

T.C
DİCLE ÜNİVERSİTESİ
Fen Bilimleri Enstitüsü

ÇEŞİTLİ MAKROSİKLIK SCHIFF BAZLARININ ve
TEMPLATE ETKİ İLE KOMPLEKSLERİN SENTEZİ
ve KARAKTERİZASYONU

Salih İLHAN

DOKTORA TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI

DİYARBAKIR
ŞUBAT-2006

T.C

DİCLE ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRLÜĞÜ

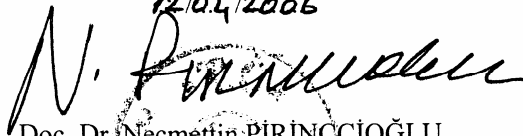
DIYARBAKIR

Salih İLHAN tarafından yapılan bu çalışma, jürimiz tarafından Kimya
Anabilim Dalında DOKTORA tezi olarak kabul edilmiştir

Jüri Üyesinin

<u>Ünvanı</u>	<u>Adı ve Soyadı</u>	
Başkan : Prof. Dr.	Recep ZİYADANOĞULLARI	
Üye : Prof. Dr.	Mustafa BOYBAY	
Üye : Doç. Dr.	Giray TOPAL	
Üye : Doç. Dr.	Hamdi TEMEL (Danışman)	
Üye : Doç. Dr.	Memet ŞEKERCİ	

Yukarıdaki bilgilerin doğruluğunu onaylarım.

12.04/2006


Doç. Dr. Necmettin PİRİNÇÇİOĞLU

ENSTİTÜ MÜDÜRÜ

(MÜHÜR)

TEŐEKKÜR

Bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, her zaman bana destek olan hocam Sayın Doç. Dr. Hamdi TEMEL'e, desteğini hiçbir zaman eksik etmeyen Sayın Prof. Dr. Recep ZİYADANOĞULLARI ve Sayın Prof. Dr. Mustafa BOYBAY hocalarıma, analizlerde ve sonuçların yorumlanmasında bana yardımcı olan Sayın Doç. Dr. Memet ŐEKERCİ' YE, Sayın Doç. Dr. Giray TOPAL'A ve Sayın Doç. Dr. Berrin ZİYADANOĞULLARI'NA ve IR spektrumlarının çekilmesinde yardımlarını esirgemeyen değerli arkadaşım Arş. Gör. Ahmet KILIÇ'A teşekkür ederim.

Ayrıca bu çalışmayı DÜAPK-03-EF-24 nolu proje ile destekleyen Dicle Üniversitesi Araştırma Proje Koordinatörlüğüne teşekkürü bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

AMAÇ.....	xi
ÖZET.....	xii
SUMMARY.....	xiii
TEŞEKKÜR.....	i
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Makrosiklik Schiff Bazlarının Adlandırılması.....	4
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	6
3. MATERYAL VE METOT.....	34
4. DENEYSEL KISIM.....	35
4.1. Etilen Glikol Ditosilatın Sentezi.....	35
4.2. Dietilen Glikol Ditosilatın Sentezi.....	35
4.3. Trietilen Glikol Ditosilatın Sentezi	35
4.4. 1,2-bis(2-karboksaldehit fenoksi)etan.....	36
4.5. 1,3-bis(2-karboksaldehit fenoksi)propan.....	36
4.6. 1,4-bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütan.....	37
4.7. 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptan.....	37
4.8. 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksidekan.....	38
4.9. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksasiklopentadeka-1,5-dien (L ¹).....	38
4.10. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:,14,15-tribenzo-9,13-dioksasikloheksadeka-1,5-dien (L ²).....	39
4.11. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksasikloheptadeka-1,5-dien (L ³).....	40
4.12. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien (L ⁴).....	41
4.13. Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksasiklounkosa-1,5-dien (L ⁵).....	41
4.14. [Cu ₂ (L ¹)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O Kompleksi.....	42
4.15. [Cu ₂ (L ²)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O Kompleksi.....	43
4.16. [Cu ₂ (L ³)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O Kompleksi.....	43
4.17. [Cu ₂ (L ⁴)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O Kompleksi.....	44
4.18. [Cu ₂ (L ⁵)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O Kompleksi.....	45

4.19.	[Co(L ¹)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].2H ₂ O Kompleksi.....	45
4.20.	[Co(L ²)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].3H ₂ O Kompleksi.....	46
4.21.	[Co(L ³)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].H ₂ O Kompleksi.....	47
4.22.	[Co(L ⁴)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].H ₂ O Kompleksi.....	47
4.23.	[Co(L ⁵)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].H ₂ O Kompleksi.....	48
4.24.	[Ni(L ¹)(NO ₃) ₂].H ₂ O Kompleksi.....	48
4.25.	[Ni(L ²)(NO ₃) ₂].H ₂ O Kompleksi	49
4.26.	[Ni(L ³)(NO ₃) ₂].H ₂ O Kompleksi	50
4.27.	[Ni(L ⁴)(NO ₃) ₂].3H ₂ O Kompleksi	50
4.28.	[Ni(L ⁵)(NO ₃) ₂].H ₂ O Kompleksi	51
4.29.	[Pb(L ¹)(NO ₃)](NO ₃).2H ₂ O Kompleksi.....	52
4.30.	[Pb(L ²)(NO ₃)](NO ₃).H ₂ O Kompleksi	52
4.31.	[Pb(L ³)(NO ₃)](NO ₃).H ₂ O Kompleksi	53
4.32.	[Pb(L ⁴)(NO ₃)](NO ₃).H ₂ O Kompleksi	54
4.33.	[Pb(L ⁵)(NO ₃)](NO ₃).H ₂ O Kompleksi	54
4.34.	[La(L ¹)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)].H ₂ O Kompleksi.....	55
4.35.	[La(L ²)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)].H ₂ O Kompleksi	56
4.36.	[La(L ³)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)].H ₂ O Kompleksi	56
4.37.	[La(L ⁴)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)].H ₂ O Kompleksi	57
4.38.	[La(L ⁵)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)].H ₂ O Kompleksi	58
5.	SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	59
5.1.	Makrosiklik Schiff Bazlarının IR Spektrumları.....	59
5.2.	Makrosiklik Schiff Bazı Komplekslerinin IR Spektrumları.....	59
5.3.	Magnetik Süseptibilite Sonuçları Ve Yorumları.....	60
5.4.	Kondükimetrik Çalışmalar Ve Yorumları.....	60
5.5.	Uv-Vis Spektrum Sonuçlarının Yorumları.....	60
5.6.	L ¹ İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	61
5.7.	[Cu ₂ (L ¹)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	62
5.8.	[Co(L ¹)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].2H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	63
5.9.	[Ni(L ¹)(NO ₃) ₂].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	64
5.10.	[Pb(L ¹)(NO ₃)](NO ₃).H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	65
5.11.	[La(L ¹)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	66
5.12.	L ² İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	67
5.13.	[Cu ₂ (L ²)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	68

5.14.	[Co(L ²)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].3H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar...	69
5.15.	[Ni(L ²)(NO ₃) ₂].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	70
5.16.	[Pb(L ²)(NO ₃)][NO ₃].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	71
5.17.	[La(L ²)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	72
5.18.	L ³ İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	73
5.19.	[Cu ₂ (L ³)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	74
5.20.	[Co(L ³)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar....	75
5.21.	[Ni(L ³)(NO ₃) ₂].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	76
5.22.	[Pb(L ³)(NO ₃)][NO ₃].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	77
5.23.	[La(L ³)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	78
5.24.	L ⁴ İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	79
5.25.	[Cu ₂ (L ⁴)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	80
5.26.	[Ni(L ⁴)(NO ₃) ₂].3H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	81
5.27.	[Co(L ⁴)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar....	82
5.28.	[Pb(L ⁴)(NO ₃)][NO ₃].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	83
5.29.	[La(L ⁴)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	84
5.30.	L ⁵ İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	85
5.31.	[Cu ₂ (L ⁵)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	86
5.32.	[Co(L ⁵)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar....	87
5.33.	[Ni(L ⁵)(NO ₃) ₂].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	88
5.34.	[Pb(L ⁵)(NO ₃)][NO ₃].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	89
5.35.	[La(L ⁵)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)].H ₂ O İçin Spektroskopik Sonuçlar Ve Yorumlar.....	90
6.	SONUÇ	91
7.	KAYNAKLAR	92
8.	SPEKTRUMLAR	98
8.1.	Çizelge 1: 2,6-Diaminopridinin IR Spektrumu.....	99
8.2.	Çizelge 2: 1,2-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)etanin IR Spektrumu.....	99
8.3.	Çizelge 3: 1,3-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)propanın IR Spektrumu.....	100
8.4.	Çizelge 4: 1,4-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütanın IR Spektrumu.....	100
8.5.	Çizelge 5: 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptanın IR Spektrumu.....	101
8.6.	Çizelge 6: 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksidekanın IR Spektrumu.....	101
8.7.	Çizelge 7: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksasiklopentadeka-1,5-dien (L ¹) in IR Spektrumu.....	102

8.8.	Çizelge 8: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:,14,15-tribenzo-9,13-dioksasikloheksadeka-1,5-dien (L^2) in IR Spektrumu.....	102
8.9.	Çizelge 9: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksasikloheptadeka-1,5-dien (L^3) in IR Spektrumu.....	103
8.10.	Çizelge 10: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien (L^4) in IR Spektrumu.....	103
8.11.	Çizelge 11: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksasiklounkosa-1,5-dien (L^5) in IR Spektrumu.....	104
8.12.	Çizelge 12: $[Cu_2(L^1)(NO_3)_2][NO_3]_2H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	104
8.13.	Çizelge 13: $[Cu_2(L^2)(NO_3)_2][NO_3]_2H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	105
8.14.	Çizelge 14: $[Cu_2(L^3)(NO_3)_2][NO_3]_2H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	105
8.15.	Çizelge 15: $[Cu_2(L^4)(NO_3)_2][NO_3]_2H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	106
8.16.	Çizelge 16: $[Cu_2(L^5)(NO_3)_2][NO_3]_2H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	106
8.17.	Çizelge 17: $[La(L^1)(NO_3)_3(H_2O)]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	107
8.18.	Çizelge 18: $[La(L^2)(NO_3)_3(H_2O)]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	107
8.19.	Çizelge 19: $[La(L^3)(NO_3)_3(H_2O)]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	108
8.20.	Çizelge 20: $[La(L^4)(NO_3)_3(H_2O)]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	108
8.21.	Çizelge 21: $[La(L^5)(NO_3)_3(H_2O)]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	109
8.22.	Çizelge 22: $[Co(L^1)(NO_3)_2(OH)H_2O]2H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu....	109
8.23.	Çizelge 23: $[Co(L^2)(NO_3)_2(OH)H_2O]3H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	110
8.24.	Çizelge 24: $[Co(L^3)(NO_3)_2(OH)H_2O]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	110
8.25.	Çizelge 25: $[Co(L^4)(NO_3)_2(OH)H_2O]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	111
8.26.	Çizelge 26: $[Co(L^5)(NO_3)_2(OH)H_2O]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	111
8.27.	Çizelge 27: $[Ni(L^1)(NO_3)_2]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	112
8.28.	Çizelge 28: $[Ni(L^2)(NO_3)_2]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	112
8.29.	Çizelge 29: $[Ni(L^3)(NO_3)_2]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	113
8.30.	Çizelge 30: $[Ni(L^4)(NO_3)_2]3H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	113
8.31.	Çizelge 31: $[Ni(L^5)(NO_3)_2]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	114
8.32.	Çizelge 32: $[Pb(L^1)(NO_3)][NO_3]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	114
8.33.	Çizelge 33: $[Pb(L^2)(NO_3)][NO_3]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	115
8.34.	Çizelge 34: $[Pb(L^3)(NO_3)][NO_3]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	115
8.35.	Çizelge 35: $[Pb(L^4)(NO_3)][NO_3]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	116
8.36.	Çizelge 36: $[Pb(L^5)(NO_3)][NO_3]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu.....	116

8.37.	Çizelge37: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksasiklopentadeka-1,5-dien (L^1) in UV-vis Spektrumu.....	117
8.38.	Çizelge38: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:,14,15-tribenzo-9,13-dioksasikloheksadeka-1,5-dien (L^2) in UV-vis Spektrumu.....	117
8.39.	Çizelge39: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksasikloheptadeka-1,5-dien (L^3) in IR UV-vis Spektrumu.....	118
8.40.	Çizelge40: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien (L^4) in UV-vis Spektrumu.....	118
8.41.	Çizelge41:1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksasiklounkosa-1,5-dien (L^5) in UV-vis Spektrumu.....	119
8.42.	Çizelge 42: $[Cu_2(L^1)(NO_3)_2][NO_3]_2H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu..	119
8.43.	Çizelge 43: $[Cu_2(L^2)(NO_3)_2][NO_3]_2H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu..	120
8.44.	Çizelge 44: $[Cu_2(L^3)(NO_3)_2][NO_3]_2H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu..	120
8.45.	Çizelge 45: $[Cu_2(L^4)(NO_3)_2][NO_3]_2H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu..	121
8.46.	Çizelge 46: $[Cu_2(L^5)(NO_3)_2][NO_3]_2H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu..	121
8.47.	Çizelge 47: $[Co(L^1)(NO_3)_2(OH)H_2O].2H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	122
8.48.	Çizelge 48: $[Co(L^2)(NO_3)_2(OH)H_2O].3H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	122
8.49.	Çizelge 49: $[Co(L^3)(NO_3)_2(OH)H_2O]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	123
8.50.	Çizelge 50: $[Co(L^4)(NO_3)_2(OH)H_2O]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	123
8.51.	Çizelge 51: $[Co(L^5)(NO_3)_2(OH)H_2O]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	124
8.52.	Çizelge 52: $[Ni(L^1)(NO_3)_2]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	124
8.53.	Çizelge 53: $[Ni(L^2)(NO_3)_2]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	125
8.54.	Çizelge 54: $[Ni(L^3)(NO_3)_2]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	125
8.55.	Çizelge 55: $[Ni(L^4)(NO_3)_2]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	126
8.56.	Çizelge 56: $[Ni(L^5)(NO_3)_2]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	126
8.57.	Çizelge 57: $[Pb(L^1)(NO_3)][NO_3]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	127
8.58.	Çizelge 58: $[Pb(L^2)(NO_3)][NO_3]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	127
8.59.	Çizelge 59: $[Pb(L^3)(NO_3)][NO_3]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	128
8.60.	Çizelge 60: $[Pb(L^4)(NO_3)][NO_3]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	128

8.61.	Çizelge 61: $[\text{Pb}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	129
8.62.	Çizelge 62: $[\text{La}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu....	129
8.63.	Çizelge 63: $[\text{La}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu....	130
8.64.	Çizelge 64: $[\text{La}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu....	130
8.65.	Çizelge 65: $[\text{La}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu.....	131
8.66.	Çizelge 66: $[\text{La}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu....	131
8.67.	Çizelge 67: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksaşiklopentadeka-1,5-dien (L^1) in ^{13}C NMR Spektrumu.....	132
8.68.	Çizelge 68: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksaşiklopentadeka-1,5-dien (L^1) in ^1H NMR Spektrumu.....	133
8.69.	Çizelge 69: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:,14,15-tribenzo-9,13-dioksaşikloheksadeka-1,5-dien (L^2) in ^{13}C NMR Spektrumu.....	134
8.70.	Çizelge 70: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:,14,15-tribenzo-9,13-dioksaşikloheksadeka-1,5-dien (L^2) in ^1H NMR Spektrumu.....	135
8.71.	Çizelge 71: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksaşikloheptadeka-1,5-dien (L^3) in ^{13}C NMR Spektrumu.....	136
8.72.	Çizelge 72: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksaşikloheptadeka-1,5-dien (L^3) in ^1H NMR Spektrumu.....	137
8.73.	Çizelge 73: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksaşiklooktadeka-1,5-dien (L^4) in ^{13}C NMR Spektrumu.....	138
8.74.	Çizelge 74: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksaşiklooktadeka-1,5-dien (L^4) in ^1H NMR Spektrumu.....	139
8.75.	Çizelge 75: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksaşiklunkosa-1,5-dien (L^5) in ^{13}C NMR Spektrumu.....	140
8.76.	Çizelge 76: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksaşiklunkosa-1,5-dien (L^5) in ^1H NMR Spektrumu.....	141
8.77.	Çizelge 77: $[\text{Ni}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu.....	142
8.78.	Çizelge 78: $[\text{Co}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}].2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu.....	143
8.79.	Çizelge 79: $[\text{La}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})].\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu.	144
8.80.	Çizelge 80: $[\text{Cu}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3].2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu	145
8.81.	Çizelge 81: $[\text{Ni}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu.....	146

8.82.	Çizelge 82:	$[\text{Cu}_2(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	^1H	NMR	Spektrumu.....	147	
8.83.	Çizelge 83:	$[\text{Cu}_2(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	^1H	NMR	Spektrumu.....	148	
8.84.	Çizelge 84:	$[\text{Cu}_2(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	^1H	NMR	Spektrumu.....	149	
8.85.	Çizelge 85:	$[\text{Cu}_2(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	^1H	NMR	Spektrumu.....	150	
8.86.	Çizelge 86:	$[\text{La}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin IR			Spektrumu ^1H NMR	Spektrumu.....	151
8.87.	Çizelge 87:	$[\text{Ni}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin IR			Spektrumu ^1H NMR	Spektrumu.....	152
8.88.	Çizelge 88:	$[\text{Ni}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2]3\text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	^1H	NMR	Spektrumu.....	153	
8.89.	Çizelge 89:	1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksasiklopentadeka-1,5-dien (L^1)	in Kütle			Spektrumu.....	154	
8.90.	Çizelge 90:	1,3,5-Triaza-2,4:7,8:14,15-tribenzo-9,13-dioksasikloheksadeka-1,5-dien (L^2)	in Kütle			Spektrumu.....	155	
8.91.	Çizelge 91:	1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksasikloheptadeka-1,5-dien (L^3)	in Kütle			Spektrumu.....	156	
8.92.	Çizelge 92:	1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien (L^4)	in Kütle			Spektrumu.....	157	
8.93.	Çizelge 93:	1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksasiklounkosa-1,5-dien (L^5)	in Kütle			Spektrumu.....	158	
8.94.	Çizelge 94:	$[\text{Ni}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin			Kütle Spektrumu.....	159	
8.95.	Çizelge 95:	$[\text{Ni}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin			Kütle Spektrumu.....	160	
8.96.	Çizelge 96:	$[\text{Ni}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin			Kütle Spektrumu.....	161	
8.97.	Çizelge 97:	$[\text{Ni}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2]3\text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin			Kütle Spektrumu.....	162	
8.98.	Çizelge 98:	$[\text{Ni}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)]\text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin			Kütle Spektrumu.....	163	
8.99.	Çizelge 99:	$[\text{La}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin			Kütle Spektrumu....	164	
8.100.	Çizelge 100:	$[\text{La}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin			Kütle Spektrumu....	165	
8.101.	Çizelge 101:	$[\text{La}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin			Kütle Spektrumu....	166	
8.102.	Çizelge 102:	$[\text{La}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin			Kütle Spektrumu....	167	
8.103.	Çizelge 103:	$[\text{La}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin			Kütle Spektrumu....	168	

8.104.	Çizelge	104:	$[\text{Co}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle
	Spektrumu.....				169
8.105.	Çizelge	105:	$[\text{Co}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle
	Spektrumu.....				170
8.106.	Çizelge	106:	$[\text{Co}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle
	Spektrumu.....				171
8.107.	Çizelge	107:	$[\text{Co}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle
	Spektrumu.....				172
8.108.	Çizelge	108:	$[\text{Co}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle
	Spektrumu.....				173
8.109.	Çizelge	109:	$[\text{Pb}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)]\cdot [\text{NO}_3]\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle Spektrumu.....
					174
8.110.	Çizelge	110:	$[\text{Pb}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)]\cdot [\text{NO}_3]\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle Spektrumu.....
					175
8.111.	Çizelge	111:	$[\text{Pb}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)]\cdot [\text{NO}_3]\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle Spektrumu.....
					176
8.112.	Çizelge	112:	$[\text{Pb}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)]\cdot [\text{NO}_3]\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle Spektrumu.....
					177
8.113.	Çizelge	113:	$[\text{Pb}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)]\cdot [\text{NO}_3]\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle Spektrumu.....
					178
8.114.	Çizelge	114:	$[\text{Cu}_2(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2]\cdot [\text{NO}_3]_2\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle Spektrumu...179
8.115.	Çizelge	115:	$[\text{Cu}_2(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2]\cdot [\text{NO}_3]_2\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle Spektrumu...180
8.116.	Çizelge	116:	$[\text{Cu}_2(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2]\cdot [\text{NO}_3]_2\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle Spektrumu...181
8.117.	Çizelge	117:	$[\text{Cu}_2(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2]\cdot [\text{NO}_3]_2\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle Spektrumu...182
8.118.	Çizelge	118:	$[\text{Cu}_2(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2]\cdot [\text{NO}_3]_2\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Kütle Spektrumu...183
8.119.	Çizelge	119:	$[\text{Cu}_2(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2]\cdot [\text{NO}_3]_2\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Termal Gravimetrik
	Analiz Spektrumu.....				184
8.120.	Çizelge	120:	$[\text{Ni}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2]\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Termal Gravimetrik Analiz
	Spektrumu.....				185
8.121.	Çizelge	121:	$[\text{Pb}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)]\cdot [\text{NO}_3]\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Termal Gravimetrik
	Analiz Spektrumu.....				186
8.122.	Çizelge	122:	$[\text{La}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Termal Gravimetrik
	Analiz Spektrumu.....				187
8.123.	Çizelge	123:	$[\text{Co}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2(\text{H}_2\text{O})(\text{OH})]$	Kompleksinin	Termal Gravimetrik
	Analiz Spektrumu.....				188
8.124.	Çizelge	124:	$[\text{Ni}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2]\cdot \text{H}_2\text{O}$	Kompleksinin	Termal Gravimetrik Analiz
	Spektrumu.....				189

8.125.	Çizelge 125: $[\text{Pb}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu.....	190
8.126.	Çizelge 126: $[\text{La}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu.....	191
8.127.	Çizelge 127: $[\text{Cu}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu.....	192
8.128.	Çizelge 128: $[\text{Co}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2(\text{H}_2\text{O})(\text{OH})]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu.....	193
8.129.	Çizelge 129: $[\text{Ni}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2]3\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu.....	194
8.130.	Çizelge 130: $[\text{Pb}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu.....	195
8.131.	Çizelge 131: $[\text{La}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu.....	196
9.	ŞEKİLLERİN LİSTESİ	197
10.	ÖZGEÇMİŞ	199

AMAÇ

Pridin içeren Makrosiklik yapılar birçok uygulama alanı bulduklarından dolayı daima ilgi uyandırmış ve önemli bir çalışma alanı oluşturmuştur. Ayrıca pridin içeren yapılar birden fazla kaviteye sahip sistemler içeren komplike yapıları oluşturmada kullanılabilir. Böylece fonksiyonel grup bağlı ligandlarla Makrosiklik yapı oluşturabilirler. Yan kollu aromatik veya alifatik birimler içeren yeni reseptörlerin sentezi temel ve uygulamalı kimyadaki öneminden dolayı yaygın bir çalışma alanı oluşturmuştur. Makrosiklik Lantanit kompleksleri radyofarmakolojik uygulamalarda kullanılabilmesi, metalobiomoleküllerin aktif yanları için bioinorganik modeller olarak çalışılabilmesi ve diğer tıbbi uygulamalarından dolayı güncel ve önemli bir çalışma alanı oluşturmuştur. Makrosiklik ligandlar kavite büyüklüğü, biçimi ve bileşenlerinden dolayı moleküler tanınma için mükemmel bir çalışma alanı oluşturur. Makrosiklik ligandlar toksik metallerle reaksiyona girdiğinden dolayı tedavi edici olarak, fonksiyonel gruplarla şelatlaşmasından dolayı iyon değiştirme reaksiyonlarında ve hidrometalurjide selektif metal ekstraksiyonunda kullanılır.

Bu çalışmada amacımız yeni makrosiklik Schiff bazları sentezleyip, bunların metal komplekslerini hazırlayıp, spektroskopik yöntemlerle karakterize ederek literatüre katkıda bulunmaktır. Sentezlediğimiz bu ligand ve kompleksler yukarıda değinildiği gibi bir çok uygulama alanlarında kullanılabilir.

ÖZET

Bu çalışmada, aldehitler, salisilaldehitin potasyum tuzu ile dibromoalkan türevleri veya diollerin tosilat esterleriyle reaksiyonundan hazırlandı. Daha sonra metanol ortamında 2,6-diaminopridinin sırasıyla ile 1,2-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)etan, 1,3-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)propan, 1,4-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütan, 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptan, 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksadekanın reaksiyonundan Makrosiklik Schiff bazları [1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksa-siklopentadeka-1,5-dien(L¹), 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:,14,15-tribenzo-9,13-dioksasikloheksadeka-1,5-dien(L²), 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksasikloheptadeka-1,5-dien(L³), 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien(L⁴), 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksasiklounkosa-1,5-dien(L⁵)] sentezlendi. Daha sonra, metal kompleksler metanol ortamında template etki ile 2,6-diaminopridinin sırasıyla 1,2-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)etan, 1,3-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)propan, 1,4-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütan, 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptan, 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksadekan ve Pb(NO₃)₂, Cu(NO₃)₂.3H₂O, Ni(NO₃)₂.6H₂O, Co(NO₃)₂.6H₂O ve La(NO₃)₃.6H₂O reaksiyonu ile sentezlendi. Ligandların ve komplekslerin yapıları Elementel Analiz, Manyetik Süsseptibilite, FTIR, UV-vis, İletkenlik ölçümleri, ¹H-NMR ve ¹³C-NMR Spektrumu, Kütle Spektrumu ve TGA ile karakterize edildi.

Anahtar Kelimeler: 2,6-diaminopridin, Makrosiklik Schiff Bazları, Makrosiklik Schiff Bazı Kompleksleri, Aromatik Aldehitler.

NOT: Bu çalışma Dicle Üniversitesi Araştırma Proje Koordinatörlüğü (DÜAPK) tarafından DÜAPK-03-EF-24 nolu proje ile desteklendi.

SUMMARY

In this study, aldehydes were prepared by reaction of potassium salt of salicylaldehyde with dibromoalkane derivatives or tosylate esters of diol. Then, Macrocylic Schiff bases [1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksa-siklopentadeca-1,5-dien(L¹), 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:,14,15-tribenzo-9,13-dioksa-sikloheksadeca-1,5-dien(L²), 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksa-siklo-heptadeca-1,5-dien(L³), 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksa-siklooctadeca-1,5-dien(L⁴), 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksa-siklouncosa-1,5-dien(L⁵)] were synthesized by reaction of 2,6-diaminopyridine and 1,2-Bis(2-carboxyaldehyde fenoxyl)ethane, 1,3-Bis(2-carboxyaldehyde fenoxyl)propane, 1,4-Bis(2-carboxyaldehyde fenoxyl)butane, 1,7-Bis(2-formylphenyl)-1,4,7-trioksaheptane, 1,10-Bis(2-formylphenyl)-1,4,7,10-trioksadecane in methanol respectively. Then, metal complexes were synthesized from 2,6-diaminopyridine with 1,2-Bis(2-carboxyaldehyde fenoxyl)ethane, 1,3-Bis(2-carboxyaldehyde fenoxyl)propane, 1,4-Bis(2-carboxyaldehyde fenoxyl)butane, 1,7-Bis(2-formylphenyl)-1,4,7-trioksaheptane, 1,10-Bis(2-formylphenyl)-1,4,7,10-trioksadecane and Pb(NO₃)₂, Cu(NO₃)₂.3H₂O, Ni(NO₃)₂.6H₂O, Co(NO₃)₂.6H₂O, La(NO₃)₃.6H₂O in methanol with template effect respectively. The structure of the ligands and their complexes were characterized by Elemental Analyses, Magnetic Susceptibility, FTIR, UV-Vis, Conductance Measurements, ¹H-NMR and ¹³C-NMR spectra, Mass Spectra and TGA.

Key words: 2,6-diaminopyridine, Macrocylic Schiff bases, Macrocylic Schiff Base Complexes, Aromatic Aldehydes.

Note: This study was supported by Dicle University Research Found (DÜAPK) funding with the project number DÜAPK-03-EF-24.

1. GİRİŞ

Schiff bazları karbonil bileşiklerinin primer aminlerle reaksiyonundan elde edilen kondensasyon ürünleridir. Reaksiyon sonunda oluşan C=N çift bağına, azometin bağı denir.

Schiff bazları ilk defa 1869 yılında Alman kimyager H. Schiff tarafından sentezlenmiş [1] ve Pfeiffer tarafından ilk defa ligand olarak kullanılmıştır [2]. Bu tarihe kadar ligand olarak sadece küçük moleküller (CN⁻, C₂O₄⁻², H₂O, NH₃ v. b.) bulunduğu için böylesine büyük moleküllerin ligand olarak kullanılması önemli bir çalışma olarak kabul edilmiş ve pek çok metalle Schiff bazı kompleksleri yapılmıştır. Schiff bazları ligandları, yapısında bulunan donör atomlarının sayısına bağlı olarak çok dişli (polidentant) ligand olarak hareket edebilirler [3-5].

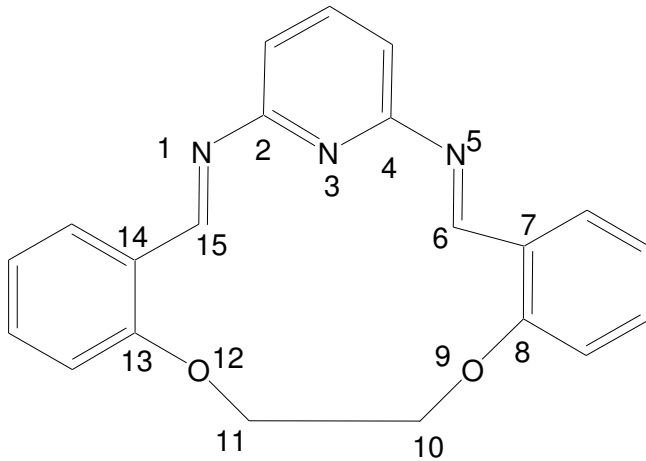
Pridin içeren Makrosiklik yapılar birçok uygulama alanlarından dolayı daima ilgi uyandırmış ve önemli bir çalışma alanı oluşturmuştur. Pridin içeren yapılar birden fazla kaviteye sahip sistemler içeren komplike yapıları oluşturmada kullanılabilir. Bunlar, böylelikle fonksiyonel grup bağlı ligandlarla üç boyutlu Makrosiklik yapı oluşturabilirler. Yan kollu aromatik veya alifatik birimler içeren yeni resöpterlerin sentezi temel ve uygulamalı kimyadaki öneminden dolayı yaygın bir çalışma alanı oluşturmuştur [6]. Sentetik Makrosiklik ligand kimyası iki ana konuya bölünebilir. Birincisi crown tipi ligandlar içeren çalışmaları kapsar. Bu ligandlar toprak alkali ve alkali metal iyonları gibi geçiş metali olmayan metallere ilgi duyar. Hatta özel metal iyonlarına seçici olarak bağlanma etkisi gösterir. Bunlar doğal ve yapay membranlar karşısında alkali ve toprak alkali katyonlardan bazılarını taşımada önemli etki gösterirler. Makrosiklik ligandların diğer tiplerinde ise genellikle N ve S donör atomları geçiş metallerine bağlanır ve böylece sağlam kompleks oluşur [7]. Makrosiklik Lantanit kompleksleri radyofarmakolojik uygulamalarda kullanılabilmesi, metalobiomoleküllerin aktif yanları için bioinorganik modeller olarak çalışılabilmesi ve diğer tıbbi uygulamalarından dolayı güncel, ilgi çekici ve önemli bir çalışma alanı oluşturmuştur [8]. Makrosiklik ligandlar kavite büyüklüğü, biçimi ve bileşenlerinden dolayı moleküler tanınma için mükemmel bir çalışma alanı oluşturur [9]. Makrosiklik ligandlar toksik metallerle reaksiyona girdiğinden dolayı tedavi edici olarak, fonksiyonel gruplarla şelatlaşmasından dolayı iyon değiştirme reaksiyonlarında ve hidrometalurjide selektif metal ekstraksiyonunda kullanılır [10]. Dört dişli Ni(II) ve Cu(II) kompleksleriyle ilgili çalışmalar bu metallerin bioinorganik kimyaya uygulanabilmesinden dolayı son yıllarda artmıştır. Metaloenzim, metaloprotein gibi biomoleküllerin aktif yanlarıyla korelasyonlarından dolayı bu metallerle ilgili çalışmalar

artmıştır. Özellikle bakır komplekslerinin, antifungal, antibakteriyel, antitümör ve antikanser etki göstermelerinden dolayı bu komplekslerle ilgili daha fazla çalışma yapılmıştır [11]. Beş donör grup taşıyan Makrosiklik poliamin ligadların son yıllarda bilimsel araştırmalar ve teknolojik uygulamalarda başlangıç materyali olarak kullanılmasından dolayı bu konuyla ilgili çalışmalar artan bir şekilde devam etmektedir [12]. Makrosiklik ligandlar ve Makrosiklik kompleksler son yıllarda belirli metal iyonları tanıma çalışmalarında bilimsel araştırmalarda odak noktası olmuştur. Makrosiklik ligandlar, ligand gruplarındaki bağın kuvveti ve halkanın kavitesine göre metal iyonlarıyla kombine olabilir. Nitekim bu tür bileşikler direkt bir şekilde biyolojik sistemlere benzer şekilde bir etki gösterirler. Ayrıca polinükleer Makrosiklik kompleksler spektroskopik ve manyetik özellikleri, ekstraksiyonda ve metal iyonlarını yeniden ele geçirme uygulamalarında kullanılarak geniş bir çalışma alanı oluşturur [13]. Makrosiklik ligandların, ekstraksiyon uygulamalarında, faz transfer katalizlerinde, membran geçişlerinde ve ilgili diğer işlemlerde metal iyonlarına selektif olarak bağlandığı bilinmektedir. Makrosiklik metal komplekslerinin stabilitesi donör atomlarının sayısına, tipine ve Makrosiklik yapıdaki yerine ve şelat halkanın biçimine bağlıdır. Son yıllarda N_xO_y şeklinde donör gruplar içeren Makrosiklik ligandlarıyla geçiş ve iç geçiş metalleri arasındaki reaksiyonlar geniş bir çalışma alanı oluşturmuştur [14]. Poliaza Makrosiklik ligandlar geçiş metal komplekslerinde sağlam yapı oluşturmalarından dolayı önemli rol oynarlar. Bu önem komplekslerin termodinamik ve kinetik stabilitesinden kaynaklanmaktadır [15]. Makrosiklik ligandların bir özelliği de komplekslerine kazandırdıkları kararlılıktır. Çözelti elektrokimyası böyle sistemlerin redoks kimyasıyla ilgili mükemmel bir yarar sağlar. Uygun spektroskopik metotlar kullanılarak redoks yönünü ve basamağını kesin olarak belirlemek mümkündür [16]. Aynı veya farklı çekirdekler içeren iki çekirdekli Makrosiklik kompleksler bioinorganik kimya açısından son yıllarda ilgi çekici bulunmuştur. Bu tür kompleksler tirozin, hemocyanin gibi biyolojik önemi olan metaloenzimler için uygun modeller sağlayabilir [17]. Cu(II) biyolojik açıdan aktif ve gerekli bir iyondur ve aynı zamanda şelatlaşma kabiliyeti ve pozitif redoks potansiyeli biyolojik transfer reaksiyonlarında kullanılmasını sağlar. Ayrıca Cu(II) bir düzineden fazla metaloproteininin aktif merkezini biçimlendirir [18-25]. Homojen kataliz, paramagnetik merkezler arasındaki magnetik değişim ve biyoinorganik kimya alanlarındaki çalışmalarından dolayı multimetallik bileşikler üzerindeki çalışmalar son zamanlarda yaygınlaşmıştır [26-31]. Geçiş metalleriyle hem oksijen, hem de azot içeren Makrosiklik ligandlar arasında oluşan komplekslerle ilgili çalışmalar daha sık yapılmaktadır [32-36]. Makrosiklik halkaya bitişik aromatik halka içeren ligandlar, benzo-taç eter olarak isimlendirilmektedir. Dibenzotaç eterler ilk defa 1972 yılında literatüre geçmiştir. Bu tür

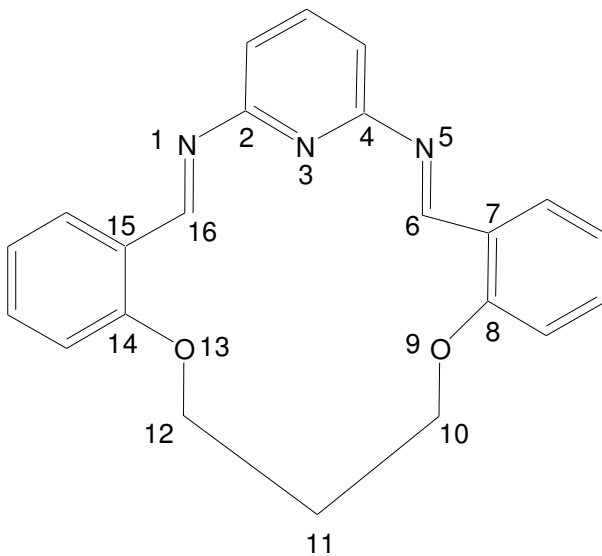
ligandlar geiş metal katyonlarını seimli olarak baėladıėından inorganik kimyada, biyokimyada ve koordinasyon kimyasında nem tařımaktadır [3,37,38]. N_xO_y ($x = 2,3$ ve $y = 2,3$) donr atomlarından meydana gelen dibenzo-aza-ta eterlerin kompleks oluřturma zellikleri, zerinde nemle durulan bir arařtırma konusudur. Bu konuda yapılan alıřmaların oėu, makrosiklik bořluk byklė ve metal katyonunun yarıapı arasındaki iliřkinin kompleks oluřumundaki nemi ile ilgilidir. Bu nedenle X-ıřınları kristalografi yntemlerinden yararlanılarak Makrosiklik bořluk byklėn hesaplamak iin bir yntem geliřtirilmiřtir [39,40]. Ayrıca bu tr ligandların zellikle geiş metal katyonları ile verdiėi komplekslerin termodinamik [41-44], kinetik [45] zellikleri incelenmiřtir. Aromatik bir aldehit ile uygun bir diaminin birleřtirilmesi, bis-imino ta eterlerin sentezi iin kolay bir yol saėlar [46]. N_xO_y donr atomlarından meydana gelen 16 yeli Makrosiklik ligandların metal iyonlarına karřı olan seiciliėi incelenmiřtir [3,38,39]. Siklik voltametrik alıřmalar da Schiff bazı ve Makrosiklik Schiff bazı kompleksleriyle katalizlenen reaksiyonları inceleme ve kompleksleri karakterize etmede olduka yararlı bilgiler saėlar [47-51].

1.1. MAKROSİK LİK SCHIFF BAZLARININ ADLANDIRILMASI

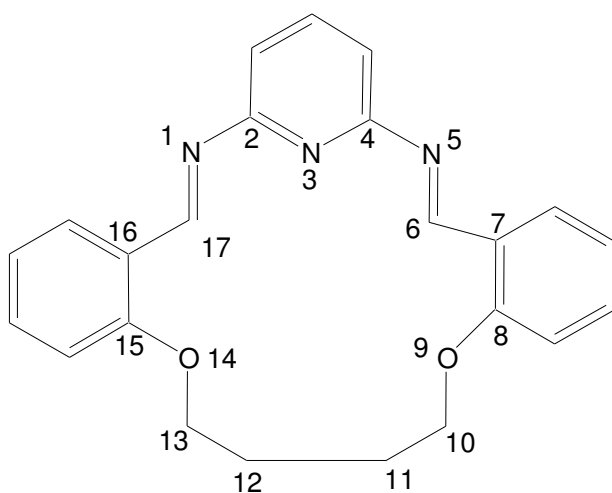
Makrosiklik halka aşağıda gösterildiği gibi numaranlandırılır. Aromatik halkaya karşılık gelen numaralar belirtildikten sonra –tribenzo eki eklenir. Azotlara karşılık gelen numaralar söylenir ve azot sayısına bağlı olarak –aza eki getirilir. Oksijenlere karşılık gelen numaralar söylenir ve oksijen sayısına bağlı olarak oksasiklo yazılır ve arkasından halkadaki üye sayısı eklenir. Halkadaki çift bağların numaraları verilerek çift bağ sayısına –en eki getirilir [3].



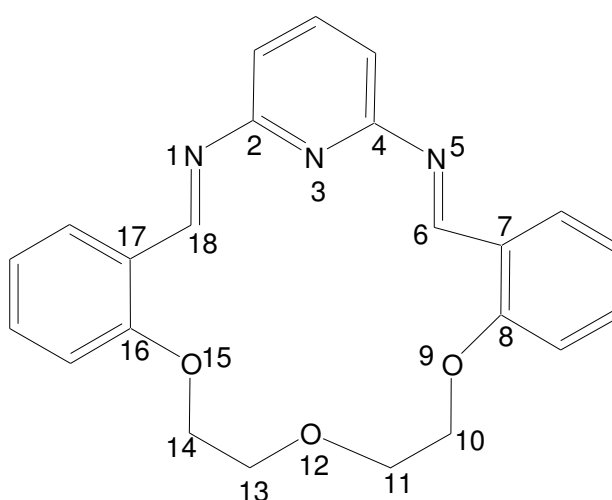
1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-Tribenzo-9,12-dioksasiklopentadeka-1,5-dien



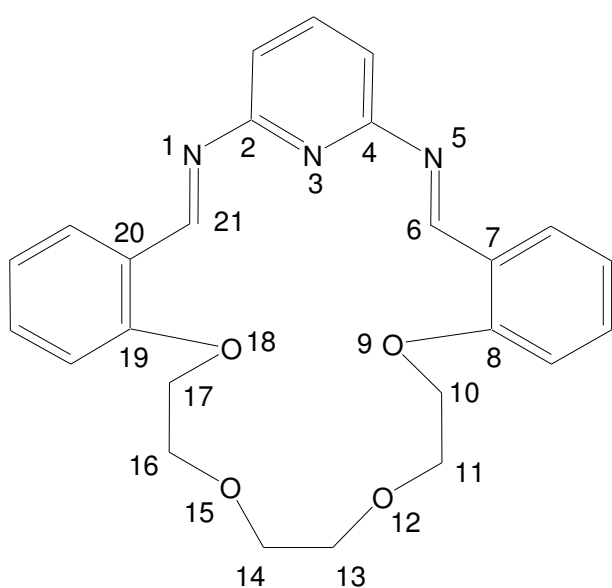
1,3,5-Triaza-2,4:7,8:14,15-Tribenzo-9,13-dioksasikloheksadeka-1,5-dien



1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-Tribenzo-9,14-dioxasikloheptadeka-1,5-dien



1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-Tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien



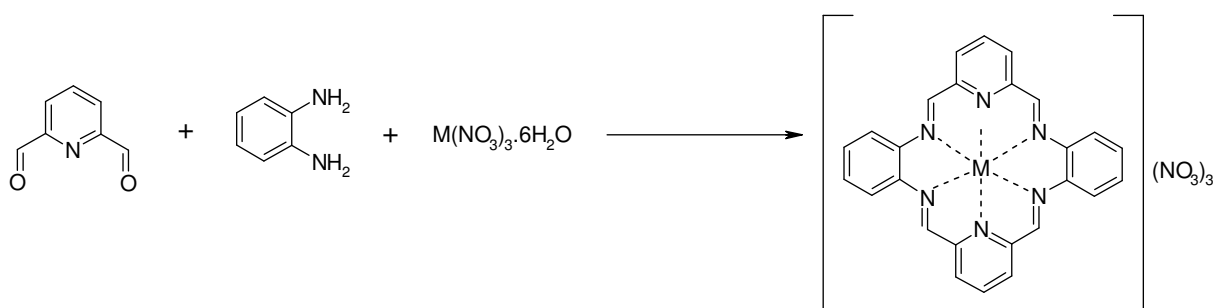
1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksasiklounkosa-1,5-dien

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Colin J. Gray ve çalışma arkadaşları $[M(NO_3)_3L]$ $M = La, Ce, Pr$ veya Nd bileşiğini template kondensasyonu ile sentezlemişler ve sentezledikleri bileşikleri IR, TGA, NMR ve elementel analiz ile karakterize etmişlerdir. C=O pikinin kaybolması ve N-H pikinin görülmemesi, ayrıca 1630 cm^{-1} civarında C=N gerilmesine ait pikin ortaya çıkmasıyla kompleksin oluştuğunu belirtmişlerdir. Bileşiğin NMR spektrumundaki verileri aşağıdaki tabloda vermişlerdir. 8,90-19,28 ppm civarındaki karakteristik piklerin CH=N protonuna ait olduklarını ve metalin azot atomları üzerinden bağlandıklarını belirtmişlerdir [52].

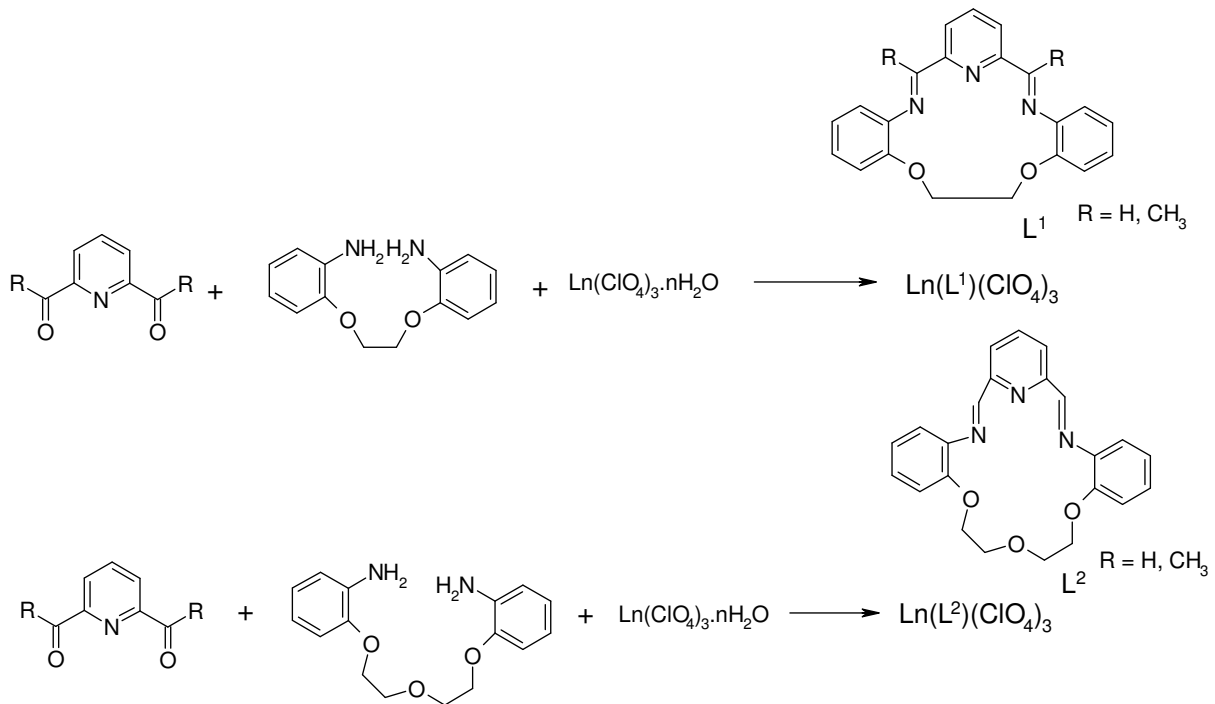
M	CH=N	Pridin Protonları		Fenil Protonları	
		H β	H γ	H3, H6	H4, H5
La	9,35	8,35	8,58	7,70	7,94
Ce	8,90	7,85	8,52	4,77	6,24
***	0,45	0,50	0,06	2,93	1,70
Pr	10,27	8,24	9,10	0,65	4,21
***	-0,92	0,11	-0,52	7,05	3,73
Nd	19,28	10,19	9,84	6,28	7,03
***	-9,93	-1,84	-1,26	1,42	0,91

*** La kompleksine göre NMR spektrumunda gözlenen değişiklikler.



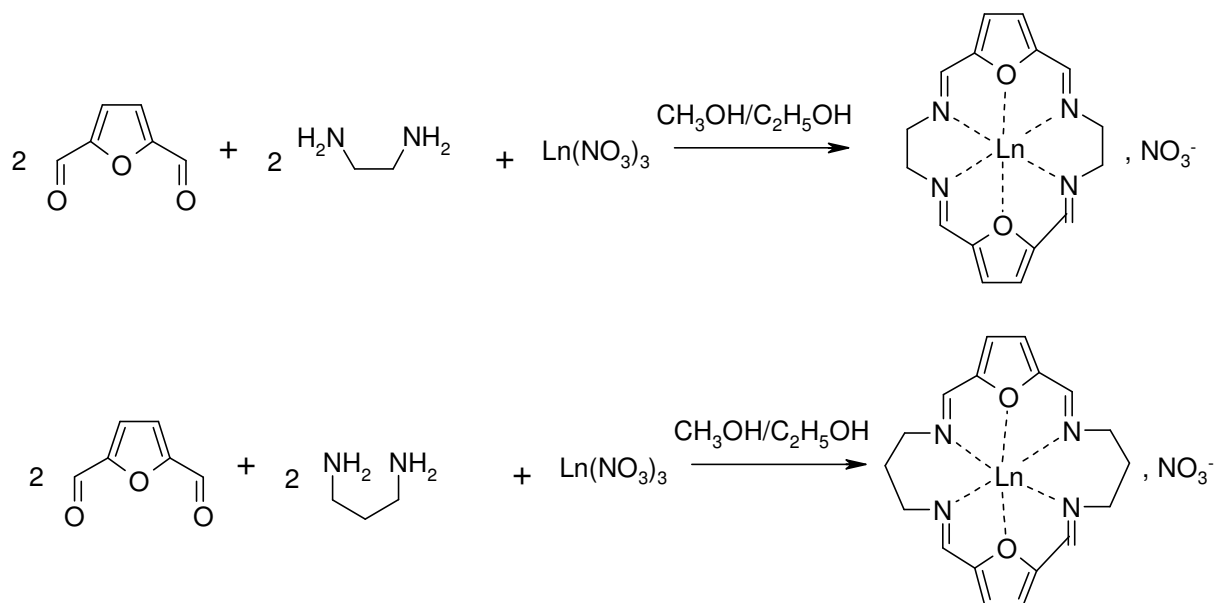
Rufina Bastida ve çalışma arkadaşları Ln(III) tuzları ile organik dikarbonil bileşikler ve primer aminlerin template sentezinde 3 tip Makrosiklik Schiff Bazı kompleksi elde etmişlerdir. Aşağıda reaksiyonu verilen bileşikleri elementel analiz, molar iletkenlik, kütle, IR ve ^1H NMR spektroskopisi ve TGA ve manyetik ölçümlerle karakterize etmişlerdir. Komplekslerin belirli bir erime noktası gözlenmemiş, $280\text{-}310\text{ }^\circ\text{C}$ arasında dekompose oldukları gözlenmiştir. Kompleksler havadan etkilenmemekte, yani bozunmaya uğramamakta,

DMSO, DMF, CH₃CN ve CH₃OH da çözünmekte, fakat CHCl₃, CH₂Cl₂ ve H₂O da çözünmemektedir. Ce(III) Kompleksi ise CH₃OH ve CH₃CN de çözünmemesine karşın, CHCl₃ ve CH₂Cl₂ de çözünmektedir. IR spektrumunda NH₂ ve C=O gerilmelerine ait pik görülmemesi maddenin oluştuğunun açık kanıtıdır. 1620 cm⁻¹ deki pik C=N titreşimine, 3450 cm⁻¹ de gözlenen geniş band H₂O ya aittir. 1580 ve 1480 cm⁻¹ de gözlenen orta şiddetteki pikler ise pridin halkasındaki titreşimlerden kaynaklanmaktadır. 1380 cm⁻¹ ve 820 cm⁻¹ de gözlenen pikler NO₃ tan kaynaklanmaktadır. La(III) ve Ce(III) perklorat komplekslerinde Cl-O gerilme titreşimleri için 1080 ve 620 cm⁻¹ de pikler gözlemiştirlerdir. [LaL¹][NO₃]₃ kompleksinin (CD₃)₂SO ve CD₃CN içinde alınan ¹H NMR spektrumunda δ= 8,4-8,6 ppm (m, 3 H, C₅H₃N), δ= 7,6-7,2 ppm (m, 8 H, C₆H₄), δ= 4,5 ppm (m, 4 H, C₆H₄OCH₂), δ= 4,3 ppm (m, 4 H, OCH₂CH₂) ve δ= 2,8 ppm (m, 6 H, CH₃) bulmuşlardır. Tüm kompleksleri iletken bulmuşlardır [53].

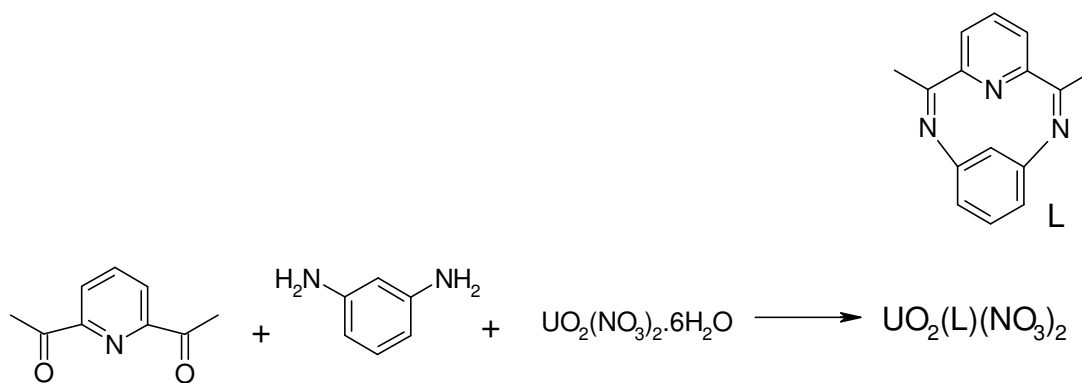


Khalil K.Abid ve David E.Fenton aşağıda gösterildiği gibi Lantanit kompleksleri sentezlemişler ve sentezledikleri bileşikleri IR, Kütle, ¹H NMR ve elementel analizle karakterize etmişlerdir. IR spektrumunda primer amin ve karbonil pikinin kaybolması, 1610-1630 cm⁻¹ de C=N gerilmesine ait pikin ortaya çıkması ve yaklaşık 1380, 1020 ve 820 cm⁻¹ de NO₃ ait piklerin görülmesi, 1450 cm⁻¹ civarlarında aromatik C=C gerilmesine ait piklerin gözlenmesi kompleksin oluştuğunu göstermektedir. 3300-3450 cm⁻¹ de geniş bandların gözlenmesi kompleksin H₂O absorpladığını göstermektedir. La(L¹)(NO₃)₃ bileşiğine ait ¹H NMR spektrum verilerinde ise şu karakteristik pikleri bulmuşlardır: δ= 8,58 ppm (s, 1H, -

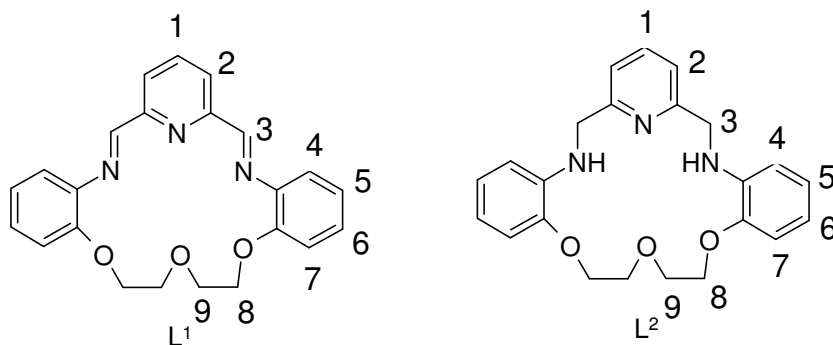
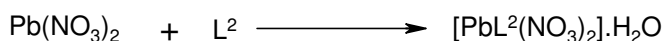
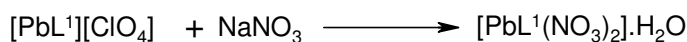
CH=N), $\delta = 7,37$ ppm (s, 1H, furan H), $\delta = 4,00$ ppm (s, 2H, CH₂CH₂); $\delta = 8,12$ ppm (s, 1H, -CH=N), $\delta = 6,96$ ppm (s, 1H, furan H), $\delta = 3,86$ ppm (s, 2H, CH₂CH₂) [54].



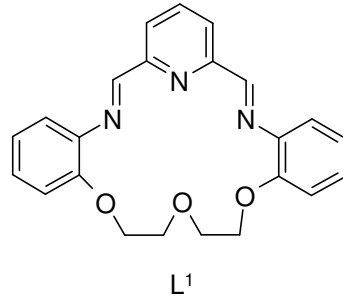
Wanda Radecka-Paryzek ve çalışma arkadaşları aşağıda gösterildiği gibi 2,6-diasetilpridin ve m-fenilendiamin ve UO₂(NO₃)₂·6H₂O'nun template reaksiyonundan Makrosiklik Schiff bazı kompleksi elde etmişler ve elde ettikleri bileşiği IR, UV-vis, ¹H NMR ve kütle spektrumları, termal analiz ve elementel analizle karakterize etmişlerdir. IR spektrumunda NH₂ ve C=O fonksiyonel gruplarına ait gerilme titreşimleri gözlemlememişlerdir. 1620 cm⁻¹ deki pikin C=N gerilmesine ait olduğunu belirtmişlerdir. 917 cm⁻¹ gözlenen pikin U-O bağından kaynaklanmakta olduğunu belirtmişlerdir. 1380 cm⁻¹ ve 835 cm⁻¹ deki pikler NO₃⁻ e ait olduğunu, 530 cm⁻¹ ve 450 cm⁻¹ deki pikler sırasıyla metal-oksijen ve metal-azot bağlarına ait olduğunu, 3500-3200 cm⁻¹ de gözlenen geniş pikler H₂O ya ait olduğunu belirtmişlerdir. Termal analiz verilerinin de bunu desteklediğini ifade etmişlerdir. 231 ve 265 nm de gözlenen omuz şeklindeki piklerin π - π^* geçişlerine ait olduğunu gözlemlemişlerdir. DMSO-d₆ da alınan ¹H-NMR spektrum sonuçlarını şöyle bulmuşlardır: $\delta = 7,6$ -8,3 ppm (pridin protonları), $\delta = 5,9$ -6,4 ppm (benzen protonları), $\delta = 2,3$ -2,6 ppm (metil protonları). Kütle spektrumunda 235 deki pikin liganda karşılık geldiğini söylemişlerdir [55].



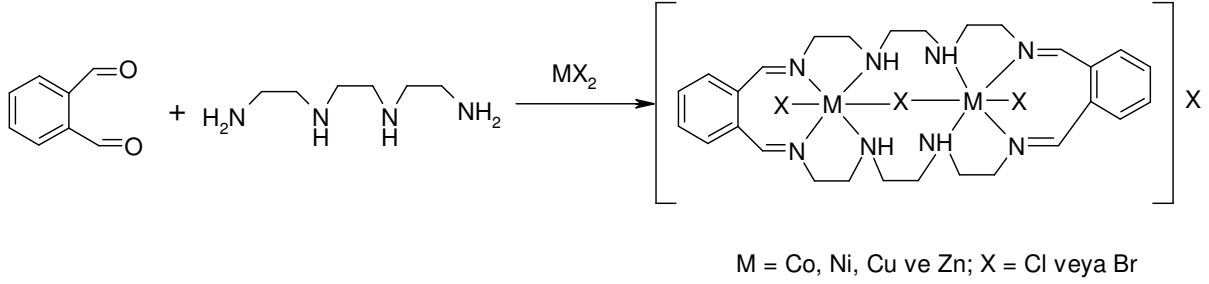
Alan Bashall ve çalışma arkadaşları aşağıda gösterildiği şekilde $[\text{PbL}^1(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve $[\text{PbL}^2(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ bileşiklerini sentezlemişler ve elde ettikleri bileşiği IR, NMR ve X-ray ile karakterize etmişlerdir. $[\text{PbL}^1(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ için IR verileri: 1620 cm^{-1} [$\nu(\text{C}=\text{N})$], 1575 cm^{-1} [$\nu(\text{C}=\text{N})(\text{pridin})$], 1435 , 1385 , 1322 ve 1298 cm^{-1} [$\nu(\text{NO}_3)$]. $[\text{PbL}^1(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ için ^1H NMR verileri (DMSO-d_6): $\delta = 9,87 \text{ ppm}$ (2 H, s, H^3), $\delta = 8,72 \text{ ppm}$ (1 H, t, H^1), $\delta = 8,44 \text{ ppm}$ (2 H, d, H^2), $\delta = 7,78 \text{ ppm}$ (2 H, d, H^4), $\delta = 7,48 \text{ ppm}$ (2 H, t, H^6), $\delta = 7,29 \text{ ppm}$ (2 H, d, H^7), $\delta = 7,19 \text{ ppm}$ (2 H, t, H^5), $\delta = 4,37 \text{ ppm}$ (4 H, br, H^8) ve $\delta = 3,92 \text{ ppm}$ (4 H, br, H^9). Kütle Spektrum verileri (f.a.b.pozitif iyon): m/z , 657 $[\text{PbL}^1(\text{NO}_3)]^+$ ve 595 $[\text{PbL}^2]^{+2}$. X-ray verileriyle kurşunun koordinasyon sayısının 10 olduğunu, yani 10 bağ yaptığını gözlemlemişlerdir. $[\text{PbL}^2(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ için IR verileri: 3245 cm^{-1} [$\nu(\text{NH})$], 1580 cm^{-1} [$\nu(\text{C}=\text{N})(\text{pridin})$], 1435 , 1385 ve 1290 cm^{-1} [$\nu(\text{NO}_3)$]. $[\text{PbL}^2(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ için ^1H NMR verileri (DMSO-d_6): $\delta = 7,79 \text{ ppm}$ (1 H, t, H^1), $\delta = 7,40 \text{ ppm}$ (2 H, d, H^2), $\delta = 6,9\text{-}6,6 \text{ ppm}$ (8 H, m, H^{4-7}), $\delta = 5,48 \text{ ppm}$ (2 H, s, NH), $\delta = 4,42 \text{ ppm}$ (4 H, br, H^3), $\delta = 4,13 \text{ ppm}$ (4 H, br, H^8), ve $\delta = 3,89 \text{ ppm}$ (4 H, br, H^9), Kütle Spektrum verileri (f.a.b.pozitif iyon): m/z , 661 $[\text{PbL}^2(\text{NO}_3)]^+$ ve 598 $[\text{Pb}(\text{L}^2\text{-H})]^{+2}$, X-ray verileri ile kurşunun koordinasyon sayısının 6 olduğunu, yani 6 bağ yaptığını gözlemlemişlerdir [56].



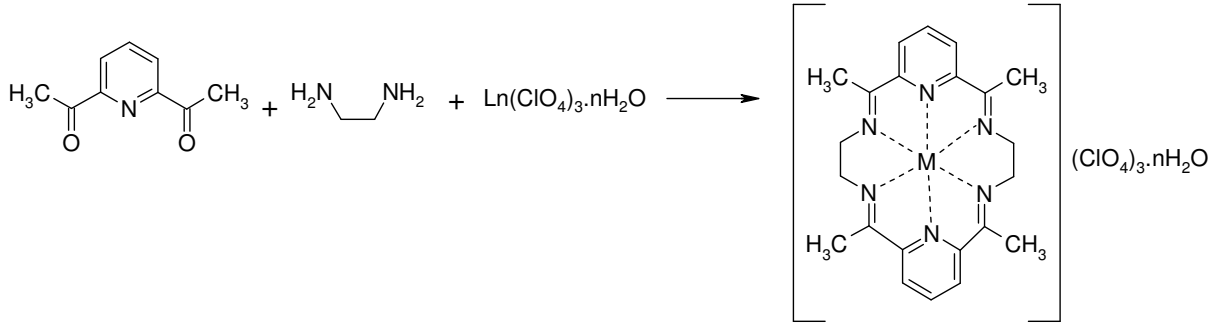
Roquel Bandin ve çalışma arkadaşları 2,6-diformilpridin ile 1,5-bis(2-aminofenoksi)-3-oksa pentanın metanol veya etanol ortamında $\text{Ln}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ veya $\text{Ln}(\text{ClO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ varlığında template reaksiyonundan $[\text{LnL}(\text{NO}_3)_3]$ veya $[\text{LnL}(\text{ClO}_4)_3]$ şeklinde Makrosiklik Schiff Bazı kompleksleri elde etmişlerdir. Elde ettikleri kompleksleri elementel analiz, molar iletkenlik, kütle, IR, ve ^1H NMR spektroskopileri ve termal gravimetrik analiz, manyetik ölçümlerle karakterize etmişlerdir. IR spektrumlarında amin ve karbonil piklerinin kaybolması ve 1615 cm^{-1} civarında $\text{C}=\text{N}$ pikinin ortaya çıkması yapıyı desteklemektedir. Tüm spektrumlarda $1593\text{-}1603\text{ cm}^{-1}$ ve $1455\text{-}1463\text{ cm}^{-1}$ arasında görülen orta şiddette veya kuvvetli piklerin pridin halkasındaki $\text{C}=\text{N}$ ve $\text{C}=\text{C}$ gerilmesine ait olduğunu belirtmişlerdir. $1390, 830$ ve 720 cm^{-1} de gözlenen piklerin nitrata ait olduğunu söylemişlerdir. Kütle spektrumlarında ise $[\text{LnL}(\text{NO}_3)_2]^+$ ve $[\text{LnL}(\text{NO}_3)]^{+2}$ yapılarına ait değerler gözlemişlerdir. Perklorat komplekslerinde ayrıca IR spektrumlarında 1080 cm^{-1} ve 620 cm^{-1} de Cl-O gerilmelerine ait pikler gözlemişlerdir. $[\text{LaL}](\text{NO}_3)_3$ için ^1H NMR (DMSO- d_6 ve CD_3CN içinde) $\delta = 9,08$ ppm (s, 2 H, $\text{CH}=\text{N}$), $\delta = 8,52$ ppm (t, 1 H, $\text{C}_5\text{H}_3\text{N}$), $\delta = 8,30$ ppm (d, 2 H, $\text{C}_5\text{H}_3\text{N}$), $\delta = 7,64\text{-}7,28$ ppm (m, 8 H, C_6H_4), $\delta = 4,63$ ppm (m, 4 H, $\text{C}_6\text{H}_4\text{OCH}_2$) ve $\delta = 4,35$ ppm (m, 4 H, OCH_2CH_2) bulmuşlardır [57].



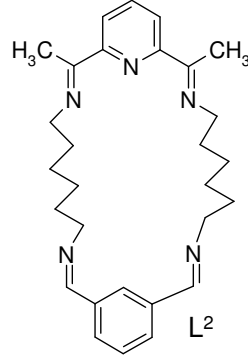
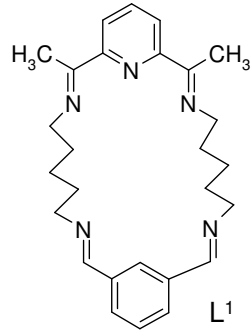
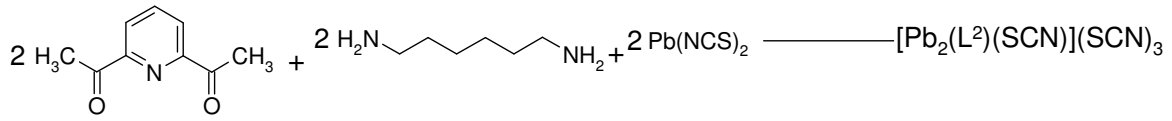
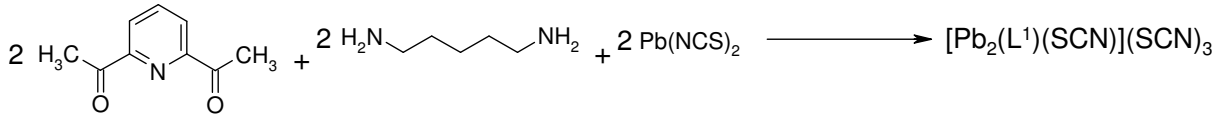
Omar S.M. Nosman trietilentetraamin ile ftalaldehiti metal iyonlarının varlığında template kondensasyonundan makrosiklik kompleksler elde etmiştir. Elde ettiği kompleksleri elementel analiz, IR, ^1H NMR ve UV-vis spektroskopik çalışmaları ve iletkenlik ve manyetik ölçümlerle çalışmalarıyla karakterize etmiştir. IR spektrumunda $1580\text{-}1620\text{ cm}^{-1}$ de $\text{C}=\text{N}$ piki, $3180\text{-}3210\text{ cm}^{-1}$ NH gerilmesi, $1420, 1080$ ve 740 cm^{-1} benzen halkasındaki gerilmeler, $350\text{-}330\text{ cm}^{-1}$ ve $320\text{-}300\text{ cm}^{-1}$ de M-X ve M-X-M titreşimleri gözlemiştir. ^1H NMR spektrumunda ise $\delta = 6,20\text{-}6,22$ ppm arasında C-NH-C protonları, $7,14\text{-}7,17$ arasında C_6H_4 protonları, $8,43\text{-}8,48$ ppm arasında ise $\text{CH}=\text{N}$ protonlarına ait pikler gözlemiştir. Metalin N atomlarından bağlandığını, Cl^- ve Br^- iyonlarının köprü oluşturarak koordinasyona katıldığını aşağıdaki gibi göstermiştir [58].



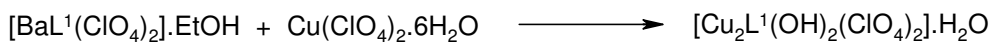
L. De Cola ve çalışma arkadaşları 2,6-diasetilpridin ve 1,2-diaminoetanın lantanit iyonlarının varlığında template kondensasyonundan Makrosiklik kompleks elde etmişler ve elde ettikleri kompleksleri elementel analiz, IR, UV-vis, TGA, NMR ve manyetik ölçümlerle karakterize etmişlerdir. IR spektrumlarında $1645-1650\text{ cm}^{-1}$ C=N pikini, 3470 , 3400 ve 3300 cm^{-1} OH pikini, 1100 ve 620 cm^{-1} ise Cl-O gerilmesini gösterdiğini belirtmişlerdir. ^{13}C NMR spektrumunda $169,0\text{ ppm}$ de C=N piki, $154,4\text{ ppm}$ de pridindeki $\alpha\text{-C}$, $141,4\text{ ppm}$ de pridindeki $\gamma\text{-C}$, $126,4\text{ ppm}$ de pridindeki $\beta\text{-C}$ gözlemişlerdir. ^1H NMR spektrumunda $\delta = 8,34\text{ ppm}$ de pridin protonu gözlenmiş, C=N protonu olmadığı için $9-10\text{ ppm}$ arasında pik gözlenememiştir. Metalin N atomları ile liganda bağlandığını gözlenmiştir [59].



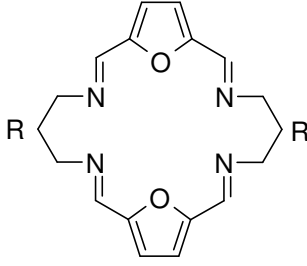
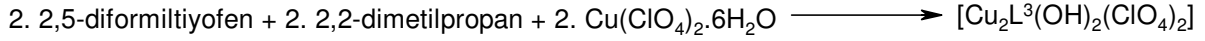
Brian P. Murphy ve çalışma arkadaşları aşağıda gösterildiği gibi Makrosiklik Schiff Bazı kompleksleri sentezlemişler ve sentezledikleri kompleksleri IR, elementel analiz, ^1H NMR ve kütle spektrumları ve X-ray ve molar iletkenlik ölçümlerinden yararlanarak karakterize etmişlerdir. IR spektrumlarında 2084 , 2041 ve 2019 cm^{-1} de gözlenen pikler SCN^- gerilmesini, $1634-1645\text{ cm}^{-1}$ arasında gözlenen pikler C=N gerilmesini, $1030-1130\text{ cm}^{-1}$ arasında ve $617-628\text{ cm}^{-1}$ arasında gözlenen pikler ise ClO_4^- titreşimlerini gözlemişlerdir. ^1H NMR spektrumunda $8,35$ ve $8,55\text{ ppm}$ de gözlenen piklerin pridin protonuna ait olduğunu belirtmişlerdir. X-ray ile karakterizasyonda Pb metalinin 5 bağ yaptığını ve bozulmuş üçgen çift piramit yapısına sahip olduğunu gözlemişlerdir. Molar iletkenlik verilerinden ise komplekslerin ($\Lambda_M = 460-520\text{ S mol}^{-1}\cdot\text{cm}^2$) (3:1 elektrolit) olduğu bulmuşlardır [60].



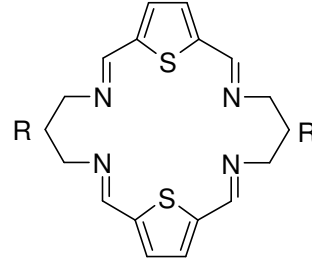
Michael G.B. Drew ve çalışma arkadaşları aşağıda reaksiyonları verilen kompleksleri sentezlemişler ve yapılarını elementel analiz, UV-vis, IR, E.s.r., X-ray ve molar iletkenlikle karakterize etmişlerdir. İletkenlik verilerinden komplekslerin 1:2 oranında elektrolit olduğunu gözlemişler, IR verilerinden ise karbonil piklerinin ve amin piklerinin kaybolduğunu, 1630-1646 cm^{-1} de ise C=N gerilmesine ait pikin ortaya çıktığını, 3200-3500 cm^{-1} arasında ise OH gerilmesine ait piki, 2090 cm^{-1} civarında ise SCN^- pikine ait gerilme titreşimlerini gözlemişlerdir. X-ray verilerinden ise bakır atomlarının 4 ve 5 bağla liganda bağlandıklarını ve bu durumda 4 bağlı yapılarda kare düzlem, 5 bağlı yapılarda ise üçgen çift piramit yapıya sahip olduğunu gözlemlemişlerdir [61].



dmpz = 3,5-dimetil pyrazol

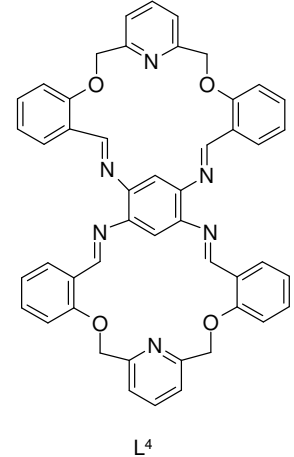
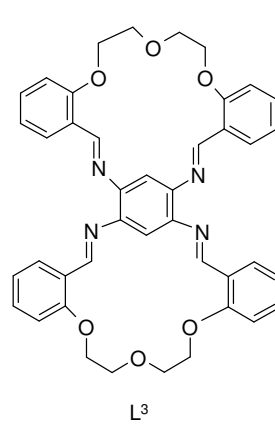
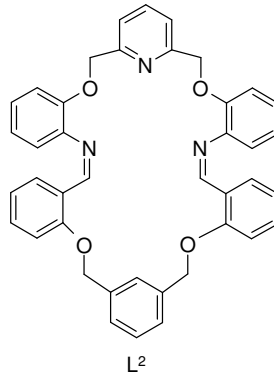
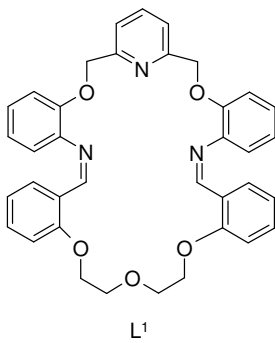


L¹ ; R = H
L² ; R = CH₃

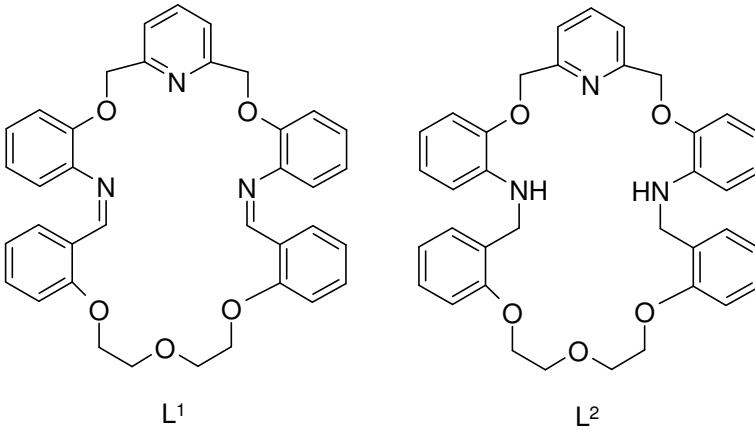


L³ ; R = H

Carlos Lodeiro ve arkadaşları L¹ ve L² Makrosiklik Schiff bazlarını ve L³ ve L⁴ bis-Makrosiklik Schiff bazlarını sentezlemişlerdir. Reaksiyonları M^{II} (M = Co, Ni, Zn, Cd, Pb) ve Ln^{III} nitrat veya perklorat tuzlarının varlığında yaptıklarında ise makrosiklik kompleksler elde etmişlerdir. Elde ettikleri kompleksleri elementel analiz, molar iletkenlik, kütle spektrumu, IR, UV-vis ve ¹H-NMR spektrumları ile karakterize etmişlerdir. IR spektrumunda L¹ ve L² ligandlarında 1618 ve 1619 cm⁻¹ de C=N pikine ait gerilme, 1598-1596 C=N (pridin) pikine ait gerilme, 1448 ve 1449 cm⁻¹ C=C pikine ait gerilme gözlenmiştir. ¹H NMR spektrumunda δ = 9,1 ve 8,8 ppm CH=N protonlarına aittir. 8,2-6,4 ppm aromatik protonlara aittir. Kütle spektrumlarında m/z: 600 [L¹+H]⁺, 633 [L²+H]⁺. UV-vis spektrumlarında L¹ için, λ = 253 nm (ε = 10704), 321 nm (ε = 4657), L² için, λ = 253 nm (ε = 13116), 320 nm (ε = 5827). Kompleksler de ise IR spektrumlarında imin piklerinin (HC=N) 1624-1643 cm⁻¹ arasında, 1600 ve 1455 cm⁻¹ pridin halkasına ait titreşim frekansları, 3450-3385 cm⁻¹ arasında ise H₂O pikine ait titreşim, 1088 ve 627 cm⁻¹ civarında ise Cl-O gerilmesine ait titreşim frekansları gözlemlenmiştir. UV-vis spektrumlarında ise 245-250 nm, 316-322 nm ve 386-388 nm arasında komplekslere ait π-π*, n-π* geçişlerine ait bandlar gözlemlenmiştir [62].

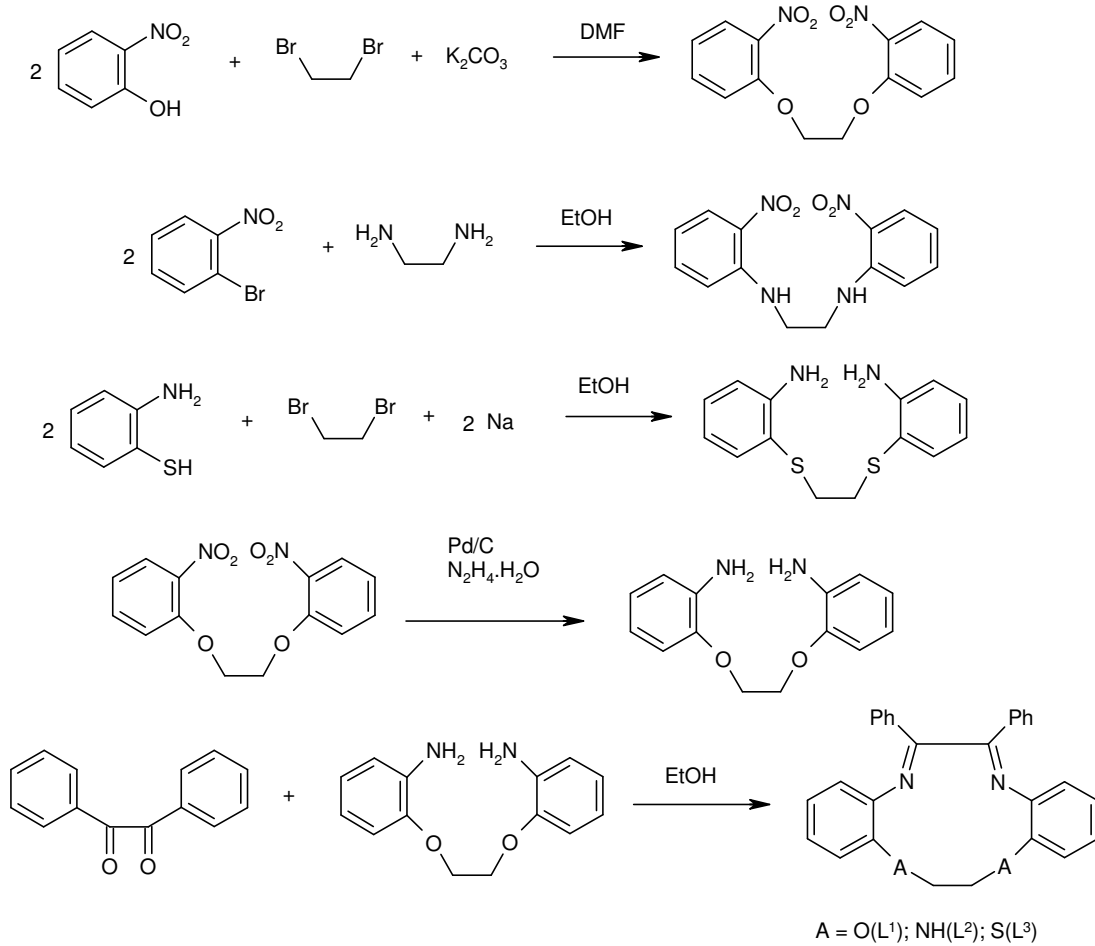


Carlos Lodeiro ve arkadaşları 2,6-bis(2-formilfenoksimetil)pidrin ve 1,5-bis(2-aminofenoksi)-3-oksapentanın $\text{LnX}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ tuzlarının varlığında template reaksiyonundan $[\text{LnL}^1][\text{X}]_3$ şeklinde makrosiklik kompleksler elde etmişlerdir. Ayrıca 1,6-bis(2-formilfenoksimetil)pidrin ve 1,5-bis(2-aminofenoksi)-3-oksapentanın reaksiyonundan L^1 makrosiklik Schiff bazını elde etmiş ve elde ettikleri bu ligandın indirgenmesiyle L^2 ligandını sentezlemişlerdir. Sentezledikleri ligand ve kompleksleri IR, Kütle spektrumu, elementel analiz, molar iletkenlik ve $^1\text{H-NMR}$ spektrumu ile karakterize etmişlerdir. L^1 'in spektrum verilerinde şu sonuçları elde etmişlerdir: IR için: 1620 cm^{-1} C=N piki, 1590 cm^{-1} de pirdin halkasındaki C=N gerilmesi, $^1\text{H NMR}$ spektrumunda ise $\delta = 8,9 \text{ ppm}$ (s, 2 H, CH=N), Kütle spektrumunda ise $m/z: 600[\text{L}+\text{H}]^+$. L^2 'in spektrum verilerinde şu sonuçları gözlemişlerdir: IR için: 3364 cm^{-1} NH gerilmesi, 1601 ve 1458 cm^{-1} de pirdin halkasındaki C=N gerilmesi, $^1\text{H NMR}$ spektrumunda ise $\delta = 7,89 \text{ ppm}$ (t, 1 H, $\text{C}_5\text{H}_3\text{N}$), $7,55 \text{ ppm}$ (d, 2 H, $\text{C}_5\text{H}_3\text{N}$), $6,70\text{-}7,50 \text{ ppm}$ (m, 16 H, C_6H_4), Kütle spektrumunda ise $m/z: 604 [\text{L}^2+\text{H}]^+$. Komplekslerin spektrumlarında şu veriler elde edilmiştir: IR spektrumları: Karbonil ve amin piklerinin kaybolması ve 1620 cm^{-1} de C=N gerilmesi ve $1600, 1460 \text{ cm}^{-1}$ de pirdin halkasındaki C=N ve C=C gerilmelerinin oluşması, $1460\text{-}1452, 1300$ ve 1030 bidentat nitrat gruplarını, 1384 cm^{-1} deki pik iyonik nitrat grubunu, $270\text{-}316 \text{ cm}^{-1}$ Ln-N ve $415\text{-}436 \text{ cm}^{-1}$ Ln-O titreşimlerini göstermektedir. UV-vis spektrumları: Liganda 360 nm de ki geniş band $\pi\text{-}\pi^*$ geçişine aittir. Komplekste ise $280\text{-}450 \text{ nm}$ ve 640 nm de omuz şeklinde pikler gözlemişlerdir [63].

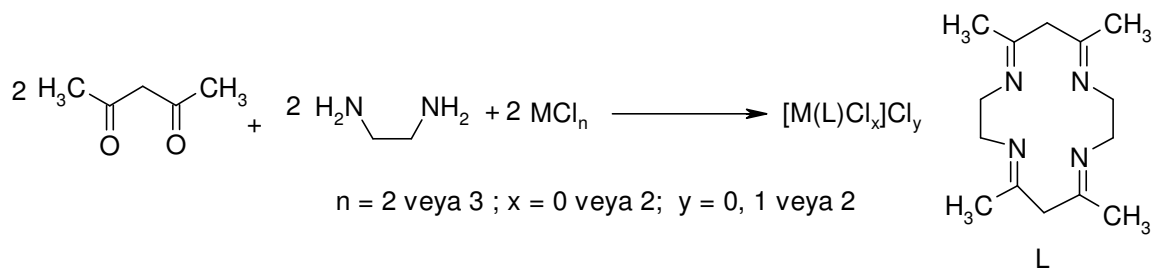


Sulakh Chandra ve Rajiv Kumar aşağıda reaksiyonları verilen makrosiklik Schiff bazı komplekslerini sentezlemişler ve sentezledikleri kompleksleri IR, Kütle spektrumu, $^1\text{H NMR}$, elektronik spektrum, manyetik ölçümler ve molar iletkenlikle karakterize etmişlerdir. IR spektrumlarında 3400 cm^{-1} de görülen amin ve $1675\text{-}1755 \text{ cm}^{-1}$ de görülen keton gruplarının kaybolması, ayrıca $1624, 1620$ ve 1608 cm^{-1} de L^1, L^2 ve L^3 makrosiklik ligandlarında C=N pikine ait titreşim frekanslarının gözlenmesi yapıyı desteklemektedir. L^2 ligandında 3320 cm^{-1}

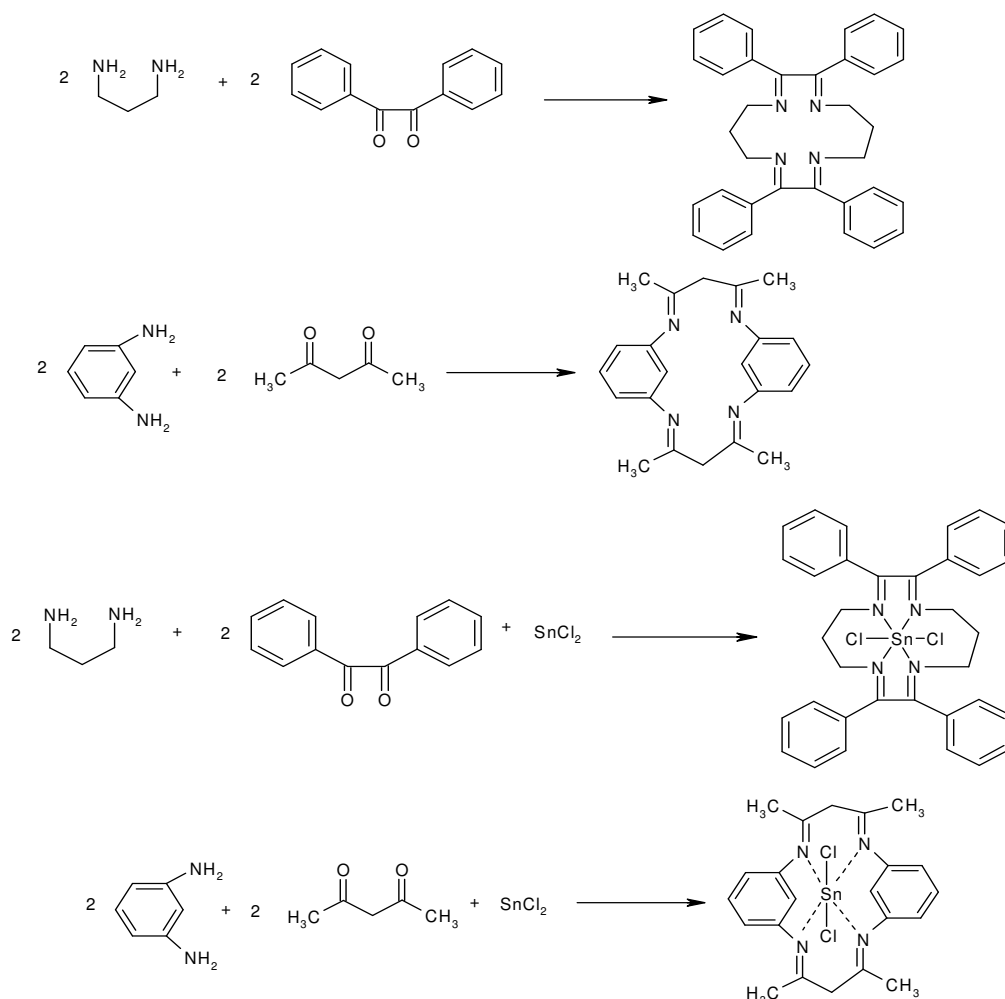
de NH pikinin gözlenmesi, $305\text{-}485\text{ cm}^{-1}$ de Ph-S-CH₂ grubuna ait pikin gözlenmesi yapıyı desteklemektedir. Ayrıca 405 cm^{-1} de M-O (M: Cr⁺³ veya Mn⁺²) geçişine ait, 485 cm^{-1} de M-N geçişine ait, 305 cm^{-1} de ise M-S geçişine ait, $300\text{-}320\text{ cm}^{-1}$ arasında ise M-Cl pikleri gözlenmektedir. Bütün bu gözlemlerin ilgili yapıyı desteklediğini belirtmişlerdir. Anyon (SCN⁻) pikine ait $2089\text{-}2083\text{ cm}^{-1}$ arasında piklerin gözlemleri yine belirtilen yapıya uymaktadır [64].



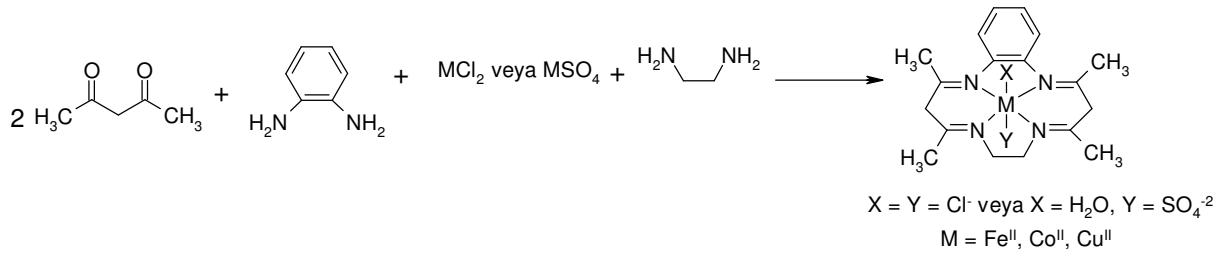
Sulekh Chandra ve çalışma arkadaşları aşağıda gösterildiği gibi makrosiklik Schiff bazı kompleksleri sentezlemişler ve sentezledikleri komplekslerin manyetik moment, IR, elektronik spektrum, ve E.s.r. spektrumu, elementel analiz ve molar iletkenliklerini incelemişlerdir. Manyetik ölçümleri oda sıcaklığında ve CuSO₄.5H₂O kalibrantı kullanılarak yaptılar. IR spektrumlarında imin piklerine ait $1600\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$ arasında pikler gözlemleri ve karbonil ve amin gruplarına ait piklerin kaybolması makrosiklik yapıyı doğrulamaktadır [65].



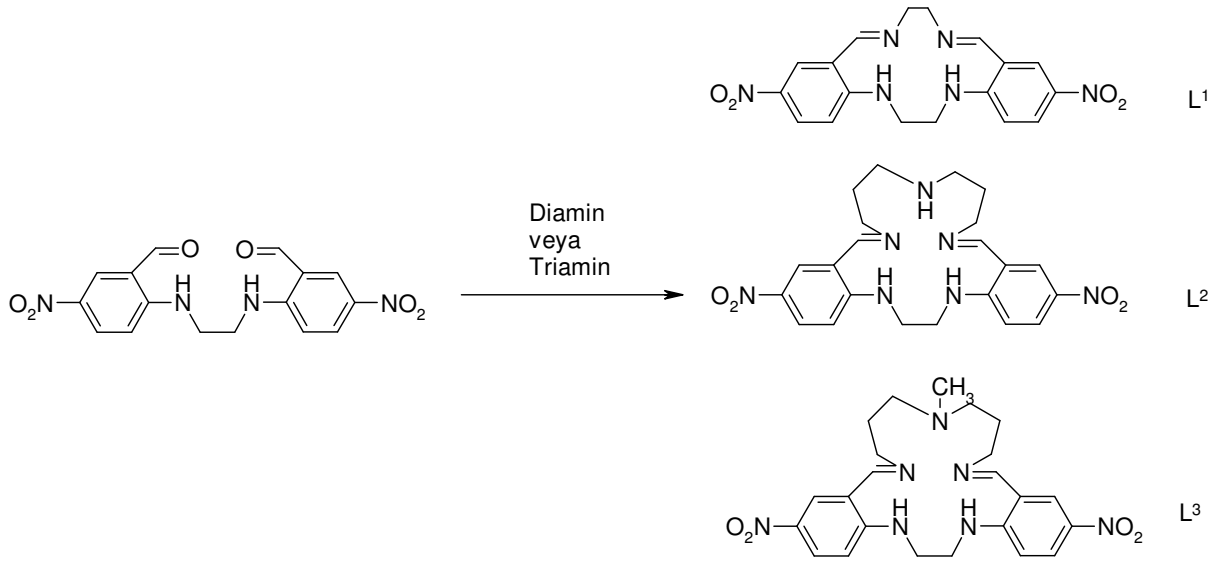
A.K. Varshney ve çalışma arkadaşları aşağıda reaksiyonları verilen makrosiklik Schiff bazlarını sentezlemişler ve ayrıca template reaksiyonları ile makrosiklik Schiff bazlarının komplekslerini elde etmişlerdir. Elde ettikleri ligand ve kompleksleri elementel analiz, UV-vis, IR, ^1H NMR, ^{119}Sn NMR ve kütle spektrumları ile karakterize etmişlerdir. UV-vis spektrumlarında fenil halkalarına ait 220 nm de gözlenen geçişlerin, komplekslerde 222 nm ye kaydığını, C=N kromoforundan kaynaklanan 292 nm ye ait bandın komplekslerde 296 nm ye kaydığını, 340 nm deki geçişin ise komplekslerde 370 nm ye kaydığını gözlemişlerdir. IR spektrumlarında 1620 cm^{-1} de C=N grubuna ait gerilme titreşimini komplekslerde $1620\text{-}1630 \text{ cm}^{-1}$ aralığında gözlemişlerdir. Ayrıca N-Sn ve Sn-Cl bağlarına ait 430 ve 325 cm^{-1} de yeni titreşimler gözlemişlerdir [66].



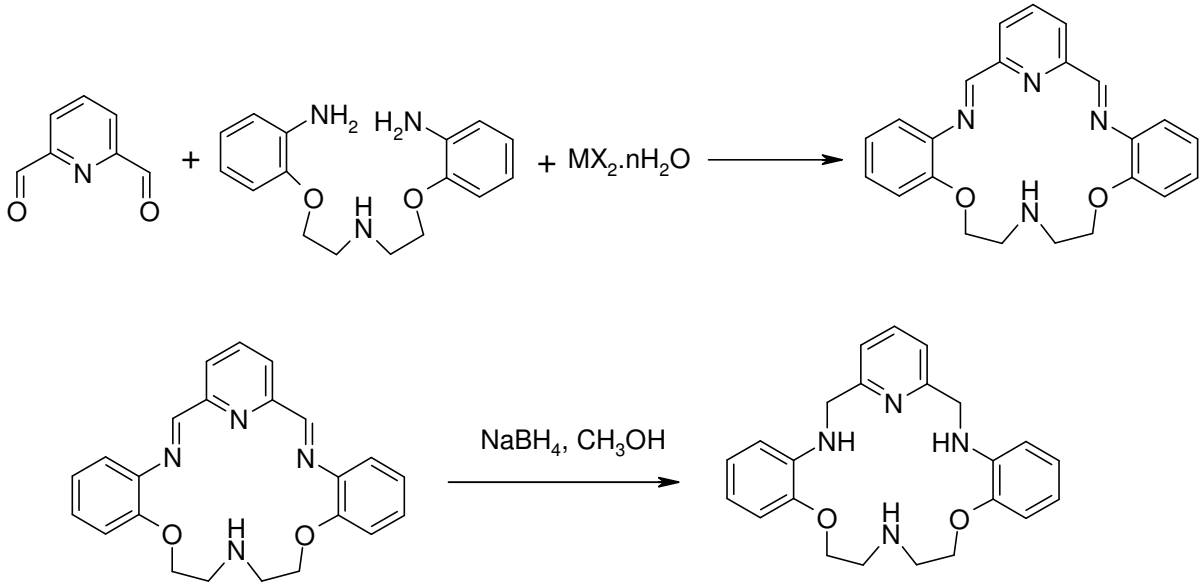
K. Hussain Reddy ve çalışma arkadaşları aşağıda reaksiyonu verilen makrosiklik Schiff bazı komplekslerini sentezlemişler ve yapılarını molar iletkenlik, UV-vis, manyetik moment ve IR spektrumları ile karakterize etmişlerdir. IR spektrumlarında elde ettikleri verileri şu şekilde yorumlamışlardır: Amin piklerinin kaybolması, $1610\text{--}1585\text{ cm}^{-1}$ arasında tüm komplekslerde konjügasyona uğramış C=N gerilmesi, 1525 ve 1280 cm^{-1} de gözlenen C-O çiftli ve tekli bağlarına ait piklerin gözlenmemesi oluşan yapıyı desteklemektedir. 1120 , 1070 ve 1020 cm^{-1} de gözlenen pikler sülfat gruplarına ait olabilir. 209 , 300 ve 283 cm^{-1} de gözlenen pikler Fe-Cl, Co-Cl ve Cu-Cl titreşimlerine aittir. $3445\text{--}3485\text{ cm}^{-1}$ aralığında gözlenen pikler H_2O ya aittir. $440\text{--}485\text{ cm}^{-1}$ aralığında gözlenen pikler ise M-N gerilmesine aittir [67].



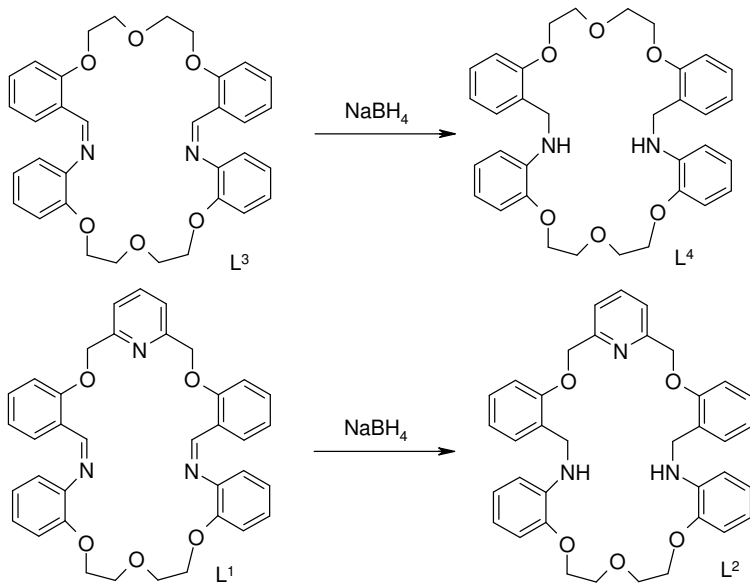
Takayuki Matsushita ve çalışma arkadaşları aşağıda reaksiyonları verilen makrosiklik Schiff bazlarını sentezlemişler ve sentezledikleri makrosiklik ligandların Ni(II) ve Cu(II) komplekslerini elde etmişlerdir. Elde ettikleri ligand ve kompleksleri IR, elementel analiz, molar iletkenlik, UV-vis ve manyetik momentten yararlanarak karakterize etmişlerdir. Ligandların 213 , 252 ve $299\text{ }^{\circ}\text{C}$ de dekompoze oldukları görülmüştür. Kütle spektrumlarında molekül ağırlıklarına karşılık gelen noktalarda pik gözlemişlerdir. Her üç ligand için IR spektrumunda 3300 cm^{-1} de NH gerilmesinden kaynaklanan pik, 1635 cm^{-1} de C=N gerilmesinden kaynaklanan pikler gözlemişlerdir. ^1H NMR spektrumunda ise L^2 için $\delta = 8,41$ ppm ve L^3 için $\delta = 8,35$ ppm de CH=N pikleri gözlemişlerdir. Elektronik spektrumunda ise L^2 ve L^3 için 25300 ve 25600 cm^{-1} dalga sayılarına karşılık gelen $\pi\text{-}\pi^*$ geçişleri gözlemişlerdir. Her iki ligandın Cu(II) ve Ni(II) komplekslerinin UV-vis spektrumlarında daha küçük dalga sayılarına kaydıklarını gözlemişlerdir. Ligandların Cu(II), Ni(II) ve Co(II) metal iyonları için çeşitli koşullara bağlı olarak (pH ve konsantrasyon) ekstraktand özelliği incelenmiş ve L^2 nin Cu(II) için mükemmel bir ekstrant olduğunu bulunmuştur [68].



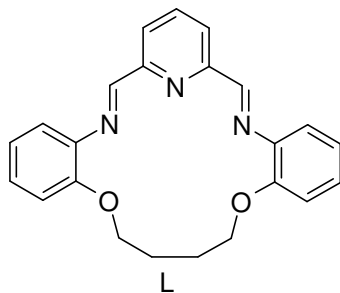
Harry Adams ve çalışma arkadaşları aşağıda gösterildiği gibi 2,6-bridin karbaldehit ve 1,5-bis(2-aminofenoksi)-3-azapentani $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Cd}(\text{ClO}_4)_2$, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ ve $\text{Zn}(\text{ClO}_4)_2$ tuzlarının varlığında template kondensasyonundan makrosiklik kompleksler sentezlemişler ve sentezledikleri kompleksleri elementel analiz, IR, molar iletkenlik, ^1H NMR ve kütle spektrumu ve x-ray ile karakterize etmişlerdir. Karakterizasyon sonucu sentezledikleri bileşiklerin yapılarını $[\text{CdL}^1(\text{NO}_3)_2]$, $[\text{CdL}^1(\text{H}_2\text{O})_2][\text{ClO}_4]_2$, $[\text{Zn}_2\text{L}^1_2(\text{OH})][\text{ClO}_4]_3 \cdot \text{CH}_3\text{CN}$, $[\text{CdL}^2(\text{NO}_3)_2]$ ve $[\text{CdL}^2(\text{CH}_3\text{CN})_2][\text{ClO}_4]_2$ şeklinde bulmuşlardır. IR spektrumlarını şu şekilde yorumlamışlardır: L^1 ve kompleksleri için IR spektrumlarında C=N gerilmesine ait $1620\text{-}1628\text{ cm}^{-1}$ arasında pikler, 1100 ve 625 cm^{-1} civarında perklorat iyonuna ait pikler gözlenirken, 1309 , 1384 ve 1419 cm^{-1} de görülen pikler nitrat anyona aittir. L^2 ve komplekslerinde C=N pikleri görülmezken, 3360 ve 3390 cm^{-1} civarında N-H gerilmesine ait pikler gözlenmiştir. Ayrıca IR spektrumlarında amin ve karbonil piklerinin gözlenmemesi yapıları destekleyici niteliktedir. 1384 cm^{-1} de görülen pikler iyonik nitrat gruplarına aittir. X-ray verilerinden Cd(II) komplekslerinde metalin koordinasyon sayılarının 7 ve 5 olduğu gözlemlenmişler, Zn(II) komplekslerinde metalin koordinasyon sayısının 5 olduğu görmüşlerdir [69].



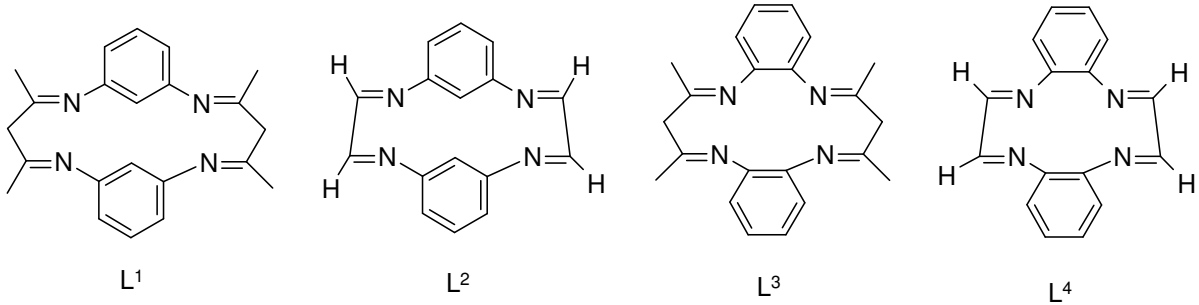
Carlos Lodeiro ve çalışma arkadaşları L^1 ve L^3 makrosiklik Schiff bazlarını sentezlemişler ve bunları $NaBH_4$ ile indirgenmek suretiyle L^2 ve L^4 ligandlarını elde etmişlerdir. L^1 ve L^3 ligandlarının komplekslerini template reaksiyonuyla elde etmişlerdir. Sentezledikleri ligand ve kompleksleri elementel analiz, molar iletkenlik, kütle spektrumu, IR, UV-vis ve 1H -NMR spektroskopileri ve manyetik moment ile karakterize etmişlerdir. IR spektrumlarında yaklaşık olarak $1639-1644\text{ cm}^{-1}$ de imin gruplarına ait pikleri gözlemlemeleri ve karbonil ve amin piklerini gözlemleyememeleri yapıları desteklemektedir. İndirgemen sonra $1620-1640\text{ cm}^{-1}$ aralığında gözlenen imin piklerinin kaybolduğunu gözlemişlerdir. 3400 cm^{-1} de geniş bir bandı gözlemeleri suyu göstermektedir. $1447-1459$, 1300 ve 1029 cm^{-1} de gözlenen pikler koordine nitrat gruplarını gösterir. 1380 cm^{-1} civarında gözlenen pikler ise iyonik nitrat gruplarına aittir. UV-vis spektrumlarında ise L^1 ve L^2 için 250 nm ($\epsilon \approx 12207$ ve $39114\text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$) ve 320 nm ($\epsilon \approx 5434$ ve $19151\text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$), diğer taraftan L^4 için 250 nm ($\epsilon \approx 23346\text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$), 293 nm ($\epsilon \approx 6785\text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$) ve 277 nm de omuz şeklinde pikler gözlemişlerdir. Bütün durumlarda elektronik geçişler makrosiklik yapıdaki kromoforlardan kaynaklanmaktadır. Komplekslerin UV-vis spektrumlarında konsantrasyon 10^{-6} ve 10^{-4} M aralığında çalışıldığı için d-d geçişleri gözlenememiştir [70].



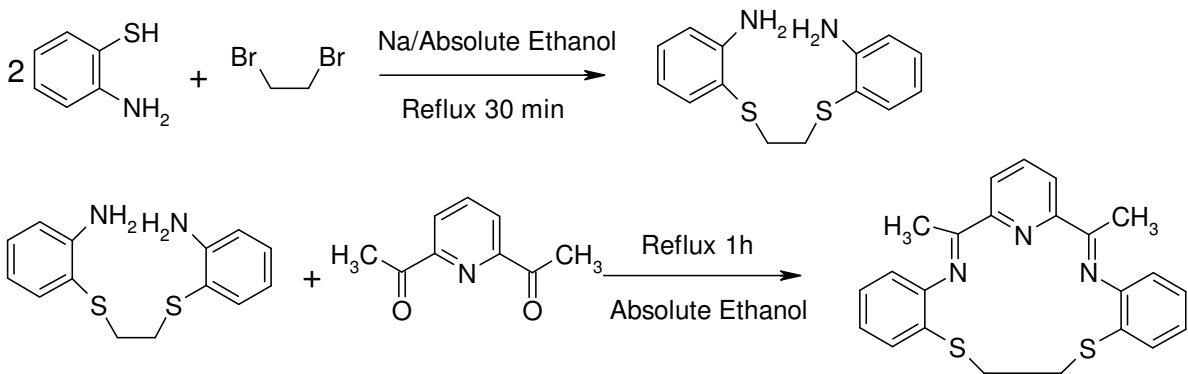
Laura Valencia ve alıřma arkadařları 2,6-diformilpridin ve 1,4-bis(2-aminofenoksi)bütanı AgClO₄, Zn(NO₃)₂, Zn(ClO₄)₂, Cd(NO₃)₂, Cd(ClO₄)₂ tuzlarının varlıęında template reaksiyonundan [AgL](ClO₄), [ZnL](ClO₄)₂.2H₂O, [ZnL](NO₃)₂, [CdL(H₂O)₂](ClO₄)₂ ve [CdL(NO₃)(CH₃OH)](NO₃) bileřiklerini sentezlemiřlerdir. Sentezledikleri bileřikleri elementel analiz, IR, molar iletkenlik, kütle spektrumu, ¹H NMR spektrumu ve X-ray ile karakterize etmiřlerdir. IR spektrumlarında řu verileri elde etmiřlerdir: Tüm kompleksler için 1623-1615 cm⁻¹ aralıęında C=N gerilmesine karřılık gelen pikler, 1600 ve 1450 cm⁻¹ de C=N(pridin) ve C=C gerilmelerine karřılık gelen pikler, perklorat komplekslerinde ise 1100 ve 625 cm⁻¹ de ClO₄⁻ gerilme titreřimlerine karřılık gelen pikler gözlenmiřtir. Nitrat komplekslerinde ise 1430-1455 cm⁻¹, 1290-1328 cm⁻¹ ve 1020-1040 cm⁻¹ de simetrik ve asimetrik gerilme titreřimleri gözlenmiřtir. ¹H NMR spektrumunda ise imin protonu için δ= 9,49-8,98 ppm aralıęında deęerler elde etmiřlerdir. Kristal yapılarında ise Ag⁺ iyonunun N₃O₂ 5 diřli ligand ile 5 baę oluřturarak kompleks oluřturduęu, Cd⁺² iyonunun ise N₃O₂, NO₃⁻ ve H₂O(CH₃OH) ile koordinasyon sayısı 7 olmak üzere kompleks meydana getirdięi görülmüřtür [71].



Sulekh Chandra ve çalışma arkadaşları o-fenilendiamin ve m-fenilendiamin ile asetilaseton ve glioksal maddelerini Pd(II), Pt(II), Ir(III), ve Ru(III) metalleriyle template reaksiyonundan makrosiklik kompleksler elde etmişler ve elde ettikleri kompleksleri elementel analiz, molar iletkenlik, manyetik süsseptibilite, elektronik spektroskopi ile karakterize etmişlerdir. IR spektrumlarında şu sonuçları elde etmişlerdir: 3400 cm^{-1} de amin gruplarına ve $1670\text{-}1750\text{ cm}^{-1}$ de karbonil gruplarına ait piklerin kaybolması, 1600 cm^{-1} civarında C=N gerilmesine karşılık gelen piklerin görülmesi yapıyı desteklemektedir [72].

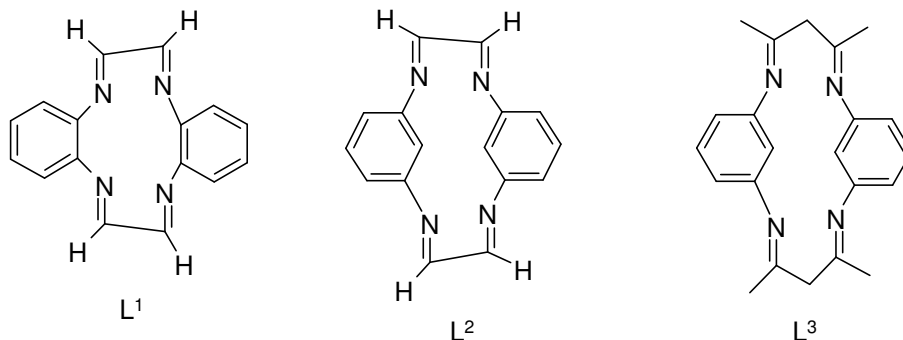


Sulekh Chandra ve Karuma Gupta aşağıda reaksiyonu verilen makrosiklik Schiff bazını ve bu Schiff bazının Cr^{III} , Mn^{II} , Fe^{III} , Co^{II} , Ni^{II} ve Cu^{II} makrosiklik komplekslerini elde etmişler ve elde ettikleri ligand ve kompleksleri elementel analiz, molar iletkenlik, manyetik süsseptibilite, IR, elektronik spektroskopi ile karakterize etmişlerdir. Manyetik ölçümleri $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kalibrantını kullanılarak yapmışlardır. IR spektrumlarında $1600\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$ aralığında C=N gerilmesine karşılık gelen pikler gözlemlenmişler, primer amin ve karbonil piklerinin kaybolduğu gözlemlenmiştir. 1580 ve 1480 cm^{-1} civarında yüksek enerjili geçişler piridin gerilmelerine ait titreşimleri gözlemlenmiştir [73]

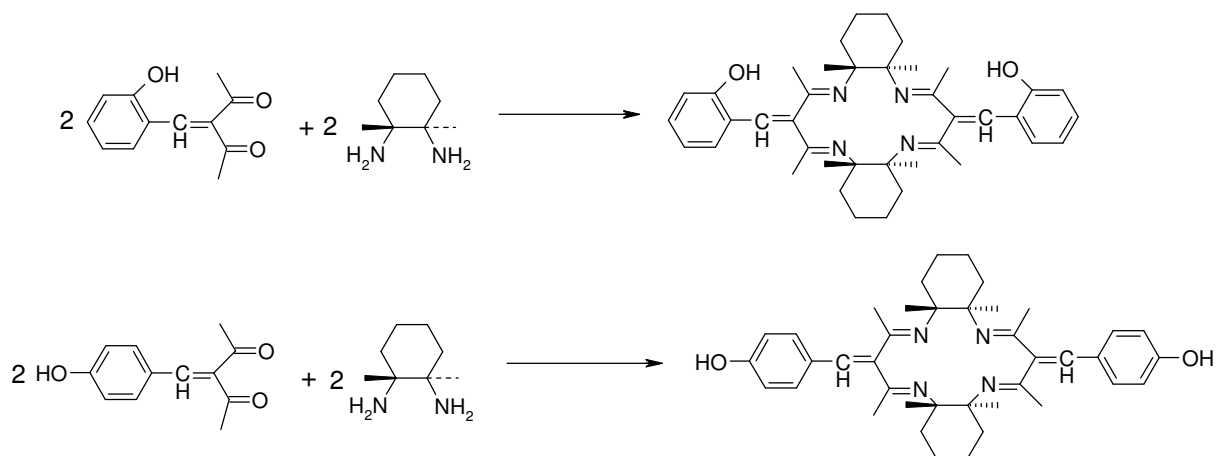


Sulekh Chandra ve Karuma Gupta L^1 , L^2 ve L^3 makrosiklik Schiff bazını ve bu Schiff bazlarının Cr^{III} ve Ni^{II} makrosiklik komplekslerini elde etmişler ve elde ettikleri ligand ve kompleksleri elementel analiz, molar iletkenlik, manyetik süsseptibilite, IR, elektronik spektroskopi ile karakterize etmişlerdir. IR, elektronik spektroskopi ve e.p.r. ile karakterize etmişlerdir. Manyetik ölçümleri $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kalibrantını kullanılarak yapmışlardır. IR

spektrumlarında $1600\text{--}1700\text{ cm}^{-1}$ aralığında C=N gerilmesine karşılık gelen pikleri gözlemişler, primer amin ve karbonil piklerinin kaybolduğunu görmüşlerdir [74].

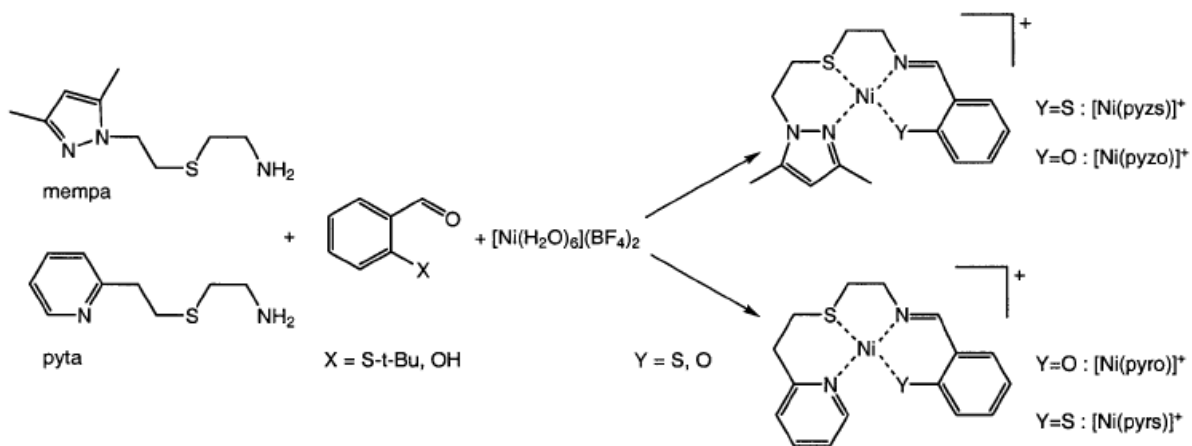


Sankaran Srinivasan ve Periakaruppan Athappan aşağıda gösterildiği gibi makrosiklik Schiff bazlarını sentezlemişler ve sentezledikleri bu Schiff bazlarının Cu^{II} , Co^{II} , Ni^{II} ve Mn^{II} komplekslerini sentezlemişlerdir. Sentezledikleri ligand ve kompleksleri IR, UV-vis, Manyetik moment, elementel analiz, ^1H NMR spektroskopik ile karakterize etmişlerdir. Ayrıca sentezledikleri kobalt ve bakır komplekslerinin siklik voltametrilerini incelemişlerdir. IR spektrumlarında karbonil ve amin piklerinin kaybolduğu ve liganda 1624 cm^{-1} de C=N gerilme titreşimine karşılık gelen pik gözlerlerken, komplekslerde ise C=N piklerinin düşük frekanslara kayarak $1602\text{--}1605\text{ cm}^{-1}$ değerlerine kaydığını gözlemişlerdir. NMR spektrumlarında ise $\delta = 8,25\text{ ppm}$ de CH=N pikini, $\delta = 10,9\text{ ppm}$ de $-\text{OH}$ protonunu gözlemişlerdir. Komplekslerde Cu(II), Ni(II), Co(II) nin liganda 4 bağla N atomlarına bağlandığı gözlemişlerdir [75].



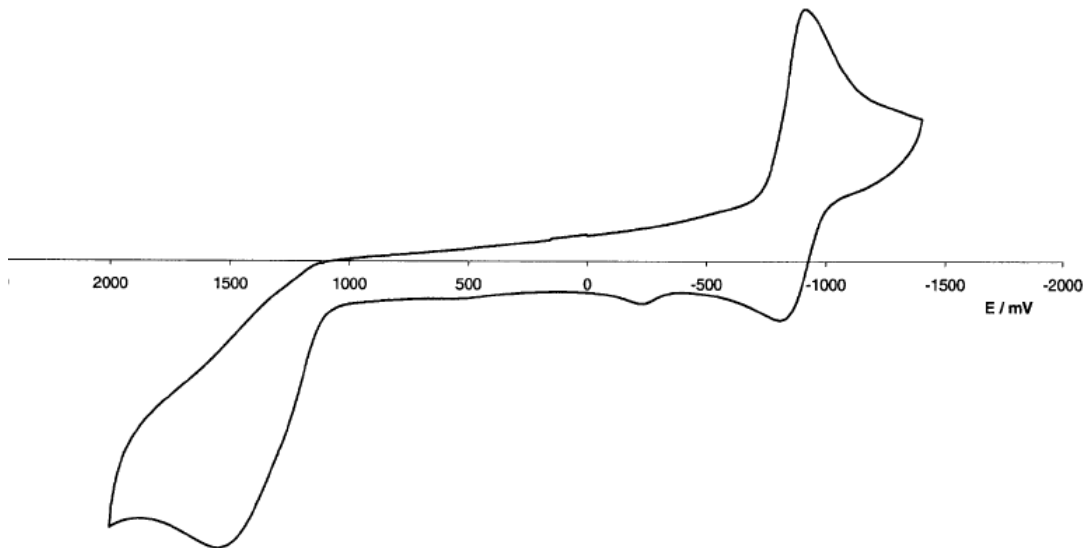
Vincent E. Kaasjager ve çalışma arkadaşları aşağıda reaksiyonları verilen kompleksleri sentezlemişler ve yapılarının IR, elementel analiz, ^1H NMR, X-ray, UV-vis ve siklik voltametri ile karakterize etmişlerdir. IR spektrumlarında C=N gerilmesi $1600\text{--}1609\text{ cm}^{-1}$ aralığında gözlenmiş, ^1H NMR spektrumunda ise imin protonları $7,83\text{--}8,31\text{ ppm}$ arasında singlet olarak gözlemişlerdir. Kristal yapılarında Ni^{+2} iyonlarının koordinasyon sayılarının 4

olduğunu ve geometrisini kare düzlem olarak gözlemişlerdir. Ni^{+2} komplekslerinin Ag/AgCl elektrodu ile voltametri çalışmaları ve +2 ile -1,4 V arasında indirgenme ve yükseltgenme potansiyellerini elde etmişlerdir. Tüm komplekslerin irreversibil oksidasyon basamağını gösterdiğini belirtmişlerdir. Bunun da Ni(III) oluşamayacağını gösterdiğini belirtmişlerdir. $[\text{Ni}(\text{pyro})]\text{BF}_4$ hariç diğerleri 1592-1599 arasında anodik pik potansiyellerine sahiptir. $[\text{Ni}(\text{pyro})]\text{BF}_4$ için 1352 mV değeri elde etmişlerdir [76].



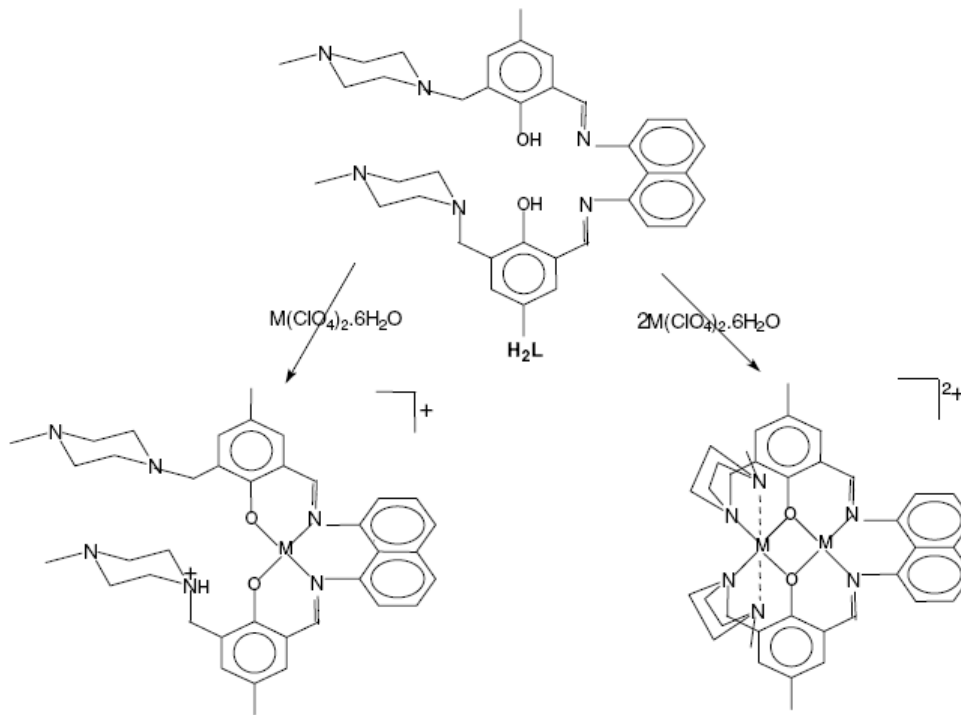
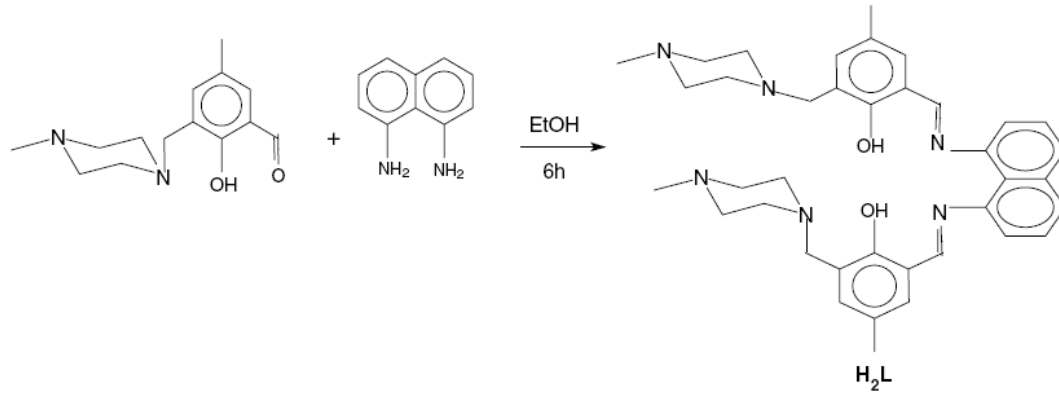
Komplekslerin siklik voltametrik çalışmaları ve voltagramları aşağıda verilmiştir.

Kompleks	İndirgenme			Yükseltgenme
	E_{pc} (mV)	ΔE (mV)	i_{pa}/i_{pc}	E_{pa}^{irrev} (mV)
$[\text{Ni}(\text{pyro})]\text{BF}_4$	-963	75	0.6	1352
$[\text{Ni}(\text{pyzo})]\text{BF}_4$	-933	72	0.7	1532
$[\text{Ni}(\text{pyrs})]\text{BF}_4$	-893	166	0.8	1599
$[\text{Ni}(\text{pyzs})]\text{BF}_4$	-891			1580



[Ni(pyrS)]BF₄ ün 0,1 M Bu₄NPF₆ içeren CH₃CN çözeltilisinde 50 V s⁻¹ tarama hızıyla elde edilen siklik voltagramı

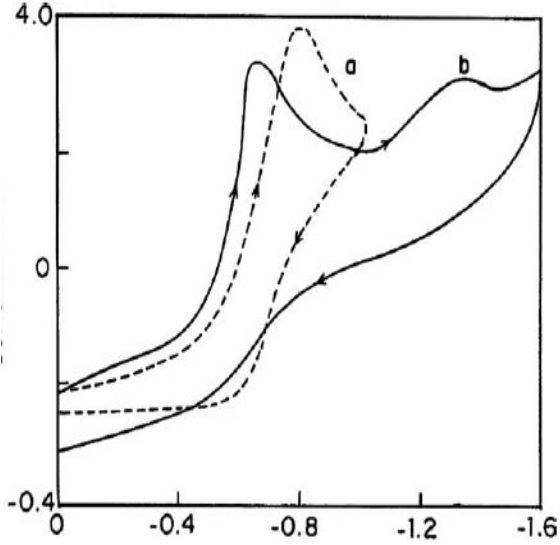
K.R. Krishnapriya, M. Kandaswamy aşağıda reaksiyonları verilen makrosiklik Schiff bazlarını sentezlemişler ve sentezlediği ligand ve kompleksleri elementel analiz, UV-vis, IR, NMR ve siklik voltametri ile karakterize etmişlerdir. Siklik voltametri ile ilgili veriler aşağıda verilmiştir. H₂L ligandı için IR spektrumunda 1625 cm⁻¹ de C=N gerilmesine ait pik gözlenirken, 1700 cm⁻¹ de C=O gerilmesine ait pik kaybolmuştur. Komplekslerde ise C=N pikini liganda göre 15-20 cm⁻¹ lik bir kayma ile 1620-1640 cm⁻¹ de gözlemişlerdir. 3378 cm⁻¹ de OH gerilmesine ait geniş bir pik gözlenirken, komplekste bu pik kaybolduğunu gözlemişlerdir. Ayrıca komplekslerde 1100 cm⁻¹ ve 620 cm⁻¹ civarındaki piklerin perklorat iyonlarını gösterdiğini, bununla beraber 1100 cm⁻¹ deki pikin yarılmamasıyla perklorat iyonunun metale bağlanmadığını belirtmişlerdir. ¹H NMR spektrumunda ligand için 7,01-7,12 ppm arasında aromatik protonlar, 10,1 ppm de OH protonları ve 8,12 ppm de ise azometin protonları gözlemişlerdir. Ni(II) komplekslerinde aromatik protonlar 7,20-7,32 ppm arasında, azometin protonları aşağı alana kayarak 8,24 ppm olduğu ve OH protonlarının kaybolduğu gözlenmiştir. Bu verilerle ligandın dört dişli ligand olarak(N₂O₂) metale bağlandığı sonucuna ulaşmışlardır. H₂L için UV-vis spektrumları 345, 310 ve 275 nm de geçişler gözlemişlerdir. Kondüktimetrik ölçümler sonucu mononükleer komplekslerin iletkenliğini 80-90 Ω⁻¹ mol⁻¹ cm² olarak (1:1 elektrolit), dinükleer komplekslerin iletkenlikliğini ise 125-140 Ω⁻¹ mol⁻¹ cm² olarak (2:1 elektrolit) bulmuşlardır. Tüm komplekslerin siklik voltametresi 10⁻¹ M TBAP destek elektrodu içeren DMF çözeltilerinde yapmışlardır [77].



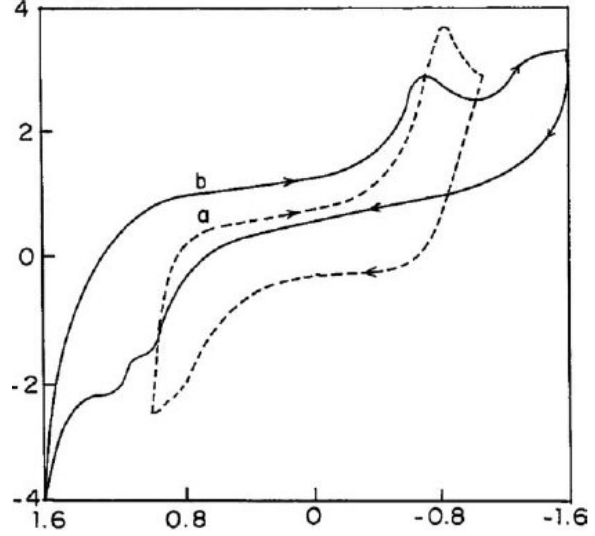
M = Cu(II) veya Ni(II)

Complexes	E_{pc}^1 (V)	E_{pa}^1 (V)	$E_{1/2}^1$ (V)	ΔE (mV)	E_{pc}^2 (V)	E_{pa}^2 (V)	$E_{1/2}^2$ (V)	ΔE (mV)
[CuL](ClO ₄)	-0.83	-0.60	-0.72	170				
[Cu ₂ L](ClO ₄) ₂	-0.68	-0.50	-0.59	180	-1.35	-1.15	-1.25	200
[NiL](ClO ₄)	-0.80	-0.64	-0.72	160				
[Ni ₂ L](ClO ₄) ₂	-1.10				-1.40			

Ölçümleri 100 mV/s tarama hızıyla, 10^{-3} M kompleks derişimi, 10^{-1} M TBAP destek elektrot derişimi, Ag/AgCl referans elektrodu ile yapmışlardır.



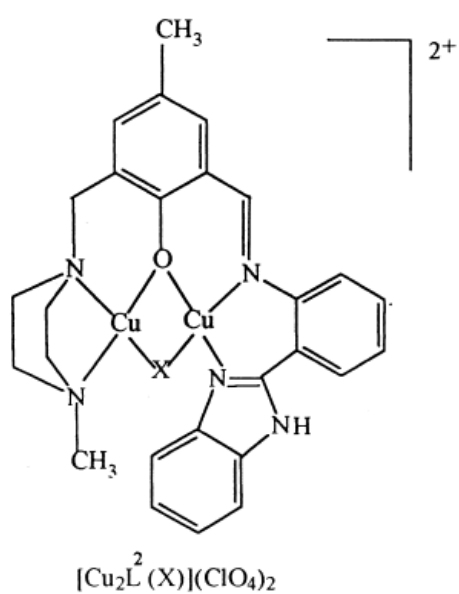
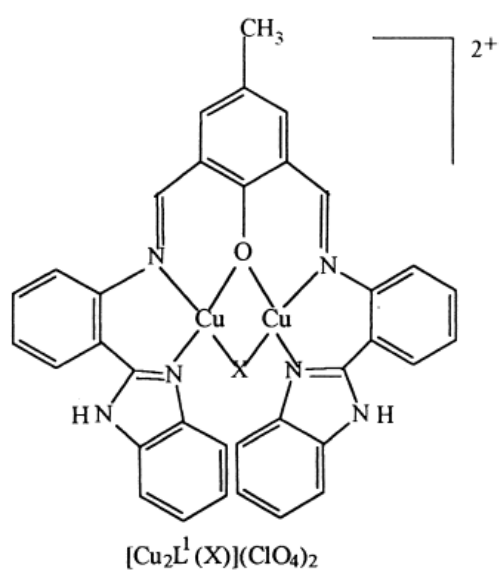
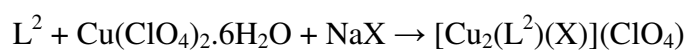
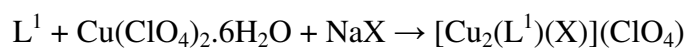
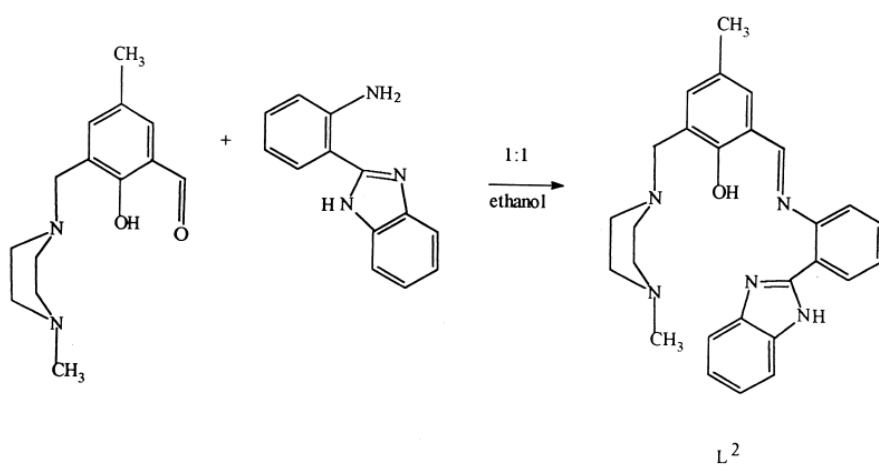
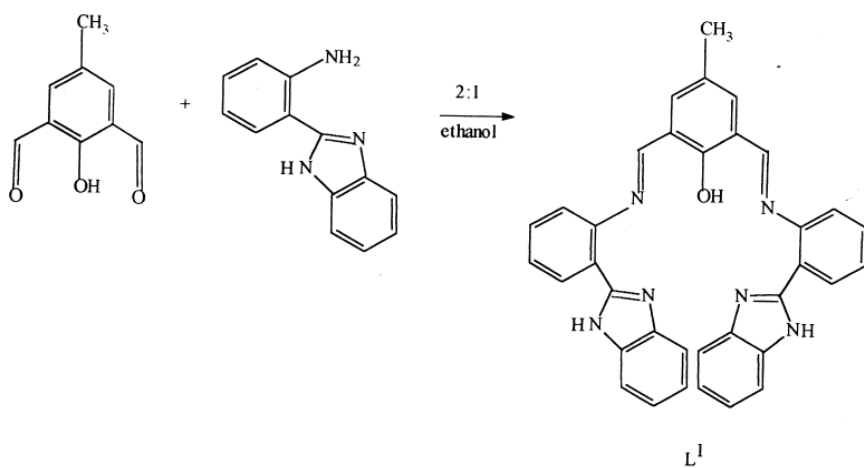
Bakır komplekslerinin siklik voltagramları

a) $[\text{CuL}](\text{ClO}_4)$ b) $[\text{Cu}_2\text{L}](\text{ClO}_4)_2$ 

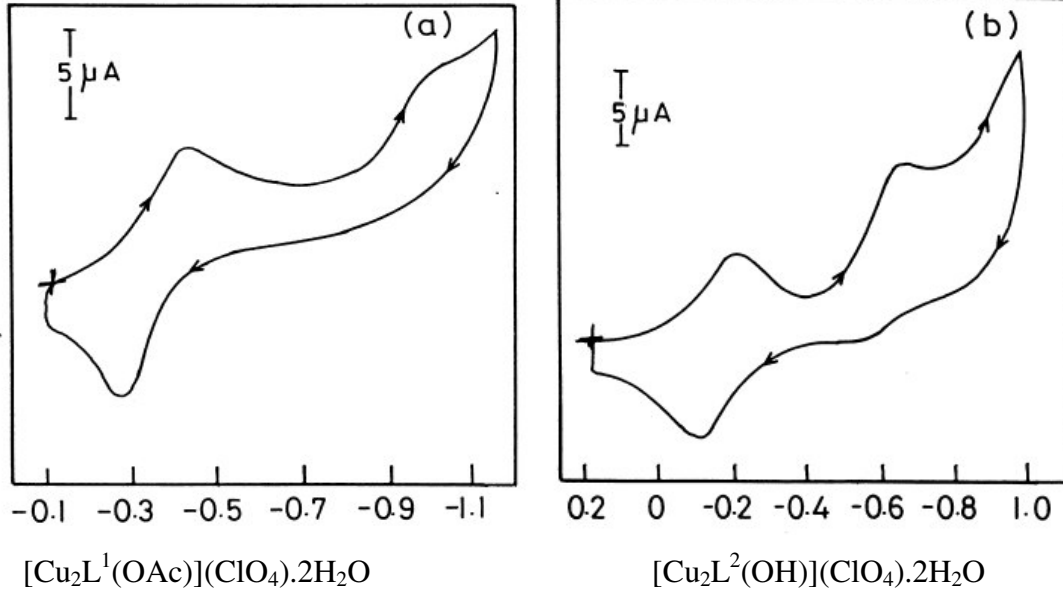
Nikel komplekslerin siklik voltagramları

a) $[\text{NiL}](\text{ClO}_4)$ b) $[\text{Ni}_2\text{L}](\text{ClO}_4)_2$

P. Amudha ve çalışma arkadaşları aşağıda gösterilen ligand ve kompleksleri sentezlemişler ve yapılarını elementel analiz, IR, UV-vis, molar iletkenlik, ^1H NMR siklik voltametri ve ESR ile karakterize etmişlerdir. Her iki ligandın 1655 cm^{-1} de C=N gerilmesine ait karakteristik piki gösterdiğini, komplekslerde bu gerilmenin $1610\text{-}1625\text{ cm}^{-1}$ arasına kaydığını, bunun da imin grubundaki azotun bakır atomlarına bağlandığını gösterdiğini belirtmişlerdir. Karakteristik asetat ve perklorat piklerini sırasıyla 1540 ve 1100 cm^{-1} de gözlemişlerdir. Komplekslerde 3450 cm^{-1} de geniş bir bandı gözlemelerinin sudan kaynaklandığını belirtmişlerdir. Suyun varlığını aynı zamanda TGA verilerinde $120\text{ }^\circ\text{C}$ deki ağırlık kaybında da gözlemişlerdir. DMF de kaydedilen elektronik spektrumlarında $665\text{-}700\text{ nm}$ $\epsilon = 155\text{-}210\text{ cm}^{-1}\text{ M}^{-1}$ d-d geçişleri, 430 nm de omuz şeklinde $\epsilon = 1000\text{-}3000\text{ cm}^{-1}\text{ M}^{-1}$ fenolat geçişleri, 300 nm nin altında $\epsilon = 14.000\text{-}28.000\text{ M}^{-1}\text{ cm}^{-1}$ yük transfer geçişlerini gösterir. Molar iletkenlik $95\text{-}120\text{ S cm}^2\text{ mol}^{-1}$ (2:1 elektrolit) aralığında gözlemişlerdir. Komplekslerin siklik voltagramlarında katodik potansiyel bölgede iki redoks piki (0,2 den -1,5 V a) görülmüş ve aşağıdaki tablo da özetlenmiştir. Komplekslerin siklik voltagramlarını şekilde göstermişlerdir. [78].



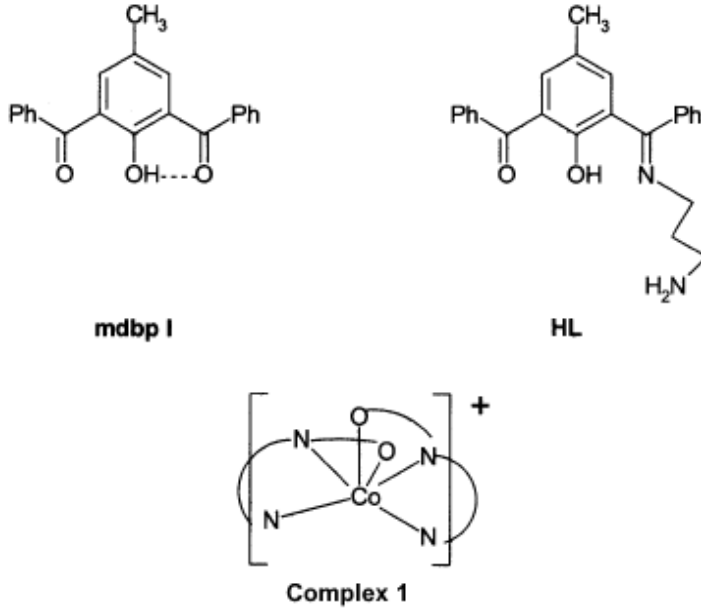
Yukarıda yapısı verilen komplekslerle ilgili siklik voltametik çalışmalar voltagramda gösterilmiş ve sonuçları aşağıdaki tabloda verilmiştir.



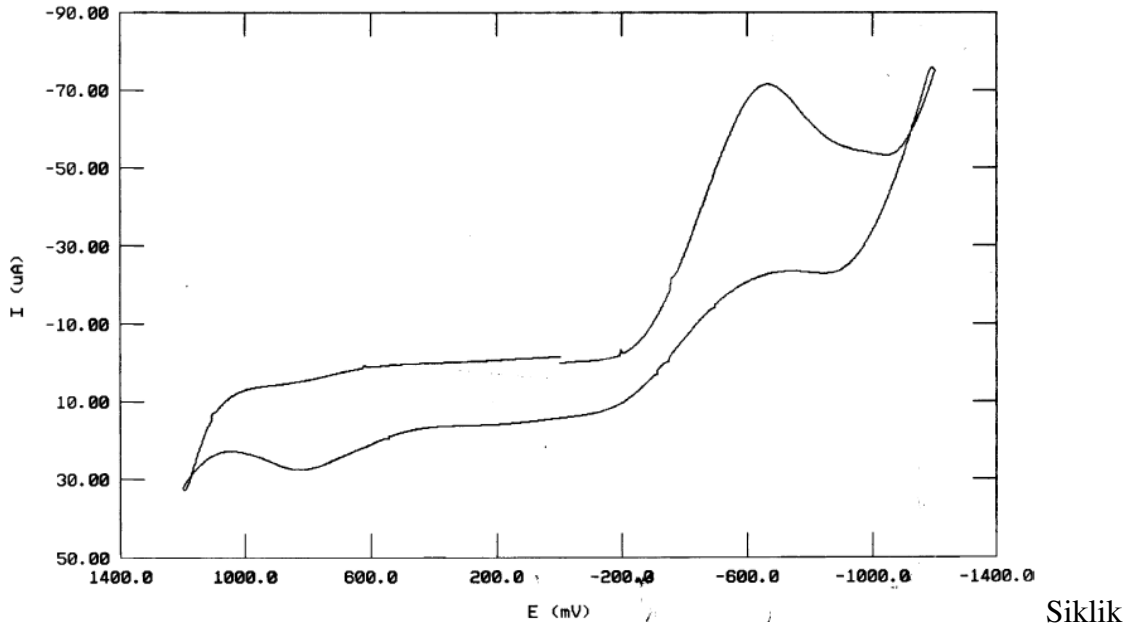
Complex	E_{pc}^1	E_{pa}^1	$E_{1/2}^1(\Delta E/mV)$	E_{pc}^2	E_{pa}^2	$E_{1/2}^2(\Delta E/mV)$
$[Cu_2L^1Cl](ClO_4)_2$	-0.58	-0.45	-0.52(130)	-1.08	-	-
$[Cu_2L^1(OH)](ClO_4)_2 \cdot 2H_2O$	-0.55	-0.17	-0.36(380)	-1.07	-	-
$[Cu_2L^1(OAc)](ClO_4)_2 \cdot 2H_2O$	-0.45	-0.34	-0.41(110)	-1.10	-	-
$[Cu_2L^2Cl](ClO_4)_2$	-0.25	+0.05	-0.05(400)	-0.45	-0.31	-0.38(140)
$[Cu_2L^2(OH)](ClO_4)_2 \cdot 2H_2O$	-0.21	-0.09	-0.15(110)	-0.61	-0.54	-0.58(70)
$[Cu_2L^2(OAc)](ClO_4)_2 \cdot 2H_2O$	-0.15	+0.15	0.00(300)	-0.65	-0.22	-0.36(280)

Ag/AgCl elektrodu, TBAP destek elektrodu, kompleks konsantrasyonu 10^{-3} M, TBAP konsantrasyonu 10^{-1} M, tarama hızı 50 mV/s

Sushil K Gupta ve çalışma arkadaşları aşağıdaki maddeyi ve bu maddenin Co(III) kompleksini sentezlemişler ve yapılarını Kütle Spektromu, 1H NMR ve ^{13}C NMR, IR, UV-vis, elementel analiz, molar iletkenlik, TGA, X-ray ve siklik voltametri ile karakterize etmişlerdir [79].

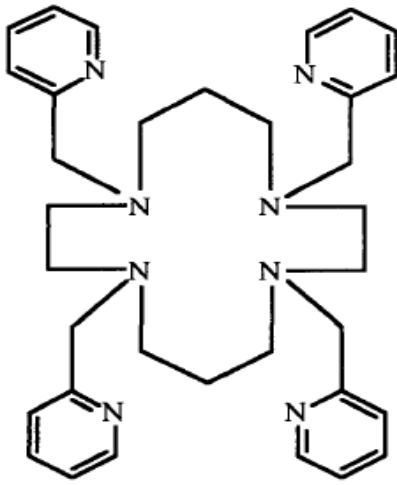


Siklik voltametri ile ilgili votagram aşağıda gösterilmiştir. Aşağıdaki voltagramda görüldüğü gibi 50-200 mV/s tarama hızıyla elde edilen $E_{pc} = -0,66$ den $-0,71$ e karşılık gelen irreversibil pik görülmektedir. Bu da Co(III) kompleksinin Co(II) ye indirgenmesine karşılık geldiğini. 200 mV tarama hızı uygulanmasına rağmen anodik pik görülmemesinin kompleksin irreversibil olduğunu gösterdiğini belirtmişlerdir. $E_{pa} = +8,83-0,97$ V da anodik bir irreversibil pik görülmesinin elektrot yüzeyinde ligandın yükseltgenmesinden kaynaklandığını ifade etmişlerdir.

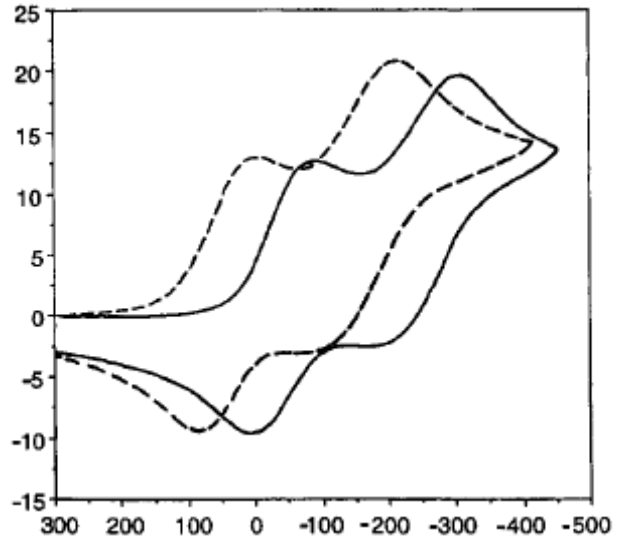


Voltagram CH_3OH içinde 10^{-3} M lık kompleks çözeltisinin 200 mVs^{-1} tarama hızıyla ölçülmesiyle elde edilen voltagram

Mitchell R. Malachowski ve çalışma arkadaşları aşağıda formülü verilen maddeyi sentezlemişler ve bu maddenin Cu(II) komplekslerini elde ederek siklik voltametrelerini incelemişlerdir. Kompleksler, ligand çözeltisine $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ve NaCl, NaBr, NaF veya NaI ilave edilerek sentezlenmiştir [80].



Tmpc ligandı



Potansiyel, mV

CH_3CN çözeltisinde cam karbon elektrotla kaydedilen siklik voltagram 10^{-3}M $[\text{Cu}_2(\text{tmpc})\text{Cl}](\text{ClO}_4)_3$ (1), $E^0 = -27 \text{ mV}$ $\Delta E_p = 96 \text{ mV}$ ilk indirgenmeye ait değerler;

$E^0 = -241 \text{ mV}$ $\Delta E_p = 114 \text{ mV}$ ikinci indirgenmeye ait değerler;

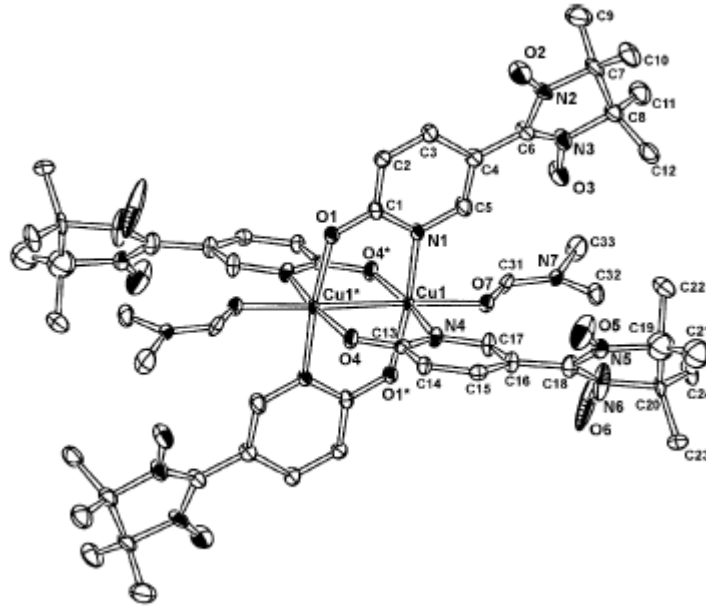
CH_3CN çözeltisinde cam karbon elektrotla kaydedilen siklik voltagram 10^{-3}M $[\text{Cu}_2(\text{tmpc})\text{Br}](\text{ClO}_4)_3$ (2), $E^0 = +35 \text{ mV}$ $\Delta E_p = 81 \text{ mV}$ ilk indirgenmeye ait değerler;

$E^0 = -185 \text{ mV}$ $\Delta E_p = 140 \text{ mV}$ ikinci indirgenmeye ait değerler;

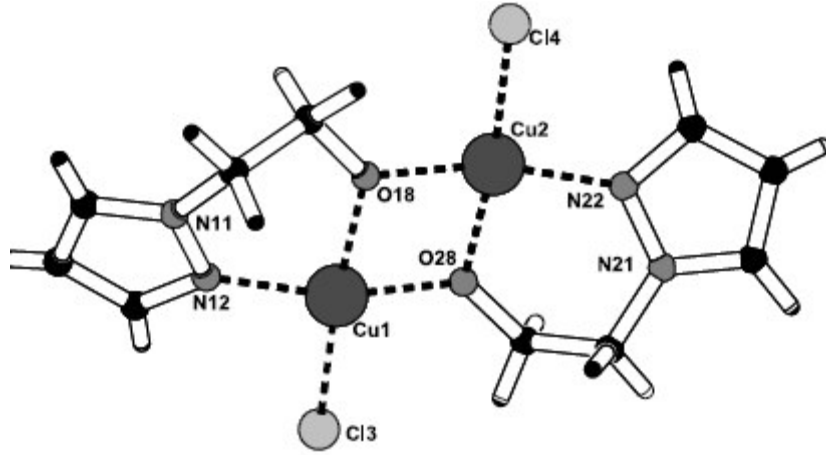
Tarama Hızı 50 mV/s , destek elektrot tetrabutil amonyum perklorat

Son yıllarda yapılan çalışmalarda bakır komplekslerinin diyamanyetik olarak gözlenebileceği görülmüş, bu durum ya Cu-Cu bağı oluşmasından ya da köprülü bağlar üzerinden bakır atomlarının antiferromanyetik etkileşiminden dolayı meydana geldiği açıklanmıştır.

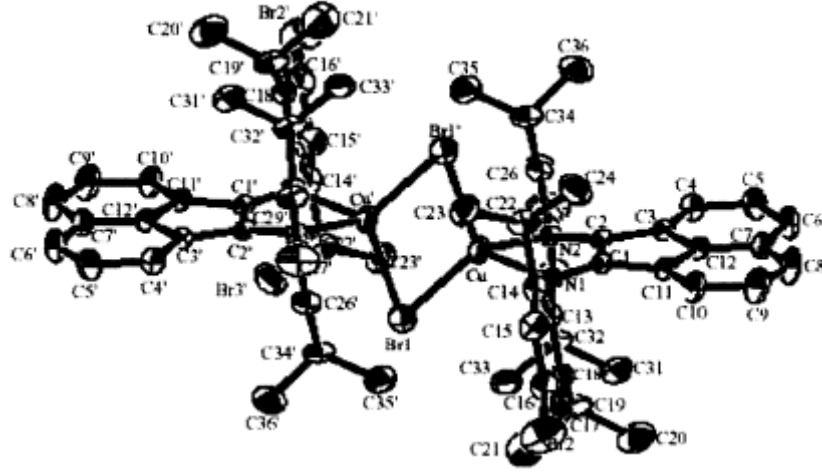
Aşağıdaki Cu(II) kompleksinin Cu-Cu bağı meydana getirerek oktahedral yapı oluşturduğu, bu durumun şiddetli antiferromanyetik etki meydana getirdiği ve kompleksin diyamanyetik olduğu görülmüştür [81].



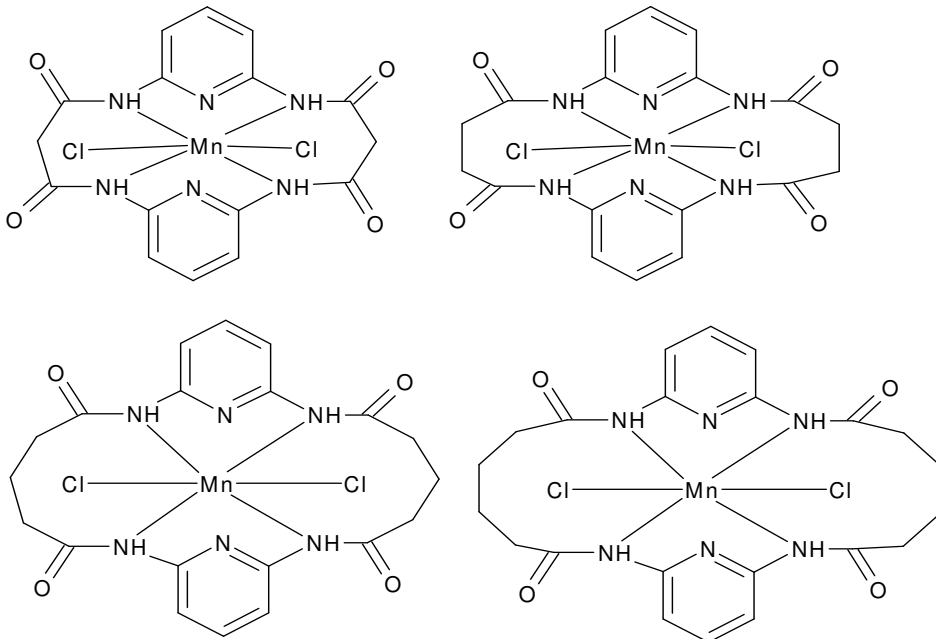
Aşağıda karedüzlem yapıya sahip olan Cu(II) komplekslerinin antiferromanyetik etkiden dolayı diyamanyetik olduğu gözlenmiştir [82].



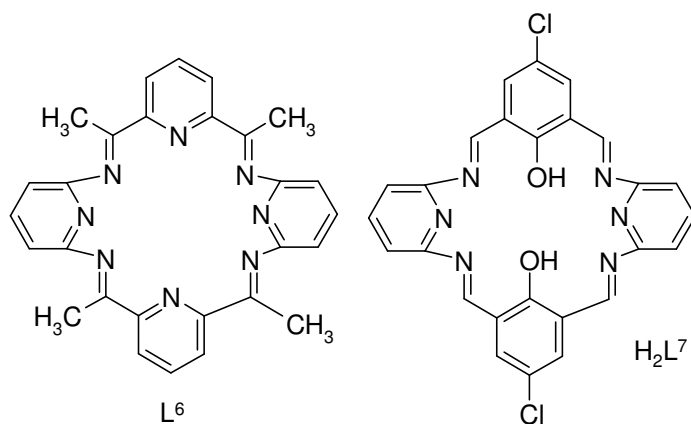
Aşağıda karedüzlem yapıya sahip olan Cu(II) komplekslerinin şiddetli antiferromanyetik etkiden dolayı diyamanyetik olduğu bulunmuştur [83].



Ashu Chaudhary ve çalışma arkadaşları 2,6-diaminopridin, trietilamin ve malonoik, süksinik, glutarik ve adipik asidi $MnCl_2$ varlığında template reaksiyonundan çeşitli makrosiklik bileşikler elde etmişlerdir. Bu bileşikleri, elemental analiz, kütle spektrumu, IR, Uv-vis ve X-ray ile karakterize etmişlerdir. Daha sonra bu maddelerin antibakteriyel ve antifungal özelliklerini incelemişlerdir. Aşağıda bu bileşiklerden bazılarının yapıları gösterilmiştir. Görüldüğü gibi 2,6-diamino pridindeki azot atomlarından amin grupları ortaklanmamış elektronlarını vererek kompleksleşmeye katılırken, halkadaki azot kompleksleşmeye katılmamıştır [84].



Shaji James ve çalışma arkadaşları 2,6-diamino pridin ve 2,6-diasetil pridin ve $\text{Ln}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ maddelerinin template sentezinden aşağıda yapısı gösterilen ligandın (L^6) komplekslerini sentezlemişler ve yapılarını IR, Uv-vis, molar iletkenlik, kütle spektrumu, TGA, manyetik momentle karakterize etmişlerdir. Aynı şekilde 2,6-diamino pridin ve 2,6-diformil-4-kloro-fenol ve $\text{Ln}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ maddelerinin template sentezinden aşağıda yapısı gösterilen ligandın (H_2L^7) komplekslerini sentezlemişler ve yapılarını IR, Uv-vis, molar iletkenlik, kütle spektrumu, TGA, manyetik momentle karakterize etmişlerdir. Komplekslerin kapalı formülleri aşağıda verilmiştir. Literatürde açık olarak yapı gösterilmemekle beraber kompleksleşmeye 2,6-diamino pridinindeki pridin halkasına bağlı azotun katılmadığı sonucu bağlanma sayısı dikkate alınarak çıkarılabilir [10].



Sentezlenen komplekslerin kapalı formülleri	
$[\text{La}(\text{L}^6)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_3][\text{NO}_3]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Nd}(\text{L}^6)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2][\text{NO}_3]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
$[\text{Sm}(\text{L}^6)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2][\text{NO}_3]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Eu}(\text{L}^6)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2][\text{NO}_3]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
$[\text{Gd}(\text{L}^6)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2][\text{NO}_3]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Tb}(\text{L}^6)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2][\text{NO}_3]_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
$[\text{Dy}(\text{L}^6)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2][\text{NO}_3]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Ho}(\text{L}^6)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2][\text{NO}_3]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
$[\text{Er}(\text{L}^6)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2][\text{NO}_3]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Y}(\text{L}^6)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2][\text{NO}_3]_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
$[\text{La}(\text{HL}^7)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2]\text{NO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Nd}(\text{HL}^7)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2]\text{NO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
$[\text{Sm}(\text{HL}^7)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2]\text{NO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Eu}(\text{HL}^7)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2]\text{NO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
$[\text{Ho}(\text{HL}^7)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2]\text{NO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Er}(\text{HL}^7)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2]\text{NO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
$[\text{Y}(\text{HL}^7)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2]\text{NO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	$[\text{Tb}(\text{L}^7)(\text{H}_2\text{O})_2]\text{ClO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

3. MATERYAL VE METOD

3.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler: Salisilaldehit (Fluka), K_2CO_3 (Fluka), 1,2-dibrom etan (Merck), 1,3-dibrom propan (Fluka), 1,4 dibrom bütan (Merck), p-toluen sülfonil klorür (Aldrich), pridin (Riedel-de Haën), metanol (Riedel-de Haën), mutlak etanol (Riedel-de Haën), N,N-dimetil formamid (Fluka), Dimetil sülfoksit (Merck), Etilen glikol (Merck), Dietilen glikol (Merck), Trietilen glikol (Merck), 2,6-dimino pridin (Fluka), diklor metan (Riedel-de Haën), kloroform (Riedel-de Haën), $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ (Fluka), $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (Fluka), $Pb(NO_3)_2$ (Merck), $La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ (Merck), $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (Merck), n-hegzan (Riedel-de Haën).

3.2. Kullanılan Cihazlar: Sentezlenen bileşiklerin iletkenlikleri WTW LF 330 Conductivity Meter Cihazı kullanılmak suretiyle bulunmuştur. IR spektrumları KBr pelletleri kullanılarak PERKIN ELMER SPECTRUM RXI FTIR Cihazı ($4000-400\text{ cm}^{-1}$) ile alınmıştır. 1H -NMR ve ^{13}C -NMR spektrumları BRUKER AVANCE DPX-400 cihazı kullanılarak yapılmıştır. Elementel analizleri LECO CHNS 932 cihazı kullanılarak alınmıştır. Kütle spektrumları AGILENT 1100 MSD cihazı kullanılarak alınmıştır. Manyetik süsseptibilite ölçümleri de oda sıcaklığında $Hg[Co(SCN)_4]$ kalibrantı kullanılarak, Sherwood Scientific manyetik süsseptibilite Model MK1 cihazı ile yapıldı. TGA SHIMADZU 50 cihazı kullanılarak yapıldı. UV-Vis Spektrumları ise Shimatzu Model 160 UV Visible Spectrophotometer cihazı ile alınmıştır.

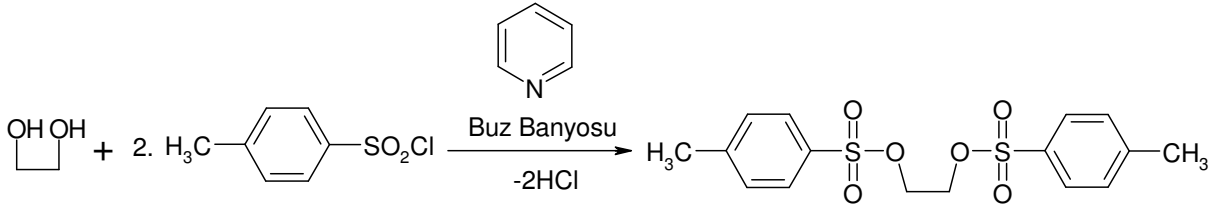
3.3 Metod

Kullanılan Aldehitlerin, Elde Edilen Makrosiklik Schiff Bazlarının ve Makrosiklik Komplekslerin Sentezi deneysel kısımda verilmiştir.

4.DENEYSEL KISIM

4.1. Etilen Glikol Ditosilatın Sentezi

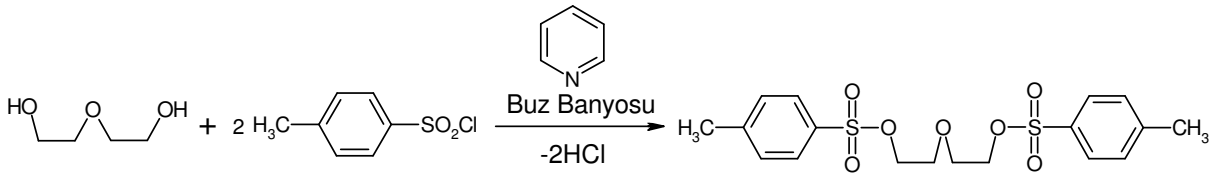
6,2 g (0,1 mol) etilen glikol 250 mL'lik tek boyunlu ve geniş ağızlı bir balona alınıp 100 mL pridin içerisinde çözüldü. Bir buz banyosunda çözelti magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak balona azar azar 3 saat süre ile 38,1 g (0,2 mol) *p*-toluen sülfonil klorür ilave edildi. 4 saat daha karıştırıldıktan sonra karışım 100 g buz içine dökülüp 50 mL saf su ile seyreltildi. Bir gece buzlukta bekletildikten sonra vakumda süzülüp bol su ile yıkandı ve havada kurutuldu. Kurutulan ürün metanol-dimetilformamit karışımından kristallendirildi. Erime noktası: 119-120 °C, Verim: 28 g (%76), Renk: Beyaz, $M_A = 370$ g/mol



Şekil: 4.1. Etilen Glikol Ditosilatın Sentezi

4.2. Dietilen Glikol Ditosilatın Sentezi

10,6 g (0,1 mol) dietilen glikol 250 mL'lik tek boyunlu ve geniş ağızlı bir balona alınıp 100 mL pridin içerisinde çözüldü. Bir buz banyosunda çözelti magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak balona azar azar 3 saat süre ile 38,1 g (0,2 mol) *p*-toluen sülfonil klorür ilave edildi. 4 saat daha karıştırıldıktan sonra karışım 100 g buz içine dökülüp 50 mL saf su ile seyreltildi. Bir gece buzlukta bekletildi ve vakumda süzülüp bol su ile yıkandıktan sonra havada kurutuldu. Kurutulan ürün metanolden kristallendirildi. Erime noktası: 88-89 °C Verim: 29 g (% 70), Renk: Beyaz, $M_A = 414$ g/mol

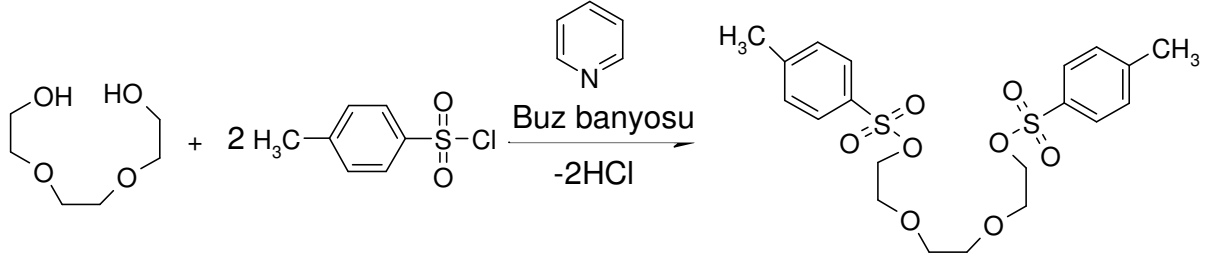


Şekil: 4.2. Dietilen Glikol Ditosilatın Sentezi

4.3. Trietilen Glikol Ditosilatın Sentezi

15,2 g (0,1 mol) trietilen glikol 250 mL'lik tek boyunlu ve geniş ağızlı bir balona alınıp 100 mL pridin içerisinde çözüldü. Bir buz banyosunda çözelti magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak

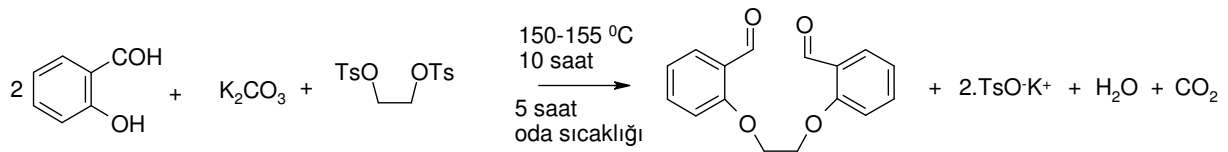
balona azar azar 3 saat süre ile 38,1 g (0,2 mol) p-toluen sülfonil klorür ilave edildi. 4 saat daha karıştırıldıktan sonra karışım 100 g buz içine dökülüp 50 mL saf su ile seyreltildi. Bir gece buzlukta bekletildi ve vakumda süzülüp bol su ile yıkandıktan sonra havada kurutuldu. Kurutulan ürün metanolden kristallendirildi. Erime noktası: 76-77 °C Verim: 32 g (% 70), Renk: Beyaz, $M_A = 458$ g/mol



Şekil: 4.3. Trietilen Glikol Ditosilatın Sentezi

4.4. 1,2-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)etanın Sentezi

13,8 g (0,1 mol) K_2CO_3 500 mL'lik tek boyunlu bir balona alındı ve üzerine 80 mL DMF eklenerek magnetik karıştırıcı ile karıştırıldı. Daha sonra 20 mL DMF de çözülmüş 24,4 g (0,2 mol) salisilaldehit balona ilave edildi ve 5-10 dakika karıştırıldı ve bu karışıma 30 mL DMF de çözülmüş 37 g (0,1 mol) etilen glikol ditosilat ilave edildi. Reaksiyon 150 °C da yaklaşık 10 saat, oda sıcaklığında 5 saat kadar sürdürüldü, sonra düzenek söküldü ve balona 250-300 mL kadar saf su ilave edildi. Birkaç saat difirizde bekletildikten sonra vakumda süzüldü. Ürün etil alkolden kristallendirildi. E.N: 130-131 °C, Verim: 19,4 g(% 72), Renk: Açık kahverengi, $M_A = 270$ g/mol

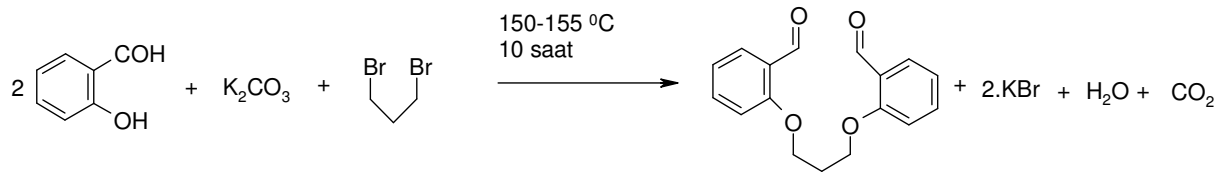


Şekil: 4.4. 1,2-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)etan Sentezi

4.5. 1,3-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)propanın Sentezi

13,8 g (0,1 mol) K_2CO_3 500 mL'lik tek boyunlu bir balona alındı ve üzerine 80 mL DMF eklenerek magnetik karıştırıcı ile karıştırıldı. Daha sonra 20 mL DMF de çözülmüş 24,4 g (0,2 mol) salisilaldehit balona ilave edildi ve 5-10 dakika karıştırıldı. Daha sonra bu karışıma 20 mL DMF de çözülmüş 20,1 g (0,1 mol) 1,3-dibrom propan ilave edildi. Reaksiyon 150 °C da yaklaşık 10 saat, oda sıcaklığında 5 saat kadar sürdürüldü, sonra düzenek söküldü ve balona 250-300 mL kadar saf su ilave edildi. Birkaç saat difirizde bekletildikten sonra

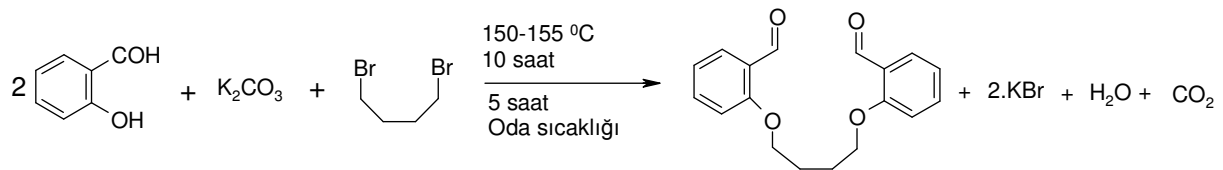
vakumda süzüldü. Ürün etil alkolden kristallendirildi. E.N: 96-97 °C, Verim: 21 g(%74), Renk: Kahverengi, $M_A = 284$ g/mol



Şekil: 4.5. 1,3-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)propan Sentezi

4.6. 1,4-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütanın Sentezi

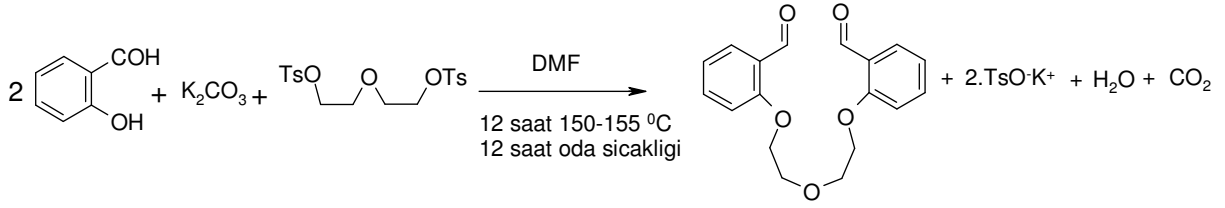
13,8 g (0,1 mol) K_2CO_3 500 mL'lik tek boyunlu bir balona alındı ve üzerine 80 mL DMF eklenerek magnetik karıştırıcı ile karıştırıldı. Daha sonra 20 mL DMF de çözülmüş 24,4 g (0,2 mol) salisilaldehit balona ilave edildi ve 5-10 dakika karıştırıldı. Ssonra bu karışıma 20 mL DMF de çözülmüş 21,6 g (0,1 mol) 1,4-dibrom bütan ilave edilir. Reaksiyon 150 °C da yaklaşık 10 saat, oda sıcaklığında 5 saat kadar sürdürüldü, sonra düzenek söküldü ve balona 250-300 mL kadar saf su ilave edildi. Birkaç saat difirizde bekletildikten sonra vakumda süzüldü. Ürün etil alkolden kristallendirildi. E.N: 105-107 °C, Verim: 23,8 g (%80), Renk: Açık Kahverengi, $M_A = 298$ g/mol



Şekil: 4.6. 1,4-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütanın Sentezi

4.7. 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptanın Sentezi

11.1 g K_2CO_3 (0,08 mol) 500 mL'lik tek boyunlu bir balonda 40 mL DMF de çözüldü. Daha sonra balona 20 mL DMF de çözülmüş 19,52 g (0,16 mol) salisilaldehit ilave edildi. Bir müddet karıştırıldıktan sonra oluşan çözelti üzerine 40 mL DMF de çözülmüş 33.16 g (0,08 mol) dietilen glikol ditosilat ilave edildi. Reaksiyon bir yağ banyosunda 150-155 °C da 12 saat sürdürülür ve oda sıcaklığında da 12 saat devam ettirildi. Sonra düzenek söküldü ve balona 300-400 mL saf su eklenerek 3-4 saat difirizde bekletildi. Çöken katı daha sonra vakumda süzülerek etil alkolden 3-4 defa kristallendirildi. Verim: 16,6 g (% 66), E.n: 83-84 °C, Renk: Açık Kahverengi, $M_A = 314$ g/mol



Şekil: 4.7. 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptanın Sentezi

4.8. 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksadekanın Sentezi

11.1 g K₂CO₃ (0,08 mol) 500 mL'lik tek boyunlu bir balonda 40 mL DMF de çözüldü. Daha sonra balona 20 mL DMF de çözülmüş 19,52 g (0,16 mol) salisilaldehit ilave edildi. Bir müddet karıştırıldıktan sonra oluşan çözelti üzerine 40 mL DMF de çözülmüş 36.8 g (0,08 mol) trietilen glikol ditosilat ilave edildi. Reaksiyon bir yağ banyosunda 150-155 °C da 12 saat, oda sıcaklığında da 12 saat devam ettirildi. Sonra düzenek söküldü ve balona 300-400 mL saf su eklenerek 3-4 saat defirizde bekletildi. Çöken katı daha sonra vakumda süzüldü ve etil alkolden 3-4 defa kristallendirildi. Verim: 18,6 g (%65), E.n: 45-46 °C, Renk: Açık sarı, M_A = 358 g/mol



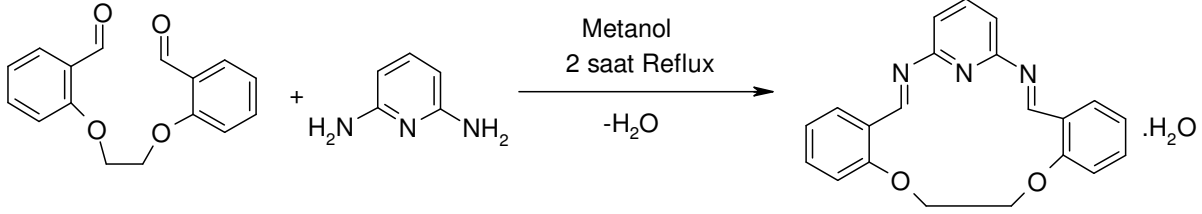
Şekil: 4.8. 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksadekanın Sentezi

MAKROSİK LİK SCHIFF BAZLARININ SENTEZİ ve KARAKTERİZASYONU

4.9. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksa-siklopentadeka-1,5-dien (L¹)

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,54 g (2 mmol) 1,2-bis(2-karboksaldehit fenoksi)etan eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiliye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü ve düzenek sökülerek oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. 1-2 gün bekletilen maddeden çözücü tamamen uçtuktan sonra, behere 25-30 mL diklormetan ilave edilerek madde çözüldü. Çözünen madde adi süzgeç kağıdından süzüldü. Oluşan süzüntüye 100-150 mL n-hegzan ilave edilerek ürün çöktürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Verim: 0,45 g (% 62), Renk: Açık Sarı, E.n: 245 °C den sonra dekompoze. IR: 3381 ν(OH), 3069 ν(Ar-CH), 2930 ν(Alf.-CH), 1685 ν(C=N), 1598 ν[(C=N)(pridin)], 1486, 1451 ν(Ar-C=C), 1287, 1237 ν(Ar-O), 1161 ν(R-O), 753 ν(Sübstitüe benzen).

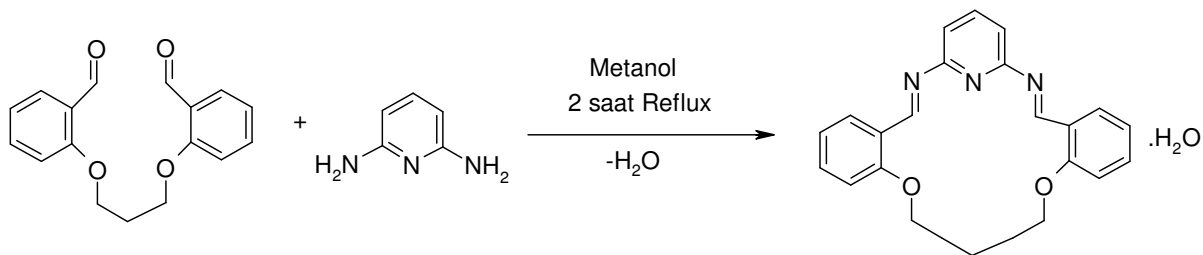
Elementel Analiz: %C : 70.07 (69.80), %H : 5.34 (5.26), %N : 12.06 (11.63) ^{13}C NMR (ppm): OCH_2 : 67.9, HC=N : 161.3, Aromatik C'lar: 114.6, 121.6, 125.1, 128.1, 137.0, 189.7. ^1H NMR (ppm): $\delta = 3.41$ (H_2O), $\delta = 4.58$ (OCH_2), $\delta = 7.1-8.0$ (Ar-H), $\delta = 10.33$ (HC=N). m/z: 339.0 [L^1-4] $^{+4}$. (M_A : 343 g/mol). UV-vis: $\lambda_1 = 265$ nm, $\lambda_2 = 321$ nm, $\lambda_3 = 379$ nm. Elementel Analiz: %C : 70.67 (69.8), % H : 5.74 (5.26), %N : 12.26 (11.63)



Şekil:4.9. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksasiklopentadeka-1,5-dien (L^1) nin Sentezi

4.10. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:14,15-tribenzo-9,13-dioksasikloheksadeka-1,5-dien (L^2)

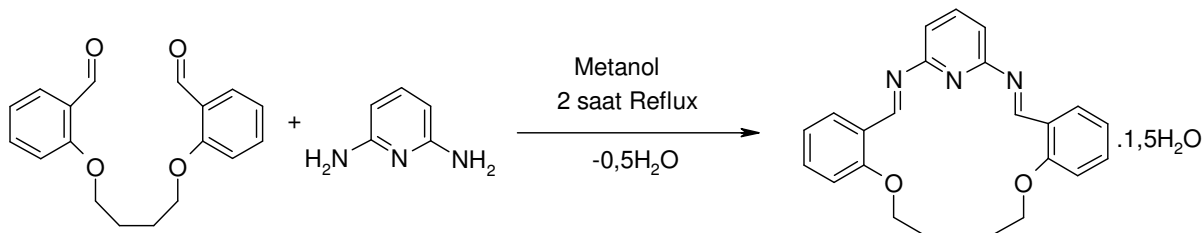
250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,57 g (2 mmol) 1,3-bis(2-karboksaldehit fenoksi)propan eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. 1-2 gün bekletilen maddeden çözücü tamamen uçtuktan sonra, behere 25-30 mL diklormetan ilave edilerek madde çözüldü. Çözünen madde adi süzgeç kağıdından süzüldü. Oluşan süzüntüye 100-150 mL n-hegzan ilave edilerek ürün çöktürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Verim: 0,48 g (% 64), Renk: Açık Sarı, E.n: 145 ten sonra dekompoze. IR: 3379 $\nu(\text{OH})$, 3067 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2936 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1682 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pidin})]$, 1487, 1455 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1286, 1240 $\nu(\text{Ar-O})$, 1161 $\nu(\text{R-O})$, 755 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 70.01 (70.04), %H : 5.46 (5.60), %N : 11.44 (11.20). ^{13}C NMR (ppm): CH_2 : 28.9, OCH_2 : 65.6, HC=N : 161.3, Aromatik C'lar: 95.7, 114.0, 121.2, 124.8, 128.2, 136.9, 138.7, 159.2, 189.8. ^1H NMR (ppm): $\delta = 2.30$ (t, J = 6,1 Hz) (CH_2), $\delta = 3.41$ (H_2O), $\delta = 4.36$ (t, J = 5,9 Hz) (OCH_2), $\delta = 6.36-8.05$ (Ar-H), $\delta = 10.4$ (HC=N). m/z: 358.1 de görülen pik [$\text{L}+1$] $^+$ ($\text{M}_A = 357.1$). UV-vis: $\lambda_1 = 268$ nm, $\lambda_2 = 320$ nm, $\lambda_3 = 374$ nm.



Şekil: 4.10. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-Tribenzo-9,13-dioksasikloheksazadeka-1,5-dien (L²) nin sentezi

4.11. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksasikloheptadeka-1,5-dien (L³)

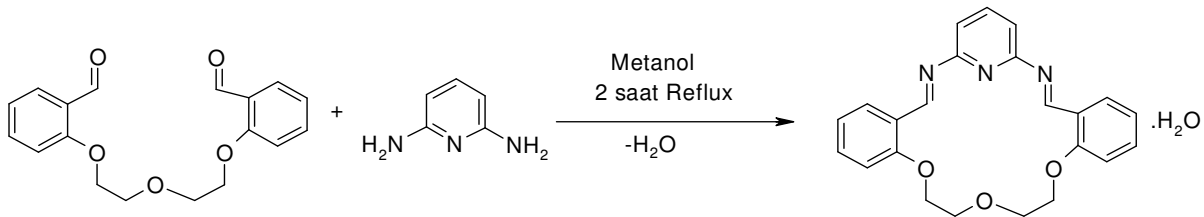
250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,60 g (2 mmol) 1,4-bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütan eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiliye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. 1-2 bekletilen maddeden çözücü tamamen uçtuktan sonra, behere 25-30 mL diklormetan ilave edilerek madde çözüldü. Çözünen madde adı süzgeç kağıdından süzüldü. Oluşan süzüntüye 100-150 mL n-hegzan ilave edilerek ürün çöktürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Verim: 0,54 g (% 68), Renk: Açık Sarı, E.n: 250 °C den sonra dekompoze. IR: 3383 ν (OH), 3068 ν (Ar-CH), 2939 ν (Alf.-CH), 1685 ν (C=N), 1598 ν [(C=N)(pidin)], 1487, 1455 ν (Ar-C=C), 1286, 1242 ν (Ar-O), 1160 ν (R-O), 754 ν (Süstitüe benzen). Elementel Analiz: %C : 69.59 (69.35), %H : 7.62 (6.53), %N : 11.34 (10.55). ¹³C NMR (ppm): CH₂: 25.7, OCH₂: 68.4, HC=N: 161.4, Aromatik C'lar: 95.7, 113.9, 121.0, 124.7, 128.1, 136.9, 156.2, 161.4, 189.6. ¹H NMR (ppm): δ = 1,33 (t, J = 7,8 Hz) (CH₂), δ = 3,42 (H₂O), δ = 4,2 (OCH₂), δ = 7,02-8,15 (Ar-H), δ = 10,4 (HC=N). m/z: 372.1 [L+1]⁺, 399 [L.1,5H₂O+1]⁺ (M_A = 371,1). UV-vis: λ_1 = 272 nm, λ_2 = 325 nm , λ_3 = 378 nm.



Şekil: 4.11. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksasikloheptadeka-1,5-dien (L³) nin Sentezi

4.12. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien (L⁴)

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,63 g (2 mmol) 1,7-Bis(2-Formilfenil)-1,4,7-Trioksaheptan eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiliye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6 diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. 1-2 gün bekletilen maddeden çözücü tamamen uçtuktan sonra, behere 30-40 mL diklormetan ilave edilerek madde çözüldü. Çözünen madde adi süzgeç kağıdından süzüldü. Oluşan süzüntüye 100-150 mL n-hegzan ilave edilerek ürün çöktürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Verim: 0,46 g (%57), Renk: Açık Sarı, E.n: 250 °C den sonra dekompoze. IR: 3382 v(OH), 3069 v(Ar-CH), 2938 v(Alf.-CH), 1683 v(C=N), 1598 v[(C=N)(pridin)], 1487, 1455 v(Ar-C=C), 1286, 1241 v(Ar-O), 1161 v(R-O), 755 v(Sübstitüe benzen). Elementel Analiz: %C : 68.67 (68.15), %H : 5.74 (5.68), %N : 10.67 (10.37). ¹³C NMR (ppm): OCH₂: 68.9, CH₂OPh: 69.4, HC=N: 162.0, Aromatik C'lar: 114.4, 121.4, 124.9, 128.0, 136.9, 158.0, 189.6. ¹H NMR (ppm): δ = 3.5 (H₂O), δ = 3.92 (t, J = 4,43 Hz) (OCH₂), δ = 4.30 (t, J = 4,42 Hz) (CH₂OPh), δ = 7.00-8.10 (Ar-H), δ = 10.39 (HC=N). m/z: 385.1 [L-2]⁺ (M_A = 387). UV-vis: λ₁ = 264 nm, λ₂ = 322 nm, λ₃ = 376 nm.

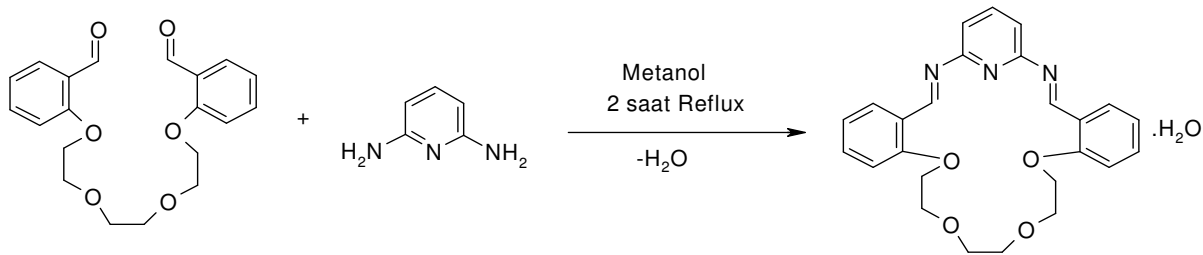


Şekil: 4.12. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien (L⁴) nin Sentezi

4.13. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksasiklounkosa-1,5-dien (L⁵)

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,72 g (2 mmol) 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksadekan eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiliye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. 1-2 gün bekletilen maddeden çözücü tamamen uçtuktan sonra, behere 30-40 mL diklormetan ilave edilerek madde çözüldü. Çözünen madde adi süzgeç kâğıdından süzüldü. Oluşan süzüntüye 100-150 mL n-hegzan ilave edilerek ürün çöktürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Verim: 0,47 (%52) g, Renk: Açık Sarı, E.n: 260 °C den sonra dekompoze. IR: 3372 v (OH), 3069 v (Ar-CH), 2939 v (Alf.-CH), 1683 v (C=N),

1598 ν [(C=N)(pridin)], 1487, 1450 ν (Ar-C=C), 1288, 1243 ν (Ar-O), 1161 ν (R-O), 755 ν (Süstitüe benzen). Elementel Analiz: %C : 66.81 (66.52), %H : 6.44 (5.79), %N : 11.12 (9.35) ^{13}C NMR (ppm): CH_2O : 69.2, OCH_2 : 68.8, CH_2OPh : 70.5, Aromatik C'lar: 114.4, 121.3, 124.9, 127.9, 136.9, 158.0, 161.5, 189.7. ^1H NMR (ppm): $\delta = 3.40$ (H1), $\delta = 3.5$ (H_2O), $\delta = 3.82$ (t, J = 4,5 Hz) (H2), $\delta = 4.26$ (t, J = 4,7 Hz) (H3), $\delta = 7.02$ -8.00 (Ar-H), $\delta = 10.4$ (HC=N). m/z: 429.1 [$\text{L}-2$] $^{+2}$ ($M_A = 431,1$). UV-vis: $\lambda_1 = 266$ nm, $\lambda_2 = 324$ nm, $\lambda_3 = 378$ nm.



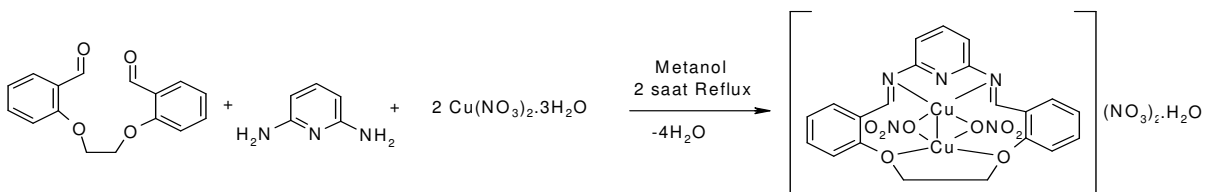
Şekil: 4.13. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksasiklounkosa-1,5-dien (L^5) nin Sentezi

MAKROSİKLIK KOMPLEKSLERİN SENTEZİ ve KARAKTERİZASYONU

A-) Cu(II) Komplekslerinin Sentezi

4.14. [$\text{Cu}_2(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2$][NO_3] $_2$. H_2O Kompleksi

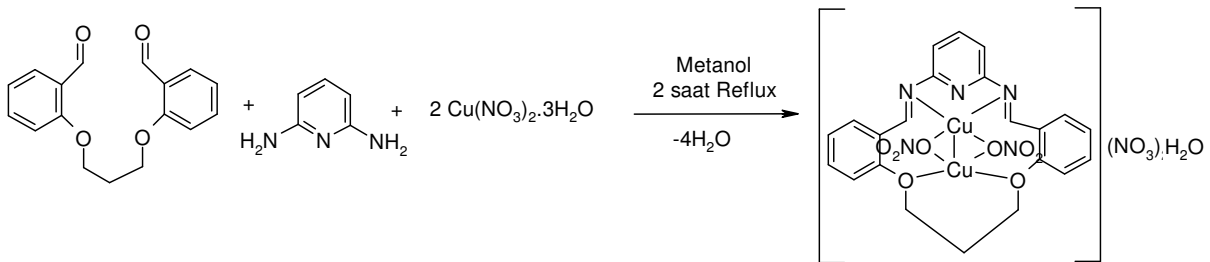
250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,54 g (2 mmol) 1,2-bis(2-karboksaldehit fenoksi)etan ve 0,96 g (4 mmol) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Daha sonra metanol, kloroform ve dietiler ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,65 g (% 45) Renk: Kahverengi. IR: 3328 ν (OH), 3068 ν (Ar-CH), 2934, 2873 ν (Alf.-CH), 1615 ν (C=N), 1598 ν [(C=N)(pridin)], 1488, 1451 ν (Ar-C=C), 1384 ν (NO_3^-), 1293, 1247 ν (Ar-O), 1162, 1051 ν (R-O), 758 ν (Süstitüe benzen). Elementel Analiz: %C : 34.81 (34.24), %H : 2.29 (2.58), %N : 13.31 (13.85) $\Lambda = 178 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$, ^1H NMR (ppm): $\delta = 3.41$ (H_2O), $\delta = 4.30$ (OCH_2), $\delta = 7.06$ -7.96 (Ar-H), $\delta = 10,38$ (HC=N). m/z: 719.3 [$\text{Cu}_2(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2$][NO_3] $_2$] $^{+1}$ ($M_A = 718,3$). UV-vis: $\lambda_1 = 274$ nm, $\lambda_2 = 322$ nm. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.



Şekil: 4.14. [$\text{Cu}_2(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2$][NO_3] $_2$. H_2O Kompleksinin Sentezi

4.15. $[\text{Cu}_2(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,57 g (2 mmol) 1,3-bis(2-karboksaldehit fenoksi)propan ve 0,96 g (4 mmol) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Daha sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,71 g (% 48) Renk: Kahverengi. IR: 3325 $\nu(\text{OH})$, 3067 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2935, 2873 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1615 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1487, 1455 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1384 $\nu(\text{NO}_3^-)$, 1303, 1242 $\nu(\text{Ar-O})$, 1162, 1049, $\nu(\text{R-O})$, 752 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 35.37 (35.02), % H : 2.54 (2.80), %N : 13.36 (13.06). ^1H NMR (ppm): $\delta = 2.35$ (CH_2), $\delta = 3.42$ (H_2O), $\delta = 4.34$ (OCH_2), $\delta = 7.06-7.66$ (Ar-H), $\delta = 10.38$ (HC=N). m/z: 735.3 $[[\text{Cu}_2(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2+2]^{+2}$ ($M_A = 733,3$). $\Lambda = 146 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 272 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 320 \text{ nm}$. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik

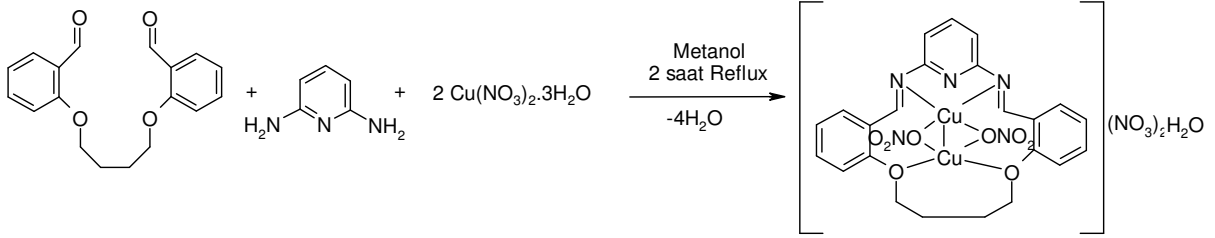


Şekil: 4.15. $[\text{Cu}_2(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

4.16. $[\text{Cu}_2(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,60 g (2 mmol) 1,4-bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütan ve 0,96 g (4 mmol) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Daha sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,69 g (% 46) Renk: Kahverengi. IR: 3328 $\nu(\text{OH})$, 3066 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2940, 2873 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1615 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1488, 1452 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1384 $\nu(\text{NO}_3^-)$, 1292, 1247 $\nu(\text{Ar-O-R})$, 1162, 1042 $\nu(\text{R-O})$, 757 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 36.57 (36.13), %H : 3.17 (3.01), %N : 12.46 (12.82). ^1H

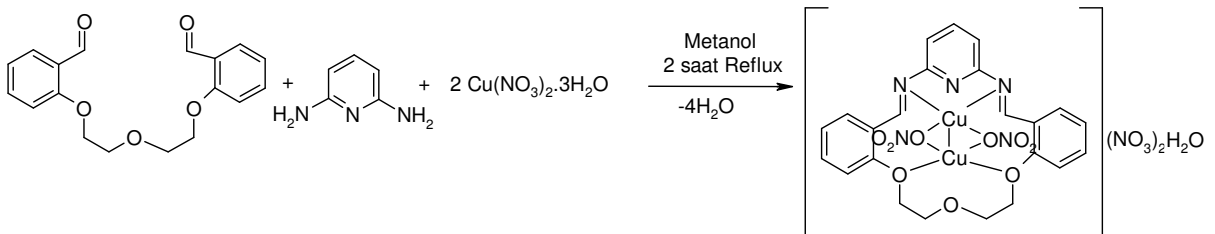
NMR (ppm): $\delta = 1.99$ (CH_2), $\delta = 3.48$ (H_2O), $\delta = 4.21$ (OCH_2), $\delta = 7.05-7.66$ (Ar-H), $\delta = 10.37$ ($\text{HC}=\text{N}$). m/z: 683,6 $[[\text{Cu}_2(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2]^{+2}$ ($M_A = 747,6$). $\Lambda = 147 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 273 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 321 \text{ nm}$. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.



Şekil: 4.16. $[\text{Cu}_2(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

4.17. $[\text{Cu}_2(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

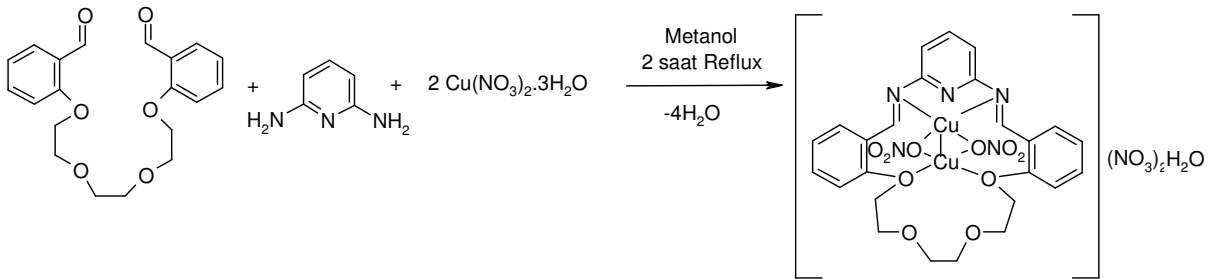
250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,63 g (2 mmol) 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptan ve 0,96 g (4 mmol) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Daha sonra metanol, kloroform ve dietiler ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,70 (% 45) g Renk: Kahverengi. IR: 3325 $\nu(\text{OH})$, 3069 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2939, 2873 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1615 $\nu(\text{C}=\text{N})$, 1598 $\nu[(\text{C}=\text{N})(\text{pridin})]$, 1488, 1455 $\nu(\text{Ar-C}=\text{C})$, 1384 $\nu(\text{NO}_3^-)$, 1287, 1242 $\nu(\text{Ar-O})$, 1162, 1051 $\nu(\text{R-O})$, 757 $\nu(\text{Sübstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 35.75 (35.38), %H : 3.12 (2.95), %N : 12.24 (12.56). ^1H NMR (ppm): $\delta = 3.5$ (H_2O), $\delta = 3.90$ (OCH_2), $\delta = 4.30$ (CH_2OPh), $\delta = 7.02-8.10$ (Ar-H), $\delta = 10.39$ ($\text{HC}=\text{N}$). m/z: 452,1 $[[\text{Cu}(\text{L}^4)]+1]^+$ ($M_A = 780$). $\Lambda = 161 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 272 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 320 \text{ nm}$. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.



Şekil: 4.17. $[\text{Cu}_2(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

4.18. $[\text{Cu}_2(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,72 g (2 mmol) 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksidekan ve 0,96 g (4 mmol) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Daha sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,76 g (% 46) Renk: Kahverengi. IR: 3328 $\nu(\text{OH})$, 3067 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2939, 2873 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1615 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1488, 1452 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1384 $\nu(\text{NO}_3^-)$, 1293, 1247 $\nu(\text{Ar-O})$, 1162, 1051 $\nu(\text{R-O})$, 758 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 36.18 (36.41), %H : 3.27 (3.19), %N : 11.78 (11.89). $^1\text{H NMR}$ (ppm): $\delta = 3.5$ (H_2O), $\delta = 3.63$ (H1), $\delta = 3.81$ (H2), $\delta = 4.25$ (H3), $\delta = 6.96-7.97$ (Ar-H), $\delta = 10.38$ (CH=N). m/z: 496.2 $[\text{Cu}(\text{L}^5)+1]^+$ ($M_A = 824$). $\Lambda = 169 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 272 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 320 \text{ nm}$. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.



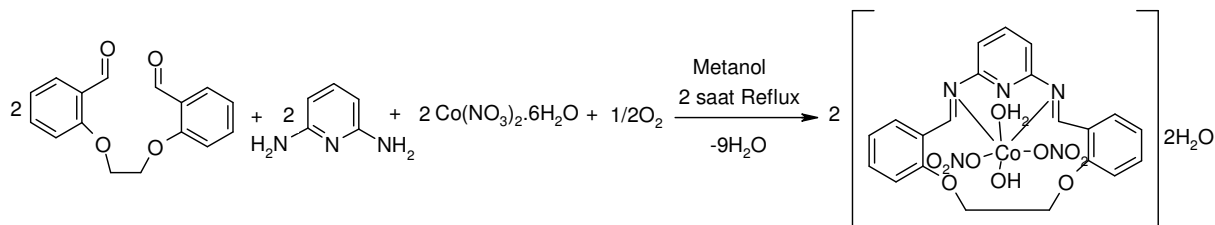
Şekil: 4.18. $[\text{Cu}_2(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

B-) Co(III) Komplekslerinin Sentezi

4.19. $[\text{Co}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,55 g (2 mmol) 1,2-bis(2-karboksaldehit fenoksi)etan ve 0,58 g (2 mmol) $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Daha sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,57 g (% 48) Renk: Sarı. IR: 3381 $\nu(\text{OH})$, 3064 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2930, 2875 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1684 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1487, 1451 $\nu(\text{Ar-C=C})$,

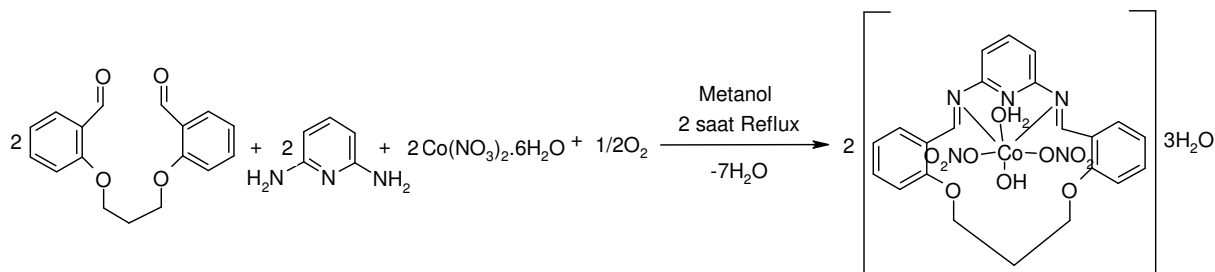
1286, 1233 $\nu(\text{Ar-O})$, 1161, 1051 $\nu(\text{R-O})$, 753 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 42.34 (42.21), %H : 4.19 (4.02), %N : 11.32 (11.25). $^1\text{H NMR}$ (ppm): $\delta = 3.41$ (H_2O), $\delta = 4.60$ (OCH_2), $\delta = 6.99-7.96$ (Ar-H), $\delta = 10.31$ (HC=N). m/z : 599,5 $[[\text{Co}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})(\text{H}_2\text{O})].2\text{H}_2\text{O}]+1]^+$ ($M_A = 598$). $\Lambda = 27 \Omega^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 276$ nm, $\lambda^2 = 323$ nm, $\lambda_3 = 380$ nm. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.



Şekil: 4.19. $[\text{Co}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})(\text{H}_2\text{O}).2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

4.20. $[\text{Co}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})(\text{H}_2\text{O}).3\text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

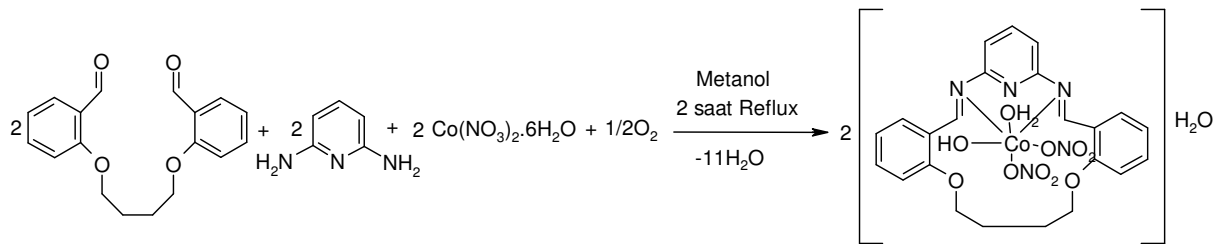
250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,57 g (2 mmol) 1,3-bis(2-karboksaldehit fenoksi)propan ve 0,58 g (2 mmol) $\text{Co}(\text{NO}_3)_2.6\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietiler ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,62 g (% 49) Renk: Sarı. IR: 3379 $\nu(\text{OH})$, 3065 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2933, 2878 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1684 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pidin})]$, 1488, 1453 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1286, 1237 $\nu(\text{Ar-O})$, 1160, 1051 $\nu(\text{R-O})$, 752 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 42.15 (41.97), %H : 4.52 (4.45), %N : 11.31 (11.13). m/z : 628,7 $[[\text{Co}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})(\text{H}_2\text{O}).3\text{H}_2\text{O}-\text{H}]^+$ ($M_A = 629$). $\Lambda = 26 \Omega^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 276$ nm, $\lambda_2 = 322$ nm, $\lambda_3 = 379$ nm. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.



Şekil: 4.20. $[\text{Co}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})(\text{H}_2\text{O}).3\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

4.21. $[\text{Co}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

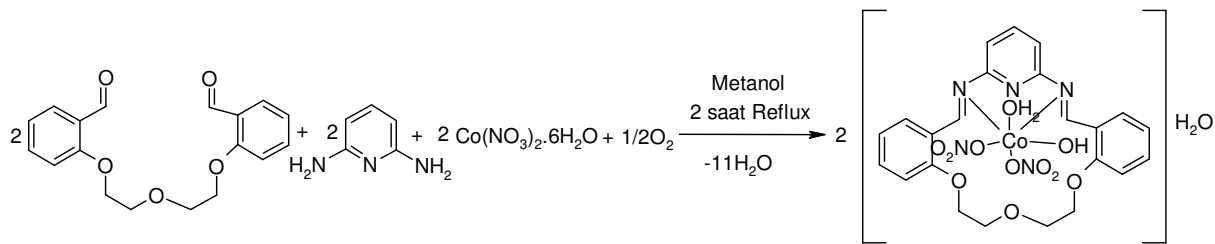
250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,60 g (2 mmol) 1,4-bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütan ve 0,58 g (2 mmol) $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürülür. Çöken ürün vakumda süzülür. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkanır, havada kurutulur. Verim: 0,63 g (% 52) Renk: Sarı. IR: 3379 $\nu(\text{OH})$, 3066 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2938, 2874 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1684 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1488, 1454 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1286, 1240 $\nu(\text{Ar-O})$, 116, 1044 $\nu(\text{R-O})$, 753 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 46.02 (45.47), %H : 4.34 (4.28), %N : 11.59 (11.53). $^1\text{H NMR}$ (ppm): $\delta = 1.99$ (CH_2), $\delta = 3.48$ (H_2O), $\delta = 4.22$ (OCH_2), $\delta = 7.05\text{-}7.66$ (Ar-H), $\delta = 10.37$ (HC=N). m/z: 404,1 $[\text{Co}(\text{L}^3)-(\text{CH}_2\text{CH}_2)+1]^+$ ($M_A = 607$). $\Lambda = 22 \Omega^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 276$ nm, $\lambda_2 = 323$ nm, $\lambda_3 = 377$ nm. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.



Şekil: 4.21. $[\text{Co}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

4.22. $[\text{Co}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

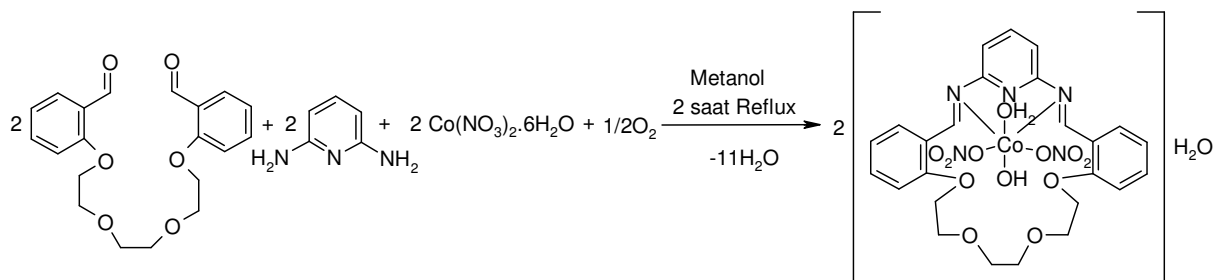
250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,63 g (2 mmol) 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptan ve 0,58 g (2 mmol) $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,57 g (% 46) Renk: Sarı. IR: 3381 $\nu(\text{OH})$, 3066 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2934, 2879 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1488, 1455 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1286, 1238 $\nu(\text{Ar-O})$, 1161, 1053 $\nu(\text{R-O})$, 754 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 44.48 (44.30), %H : 4.32 (4.17), %N : 11.30 (11.24). m/z: 571,5 $[\text{Co}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2+1]^+$ ($M_A = 623$). $\Lambda = 36 \Omega^{-1} \text{ mol}^{-1}\cdot\text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 275$ nm, $\lambda_2 = 322$ nm. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.



Şekil: 4.22. [Co(L⁴)(NO₃)₂(OH)H₂O].H₂O Kompleksinin Sentezi

4.23. [Co(L⁵)(NO₃)₂(OH)H₂O].H₂O Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,72 g (2 mmol) 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksadekan ve 0,58 g Co(NO₃)₂.6H₂O eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,59 g (% 44) Renk: Sarı. IR: 3380 ν(OH), 3068 ν(Ar-CH), 2928, 2873 ν(Alf.-CH), 1598 ν[(C=N)(pidrin)], 1488, 1450 ν(Ar-C=C), 1288, 1244 ν(Ar-O), 1161, 1052 ν(R-O), 754 ν(Süstitüe benzen). Elementel Analiz: %C : 45.14 (44.98), %H : 4.42 (4.35), %N : 11.04 (10.49). m/z: 571,5 [Co(L⁵)(NO₃).H₂O+1]⁺ (M_A = 667). Λ = 40 Ω⁻¹.mol⁻¹.cm². UV-vis: λ₁ = 276 nm, λ₂ = 323 nm, λ₃ = 378 nm. μ_{eff}(B.M.) = Diyamanyetik.



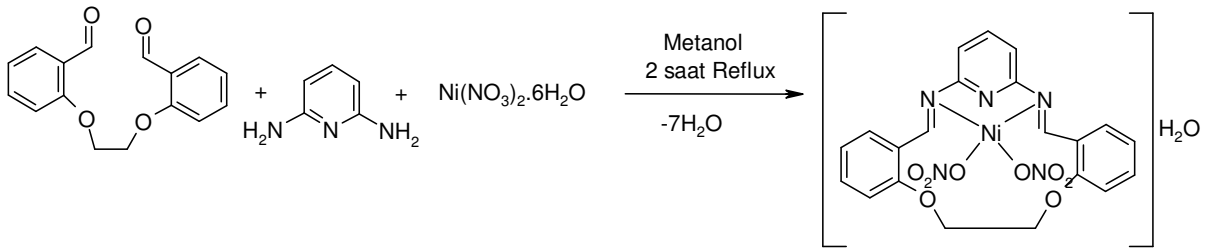
Şekil: 4.23. [Co(L⁵)(NO₃)₂(OH)H₂O].H₂O Kompleksinin Sentezi

C-) Ni(II) Komplekslerinin Sentezi

4.24. [Ni(L¹)(NO₃)₂].H₂O Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,55 g (2 mmol) 1,2-bis(2-karboksaldehit fenoksi)etan ve 0,58 g (2 mmol) Ni(NO₃)₂.6H₂O eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek

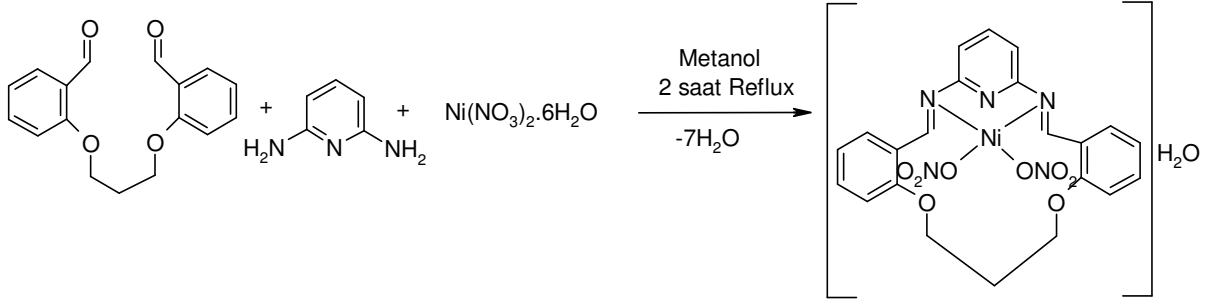
söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,55 g (% 51) Renk: Sarı. IR: 3383 $\nu(\text{OH})$, 3069 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2928, 2874 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1658 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1486, 1450 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1288, 1234 $\nu(\text{Ar-O})$, 1161, 1051 $\nu(\text{R-O})$, 753 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 46.52 (46.41), %H : 3.62 (3.50), %N : 12.93 (12.89). $^1\text{H NMR}$ (ppm): $\delta = 3.41$ (H_2O), $\delta = 4.60$ (OCH_2), $\delta = 6.97-7.96$ (Ar-H), $\delta = 10.31$ (HC=N). m/z : 462 $[\text{Ni}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2-1]^+$ ($M_A = 543$). $\Lambda = 39 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 274 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 323 \text{ nm}$, $\lambda_3 = 367 \text{ nm}$. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.



Şekil: 4.24. [Ni(L¹)(NO₃)₂].H₂O Kompleksinin Sentezi

4.25. [Ni(L²)(NO₃)₂].H₂O Kompleksi

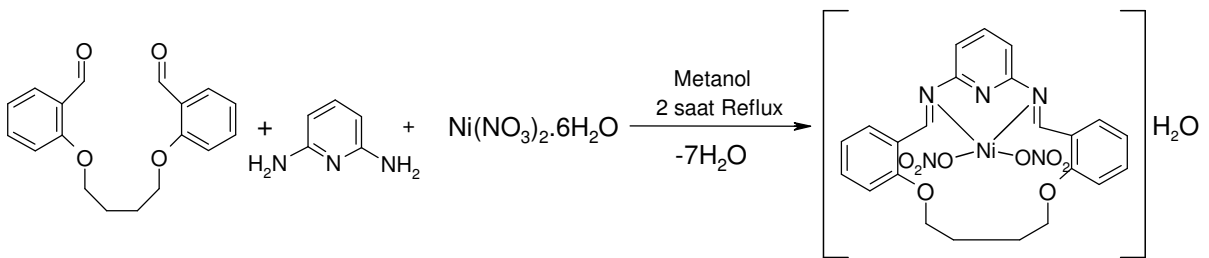
250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,57 g (2 mmol) 1,3-bis(2-karboksaldehit fenoksi)propan ve 0,58 g (2 mmol) Ni(NO₃)₂·6H₂O eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,56 g (% 50) Renk: Sarı. IR: 3368 $\nu(\text{OH})$, 3065 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2931, 2871 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1684 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1488, 1450 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1288, 1242 $\nu(\text{Ar-O})$, 1161, 1051 $\nu(\text{R-O})$, 753 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 47.52 (47.40), %H : 4.22 (4.13), %N : 12.31 (12.56). $^1\text{H NMR}$ (ppm): $\delta = 2.33$ (CH_2), $\delta = 3.42$ (H_2O), $\delta = 4.36$ (OCH_2), $\delta = 7.08-7.96$ (Ar-H), $\delta = 10.41$ (HC=N). m/z : 543,5 $[\text{Ni}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2+3]^{+3}$ ($M_A = 557$). $\Lambda = 28 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 277 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 322 \text{ nm}$, $\lambda_3 = 378 \text{ nm}$. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.



Şekil: 4.25. [Ni(L²)(NO₃)₂].H₂O Kompleksinin Sentezi

4.26. [Ni(L³)(NO₃)₂].H₂O Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,60 g (2 mmol) 1,4-bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütan ve 0,58 g (2 mmol) Ni(NO₃)₂.6H₂O eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,50 g (% 44) Renk: Sarı. IR: 3373 ν(OH), 3065 ν(Ar-CH), 2938, 2872 ν(Alf.-CH), 1681 ν(C=N), 1598 ν[(C=N)(pridin)], 1487, 1453 ν(Ar-C=C), 1285, 1240 ν(Ar-O), 1160, 1043 ν(R-O), 753 ν(Süstitüe benzen). Elementel Analiz: %C : 48.12 (48.00), %H : 4.14 (4.03), %N : 12.21 (12.26). ¹H NMR (ppm): δ = 2.01 (CH₂), δ = 3.48 (H₂O), δ = 4.24 (OCH₂), δ = 7.01-7.96 (Ar-H), δ = 10.39 (HC=N). m/z: 571,5 [Ni(L³)(NO₃)₂.H₂O]⁺ (M_A = 571). Λ = 28 Ω⁻¹.mol⁻¹.cm². UV-vis: λ₁ = 277 nm, λ₂ = 323 nm, λ₃ = 376 nm. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.

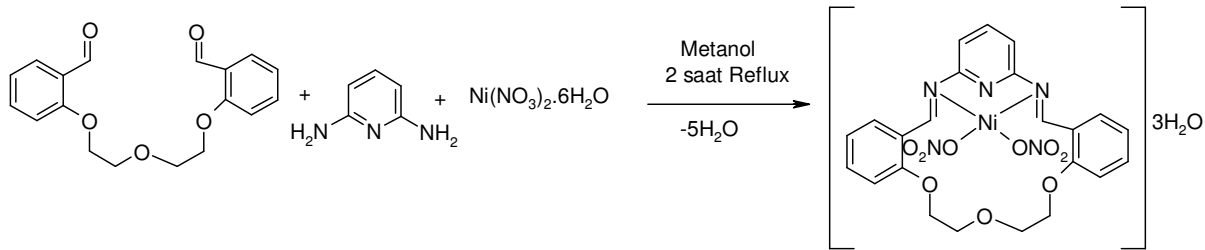


Şekil: 4.26. [Ni(L³)(NO₃)₂].H₂O Kompleksinin Sentezi

4.27. [Ni(L⁴)(NO₃)₂].3H₂O Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,63 g (2 mmol) 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptan ve 0,58 g (2 mmol) Ni(NO₃)₂.6H₂O eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra

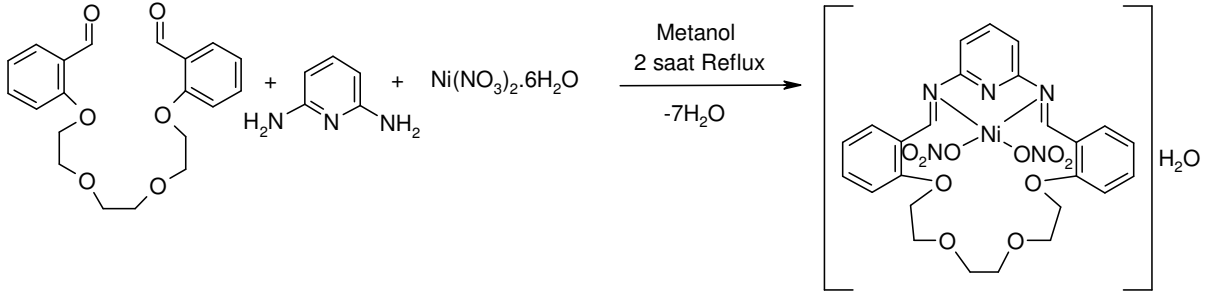
bu çözeltiliye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı, havada kurutuldu. Verim: 0,55 g (% 47) Renk: Sarı IR: 3358 ν (OH), 3065 ν (Ar-CH), 2938, 2872 ν (Alf.-CH), 1598 ν [(C=N)(pridin)], 1487, 1450 ν (Ar-C=C), 1289, 1243 ν (Ar-O), 1160, 1125, 1050 ν (R-O), 754 ν (Süstitüe benzen). Elementel Analiz: %C : 44.35 (44.30), %H : 4.67 (4.65), %N : 11.22 (11.24). $^1\text{H NMR}$ (ppm): $\delta = 3.5$ (H_2O), $\delta = 3.92$ (OCH_2), $\delta = 4.30$ (CH_2OPh), $\delta = 7.07-7.67$ (Ar-H), $\delta = 10.38$ ($\text{HC}=\text{N}$). m/z : 571,5 [$\text{Ni}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2+1$] $^+$ ($M_A = 623$). $\Lambda = 48 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 275$ nm, $\lambda_2 = 323$ nm, $\lambda_3 = 378$ nm. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.



Şekil: 4.27. $[\text{Ni}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

4.28. $[\text{Ni}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,70 g (2 mmol) 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksidekan ve 0,58 g (2 mmol) $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiliye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,58 g (% 46) Renk: Sarı. IR: 3365 ν (OH) 3065 ν (Ar-CH), 2938, 2870 ν (Alf.-CH), 1598 ν [(C=N)(pridin)], 1486, 1450 ν (Ar-C=C), 1289, 1241 ν (Ar-O), 1050 ν (R-O), 755 ν (Süstitüe benzen). Elementel Analiz: %C : 47.62 (47.54), %H : 4.15 (4.12), %N : 11.13 (11.09). $^1\text{H NMR}$ (ppm): $\delta = 3.5$ (H_2O), $\delta = 3.64$ (H1), $\delta = 3.81$ (H2), $\delta = 4.26$ (H3), $\delta = 5.90-7.96$ (Ar-H), $\delta = 10.39$ ($\text{HC}=\text{N}$). m/z : 509,1 [$\text{Ni}(\text{L}^5)+\text{H}_2\text{O}$]. ($M_A = 631$) $\Lambda = 46 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 276$ nm, $\lambda_2 = 323$ nm. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.

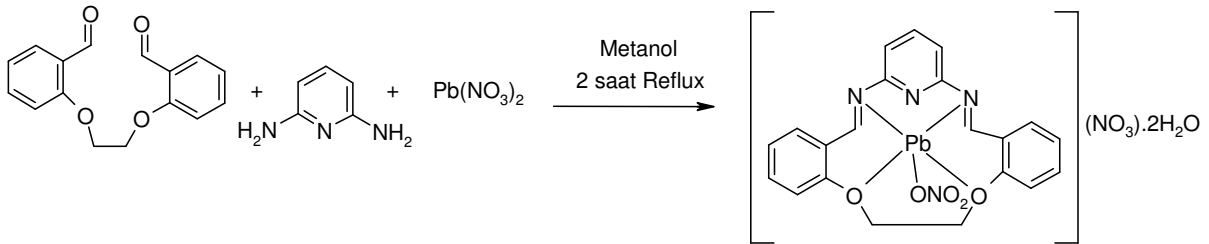


Şekil: 4.28. $[\text{Ni}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

D-) Pb(II) Komplekslerinin Sentezi

4.29. $[\text{Pb}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,55 g (2 mmol) 1,2-bis(2-karboksaldehit fenoksi)etan ve 0,66 g (2 mmol) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g 2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,62 (% 45) g Renk: Sarı. IR: 3383 $\nu(\text{OH})$, 3067 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2931, 2871 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1651 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1488, 1451 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1384 $\nu(\text{NO}_3^-)$, 1288, 1236 $\nu(\text{Ar-O})$, 1161, 1051 $\nu(\text{R-O})$, 754 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C :35.54 (35.49), %H : 3.14 (2.96), %N : 9.95 (9.86). m/z: 707 $[\text{Pb}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3] \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot 3\text{J}^{+3}$. ($M_A = 710$) $\Lambda = 81 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 275 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 321 \text{ nm}$, $\lambda_3 = 379 \text{ nm}$. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.

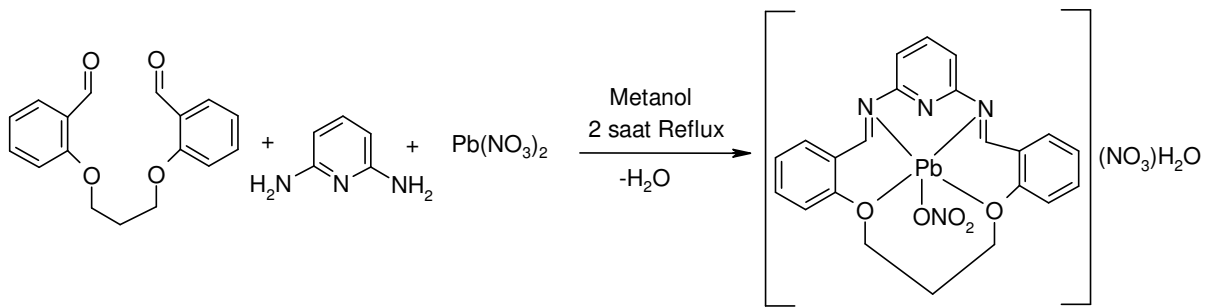


Şekil: 4.29. $[\text{Pb}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

4.30. $[\text{Pb}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,57 g (2 mmol) 1,3-bis(2-karboksaldehit fenoksi)propan ve 0,66 g (2 mmol) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave

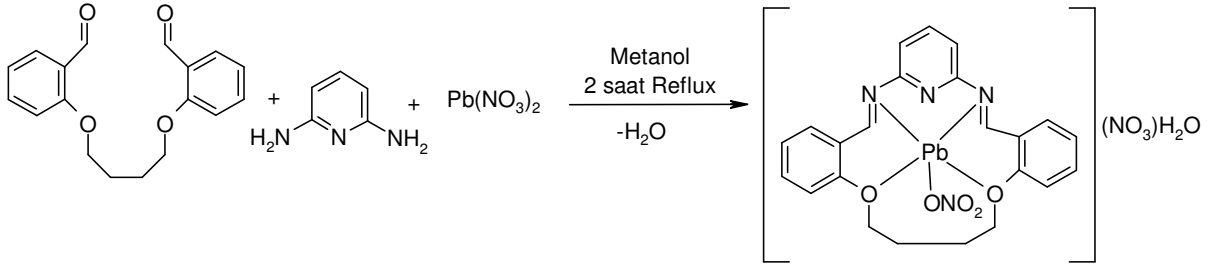
edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,73 (% 52) g Renk: Sarı. IR: 3371 $\nu(\text{OH})$, 3065 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2931, 2873 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1651 $\nu(\text{C=N})$ (pridin C=N piki ile birleşmiş), 1600 $\nu[(\text{C=N})$ (pridin)], 1489, 1450 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1288, 1243 $\nu(\text{Ar-O})$, 1384 $\nu(\text{NO}_3^-)$, 1161, 1050 $\nu(\text{R-O})$, 754 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C :37.45 (37.39), %H : 3.08 (2.97), %N : 9.86 (9.92). m/z: 703 $[[\text{Pb}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\cdot\text{H}_2\text{O}-3]^+3$ ($M_A = 706$). $\Lambda = 69 \Omega^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 275 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 321 \text{ nm}$, $\lambda_3 = 379 \text{ nm}$. $\mu_{\text{eff}}(\text{B.M.}) = \text{Diyamanyetik}$.



Şekil: 4.30. $[\text{Pb}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

4.31. $[\text{Pb}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

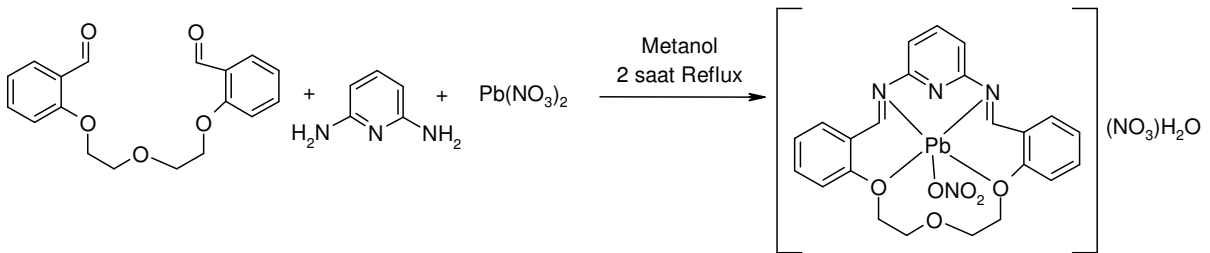
250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,60 g (2 mmol) 1,4-bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütan ve 0,66 g (2 mmol) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutulur. Verim: 0,73 g (% 51) Renk: Sarı. IR: 3378 $\nu(\text{OH})$, 3065 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2937, 2874 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1652 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})$ (pridin)], 1489, 1455 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1384 $\nu(\text{NO}_3^-)$, 1286, 1240 $\nu(\text{Ar-O})$, 1160, 1045 $\nu(\text{R-O})$, 753 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C :38.46 (38.33), %H : 3.30 (3.19), %N : 9.80 (9.72). m/z: 627,6 $[\text{Pb}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)-(\text{CH}_2)+1]^+$ ($M_A = 720$). $\Lambda = 91 \Omega^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 276 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 323 \text{ nm}$, $\lambda_3 = 376 \text{ nm}$. $\mu_{\text{eff}}(\text{B.M.}) = \text{Diyamanyetik}$.



Şekil: 4.31. [Pb(L³)(NO₃)] [NO₃].H₂O Kompleksinin Sentezi

4.32. [Pb(L⁴)(NO₃)] [NO₃].H₂O Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,63 g (2 mmol) 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptan ve 0,66 g (2 mmol) Pb(NO₃)₂ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,81 g (% 55) Renk: Sarı. IR: 3355 ν(OH), 3068 ν(Ar-CH), 2931, 2873 ν(Alf.-CH), 1650 ν(C=N), 1598 ν[(C=N)(pridin)], 1487, 1450 ν(Ar-C=C), 1384 ν(NO₃⁻), 1289, 1243 ν(Ar-O), 1161, 1052 ν(R-O), 753 ν(Süstitüe benzen). Elementel Analiz: %C :37.56 (37.50), %H : 3.18 (3.12), %N : 9.60 (9.51). m/z: 627,6 [Pb(L⁴)(NO₃)-(OCH₂)₂]+¹⁺ (M_A = 736). Λ = 89 Ω⁻¹.mol⁻¹.cm². UV-vis: λ₁ = 276 nm, λ₂ = 323 nm, λ₃ = 378 nm. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.

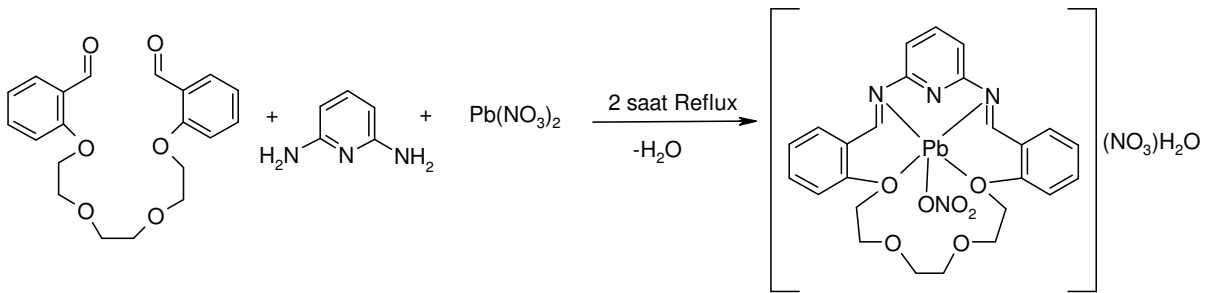


Şekil: 4.32. [Pb(L⁴)(NO₃)] [NO₃].H₂O Kompleksinin Sentezi

4.33. [Pb(L⁵)(NO₃)] [NO₃].H₂O Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,70 g (2 mmol) 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksaheptan ve 0,66 g (2 mmol) Pb(NO₃)₂ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla

damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,83 g (% 53) Renk: Sarı. IR: 3369 $\nu(\text{OH})$, 3065 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2931, 2873 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1651 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1488, 1450 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1384 $\nu(\text{NO}_3^-)$, 1290, 1243 $\nu(\text{Ar-O})$, 1161, 1052 $\nu(\text{R-O})$, 754 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C :38.55 (38.46), %H : 3.44 (3.33), %N : 9.08 (8.97). m/z: 578 $[\text{Pb}(\text{L}^5)-(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O})]^+$ ($M_A = 780$). $\Lambda = 101 \Omega^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 272 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 322 \text{ nm}$. $\mu_{\text{eff}} (\text{B.M.}) = \text{Diyamanyetik}$.

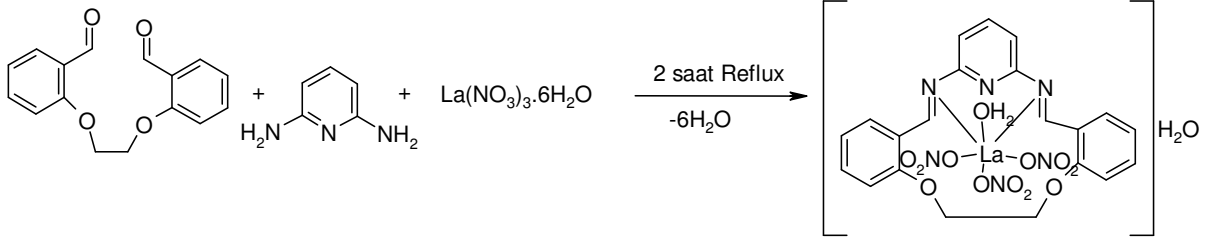


Şekil: 4.33. $[\text{Pb}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3].\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

E-) La(III) Komplekslerinin Sentezi

4.34. $[\text{La}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})].\text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

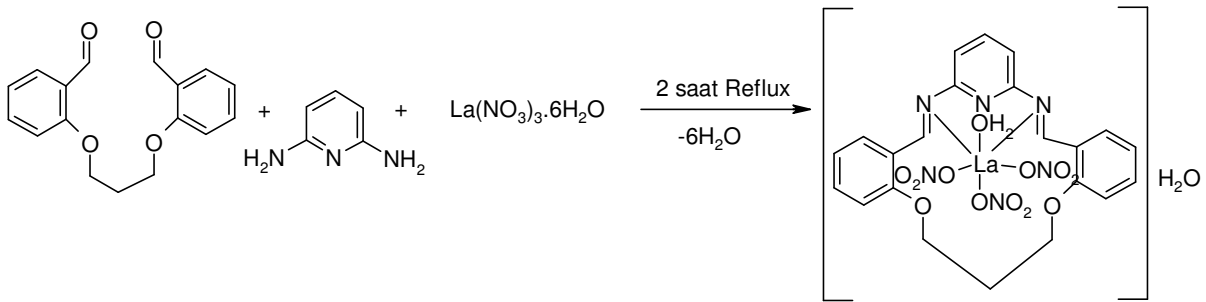
250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,55 g (2 mmol) 1,2-bis(2-karboksaldehit fenoksi)etan ve 0,87 g (2 mmol) $\text{La}(\text{NO}_3)_3.6\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiliye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,59 g (% 42) Renk: Sarı. IR: 3380 $\nu(\text{OH})$, 3065 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2930, 2872 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1683 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1487, 1450 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1286, 1234 $\nu(\text{Ar-O})$, 1161, 1050 $\nu(\text{R-O})$, 753 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 35.80 (35.76), %H : 3.10 (2.98), %N : 11.81 (11.93). $^1\text{H NMR}$ (ppm): $\delta = 3.41 (\text{H}_2\text{O})$, $\delta = 4.60 (\text{OCH}_2)$, $\delta = 7.10-7.70 (\text{Ar-H})$, $\delta = 10.31 (\text{CH=N})$. m/z: 543,5 $[\text{La}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)-1]^+$ ($M_A = 704$). $\Lambda = 30 \Omega^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 274 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 321 \text{ nm}$, $\lambda_3 = 378 \text{ nm}$. $\mu_{\text{eff}} (\text{B.M.}) = \text{Diyamanyetik}$.



Şekil: 4.34. [La(L¹)(NO₃)₃(H₂O)].H₂O Kompleksinin Sentezi

4.35. [La(L²)(NO₃)₃(H₂O)].H₂O Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,57 g (2 mmol) 1,3-bis(2-karboksaldehit fenoksi)propan ve 0,87 g (2 mmol) La(NO₃)₃.6H₂O eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietiler ile yıkandı ve havada kurutulur. Verim: 0,66 g (% 46) Renk: Sarı. IR: 3378 ν (OH), 3064 ν (Ar-CH), 2931, 2878 ν (Alf.-CH), 1683 ν (C=N), 1598 ν [(C=N)(pidin)], 1488, 1455 ν (Ar-C=C), 1286, 1236 ν (Ar-O), 1160, 1052 ν (R-O), 753 ν (Süstitüe benzen). Elementel Analiz: %C : 36.89 (36.77), %H : 3.33 (3.20), %N : 11.57 (11.70). m/z: 473,2 [La(L²)-(CH₂-CH₂)+4]⁺ (M_A = 718). $\Lambda = 31 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 276 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 322 \text{ nm}$, $\lambda_3 = 383 \text{ nm}$. μ_{eff} (B.M.) = Diyamanyetik.

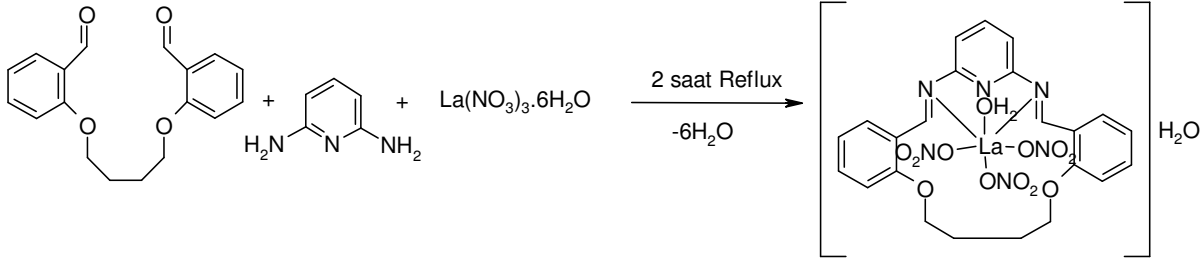


Şekil: 4.35. [La(L²)(NO₃)₃(H₂O)].H₂O Kompleksinin Sentezi

4.36. [La(L³)(NO₃)₃(H₂O)].H₂O Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,60 g (2 mmol) 1,4-bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütan ve 0,87 g (2 mmol) La(NO₃)₃.6H₂O eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye

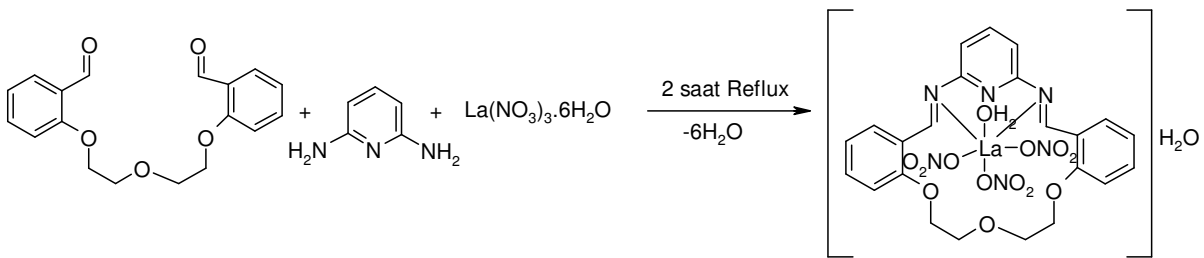
düřürüldü. Çöken ürün vakumda süzöldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı, havada kurutuldu. Verim: 0,62 g (% 43) Renk: Sarı. IR: 3381 $\nu(\text{OH})$, 3065 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2943, 2872 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1683 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1488, 1455 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1286, 1241 $\nu(\text{Ar-O})$, 1160, 1042 $\nu(\text{R-O})$, 754 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 37.84 (37.71), %H : 3.45 (3.42), %N : 11.54 (11.47). m/z: 633 $[\text{La}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2-1]^+$ ($M_A = 732$). $\Lambda = 33 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$. UV-vis: $\lambda_1 = 276 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 325 \text{ nm}$, $\lambda_3 = 377 \text{ nm}$. $\mu_{\text{eff}}(\text{B.M.}) = \text{Diyamanyetik}$.



Şekil: 4.36. $[\text{La}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O}) \cdot \text{H}_2\text{O}]$ Kompleksinin Sentezi

4.37. $[\text{La}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

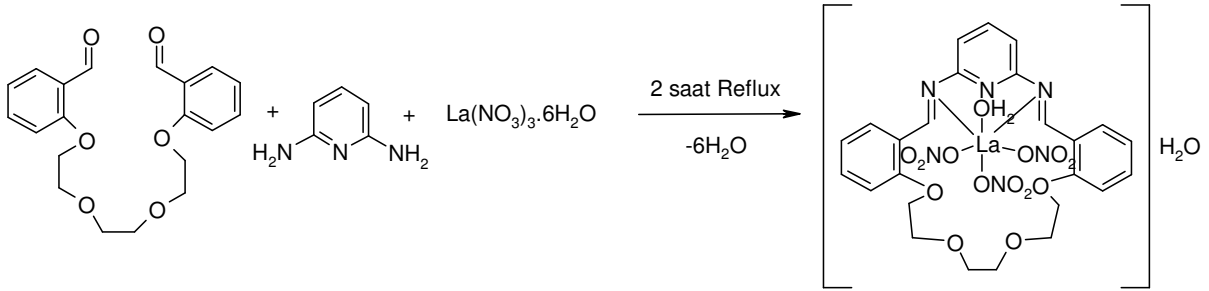
250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,63 g (2 mmol) 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptan ve 0,87 g (2 mmol) $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzöldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,69 (% 46) g Renk: Sarı. IR: 3371 $\nu(\text{OH})$, 3065 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2927, 2872 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1684 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1487, 1450 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1286, 1243 $\nu(\text{Ar-O})$, 1161, 1052 $\nu(\text{R-O})$, 754 $\nu(\text{Süstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 37.05 (37.00), %H : 3.38 (3.34), %N : 11.29 (11.26). $^1\text{H NMR}$ (ppm): $\delta = 3.5$ (H_2O), $\delta = 3.92$ (OCH_2), $\delta = 4.30$ (CH_2OPh), $\delta = 3.65$ (H_2O), $\delta = 6,95-7,69$ ppm (Ar-H), $\delta = 10,39$ ppm (CH=N). m/z: 649 $[\text{La}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2-1]^+$ ($M_A = 748$). $\Lambda = 36 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$, $\lambda_1 = 274 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 323 \text{ nm}$, $\lambda_3 = 379 \text{ nm}$. $\mu_{\text{eff}}(\text{B.M.}) = \text{Diyamanyetik}$.



Şekil: 4.37. $[\text{La}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

4.38. $[\text{La}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksi

250 mL'lik iki boyunlu bir balona 0,70 g (2mmol) 1,10-Bis(2-Formilfenil)-1,4,7,10-Trioksadekan ve 0,87 g (2 mmol) $\text{La}(\text{NO}_3)_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ eklenerek 60 mL metanolde sıcakta çözüldü. Daha sonra bu çözeltiliye 40 mL metanolde çözülmüş 0,22 g (2 mmol) 2,6-diaminopridin damla damla ilave edildi. İlave işlemi bittikten sonra reaksiyon 2 saat daha sürdürüldü. Daha sonra düzenek söküldü ve oluşan madde 250 ml'lik bir behere alındı. Çözücü seviyesi 30-40 mL'ye düşürüldü. Çöken ürün vakumda süzüldü. Sonra metanol, kloroform ve dietileter ile yıkandı ve havada kurutuldu. Verim: 0,71 g (% 45) Renk: Sarı. IR: 3366 $\nu(\text{OH})$, 3065 $\nu(\text{Ar-CH})$, 2930, 2870 $\nu(\text{Alf.-CH})$, 1683 $\nu(\text{C=N})$, 1598 $\nu[(\text{C=N})(\text{pridin})]$, 1487, 1450 $\nu(\text{Ar-C=C})$, 1288, 1242 $\nu(\text{Ar-O})$, 1160, 1052 $\nu(\text{R-O})$, 753 $\nu(\text{Sübstitüe benzen})$. Elementel Analiz: %C : 37.91 (37.88), %H : 4.05 (3.54), %N : 10.73 (10.60). m/z: 496,2 $[\text{La}(\text{L}^5)-(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2)]^+$ ($M_A = 792$). $\Lambda = 46 \Omega^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^2$, $\lambda_1 = 275 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 322 \text{ nm}$, $\lambda_3 = 375 \text{ nm}$. $\mu_{\text{eff}}(\text{B.M.}) = \text{Diyamanyetik}$.



Şekil: $[\text{La}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

5. SONUÇLAR ve TARTIŞMA

5.1 Makrosiklik Schiff Bazlarının IR Spektrumları.

Makrosiklik Schiff bazlarının karakteristik pikleri C=N gerilme titreşimleri, aromatik C-H gerilme titreşimleri, aromatik C=C gerilme titreşimi, alifatik C-H gerilme titreşimi, pridin halkasındaki C=N gerilme titreşimi ve ligandın absorpladığı sudan kaynaklanan O-H gerilme titreşimleridir. Sentezlenen ligandlarda amin ve karbonil piklerinin kaybolması ve 1685 cm^{-1} de C=N gerilme titreşimlerinin ortaya çıkması yapıyı desteklemektedir. $3380\text{-}3385\text{ cm}^{-1}$ arasında –OH gerilmesine ait titreşim frekansı [85,86,87], $3068\text{-}3065\text{ cm}^{-1}$ deki aromatik C-H gerilme titreşimleri [3,5], $2930\text{-}2880\text{ cm}^{-1}$ arasında alifatik C-H gerilme titreşimleri görülmektedir [3,88]. C=N gerilmesine ait titreşim pikleri 1685 cm^{-1} civarında gözlenmektedir [74,89]. Ar-O gerilme titreşimi yaklaşık $1285\text{-}1240\text{ cm}^{-1}$ civarlarında görülmektedir [3,88]. 1598 cm^{-1} deki pik Pridin halkasındaki C=N pikinden kaynaklanmaktadır [10,63]. $1485\text{-}1455\text{ cm}^{-1}$ de gözlenen pikler aromatik C=C gerilmesini göstermektedir [90,91]. $1160\text{-}1050\text{ cm}^{-1}$ de pikler ise R-O gerilme titreşimlerine aittir [92,93]. 755 cm^{-1} de gözlenen pik *o*-disüstitüe benzeni göstermektedir [40-42,93].

5.2. Makrosiklik Komplekslerin IR Spektrumları

Template olarak sentezlenen komplekslerde NH_2 ve C=O piklerinin kaybolması ve $1685\text{-}1615\text{ cm}^{-1}$ de C=N gerilme titreşimlerinin ortaya çıkması yapıyı desteklemektedir. Makrosiklik Schiff bazlarının Ni(II), Cu(II), Co(III), Pb(II) ve La(III) komplekslerinin karakteristik pikleri C=N gerilme titreşimleri, aromatik C-H gerilme titreşimleri, aromatik C=C gerilme titreşimi, alifatik C-H gerilme titreşimi, pridin halkasındaki C=N gerilme titreşimi ve ligandın absorpladığı sudan kaynaklanan O-H gerilme titreşimleri gözlenmiştir. $3325\text{-}3385\text{ cm}^{-1}$ arasında –OH gerilmesine ait titreşim frekansı [85,86,87], $3068\text{-}3065\text{ cm}^{-1}$ deki aromatik C-H gerilme titreşimleri [3,5], $2930\text{-}2880\text{ cm}^{-1}$ arasında alifatik C-H gerilme titreşimleri görülmektedir [3,88]. C=N gerilmesine ait titreşim pikleri $1615\text{-}1684\text{ cm}^{-1}$ civarında gözlenmektedir. Görüldüğü gibi komplekslerde ligandlara göre bir kayma söz konusu. Bu da bize azometin bağındaki azotun metal atomuna koordine olduğunu göstermektedir [74,85]. Ar-C-O gerilme titreşimi yaklaşık $1285\text{-}1240\text{ cm}^{-1}$ civarlarında görülmektedir [3,88]. 1598 cm^{-1} deki pik pridin halkasındaki C=N gerilmesinden kaynaklanmaktadır. Pridin halkasındaki C=N pikinde kaymanın olmaması, pridin halkasındaki azotun metal atomuna bağlanmadığını gösterir [10,63]. $1485\text{-}1455\text{ cm}^{-1}$ de gözlenen pikler aromatik C=C gerilmesini ve bu pik ile çakışan koordinasyon küresindeki NO_3^- göstermektedir [6,95,96]. Yaklaşık olarak 1290 , 1040 , 830 cm^{-1} de gözlenen pikler koordine nitrat gruplarını da göstermektedir. Bu pikler Ar-

O, R-O ve benzen pikleriyle çakışmıştır [9,71,97] 1384 cm^{-1} de gözlenen pik ise NO_3^- yi göstermektedir. Ligandlarda gözlenmeyen bu pik yapıda iyonik nitrat gruplarının varlığını gösterir [6,9,53,71,97] 1160–1050 cm^{-1} de pikler ise R-O gerileme titreşimlerine aittir. 755 cm^{-1} de gözlenen pik o-disüstitüe benzeni göstermektedir [40-42,94].

5.3. MAGNETİK SÜSSEPTİBİLİTE SONUÇLARI ve YORUMLARI

Sentezlenen tüm kompleksler diyamanyetik bulunmuştur. La(III), Pb(II), Ni(II) kompleksleri için diyamanyetik sonuçlar beklenildiği gibi olurken, Cu(II) kompleksleri için kütle spektrum sonucu da dikkate alınırrsa bakır atomları arasında bağ oluşarak çift çekirdekli kompleks oluştuğu düşünülmektedir. Bu durumda bulunan diyamanyetik sonuç yapıyla uyumlu olur [98]. Co(II) İyonu ise reaksiyon ortamında havadaki oksijenle reaksiyona girerek Co(III)'e yükseltgenmiştir [99].

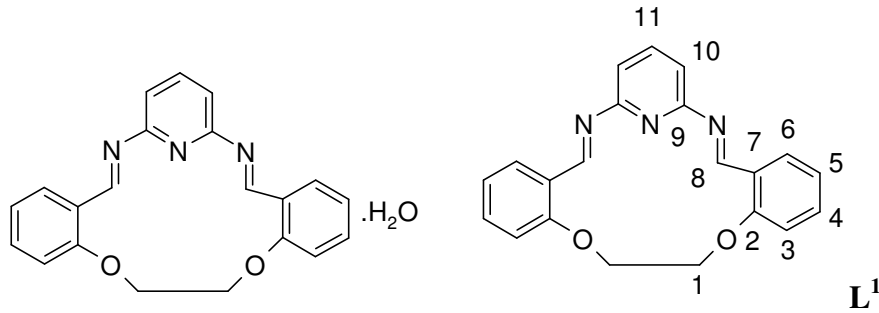
5.4. KONDÜKTİMETRİK ÇALIŞMALAR ve YORUMLARI

Sentezlenen kompleksler ve iletkenlik değerleri aşağıdaki tabloda verilmiştir. Ligandların iletkenlik değerleri 4-6 $\Omega^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{cm}^2$ arasında, bakır kompleksleri 146-178 $\Omega^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{cm}^2$ arasında, kobalt kompleksleri 22-41 $\Omega^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{cm}^2$ arasında, nikel kompleksleri 33-46 $\Omega^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{cm}^2$ arasında, kurşun kompleksleri 69-101 $\Omega^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{cm}^2$ arasında, lantan kompleksleri 30-46 $\Omega^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{cm}^2$ arasında bulunmuştur. Bu sonuçlara göre nikel, kobalt ve lantan komplekslerinin iyonik olmadığı(non-iyonik), kurşun komplekslerin iki iyonlu olduğu, bakır komplekslerinin ise üç iyonlu olduğu bulunmuştur. İletkenlik değerleri 1-50 olursa maddenin iyonik olmadığını, 50-130 olursa maddenin iki iyonlu olduğunu (1:1 şeklinde iyonlaştığını), 130-240 olursa 3 iyonlu olduğunu, 240-520 olursa 4 iyonlu olduğunu gösterir [60,100-104].

5.5. UV-Vis SPEKTRUM SONUÇLARININ YORUMLARI

Sentezlenen ligand ve UV-vis spektrum sonuçlarında 264 nm ve 322 nm arasında görülen omuz şeklindeki pikler ligandlardaki $\pi-\pi^*$ geçişlerine, 376 nm deki pikler ise ligandlardaki $n-\pi^*$ geçişlerine aittir. Komplekslerin UV-vis spektrumlarında ise, özellikle 264 nm deki pik daha yüksek dalga boylarına kaymış, Cu(II) komplekslerinin piklerinde ise 376 nm deki pikler kaybolmuş, diğerlerinde daha yüksek dalga boylarına kaymıştır [66,105].

5.6. L¹ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



¹³C NMR Spektrum Sonuçları (ppm): OCH₂: 67.9, HC=N: 161.3, Aromatik C'lar: 114.6, 121.6, 125.1, 128.1, 137.0, 189.7. ¹³C NMR spektrumunda tersiyer karbonların varlığından dolayı beklenenden daha az sayıda pik gözlenmiştir.

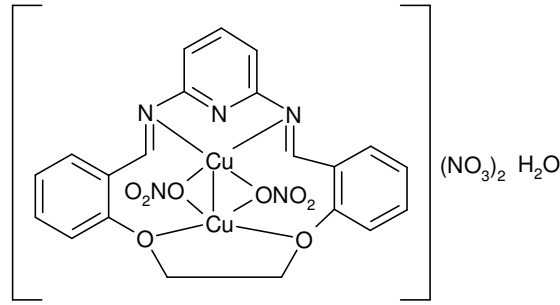
¹H NMR Spektrum Sonuçları: Ligandın IR ve elementel analiz sonuçlarından 1 mol H₂O bağladığı gözlenmiştir. Buna bağlı olarak NMR spektrumu yorumlanacak olursa δ = 2.5 ppm civarında DMSO-d₆ ya ait tek pik görülmektedir. δ = 3.41 ppm civarında ise H₂O a ait pik görülmektedir. δ = 4.58 ppm de ise -OCH₂ ye ait tekli pik görülmekte (kimyasal eşdeğer protonlar yarılmaya neden olmazlar), δ = 7.1-8.0 ppm arası aromatik bölgeye ait pikler görülmektedir. δ = 10,33 ppm de ise -CH=N piki görülmektedir.

Kütle Spektrum Sonuçları: m/z: 339 da gözlenen pik [M-4]⁺ yapısına, m/z: 325 civarında görülen pik [M - (CH₂CH₂)⁺ grubuna aittir. Bileşiğin molekül ağırlığı 343 dür.

IR Spektrum Sonuçları: 3382 cm⁻¹ de OH gerilme titreşimi, 1685 cm⁻¹ de C=N gerilme titreşimi, 1598 cm⁻¹ de piridin deki C=N gerilme titreşimi, 1486, 1451 cm⁻¹ aromatik C=C gerilmesi, 1287, 1238 cm⁻¹ de Ar-O gerilmesi, 1161, 1121, 1106 ve 1051 cm⁻¹ de R-O gerilmesi, 753 cm⁻¹ de ise o-disüstitüe benzene ait titreşim frekansları gözlenmektedir.

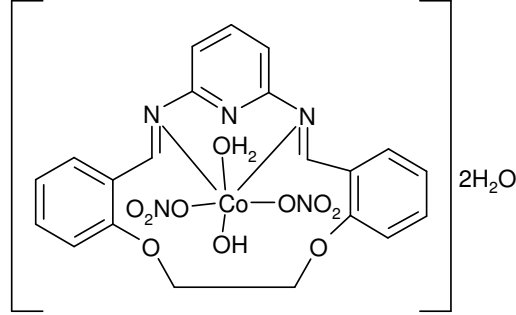
L¹ ligandına ait tüm bu veriler bileşiğin yukarıda gösterildiği gibi bir yapıya sahip olduğunu gösterir.

5.7. $[\text{Cu}_2(\text{NO}_3)_2\text{L}^1][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR

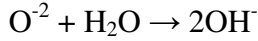
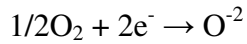
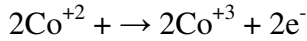


^1H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 3.48$ ppm (H_2O), $\delta = 4.21$ ppm (OCH_2), $\delta = 7.05-7.66$ ppm (Ar-H), $\delta = 10.37$ ppm ($\text{HC}=\text{N}$). Bileşik diyamanyetik olduğundan yapı çift çekirdekli olarak düşünülmüştür. Yine bileşiğin kütle spektrumunda m/z : 719.3 da gözlenen pik $[[\text{Cu}_2(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2+1]^+$ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 380 nm civarında gözlenen pik kaybolmuştur. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da $2 \cdot 10^{-4}$ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 178 \text{ } \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm^{-1} de gözlenen belirgin pik iyonik nitrat grubuna aittir [63]. IR spektrumunda ayrıca 3329 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1685 cm^{-1} de gözlenen $\text{C}=\text{N}$ gerilme titreşiminin neredeyse kaybolduğu görülmektedir. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde $5-6 \text{ cm}^{-1}$ lik kayma, komplekste bakır iyonunun oksijenlere bağlandığını gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki $\text{C}=\text{N}$ gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun bakır iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu şekilde bir bağlanma literatür ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre bakır kompleksinin üçgen çiftpramit yapısına sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.8. [Co(L¹)(NO₃)₂(OH)H₂O].2H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



¹H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 3.41$ ppm (H₂O), $\delta = 4.60$ ppm (OCH₂), $\delta = 6.99-7.96$ ppm (Ar-H), $\delta = 10.31$ ppm (HC=N). Bileşik diyamanyetik olduğundan aşağıda gösterildiği gibi kobaltın yükseltlendiği ve havadaki O₂'nin indirgenerek H₂O ile reaksiyona girip OH⁻ oluşturduğu ve reaksiyonun bu şekilde tamamlandığı düşünülmüştür.



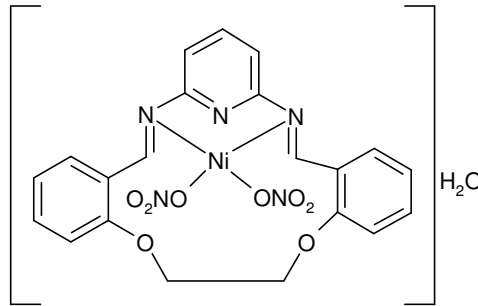
Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 599,5 da gözlenen pik [[Co(L¹)(NO₃)₂(OH).H₂O].2H₂O+1]⁺ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 265 nm de görülen pikin komplekste 276 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10⁻⁴ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 27 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm⁻¹ de pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3381 cm⁻¹ de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1686 cm⁻¹ de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste 2 cm⁻¹ lik bir kaymaya uğrayarak pikin şiddetinde azalma görülmüştür. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde kayma gözlenmemesi kobaltın oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm⁻¹ de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun kobalt iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatür ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Maddenin TGA sonuçları şu şekilde bulunmuştur: 20 °C de ısıtma başlandı. 41-315 °C arası bozunmaya

uğradığı söylenebilir. Fakat bozunma devam ettiği için son sıcaklık çok net değil, 41 °C den sonra ifadesinin daha doğru olduğu söylenebilir.

Su Kaybı(41 °C-)T : % 12,08 (3H₂O + OH) D: % 12,00

Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre kobaltın d²sp³ hibritleşmesi yaparak oktahedral yapıya sahip olduğu düşünülmektedir.

5.9. [Ni(NO₃)₂(L¹)].H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR

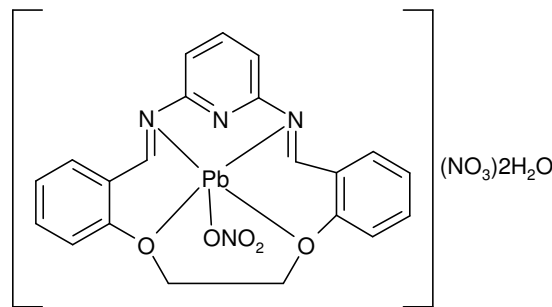


¹H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 3.41$ ppm (H₂O), $\delta = 4.60$ ppm (OCH₂), $\delta = 6.97-7.96$ ppm (Ar-H), $\delta = 10.31$ ppm (HC=N). Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 462 de gözlenen pik [Ni(L¹)(NO₃)-1]⁺ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 265 nm de görülen pikin komplekste 274 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10⁻⁴ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 39 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm⁻¹ de pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3383 cm⁻¹ de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1683 cm⁻¹ de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste büyük bir kaymaya uğrayarak tamamen kaybolduğu görülmüştür. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde kayma gözlenmemesi nikelin oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm⁻¹ de görülen piridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi piridin halkasındaki azotun nikel iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözündüğü görülmüştür. Bileşik dimanyetik bulunmuştur. Maddenin TGA sonuçları ise şöyle bulunmuştur:

<u>42-121 °C</u>	<u>121-160 °C</u>	<u>Toplam</u>
T: % 1,66 (1/2H ₂ O)	% 1,65 (1/2H ₂ O)	% 3,31
D:% 1,48	% 1,46	% 2,91

Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre nikelin dsp² hibritleşmesi yaparak karedüzlem yapıya sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.10.[Pb(L¹)(NO₃)] [NO₃].2H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR

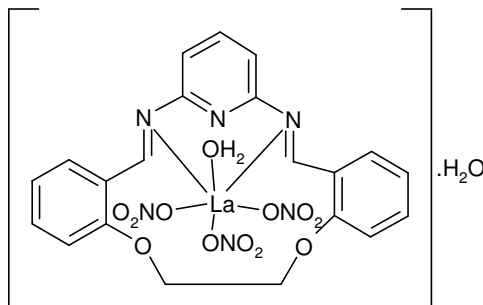


Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 707 de gözlenen pik $[Pb(L^1)(NO_3)][NO_3].2H_2O-3]^{+3}$ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda liganda 265 nm de görülen pikin komplekste 275 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10^{-4} M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 81 \Omega^{-1}.mol^{-1}.cm^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda $1384 cm^{-1}$ de pik gözlendiğinden maddenin iletken olduğu görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca $3383 cm^{-1}$ de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Liganda $1683 cm^{-1}$ de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste büyük bir kaymaya uğrayarak tamamen kaybolduğu görülmüştür. Yine IR spektrumunda $1190-1050 cm^{-1}$ arasında R-O piklerinde gözlenen kayma ve değişiklikler kurşun iyonunun oksijenlere bağlandığını gösterir. $1598 cm^{-1}$ de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun kurşun iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise çok az çözüldüğü görülmüştür. Bileşik dimanyetiktir. TGA sonuçları ise şu şekilde bulunmuştur: 20 °C de ısıtma başlandı.

	<u>139-333 °C</u>	<u>333-409 °C</u>	<u>Toplam</u>
T:	% 11,4 (NO ₃ +H ₂ O)	% 11,4 (H ₂ O + NO ₃)	% 21,80
D:	% 11,00	% 12,10	% 23,10

Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre kurşunun karepramit yapısına sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.11.[La(L¹)(NO₃)₃(H₂O)].H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



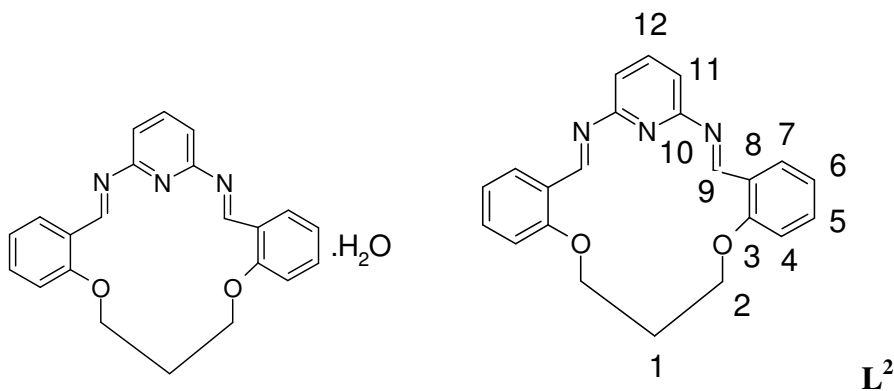
¹H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 3.41$ ppm (H₂O), $\delta = 4.60$ ppm (OCH₂), $\delta = 7.10-7.70$ ppm (Ar-H), $\delta = 10.31$ ppm (HC=N). Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 543,5 de gözlenen pik [La(L¹)(NO₃)-1]⁺ karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 265 nm de görülen pikin komplekste 274 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10⁻⁴ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 30 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm⁻¹ de pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3372 cm⁻¹ de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1686 cm⁻¹ de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste de 1685 cm⁻¹ de, fakat zayıf olarak gözlenmiştir. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde pek kayma gözlenmemesi lantanın oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm⁻¹ de görülen piridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi piridin halkasındaki azotun lantan iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözündüğü görülmüştür. Bileşik dimanyetik bulunmuştur ve TGA sonuçları şu şekildedir: 20 °C de ısıtma başlandı. Kütle kaybı 46 °C de başladı

Koordinasyon sayısı altıdır. Yapıyı önce koordinasyon küresinin dışındaki H₂O ve daha sonra koordinasyon küresinin içindeki 2 mol NO₃ ve H₂O grubu terk ediyor. Sonrasında 1 mol NO₃ grubu ve diğer organik gruplar yapıdan uzaklaşıyor.

<u>46-146 °C</u>	<u>146-338 °C</u>	<u>338-445 °C</u>	<u>Toplam</u>
T: % 2,56 (H ₂ O)	% 20,17 (1H ₂ O + 2NO ₃)	% 8,81 (NO ₃)	% 31,54
D:% 2,92	% 20,58	% 10,1	% 33,60

Bu verilere göre lantan kompleksinin oktahedral yapıya sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.12. L² İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



¹³C NMR Spektrum Sonuçları (ppm): CH₂: 28.9, OCH₂: 65.6, HC=N: 161.3, Aromatik C'lar: 95.7, 114.0, 121.2, 124.8, 128.2, 136.9, 138.7, 159.2, 189.8.

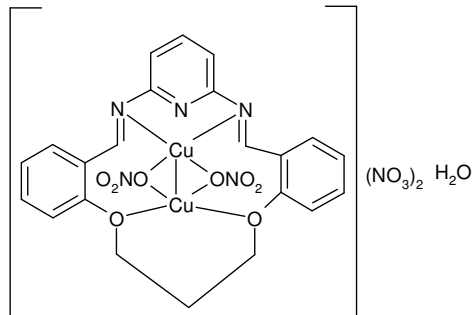
¹H NMR Spektrum Sonuçları: Ligandın IR ve elementel analiz sonuçlarından 1 mol H₂O bağladığı gözlenmiştir. Buna bağlı olarak NMR spektrumu yorumlanacak olursa δ = 2.30 ppm(t, J = 6,1 Hz) –CH₂– protonuna ait, δ = 2.5 ppm civarında DMSO-d₆ ya ait tek pik görülmektedir. δ = 3.41 ppm civarında ise H₂O ya ait pik görülmektedir. δ = 4.36(t, J = 5,9 Hz) –OCH₂ protonuna aittir. δ = 6.36-8.05 ppm arasında aromatik bölgeye ait çoklu pik görülmektedir. δ = 10.4 ppm de ise –HC=N piki görülmektedir.

Kütle Spektrum Sonuçları: L² ligandının Molekül ağırlığı 357 g/mol dür. Kütle Spektrumunda 358.1 de görülen pik [L+1]⁺ a karşılık gelen piktir.

IR Spektrum Sonuçları: 3379 cm⁻¹ de OH gerilme titreşimi, 1682 cm⁻¹ de C=N gerilme titreşimi, 1599 cm⁻¹ de piridin deki C=N gerilme titreşimi, 1488, 1455 cm⁻¹ aromatik C=C gerilmesi, 1287, 1240 cm⁻¹ de Ar-O gerilmesi, 1161, 1107 ve 1051 cm⁻¹ de R-O gerilmesi, 753 cm⁻¹ de ise o-disüstitüe benzene ait titreşim frekansları gözlenmektedir.

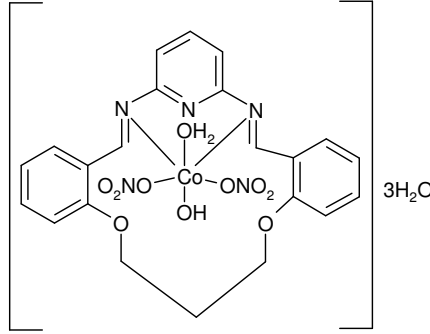
L² ligandına ait tüm bu veriler bileşiğin yukarıda gösterildiği gibi bir yapıya sahip olduğunu gösterir.

5.13. $[\text{Cu}_2(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR

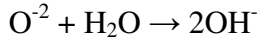
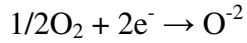
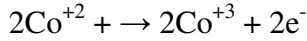


^1H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 2.35$ ppm (t) (CH_2), $\delta = 3.42$ ppm (H_2O), $\delta = 4.34$ ppm (OCH_2), $\delta = 7.06-7.66$ ppm (Ar-H), $\delta = 10.38$ ppm ($\text{HC}=\text{N}$). Bileşik diyamanyetik olduğundan yapı çift çekirdekli olarak düşünülmüştür. Yine bileşiğin kütle spektrumunda $m/z: 735.3$ gözlenen pik $[[\text{Cu}_2(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2+2]^{+2}$ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 380 nm civarında gözlenen pik kaybolmuştur. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da $2 \cdot 10^{-4}$ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 146 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm^{-1} de gözlenen belirgin pik iyonik nitrat grubuna aittir. IR spektrumunda ayrıca 3325 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1685 cm^{-1} de gözlenen $\text{C}=\text{N}$ gerilme titreşiminin neredeyse kaybolduğu görülmektedir. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde $5-6 \text{ cm}^{-1}$ lik kayma, komplekste Cu(II) iyonunun oksijenlere bağlandığını gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki $\text{C}=\text{N}$ gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun bakır iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu şekilde bir bağlanma literatür ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre Cu(II)'nin üçgen çiftpramit yapısına sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.14.[Co(L²)(NO₃)₂(OH)H₂O].3H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR

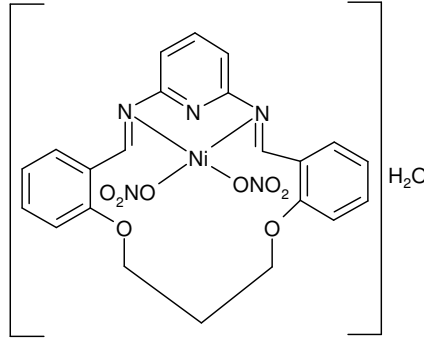


Bileşik diyamanyetik olduğundan aşağıda gösterildiği gibi kobaltın yükseltgendiği ve havadaki O₂'nin indirgenerek H₂O ile reaksiyona girip OH⁻ oluşturduğu ve reaksiyonun bu şekilde tamamlandığı düşünülmüştür.



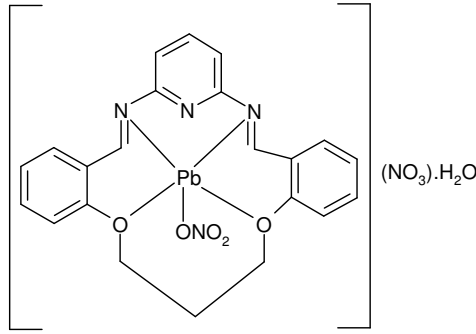
Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 628,7 gözlenen pik [[Co(L²)(NO₃)₂(OH).H₂O].3H₂O-1]⁺ na karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 268 nm de görülen pikin komplekste 276 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10⁻⁴ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 26 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm⁻¹ de belirgin bir pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3380 cm⁻¹ de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1682 cm⁻¹ de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste 2 cm⁻¹ lik bir kaymaya uğrayarak 1684 cm⁻¹ de zayıf bir şekilde görülmüştür. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde kayma gözlenmemesi kobaltın oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm⁻¹ de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun kobalt iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Bu veriler de Co(III) kompleksinin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre Co(III) kompleksinin d²sp³ hibritleşmesi yaparak oktahedral yapıya sahip oldu düşünülmektedir.

5.15. $[\text{Ni}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2]\cdot\text{H}_2\text{O}$ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



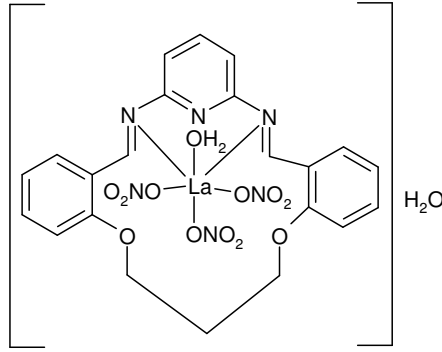
^1H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 2.33$ ppm (CH_2), $\delta = 3.42$ ppm (H_2O), $\delta = 4.36$ (OCH_2), $\delta = 7.08-7.96$ ppm (Ar-H), $\delta = 10.41$ ppm (HC=N). Bileşiğin kütle spektrumunda m/z : 543,5 de gözlenen pik $[\text{Ni}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2+2]^{+2}$ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda liganda 265 nm de görülen pikin komplekste 277 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da $2 \cdot 10^{-4}$ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 28 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm^{-1} de pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3371 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Liganda 1683 cm^{-1} de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste büyük bir kaymaya uğrayarak tamamen kaybolduğu görülmüştür. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde pek kayma gözlenmemesi nikelin oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun nikel iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Bileşik dimanyetik bulunmuştur. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre Ni(II) kompleksinin dsp^2 hibritleşmesi yaparak kare düzlem yapıya sahip olduğu düşünülmektedir.

5.16. $[\text{Pb}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\cdot\text{H}_2\text{O}$ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



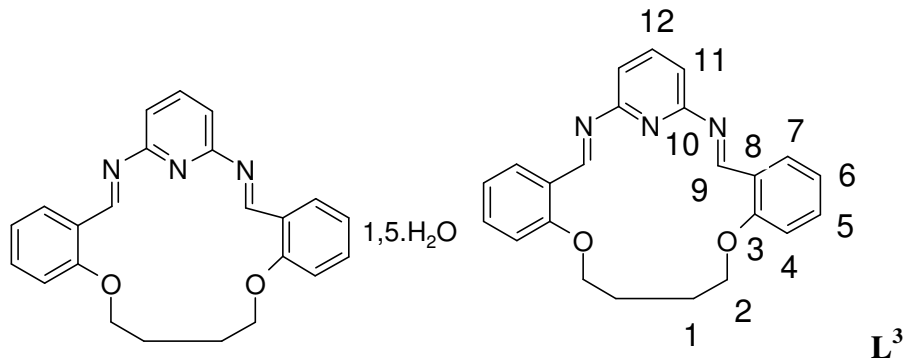
Bileşiğin kütle spektrumunda m/z : 703 de gözlenen pik $[\text{Pb}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\cdot\text{H}_2\text{O}-2]^+2$ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda liganda 266 nm de görülen pikin komplekste 275 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da $2\cdot 10^{-4}$ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 69 \Omega^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm^{-1} de pik gözlendiğinden maddenin iletken olduğu görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3383 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Liganda 1683 cm^{-1} de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste büyük bir kaymaya uğrayarak tamamen kaybolduğu görülmüştür. Yine IR spektrumunda $1190-1050 \text{ cm}^{-1}$ arasında R-O piklerinde gözlenen kayma ve değişiklikler kurşun iyonunun oksijenlere bağlandığını gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun kurşun iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise çok az çözüldüğü görülmüştür. Bileşik dimanyetiktir. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre kurşunun karepramit yapısına sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.17.[La(L²)(NO₃)₃(H₂O)].H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 473,2 de gözlenen pik [La(L²)-(CH₂CH₂)+1]⁺ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 266 nm de görülen pikin komplekste 276 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10⁻⁴ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 31 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm⁻¹ de pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3373 cm⁻¹ de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1682 cm⁻¹ de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste 1685 cm⁻¹ de, fakat zayıf olarak gözlenmiştir. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde pek kayma gözlenmemesi lantanın oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm⁻¹ de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun lantan iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Bileşik dimanyetik bulunmuştur. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre lantan kompleksinin oktahedral yapıya sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.18. L³ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



¹³C NMR Spektrum Sonuçları (ppm): CH₂: 25.7, OCH₂: 68.4, HC=N: 161.4, Aromatik C'lar: 95.7, 113.9, 121.0, 124.7, 128.1, 136.9, 156.2, 161.4, 189.6.

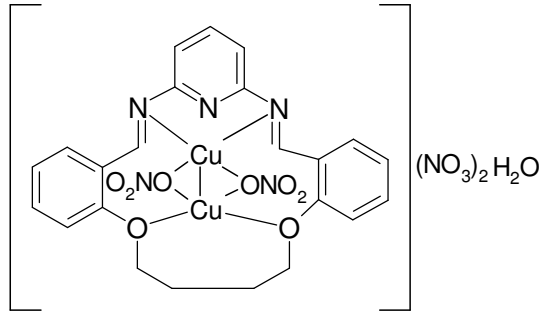
¹H NMR Spektrum Sonuçları: Ligandın IR ve elementel analiz sonuçlarından 1,5 mol H₂O bağladığı gözlenmiştir. Buna bağlı olarak NMR spektrumu yorumlanacak olursa $\delta = 1.33$ ppm (t, J = 7,8 Hz) de -CH₂- protonuna ait pik görülmekte, $\delta = 2.5$ ppm civarında DMSO-d₆ ya ait tek pik görülmektedir. $\delta = 3.42$ ppm civarında ise H₂O ya ait ikili pik görülmektedir. $\delta = 4.2$ civarındaki pikler -OCH₂ protonuna aittir. $\delta = 7.01-8.15$ ppm arasında aromatik bölgeye ait çoklu pik görülmektedir. $\delta = 10.4$ ppm de ise -CH=N piki görülmektedir.

Kütle Spektrum Sonuçları: L³ ligandının Molekül ağırlığı 371 g/mol dür. Kütle Spektrumunda 372.1 de görülen pik [L+H]⁺ yapısına karşılık gelen piktir. 399.2 de görülen pik ise [L+1,5H₂O+1]⁺ yapısına karşılık gelmektedir. Elementel analiz, IR ve ¹H NMR verileri de Ligandın 2 mol su bağladığını göstermektedir.

IR Spektrum Sonuçları: 3383 cm⁻¹ de OH gerilme titreşimi, 1686 cm⁻¹ de C=N gerilme titreşimi, 1599 cm⁻¹ de piridin deki C=N gerilme titreşimi, 1488, 1455 cm⁻¹ aromatik C=C gerilmesi, 1286, 1242 cm⁻¹ de Ar-O gerilmesi, 1161, 1104, 1069 ve 1051 cm⁻¹ de R-O gerilmesi, 754 cm⁻¹ de ise o-disüstitüe benzene ait titreşim frekansları gözlenmektedir.

L³ e ait tüm bu veriler bileşiğin yukarıda gösterildiği gibi bir yapıya sahip olduğunu gösterir.

5.19. $[\text{Cu}_2(\text{NO}_3)_2\text{L}^3][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



^1H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 1.99$ ppm (CH_2), $\delta = 3.41$ ppm (H_2O), $\delta = 4.30$ ppm (OCH_2), $\delta = 7.06-7.96$ ppm (Ar-H), $\delta = 10.38$ ppm ($\text{HC}=\text{N}$). Bileşik diyamanyetik olduğundan yapı çift çekirdekli olarak düşünülmüştür. Yine bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 683,6 gözlenen pik $[[\text{Cu}_2(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2]^{+2}$ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 380 nm civarında gözlenen pik kaybolmuştur. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da $2 \cdot 10^{-4}$ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 147 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ olarak bulunmuş olduğundan madde 3(1:2) iyonca sahiptir. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm^{-1} de gözlenen belirgin pik iyonik nitrat grubuna aittir. IR spektrumunda ayrıca 3328 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1684 cm^{-1} de gözlenen $\text{C}=\text{N}$ gerilme titreşiminin neredeyse kaybolduğu görülmektedir. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde $5-6 \text{ cm}^{-1}$ lik kayma, komplekste bakır iyonunun oksijenlere bağlandığını gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki $\text{C}=\text{N}$ gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun bakır iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu şekilde bir bağlanma literatür ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Bileşiğin TGA sonuçları ise şu şekilde bulunmuştur: 20°C de ısıtma başlandı. Kütle kaybı 21°C den itibaren başlıyor. Dış küredeki NO_3 gruplarının yapıdan ayrılmasıyla bozunma devam ediyor.

Su Kaybı ($21-70^\circ\text{C}$)

Kütle Kaybı

T : % 3,04 ($1\text{H}_2\text{O}$)

T: %20,82 (CuO)

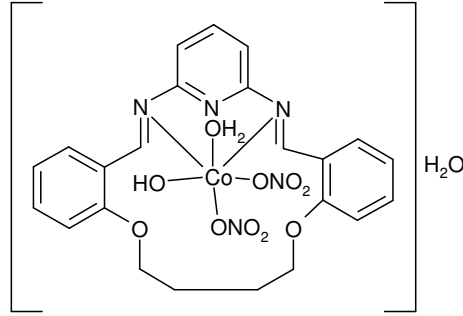
D: % 4,5

D: % 21,00

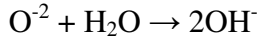
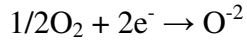
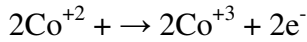
Cu-Cu arasında tam bir bağ oluşmuştur. Cu-Cu dimerik olarak bağlanmıştır. Bileşik, ayrılan 1 mol NO_3 ve ve 1 mol H_2O açısından uygundur. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen

bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre Cu(II) kompleksinin üçgen çiftpramit yapısına sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.20.[Co(L³)(NO₃)₂(OH)H₂O].H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



¹H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 1.99$ ppm (CH₂), $\delta = 3.48$ ppm (H₂O), $\delta = 4.22$ ppm (OCH₂), $\delta = 7.05-7.66$ ppm (Ar-H), $\delta = 10.37$ ppm (HC=N). Bileşik diyamanyetik olduğundan aşağıda gösterildiği gibi kobaltın yükseltgendiği ve havadaki O₂'nin indirgenerek H₂O ile reaksiyona girip OH⁻ oluşturduğu ve reaksiyonun bu şekilde tamamlandığı düşünülmüştür.



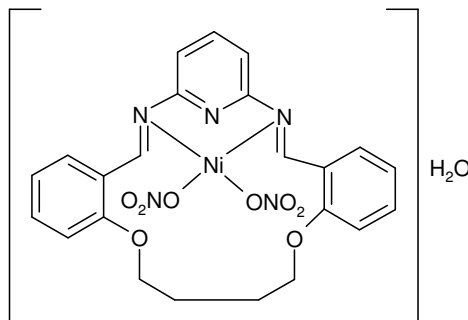
Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 404,1 de gözlenen pik [Co(L²)-(CH₂CH₂)+1]⁺ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 272 nm de görülen pikin komplekste 276 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10⁻⁴ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzölmüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 22 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm⁻¹ de belirgin bir pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3379 cm⁻¹ de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1686 cm⁻¹ de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste 2 cm⁻¹ lik bir kaymaya uğrayarak 1684 cm⁻¹ de zayıf bir şekilde görülmüştür. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde pek kayma gözlenmemesi kobaltın oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm⁻¹ de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun kobalt iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand;

kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin, kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, Kloroform, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Maddenin TGA sonuçları: 80 °C hatta 100 derecede bozunma başlıyor. Bu da suyun veya suların koordinasyon küresinin içinde ve dışında olduğunu gösterir.

1. Basamak (80-261 °C)	2. Basamak(261 -329 °C)	Toplam
T : % 5,94 (2H ₂ O + OH)	T: % 2,97(2NO ₃)	8,91
D: % 5,42	D: % 4,17(2NO ₃)	9,59

Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre kobaltın oktahedral yapıya sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.21. [Ni(L³)(NO₃)₂].H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



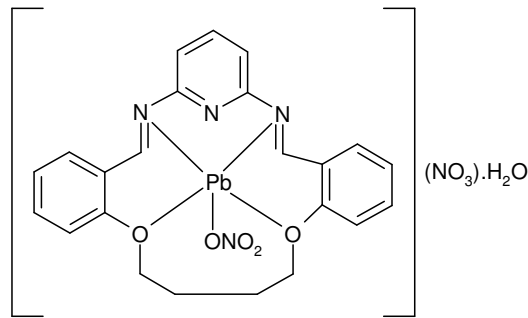
¹H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 2.01$ ppm (CH₂), $\delta = 3.48$ ppm (H₂O), $\delta = 4.24$ ppm (OCH₂), $\delta = 7.01-7.96$ ppm (Ar-H), $\delta = 10.39$ ppm (HC=N). Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 571,5 de gözlenen pik [Ni(L³)(NO₃)₂.H₂O]⁺ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 272 nm de görülen pikin komplekste 277 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10⁻⁴ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 28 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm⁻¹ de pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3373 cm⁻¹ de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1686 cm⁻¹ de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste büyük bir kaymaya uğrayarak tamamen kaybolduğu görülmüştür. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde kayma gözlenmemesi nikelin oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm⁻¹ de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun nikel iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca

ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, Kloroform, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Bileşik Diyamanyetik bulunmuştur. Bununla beraber maddenin TGA sonuçları:

Su Kaybı (119-206 °C)	Kütle Kaybı
T: % 3,14 (H ₂ O)	% 22,4 (2NO ₃)
D: % 3,33 (H ₂ O)	% 17,00(Kütle kaybı devam etmektedir.)

119 °C den sonra bozunmanın başlaması yapıda su olduğunu gösterir. Artık olarak NiO oluşmaktadır. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre nikelin dsp² hibritleşmesi yaparak kare düzlem yapısına sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.22. [Pb(L³)(NO₃)](NO₃).H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



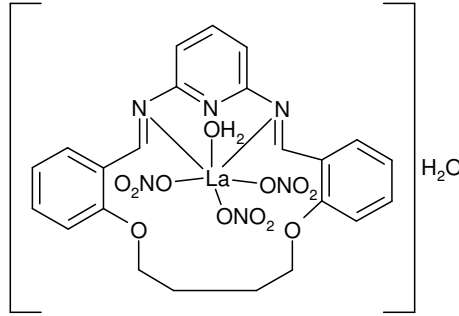
Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 627,6 de gözlenen pik [Pb(L³)(NO₃)-(CH₂)+1]⁺ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 264 nm de görülen pikin komplekste 276 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10⁻⁴ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzölmüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 91 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm⁻¹ de pik gözleendiğinden maddenin iletken olduğu görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3378 cm⁻¹ de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1686 cm⁻¹ de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste büyük bir kaymaya uğrayarak tamamen kaybolduğu görülmüştür. Yine IR spektrumunda 1190-1050 cm⁻¹ arasında R-O piklerinde gözlenen kayma ve değişiklikler kurşun iyonunun oksijenlere bağlandığını gösterir. 1598 cm⁻¹ de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun kurşun iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde

çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise çok az çözüldüğü görülmüştür. Bileşiğin dimanyetiktir. Maddenin TGA sonuçları şu şekilde bulunmuştur: 21 °C den itibaren bozunma başlıyor. 21-106 °C su kaybı gözleniyor. Bu sıcaklıkta bozunmanın başlaması suyun koordinasyon küresinin dışında olduğunu gösteriyor. 106 °C den sonra iki basamakta NO₃ lar uzaklaşıyor. Fakat ikinci NO₃ grubunun son ayrıldığı nokta belirlenemiyor. Arkasından diğer gruplar bozunmaya devam ediyor.

1. Basamak	2. Basamak (106-314 °C)	3. Basamak (314- .. °C)	Toplam
T: % 2,91(H ₂ O)	T : % 10,01 (NO ₃)	T: % 10,01 (NO ₃)	22,93
D: % 3,0 (H ₂ O)	D: % 10,00 (NO ₃)	D: % -----	

Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre kurşunun karepramit yapısına sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.23.[La(L³)(NO₃)₃(H₂O)].H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



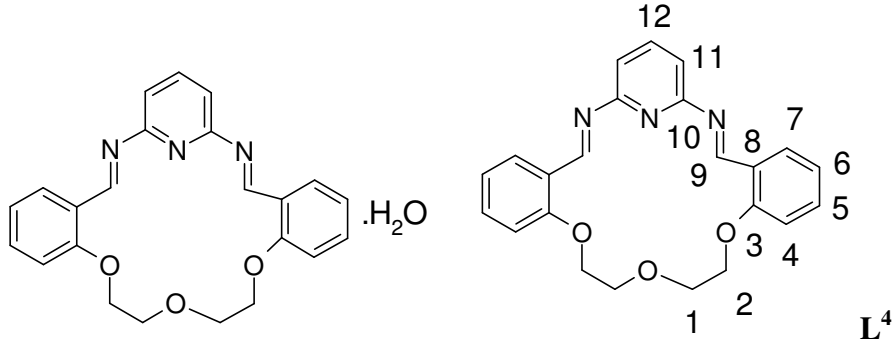
Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 633 de gözlenen pik [La(L³)(NO₃)₂-1]⁺ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 264 nm de görülen pikin komplekste 276 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10⁻⁴ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 33 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm⁻¹ de belirgin bir pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3381 cm⁻¹ de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1686 cm⁻¹ de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste 1684 cm⁻¹ de, fakat zayıf olarak gözlenmiştir. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde kayma gözlenmemesi lantanın oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm⁻¹ de görülen pirdin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pirdin halkasındaki azotun lantan iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand;

kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözündüğü görülmüştür. Bileşik dimanyetik bulunmuştur. Maddenin TGA sonuçları şu şekilde bulunmuştur: 129-201 °C

1. Basamak	2. Basamak	Toplam
T: % 2,97 (H ₂ O)	% 2,46 (H ₂ O)	% 4,92
D: % 4,17 (H ₂ O)	% 3,03 (H ₂ O)	% 5,83

Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre lantanın oktahedral yapıya sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.24. L⁴ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



¹³C NMR Spektrum Sonuçları (ppm): OCH₂: 68.9, CH₂OPh: 69.4, HC=N: 162.0, Aromatik C'lar: 114.4, 121.4, 124.9, 128.0, 136.9, 158.0, 189.6. Yapıda bulunan tersiyer karbonlardan dolayı spektrumda beklenenden daha az sayıda pik gözlenmiştir.

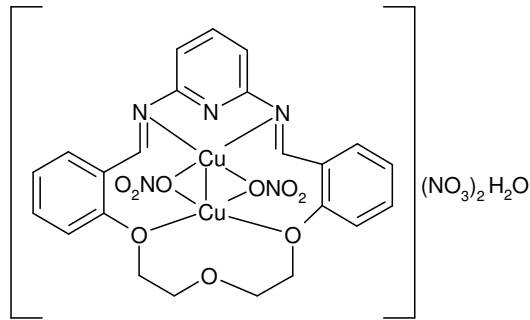
¹H NMR Spektrum Sonuçları: Ligandın IR ve elementel analiz sonuçlarından 1 mol H₂O bağladığı gözlenmiştir. Buna bağlı olarak NMR spektrumu yorumlanacak olursa δ = 2.5 ppm civarında DMSO-d₆ ya ait tek pik görülmektedir. δ = 3.5 ppm civarında ise H₂O ya ait pik görülmektedir. δ = 3.92 ppm (t, J = 4,43 Hz) de -OCH₂CH₂ ye ait pik, δ = 4.30 ppm(t, J = 4.42 Hz) civarındaki pik -CH₂OPh protonuna aittir. δ = 7.02-8.10 ppm arasında aromatik bölgeye ait çoklu pik görülmektedir. δ = 10.39 ppm de ise -HC=N piki görülmektedir.

Kütle Spektrum Sonuçları: Aşağıda Kütle Spektrumunda 385.1 de görülen pik [L-2]⁺² ya karşılık gelen piktir. 370 de görülen pik ise [L-O-1]⁺ ya karşılık gelmektedir. Yani Ligandın bir oksijen ve bir hidrojen atomu kaybetmesine karşılık geliyor. 369.1 de gözlenen pik ise [L-O-2]⁺² ya karşılıktır. Yani Ligandın bir oksijen ve iki hidrojen atomu kaybetmesine karşılık geliyor. 353 de gözlenen pik [L-OCH₂-1]⁺ yı göstermektedir. Bu da Ligandın bir oksijen, bir metilen grubu ve bir hidrojen atomu kaybetmesine karşılık geliyor.

IR Spektrum Sonuçları: 3380 cm^{-1} civarında OH gerilme titreşimi, 1688 cm^{-1} de C=N gerilme titreşimi, 1599 cm^{-1} de pridin deki C=N gerilme titreşimi, 1487, 1450 cm^{-1} aromatik C=C gerilmesi, 1288, 1238 cm^{-1} de Ar-O gerilmesi, 1163, 1130, 1104, 1051 cm^{-1} de R-O gerilmesi, 758 cm^{-1} de ise o-disüstitüe benzene ait titreşim frekansları gözlenmektedir.

L^4 e ait tüm bu veriler bileşiğin yukarıda gösterildiği gibi bir yapıya sahip olduğunu gösterir.

5.25.[Cu₂(L⁴)(NO₃)₂][NO₃]₂.H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



¹H NMR: $\delta = 3.5$ ppm (H_2O), $\delta = 3.90$ ppm (OCH_2CH_2), $\delta = 4.30$ ppm (CH_2OPh), $\delta = 7.02$ - 8.10 ppm (Ar-H), $\delta = 10.39$ ppm (HC=N). Bileşik diyamanyetik olduğundan yapı çift çekirdekli olarak düşünülmüştür. Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 452,1 da gözlenen pik $[\text{Cu}(\text{L}^4)+1]^+$ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 380 nm civarında gözlenen pik kaybolmuştur. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da $2 \cdot 10^{-4}$ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzölmüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 161 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ olarak bulunmuş olduğundan madde 3 (1:2) iyon sahiptir. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm^{-1} de gözlenen belirgin pik iyonik nitrat grubuna aittir. IR spektrumunda ayrıca 3329 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1684 cm^{-1} de gözlenen C=N gerilme titreşiminin neredeyse kaybolduğu görülmektedir. Yine IR spektrumunda Ar-O ve R-O piklerinde 5-6 cm^{-1} lik kayma, komplekste bakır iyonunun oksijenlere bağlandığını gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun bakır iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu şekilde bir bağlanma literatür ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de

ise az çözüldüğü görülmüştür. Bileşiğin TGA sonuçları: 20 °C de ısıtma başlandı. Kütle kaybı 60 °C den itibaren başlıyor. Dış küredeki NO₃ gruplarının yapıdan ayrılmasıyla bozunma devam ediyor.

Su Kaybı (21-70 °C)

Kütle Kaybı

T : % 2,31 (1H₂O)

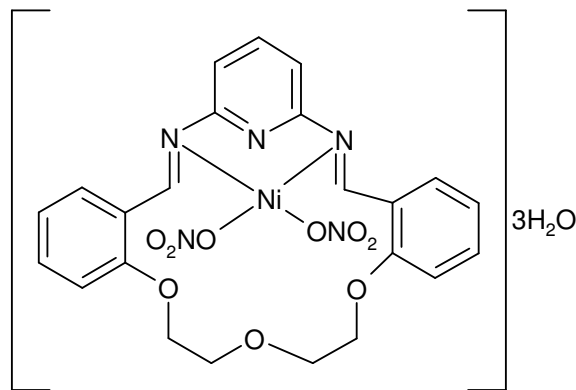
T: %20,82 (2CuO)

D: % 2,50

D: % 34,00 (Hızla Kütle kaybı devam ediyor).

Cu-Cu arasında tam bir bağ oluşmuştur. Cu-Cu dimerik olarak bağlanmıştır. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre Cu(II) kompleksinin üçgen çiftpramit yapısına sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.26. [Ni(L⁴)(NO₃)₂].H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



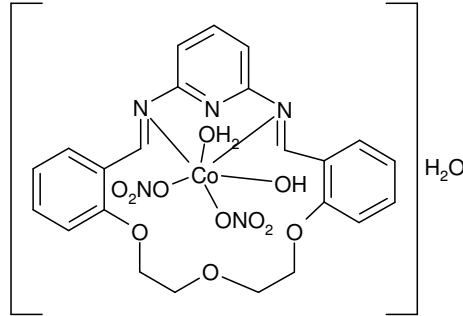
¹H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 2.01$ ppm (CH₂), $\delta = 3.5$ ppm (H₂O), $\delta = 3.92$ ppm (OCH₂CH₂), $\delta = 4.30$ ppm (CH₂OPh), $\delta = 7.07-7.67$ ppm (Ar-H), $\delta = 10.38$ ppm (HC=N). Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 571,5 de gözlenen pik [Ni(L⁴)(NO₃)₂+1]⁺ na karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda liganda 264 nm de görülen pikin komplekste 275 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10⁻⁴ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 48 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm⁻¹ de pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3358 cm⁻¹ de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Liganda 1688 cm⁻¹ de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste büyük bir kaymaya uğrayarak tamamen kaybolduğu görülmüştür. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde pek kayma gözlenmemesi nikelin oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm⁻¹ de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun nikel iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum

literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin diklormetanda ve kloroformda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Bileşik Diyamanyetik bulunmuştur. Bileşiğin TGA sonuçları:

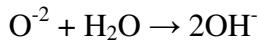
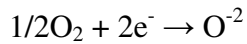
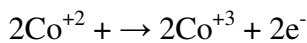
Su Kaybı (45-218 °C) T: % 10,1 D: %9,3

Bozunma yeri çok net olmamakla birlikte önce dış küredeki sular yapıyı terk etmektedir. Hemen ardından diğer grupların ayrıldığı gözlenmektedir. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre nikelin dsp^2 hibritleşmesi yaparak kare düzlem yapıya sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.27.[Co(L⁴)(NO₃)₂(OH)H₂O].H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



Bileşik diyamanyetik olduğundan aşağıda gösterildiği gibi kobaltın yükseltgendiği ve havadaki O₂'nin indirgenerek H₂O ile reaksiyona girip OH⁻ oluşturduğu ve reaksiyonun bu şekilde tamamlandığı düşünülmüştür.



Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 571,5. de gözlenen pik [Co(L⁴)(NO₃)₂+1]⁺ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 264 nm de görülen pikin komplekste 275 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10⁻⁴ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 36 \Omega^{-1}.mol^{-1}.cm^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm⁻¹ de pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3381 cm⁻¹ de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1688 cm⁻¹ de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste büyük bir kaymaya uğrayarak

tamamen kaybolduğu görülmüştür. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde kayma gözlenmemesi kobaltın oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun Co(III) iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Maddenin TGA sonuçları şu şekilde bulunmuştur: Isıtma 21 $^{\circ}\text{C}$ den başlıyor. Bozunma 90 $^{\circ}\text{C}$ de başlıyor. Bu da suyun koordinasyon küresinin içinde ve dışında olduğunu gösterir.

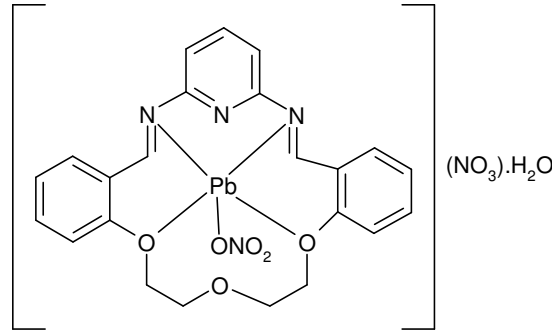
(90-220 $^{\circ}\text{C}$)

T : % 8,67 (2H₂O + OH)

D: % 8,33

Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre kobaltın oktahedral yapıya sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.28. [Pb(L⁴)(NO₃)]·H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 627,6 de gözlenen pik [Pb(L⁴)(NO₃)-(OCH₂)+1]⁺ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 266 nm de görülen pikin komplekste 276 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10⁻⁴ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 89 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm^{-1} de pik gözleendiğinden maddenin iletken olduğu görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3355 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1688 cm^{-1} de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste büyük bir kaymaya uğrayarak tamamen kaybolduğu görülmüştür. Yine IR spektrumunda 1190-1050 cm^{-1} arasında R-O piklerinde gözlenen kayma ve değişiklikler kurşun iyonunun oksijenlere bağlandığını gösterir.

1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun kurşun iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise çok az çözüldüğü görülmüştür. Bileşik dimanyetikdir. Maddenin TGA sonuçları şu şekildedir:

34-67 $^{\circ}\text{C}$

T: % 2,83 (H_2O)

D: % 2,50 (H_2O)

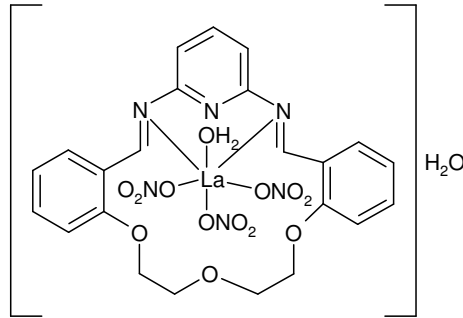
21 $^{\circ}\text{C}$ den itibaren bozunma başlıyor. 34-67 $^{\circ}\text{C}$ arsında su kaybı gözleniyor. Bu sıcaklıkta bozunmanın başlaması suyun koordinasyon küresinin dışında olduğunu gösteriyor.

67 $^{\circ}\text{C}$ den sonra iki basamakta NO_3 lar uzaklaşıyor. Arkasından diğer gruplar bozunmaya devam ediyor. Diyamanyetik.

1. Basamak (67-154 $^{\circ}\text{C}$)	2. Basamak (154-308 $^{\circ}\text{C}$)	Toplam
T : % 9,76 (NO_3)	T: % 9,76 (NO_3)	19,52 (2NO_3)
D: % 10,83	D: % 8,33	19,16

Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre kurşunun kare pramit yapısına sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.29. $[\text{La}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



^1H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 3.5$ ppm (H_2O), $\delta = 3.92$ ppm (OCH_2CH_2), $\delta = 4.30$ ppm (CH_2OPh), $\delta = 6.95-7.69$ ppm (Ar-H), $\delta = 10.39$ ppm (HC=N). Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 648 de gözlenen pik $[\text{La}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2]^+$ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda liganda 264 nm de görülen pikin komplekste 274 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da $2 \cdot 10^{-4}$ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik

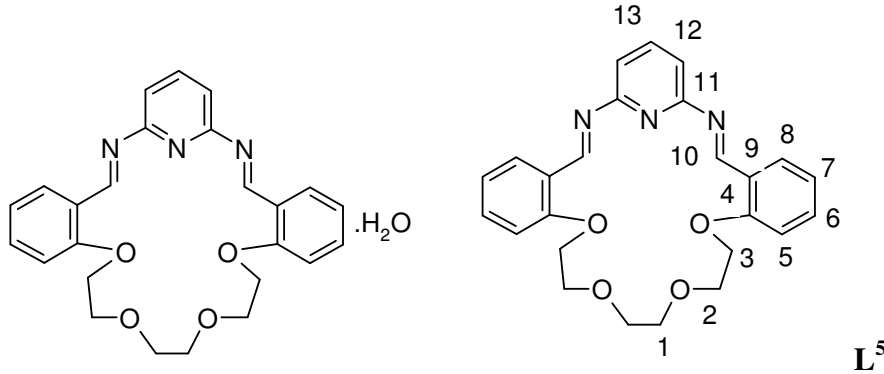
ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 35 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm^{-1} de belirgin bir pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3381 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Liganda 1688 cm^{-1} de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste 1684 cm^{-1} de, fakat zayıf olarak gözlenmiştir. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde pek kayma gözlenmemesi lantanın oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun lantan iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Bileşik diyamanyetik bulunmuştur. Bununla beraber maddenin TGA sonuçları şu şekilde bulunmuştur: $28 \text{ }^{\circ}\text{C}$ de ısıtmaya başlandı. $59 \text{ }^{\circ}\text{C}$ den itibaren su kaybının başlaması dış kürede suyun olduğunu gösteriyor. Daha sonra koordinasyon küresinin içindeki su yapıyı terk ediyor.

T: % 21,78

D: % 8,0 (Kütle kaybı hızla devam ediyor).

Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre lantan kompleksinin oktahedral yapıya sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.30. L⁵ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



¹³C NMR Spektrum Sonuçları(ppm): CH₂O: 69.2, OCH₂: 68.8, CH₂OPh: 70.5, Aromatik C'lar: 114.4, 121.3, 124.9, 127.9, 136.9, 158.0, 161.5, 189.7. Yapıdaki tersiyer karbonlardan dolayı spektrumda beklenenden daha az sayıda pik gözlenmiştir.

¹H NMR Spektrum Sonuçları: Ligandın IR ve elementel analiz sonuçlarından 1 mol H₂O bağladığı gözlenmiştir. Buna bağlı olarak NMR spektrumu yorumlanacak olursa $\delta = 2.5 \text{ ppm}$ civarında DMSO-d₆ ya ait tek pik görülmektedir. $\delta = 3.64 \text{ ppm}$ de görülen geniş pik H1

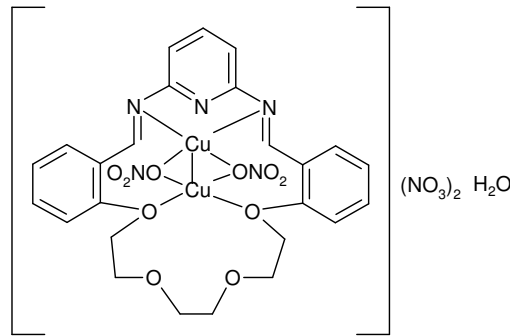
protonuna aittir. $\delta = 3.5$ ppm civarında ise H_2O a ait pik görülmektedir. $\delta = 3.82$ ppm (t, $J = 4,5$ Hz) de H_2 protonuna aittir. $\delta = 4.26$ ppm (t, $J = 4,7$ Hz) civarındaki pik H_3 protonuna aittir. $\delta = 7.02-8.00$ ppm arasında aromatik bölgeye ait çoklu pik görülmektedir. $\delta = 10.4$ ppm de ise $-CH=N$ piki görülmektedir.

Kütle Spektrum Sonuçları: Aşağıda formülü gösterilen L^5 ligandının Molekül ağırlığı 431 g/mol dür. Kütle Spektrumunda 429.1 de görülen pik $[L-2]^{+2}$ ya karşılık gelen piktir. Elementel analiz, IR ve 1H NMR verileri de Ligandın aşağıda gösterildiği gibi oluştuğunu ve mol başına bir mol su bağladığını göstermektedir.

IR Spektrum Sonuçları: 3372 cm^{-1} civarında OH gerilme titreşimi, 1683 cm^{-1} de $C=N$ gerilme titreşimi, 1598 cm^{-1} de piridin deki $C=N$ gerilme titreşimi, $1487, 1450\text{ cm}^{-1}$ aromatik $C=C$ gerilmesi, $1288, 1243\text{ cm}^{-1}$ de Ar-O gerilmesi, $1163, 1108, 1053\text{ cm}^{-1}$ de R-O gerilmesi, 755 cm^{-1} de ise o-disüstitüe benzene ait titreşim frekansları gözlenmektedir.

L^5 ligandına ait tüm bu veriler bileşiğin yukarıda gösterildiği gibi bir yapıya sahip olduğunu gösterir.

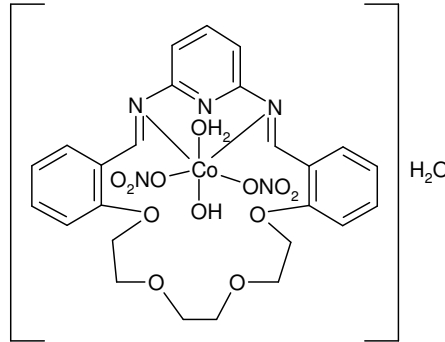
5.31. $[Cu_2(L^5)(NO_3)_2][NO_3]_2 \cdot H_2O$ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



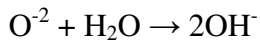
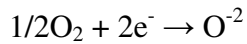
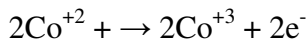
1H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 3.5$ ppm (H_2O), $\delta = 3.63$ ppm (H_1), $\delta = 3.81$ ppm (t) (H_2), $\delta = 4.25$ ppm (H_3), $\delta = 6.96-7.97$ ppm (Ar-H), $\delta = 10.38$ ppm ($HC=N$). Bileşik diyamanyetik olduğundan yapı çift çekirdekli olarak düşünülmüştür. Bileşiğin kütle spektrumunda m/z : 496.2 da gözlenen pik $[Cu(L^5)+1]^+$ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 380 nm civarında gözlenen pik kaybolmuştur. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da $2 \cdot 10^{-4}$ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu

$\Lambda = 169 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ olarak bulunmuş olduğundan madde 3 (1:2) iyonu sahiptir. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm^{-1} de gözlenen belirgin pik iyonik nitrat grubuna aittir. IR spektrumunda ayrıca 3319 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1684 cm^{-1} de gözlenen C=N gerilme titreşiminin neredeyse kaybolduğu görülmektedir. Yine IR spektrumunda Ar-O ve R-O piklerinde $5-6 \text{ cm}^{-1}$ lik kayma, komplekste bakır iyonunun oksijenlere bağlandığını gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun bakır iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu şekilde bir bağlanma literatür ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre bakırın üçgen çiftpramit yapısına sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.32.[Co(NO₃)₂(L⁵)(OH)H₂O].H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



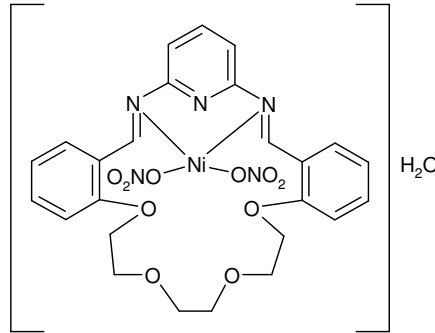
Bileşik diyamanyetik olduğundan aşağıda gösterildiği gibi kobaltın yükseltgendiği ve havadaki O₂'nin indirgenerek H₂O ile reaksiyona girip OH⁻ oluşturduğu ve reaksiyonun bu şekilde tamamlandığı düşünülmüştür.



Bileşiğin kütle spektrumunda m/z: 571,5 de gözlenen pik [Co(L²)(NO₃).H₂O+1]⁺ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 266 nm de görülen pikin komplekste 276 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da $2 \cdot 10^{-4}$ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 40 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR

spektrumunda 1384 cm^{-1} de belirgin bir pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3380 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1683 cm^{-1} de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste büyük bir kaymaya uğrayarak tamamen kaybolduğu görülmüştür. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde kayma gözlenmemesi kobaltın oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun Co(III) iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre kobaltın oktahedral yapıya sahip olabileceği düşünülmektedir.

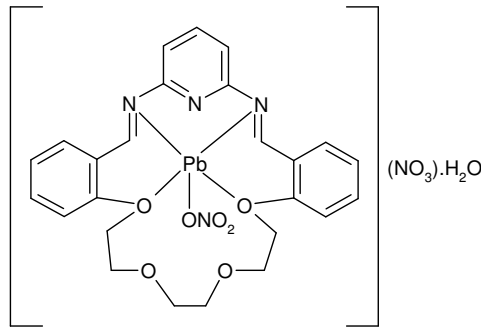
5.33. $[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2(\text{L}^5)].\text{H}_2\text{O}$ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



^1H NMR spektrumunda şu karakteristik pikler elde edilmiştir: $\delta = 2.01\text{ ppm}$ (CH_2), $\delta = 3.5\text{ ppm}$ (H_2O), $\delta = 3.64\text{ ppm}$ (H1), $\delta = 3.81\text{ ppm}$ (H2), $\delta = 4.26\text{ ppm}$ (H3), $\delta = 6.96\text{--}7.96\text{ ppm}$ (Ar-H), $\delta = 10.39\text{ ppm}$ (HC=N). Bileşiğin kütle spektrumunda $m/z: 509,1$ de gözlenen pik $[[\text{Ni}(\text{L}^5)].\text{H}_2\text{O}]^+$ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 264 nm de görülen pikin komplekste 275 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da 2.10^{-4} M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 46\ \Omega^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm^{-1} de pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3365 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1688 cm^{-1} de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste büyük bir kaymaya uğrayarak tamamen kaybolduğu görülmüştür. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde kayma gözlenmemesi nikelin oksijenlere bağlanmadığını

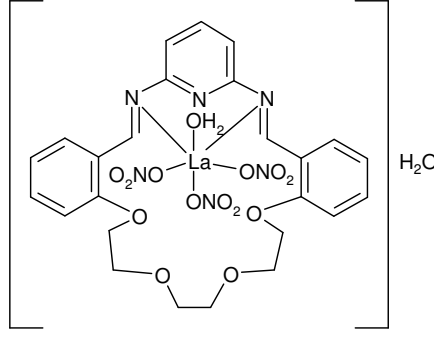
gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun nikel iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin diklormetanda ve kloroformda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözündüğü görülmüştür. Bileşik diyamanyetik bulunmuştur. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre nikelin kare düzlem yapıya sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.34. $[\text{Pb}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)]\cdot\text{H}_2\text{O}$ İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



Bileşiğin kütle spektrumunda m/z : 578 de gözlenen pik $[\text{Pb}(\text{L}^5)-(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O})]^+$ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV-vis spektrumunda ligandta 266 nm de görülen pikin komplekste 272 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da $2 \cdot 10^{-4}$ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 101\ \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm^{-1} de pik gözlendiğinden maddenin iletken olduğu görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3369 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1688 cm^{-1} de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste büyük bir kaymaya uğrayarak tamamen kaybolduğu görülmüştür. Yine IR spektrumunda $1190-1050\text{ cm}^{-1}$ arasında R-O piklerinde gözlenen kayma ve değişiklikler kurşun iyonunun oksijenlere bağlandığını gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun kurşun iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise çok az çözündüğü görülmüştür. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre kurşunun karepramit yapısına sahip olabileceği düşünülmektedir.

5.35.[La(NO₃)₃(L⁵)(H₂O)].H₂O İÇİN SPEKTROSKOPİK SONUÇLAR ve YORUMLAR



Bileşiğin kütle spektrumunda m/z : 496,2 de gözlenen pik $[La(L^5)-(OCH_2CH_2OCH_2)]^+$ yapısına karşılık gelmektedir. Bileşiğin UV spektrumunda ligandta 264 nm de görülen pikin komplekste 275 nm ye kaydığı gözlenmiştir. Bileşiğin her ne kadar çözünürlüğü iyi olmasa da $2 \cdot 10^{-4}$ M olacak şekilde DMF-DMSO (1:1) karışımında madde çözülmeye çalışılmış, daha sonra çözünme tam sağlanamadığından dipte kalan madde süzülüş ve iletkenlik ölçülmüştür. İletkenlik sonucu $\Lambda = 40 \Omega^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^2$ bulunmuştur. Ayrıca maddenin IR spektrumunda 1384 cm^{-1} de belirgin bir pik gözlenmediğinden maddenin iletken olmadığı görülmüştür [63]. IR spektrumunda ayrıca 3366 cm^{-1} de görülen pik sudan kaynaklanmaktadır. Ligandta 1683 cm^{-1} de gözlenen C=N gerilme titreşiminin komplekste 1684 cm^{-1} de, fakat zayıf olarak gözlenmiştir. Yine IR spektrumunda Ar-O piklerinde ve R-O piklerinde kayma gözlenmemesi lantanın oksijenlere bağlanmadığını gösterir. 1598 cm^{-1} de görülen pridin halkasındaki C=N gerilmesinin komplekste de değişmemesi pridin halkasındaki azotun lantan iyonuna bağlanmadığını gösterir. Bu durum literatürler ile de uyumludur [10,84]. Ayrıca ligand; kloroform, diklormetan, DMF, DMSO gibi çözücülerde çözünürken; kompleksin kloroform ve diklormetanda hemen hemen hiç çözünmediği, DMSO ve DMF de ise az çözüldüğü görülmüştür. Bileşik diyamanyetik bulunmuştur. Bu veriler de yukarıda yapısı gösterilen bileşiğin oluştuğunu desteklemektedir. Buna göre lantanın oktahedral yapıya sahip olabileceği düşünülmektedir.

6. SONUÇ:

Sonuç olarak bu doktora tezinde 2,6-diaminopridin ve uygun aldehitler kullanılarak L¹, L², L³, L⁴ ve L⁵ olmak üzere beş yeni makrosiklik Schiff bazları sentezlenmiştir. Ayrıca 2,6-diaminopridin ve uygun aldehitlerin Ni(II), Cu(II), Co(II), Pb(II), La(III) tuzlarının varlığında template olarak reaksiyonuyla makrosiklik kompleksler sentezlenmiştir. Sentezlenen ligand ve kompleksler elementel analiz, IR, UV-vis, Kondüktimetre, kütle spektrumu, termal gravimetrik analiz, ¹H NMR ve ¹³C NMR, manyetik süsseptibilite spektroskopik yöntemleri ile karakterize edilmiştir. Bu bileşikler, C=N gruplarının hem kimyasal hem de elektrokimyasal olarak indirgenme reaksiyonları verebilmesinden dolayı elektrokimyasal ve polografik çalışmaların planlanmasına yardımcı olabilir [3, 106], faz transfer katalizörü olup olmadıkları araştırılabilir [3, 107]. Ayrıca sentezlediğimiz ligandlar uygulama alanı olarak metal ekstraksiyonlarında [13,14,68] ve kompleksler ise anti fungal, anti bakteriyel, antitümör ve anti kanser olarak biyolojik çalışmalarda kullanılabilir [11].

KAYNAKLAR

1. SCHIFF, H., 1869. Liebigs Annalen der Chemie. 150, 197
2. PFEIFFER, P., HESSE, T., PFINTZER, H., SCHOLL, W., Thielert, H., 1937. Innere Komplexalze der Aldimin und Azoreihe, 149, 217-269
3. BİLGE, S., 1999. Yüksek lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
4. TEMEL, H., ŞEKERCİ, M., 2001. Synth. React. Inorg. Met-Org. Chem., 31,
5. İLHAN, S., 2001. Yüksek Lisans Tezi, Dicle Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
6. LODEIRO C., BASTIDA, R., BERTOLO, E., RODRIGUEZ, A., 2004. Can. J. Chem., 82, 437-447
7. ARMSTRONG, L.G., LINDOY, L.F., 1975. Inorganic Chemistry, 14, 1322-1326
8. RADECKA-PARYZEK, W., PATROINAK-KRZYMINIEWSKA, V., LITKOWSKA, H., 1998. Polyhedron, 17, 9, 1477-1480
9. VALENCIA, L., BASTIDA, R., BLAS, A.D., FENTON, D.E., MACIAS, A., RODRIGUEZ, A., RODRIGUEZ-BLAS, T., CASTINEIRAS, A., 1998. Inorganic Chimica Acta, 282, 42-49
10. JAMES, S., KUMAR, D.S., ALEXANDER, V., J. Chem. Soc. Dalton Trans, 1999, 1773-1777
11. AQRA, F.M., 2003. Transation Metal Chemistry, 28, 224-228
12. KEYPOUR, H., KHANMOHAMMEDI, H., WAINWRIGHT, K., TAYLOR, M., 2004. Inorganic Chimica Acta,
13. GOU, S., FENTON, D.E., 1994. Inorganic Chimica Acta, 223, 169-172
14. LODEIRO, C., BASTIDA, R., BERTOLO, E., MACIAS, A., RODRIGUEZ, A., 2003. Inorganic Chimica Acta, 343, 133-140
15. HABIBI, D., IZADKHAH, V., 2004. Phosphorus, Sulfur and Silicon, 179, 1197-1202
16. MARQUEZ, V.E., 2000. Transation Metal Chemistry, 25, 188-191
17. ZHAN, S., MIAO, Y., LI, P., YUAN, C., 1999. Transation Metal Chemistry, 24, 311-316
18. WEST, D., LIBERTA, A.E., 1993. Cordination Chemistry Reviews, 49-71
19. PEISAH, J., AISEN, P., BLUMBERG, W., 1966. The Biochemistry of Copper, Academic Pres, New York
20. SPIRO, T.G., 1981. Copper Proteins, Wiley International, New York
21. OCHIAI, E., 1977. Bioinorganic Chemistry: An Introduction, Allyn and Bacon, Boston.

22. BRILL, A.S., 1977. Transition Metal Chemistry in Bioinorganic Chemistry, Springer Verlag, Berlin.
23. HUGHES, M.N., 1981. Inorganic Chemistry of Biological Systems, Wiley, Chichester.
24. SIGEL, H., 1981. Metal Ions in Biological Systems, Vol, 13, Dekker, New York.
25. KASKA, W.C, CARRANS, C., MIĆHALOWSKI, J., JACKSON, J., LEVINSON, W., 1978. Bioinorg. Chem., 8, 225.
26. TAMBURINI, S., VIGATO, P.A., 1987. Coordination Chemistry Reviews, 77, 165-273.
27. FENTON, D.E., CASELLATO, U., VIGATO, P.A., VIDALI, M. 1984. Inorganic Chim. Acta, 95, 187.
28. FENTON, D.E., CASELLATO, U., VIGATO, P.A., VIDALI, M. 1982. Inorganic Chim. Acta, 62, 57.
29. CASELLATO, U., VIGATO, P.A., FENTON, D.E., VIDALI, M. 1979. Inorganic Chim. Acta, 8, 199.
30. GROH, S.E., 1976/1977. Isr. J. Chem. 15, 277.
31. SOLOMON, E.I., 1981. Binuclear copper active site, in T.G. Spiro (ed.), Copper Proteins, Wiley-Interscience, New York.
32. EKSTROM, A., LINDOY, L.F., SMITH, R.J., 1980. Inorg. Chem., 19, 724-727.
33. ARMSTRONG, L.G., GRIMSLEY, P.G., LINDOY, L.F., LIP, H.C., NORRIS, V.A., SMITH, R.J., 1978. Inorg. Chem., 17, 2350
34. ARMSTRONG, L.G., LINDOY, L.F., 1975. Inorg. Chem., 14, 1322.
35. KLUIBER, R.W., SASSO, G., 1970. Inorganic Chim. Acta, 4, 226.
36. TASKER, P.A., FLEISCHER, E.B., 1970. J. Am. Chem. Soc., 92, 7072.
37. ADAM, K.R., LEONG, A.J., LINDOY, L.F., LIP, H.C., SKELTON, B.W., WHITE, A.H. 1983. J. Am. Chem. Soc., 105, 4645-4651.
38. LINDOY, L.F., 1993. Aust. J. Chem., 46, 363-375.
39. GOODWIN, H.J., HENRICK, K., LINDOY, L.F., MCPARLIN, M., TASKER, P.A., 1982. Inorg. Chem., 21, 3261-3264.
40. DRUMMOND, L.A., HENRICK, K., KANAGASUNDARAM, M.J.L., LINDOY, L.F., MCPARTLIN, M., TASKER, P.A., 1982. Inorg. Chem., 21, 3923-3927.
41. ADAM, K.R, ANDEREGG, G., LINDOY, L.F., LIP, H.C., MCPARLIN, M., REA, J.H., SMITH, R.J., TASKER, P.A., 1980. Inorg. Chem., 19, 2956-2964.

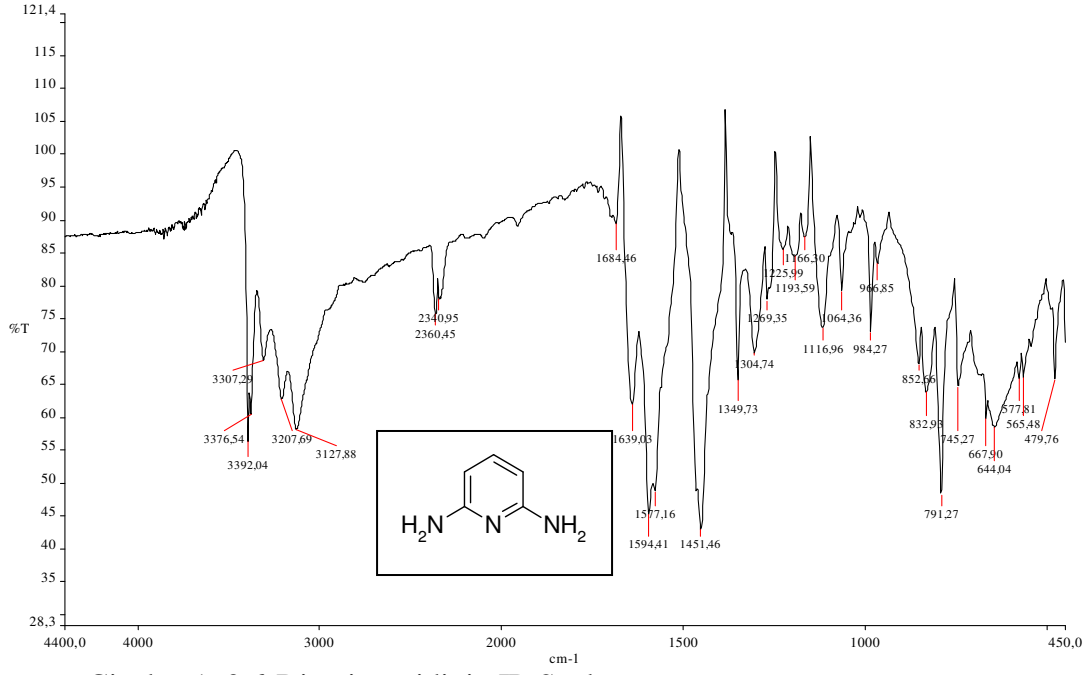
42. ANDEREGG, G., EKSTROM, A., LINDOY, L.F., SMITH, R.J., 1980. J. Am. Chem. Soc., 102, 2670-2674.
43. LINDOY, L.F., LIP, H.C., REA, J.H., SMITH, R.J., HENRICK, K., MCPARTLIN, M., TASKER, P.A., 1980. Inorg. Chem., 19, 3360-3365.
44. ADAM, K.R., ANDEREGG, G., HENRICK, K., LEONG, A.J., LINDOY, L.F., LIP, H.C., MCPARTLIN, M., SMITH, R.J., TASKER, P.A., 1981. Inorg. Chem., 20, 4028-4033.
45. EKSTROM, A., LINDOY, L.F., SHITH, R.J., GOODWIN, J.H., MCPARTLIN, M., TASKER, P.A., 1979. J. Chem. Soc. Dalton Trans, 1027-1031.
46. GRIMSLEY, P.G., LINDOY, L.F., LIP, H.C., SMITH, R.J., BAKER, J.T., 1977. Aust. J. Chem., 30, 2095-2098.
47. PLETCHER, D., THOMPSON, H., 1999. J. Electroanal. Chem., 464, 168.
48. KLEIN, L.J., ALLEMAN, K.S., PETERS, D.G., KETY, J.A., REILLY, J.P., J. Electroanal. Chem., 2000. 481, 24.
49. JÖGER, E.G., SCHUHMAN, K., GÖRLS, H., 1997. Inorg. Chim. Acta, 255, 295.
50. SANTIAGO, Z., SPODINE, E., DECINTI, A., 2002. Polyhedron, 21, 55-59.
51. BEMBI, R., SINGH, R., SINGH, S.V., 1991. Transation Met. Chem. 16, 200-203.
52. GRAY, C.J., HART, F.A., 1987. J. Chem. Soc. Dalton Trans, 2289.
53. BASTIDA, R., BLAS, A.D., CASTRO, P., FENTON, D.E., MACIAS, A., RÍAL, R., RODRIGUEZ, A., BLAS, T., 1996. J. Chem. Soc. Dalton Trans, 1493-1497.
54. ABID, K.K., FENTON, D.E., 1984. Inorganic Chim. Acta, 82, 223-226.
55. RADECKA-PARYZEK, W., LUKS, E., 1993. Inorganic Chim. Acta, 207, 1-2
56. BASHALL, A., MCPARTLIN, M., MURPHY, B.P., FENTON, D.E., KITCHEN, S.J. 1990. J. Chem. Soc. Dalton Trans, 505.
57. BANDIN, R., BASTIDA, R., BLAS, A.D., CASTRO, P., FENTON, D.E., MACIAS, A., RODRIGUEZ, A., RODRIGUEZ, T., 1994. J. Chem. Soc. Dalton Trans, 1185.
58. NASMAN, O.S.M., 2001. Synth. React. Inorg. Met.-Org. Chem., 31(8), 1433-1442.
59. COLA, L.D., SMAILAES, D.L., VALLARINO, L.M., 1986. Inorganic Chemistry, 25, 1729-1732.
60. MURPHY, B., NELSON, J., NELSON, S.M., DREW, M.G.B., YATES, P.C., 1987. J. Chem. Soc. Dalton Trans, 123.
61. DREW, M.G.B., YATES, P.C., NELSON, S.M., NELSON, J., 1988. J. Chem. Soc. Dalton Trans, 2995.

62. LODEIRO, C., BASTIDA, R., BERTOLO, E., MACIAS, A., RORIGUEZ, A., 2003. Transition Metal Chemistry, 28, 388-394.
63. LODEIRO, C., BASTIDA, R., BLAS, A.D., FENTON, D.E., MACIAS, A., RODRIGUEZ, A., RODRIGUEZ-BLAS, T., 1998. Inorganic Chim. Acta, 267, 55-62.
64. CHANDRA, S., KUMAR, R., 2004. Transation Met. Chem. 29, 269-275.
65. CHANDRA, S., GUPTA, K., SHARMA, S., 2001. Synth. React. Inorg. Met.-Org. Chem., 31(7), 1205-1215.
66. VARSHNEY, A.K., VARSHNEY, S., SINGH, H.L., 1999. Synth. React. Inorg. Met.-Org. Chem., 29(2), 245-254.
67. REDDY, K.H., KRISHNAIAH, G., SREENIVASULA, Y., 1991. Polyhedron, 10, 2785-2789.
68. MATSUSHITA, T., TAKAISHI, K., FUJIWARA, M., SHONO, T., 1987. Polyhedron, 6, 289-293.
69. ADAMS, H., BASTIDA, R., FENTON, D.E., MACIAS, A., SPEY, S.E., VALENCIA, L., 1999. J. Chem. Soc. Dalton Trans, 4131-4137.
70. LODEIRO, C., BASTIDA, R., BERTOLO, E., MACIAS, A., RODRIGUEZ, A., 2003. Inorganic Chimica Acta, 343, 133-140
71. VALENCIA, L., ADAMS, H., BASTIDA, R., FENTON, D.E., MACIAS, A., 2001. Inorganic Chim. Acta, 317, 45-52.
72. CHANDRA, S., GUPTA, K., SANGEETIKA, 2002. Synth. React. Inorg. Met.-Org. Chem., 32(3), 545-557.
73. CHANDRA, S., GUPTA, K., 2002. Transation Met. Chem. 27, 196-199.
74. CHANDRA, S., GUPTA, K., 2002. Transation Met. Chem. 27, 329-332.
75. SRINIVASAN, S., ATHAPPAN, P., 2001. Transation Met. Chem. 26, 588-593.
76. KAASJAGER, V.E., PUGLISI, L., BOUWMAN, E., DRIESSEN, W.L., REEDIJIK, J. 2000. Inorganic Chimica Acta, 310, 183-190
77. KRISHNAPRIYA, K.R., KANDASWAMY, M., 2005. Polyhedron, 24, 113-120
78. AMUDHA, P., AKILAN, P., KANDASWAMY, M., 1999. Polyhedron, 18, 1355-1362.
79. GUPTA, S.K., HITCHCOOK, P.B., KUSHWAH, Y.S., 2002, Polyhedron, 21, 1787-1793.
80. MALACHOWSKI, M.R., DORSEY, B.T., PARKER, M.J., ADAMS, M.E., KELLY, R.S., 1998. Polyhedron, 17, 1289-1294

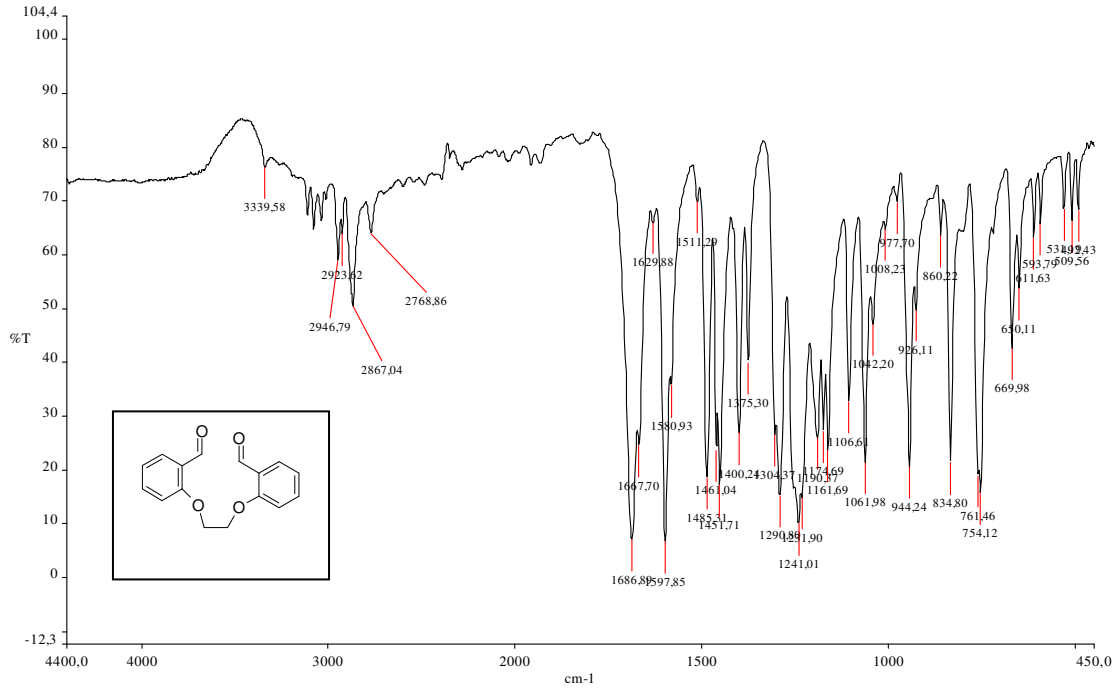
81. UEDA M., ITOU, M., OKAZAWA K., MOCHIDA T., MORI, H., 2005. Polyhedron. in pres.
82. TANASE S., BOUWMAN, E., DRIESSEN, W.L., REEDIJK, J., GELDER, R.D., 2003. Inorganic Chimica Acta, 355, 468-461.
83. PAULOVICOVA, A., EL-AYAAN, U., UMEZAWA, K., VITHANA, C., OHASHI, Y., FUKUDA, Y., 2002. Inorganic Chimica Acta, 339, 209-214.
84. CHAUDHARY, A., BANSAL, N., GAJRAJ, A., SINGH, R.V., 2003. Journal of Inorganic Biochemistry, 96, 393-400.
85. ADAMS, H., BASTIDA, R., DE BLAS, A., CARNOTA, M., FENTON, D.E., MACIAS, A., RODRIGUEZ, A., RODRIGUEZ-BLAS, T., 1997. Polyhedron, 16, 567-572.
86. RADECKA, W., PATRONLAK, V., 1994. Polyhedron, 13, 2125-2128.
87. LIU, S., YANG, L., RETTING, S., ORVING, C., 1993. Inorganic Chemistry, 32, 2773-2778.
88. YAMAK, İ., 2001. Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
89. RAO, C.R.K, ZACHARIAS, P.S., 1997. Polyhedron, 16, 1201.
90. ANDJELKOVIC, K., IVANOVIC, I., NIKETIC, S.R., PRELESNIK, B., LEOVAC, V.M., 1997. Polyhedron, 16, 4221-4228.
91. MOHANTA, S., NANDA, K.K., WERNER, R., HAASE, W., MUKHERJE, A.K., DUTTA, S.K., NAG, K., 1997. Inorganic Chemistry, 36, 4656-4664.
92. KRUGER, P.E., MOBARAKI, B., FALLON, G.D., MURRAY, M.S., 2000. J.Chem. Soc., Dalton Trans, 713-718.
93. GOU, S., QIAN, M., YU, Z., DUAN, C., SUN, X., HUANG, W., 2001. J.Chem. Soc., Dalton Trans, 3232-3237.
94. BREWER, G., KAMARAS, P., PRYTKOV, S., SHANG, M., SCHEIDT, W.R., 1999. J.Chem. Soc., Dalton Trans, 4511-4517.
95. ANDJELKOVIC, K., IVANOVIC, I., NIKETIC, S.R., PRELESNIK, B., LEOVAC, V.M., 1997. Polyhedron, 16, 4221-4228.
96. MOHANTA, S., NANDA, K.K., WERNER, R., HAASE, W., MUKHERJE, A.K., DUTTA, S.K., NAG, K., 1997. Inorganic Chemistry, 36, 4656-4664.
97. KUMAR, D.S., ALEXANDER, V., 1999. Polyhedron, 18, 1561-1568.
98. YILMAZ, V.T., HAMAMCI, S., ANDAC, O., 2003. Transation Metal Chem., 28, 676-681.

99. TEMEL, H., ILHAN, S., SEKERCI, M. ZIYADANOGULLARI, R., 2002. Spectroscopy Letters, 35(2), 219-228.
100. GEORY, N.J., 1971. Coordination Chemistry Reviews, 7, 81-122.
101. BANSAL, A., KUMAR, S., SINGH, R.V., 2001. Synth. React. Inorg. Met.-Org. Chem., 31(6), 1085-1095.
102. SINGH, B., SINGH, T.B. 2003. Synth. React. Inorg. Met.-Org. Chem., 33(4), 639-655.
103. DREW, M.G.B., McCANN, M., NEILSON, S.M., 1981. J.Chem. Soc., Dalton Trans, 1868-1878.
104. DREW, M.G.B., YATES, P.C., 1988. J.Chem. Soc., Dalton Trans, 347-352.
105. TADOKORO, M., OKAWA, H., MATSUMOTO, N., KOIKAWA, M., KIDA, S., 1991. J.Chem. Soc., Dalton Trans, 1657-1663.
106. SOLAK, A.O., YILMAZ, S., KILIC, Z., 1996. J. Electroanalytical Chemistry, 408, 119-124.
107. GUIDA, W.C., MATHRE, D.J., 1980. J. Org. Chem. 45, 3172-3176.

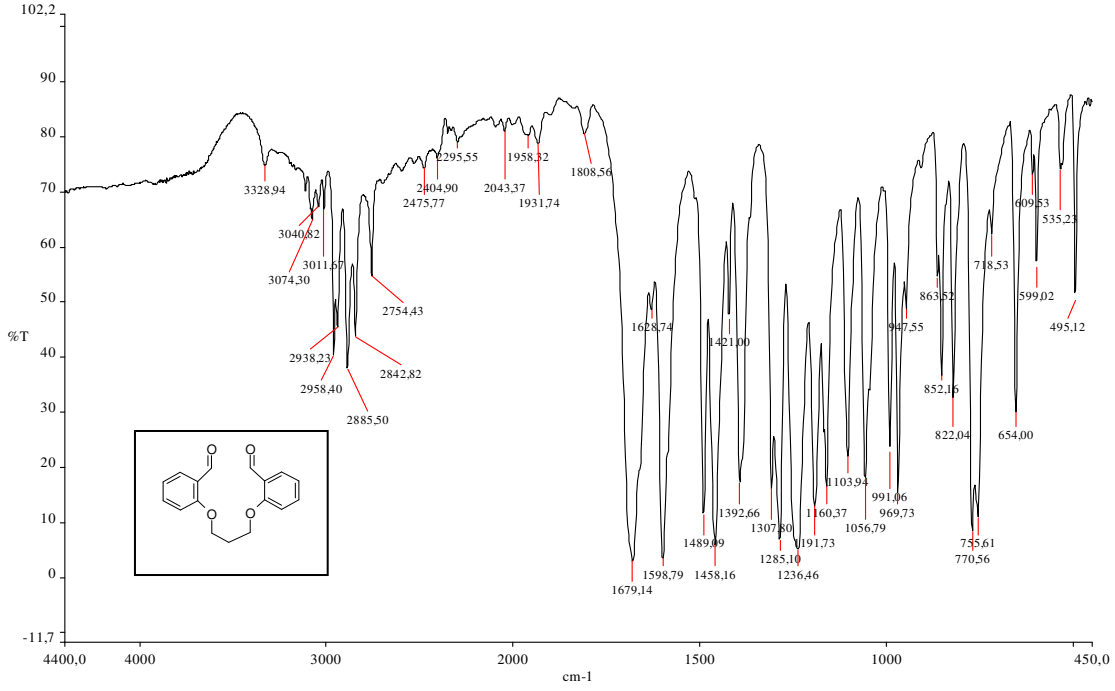
SPEKTRUMLAR



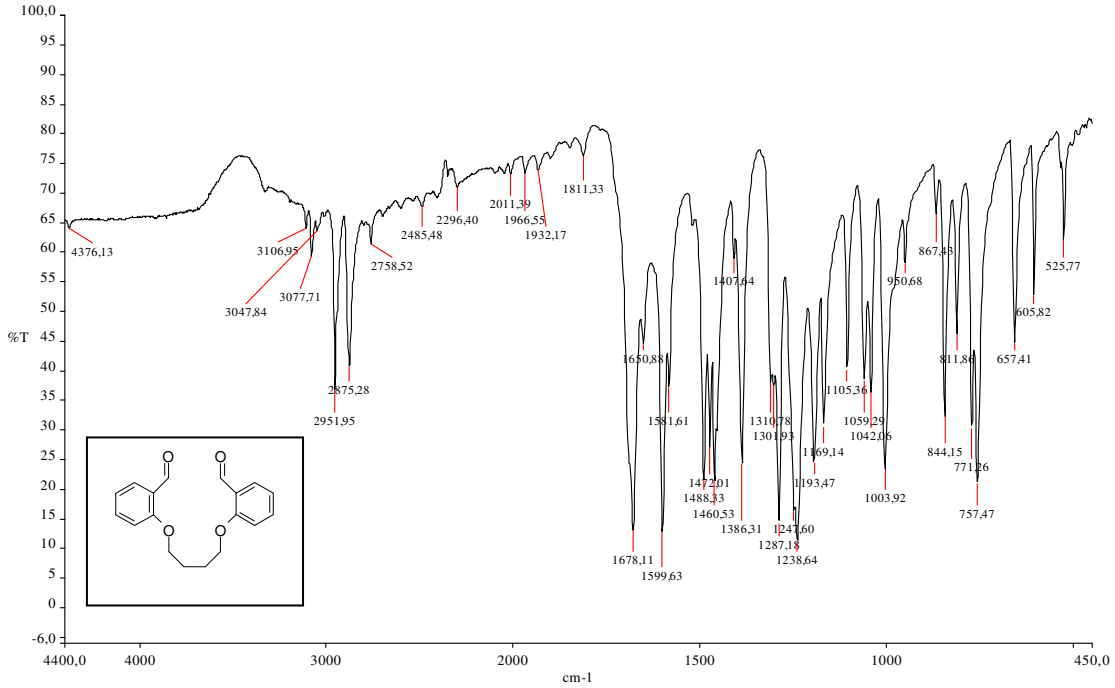
Çizelge 1: 2,6-Diaminopridinin IR Spektrumu



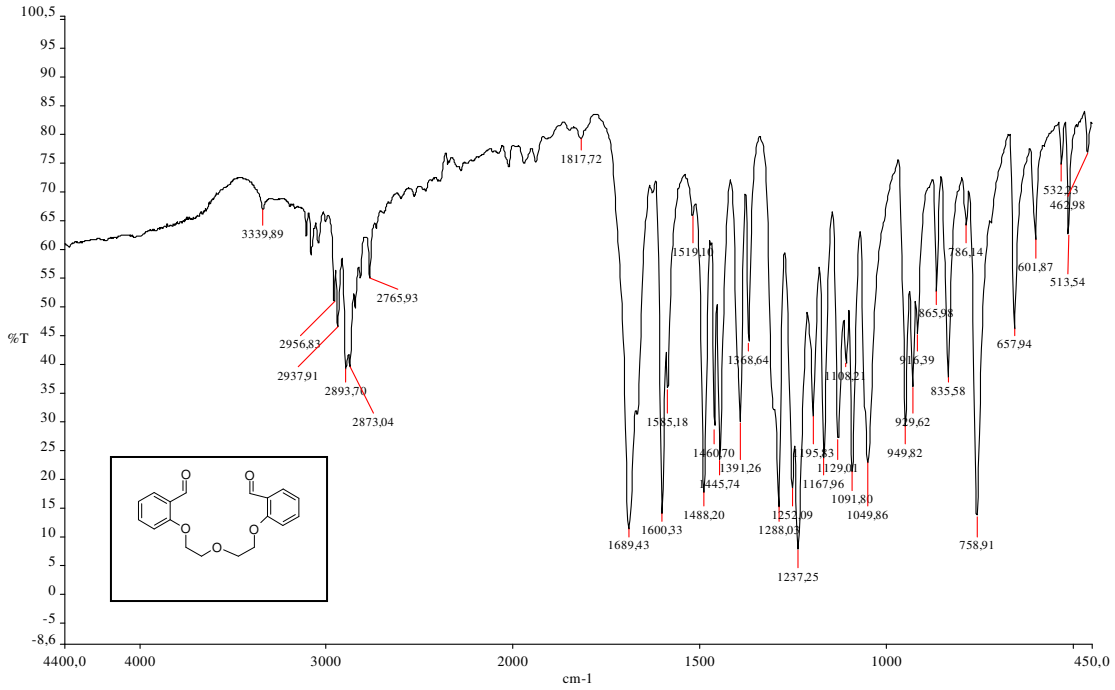
Çizelge 2: 1,2-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)etanın IR Spektrumu



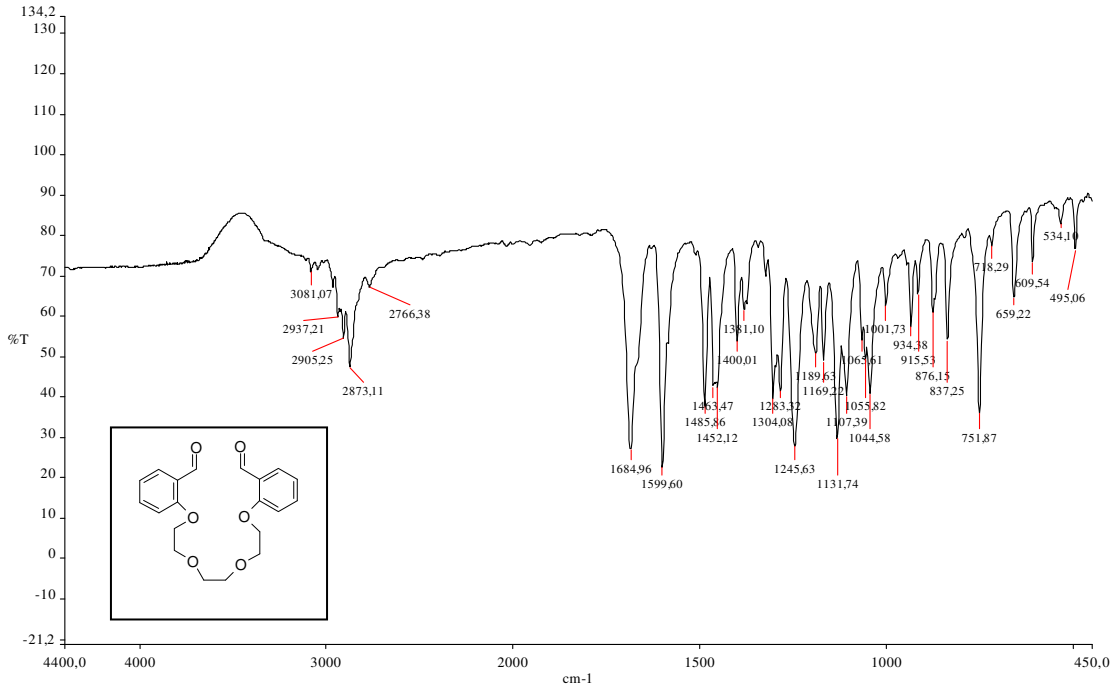
Çizelge 3: 1,3-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)propanın IR Spektrumu



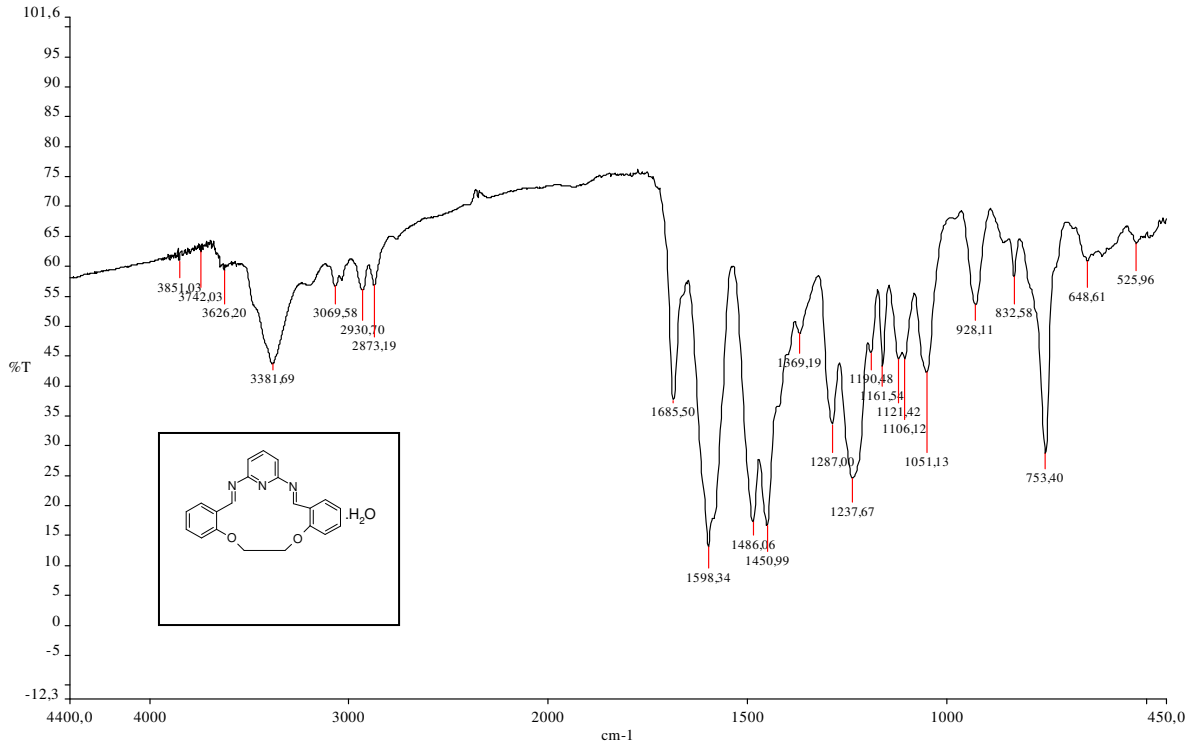
Çizelge 4: 1,4-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)butanın IR Spektrumu



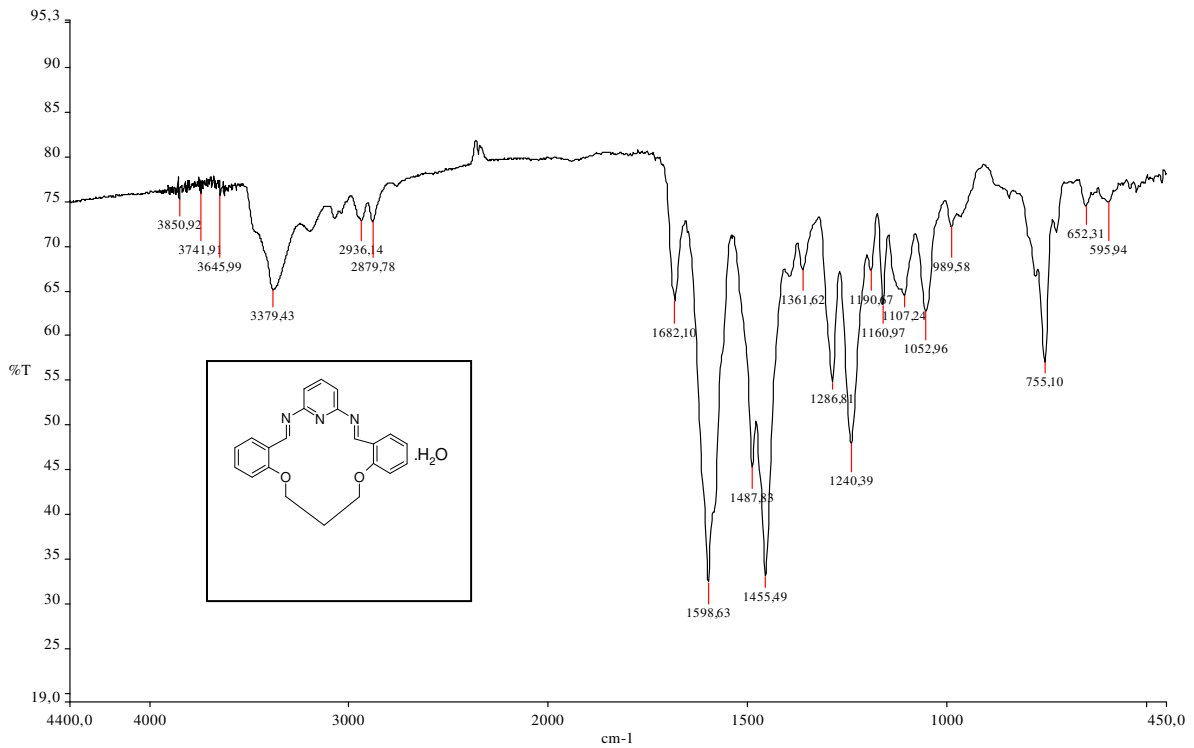
Çizelge 5: 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptanın IR Spektrumu



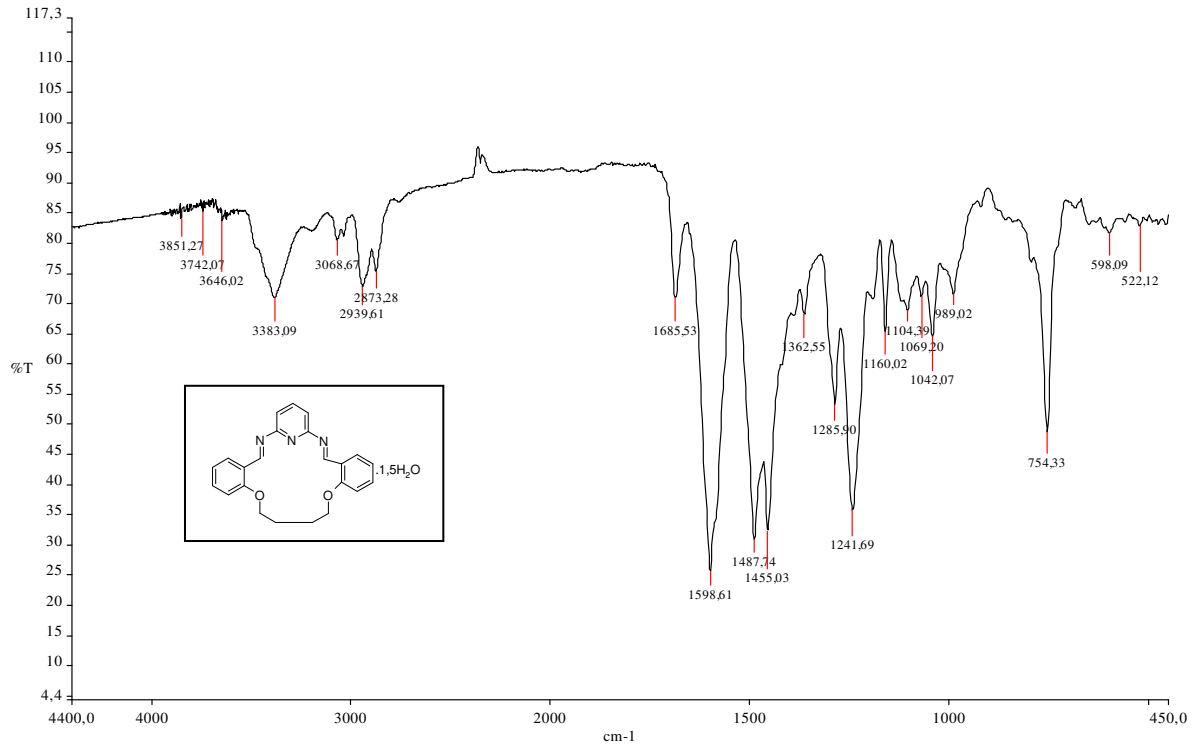
Çizelge 6: 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksaadekannın IR Spektrumu



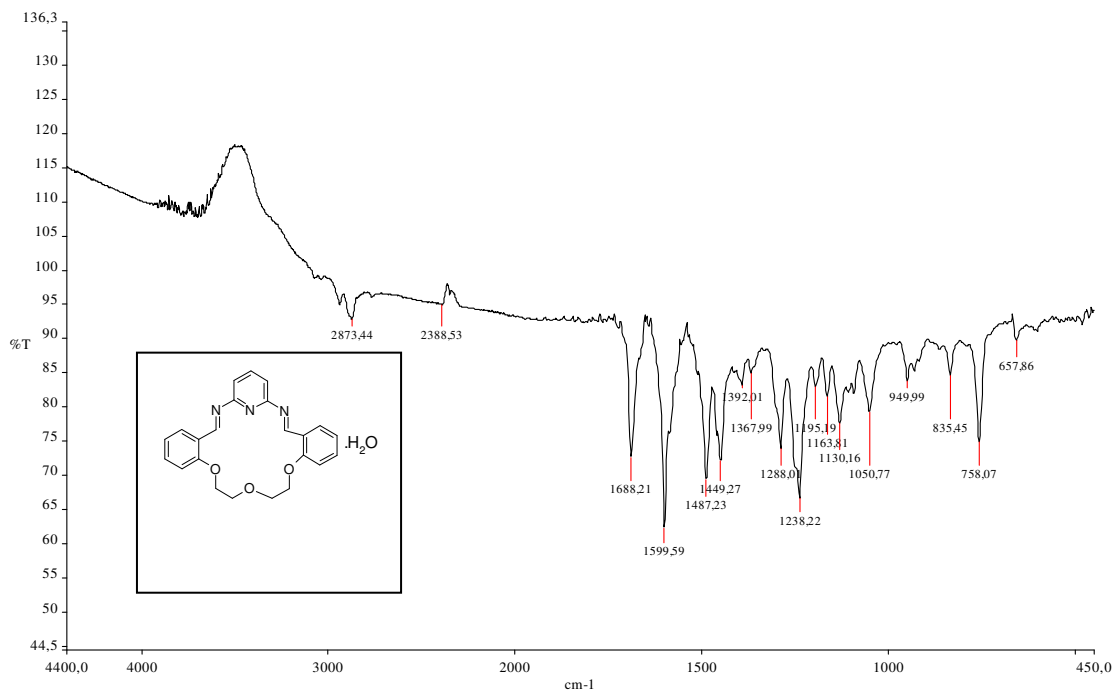
Çizelge 7: 1,3,5-Triaza-2,4,7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksasiklopentadeka-1,5-dien (L^1) in IR Spektrumu



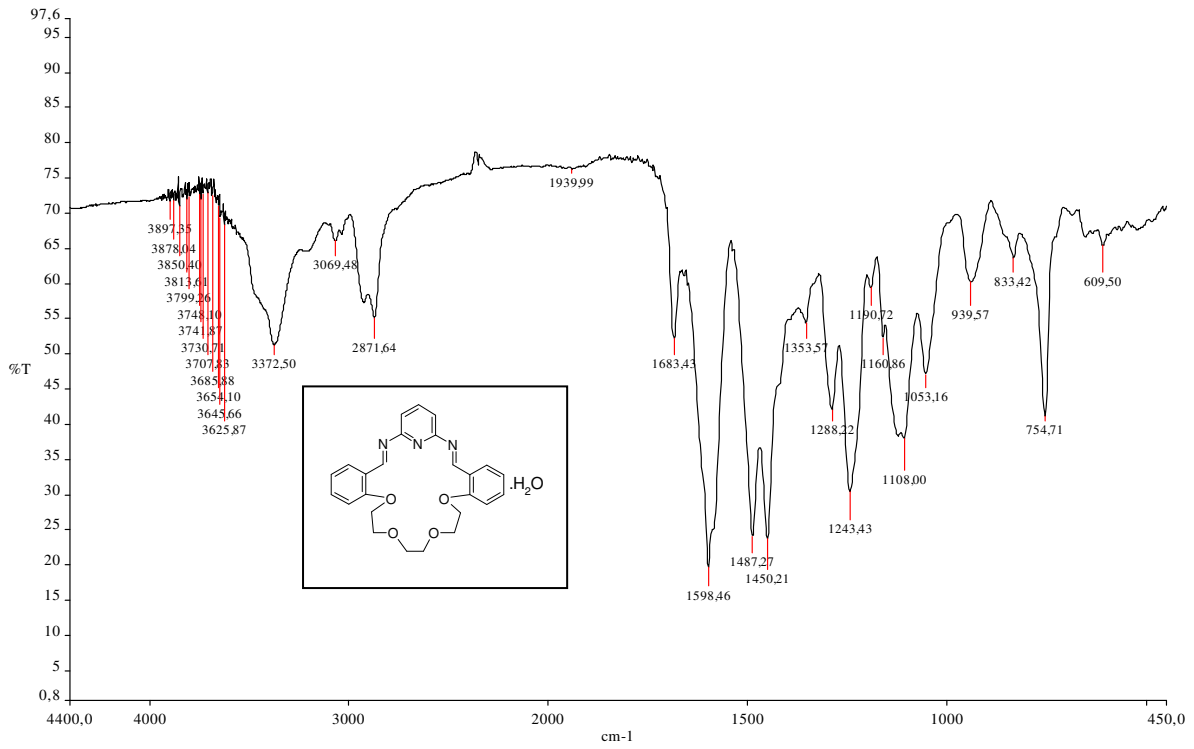
Çizelge 8: 1,3,5-Triaza-2,4,7,8:14,15-tribenzo-9,13-dioksasikloheksazdeka-1,5-dien (L^2) in IR Spektrumu



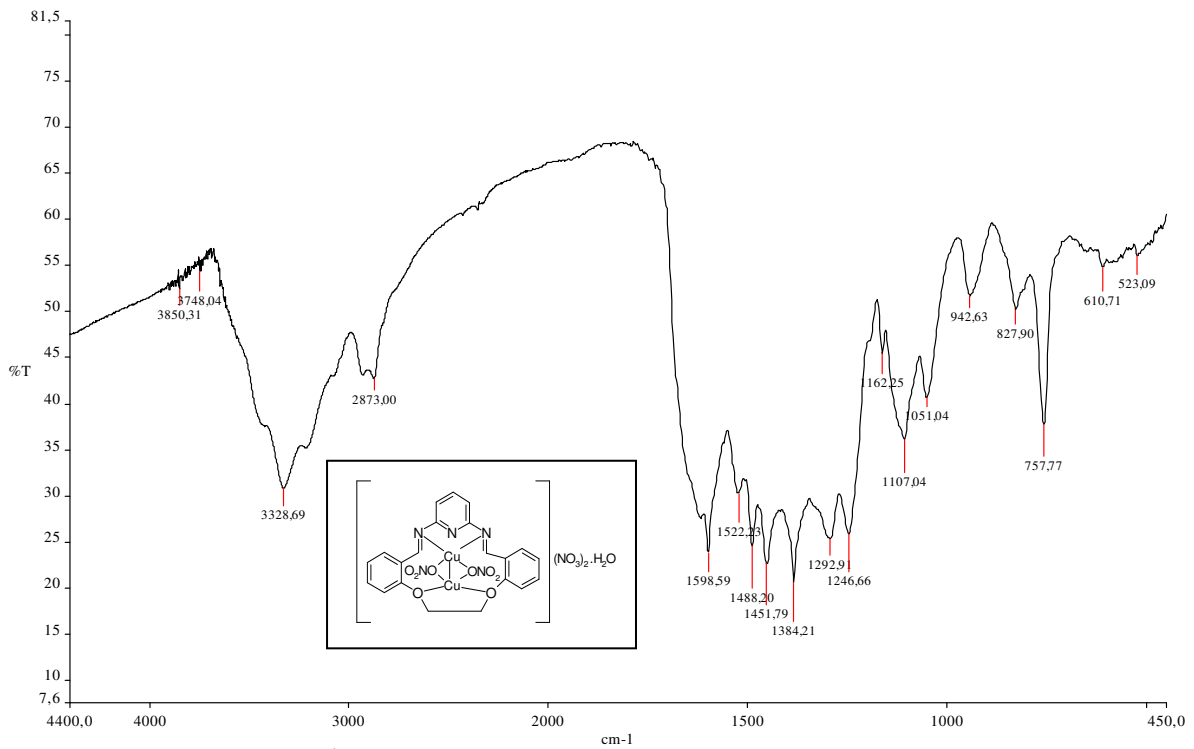
Çizelge 9: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksasikloheptadeka-1,5-dien (L^3) in IR Spektrumu



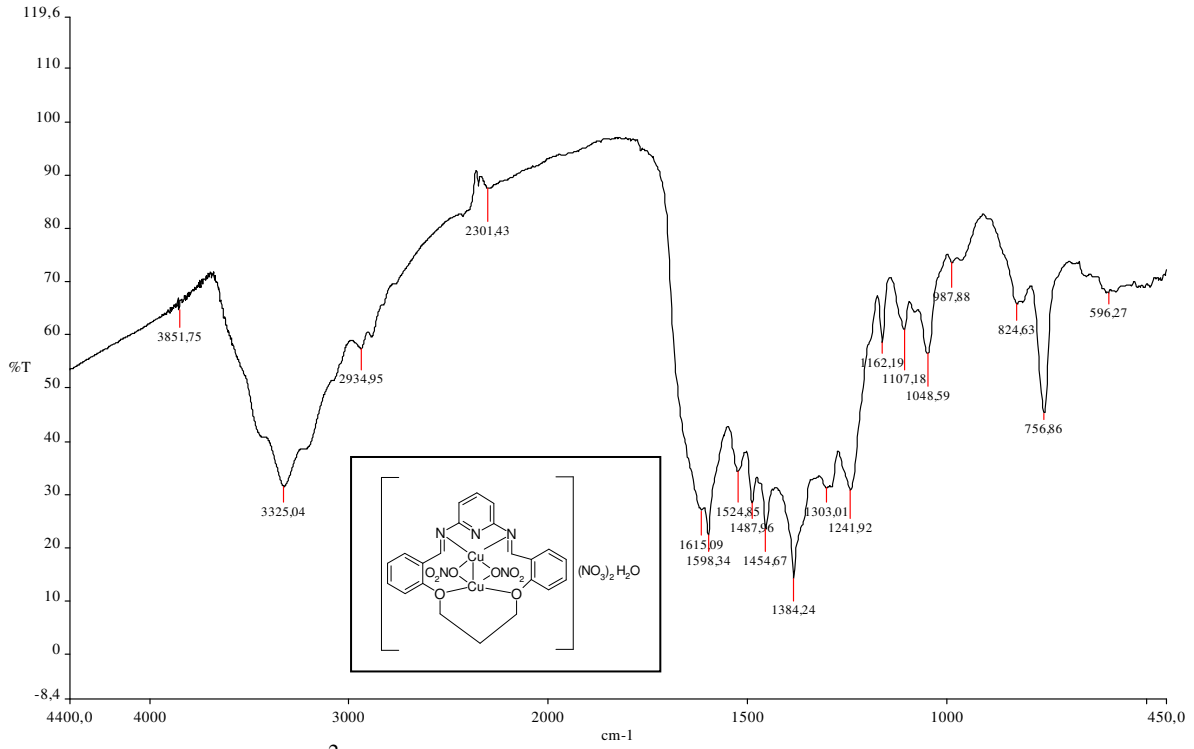
Çizelge 10: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasikloooktadeka-1,5-dien (L^4) in IR Spektrumu



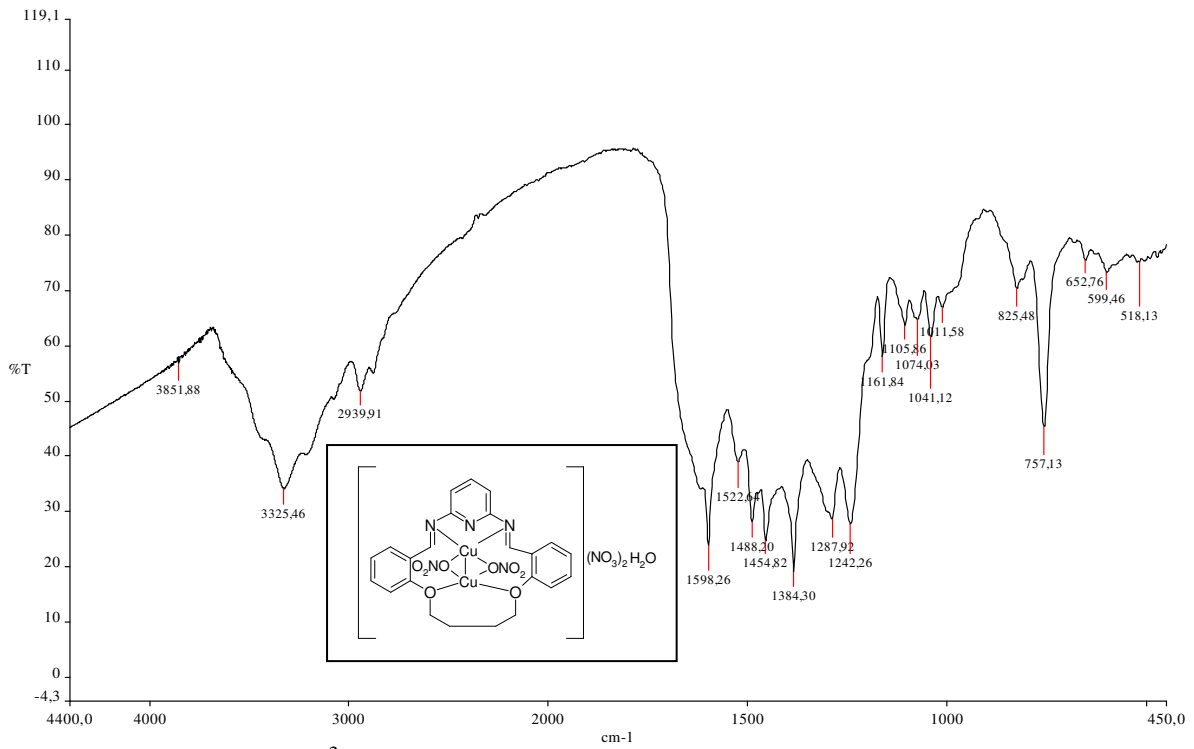
Çizelge 11: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoxasiklounkosa-1,5-dien (L^3) in IR Spektrumu



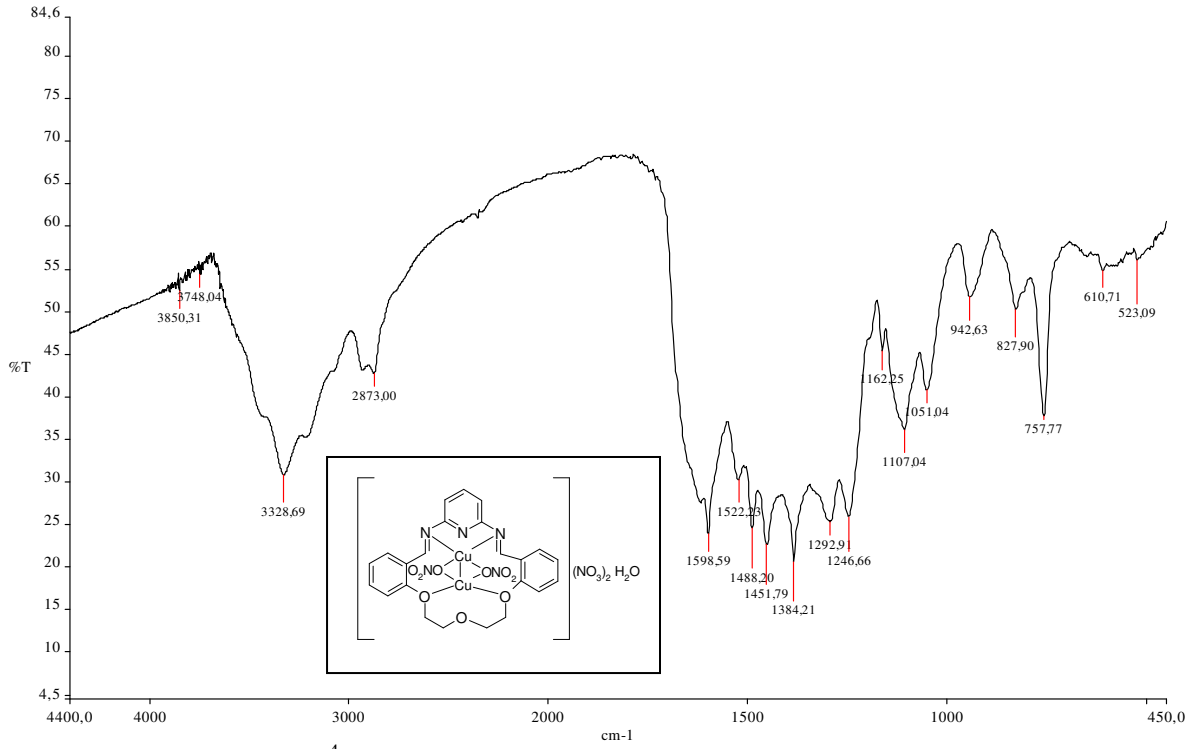
Çizelge 12: $[Cu_2(L^1)(NO_3)_2] \cdot [NO_3]_2 \cdot 2H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu



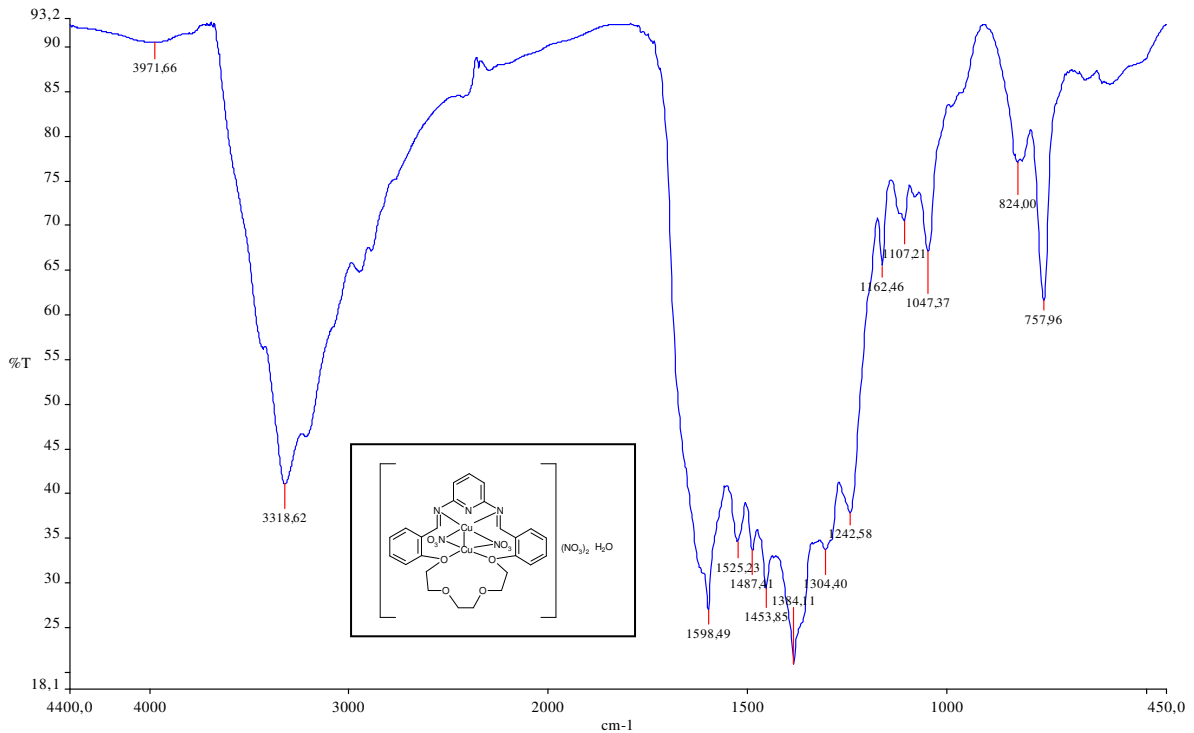
Çizelge 13: $[\text{Cu}_2(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



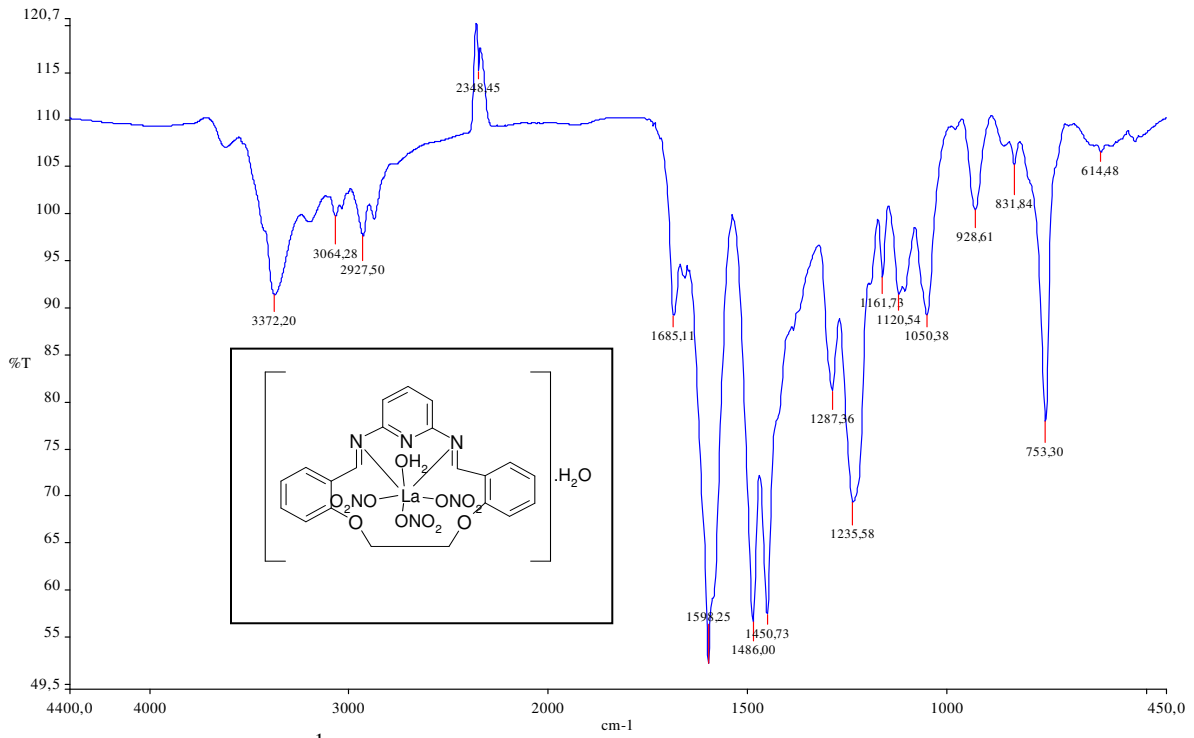
Çizelge 14: $[\text{Cu}_2(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



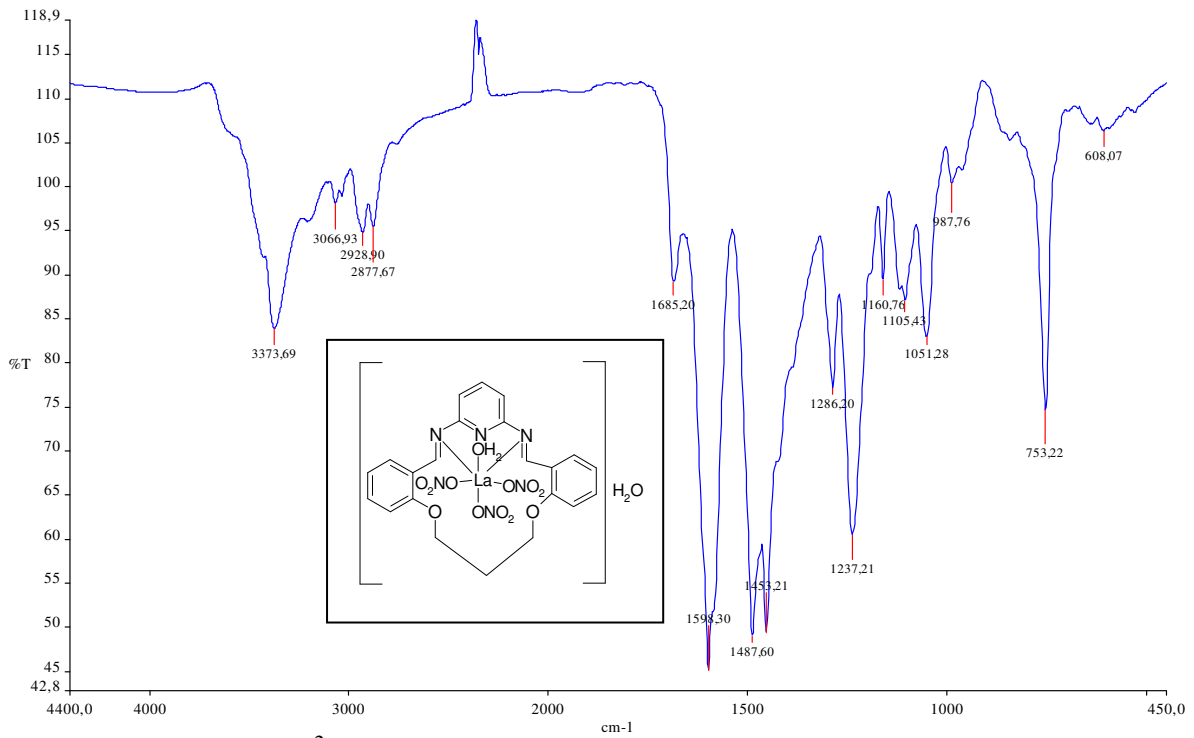
Çizelge 15: $[\text{Cu}_2(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



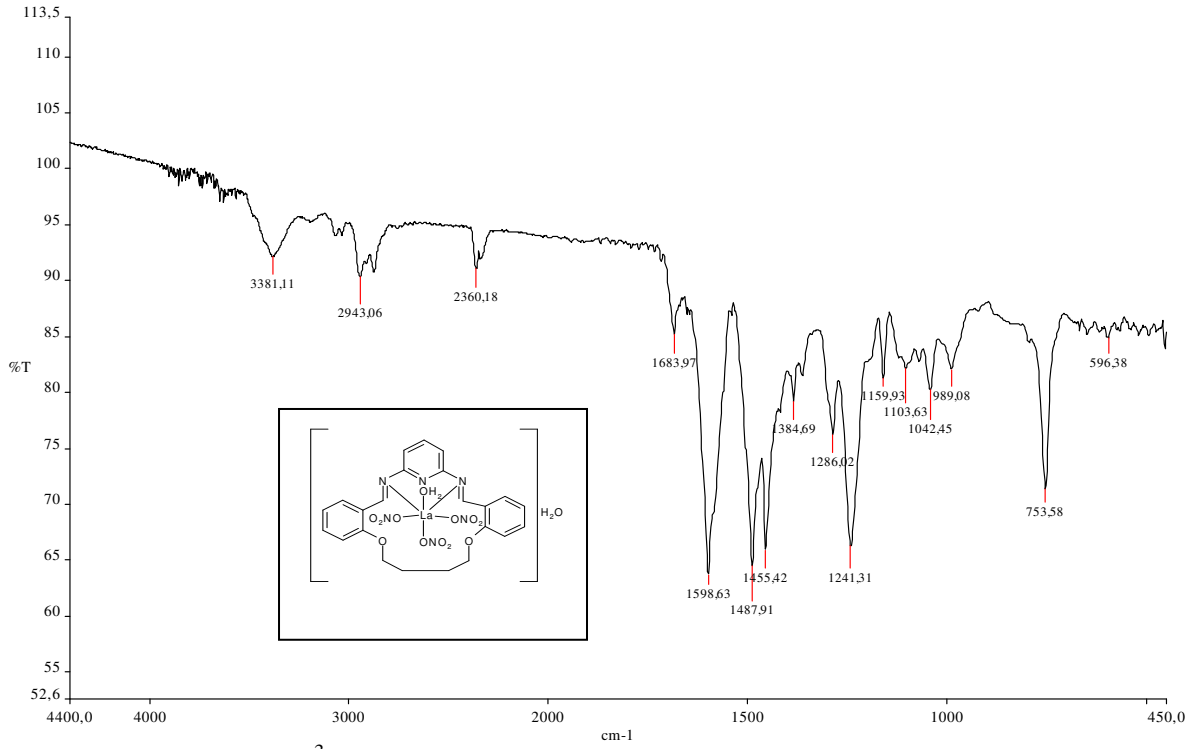
Çizelge 16: $[\text{Cu}_2(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



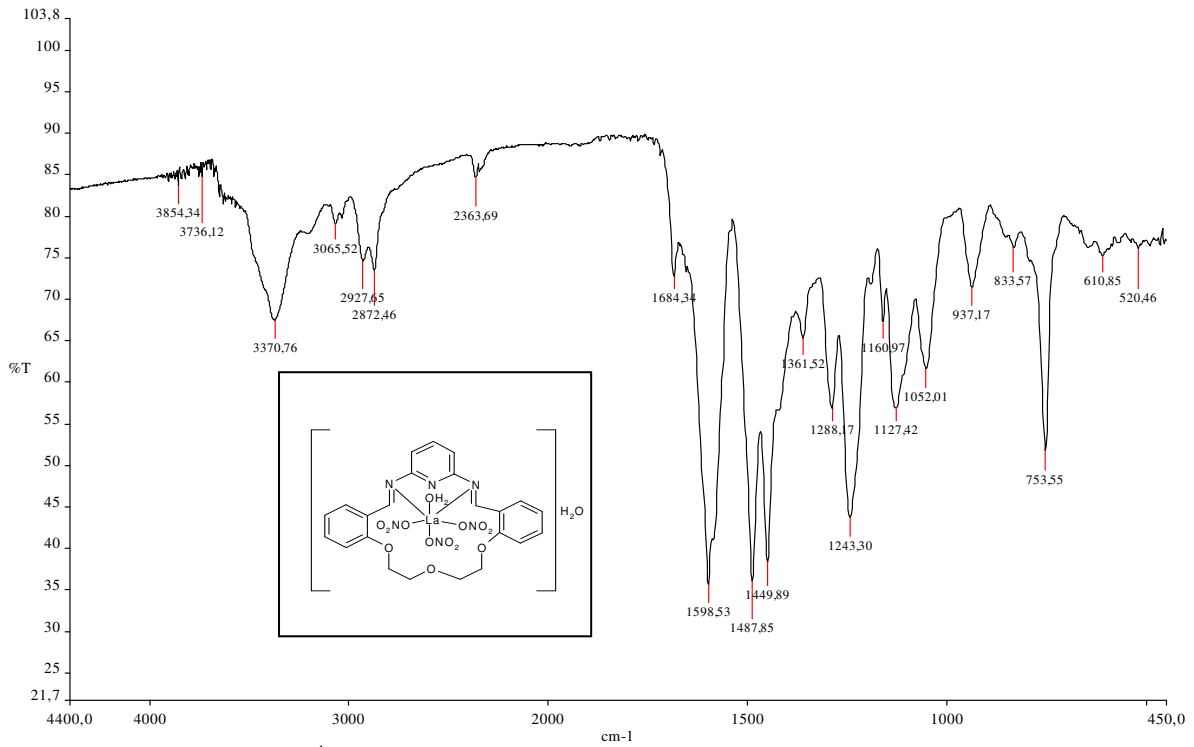
Çizelge 17: $[La(L^1)(NO_3)_3(H_2O)]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu



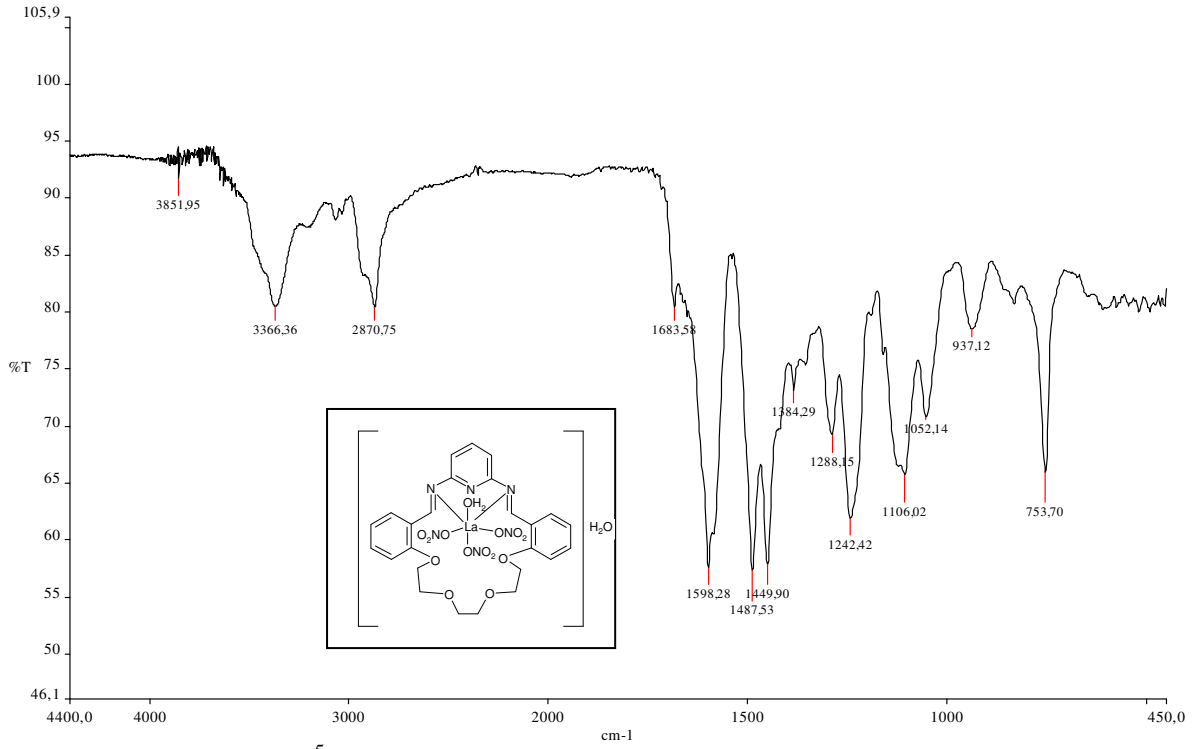
Çizelge 18: $[La(L^2)(NO_3)_3(H_2O)]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu



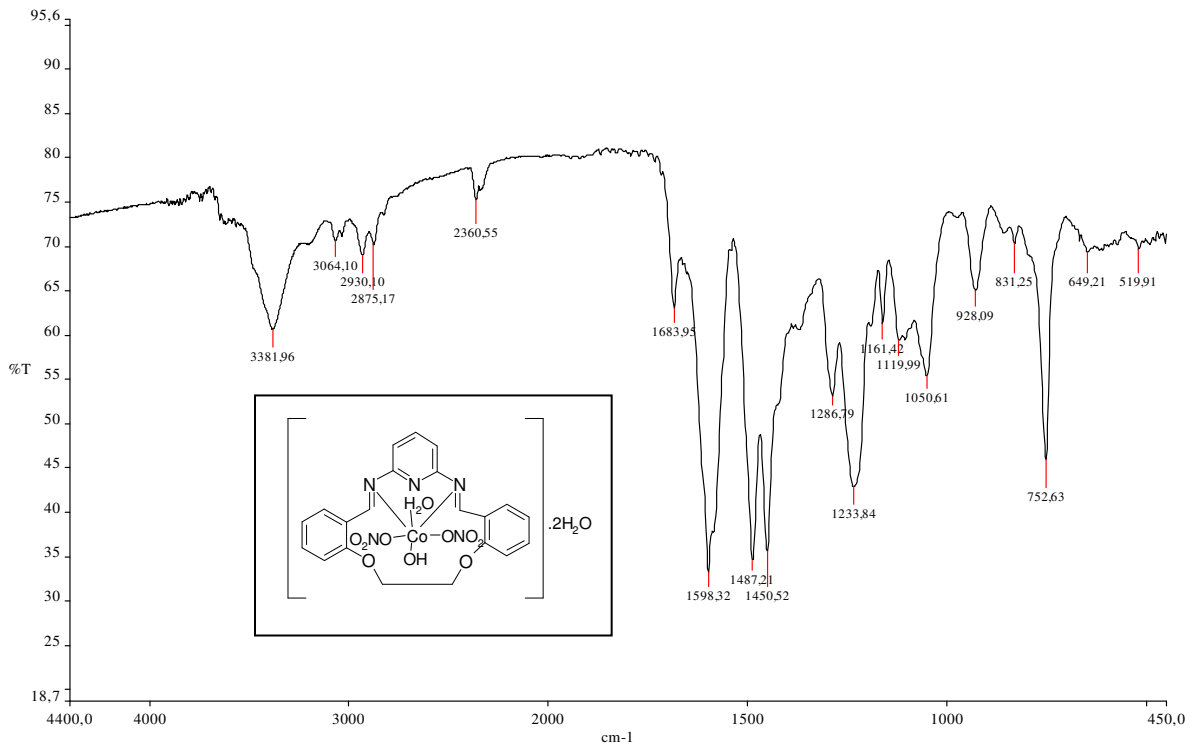
Çizelge 19: $[La(L^3)(NO_3)_3(H_2O)]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu



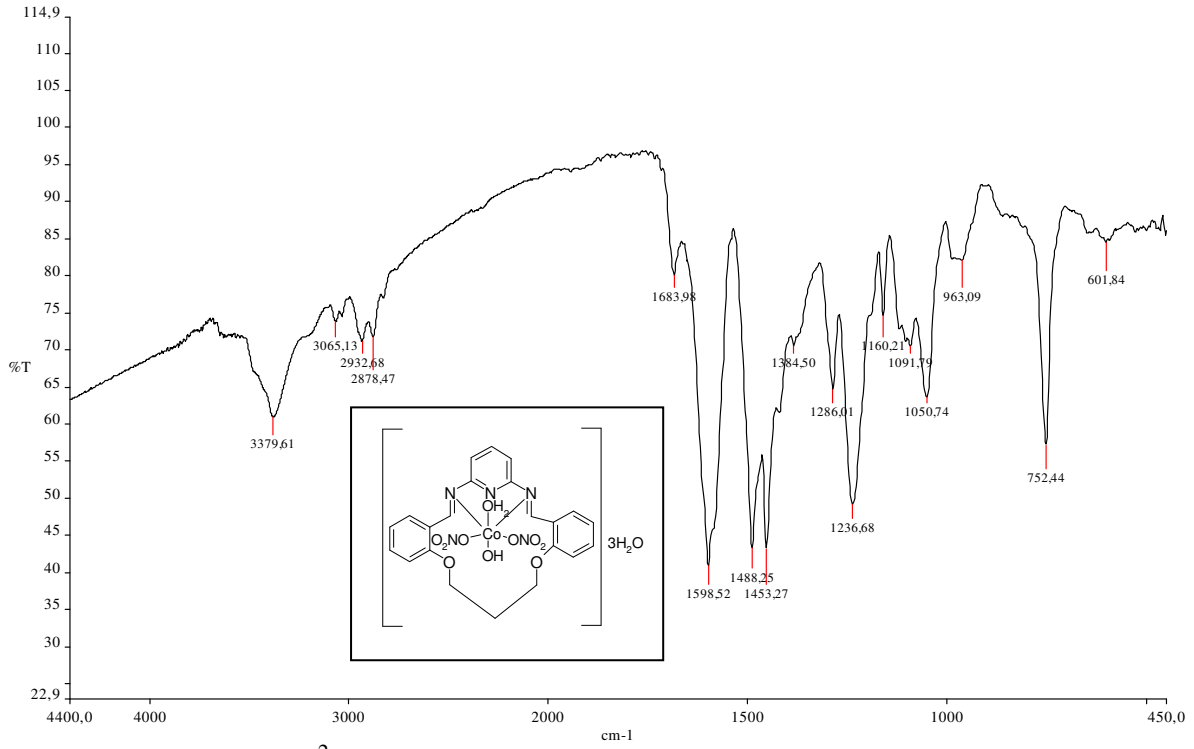
Çizelge 20: $[La(L^4)(NO_3)_3(H_2O)]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu



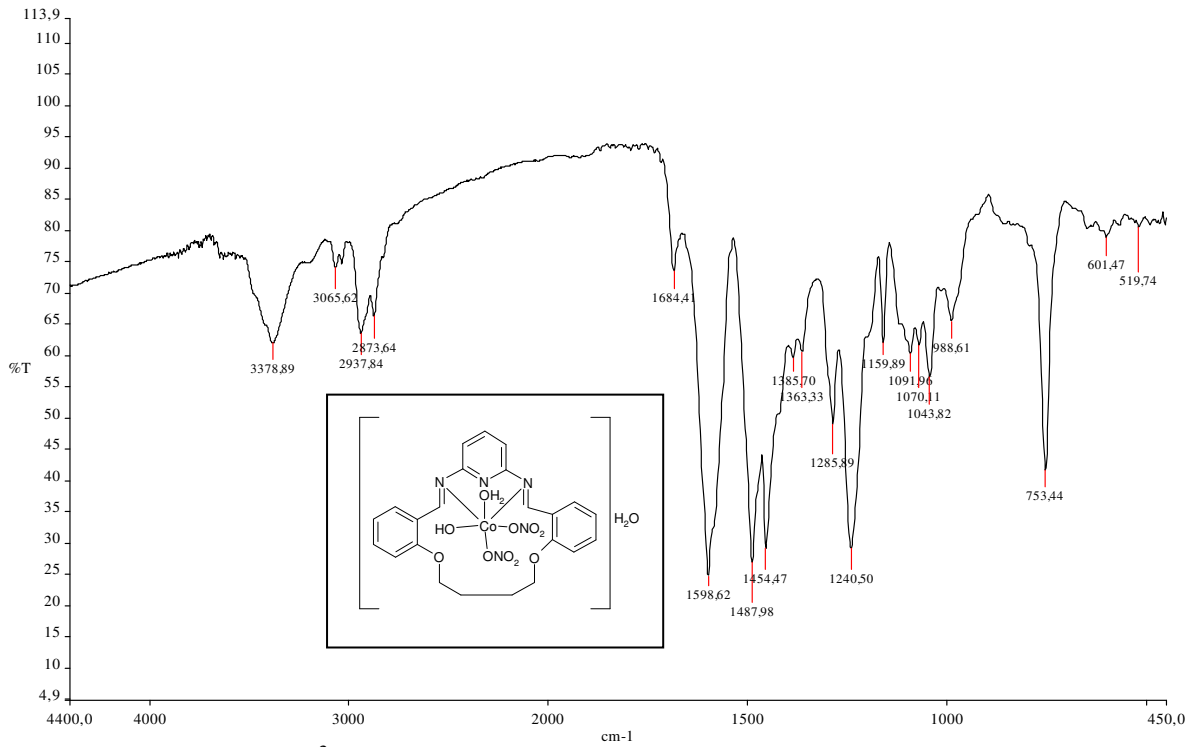
Çizelge 21: $[La(L^5)(NO_3)_3(H_2O)]H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu



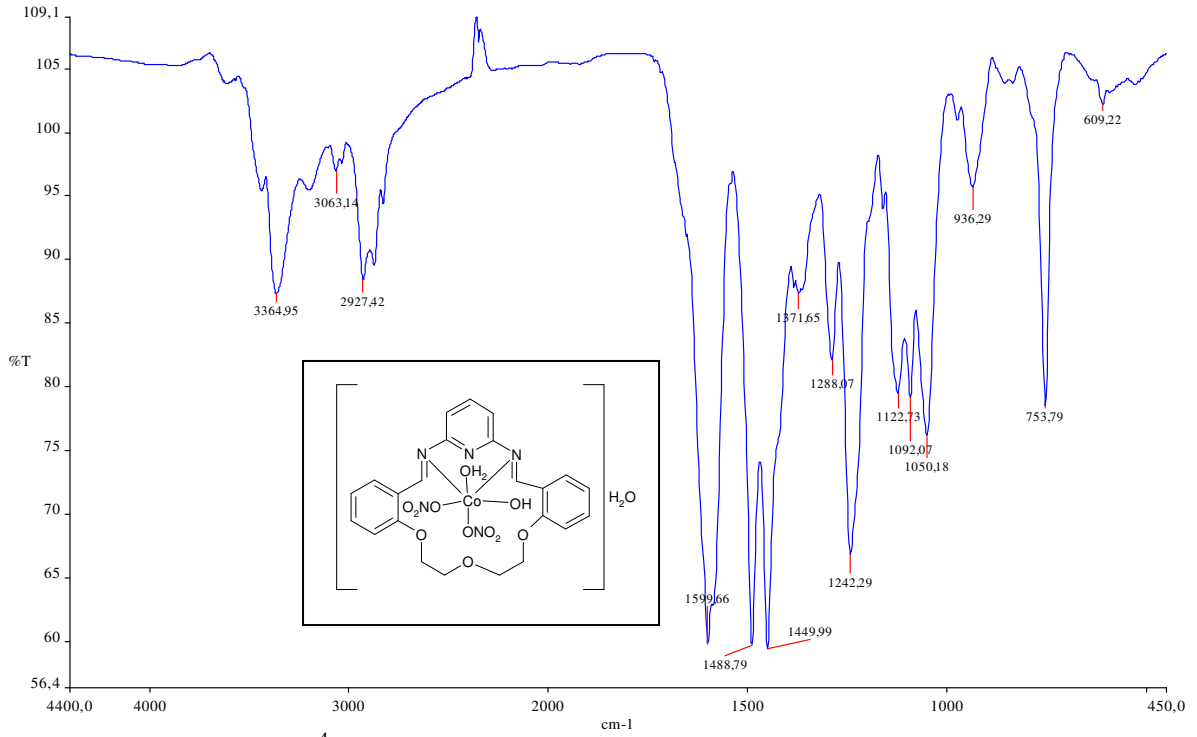
Çizelge 22: $[Co(L^1)(NO_3)_2(OH)H_2O].2H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu



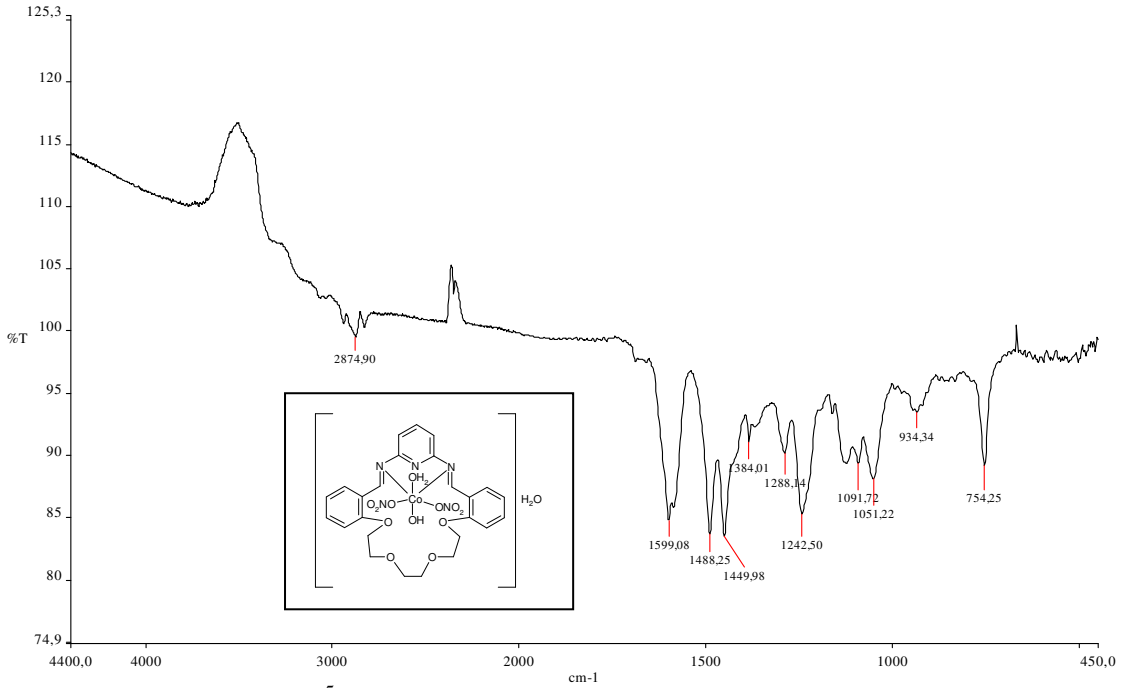
Çizelge 23: $[\text{Co}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



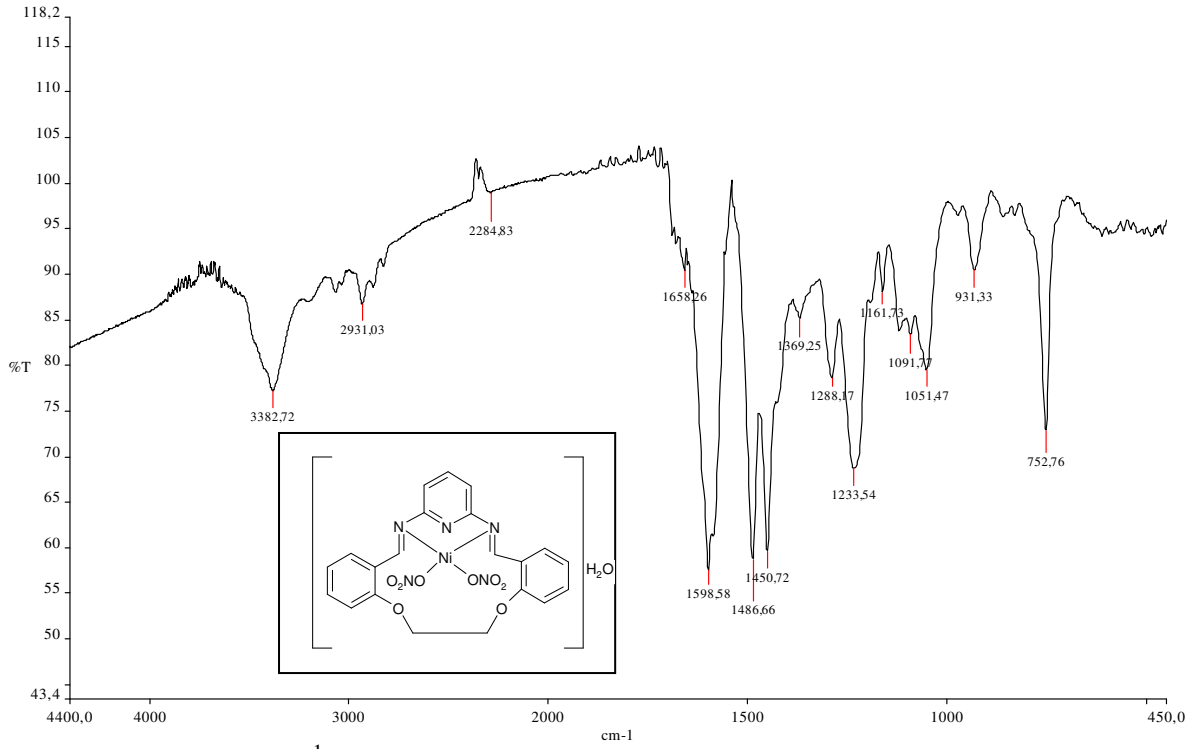
Çizelge 24: $[\text{Co}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



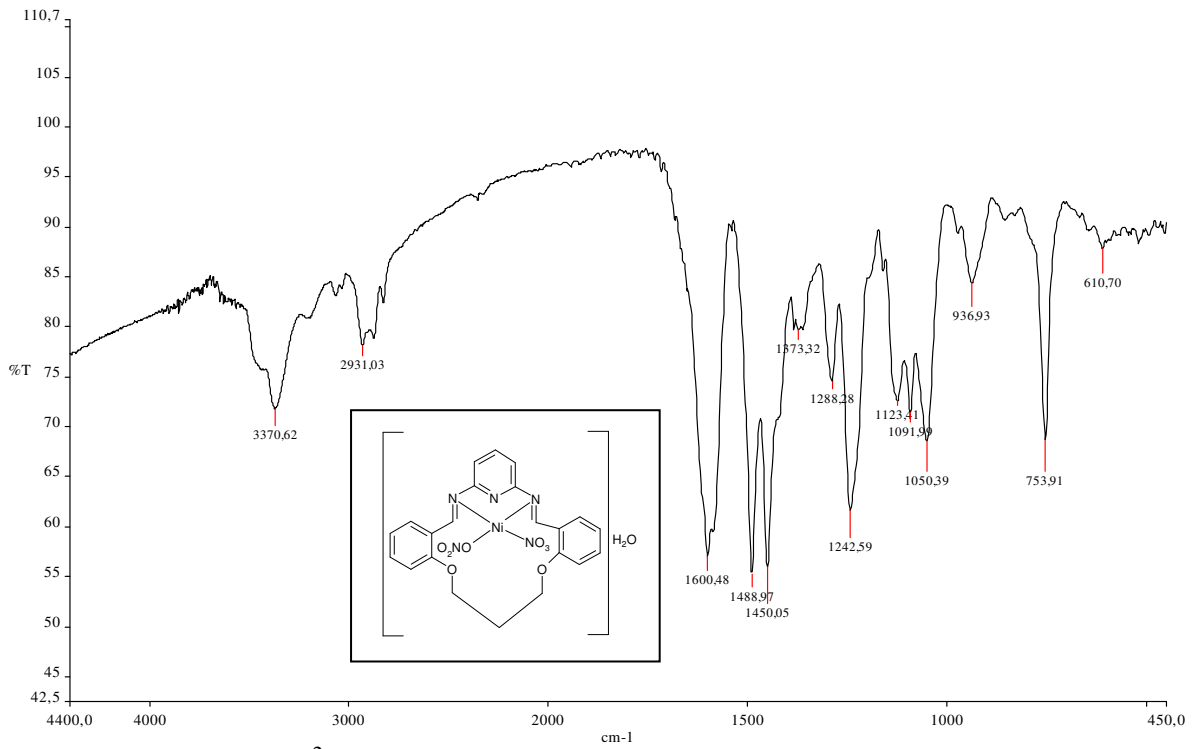
Çizelge 25: $[\text{Co}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



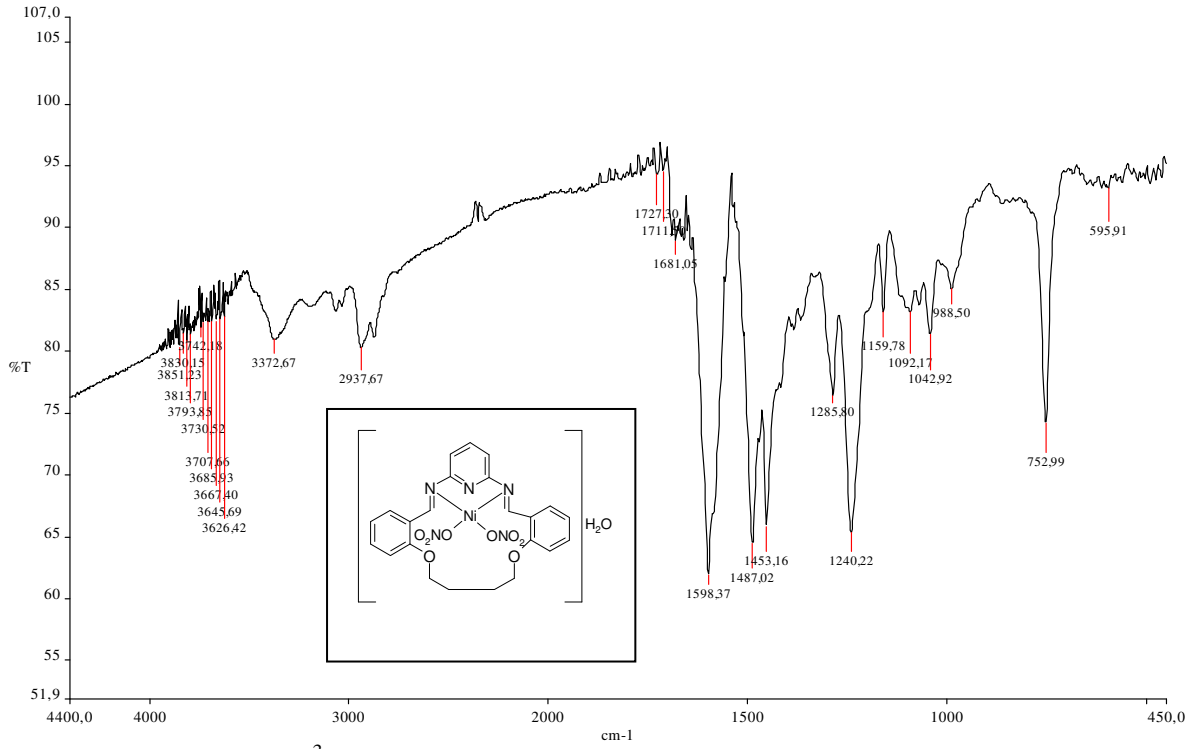
Çizelge 26: $[\text{Co}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



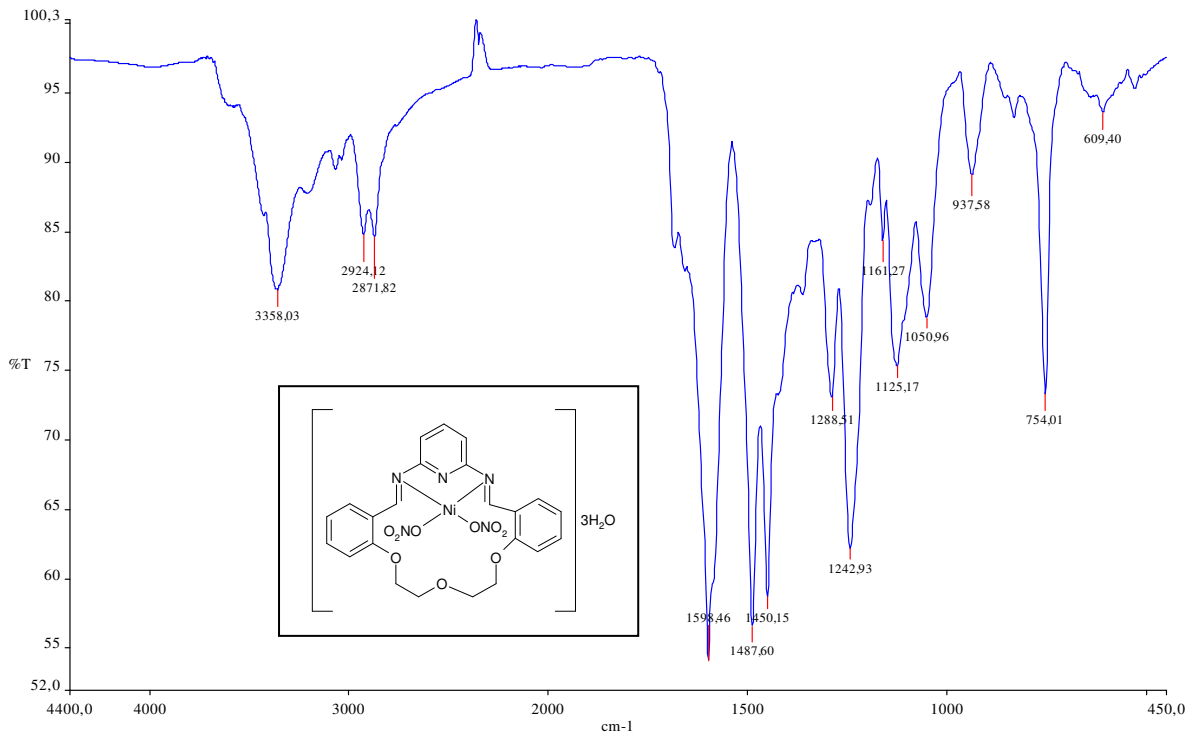
Çizelge 27: $[\text{Ni}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



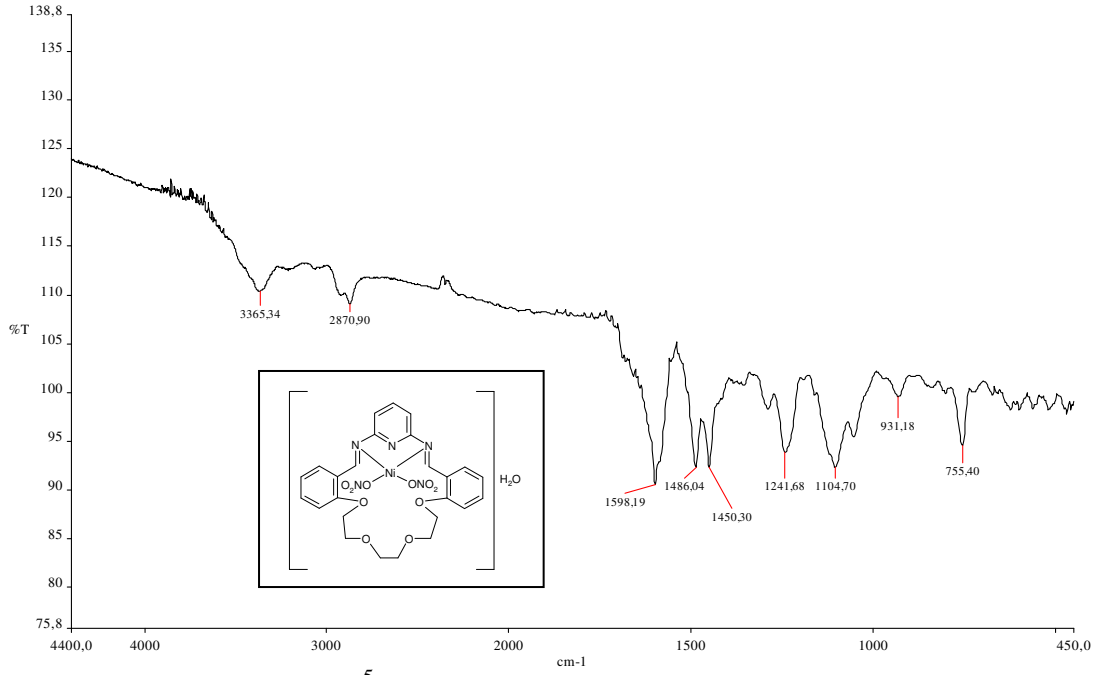
Çizelge 28: $[\text{Ni}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



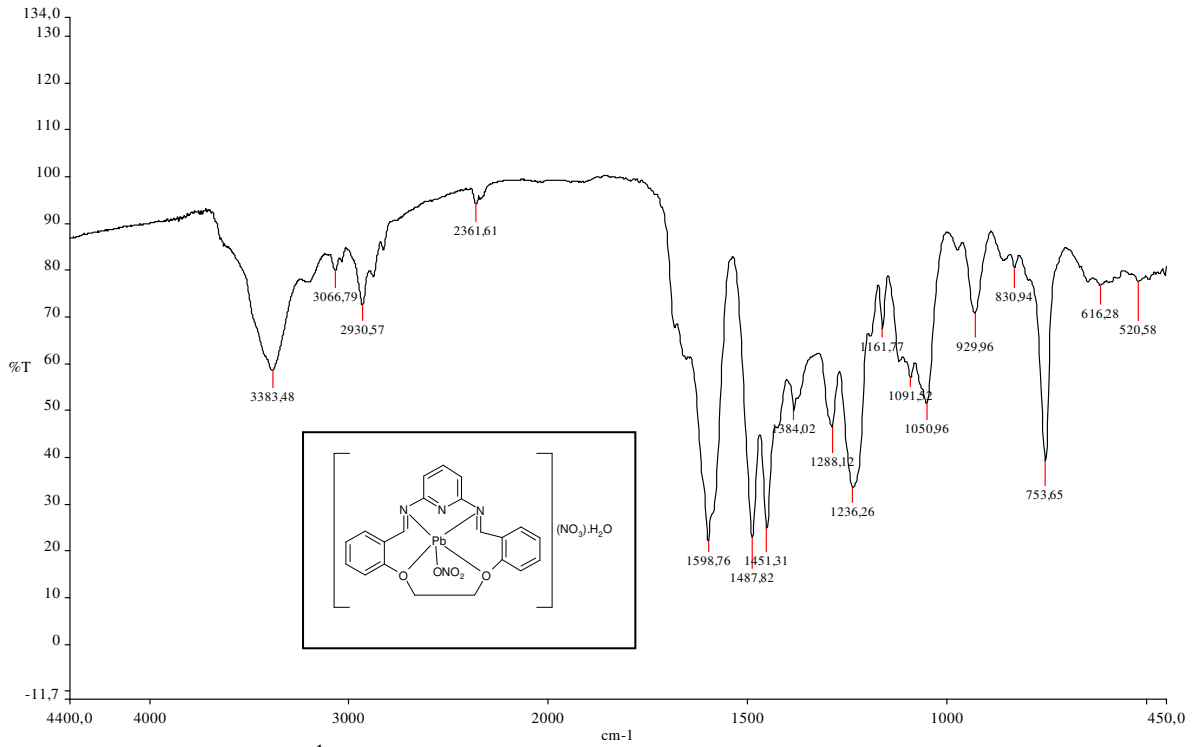
Çizelge 29: $[\text{Ni}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



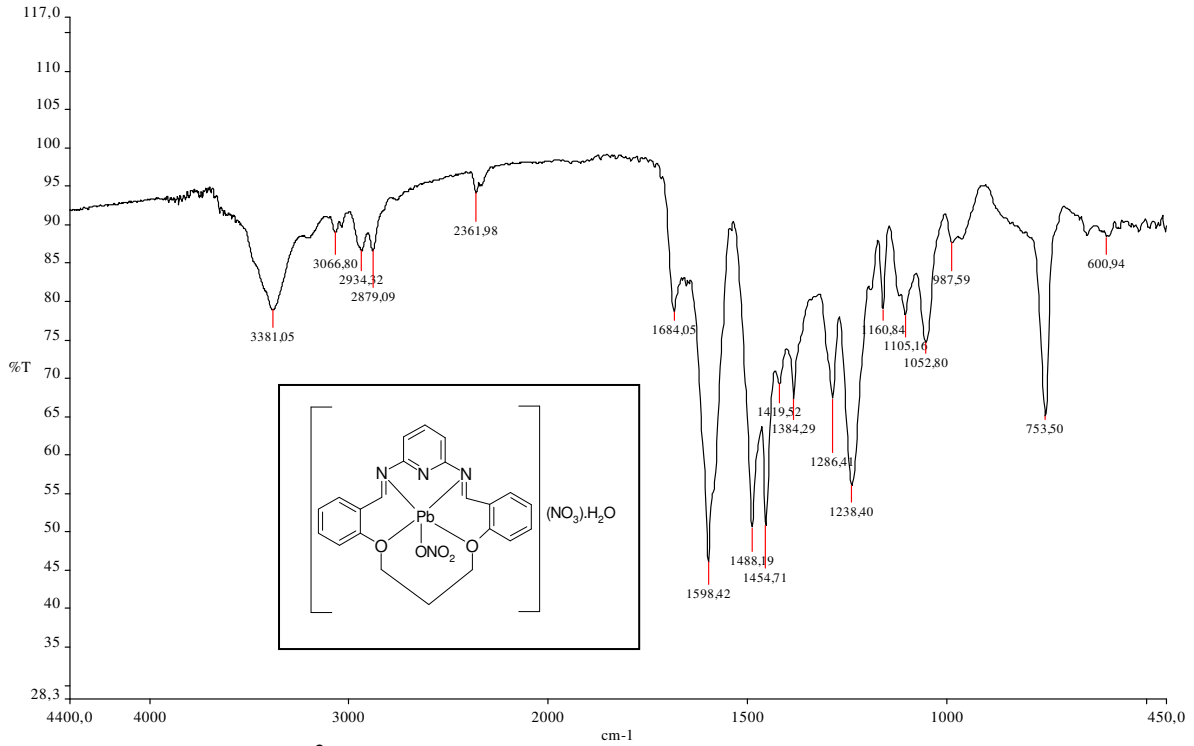
Çizelge 30: $[\text{Ni}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2]3\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



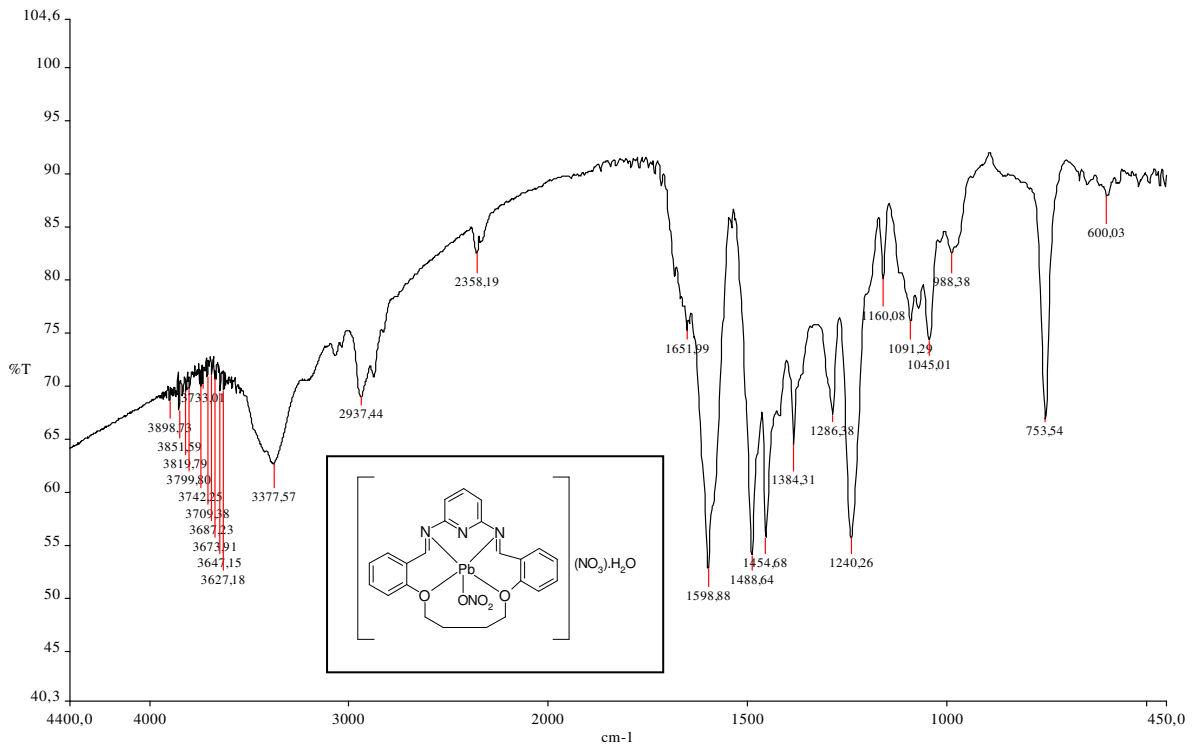
Çizelge 31: $[\text{Ni}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



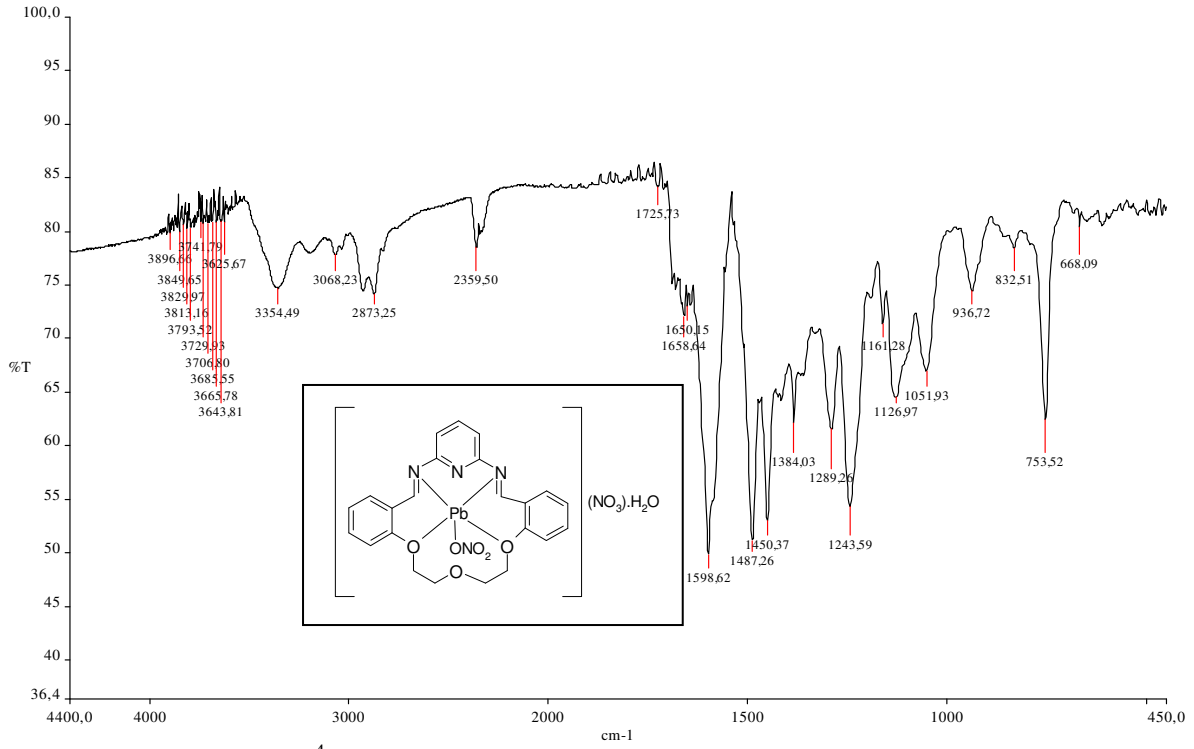
Çizelge 32: $[\text{Pb}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu



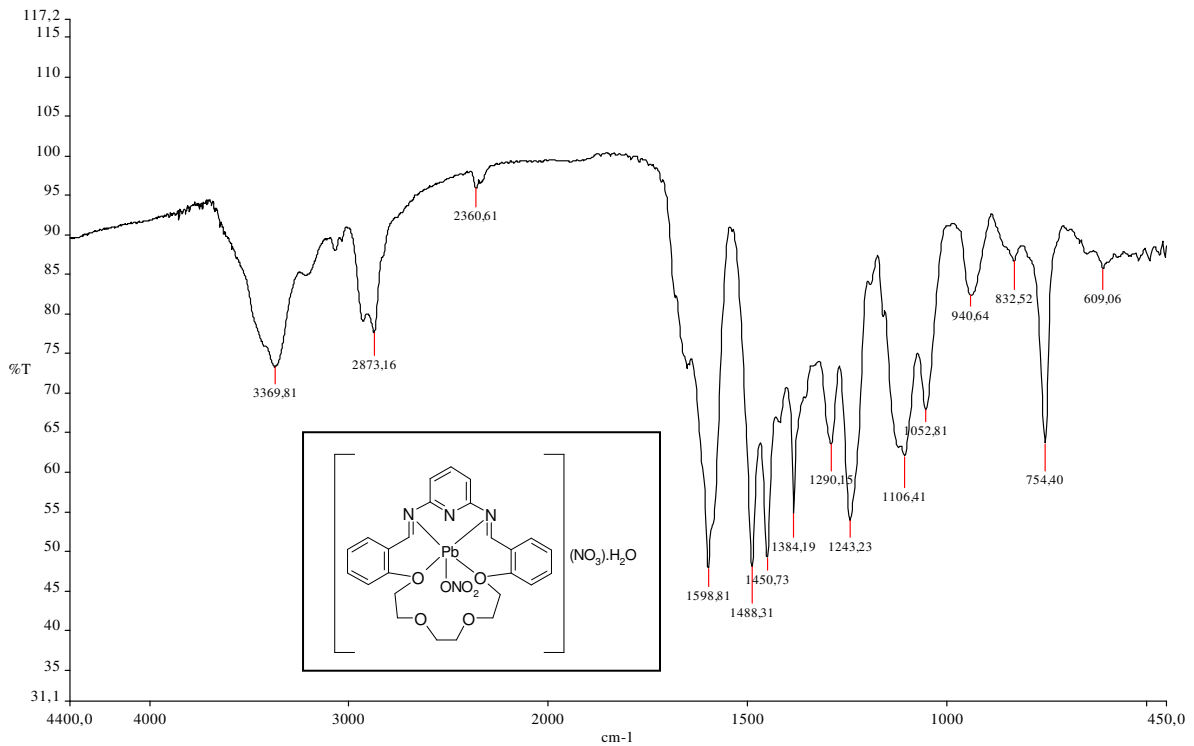
Çizelge 33: $[Pb(L^2)(NO_3)][NO_3] \cdot H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu



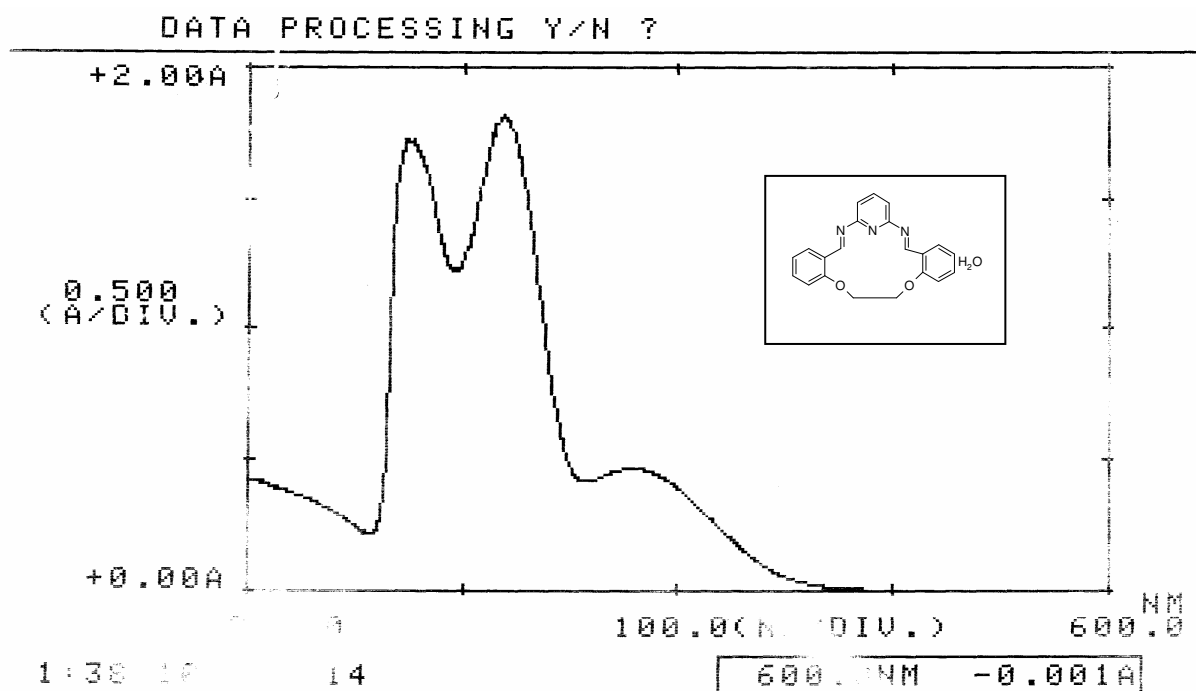
Çizelge 34: $[Pb(L^3)(NO_3)][NO_3] \cdot H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu



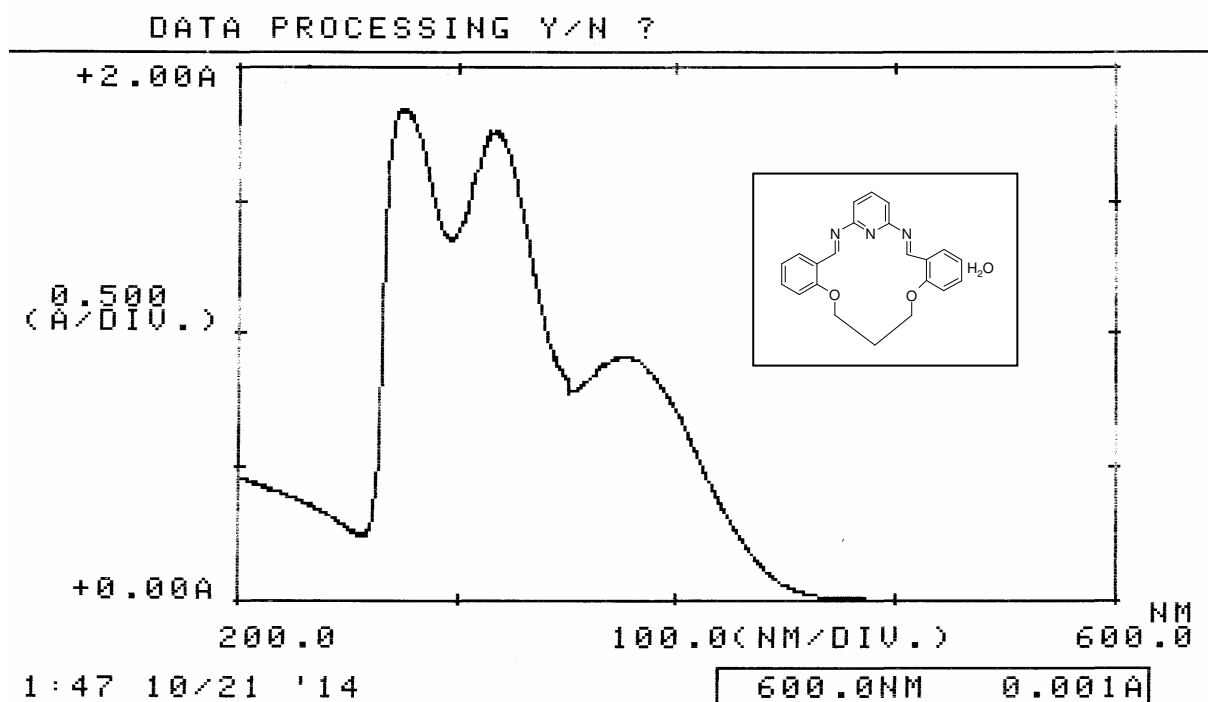
Çizelge 35: $[Pb(L^4)(NO_3)][NO_3] \cdot H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu



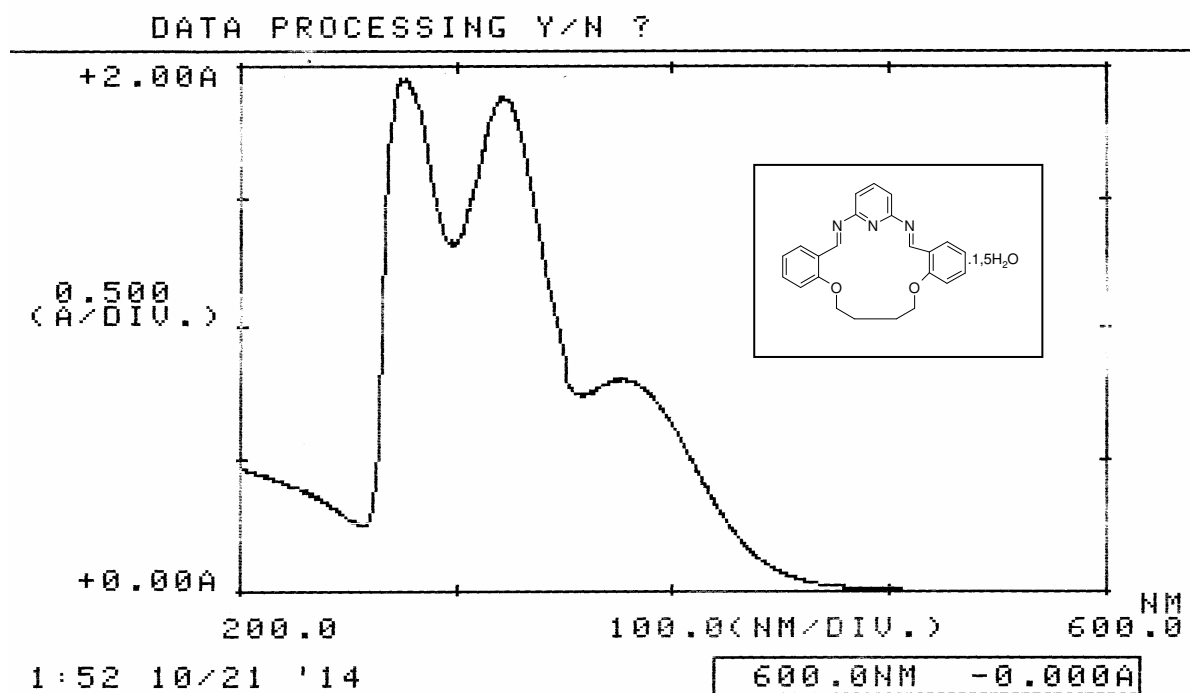
Çizelge 36: $[Pb(L^5)(NO_3)][NO_3] \cdot H_2O$ Kompleksinin IR Spektrumu



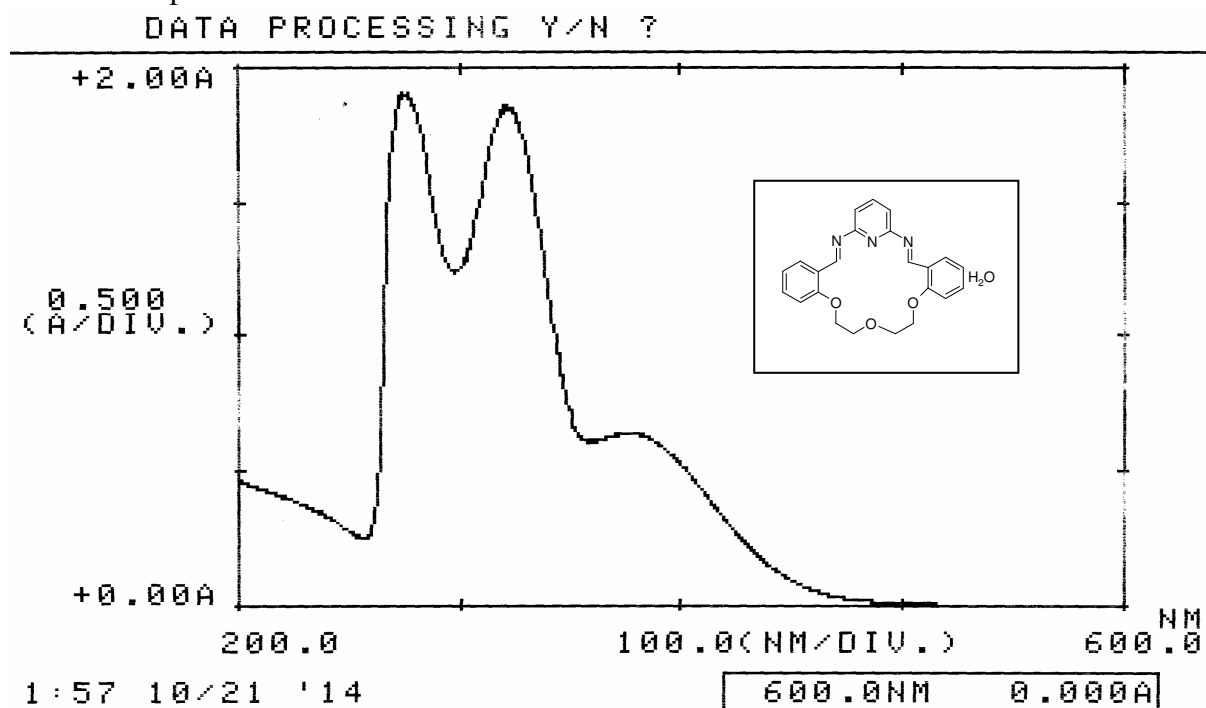
Çizelge 37: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksasiklopentadeka-1,5-dien (L^1) in UV-vis Spektrumu



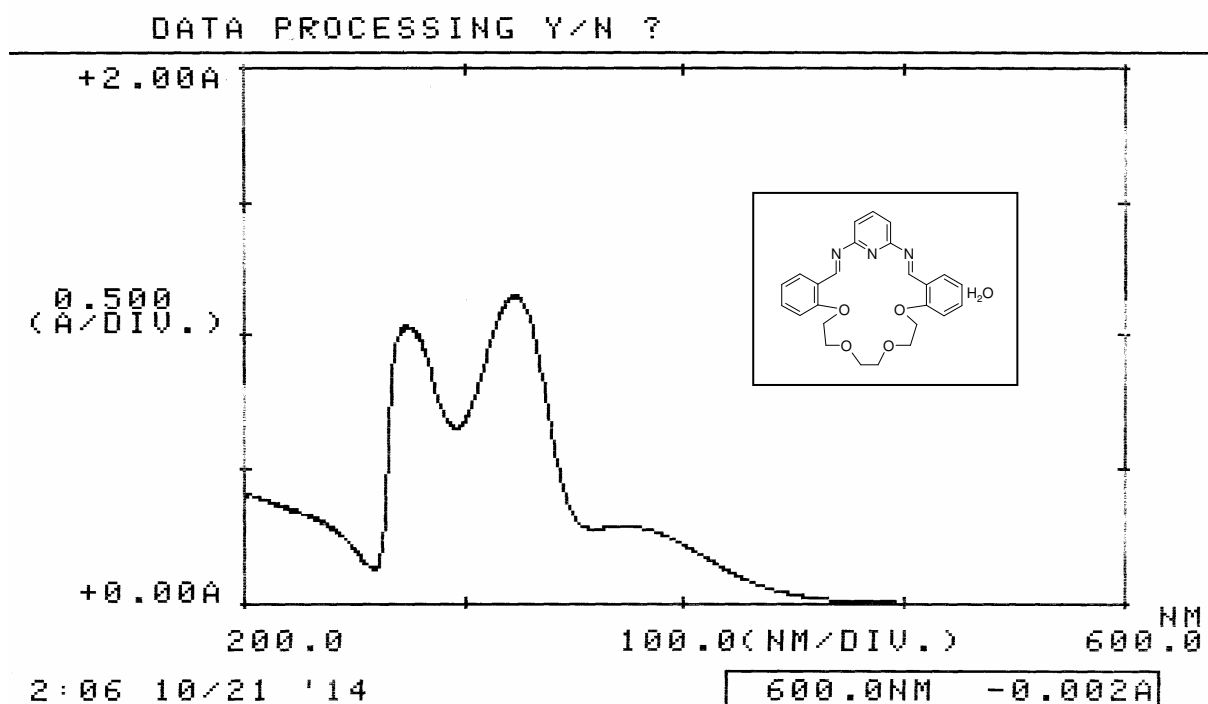
Çizelge 38: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:14,15-tribenzo-9,13-dioksasikloheksadeka-1,5-dien (L^2) in UV-vis Spektrumu



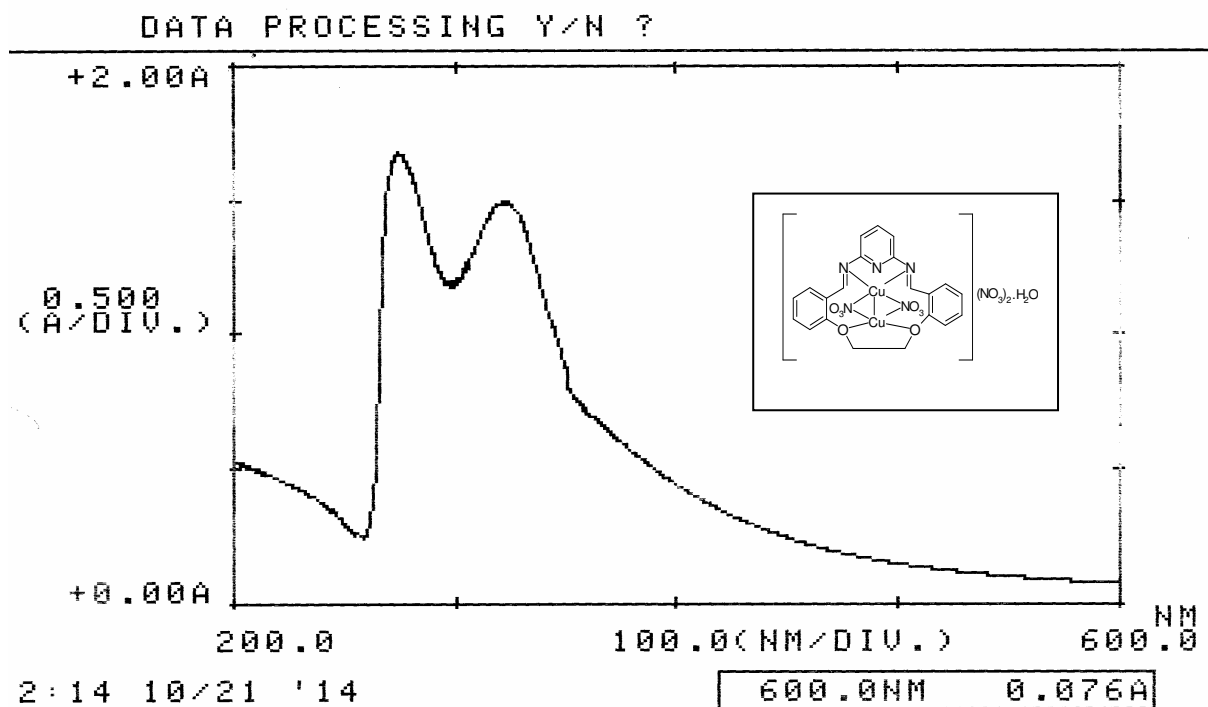
Çizelge 39: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksasikloheptadeka-1,5-dien (L^3) in IR UV-vis Spektrumu



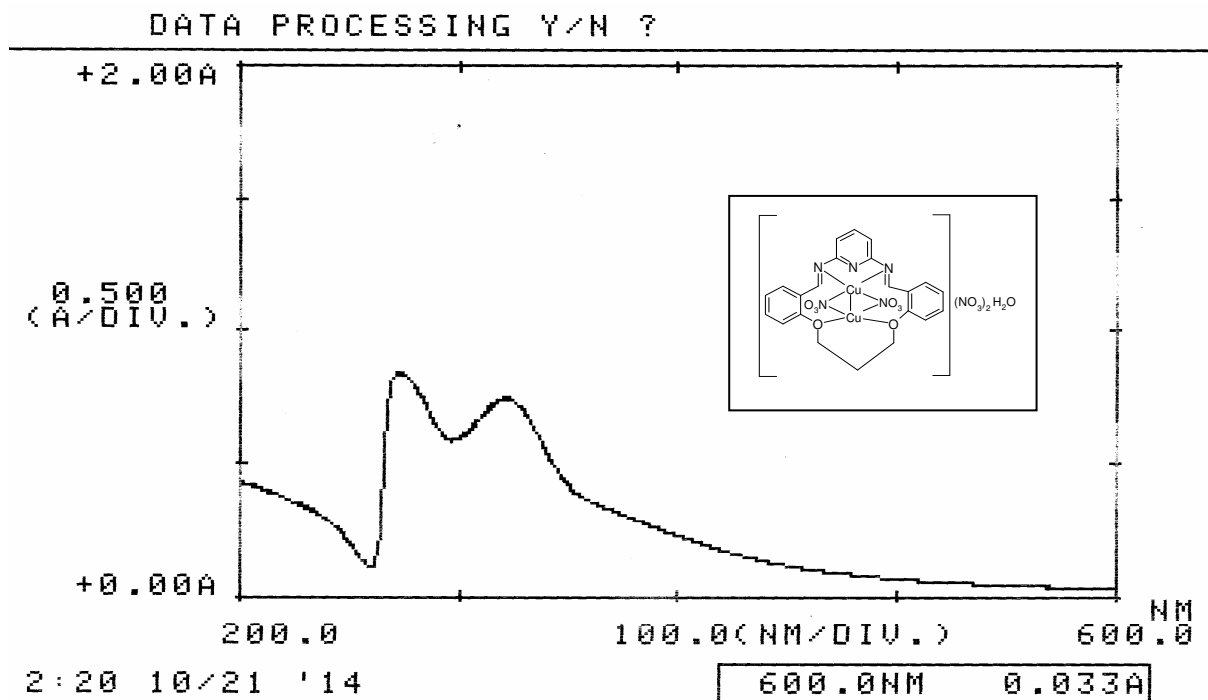
Çizelge 40: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien (L^4) in UV-vis Spektrumu



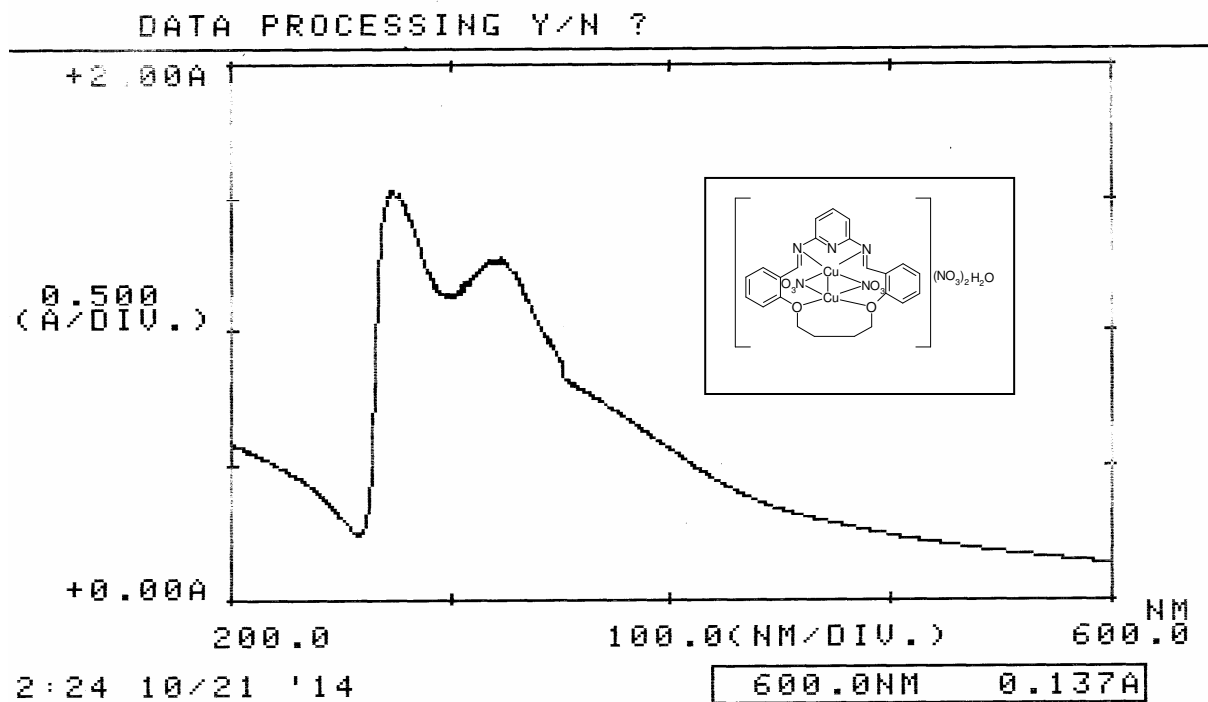
Çizelge 41: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksasiklunkosa-1,5-dien (L^5) in UV-vis Spektrumu



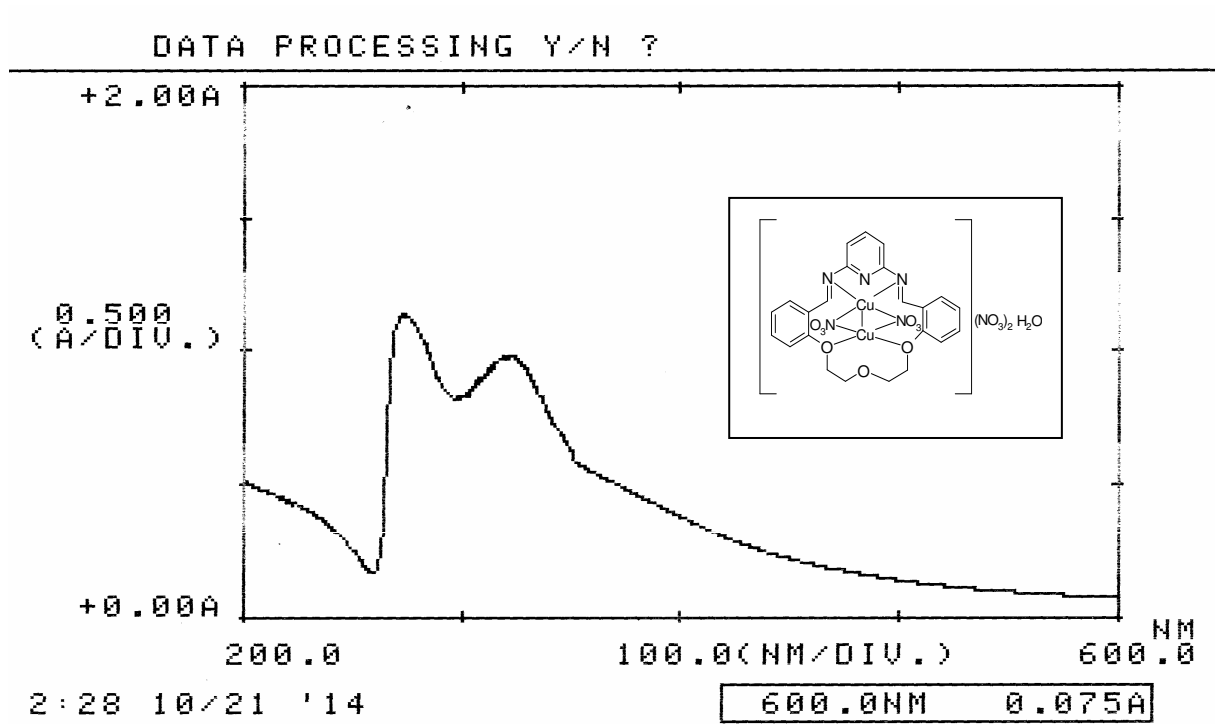
Çizelge 42: $[Cu_2(L^1)(NO_3)_2][NO_3]_2H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



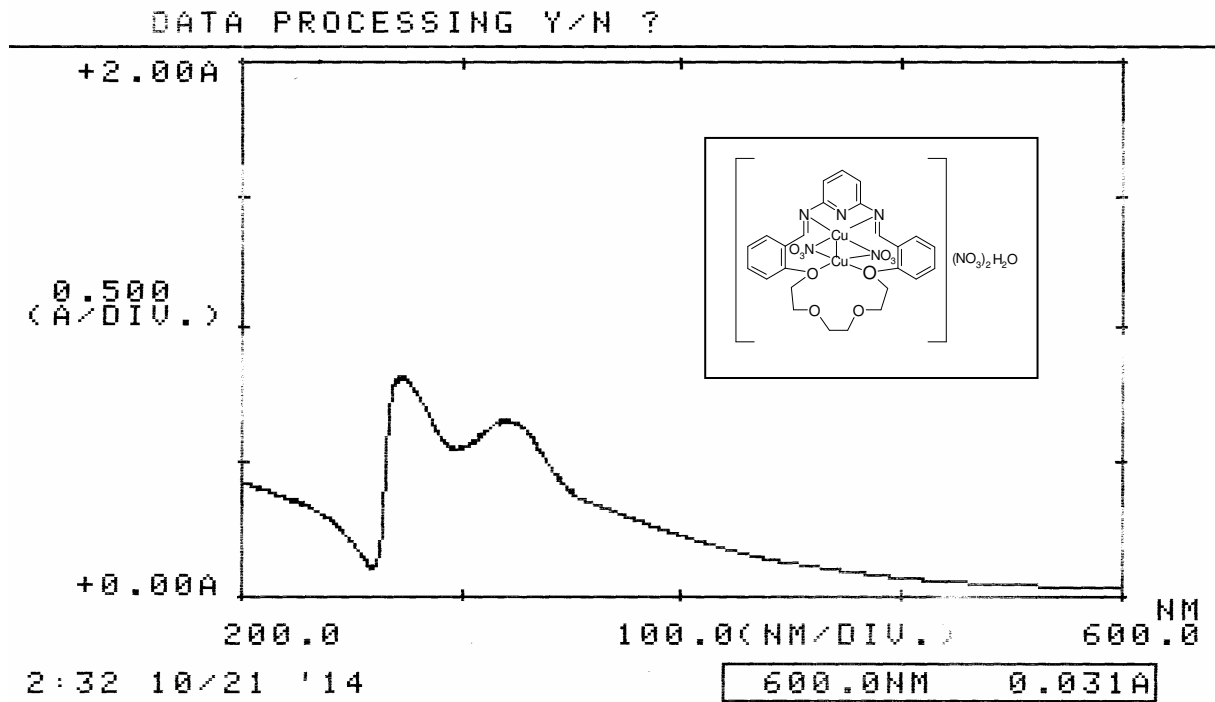
Çizelge 43: $[\text{Cu}_2(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



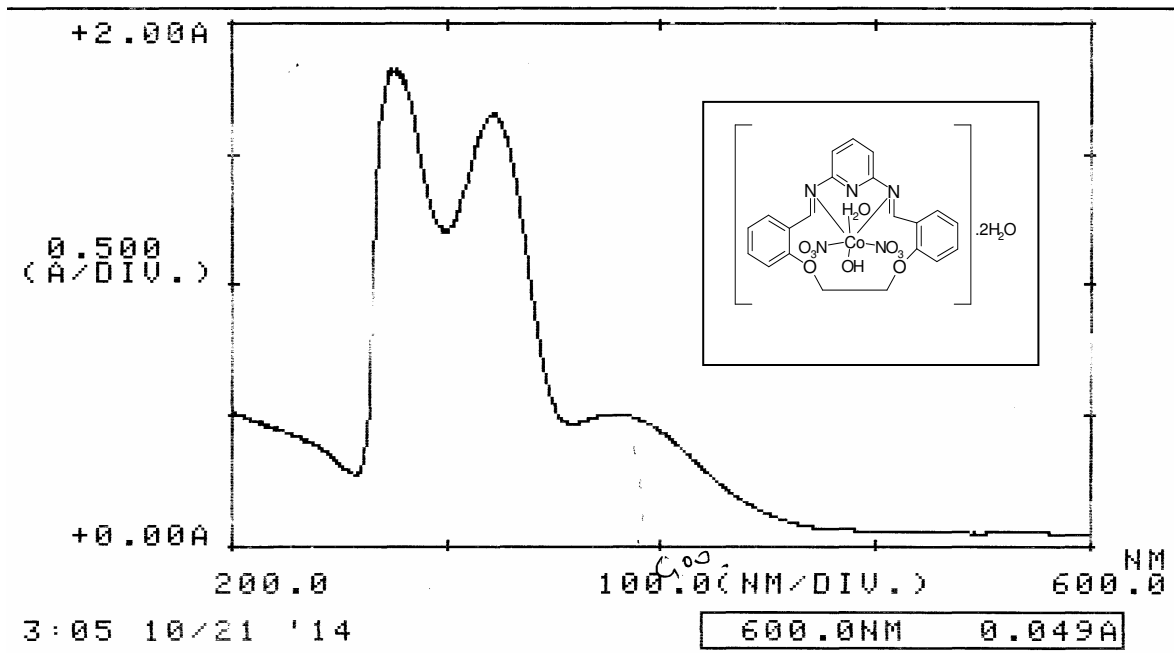
Çizelge 44: $[\text{Cu}_2(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



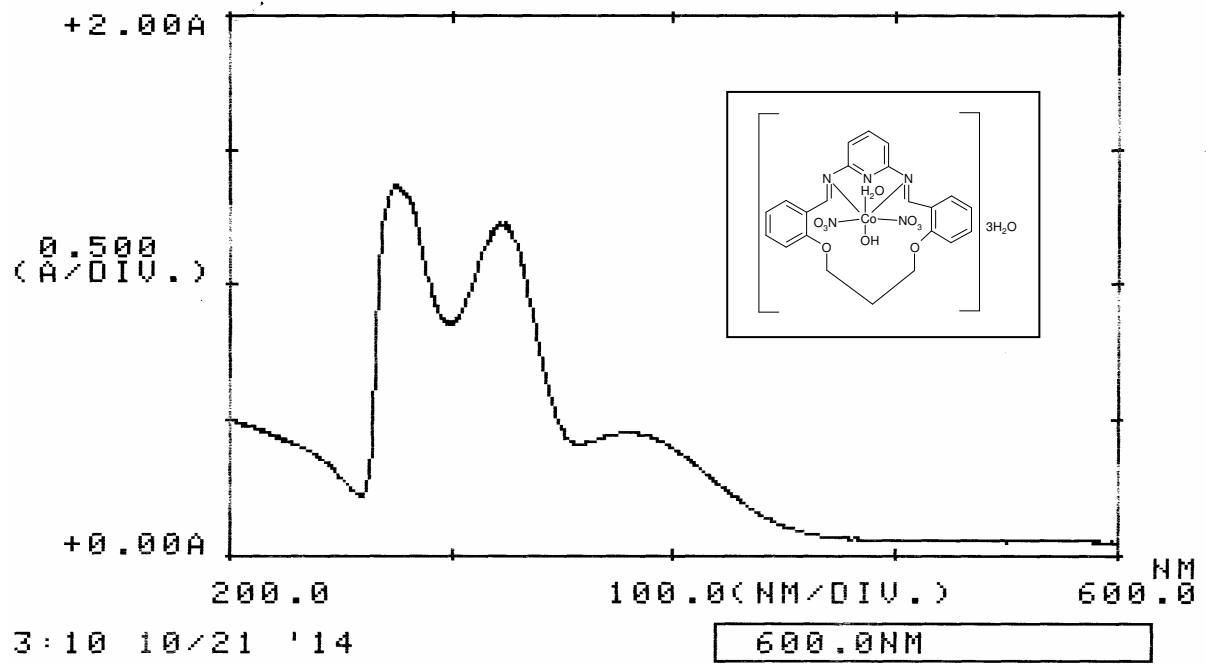
Çizelge 45: $[\text{Cu}_2(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



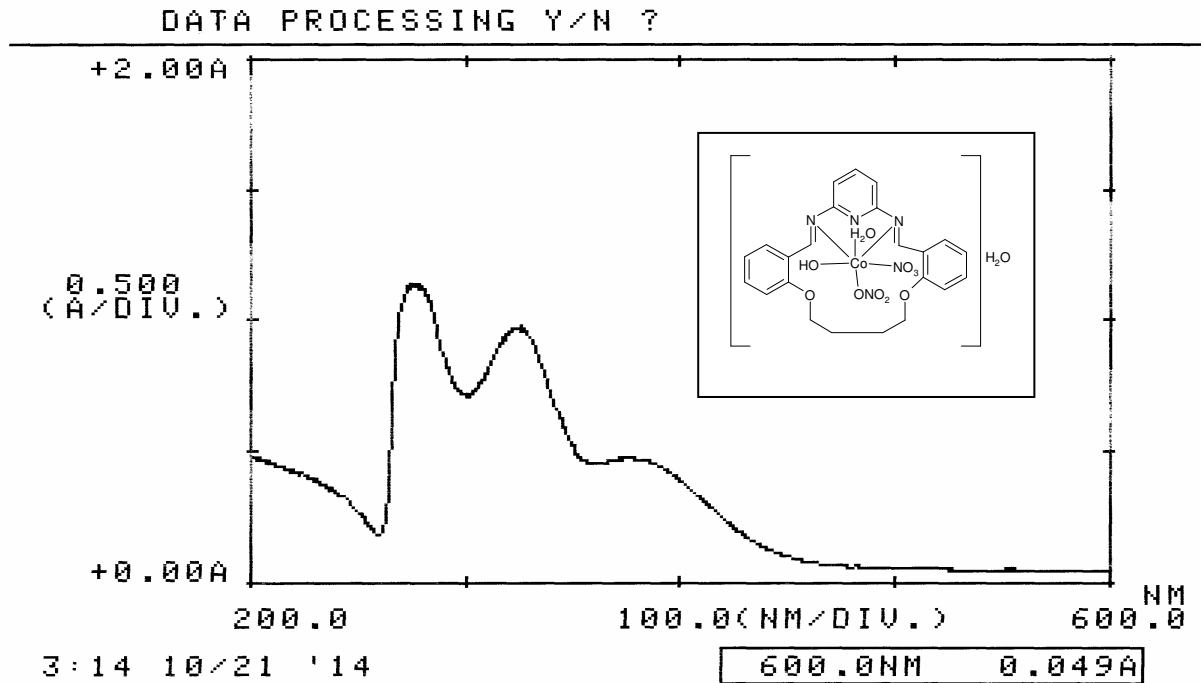
Çizelge 46: $[\text{Cu}_2(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



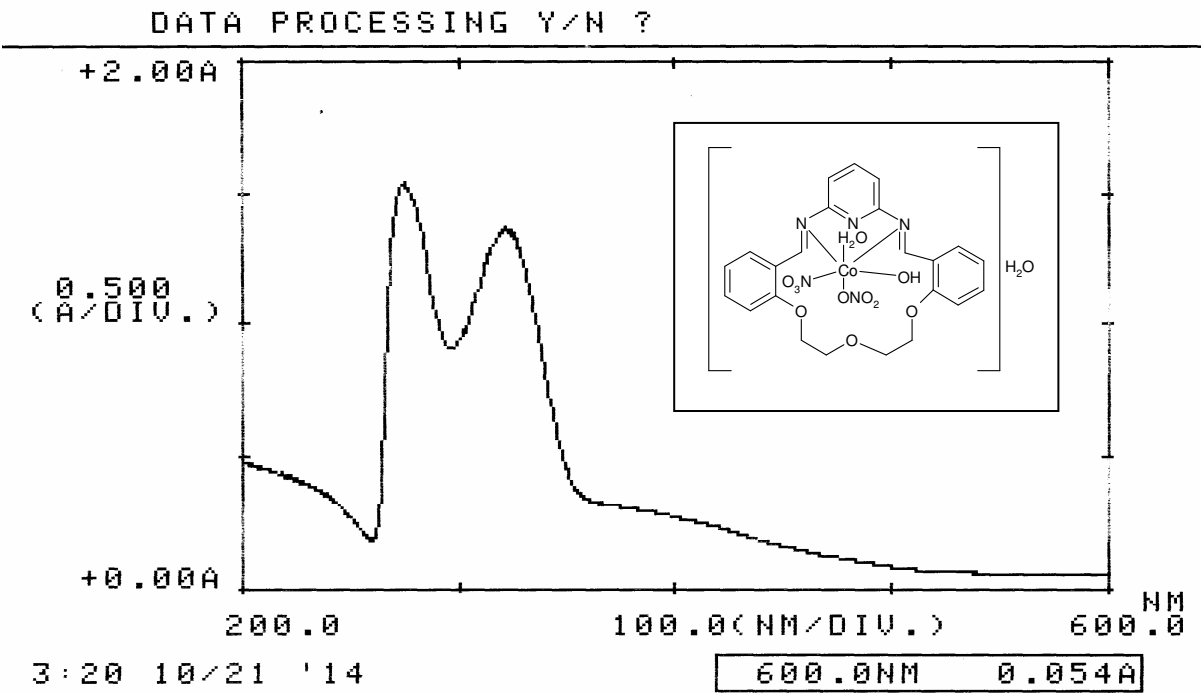
Çizelge 47: $[\text{Co}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}].2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



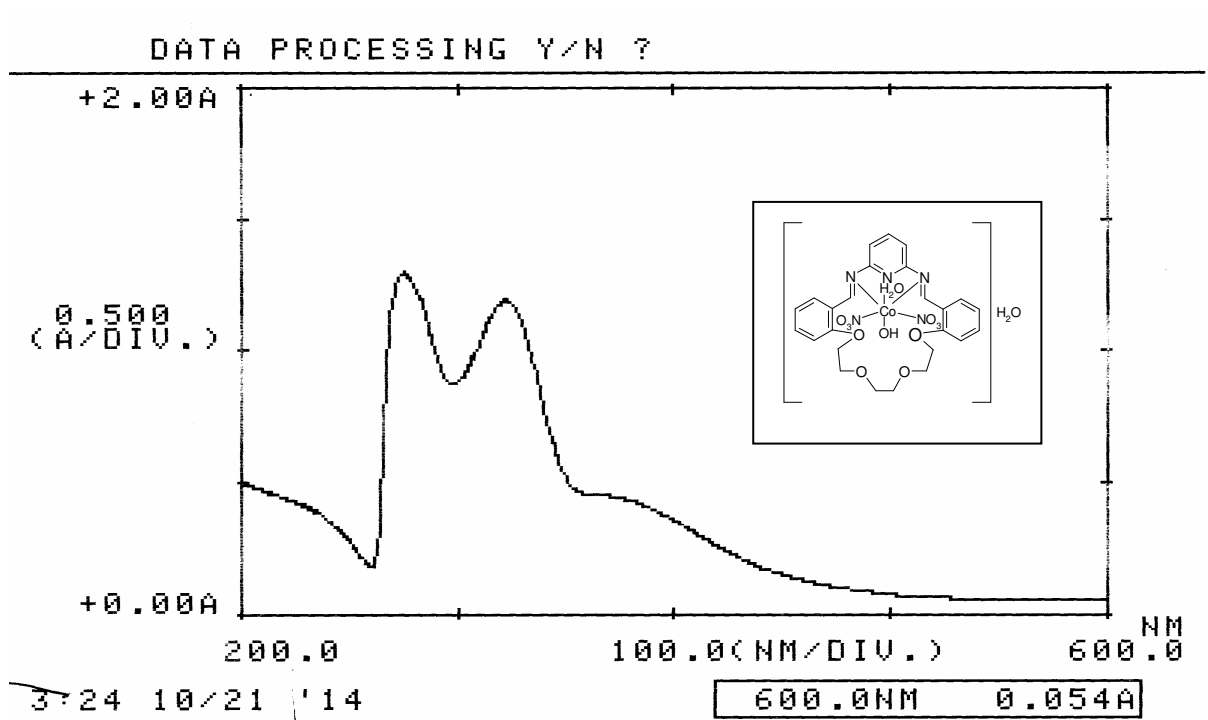
Çizelge 48: $[\text{Co}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}].3\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



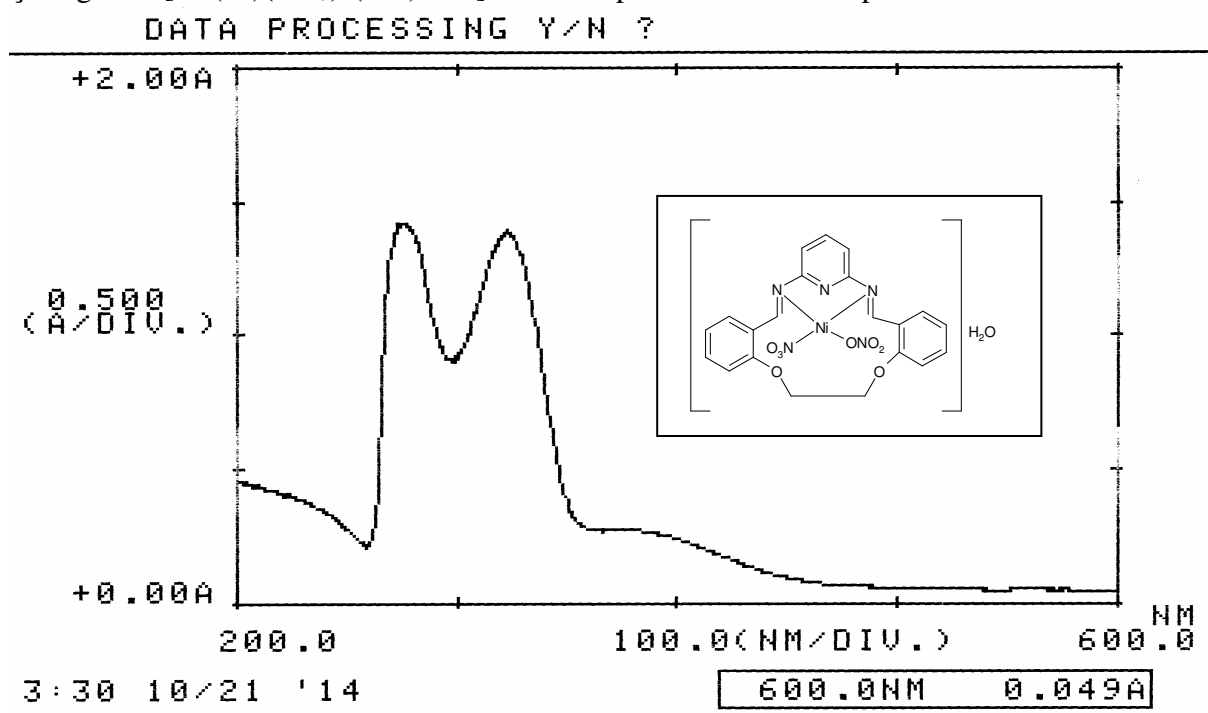
Çizelge 49: $[\text{Co}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



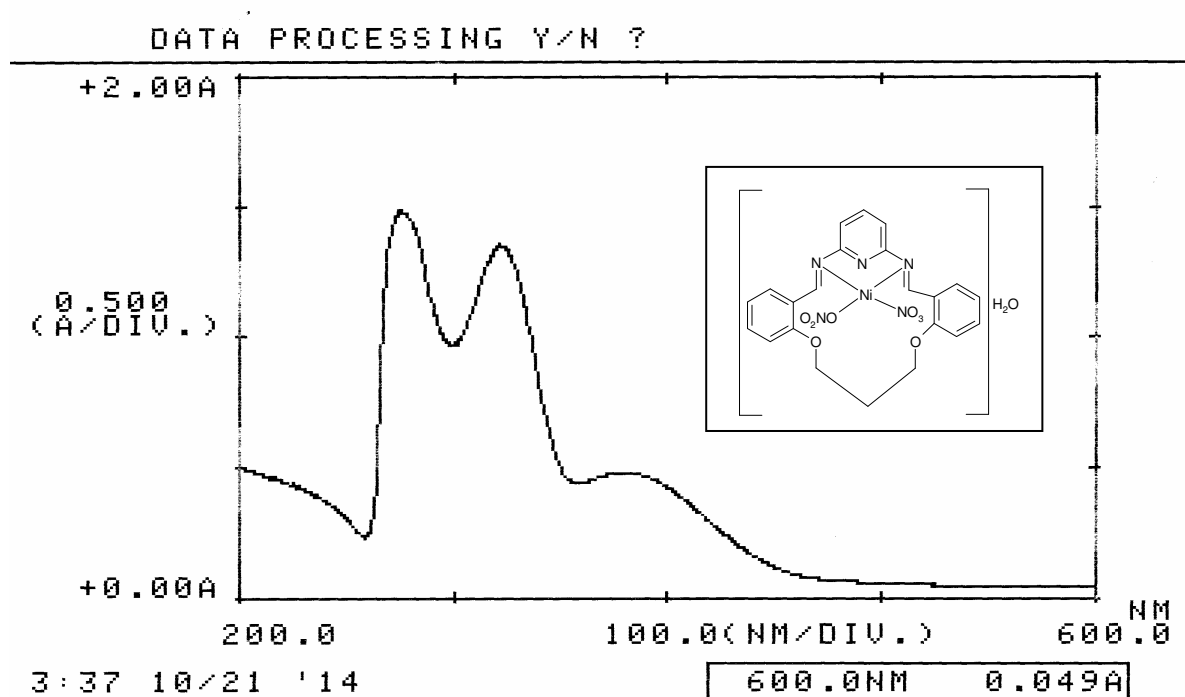
Çizelge 50: $[\text{Co}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



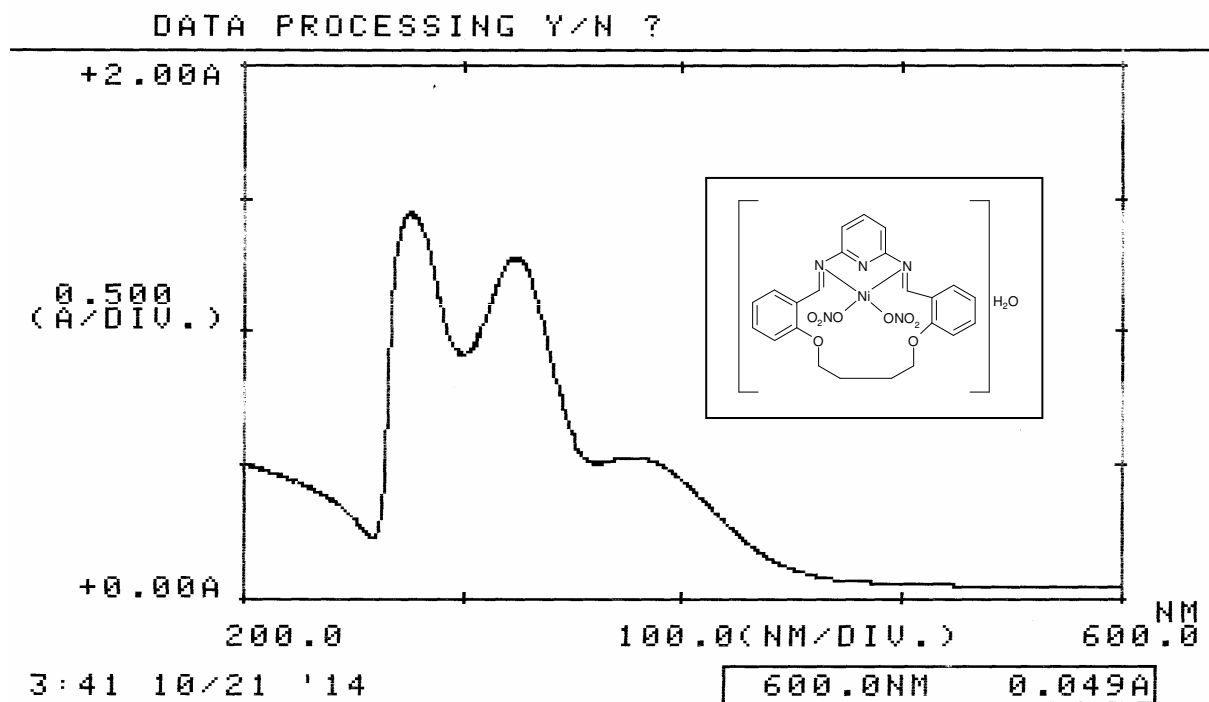
Çizelge 51: $[\text{Co}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



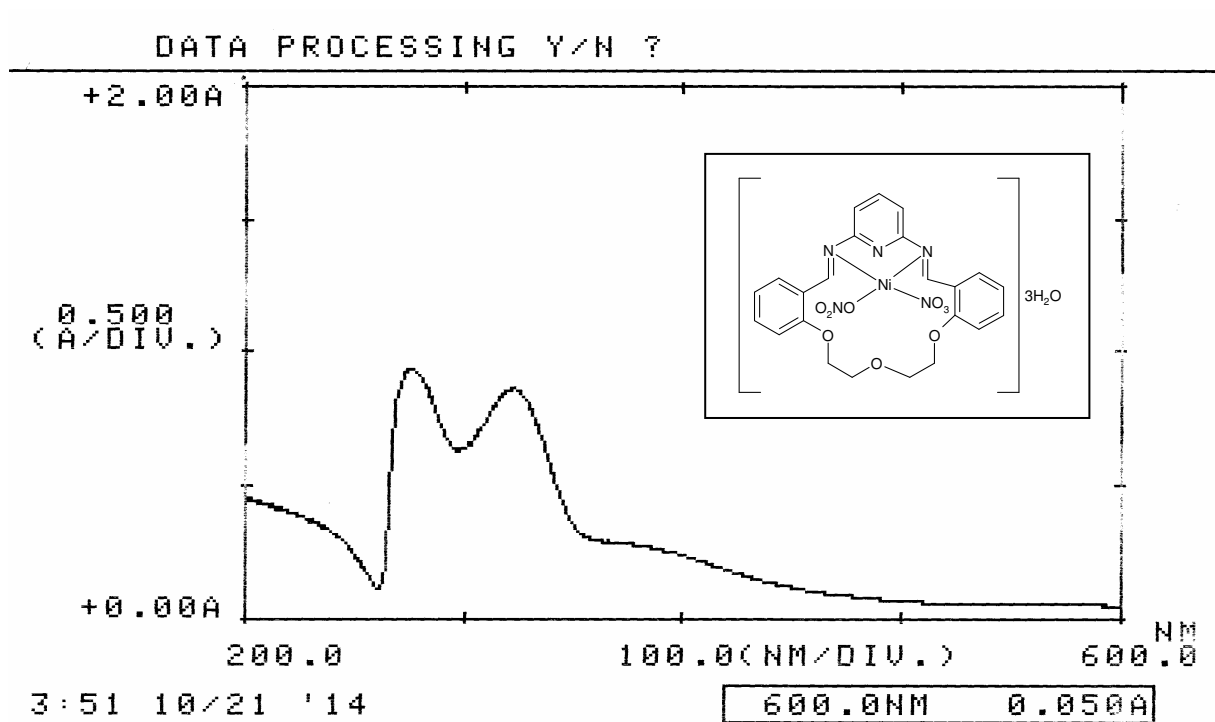
Çizelge 52: $[\text{Ni}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



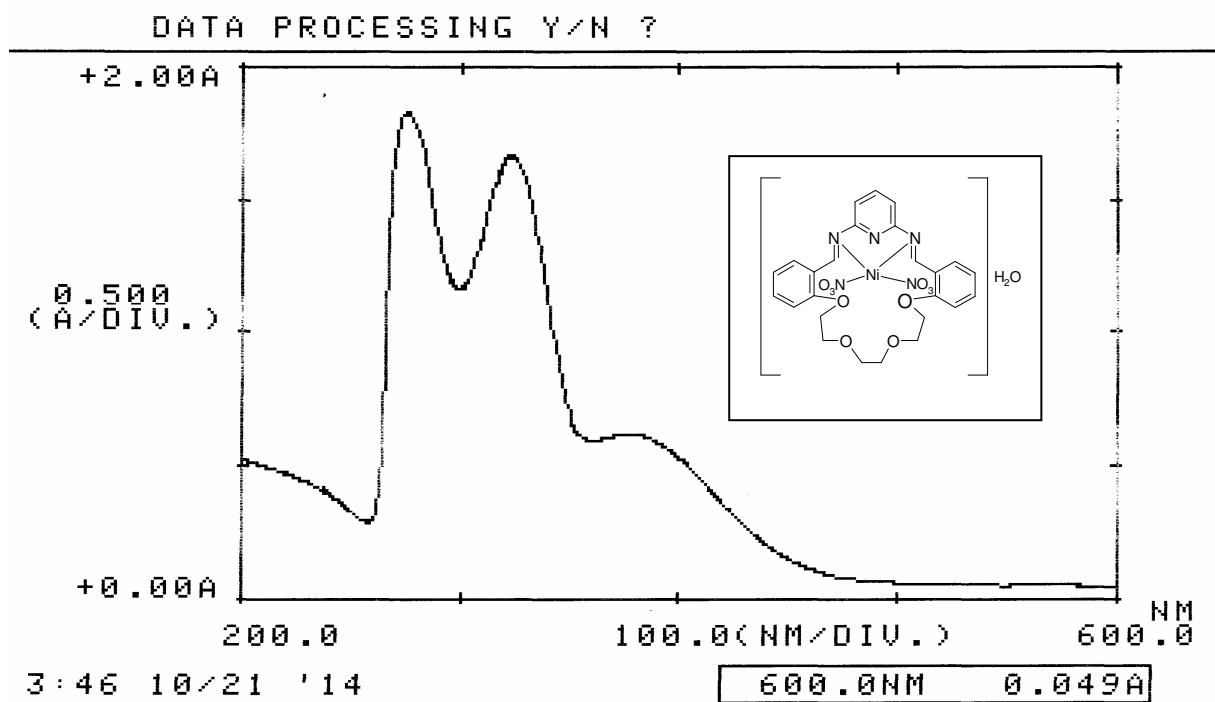
Çizelge 53: $[\text{Ni}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



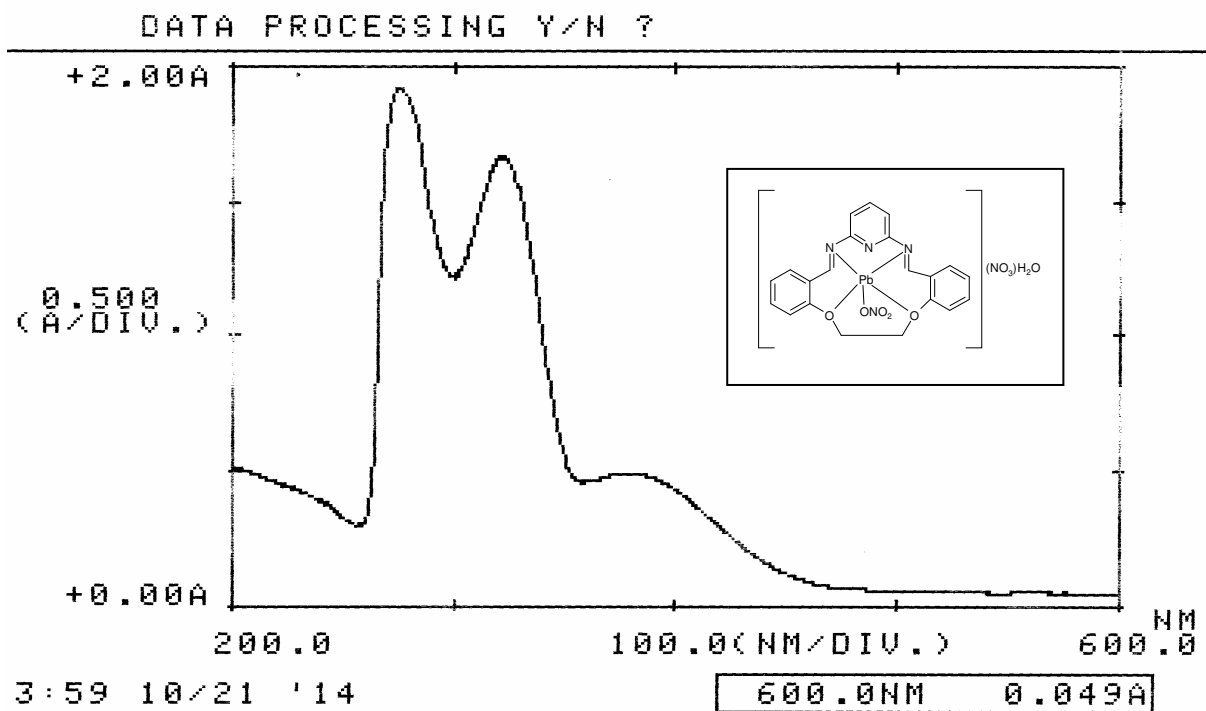
Çizelge 54: $[\text{Ni}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



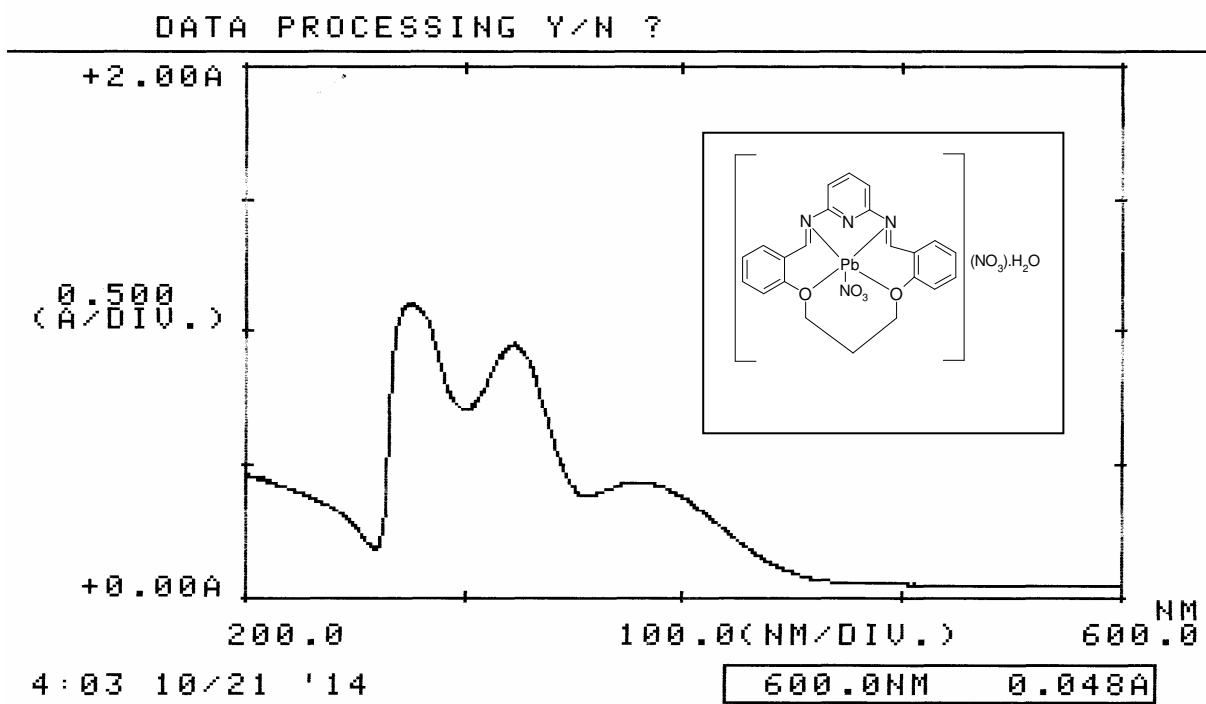
Çizelge 55: $[\text{Ni}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



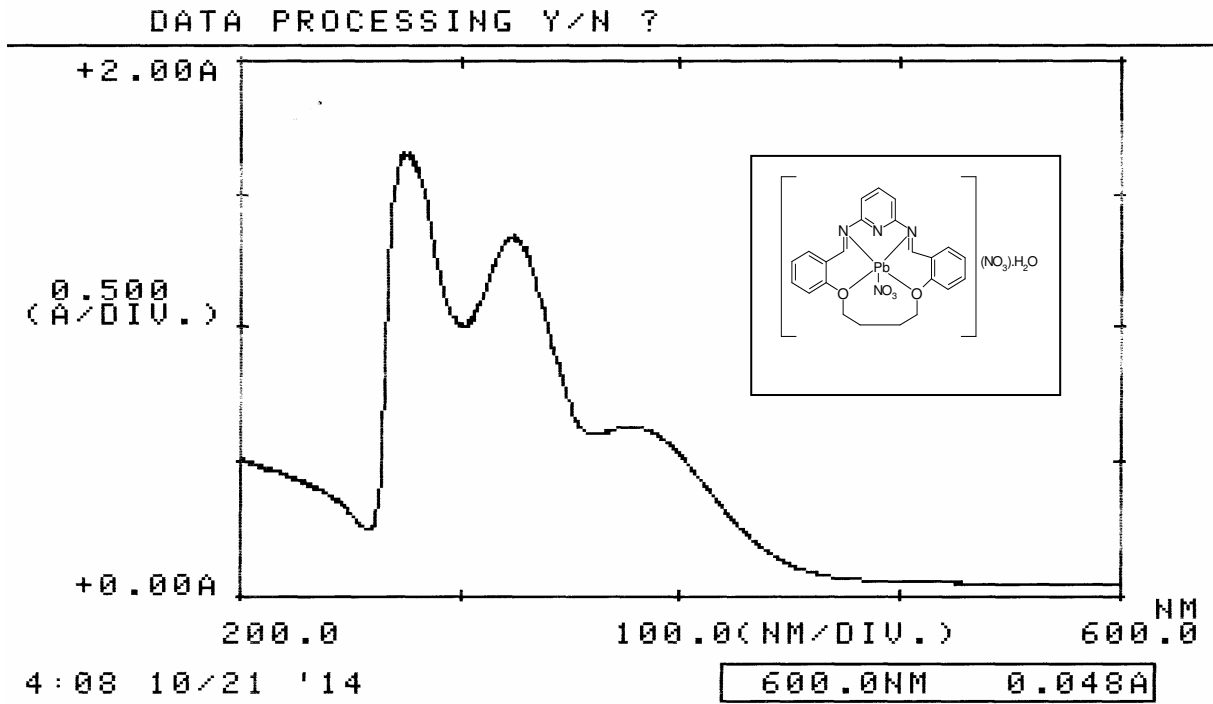
Çizelge 56: $[\text{Ni}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



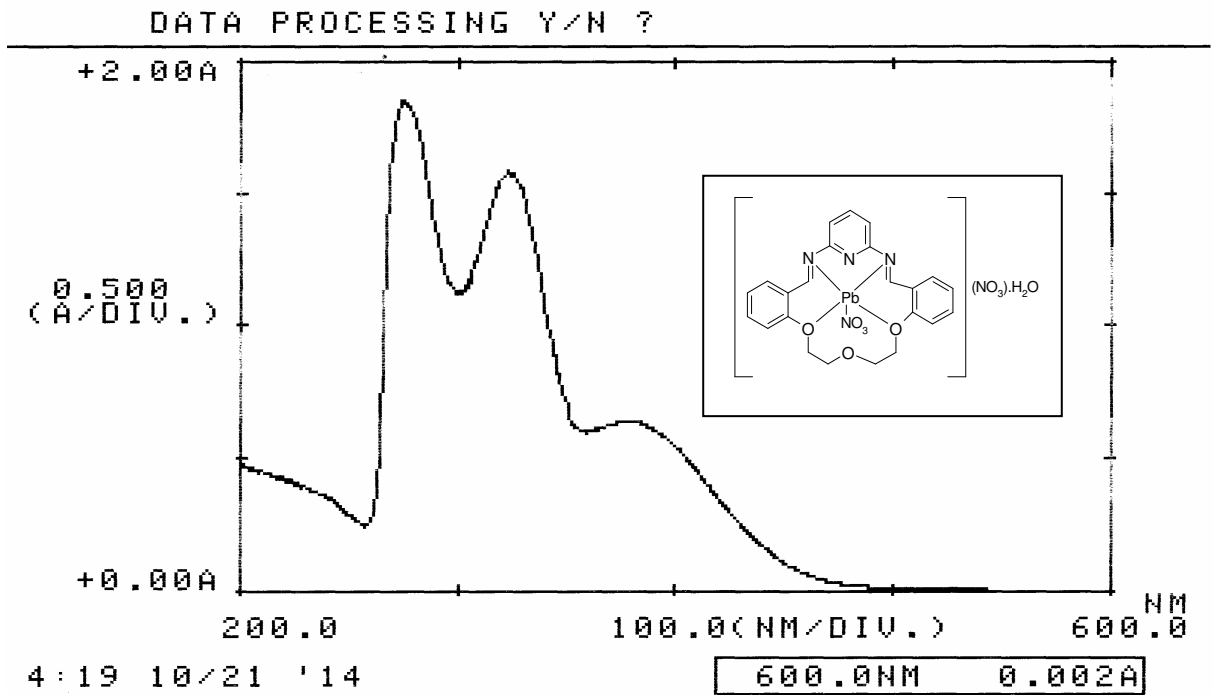
Çizelge 57: $[\text{Pb}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)][(\text{NO}_3)\text{H}_2\text{O}]$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



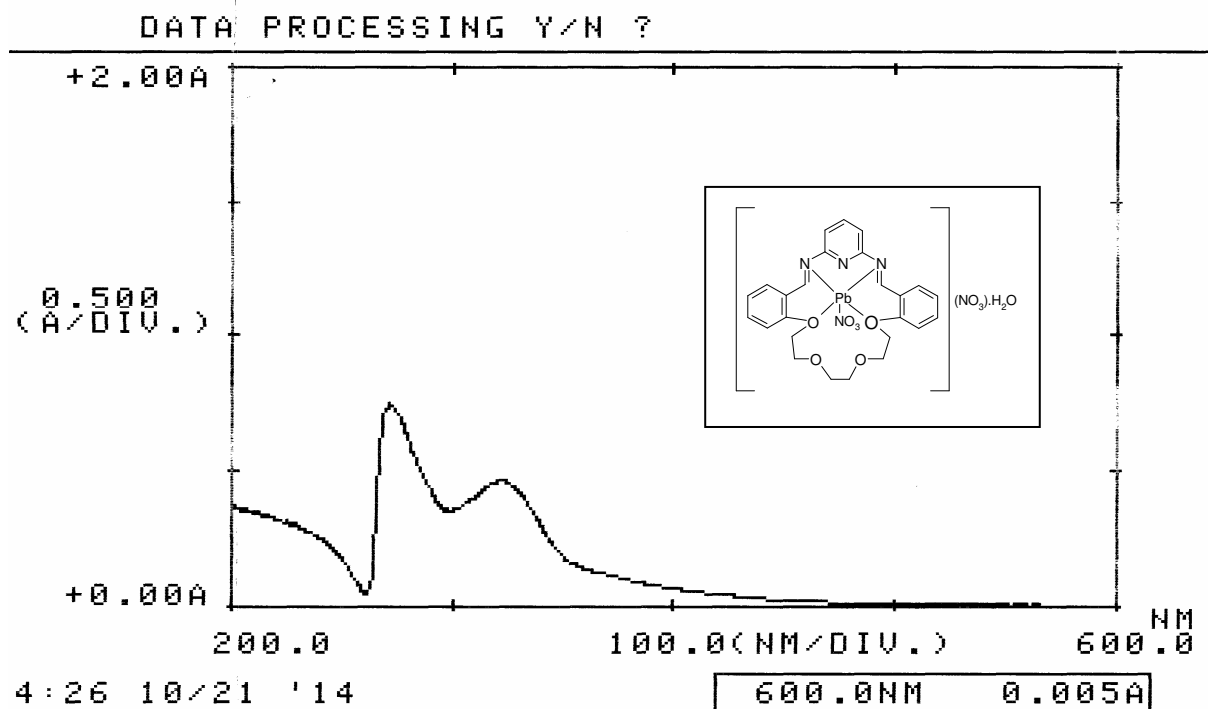
Çizelge 58: $[\text{Pb}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)][(\text{NO}_3)\text{H}_2\text{O}]$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



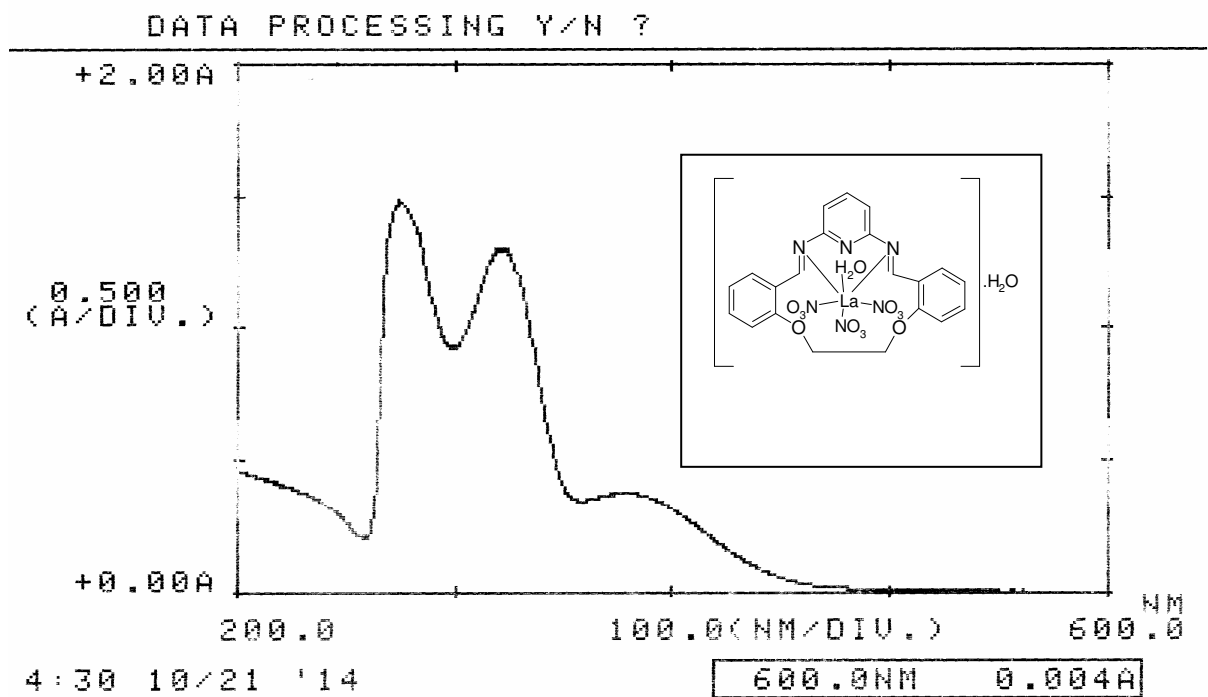
Çizelge 59: $[\text{Pb}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



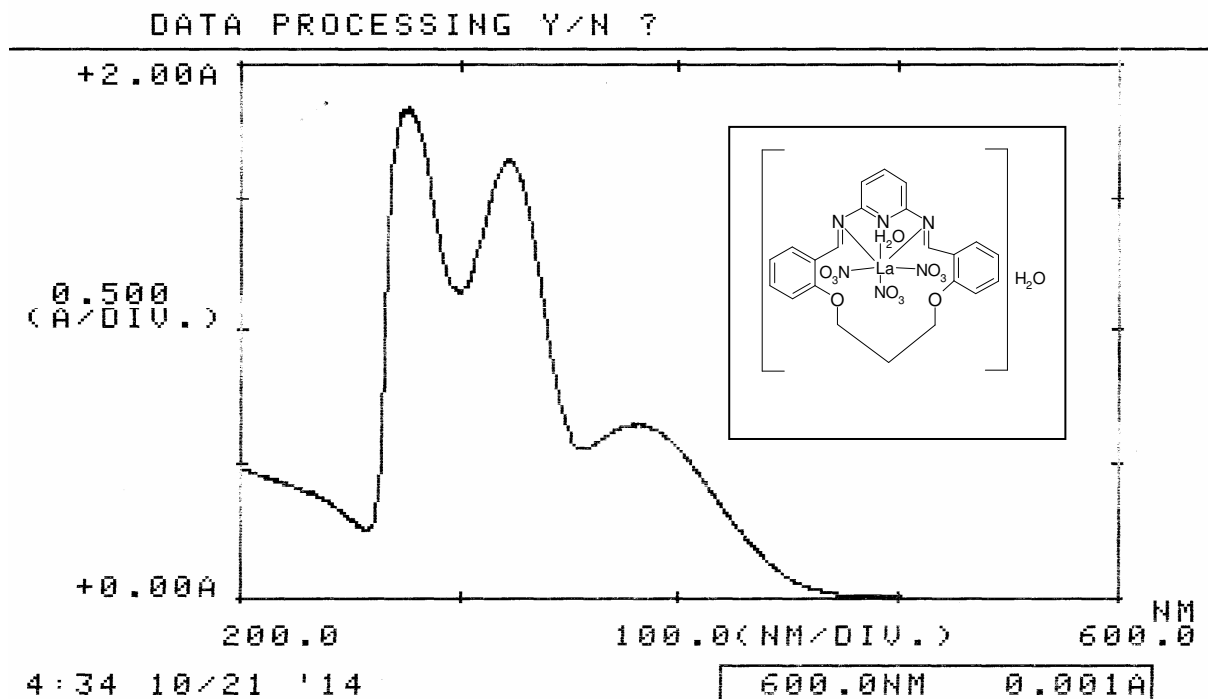
Çizelge 60: $[\text{Pb}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



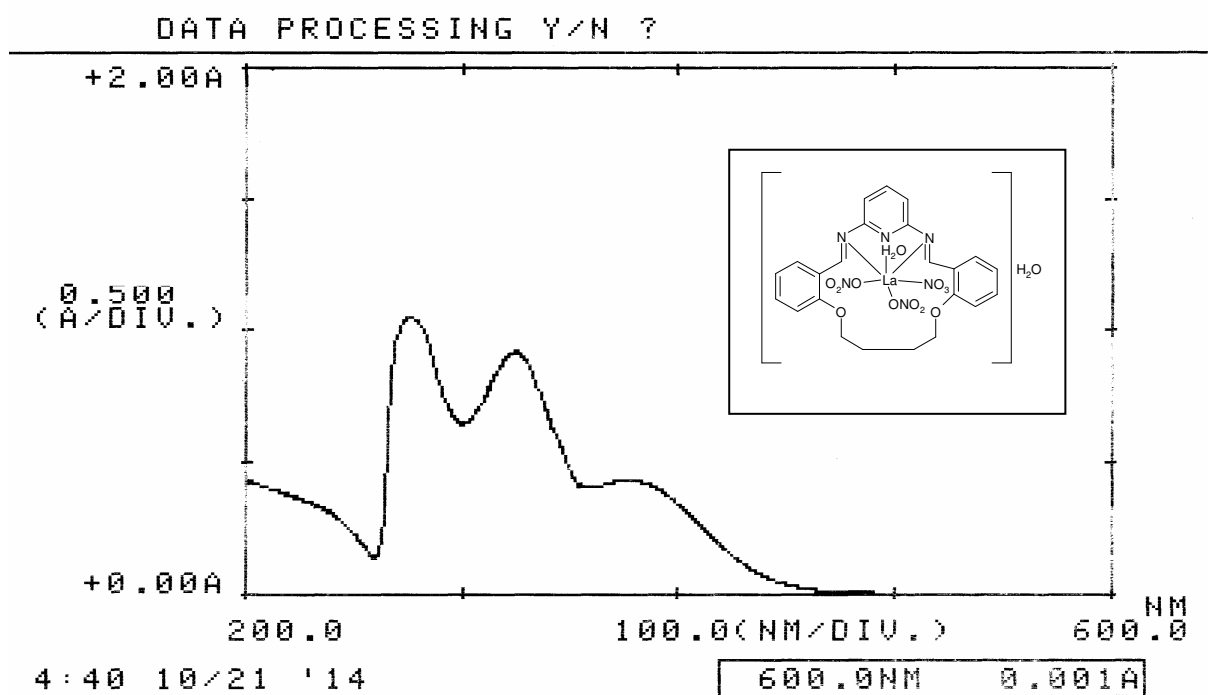
Çizelge 61: $[\text{Pb}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



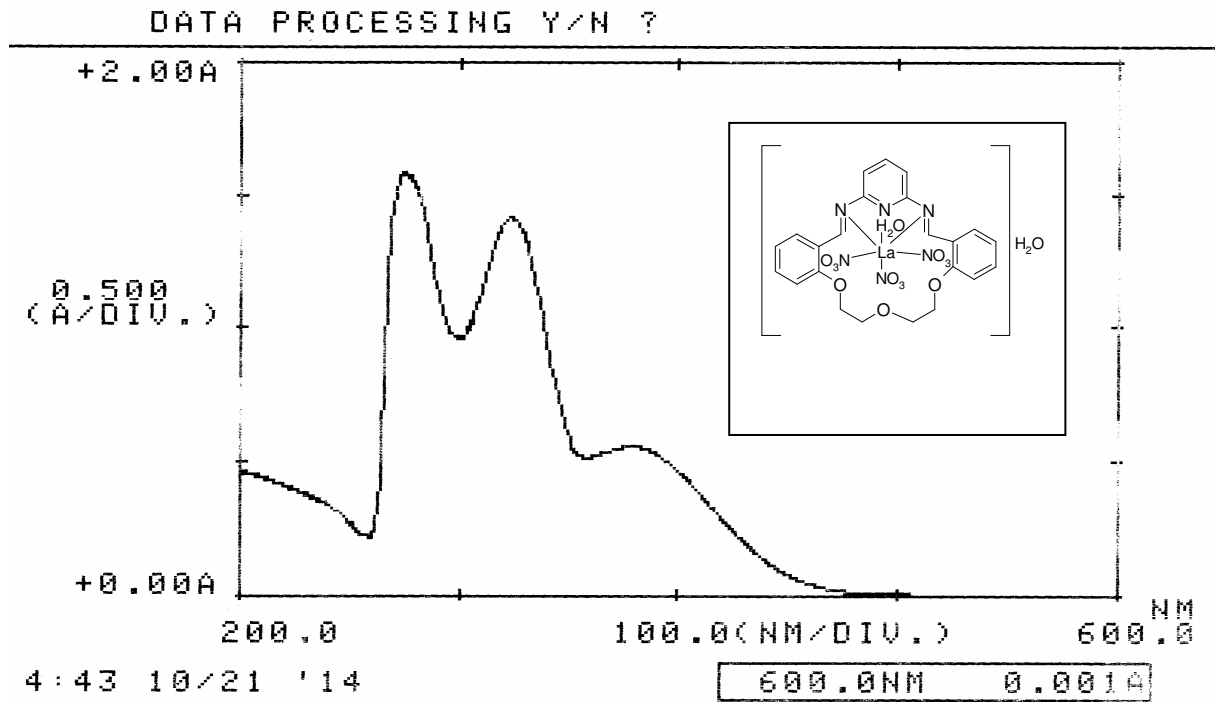
Çizelge 62: $[\text{La}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



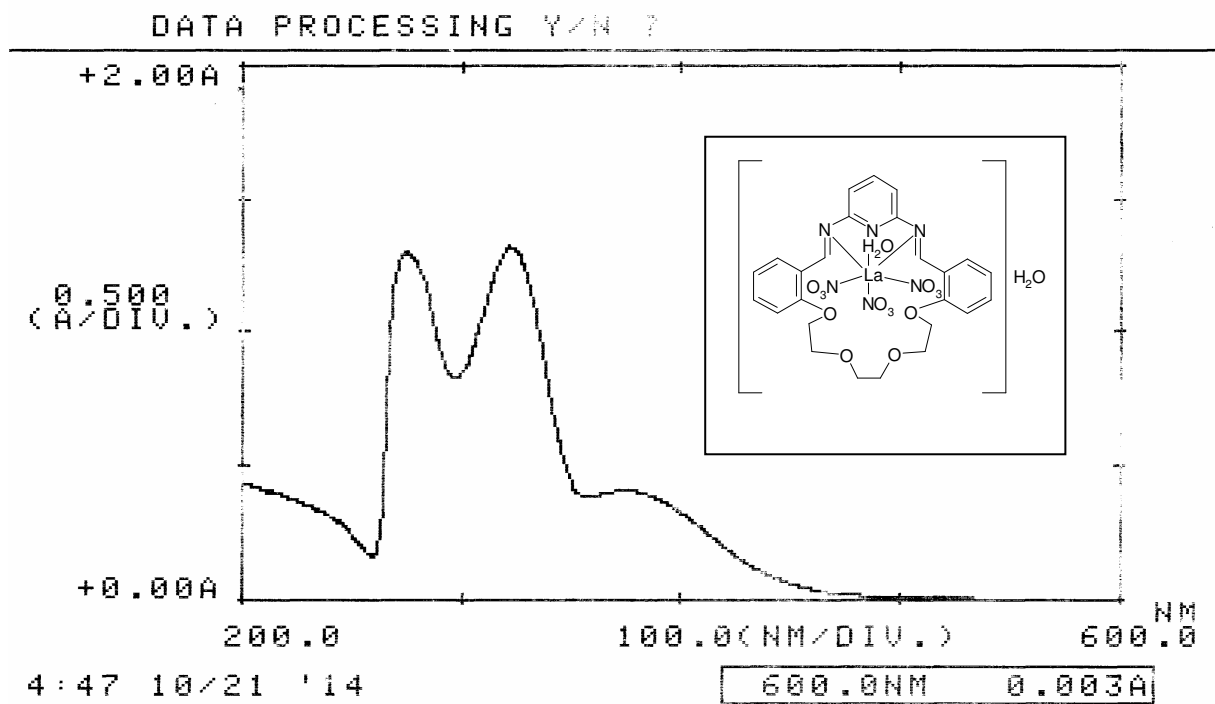
Çizelge 63: $[La(L^2)(NO_3)_3(H_2O)]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



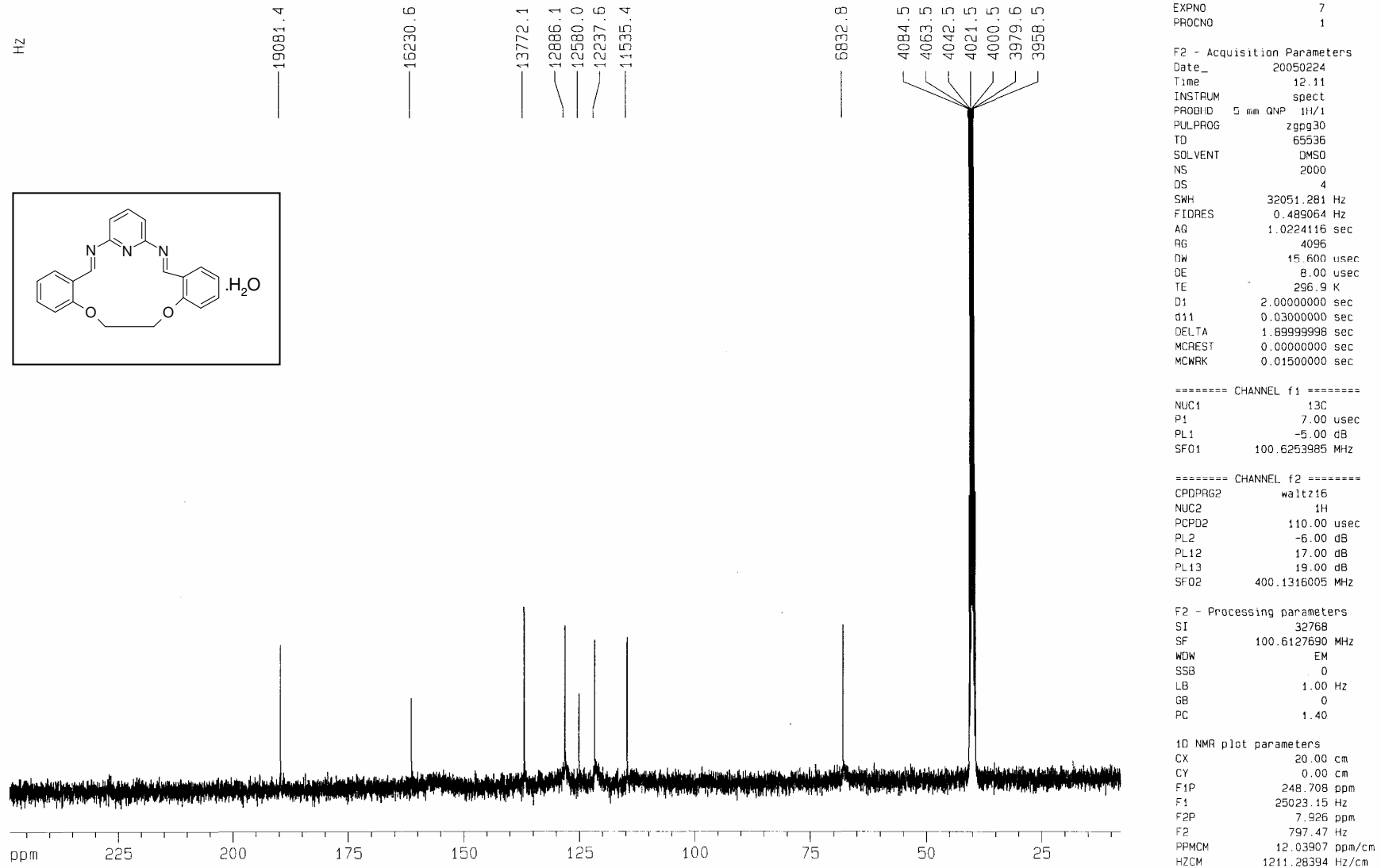
Çizelge 64: $[La(L^3)(NO_3)_3(H_2O)]H_2O$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



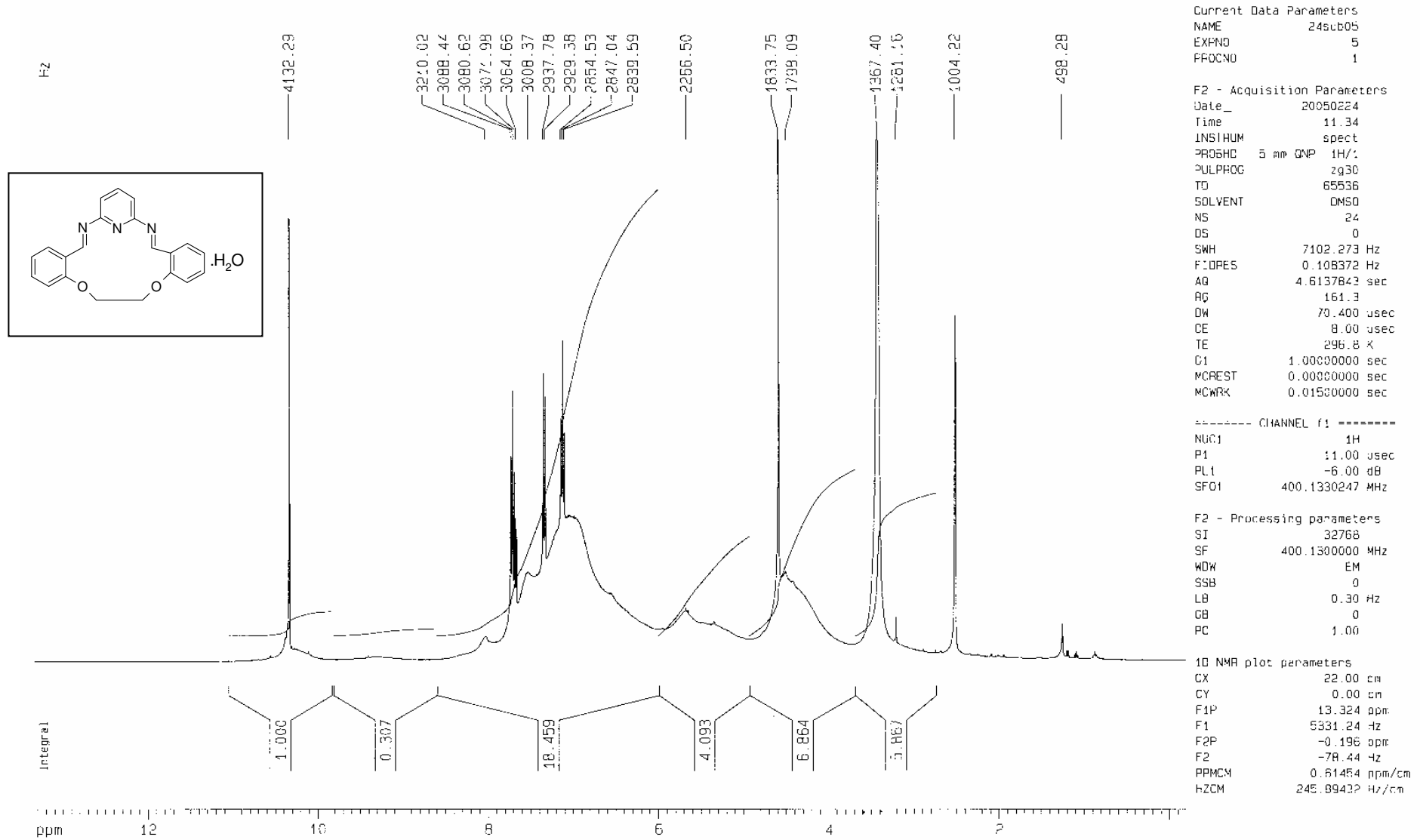
Çizelge 65: $[\text{La}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



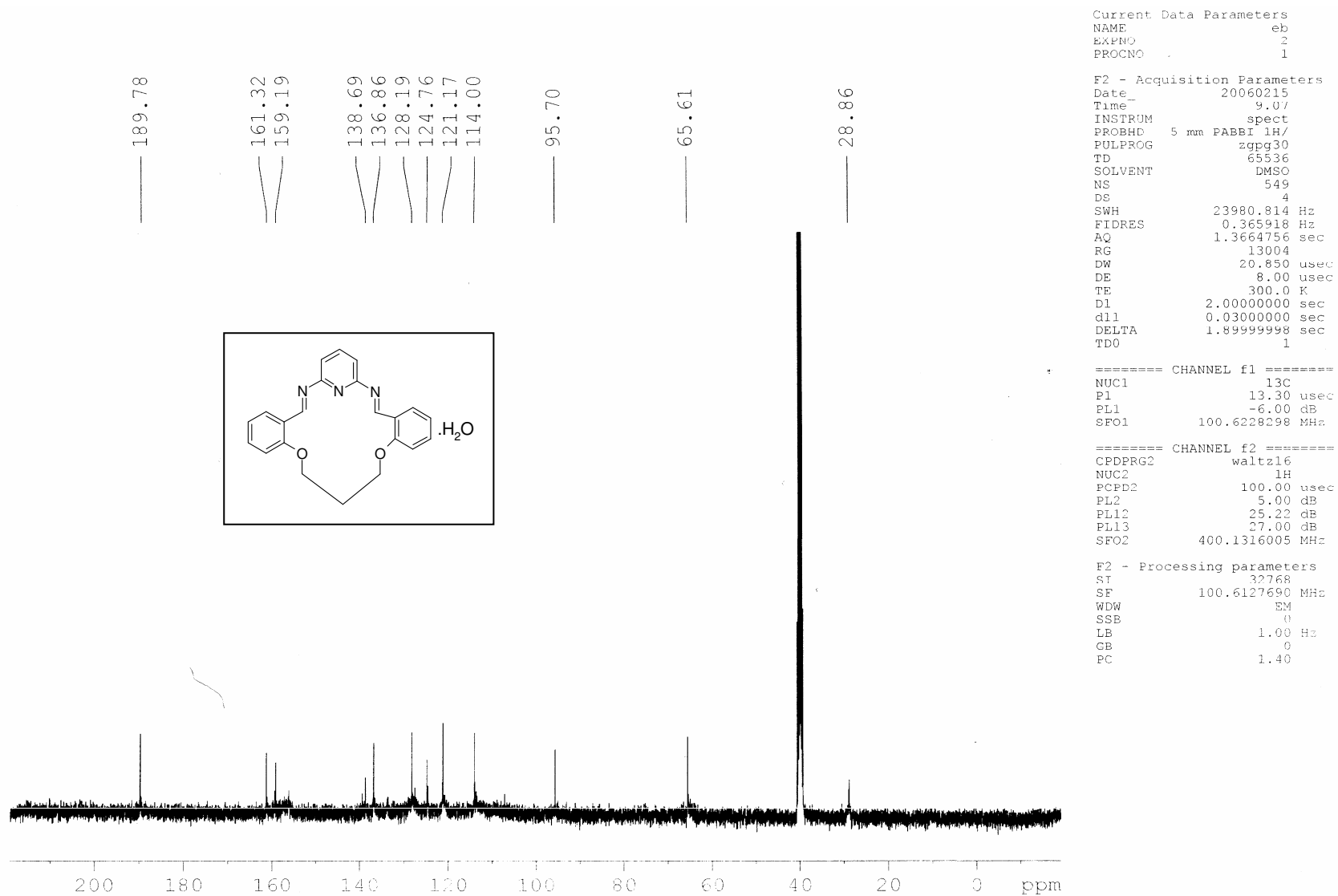
Çizelge 66: $[\text{La}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-vis Spektrumu



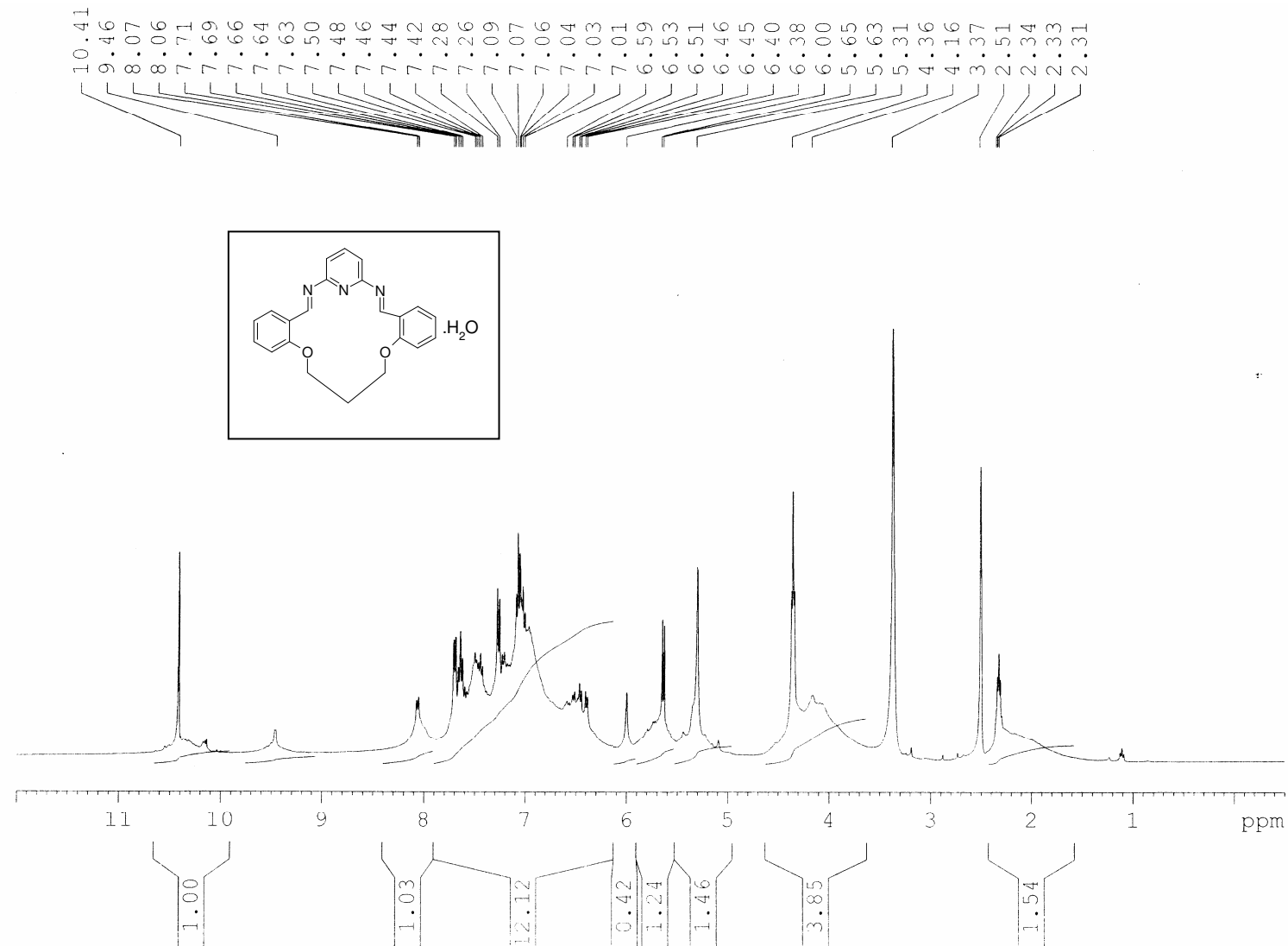
Çizelge 67: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksasiklopentadeka-1,5-dien (L^1) in ^{13}C NMR Spektrumu



Çizelge 68: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksasiklopentadeka-1,5-dien (L^1) in ^1H NMR Spektrumu



Çizelge 69: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:,14,15-tribenzo-9,13-dioksasikloheksadeca-1,5-dien (L^2) in ^{13}C NMR Spektrumu



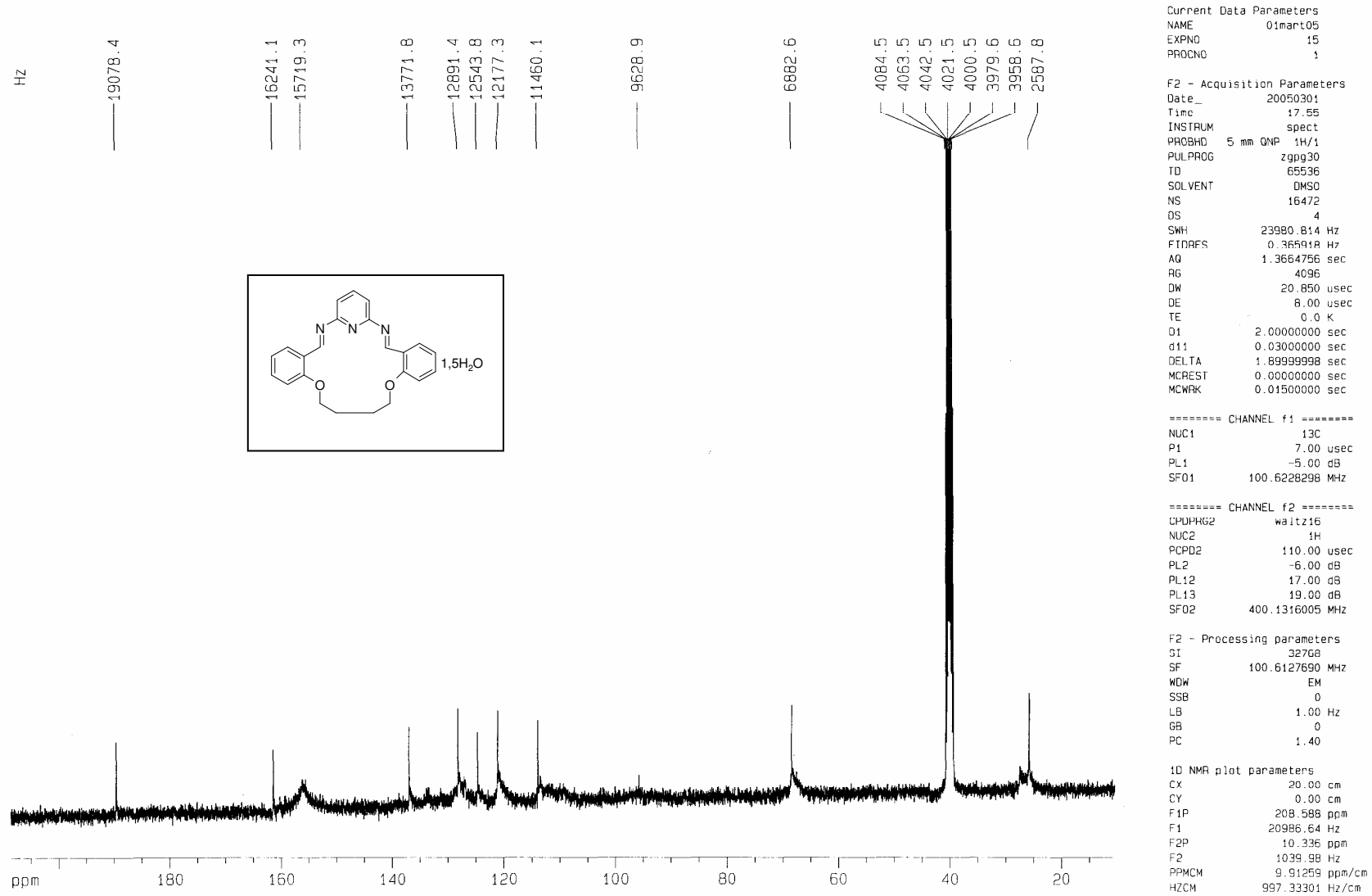
Current Data Parameters
 NAME ec
 EXPNO 3
 PROCNO 1

FD - Acquisition Parameters
 Date_ 20080307
 Time 9.52
 INSTRUM spect
 PROBRD 5 mm BABB1 1H/
 PULPROG zg30
 TD 65536
 SOLVENT DMSO
 NS 16
 DS 2
 SWH 8078.146 Hz
 FIDRES 0.120314 Hz
 AQ 0.3594143 sec
 RG 6.3
 DW 60.400 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.2 K
 D1 1.00000000 sec
 TDO 1

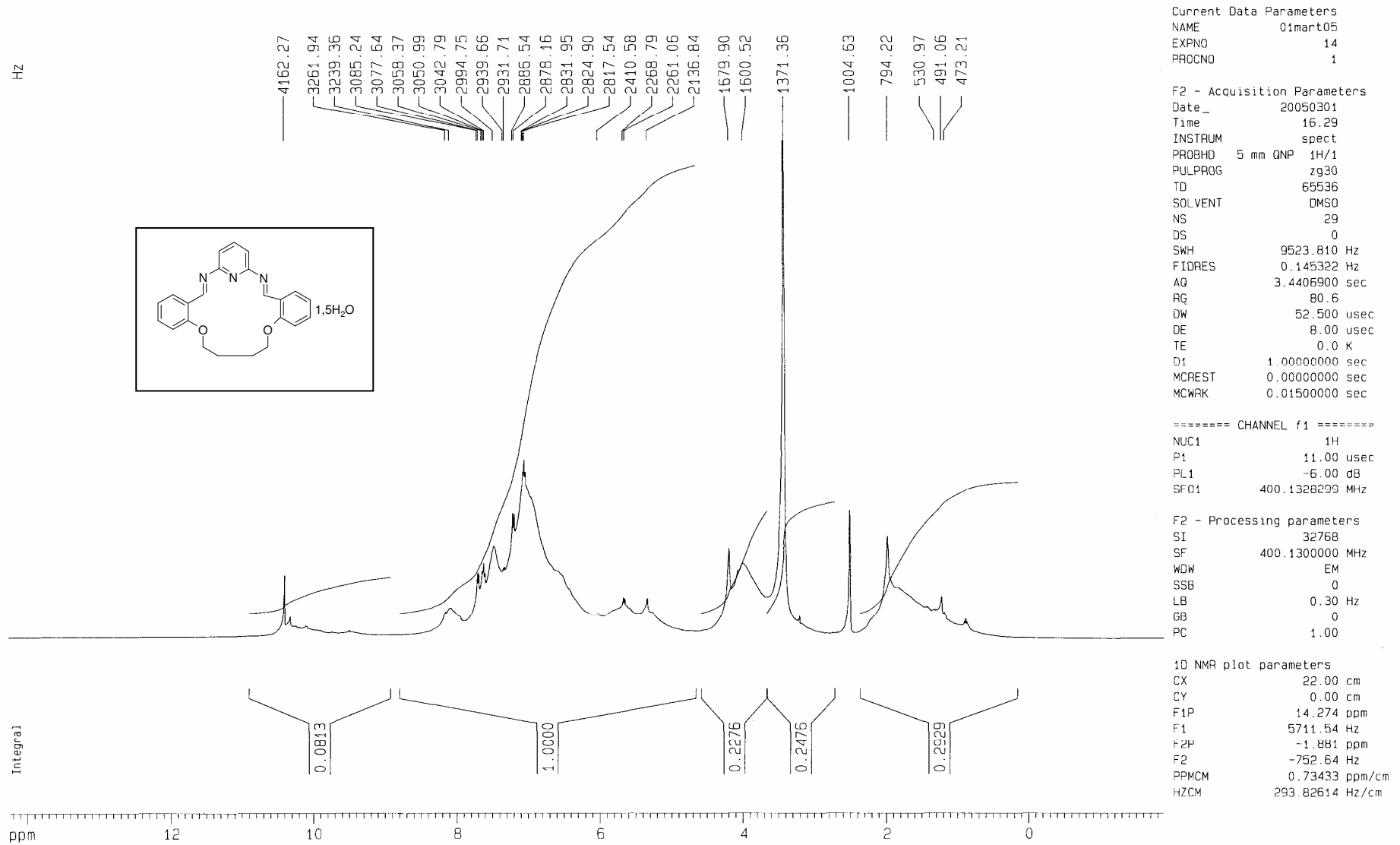
===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 1H
 P1 9.75 usec
 PL1 0.00 dB
 SFO1 400.1304710 MHz

FD - Processing parameters
 SI 32768
 SF 400.1300000 MHz
 MDM 512
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 EC 1.00

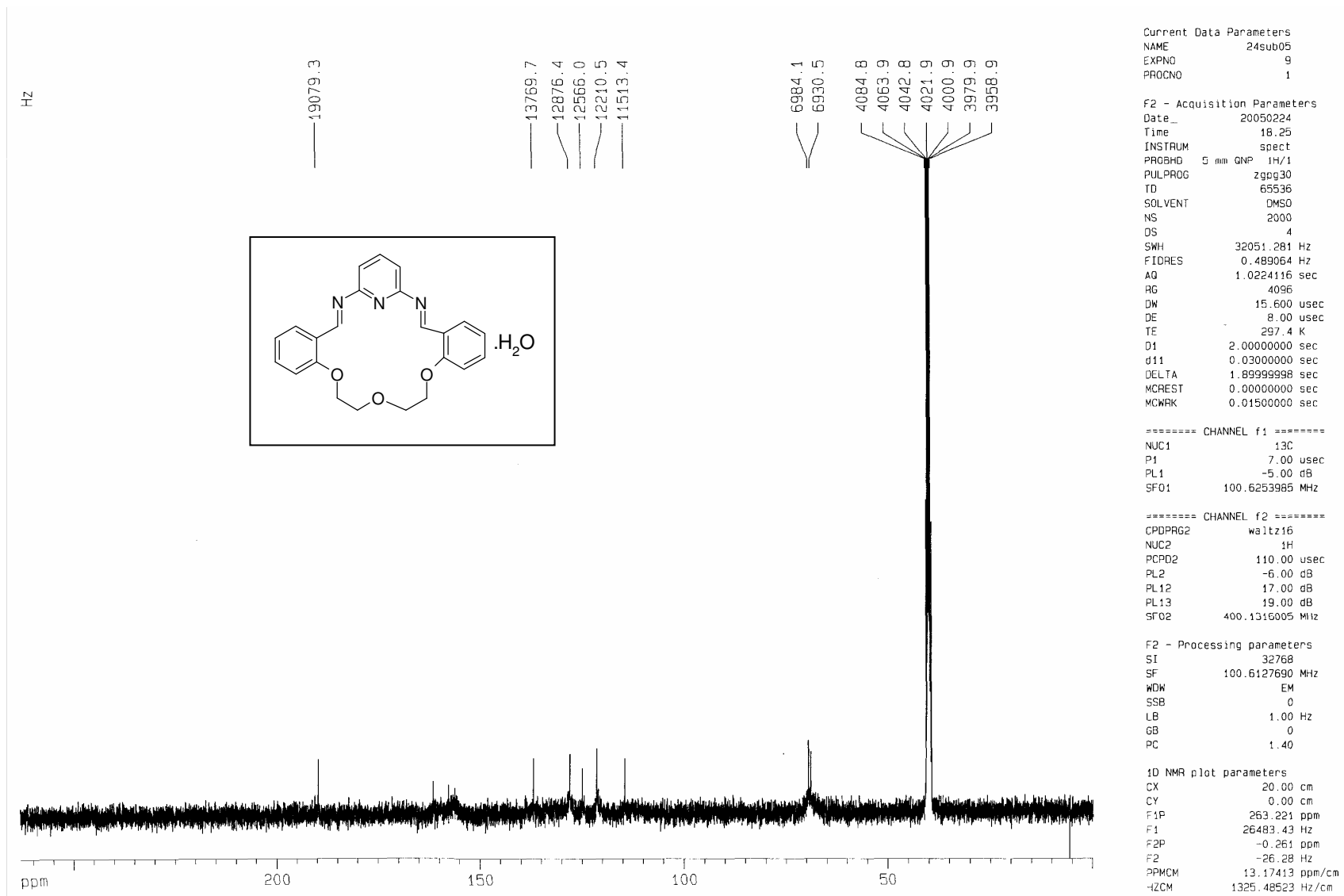
Çizelge 70: 1,3,5-Triaza-2,4,7,8-,14,15-tribenzo-9,13-dioksasikloheksadeca-1,5-dien (L²) in ¹H NMR Spektrumu



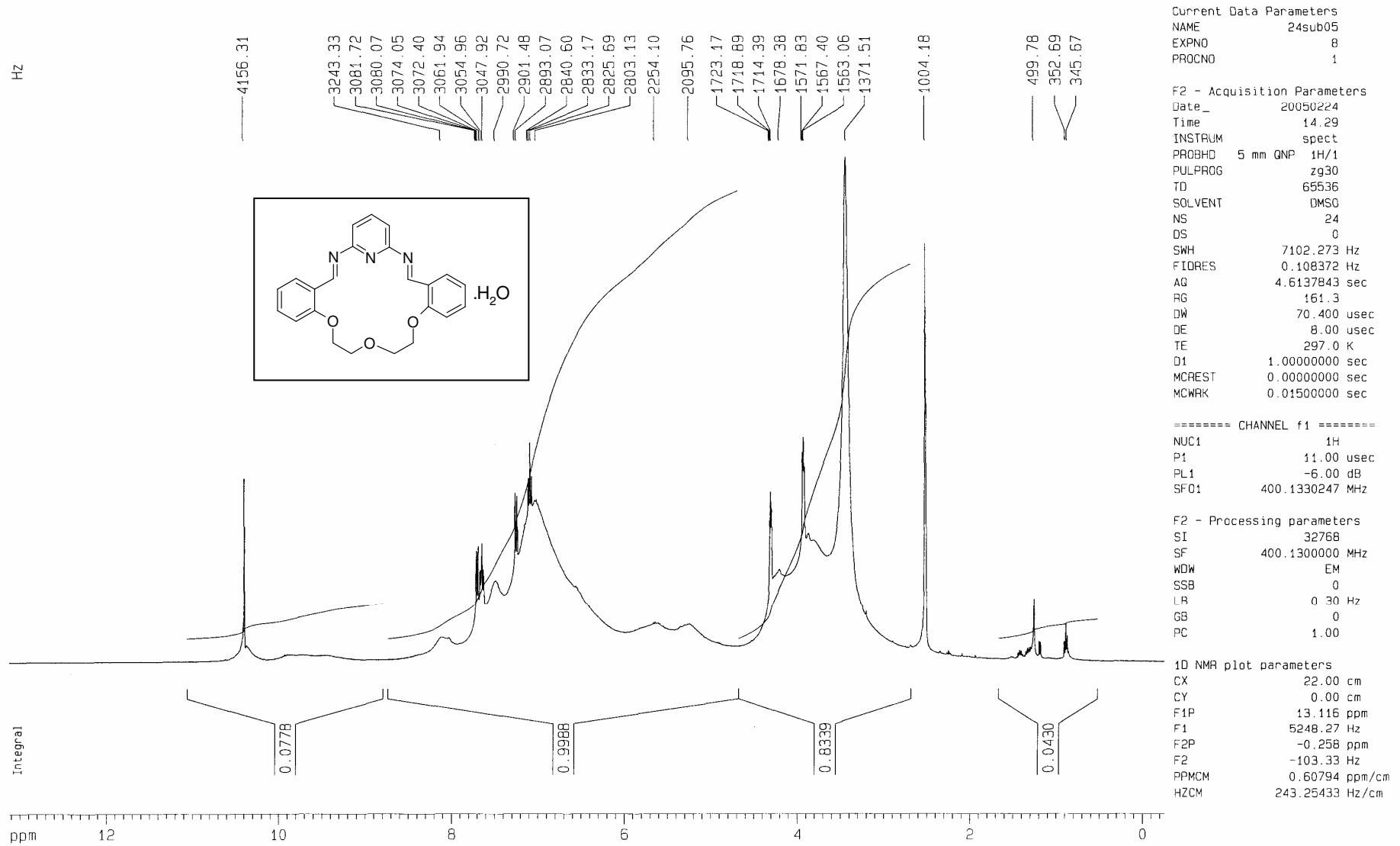
Çizelge 71: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksasikloheptadeka-1,5-dien (L^3) in ^{13}C NMR Spektrumu



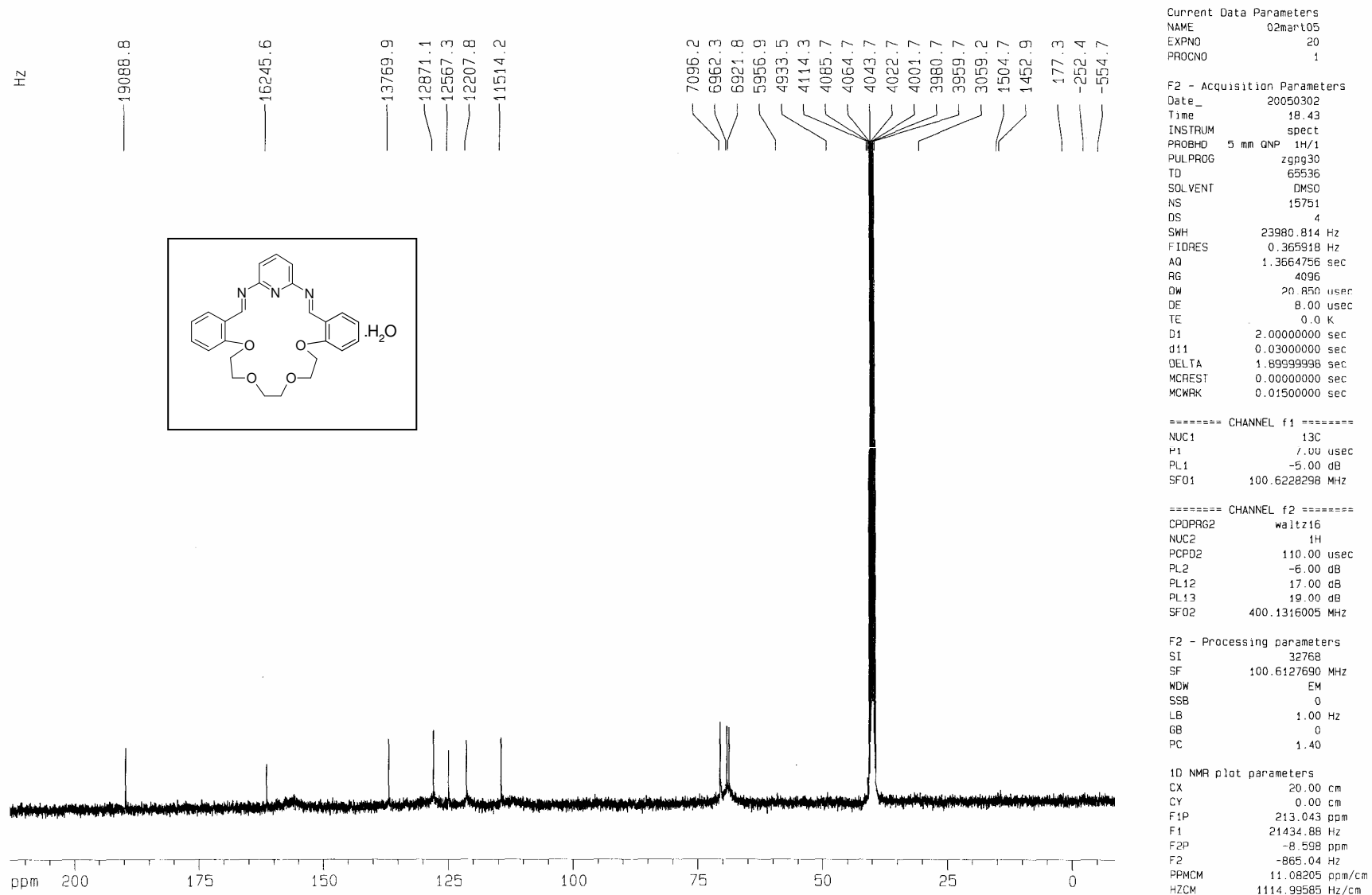
Çizelge 72: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksasikloheptadeka-1,5-dien (L^3) in ^1H NMR Spektrumu



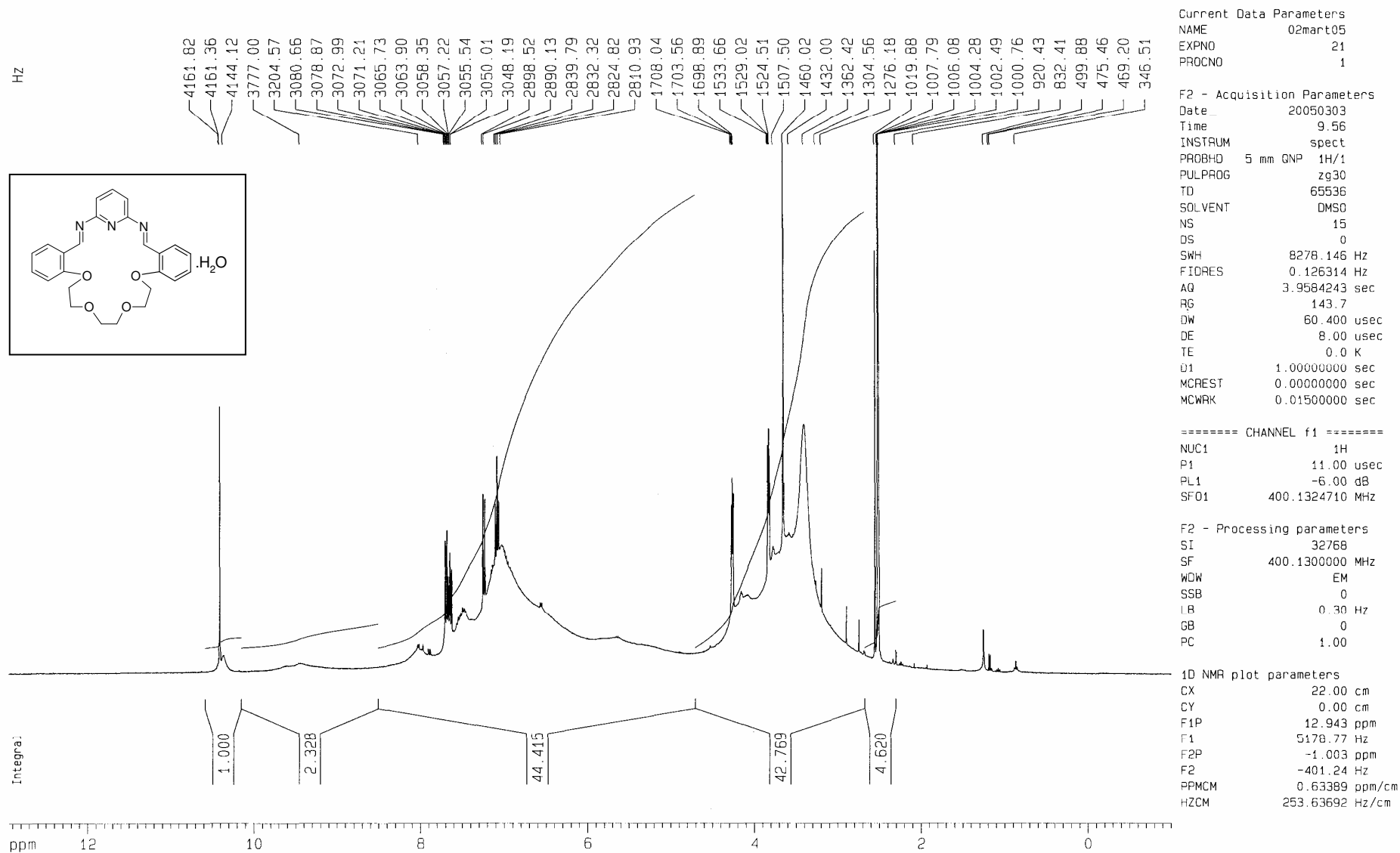
Çizelge 73: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien (L^4) in ^{13}C NMR Spektrumu



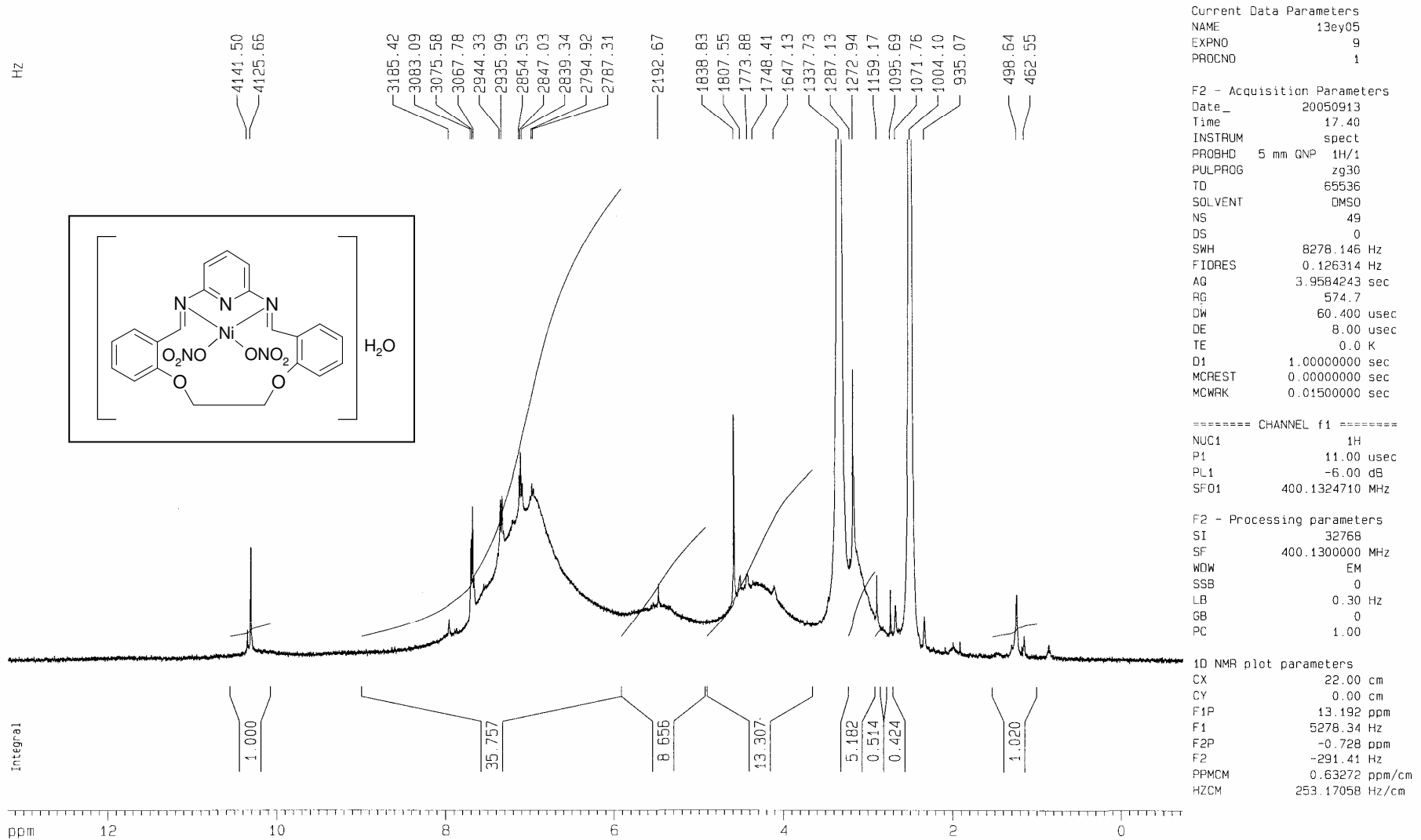
Çizelge 74: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien (L^4) in ^1H NMR Spektrumu



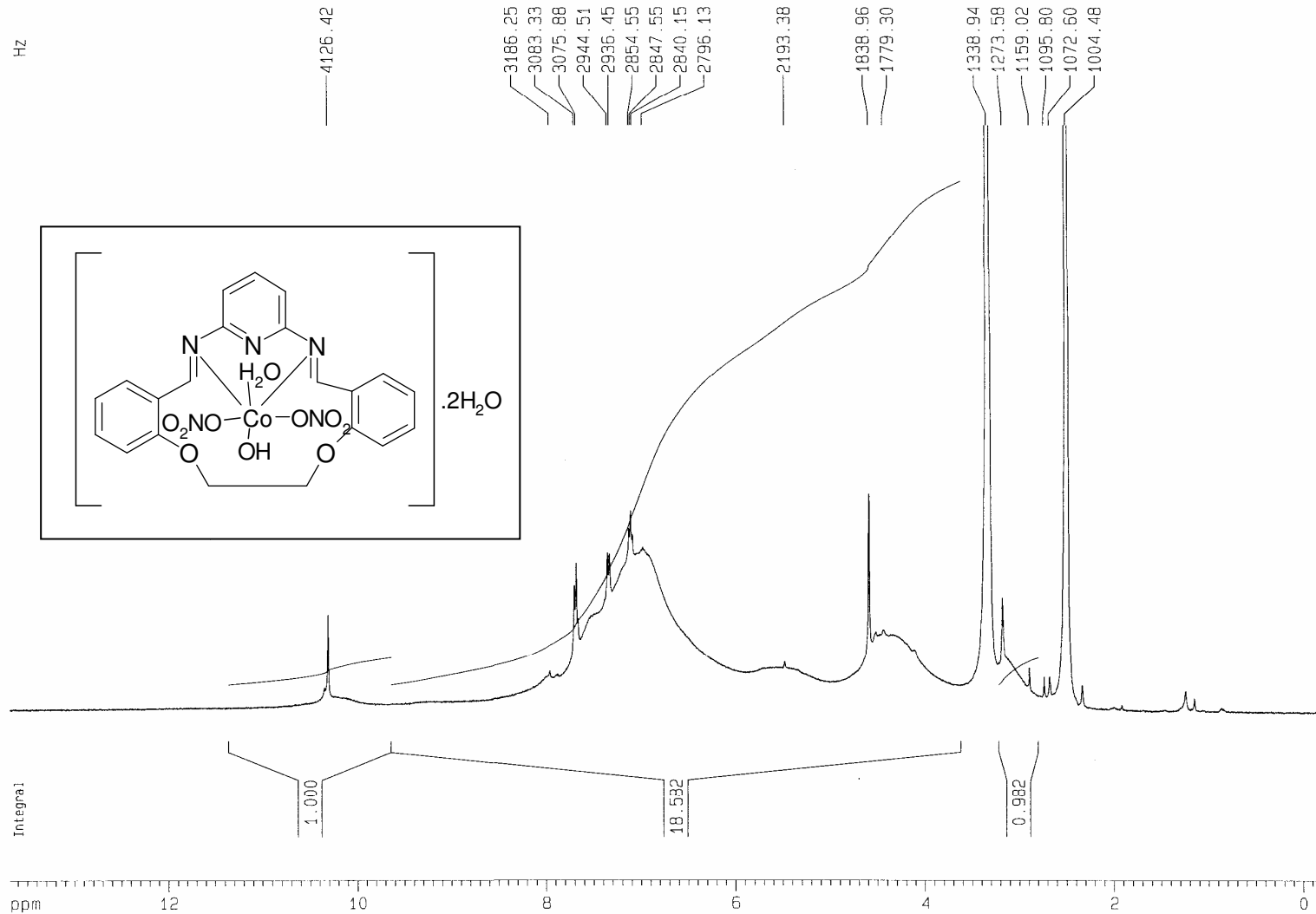
Çizelge 75: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksasiklounkosa-1,5-dien (L⁵) in ¹³C NMR Spektrumu



Çizelge 76: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksasiklounkosa-1,5-dien (L⁵) in ¹H NMR Spektrumu



Çizelge 77: $[\text{Ni}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu



Current Data Parameters
 NAME 13ey05
 EXPNO 4
 PROCNO 1

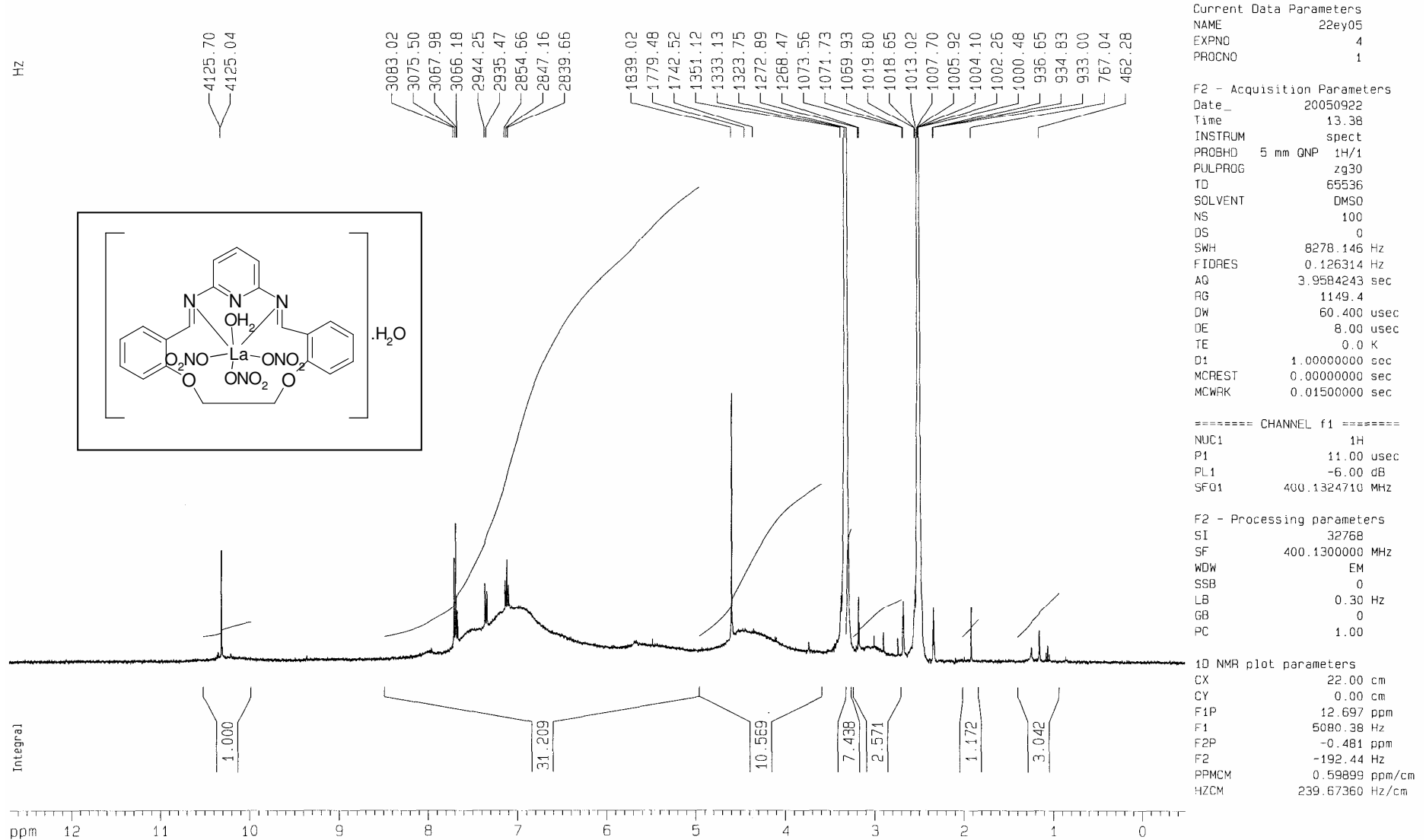
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20050913
 Time 15.19
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm QNP 1H/1
 PULPROG zg30
 TD 65536
 SOLVENT DMSO
 NS 197
 DS 0
 SWH 8278.146 Hz
 FIDRES 0.126314 Hz
 AQ 3.9584243 sec
 RG 724.1
 DW 60.400 usec
 DE 8.00 usec
 TE 0.0 K
 D1 1.00000000 sec
 MCREST 0.00000000 sec
 MCWRK 0.01500000 sec

==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 1H
 P1 11.00 usec
 PL1 -6.00 dB
 SFO1 400.1324710 MHz

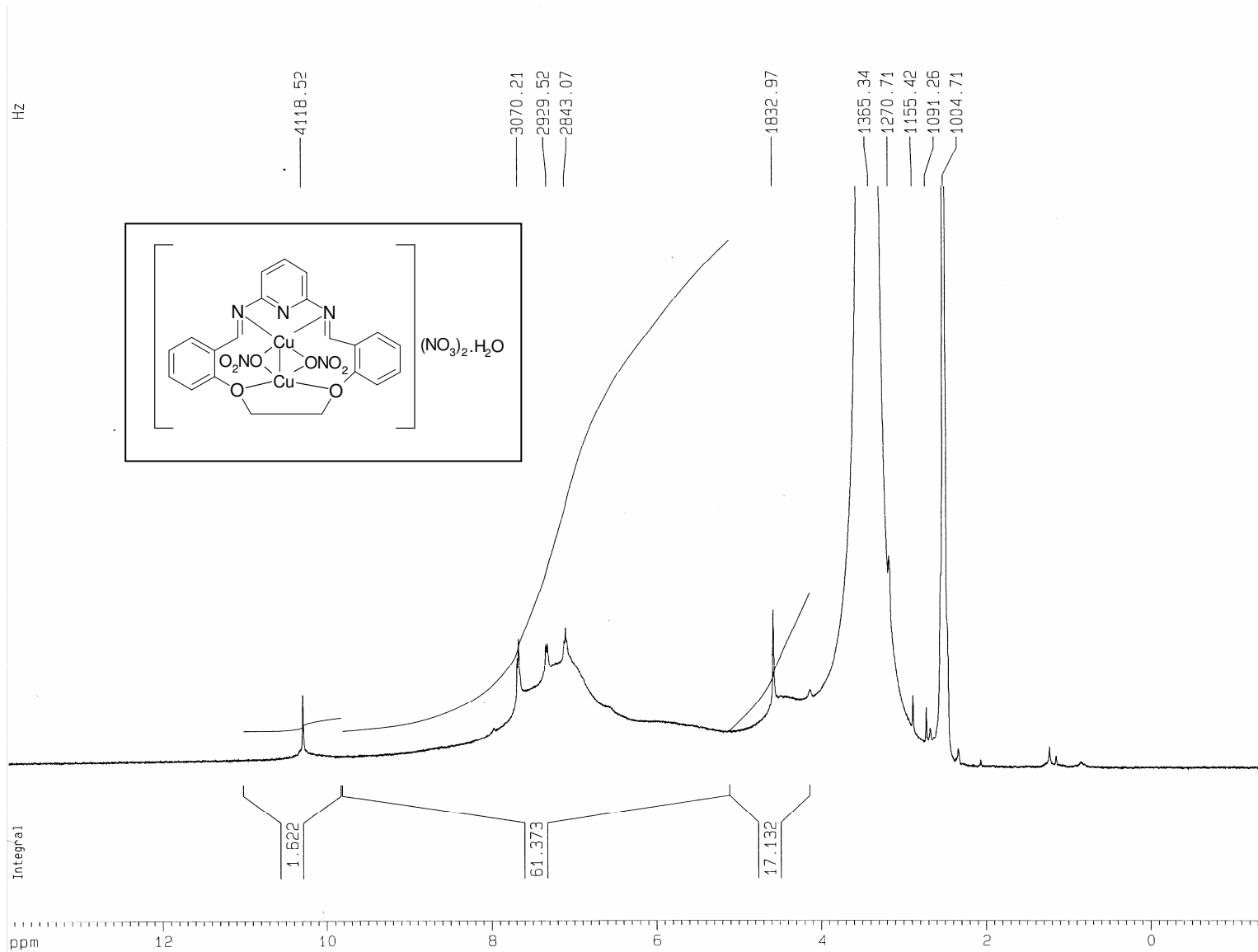
F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 400.1300000 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

1D NMR plot parameters
 CX 22.00 cm
 CY 0.00 cm
 F1P 13.686 ppm
 F1 5476.29 Hz
 F2P -0.279 ppm
 F2 -111.45 Hz
 PPMCM 0.63477 ppm/cm
 HZCM 253.98856 Hz/cm

Çizelge 78: $[Co(L)(NO_3)_2(OH)H_2O].2H_2O$ Kompleksinin 1H NMR Spektrumu



Çizelge 79: $[\text{La}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu



Current Data Parameters
 NAME 20ey05
 EXPNO 3
 PROCNO 1

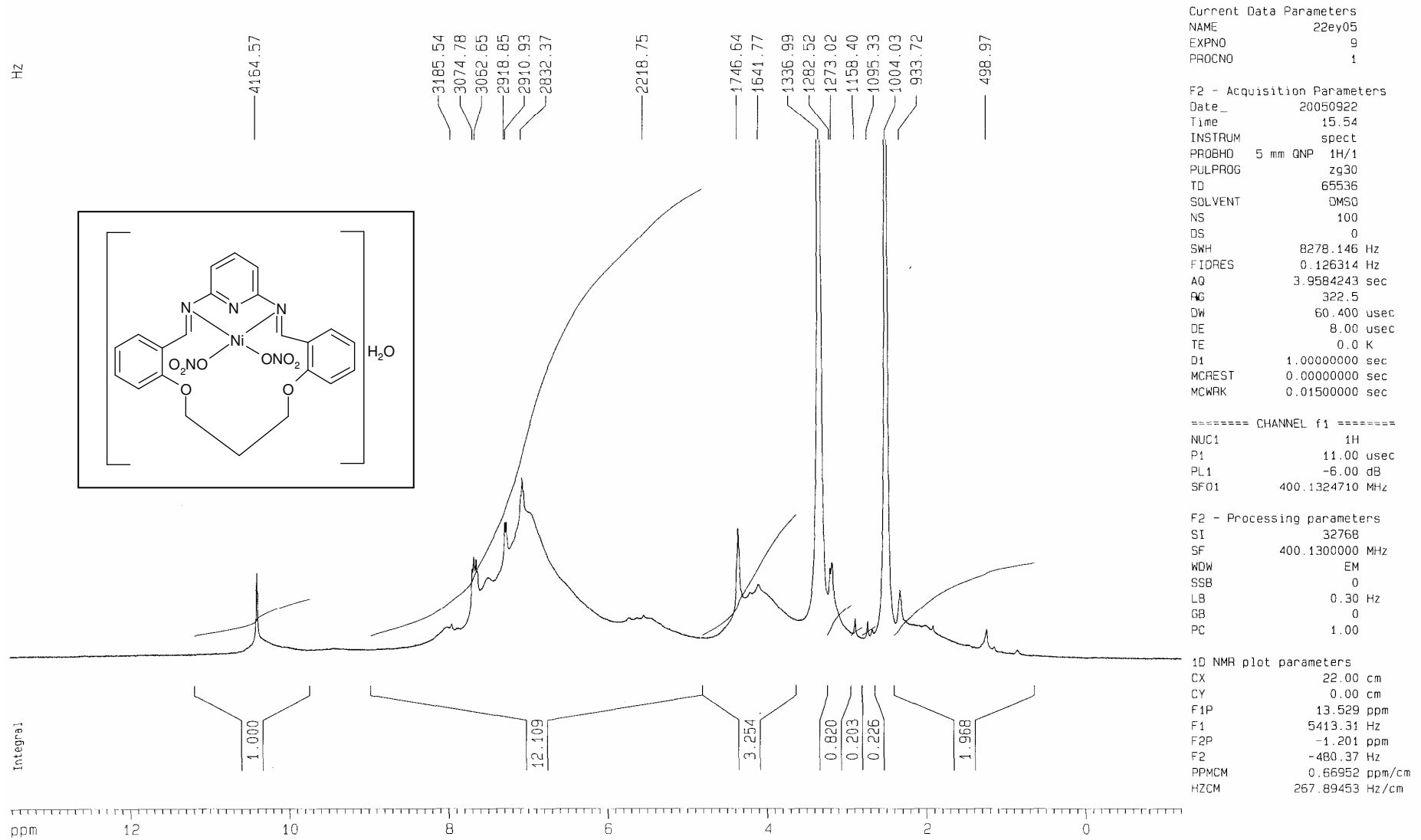
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20050920
 Time 15.37
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm QNP 1H/1
 PULPROG zg30
 TD 65536
 SOLVENT DMSO
 NS 68
 DS 0
 SWH 8278.146 Hz
 FIDRES 0.126314 Hz
 AQ 3.9584243 sec
 RG 256
 DW 60.400 usec
 DE 8.00 usec
 TE 0.0 K
 D1 1.0000000 sec
 MCREST 0.0000000 sec
 MCWRK 0.0150000 sec

===== CHANNEL f1 =====
 NUIC1 1H
 P1 11.00 usec
 PL1 -6.00 dB
 SF01 400.1324710 MHz

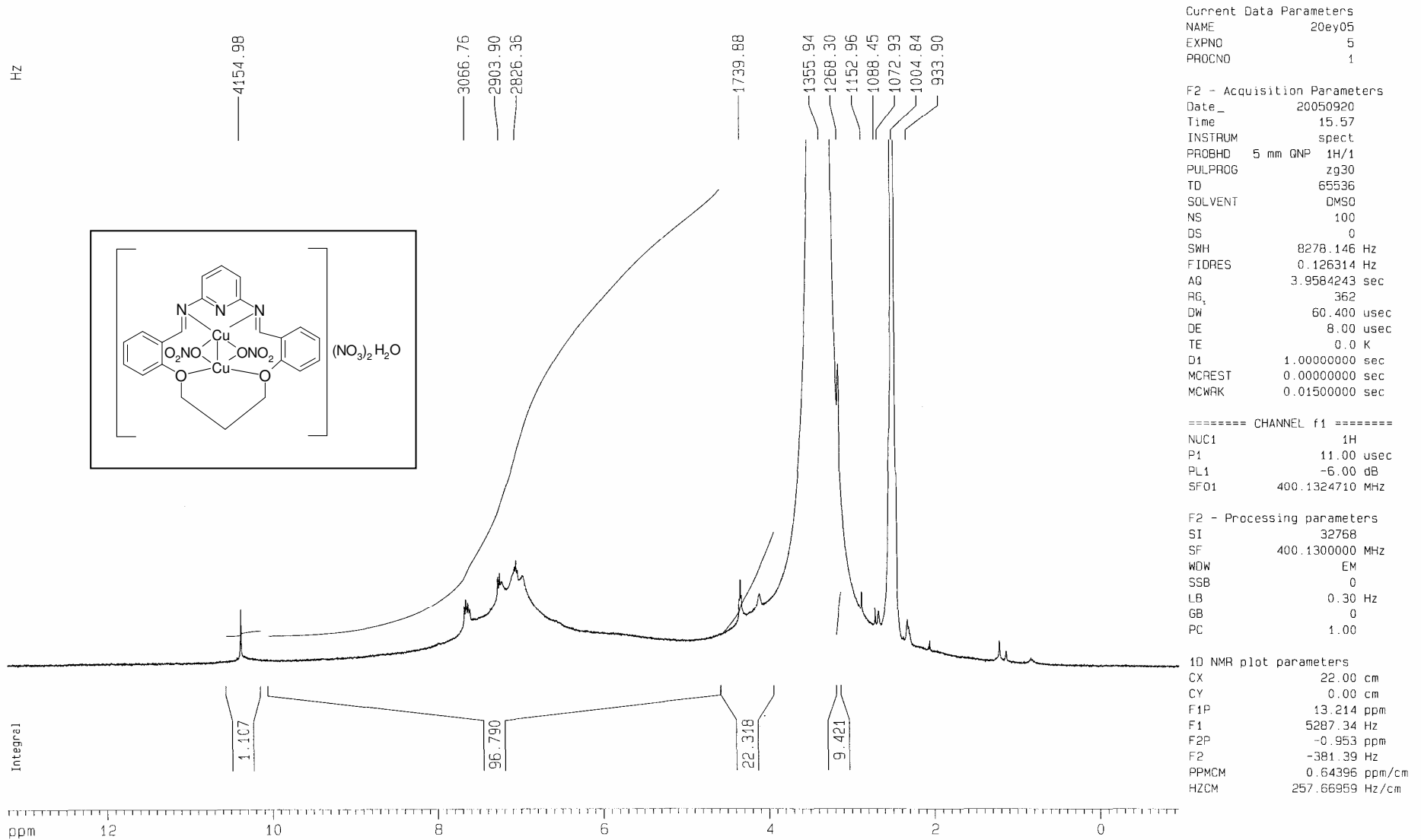
F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 400.1300000 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

1D NMR plot parameters
 CX 22.00 cm
 CY 0.00 cm
 F1P 13.866 ppm
 F1 5548.28 Hz
 F2P -1.403 ppm
 F2 -561.35 Hz
 PPMCM 0.69405 ppm/cm
 HZCM 277.71054 Hz/cm

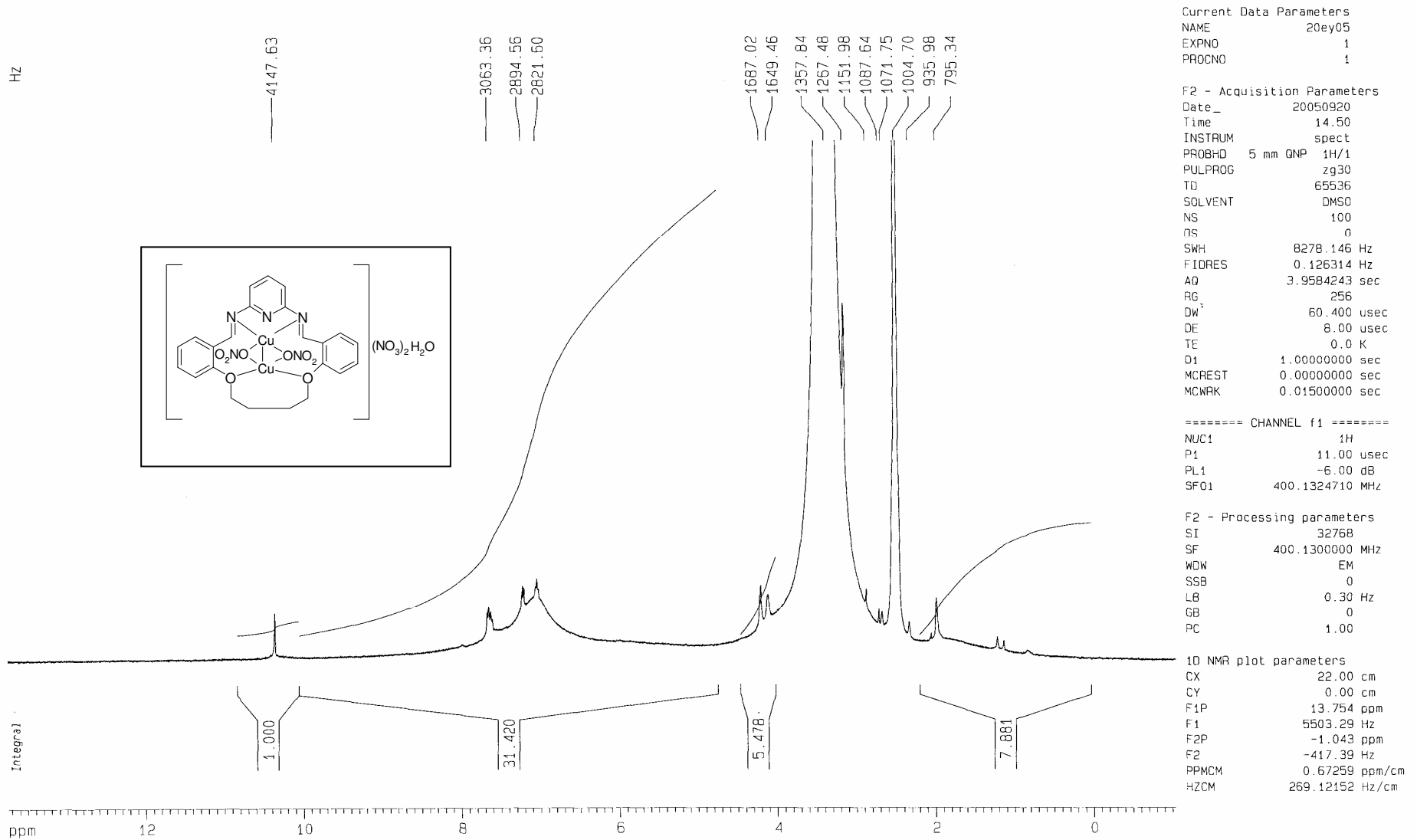
Çizelge 80: $[\text{Cu}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu



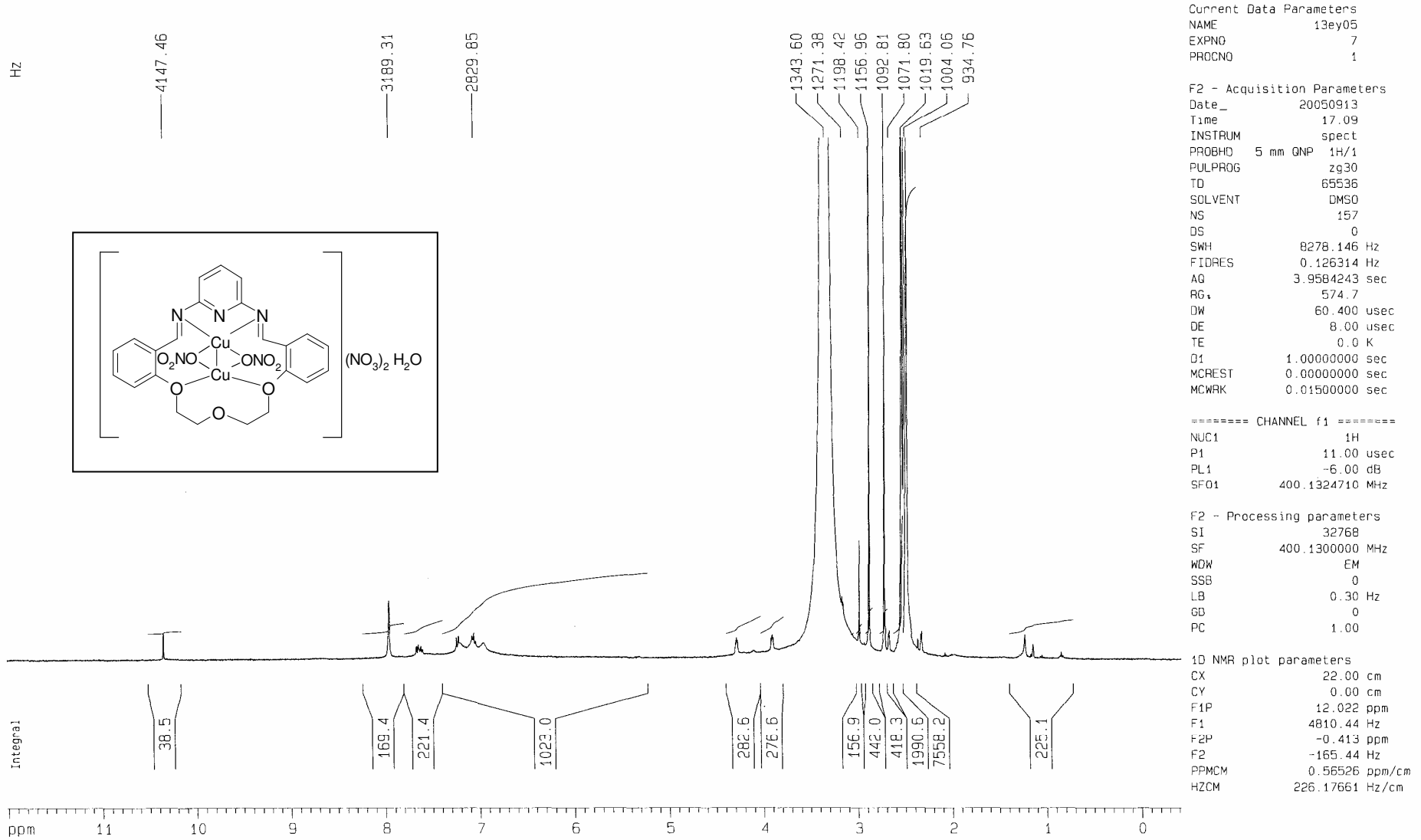
Çizelge 81: $[\text{Ni}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu



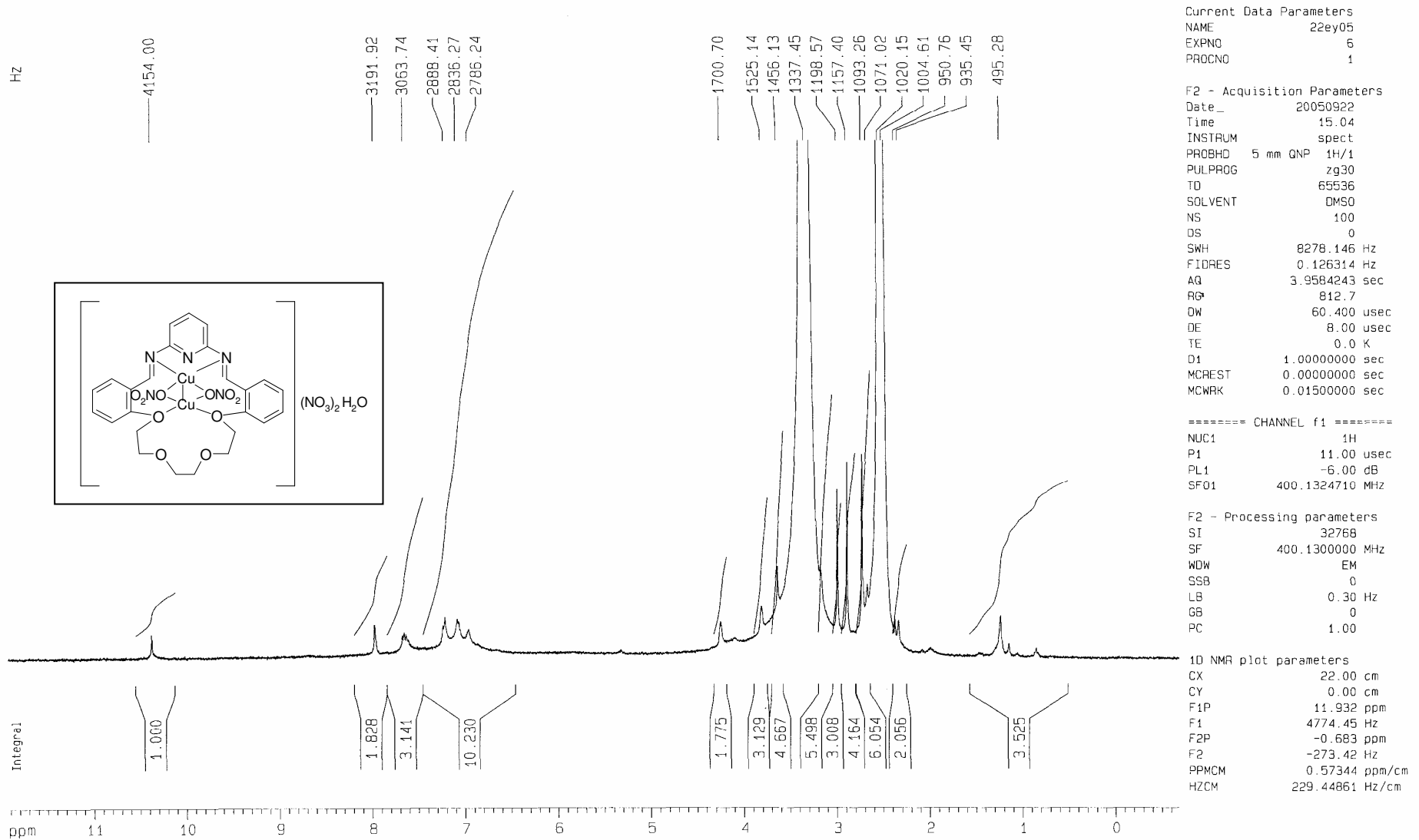
Çizelge 82: $[\text{Cu}_2(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu



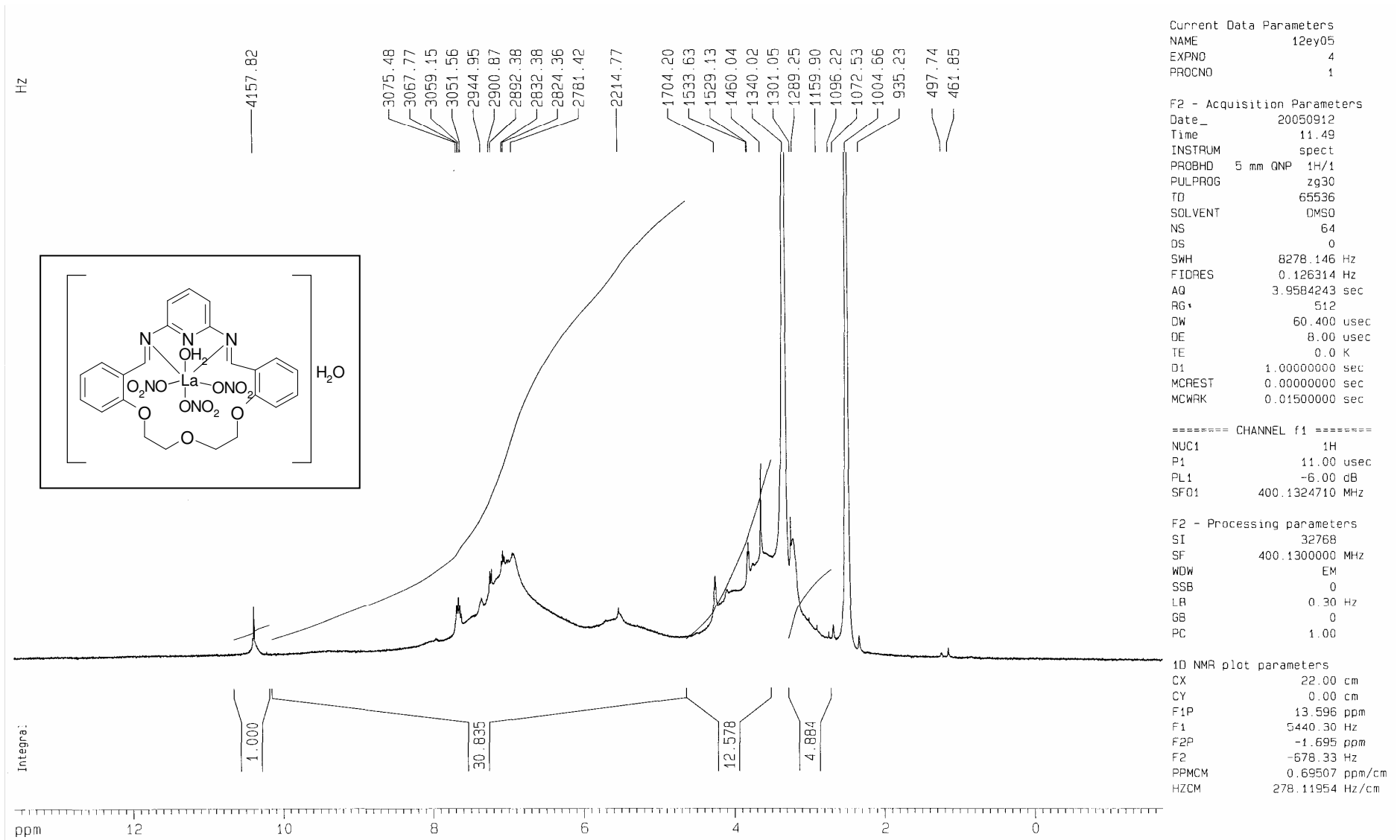
Çizelge 83: $[Cu_2(L^3)(NO_3)_2][NO_3]_2 \cdot H_2O$ Kompleksinin 1H NMR Spektrumu



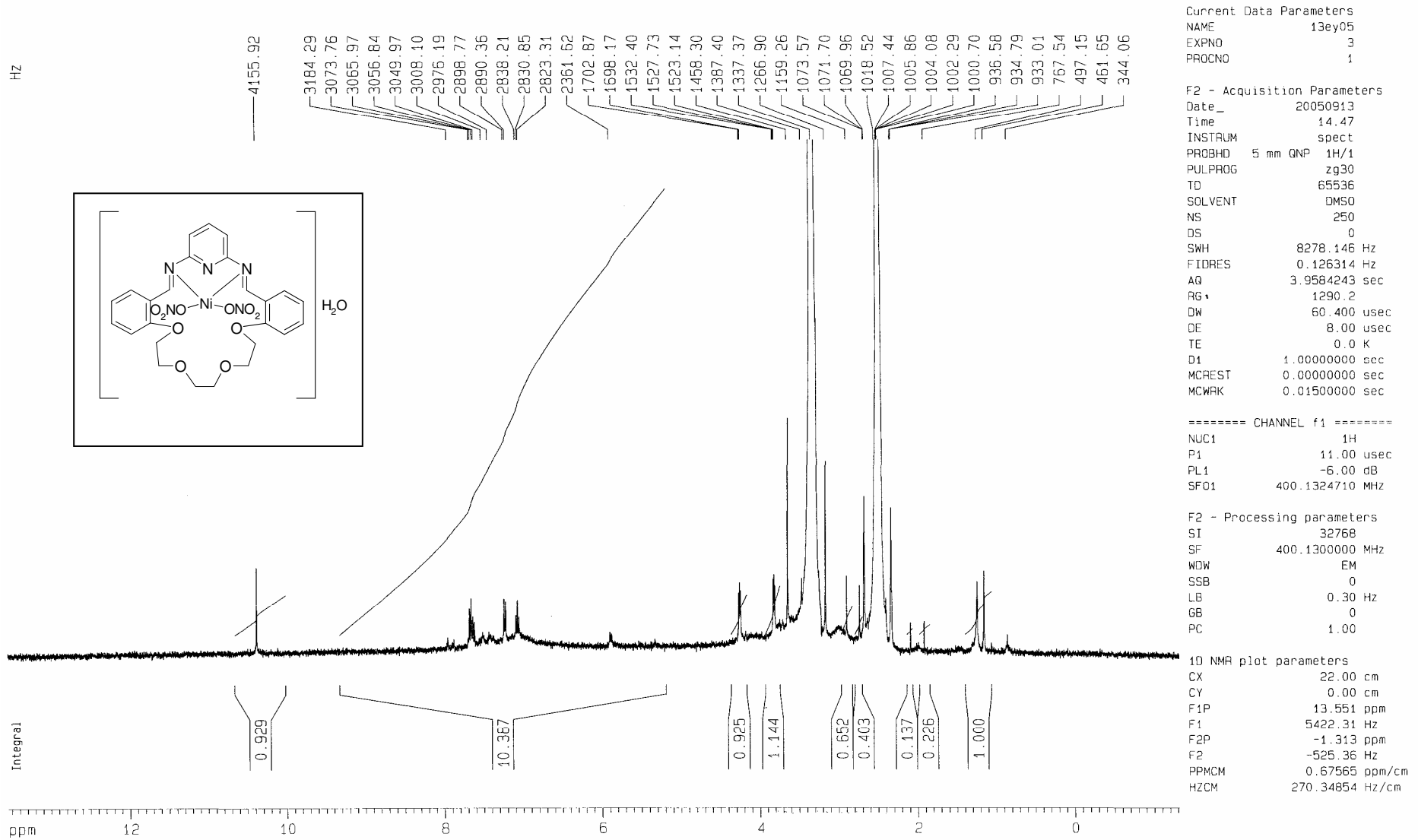
Çizelge 84: [Cu₂(L⁴)(NO₃)₂].[NO₃]₂.H₂O Kompleksinin ¹H NMR Spektrumu



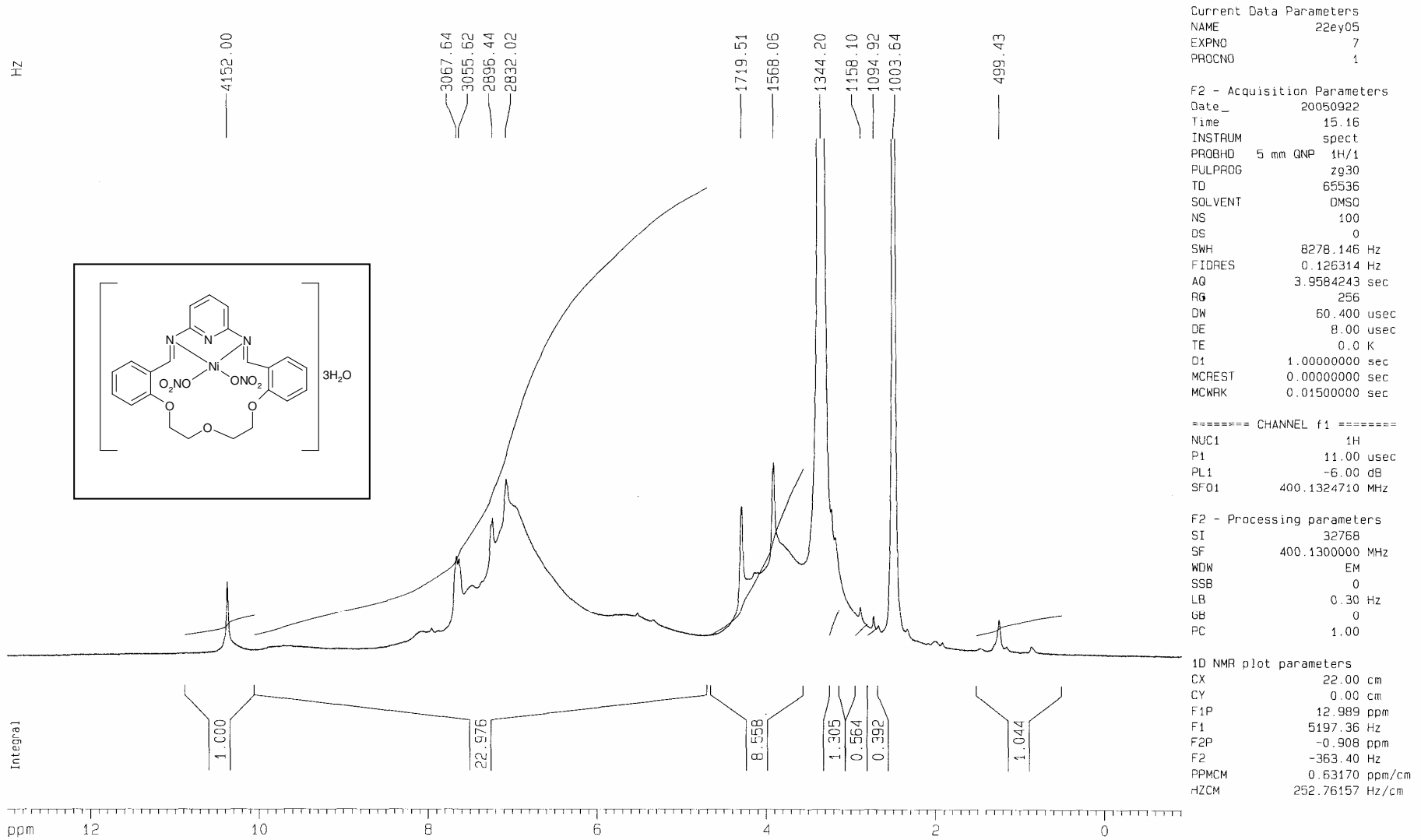
Çizelge 85: $[\text{Cu}_2(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu



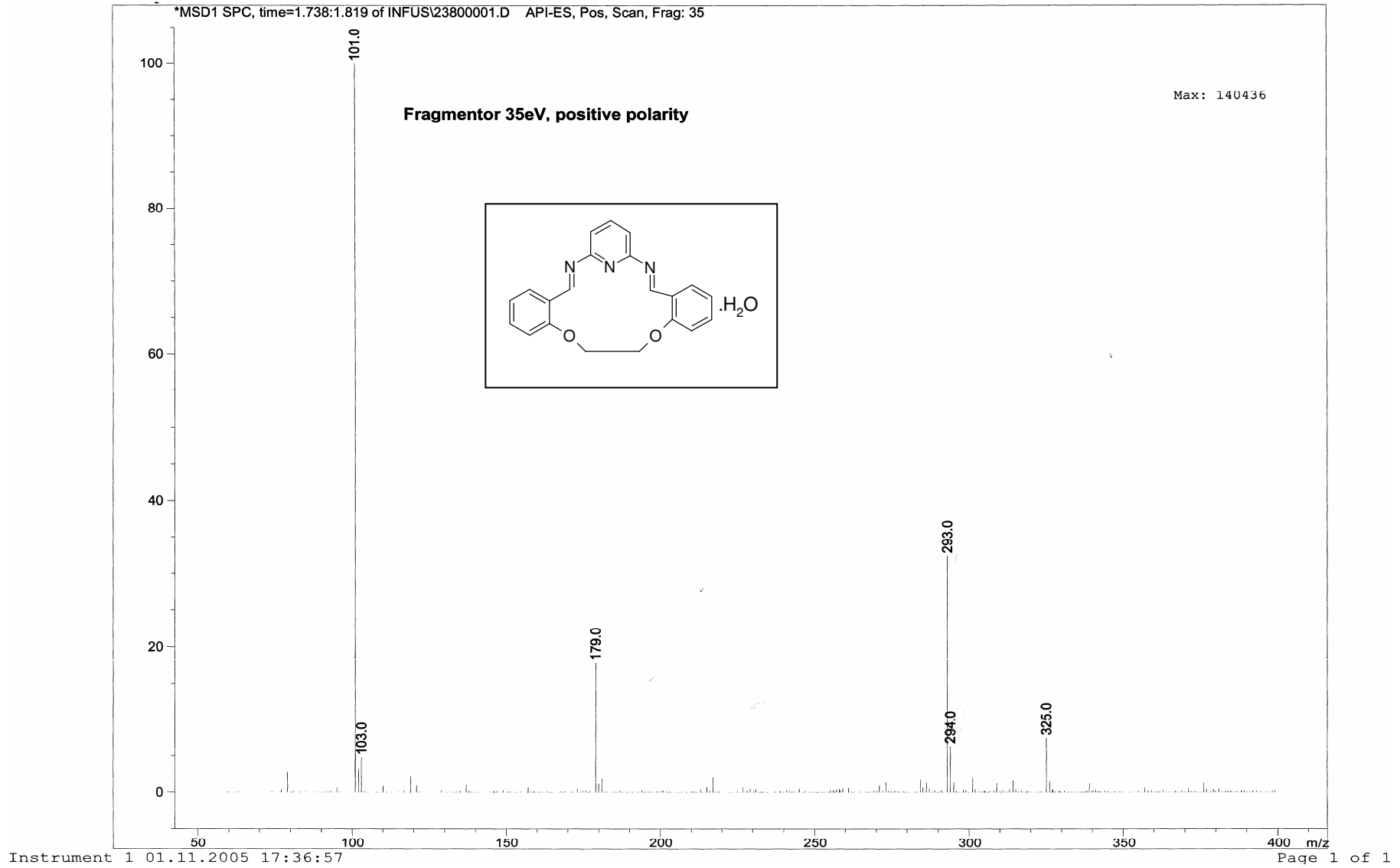
Çizelge 86: [La(L⁴)(NO₃)₃(H₂O)].H₂O Kompleksinin IR Spektrumu ¹H NMR Spektrumu



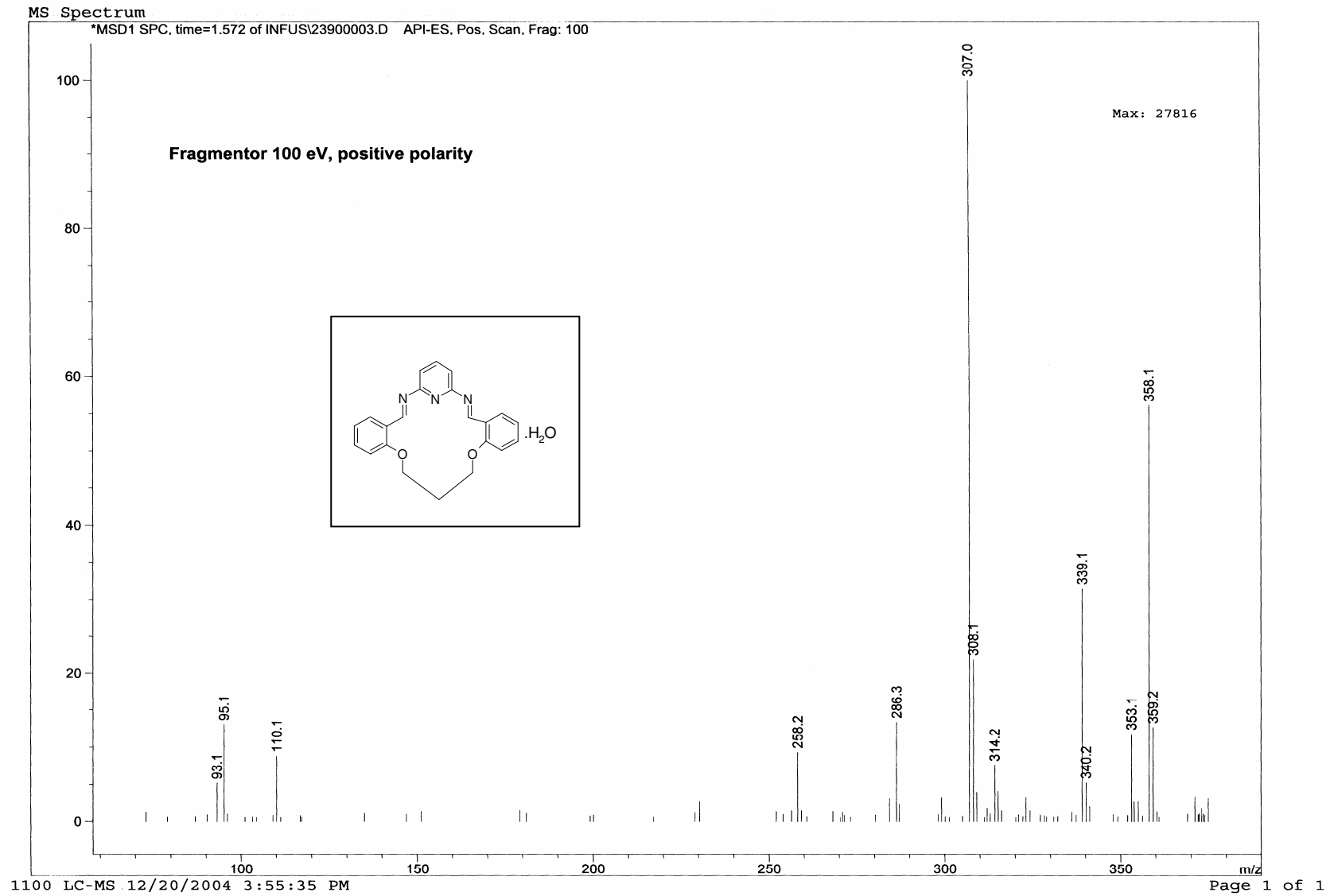
Çizelge 87: $[\text{Ni}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin IR Spektrumu ^1H NMR Spektrumu



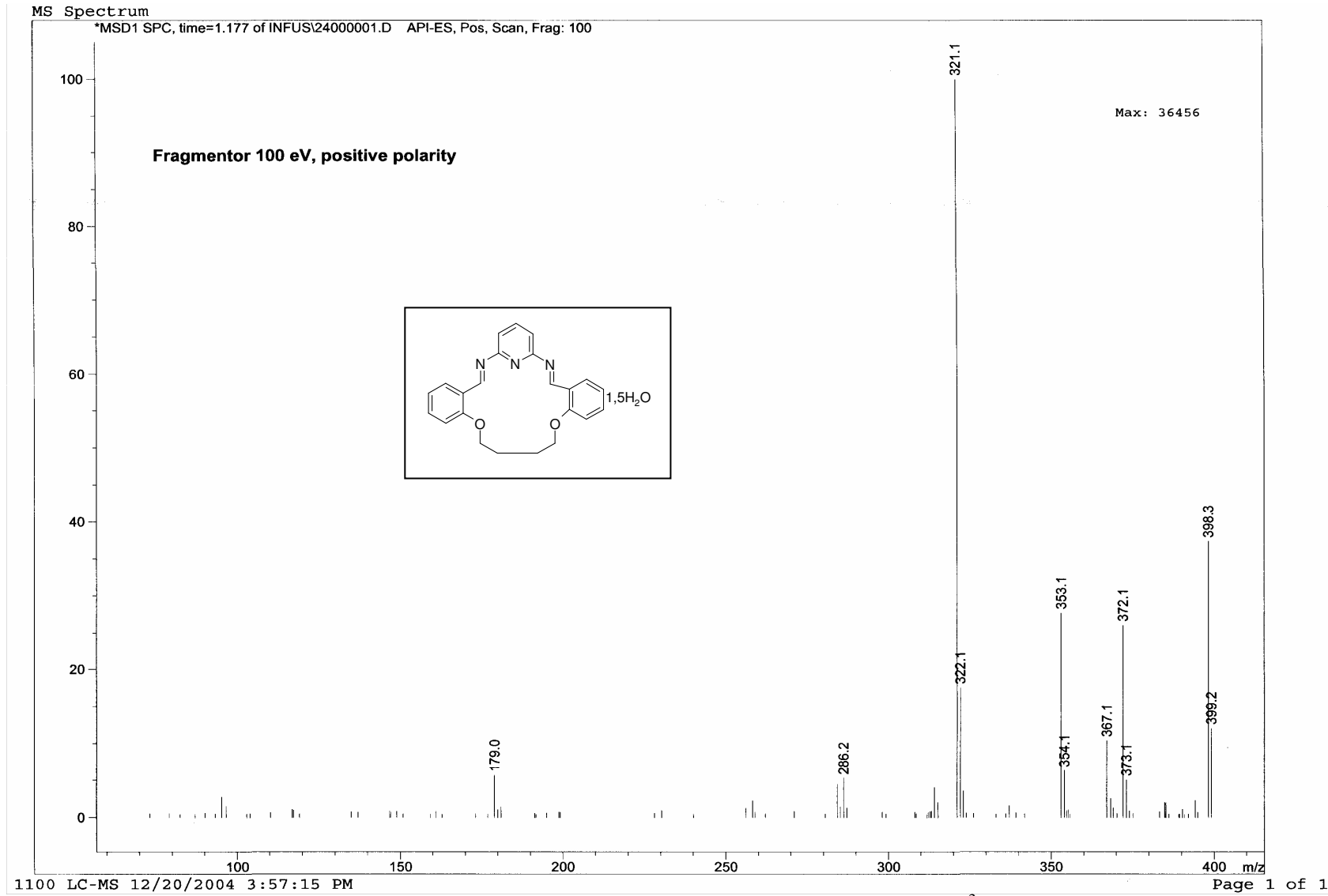
Çizelge 88: [Ni(L⁴)(NO₃)₂]₃H₂O Kompleksinin ¹H NMR Spektrumu



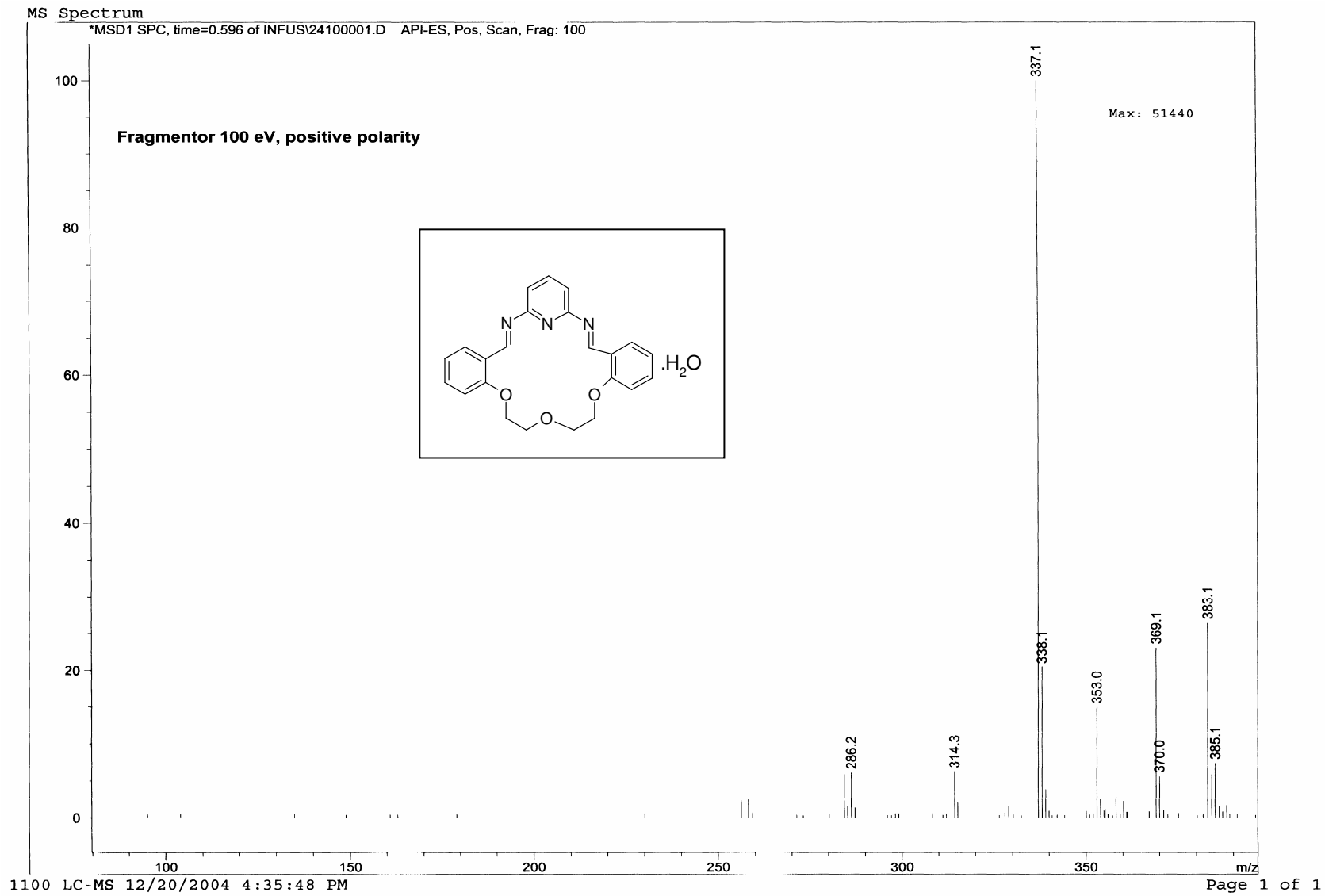
Çizelge 89: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioxasiklopentadeka-1,5-dien (L¹) in Kütle Spektrumu



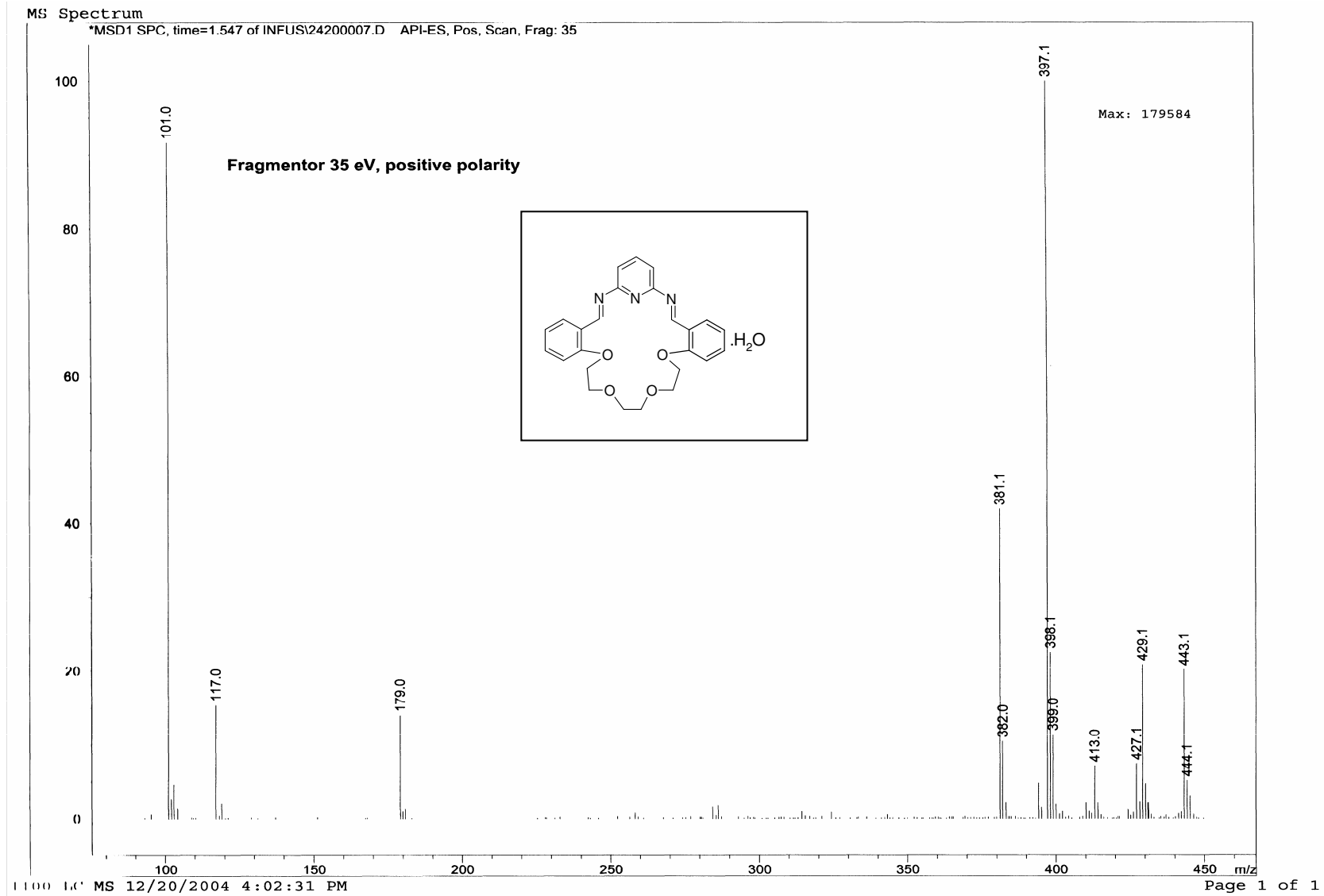
Çizelge 90: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:,14,15-tribenzo-9,13-dioksasikloheksadeca-1,5-dien (L²) in Kütle Spektrumu



Çizelge 91: 1,3,5-Triaza-2,4,7,8,15,16-tribenzo-9,15-dioxasikloheptadeka-1,5-dien (L^3) in Kütle Spektrumu



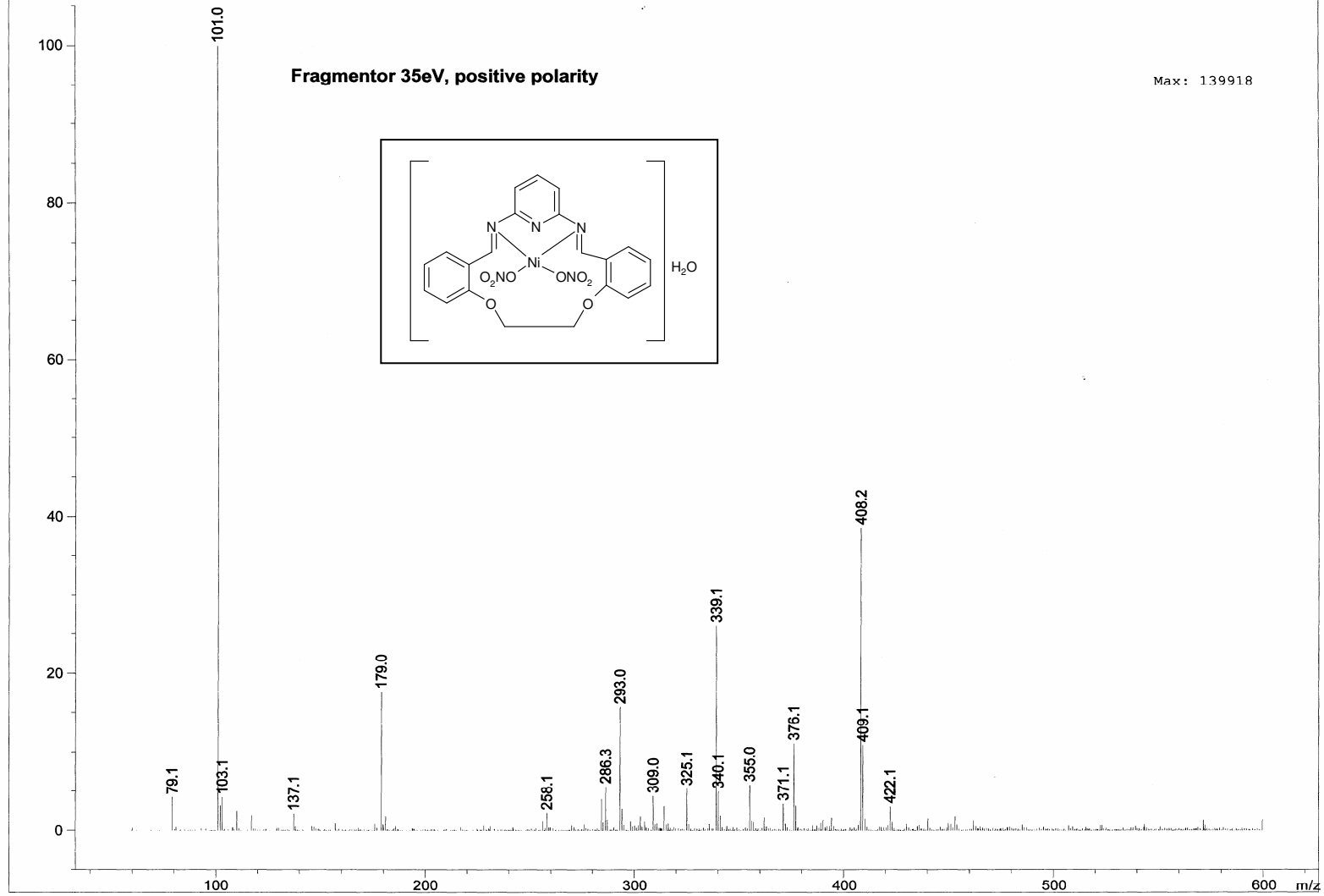
Çizelge 92: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien (L⁴) in Kütle Spektrumu



Çizelge 93: 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraokasiklunkosa-1,5-dien (L⁵) in Kütle Spektromu

MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=2.334:2.448 of INFUS\20500001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



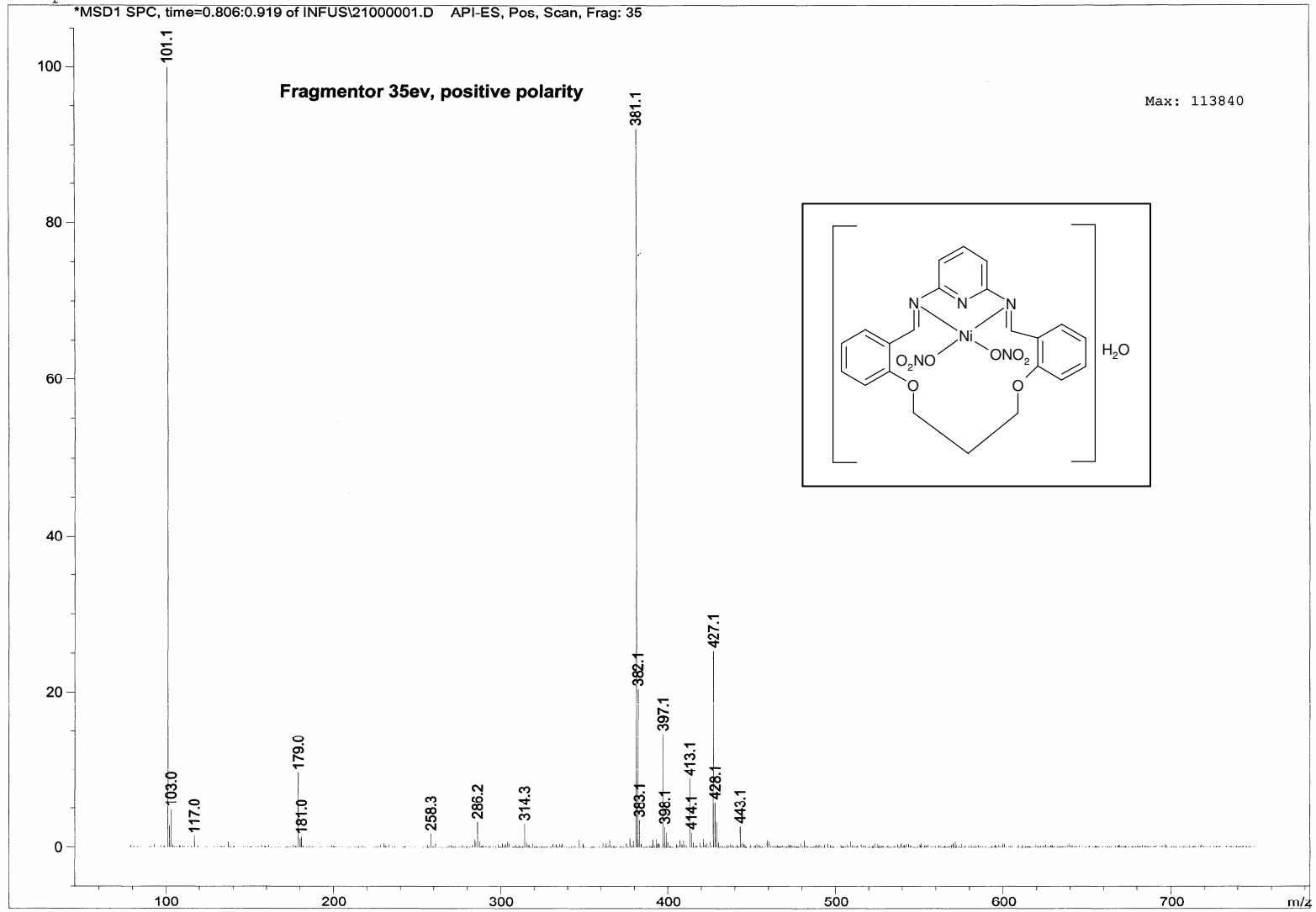
Instrument 1 01.11.2005 17:14:08

Page 1 of 1

Çizelge 94: $[\text{Ni}(\text{L})(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=0.806:0.919 of INFUS\21000001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



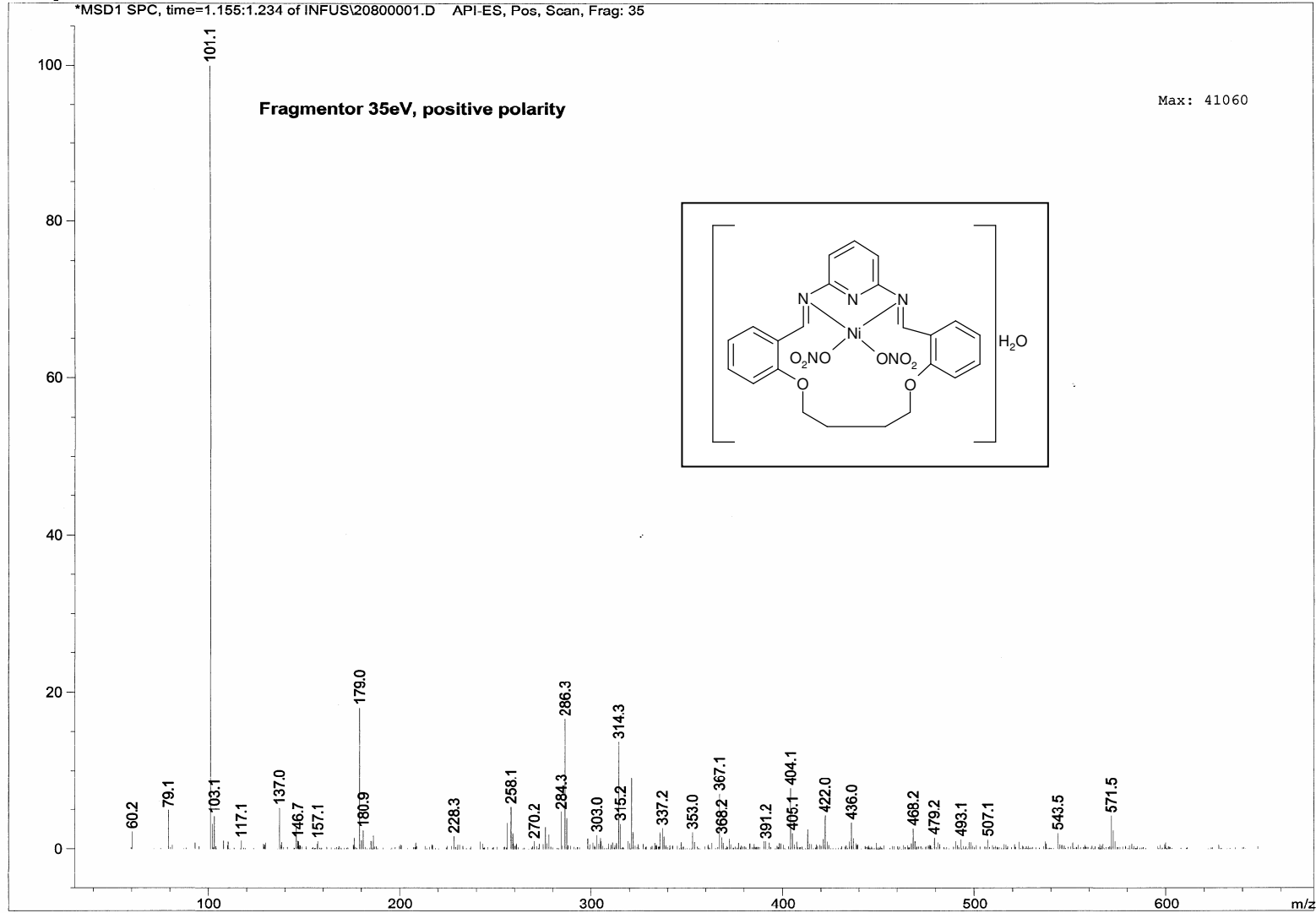
Instrument 1 01.11.2005 17:09:11

Page 1 of 1

Çizelge 95: $[\text{Ni}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektromu

MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=1.155:1.234 of INFUS\20800001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



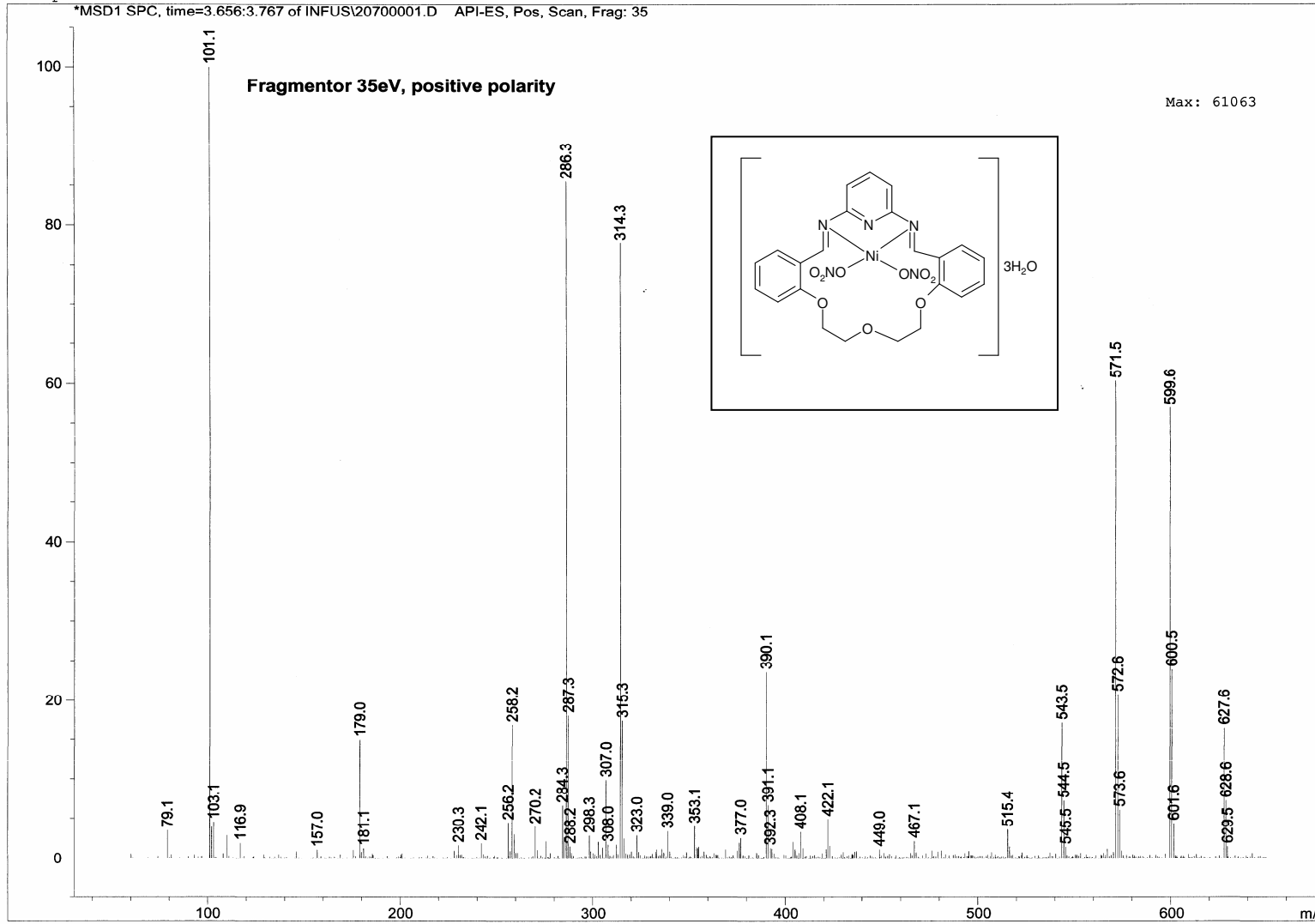
Instrument 1 01.11.2005 17:11:46

Page 1 of 1

Çizelge 96: $[\text{Ni}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=3.656:3.767 of INFUS\20700001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



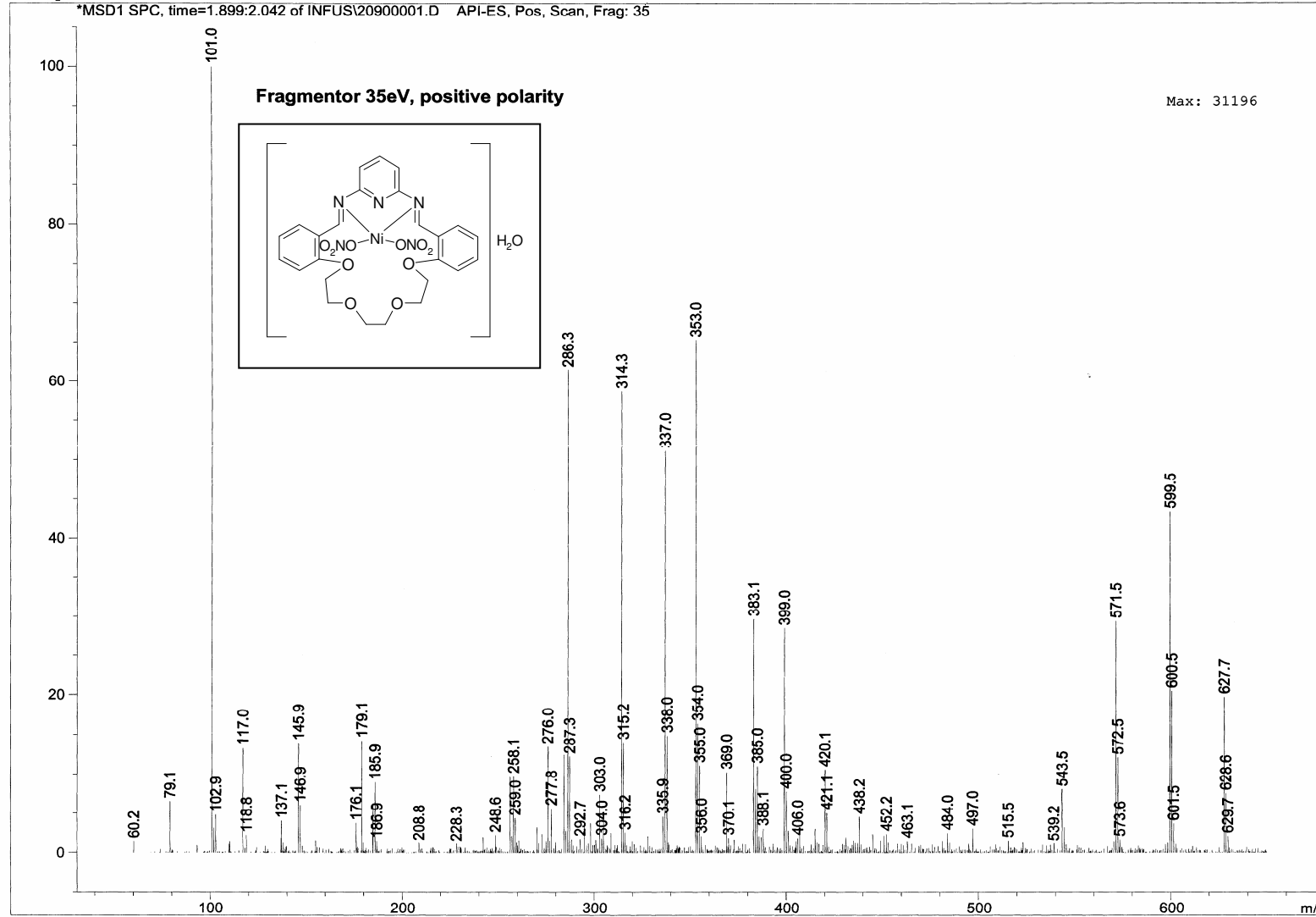
Instrument 1 01.11.2005 17:13:01

Page 1 of 1

Çizelge 97: $[\text{Ni}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=1.899:2.042 of INFUS\20900001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



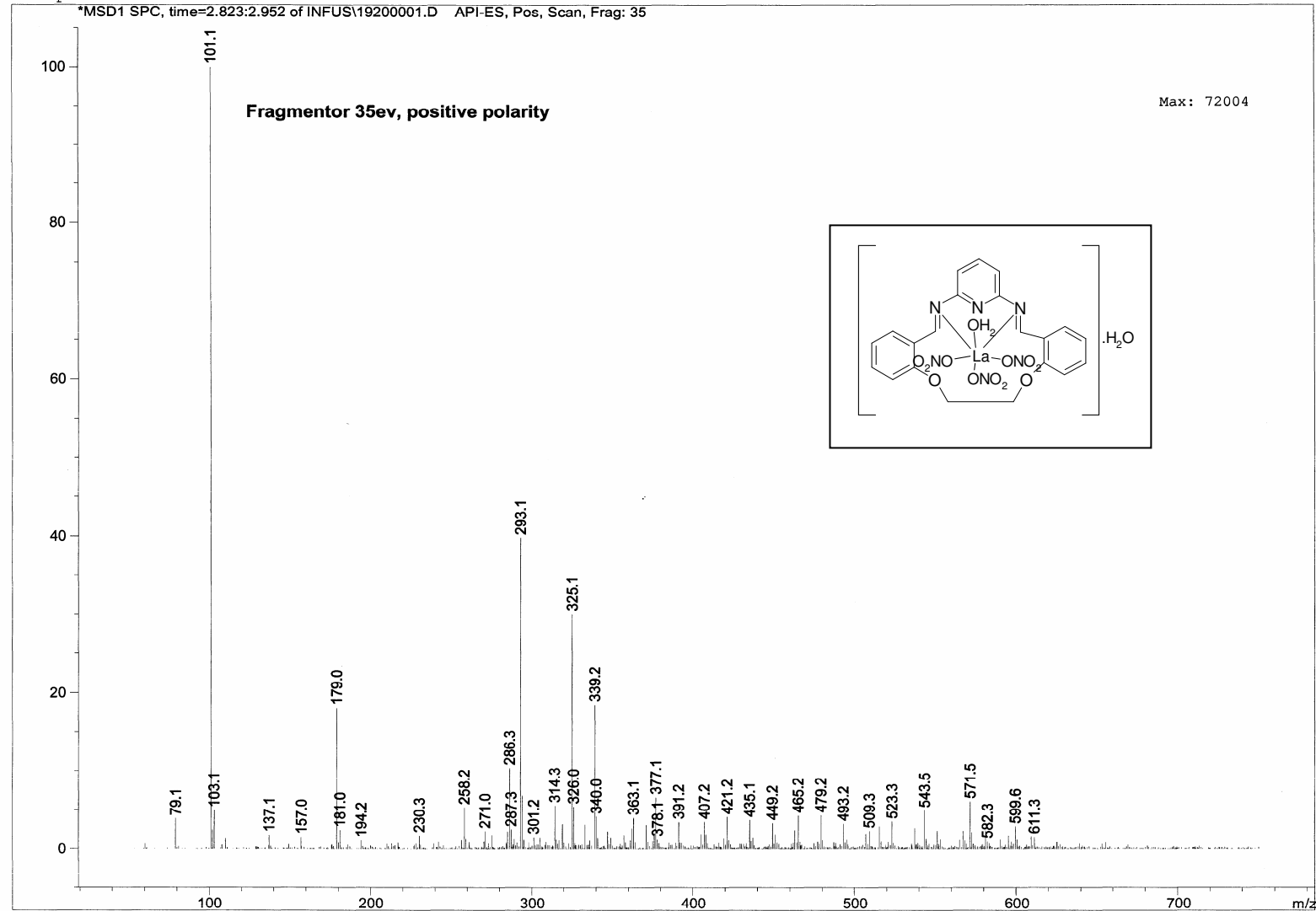
Instrument 1 01.11.2005 17:10:52

Page 1 of 1

Çizelge 98: [Ni(L⁵)(NO₃)]H₂O Kompleksinin Kütle Spektrumu

MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=2.823:2.952 of INFUS\19200001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



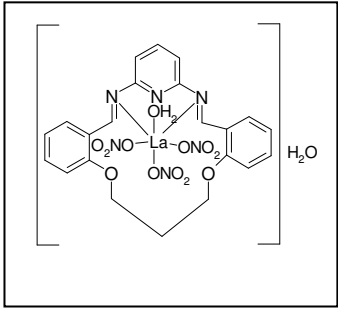
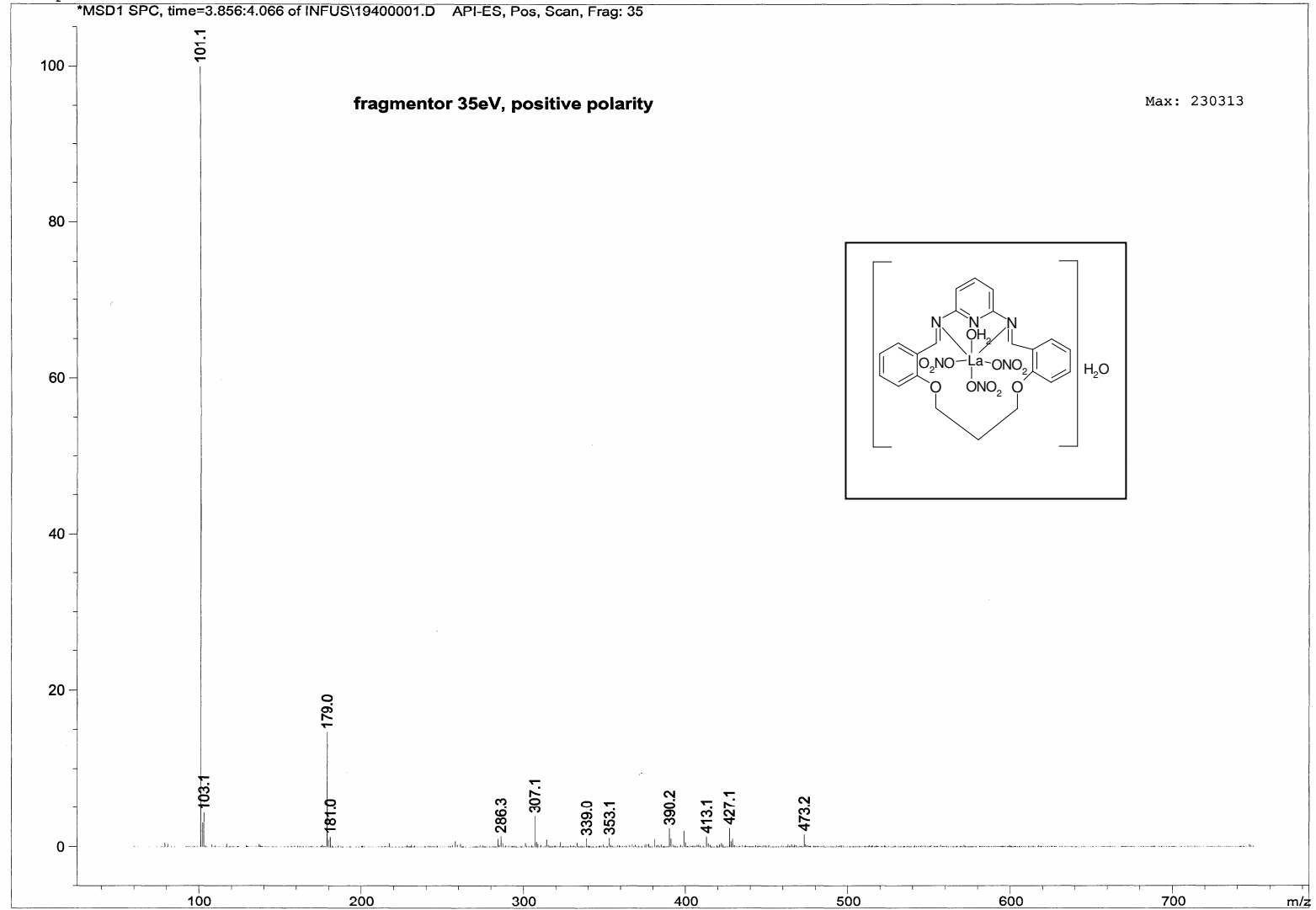
Instrument 1 01.11.2005 17:07:59

Page 1 of 1

Çizelge 99: : $[La(L^1)(NO_3)_3(H_2O)] \cdot H_2O$ Kompleksinin Kütle Spektromu

MS Spectrum

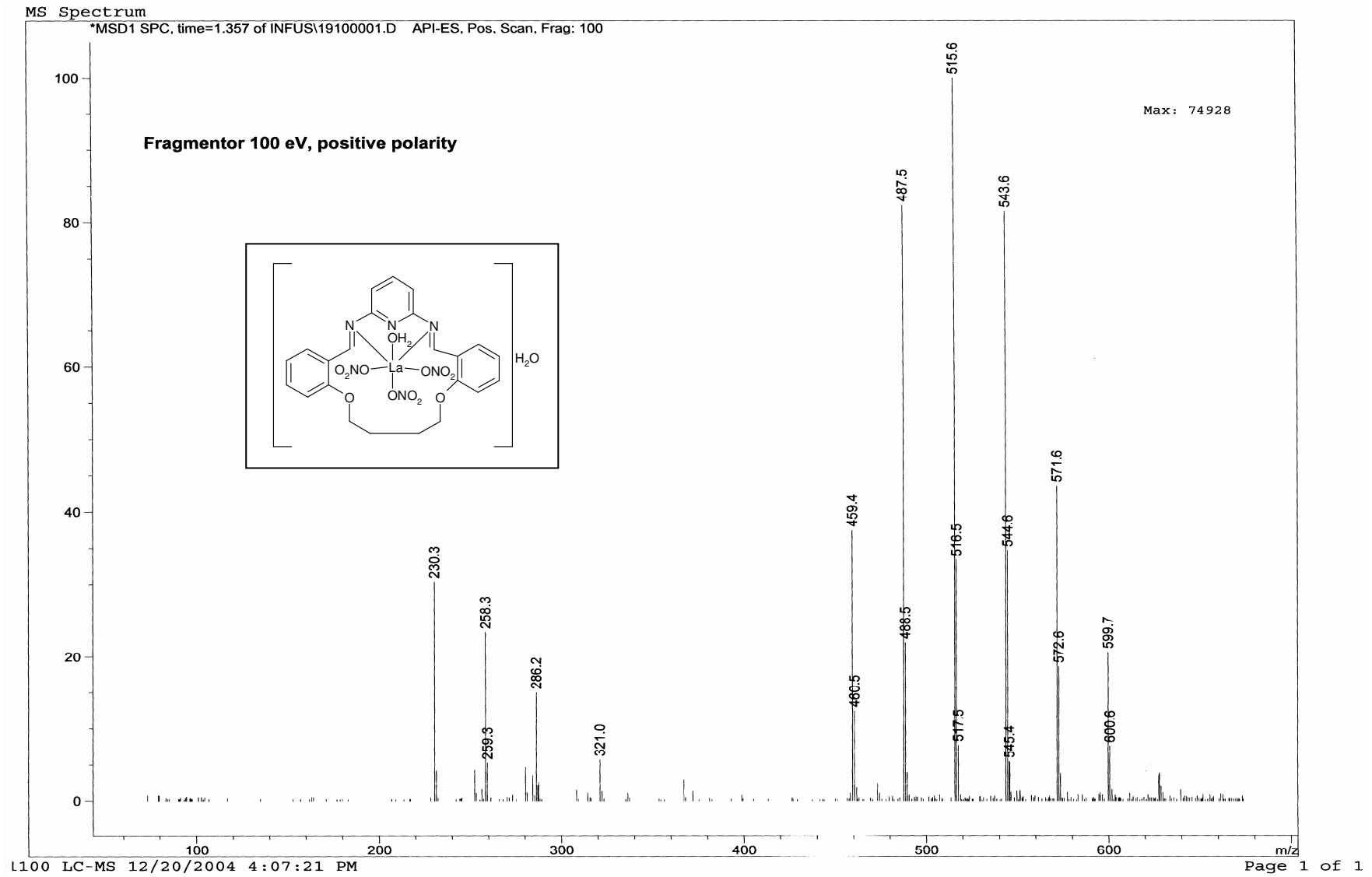
*MSD1 SPC, time=3.856:4.066 of INFUS\19400001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



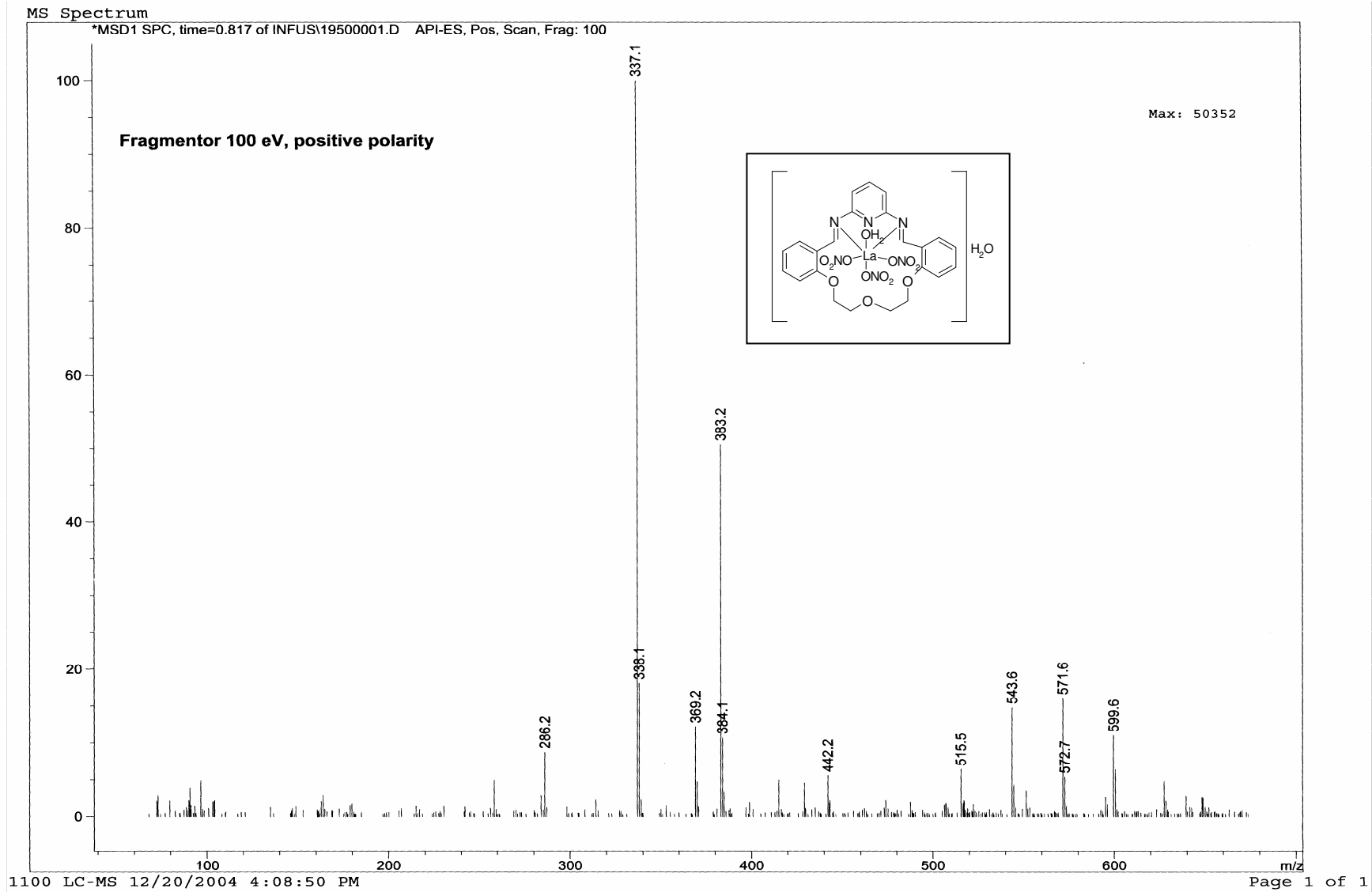
Instrument 1 01.11.2005 17:06:27

Page 1 of 1

Çizelge 100: $[La(L^2)(NO_3)_3(H_2O)].H_2O$ Kompleksinin Kütle Spektromu



Çizelge 101: $[La(L^3)(NO_3)_3(H_2O).H_2O]$ Kompleksinin Kütle Spektrumu



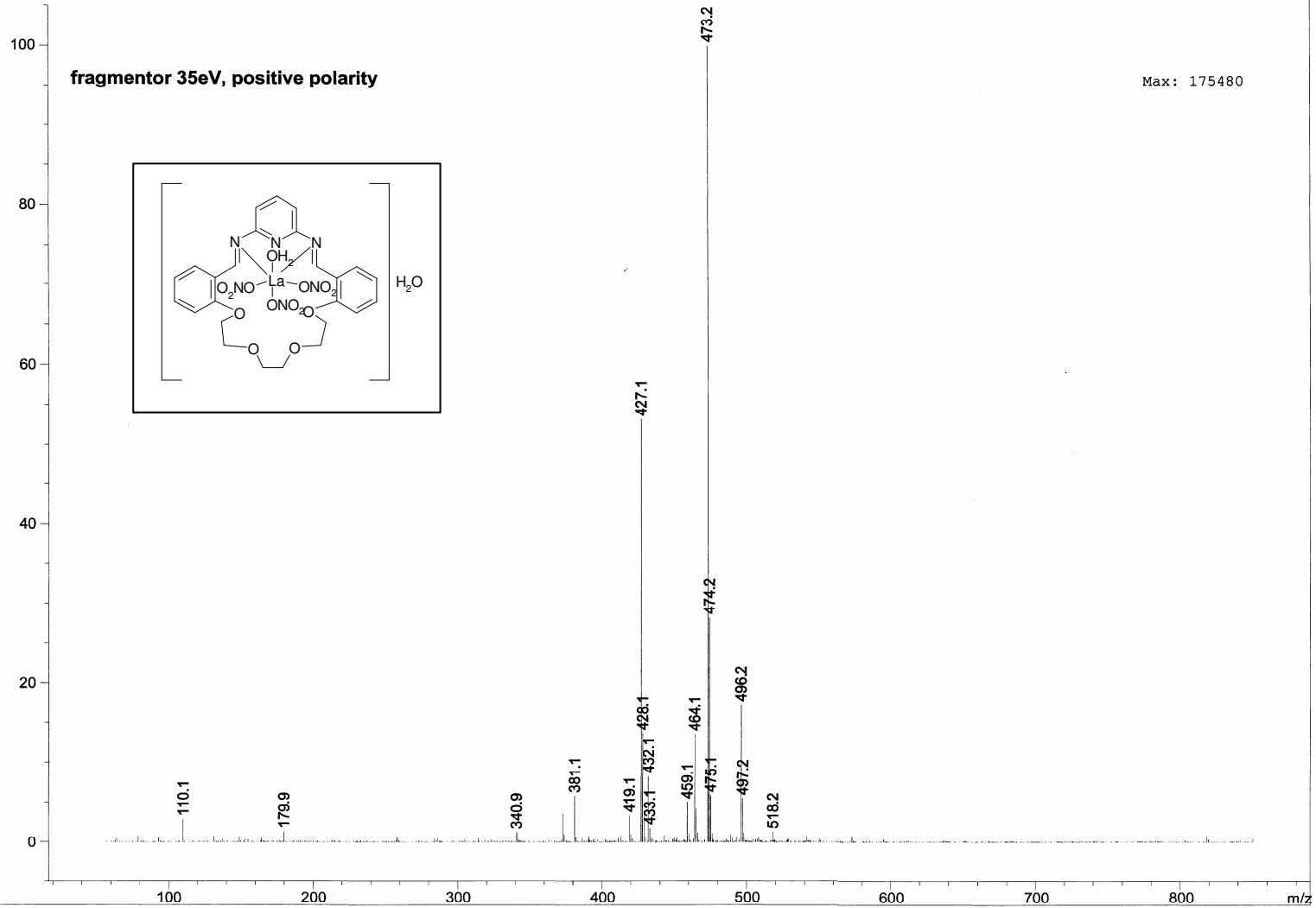
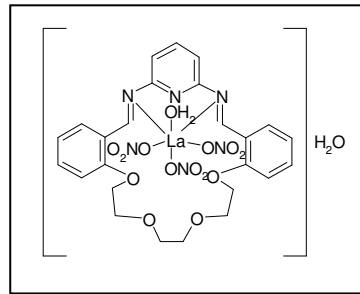
Çizelge 102: $[La(L^4)(NO_3)_3(H_2O)] \cdot H_2O$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=1.344:1.438 of INFUS\19600001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 100

fragmentor 35eV, positive polarity

Max: 175480



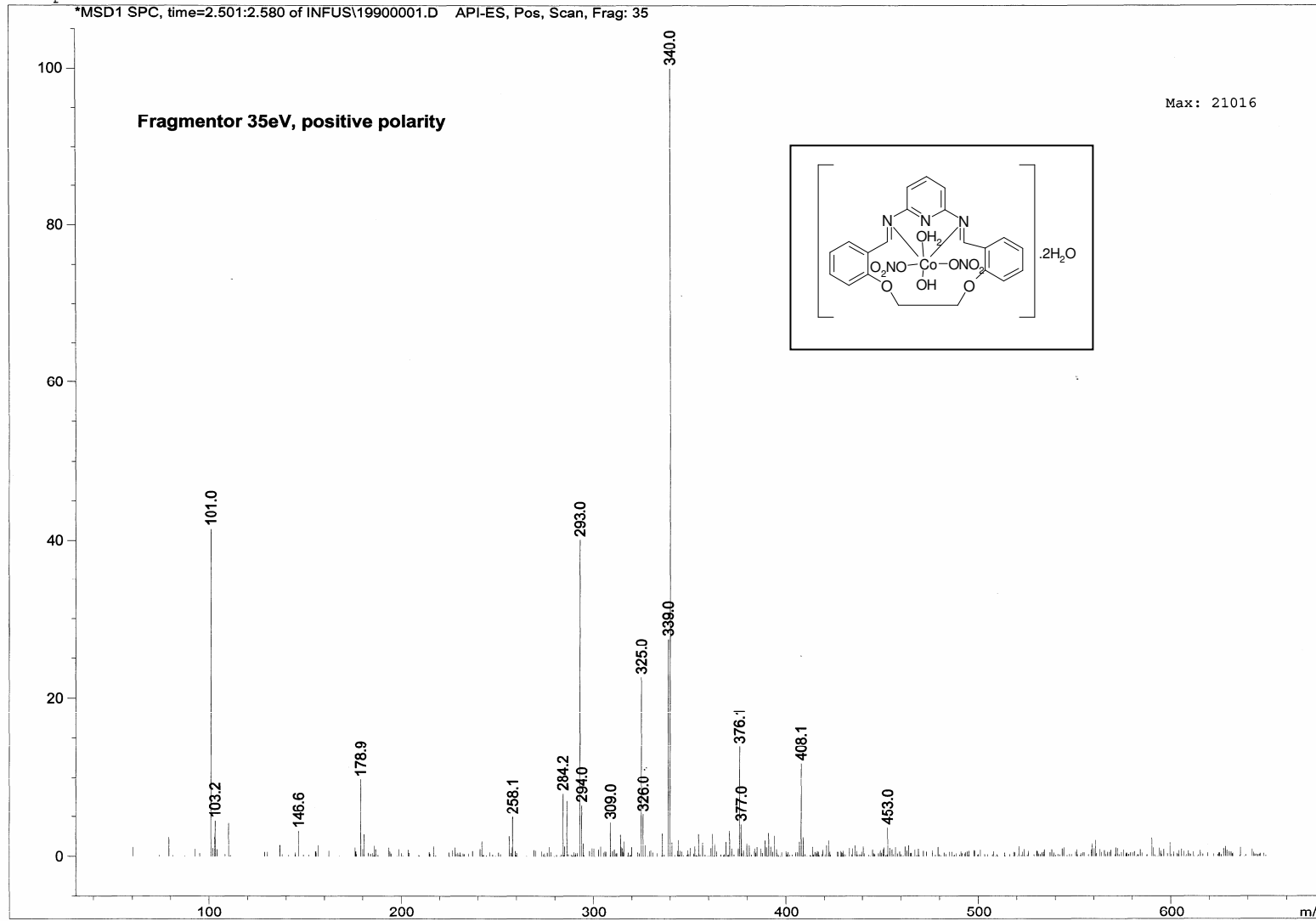
Instrument 1 01.11.2005 17:04:19

Page 1 of 1

Çizelge 103: $[\text{La}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektromu

MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=2.501:2.580 of INFUS\19900001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



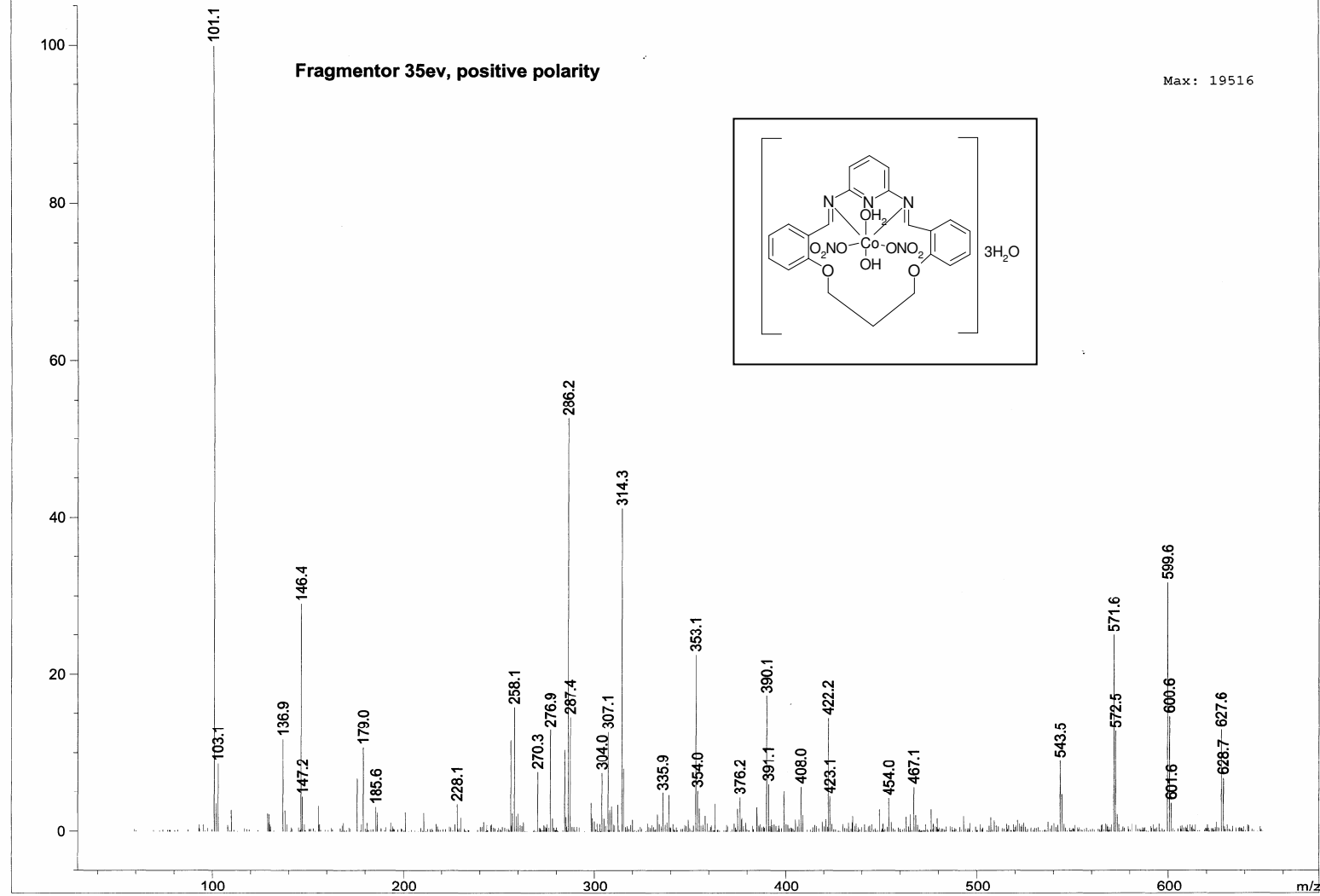
Instrument 1 01.11.2005 17:23:42

Page 1 of 1

Çizelge 104: $[\text{Co}(\text{L})^1(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}].2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

MS Spectrum

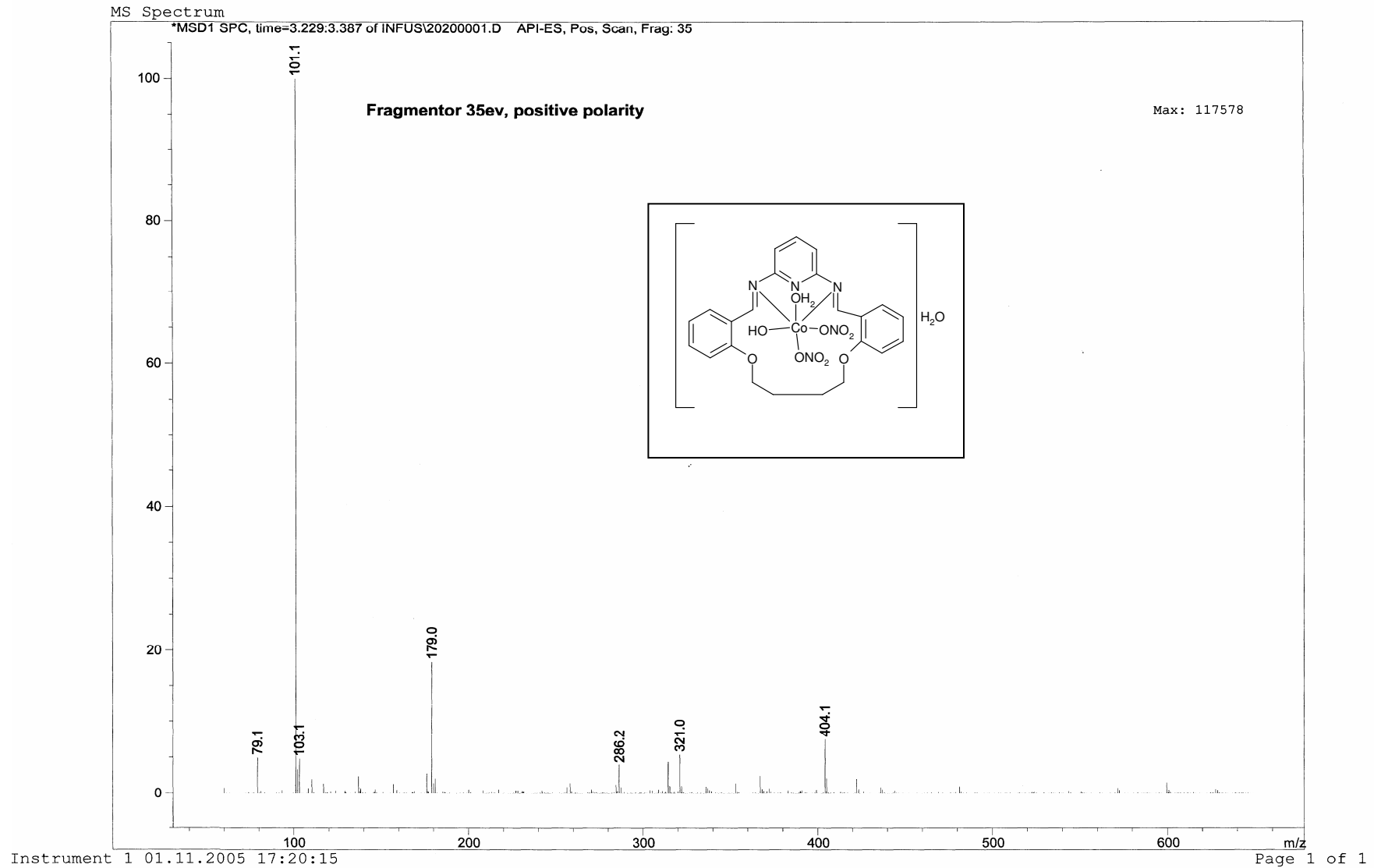
*MSD1 SPC, time=2.976:3.118 of INFUS\20100001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



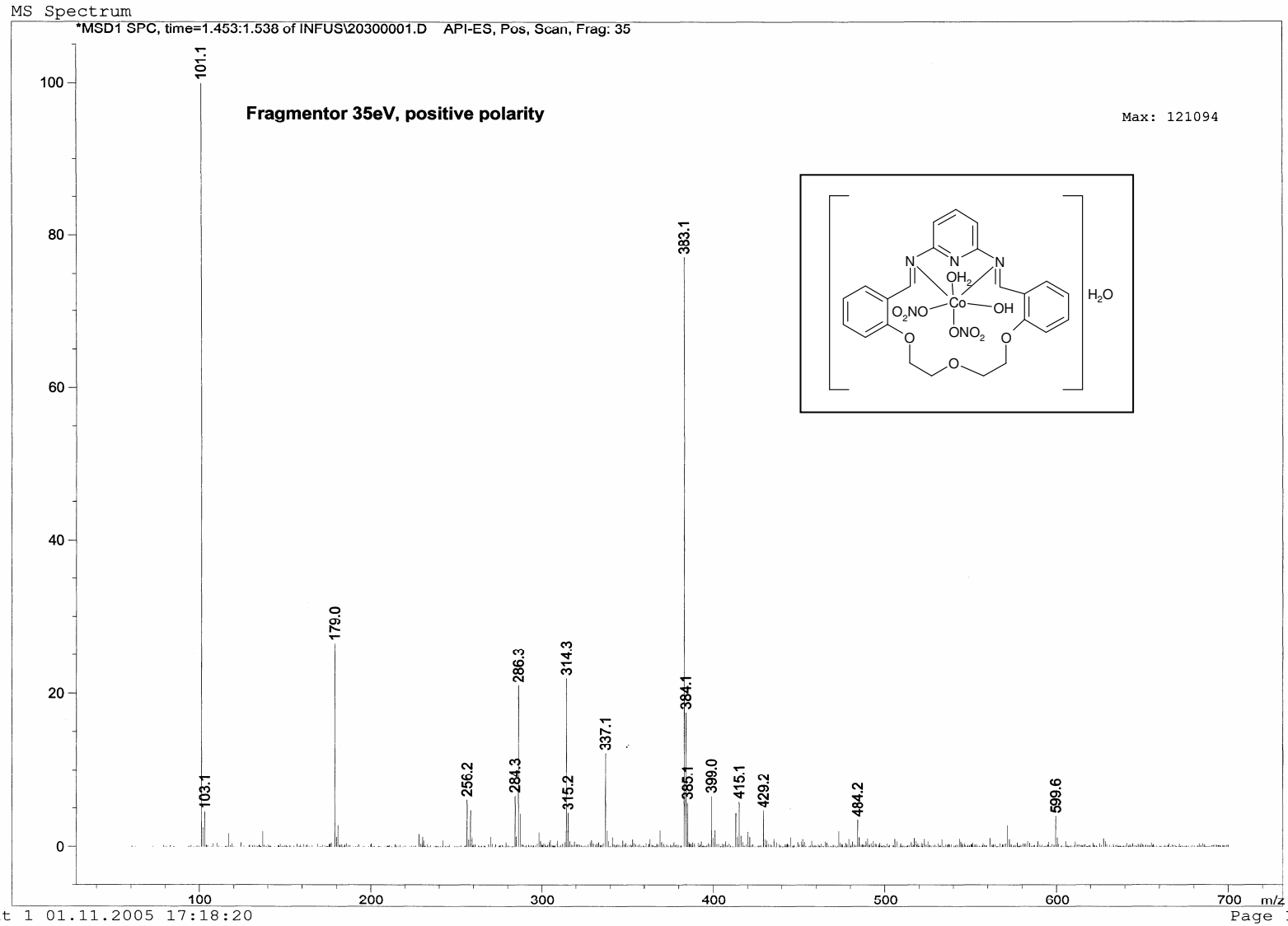
Instrument 1 01.11.2005 17:21:56

Page 1 of 1

Çizelge 105: $[\text{Co}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\text{3H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu



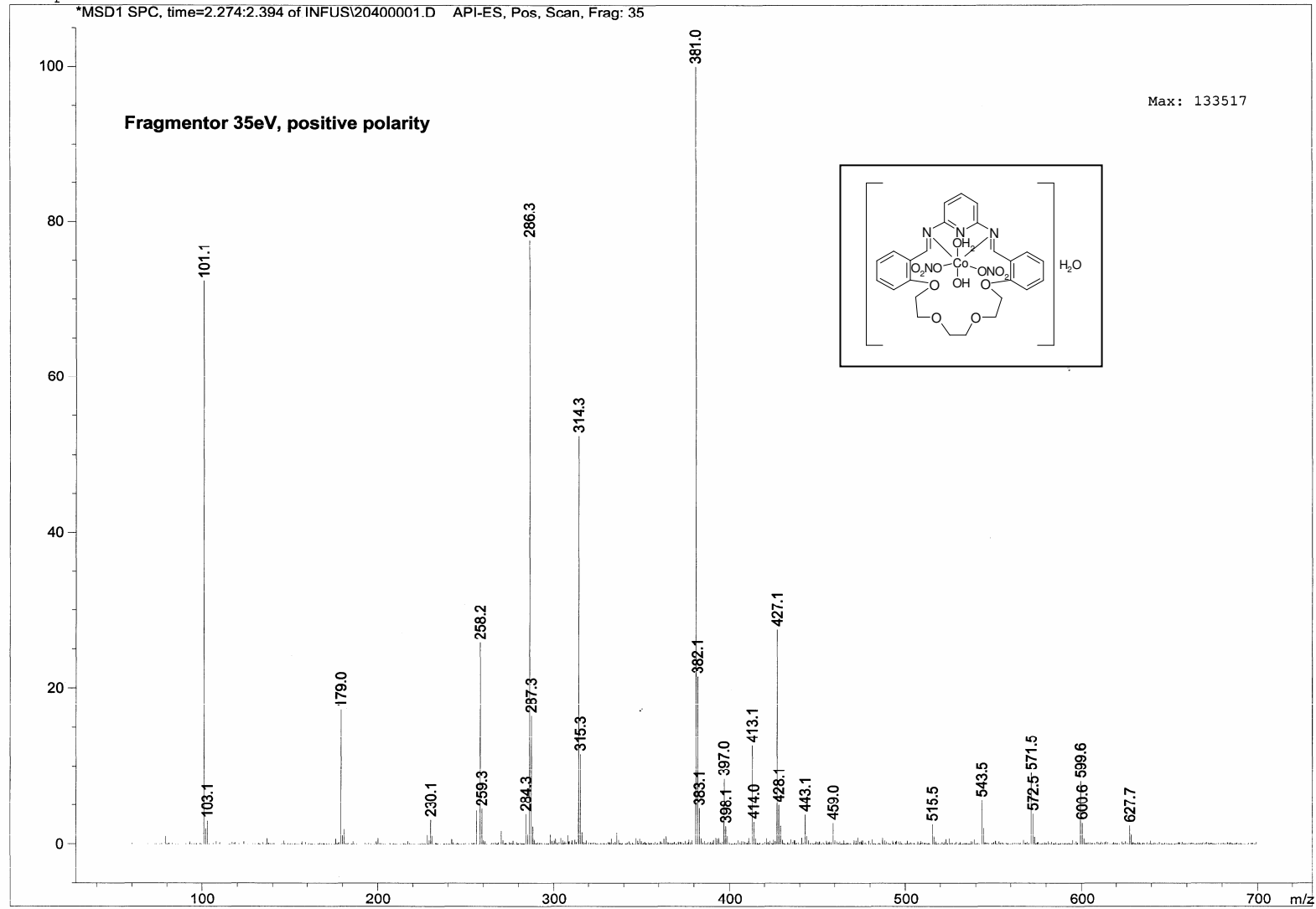
Çizelge 106: $[\text{Co}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu



Çizelge 107: $[\text{Co}(\text{L})_4(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=2.274:2.394 of INFUS\20400001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



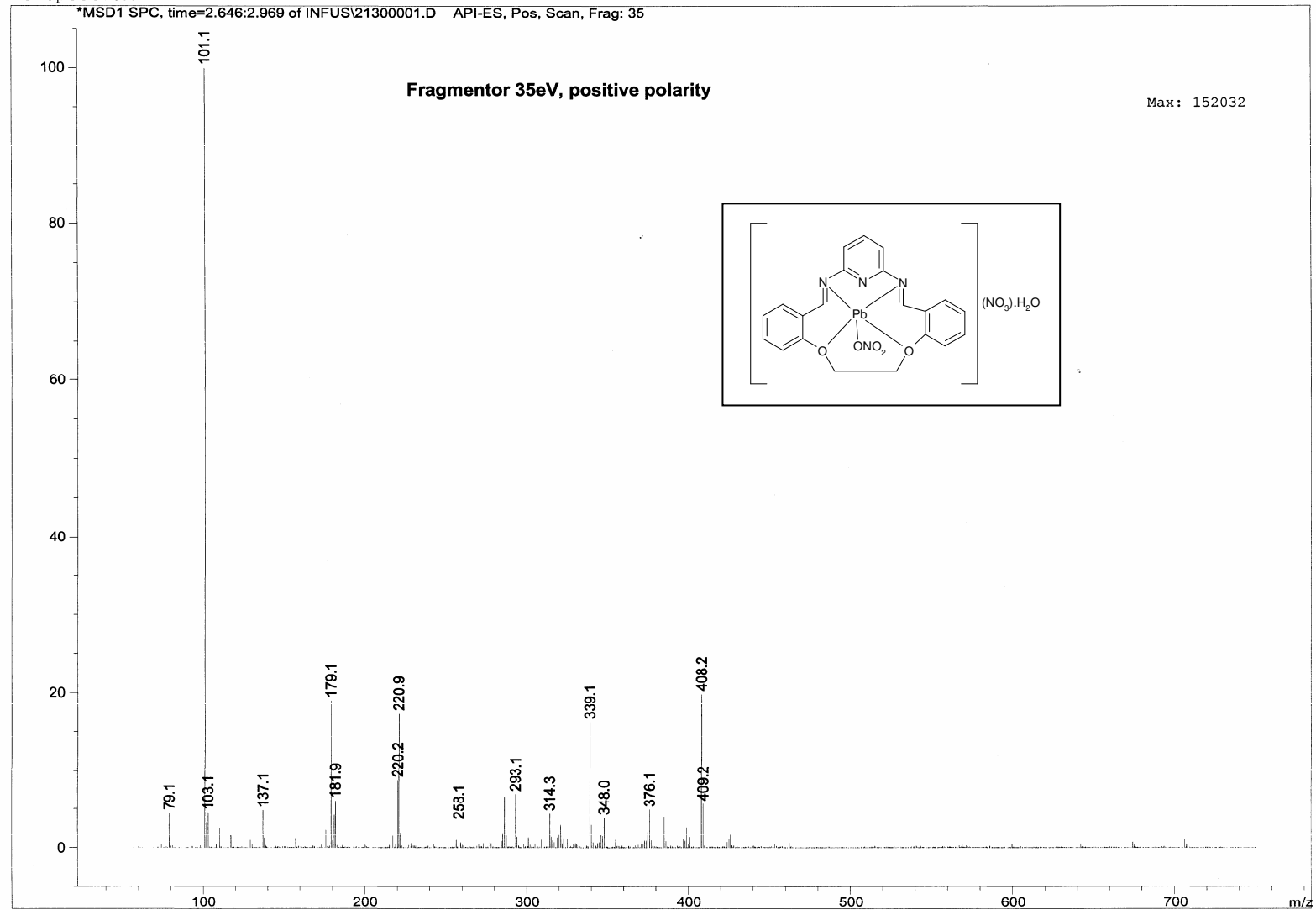
Instrument 1 01.11.2005 17:16:21

Page 1 of 1

Çizelge 108: $[\text{Co}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2(\text{OH})\text{H}_2\text{O}]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

MS Spectrum

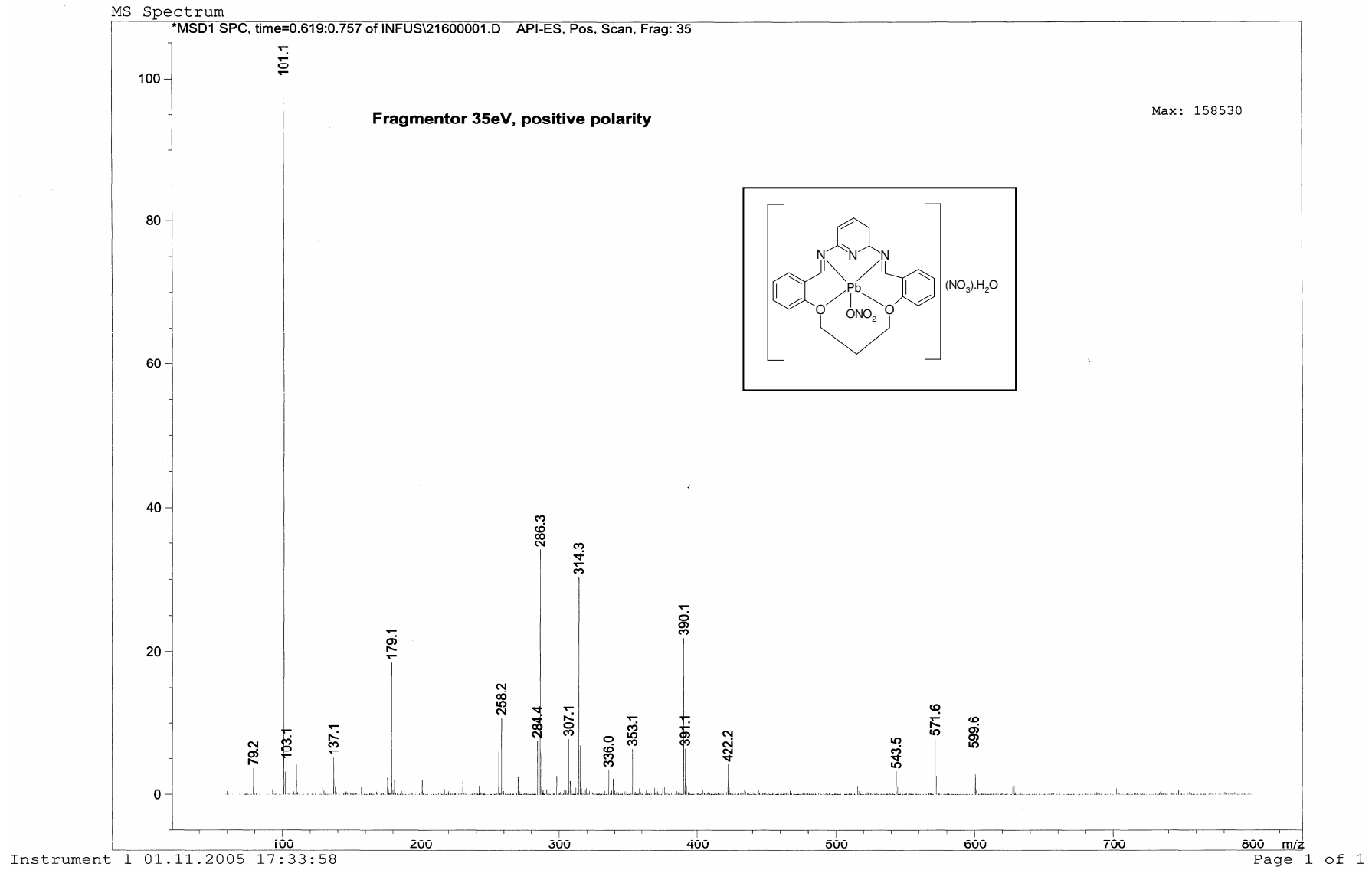
*MSD1 SPC, time=2.646:2.969 of INFUS\21300001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



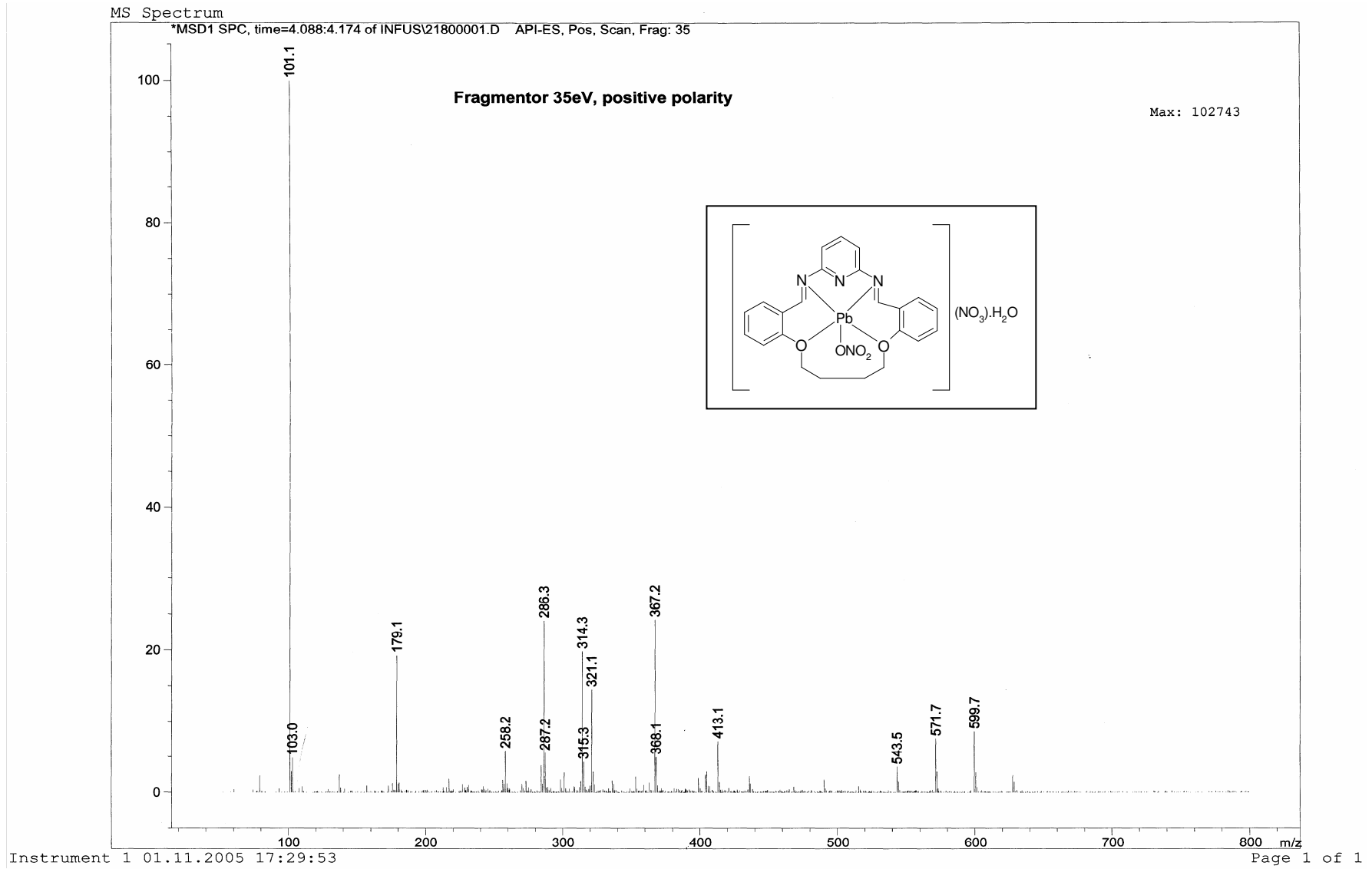
Instrument 1 01.11.2005 17:35:32

Page 1 of 1

Çizelge 109: $[Pb(L)(NO_3)][NO_3]H_2O$ Kompleksinin Kütle Spektrumu



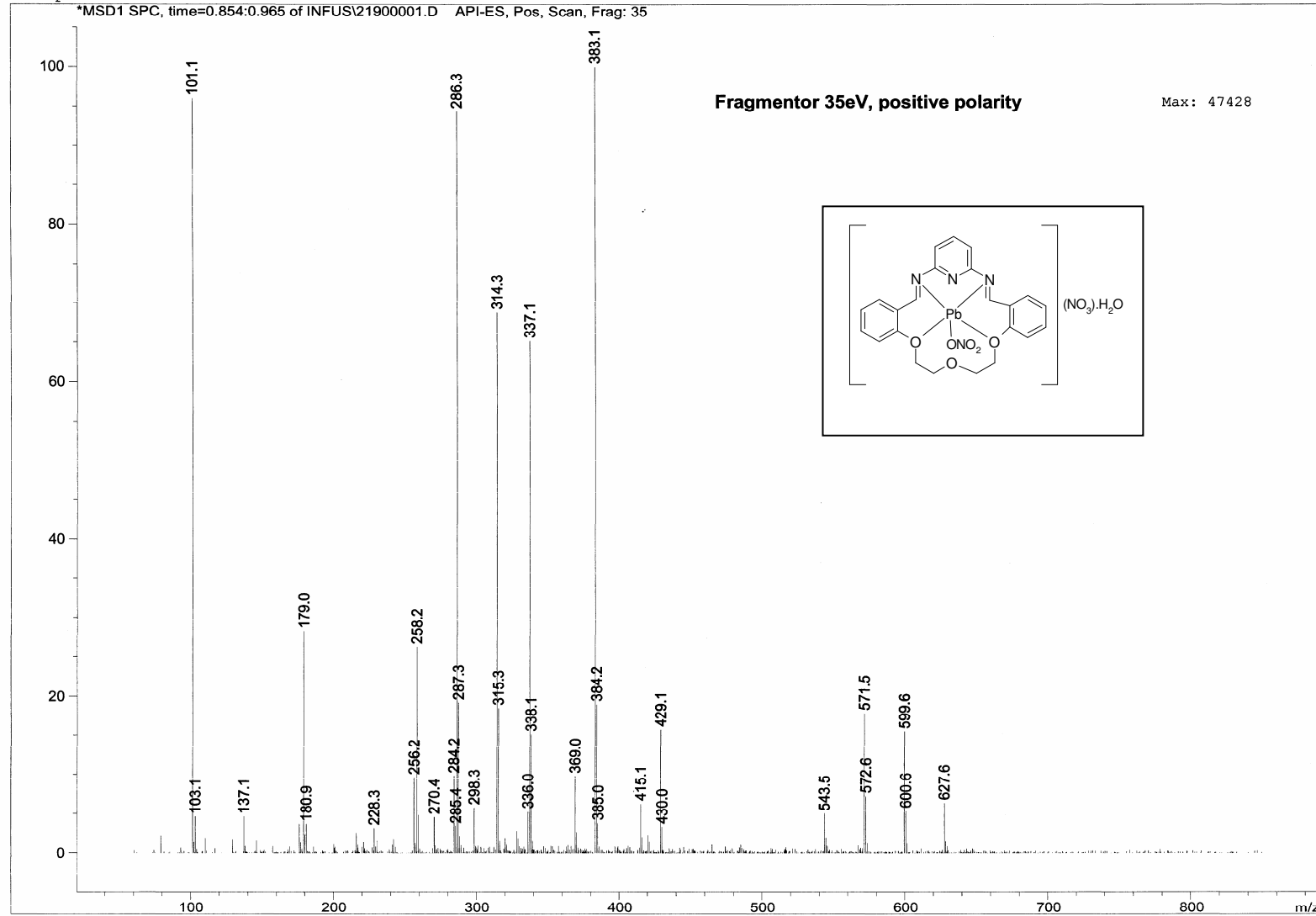
Çizelge 110: $[\text{Pb}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu



Çizelge 111: $[Pb(L^3)(NO_3)][NO_3] \cdot H_2O$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=0.854:0.965 of INFUS\21900001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



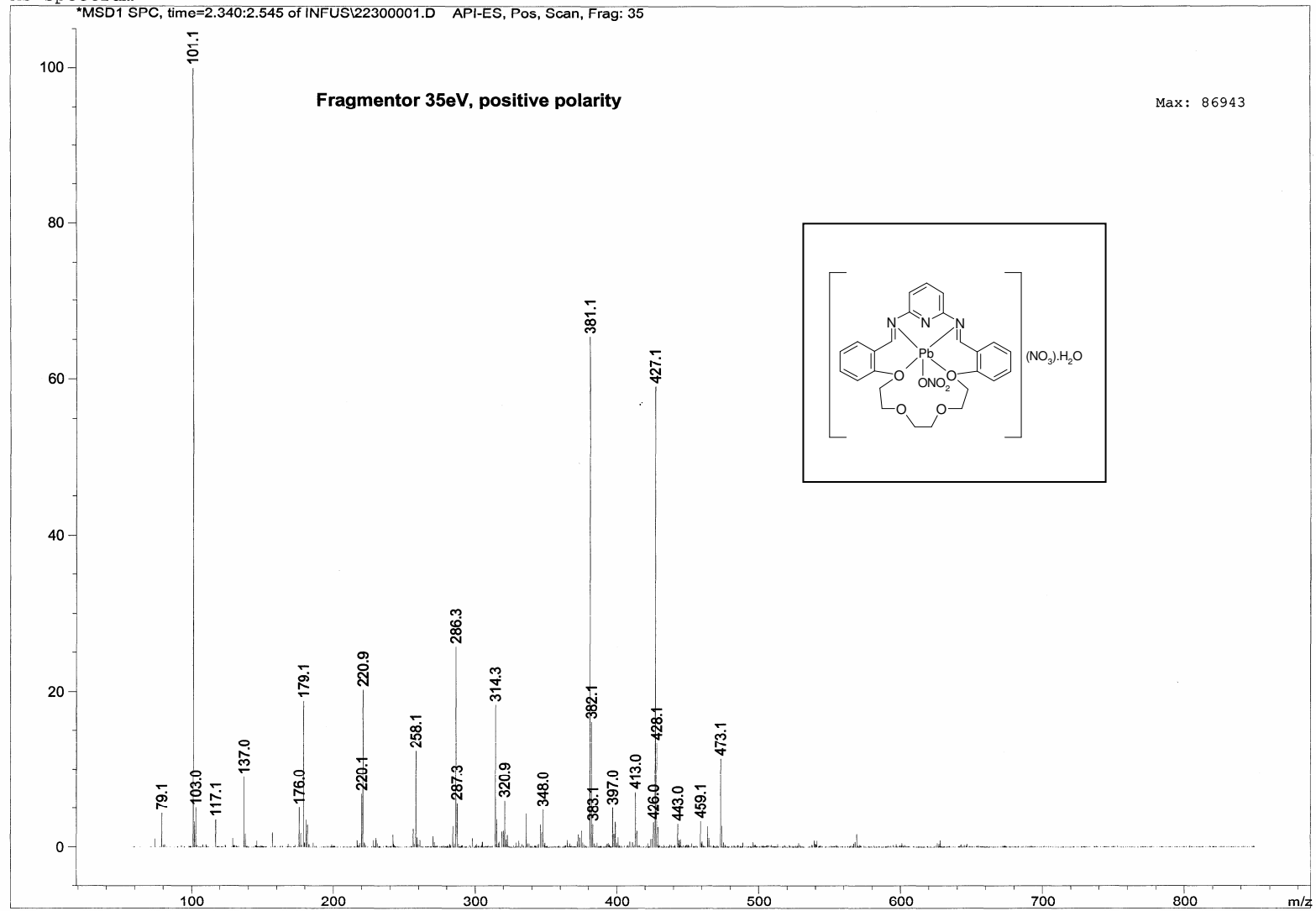
Instrument 1 01.11.2005 17:26:47

Page 1 of 1

Çizelge 112: $[Pb(L^4)(NO_3)][NO_3] \cdot H_2O$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=2.340:2.545 of INFUS\22300001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



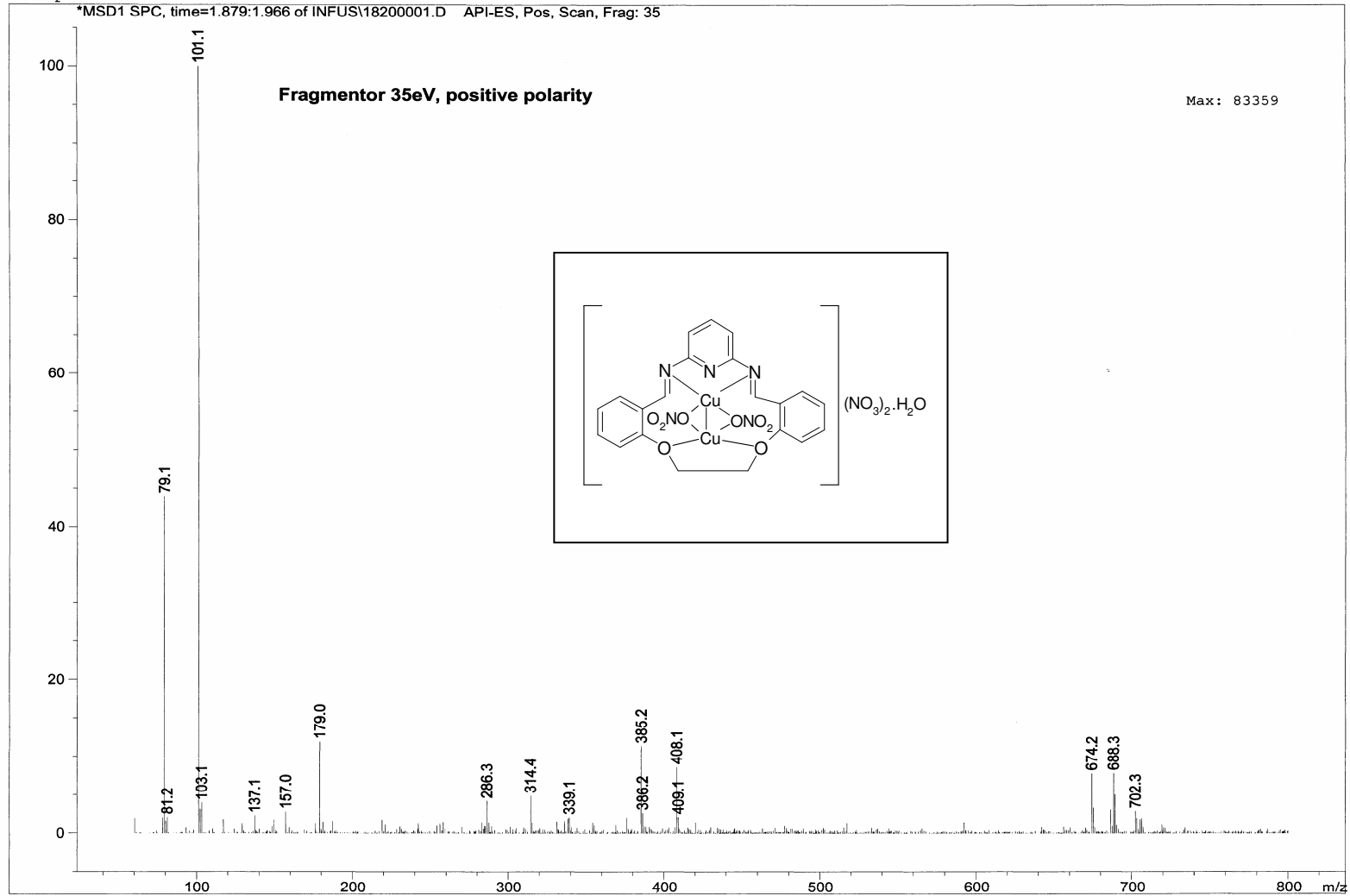
Instrument 1 01.11.2005 17:25:15

Page 1 of 1

Çizelge 113: $[Pb(L^5)(NO_3)][NO_3].H_2O$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

MS Spectrum

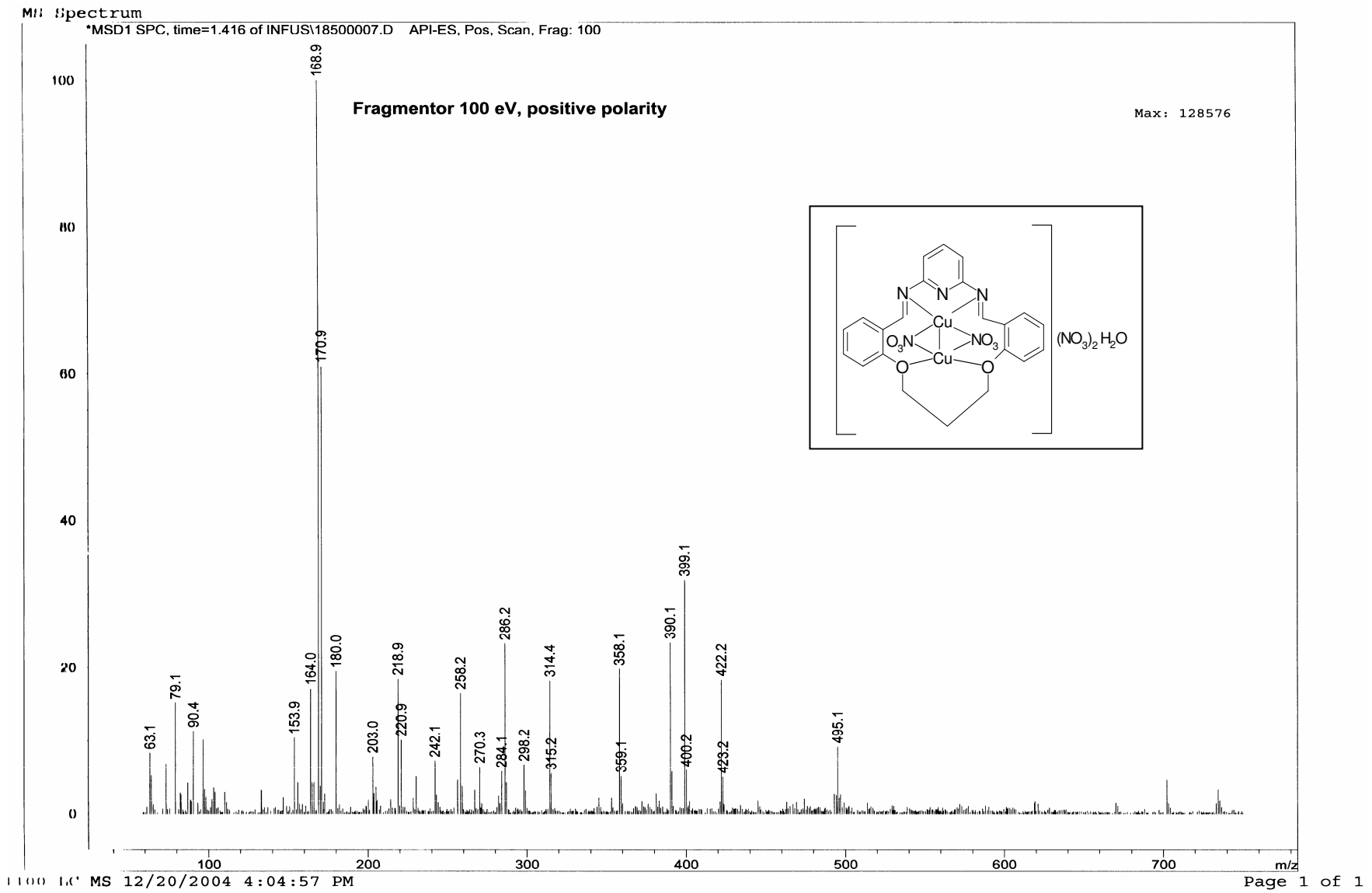
*MSD1 SPC, time=1.879:1.966 of INFUS\18200001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



Instrument 1 26.10.2005 17:46:33

Page 1 of 1

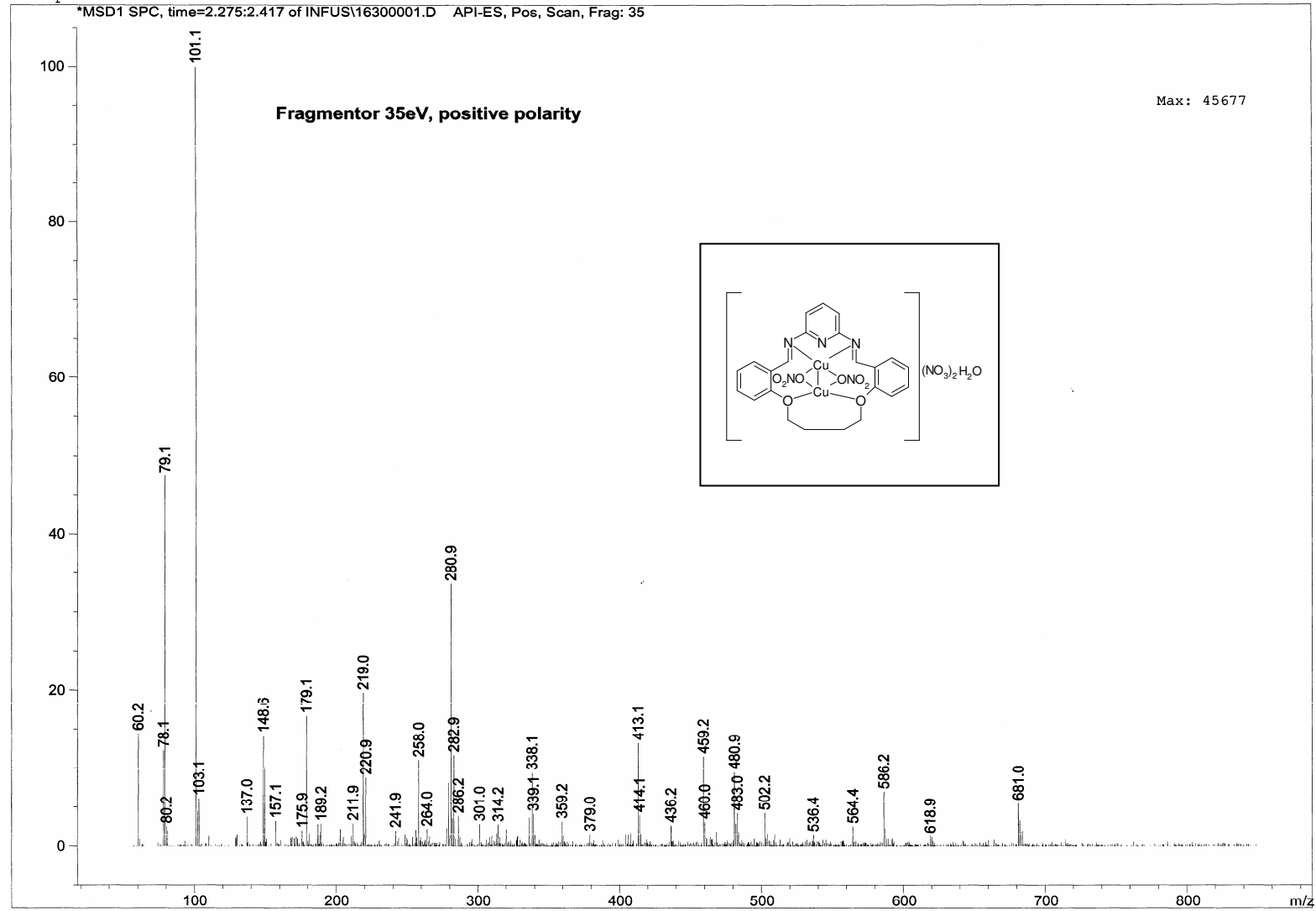
Çizelge 114: $[\text{Cu}_2(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu



Çizelge 115: $[\text{Cu}_2(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=2.275:2.417 of INFUS16300001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35



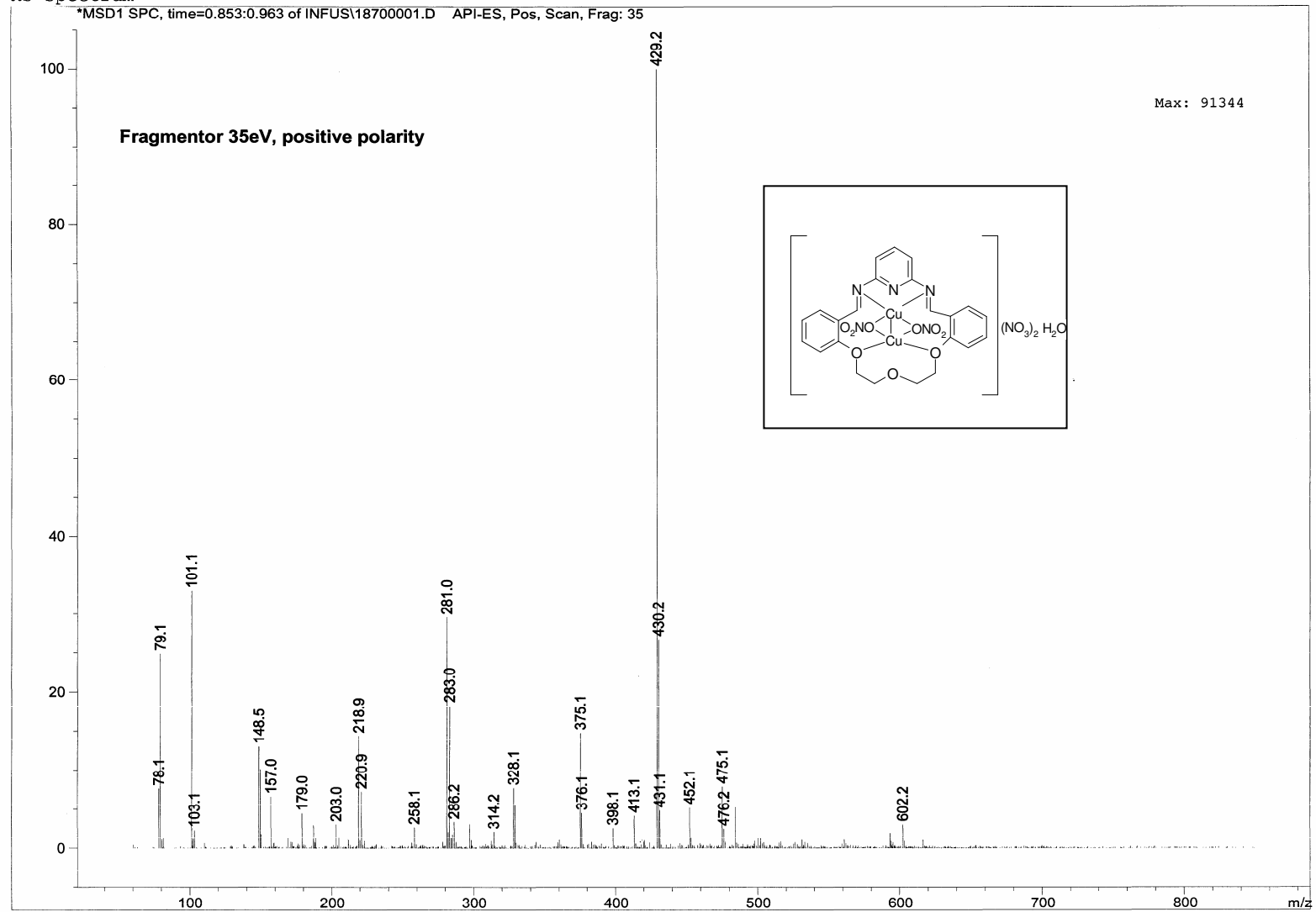
Instrument 1 01.11.2005 17:02:55

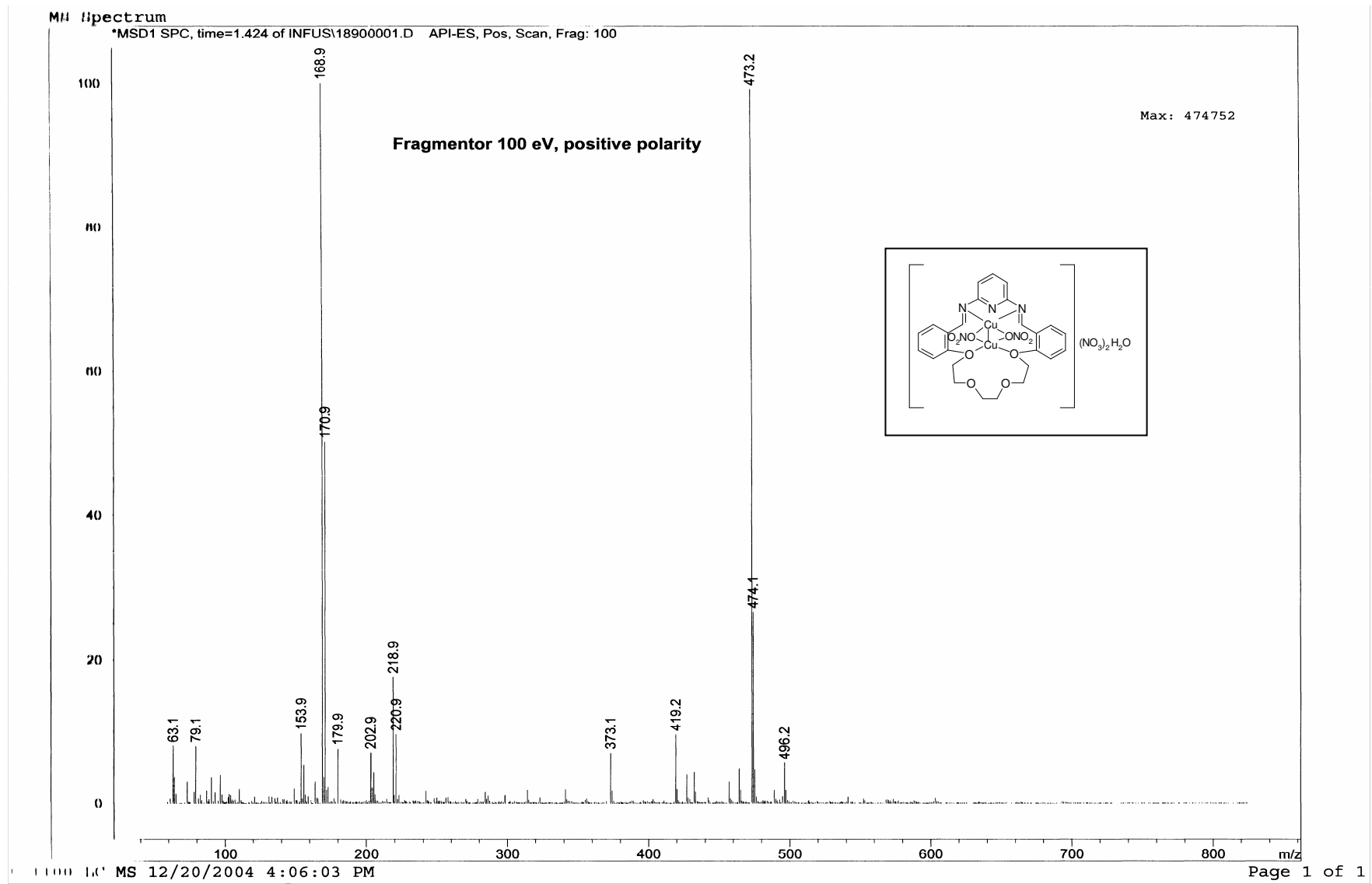
Page 1 of 1

Çizelge 116: $[\text{Cu}_2(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

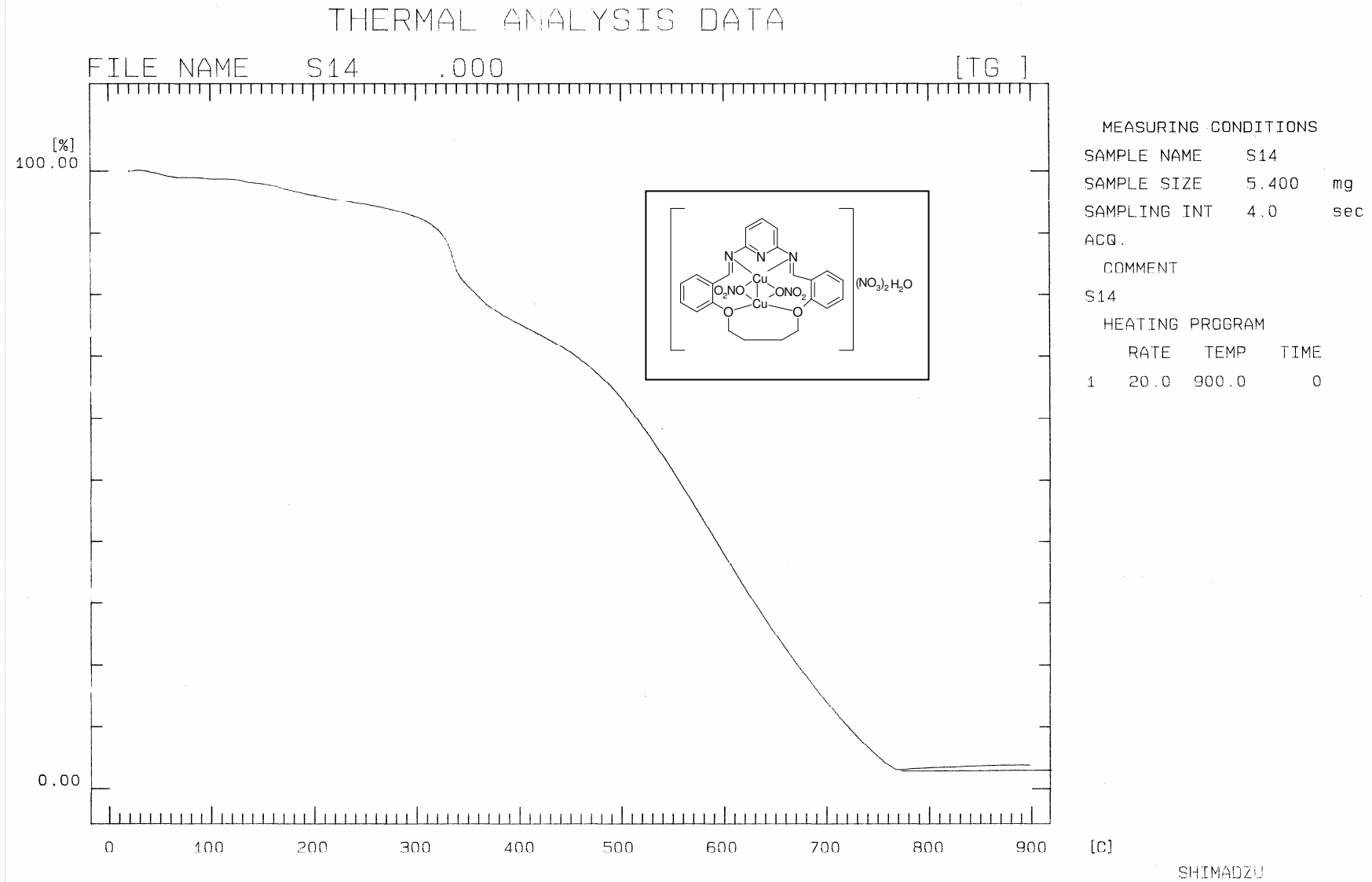
MS Spectrum

*MSD1 SPC, time=0.853:0.963 of INFUS\18700001.D API-ES, Pos, Scan, Frag: 35

Çizelge 117: $[\text{Cu}_2(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Kütle Spektrumu

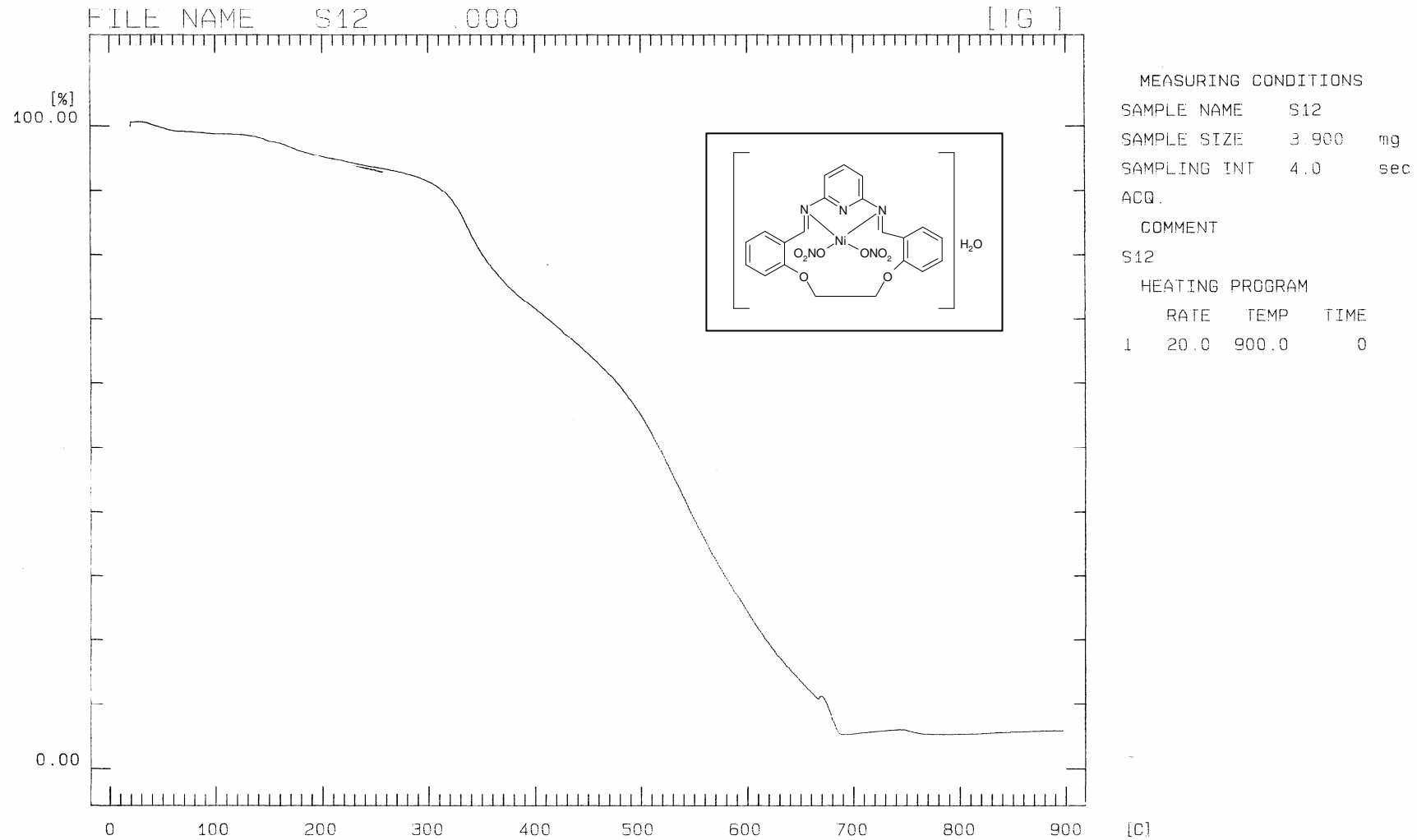


Çizelge 118: [Cu₂(L⁵)(NO₃)₂][NO₃]₂·H₂O Kompleksinin Kütle Spektrumu



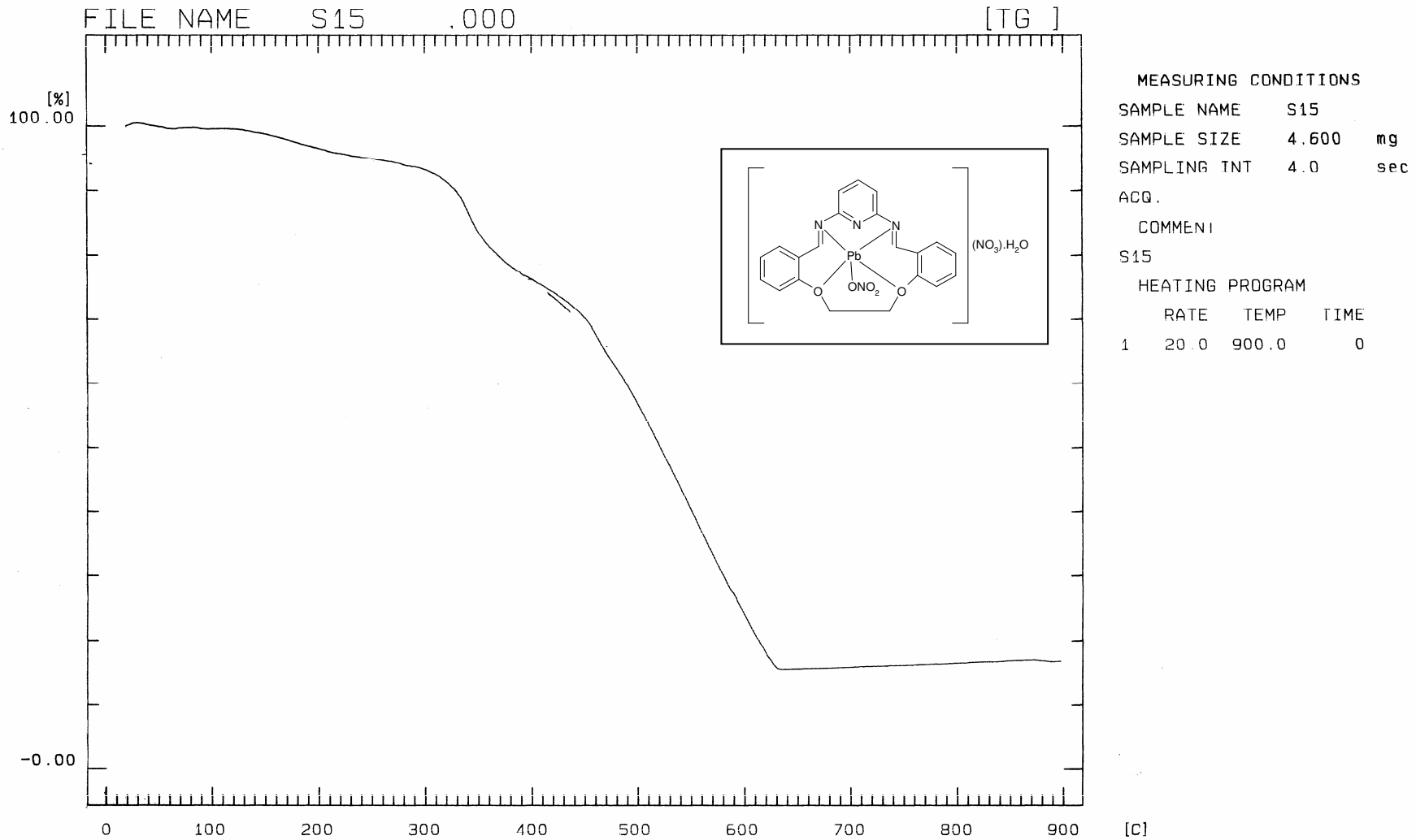
Çizelge 119: $[\text{Cu}_2(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu

THERMAL ANALYSIS DATA



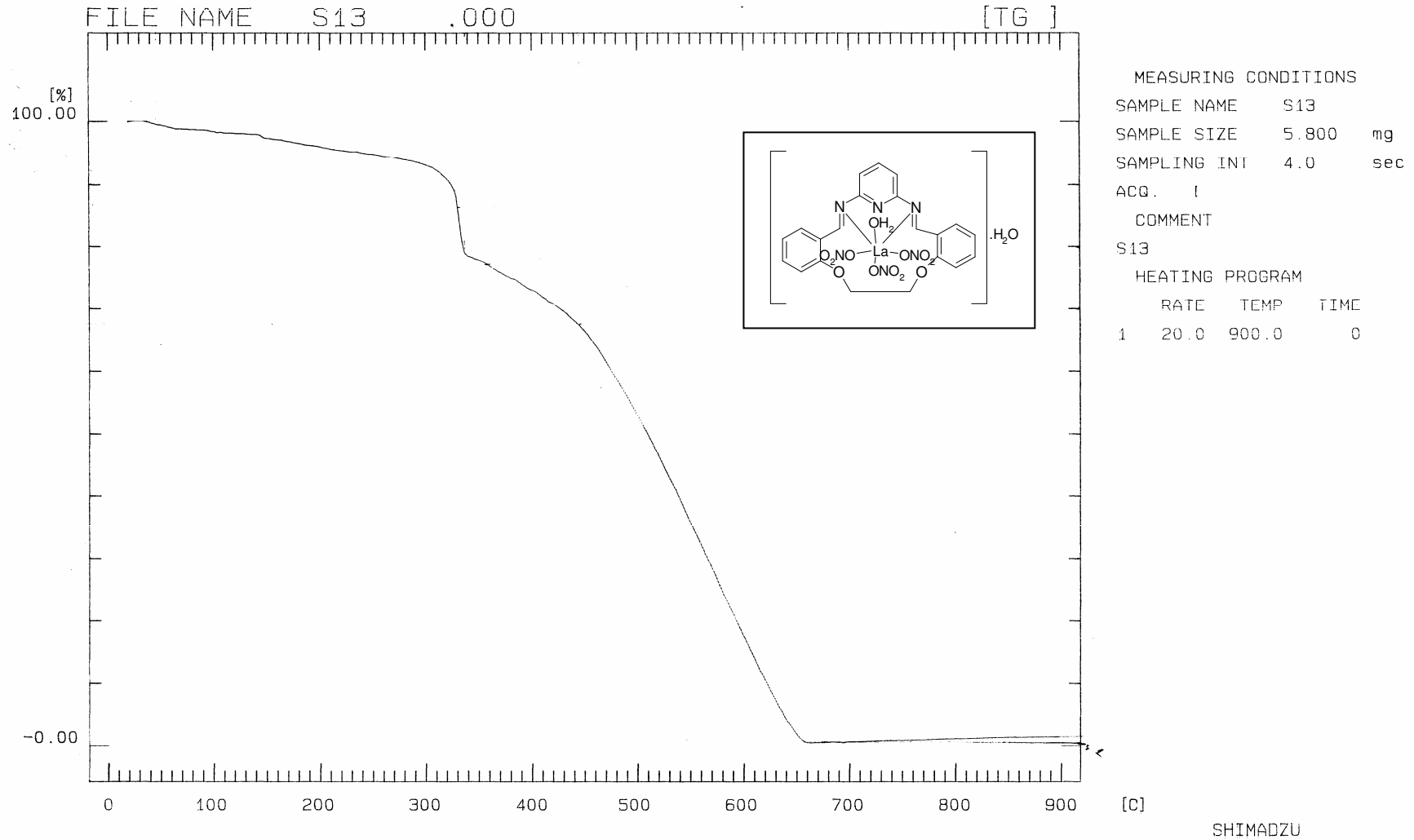
Çizelge 120: $[\text{Ni}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu

THERMAL ANALYSIS DATA



Çizelge 121: $[\text{Pb}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)](\text{NO}_3)\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu

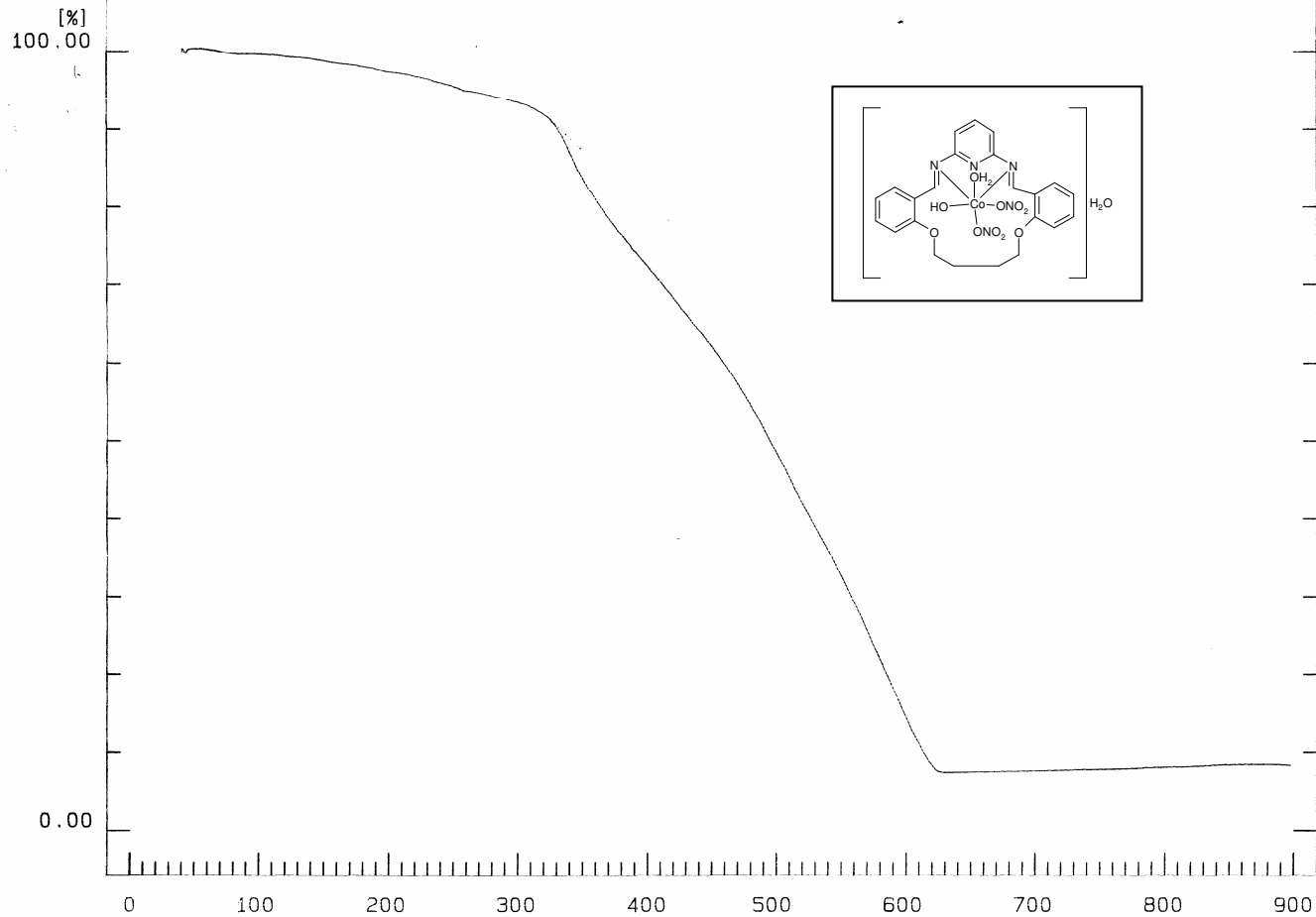
THERMAL ANALYSIS DATA



Çizelge 122: $[La(L^1)(NO_3)_3(H_2O)].H_2O$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu

THERMAL ANALYSIS DATA

FILE NAME S2 .000 [TG]



MEASURING CONDITIONS

SAMPLE NAME S2
 SAMPLE SIZE 3.810 mg
 SAMPLING INT 4.0 sec

ACQ.

COMMENT

S2

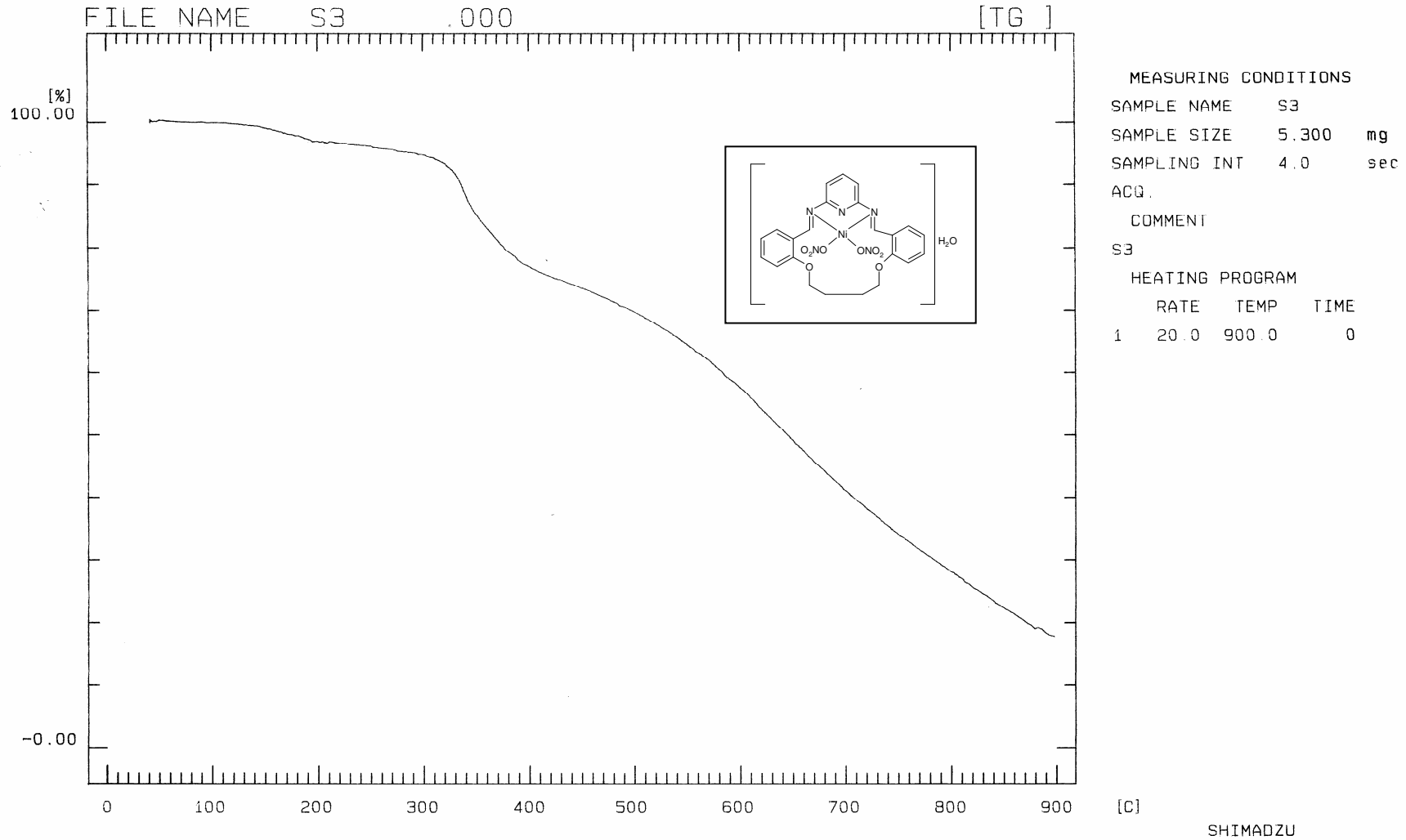
HEATING PROGRAM

	RATE	TEMP	TIME
1	20.0	900.0	0

SHIMADZU

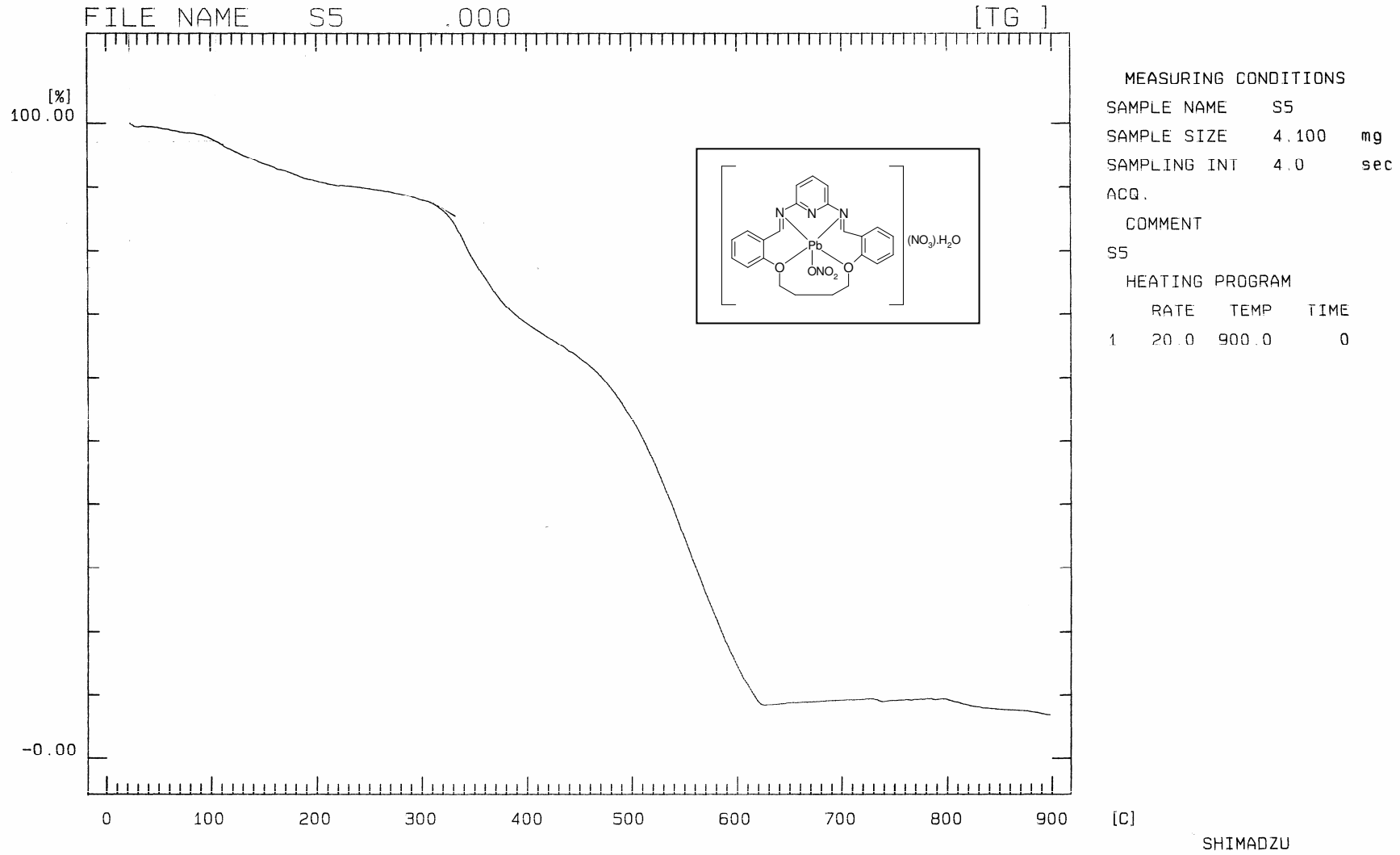
Çizelge 123: $[Co(L^3)(NO_3)_2(H_2O)(OH)]$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu

THERMAL ANALYSIS DATA

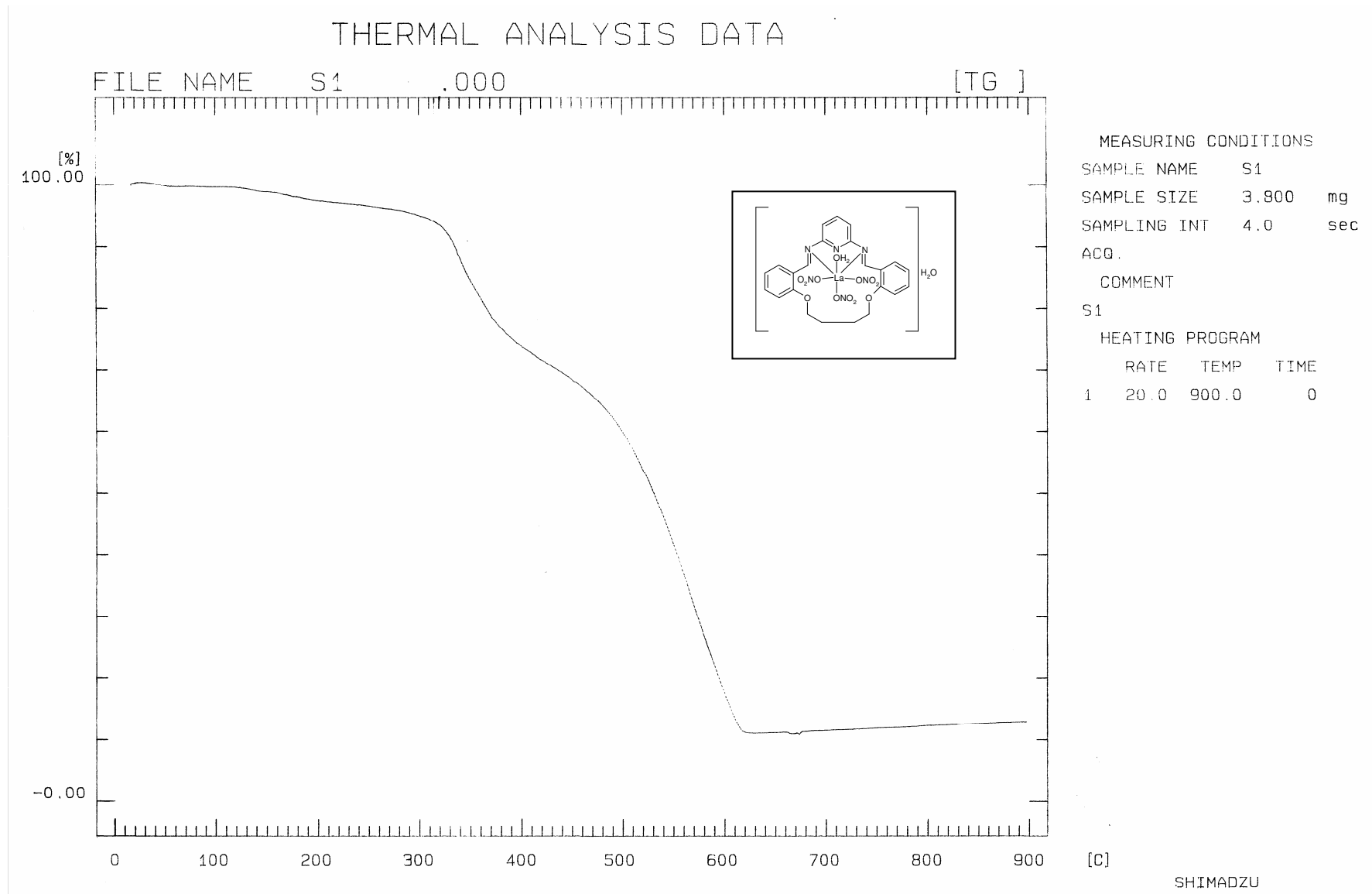


Çizelge 124: $[\text{Ni}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu

THERMAL ANALYSIS DATA

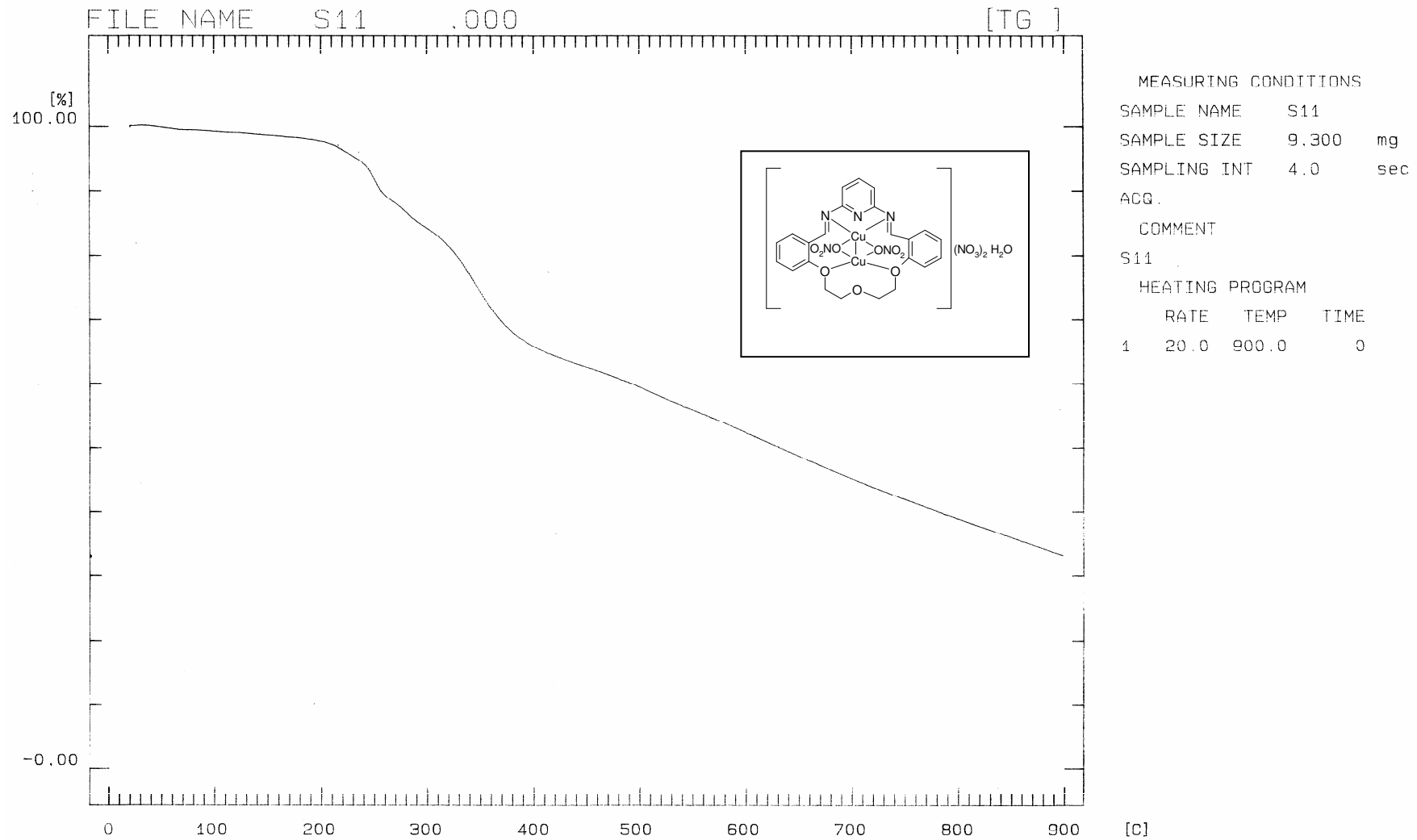


Çizelge 125: $[\text{Pb}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)][\text{NO}_3]\cdot\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu



Çizelge 126: $[\text{La}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu

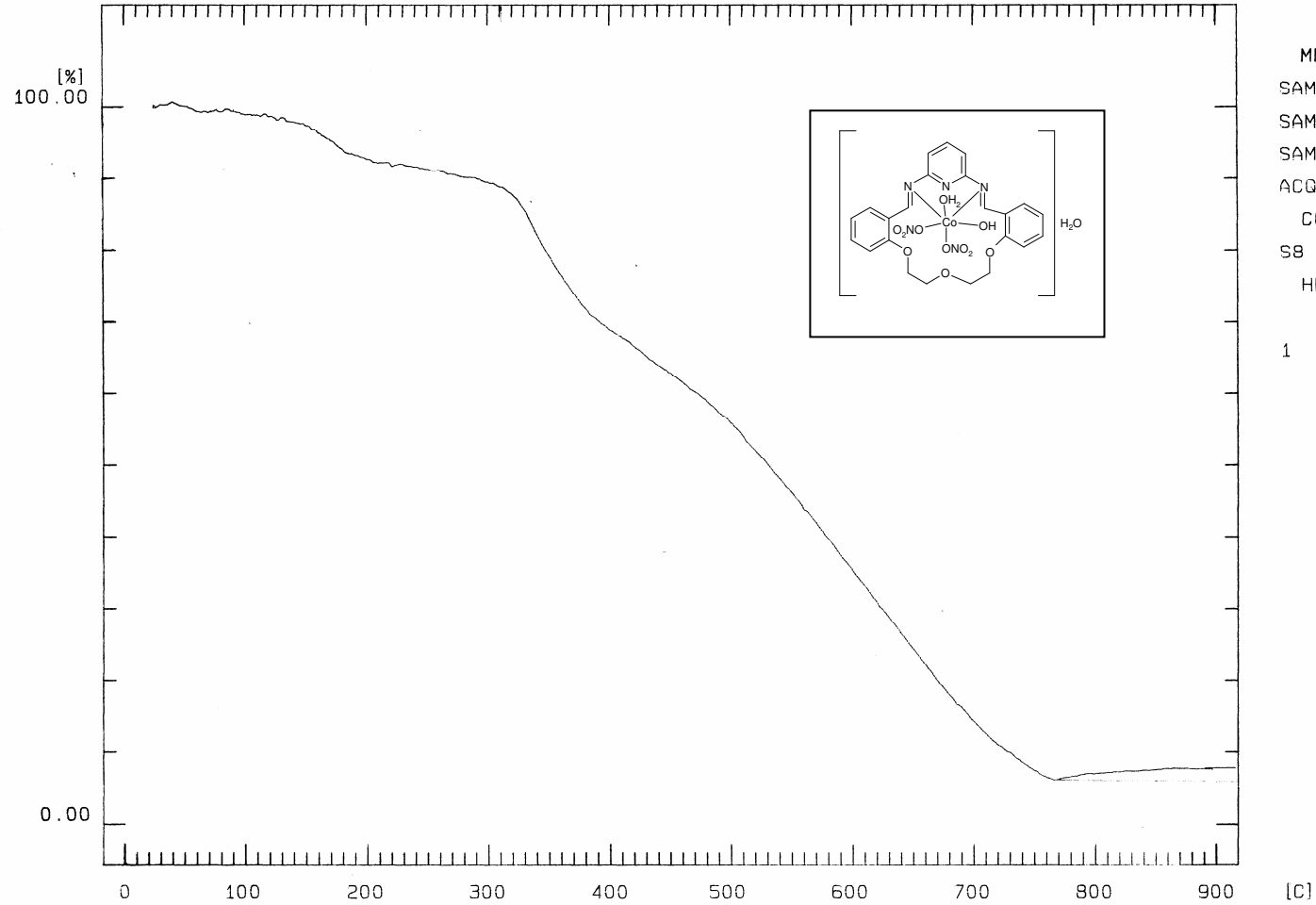
THERMAL ANALYSIS DATA



Çizelge 127: $[\text{Cu}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2][\text{NO}_3]_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu

THERMAL ANALYSIS DATA

FILE NAME S8 .000 [TG]



MEASURING CONDITIONS

SAMPLE NAME S8
 SAMPLE SIZE 2.877 mg
 SAMPLING INT 4.0 sec

ACQ.

COMMENT

S8

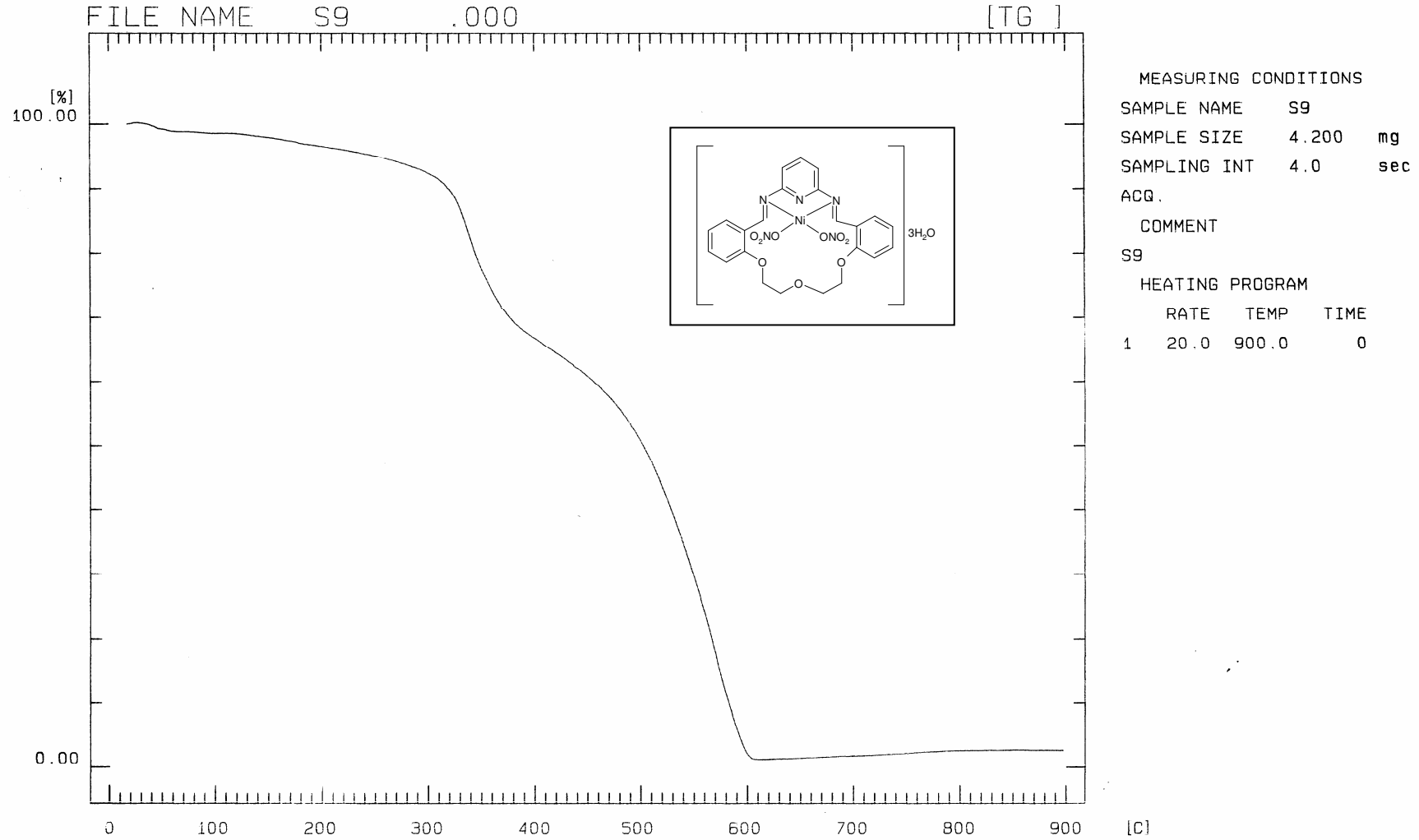
HEATING PROGRAM

	RATE	TEMP	TIME
1	20.0	900.0	0

SHIMADZU

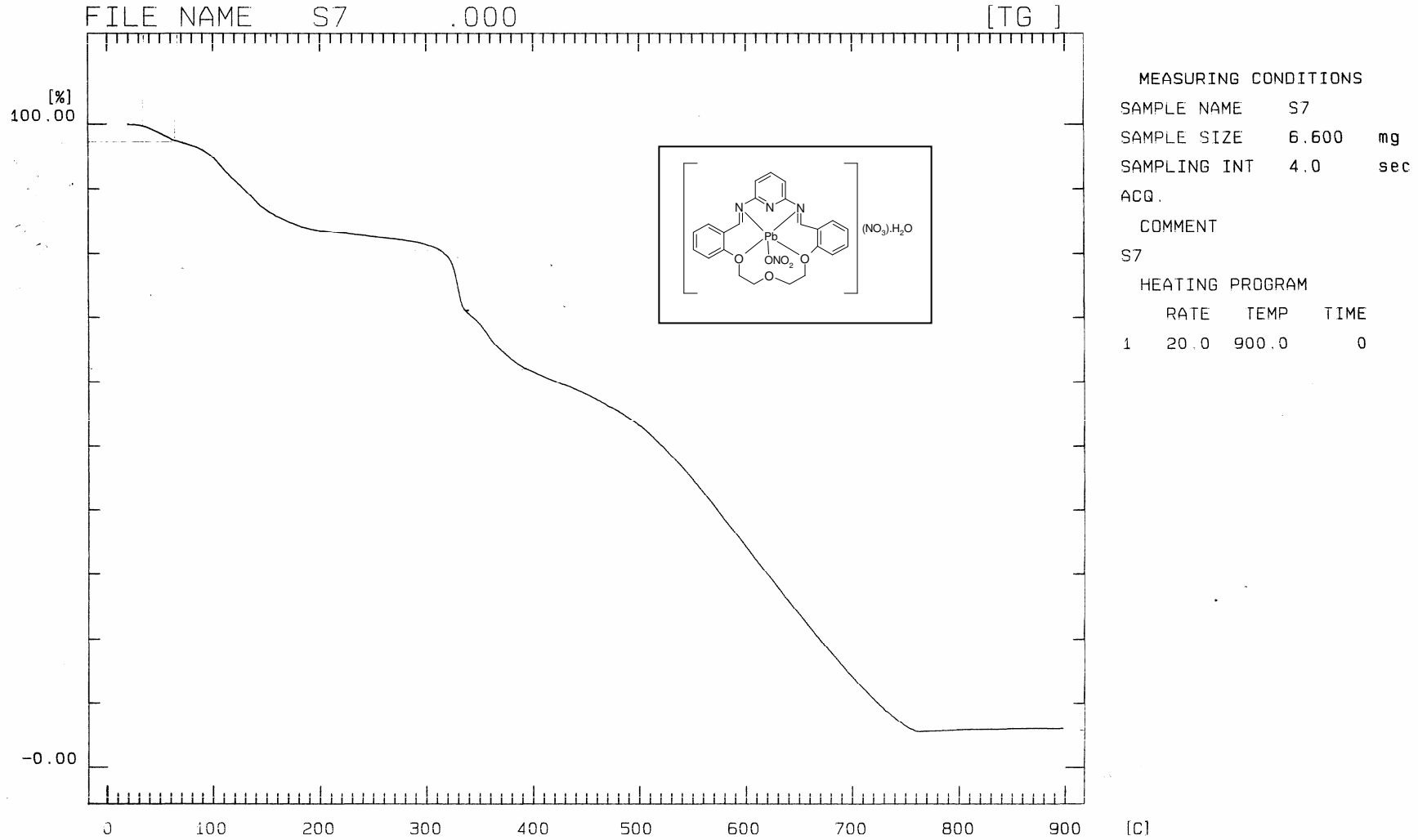
Çizelge 128: $[\text{Co}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2(\text{H}_2\text{O})(\text{OH})]\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu

THERMAL ANALYSIS DATA



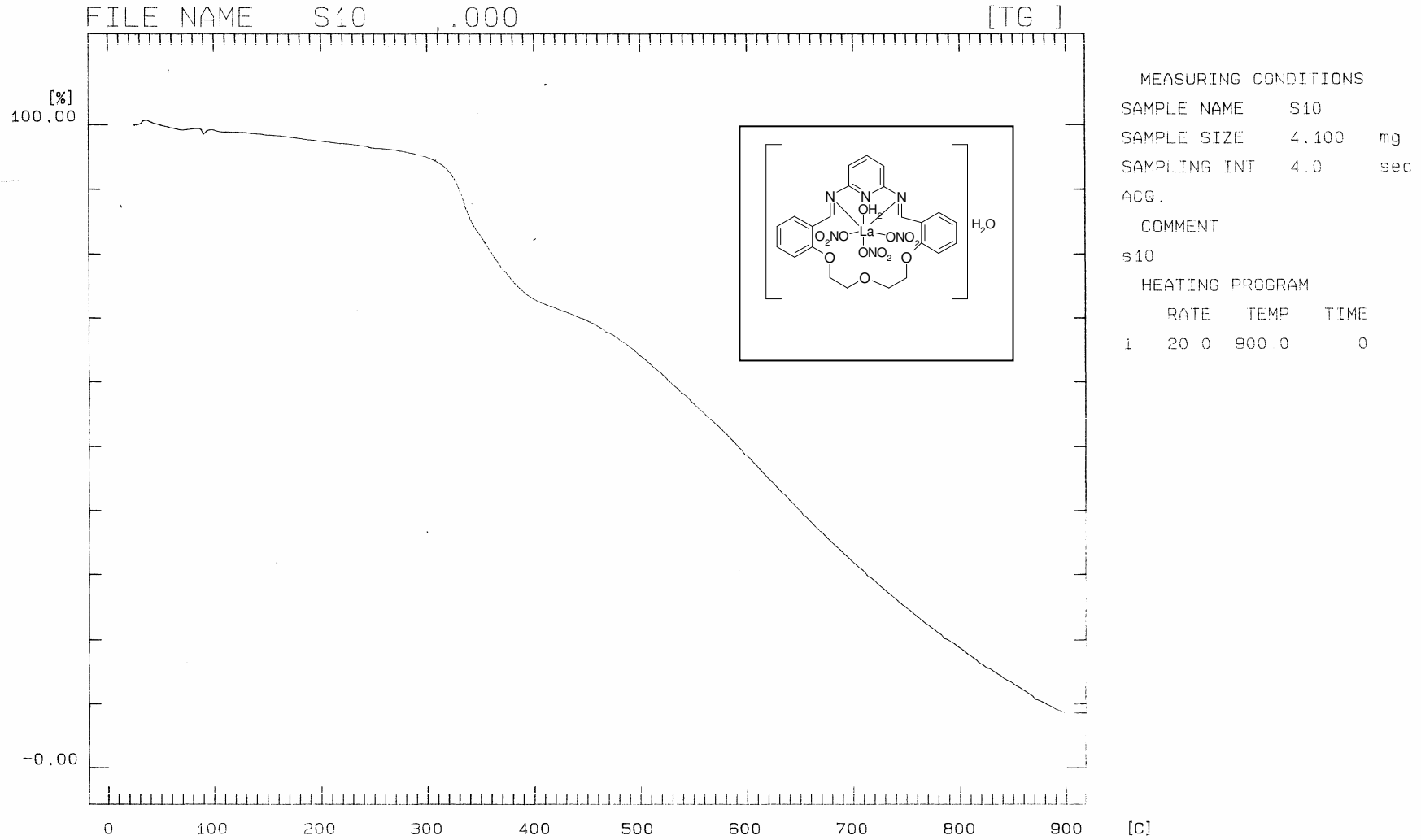
Çizelge 129: $[\text{Ni}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu

THERMAL ANALYSIS DATA



Çizelge 130: $[Pb(L^4)(NO_3)][NO_3].H_2O$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu

THERMAL ANALYSIS DATA



Çizelge 131: $[\text{La}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Termal Gravimetrik Analiz Spektrumu

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

1. Şekil: 4.1. Etilen Glikol Ditosilat sentezi.....	35
2. Şekil: 4.2. Dietilen Glikol Ditosilat sentezi.....	35
3. Şekil: 4.3. Trietilen Glikol Ditosilat sentezi.....	36
4. Şekil: 4.4. 1,2-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)etan sentezi.....	36
5. Şekil: 4.5. 1,3-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)propan sentezi.....	37
6. Şekil: 4.6. 1,4-Bis(2-karboksaldehit fenoksi)bütan sentezi.....	37
7. Şekil: 4.7. 1,7-Bis(2-formilfenil)-1,4,7-trioksaheptanın sentezi.....	38
8. Şekil: 4.8. 1,10-Bis(2-formilfenil)-1,4,7,10-trioksidekanın sentezi.....	38
9. Şekil:4.9. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-tribenzo-9,12-dioksasiklopentadeka-1,5-dien (L ¹) nin sentezi.....	39
10. Şekil: 4.10. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:13,14-Tribenzo-9,13-dioksasikloheksadeka-1,5-dien (L ²) nin sentezi.....	40
11. Şekil: 4.11. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:15,16-tribenzo-9,15-dioksasikloheptadeka-1,5-dien (L ³) nin Sentezi.....	40
12. Şekil: 4.12. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:16,17-tribenzo-9,12,15-trioksasiklooktadeka-1,5-dien (L ⁴) nin Sentezi.....	41
13. Şekil: 4.13. 1,3,5-Triaza-2,4:7,8:19,20-tribenzo-9,12,15,18-tetraoksasiklounkosa-1,5-dien (L ⁵) nin Sentezi.....	42
14. Şekil: 4.14. [Cu ₂ (L ¹)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	42
15. Şekil: 4.15. [Cu ₂ (L ²)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	43
16. Şekil: 4.16. [Cu ₂ (L ³)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	44
17. Şekil: 4.17. [Cu ₂ (L ⁴)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	44
18. Şekil: 4.18. [Cu ₂ (L ⁵)(NO ₃) ₂][NO ₃] ₂ .H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	45
19. Şekil: 4.19. [Co(L ¹)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].2H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	46
20. Şekil: 4.20. [Co(L ²)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].3H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	46
21. Şekil: 4.21. [Co(L ³)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	47
22. Şekil: 4.22. [Co(L ⁴)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	48
23. Şekil: 4.23. [Co(L ⁵)(NO ₃) ₂ (OH)H ₂ O].H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	48
24. Şekil: 4.24. [Ni(L ¹)(NO ₃) ₂].H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	49
25. Şekil: 4.25. [Ni(L ²)(NO ₃) ₂].H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	50

26. Şekil: 4.26. $[\text{Ni}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	50
27. Şekil: 4.27. $[\text{Ni}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_2] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	51
28. Şekil: 4.28. $[\text{Ni}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	52
29. Şekil: 4.29. $[\text{Pb}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)] [\text{NO}_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	52
30. Şekil: 4.30. $[\text{Pb}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)] [\text{NO}_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	53
31. Şekil: 4.31. $[\text{Pb}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)] [\text{NO}_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	54
32. Şekil: 4.32. $[\text{Pb}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)] [\text{NO}_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	54
33. Şekil: 4.33. $[\text{Pb}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)] [\text{NO}_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	55
34. Şekil: 4.34. $[\text{La}(\text{L}^1)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	56
35. Şekil: 4.35. $[\text{La}(\text{L}^2)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	56
36. Şekil: 4.36. $[\text{La}(\text{L}^3)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	57
37. Şekil: 4.37. $[\text{La}(\text{L}^4)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	57
38. Şekil: $[\text{La}(\text{L}^5)(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi.....	58

ÖZGEÇMİŞ

1976 yılında Adana'da doğdu. İlkokulu ve ortaokulu doğduğu ilde tamamladı. Lise öğrenimini ise 1994 yılında Diyarbakır Cumhuriyet Fen lisesinde tamamladı. Aynı yıl Dicle Üniversitesi Eğitim Fakültesi Kimya Öğretmenliğini kazandı ve 1998 yılında mezun oldu. 1998 yılında Dicle Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde Yüksek Lisansa, 1999 yılında da Dicle Üniversitesi Eğitim Fakültesinde Araştırma Görevliliğine başladı. 2001 yılında yüksek lisansını tamamladı. Aynı yıl Dicle Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde Doktora öğrenimine başladı. 2006 yılında doktora öğrenimini tamamladı. Halen Dicle Üniversitesi Eğitim Fakültesinde Araştırma Görevlisi olarak çalışmaktadır.