74 |
| 3.18. Furan-3-on Türevlerinin <b>1(a-c)</b> Reaktifleri ile Oluşturduğu Bileşiklerin Reaksiyon Mekanizması.....                                                                                           | 79 |
| <b>4. BULGULAR</b> .....                                                                                                                                                                                  | 80 |
| 4.1. 2-[2-hidroksi-4-(4-metoksi benzoil)-2-(2-metoksi2-okso etil)-5-(4-metoksi fenil)-3-okso-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirrol-1-il]-3-fenil propanoik asit ( <b>3a</b> ) .....                              | 80 |
| 4.2. 2-[2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirol-1-il]-3-fenilpropanoik asit ( <b>3b</b> ) .....                                   | 81 |
| 4.3. 2-[2-hidroksi-4-(4-metoksi benzoil)-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4 metoksi fenil)-3-okso-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirrol-1-il]-3-(4-hidroksi-3-nitrofenil) propanoik asit ( <b>3c</b> ).....           | 82 |
| 4.4. 2-[2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirol-1-il]-3-(4-hidroksi-3-nitrofenil) propanoik asit ( <b>3d</b> ) 83                 |    |
| 4.5. 2-[4-(etoksikarbonil)-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirol-1-il]-3-penilpropanoik asit ( <b>3e</b> ).....                                     | 84 |
| 4.6. 2-[4-(etoksikarbonil)-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirol-1-il]-3-(4-hidroksi-3-nitrofenil) propanoik asit ( <b>3f</b> ). 85                 |    |
| 4.7. 3-(2,3-dihidro-1 <i>H</i> -indol-3-il)-2-[2-hidroksi-4-(4-metoksi benzoil)-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirrol-1-il] propanoik asit ( <b>3g</b> )..... | 86 |
| 4.8. 3-(2,3-dihidro-1 <i>H</i> -indol-3-il)-2-[2-(2-etoksi-2-okso etil)-2-hidroksi-4-(4-metoksi benzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirrol-1-il] propanoik asit ( <b>3h</b> )..... | 87 |
| 4.9. 3-(2,3-dihidro-1 <i>H</i> -indol-3-il)-2-[4-(etoksikarbonil)-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirol-1-il]propanoik asit( <b>3i</b> ) 88         |    |
| 4.10. 3-(2,3-dihidro-1 <i>H</i> -indol-3-il)-2-[4-(etoksikarbonil)-2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-5-(4-metoksifenil)-3-oxo-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirol-1-il]propanoik asit ( <b>3j</b> ) . 89       |    |
| 4.11. 2-{4-benzoil-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-3-okso-5-[( <i>E</i> )-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirol-1-il}-3-fenilpropanoik asit ( <b>3k</b> ).....                                  | 90 |
| 4.12. 2-{4-benzoil-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-3-okso-5-[( <i>E</i> )-2-fenil vinil]-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirrol-1-il}-3-(4-hidroksi-3-nitro fenil) propanoik asit ( <b>3l</b> ) 91            |    |
| 4.13. 2-{4-benzoil-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-3-okso-5-[( <i>E</i> )-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirol-1-il}-3-(1 <i>H</i> -indol-3-il)propanoik asit ( <b>3m</b> ).....               | 92 |

|                                                                                                                                                                                               |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 4.14. 2-{4-benzoil-2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-3-okso-5-[( <i>E</i> )-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirrol-1-il}-3-(1 <i>H</i> -indol-3-il)propanoik asit ( <b>3n</b> ) .....  | 93  |
| 4.15. 2-{4-benzoil-2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-3-okso-5-[( <i>E</i> )-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirrol-1-il}-3-(4-hidroksi-3-nitrofenil)propanoik asit ( <b>3o</b> ) ..... | 94  |
| 4.16. 2-{4-benzoil-2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-3-okso-5-[( <i>E</i> )-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1 <i>H</i> -pirrol-1-il}-3-fenilpropanoik asit ( <b>3p</b> ) .....                     | 95  |
| <b>5. SONUÇ</b> .....                                                                                                                                                                         | 96  |
| <b>KAYNAKLAR</b> .....                                                                                                                                                                        | 97  |
| <b>ÖZGEÇMİŞ</b> .....                                                                                                                                                                         | 104 |

## ŞEKİLLER LİSTESİ

|                                                                |    |
|----------------------------------------------------------------|----|
| Şekil 3.1. 3a Bileşiğinin IR Spektrumu .....                   | 16 |
| Şekil 3.2. 3a Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu .....   | 17 |
| Şekil 3.3. 3a Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu .....  | 18 |
| Şekil 3.4. 3b Bileşiğinin IR Spektrumu .....                   | 20 |
| Şekil 3.5. 3b Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu .....   | 21 |
| Şekil 3.6. 3b Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu .....  | 22 |
| Şekil 3.7. 3c Bileşiğinin IR Spektrumu .....                   | 24 |
| Şekil 3.8. 3c Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu.....    | 25 |
| Şekil 3.9. 3c Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spekturumu.....  | 26 |
| Şekil 3.10. 3d Bileşiğinin IR Spektrumu .....                  | 28 |
| Şekil 3.11. 3d Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu.....  | 29 |
| Şekil 2.12. 3d bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu ..... | 30 |
| Şekil 3.13. 3e Bileşiğinin IR Spektrumu .....                  | 32 |
| Şekil 3.14. 3e Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu.....   | 33 |
| Şekil 3.15. 3e Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu.....  | 34 |
| Şekil 3.16. 3f Bileşiğinin IR Spektrumu .....                  | 36 |
| Şekil 3.17. 3f Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu .....  | 37 |
| Şekil 3.18. 3f Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu ..... | 38 |
| Şekil 3.19. 3g Bileşiğinin IR Spektrumu .....                  | 40 |
| Şekil 3.20. 3g Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu .....  | 41 |
| Şekil 3.21. 3g Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu ..... | 42 |
| Şekil 3.22. 3h Bileşğinin IR Spektrumu .....                   | 44 |
| Şekil 3.23. 3h Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu .....  | 45 |
| Şekil 3.24. 3h Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu ..... | 46 |
| Şekil 3.25. 3i Bileşiğinin IR Spektrumu .....                  | 48 |
| Şekil 3.26. 3i Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu .....  | 49 |
| Şekil 3.27. 3i Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu ..... | 50 |
| Şekil 3.28. 3j Bileşiğinin IR Spektrumu .....                  | 52 |
| Şekil 3.29. 3j Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu .....  | 53 |
| Şekil 3.30. 3j Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu ..... | 54 |
| Şekil 3.31. 3k Bileşiğinin IR Spektrumu .....                  | 56 |
| Şekil 3.32. 3k Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu.....   | 57 |
| Şekil 3.33. 3k Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu ..... | 58 |
| Şekil 3.34. 3l Bileşiğinin IR Spektrumu .....                  | 60 |

|                                                                        |    |
|------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Şekil 3.35. 3l</b> Bileşiğinin $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu .....    | 61 |
| <b>Şekil 3.36. 3l</b> Bileşiğinin $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu ..... | 62 |
| <b>Şekil 3.37. 3m</b> Bileşiğinin IR Spektrumu .....                   | 64 |
| <b>Şekil 3.38. 3m</b> Bileşiğinin $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu .....    | 65 |
| <b>Şekil 3.39. 3m</b> Bileşiğinin $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu ..... | 66 |
| <b>Şekil 3.40. 3n</b> Bileşiğinin IR Spektrumu .....                   | 68 |
| <b>Şekil 3.41. 3n</b> Bileşiğinin $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu .....    | 69 |
| <b>Şekil 3.42. 3n</b> Bileşiğinin $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu ..... | 70 |
| <b>Şekil 3.43. 3o</b> Bileşiğinin IR Spektrumu .....                   | 72 |
| <b>Şekil 3.44. 3o</b> Bileşiğinin $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu .....    | 73 |
| <b>Şekil 3.45. 3o</b> Bileşiğinin $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu ..... | 74 |
| <b>Şekil 3.46. 3p</b> Bileşiğinin IR Spektrumu .....                   | 76 |
| <b>Şekil 3.47. 3p</b> Bileşiğinin $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu .....    | 77 |
| <b>Şekil 3.48. 3p</b> Bileşiğinin $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu ..... | 78 |

## KISALTMALAR LİSTESİ

- TLC : İnce Tabaka Kromatografisi  
NMR : Nükleer Mangnetik Rezonans  
IR : Infrared Spektroskopisi  
CDCl<sub>3</sub> :Döterokloroform  
Ph : Fenil

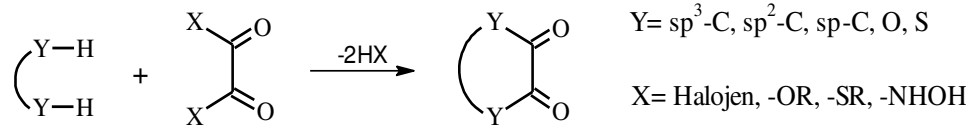
# 1. GİRİŞ

## 1.1. Araştırmanın Amacı

Literatür incelendiğinde, furan-3-on (furan-2-yiliden) halkası ihtiva eden bileşiklerin daha önceden sentez edildiği ve çeşitli nükleofiller ile reaksiyonlarının incelendiği görülmüştür [1-5]. Bu çalışmada, literatürde yer alan çeşitli furan-3-on türevi (**2a-f**) bileşiklerin [1, 2, 4] L-Fenilalanin (**1a**), 3-Nitro-L-Trozin (**1b**) ve L-Triptofan (**1c**) gibi amino asitler ile reaksiyonları araştırılmıştır. Bu reaksiyonların araştırmaları sonucunda yeni pirrol-3-on (**3a-p**) türevi bileşikler sentezlenmiştir.

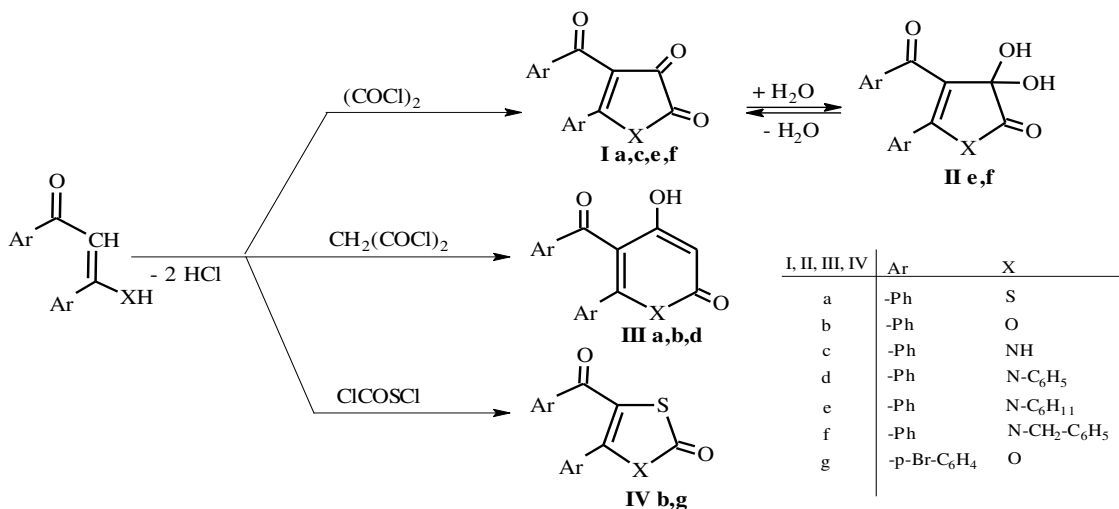
## 1.2. Literatür Bölümü

Literatür araştırıldığında, aşağıdaki reaksiyon şemasında gösterilen oksalil klorür ve türevlerinin çeşitli substratlarla reaksiyonları sonucunda, çeşitli visinal-dion sistemlerinin oluştuğu gözlenmiştir. Oksalik asit ve türevlerinin çeşitli nükleofillerle, direk olarak, sikloaçillenmesinde de yine aktif dionlar meydana gelmektedir. Bunlar, uygun bileşiklerle siklokondenzasyon reaksiyonları verdikleri gibi, katalitik şartlar altında termik yönden de parçalanmaya uğrarlar [6].

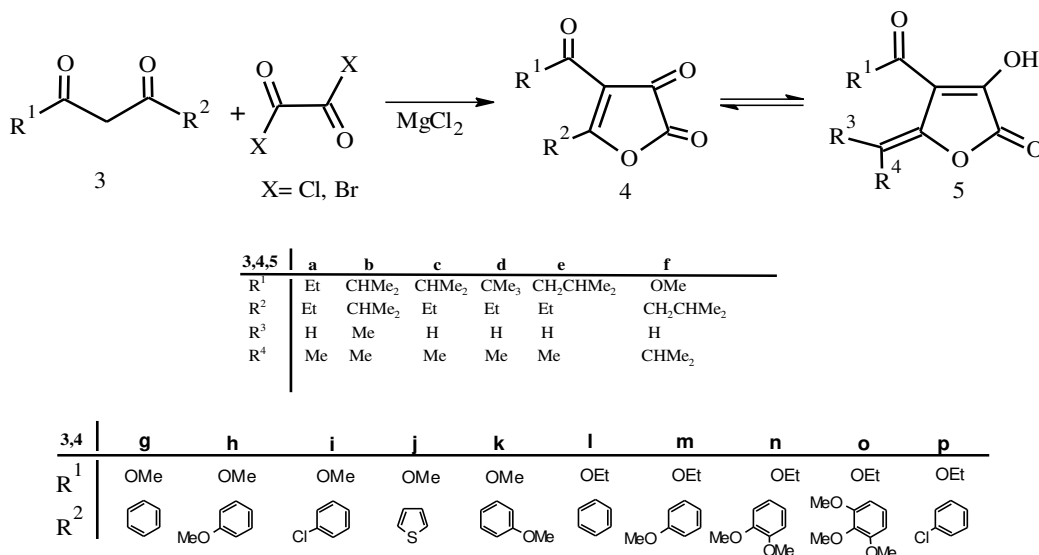


Çalışmalarımızda kullanılan ve örnek alınan visinal-dion sistemi, E. Ziegler ve çalışma grubu tarafından, 1,3-diketon olan dibenzoil metan'ın oksalil klorür ile siklo kondenzasyonundan elde edilmiştir [7]. Dibenzoilmetan'ın susuz eterli ortamda oksalil klorürle, oda sıcaklığındaki reaksiyonundan sarı renkte, heterosiklik bir bileşik olan 4-benzoil-5-fenil-2,3-furandion (**1**) elde edilir. Elde edilen 1 bileşiği, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> üzerinde vakumda kararlılık göstermektedir [7]. Literatür araştırmalarında, dibenzoilmetan ve türevlerinin oksalil klorür ile siklokondenzasyonu sonucunda, beşli heterosiklik sistemler, malonil klorür ile siklokondenzasyonundan da altılı heterosiklik bileşiklerin elde edildiği görülür [7-9]. Lakton halkası içeren diğer bir örnek olarak da dibenzoilmetan veya di-*p*-brom-benzoilmetan'ın klorokarbonil

sülfonilklorürle reaksiyonundan, benzer tipte 4-aroil-5-aril-1,3-okstiol-2-on bileşiği sentez edilmiştir [10].

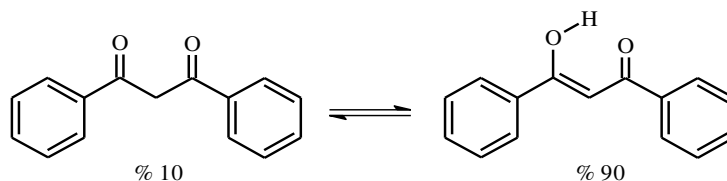


1,3-Dikarbonil bileşiklerinin MgCl<sub>2</sub> eşliğinde okzalil klorür ile reaksiyonlarından heterosiklik yapıya sahip çeşitli furan-2,3-dionlar sentezlenmiştir [11].



Furandion türevi **1** ve onun analogları olan 4-(*p*-metoksibenzoil)-5-(*p*-metoksifenil)-2,3-furandion (**2**) ve 4-(*p*-metilbenzoil)-5-(*p*-metilfenil)-2,3-furandion (**3**) bileşikleri su ve alkol gibi nükleofillere karşı çok hassas oldukları için sentez edildikten sonra sürekli vakum desikatöründe P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/ parafin üzerinde muhafaza edilmelidirler. Furan-2,3-dion bileşiklerinin (**1-3**) sentezi için gerekli olan  $\beta$ -diketonlar literatürde verildiği

gibi bir seri reaksiyonlar sonunda elde edilir [2, 7-10]. Bilindiği üzere, dibenzoilmetan 1,3-diketon olup, keto-enol tautomer özelliği gösterir ve denge daha ziyade enol tarafınadır [16].



Yukarıda incelenen literatür bilgileri sonucunda, 2,3-furandion bileşiklerinin karbonil grupları ve bilhassa lakton halkaları bulundurmaları nedeniyle oldukça aktif oldukları ve bir çok heterosiklik bileşiklerin sentezinde başlangıç maddesi olarak kullanıldıkları görülmektedir [15, 17-22].

Bu nedenle 2,3-furandion bileşiklerinden yola çıkarak yeni heterosiklik bileşiklerin sentez çalışmalarına başlamadan önce literatür'deki (1-3) bileşiklerinin reaksiyonlarının incelenmesi, çalışmalarımız sonucu elde edilen bileşiklerin de yapılarının aydınlatılmasında ve reaksiyon mekanizmalarının açıklanmasında büyük önem taşır.

### 1.3. (1) Bileşiğinin Reaksiyonları

Bileşik 1'in daha önceden çalışılan nükleofillerle verdiği reaksiyonlarına benzer reaksiyonları, diğer furan-2,3-dion bileşikleri de vermektedir. Bu yüzden, aşağıda yer alan literatürlerde daha çok 1 bileşiğinin tepkimeleri üzerinde açıklamalarda bulunulacaktır.

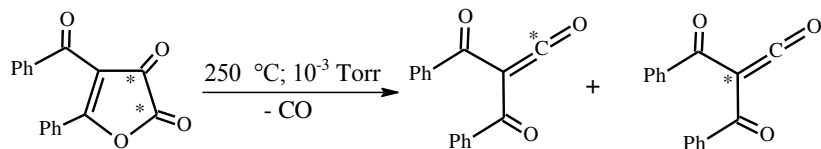
Bileşik 1 ile şimdiye kadar yapılan reaksiyonlar incelendiğinde, gerek kimyasal işlem ve gerekse reaksiyon türü bakımından çalışmalar dört şekilde sınıflandırılabilir:

1. Termoliz sonucu oluşan sikloadisyonlar
2. Direk sikloadisyonlar
3. Nükleofillerle verdiği reaksiyonlar
4. Fotokimyasal reaksiyonlar

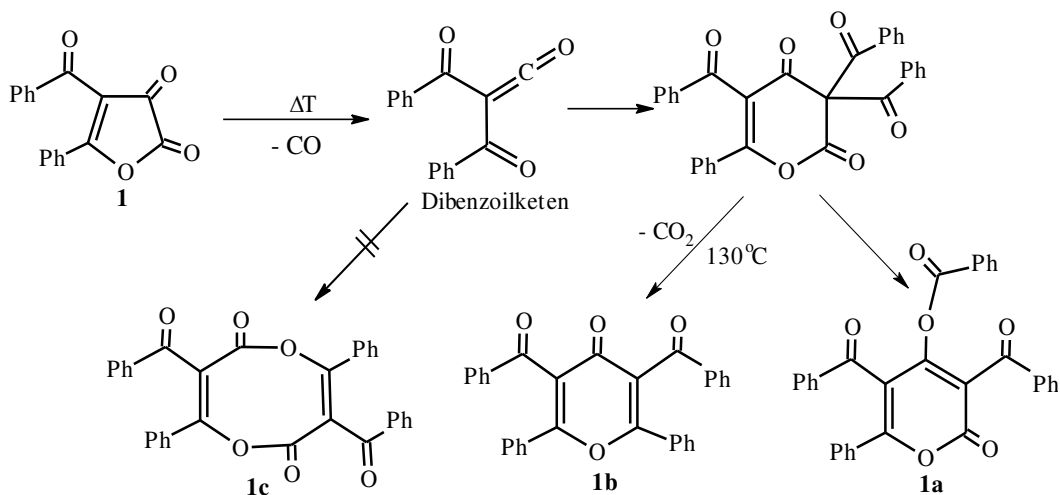


### 1.3.1. Termoliz Sonucu Oluşan Sikloadisyonlar

Bileşik **1** gaz fazı piroliz metodu kullanılarak yapılan termolizinden, bir mol CO ayrılmasıyla dibenzoilketenin olduğu belirlenmiştir [23-25].

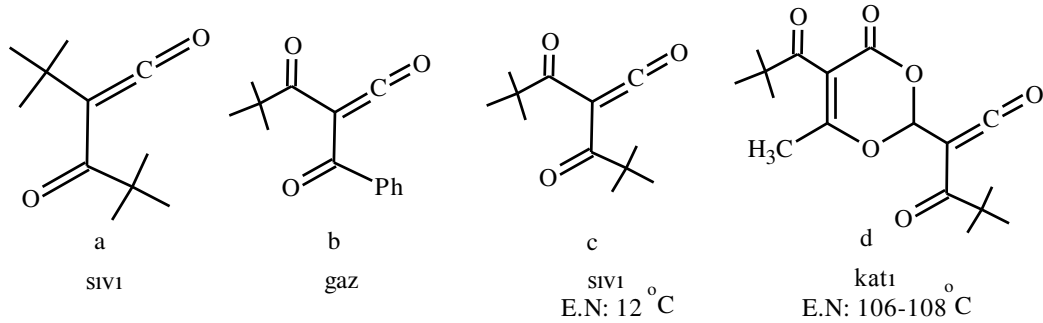


Bu termoliz reaksiyonlarıyla, **1**'in dekarbonillendirilmesi ile ara kademede oluşan aktif dibenzoilketen, eğer ortamda sikloadisyon yapacak substrat bulamazsa, reaksiyon ortamına göre iki şekilde dimerleşir [23, 24, 26, 27]. Böylece, termoliz sonucu sikloadisyonlar ortaya çıkar. Örnek olarak, çözücü içerisinde 130 °C'de **1**'in termolizi neticesinde [4+2] sikloadisyonu ile **1b** bileşiğinin, [4+4] sikloadisyonu ile de **1c** bileşiğinin elde edildiği E. Ziegler tarafından yayınlanmıştır [28]. Fakat daha sonra X-ışını kristal yapı tayini metoduyla **1c** bileşiğinin oluşmadığı, [4+2] siklodimerizasyonu ile **1a** bileşiğinin meydana geldiği belirlenmiştir [24].

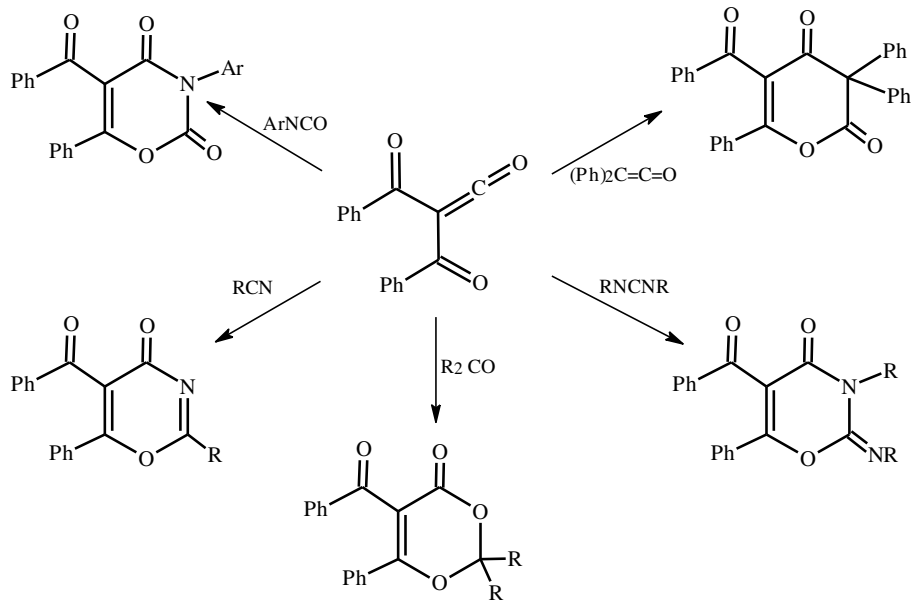


Son yıllarda, dibenzoilketen gibi birçok yeni diaçilketenler ( $\alpha$ -oksoketenler) sentez edilmiştir [12, 13, 29, 30].  $\alpha$ -Oksoketenler, normal koşullarda izole edilemeyen oldukça reaktif moleküllerdir. Bu ketenler, 2-diazo-1,3-dikarbonil bileşikleri, 1,3-dioxinon'ların termolizi yada fotoliziyle elde edilirler [28, 31-35]. Ayrıca,  $\alpha$ -oksoketenler; 2,3-furandion,  $\beta$ -ketoester ve asit klorürlerinin sadece termolizi ile de elde edilebilirler [36, 37].

Diaçilketenlerin birçoğu düşük sıcaklıkta, Argon ortamında ya da inert çözelti ortamında oluşurlar [38, 39]. Oda koşullarında flash vakum pirolizi (FVP) ile elde edilebilen  $\alpha$ -oksoketenler de vardır [29]. Özellikle, tersiyer bütıl gibi hacimli grupların bulunması ketenlerin kararlılığını artıran faktörlerdendir.



Bileşik 1'in termal bozunması ile ara kademede oluşan ve çok aktif bir bileşik olan dibenzoilketen, ortamda arilizosiyanatlar, karbodiimidler [40], nitriller [41, 42] ve schiff bazları [43] gibi uygun bir dienofil olması durumunda [4+2] sikloadisyon reaksiyonu vererek 1,3-oksazin türevleri, çeşitli keten ve ketonlarla yapılan reaksiyonları ile de birçok altılı heterosiklik bileşikler sentez edilmiştir [44].

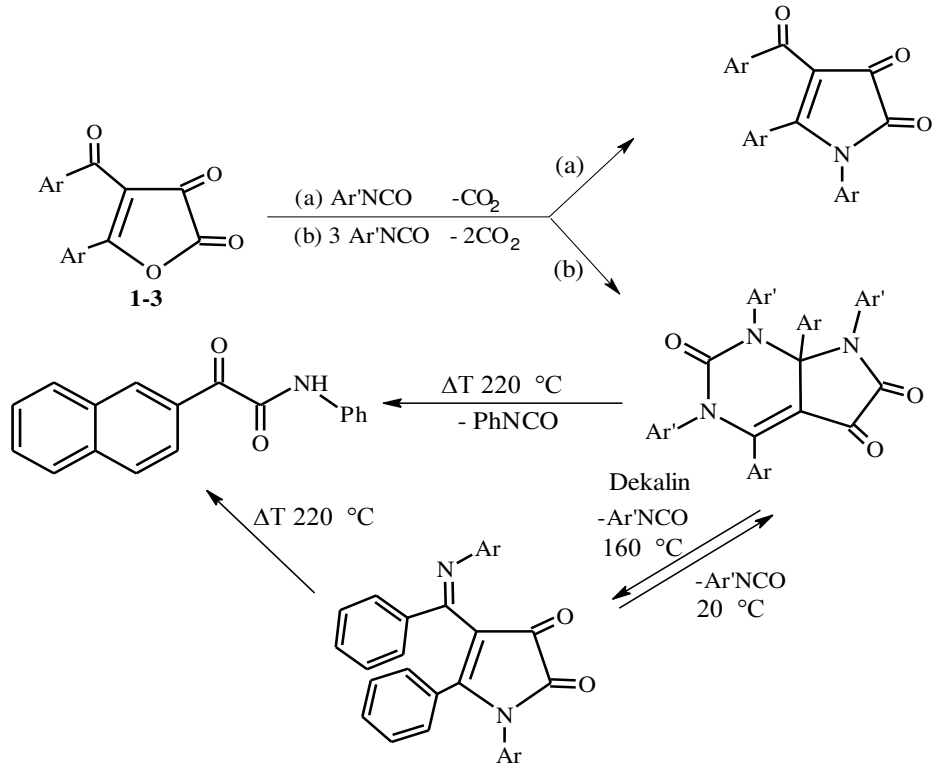


### 1.3.2. Direk Sikloadisyonlar

Heterosiklik 2,3-dion sistemlerindeki oxa-1,3-dien kısmı bir heterodiendir, çeşitli izosiyanatlar ve elektronca zengin alkenler ile (etilvinileter, vinilasetat, stiren gibi)

[4+1] ya da [4+2] sikloadisyon reaksiyonları sonucunda mono ve bisiklik heterosiklik halkalı oluşturur [45-47]. Çalışmalar sonucunda, beş üyeli heterosiklik halkanın endosiklik (C=C) çift bağı ile benzoil grubundan oluşan oxa-1,3-diene, heterokumulenin [4+2] sikloadisyon reaksiyonuyla kondense halkalı ürünler elde edilmiştir [48-50].

(1-3) bileşiklerinin çeşitli arilizosiyanat ile yapılan reaksiyonları da direk sikloadisyonlara örnektir. 60 °C’de ve 3 mol izosiyanat alınarak yapılan reaksiyonlarda önce 1 mol izosiyanat’ın heterodiene primer etkisiyle [4+2] hetero-sikloadisyonu gerçekleşmekte, daha sonra dekarboksilasyon sonucu çevrilme ile ikinci ve üçüncü mol izosiyanatın da katılmasıyla çeşitli pirrolo [2,3-d] pirimidin sistemleri sentez edilmiştir [48, 51, 52].



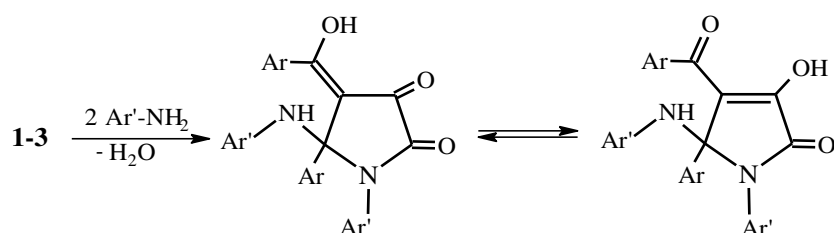
Genellikle düşük sıcaklıkta (60-80 °C’de) izonitril, schiff bazları, karbodiimit, izosiyanat ve ketenimin gibi çeşitli dienofillerle yapılan reaksiyonlarda kondense halkalı bileşikler sentezlenmiştir. Daha sonraki çalışmalarda <sup>17</sup>O izotopı işaretleme yöntemi, 1 bileşiğine uygulanmıştır. Bu yöntemle izosiyanatlar, karbodiimitler, keteniminlerin reaksiyonları yeniden araştırılmış ve daha önce elde edilene benzer hetero

mono- ve bisiklik ürünler elde edilerek bu çalışmalarla, reaksiyonların yürüyüşüne ve mekanizmalarının aydınlatılmasına önemli katkılarda bulunulmuştur [53, 54].

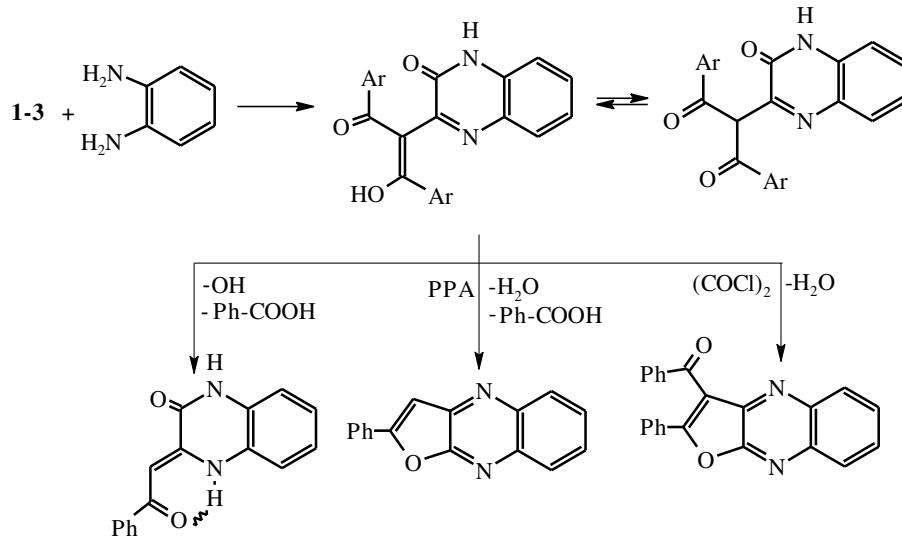
### 1.3.3. Nükleofiller ile Olan Reaksiyonlar

Daha öncede belirtildiği gibi, **1-3** bileşiklerinin elektrofilik merkezleri vardır ve nükleofillerle karşı oldukça aktiftirler. Dolayısıyla, nükleofilin yapısına ve reaksiyon şartlarına bağlı olarak çeşitli heterosiklik bileşiklerin sentezine imkan vermektedirler. Ancak, su ve etil alkol gibi nükleofiller ile kolayca etkileşerek, dibenzoilmetan ve okzalik asit (alkol takdirinde ester) türevleri verecek şekilde bozunarak başlangıç maddelerine dönüştükleri bilinmektedir [55, 56].

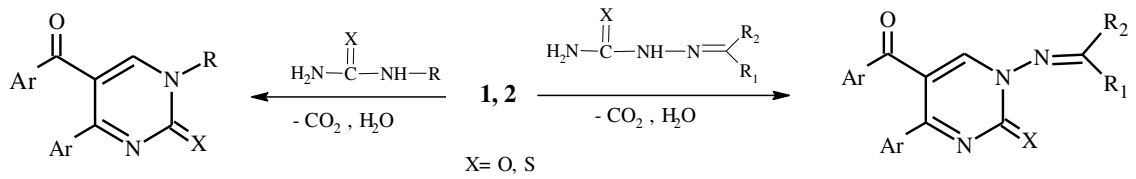
Literatürde yer alan **1-3**'ün çeşitli aminlerle yapılan nükleofilik katılma reaksiyonlarından bazıları aşağıda görülmektedir. **1-3**'ün aromatik aminlerle yapılan reaksiyonlarında çeşitli pirrolin türevi bileşikler sentez edilmiştir [13, 21, 55].



**1-3** Bileşiklerinin *o*-fenilendiaminlerle uygun şartlardaki reaksiyonlarında ise aşağıda görüldüğü gibi kinoksalin türevi bileşikler elde edilmiş ve bunların da müteakip reaksiyonları gerçekleştirilmiştir [21, 57, 58].



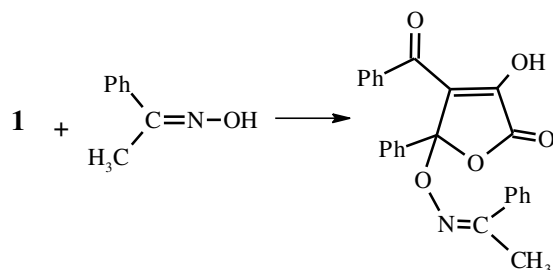
**1** ve **2**'nin çeşitli tiyosemikarbazonlar, semikarbazonlar, üreler ve tiyoürelerle yapılan nükleofilik katılma reaksiyonları sonucu, pirimidin türevi yeni bileşikler sentez edilmiştir [64-66]. **3**'ün semi- ve tiyosemikarbazonlarla reaksiyonları da çalışılmıştır [62-64].



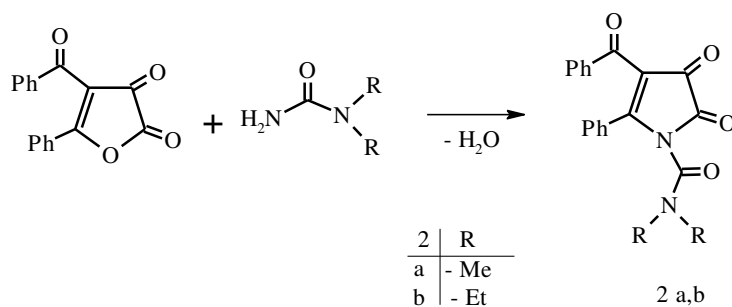
Diğer bir ilginç çalışma da **1** ve **2**'nin fenilhidrazinlerle ve **1**'in çeşitli fenilhidrazonlarla reaksiyonlarıdır. Burada her bir fenilhidrazon, **1** ile gerek benzenli ortamda ve gerekse 70-80 °C'lerde direk olarak bir pirazol-3-karboksilli asit türevini vermektedir [65-67]. Ayrıca, **2** bileşiğinin hidrazonlarla reaksiyonu sonucu propanohidrazit türevi olan düz zincirli bileşiklerin oluştuğu gözlenmiştir [68]. Diğer yönden **1** ve **2**'in fenilhidrazin ile reaksiyonunun süzütüsünden de bir piridazin-3-on türevi bileşik elde edilmiştir [65]. Toplu reaksiyon şeması ise aşağıda gösterildiği gibidir.



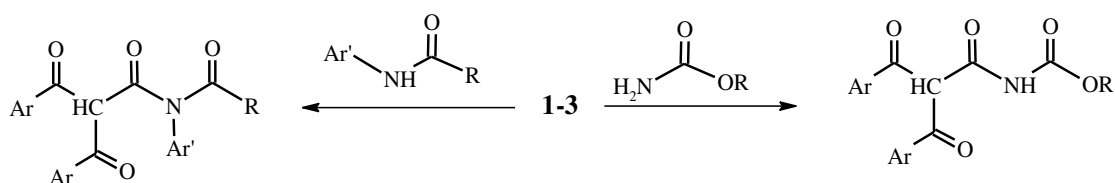
**1**'in oksimlerle de halka açılması olmadan direk katılma reaksiyonları verdiği görülmüştür. Bu reaksiyonlardan elde edilen ürünlerin ayrıca termolizi yapılarak, yeni tür bileşiklerin elde edilmesi yoluna gidilmiştir [72].



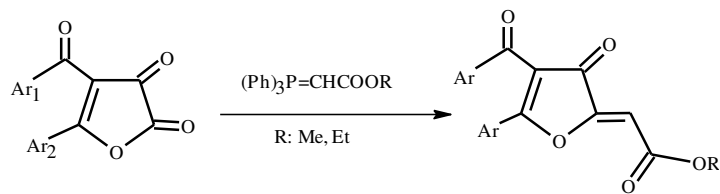
**1** Bileşiğinin *N,N*-dialkilürelerle reaksiyonundan ise aşağıda görülen pirroldion türevi bileşikler elde edilmiştir [73].



**1-3** bileşiklerinin üretan, anilid ve amid türevleriyle reaksiyonları da çalışılarak, bu defa düz zincir yapısında sırasıyla; dibenzoilasetik asit-*N*-karboksialkil amid ve dibenzoil asetik asit-*N*-alkil amid türevi yeni bileşikler sentez edilmiştir [74-79].



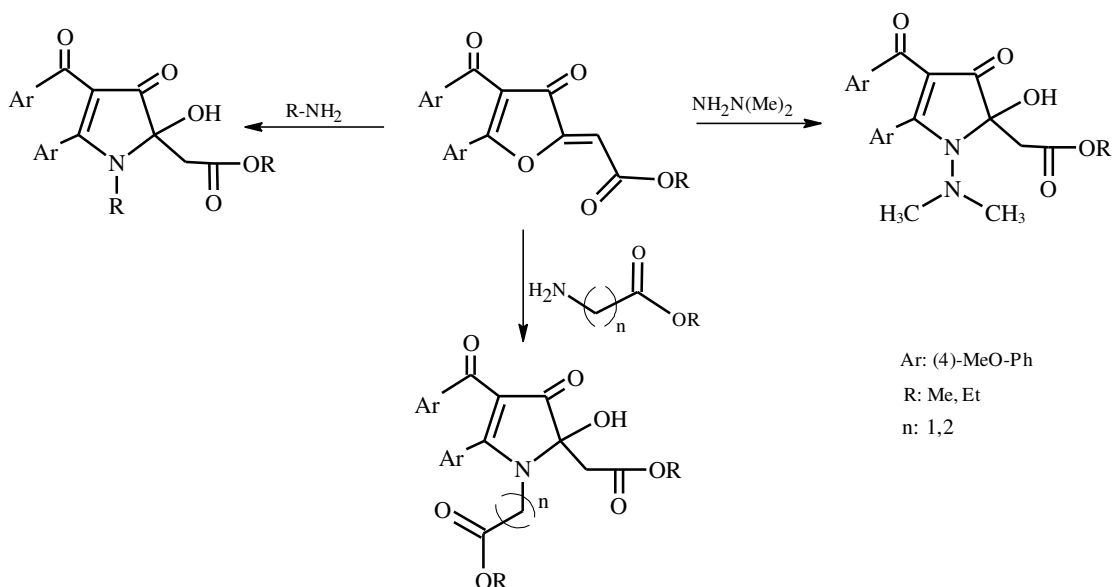
Son yıllarda, bazı furan-2,3-dion bileşiklerinin Wittig reaktifleri ile benzen çözücü ortamındaki reaksiyonları sonucunda yeni furan-3(2*H*)-on bileşikleri sentezlenmiştir [2, 4, 5].



Ar<sub>1</sub>: OEt, Ph, MeO-Ph

Ar<sub>2</sub>: MeO-Ph, Stryl

Bu bileşikler çeşitli alifatik aminler, aromatik/heterosiklik diaminler, hidrazinler, amino asitler ve amino asit esterleri ile reaksiyonlarından çok sayıda pirrol-3-on türevleri elde edilmiştir [2-5].



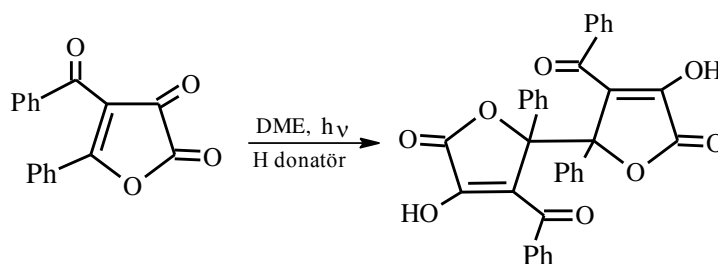
Ar: (4)-MeO-Ph

R: Me, Et

n: 1,2

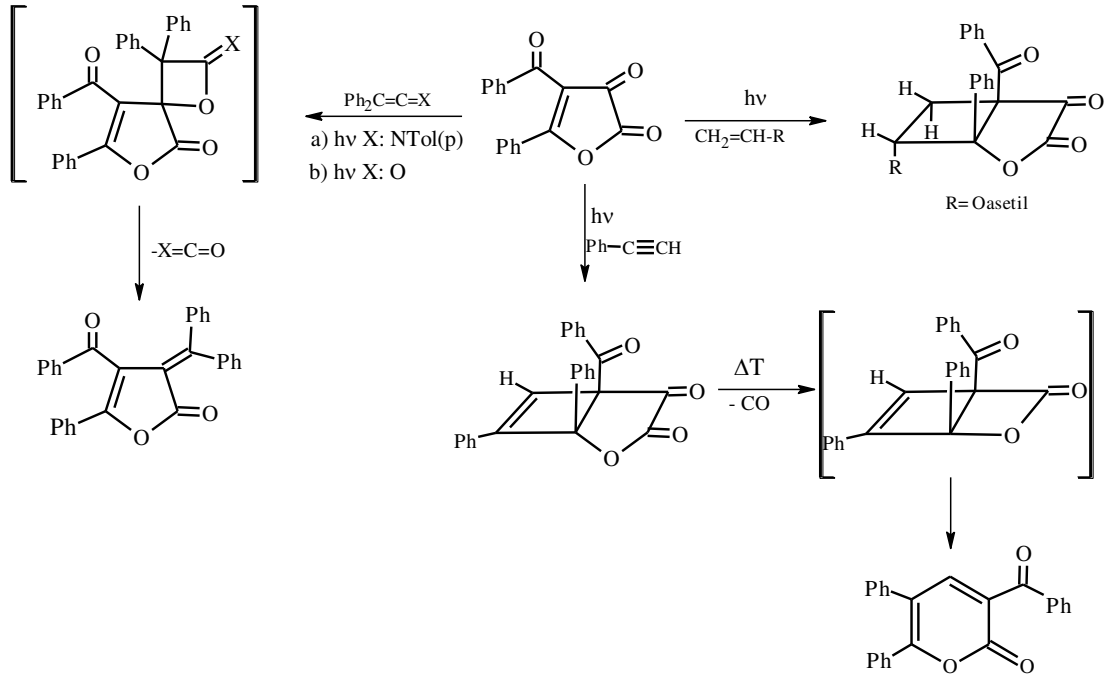
#### 1.3.4. Fotokimyasal Reaksiyonları

1 Bileşiğinin yüksek basınçlı civa lambası ile inert bir çözücü (dimetoksi etan, tolüen) içerisinde bir H-donatörle fotokimyasal indirgenmesi sonucu bis-furanon türevi bileşik sentez edilmiştir [56].





Vinil asetat, fenil asetilen gibi, elektronca zengin alken ve alkinlerin **1** bileşiği ile [2+2] sikloadisyon reaksiyonu neticesinde bisiklik yapıda heterosiklik bileşikler ve piron türevi ürünler elde edilmiştir. Ayrıca difenil keten veya N-aril difenilketenimin ile fotokimyasal reaksiyonlarından furanon türevi bileşiklerin oluştuğu gözlenmiştir [47, 56, 80].



## **2. MATERYAL VE METOT**

### **2.1. Deneylerde Kullanılan Kimyasal Maddeler**

Deneylerimizde kullanılan başlıca kimyasal maddeler, Merck, Aldrich, Fluka ve Sigma gibi firmalardan ithal edilen özel reaktifler olup, analitik saflıktadırlar. Reaksiyon ortamında ve saflaştırma işlemlerinde kullanılan benzen, toluen, etil alkol, v.b. organik çözücüler ise laboratuvarımızda çeşitli işlemlerle saflaştırılarak kullanılmışlardır.

### **2.2. Deneylerde Faydalanılan Araç ve Cihazlar**

Deneyler sırasında kullanılan araç ve cihazlar aşağıdaki sıralamada görülmektedir. Bunlardan gerektiği yerlerde yararlanılmıştır.

- LECO-932 CHNS-O Elementel Analiz Cihazı,
- Perkin-Elmer Model 298 IR Spektrometresi,
- Isıtıcılı Manyetik Karıştırıcı,
- Heildoph Marka Dönel Buharlaştırıcı,
- Bruker Avance Model NMR Spektrometre,
- Electrothermal 9200 Marka Erime Noktası Cihazı,
- Nüve Marka FN-500 Model Etüv (300°C),
- Camag Marka İnce Tabaka Kromatogram Lambası (254/366 nm),
- DC Alufolien Kiesegel 60 F 254 Merck TLC Levhaları,
- R17 Cot Marka Mekanik Karıştırıcı,
- Edwards Marka Vakum Pompası.

### 2.3. Deneylerde Kullanılan Metotlar

Bilindiği gibi, kimyasal reaksiyonların gidişini belirleyen en önemli parametreler; sıcaklık, zaman, konsantrasyon, çözücünün cinsi, katalizör, reaktiflerin yapısı ve aktifliğidir. Çalışmalarımızda her bir reaksiyon için bu parametreler göz önüne alınarak, defalarca yapılan denemelerle, en uygun reaksiyon şartları belirlenmiştir. Genelde bütün reaksiyonlar, organik kimya preparatif çalışma metotlarına göre, kurutma başlıklı geri soğutucu altında, uygun çözücülerde reaktiflerin kaynatılmasıyla veya oda şartlarında karıştırılmak suretiyle, yukarıda belirtilen parametreler göz önünde bulundurularak gerçekleştirilmiştir. Reaksiyonların yürüyüşü ve sentezlenen ürünlerin saflığı ince tabaka kromatografisi (TLC) ile takip ve kontrol edilmiştir.

Sentezlenen bileşiklerin yapı aydınlatılmasında elementel analiz, IR, NMR, spektrofotometrelerinden faydalanılmıştır. Bilindiği gibi IR spektroskopi tekniği, organik bileşiklerdeki fonksiyonel grupların tespit edilmesinde kullanılır. Spektrumların değerlendirilmesinde IR korelasyon tabloları, literatür bilgileri ve bazı yardımcı kitaplardan faydalanılmıştır. NMR spektroskopisi yardımıyla molekülde bulunan hidrojen ve karbon atomlarının türü, komşu olduğu gruplar ve sayıları hakkında bilgi edinilebilir.  $CDCl_3$  çözülerek alınan NMR spektrumlarının yorumu NMR korelasyon tabloları, literatür bilgileri, bazı yardımcı kitaplar ve bilgisayar programlarından yararlanılarak yapılmıştır [81- 84].

Elementel analizler, Bozok Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nde, IR ve NMR analizleri, Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde yapılmıştır.

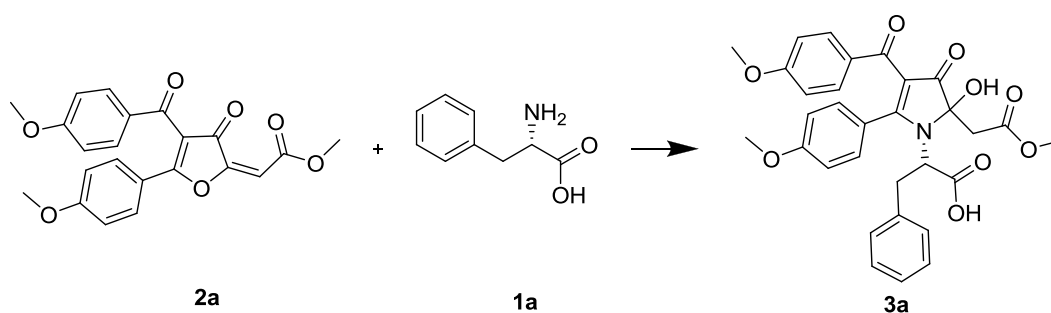
### 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

#### 3.1. Pirrol-3-on Türevlerinin Sentezleri

Tüm pirrol-3-on türevlerinin sentezleri, reaktifler (1:1) mol alınarak metanol çözücü ortamı ve piridin katalizörlü gerçekleştirilmiştir. Bileşiklerin saflaştırılması için kolon kromatografi tekniğinden yararlanılmıştır.

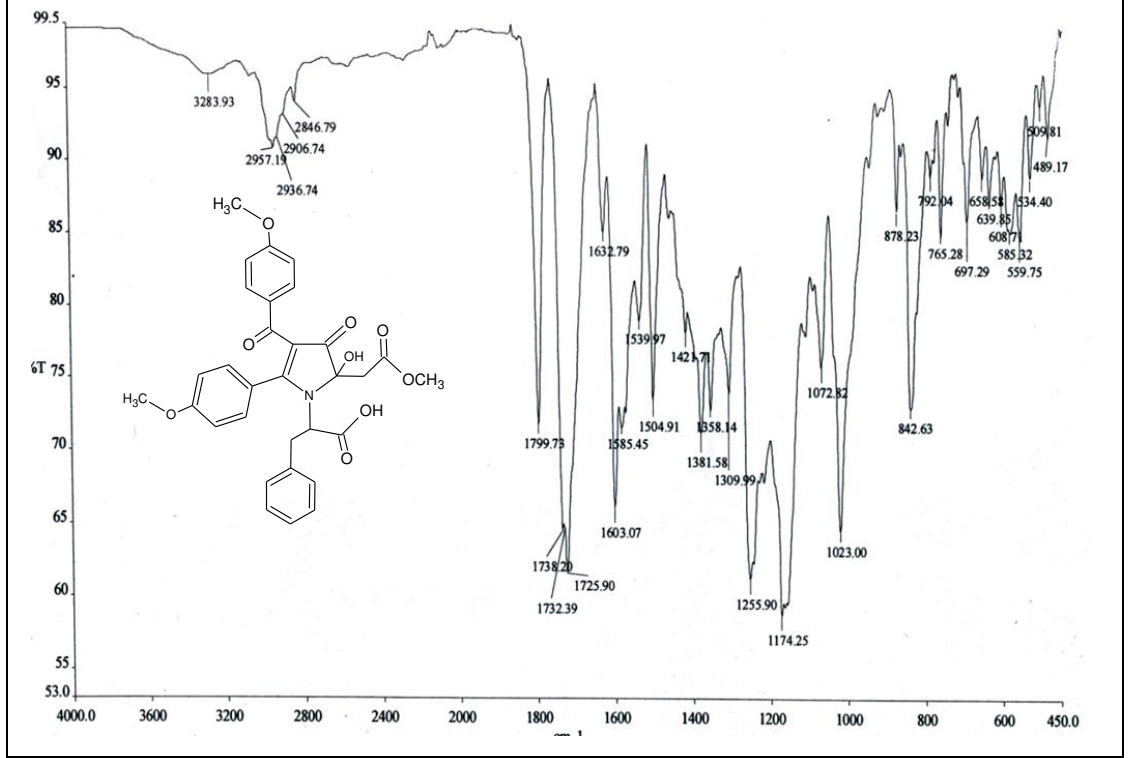
#### 3.2. 2a'nın Fenil Alanin (1a) ile Reaksiyonu (3a)

Metil-(2*E*)-[4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-oksofuran-2(3*H*)-iliden]asetat (2a) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra L-Fenilalanin (1a) ilave edilerek geri soğutucu altında, CaCl<sub>2</sub> kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 15 dakika sonra tamamen çözüldüğü ve turuncu renge dönüştüğü gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzüldü ve TLC uygulanarak etil asetat-*n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün C<sub>31</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>9</sub> olduğu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini ise aşağıdaki gibidir.



Şeki 3.1’de 3a bileşiğinin IR spektrumu verilmiştir. 3284 cm<sup>-1</sup>’deki geniş pik O-H titreşimine, 2957-2936 cm<sup>-1</sup> arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine, 2906-2846 cm<sup>-1</sup> arasındaki pikler ise alifatik C-H titreşimlerine aittir. 1800, 1738, 1732 ve

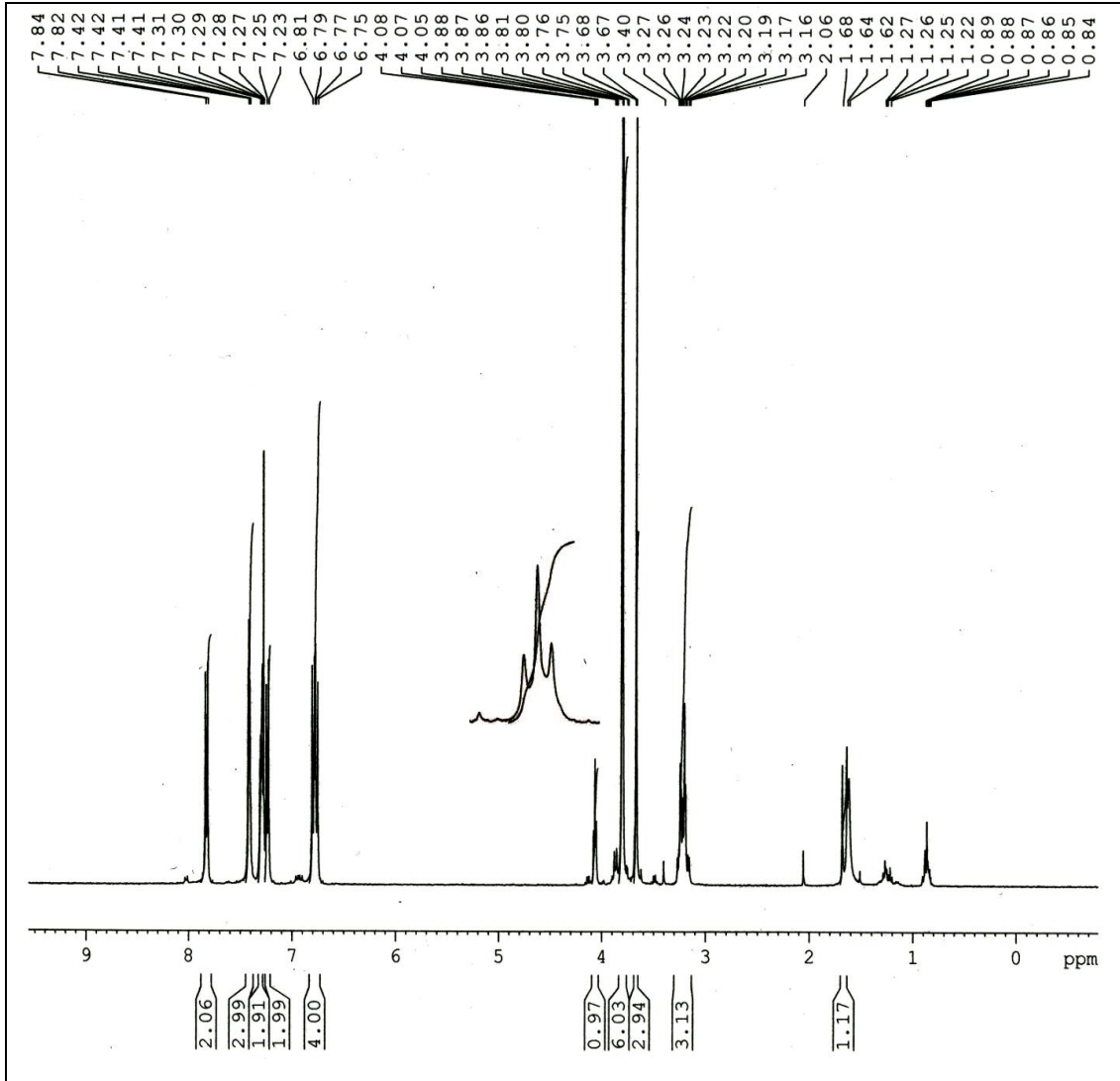
1725 cm<sup>-1</sup>'deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder. 1632 ve 1603 cm<sup>-1</sup>'deki pikler C=C gerilme titreşimlerini gösterir.



Şekil 3.1. 3a Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.2'de 3a bileşiğinin 400 MHz'de CDCl<sub>3</sub>'da çözülerek alınan <sup>1</sup>H-NMR spektrumu verilmiştir. Spektrumdaki pikler çeşitli NMR tabloları ve ACD-Labs paket programı yardımıyla yorumlanmıştır [81-83].

Spektrum incelendiğinde: δ = 3.17 ppm (d) ve 1.66 ppm (d)'de gözlenen sinyaller fenil halkasına bağlı metilen protonlarını, δ = 3.23 ppm (d) ve 3.20 ppm (d)'deki gözlenen sinyaller karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını, δ = 3.67 ppm'deki singlet pik ester yapısındaki metoksi protonlarını, δ = 3.81 ve 3.80 ppm'deki singlet pikler fenil halkasına bağlı metoksi gruplarındaki protonları, δ = 4.07 ppm'deki triplet pik asimetrik karbon atomundaki (CH-N) protonunu, δ = 7.84-6.75 ppm'deki multipler pikler ise aromatik halkadaki protonları simgeler. Ayrıca, spektrumdaki piklerin integral alanları karşılaştırılarak bulunan proton sayıları, yukarıdaki yorum ve elementel analiz ile uyum içindedir.

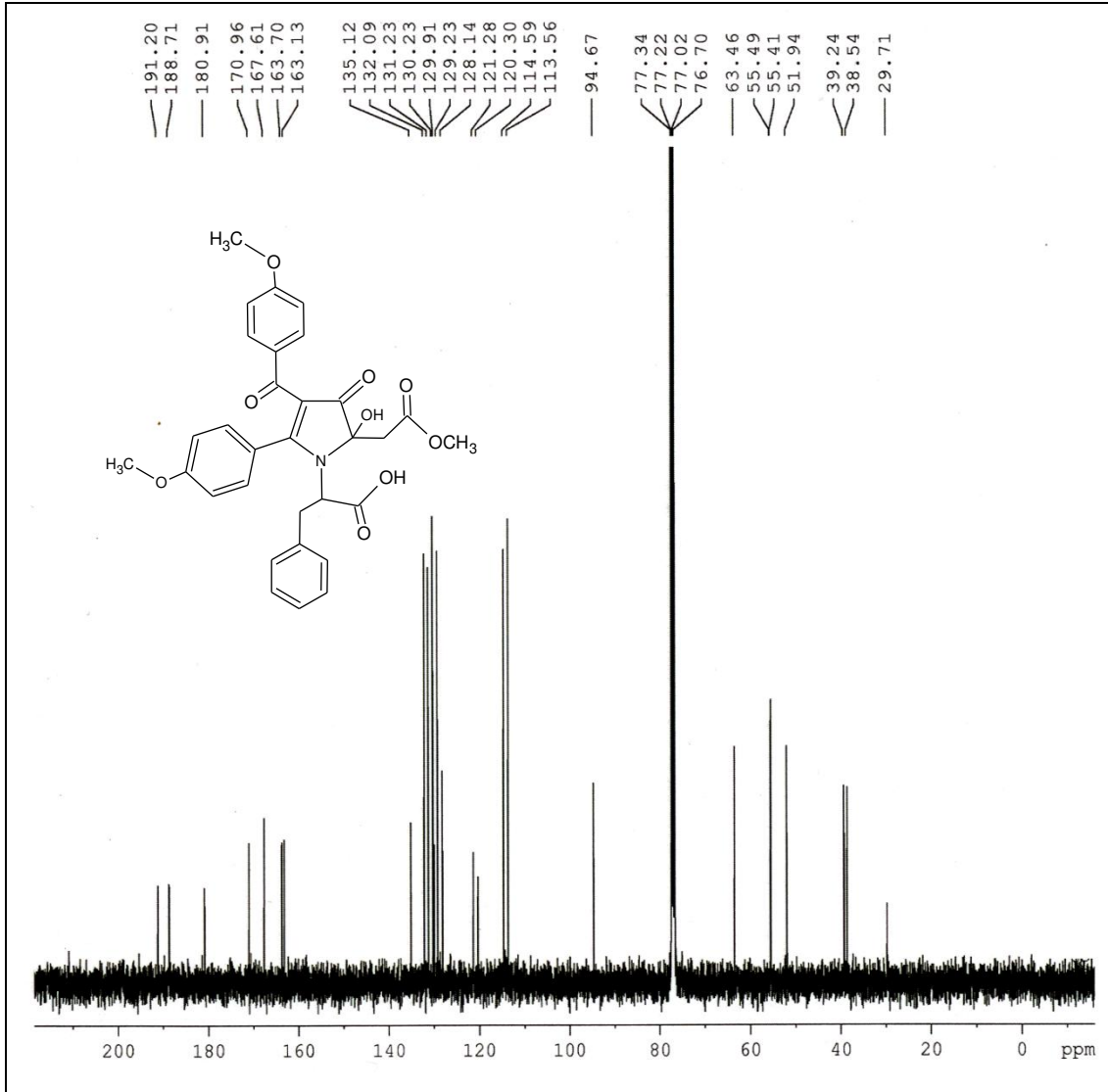


**Şekil 3.2.** **3a** Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu

Şekil 3.3’de **3a** bileşiğinin 100 MHz’de ve  $\text{CDCl}_3$ ’da çözülerek alınan  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumuna göre molekülde bulunan karbon atomlarının kimyasal kayma değeri aşağıdaki gibi yorumlanmıştır.

$\delta = 39.24, 38.54$  ppm’deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 55.49, 55.41$  ppm’deki fenil halkasına bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 51.94$  ppm’deki pik ester yapısındaki metoksi karbonunu,  $\delta = 63.46$  ppm’deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.67$  ppm’deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 167.61$ - $113.56$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon ( $\text{C}=\text{C}$ ) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 191.20, 188.71, 180.91, 170.96$  ppm’deki pikler ise moleküldeki

karbonil karbonlarını simgeler. Ayrıca, spektrumdaki 77 ppm civarlarında görülen pikler ise çözücü olan  $\text{CDCl}_3$ 'a ait piklerdir.

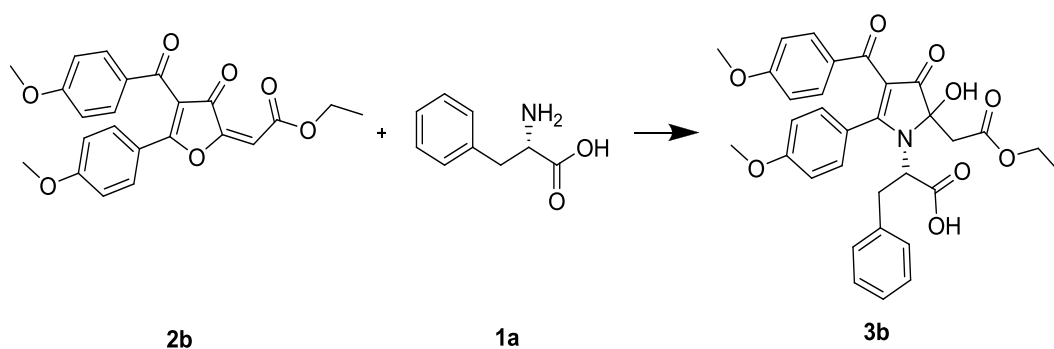


**Şekil 3.3.** **3a** Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3a** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 2-[2-hidroksi-4-(4-metoksibenzoil)-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]-3-fenil-propanoik asit şeklindedir.

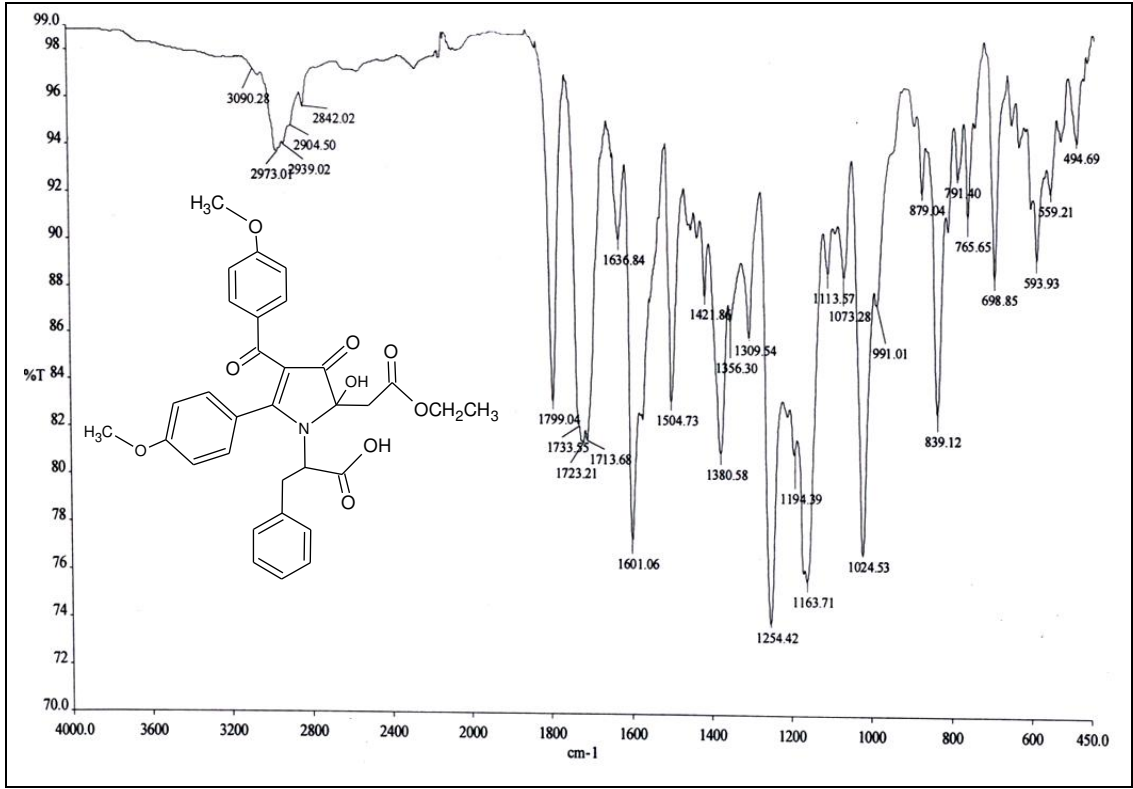
### 3.3. 2b'nin Fenilalanin (1a) ile Reaksiyonu (3b)

Etil(2*E*)-[4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-oksofuran-2(3*H*)-yiliden] asetat (**2b**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra L-Fenilalanin (**1a**) ilave edilerek geri soğutucu altında, CaCl<sub>2</sub> kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 20 dakika sonra tamamen çözüldüğü ve turuncu renge dönüştüğü gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzülde ve TLC uygulanarak etil asetat-*n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün C<sub>32</sub>H<sub>31</sub>NO<sub>9</sub> olduğı belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini ise aşağıdaki gibidir.



Şekil 3.4'de **3b** bileşiğinin IR spektrumu verilmiştir. 3090 cm<sup>-1</sup>'deki pik O-H titreşimine, 2973 ve 2939 cm<sup>-1</sup> arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine, 2904 ve 2842 cm<sup>-1</sup> arasındaki pikler ise alifatik C-H titreşimlerine aittir. 1799, 1733, 1723 ve 1713 cm<sup>-1</sup> deki gerilme titreşimleri, moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder.





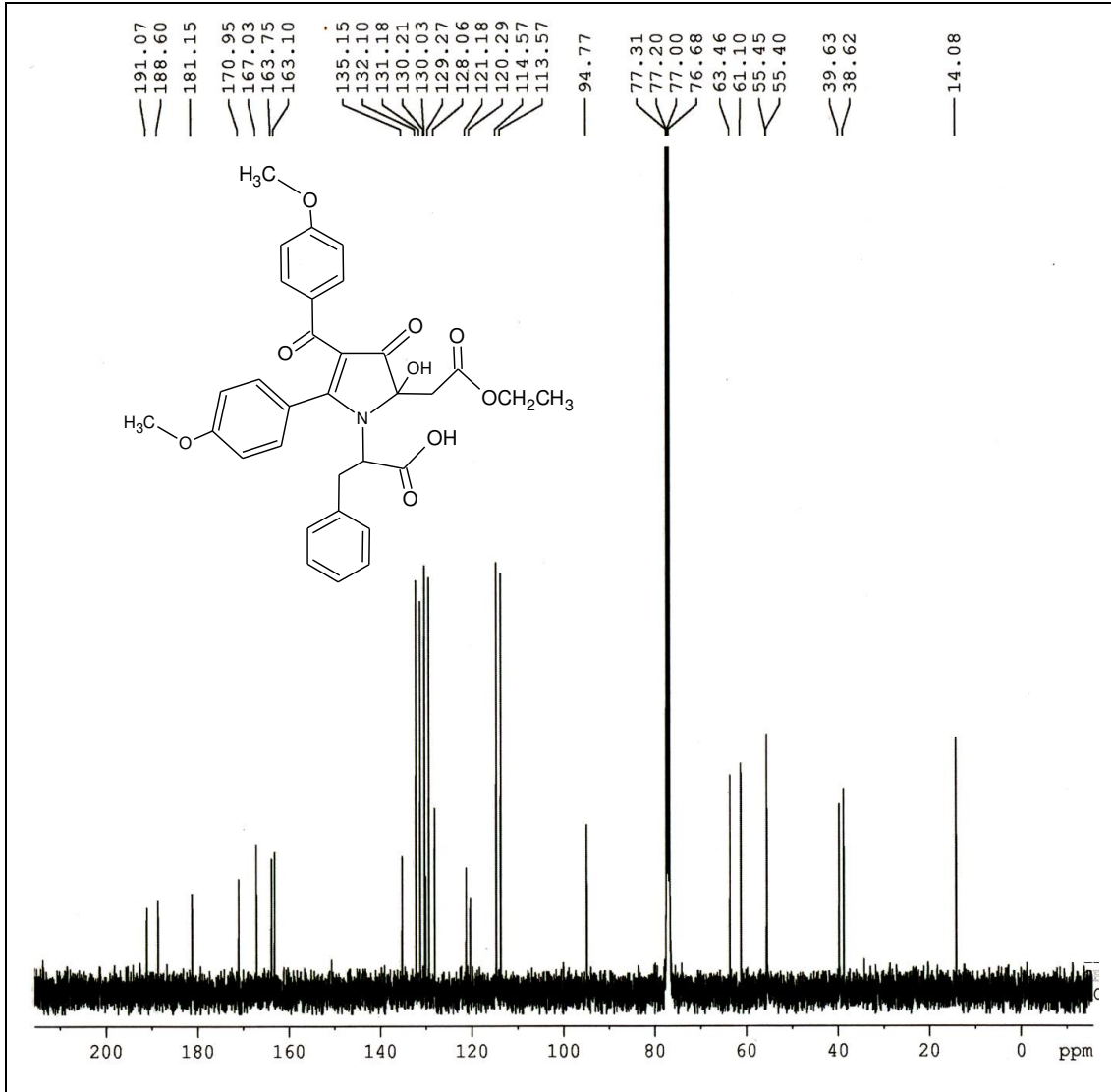
Şekil 3.4. **3b** Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.5’de **3b** bileşiğinin  $^1\text{H-NMR}$  spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 1.25$  ppm’deki triplet pik metil protonlarını,  $\delta = 3.29$  ppm (d) ve  $1.80$  ppm (d)’de gözlenen sinyaller fenil halkasına bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.82, 3.80$  ppm’deki singlet pik karbonile bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 4.08$  ppm (d), ve  $4.07$  ppm’de gözlenen sinyaller karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 4.18-4.17$  ppm’deki kuartet pikler metilen protonlarını ( $\text{OCH}_2$ ),  $\delta = 4.07$  ppm’deki triplet pik asimetrik karbon atomundaki ( $\text{CH-N}$ ) protonunu,  $\delta = 7.84-6.70$  ppm’deki multiplet pikler ise aromatik halkadaki protonları simgeler.



**Şekil 3.5. 3b Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu**

Şekil 3,6'da **3b** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektroma göre;  $\delta = 14.08$  ppm'deki pik metil karbonunu,  $\delta = 39.63, 38.62$  ppm'deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 55.45, 55.40$  ppm'deki fenil halkasına bağlı metoksi karbonlarını,  $\delta = 61.10$  ppm'deki pik oksijen atomuna bağlı metilen karbonunu,  $\delta = 63.46$  ppm'deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.77$  ppm'deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 167.03-113.57$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon (C=C) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 191.07, 188.60, 181.60, 170.95$  ppm'deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



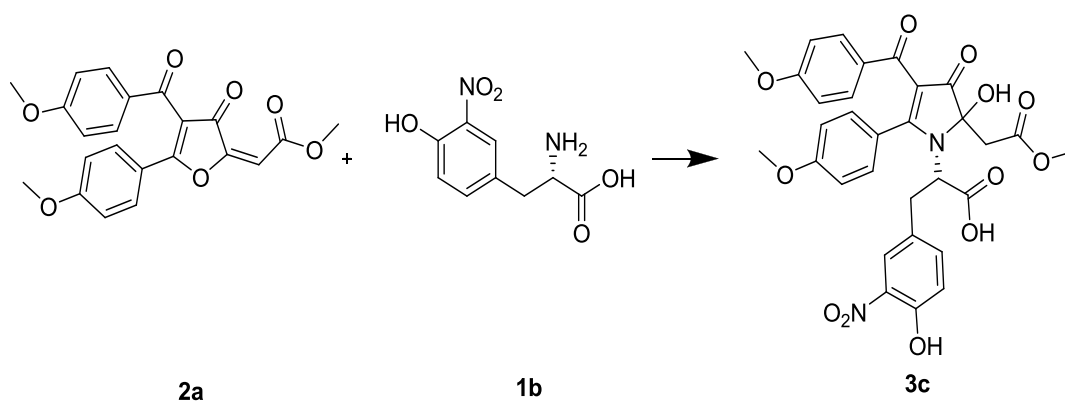
Şekil 3.6. **3b** Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3b** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 2-[2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-4-(4-metoksi benzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]-3-fenil propanoik asit şeklindedir.

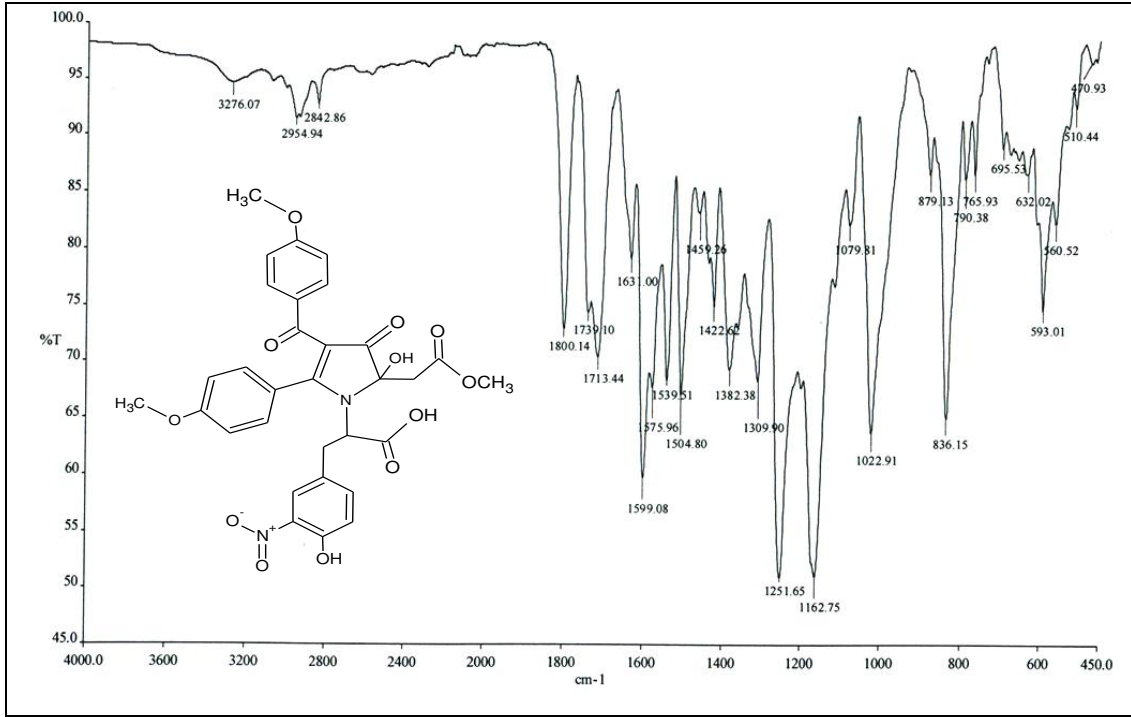
#### 3.4. **2a**'nın 3-Nitro-L-Trozin (**1b**) ile Reaksiyonu (**3c**)

Metil(2*E*)-[4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-oksofuran-2(3*H*)-yliden]asetat (**2a**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra 3-Nitro-L-Trozin (**1b**) ilave edilerek geri soğutucu altında,  $\text{CaCl}_2$  kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 20 dakika sonra tamamen çözündüğü ve açık sarı

renge dönüştüğü gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzüldü ve TLC uygulanarak etil asetat-*n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{31}H_{28}N_2O_{12}$  olduğu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini aşağıdaki gibidir.

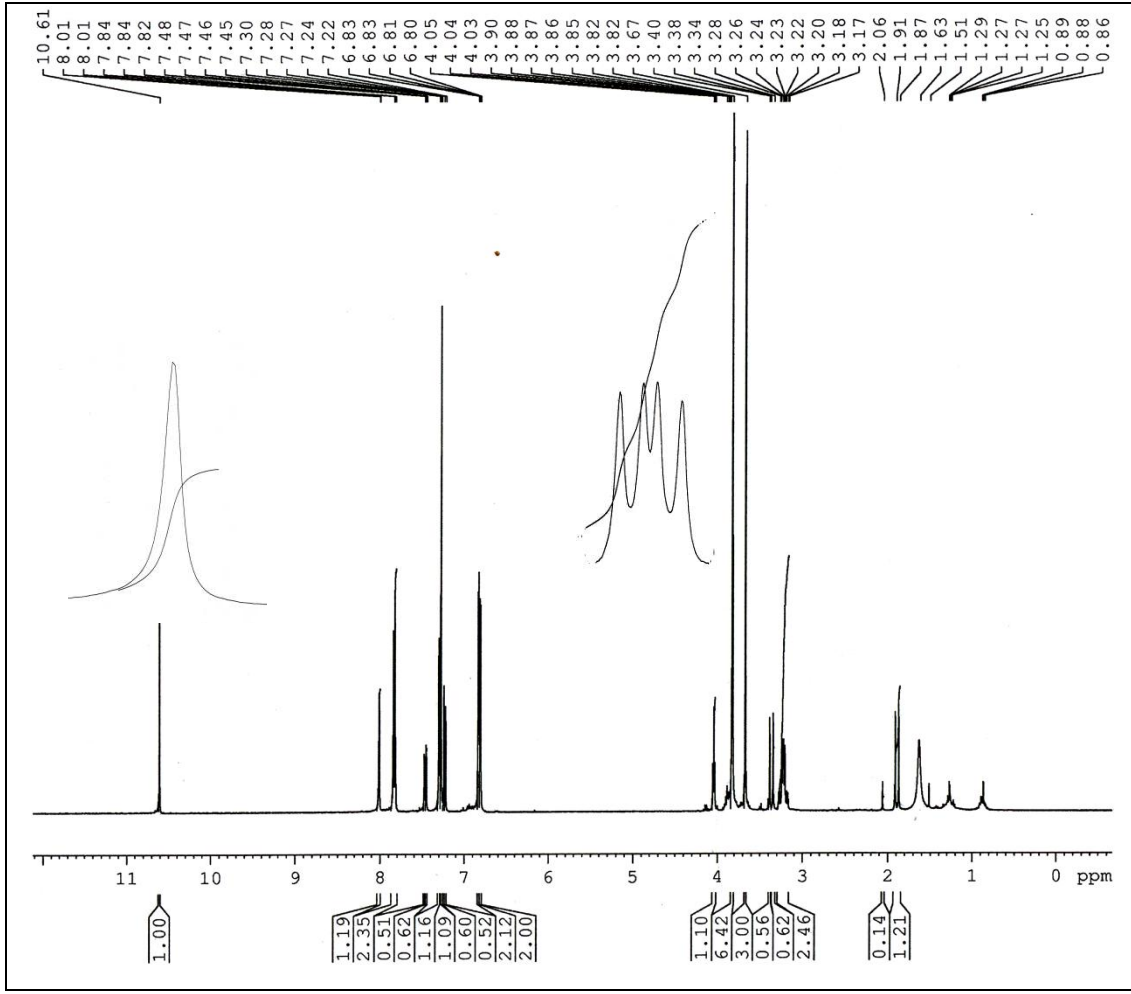


Şekil 3,7’de **3c** bileşiğine ait IR spektrumunu görülmektedir.  $3276\text{ cm}^{-1}$ ’deki yayvan pik O-H titreşimini,  $2954$  ve  $2950\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerini,  $2845$  ve  $2840\text{ cm}^{-1}$ ’deki gerilme titreşimleri ise alifatik C-H titreşimlerini temsil eder.  $1800$ ,  $1739$ ,  $1713$ ,  $1631\text{ cm}^{-1}$ ’deki pikler C=O gerilme titreşimlerini,  $1599$ - $1504\text{ cm}^{-1}$ ’deki pikler ise C=C gerilme titreşimlerini gösterir.



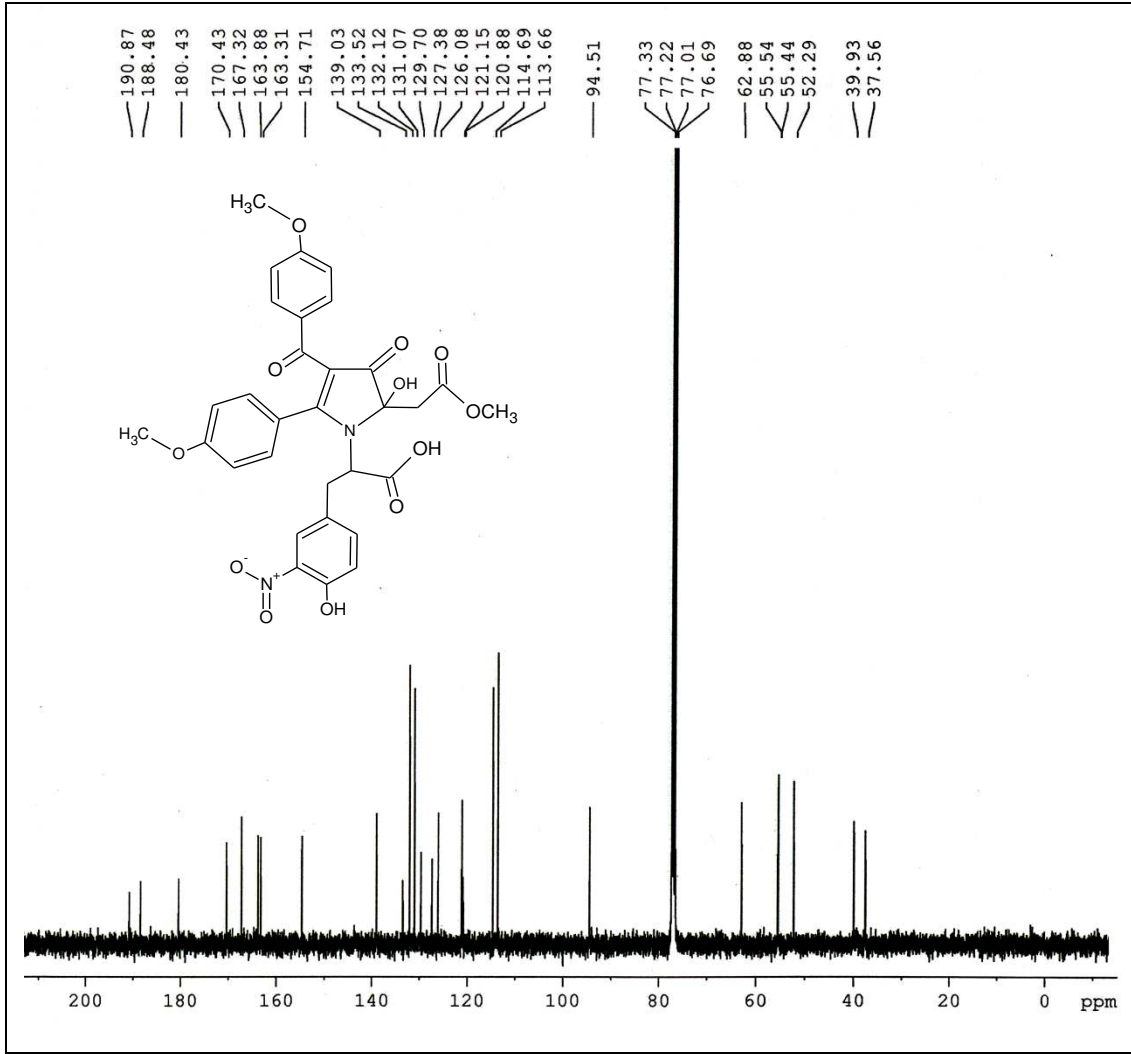
Şekil 3.7. 3c Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.8’de 3c bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 3.23$  ppm (d) ve  $1.89$  ppm (d)’de gözlenen sinyaller fenil halkasına bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.36$  ppm (d) ve  $3.22$  ppm (d)’de gözlenen pikler karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.67$  ppm’deki singlet pik ester yapısındaki metoksi protonlarını,  $\delta = 3.82$  ppm’deki singlet pik fenil halkasına bağlı metoksi protonlarını,  $\delta = 4.04$  ppm’deki triplet pik asimetric karbon atomundaki (CH-N) protonunu,  $\delta = 8.01$ - $6.80$  ppm’deki multipler pikler aromatik halkadaki protonları,  $10.61$  ppm’deki singlet pik ise hidroksil grubuna bağlı protonlarını simgeler.



**Şekil 3.8. 3c Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu**

Şekil 3.9’da **3c** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spekturuma göre;  $\delta = 39.93, 37.56$  ppm’deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 55.54, 55.44$  ppm’deki fenil halkasına bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 52.29$  ppm’deki pik karbonil grubuna bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 62.88$  ppm’deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.51$  ppm’deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 167.32-113.66$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon (C=C) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 190.87, 188.48, 180.43, 170.43$  ppm’deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



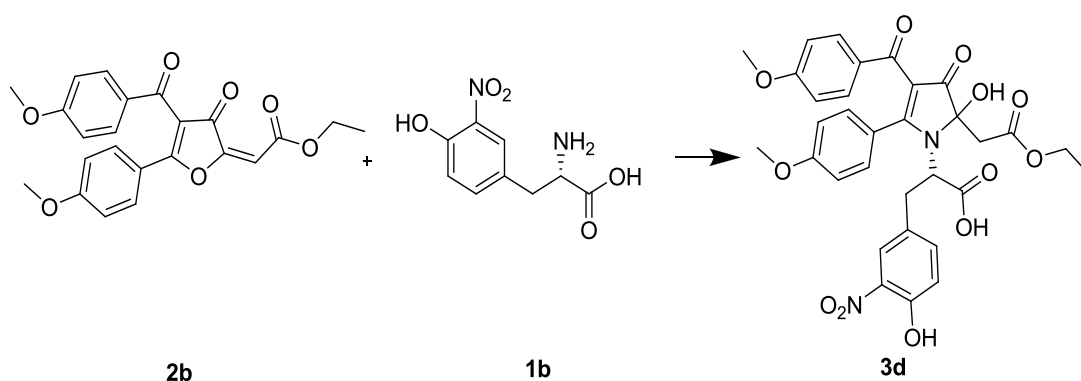
Şekil 3.9. 3c Bileşiğinin <sup>13</sup>C-NMR Spekturumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda 3c bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 2-[2-hidroksi-4-(4-metoksibenzol)-2-(2-metoksi-2-okso-etil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1H-pirrol-1-il]-3-(4-hidroksi-3-nitro fenil) propanoik asit şeklindedir.

### 3.5. 2b'nin 3-Nitro-L-Trozin (1b) ile Reaksiyonu (3d)

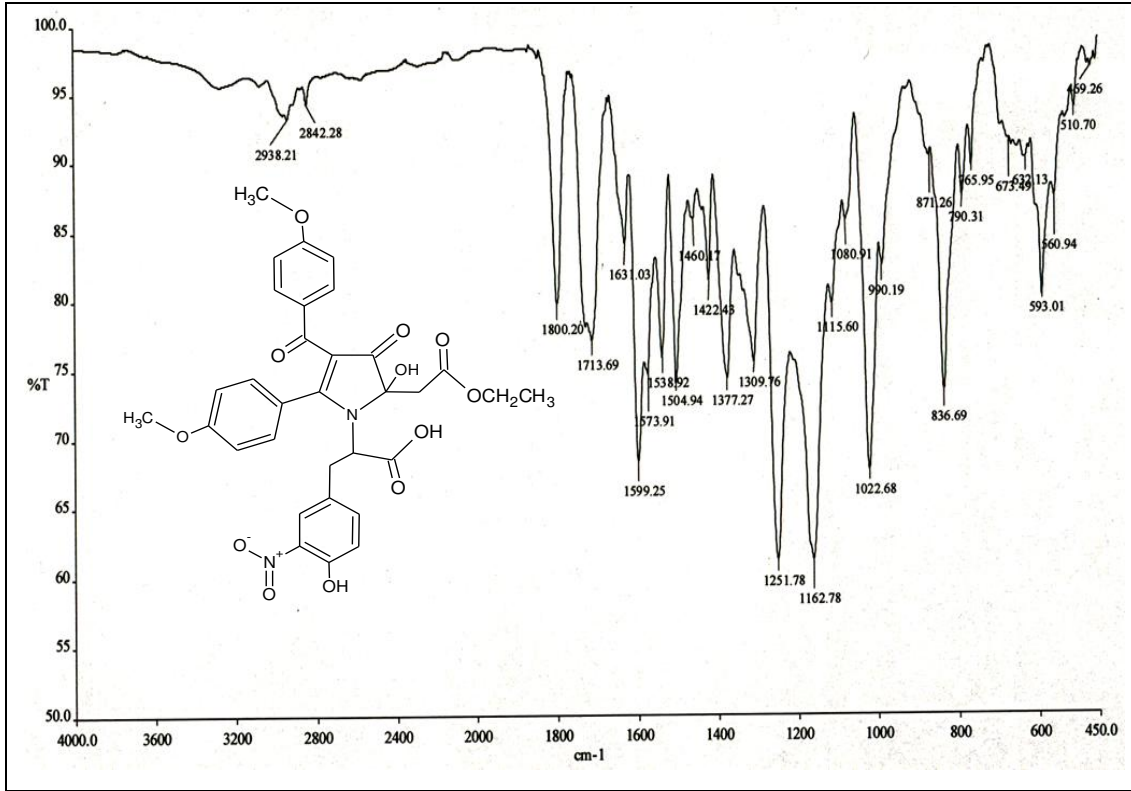
Etil(2*E*)-[4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-oksofuran-2(3*H*)-yliden]asetat (2b) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra 3-Nitro-L-Trozin (1b) ilave edilerek geri soğutucu altında, CaCl<sub>2</sub> kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 1 saat sonra tamamen çözündüğü ve turuncu renge dönüştüğü gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre

sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzldü ve TLC uygulanarak etil asetat-n-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{32}H_{30}N_2O_{12}$  olduđu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini ise aşağıdaki gibidir.



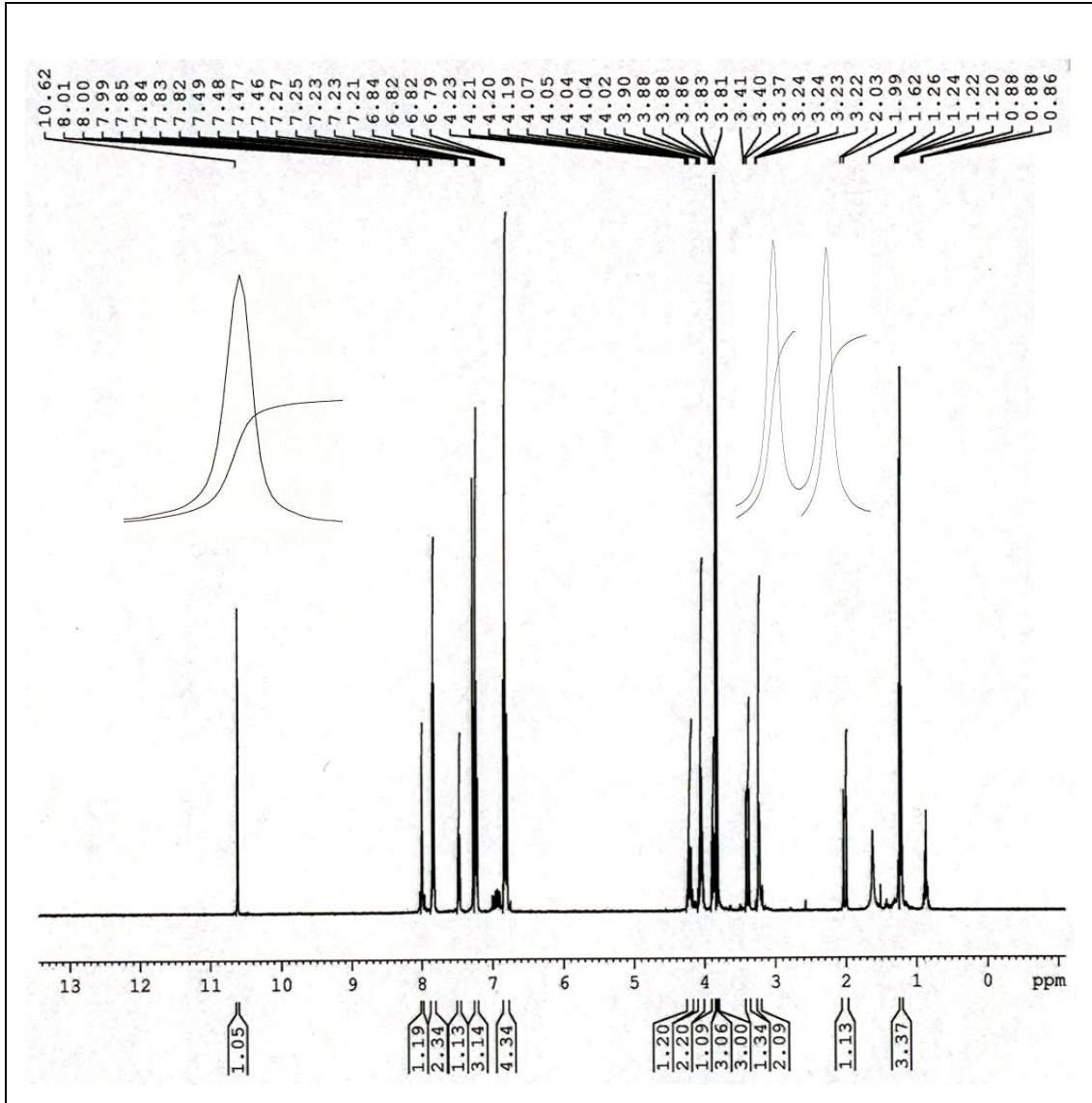
Şekil 3.10’da **3d** bileşiğine ait IR spektrumunu görölmektedir.  $3375\text{ cm}^{-1}$ ’deki pik OH titreşimine,  $2942$  ve  $2938\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine,  $2850$  ve  $2842\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler ise alifatik C-H titreşimlerine aittir.  $1800$ ,  $1740$  ve  $1714$ ,  $1631\text{ cm}^{-1}$ ’deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder.  $1599$ - $1504\text{ cm}^{-1}$ ’deki pikler (C=C) gerilme titreşimlerini gösterir.





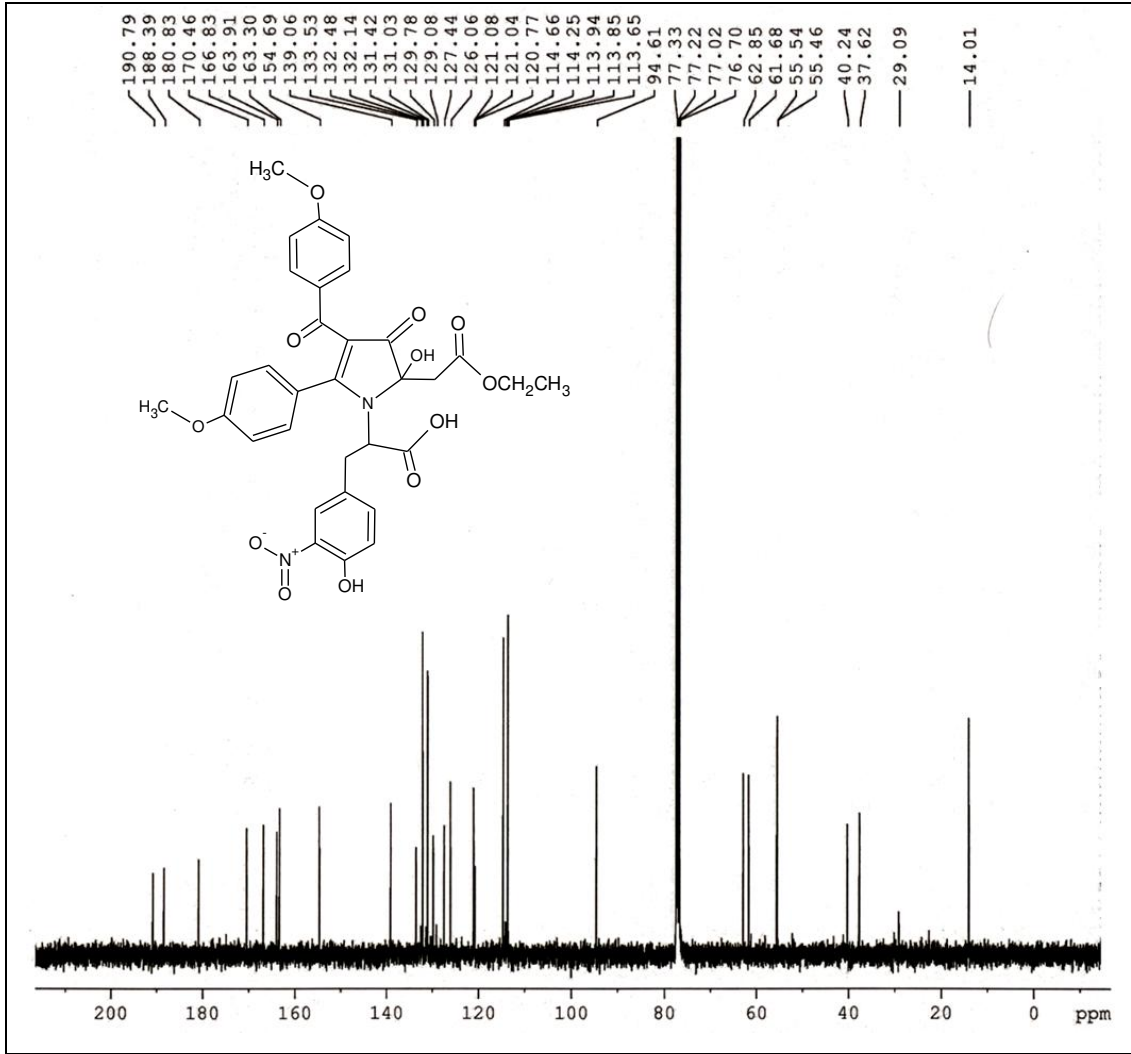
Şekil 3.10. **3d** Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.11’de **3d** bileşiğinin <sup>1</sup>H-NMR spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 1.22$  ppm’deki triplet pik metil protonlarını,  $\delta = 3.89$  ppm (d), 2.01 ppm (d)’de gözlenen sinyaller fenil halkasına bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 4.08$  ppm (d) ve 4.02 ppm (d)’de gözlenen pik karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 4.05$ -4.04 ppm’deki kuartet pik oksijen atomuna bağlı metilen (OCH<sub>2</sub>) protonlarını,  $\delta = 3.81$ , 3.83 ppm’deki singlet pikler fenil halkasına bağlı metoksi protonlarını,  $\delta = 4.21$  ppm’deki triplet pik asimetrik karbon atomundaki (CH-N) protonu,  $\delta = 8.09$ -6.75 ppm’deki multipler pikler aromatik halkadaki protonları,  $\delta = 10.62$  ppm’deki pik ise hidroksil grubuna bağlı protonları simgeler.



**Şekil 3.11. 3d Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu**

Şekil 3.12’de **3d** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 14.01$  ppm’deki pik metil karbonunu,  $\delta = 40.24, 37.62$  ppm’deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 55.54, 55.46$  ppm’deki fenil halkasına bağlı metoksi karbonlarını,  $\delta = 61.68$  ppm’deki pik oksijen atomuna bağlı metilen karbonunu,  $\delta = 62.85$  ppm’deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.61$  ppm’deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 166.83$ - $113.65$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon ( $\text{C}=\text{C}$ ) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 190.79, 188.39, 180.83, 170.46$  ppm’deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



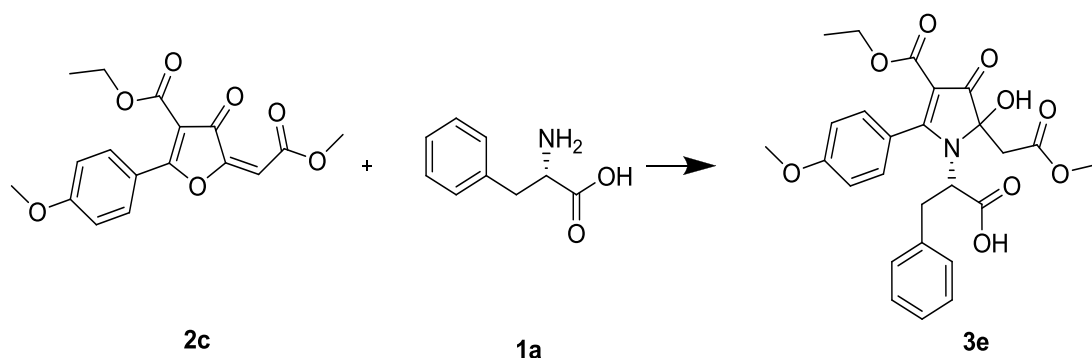
Şekil 2.12. **3d** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3d** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 2-[2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]-3-(4-hidroksi-3-nitrofenil) propanoik asit şeklindedir.

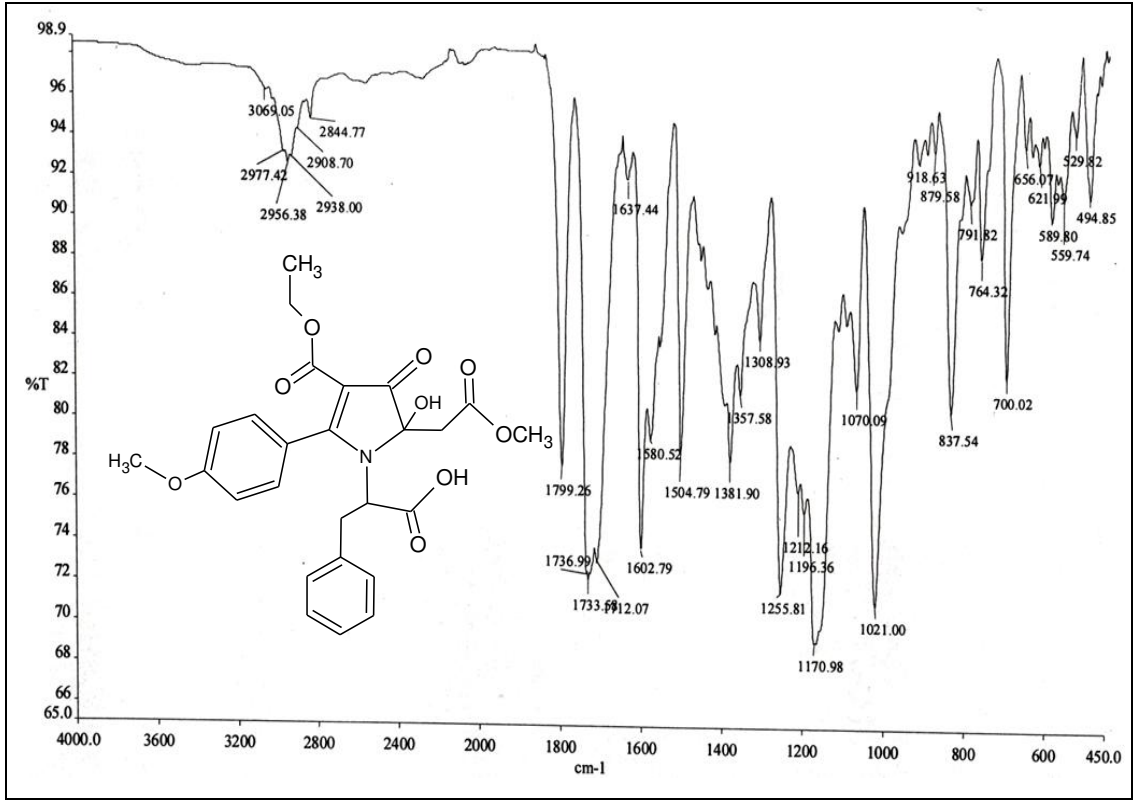
### 3.6. **2c'nin L-Fenilalanin (1a) ile Reaksiyonu (3e)**

Etil(5*E*)-5-(2-metoksi-2-oksoetildien)-2-(4-metoksifenil)-4-okso-4,5-dihidrofuran-3-karboksilat (**2c**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra L-Fenilalanin (**1a**) ilave edilerek geri soğutucu altında,  $\text{CaCl}_2$  kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 10 dakika sonra yeşil renkli ve tam çözünme olduğu gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre

sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzldü ve TLC uygulanarak etil asetat-n-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{26}H_{27}NO_9$  olduđu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini ise aşağıdaki gibidir.

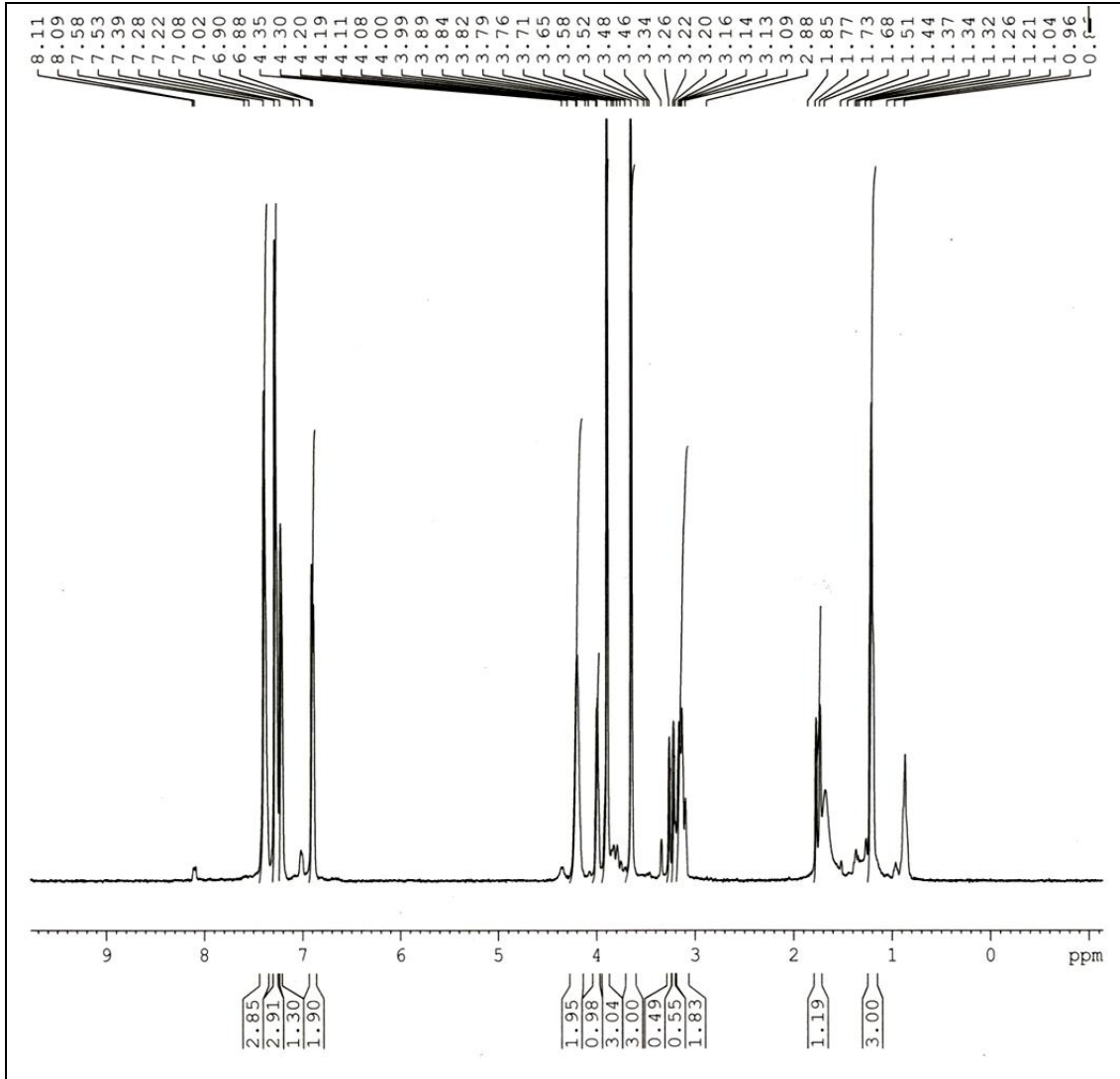


Şekil 3.13’de **3e** bileşiğine ait IR spektrumunu görölmektedir.  $3370\text{ cm}^{-1}$ ’deki pik OH titreşimine,  $2977$  ve  $2938\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine,  $2909$  ve  $2845\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler ise alifatik C-H titreşimlerine aittir.  $1799$ ,  $1737$ ,  $1734$  ve  $1712\text{ cm}^{-1}$ ’deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder.  $1637$  ve  $1603\text{ cm}^{-1}$ ’deki pikler (C=C) gerilme titreşimlerini gösterir.



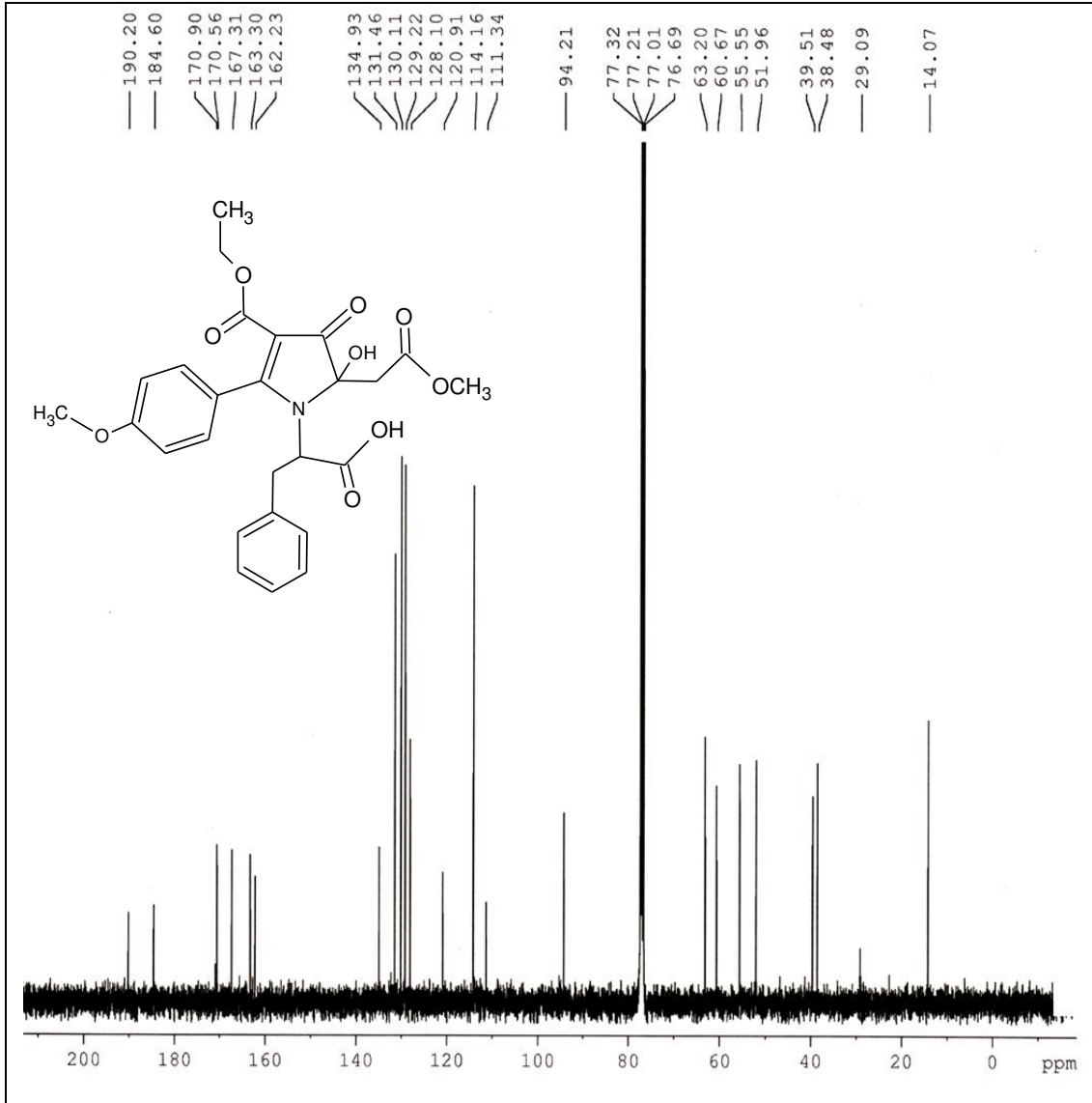
Şekil 3.13. 3e Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.14’de 3e bileşiğinin <sup>1</sup>H-NMR spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 1.21$  ppm’deki triplet pik metilen grubuna bağlı metil protonlarını,  $\delta = 3.11$  ppm (d) ve 1.75 ppm (d)’de gözlenen pikler fenil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.30$  ppm (d) ve 3.19 ppm (d)’de gözlenen pikler karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.89$  ppm’deki singlet pikler fenil halkasına bağlı metoksi protonlarını,  $\delta = 3.65$  ppm’deki singlet pik ester yapısındaki metoksi protonlarını,  $\delta = 3.99$  ppm’deki triplet pik asimetrik karbon atomundaki (CH-N) protonunu,  $\delta = 4.20$ -4.19 ppm’deki kuartet pikler oksijen atomuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 7.39$ -6.88 ppm’deki multiyet pikler aromatik halkadaki protonları,  $\delta = 8.11$  ppm’deki zayıf pik ise hidroksil grubuna bağlı protonları simgeler.



**Şekil 3.14.** **3e** Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu

Şekil 3.15’de **3e** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 14.07$  ppm’deki pik metil karbonunu,  $\delta = 39.51, 38.48$  ppm’deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 51.96$  ppm’deki pik karbonil grubuna bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 55.55$ , ppm’deki pik fenil halkasına bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 60.67$  ppm’deki pik oksijen atomuna bağlı metilen karbonunu,  $\delta = 63.20$  ppm’deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.21$  ppm’deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 167.31$ - $111.34$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon (C=C) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 190.20, 184.60, 170.90, 170.56$  ppm’deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



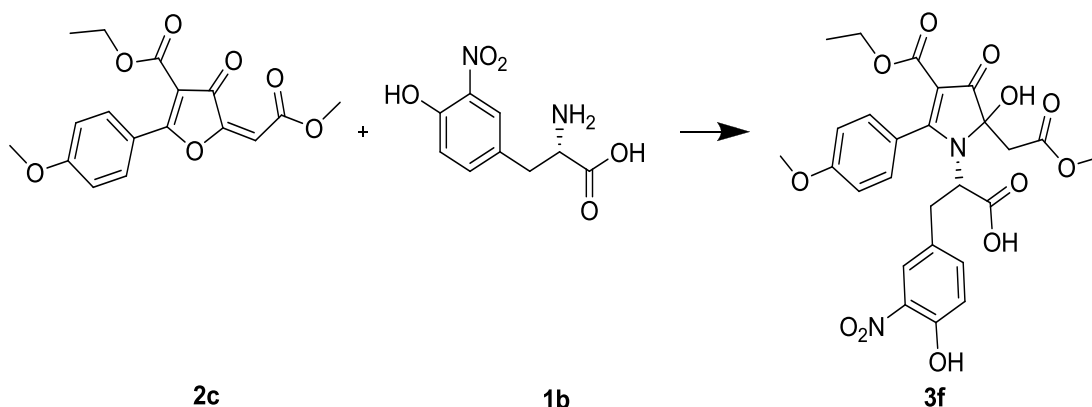
Şekil 3.15. **3e** Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3e** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 2-[4-(etoksikarbonil)-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]-3-fenilpropanoik asit şeklindedir.

### 3.7. **2c**'nin 3-Nitro-L-Trozin (**1b**) ile Reaksiyonu (**3f**)

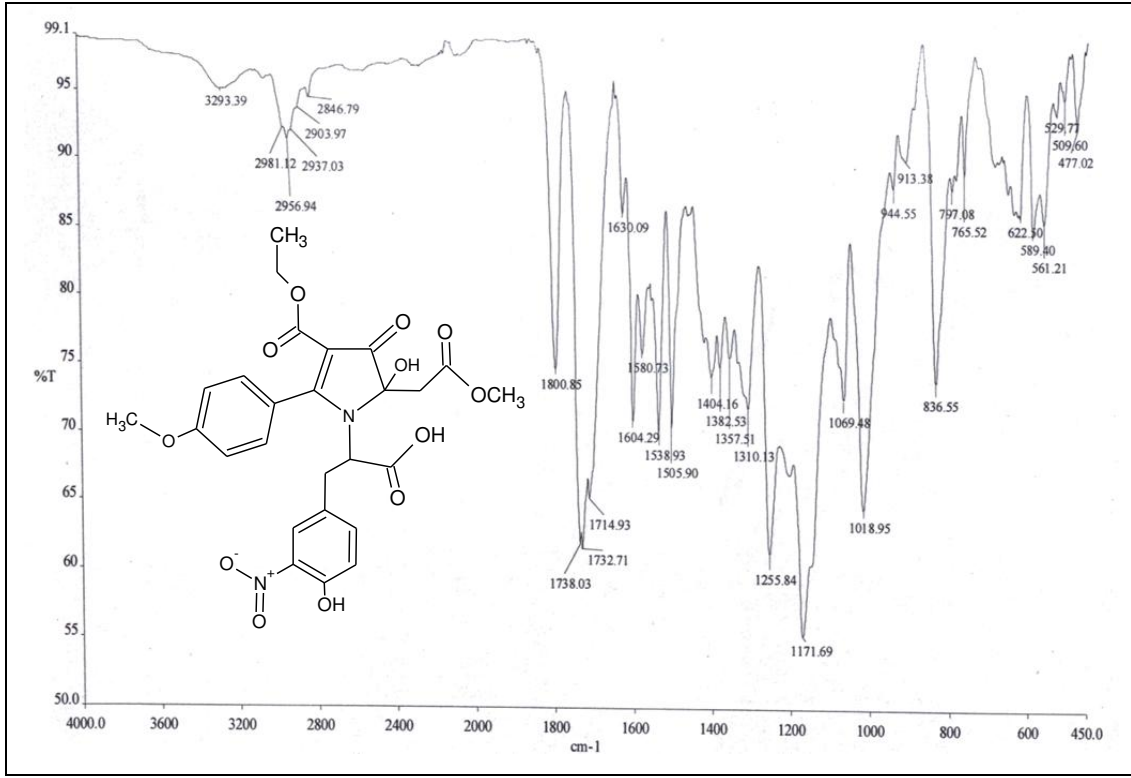
Etil(5*E*)-5-(2-metoksi-2-oksoetildien)-2-(4-metoksifenil)-4-okso-4,5-dihidrofuran-3-karboksilat (**2c**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra 3-Nitro-L-Trozin (**1b**) ilave edilerek geri soğutucu altında,  $\text{CaCl}_2$  kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan

ve tam çözünme gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 30 dakika sonra yeşil renkli ve tam çözünme olduğu gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzöldü ve TLC uygulanarak etil asetat-n-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{26}H_{26}N_2O_{12}$  olduğu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini ise aşağıdaki gibidir.



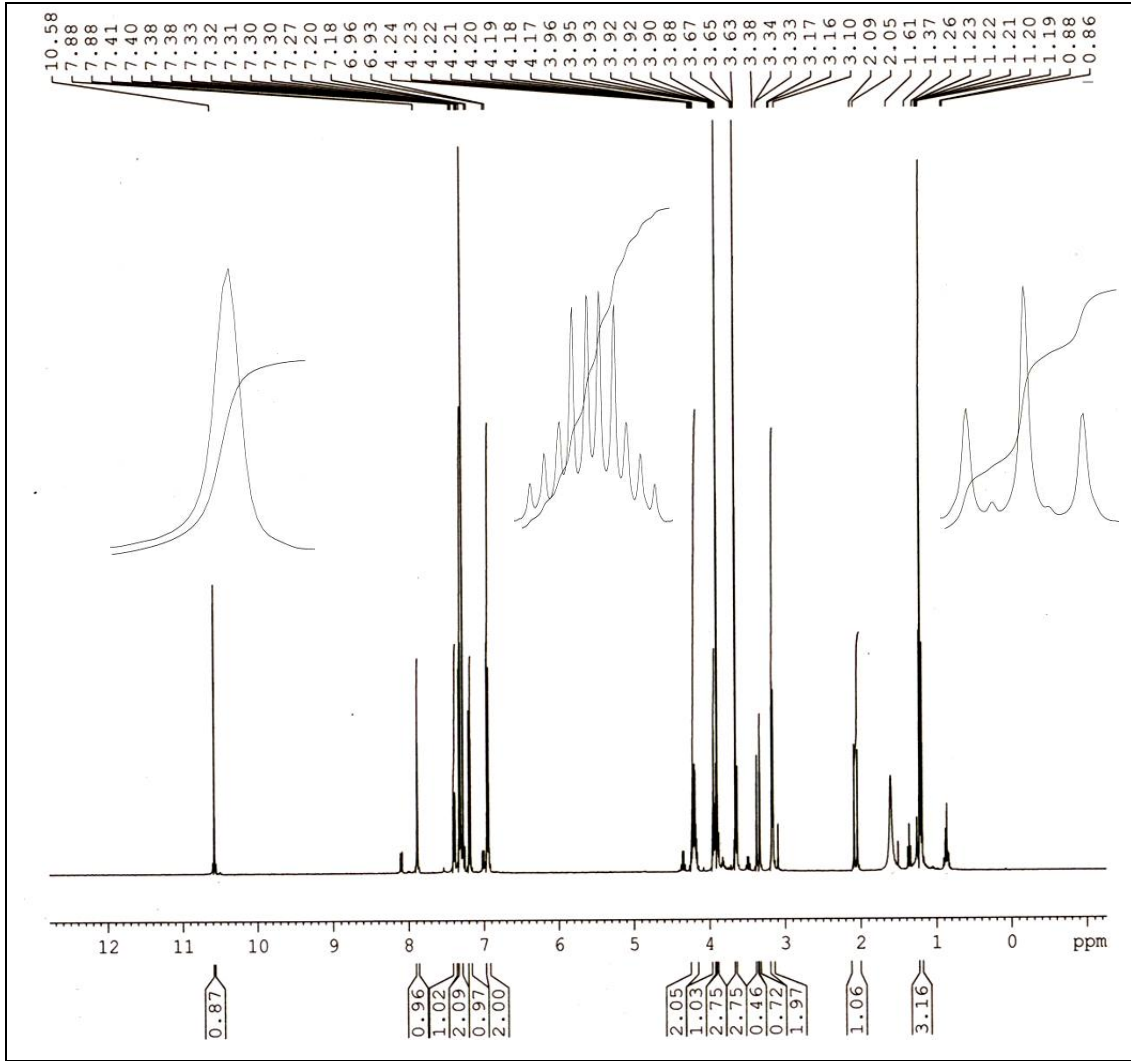
Şekil 3.16 ‘da **3f** bileşiğine ait IR spektrumunu görülmektedir.  $3293\text{ cm}^{-1}$ ’deki pik OH titreşimine,  $2981$  ve  $2937\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine,  $2903$  ve  $2847\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler alifatik C-H titreşimlerine aittir.  $1801$ ,  $1738$ ,  $1732$ ,  $1715\text{ cm}^{-1}$ ’deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder.  $1630$  ve  $1604\text{ cm}^{-1}$ ’deki pikler (C=C) gerilme titreşimlerini gösterir.





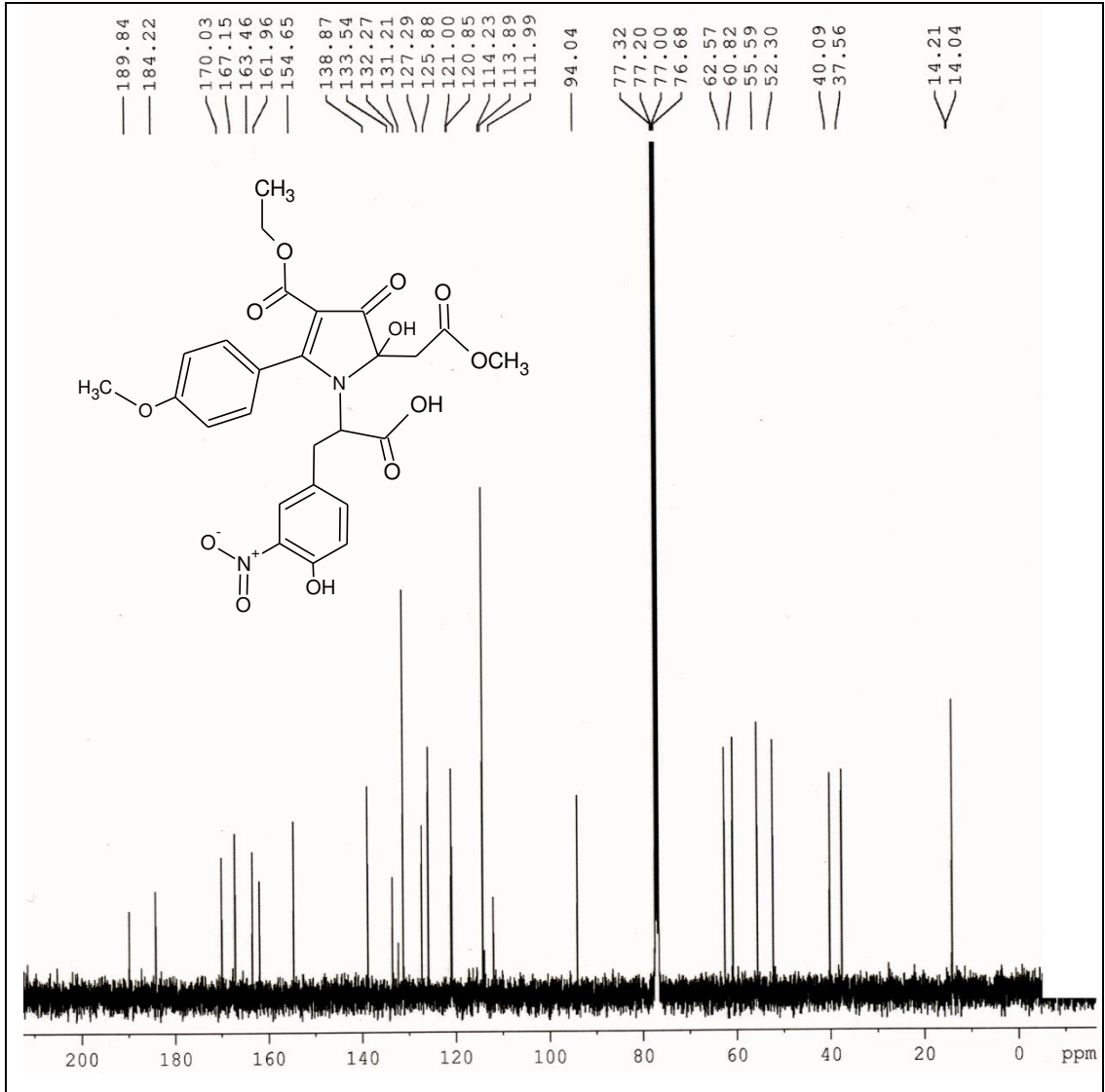
Şekil 3.16. **3f** Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.17’de **3f** bileşiğinin <sup>1</sup>H-NMR spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 1.21$  ppm’deki triplet pik metilen grubuna bağlı metil protonlarını,  $\delta = 3.19$  ppm (d) ve 3.15 ppm (d)’de gözlenen pikler fenil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.36$  ppm (d) ve 2.07 ppm (d)’de gözlenen pikler karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.90$  ppm’deki singlet pikler fenil halkasına bağlı metoksi protonlarını,  $\delta = 3.65$  ppm’deki singlet pik ester yapısındaki metoksi protonlarını,  $\delta = 3.96$  ppm’deki triplet pik asimetrik karbon atomundaki (CH-N) protonunu,  $\delta = 4.21$ -4.20 ppm’deki kuartet pikler oksijen atomuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 7.88$ -6.93 ppm’deki multipler pikler aromatik halkadaki protonları,  $\delta = 10.58$  ppm’deki geniş pik ise hidroksil grubuna bağlı protonları simgeler.



Şekil 3.17. **3f** Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu

Şekil 3.18’de **3f** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 14.13$  ppm’deki pik metil karbonunu,  $\delta = 40.09, 37.56$  ppm’deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 52.30$  ppm’deki pik karbonil grubuna bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 55.59$  ppm’deki pik fenil halkasına bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 60.82$  ppm’deki pik oksijen atomuna bağlı metilen karbonunu,  $\delta = 62.57$  ppm’deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.04$  ppm’deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 163.46-111.99$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon (C=C) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 189.84, 184.22, 170.03, 167.15$  ppm’deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



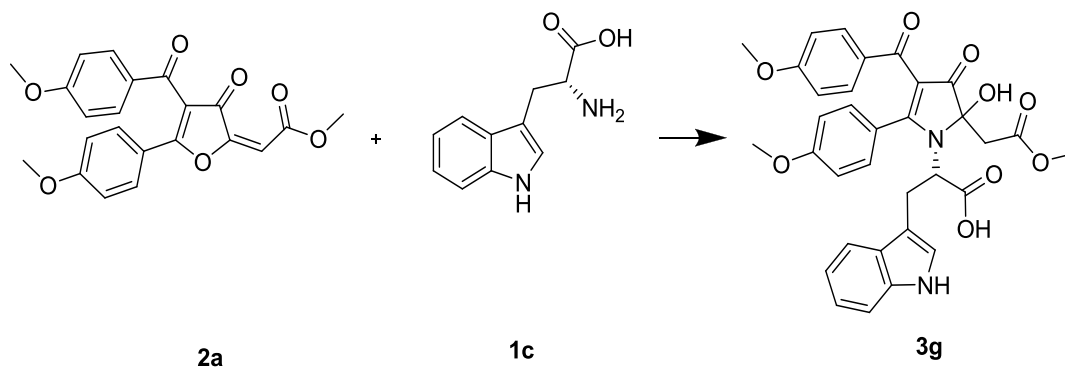
Şekil 3.18 3f Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3f** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 2-[4-(etoksikarbonil)-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-okso etil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]-3-(4-hidroksi-3-nitrofenil) propanoik asit şeklindedir.

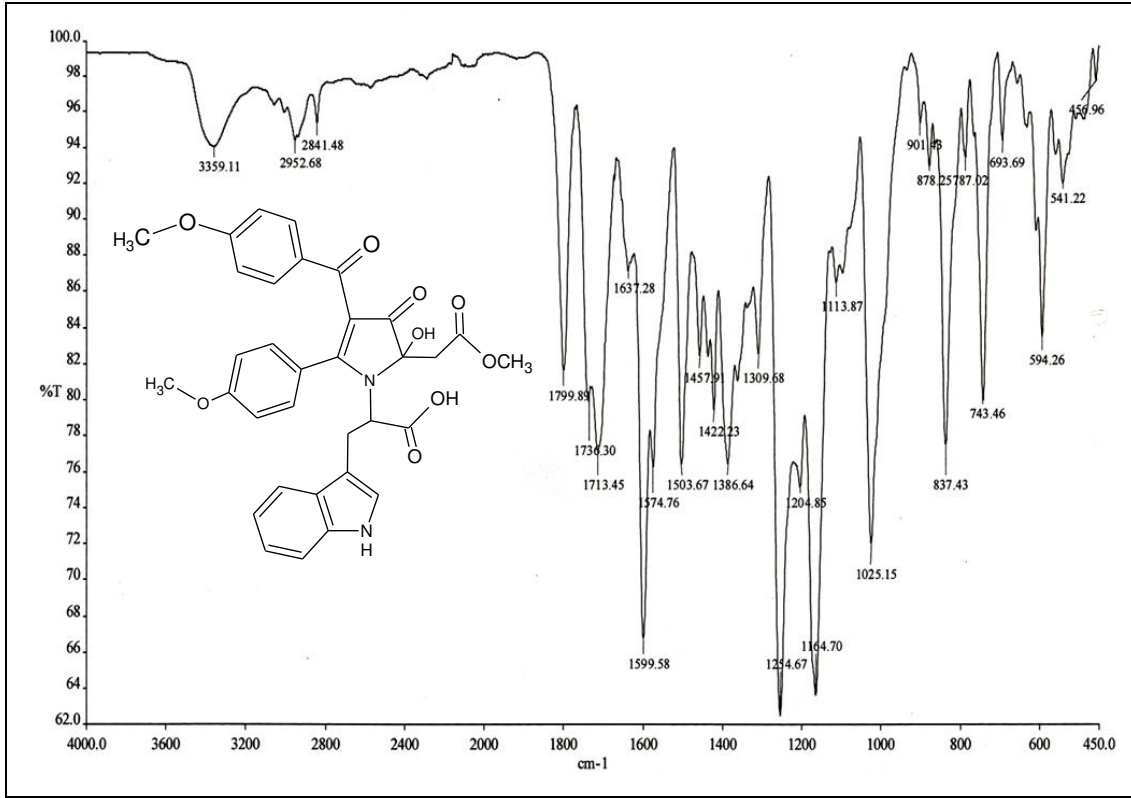
### 3.8. 2a'nın L-Triptofan (1c) ile Reaksiyonu (3g)

Metil(2*E*)-[4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-oksofuran-2(3*H*)-yliden]asetat (**2a**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra L-Triptofan (**1c**) ilave edilerek geri soğutucu altında,  $\text{CaCl}_2$  kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme

gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 10 dakika sonra tamamen çözündüğü ve turuncu renge dönüştüğü gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzüldü ve TLC uygulanarak etil asetat-n-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{33}H_{30}N_2O_9$  olduğu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini ise aşağıdaki gibidir.

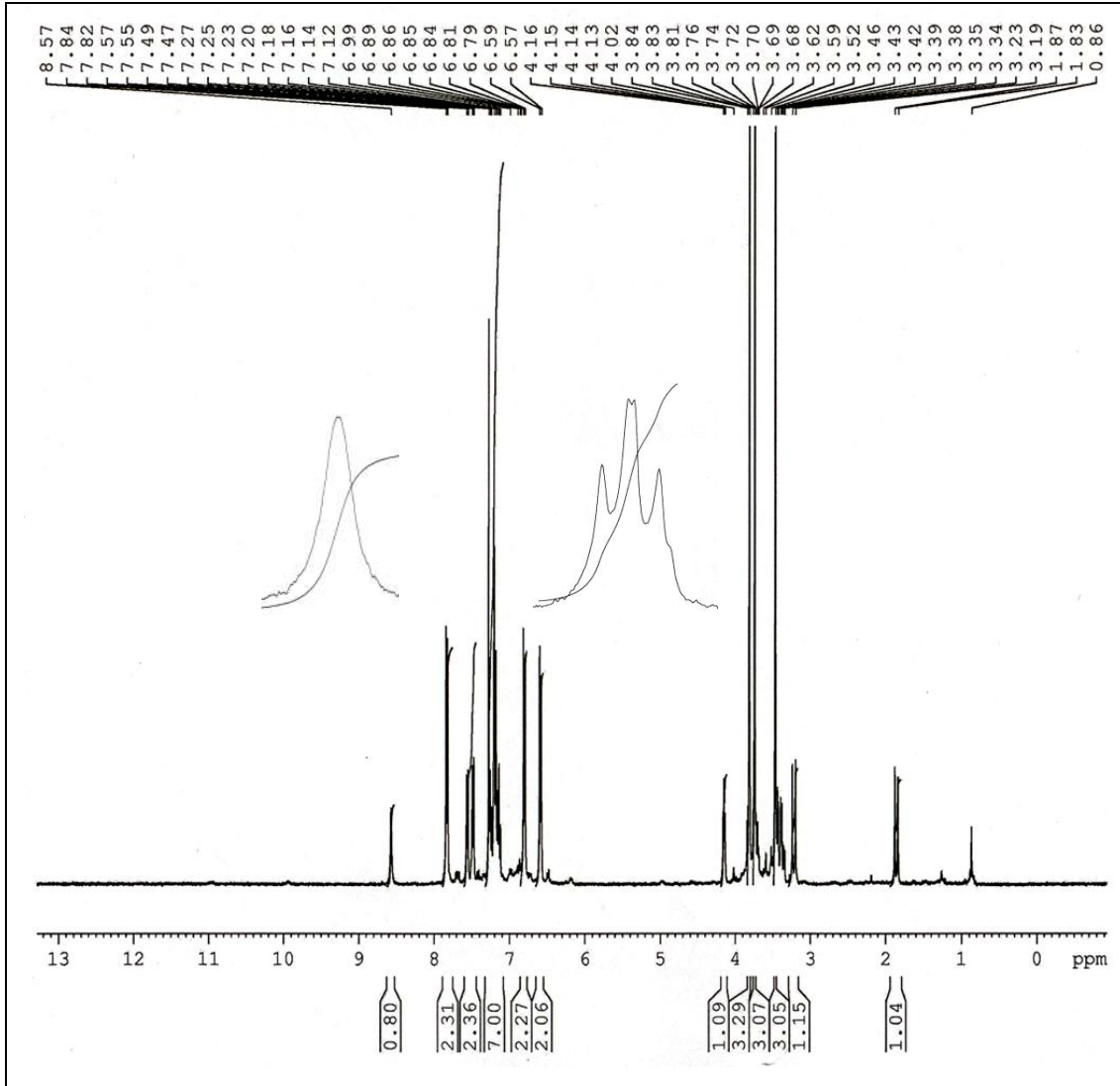


Şekil 3.19'da **3g** bileşiğine ait IR spektrumunu görülmektedir.  $3359\text{ cm}^{-1}$ 'deki pik OH titreşimine,  $2960$  ve  $2952\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine,  $2845$  ve  $2841\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler ise alifatik C-H titreşimlerine aittir.  $1800$ ,  $1736$ ,  $1713$  ve  $1637\text{ cm}^{-1}$ 'deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder.  $1599$ - $1503\text{ cm}^{-1}$ 'deki pik (C=C) gerilme titreşimlerini gösterir.



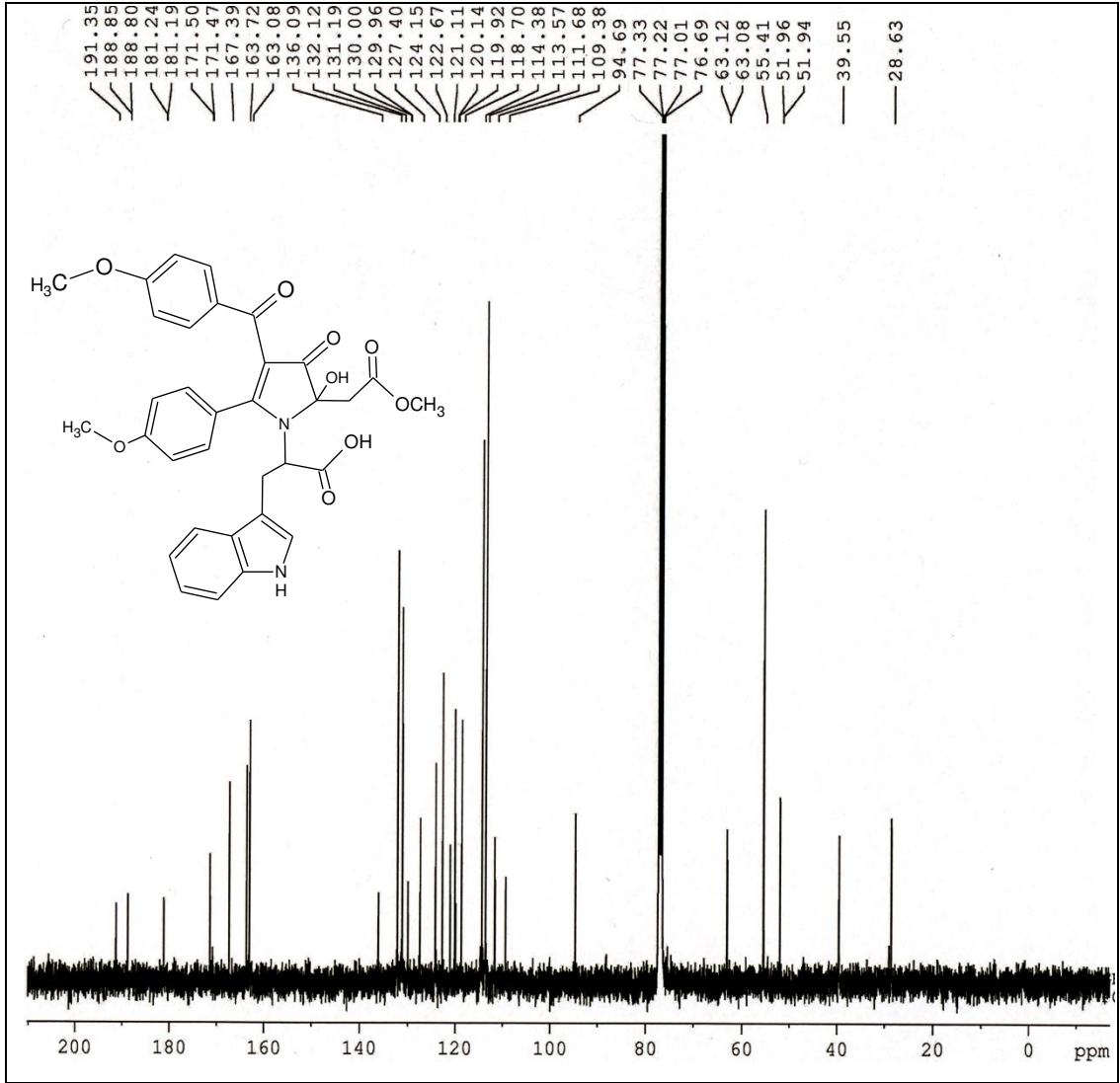
Şekil 3.19. **3g** Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.20’de **3g** bileşiğinin  $^1\text{H-NMR}$  spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 3.21$  ppm (d) ve  $1.85$  ppm (d)’de gözlenen pikler karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.43$  ppm (d) ve  $3.39$  ppm (d)’de gözlenen sinyaller indolil halkasına bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.81$ ,  $3.74$  ppm’deki singlet pikler fenil grubuna bağlı metoksi protonlarını,  $\delta = 3.82$  ppm’deki singlet pik ester yapısındaki metoksi protonlarını,  $\delta = 4.15$  ppm’deki triplet pik asimetric karbon atomundaki (CH-N) protonunu,  $\delta = 7.93$ - $6.57$  ppm’deki multipler pikler aromatik halkadaki protonları,  $\delta = 8.57$  ppm’deki singlet pik ise -N-H grubuna bağlı protonu simgeler.



**Şekil 3.20. 3g Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu**

Şekil 3.21’de 3g bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 39.55, 28.63$  ppm’deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 51.94$  ppm’deki pik karbonil grubuna bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 55.41, 51.96$  ppm’deki fenil halkasına bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 63.12$  ppm’deki pik karboksil grubuna bağlı asimetric karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.46$  ppm’deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetric karbon atomunu,  $\delta = 167.39\text{-}109.38$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon (C=C) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 191.35, 188.85, 181.24, 171.50$  ppm’deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



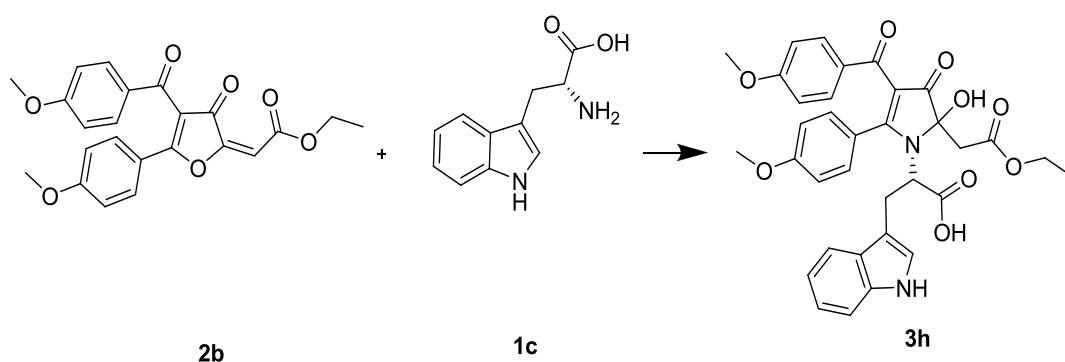
Şekil 3.21. **3g** Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3g** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 3-(2,3-dihidro-1*H*-indol-3-il)-2-[2-hidroksi-4-(4-metoksibenzoil)-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]propanoik asit şeklindedir.

### 3.9. **2b**'nin L-Triptofan (**1c**) ile Reaksiyonu (**3h**)

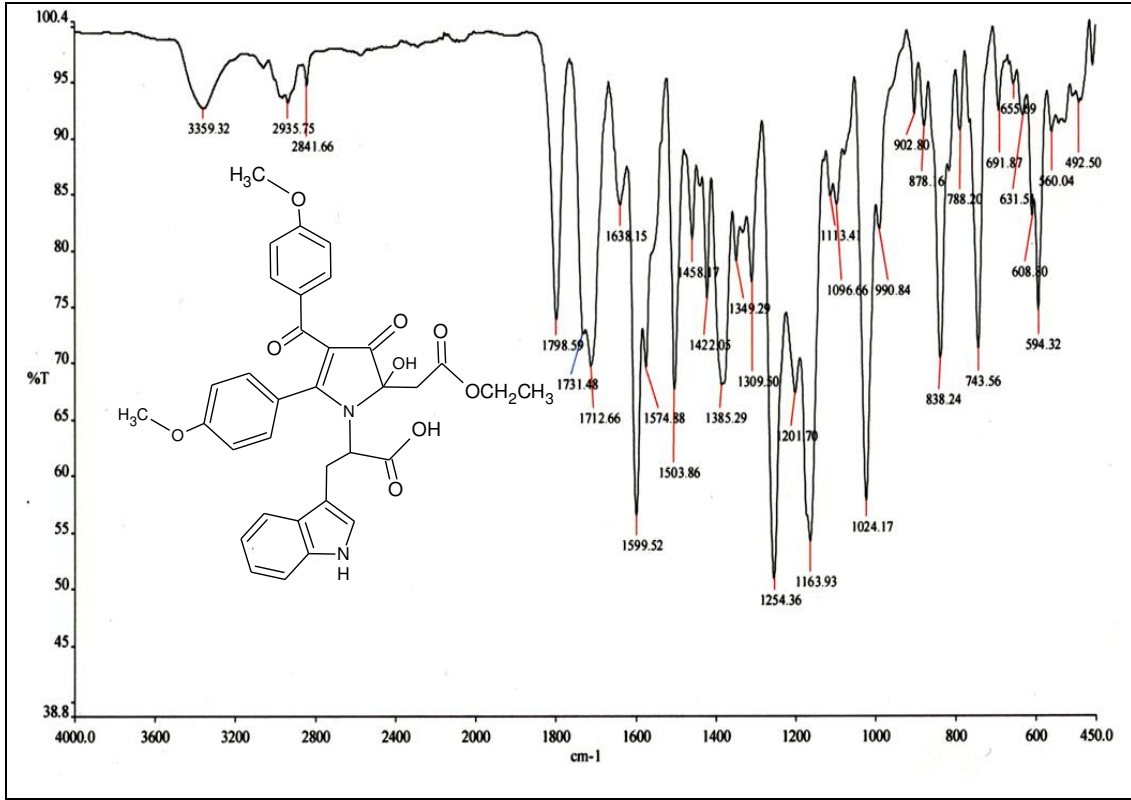
Etil(2*E*)-[4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-oksofuran-2(3*H*)-yliden]asetat (**2b**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra L-Triptofan (**1c**) ilave edilerek geri soğutucu altında,  $\text{CaCl}_2$  kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme

gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 10 dakika sonra tamamen çözündüğü ve açık sarı renge dönüştüğü gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzüldü ve TLC uygulanarak etil asetat-n-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{34}H_{32}N_2O_{12}$  olduğu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini ise aşağıdaki gibidir.



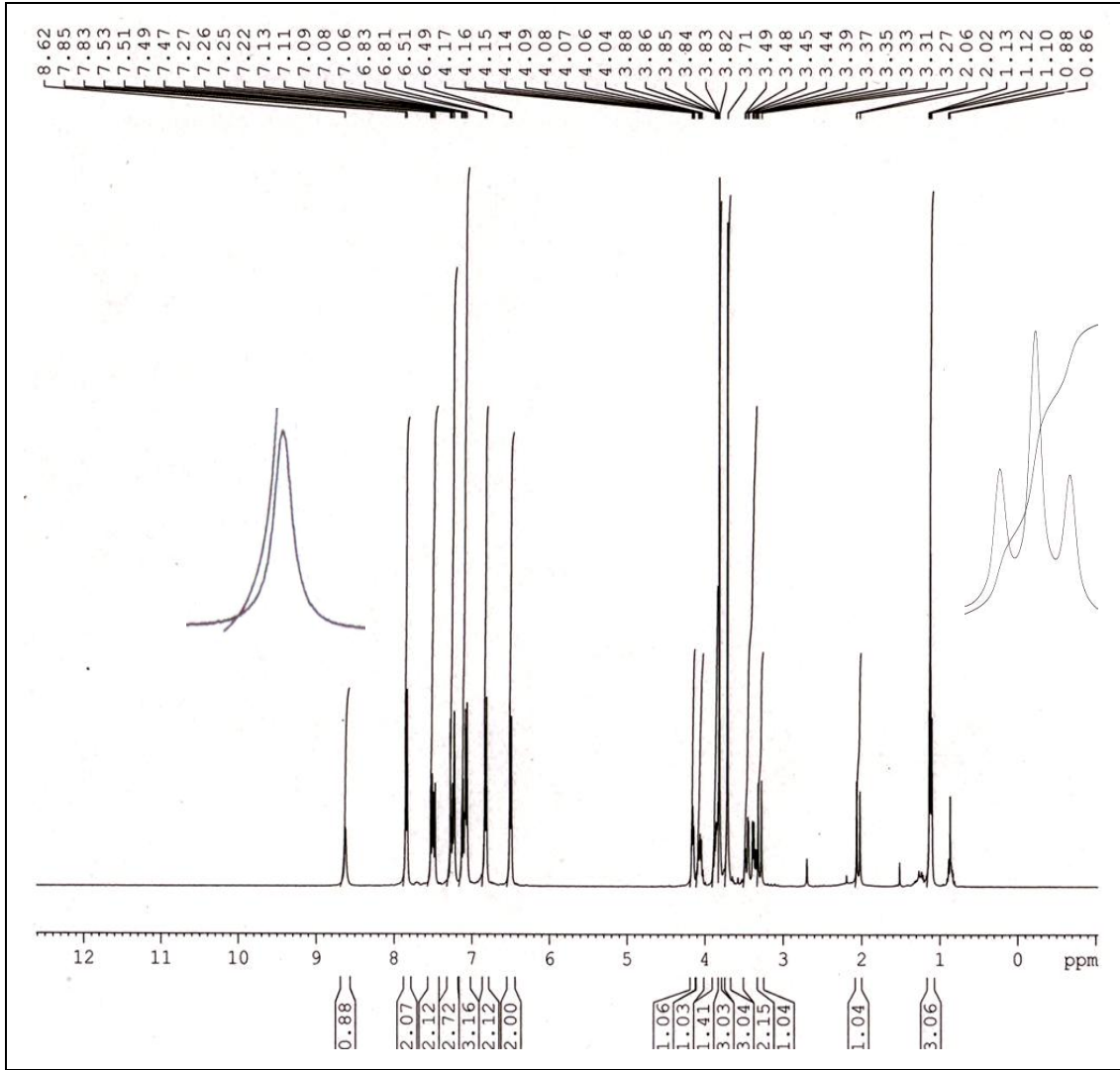
Şekil 3.22’de **3h** bileşiğine ait IR spektrumunu görülmektedir.  $3359\text{ cm}^{-1}$ ’deki pik O-H titreşimine,  $3010$  ve  $2935\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine,  $2848$  ve  $2842$  arasındaki pikler ise alifatik C-H titreşimlerine aittir.  $1799$ ,  $1731$ ,  $1712$  ve  $1638\text{ cm}^{-1}$ ’deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder.  $1599$ – $1503\text{ cm}^{-1}$ ’deki pik (C=C) gerilme titreşimlerini gösterir.





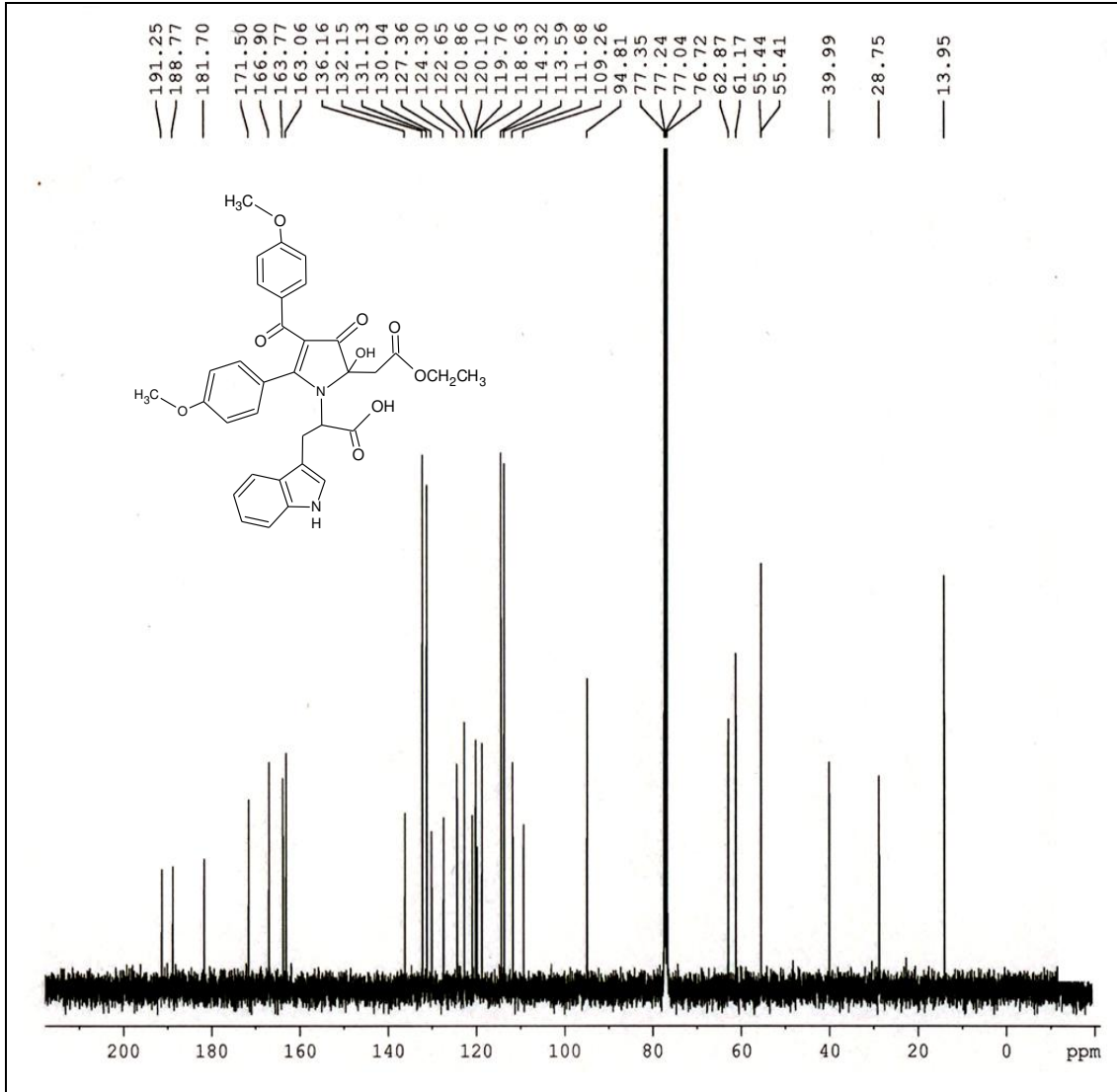
Şekil 3.22 3h Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.23’de **3h** bileşiğinin  $^1\text{H-NMR}$  spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 1.12$  ppm’deki triplet pik metilen grubuna bağlı metil protonlarını,  $\delta = 3.12$  ppm (d) ve  $2.41$  ppm (d)’de gözlenen pikler karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.34$  ppm (d) ve  $3.32$  ppm (d)’de gözlenen sinyaller indolil halkasına bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.76, 3.68$  ppm’deki singlet pikler fenil grubuna bağlı metoksi protonlarını,  $\delta = 4.01-3.95$  ppm’deki kuartet pikler oksijen atomuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 4.15$  ppm’deki triplet pik asimetrik karbon atomundaki (CH-N) protonunu,  $\delta = 7.93-6.57$  ppm’deki multipler pikler aromatik halkadaki protonları,  $\delta = 8.62$  ppm’deki singlet pik ise -N-H grubuna bağlı protonu simgeler.



**Şekil 3.23. 3h Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu**

Şekil 3.24'de **3h** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 13.95$  ppm'deki pik metil karbonunu,  $\delta = 39.99$ ,  $28.75$  ppm'deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 55.44$ ,  $55.41$  ppm'deki fenil halkasına bağlı metoksi karbonlarını,  $\delta = 61.17$  ppm'deki pik oksijen atomuna bağlı metilen karbonunu,  $\delta = 62.87$  ppm'deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.81$  ppm'deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 109.26$ - $166.90$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon ( $\text{C}=\text{C}$ ) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 191.25$ ,  $188.77$ ,  $181.70$ ,  $171.50$  ppm'deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



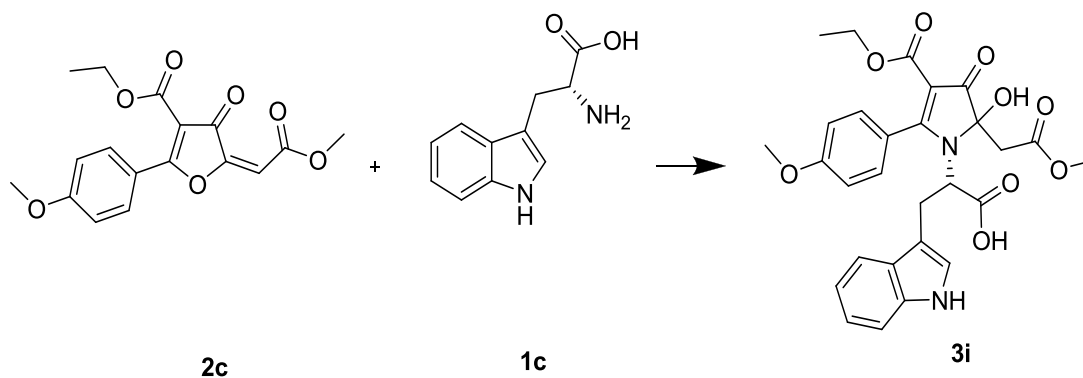
Şekil 3.24. **3h** Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3h** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 3-(2,3-dihidro-1*H*-indol-3-il)-2-[2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]propanoik asit şeklindedir.

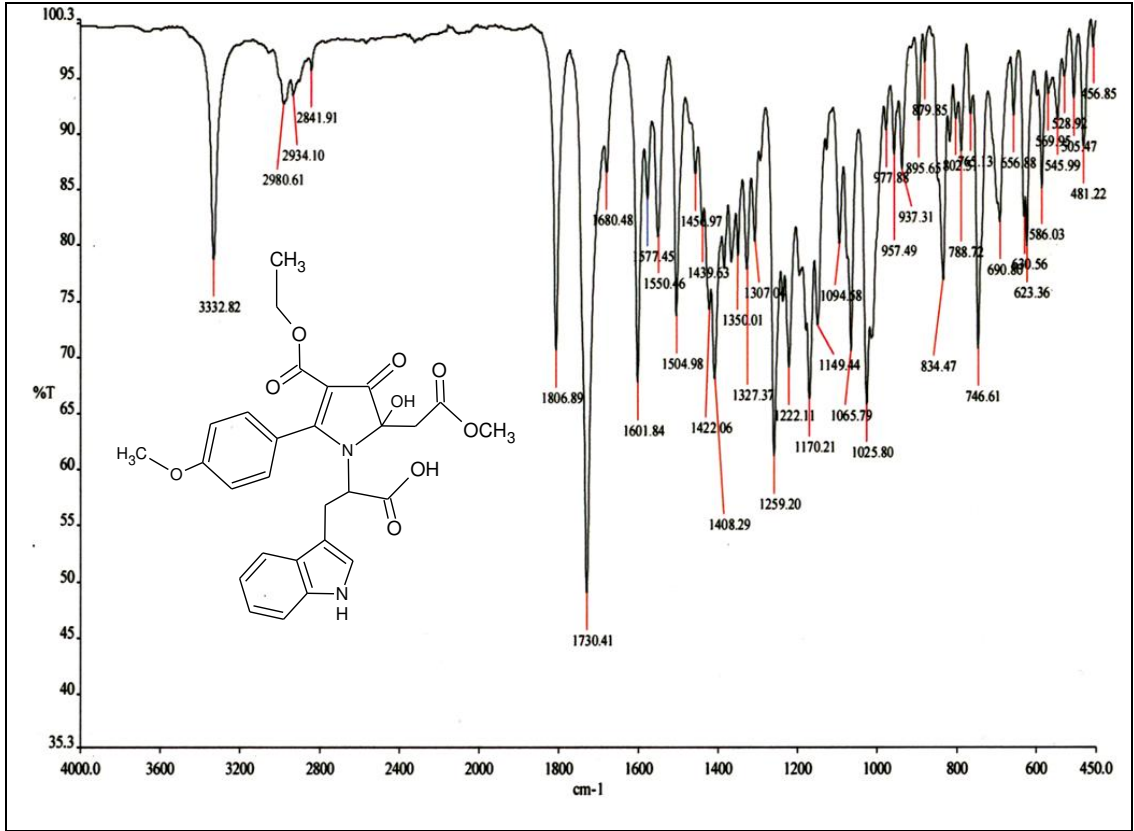
### 3.10. 2c'nin L-Triptofan (1c) ile Reaksiyonu (3i)

Etil(5*E*)-5-(2-metoksi-2-oksoetildien)-2-(4-metoksifenil)-4-okso-4,5-dihidrofuran-3-karboksilat (**2c**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra L-Triptofan (**1c**) ilave edilerek geri soğutucu

altında, CaCl<sub>2</sub> kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 10 dakika sonra yeşil renkli ve tam çözünme olduğu gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzüldü ve TLC uygulanarak etil asetat-*n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün C<sub>28</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub> olduğu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini ise aşağıdaki gibidir.

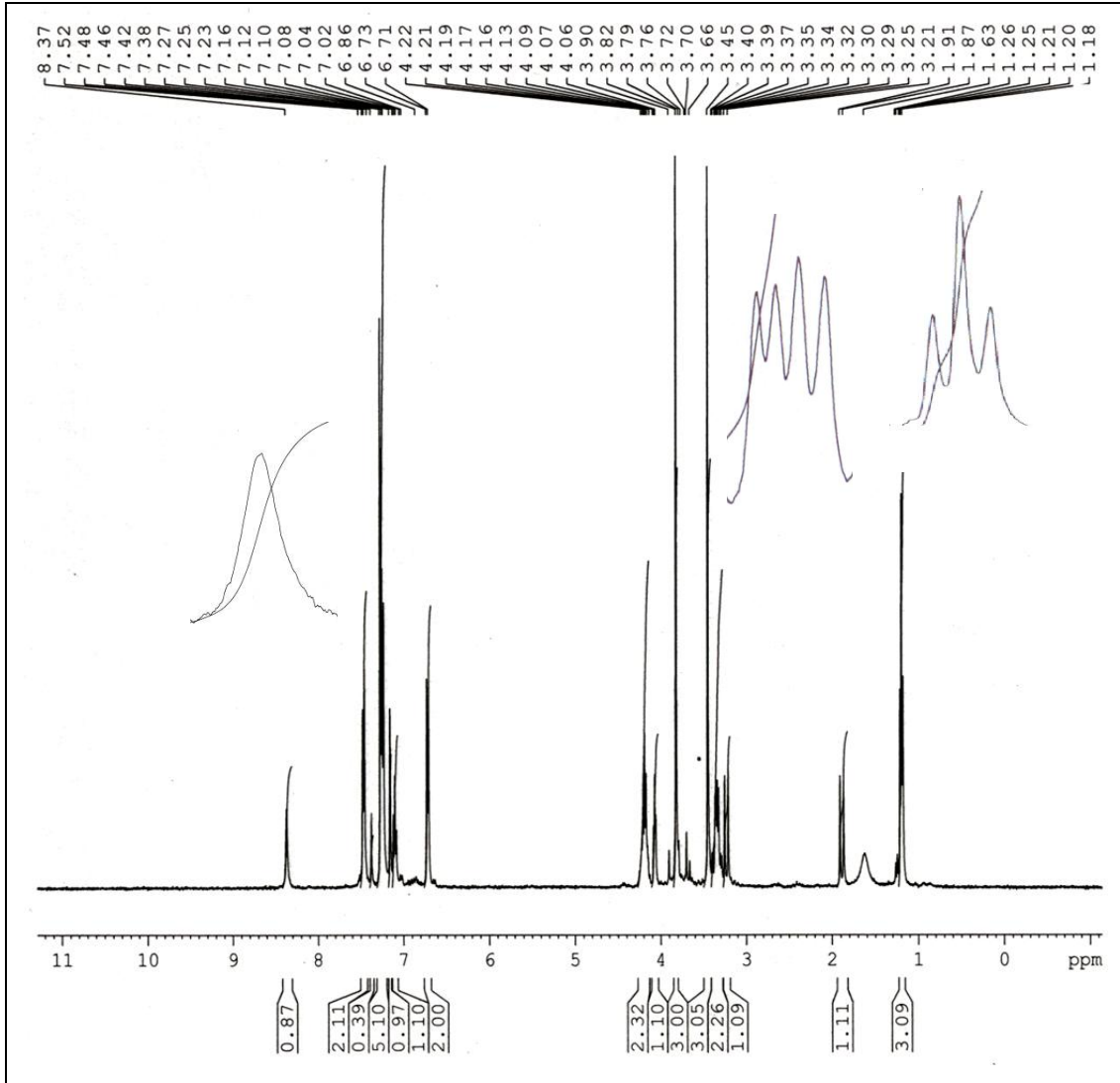


Şekil 3.25’de **3i** bileşiğine ait IR spektrumunu görülmektedir. 3333 cm<sup>-1</sup>’deki pik O-H titreşimine, 2980 ve 2934 cm<sup>-1</sup> arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine, 2847 ve 2842 cm<sup>-1</sup> arasındaki pikler ise alifatik C-H titreşimlerine aittir. 1807, 1730 ve 1680 cm<sup>-1</sup>’deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder. 1601 ve 1577 cm<sup>-1</sup>’deki pik (C=C) gerilme titreşimlerini gösterir.



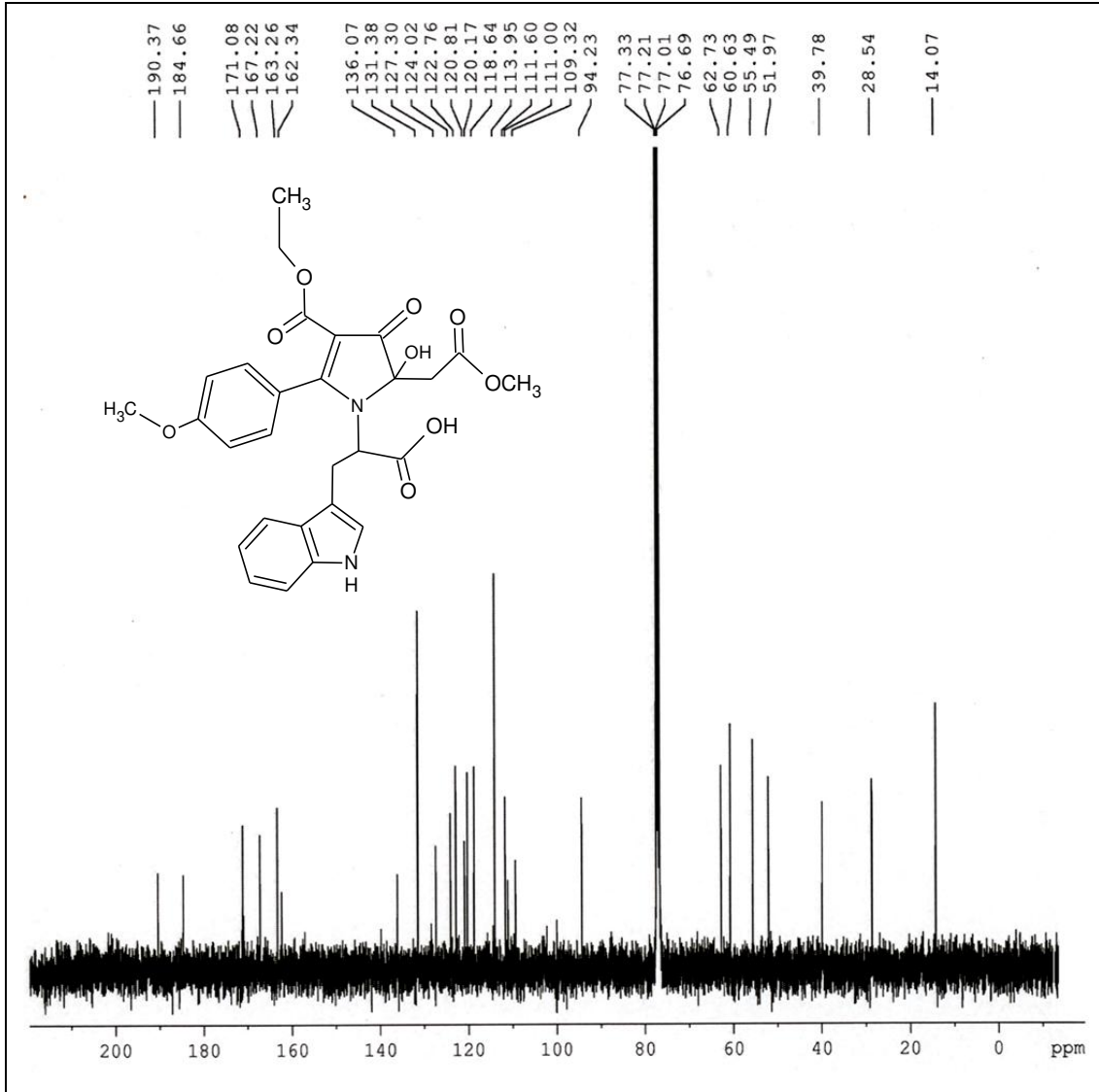
Şekil 3.25. **3i** Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.26’da **3i** bileşiğinin <sup>1</sup>H-NMR spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 1.20$  ppm’deki triplet pik metilen grubuna bağlı metil protonlarını,  $\delta = 3.23$  ppm (d) ve  $1.89$  ppm (d)’de gözlenen pikler karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.36$  ppm (d) ve  $3.33$  ppm (d)’de gözlenen indolil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.45$  ppm’deki singlet pik ester yapısındaki metoksi protonlarını,  $\delta = 3.82$  ppm’deki singlet pik fenil halkasına bağlı metoksi protonlarını,  $\delta = 4.07$  ppm’deki triplet pik asimetrik karbon atomundaki (CH-N) protonunu,  $\delta = 4.21$ - $4.19$  ppm’deki kuartet pikler oksijen atomuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 7.52$ - $6.71$  ppm’deki multiyet pikler aromatik halkadaki protonları,  $\delta = 8.37$  ppm’deki geniş pik ise -N-H grubuna bağlı protonları simgeler.



**Şekil 3.26. 3i Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu**

Şekil 3.27’de **3i** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 14.07$  ppm’deki pik metil karbonunu,  $\delta = 39.78$ ,  $28.54$  ppm’deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 51.97$  ppm’deki pik karbonil grubuna bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 55.49$  ppm’deki pik fenil halkasına bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 60.63$  ppm’deki pik oksijen atomuna bağlı metilen karbonunu,  $\delta = 62.73$  ppm’deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.23$  ppm’deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 163.26$ - $109.32$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon (C=C) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 190.37$ ,  $184.66$ ,  $171.08$ ,  $167.22$  ppm’deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



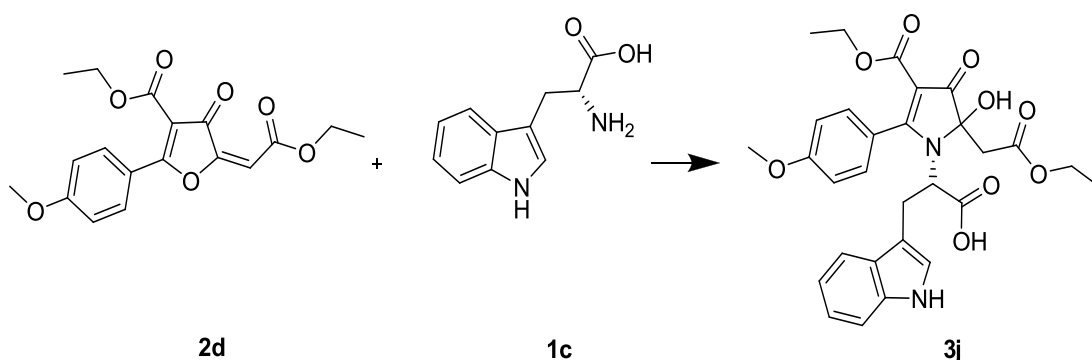
Şekil 3.27 3i Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3i** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 3-(2,3-dihidro-1*H*-indol-3-il)-2-[4-(etoksikarbonil)-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]propanoik asit şeklindedir.

### 3.11. 2d'nin L-Triptofan (1c) ile Reaksiyonu (3j)

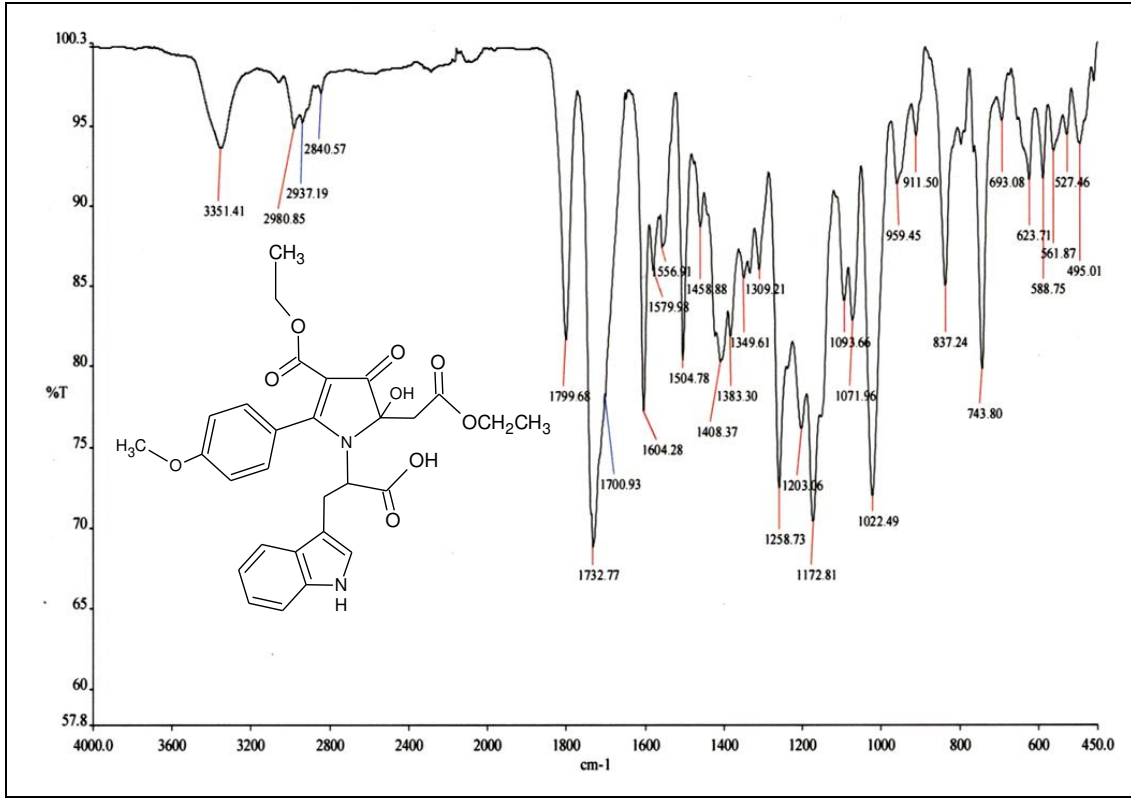
Etil(5*E*)-5-(2-etoksi-2-oksoetildien)-2-(4-metoksifenil)-4-okso-4,5-dihidrofuran-3-karboksilat (**2d**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra L-Triptofan (**1c**) ilave edilerek geri soğutucu altında,  $\text{CaCl}_2$  kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam

çözünme gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 10 dakika sonra yeşil renkli ve tam çözünme olduğu gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzülde ve TLC uygulanarak etil asetat-n-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{29}H_{30}N_2O_9$  olduğu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemleri ise aşağıdaki gibidir.



Şekil 3.28’de **3j** bileşiğine ait IR spektrumunu görölmektedir.  $3351\text{ cm}^{-1}$ ’deki pik O-H titreşimine,  $2981$  ve  $2937\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine,  $2844$  ve  $2841$  arasındaki pikler ise alifatik C-H titreşimlerine aittir.  $1800$ ,  $1732$  ve  $1701\text{ cm}^{-1}$ ’deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder.  $1604$  ve  $1579\text{ cm}^{-1}$ ’deki pik (C=C) gerilme titreşimlerini gösterir.





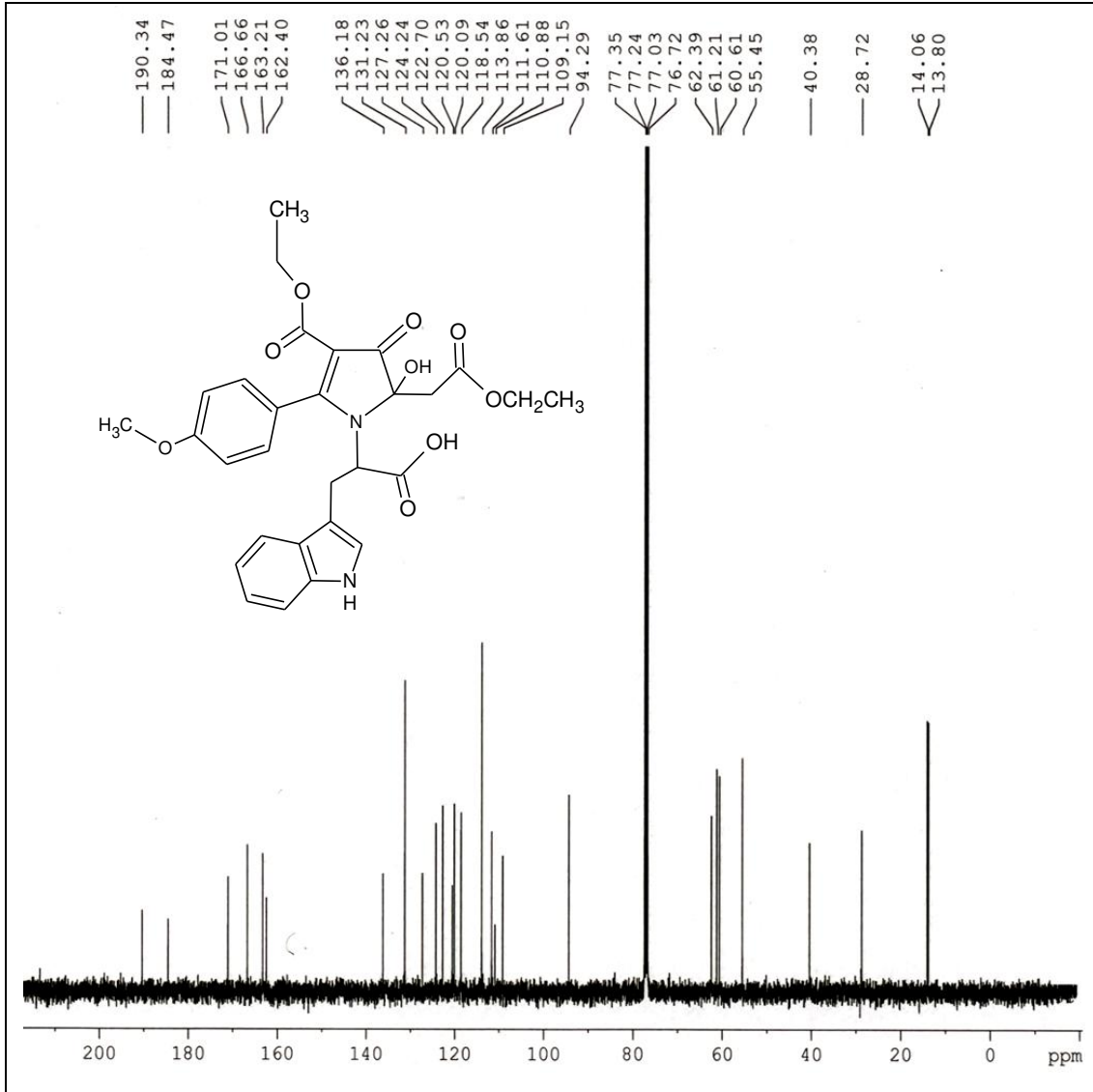
Şekil 3.28. 3j Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.29’da **3j** bileşiğinin  $^1\text{H-NMR}$  spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 1.18$  ve  $1.08$  ppm’deki triplet pikler metilen gruplarına bağlı metil protonlarını,  $\delta = 3.29$  ppm (d) ve  $2.13$  ppm (d)’de gözlenen pikler karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.42$  ppm ve  $3.35$  ppm (d)’de gözlenen indolil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.77$  ppm’deki singlet pik fenil grubuna bağlı metoksi protonlarını,  $\delta = 3.85$  ppm’deki triplet pik asimetrik karbon atomundaki (CH-N) protonunu,  $\delta = 4.19$ - $4.18$  ppm ve  $4.08$ - $4.07$  ppm’deki kuartet pikler oksijen atomlarına bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 7.48$ - $6.57$  ppm’deki multiplet pikler aromatik halkadaki protonları,  $\delta = 8.52$  ppm’deki geniş pik ise -N-H grubuna bağlı protonları simgeler.



**Şekil 3.29.** **3j** Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu

Şekil 3.30'da **3j** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 14.07, 13.80$  ppm'deki pikler metil karbonlarını,  $\delta = 40.32, 28.72$  ppm'deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 55.45$  ppm'deki pik fenil halkasına bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 61.21, 60.61$  ppm'deki pikler oksijen atomlarına bağlı metilen karbonlarını,  $\delta = 62.39$  ppm'deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.26$  ppm'deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 163.21$ - $109.15$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon (C=C) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 190.34, 184.47, 171.01$  ve  $166.66$  ppm'deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



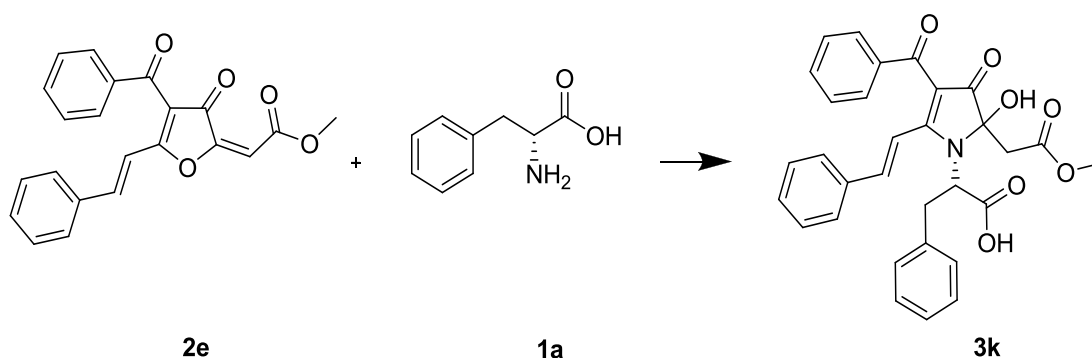
Şekil 3.30. **3j** Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3j** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 3-(2,3-dihidro-1*H*-indol-3-il)-2-[4-(etoksikarbonil)-2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]propanoik asit şeklindedir.

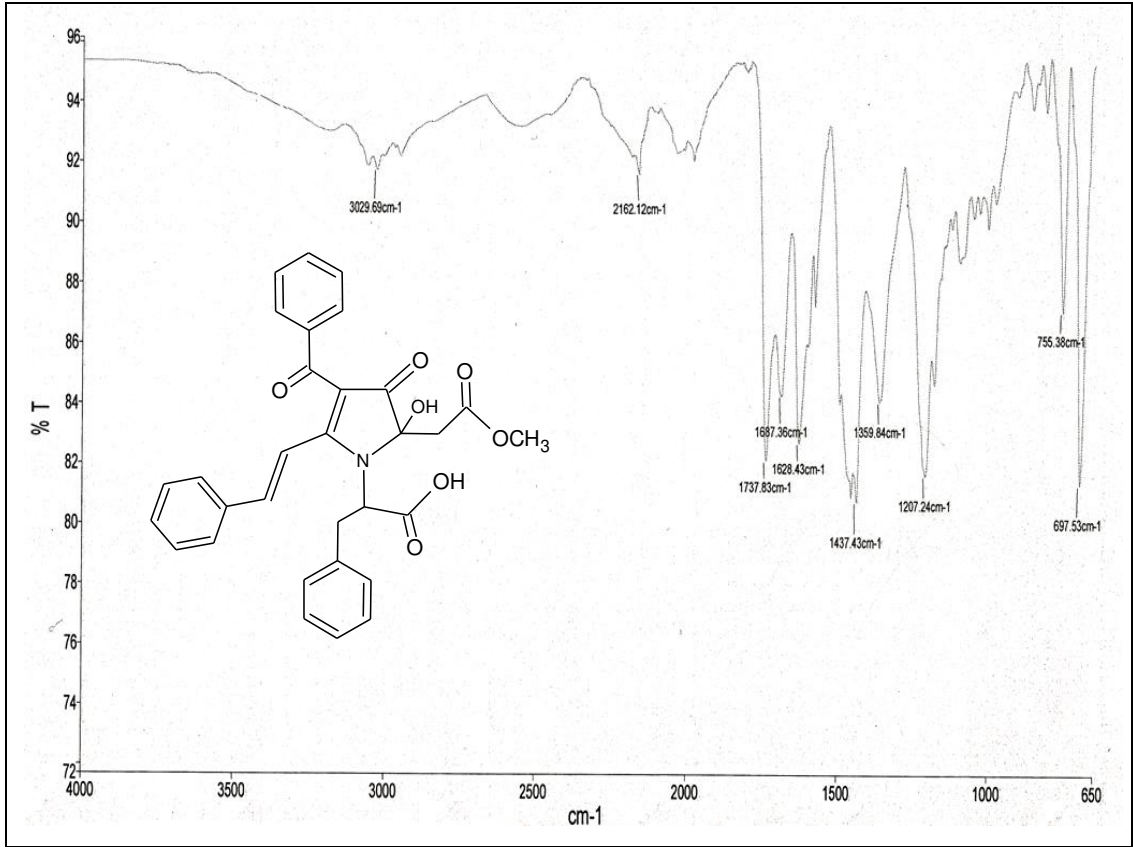
### 3.12. 2e'nin L-Fenilalanin (1a) ile Reaksiyonu (3k)

Metil(2*E*)-[4-benzoil-3okso-5-[*E*-2-fenilvinil]furan-2(3*H*)-yiliden]asetat (**2e**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra L-Fenilalanin (**1a**) ilave edilerek geri soğutucu altında,  $\text{CaCl}_2$  kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme gözlenmeyen

reaksiyonun yaklaşık 10 dakika sonra tamamen çözündüğü ve turuncu renge dönüştüğü gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzüldü ve TLC uygulanarak etil asetat-*n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{31}H_{27}NO_7$  olduğu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini ise aşağıdaki gibidir.

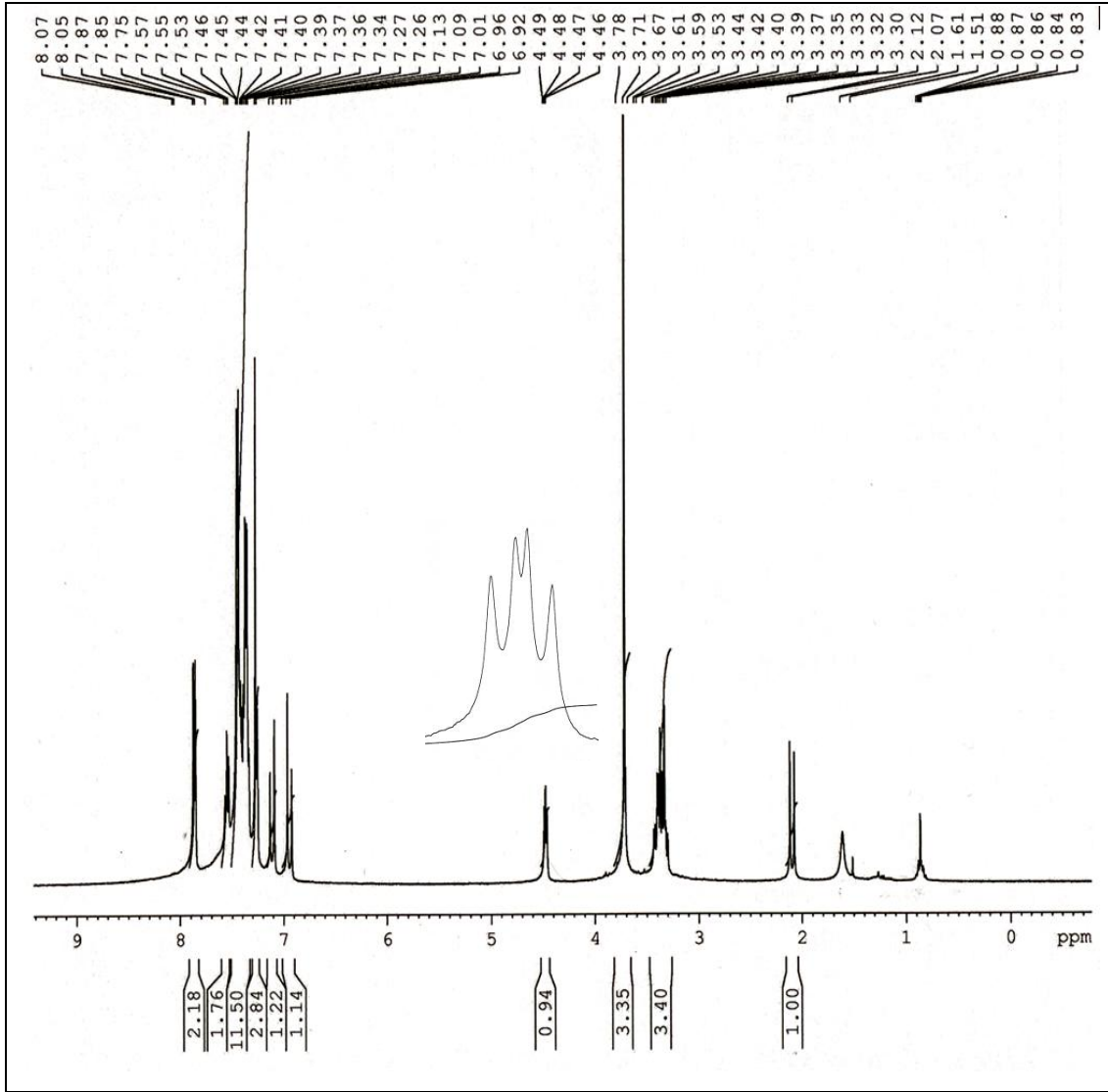


Şekil 3.31’de **3k** bileşiğine ait IR spektrumunu görülmektedir.  $3200\text{ cm}^{-1}$ ’deki pik O-H titreşimine,  $3033$  ve  $3030\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine,  $3000$  ve  $3005\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler ise alifatik C-H titreşimlerine aittir.  $1737$  ve  $1687\text{ cm}^{-1}$ ’deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder.  $1628\text{ cm}^{-1}$ ’deki pik (C=C) gerilme titreşimlerini gösterir.



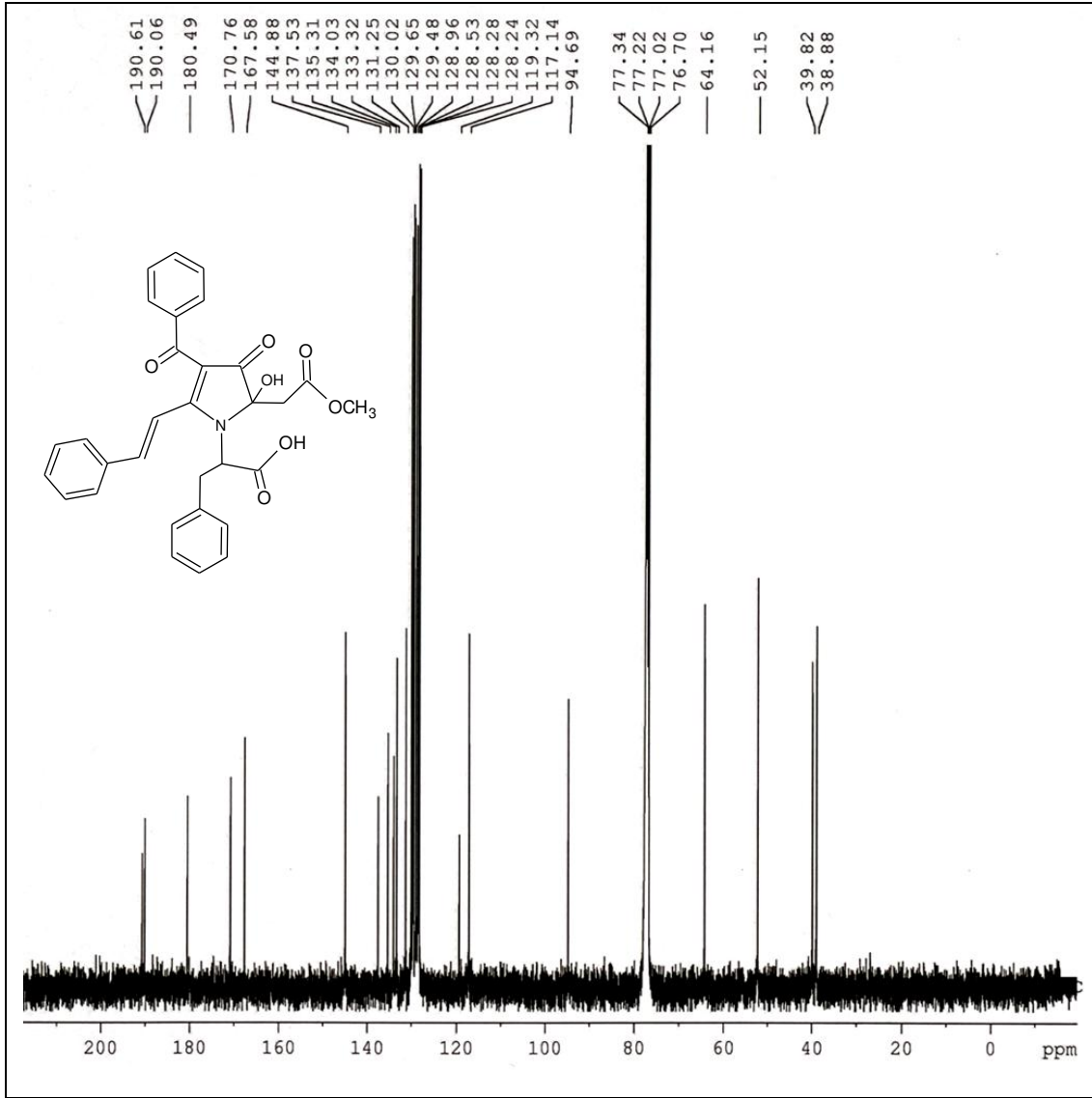
**Şekil 3.31. 3k Bileşiğinin IR Spektrumu**

Şekil 3.32’de **3k** bileşiğinin <sup>1</sup>H-NMR spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 3.31$  ppm (d) ve  $2.10$  ppm (d)’de gözlenen pikler karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.40$  ppm (d) ve  $3.36$  ppm (d)’de gözlenen fenil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.71$  ppm’deki singlet pik metoksi grubuna protonları,  $\delta = 4.48$  ppm’deki triplet pik asimetric karbon atomundaki (CH-N) protonu,  $\delta = 7.87$ - $6.85$  ppm’deki multiplet pikler aromatik halkadaki protonları ve fenil halkasına bağlı metin (-C-H) protonlarını simgeler.



**Şekil 3.32. 3k Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu**

Şekil 3.33 'de **3k** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 39.82, 38.88$  ppm'deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 52.15$  ppm'deki pik karbonil grubuna bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 64.16$  ppm'deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.69$  ppm'deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 167.58-117.14$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon (C=C), pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon ve stilil karbon atomlarını,  $\delta = 190.61, 190.06, 180.49, 170.76$  ppm'deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



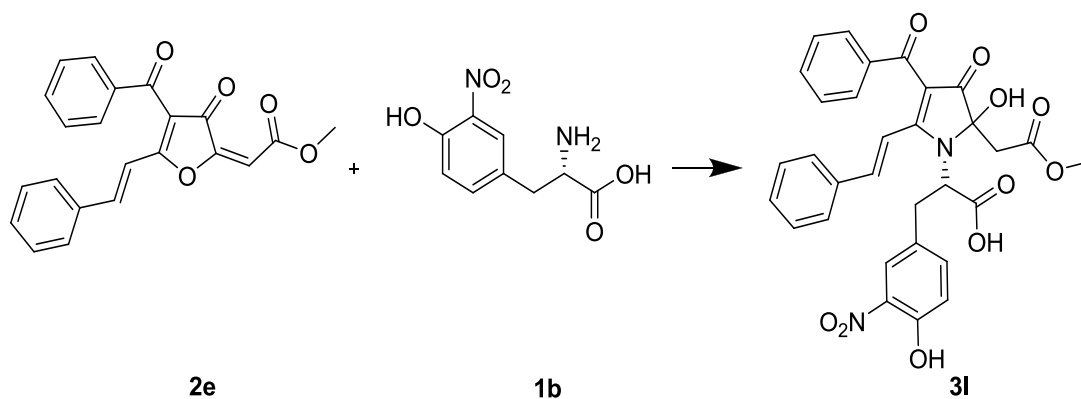
**Şekil 3.33.** **3k** Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3k** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 2-{4-benzoil-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-3-okso-5-[(*E*)-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1*H*-pirol-1-il}-3-fenilpropanoik asit şeklindedir.

### 3.13. 2e'nin 3-Nitro-L-Trozin (**1b**) ile Reaksiyonu (**3l**)

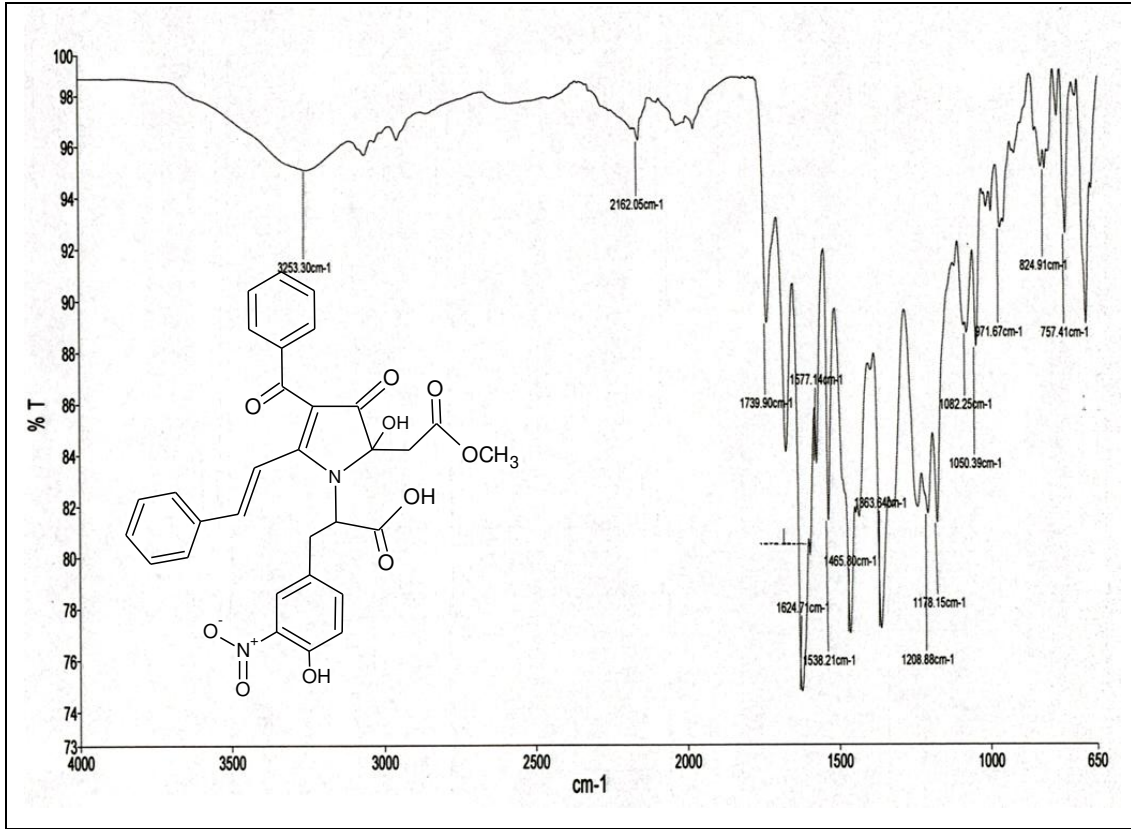
Metil(2*E*)-[4-benzoil-3okso-5-[*E*-2-fenilvinil]furan-2(3*H*)-yiliden]asetat (**2e**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra 3-Nitro-L-Trozin (**1b**) ilave edilerek geri soğutucu altında,  $\text{CaCl}_2$  kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 10 dakika sonra tamamen çözündüğü ve turuncu

renge dönüştüğü gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzüldü ve TLC uygulanarak etil asetat-n-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{31}H_{26}N_2O_{10}$  olduğu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini aşağıdaki gibidir.



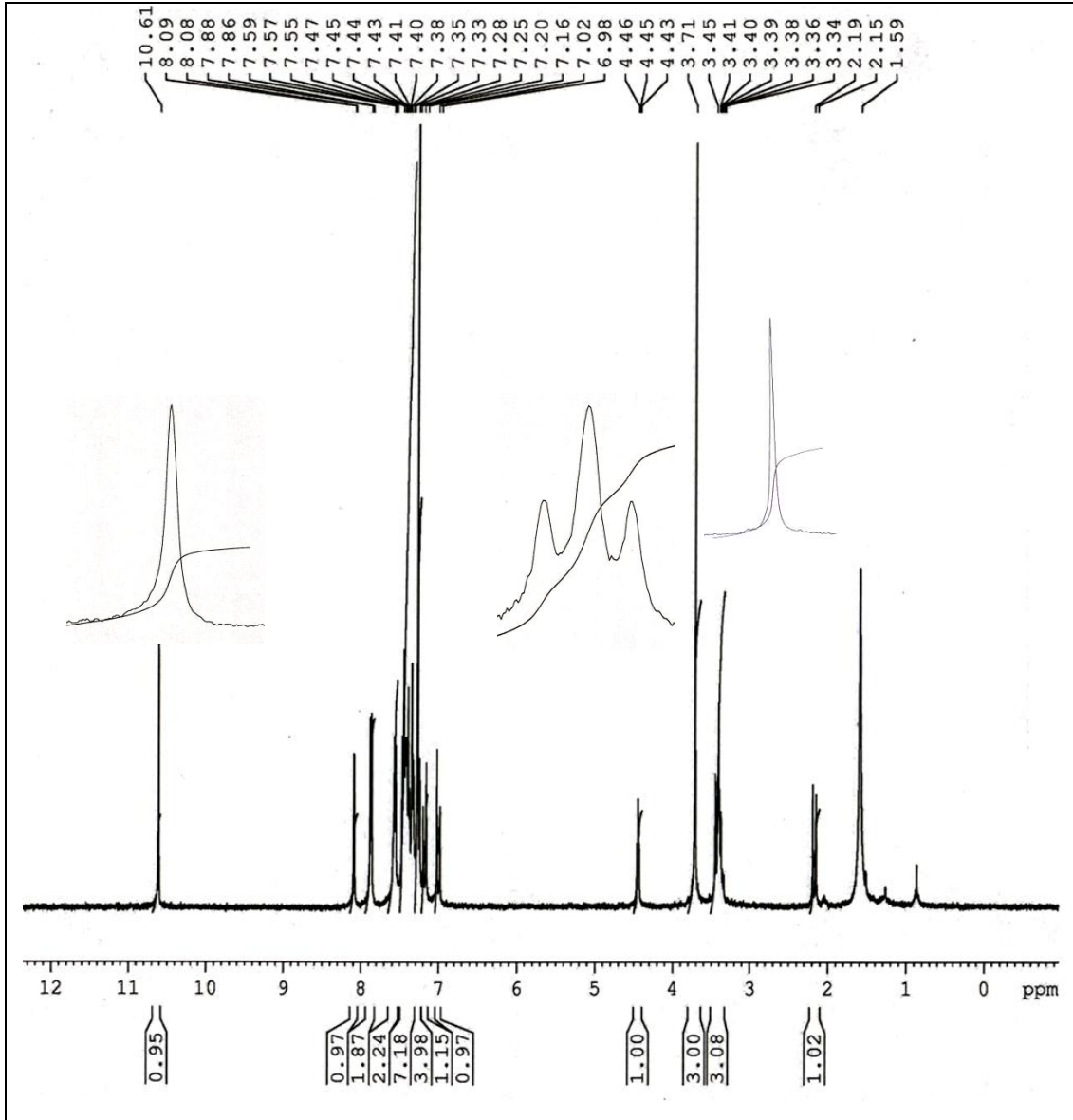
Şekil 3.34’de bileşiğine ait IR spektrumunu görülmektedir.  $3250\text{cm}^{-1}$ ’deki pik O-H titreşimine,  $3010$  ve  $3005\text{ cm}^{-1}$ ’deki pikler aromatik C-H titreşimlerine,  $2900\text{ cm}^{-1}$ ’deki pikler ise alifatik C-H titreşimlerine aittir.  $1737$ ,  $1687$  ve  $1628\text{ cm}^{-1}$ ’deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder.  $1577$ - $1485\text{ cm}^{-1}$ ’deki pik (C=C) gerilme titreşimlerini, gösterir.





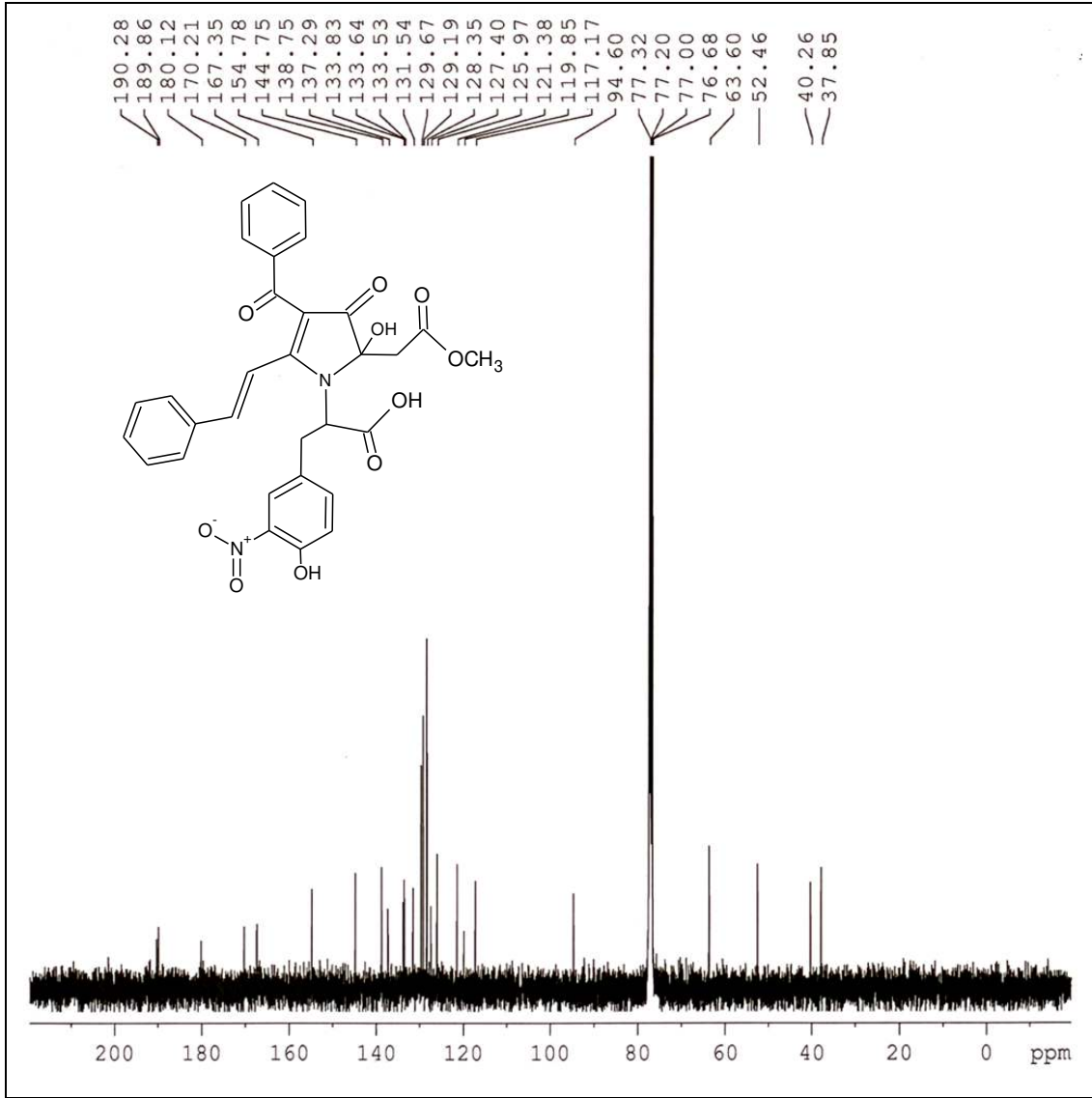
Şekil 3.34. **31** Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.35’de **31** bileşiğinin  $^1\text{H-NMR}$  spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 3.39$  ppm (d) ve  $2.17$  ppm (d)’de gözlenen pikler karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.45$  ppm (d) ve  $3.41$  ppm (d)’de gözlenen fenil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.71$  ppm’deki singlet pik metoksi grubu protonlarını,  $\delta = 4.45$  ppm’deki triplet pik asimetric karbon atomundaki (CH-N) protonu,  $\delta = 8.09$ - $6.98$  ppm’deki multiplet pikler aromatik halkadaki protonları ve fenil halkasına bağlı metin ( $-\text{C-H}$ ) protonlarını,  $\delta = 10.61$  ppm’deki geniş pik ise hidroksil gurubuna ait protonu simgeler.



**Şekil 3.35. 3I Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu**

Şekil 3.36'da **3I** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 40.26, 37.85$  ppm'deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 52.46$  ppm'deki pik karbonil grubuna bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 63.60$  ppm'deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.60$  ppm'deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 167.35$ - $117.17$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon (C=C), pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon ve stiril karbon atomlarını,  $\delta = 190.28, 189.86, 180.12, 170.21$  ppm'deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



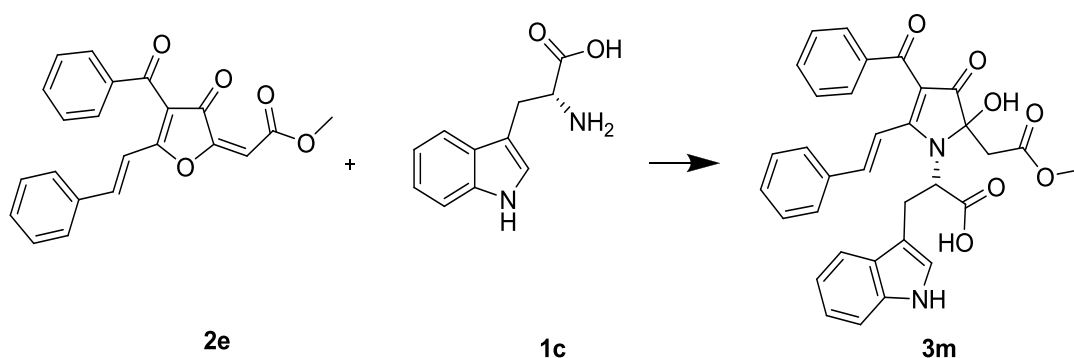
Şekil 3.36. **3l** Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3l** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 2-{4-benzoil-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-3-okso-5-[(*E*)-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il}-3-(4-hidroksi-3-nitrofenil) propanoik asit şeklindedir.

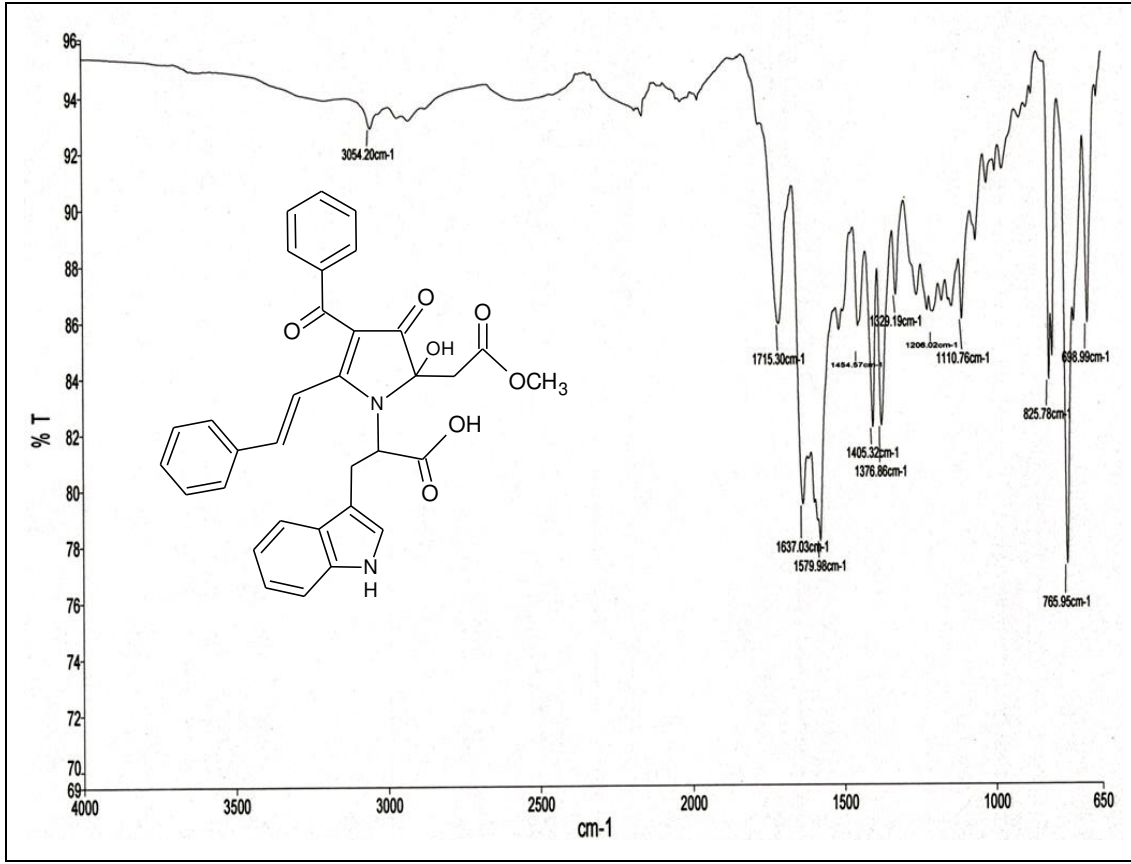
#### 3.14. **2e'nin L-Triptofan (1c) ile Reaksiyonu (3m)**

Metil(2*E*)-[4-benzoil-3okso-5-[*E*-2-fenilvinil]furan-2(3*H*)-yiliden]asetat (**2e**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra L-Triptofan (**1c**) ilave edilerek geri soğutucu altında,  $\text{CaCl}_2$  kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme gözlenmeyen

reaksiyonun yaklaşık 10 dakika sonra tamamen çözündüğü ve kırmızı renge dönüştüğü gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzüldü ve TLC uygulanarak etil asetat-n-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{33}H_{28}N_2O_7$  olduğu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini ise aşağıdaki gibidir.

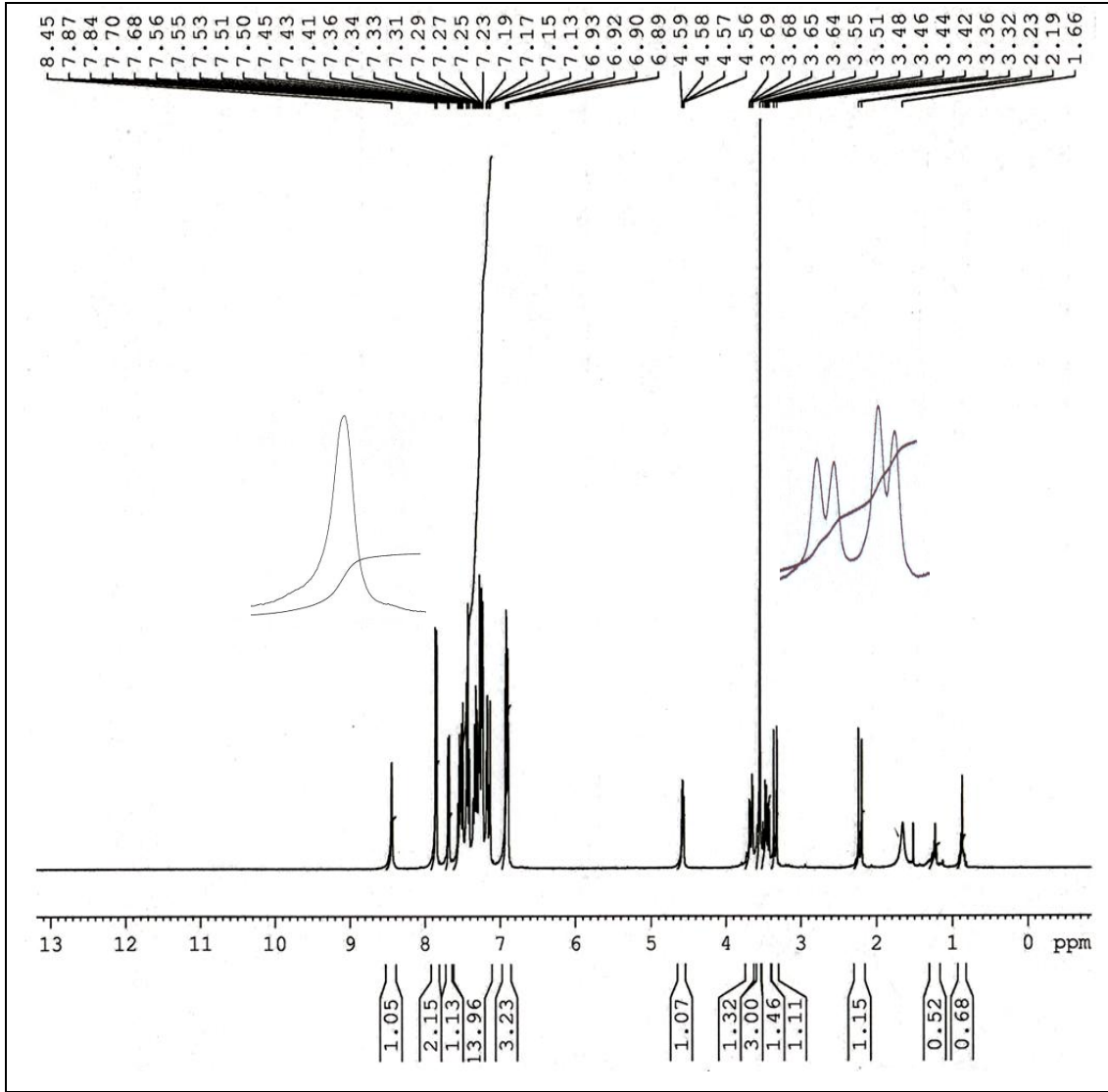


Şekil 3.37’de **3m** bileşiğine ait IR spektrumunu görülmektedir.  $3230\text{cm}^{-1}$ ’deki yayvan pik OH titreşimine,  $3054$  ve  $3050\text{cm}^{-1}$ ’deki pikler aromatik C-H titreşimlerine,  $2900\text{cm}^{-1}$  deki pikler ise alifatik C-H titreşimlerine aittir.  $1716$ ,  $1715$ ,  $1637$  ve  $1600\text{cm}^{-1}$ ’deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder.  $1579$ -  $1510\text{cm}^{-1}$ ’deki pikler (C=C) gerilme titreşimlerini gösterir.



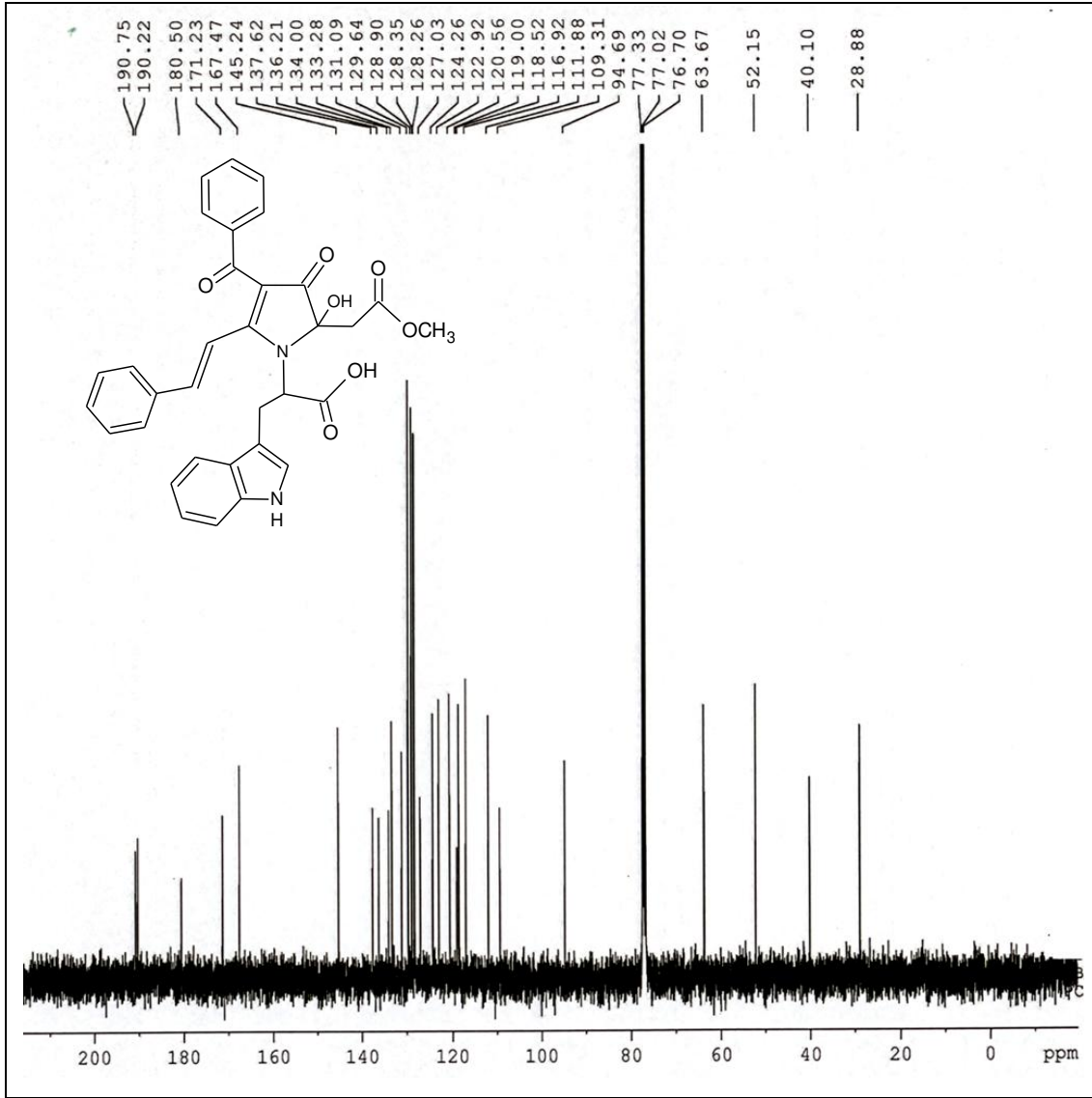
**Şekil 3.37. 3m Bileşiğinin IR Spektrumu**

Şekil 3.38’de **3m** bileşiğinin <sup>1</sup>H-NMR spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 3.34$  ppm (d) ve 2.22 ppm (d)’de gözlenen pikler karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.55$  ppm’deki singlet pik metoksi grubu protonlarını,  $\delta = 3.67$  ppm (d) ve 3.47 ppm (d)’de gözlenen fenil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 4.58$  ppm’deki triplet pik asimetric karbon atomundaki (CH-N) protonu,  $\delta = 7.87$ -6.89 ppm’deki multipler pikler aromatik halkadaki protonları ve fenil halkasına bağlı metin (-C-H) protonlarını,  $\delta = 8.45$  ppm’deki geniş pik ise hidroksil grubuna ait protonu simgeler.



**Şekil 3.38. 3m Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu**

Şekil 3.39’da **3m** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 40.10, 28.88$  ppm’deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 52.15$  ppm’deki pik karbonil grubuna bağlı metoksi karbonunu,  $\delta = 63.67$  ppm’deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.69$  ppm’deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 167.47-109.31$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon (C=C), pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon ve stilil karbon atomlarını,  $\delta = 190.75, 190.22, 180.50, 171.23$  ppm’deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



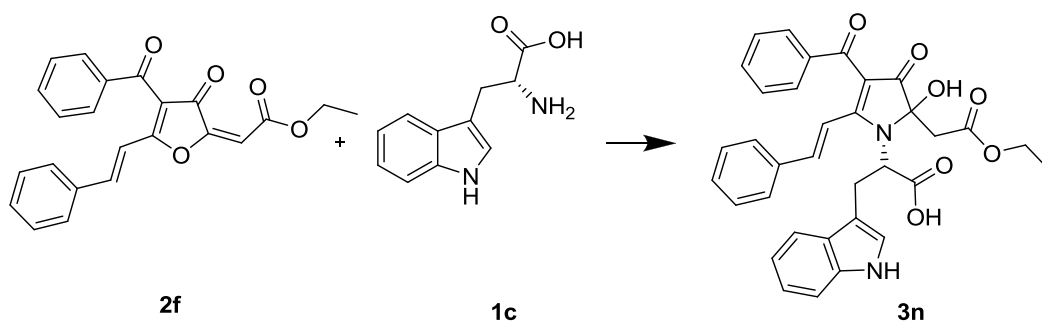
Şekil 3.39. **3m** Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3m** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 2-{4-benzoil-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-3-okso-5-[(*E*)-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il}-3-(1*H*-indol-3-il)propanoik asit şeklindedir.

### 3.15. **2f**'nin L-Triptofan (**1c**) ile Reaksiyonu (**3n**)

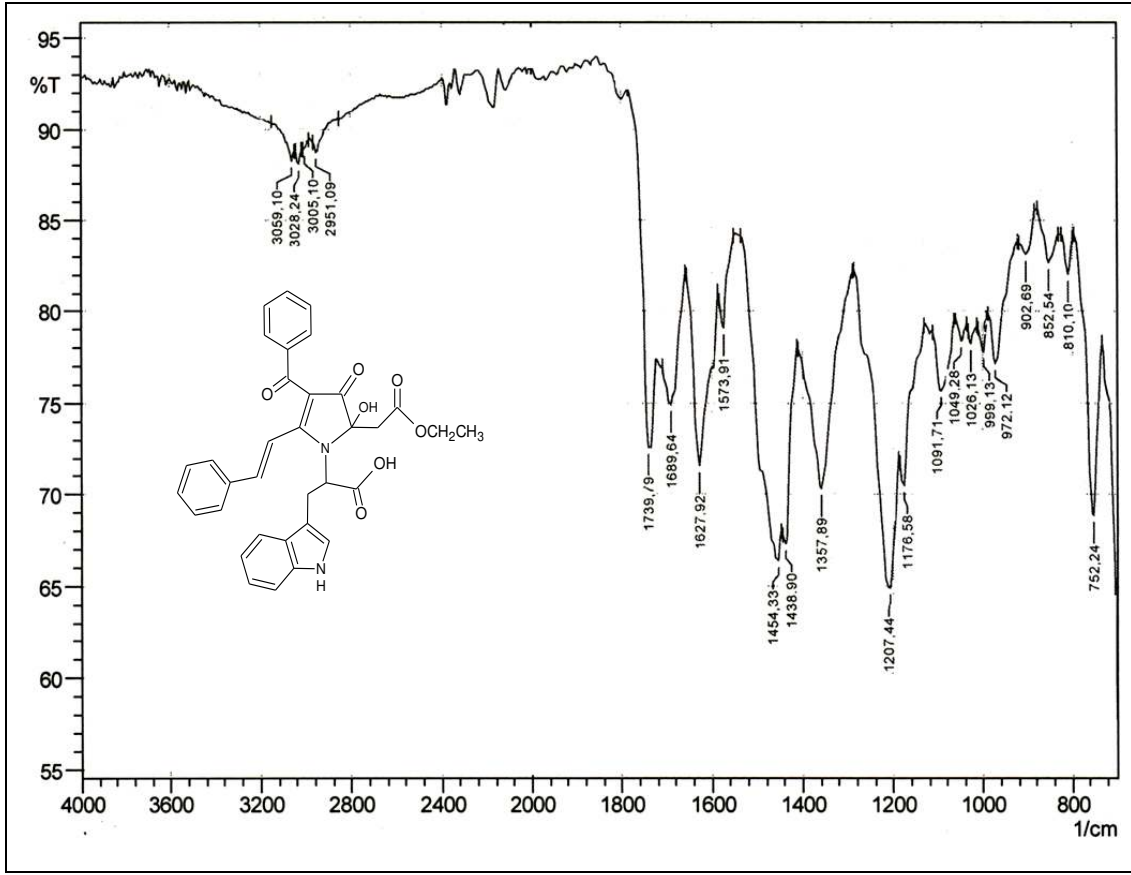
Etil (2*E*)-[4-benzoil-3okso-5-[*E*-2-fenil vinil] furan-2(3*H*)-yliden] asetat (**2f**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra L-Triptofan (**1c**) ilave edilerek geri soğutucu altında,  $\text{CaCl}_2$  kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme

gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 10 dakika sonra tamamen çözündüğü ve turuncu renge dönüştüğü gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzüldü ve TLC uygulanarak etil asetat-n-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{34}H_{30}N_2O_7$  olduğu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini ise aşağıdaki gibidir.



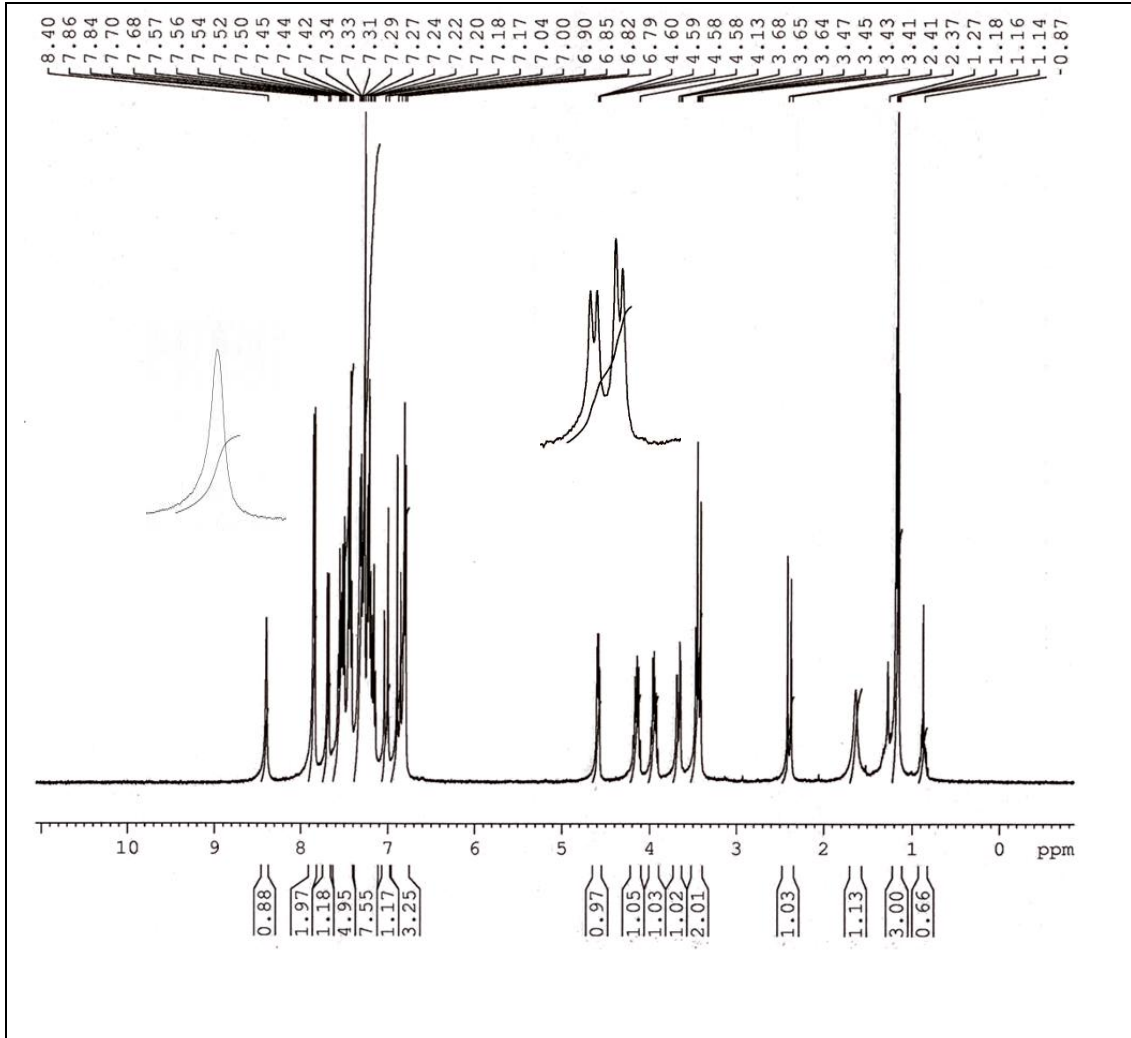
Şekil 3.40'da **3n** bileşiğine ait IR spektrumunu görülmektedir.  $3375\text{ cm}^{-1}$ 'deki yayvan pik O-H titreşimine,  $3059$  ve  $3028\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine,  $3005$  ve  $2951\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler ise alifatik C-H titreşimlerine aittir.  $1739$ ,  $1720$ ,  $1690$ ,  $1627\text{ cm}^{-1}$ 'deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder.  $1573$ - $1502\text{ cm}^{-1}$ 'deki pik (C=C) gerilme titreşimlerini gösterir.





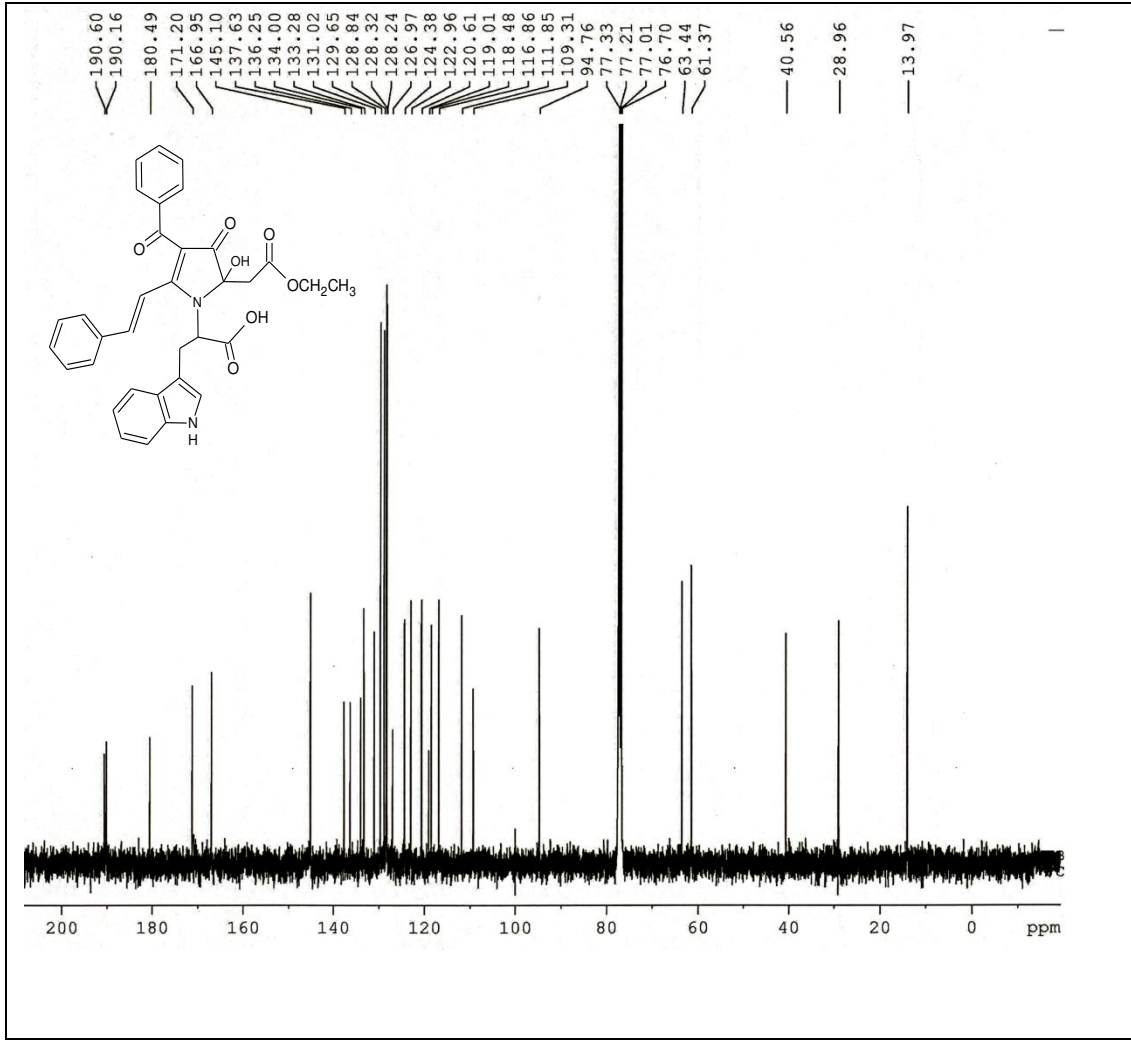
**Şekil 3.40. 3n Bileşiğinin IR Spektrumu**

Şekil 3.41’de **3n** bileşiğinin  $^1\text{H-NMR}$  spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 1.16$  ppm’deki triplet pik metil protonlarını,  $\delta = 3.55$  ppm (d) ve  $2.40$  ppm (d)’de gözlenen pikler karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.98$  ppm (d) ve  $3.95$  ppm (d)’de gözlenen indol grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 4.16$ - $4.14$  ppm’deki kuartet pikler oksijen atomuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 4.59$  ppm’deki triplet pik asimetric karbon atomundaki (CH-N) protonu,  $\delta = 7.86$ - $6.79$  ppm’deki multiplet pikler aromatik halkadaki protonları ve fenil halkasına bağlı metin (-C-H) protonlarını,  $\delta = 8.40$  ppm’deki geniş pik ise -N-H gurubuna ait protonu simgeler.



**Şekil 3.41. 3n Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu**

Şekil 3.42’de **3n** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 13.97$  ppm’deki pik metil karbonunu,  $\delta = 40.56, 28.96$  ppm’deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 61.37$  ppm’deki pik oksijen atomuna bağlı metilen karbonunu,  $\delta = 63.44$  ppm’deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.76$  ppm’deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 166.95$ - $109.31$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon ( $\text{C}=\text{C}$ ) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 190.60, 190.16, 180.49, 171.20$  ppm’deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



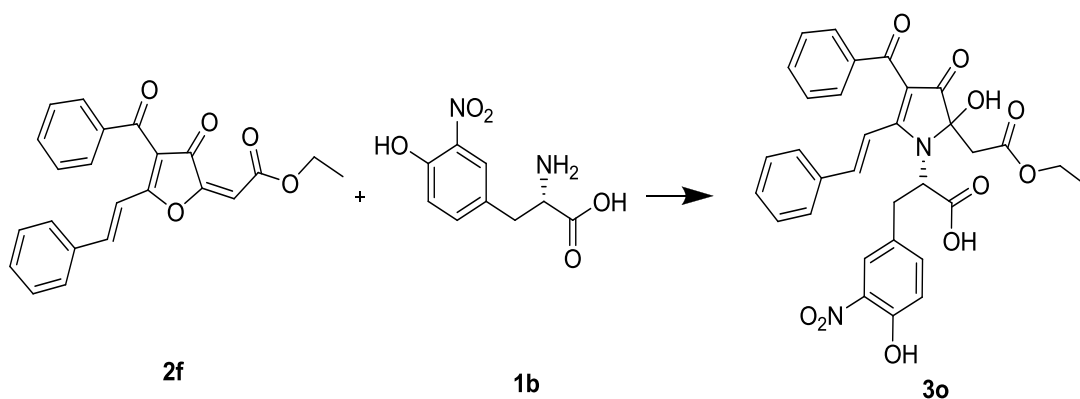
Şekil 3.42. **3n** Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3n** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 2-{4-benzoyl-2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-3-okso-5-[(*E*)-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il}-3-(1*H*-indol-3-il)propanoik asit şeklindedir.

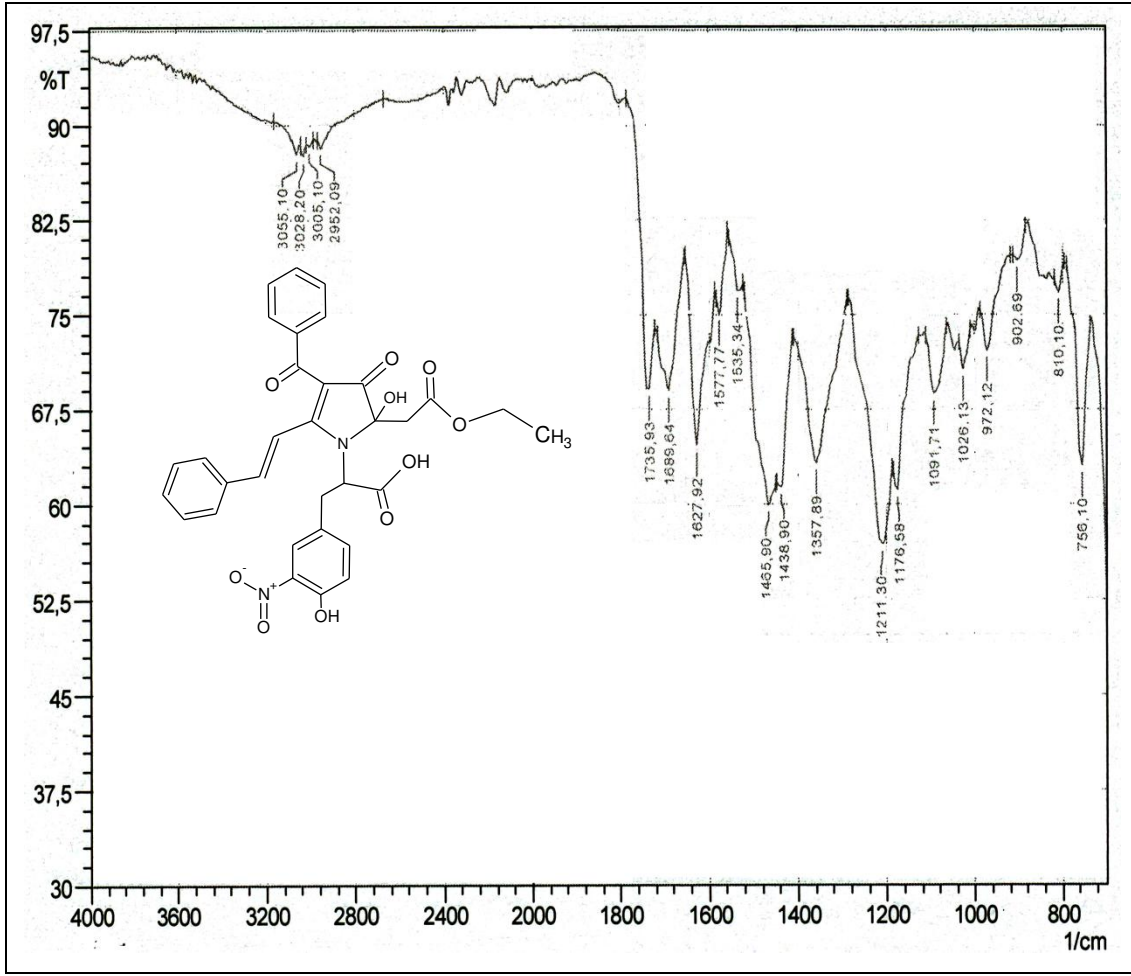
### 3.16. **2f**'nin 3-Nitro-L-Trozin (**1b**) ile Reaksiyonu (**3o**)

Etil (2*E*)-[4-benzoyl-3okso-5-[*E*-2-fenil vinil] furan-2(3*H*)-yiliden] asetat (**2f**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra 3-Nitro-L-Trozin (**1c**) ilave edilerek geri soğutucu altında,  $\text{CaCl}_2$  kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 10 dakika sonra tamamen çözüldüğü ve turuncu renge dönüştüğü gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre

sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzöldü ve TLC uygulanarak etil asetat-n-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{32}H_{28}N_2O_{10}$  olduğu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemini ise aşağıdaki gibidir.

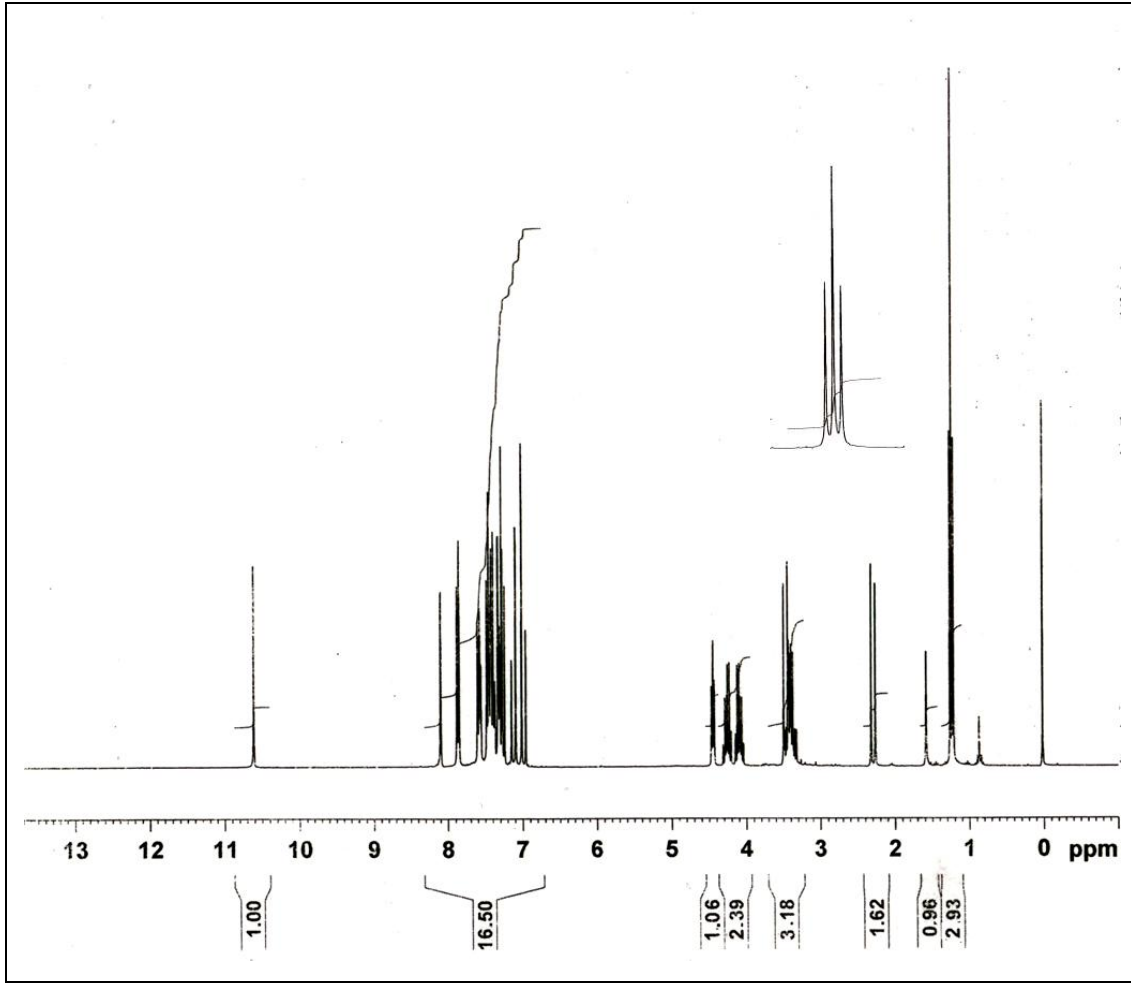


Şekil 3.43’de **3o** bileşiğine ait IR spektrumunu görölmektedir.  $3350\text{ cm}^{-1}$ ’deki yayvan pik O-H titreşimine,  $3055$  ve  $3028\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine,  $3005$  ve  $2952\text{ cm}^{-1}$  arasındaki pikler alifatik C-H titreşimlerine aittir.  $1736$ ,  $1700$ ,  $1690$ ,  $1627\text{ cm}^{-1}$ ’deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder.  $1620$  ve  $1535\text{ cm}^{-1}$ ’deki pikler (C=C) gerilme titreşimlerini gösterir.



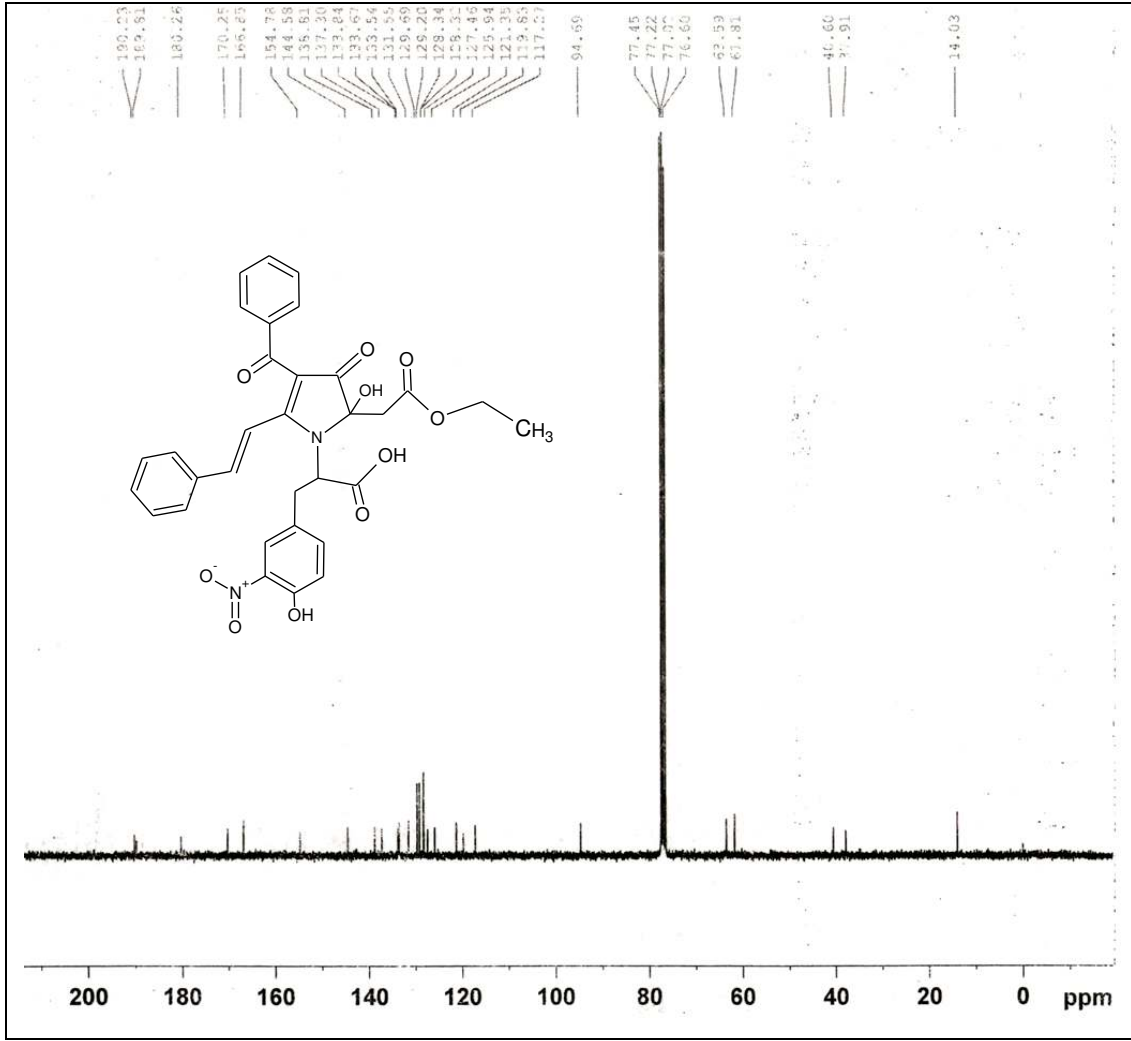
Şekil 3.43. **3o** Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.44’de **3o** bileşiğinin  $^1\text{H-NMR}$  spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 1.24$  ppm’deki triplet pik metil protonlarını,  $\delta = 3,87$  ppm (d) ve  $2.29$  ppm (d)’de gözlenen pik karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.49$  ppm (d) ve  $3.45$  ppm (d)’de gözlenen pikler fenil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 4.24-4.14$  ppm’deki kuartet pik oksijen atomuna bağlı protonları,  $\delta = 4.45$  ppm’deki triplet pik asimetrik karbon atomundaki (CH-N) protonu,  $\delta = 8.10-6.96$  ppm’deki multipliket pikler aromatik halkadaki protonları ve fenil halkasına bağlı metin (-C-H) protonlarını,  $\delta = 10.61$  ppm’deki geniş pik ise hidroksil grubuna ait protonu simgeler.



**Şekil 3.44.** **3o** Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu

Şekil 3.45’de **3o** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 14.03$  ppm’deki pik metil karbonunu,  $\delta = 40.60, 37.91$  ppm’deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 61.81$  ppm’deki pik oksijen atomuna bağlı metilen karbonunu,  $\delta = 63.59$  ppm’deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.69$  ppm’deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 166.85$ - $117.27$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon (C=C) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 190.23, 189.61, 180.26, 170.25$  ppm’deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



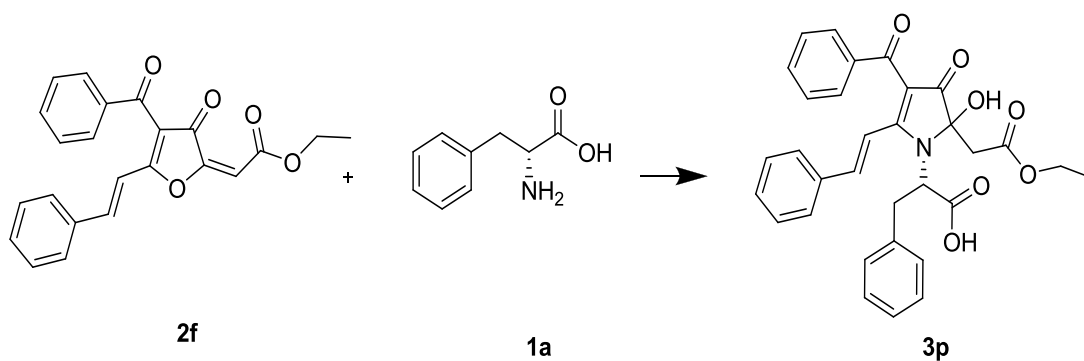
Şekil 3.45. **3o** Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3o** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 2-{4-benzoyl-2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-3-okso-5-[(*E*)-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il}-3-(4-hidroksi-3-nitrofenil) propanoik asit şeklindedir.

### 3.17. **2f**'nin L-Fenilalanin (**1a**) ile Reaksiyonu (**3p**)

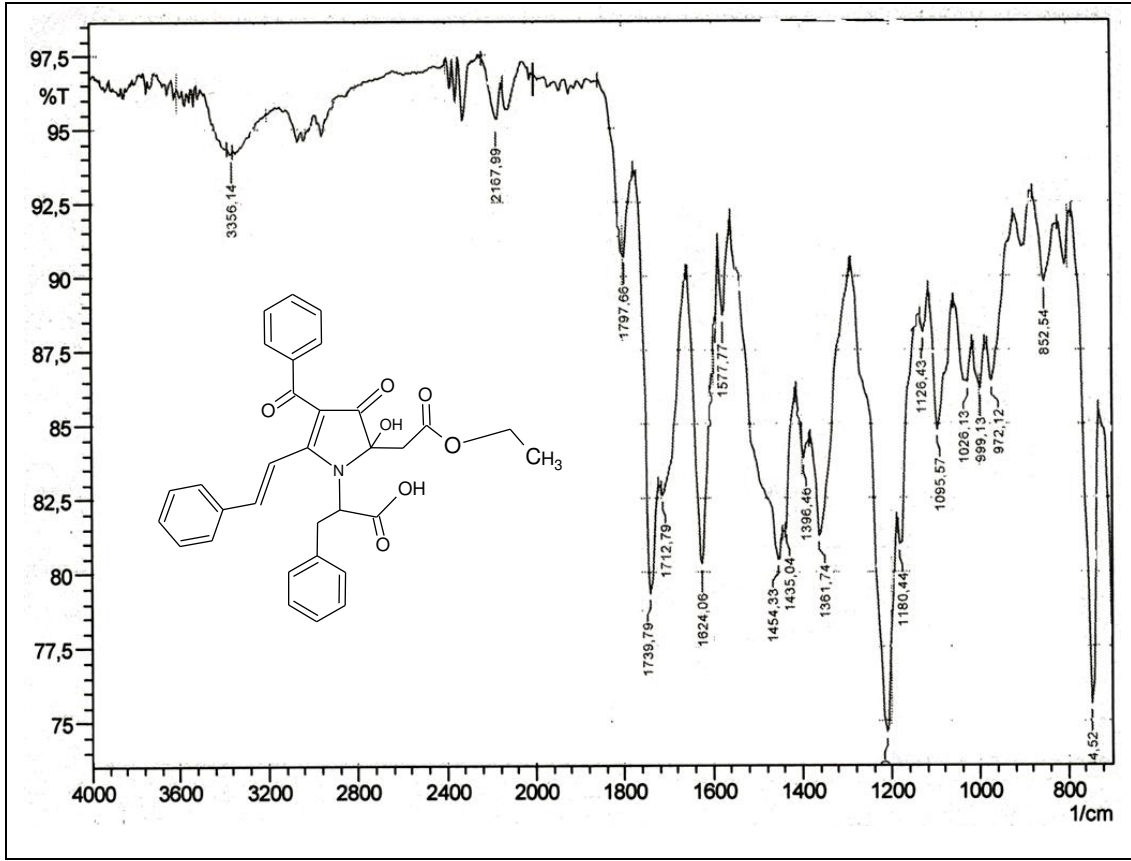
Etil (2*E*)-[4-benzoyl-3okso-5-[*E*-2-fenil vinil] furan-2(3*H*)-yiliden] asetat (**2f**) balonda tartılıp metil alkolde ısıtılarak çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edildikten hemen sonra L-Fenilalanin (**1a**) ilave edilerek geri soğutucu altında,  $\text{CaCl}_2$  kurutma başlığı takılarak kaynatıldı. İlk başta sarı renkli olan ve tam çözünme gözlenmeyen reaksiyonun yaklaşık 10 dakika sonra tamamen çözündüğü ve turuncu renge dönüştüğü gözlemlendi. Reaksiyon bu şekilde 5 saat devam etti ve bu süre

sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Kalan yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı. Bir gece oda şartlarında karışan madde süzldü ve TLC uygulanarak etil asetat-n-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi yapılmaya karar verildi. Uygulanan kolon kromatografisi ile ürün saflaştırıldı ve elementel analiz sonucuna göre bileşiğin kapalı formülünün  $C_{32}H_{29}NO_7$  olduđu belirlendi. İlgili bileşiğin reaksiyon deklemleri ise aşağıdaki gibidir.



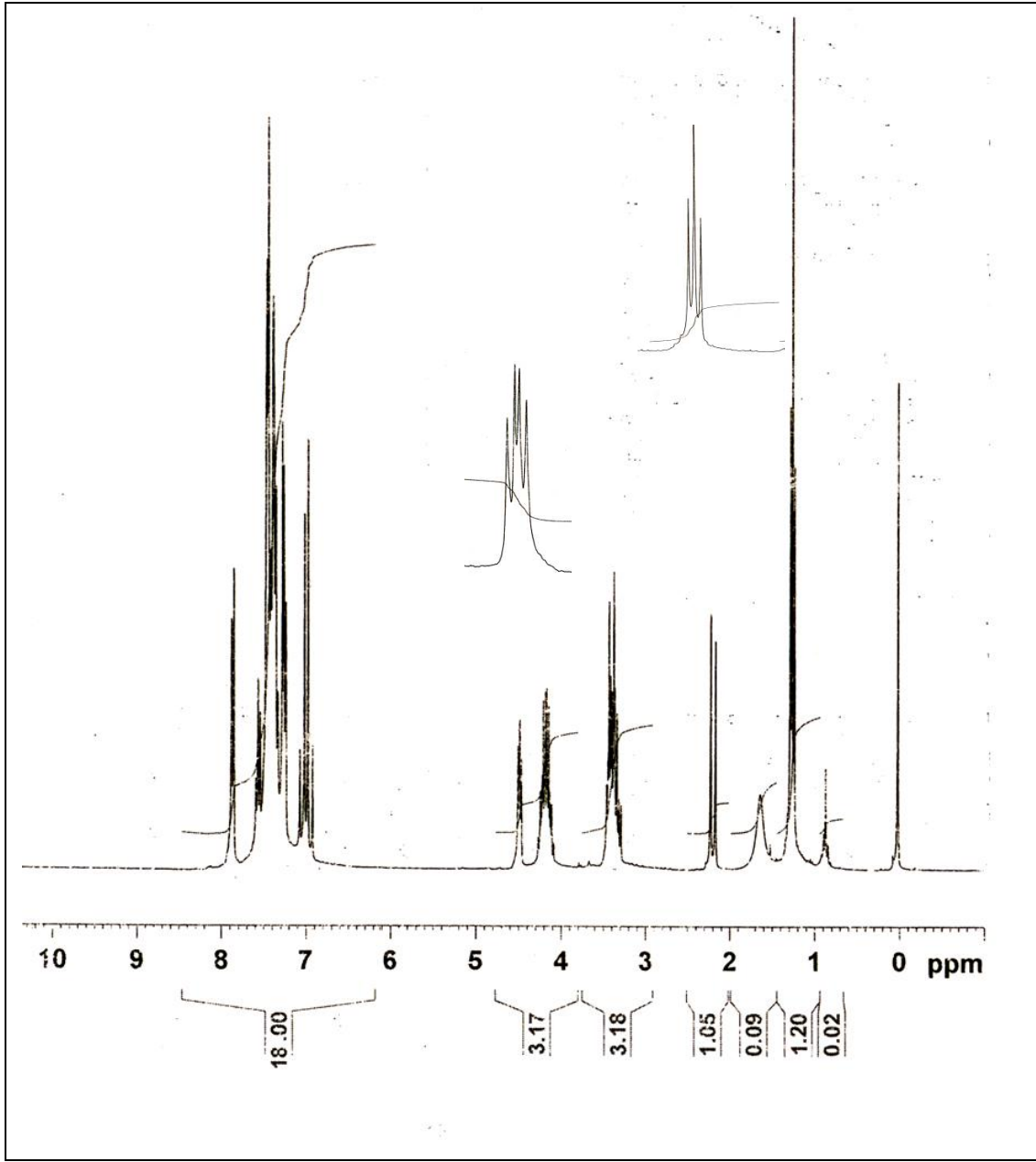
Şekil 3.46'da **3p** bileşiğine ait IR spektrumunu görölmektedir. 3356  $cm^{-1}$ 'deki yayvan pik O-H titreşimine, 3040 ve 3000  $cm^{-1}$  arasındaki pikler aromatik C-H titreşimlerine, 2920 ve 2800  $cm^{-1}$  arasındaki pikler alifatik C-H titreşimlerine aittir. 1798, 1739, 1712 1624  $cm^{-1}$ 'deki gerilme titreşimleri moleküldeki karbonil gruplarını temsil eder. 1600 ve 1503  $cm^{-1}$ 'deki pikler (C=C) gerilme titreşimlerini gösterir.





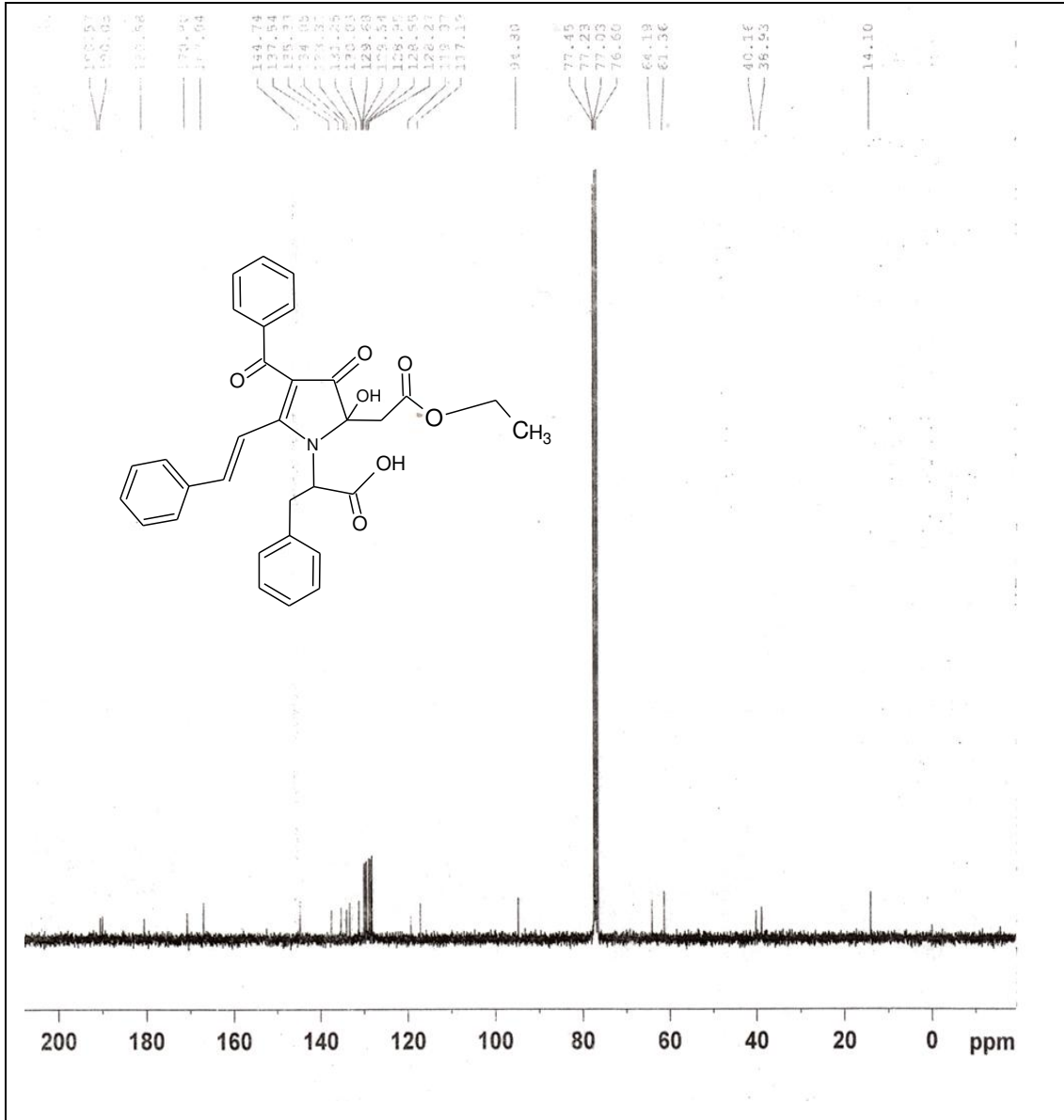
Şekil 3.46. 3p Bileşiğinin IR Spektrumu

Şekil 3.47’de **3p** bileşiğinin  $^1\text{H-NMR}$  Spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde:  $\delta = 1.26$  ppm’deki triplet pik metil protonlarını,  $\delta = 3.31$  ppm (d) ve  $2.20$  ppm (d)’de gözlenen pikler karbonil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 3.42$  ppm (d) ve  $3.39$  ppm (d)’de gözlenen fenil grubuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 4.18$ - $4.17$  ppm’deki kuartet pikler oksijen atomuna bağlı metilen protonlarını,  $\delta = 4.49$  ppm’deki triplet pik asimetrik karbon atomundaki (CH-N) protonu,  $\delta = 7.88$ - $6.92$  ppm’deki multipler pikler aromatik halkadaki protonları ve fenil halkasına bağlı metin (–C-H) protonlarını,  $\delta = 8.40$  ppm’deki geniş pik ise –N-H gurubuna ait protonu simgeler.



**Şekil 3.47. 3p Bileşiğinin  $^1\text{H}$ -NMR Spektrumu**

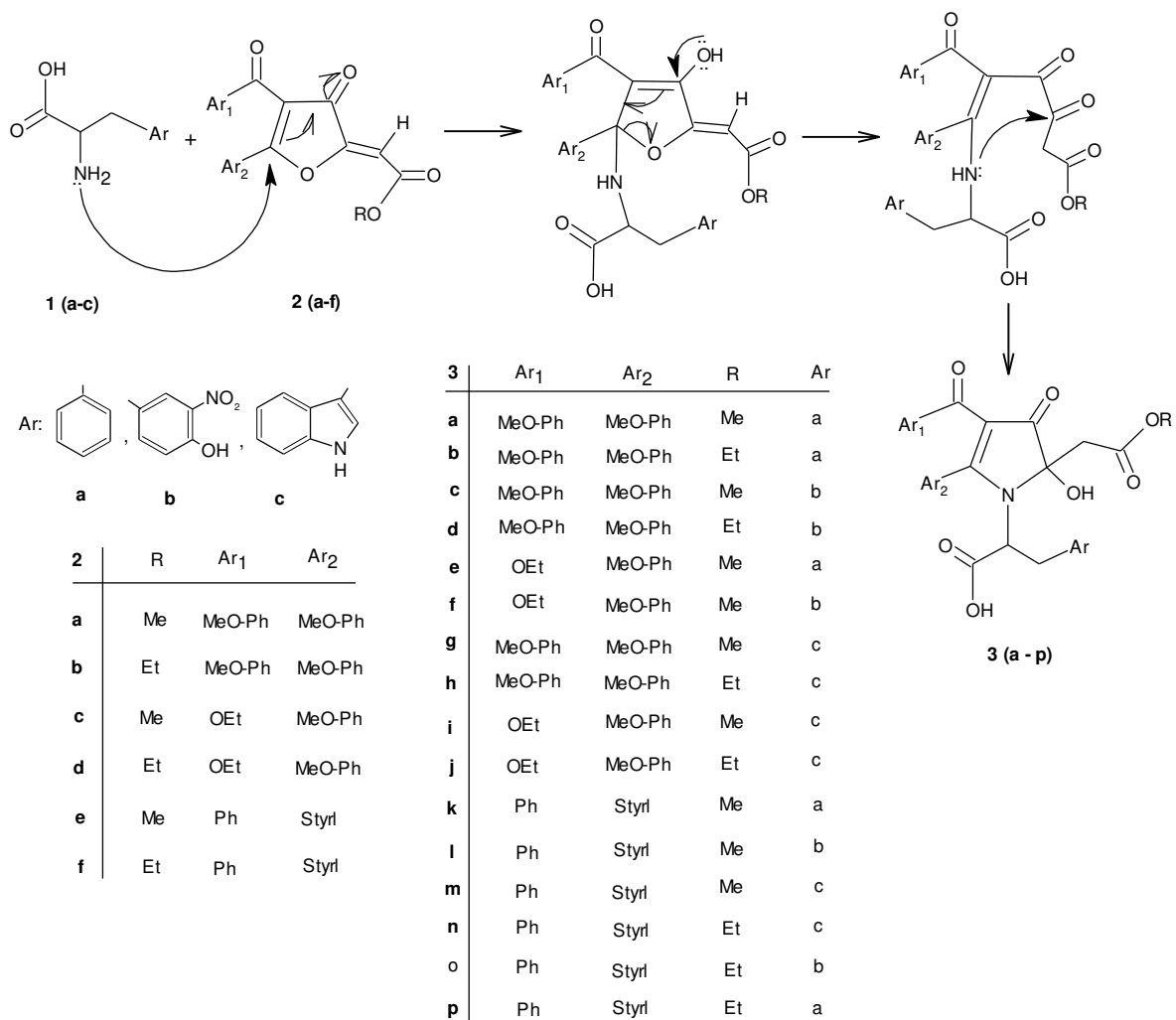
Şekil 3.48’de **3p** bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu verilmiştir. Spektruma göre;  $\delta = 14.10$  ppm’deki pik metil karbonunu,  $\delta = 40.16, 38.93$  ppm’deki pikler metilen karbonlarını,  $\delta = 61.36$  ppm’deki pik oksijen atomuna bağlı metilen karbonunu,  $\delta = 64.19$  ppm’deki pik karboksil grubuna bağlı asimetrik karbon atomunu (N-C),  $\delta = 94.80$  ppm’deki pik hidroksil grubunun bağlı olduğu asimetrik karbon atomunu,  $\delta = 167.04-117.19$  ppm aralığında gözlenen sinyaller aromatik halkadaki karbon (C=C) ve pirrol halkasındaki çifte bağlı karbon atomlarını,  $\delta = 190.57, 190.05, 180.58, 170.80$  ppm’deki pikler ise moleküldeki karbonil karbonlarını simgeler.



Şekil 3.48. **3p** Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

Bu spektrumlar ve elementel analiz veri yorumları sonucunda **3p** bileşiğinin IUPAC adlandırma sistemine göre adı: 2-{4-benzoyl-2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-3-okso-5-[(*E*)-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il}-3-fenilpropanoik asit şeklindedir.

### 3.18. Furan-3-on Türevlerinin 1(a-c) Reaktifleri ile Oluşturduğu Bileşiklerin Reaksiyon Mekanizması



## 4. BULGULAR

Bu araştırmada deneylerin nasıl yapıldığı, deney metotlarının ve sentez edilen yeni bileşiklerin reaksiyon şartlarının nasıl olduğu bundan önceki bölümlerde verildi. Ayrıca deneylerde kullanılan kimyasal maddeler ve yararlanılan alet ve cihazlar belirtildi, spektrum yorumları yapıldı. Bu bölümde ise literatüre kazandırılan yeni bileşiklerin elementel analiz sonuçları, yani yapılarında yer alan C, H ve N yüzde oranlarının hesaplanan ve deneysel olarak bulunan değerleri verildi.

### 4.1. 2-[2-hidroksi-4-(4-metoksi benzoil)-2-(2-metoksi2-okso etil)-5-(4-metoksi fenil)-3-okso2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]-3-fenil propanoik asit (3a)

0.26 g (0.68 mmol) Metil(2*E*)-[4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-oksofuran-2(3*H*)-yliden]asetat alınarak 30 mL metil alkolde ısıtılarak çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.11 g (0.06 mmol) L-fenil alanin ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzüldü ve etil asetat-*n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak krem renkli ürün elde edildi. E.N. = 187 °C, verim % 87.

Molekül Formülü: C<sub>31</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>9</sub>

Molekül Ağırlığı: 559.56 g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 66.54    | 5.22     | 2.50     |
| Bulunan :   | 66.20    | 5.10     | 2.26     |

IR Spektrumu (KBr, cm<sup>-1</sup>): ν= 3284 (OH), 2957-2936 (arom. C-H), 2906-2846 (alif. C-H), 1799, 1738, 1732, 1725 (C=O), 1632, 1603 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>) δ (ppm) = 7.84-6.75 (m, 13H, Ar-H), 4.08, 4.07, 4.05 (t, 1H, CH), 3.81, 3.80, 3.67 (s, 3H, OCH<sub>3</sub>), 3.23, 3.22, 3.20, 3.19 (dd, 2H, -CH<sub>2</sub>-CO), 3.17, 3.16, 1.68, 1.64 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-Ph).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) = 191.20, 188.71, 180.91, 170.96 (C=O), 167.61, 163.70, 163.13, 135.12, 132.09, 131.23, 130.23, 129.91, 129.23, 128.14, 121.28, 120.30, 114.59, 113.56 (Ar-C=C), 94.67 (C-OH), 63.46 (N-C), 55.49, 55.41, 51.94 (-OCH<sub>3</sub>), 39.24, 38.54 (-CH<sub>2</sub>).

#### 4.2. 2-[2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1H-pirrol-1-il]-3-fenilpropanoik asit (3b)

0.41 g (1.00mmol) Etil(2*E*)-[4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-oksofuran-2(3*H*)-yiliden]asetat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.16 (1.00 mmol) L-fenilalanin ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzüldü ve etil asetat-*n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak krem renkli ürün elde edildi. E.N.=110 °C, verim% 94.

Molekül Formülü: C<sub>32</sub>H<sub>31</sub>NO<sub>9</sub>

Molekül Ağırlığı : 573.59 g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 67.01    | 5.45     | 2.44     |
| Bulunan :   | 66.75    | 5.25     | 2.30     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>):ν = 3090 (OH), 2973-2939 (arom. C-H), 2904-2842 (alif. C-H), 1799, 1733, 1723, 1713 (C=O), 1636, 1601 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>) δ (ppm) = 7.87-6.70 (m, 13H, Ar-H), 4.08, 4.07, 4.05 (t, 1H, CH), 4.20, 4.18, 4.17, 4.15 (q, 2H, -OCH<sub>2</sub>), 4.10, 4.08, 4.07, 4.05 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>CO), 3.82, 3.80 (s, 2H, OCH<sub>3</sub>), 3.32, 3.25, 1.83, 1.76 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-Ph), 1.27, 1.25, 1.23 (t, 3H, CH<sub>3</sub>).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) = 191.07, 188.60, 181.15, 170.95 (C=O), 167.03, 163.75, 163.10, 135.15, 132.10, 131.18, 130.21, 130.03, 129.27, 128.06, 121.18,

120.29, 114.57, 113.57 (Ar-C=C), 94.77 (C-OH), 63.46 (N-C), 61.10 (OCH<sub>2</sub>), 55.45, 55.40 (OCH<sub>3</sub>), 39.63, 38.62 (CH<sub>2</sub>), 14.08 (CH<sub>3</sub>).

**4.3. 2-[2-hidroksi-4-(4-metoksi benzol)-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4 metoksi fenil)-3-okso-2,3-dihidro-1H-pirrol-1-il]-3-(4-hidroksi-3-nitrofenil) propanoik asit (3c)**

0.5 g (1.27 mmol) Metil(2*E*)-[4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-oksofuran-2(3*H*)-yliden]asetat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.28 g (1.27 mmol) 3-nitro-L-tirozin ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzöldü ve etil asetat- *n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanak sarı renkli ürün elde edildi. E.N. = 104 °C, verim % 90.

Molekül Formülü: C<sub>31</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>12</sub>

Molekül Ağırlığı : 620.56g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 60.00    | 4.55     | 4.51     |
| Bulunan :   | 59.75    | 4.80     | 4.30     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>):  $\nu$  = 3276 (OH), 2954-2950 (arom. C-H), 2845-2840 (alif. C-H), 1800, 1739, 1713 (C=O), 1631, 1599 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$  (ppm) = 10.61 (b, 1H, OH), 8.01-6.80 (m, 11H, Ar-H), 4.05, 4.04, 4.03 (s, 3H, CH), 3.82 (s, 6H, -OCH<sub>3</sub>), 3.67 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.38, 3.34, 3.24, 3.20 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>CO), 3.23, 3.22, 1.91, 1.87 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-Ph).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  (ppm) = 190.87, 188.48, 180.43, 170.43 (C=O), 167.32, 163.88, 163.31, 154.71, 139.03, 133.52, 132.12, 131.07, 129.70, 127.38, 126.08, 121.15, 120.88, 114.69, 113.66 (Ar-C=C), 94.51 (C-OH), 62.88 (N-C), 55.54, 55.44, 52.29 (OCH<sub>3</sub>), 39.93, 37.56 (CH<sub>2</sub>).

**4.4. 2-[2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1H-pirrol-1-il]-3-(4-hidroksi-3-nitrofenil) propanoik asit (3d)**

0.59 g (1.43 mmol) Etil(2*E*)-[4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-oksofuran-2(3*H*)-yliden]asetat alınarak 30 ml metanolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.32 g(1.43 mmol) 3-nitro-L-tirozin ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzöldü ve etil asetat-*n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografizi uygulanarak krem renkli ürün elde edildi. E.N = 120 °C, verim % 86.

Molekül Formülü: C<sub>32</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>12</sub>

Molekül Ağırlığı : 634.57 g/mol

Bileşen % :            C            H            N

Hesaplanan:            60.57      4.77      4.41

Bulunan :            60.35      4.50      4.20

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>):  $\nu$  = 3175 (OH), 2942-2938 (arom. C-H), 2850-2842 (alif. C-H), 1800, 1740, 1714 (C=O), 1631, 1599 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$  (ppm) = 10.62 (b, 1H, OH), 8.09-6.75 (m, 11H, Ar-H), 4.22, 4.21, 4.20 (s, 3H, CH), 4.07, 4.05, 4.04, 4.02 (q, 2H, -OCH<sub>2</sub>), 4.09, 4.06, 4.02, 4.01 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>CO), 3.90, 3.88, 2.03, 1.99 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-Ph), 1.24, 1.22, 1.20 (t, 3H, CH<sub>3</sub>).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  (ppm) = 190.79, 188.39, 180.83, 170.46 (C=O), 166.83, 163.91, 163.30, 154.69, 139.06, 133.53, 132.48, 132.14, 131.42, 131.03, 129.78, 129.08, 127.44, 126.06, 121.08, 121.04, 120.77, 114.66, 114.25, 113.94, 113.85, 113.65 (Ar-C=C), 94.61 (C-OH), 62.85 (N-C), 61.68 (OCH<sub>2</sub>), 55.54, 55.46, (OCH<sub>3</sub>), 40.24, 37.62 (CH<sub>2</sub>), 14.01 (CH<sub>3</sub>).



**4.5. 2-[4-(etoksikarbonil)-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]-3-penilpropanoik asit (3e)**

0.33 g (1.00 mmol) Etil(5*E*)-5-(2-metoksi-2-oksoetildien)-2-(4-metoksifenil)-4-okso-4,5-dihidrofuran-3-karboksilat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.16 g (1.00 mmol) L-fenilalanin ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 geve oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzüldü ve etil asetan- *n*-hekzan (3:1) oranında kolon kromatografisi uygulanarak sarı renkli ürün elde edildi. E.N. = 97 °C, verim % 91.

Molekül Formülü: C<sub>26</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>9</sub>

Molekül Ağırlığı: 497.50 g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 62.77    | 5.47     | 2.82     |
| Bulunan :   | 62.50    | 5.30     | 2.60     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>): ν= 3070 (OH), 2977-2938 (arom. C-H), 2909-2845 (alif. C-H), 1799, 1737, 1734, 1712 (C=O), 1637, 1603 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>) δ (ppm)= 8.11 (b, 1H, OH), 7.39-6.88 (m, 9H, Ar-H), 4.22, 4.20, 4.19, 4.18 (q, 2H, OCH<sub>2</sub>), 4.00, 3.99, 3.98 (t, 1H, CH), 3.89, 3.65 (s, 6H, OCH<sub>3</sub>), 3.34, 3.26, 3.22, 3.16 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>CO), 3.13, 3.09, 1.77, 1.73 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-Ph), 1.22, 1.21, 1.20 (t, 3H, CH<sub>3</sub>).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm)= 190.20, 184.60, 170.90, 170.56 (C=O), 167.31, 163.30, 162.23, 134.93, 131.46, 130.11, 129.22, 128.10, 120.91, 114.16, 111.34 (Ar-C=C), 94.21 (C-OH), 63.20 (N-C), 60.67 (OCH<sub>2</sub>), 55.55, 51.96, (OCH<sub>3</sub>), 39.51, 38.48 (CH<sub>2</sub>), 14.07 (CH<sub>3</sub>).

**4.6. 2-[4-(etoksikarbonil)-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1H-pirrol-1-il]-3-(4-hidroksi-3-nitrofenil) propanoik asit (3f)**

0.33 g (1.00 mmol) Etil(5*E*)-5-(2-metoksi-2-oksoetildien)-2-(4-metoksifenil)-4-okso-4,5-dihidrofuran-3-karboksilat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.22 g(1.00 mmol) 3-nitro-L-tirozin ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzüldü ve etil asetat- *n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak sarı renkli ürün elde edildi. E.N. = 87 °C, verim % 86.

Molekül Formülü: C<sub>26</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>12</sub>

Molekül Ağırlığı : 558.50 g/mol

Bileşen % :            C            H            N

Hesaplanan:            55.91            4.69            5.02

Bulunan :            55.70            4.90            4.75

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>):  $\nu$  = 3293 (OH), 2981-2937 (arom. C-H), 2903-2847 (alif. C-H), 1801, 1738, 1732, 1715 (C=O), 1630, 1604 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$  (ppm) = 10.58 (b, 1H, OH), 7.88-6.93 (m, 7H, Ar-H), 4.22, 4.21, 4.20, 4.19 (q, 2H, OCH<sub>2</sub>), 3.98, 3.96, 3.95 (t, 1H, CH), 3.90, 3.65 (s, 6H, OCH<sub>3</sub>), 3.38, 3.33, 2.09, 2.05 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>CO), 3.20, 3.17, 3.16, 3.14 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-Ph), 1.23, 1.21, 1.19 (t, 3H, CH<sub>3</sub>).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  (ppm) = 189.84, 184.22, 170.03, 167.15 (C=O), 163.46, 161.96, 154.65, 138.87, 133.54, 132.27, 131.21, 127.29, 125.88, 121.00, 120.85, 114.23, 113.89, 111.99 (Ar-C=C), 94.04 (C-OH), 62.57 (N-C), 60.82 (OCH<sub>2</sub>), 55.59, 52.30, (OCH<sub>3</sub>), 40.09, 37.56 (CH<sub>2</sub>), 14.13 (CH<sub>3</sub>).

**4.7. 3-(2,3-dihidro-1*H*-indol-3-il)-2-[2-hidroksi-4-(4-metoksi benzoill)-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il] propanoik asit (3g)**

0.40 g (1.00 mmol) etil(2*E*)-[4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]-2-(2,3-dihidro-1*H*-indol-3-il)-2-yliden]asetat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.20 g (1.00) L-Triptofan ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzöldü ve etil asetat- *n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak krem renkli ürün elde edildi. E.N. =168 °C, verim % 59.

Molekül Formülü: C<sub>33</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>

Molekül Ağırlığı: 598.60g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 66,21    | 5,05     | 4,68     |
| Bulunan :   | 65,75    | 5,15     | 4,50     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>):  $\nu$  = 3359 (OH), 2960-2952 (arom. C-H), 2845-2841 (alif. C-H), 1800, 1736, 1713 (C=O), 1637, 1599 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$  (ppm) = 8.57 (b, 1H, OH), 7.93-6.57 (m, 13H, Ar-H), 4.16, 4.15, 4.13 (t, 1H, CH), 3.81, 3.74, 3.46 (s, 9H, OCH<sub>3</sub>), 3.42, 3.40, 3.23, 3.19 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-indol), 3.23, 3.19, 1.87, 1.83 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>CO).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  (ppm) = 191.35, 188.85, 181.24, 171.50 (C=O), 167.39, 163.72, 163.08, 136.09, 132.12, 131.19, 130.00, 129.96, 127.40, 124.15, 122.67, 121.11, 120.14, 119.92, 118.70, 114.38, 113.57, 111.68, 109.38 (Ar-C=C), 94.69 (C-OH), 63.12 (N-C), 55.41, 51.96, 51.94, (OCH<sub>3</sub>), 39.55, 28.63 (CH<sub>2</sub>).

**4.8. 3-(2,3-dihidro-1H-indol-3-il)-2-[2-(2-etoksi-2-okso etil)-2-hidroksi-4-(4-metoksi benzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1H-pirrol-1-il] propanoik asit (3h)**

0.37 g (0.91 mmol) Etil(2*E*)-[4-(4-metoksibenzoil)-5-(4-metoksifenil)-3-oksofuran-2(3*H*)-yliden]asetat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözündü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.18 g (0.91 mmol) L-Triptofan ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzöldü ve etil asetat- *n*-hekzan(3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak krem renkli ürün elde edildi. E.N=145<sup>0</sup>C, verim % 70.

Molekül Formülü: C<sub>34</sub>H<sub>32</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>

Molekül Ağırlığı : 612.62 g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 66.66    | 5.26     | 4.57     |
| Bulunan :   | 66.25    | 5.40     | 4.40     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>):  $\nu$  = 3359 (OH), 3010-2935 (arom. C-H), 2848-2842 (alif. C-H), 1799, 1731, 1712 (C=O), 1638, 1599 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$  (ppm) = 11.17 (b, 1H, OH), 7.93-6.57 (m, 13H, Ar-H), 4.16, 4.15, 4.13 (t, 1H, CH), 4.04, 4.01, 3.95, 3.93 (q, 2H, OCH<sub>2</sub>), 3.76, 3.68 (s, 6H, OCH<sub>3</sub>), 3.35, 3.33, 3.32, 3.31 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-indol), 3.14, 3.10, 2.43, 2.38 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>CO).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  (ppm) = 191.25, 188.77, 181.70, 171.50 (C=O), 166.90, 163.77, 163.06, 136.16, 132.15, 131.13, 130.04, 127.36, 124.30, 122.65, 120.86, 120.10, 119.76, 118.63, 114.32, 113.59, 111.68, 109.26 (Ar-C=C), 94.81 (C-OH), 62.87 (N-C), 61.17 (OCH<sub>2</sub>), 55.44, 55.41 (OCH<sub>3</sub>), 39.99, 28.75 (CH<sub>2</sub>), 13.95 (CH<sub>3</sub>).

**4.9. 3-(2,3-dihidro-1*H*-indol-3-il)-2-[4-(etoksikarbonil)-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-5-(4-metoksifenil)-3-okso-2,3-dihidro-1*H*-pirol-1-il]propanoik asit(3i)**

0.65 g (1.96 mmol) Etil(5*E*)-5-(2-metoksi-2-oksoetildien)-2-(4-metoksifenil)-4-okso-4,5-dihidrofuran-3-karboksilat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.4 g (1.96 mmol) L-Triptofan ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzüldü ve etil asetat- *n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak pembe renkli ürün elde edildi. E.N. = 195 °C, verim % 50.

Molekül Formülü: C<sub>28</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>

Molekül Ağırlığı : 536.53 g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 62.68    | 5.26     | 5.22     |
| Bulunan :   | 62.65    | 5.40     | 4.95     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>):  $\nu$  = 3333 (OH), 2980-2934 (arom. C-H), 2847-2842 (alif. C-H), 1807, 1730, 1680 (C=O), 1601, 1577 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$  (ppm) = 8.37 (b, 1H, OH), 7.52-6.71 (m, 9H, Ar-H), 4.22, 4.21, 4.19, 4.17 (q, 2H, OCH<sub>2</sub>), 4.09, 4.07, 4.06 (t, 1H, CH), 3.82, 3.45 (s, 6H, OCH<sub>3</sub>), 3.37, 3.35, 3.34, 3.32 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-indol), 3.25, 3.21, 1.91, 1.87 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>CO), 1.21, 1.20, 1.18 (t, 3H, CH<sub>3</sub>).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  (ppm) = 190.37, 184.66, 171.08, 167.22 (C=O), 163.26, 162.34, 136.07, 131.38, 127.30, 124.02, 122.76, 120.81, 120.17, 118.64, 113.95, 111.60, 111.00, 109.32, (Ar-C=C), 94.23 (C-OH), 62.73 (N-C), 60.63 (OCH<sub>2</sub>), 55.49, 51.97 (OCH<sub>3</sub>), 39.78, 28.54 (CH<sub>2</sub>), 14.07 (CH<sub>3</sub>).

**4.10. 3-(2,3-dihidro-1*H*-indol-3-il)-2-[4-(etoksikarbonil)-2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-5-(4-metoksifenil)-3-oxo-2,3-dihidro-1*H*-pirrol-1-il]propanoik asit(3j)**

0.5 g (1.45 mmol) Etil(5*E*)-5-(2-etoksi-2-oksoetildien)-2-(4-metoksifenil)-4-okso-4,5-dihidrofuran-3-karboksilat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.29 g (1.45 mmol) L-Triptofan ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzöldü ve etil asetat- *n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak pembe renkli ürün elde edildi. E.N. = 120 °C, verim % 85.

Molekül Formülü: C<sub>29</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>

Molekül Ağırlığı : 555.55g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 63.27    | 5.49     | 5.09     |
| Bulunan :   | 62.90    | 5.60     | 5.30     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>):  $\nu$  = 3351 (OH), 2981-2937 (arom. C-H), 2844-2841 (alif. C-H), 1800, 1732, 1701 (C=O), 1604, 1579 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$  (ppm) = 8.52 (b, 1H, OH), 7.48-6.57 (m, 9H, Ar-H), 4.20, 4.19, 4.18, 4.17 (q, 2H, OCH<sub>2</sub>), 4.10, 4.08, 4.07, 4.05 (q, 2H, OCH<sub>2</sub>), 3.87, 3.85, 3.83 (t, 1H, CH), 3.77 (s, 1H, OCH<sub>3</sub>), 3.42, 3.41, 3.37, 3.33 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-indol), 3.30, 3.28, 2.15, 2.11 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-CO), 1.19, 1.18, 1.16, 1.09, 1.08, 1.06 (t, 6H, CH<sub>3</sub>).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  (ppm) = 190.34, 184.47, 171.01, 166.66 (C=O), 163.21, 162.40, 136.18, 131.23, 127.26, 124.24, 122.70, 120.53, 120.09, 118.54, 113.86, 111.61, 110.88, 109.15, (Ar-C=C), 94.29 (C-OH), 62.39 (N-C), 61.21, 60.61 (OCH<sub>2</sub>), 55.45, (OCH<sub>3</sub>), 40.38, 28.72 (CH<sub>2</sub>), 14.07, 13.80 (CH<sub>3</sub>).

**4.11. 2-{4-benzoil-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-3-okso-5-[(E)-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1H-pirrol-1-il}-3-fenilpropanoik asit (3k)**

0.22 g (0.61 mmol) metil (2E)-[4-benzoil-3okso-5-[E-2-fenilvinil]furan-2(3H)-yiliden] asetat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.1 g (0.61 mmol) L-Fenilalanin ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzüldü ve etil asetat- *n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak sarı renkli ürün elde edildi. E.N. = 137°C; verim % 66.

Molekül Formülü: C<sub>31</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>7</sub>

Molekül Ağırlığı : 525.55g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 70.85    | 5.18     | 2.67     |
| Bulunan:    | 70.60    | 5.40     | 2.45     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>):  $\nu$  = 3200 (OH), 3033-3030 (arom. C-H), 3000-3005 (alif. C-H), 1737, 1687 (C=O), 1628(C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$  (ppm) = 7.87-6.85 (m, 17H, Ar-H ve -CH=CH-Ph), 4.49, 4.48, 4.46 (t, 1H, CH), 3.71 (s, 3H, OCH<sub>3</sub>), 3.40, 3.39, 3.37, 3.35 (dd, 2H, -CH<sub>2</sub>-Ph), 3.32, 3.30, 2.12, 2.07 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-CO).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  (ppm) = 190.61, 190.06, 180.49, 170.76 (C=O), 167.58 (C-stiril), 144.88, 137.53, 135.31, 134.03, 133.32, 131.25, 130.02, 129.65, 128.96, 128.53, 128.28, 128.24, 119.32, 117.14 (Ar-C=C, HC=CH), 94.69 (C-OH), 64.16 (N-C), 52.15 (OCH<sub>3</sub>), 39.82, 38.88 (CH<sub>2</sub>).

**4.12. 2-{4-benzoil-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-3-okso-5-[(E)-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1H-pirrol-1-il}-3-(4-hidroksi-3-nitro fenil) propanoik asit (3l)**

0.23 g (0.65 mmol) metil (2E)-[4-benzoil-3okso-5-[E-2-fenilvinil]furan-2(3H)-yiliden] asetat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.14 g (0.65 mmol) 3-Nitro-L-Trozin ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzüldü ve etil asetat- *n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak sarı renkli ürün elde edildi. E.N. = 220 °C, verim % 45.

Molekül Formülü: C<sub>31</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>10</sub>

Molekül Ağırlığı : 586.54 g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 63.48    | 4.47     | 4.78     |
| Bulunan :   | 63.25    | 5.10     | 4.52     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>): ν = 3250 (OH), 1737, 1687 (C=O), 1628 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>) δ (ppm) = 10.61 (s, 1H, OH), 8.09-6.98 (m, 15H, Ar-H ve -CH=CH-Ph), 4.46, 4.45, 4.43 (t, 3H, CH), 3.71 (s, 3H, OCH<sub>3</sub>), 3.45, 3.44, 3.41, 3.40 (dd, 2H, -CH<sub>2</sub>-Ph), 3.39, 3.38, 2.19, 2.15 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-CO).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) = 190.28, 189.86, 180.12, 170.21 (C=O), 167.35 (C-stiril), 154.78, 144.75, 138.75, 137.29, 133.83, 133.64, 133.53, 131.54, 129.67, 129.19, 128.35, 127.40, 125.97, 121.38, 119.85, 117.17 (Ar-C=C, HC=CH), 94.60 (C-OH), 63.60 (N-C), 52.46 (OCH<sub>3</sub>), 40.26, 3.85 (CH<sub>2</sub>).



**4.13. 2-{4-benzoil-2-hidroksi-2-(2-metoksi-2-oksoetil)-3-okso-5-[(E)-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1H-pirrol-1-il}-3-(1H-indol-3-il)propanoik asit (3m)**

0.33 g (0.93 mmol) metil (2E)-[4-benzoil-3okso-5-[E-2-fenilvinil]furan-2(3H)-yiliden] asetat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.19 g (0.93 mmol) L-Triptofan ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzöldü ve etil asetat- *n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak sarı renkli ürün elde edildi. E.N. = 173 °C, verim % 42.

Molekül Formülü: C<sub>33</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>7</sub>

Molekül Ağırlığı : 564,58 g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 70.20    | 5.00     | 4.96     |
| Bulunan :   | 70.50    | 5.25     | 4.80     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>): ν = 3230 (OH), 1715, 1637 (C=O), 1579 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>) δ (ppm) = 8.45 (s, 1H, NH), 7.87-6.89 (m, 17H, Ar-H ve -CH=CH-Ph), 4.59, 4.58, 4.57 (t, 1H, CH), 3.68, 3.65, 3.48, 3.46 (dd, 2H, -CH<sub>2</sub>-Ph), 3.55 (s, 3H, OCH<sub>3</sub>), 3.36, 3.32, 2.23, 2.19 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-CO).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) = 190.75, 190.22, 180.50, 171.23 (C=O), 167.47 (C-stiril), 145.24, 137.62, 136.21, 134.00, 133.28, 131.09, 129.64, 128.90, 128.35, 128.26, 127.03, 124.26, 122.92, 120.56, 119.00, 118.52, 116.92, 111.88, 109.31 (Ar-C=C, HC=CH), 94.69 (C-OH), 63.67 (N-C), 52.15 (OCH<sub>3</sub>), 40.10, 28.88 (CH<sub>2</sub>).

**4.14. 2-{4-benzoil-2-(2-etoksi-2-oksoetill)-2-hidroksi-3-okso-5-[(E)-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1H-pirol-1-il}-3-(1H-indol-3-il)propanoik asit (3n)**

0.21 g (0.56 mmol) etil (2E)-[4-benzoil-3okso-5-[E-2-fenilvinil]furan-2(3H)-yiliden] asetat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında ve 0.11 g (0.56 mmol) L-Triptofan ilavesi ile 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter-petrol eterine alındı ve 1 gece o da şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzüldü ve etil asetat- *n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak sarı renkli ürün elde edildi. E.N. = 192 °C, verim %67.

Molekül Formülü: C<sub>34</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>7</sub>

Molekül Ağırlığı : 578.61 g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 70.58    | 5.23     | 4.84     |
| Bulunan :   | 70.35    | 5.05     | 4.95     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>): ν = 3175 (OH), 3059, 3028 (arom. C-H), 3005, 2951 (alif. C-H), 1739, 1690 (C=O), 1627 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>) δ (ppm) = 8.40 (s, 1H, NH), 7.86-6.79 (m, 17H, Ar-H ve -CH=CH-Ph), no detection (OH), 4.60, 4.59, 4.58 (t, 1H, CH), 4.17, 4.16, 4.14, 4.13 (q, 2H, OCH<sub>2</sub>), 3.98, 3.97, 3.95, 3.94 (dd, 2H, -CH<sub>2</sub>-indol), 3.65, 3.45, 2.41, 2.37 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-CO), 1.18, 1.16, 1.14 (t, 3H, CH<sub>3</sub>).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) = 190.60, 190.16, 180.49, 171.20 (C=O), 166.95 (C-stiril), 145.10, 137.63, 136.25, 134.00, 133.28, 131.02, 129.65, 128.84, 128.32, 128.24, 126.97, 124.38, 122.96, 120.61, 119.01, 118.48, 116.86, 111.85, 109.31, (Ar-C=C, HC=CH), 94.76 (C-OH), 63.44 (N-C), 61.37 (OCH<sub>2</sub>), 40.56, 28.96 (CH<sub>2</sub>), 13.97 (CH<sub>3</sub>).

**4.15. 2-{4-benzoil-2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-3-okso-5-[(E)-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1H-pirrol-1-il}-3-(4-hidroksi-3-nitrofenil)propanoik asit (3o)**

0.28 g (0.75 mmol) etil (2E)-[4-benzoil-3okso-5-[E-2-fenilvinil]furan-2(3H)-yliden] asetat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında kaynatıldı ve 0.17 g (0.75 mmol) 3-Nitro-L-Trozin ilave edilerek 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter- petrol eterine alındı ve 1 gece oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzöldü ve etil asetat- *n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak sarı renkli ürün elde edildi. E.N. = 165 °C, verim % 91.

Molekül Formülü: C<sub>32</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>10</sub>

Molekül Ağırlığı : 600.57 g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 64.00    | 4.70     | 4.66     |
| Bulunan :   | 63.75    | 4.50     | 4.40     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>): ν = 3150 (OH), 3055, 3028 (arom. C-H), 3005, 2952 (alif. C-H), 1736, 1700, 1690 (C=O), 1627, 1620 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>) δ (ppm) = 10.61 (s, 1H, OH), 8.10-6.96 (m, 17H, Ar-H ve -CH=CH-Ph), 4.47, 4.45, 4.44 (t, 1H, CH), 4.25, 4.24, 4.14, 4.12 (q, 2H, OCH<sub>2</sub>), 3.49, 3.48, 3.46, 3.44 (dd, 2H, -CH<sub>2</sub>-Ph), 3.99, 3.76, 2.32, 2.26 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-CO), 1.26, 1.24, 1.21 (t, 3H, CH<sub>3</sub>).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ (ppm) = 190.60, 190.16, 180.49, 171.20 (C=O), 166.95-154.78, 144.58, 138.81, 137.30, 133.84, 133.67, 133.54, 131.55, 129.69, 129.20, 128.34, 128.32, 127.46, 125.94, 121.35, 119.83, 117.27 (Ar-C=C, HC=CH), 94.69 (C-OH), 63.59 (N-C), 61.81 (OCH<sub>2</sub>), 40.60, 37.91 (CH<sub>2</sub>), 14.03 (CH<sub>3</sub>).

**4.16. 2-{4-benzoil-2-(2-etoksi-2-oksoetil)-2-hidroksi-3-okso-5-[(E)-2-fenilvinil]-2,3-dihidro-1H-pirrol-1-il}-3-fenillpropanoik asit (3p)**

0.40 g (1.00 mmol) etil (2E)-[4-benzoil-3okso-5-[E-2-fenilvinil]furan-2(3H)-yiliden] asetat alınarak 30 ml metil alkolde sıcakta çözüldü. Üzerine 3-4 damla piridin ilave edilerek geri soğutucu altında kaynatıldı ve 0.17 g (1.00 mmol) L-Fenilalanin ilave edilerek 5 saat kaynatıldı. Bu süre sonunda çözücü dönel buharlaştırıcıdan uzaklaştırıldı. Ele geçen yağimsı ürün mutlak eter- petrol eterine alındı ve 1 gece oda şartlarında magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Ham ürün süzöldü ve etil asetat- *n*-hekzan (3:1) karışımında kolon kromatografisi uygulanarak sarı renkli ürün elde edildi. E.N. = 90 °C, verim % 91.

Molekül Formülü: C<sub>32</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>7</sub>

Molekül Ağırlığı : 539.57g/mol

|             |          |          |          |
|-------------|----------|----------|----------|
| Bileşen % : | <u>C</u> | <u>H</u> | <u>N</u> |
| Hesaplanan: | 71.23    | 5.42     | 2.60     |
| Bulunan :   | 71.45    | 5.20     | 2.35     |

IR (KBr, cm<sup>-1</sup>):  $\nu$  = 3356 (OH), 3040, 3000 (arom. C-H), 2920, 2800 (alif. C-H), 1798, 1739, 1712 (C=O), 1624, 1600 (C=C).

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$  (ppm) = 8.40 (b, 1H, OH), 7.88-6.92 (m, 17H, Ar-H ve -CH=CH-Ph), 4.51, 4.49, 4.47 (t, 1H, CH), 4.19, 4.18, 4.17, 4.16 (q, 2H, OCH<sub>2</sub>), 3.43, 3.41, 3.40, 3.37 (dd, 2H, -CH<sub>2</sub>-Ph), 3.32, 3.29, 2.22, 2.17 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-CO), 1.28, 1.26, 1.24 (t, 3H, CH<sub>3</sub>).

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  (ppm) = 190.57, 190.05, 180.58, 170.80 (C=O), 167.07-144.74, 137.54, 135.33, 134.05, 133.36, 131.25, 130.03, 129.68, 129.54, 128.95, 128.55, 128.28, 119.37, 117.18 (Ar-C=C, HC=CH), 94.80 (C-OH), 64.19 (N-C), 61.36 (OCH<sub>2</sub>), 40.16, 38.93 (CH<sub>2</sub>), 14.10 (CH<sub>3</sub>).

## 5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Literatür incelendiğinde daha önce yapılan kinoksalin bileşiklerinin sentez çalışmaları bize yol göstermiştir. Bu çerçevede, bir seri denemeden sonra optimum şartlar sağlanarak yeni kinoksalin bileşikleri sentez edilme yoluna gidilmiştir.

Furan-3-on bileşiklerinin aminoasit türevleri (L-Fenilalanin, 3-Nitro-L-Trozin, L-Triptofan) ile reksiyonları sonucu yeni pirrol-3-on türevleri elde edildi. Bileşiklerin oluşum mekanizması, amino asitlerin amino grubunun furan-2-on bileşiklerindeki 5 nolu karbon atomuna (Michael Katılması) nükleofilik atağı ile başlar. Daha sonra halka açılıp yeniden halka kapanması sonucu ile pirrol-3-on bileşikleri elde edilir. Bu bileşiklerin  $^1\text{H}$ -NMR spektrumları incelendiğinde, molekülde bulunan asimetrik karbon atomlarına bağlı metilen gruplarındaki protonlar birbirleri ile etkileşerek dubletin dubleti (dd) şeklinde sinyal verdikleri görülmektedir.  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumları incelendiğinde ise asimetrik karbon atomlarına ait sinyallerin sayısal değerlerinin bütün bileşikler için benzer değerler olduğu görülmektedir. Ayrıca stiril grubu bağlı olan bileşiklere ait  $^{13}\text{C}$ -NMR spekturumlarında  $-\text{C}=\text{C}$  karbonlarının spektrum içinde aromatik bölgeye kaydıkları görülmüştür. Elde edilen tüm bileşiklerin deneysel sonuçları spektroskopik verilerle uyumlu olduğu deneysel bölümde görülmektedir.

## KAYNAKLAR

1. Üngören, Ş.H., Saçmacı, M., Akçamur, Y., Synthesis of New 2,3-Dihydrofuran-3-one Derivative and its Reactions with Some Primary Amines, *J. Heterocyclic Chem.*, 41, 151-155, 2004.
2. Saçmacı, M., Bölükbaşı, H., Şahin, E., Reactions of Some Furan-3-ones with 2,3-Diaminopyridine and its Derivatives, *Bull. Korean Chem. Soc.*, 33, 90-94, 2012
3. Koca, İ., Saçmacı, M., Yılmaz, F., Üngören, Ş.H., Synthesis and Structural Characterization of Pyrrole Heterocyclic Systems Bearing Amino Acid Units: Novel Pyrrol-3-ones, Pyrrolo[1,2- $\alpha$ ][3,1] benzoxazines, and Pyrrolo[2,1- $b$ ][1,3]oxazoles, *J. Heterocyclic Chem.*, 2012 baskıda
4. Saçmacı, M., Üngören, Ş.H., Akçamur, Y., Arıcı, C., Ülkü, D., 2,4,5-Substituted Furan-3(2H)-ones: Synthesis, Reactions with Amino Acid and Hydrazine Derivates, *Heteroatom Chem.*, 16, 235-241, 2005.
5. Saçmacı, M., Üngören, Ş.H., Akçamur, Y., Preparation and Characterization of Novel Pyrrol-3-ones Attached to  $\alpha/\beta$ -Amino Acids Esters and Amides, *Amino Acids*, 31(4), 397-401, 2006.
6. Wiesener, K., Beckert, R. Mayer, R., Oxalylchlorid und dessen Aquivalente als C2 Synthesebausteine für Heterocyclen, *wiss. Z. Techn. Uni. Dresden*, 36, 87-96, 1987.
7. Ziegler, E., Eder, M., Belegatis, C., Prewedourakis, E., Synthesen von Heterocyclen 103. Mitt: Über Reaktionen mit Oxalylchlorid, *Monatsh. Chem.*, 98, 2249-2251, 1967.
8. Kollenz, G., Ziegler, E., Eder, M., Prewedourakis, E., 149. Mitt: Über Reaktionen mit Cyclischen Oxalylverbindungen, *Monatsh. Chem.*, 101, 1597-1605, 1970.
9. Kollenz, G., Über Reaktionen mit Cyclischen Oxalylverbindungen, *Monatsh. Chem.*, 103, 947-950, 1972.
10. He-Xi C. and Kollenz, G., 4-Benzoyl-5-phenyl-1,3-oxathiol-2-on. Synthesis and Reaction with *N*-Nucleophiles, *J. Heterocyclic Chem.*, 30, 501-504, 1993.
11. Saalfrank, R.W., Lutz, T., Hörner, B., Gündel, J., Peters, K., Schnering, H.G., Vielseitige Synthese von 2,3-Dioxo-2,3-Dihydrofuranen und Alkylidenbutenoliden Kristall- und Molekül Struktur von 5-(4-Chlorphenyl)-

- 4-methoxycarbonyl-2,3-dioxo-2,3-Dihydrofuran, Chem. Ber., 2289-2295, 1991.
12. Yıldırım, İ., Koca, İ., Synthesis, Characterization and Some Reactions of Novel 4-aryl-5-aryl-2,3-dihydro-2,3-furandiones, Kuwait J. Sci. Eng., 32/1, 49-60, 2005.
  13. Koca, İ., Yeni 2,3-Furandion Türevi Bileşiklerin Sentezi ve Çeşitli Nükleofillerle Reaksiyonları, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2003.
  14. Hökelek, T., et al., "4-(4-Methoxy benzoyl)-5-(4-methoxyphenyl)-2,3-dihydro-2,3-furandione", Acta Cryst., E58, 30-32, 2002.
  15. Bosshard, P., Eugster, C.H., The Development of the Chemistry of Furans, Academic Press, Newyork, 7, 377, 1966.
  16. Allen, C.F., Abell, R.D., Nomington, J.B., Org.Synth.Coll., Vol.I, 78-205, 1956
  17. Yıldırım, İ., et al., Theoretical Investigations on the Mechanism of Interaction of 4-formyl furan-2,3-dion and urea, J. Mol. Struc.-Theochem, 334, 165-171, 1995.
  18. Yıldırım, İ., et al., Quantum-Chemical Investigations on the Functionalized 1*H*-Pyrimidines, Turk J Chem., 20, 27-32, 1996.
  19. Yıldırım İ., İlhan, İ. Ö., Functionalization and Cyclization Reactions of Various Acetanilides with 4-Benzoyl-5-phenyl-2,3-furandion. Experimental and Theoretical Investigations, J Heterocyclic Chem., 34(4), 1047-1051, 1997.
  20. İlhan, İ.Ö., et al., Reactions of cyclic oxalyl compounds, Reaction of Some Furan-2,3-diones with various Hydrazine derivates, Asian J. Chem., 15, 1373-1379, 2003.
  21. Yıldırım, İ., Koca, İ., 4-(4-Methylbenzoyl)-5-(4-methylphenyl)furan-2,3-dione. Synthesis, Thermolysis and Reactions with Aromatic Amines and Diamines, Asian J. Chem., 16/2, 899-909, 2004.
  22. Yıldırım, İ., Kandemirli, F., Demir, E., Experimental and Theoretical Studies on the Functionalization Reactions of 4-benzoyl-1,5-diphenyl-1*H*-pyrazole-3-carboxylic acid and -acid chloride with 2,3-diaminopyridine, Molecules, 10, 559-571, 2005.
  23. Winter, H.W, Doktora Çalışması, Dissertation Universitat, Marburg, 1980.

24. Wentrup, C., et al., A.G., Acyl- and Thioacyl-ketenes: Synthesis of 3-Benzoyl-4-phenylthiet-2-one, *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 23, 800-802, 1984.
25. Wentrup, C., Kollenz, G.,  $^{13}\text{C}$ - and  $^{17}\text{O}$ -labeling of Novel Rearrangements with Five-membered 2,3-dioxo-heterocycles, *Synthesis and Applications of Isotopically Labeled Compounds, Proceedings of the Second International Symposium, Kansas City, MO, U.S.A.*, 515-516, 1985.
26. Kollenz, G., Akçamur, Y., Cycloadditionen Nach Thermolyse Heterocyclischer Fünfring-dionen, *İstanbul Üniv. Fen-Fak. Mec.*, Seri C, 46, 59-74, 1981.
27. Dinçer, M., et al., 3,5-Bis(4-methylbenzoyl)-2,6-bis(4-methylphenyl)-4*H*-pyran-4-one, *Acta Cryst.*, E60, o207-o209, 2004.
28. Wentrup, C., Heilmayer, W., Kollenz, G.,  $\alpha$ -Oxoketenes-Preparation and Chemistry, *Synthesis*, 1219-1248, 1994.
29. Kollenz, G., et al., On the Chemistry of Stable  $\alpha$ -Oxoketenes, *Croat. Chem. Acta*, 815-823, 2001.
30. Stadler, A., Zangger, K., Belaj, F., Kollenz, G., Neat Carbomethoxypivaloyl-ketene-preparation and Chemical Reactivity, *Tetrahedron*, 57, 6757-6763, 2001.
31. Tidwell, T.T., Ketenes, Chap 4.6.1., 227-254, John Wiley & Sons, Inc., NY, 1995.
32. Capuano, L., Drescher, S., Huch, V., Reaction of 2-Diazo-1,3-Diketones with 1,3-Ambident Nucleophilic Phosphorus Ylides: A New Synthesis of Monohetero-atomic Five and Six Membered Rings, *Liebigs Ann. Chem.*, 331-334, 1991.
33. Cossy, J., Belotti, D., Thellend, A., Pete, J.P., A Very Simple Synthesis of  $\alpha$ -Substituted  $\beta$ -ketoamides, *Synthesis*, 720-721, 1988.
34. Kaneko, C., Sato, M., Sakaki, J., Abe, Y., 1,3-Dioxin-4-ones as Versatile Intermediates for Organic Synthesis, *J. Heterocyclic Chem.*, 27, 25-30, 1990.
35. Meier, H., et al., Kinetische Untersuchungen zur Bildung der E- und Z-Enole bei der Thermolyse von 2-Diazo-1,3-dimethyl-1,3-propandion in Nucleophilen, *Chem. Ber.*, 121, 1643-1646, 1988.
36. Andreichikov, Y., Kollenz, G., Kappe, C.O., Leung-Toung, R., Wentrup, Direct Observation of Benzoylketenes, C., *Acta Chem. Scand.*, 46, 683-685, 1992.



37. Lynch, J.E., et al., Mechanism of an Acidchloride-imine Reaction and by Low Temperature FT-IR:  $\beta$ -Lactam Formation Occurs Exclusively Through a KeteneIntermediate, J. Org. Chem., 54, 3792-3796, 1989.
38. Nikolaev, V.A., Korneev, S.M., Terent'eva, I.V., Korobytsina, I.K., Chemistry of Diazodicarbonyl Compounds, Synthesis, Stereochemistry, and Wolff Rearrangement of cis- and trans-4,6-di-tertbutyl-2-diazocyclohexane-1,3-diones, J. Org. Chem., USSR Engl. Transl., 27, 1845-1858, 1991.
39. Popik, V.V., Nikolaev, V.A., Stereochemistry and Thermal Stability of Diazodiketones, J. Chem. Soc., Perkin Trans 2, 1791-1794, 1993.
40. Kollenz, G., Igel, H., Ziegler, E., Uber Reactionen mit Cyclischen Oxalylverbindungen, 6. Mitt., Monatsh. Chem., 103, 450-459, 1972.
41. Kollenz, G., Ziegler, E., Ott, W., Synthesis of 5-Benzoyl-6-phenyl-1,3-oxazinones, Org. Prep. and Proced. Int., 5(6), 261-264, 1973.
42. Ziegler, E., et al., Reaktionen von 4-Benzoyl-5-phenyl-2,3-furandion mit Aliphatischen Nitrilen, Liebigs Ann. Chem., 12, 1751-1757, 1977.
43. Ziegler, E., Kollenz, G., Ott, W., Reaktionen von 4-Benzoyl-5-phenyl-2,3-furandion mit Schiffschen Basen, Synthesis, 11, 679-680, 1973.
44. Kollenz, G., et al., Eine einfache Synthese von 5-Benzoyl-6-phenyl-1,3-dioxin-4-onen, Synthesen von Heterocyclen, Z. Naturforschg, 33B, 701-704, 1973.
45. Kollenz, G., et al., Struktur der [4+1]-cycloaddukte aus Phenylisocyanid und 1,5-Diaryl-4-benzoylpyrrol-2,3-dion Undihrer Folgeprodukte-Eine Richtigstellung, Liebigs Ann. Chem., 73, 1801-1813, 1980.
46. Kollenz, G., et al., 1-Addukte von Arylisocyaniden an 4-Benzoyl-5-Phenyl furan-2,3-dion undihrer Produkte mit Nucleophilen, Liebigs Ann. Chem., 34,1137-1164, 1984.
47. Terpetschnig, E., Photochemical Reactions of Five-membered Heterocyclic 2,3-diones, Doktora Tezi, Graz Üniversitesi, 33, 1989.
48. Kollenz, G., et al., Zum Bildungsweg der Pyrrolo[2,3-*d*]pyrimidine aus 4-benzoyl-5-pheyl-2,3-furandion und Arylisocyanaten, Chem. Ber., 117, 1299-1309, 1984.
49. Kollenz, G., et al., Zur Reaktion Heterocyclischer Fünfring 2,3-dion mit Carbodiimiden-eine Synthese-Möglich für Heteroanaloge-7-desazoparinsysteme, Chem. Ber., 117, 1310-1329, 1984.

50. Kollenz, G., et al., Heteroanalogus Deazapurines VIA Novel 4+2 Cycloaddition Reactions of Ketenimines, *Heterocycles*, 26(3), 625-631, 1987.
51. Saçmacı, M., Akçamur, Y., Products Form the Reactions of 4-(4-Methoxybenzoyl)-5-(4-Methoxyphenyl)-2,3-Furandione With Aryl Isocyanates, *Asian Journal of Chemistry*, Vol.16, No.2,877-883, 2004
52. Tan, A., 4-*p*-Metilbenzoil-5-*p*-Metilfenil-2,3-Furandion Bileşiğinin Çeşitli İzosiyanatlar ve İzotiyosiyanatlarla Reaksiyonları, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2007.
53. Heilmayer, W., Sterk, H., Kollenz, G., <sup>17</sup>O-labeling Studies on the Reaction of 4-Benzoyl-5-phenylfuran-2,3-dione with Carbodiimides, *Tetrahedron*, 54, 8025-8034, 1998.
54. Kollenz, G., Sterk, H., Hutter, G., Mechanistic Investigations Aided by Isotopic Labeling 10. Investigations of Novel Furan-2,3-dione Rearrangements by <sup>17</sup>O- Labeling, *J. Org. Chem.*, 56(1), 235-239, 1991.
55. Terpetschnig, E., Diploma Tezi, 40, Graz Üniversitesi, 1986.
56. Kollenz, G., Heilmayer, W., Furan-2,3-diones- Versatile Synthons in Heterocyclic Chemistry, *Trends in Heterocyclic Chemistry*, 3, 379-395, 1993.
57. Ott, W., Ziegler, E., Kollenz, G., Umsetzung von 4-Benzoyl-2,3-dioxo-5-phenyl-2,3-dihydrofuran mit o-Phenylendiamin, *Synthesis*, 7, 477- 478, 1976.
58. Yıldırım, İ., Koca, İ., Dinçer, M., Studies on the Reactions of Cyclic Oxalyl Compounds: Synthesis and Thermolysis of 2,3-Dihydro-4-(4-methylbenzoyl)-5-(4-methylphenyl)-furan-2,3-dione and its *N*-Reactions with Nucleophiles, *J. Chem Soc. Pak.*, 30(1), 134-141, 2008.
59. Akçamur, Y., et al., A Convenient Synthesis of Functionelized Pyrimidine-2-thiones, *J. Heterocyclic Chem.*, 25, 1419-1422, 1988.
60. Altural, B., et al., Reactions of Cyclic Oxalyl Compounds, Part 29: A Simple Synthesis of Functionelized 1*H*-Pyrimidines, *Monatsh. Chem.*, 120, 1015-1020, 1989.
61. Yıldırım, İ., et al., On the Synthesis of Some N-Alkyl Pyrimidine Derivatives and Determination of Their Structures, *Kuwait J. Sci. Eng.*, 29(2), 57-65, 2002.
62. Ceran, H., 4-*p*-Metilbenzoil-5-*p*-Metilfenil-2,3-Furandion Bileşiğinin Çeşitli İzosiyanatlar ve İzotiyosiyanatlarla Reaksiyonları, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2007.

63. Şahin, E., 4-*p*-Metilbenzoil-5-*p*-Metilfenil-2,3-Furandion Bileşiğinin Bazı Tiyosemikarbazonlarla Reaksiyonları ve Hidroliz Ürünlerinin 1,3,-Dikarbonil Bileşikleri ile Reaksiyonlarının Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2007.
64. Önal Z., Yıldırım, İ., Reactions of 4-(*p*-Methylbenzoyl)-5-(*p*-methylphenyl)-2,3-furandione with Semi-/thiosemi-carbazones, Heterocycl. Commun., 13/2-3, 113-120, 2007.
65. Akçamur, Y., et al., Zur Reaktion von 4-Benzoyl-5-phenyl-2,3-furandion mit Phenylhydrazonen bzw. Phenylhydrazin, Monatsh. Chem., 117, 231-245, 1986.
66. Yıldırım, İ., et al., 4-Benzoyl-1,5-diphenyl-1*H*-pyrazole-3-carboxylic acid methanol solvate, Acta Cryst., E61, o256-o258, 2005.
67. Yıldırım, İ., Kandemirli, F., Akçamur, Y., Experimental and Quantum-Chemical Calculations on Some 1*H*-pyrazole-3-carboxamide and -3-carboxylate derivatives Formation, J. Mol. Struc-Theochem, 738 /1-3, 275-279, 2005.
68. Saçmacı, M., Sarıpınar, E., Akçamur, Y., Synthesis of Novel Proponohydrazides and Their Hydrolysis Reactions, Turk. J. Chem., 29, 401-407, 2005.
69. Akçamur, et al., Functionalization and Cyclization Reactions of 4-Benzoyl-1,5-diphenyl-1*H*-pyrazole-3-carboxylic Acid, J. Heterocyclic Chem., 34, 221-224, 1997.
70. İlhan, İ.Ö., Sarıpınar, E., Akçamur, Y., Synthesis of Some Pyrazole-3-carboxylic acid-hydrazide and Pyrazolopyridazine compounds, Heterocycles, 42, 117, 2005.
71. Sarıpınar, E., 4-Benzoil-5-Fenil-Furan-2,3-dion'un çeşitli Semikarbazonlar, Aminoguanidinler ve Amidlerle Reaksiyonları, Bölüm 2, Doktora Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 1990.
72. Akçamur, Y., Kollenz, G., A Simple Synthesis of Some Novel Oxime Ethers, Org. Prep. Proceed. Int., 19, 52-56, 1987.
73. Yıldırım, İ., Kandemirli, F., Experimental and theoretical studies on some new pyrrol-2,3-diones formation, Heteroatom Chem., 15, 9-14, 2004.
74. Yıldırım, İ., İlhan, İ.Ö., Experimental and Theoretical Investigations of Functionalization and Cyclization Reactions of 4-Benzoyl-5-phenyl-2,3-furandion with Some Acetanilides, Indian J. Chem., 36B, 1138-1147, 1997.

75. Fabian, W.M., et al., Synthese von Dibenzoylacetyl-N-carboxyalcylamiden und Semiempirische Rechnungen Zur keto-enol Tautomerie, *Monatsh. Chem.*, 123, 265-275, 1992.
76. İlhan, İ.Ö., Bazı Furan Türevi Visinal-dion Bileşiklerinin Çeşitli Anilidler, Amidler ve Hidrazinlerle Reaksiyonları, Doktora Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 1998.
77. Saçmacı, M., Bazı Visinal Dikto-furan Sistemlerinin Hidrazonlar, İzosiyanatlar, Üratanlar ile Reaksiyonlarının Deneyisel ve Semiempirik Verileri, Doktora Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2003.
78. İlhan, İ.Ö., Altıntaş, E.; Yıldırım, İ., Reactions of 4-(p-methylbenzoyl)-5(p-methylphenyl)furan-2,3-dione with Various Anilides, *Asian J. Chem.*, 19(3), 2403-2409, 2007.
79. İlhan, İ.Ö., Ersan, F., Reaction of 4-(4-methylbenzoyl)-5-(4-methylphenyl)furan-2,3-dione with Various Amides, *Asian J. Chem.*, 19(2), 1379-1384, 2007.
80. Terpetsching, E., Penn, G., Kollenz, G., Peters, K., Peters, E.M., von Schnering, H.G., Reactions of Cyclic Oxalyl Compounds. Photochemical and Thermal 2+2 Cycloadditions of Diphenylketene and Diphenylketene-N-(4-Methyl-Phenyl)-imine to Five Membered Heterocyclic 2,3-diones, *Tetrahedron*, 47, 3045-3058, 1991.
81. Erdik, E., *Organik Kimyada Spektroskopik Yöntemler*, Gazi Yayınevi, Ankara, 1998.
82. Willard, E.D.H., Merritt, L., Dean, A., Settle, E., *Instrumental Methods of Analysis*, 6th von Nostrand Comp., Newyork, p.177-216 and 316-372, 1981.
83. Silverstein, R.M., Bassler, A.C., Morrill, T.C., *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, Fourth Edition, John Wiley and Sons, N.Y., p. 95-304, USA, 1981.
84. Skoog, D.A., Holler, F.J., Nieman, T.A., *Principles of Instrumental Analysis*, Bilim Yayıncılık, p. 282, 1997.

## ÖZGEÇMİŞ

1987 yılında Trabzon'un Arsin İlçesinin Çardaklı Köyü'nde dünyaya gelen Cemal YILMAZ, ilk ve orta öğrenimini Trabzon Kanuni İlköğretim Okulu'nda, lise öğrenimini ise Trabzon'un köklü lisesi olan Trabzon Lisesi'nde tamamlamıştır. 2006 yılında Bozok Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nü kazanan Cemal YILMAZ, buradaki eğitimini 4 yılda bitirdikten hemen sonra 2010 yılında yine bu üniversitede Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı'nda yüksek lisans programına başlamıştır. Doç. Dr. Mustafa SAÇMACI danışmanlığında Yeni Pirrol-3-on Türevlerinin Sentezi adlı tez çalışmasını yapmıştır.

### İletişim Bilgileri

İpekyolu Cad. Mısırlı Mah. Tepepark Sitesi A/ Blok No: 7

Çukurçayır Beldesi Merkez/ TRABZON

Tel: 0536 811 43 78

Mail: cemallyilmazz@hotmail.com