



Benzofuran Türevli Ditiyokarbamat Esterlerinin Sentezi

Niyaz Berk, Esra Barım, Cumhur Kırılmış*

Adiyaman Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 02040, Adiyaman

ckirilmis@gmail.com

Özet

Bu çalışmada; 2-asetil-benzofuran bromlanarak bromoasetilbenzofuran elde edildi. Primer ve sekonder aminlerin ditiyokarbamat tuzları ile α -haloketonun reaksiyonu sonucunda oluşan ürünler incelendi. Elde edilen ditiyokarbamat esterlerinin yapıları $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$ ve FT-IR gibi spektroskopik yöntemler kullanılarak karakterize edildi.

Anahtar Kelimeler: Benzofuran, α -Haloketon, Ditiyokarbamat Tuzu, Ditiyokarbamat esterleri.

Synthesis of Benzofuran Derivatives Dithiocarbamate Esthers

Abstract

In this study; bromoacetylbenzofuran was obtained by bromizing 2-acetyl-benzofuran. Dithiocarbamatesalts of primary and secondary amines with products of α -haloketon reaction were examined. The structures of derived dithiocarbamate esters were characterized by $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$ and FT-IR spectroscopic methods.

Keywords: Benzofuran, α -haloketone, Dithiocarbamate Salt, Dithiocarbamate Esthers.

Giriş

Kumaron olarak da bilinen benzofuranlar, furan ile benzen halkalarının birleşmesinden meydana gelmiştir. Bazı benzofuranlar, doğal olarak bulunmaktadır. Örneğin; 5-metoksi benzofuran yapısı, anti-bakteriyal özelliklere sahip doğal benzofuranlardandır [1]. Doğal benzofuranların çoğu, fizyolojik, farmakolojik ve toksik özelliklere sahiptir [2]. Benzofuran

türevleri, kozmetik ve sentetik ilaç kullanımında geniş bir kullanım alanı bulmaktadır. Benzofuranların geçmiş birkaç yıl içinde en önemli dikkat çeken özelliklerinden birisi de kemoterapi özellikler göstermeleridir [3]. Çok iyi bilinen bazı benzofuranlar amiodarone, angelicinxanthotoxin, bergapten, nodekenetin ve usnikasit bileşikleridir. Bu benzofuranlar Kardiyovasküler aktivite özelliğine sahiptirler. Amiodarone, kalp yetersizliği bulunan hastalarda atar damar sistemindeki ritimsizliğin tedavisinde kullanılır [4]. Ailanthoidol adlı benzofuran türevinin; virüse etkili, iştah kesici, kanser koruyucu, böcek öldürücü, ateş düşürücü vs. gibi önemli özelliklere sahip olduğu ortaya konulmuştur [5]. Bir başka benzofuran türevi olarak bilinen 2-nitro benzofuran Chagas hastalığının (tek hücrelilerin oluşturduğu bir uyku hastalık türü) tedavisinde kullanılmaktadır [6].

Ditiyokarbamat esterleri, alkil/arilkarbaditiyoatlar veya karbamoditiyoniasit esterleri olarak da bilinir. Monosüstitüe veya N,N-disüstitüediyokarbamik asit esterleri yapısında da olabilirler. Ditiyokarbamik asit esterlerinin ditiyokarbamik asit tuzlarına göre hem ısıya hem de hidrolize karşı daha dirençli oldukları bildirilmiştir [7]. Yapılan çalışmalarda hem N,N-dialkil, hem de N-monoalkilnoniyonize ditiyokarbamik asitlerin, kendilerinininkine yakın veya daha düşük pH' larda, kükürt atomu üzerindeki protonun, azot atomu üzerine transferi ile karbondisülfür ve ilgili amine parçalandıkları bildirilmiştir [8]. Ditiyokarbamik asit esterlerinin de genellikle çözelti içerisinde dayanıklı olmadıkları ve fotokimyasal olarak ve ısı etkisiyle ilgili amin ve karbondisülfüre parçalandıkları bilinmektedir. N,N-disüstitüediyokarbamik asit esterleri yapısındaki bir grup 1,3-ditiyolium bileşiğinin alkol içerisinde ısıyla parçalanması sonucunda karbon disülfürün yanında, moleküldeki dialkilaminin karbondisülfür ile yer değiştirdiği bir parçalanma ürününün de elde edildiğini bildirmişlerdir [9]. Ditiyokarbamat esterleri, geniş bir kullanım alanına sahip bileşiklerdir. Çoğu pestisit olarak kullanılırken (propineb, zineb, maneb, mankozeb, ziram, tiram), bir kısmının da antikolinergik, antitümoral, antienflamatuvar, antimikrobiyal ve metal zehirlenmelerinde terapötik veya profilaktik olarak kullanıldıkları bilinmektedir.

Yapılarında heteroatom bulunduran halkalı bileşikler ve türevlerinin günümüzde hem ziraat hem de tıp alanında kullanıldığı bilinmektedir. Bu bileşiklerden biri olan benzofuran ve türevleri birçok alanda hayatımızda yer almıştır.

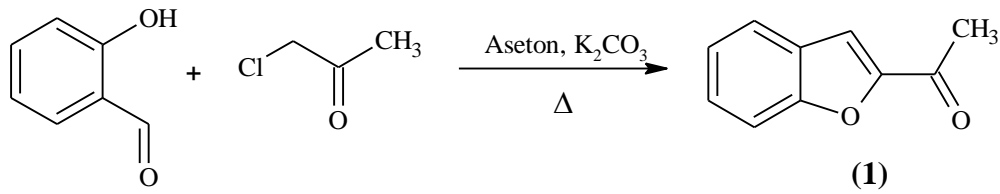
Materyal ve Metot

Bu çalışmada kullanılan tüm kimyasallar ve çözücüler ithal temin edilmiş olup, saflaştırma gerektirmeden kullanılmıştır (Saflıkları en az %99,5).

Elde edilen ürünlerin karakterizasyonunda IR ölçümleri için Perkin Elmer FT-IR100 spektrometresi kullanıldı. ¹H-NMR / ¹³C-NMR ölçümleri için Bruker 400 MHz NMR spektrometresi ve çözücü olarak DMSO-d₆, erime noktası için Stuart SMP 40 Erime noktası tayin cihazı kullanıldı.

1. 2-Asetilbenzofuran (1) sentezi

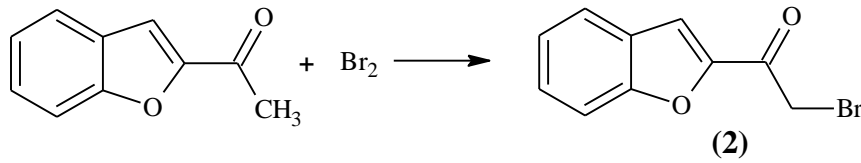
1000 ml'lik Reaksiyon balonuna, aseton (600 ml), K₂CO₃ (62,1 gr; 0,45 mol) ve salisilaldehit (32,9 ml) bırakılarak 10 dk oda sıcaklığında karıştırıldı. Sarı renkte oluşan hacimli tuzun üzerine 1-kloroaseton (23,28 ml) damla damla ilave edildi. 1,5 saat oda sıcaklığında karıştırılmaya devam edildi. Karışım soğuk suda çöktürüldü, süzüldü ve etüvde kurutuldu. Verim: % 84,86 (Şekil 1).



Şekil 1. 2-Asetilbenzofuranın Sentezi

2. (Benzofuran-2-il)-2-bromoetanon (2) sentezi

250 ml'lik bir reaksiyon balonuna 2-asetilbenzofuran (16 g, 100 mmol) ve asetik asit (150 ml) bırakılarak 50°C'ye kadar ısıtıldı, 50 ml asetik asitte çözülmüş brom (16 g, 100 mmol) çözeltisi, azot atmosferinde damla damla verildi. Reaksiyon 2 saat oda sıcaklığında devam etti ve soğuk suda çöktürüldü. Çöken katı bol su ile yıkandı, süzüldü, kurutuldu ve etil alkol ile kristallendirildi. Verim: % 96, E.N.: 87 °C (Şekil 2).



Şekil 2. (Benzofuran-2-il)-2-bromoetanon Sentezi

3. Primer aminlerin kullanıldığı genel sentez yöntemi (3-9)

100 ml'lik Reaksiyon balonuna mutlak etil alkol (40 ml) ve primer amin (3 mmol) ilave edilerek buz banyosunda +5 °C'ye soğutularak yaklaşık 5 dk karıştırıldı. Karışımın üzerine CS₂ (0,18 ml, 3 mmol) damla damla ilave edildi ve 45 dk soğukta karıştırılmaya devam edildi.

Ardından α -haloketon (1,5 mmol; 0,3585gr) ilave edilerek 4 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Sonra oda sıcaklığında 18 saat karıştırıldı. Reaksiyon karışımı 500 ml buzlu suda, %5'lik NaOH çözeltisi ile nötrale edilerek çöktürüldü. Çöken katı süzüldü, bol su ile yıkandı ve etüvde kurutuldu.

4. Sekonder aminlerin kullanıldığı genel sentez yöntemi (10-14)

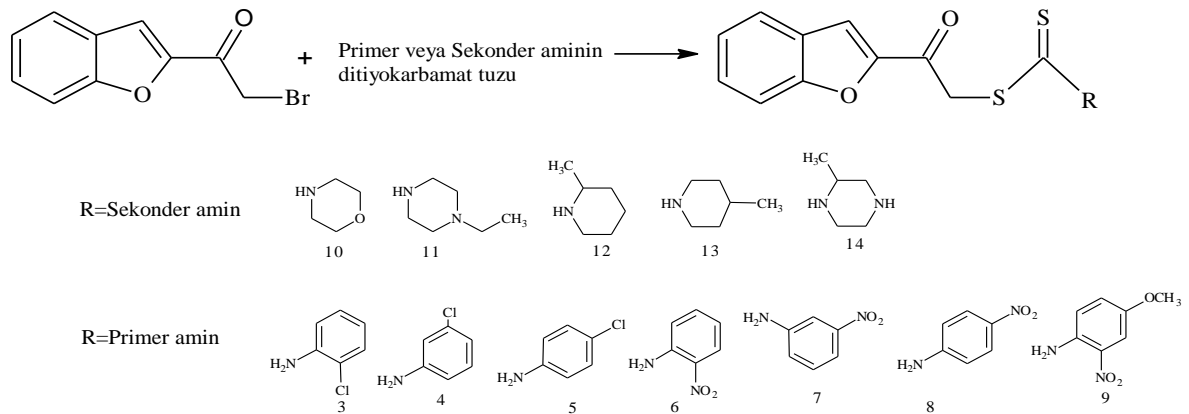
100 ml'lik reaksiyon balonuna mutlak etil alkol (50 ml), izole edilmiş ditiyokarbamat tuzu (3 mmol) ilave edildi ve tuz çözüldü. Bunun üzerine α -haloketon (0,7170 gr; 3 mmol) ilave edildi ve 4 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Sonra oda sıcaklığında 18 saat karıştırıldı. Buzlu suda çöktürüldü, süzüldü ve etüvde kurutuldu.

Sonuç ve Tartışma

Bu çalışma da 7 farklı primer amin ve 5 farklı sekonder amin kullanılarak toplam 12 adet yeni ditiyokarbamat esteri sentezlendi. Sentezlenen bileşikler FT-IR, $^1\text{H-NMR}$ ve $^{13}\text{C-NMR}$ teknikleriyle aydınlatıldı. Bu çalışmada sentezlenen bileşikler şematik olarak aşağıda verilmiştir (Şekil 3).

Primer aminlerin ditiyokarbamat tuzları ile haloketonun reaksiyonu önce ditiyokarbamat esteri ürününü oluşturmaktadır. Daha etkin şartlarda deney tekrarlandığında ditiyokarbamat esterinin molekül içi halkalaşması sonucu tiyazol-2-tiyonların oluştuğu bilinmektedir. Bu çalışmada etkin şartlar kullanılmasına rağmen tiyazol-2-tiyon reaksiyon ortamından izole edilemedi. Bundan dolayı reaksiyon şartları primer ve sekonder aminler için optimize edildi ve oluşan ditiyokarbamat esterleri karakterize edildi.

Sonuç olarak, literatürde birçok biyolojik aktiviteye sahip oldukları bilinen, 12 yeni ditiyokarbamat esterleri sentezlenmiştir. İlerleyen çalışmalarda sentezlenen bu bileşiklerin *in vitro* olarak antimikrobiyal aktiviteleri araştırılacaktır.



Şekil 3. Ditiyokarbamat Esterlerinin Sentezi

2-(Bromoasetil)benzofuran (**2**) karakterizasyonu: Verim: 22,95 gr %96, E.N:87 °C FT-IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=O}}$:1691, $\nu_{\text{C-O-C}}$:1017 $^1\text{H-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{C-H}}$:8,09(s), $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:7,35-7,89(s), δ_{CH_2} :4,84(s) $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:125.68, 126.05, 128.40, 114.07, $\delta_{\text{C=O}}$:183.85, $\delta_{\text{Aromatik C}}$:130.80, $\delta_{\text{C-O}}$:157.05, 151.35, δ_{CH_2} :34.22

2-(1-Benzofuran-2-il)-2-oksoetil(2-klorofenil)ditiyokarbamat Esteri Karakterizasyonu (**3**): Verim:0.43gr, %80, E.N: 116.18°C FT-IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=O}}$:1673, $\nu_{\text{C-O-C}}$:1134, $\nu_{\text{C=S}}$:1016, $\nu_{\text{N-H}}$:3562 $^1\text{H-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{C-H}}$:7.39(s), $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:6.61-7.82(m), δ_{CH_2} :4.81(s), $\delta_{\text{CH-Cl}}$:8.15 $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:118.28, 123.92, 124.22, 113.03, 126.92, 128.57, 124.59, 129.25, $\delta_{\text{C=O}}$:182.58, $\delta_{\text{C-O-C}}$:155.69, 150.73, δ_{CH_2} :40.47, $\delta_{\text{C-H}}$:111.97, $\delta_{\text{C=S}}$:187.83, $\delta_{\text{C-Cl}}$:126.92, $\delta_{\text{N-C}}$:130.23

2-(1-Benzofuran-2-il)-2-oksoetil(3-klorofenil)ditiyokarbamat Esteri Karakterizasyonu (**4**): Verim: 0.45gr, %83.5, E.N: 148.6°C FT-IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=O}}$:1682, $\nu_{\text{C-O-C}}$:1133, $\nu_{\text{C=S}}$:1015, $\nu_{\text{N-H}}$:3380 $^1\text{H-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{C-H}}$:7.38(s), $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:6.61-7.75(m), δ_{CH_2} :4.95(s), $\delta_{\text{N-H}}$:4.61(s) $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:117.61, 122.94, 126.24, 112.35, 128.57, 128.20, 129.85, 124.22, $\delta_{\text{C=O}}$:186.18, $\delta_{\text{C-O-C}}$:155.39,150.73, δ_{CH_2} :50.08, $\delta_{\text{C-H}}$:111.67, $\delta_{\text{C=S}}$:188.81, $\delta_{\text{C-Cl}}$:130.90, $\delta_{\text{N-C}}$:134.88

2-(1-Benzofuran-2-il)-2-oksoetil(4-klorofenil)ditiyokarbamat Esteri Karakterizasyonu (**5**):Verim: 0.42gr, %76.9, E.N: 81.6°CFT-IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=O}}$:1674, $\nu_{\text{C-O-C}}$:1132, $\nu_{\text{C=S}}$:1013, $\nu_{\text{N-H}}$:3383 $^1\text{H-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{C-H}}$:7.35(s), $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:7.10-7.74(m), δ_{CH_2} :4.65(s), $\delta_{\text{N-H}}$:3.80(s), $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:114.30, 122.26, 123.24, 113.03, 128.57, 129.25 $\delta_{\text{C=O}}$:186.18, $\delta_{\text{C-O-C}}$:155.39, 150.43, δ_{CH_2} :50.38, $\delta_{\text{C-H}}$:111.97, $\delta_{\text{C=S}}$:197.75, $\delta_{\text{C-Cl}}$:145.10, $\delta_{\text{N-C}}$:130.53

2-(1-Benzofuran-2-İl)-2-oksoetil(2-Nitrofenil)ditiyokarbamat Esteri Karakterizasyonu (**6**): Verim:0.50gr, %89.7, E.N:67.8°C FT-IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=O}}$:1677, $\nu_{\text{C-O-C}}$:1136, $\nu_{\text{C=S}}$:1014, $\nu_{\text{N-H}}$:3122, $\nu_{\text{N-O}_2}$:1551 $^1\text{H-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{C-H}}$:7.35(s), $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:7.21-7.78(m), δ_{CH_2} :4.63(s), $\delta_{\text{N-H}}$:2.32(s) $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:122.94, 123.62, 129.25, 124.22, 128.87 $\delta_{\text{C=O}}$:181.90, $\delta_{\text{C-O-C}}$:156.06, 150.20, δ_{CH_2} :30.48, $\delta_{\text{C-H}}$:111.67, $\delta_{\text{C=S}}$:198.12, $\delta_{\text{C-NO}_2}$:149.08, $\delta_{\text{N-C}}$:129.

2-(1-Benzofuran-2-il)-2-oksoetil(3-nitrofenil)ditiyokarbamat Esteri Karakterizasyonu (**7**): Verim:0.48gr, %87.4, E.N: 98°C FT-IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=O}}$:1678, $\nu_{\text{C-O-C}}$:1136, $\nu_{\text{C=S}}$:1017, $\nu_{\text{N-H}}$:3365, $\nu_{\text{N-O}_2}$:1534 $^1\text{H-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{C-H}}$:7.65(s), $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:7.21-7.78(m),

δ_{CH_2} :4.63(s), $\delta_{\text{N-H}}$:2.32(s) $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, CDCl_3 -d): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:119.04, 123.83, 124.16, 114.22, 127.12, 119.12, 129.16, 128.03, $\delta_{\text{C=O}}$:187.08, $\delta_{\text{C-O-C}}$:160.98, 149.22, δ_{CH_2} :40.13, $\delta_{\text{C-H}}$:113.38, $\delta_{\text{C=S}}$:198.76, $\delta_{\text{C-NO}_2}$:147.77, $\delta_{\text{N-C}}$:130.43

2-(1-Benzofuran-2-il)-2-oksoetil(4-nitrofenil)ditiyokarbamat Esteri Karakterizasyonu (**8**): Verim: 0.48gr, %75.4, E.N: 57.4°C FT-IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=O}}$:1676, $\nu_{\text{C-O-C}}$:1135, $\nu_{\text{C=S}}$:1017, $\nu_{\text{N-H}}$:3480, $\nu_{\text{N-O}_2}$:1552 $^1\text{H-NMR}$ (ppm, CDCl_3 -d): $\delta_{\text{C-H}}$:7.40(s), $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:7.55-7.83(m), δ_{CH_2} :4.70(s), $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:7.40(s)- $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:6.64(s), $\delta_{\text{N-H}}$:4.43(s) $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, CDCl_3 -d): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:114.98, 122.94, 123.62, 112.35, 124.22, 125.77 $\delta_{\text{C=O}}$:182.20, $\delta_{\text{C-O-C}}$:155.69, 150.05, δ_{CH_2} :30.18, $\delta_{\text{C-H}}$:111.30, $\delta_{\text{C=S}}$:199.42, $\delta_{\text{C-NO}_2}$:128.87, $\delta_{\text{N-C}}$:126.54

2-(1-Benzofuran-2-il)-2-oksoetil(4-metoksi-2-nitrofenil)ditiyokarbamat Esteri Karakterizasyonu (**9**): Verim: 0.50gr, %83.6, E.N: 95°C FT-IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=O}}$:1677, $\nu_{\text{C-O-C}}$:1136, $\nu_{\text{C=S}}$:1018, $\nu_{\text{N-H}}$:3487, $\nu_{\text{N-O}_2}$:1553, $\nu_{\text{O-CH}_3}$:1209 $^1\text{H-NMR}$ (ppm, CDCl_3 -d): $\delta_{\text{C-H}}$:7.35(s), $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:6.76-7.78(m), δ_{CH_2} :4.50(s), $\delta_{\text{N-H}}$:5.91(s), $\delta_{\text{O-CH}_3}$:3.78(s) $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, CDCl_3 -d): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:159.30, 122.94, 124.22, 111.97, 105.66, 119.94, 128.84 $\delta_{\text{C=O}}$:182.20, $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:159.32, $\delta_{\text{C-O-C}}$:158.69, 150.73, δ_{CH_2} :55.72, $\delta_{\text{C-H}}$:106.08, $\delta_{\text{C=S}}$:199.36, $\delta_{\text{C-NO}_2}$:140.14, $\delta_{\text{N-C}}$:124.22

2-(1-Benzofuran-2-il)-2-oksoetil-morfolin-4-ditiyokarbamat Esteri Karakterizasyonu (**10**): Verim: 0.81gr, %84.6, E.N: 138.6°C FT-IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=O}}$:1690, $\nu_{\text{C-O-C}}$:1105, $\nu_{\text{C=S}}$:1010, $^1\text{H-NMR}$ (ppm, CDCl_3 -d): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:7.35-7.90(m), δ_{CH_2} :4.96(s), $\delta_{\text{CH}_2\text{-N-CH}_2}$:4.00-4.30(m), $\delta_{\text{CH}_2\text{-O-CH}_2}$:3.70(t) $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, CDCl_3 -d): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:122.57, 126.73, 123.32, 113.21 $\delta_{\text{C=O}}$:184.48, $\delta_{\text{C-O-C}}$:156.16, 154.16, δ_{CH_2} :40.8, $\delta_{\text{C-H}}$:111.56, $\delta_{\text{C=S}}$:196.37, $\delta_{\text{C-NO}_2}$:128.87, $\delta_{\text{N-C}}$:126.54, $\delta_{\text{CH}_2\text{-N-CH}_2}$:53.55, $\delta_{\text{CH}_2\text{-O-CH}_2}$:66.31

2-(1-Benzofuran-2-il)-2-oksoetil-N-etilpiperazin-1-ditiyokarbamat Esteri Karakterizasyonu (**11**): Verim: 0.83gr, %79.2, E.N: 128.2°C FT-IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=O}}$:1671, $\nu_{\text{C-O-C}}$:1138, $\nu_{\text{C=S}}$:1019, $^1\text{H-NMR}$ (ppm, CDCl_3 -d): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:7.30-7.89(m), δ_{CH_2} :4.98(s), $\delta_{\text{CH}_2\text{-N-CH}_2}$:4.06-4.20(m), $\delta_{\text{CH}_2\text{-N-CH}_2}$:2.38(t), δ_{CH_3} :1.05(t), $\delta_{\text{CH}_2\text{-CH}_3}$:2.40(m) $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, CDCl_3 -d): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:122.20, 124.01, 129.81, 112.68 $\delta_{\text{C=O}}$:182.87, $\delta_{\text{C-O-C}}$:157.86, 153.3, δ_{CH_2} :40.5, $\delta_{\text{C-H}}$:111.52, $\delta_{\text{C=S}}$:196.30, $\delta_{\text{C-NO}_2}$:128.87, $\delta_{\text{CH}_2\text{-N-CH}_2}$:53.82, 54.75, $\delta_{\text{CH}_2\text{-CH}_3}$:50.03, δ_{CH_3} :13.33

2-(1-Benzofuran-2-il)-2-oksoetil-2-metilpiperidin-ditiyokarbamat Esteri Karakterizasyonu (**12**): Verim: 0.83gr, %83.4, E.N: 87.8°C FT-IR (cm^{-1}): $\nu_{\text{C=O}}$:1677, $\nu_{\text{C-O-C}}$:1138, $\nu_{\text{C=S}}$:1006, $^1\text{H-NMR}$ (ppm, CDCl_3 -d): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:7.27-8.06(m), δ_{CH_2} :4.96(s), $\delta_{\text{Alifatik CH}_2}$:1.58-1.83(m), $\delta_{\text{Alifatik CH}}$:3.25(m), δ_{CH_3} :1.28(d), $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, CDCl_3 -

d): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:122.56, 123.92, 126.54, 113.63 $\delta_{\text{C=O}}$:184.23, $\delta_{\text{C-O-C}}$:155.39, 152.8, δ_{CH_2} :43.40, $\delta_{\text{C-H}}$:112.35, $\delta_{\text{C=S}}$:202.78, $\delta_{\text{AlifatikCH}_2}$: 26.20,30.18, 44.07, 25.22, $\delta_{\text{AlifatikCH}}$:62.33, δ_{CH_3} :18.61

2-(1-Benzofuran-2-il)-2-oksoetil-4-metilpiperidin-1-ditiyokarbamat Esteri Karakterizasyonu (**13**): Verim: 0.82gr, %82.6, E.N: 108.2°C FT-IR (cm^{-1}): $V_{\text{C=O}}$:1682, $V_{\text{C-O-C}}$:1131, $V_{\text{C=S}}$:1013, $^1\text{H-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:7.21-7.73(m), δ_{CH_2} :4.91(s), $\delta_{\text{Alifatik CH}}$:1.10-1.32(m), $\delta_{\text{AlifatikCH}_2}$:3.08-3.19(m),1.60(s), δ_{CH_3} :0.96(d), $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:123.24, 124.22, 125.87, 114.00 $\delta_{\text{C=O}}$:183.85, $\delta_{\text{C-O-C}}$:155.39, 151.71, δ_{CH_2} :40.09, $\delta_{\text{C-H}}$:111.97, $\delta_{\text{C=S}}$:193.77, $\delta_{\text{AlifatikCH}_2}$: 30.86, 50.08 $\delta_{\text{AlifatikCH}}$:31.83, δ_{CH_3} :21.24

2-(1-Benzofuran-2-il)-2-oksoetil-2-metilpiperazin-1-ditiyokarbamat Esteri Karakterizasyonu (**14**): Verim: 0.79gr, %79.5, E.N: 173.4°C FT-IR (cm^{-1}): $V_{\text{C=O}}$:1683, $V_{\text{C-O-C}}$:1137, $V_{\text{C=S}}$:1012, $^1\text{H-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:7.29-7.80(m), δ_{CH_2} :4.93(s), $\delta_{\text{Alifatik CH}_2\text{-CH}}$:3.81-3.99(m), δ_{CH_3} :1.38(s), $^{13}\text{C-NMR}$ (ppm, $\text{CDCl}_3\text{-d}$): $\delta_{\text{Aromatik C-H}}$:122.94, 123.92, 124.22, 112.35 $\delta_{\text{C=O}}$:183.55, $\delta_{\text{C-O-C}}$:155.69,151.41, δ_{CH_2} :43.77, $\delta_{\text{C-H}}$:111.97, $\delta_{\text{C=S}}$:197.15, $\delta_{\text{AlifatikCH}_2}$: 51.23, 43.27 $\delta_{\text{AlifatikCH}}$:48.50, δ_{CH_3} :31.32

Teşekkür

Bu çalışmanın yürütülmesinde FEFYL/2011-0019 numaralı proje ile mali destek sağlayan Adıyaman Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (ADYUBAP)'ne teşekkür ederiz.

Kaynaklar

- [1] T. L. Gilchrist, *Heterocyclic Chemistry*, Longman Group UK Lim. England, 1985, 174.
- [2] D. Bogdal, M. Warzala, *Tetrahedron*, 2000, **56**, 8769-8773.
- [3] M. W. Khan, M. J. Alam, M. A. Rashid, R. Chowdhury, *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 2005, **13**, 4796-4805.
- [4] C. Kırılmış, M. Ahmedzade, S. Servi, M. Koca, A. Kizirgil, C. Kazaz, *European Journal of Medicinal Chemistry*, 2008, **43**, 300-308.
- [5] C. L. Kao, J. W. Chern, *J. Org. Chem.*, 2002, **67**, 6772-6787.
- [6] K. E. Kinnamon, B. T. Poon, W. L. Hanson, V.B. Waits, *Experimental Parasitology*, 1998, **89**, 251-256.
- [7] M. Kulka, *Canadian Journal of Chemistry*, 1956, **34**, 1093-1100.
- [8] L. Drobnica, P. Kristian, J. Augustin, Chichester: John Wiley and Sons., 1977.
- [9] K. Hirai, H. Sugimoto, T. Ishiba., Reaction of 1,3-Dithiolium Cation with Xanthate and Dithiocarbamate Anions, *Journal of Organic Chemistry*, 1977, **42 (9)**, 1543-1549.