



T.C.  
KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**2-PİRİDİN KARBOKSALDEHİT İÇEREN SCHİFF  
BAZI VE BAZI METAL KOMPLEKSLERİNİN  
SENTEZİ, KAREKTERİZASYONU, TERMAL VE  
ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN  
İNCELENMESİ**

**SEYHAN AKAR**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
KİMYA ANABİLİM DALI**

**KAHRAMANMARAŞ 2015**

**T.C.**  
**KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**2-PİRİDİN KARBOKSALDEHİT İÇEREN SCHİFF BAZI VE BAZI METAL  
KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ, KAREKTERİZASYONU, TERMAL VE  
ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**SEYHAN AKAR**

**Bu tez,  
Kimya Anabilim Dalında  
YÜKSEK LİSANS  
derecesi için hazırlanmıştır.**

**KAHRAMANMARAŞ 2015**

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü öğrencisi Seyhan AKAR tarafından hazırlanan ‘2-PİRİDİN KARBOKSALDEHİT İÇEREN SCHİFF BAZI VE BAZI METAL KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ, KAREKTERİZASYONU, TERMAL VE ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ’ adlı bu tez jürimiz tarafından 28/01/2015 tarihinde oy birliği ile Kimya Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Yrd.Doç. Dr. Selma BAL (BAŞKAN) .....  
Kimya Bölümü  
Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

Prof. Dr. Mehmet TÜMER (ÜYE) .....  
Kimya Bölümü  
Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

Doç. Dr.M. Sait BOZGEYİK (ÜYE) .....  
Fizik Bölümü  
Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

Yukarıdaki imzaların adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylıyorum.

Doç. Dr. Mustafa ŞEKKELİ .....  
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

## **TEZ BİLDİRİMİ**

Tez içindeki bütün bilgiler etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada orjinal olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

**SEYHAN AKAR**

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

**2-PİRİDİN KARBOKSALDEHİT İÇEREN SCHIFF BAZI VE BAZI METAL  
KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ, KAREKTERİZASYONU, TERMAL VE  
ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ  
(YÜKSEK LİSANS TEZİ)**

**Seyhan AKAR**

**ÖZET**

Bu çalışmada; Schiff baz ligandları (E)-*N,N'*-bis(piridin-2-metilen)sikloheksan-1,4-diamin ( $L^1$ ), ve (E)-*N,N'*-bis(piridin-2-metilen)benzen-1,4-diamin ( $L^2$ ) ve onların binükleer Cu(II), Ni(II), Co(II) kompleksleri, 2-piridin karboksialdehit, 1,4-diaminobenzen ve trans-1,4-diaminosikloheksan bileşiklerinden yola çıkarak sentezlenmiştir. Sentezlenen bileşiklerin karakterizasyonu, termal analiz, analitik ve spektroskopik metodlar ile yapılmıştır. Cu(II) kompleksi dışında elde edilen kompleks bileşiklerin termal incelemeleri sıcaklığa karşı direnç gösterdi. Bu yüksek sıcaklıklarda gerçekleşen kimyasal reaksiyonlar için katalizör olarak kullanım durumunu artırdı. Her iki ligandın ve komplekslerinin elektrokimyasal özellikleri incelenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Schiff bazı, Kompleksler, Termal, elektrokimyasal

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı, Ocak / 2015

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Selma BAL

Sayfa sayısı: 70

**SYNTHESIS, CHARACTERISATION, THERMAL AND ELECTROCHEMICAL  
PROPERTIES OF SCHIFF BASE METAL COMPLEXES CONTAINING 2-  
PYRIDINECARBOXYALDEHYDE**

**(M.Sc. THESIS)**

**Seyhan AKAR**

**ABSTRACT**

Two novel Schiff base ligands (E)-N,N'-bis(pyridin-2-ylmethylene) cyclohexane-1,4-diamine ( $L^1$ ), (E)-N,N'-bis (pyridin-2-ylmethylidene) benzene-1,4-diamine ( $L^2$ ) and their binuclear Cu(II), Ni(II), Co(II) complexes have been synthesized from 2-pyridine carboxaldehyde, 1,4-diaminobenzene and trans-1,4-diaminocyclohexane. Characterizations of the synthesized compounds were carried out by thermal analysis, analytical and spectroscopic methods. Thermal examination of the title compounds revealed that complex compounds, apart from Cu(II) complex, were more resistant to temperature, which increases their chance to be used as catalysts towards chemical reactions carried out in high temperatures. Electrochemical features of both ligands and complexes have also been explained.

**Keywords:** Schiff base, complexes, thermal, electrochemical

University of Kahramanmaraş Sütçü İmam  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Chemistry, January / 2015

Supervisor: Yrd. Doç. Dr. Selma BAL

Page Numbers: 70

## TEŐEKKÜR

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduđum bu alıřmada tez konumu seen, tüm alıřmalarım sırasında engin bilgi ve tecrübelerinden yararlandıđım ve benden manevi desteđini esirgemeyen büyük bir özveriyle alıřmalarıma ışık tutan deđerli hocam Sayın Yrd. Do. Dr Selma BAL'a sonsuz saygılarımı sunarım.

alıřmalarım sırasında deđerli bilgi ve tecrübelerinden yararlandıđım deđerli hocam Kimya Bölüm Başkanı Prof. Dr Mehmet TÜMER ve tüm Kimya bölümü öğretim üyelerine katkılarından dolayı teşekkür ederim.

Tez alıřmam süresince benden yardımlarını ve manevi desteđini esirgemeyen deđerli arkadaşım Dr. Muhammet KÖSE' ye teşekkür ederim.

Benden hayatım boyunca maddi ve manevi desteđini esirgemeyen sevgili ailem ve eşim Seda AKAR' a en içten duygularıyla teşekkür ederim.

## İÇİNDEKİLER

	SAYFA
ÖZET .....	I
ABSTRACT .....	II
TEŞEKKÜR .....	III
İÇİNDEKİLER .....	IV
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	VI
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	IX
SİMGELER VE KISALTMALAR .....	X
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Schiff Bazları.....	1
1.2 Schiff Bazı Ligandlarının Sentezi .....	2
1.3 Sulu Ortamın Schiff Bazlarına Etkisi .....	6
1.4 Aromatik Yapıda Bulunan Grupların Schiff Bazları Oluşumuna Etkisi .....	6
1.5 pH'ın Schiff Bazlarına Etkisi .....	7
1.6 Schiff Bazlarının Adlandırılması.....	8
1.7 Schiff Bazlarının Antibakteriyel Özellikleri .....	8
1.8 Schiff Bazlarında Keto – Amin Tautomerisi.....	9
1.9 Schiff Bazlarının Reaksiyonları .....	10
1.10 Schiff Bazlarının Metal Kompleksleri .....	11
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR .....	16
3. MATERYAL VE METOD .....	27
3.1 Materyal.....	27
3.1.1 Kullanılan kimyasal maddeler.....	27
3.1.2 Kullanılan cihazlar .....	28
3.2 Metot .....	28
3.2.1 Ligandların sentezi .....	28
3.2.2 Schiff Baz ligandlarının çeşitli metallerle kompleksleri .....	30
3.2.3 Elektrokimyasal çalışmalar .....	35
4. BULGULAR VE TARTIŞMA .....	36
4.1 Erime Noktası, Renk, Verim Bulgularının Değerlendirilmesi .....	36
4.2 Elementel Analiz Bulgularının Değerlendirilmesi .....	37
4.3 FT-IR Spektrum Bulgularının Değerlendirilmesi .....	38
4.4 Ligand ve Komplekslerin UV Spektrumlarının Değerlendirilmesi .....	40
4.5 Sentezlenen Schiff Bazı Ligandlarının <sup>1</sup> H ve <sup>13</sup> C NMR Spektrumlarının Değerlendirilmesi.....	40
4.6 Sentezlenen Bileşiklerin Elektrokimyasal Özelliklerinin İncelenmesi .....	43
4.7 Sentezlenen Bileşiklerin Termal Özelliklerinin İncelenmesi .....	47



5. SONUÇ VE ÖNERİLER .....	51
KAYNAKLAR.....	53
ÖZGEÇMİŞ.....	56

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### Sayfa No

Şekil 1.2.1. Schiff Bazlarının genel oluşum mekanizması.....	2
Şekil 1.2.2. Birincil aminlerin karbonil bileşiği ile tepkime .....	3
Şekil 1.2.3. Keton yapısındaki karbonil bileşiği ile primer yapıda ve aromatik .....	4
özelliklerdeki amin bileşiğinin tepkimesi	
Şekil 1.2.4. İmin grubu ile elektron boşluğu bulunan bir iyonun tepkimesi.....	5
Şekil 1.2.5. Şelat halkası oluşturabilen ligandlar.....	5
Şekil 1.2.6. Şelat halkası oluşturamayan ligandlar.....	5
Şekil 1.4.1 Aromatikliğin Schiff Bazlarına etkisi.....	6
Şekil 1.5.1 Kondenzasyon reaksiyonlarının pH' a bağlılığını gösteren mekanizma.....	7
Şekil 1.6.1 Bazı bileşiklerin adlandırılması.....	8
Şekil 1.7.1. Antibakteriyel Schiff Bazlarının sentezi (R=H;CH <sub>3</sub> ;F;C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> . .....	9
Het=Piridin-2-yl, Primidin-2- il)	
Şekil 1.8.1. enol-imin ve keto-enol denge reaksiyonu.....	9
Şekil 1.8.2. Naftalin türevi Schiff Bazlarında tautomeri dengeleri.....	10
Şekil 1.9.1. Schiff bazları reaksiyon gösterimleri.....	11
Şekil 1.10.1 Antikanser Aktivite Gösteren Schiff Bazı Kompleksleri .....	12
(Zishen ve diğ., 1990)	
Şekil 1.10.2. Schiff Bazı Ligandının Binükleer Cu(II) Kompleksi .....	13
(Tümer ve diğ., 1996)	
Şekil 1.10.3 Tetradentat Schiff Bazlarının Binükleer Kompleksleri.....	13
(Köksal ve diğ., 1996)	
Şekil 1.10.4 Schiff bazı Bakır kompleksinin dimer hali.....	14
Şekil 1.10.5. Metal kompleks yapısı ve oluşumu gösterim.....	16
Şekil 2.1. Simetrik olmayan dört dişli Schiff baz ligantları .....	16
Şekil 2.2. Aromatik hidroksit tepkimesi.....	17

Şekil 2.3. Nikel kompleksinde çift çekirdekli kationun yapısına uygun görünüşü.....	18
Şekil 2.4. Sentezlenen schiff baz ligandları.....	18
Şekil 2.5. Di veya triaminler ile 5-fenilazo salisilaldehitin kondenzasyonu ..... ile elde edilen Schiff Bazları ve Cu(II) kompleksler	19
Şekil 2.6. Basit dipeptitlerden ve salisilaldehitten türetilen ligand.....	20
Şekil 2.7. Fenoksi-köprülü heterodinükleer kompleksi.....	20
Şekil 2.8. Fenoksi-köprülü binükleer bakır kompleksi.....	21
Şekil 2.9. Fenoksi-köprülü ansimetrik binükleer bakır kompleksi.....	22
Şekil 2.10. Bipiramidal geometride binükleer bakır(II) kompleksi.....	22
Şekil 2.11. Florlu 1,2 diamin salisilaldehitin Mn(III) kompleksi.....	23
Şekil 2.12. o-fenilendiaminin salisilaldehit, 3,5-di-tert-bütül- ..... 2-hidroksibenzaldehit ve 5-nitro-2-hidroksibenzaldehit ile etkileşmesi ile yeni Schiff Bazıve katalizör etkisi	24
Şekil 2.13. Bakır(II) kompleksinin elde edilme tepkimesi.....	25
Şekil 2.14. Atomu-numaralandırma şekli ile 1'in ORTEP çizim..... (% 30 muhtemel düzeyi) düzeni (H atomu ve kafes su molekülleri netlik için çıkarılmıştır.)	25
Şekil 2.15. Fenoksi-köprülü ansimetrik binükleer bakır kompleksi .....	26
Şekil 3.2.1.1.1. (E)-N,N'-bis(piridin-2-metilen)sikloheksan-1,4-diamin'in..... sentez tepkimesi	29
Şekil 3.2.1.2.1. (E)-N,N'-bis(piridin-2-metilen)benzen-1,4-diamin' in sentez tepkimesi..	30
Şekil 3.2.2.1.1. L <sup>1</sup> -Co sentez tepkimesi.....	30
Şekil 3.2.2.2.1. L <sup>1</sup> -Cu sentez tepkimesi.....	31
Şekil 3.2.2.3.1. L <sup>1</sup> -Ni sentez tepkimesi.....	32
Şekil 3.2.2.4.1. L <sup>2</sup> -Co sentez tepkimesi.....	33
Şekil 3.2.2.5.1. L <sup>2</sup> -Cu sentez tepkimesi.....	34
Şekil 3.2.2.6.1. L <sup>2</sup> -Ni sentez tepkimesi.....	34

Şekil 4.5.1. L <sup>1</sup> Ligandının 1H-NMR spektroskopisi.....	42
Şekil 4.5.2. L <sup>2</sup> Ligandının 1H-NMR spektroskopisi.....	42
Şekil 4.6.1 L <sup>1</sup> ligandının 100 mVs <sup>-1</sup> (a) and 250 mVs <sup>-1</sup> (b) hızlarındaki Elektrokimyasal eğrileri.....	46
Şekil 4.6.2 L <sup>2</sup> ligandının 100 mVs <sup>-1</sup> (a) and 250 mVs <sup>-1</sup> (b) hızlarındaki Elektrokimyasal eğrileri.....	47
Şekil 4.6.3 Sentezlenen Schiff bazı ligandlarının muhtemel redoks prosesleri.....	47
Şekil 4.7.1.L <sup>1</sup> ve komplekslerinin 10 °C/min ısınma oranında 30 °C ve 988 °C ..... sıcaklık aralığında nitrojen atmosferi altında TG grafikleri	49
Şekil 4.7.2.L <sup>2</sup> ve komplekslerinin 10 °C/min ısınma oranında 30 °C ve 988 °C..... sıcaklık aralığında nitrojen atmosferi altında TG grafikleri	49

## ÇİZELGELER DİZİNİ

### Sayfa No

Çizelge 4.1.1. Sentezlenen bileşiklerin bazı fiziksel özellikleri.....	37
Çizelge 4.2.1. Sentezlenen ligandların elementel analiz sonuçları.....	37
Çizelge4.2.2. Sentezlenen metal komplekslerinin elementel analiz (AAS) sonuçları.....	38
Çizelge 4.3.1. Ligand ve Komplekslerin FT-IR Değerleri (cm <sup>-1</sup> ).....	39
Çizelge 4.4.1. Ligandlar ile metal komplekslerinin EtOH içindeki elektronik verileri.....	40
Çizelge 4.5.1. Sentezlenen ligandlara ait <sup>1</sup> H-NMR spektrumları.....	41
Çizelge 4.5.2. Sentezlenen ligandlara ait <sup>13</sup> C NMR spektrumları.....	41
Çizelge 4.6.1. Sentezlenen ligandların ve komplekslerinin elektrokimyasal verileri.....	45
Çizelge 4.7.1. Ligandlar ile Metal Komplekslerinin Termal Analiz Verileri.....	50

## SİMGELER VE KISALTMALAR

<b>°C</b>	: Derece Santigrat
<b>v</b>	: Frekans
<b>gr</b>	: Gram
<b><math>\lambda_{\max}</math></b>	: Maksimum Dalga Boyu
<b><math>\delta</math></b>	: Kimyasal Kayma
<b>M</b>	: Molarite
<b>ml</b>	: Mililitre
<b>mmol</b>	: Milimol
<b>cm</b>	: Santimetre
<b>nm</b>	: Nanometre
<b>%</b>	: Yüzde
<b>ppm</b>	: Milyonda bir
<b>EtOH</b>	: Etilalkol
<b>DMF</b>	: Dimetilformamit
<b>DMSO</b>	: Dimetilsülfoksit
<b>DCM</b>	: Diklormetan
<b>E.N.</b>	: Erime noktası
<b>M.A.</b>	: Molekül ağırlığı
<b><sup>1</sup>H-NMR</b>	: Proton Nükleer Magnetik Rezonans Spektroskopisi
<b><sup>13</sup>C-NMR</b>	: Karbon Nükleer Magnetik Rezonans Spektroskopisi
<b>IR</b>	: İnfrared Spektroskopisi
<b>Uv-Vis.</b>	: Ultraviyole Görünür Alan Spektroskopisi
<b>CV</b>	: Siklik Voltammogram
<b>A</b>	: 1,4-diaminobenzen
<b>A<sub>1</sub></b>	: 2- piridin karboksi aldehit
<b>A<sub>2</sub></b>	: Trans-1,4-diaminosikloheksan
<b>L<sup>1</sup></b>	: (E)-N,N'-bis(piridin-2-metilen)sikloheksan-1,4-diamin
<b>L<sup>2</sup></b>	: (E)-N,N'-bis(piridin-2-metilen)benzen-1,4-diamin

# 1. GİRİŞ

## 1.1 Schiff Bazları

Metal atom veya iyonların, bir ya da birden çok ligandla oluşturduğu bileşiklere koordinasyon bileşikleri adı verilir. Koordinasyon bileşiklerini inceleyen bilim dalına ise koordinasyon kimyası adı verilir. Koordinasyon bileşiklerinin geniş kullanım alanlarının olması nedeniyle; koordinasyon kimyası anorganik kimyanın en hızlı gelişen bilim dalıdır.

Koordinasyon kimyasında yapılan çalışmalarda Schiff-bazlarının oluşturdukları kompleksler de önemli bir yer tutmaktadır. Schiff bazları ilk olarak Alman bilim adamı Schiff tarafından 1864 yılında sentezlenmiştir. Schiff bazları genellikle aldehit ve ketonların primer aminlerle kondenzasyonu sonucu oluşur ve oluşan bu schiff bazları kompleks hazırlamada oldukça önemli gruplardır. Bu bileşiklerin oluşum mekanizmaları ve kompleks oluşturma özellikleri geniş çaplı incelenmiştir. Schiff Bazları aminotiyoller, o-aminofenoller,  $\alpha$ -aminoasitler ve aminoalkollere, asetil aseton veya salisilaldehit katılmasından türetilbilir (Şener, 1999).

Aldehitlerin primer aminlerle reaksiyona girmesiyle oluşan N-süstitüe iminler kararsızdır. Ancak azometin veya Schiff Bazları denilen ve aromatik aldehitlerden oluşan N-süstitüe iminlerde ikili bağ içeren karbon atomu üzerinde bir veya iki aril grubu bulunduğundan, bu bileşikler rezonans nedeniyle kararlıdır. Azot atomu üzerinde alkil grubu yerine aril grubu içeren azometinler daha da kararlıdır (Oskay, 1990).

Schiff Bazlarının ve metal komplekslerinin kullanım sahası oldukça geniştir. Schiff Bazları, bazı ilaçların hazırlanmasında, boyar maddelerin üretiminde, elektronik endüstrisinde, plastik sanayinde, kozmetik, polimer üretiminde, analitik kimyada ve sıvı kristal teknolojisi gibi çeşitli dallarda gittikçe artan öneme sahip maddelerdir. Schiff Bazları biyolojik ve yapısal önemleri yüzünden üzerinde çok çalışılan bileşiklerdir. (Birbiçer, 1998).

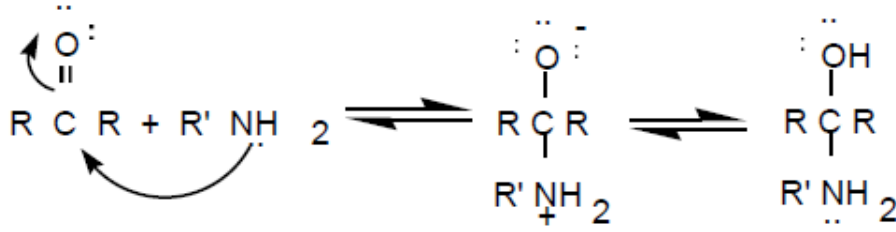
Schiff Bazları genelde katıdır. Bu özelliklerinden yararlanılarak boya endüstrisinde de oldukça fazla kullanılabilir. Ayrıca parfüm ve ilaç endüstrisinde de oldukça fazla öneme sahip maddelerdir. Bu bileşiklerin sentetik oksijen taşıyıcı, enzimatik reaksiyonlarda ara ürün oluşturucu, antitümör etkisi gibi özelliklerinin yanında bazı metal iyonlarına karşı seçici ve spesifik reaksiyon vererek spektrofotometrik reaktif olarak analitik kimyada kullanımları da önem taşımaktadır (Burger, 1973; Erduran ve ark., 1997).

Bunun dışında elektronik gösteri sistemleri içinde sıvı kristal olarak, polimer oluşumunu hızlandırıcı olarak da kullanılabilir. Schiff Bazları kesin erime noktasına sahip oldukları için karbonil bileşiklerinin tanınmasında ve metalle kompleks verebilme özellikleri nedeniyle metal miktarlarının tayininde kullanılmaktadır. Ayrıca Schiff Bazları fungusid ve böcek öldürücü ilaçların bileşiminde de bulunabilmektedir (Yazıcı ve Karabağ, 1988).

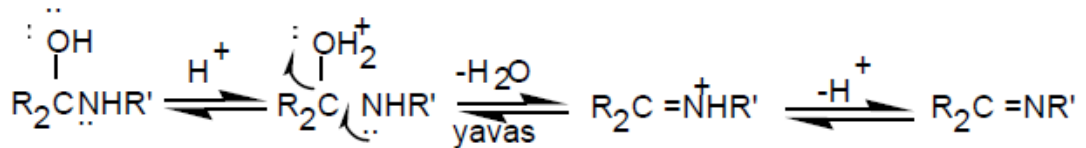
## 1.2 Schiff Bazı Ligandlarının Sentezi

Karbonil bileşikleriyle primer aminlerin reaksiyonundan elde edilen Schiff Bazlarının oluşumunun mekanizması iki basamaklıdır. Birinci basamakta, primer aminle karbonil grubunun kondensasyonundan bir karbinolamin ara bileşiği meydana gelir. İkinci basamakta ise bu karbinolamin ara bileşiğinin dehidratasyonu sonucunda Schiff Bazı oluşur. Amonyak ile elde edilen Schiff Bazları dayanıklı değildir ve bekletildiğinde polimerleşebilir. Ancak amonyak yerine primer aminler kullanıldığında daha dayanıklı bileşikler elde edilebilir.

### 1. Basamak : katılma



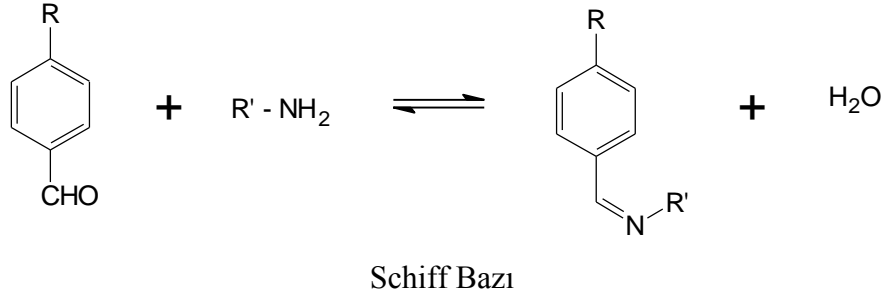
### 2. Basamak : ayrılma



Şekil 1.2.1. Schiff Bazlarının genel oluşum mekanizması

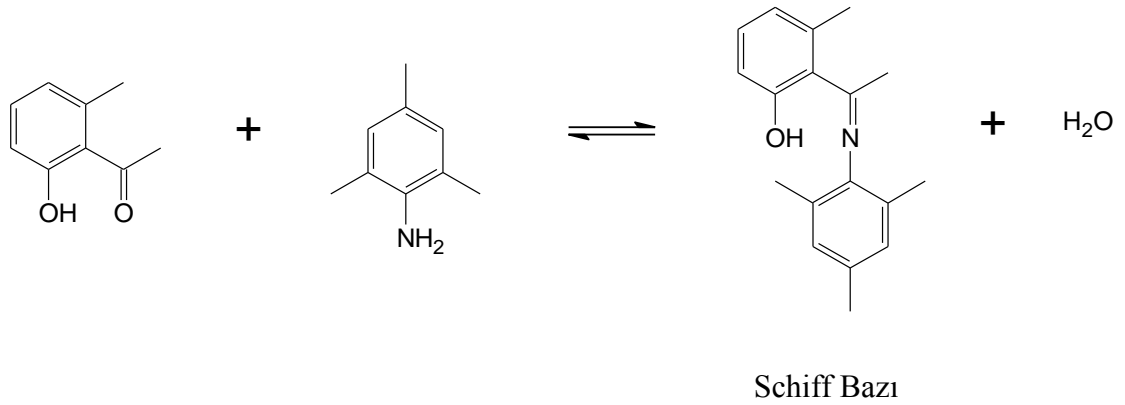


Schiff bazlarında en kolay elde edilme yöntemlerinden biri, aldehit grubu içeren bir karbonil bileşiği ile primer amin bileşiği arasında gerçekleşen kondenzasyon reaksiyonudur (Şekil 1.2.2).



Şekil 1.2.2. Birincil aminlerin karbonil bileşiği ile tepkimesi

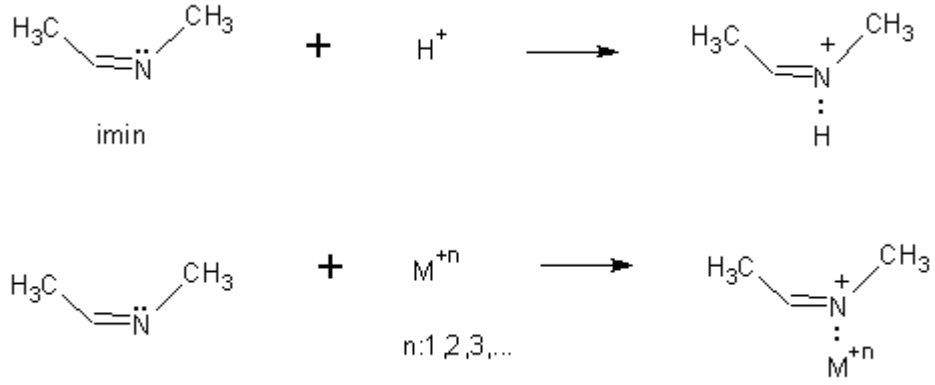
Kondenzasyon tepkimelerinde görüldüğü gibi, bu tip reaksiyonlarda ürün oluşumu denge tepkime üzerinden gerçekleşir. Ürünün verimini artırabilmek için tepkimenin sağa doğru ilerlemesi şarttır. Bu sebepten, Schiff bazı eldesi sırasında reaksiyon ortamında kullanılacak çözücünün apolar karakterde olması tercih edilir. Çünkü reaksiyon ortamında ürün olarak oluşan H<sub>2</sub>O polar karakterde olduğu için, Schiff bazının bulunduğu çözücü ortamından uzaklaştırılması gerekir ki, Schiff bazı verimi artsın. Bu şekilde oluşan karışım azeotropik karışım olarak adlandırılır. Fakat karbonil ve amin bileşikleri apolar çözücü ortamında çözünmezlerse, polar organik çözücüler (en yaygın olarak etanol, metanol ve kloroform...vs) tercih edilir. Buna bağlı olarak ürünün (Schiff bazı) veriminde çok büyük oranlarda olmasa da azalmalar görülecektir. Schiff bazı eldesinde kullanılan karbonil bileşiği olarak, aromatik yapıdaki aldehitler tercih edilir. Alifatik yapıdaki karbonil bileşikleri ile keton yapısındaki bileşikler fazla tercih edilmez. Bu bileşiklerdeki en büyük problem, yapılarından kaynaklanmaktadır. Örneğin; keton yapısındaki bir karbonil bileşiği ile primer yapıda ve aromatik özelliklerdeki amin bileşiği arasındaki reaksiyon sonucu oluşan Schiff bazı Şekil 1.2.3'te görülmektedir.



Şekil 1.2.3. Keton yapısındaki karbonil bileşiği ile primer yapıda ve aromatik özelliklerdeki amin bileşiğinin tepkimesi

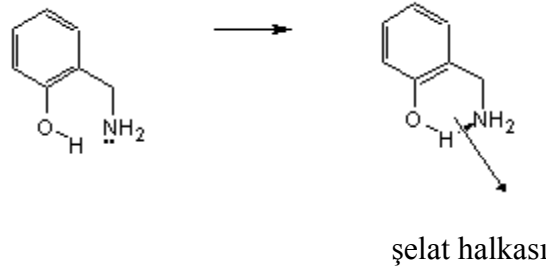
Şekil 1.2.3'teki Schiff bazı ligandlarının yapıları incelendiğinde, hem karbonil bileşiğinin karbonil grubuna komşu gruplarının, hem de amin bileşiği üzerinde bulunan sübstitüe gruplar arasında, elektrolitik olarak bir itme kuvveti ortaya çıkacaktır. Bu etki sterik etki olarak adlandırılmaktadır. Bu da ürün oluşumu üzerinde olumsuz yönde bir etkiye sahiptir. Alifatik yapıdaki amin veya karbonil bileşiklerinin ise, oda sıcaklığında kararlı ve katı fazda ürün oluşturma ihtimalleri oldukça düşük olduğu için, oluşan ürünün saflaştırılma ihtimalleri kolon veya ince tabaka kromatografisi teknikleri yardımıyla yapılabilir. Katı maddeler direk kristallendirilerek saflaştırılabilir. Kromatografi teknikleri oldukça fazla tercih edilen yöntemler değildir.

Schiff bazları  $-CH=N-$  karakteristik grubunu içermektedirler.  $-CH=N-$  grubu imin grubu olarak da adlandırılır. Bu grubun özelliği azot (N) atomunu içermesidir. Azot (N) atomu üzerinde ortaklanmamış bir elektron çifti içermekte ve bu elektron çiftinin özelliği azot atomuna donör (elektron verici) özellik kazandırmasıdır. Yani azot(N) atomu üzerindeki elektron çifti, elektron boşluğu bulunan bir iyonla koordine kovalent bağ yapabilir (Şekil 1.2.4).



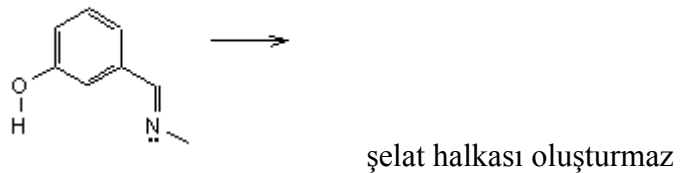
Şekil 1.2.4. İmin grubu ile elektron boşluğu bulunan bir iyonun tepkimesi

Sentezlenen Schiff bazı ligandı imin grubuna komşu oksijen, fosfor, azot ve kükürt gibi atomlar içeriyorsa şelat halkasını oluşturma özelliğine sahip olacaktır. (Şekil 1.1.5).



Şekil 1.2.5. Şelat halkası oluşturabilen ligandlar

Şelat halkasının oluşabilmesi için imin grubuna orto veya orto<sup>+</sup> konumunda grupların bulunması şarttır. Meta veya para köşelerde donör karakterdeki grupların bulunması şelat halkasının oluşması için uygun köşeler değildir (Şekil 1.2.6).



Şekil 1.2.6. Şelat halkası oluşturamayan ligandlar

Çünkü kararlı şelat halkasının oluşabilmesi için 5 veya 6'lı halkaların oluşması gereklidir. Halbuki bağlı gruplar meta köşesinde olduğunda 7'li bir halka oluşturacaktır ki, bu da kararlı bir halka oluşumuna imkan tanımamaktadır.

### 1.3 Sulu Ortamın Schiff Bazlarına Etkisi

Karbonil bileşikleri ile primer aminlerin kondenzasyonundan oluşan N-alkil ve aril süstitüe imin yapısındaki Schiff Bazlarının kondenzasyon dengesi sulu veya kısmen sulu çözeltilerde büyük ölçüde ters yöne kaymaya yatkındır. Kondenzasyonlar genellikle suyun azeotrop teşkili ile destilasyon yoluyla ortamdan uzaklaştırılabildiği çözeltilerde yapılır.

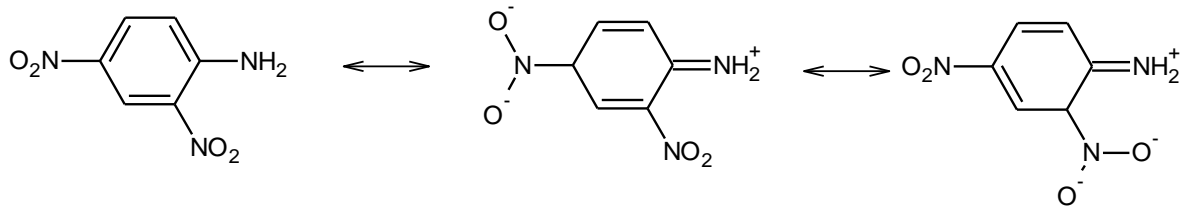
$\alpha$ - pozisyonunda bir süstitüent taşımayan aldehitler (formaldehit gibi) çoğu zaman aminlerle başarılı kondenzasyon yapamazlar. Çünkü başlangıçta teşekkül etmiş olan iminler daha sonra dimerik veya polimerik kondenzasyona kadar giderler. Tersiyer alkil gruplarına sahip aminler alifatik aldehitler başarılı kondenzasyona uğrarlar.

$\alpha$ -pozisyonunda dallanmış bulunan alifatik aldehitler aminlerle iyi bir verimle kondense olurlar. Tersiyer alifatik aldehitler oda sıcaklığında hemen hemen kantitatif miktarlarda imin verirler. Aromatik aldehitler reaksiyonda teşekkül eden suyun çoğu kez uzaklaştırılması gerekmeksizin bile çok kolay kondenzasyon yapabilirler.

İmin vermek hususunda ketonlar aldehitlerden daha az reaktiftirler. Asit katalizi kullanarak yüksek reaksiyon sıcaklığına ve çok uzun reaksiyon süresinde teşekkül eden suyun uzaklaştırılmasıyla iyi verimle Schiff Bazları elde edilebilir. Ketonlardaki sterik engel sistemi bu yapıyı oldukça inaktif kılar (Greenwod ve Earnshaw).

### 1.4 Aromatik Yapıda Bulunan Grupların Schiff Bazları Oluşumuna Etkisi

Aromatik aminlerin para pozisyonunda elektron çekici süstitüentler taşıması aromatik aldehitlerle reaksiyon hızını düşürür ( $\text{NO}_2$  gibi gruplar). Çünkü azot üzerindeki ortaklanmamış elektron halkaya dağılır.

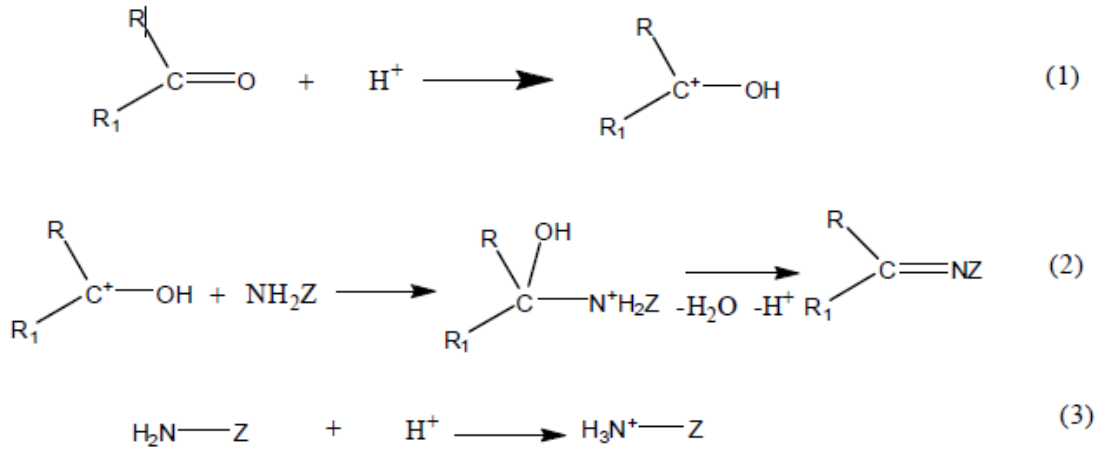


Şekil 1.4.1 Aromatikliğin Schiff Bazlarına etkisi

Aynı şey aromatik aldehitlerle olursa reaksiyon hızı yükselir. Aromatik aldehitler ve ketonlar oldukça kararlı azometin bağı teşkil edebilirler (Greenwod ve Earnshaw). Aromatik aminlerde halkaya elektron veren gruplar olduğunda (-OH gibi) reaksiyon hızı yükselir

### 1.5 pH'ın Schiff Bazlarına Etkisi

Kondenzasyon reaksiyonlarının mekanizması katılma-ayrılma reaksiyonu üzerinden yürüdüğünden azometin bileşiklerinin meydana gelmesi oranı pH'ı ile yakından ilgilidir. Reaksiyonun pH'a bağlılığını gösteren mekanizmayı aşağıdaki gibi gösterebiliriz.

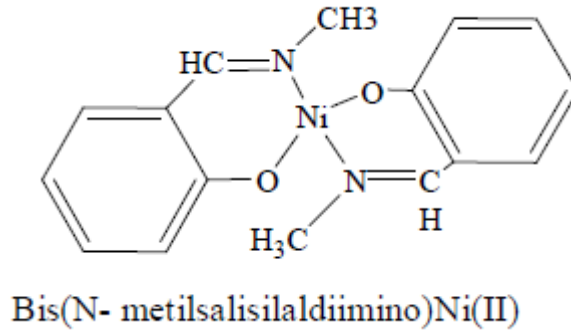
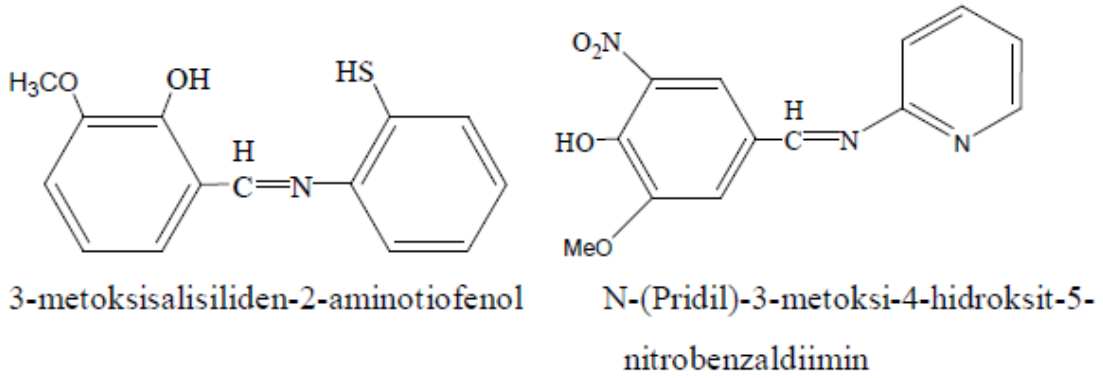


Şekil 1.5.1 Kondenzasyon reaksiyonlarının pH' a bağlılığını gösteren mekanizma

Görülüyor ki reaksiyonlarda H<sup>+</sup> önemli bir rol oynamaktadır; ancak aşırısından kaçınmak gerektiği (Şekil 1.5.1.) (3) numaralı reaksiyonda görülmektedir. Çünkü nükleofile proton katılmasıyla etkin olmayan bir amonyum iyonu oluşur. Böyle olursa azot üzerindeki ortaklanmamış elektron çiftini kaybeder ve ortaklanmamış elektron çifti olmadığı için azot karbonil karbonuna bağlanamaz ve grup nükleofilik özellik gösteremez. İyi sonuç alabilmek için zayıf asidik ortam gereklidir. Çünkü zayıf asitlerle reaksiyonda karbokatyon oluşur ve oluşan karbonil grubunun elektrofil gücü artar, bu nedenle pH=3-4'de çalışılmalıdır.

## 1.6 Schiff Bazlarının Adlandırılması

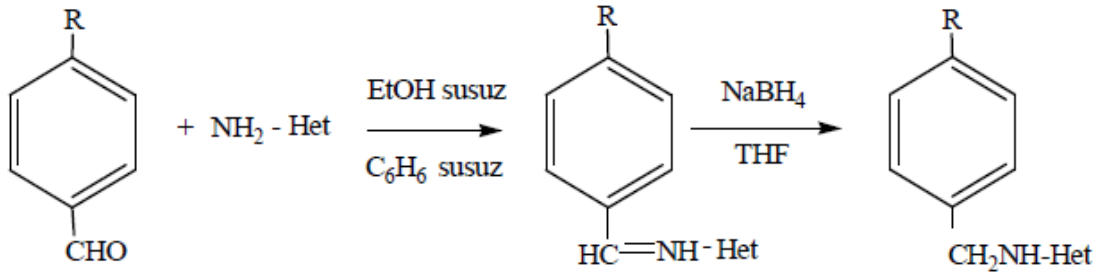
Schiff Bazlarının literatürlerde farklı şekillerde adlandırılmalarına rastlanmaktadır. Aromatik yapıdaki bileşiklerin birçoğu salisilaldehit ve türevi bileşiklerden sentezlendiği için bu bileşikler salisilaldiimin, benzilidenamin, imino veya salisiliden anilin şeklinde adlandırılmaktadır.



Sekil 1.6.1 Bazı bileşiklerin adlandırılması

## 1.7 Schiff Bazlarının Antibakteriyel Özellikleri

Heteroaril benzilaminler ve bu bileşiklerin Schiff Bazları antimikrobiyal özelliklere sahiptir. Değişik azoller (imidazol, ve 1,2,4-triazol) ve heteroaril türevi bileşikler patojen bakterilere karşı kullanılmaktadır. Azol bileşikleri, Schiff Bazlarının tetrahidrofuran içerisinde  $\text{NaBH}_4$  ile indirgenmesi ile elde edilir (Şekil.1.7.1)

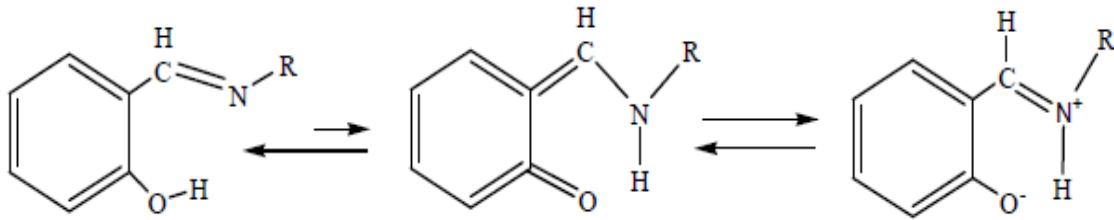


Şekil 1.7.1. Antibakteriyel Schiff Bazlarının sentezi (R=H;CH<sub>3</sub>;F;C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>. Het= Piridin-2-yl, Primidin-2-il).

*N,N'*-bis(2-piridil-metilen)-1,4-butadienamin ve bu bileşiğin bakır komplekslerinin anti-inflamator ve hepatoprotektif etkisi bulunmaktadır (Miessler ve ark., 1994).

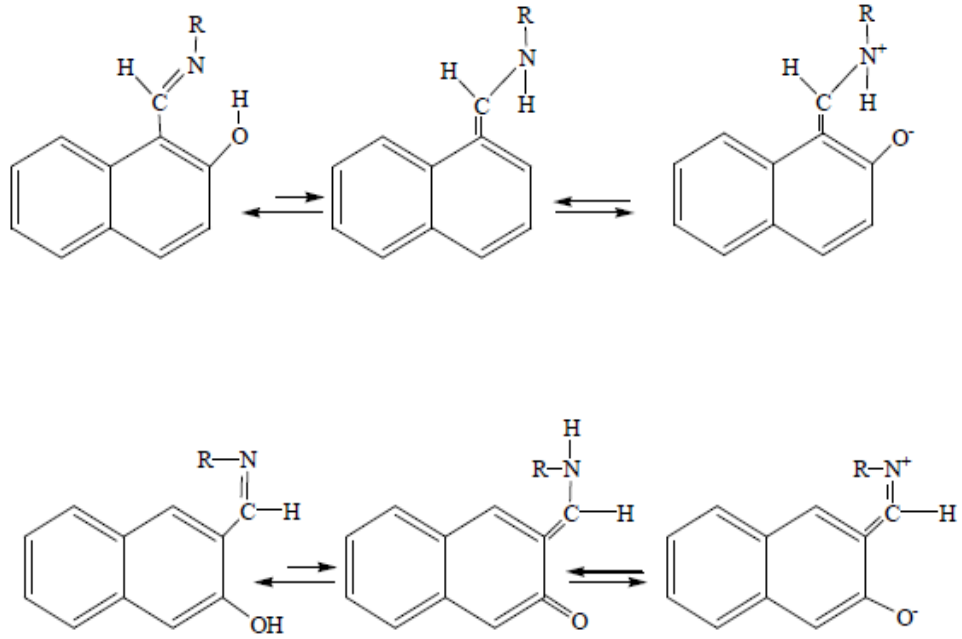
### 1.8 Schiff Bazlarında Keto – Amin Tautomerisi

Schiff Bazları genellikle çözelti içerisinde enol-imin tautomerisi yaparlar ve bu moleküller, molekül içi ve moleküller arası hidrojen bağı yaparak tautomeri dengeleri gösterirler. Schiff Bazı komplekslerinin 1H-NMR spektrumları incelendiğinde enol-imin ve keto-enol dengelerinin olduğu doğrulanmıştır (Şekil 1.8.1)



Şekil 1.8.1. enol-imin ve keto-enol denge reaksiyonu

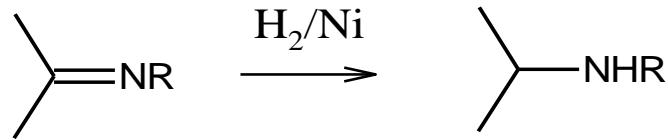
3-Hidroksi-2-naftaldiiiminler enol-imin formunda tautomeri gösterirken, 2-hidroksi-1-naftaldiaminler keto-amin tautomerisini baskın bir şekilde gösterirler (Coord. Chem. Rev., 1992) (Şekil 1.8.2.)



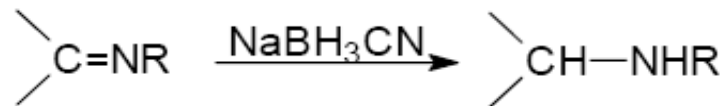
Şekil 1.8.2. Naftalin türevi Schiff Bazlarında tautomeri dengeleri.

## 1.9 Schiff Bazlarının Reaksiyonları

1. İmin bileşiklerine nikel katalizörlüğünde hidrojen eklenmesi sonucu sekonder aminler oluşur.

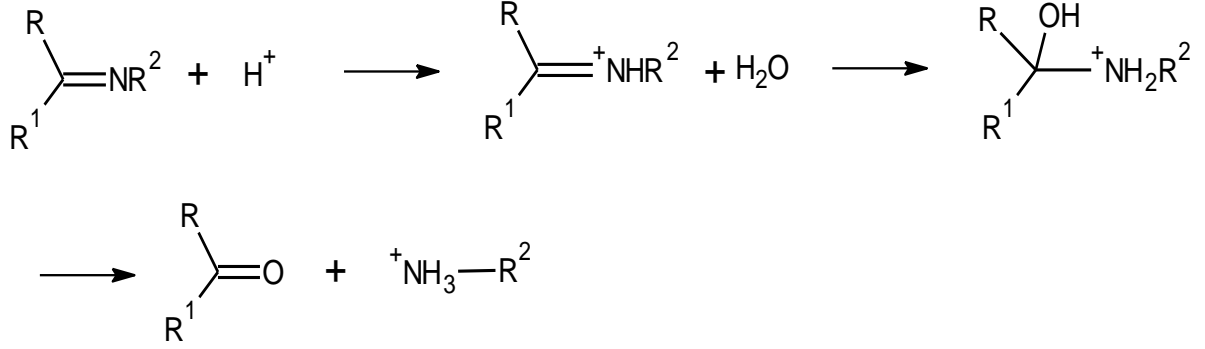


2. İmin bileşiklerine metal hidrür olan sodyum siyanoborhidrür (NaBH<sub>3</sub>CN) kullanınca imin indirgenir ve ikincil amin oluşur.

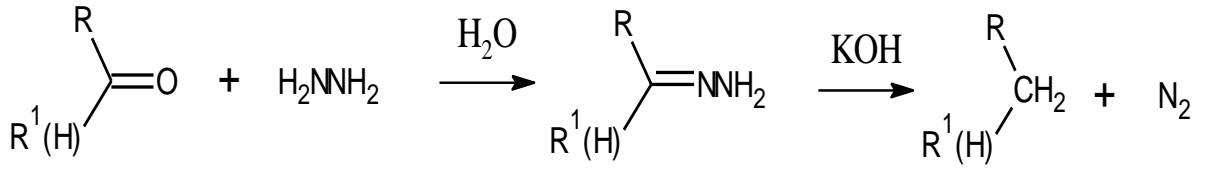




3. Schiff Bazları asidik ortamda hidroliz edildiklerinde karbonil grubu ve amonyum iyonu oluşur.



4. Kishner indirgenmesinde bir aldehit veya keton, hidrazin ve bir baz ile muamele edilerek yaklaşık 200 °C'ye ısıtılır ise reaksiyon sonucunda bir alkan ve azot gazı oluşur (Miessler ve Terr, 2002).



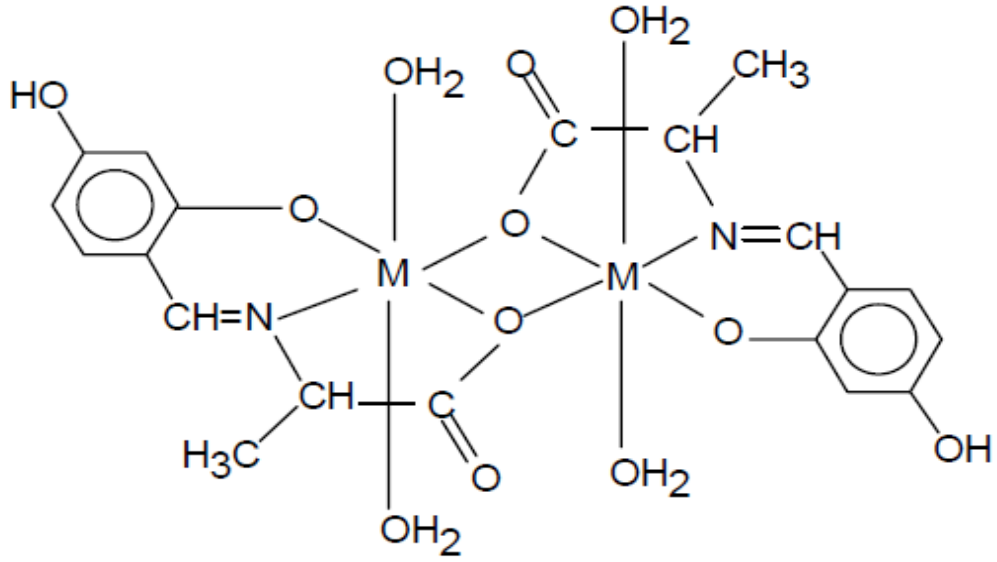
Şekil 1.9.1. Schiff bazları reaksiyon gösterimleri

### 1.10 Schiff Bazlarının Metal Kompleksleri

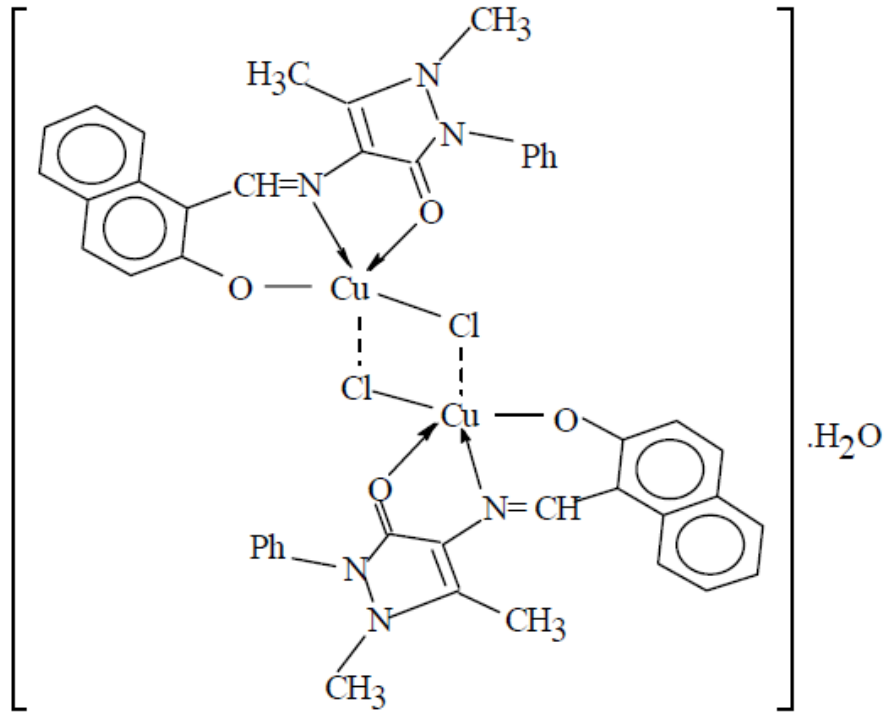
Schiff Bazlarının en karakteristik özelliklerinden birisi mevcut C=N grubunun metal iyonlarıyla kompleks oluşturmasıdır. C=N grupları zayıf bazik karakterli olduklarından metallerle kararlı kompleksler oluşturamazlar. Bu nedenle Schiff Bazlarının daha kararlı bir kompleks oluşturabilmesi için molekülde kolayca hidrojen atomu verebilecek bir grubun bulunması gerekmektedir. Bu grup da tercihen bir hidroksil grubu olmalıdır.

Koordinasyon bileşiklerinin sentezinde ligant olarak kullanılan Schiff bazları konusunda birçok bilim adamı ilgilenmiş ve çeşitli kompleksler elde etmişlerdir. Schiff

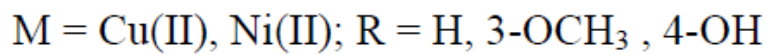
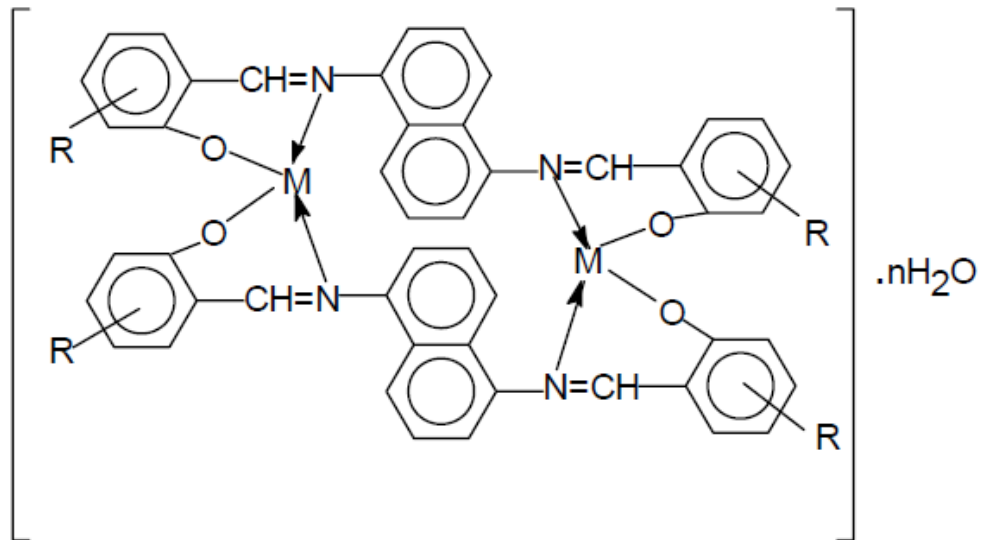
bazılarının yapılarında bulunan gruplardan dolayı bunlardan elde edilen metal kompleksleri renkli maddeler olduğundan boya endüstrisinde özellikle tekstil boyacılığında pigment olarak kullanılmaktadır (Serin, 1980). Schiff bazı komplekslerinin antikanser aktivitesi göstermesi özelliğinden dolayı tıp dünyasındaki önemi giderek artmaktadır ve kanserle mücadelede reaktif olarak kullanılması araştırılmaktadır (Scovill ve ark., 1982,1984 ; West ve Panel, 1989). Aşağıda verilen koordinasyon bileşikleri Schiff bazı grubu koordinasyon bileşiklerine örnek verilebilir.



Şekil 1.10.1 Antikanser Aktivite Gösteren Schiff Bazı Kompleksleri (Zishen ve diğ., 1990)

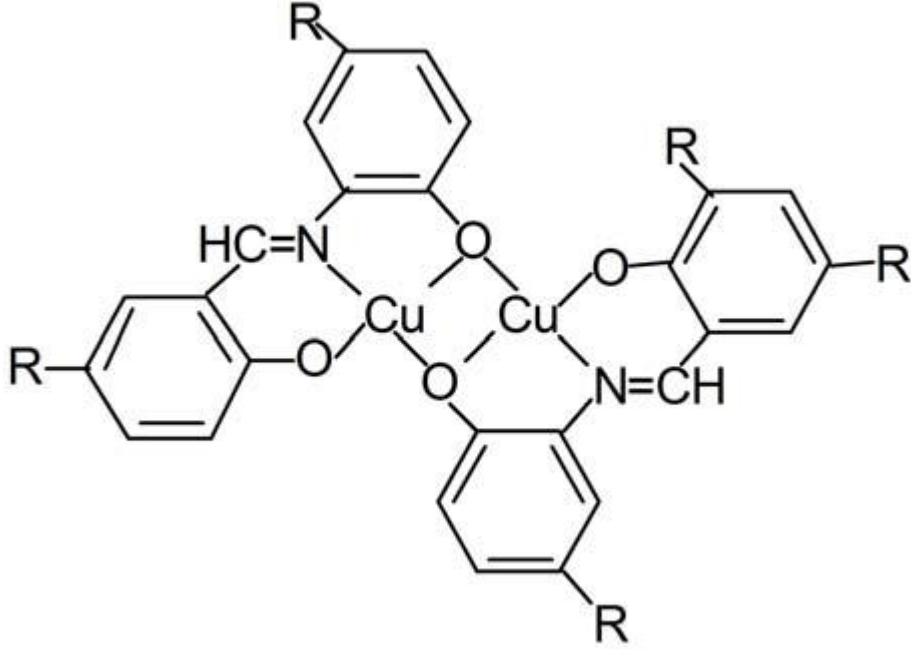


Şekil 1.10.2. Schiff Bazı Ligandının Binükleer Cu(II) Kompleksi (Tümer ve diğ., 1996)



Şekil 1.10.3 Tetradentat Schiff Bazlarının Binükleer Kompleksleri (Köksal ve diğ., 1996)

Metal şelatlaşması, biyolojik proseslerde değişik metal iyonlarının bir çok ligand ile koordine edilebilmesinden dolayı çok önemlidir. Geçiş metal iyonları ile substitüe ve ansüstitüe o-aminofenol ve 5-süstitüe salisilaldehitten türetilen Schiff bazları incelendiğinde, Cu(II) komplekslerinin yapısının dimer olduğu görülür. (Coord. Chem. Rev, 1992).



Şekil 1.10.4 Schiff bazı Bakır kompleksinin dimer hali

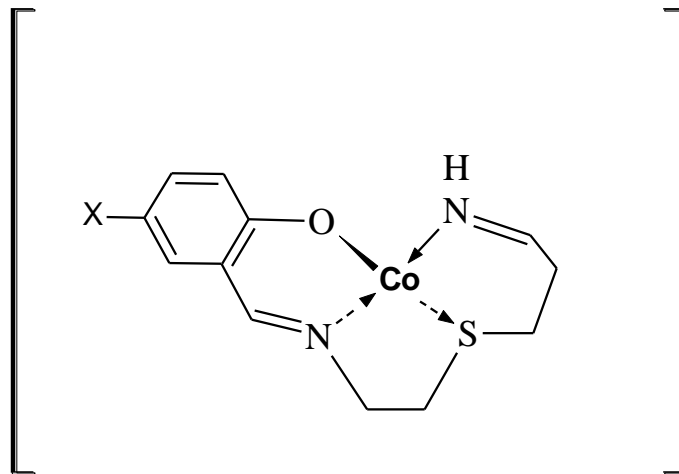
Amin veya karbonil bileşikleri beşli veya altılı şelat halkası oluşturabilecek bir yapıya sahip iseler, metal iyonuyla kararlı bileşik yapabilirler (Bush, 1967). Kompleks bileşiklerinin özellikleri kullanılan ligand ve metal iyonuna bağlı olarak değişmektedir. Kompleks oluşumunda kullanılan metal iyonunun büyüklüğü, yükü ve iyonlaşma gerilimi kompleksin kararlılığını etkilemektedir (Wasiak, 1997).

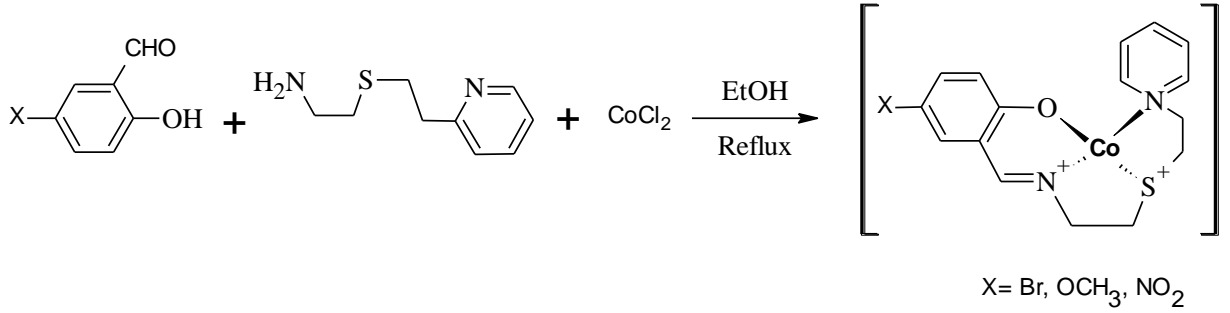
Aromatik aminlerin Schiff Bazı kompleksleri özellikle kemoterapi alanında, bazı kimyasal reaksiyonlarda çeşitli substratlara oksijen taşıyıcı olarak kullanılmaktadır (Tarafer ve Miah, 1986; Grama, 2002). Ayrıca bunların kompleksleri tarım sahasında, polimer teknolojisinde, polimerler için anti-statik madde olarak (Allan, McClay, 1992; Wei ve ark., 2004) ve yapılarındaki bazı grupların özelliklerinden dolayı da boya endüstrisinde kullanılmaktadır. Jack- Bean'in yaptığı çalışmada üreaz enzimi ve bazı hidrojenaz

enzimleri içerisinde çok az miktarda Schiff Bazı Ni(II) komplekslerine rastlanmıştır (Costmanga ve ark., 1992 ; El-Sonbati, 2002).

Kompleks bileşiklerin teşekkülü esnasında kullanılan Schiff Bazı ligandlarında eğer iki veya daha fazla koordinasyona giren grup var ise, “şelat“ denilen halkalı kompleks bileşikler meydana gelmektedir. Metal-şelat teşekkülü birçok önemli biyolojik işlevlerde yer almaktadır.

Schiff bazı ligandları ve metal kompleksleri endüstriyel, antifungal, antibakteriyel, antikanser ve böcek öldürücü alanlarında etkin bir şekilde kullanılmaktadır.( Pier Giorgi Cozzi. 2004) Schiff bazları biyolojik olarak önemli model bileşikler olarak kabul edilir ve birçok biomimetik katalitik tepkimelerde bulunur. Şelat yapıcı ligantlar N, S ve O donör atomları içerirler. Bu atomlar metal iyonu ile bazın birbirine bağlanmasını sağlarlar. Metal iyonları şelat yapan Schiff bazlarının biyolojik olarak etkili bölgelerine bağlanarak onların aktivitelerini artırabilir. (E. Canpolat ve ark. 2004; M. Yıldız ve ark. 2004) Schiff bazı metal komplekslerinde çok fazla ligand seçeneği olduğundan birçok alanda araştırma yapılmıştır. (A. Majumder ve ark. 2006) Yapılan çalışmalarda Schiff bazlarının elektrokimyasal davranışlarının incelenmesi sırasında farklı atomlar ve farklı katı elektrotlar temel alınmıştır. (R. Ojani ve ark. 2002; N. P. Shetti ve ark. 2009) Dissimetrik tetradentat Schiff bazı kompleksleri de N, S ve O donör atomları içermektedirler. Metal kompleks yapısının gösterimi Şekil 1.10.5’de gösterilmektedir.

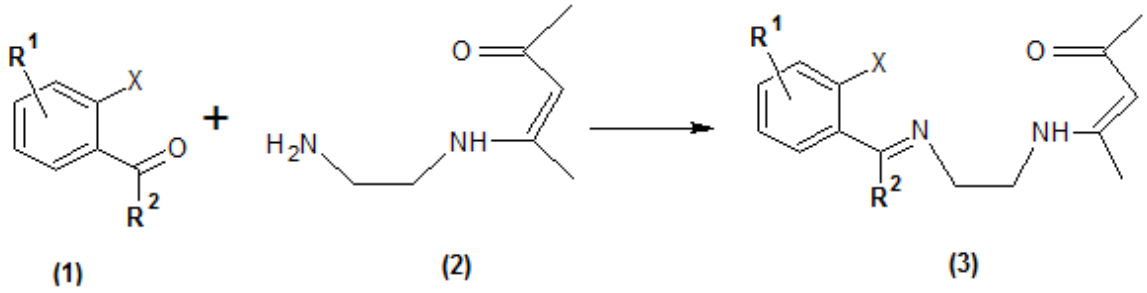




Şekil 1.10.5. Metal kompleks yapısı ve oluşumu gösterimi

## 2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

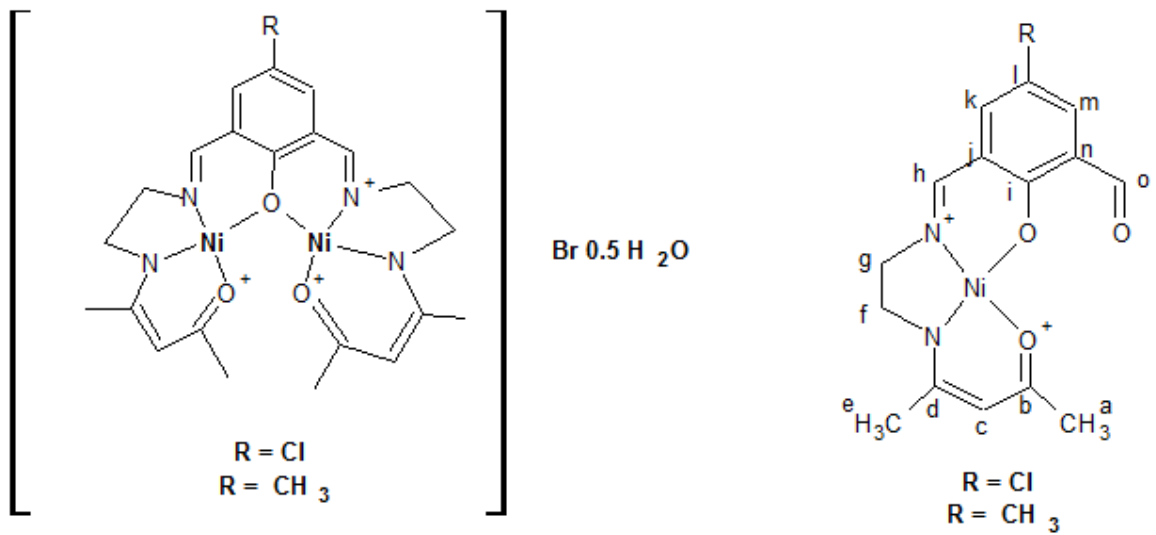
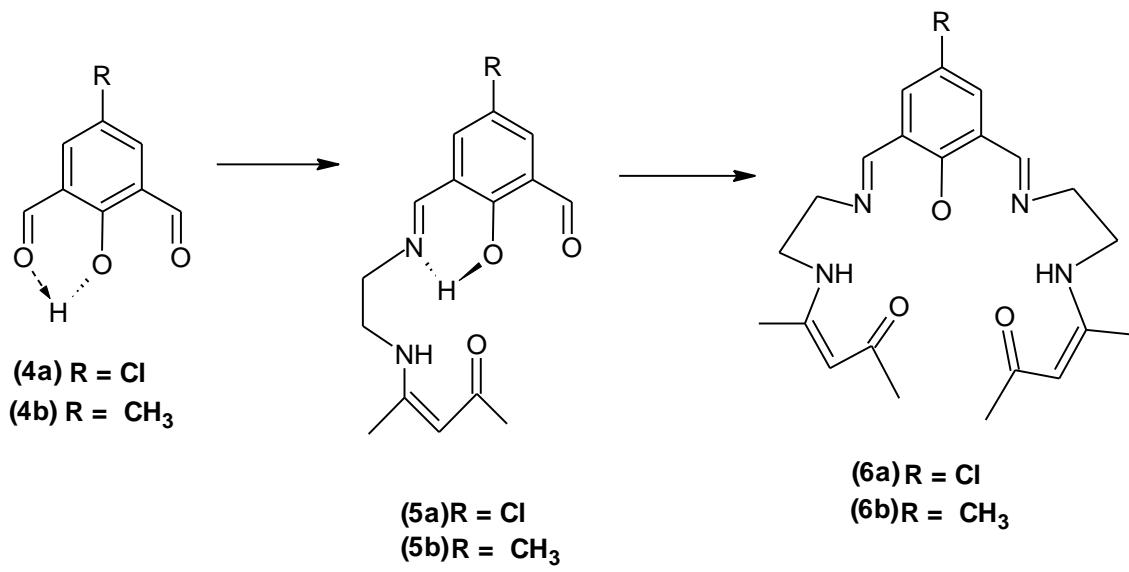
**Kwiatkowski ve arkadaşları. (1990)**, 4-kloro ve 4-metil-2,6-di-formilfenol ve 7-amino-4-metil-5-azohept-3-en-2-one ile dört dişli tek merkezli veya altı dişli iki merkezli Schiff baz ligantları sentezlemişlerdir. Bu Schiff baz ligantlarının nikel kompleksleri sentezlenmiş ve IR, UV-Vis, NMR ve kütle spektrometresi alınarak karakterize edilmiş.



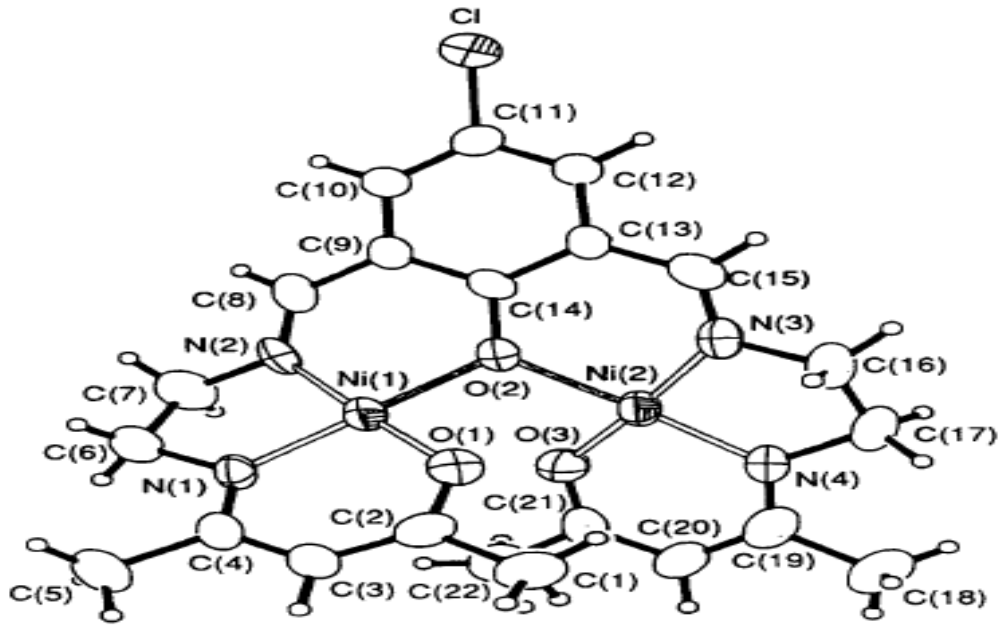
Şekil 2.1. Simetrik olmayan dört dişli Schiff baz ligantları

Bunun yanında çift merkezli nikel kompleksinin de beş üyeli şelat halkasının psödo-dönmesini engellediği ifade edilmiştir. [4-Kloro-2,6-bis(4-metil-2-oxo-5,8-diazanon-3,8-dienil)fenolat(3-)]dinikel(II) bromür hemihidrat'ın tek kristal-x-ray yapısı belirlenmiştir. Kristal örgü, içerisindeki su bileşimine yarı-denkleşen brom anyonu ve çift çekirdekli kompleks katyonu şeklinde ikiye ayrıldığı belirtilmiştir. Bu yapı şekil 2.1'de gösterilmiştir.

(4) Nolu aromatik hidroksit bileşikler Şekil 2.2'ye göre (2) nolu molekül reaksiyona girebilir.

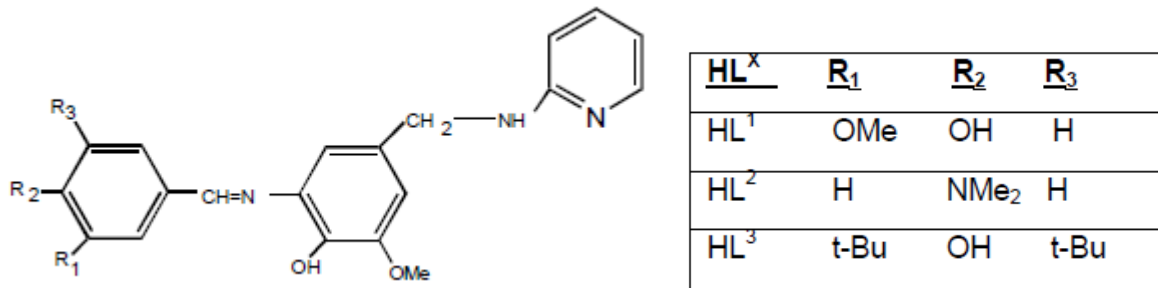


Şekil 2.2. Aromatik hidroksit tepkimesi



Şekil 2.3. Nikel kompleksinde çift çekirdekli kationun yapısına uygun görünüşü

**Tümer, Çelik, Köksal ve Serin (1999)**, vanillin (HL<sup>1</sup>), 4-dimetilaminobenzaldehit (HL<sup>2</sup>) ve 3,5-di-t-butil-4-hidroksibenzaldehitin (HL<sup>3</sup>), N-(piridil)-3-metoksi-4-hidroksi-5-aminobenzilamine ile bidentate Schiff bazlarını (Şekil 2.4.) ve bu ligandların bakır(II), kobalt(II), nikel(II), oksavanadyum(IV) ve çinko(II) komplekslerini sentezlemişler ve yapılarını aydınlatmışlardır.



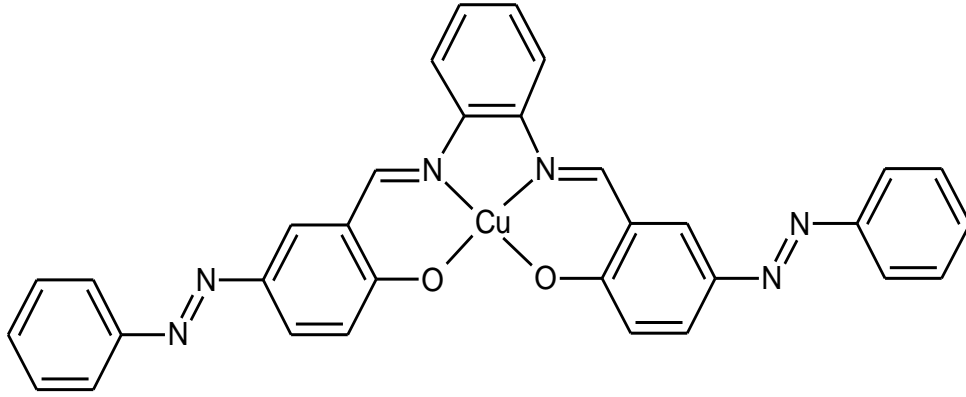
Şekil 2.4. Sentezlenen schiff baz ligandları

**Lal De, Samantha, Maiti ve Keller (1999)**, schiff bazı ligandların çeşitli metallere çeşitli bağlanmalar yapması üzerine çalışmışlardır. Çalışmada kullanılan ligandlardan N-(2-hidroksietil)-X-salisilaldimin(X=H,Br)'in Cu(II) ve Co(III) komplekslerinde, bakır ile monobazik çift dişli, kobalt(III) ile komplekslerinde dibazik üç



dişli kompleks verdiğini, N-(2-hidroksifenil)-X-salisilaldimin (X=H,Br)'in ise bakır ile dibazik üç dişli, kobalt (II) ile monobazik iki dişli kompleks verdiğini göstermişlerdir.

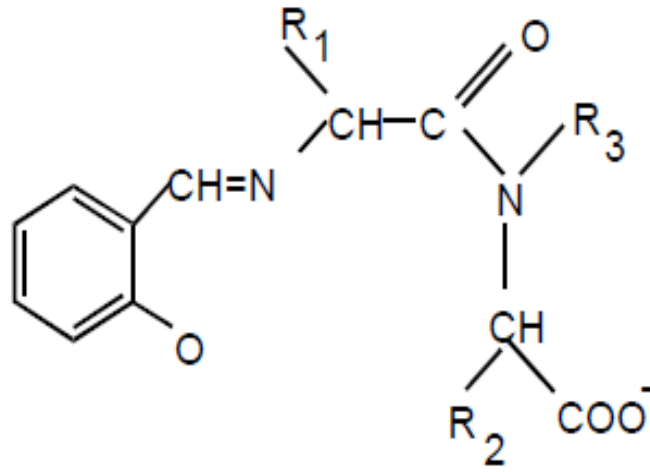
**Khandar ve Nejati (2000)**, Di veya triaminler ile 5-fenilazo salisilaldehitin kondenzasyonu ile Schiff Bazlarını ve Cu(II) komplekslerini (Şekil 2.5) sentezlemişler ve IR, X-ray difraksiyon yöntemi ve elementel analiz ile karakterize etmişlerdir.



Şekil 2.5. Di veya triaminler ile 5-fenilazo salisilaldehitin kondenzasyonu ile elde edilen Schiff Bazları ve Cu(II) kompleksler

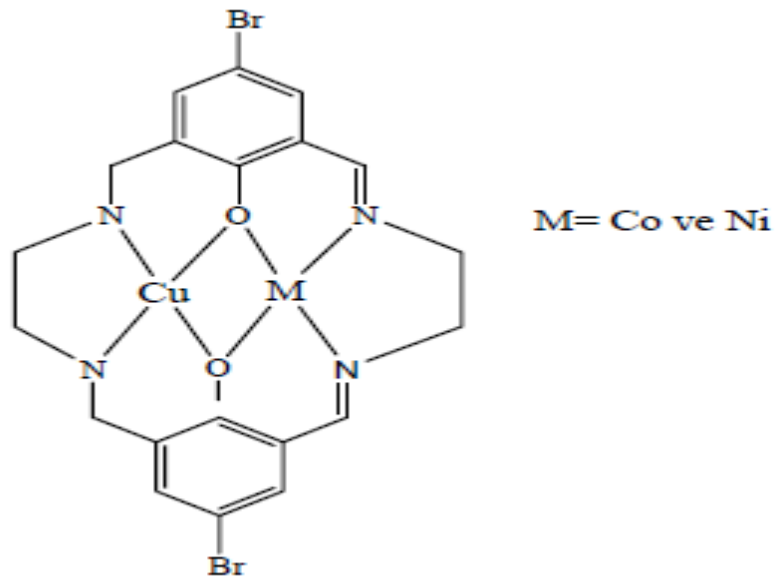
**Coles ve ark (2000)**, 2-aminofloren ile salisilaldehitin yada 3-methoy-2- hidroksi-benzaldehit'in kondensasyonu sonucu iki schiff bazı ligand sentezlenmiştir ve TiCl<sub>4</sub>, TiCl<sub>3</sub>, TiBz<sub>4</sub> ile kompleksleri incelenmiş, bağlanmalar ve yapılar kristallografik ve spektroskopik yöntemlerle aydınlatılmıştır.

**Pessoa ve ark (2000)**, basit dipeptilerden (Glisilgilisin, glisilsarkosin, alanilsarkosin, L-alanilgilisin, L-alanil-L-alanin, D,L-alanil-D,L-alanin ve Lserilglisine) ve salisilaldehitten türetilen schiff bazı ligandlarının oksavanadyum(IV) kompleksleri sentezlenmiş ve karakterize edilmiştir. Magnetik duyarlıkları hesaplanmış, koordinasyon geometrileri belirlenmiş ve yapıları aydınlatılmıştır.



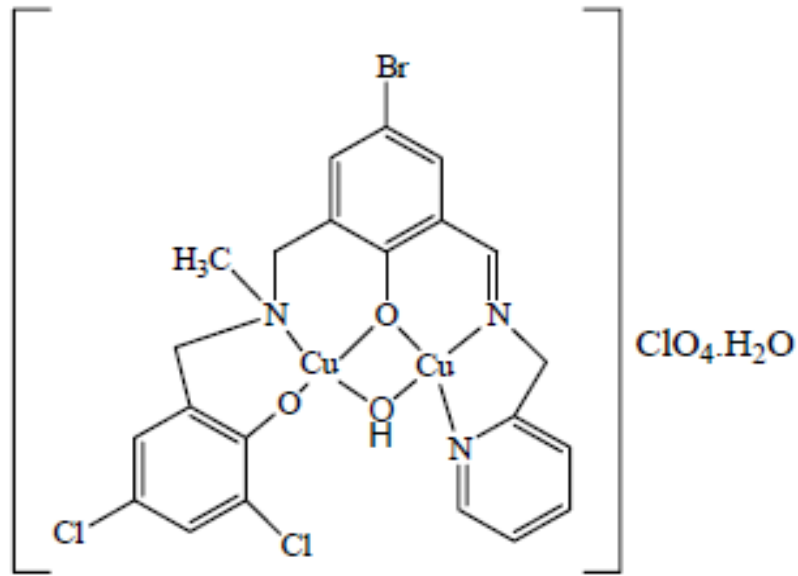
Şekil 2.6. Basit dipeptitlerden ve salisilaldehitten türetilen ligand

**Masami ve ark.,** Bir tarafında aminler üzerinden etilen zinciri ile birbirine bağlı diğer tarafından ise etilen zinciri ve imin grupları üzerinden bağlı 2 mol makrosiklik ligandın Cu(II)M(II) komplekslerini sentezlemişlerdir. Sentezin ilk aşamasında Cu(II) kompleksi sentezlenmiş sonra ise bakır metali yönlendirici olarak kullanılarak binükleer yapıya geçilmiş. Bileşiklerin yapıları X-Ray ile aydınlatılmış ve formüllerinin Co(II) ve Ni(II) için sırasıyla  $[\text{CoCu}(\text{L})(\text{CH}_3\text{CN})(2\text{-PrOH})][\text{ClO}_4]_2$  ve  $[\text{NiCu}(\text{L})(\text{DMF})_2][\text{ClO}_4]_2$  olduğu saptanmıştır.



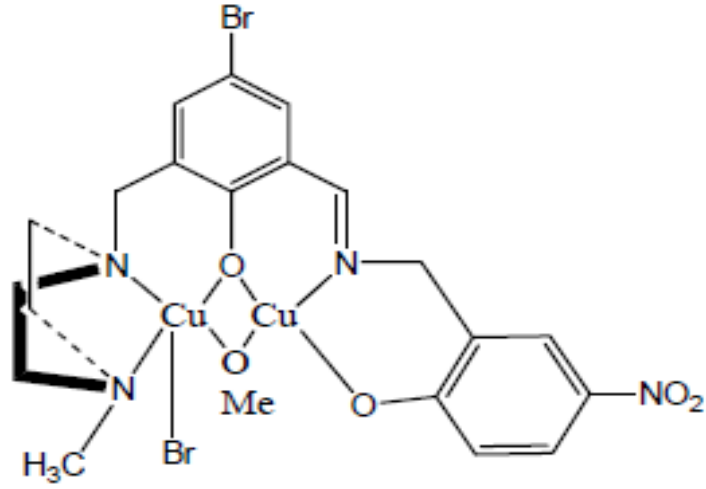
Şekil 2.7. Fenoksi-köprülü heterodinükleer kompleksi

**P. Amuda ve ark;** Yeni binükleer komplekslerin oluşumunu sağlayacak simetrik olmayan ligandların dinükleer Cu(II) komplekslerini sentezlemişlerdir. Ligandlar metaller ile yapılarında bulunan imin, amin ve fenoksi grupları üzerinden koordinasyona girmiştir. Fenoksi gruplarından birisi iki metal arasında köprü konumunda bulunmaktadır. Cyclic voltametik ölçümlerle elektrokimyasal davranışlarını incelemişlerdir. Komplekslerin voltamogram eğrilerinde katodik potansiyel bölgede iki redoks dalgası saptanmıştır. FAB gibi spektroskopik yöntemlerle sentezlenen bileşiklerin yapılarını aydınlatmışlardır.



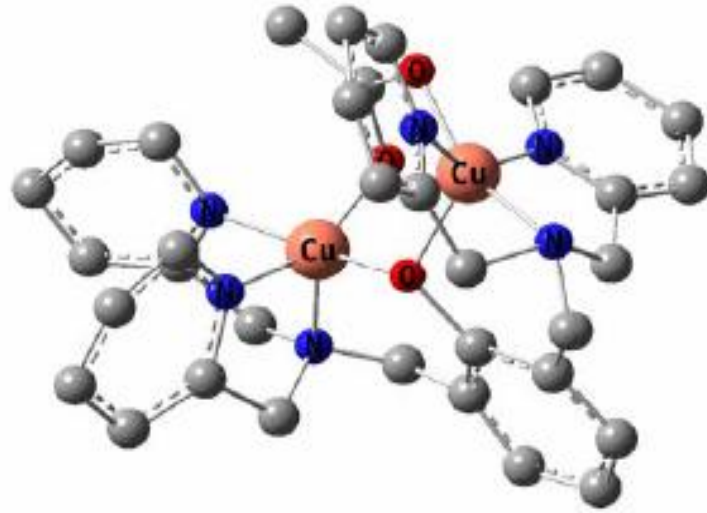
Şekil 2.8. Fenoksi-köprülü binükleer bakır kompleksi

**Jonathan D. Crane ve ark.,** Simetrik olmayan ligandlarla bağlanarak binükleer kompleksler teşkil edebilecek ligandların sentezi ve onların bakır(II) komplekslerinin sentezleri gerçekleştirilmiştir. Sentezlenen bileşiklerden bir tanesi X-ışını kristal yapısı aşağıda ki gibi olan  $[Cu_2(OMe)Br(MeOH)_2L]$  kompleksidir.



Şekil 2.9. Fenoksi-köprülü ansimetrik binükleer bakır kompleksi

**Yuzo Nishida ve ark.**, beş koordinasyonlu binükleer bakır(II) komplekslerini sentezlemişlerdir. Sentezlenen bileşiklerde fenolat oksijenin köprü konumunda olduğunu görmekteyiz. Yapının kristal yapısı aşağıdaki gibidir. Kimyasal formülü  $[\text{Cu}_2(\text{L}^1)(\text{CH}_3\text{COO})] [\text{PF}_6]_2$  katalitik fonksiyonel özellikleri ile çoklu elektron redoks reaksiyonları incelenmiştir.

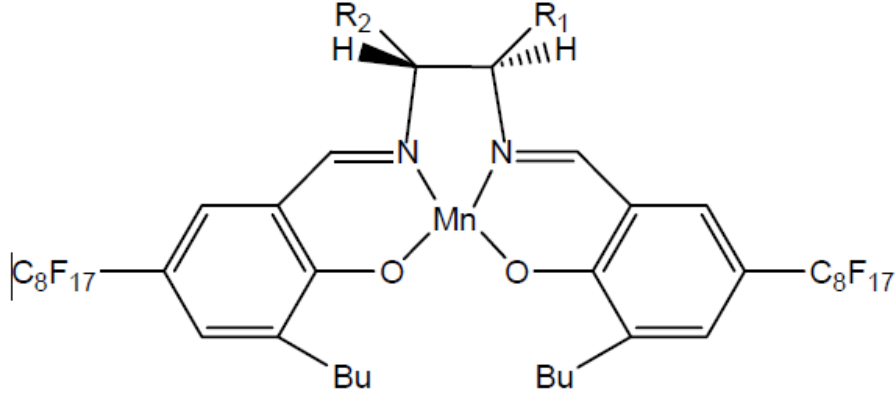


Şekil 2.10. Bipiramidal geometride binükleer bakır(II) kompleksi

**Serin ve ark. (2003)**, 4-amino-5-naftalin-2,5-disülfonik asit ile salisilaldehit ve o-vanilin ile Schiff Bazı ligandlarını ve bu ligandların metal komplekslerini

sentezlemişlerdir. Sentezledikleri bileşiklerin yapılarını enstrümental ve analitik yöntemler kullanarak aydınlatmışlardır.

**Cavazzini ve ark. (2003)** salisilaldehitin 1,2- diaminler ve florlu türevlerinden hazırladıkları schiff bazı türevi ligandların mangan(III) komplekslerini alkil aril sülfidlerin seçici oksidasyonlarında katalizör olarak kullanmışlardır.

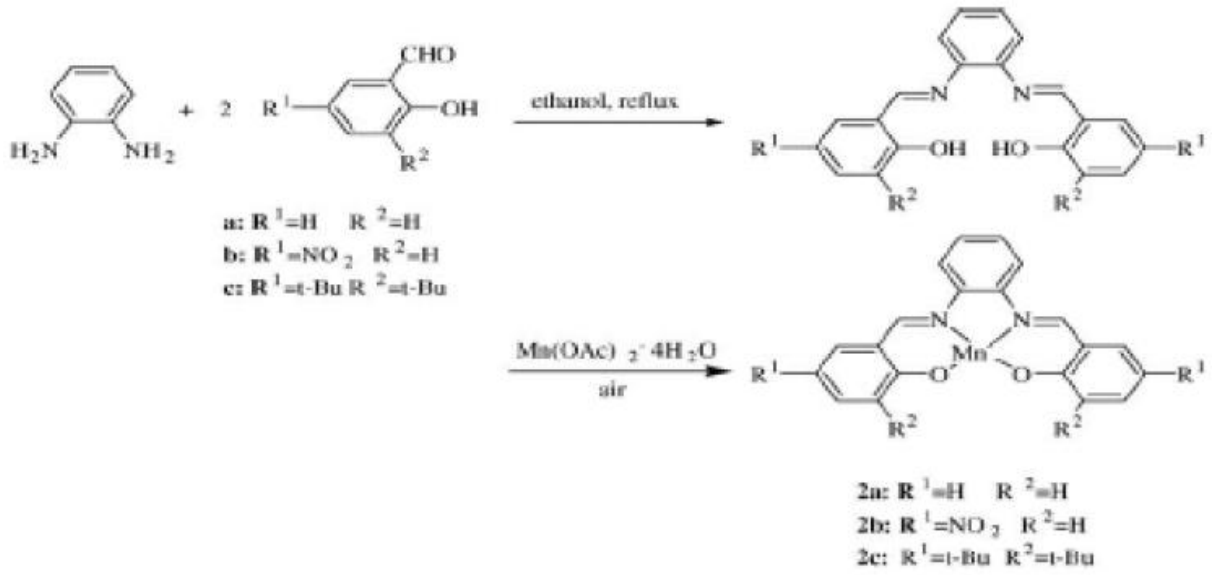


Şekil 2.11. Florlu 1,2 diamin salisilaldehitin Mn(III) kompleksi

Çalışmalar sonucunda florlu salen mangan (III) komplekslerinin moleküler oksijen ve kurban aldehit mevcudiyetinde alkenlerin epoksidasyonunda kullanılabilir. olduklarını belirlemişlerdir.

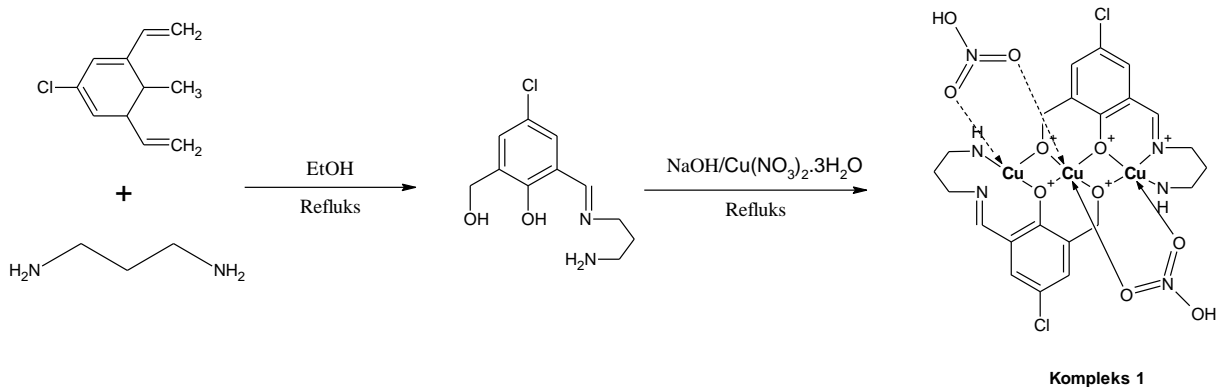
**Peker ve Serin (2004)**, p-aminoazobenzen ile salisilaldehit etkileştirilerek yeni tip Schiff Bazları ve bunların bazı geçiş metalleri ile komplekslerinin sentezlendiği ve çeşitli spektroskopik yöntemlerle karakterize edildiği bildirilmiştir.

**Tong ve ark. (2006)**, o-fenilendiaminin salisilaldehit, 3,5-di-tert-bütül-2-hidroksibenzaldehit ve 5-nitro-2-hidroksibenzaldehit ile etkileşmesi ile yeni Schiff Bazı elde edilmiştir. Salophen Mn(III) kompleksleriyle desteklenen üçlü çitosan (kısaltılmış hali ile CS) basit bir yolla hazırlanmış ve FT-IR ve XPS ile tanımlanmıştır. Bunların, çözücü veya indirgenme etmenlerinin yokluğunda, alilik siloheksen oksidasyonu ile oksijeni katalize edebilme yetenekleri üzerinde çalışılmıştır. Salophen Mn(III) komplekslerinden daha iyi katalizör aktivitelere sahiptir (Şekil 2.12).

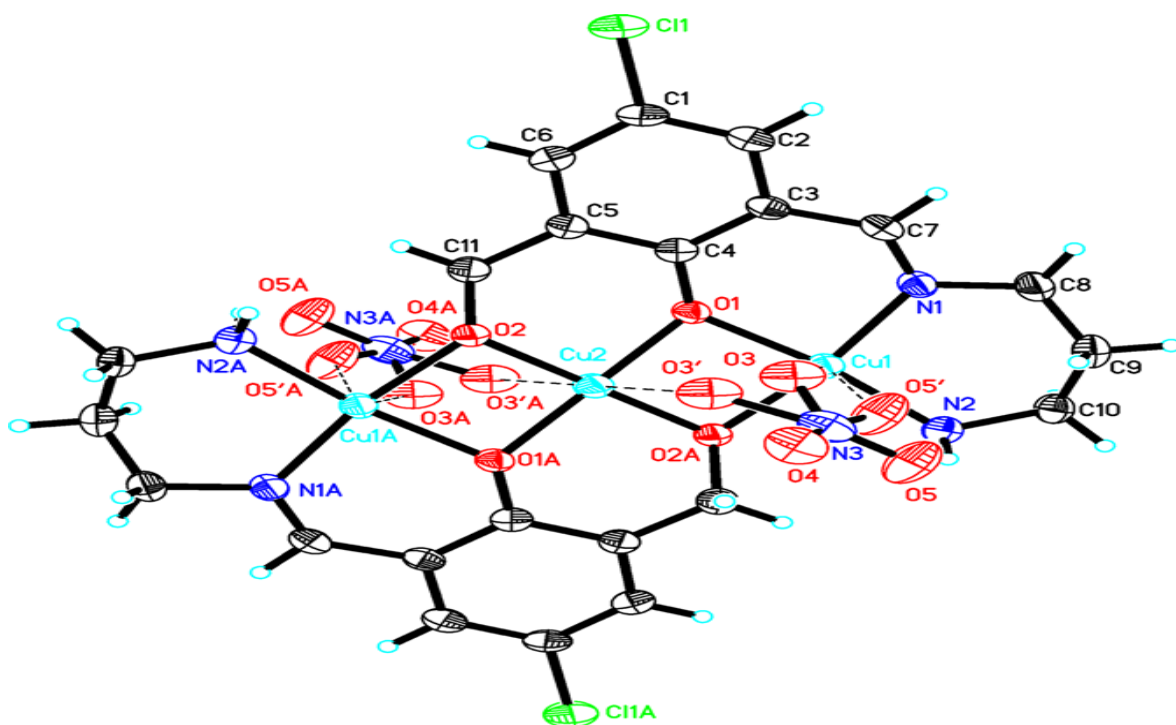


Şekil 2.12. o-fenilendiaminin salisilaldehit, 3,5-di-tert-bütil-2-hidroksibenzaldehit ve 5-nitro-2-hidroksibenzaldehit ile etkileşmesi ile yeni Schiff Bazı ve katalizör etkisi

**Jiang ve ark. (2008)**, 4-kloro-6-(hidroksimetil)-2-((3-aminopropilimino)metil)-fenol'ün dianyonu olarak adlandırılan bölgesi Schiff bazı ligandından hazırlanan üç çekirdekli bakır(II) kompleksi (1) hazırlanmış, analitik ve spektroskopik metotlarla karakterize edilmişlerdir. X-ray yapısı aydınlatıldığında, merkez Cu(2) iyonunun geometrisinin uzamış oktahedral ve yapının her iki tarafında bulunan Cu(II) iyonlarının ise bozuk kare piramit olduğu gösterilmiştir. Cu(II) iyonlarının magnetik süsseptibilite ölçümleri 2-300 K arasında orta derecede antiferromagnetik olduğu ve  $-64.6$  (1)  $\text{cm}^{-1}$ 'de değer gösterdiği belirlenmiştir. Bakır(II) kompleksinin şematik gösterimi Şekil 2.13'de verilmektedir. Kompleks bileşiğin çözülmüş tek kristal X-ray yapısı Şekil 2.14'de gösterilmektedir.

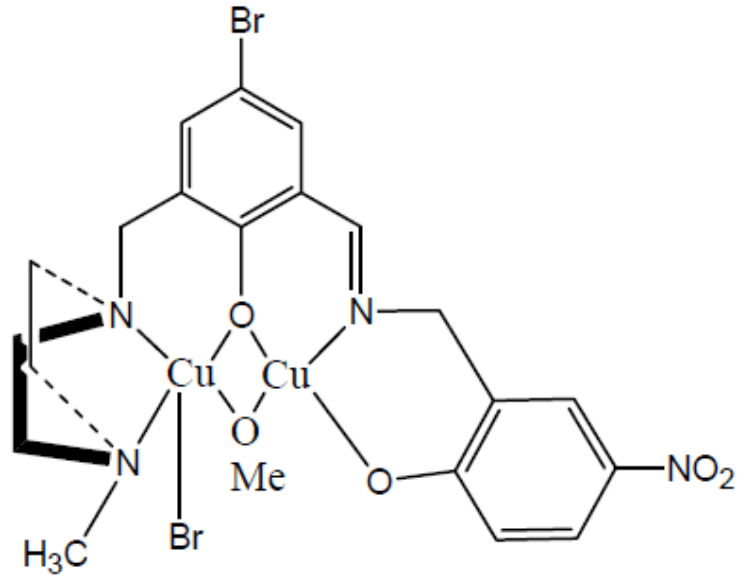


Şekil 2.13. Bakır(II) kompleksinin elde edilme tepkimesi.



Şekil 2.14. Atomu-numaralandırma şekli ile 1'in ORTEP çizim (% 30 muhtemel düzeyi) düzeni. (H atomu ve kafes su molekülleri netlik için çıkarılmıştır).

**Jonathan D. Crane ve ark.**, Simetrik olmayan ligandlarla bağlanarak binükleer kompleksler teşkil edebilecek ligandların sentezi ve onların bakır(II) komplekslerinin sentezleri gerçekleştirilmiştir. Sentezlenen bileşiklerden bir tanesi X-ışını kristal yapısı aşağıda ki gibi olan  $[\text{Cu}_2(\text{OMe})\text{Br}(\text{MeOH})_2\text{L}]$  kompleksidir.



Şekil 2.15. Fenoksi-köprülü ansimetrik binükleer bakır kompleksi



### 3. MATERYAL VE METOD

#### 3.1 Materyal

##### 3.1.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler

**2- piridin karboksi aldehit**; Sigma Aldrich firmasından temin edilmiş olup, Schiff bazı sentezinde kullanılmıştır.

**1,4-diaminobenzen**; Sigma Aldrich firmasından temin edilmiş olup, Schiff bazı sentezinde kullanılmıştır.

**Trans-1,4-diaminosikloheksan**; Sigma Aldrich firmasından temin edilmiş olup, Schiff bazı sentezinde kullanılmıştır.

**Nikel(II)-asetat-tedrahidrat** ; Fluka firmasından temin edilmiş olup, komplekslerin sentezinde kullanılmıştır.

**Bakır(II)-asetat-monohidrat**; Fluka firmasından temin edilmiş olup, komplekslerin sentezinde kullanılmıştır.

**Kobalt(II)-asetat-tedrahidrat** ; Fluka firmasından temin edilmiş olup, komplekslerin sentezinde kullanılmıştır.

**Etil alkol**; Riedel de Haan firmasından temin edilmiş olup, tüm çalışmalarda kullanılmıştır.

**Metanol**; Fluka firmasından temin edilmiş olup, ligandlar ve komplekslerin sentezinde kullanılmıştır.

**Hekzan**; Fluka firmasından temin edilmiş olup, çözünürlük testinde kullanılmıştır.

**Toluen**; Fluka firmasından temin edilmiş olup, çözünürlük testinde kullanılmıştır.

**Kloroform**; Fluka firmasından temin edilmiş olup, çözünürlük testinde kullanılmıştır.

**Benzen**; Fluka firmasından temin edilmiş olup, çözünürlük testinde kullanılmıştır.

**Heptan**; Fluka firmasından temin edilmiş olup, çözünürlük testinde kullanılmıştır.

**DMSO**; Fluka firmasından temin edilmiş olup, CV çalışmaları sırasında çözelti hazırlarken ve çözünürlük testinde kullanılmıştır.

**DMF**; Fluka firmasından temin edilmiş olup, çözünürlük testinde kullanılmıştır.

### 3.1.2 Kullanılan Cihazlar

**Infrared (IR) Spektrofotometresi:** Shimadzu 8300 FT-IR, K.S.Ü, Orman Endüstri Mühendisliği, K.Maraş.

**UV-VİS Spektrofotometresi:** Perkin Elmer Lambda 45, K.S.Ü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, K.Maraş.

**Elementel Analiz:** LECO CHNS-932, İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Merkezi, Malatya.

**Nükleer Magnetik Rezonans: <sup>1</sup>H-NMR(<sup>13</sup>C-NMR) Spektrofotometresi:** Bruker 400 Mhz'lik cihaz. Tokat Gazi Osman Paşa Üniversitesi, Tokat.

**Erime Noktası Tayin Cihazı:** KSÜ Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümünde bulunan Elektrothermal LTD 9200 cihazı kullanılmıştır.

**Elektrokimyasal Çalışma :** Ivium Stat Elektrokimya Cihazı, K.S.Ü. Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, K.Maraş.

**Gaz Kromatografi Çalışmalar:** Perkin Elmer Clarus 600, Merkez Laboratuvarı, K.S.Ü., K.Maraş.

**TG/DTA Termogravimetrik analiz:** Perkin Emler. Çukurova Üniversitesi. Fen\_Edebiyat Fakültesi. Adana.

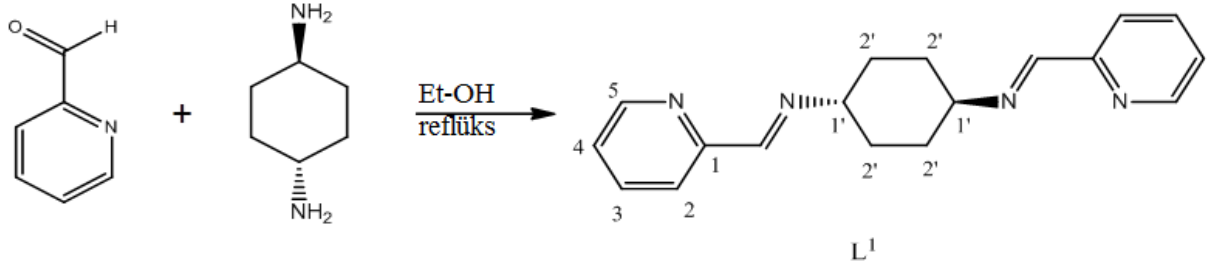
## 3.2 Metot

### 3.2.1 Ligandların Sentezi

#### 3.2.1.1 (E)-N,N'-bis(piridin-2-metilen)sikloheksan-1,4-diamin' in sentezi (L<sup>1</sup>)

Geri soğutucu takılmış 100 mL'lik bir balon içerisine Pyridine 2-carboxaldehyde (4 mmol, 0.429 g) koyuldu ve üzerine 10 mL ethanol eklendi. karışımı mağnetik karıştırıcılı ısıtıcı üzerinde 70 °C'de çözüldü. Bu çözelti içerisine, 1,4-diaminocyclohexane (2 mmol; 0.228 g) 20 mL ethanol de çözümlenerek üzerine eklendi. Çözelti 7 saat aynı sıcaklıkta reflüks edildi. Daha sonra oda sıcaklığında 2 saat kadar dinlenmeğe bırakıldı. Oluşan katı Schiff bazı ligandı süzülde. Etil alkolden tekrar kristallendirilerek vakum altında kurutuldu. Elde edilen schiff baz ligandı; etanol, metanol, kloroform gibi polar çözücülerde tamamen çözünmekte olup benzen, toluen, heksan, heptan gibi apolar organik

çözücülerde kısmen çözünmektedir. Elementel analiz, FT-IR, UV-Vis, Kütle Spektrumu ve erime noktası sonuçları aşağıda verilmiştir. (Şekil 3.2.1.1.1.)

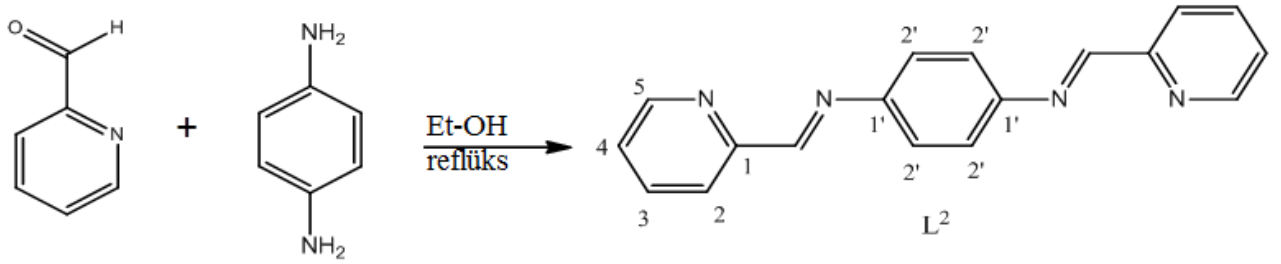


Şekil 3.2.1.1.1. (E)-N,N'-bis(piridin-2-metilen)sikloheksan-1,4-diamin' in sentez tepkimesi

**L<sup>1</sup>** : (C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>N<sub>4</sub>). Erime noktası:178.2 °C ; verim 80%, renk:Turuncu , Elementel analiz, bulunan % (hesaplanan %): C 74.01(73.94) H 6.77(6.89) N 19.54(19.16), UV-Vis (etanol) ( $\lambda_{\max}$ , nm) ( $\epsilon$ , M<sup>-1</sup>cm<sup>-1</sup>): 202(257900), 236(179900), 240(287300), 274(97000). FT-IR (KBr, cm<sup>-1</sup>): 2855, 2930(CH<sub>2</sub>); 1638(C=N); 1566,1468(Py); 3004,3051(Ar-H). Kütle Spektrumu (LC/MS APCI): m/z 315.1 [M+Na]<sup>+</sup>, 215.29 [M-77]<sup>+</sup>, [H<sub>2</sub>C=N-C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>-N=CH-C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N], 279.1 [M-12]<sup>+</sup>, Ana iyonun bir karbon atomunun kaybı olduğu görüldü.  $\Lambda_M(\Omega^{-1} \text{ cm}^2 \text{ mol}^{-1})$ : 1.7

### 3.2.1.2. (E)-N,N'-bis(piridin-2-metilen)benzen-1,4-diamin' in sentezi (L<sup>2</sup>)

Geri soğutucu takılmış 100 mL'lik bir balon içerisine Pyridine 2-carboxaldehyde (4 mmol, 0.429 g) koyuldu ve üzerine 10 mL ethanol eklendi. karışımı mağnetik karıştırıcılı ısıtıcı üzerinde 80 °C'de çözüldü. Bu çözelti içerisine, 1,4-diaminobenzen (2 mmol; 0.228 g) 20 mL ethanol de çözülerek üzerine eklendi. Çözelti 24 saat aynı sıcaklıkta reflüks edildi. Daha sonra oda sıcaklığında 2 saat kadar dinlenmeğe bırakıldı. Oluşan katı Schiff bazı ligandı süzüldü. Etil alkolden tekrar kristallendirilerek vakum altında kurutuldu. Elde edilen schiff baz ligandı; etanol, metanol, kloroform gibi polar çözücülerde tamamen çözünmekte olup benzen, toluen, heksan, heptan gibi apolar organik çözücülerde kısmen çözünmektedir. Elementel analiz, FT-IR, UV-Vis, Kütle Spektrumu ve erime noktası sonuçları aşağıda verilmiştir. (Şekil 3.2.1.2.1.)



Şekil 3.2.1.2.1. (E)-N,N'-bis(piridin-2-metilen)benzen-1,4-diamin' in sentez tepkimesi

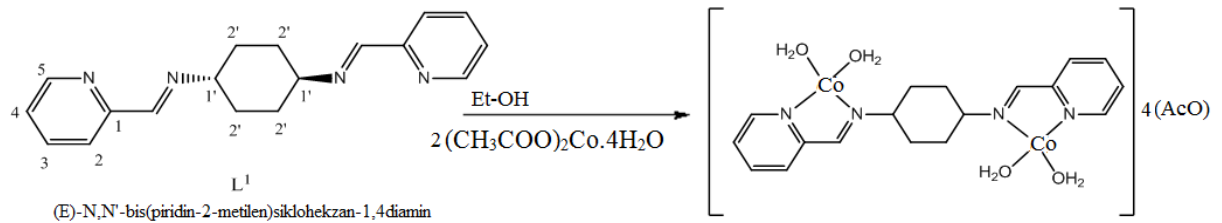
$L^2$  : ( $C_{18}H_{18}N_4$ ). Erime noktası: 167.3 °C ; verim 65%, renk:Turuncu , Elementel analiz, bulunan % (hesaplanan %): C 75.34 (75.50) H 4.80(4.93) N 19.74(19.57), UV-Vis (etanol) ( $\lambda_{max}$ , nm) ( $\epsilon$ ,  $M^{-1}cm^{-1}$ ): 202(72020), 242(71820), 272(69680), 281(62220). FT-IR (KBr,  $cm^{-1}$ ): 1618(C=N); 1583,1494(Py); 2919,3048(Ar-H). Kütle spektrumu (LC/MS APCI): m/z 309.1  $[M+Na]^+$ , 275.0  $[M-12]^+$ , Ana iyonun bir karbon atomunun kaybı olduğu görüldü.  $\Lambda_M(\Omega^{-1} cm^2 mol^{-1})$ : 2.5

### 3.2.2 Schiff Baz Ligandlarının Çeşitli Metallerle Kompleksleri

#### 3.2.2.1 $L^1$ -Co Sentezi

Metal tuzları ve ligandların oranı 2:1 olarak alınmıştır. 0,292 gr (1 mmol)  $L^1$  ligandı 25 ml etanol eklenerek cam balon içerisinde sıcakta çözüldü. 0.498 gr (2 mmol)  $(CH_3COO)_2Co.4H_2O$  metal tuzu 25 mL etanol içerisinde çözülerek  $L^1$  ligand çözeltisi içerisine ilave edildi. Karışım gece boyunca geri soğutucu altında karıştırıldı. Çökeltiyi aşırı tuzdan kurtarmak için damıtılmış su ile yıkanarak vakumlu etüvde kurutuldu.

Sentezlenen yeşil renkli kompleks, DMSO ve DMF gibi polar çözücülerde tamamen çözünmektedir. Erime noktası, elementel analiz, FT-IR ve UV-Vis sonuçları aşağıda verilmiştir.(Şekil 3.2.2.1.1.)



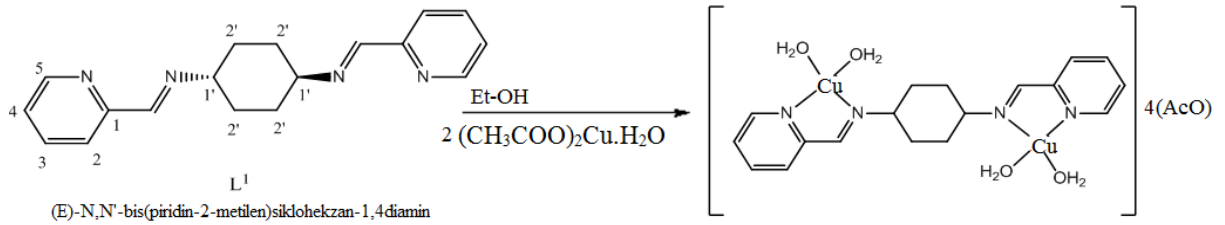
Şekil 3.2.2.1.1.  $L^1$ -Co sentez tepkimesi

[Co<sub>2</sub>L<sup>1</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>].4AcO Kompleksi: (C<sub>26</sub>H<sub>40</sub>Co<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>12</sub>), renk: kahverengi, verim: 72 %, e.n.: 181.5 °C, Elementel Analiz bulunan % (hesaplanan %): C 43.56(43.46), H 6.05(5.61), N 7.56(7.8), Co 16.73(16.40). UV-Vis (etanol) (λ<sub>max</sub>, nm) (ε, M<sup>-1</sup>cm<sup>-1</sup>): 235(59400), 250(31600), 297(25300), 367(38000), 610(28600). FT-IR (KBr, cm<sup>-1</sup>): 2923(CH<sub>2</sub>); 1614(C=N); 1409(Py); 650(M-N); 3400(O-H). Λ<sub>M</sub> (Ω<sup>-1</sup> cm<sup>2</sup> mol<sup>-1</sup>): 70.5, Magnetik Susseptibilite B.M.: 4.4.

### 3.2.2.2 L<sup>1</sup>-Cu Sentezi

0,292 gr (1 mmol) L<sup>1</sup> ligandı 25 ml etanol eklenerek cam balon içerisinde sıcakta çözüldü. 0.399 gr (2 mmol) (CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>Cu.H<sub>2</sub>O metal tuzu 25 mL etanol içerisinde çözümlenerek L<sup>1</sup> ligand çözeltisi içerisine ilave edildi. Karışım gece boyunca geri soğutucu altında karıştırıldı. Çökeltiyi aşırı tuzdan kurtarmak için damıtılmış su ile yıkanarak vakumlu etüvde kurutuldu.

Sentezlenen siyah renkli kompleks, DMSO ve DMF gibi polar çözücülerde tamamen çözünmektedir. Erime noktası, elementel analiz, FT-IR ve UV-Vis sonuçları aşağıda verilmiştir.(Şekil 3.2.2.2.1.)



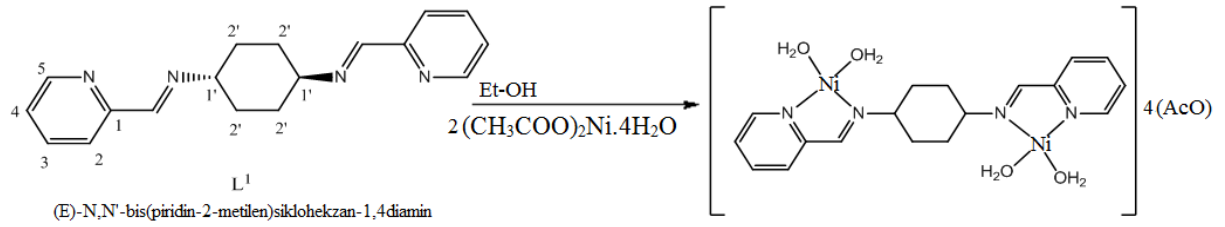
Şekil 3.2.2.2.1. L<sup>1</sup>-Cu sentez tepkimesi

[Cu<sub>2</sub>L<sup>1</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>].4AcO Kompleksi: (C<sub>26</sub>H<sub>40</sub>Cu<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>12</sub>), renk; Siyah, verim: 72 %, erime noktası: 180.5 °C, Elementel Analiz bulunan % (hesaplanan %): C 42.65(42.91), H 5.31(5.54), N 7.32(7.70), Cu 17.20(17.46). UV-Vis (ethanol) (λ<sub>max</sub>, nm) (ε, M<sup>-1</sup>cm<sup>-1</sup>): 230(165000), 278(95000), 356(196000), 384(83000), 575(46000). FT-IR (KBr, cm<sup>-1</sup>): 2931(CH<sub>2</sub>); 1564(C=N); 1385(Py); 672(M-N); 3366(O-H). Λ<sub>M</sub> (Ω<sup>-1</sup> cm<sup>2</sup> mol<sup>-1</sup>): 63.1, Magnetik Susseptibilite B.M.: 1.4

### 3.2.2.3 L<sup>1</sup>-Ni Sentezi

0,292 gr (1 mmol) L<sup>1</sup> ligandı 25 ml etanol eklenerek cam balon içerisinde sıcakta çözüldü. 0.497 gr (2 mmol) (CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>Ni.4H<sub>2</sub>O metal tuzu 25 mL etanol içerisinde çözülmüş L<sup>1</sup> ligand çözeltisi içerisine ilave edildi. Karışım gece boyunca geri soğutucu altında karıştırıldı. Çökeltiyi aşırı tuzdan kurtarmak için damıtılmış su ile yıkanarak vakumlu etüvde kurutuldu.

Sentezlenen siyah renkli kompleks, DMSO ve DMF gibi polar çözücülerde tamamen çözünmektedir. Erime noktası, elementel analiz, FT-IR ve UV-Vis sonuçları aşağıda verilmiştir.(Şekil 3.2.2.3.1.)



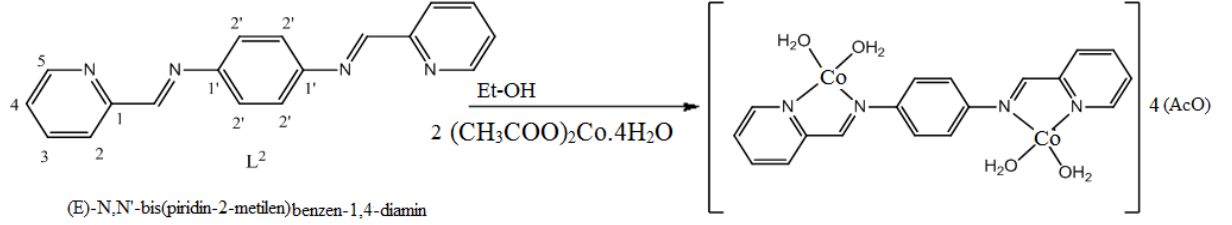
Şekil 3.2.2.3.1. L<sup>1</sup>-Ni sentez tepkimesi

[Ni<sub>2</sub>L<sup>1</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>].4AcO kompleks: (C<sub>26</sub>H<sub>40</sub>Ni<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>12</sub>), renk; yeşil, verim: 68 %, erime noktası: 178 °C, Elementel Analiz bulunan %, (hesaplanan %): C 43.21(43.49), H 5.83(5.62), N 7.62(7.8), Ni 16.63(16.35). UV-Vis (etanol) (λ<sub>max</sub>, nm) (ε, M<sup>-1</sup>cm<sup>-1</sup>): 251(62200), 270(61400), 350(57600), 397(46100). 586(51000). FT-IR (KBr, cm<sup>-1</sup>): 2930(CH<sub>2</sub>); 1543(C=N); 1406(Py); 660(M-N); 3350(O-H). Λ<sub>M</sub> (Ω<sup>-1</sup> cm<sup>2</sup> mol<sup>-1</sup>): 30.4, Magnetik Susseptibilite B.M.: diamag.

### 3.2.2.4 L<sup>2</sup>-Co Sentezi

0,286 gr (1 mmol) L<sup>2</sup> ligandı 25 ml etanol eklenerek cam balon içerisinde sıcakta çözüldü. 0.498 gr (2 mmol) (CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>Co.4H<sub>2</sub>O metal tuzu 25 mL etanol içerisinde çözülmüş L<sup>2</sup> ligand çözeltisi içerisine ilave edildi. Karışım gece boyunca geri soğutucu altında karıştırıldı. Çökeltiyi aşırı tuzdan kurtarmak için damıtılmış su ile yıkanarak vakumlu etüvde kurutuldu.

Sentezlenen yeşil renkli kompleks, DMSO ve DMF gibi polar çözücülerde tamamen çözünmektedir. Erime noktası, elementel analiz, FT-IR ve UV-Vis sonuçları aşağıda verilmiştir.(Şekil 3.2.2.4.1.)



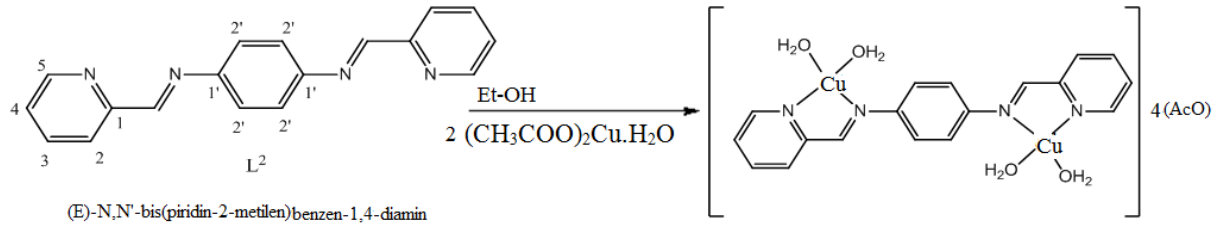
Şekil 3.2.2.4.1. L<sup>2</sup>-Co sentez tepkimesi

[Co<sub>2</sub>L<sup>2</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>].4AcO kompleks: (C<sub>26</sub>H<sub>34</sub>Co<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>12</sub>), renk:siyah, verim: 60 %, erime noktası: 176.5 °C, Elementel Analiz bulunan % (hesaplanan %): C 44.20(43.83), H 5.10(4.81), Co 16.91(16.54), N 8.11(7.86). UV-Vis (etanol) (λ<sub>max</sub>, nm) (ε, M<sup>-1</sup>cm<sup>-1</sup>): 242(23140), 250(26750), 315(33380), 350(25100), 398(26560), 617(21540). FT-IR (KBr, cm<sup>-1</sup>): 1539(C=N); 1403(Py); 3007(Ar-H); 658(M-N). Λ<sub>M</sub> (Ω<sup>-1</sup> cm<sup>2</sup> mol<sup>-1</sup>): 65.2, Magnetik Susseptibilite B.M.: 6.1.

### 3.2.2.5 L<sup>2</sup>-Cu Sentezi

0,286 gr (1 mmol) L<sup>2</sup> ligandı 25 ml etanol eklenerek cam balon içerisinde sıcakta çözüldü. 0.399 gr (2 mmol) (CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>Cu.H<sub>2</sub>O metal tuzu 25 mL etanol içerisinde çözümlenerek L<sup>2</sup> ligand çözeltisi içerisinde ilave edildi. Karışım gece boyunca geri soğutucu altında karıştırıldı. Çökeltiyi aşırı tuzdan kurtarmak için damıtılmış su ile yıkanarak vakumlu etüvde kurutuldu.

Sentezlenen siyah renkli kompleks, DMSO ve DMF gibi polar çözücülerde tamamen çözünmektedir. Erime noktası, elementel analiz, FT-IR ve UV-Vis sonuçları aşağıda verilmiştir.(Şekil 3.2.2.5.1.)



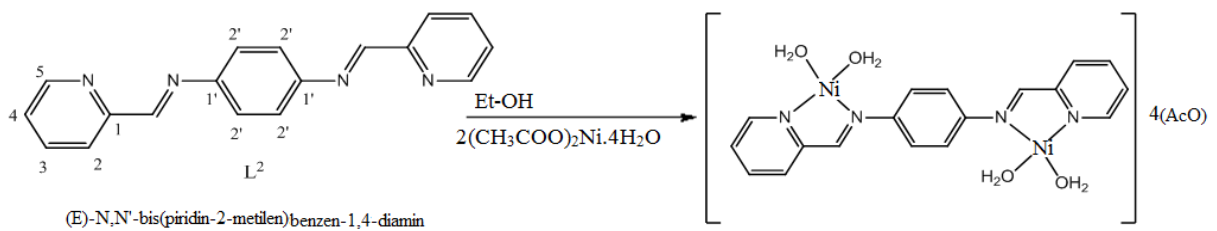
Şekil 3.2.2.5.1. L<sup>2</sup>-Cu sentez tepkimesi

[Cu<sub>2</sub>L<sup>2</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>].4AcO Kompleks: (C<sub>26</sub>H<sub>34</sub>Cu<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>12</sub>), renk: siyah, verim: 58 %, erime noktası: 171.5 °C, Elementel Analiz bulunan % (hesaplanan %): C 43.60(43.27), H 5.12(4.75), N 7.56(7.76), Cu 17.43(17.61). UV-Vis (etanol) (λ<sub>max</sub>, nm) (ε, M<sup>-1</sup>cm<sup>-1</sup>): 240(26170), 280(18760), 318(34110), 396(2912), 589(23610). FT-IR (KBr, cm<sup>-1</sup>): 1557(C=N); 1372(Py); 2900(Ar-H); 680(M-N). Λ<sub>M</sub> (Ω<sup>-1</sup> cm<sup>2</sup> mol<sup>-1</sup>): 56.4, Magnetik Susseptibilite B.M.: 1.88

### 3.2.2.6 L<sup>2</sup>-Ni Sentezi

0,286 gr (1 mmol) L<sup>2</sup> ligandı 25 ml etanol eklenerek cam balon içerisinde sıcakta çözüldü. 0.497 gr (2 mmol) (CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>Ni·4H<sub>2</sub>O metal tuzu 25 mL etanol içerisinde çözümlenerek L<sup>2</sup> ligand çözeltisi içerisine ilave edildi. Karışım gece boyunca geri soğutucu altında karıştırıldı. Çökeltiyi aşırı tuzdan kurtarmak için damıtılmış su ile yıkanarak vakumlu etüvde kurutuldu.

Sentezlenen siyah renkli kompleks, DMSO ve DMF gibi polar çözücülerde tamamen çözünmektedir. Erime noktası, elementel analiz, FT-IR ve UV-Vis sonuçları aşağıda verilmiştir.(Şekil 3.2.2.6.1.)



Şekil 3.2.2.6.1. L<sup>2</sup>-Ni sentez tepkimesi



[Ni<sub>2</sub>L<sup>2</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>].4AcO Kompleks: (C<sub>26</sub>H<sub>34</sub>Ni<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>12</sub>), renk:kahverengi, verim: 75 %, erime noktası: 165.5 °C, Elementel Analiz bulunan % (hesaplanan %): C 44.19(43.86), H 5.17(4.81), N 7.81(7.87), Ni 16.75(16.49). UV-Vis (etanol) ( $\lambda_{\max}$ ,nm) ( $\epsilon$ ,M<sup>-1</sup>cm<sup>-1</sup>): 236(26540), 274(16560), 320(29810), 395(31140), 556(21450). FT-IR (KBr, cm<sup>-1</sup>): 1538(C=N); 1416(Py); 2922(Ar-H); 666(M-N).  $\Lambda_M$  ( $\Omega^{-1}$  cm<sup>2</sup> mol<sup>-1</sup>): 25.3, Magnetik Susseptibilite B.M.: diamag.

### 3.2.3 Elektrokimyasal Çalışmalar

Elektrokimyasal çalışmalar için L<sup>1</sup> ve L<sup>2</sup> ligandlarının ve metal komplekslerinin DMF, Asetonitril ve Diklormetan'da 10<sup>-3</sup>-10<sup>-4</sup> M'lık 1 ml çözeltileri hazırlandı. Destek elektrolit olarak çözeltiye tetrabutilamonyumtetraflüorborat'ın 0.1 M'lık çözeltisinden 5 ml ilave edildi. Hazırlanan çözeltilerin voltammogramları alınırken çözeltiden sürekli akış hızı sabitlenmiş azot gazı geçirildi. Referans elektrod olarak Ag<sup>+</sup>- AgCl, karşıt elektrod olarak platin tel elektrod ve çalışma elektrodu olarak da camısı karbon elektrod kullanılmıştır. Çalışma elektrodlarının temizliği Bandelin marka RK 100 model sonikatörde yapılmıştır. Voltametrik deneylerde elektrot yüzeyinin temiz olması çok önemlidir. Elektrot yüzeyi temiz olmadığı zaman pik akımında azalma ve pik potansiyelinde kayma meydana gelir. Elektrot yüzeyinin temizlenmesi başka bir ifadeyle aktive edilmesi için çeşitli ön işlem metotları vardır. Bu işlemin amacı reaksiyonun tersinirliğini arttırmaktır. Aktifleştirme veya temizleme işlemiyle elektrot transferini engelleyen adsorplanmış maddelerin yüzeyden uzaklaştırılması ve elektron yüzeyinin mikro yapısının değiştirilmesi sağlanır. Elektrot yüzeyi öncelikle parlak ve düzgün hale getirilir. Bunun için öncelikle P4000'lik Buehler temizleme kağıdı kullanılmıştır. Elektrot bu kağıt ile parlatılır. Bu parlatma işleminden sonra özel olarak hazırlanmış temizleme kağıtlarının üzerine öncelikle 1 µm'lık alumina tozu ilave edilir ve elektrot, dairesel hareketlerle temizlenir, sonra sırası ile 0,3 µm ve 0,05 µm'lık alumina tozları ile temizleme işlemi tekrar edilir. Hazırlanan çözeltilerin 100, 150, 200, 250 ve 500 mV/s tarama hızlarındaki siklik voltammogramları alınmıştır.

Camsı karbon.....(BAS MF-2012)

Ag<sup>+</sup>-AgCl .....(BAS MF-2052)

Platil tel.....(BAS MW-1032)

#### 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada literatürde rastlanmayan orijinal nitelikte 2 yeni Schiff Bazı ve 6 yeni metal kompleksi olmak üzere 8 yeni sentez gerçekleştirilmiştir. Aldehit türevi olarak 2-piridin karboksi aldehit, diamin türevi olarak 1,4-diaminobenzen ve Trans-1,4-diaminosikloheksan bileşikleri kullanılarak mono kondenzasyon reaksiyonu ile Schiff Bazı ligandları elde edilmiştir. Elde edilen bu Schiff bazları kullanılarak 3 yeni tip asimetrik özellikte Schiff Bazları ve bu bazların Co(II), Cu(II) ve Ni(II) metalleri ile kompleksleri sentezlenmiştir. Schiff Bazı ligandlarının yapıları; FT-IR, UV-vis, 1H-NMR, 13C-NMR gibi spektroskopik yöntemler ve elementel analiz teknikleri ile komplekslerin yapıları ise FT-IR, UV-vis, elementel analiz, magnetik susseptibilite ölçümleri ile aydınlatılmaya çalışılmıştır. Analiz bulguları ve literatür bilgileri dikkate alınarak Schiff Bazları ve kompleksler için yapısal formüller önerilmiştir.

##### 4.1 Erime Noktası, Renk, Verim Bulgularının Değerlendirilmesi

Sentezlenen 8 bileşiğin erime noktaları, renkleri ve verim değerleri (Çizelge 4.1.1) de verilmiştir. Çizelge 4.1.1’de görüldüğü üzere verimlerin dağılım aralığı % 58-80’dir. Schiff Bazlarının erime aralığı 167.3 – 178.2 °C aralığında iken komplekslerinki 165.5 – 181.5 °C’ tür. Schiff Bazlarının renklerine bakıldığında çeşitlilik görülmektedir.

Çizelge 4.1.1. Sentezlenen bileşiklerin bazı fiziksel özellikleri

BİLEŞİKLER	RENK	E.N. ( <sup>0</sup> C) (±1)	VERİM (%)
L <sup>1</sup>	turuncu	178.2	80
L <sup>2</sup>	turuncu	167.3	65
L <sup>1</sup> -Co	kahverengi	181.5	72
L <sup>1</sup> -Cu	siyah	180.5	72
L <sup>1</sup> -Ni	yeşil	178	68
L <sup>2</sup> -Co	siyah	176.5	60
L <sup>2</sup> -Cu	siyah	171.5	58
L <sup>2</sup> -Ni	kahverengi	165.5	75

#### 4.2 Elementel Analiz Bulgularının Değerlendirilmesi

Sentezlenen Schiff Bazı ligandlarının C, H ve N miktarlarının hesaplanan ve bulunan değerleri Çizelge 4.2.1’de verilmiştir. Bileşiklerde bulunan C miktarlarının dağılım aralığı % 74.01 – % 75.34, H’ in % 4.80 - % 6.77, N ki ise % 19.54 - % 19.57 arasında bulunmuştur. Çizelge 4.2.1’de görüldüğü gibi sentezlenen Schiff Bazı ligandları için hesaplanan değerler ile bulunan değerler birbirlerine çok yakındır. Bu değerlerdeki görünen çok az sapma teorik olarak düşünülen yapının sentezinin gerçekleştiğine dair karakterizasyon ölçütlerinden biridir.

Çizelge 4.2.1. Sentezlenen ligandların elementel analiz sonuçları

BİLEŞİKLER	BULUNAN(%)			HESAPLANAN(%)		
	C	H	N	C	H	N
L <sup>1</sup>	74.01	6.77	19.54	73.94	6.89	19.16
L <sup>2</sup>	75.34	4.80	19.74	75.50	4.93	19.57

Sentezlenen metal komplekslerinin AAS sonuçları Çizelge 4.2.2’de verilmiştir. Metal komplekslerinin muhtemel yapıları AAS sonuçları dikkate alınarak önerilmiştir. Kompleks yapılarının hesaplanan metal içeriği analiz sonucunda bulunan değerler ile uyum göstermiştir.

Çizelge 4.2.2. Sentezlenen metal komplekslerinin elementel analiz (AAS) sonuçları

BİLEŞİK	BULUNAN(%)			HESAPLANAN (%)		
	C	H	N	C	H	N
L <sup>1</sup> -Co			16.73			16.40
L <sup>1</sup> -Cu			17.20			17.46
L <sup>1</sup> -Ni			16.63			16.35
L <sup>2</sup> -Co			16.91			16.54
L <sup>2</sup> -Cu			17.43			17.61
L <sup>2</sup> -Ni			16.75			16.49
	C	H	N	C	H	N
L <sup>1</sup> - Co	43.56	6.05	7.56	43.46	5.61	7.8
L <sup>1</sup> -Cu	42.65	5.31	7.32	42.91	5.54	7.70
L <sup>1</sup> -Ni	43.21	5.83	7.62	43.49	5.62	7.8
L <sup>2</sup> -Co	44.20	5.10	8.11	43.83	4.81	7.86
L <sup>2</sup> -Cu	43.60	5.12	7.56	43.27	4.75	7.76
L <sup>2</sup> -Ni	44.19	5.17	7.81	43.86	4.81	7.87

#### 4.3 FT-IR Spektrum Bulgularının Değerlendirilmesi

Sentezlenen 8 bileşiğin IR spektrumu değerlendirilerek toplu halde Çizelge 4.3.1’de verilmiştir. Ar-C=N (konjuge C=N gerilmesine ait pik, C=C gerilmesine yakın olduğu için belirsiz olabilmektedir) grubuna ait C=N gerilme pik i 1620 cm<sup>-1</sup> de görüldüğü belirtilmektedir (Erdik, 1993). Schiff Bazları ve metal komplekslerinin hepsinde C=N grubu bulunmaktadır.

Bu çalışmada sentezlenen L<sup>1</sup> ve L<sup>2</sup> ligandları ile bunların Co(II), Cu(II) ve Ni(II) komplekslerinin yapılarının aydınlatılmasında titreşim spektroskopik yönteminden

faaydalanılmıřtır.  $L^1$  ve  $L^2$  Schiff bazı ligandlarının IR spektrumları incelendiđinde imine (C=N) bađına ait titreřim bandları sırası ile 1638 ve 1618  $cm^{-1}$  de gzlenmiřtir. Ligandların IR spektrumlarında bařlangıç aldehitlerinden gelen ve 1700  $cm^{-1}$  civarında gzlenen karbonil C=O titreřimlerin tamamen kaybolup ve yerine imine bađı (C=N) titreřimlerinin gzlenmesi ligandların oluřtuđunu gstermektedir.

Komplekslerin IR spektrumlarında imine (C=N) bađına ait titreřimler daha dřk dalga sayılarında gzlenmiřtir. Komplekslerin IR spektrumlarında imine bađı titreřimlerinin daha dřk dalga sayılarına kayması imine grubu azot atomunun metal iyonu ile koordinasyona girmesinden (C=N:→M(metal)) kaynaklanmaktadır. (El-Ayaan, 2003; Snmez, 2004; Reddy, 2000).

$L^1$  ve  $L^2$  ligandlarında piridin halkasına ait C-H titreřimleri sırası ile 1494 ve 1583  $cm^{-1}$  te gzlenmiřtir. Yine C-H (piridin) titreřimleri komplekslerde daha dřk dalga sayılarında gzlenmiřtir.  $L^2$  ligandının IR spektrumunda C-H (benzen) eđilme titreřimleri 843 ve 877  $cm^{-1}$  de keskin sinyaller olarak gzlenmiřtir.  $L^2$  ligandının Co(II), Cu(II) ve Ni(II) komplekslerinde bu C-H eđilme titreřimleri sırası ile 836, 838 ve 844  $cm^{-1}$  de gzlenmiřtir.

Komplekslerin IR spektrumlarında 3200-3353  $cm^{-1}$  aralıđında geniř bandlar gzlenmiřtir ve bu bandlar O-H (su) titreřimlerinden kaynaklanmaktadır. Komplekslerin yapılarında su varlıđı elementel analiz ve termal analiz yntemleri ile desteklenmiřtir.

Çizelge 4.3.1. Ligand ve Komplekslerin FT-IR Deđerleri ( $cm^{-1}$ )

Bileřikler	$\nu$ (Ar-H)	$\nu$ (CH <sub>2</sub> )	$\nu$ (Py)	$\nu$ (C=N)	$\nu$ (O-H)	$\nu$ (M-N);
$L^1$	3004,3051	2855,2930	1566,1468	1638	-	-
$L^1$ -Co	-	2923	1409	1614	3400	650
$L^1$ -Cu	-	2931	1385	1564	3366	672
$L^1$ -Ni		2930	1406	1543	3350	660
$L^2$	2919,3048	-	1583,1494	1618	-	-
$L^2$ -Co	3007	-	1403	1539	-	658
$L^2$ -Cu	2900	-	1372	1557	-	680
$L^2$ -Ni	2922	-	1416	1538	-	666

#### 4.4 Ligand ve Komplekslerin UV Spektrumlarının Değerlendirilmesi

Spektral karakterizasyon kapsamında hazırlanan Schiff bazı ligandları ve bunların Co(II), Cu(II) ve Ni(II) komplekslerinin Uv-visible absorpsiyonları incelenmiştir. Ligandlar ve bunların metal komplekslerinin UV spektrumları etanol içinde 200-700 nm aralığından incelenmiştir ve elde edilen spektral veriler Çizelge 4.4.1.'de verilmiştir. L<sup>1</sup> ligandın metal komplekslerinde 610 ve 575 nm de gözlenen absorpsiyon bandları d-d geçişlerine yorumlanmıştır. Yine bu komplekslerde 397-367 nm aralığında gözlenen bandlar yük transfer bandlarına atfedilmiştir. Sentezlenen ligandların ve komplekslerinin n- $\pi^*$  ve  $\pi$ - $\pi^*$  geçişleri 202-356 nm aralığında gözlenmiştir. L<sup>2</sup> ligandın metal komplekslerine ait d-d geçişleri 500 nm'nin üzerinde gözlenmiştir. Yine bu komplekslerde 395 nm civarında gözlenen absorpsiyon bandları yük transfer geçişlerine yorumlanmıştır.

Çizelge 4.4.1. Ligandlar ile metal komplekslerinin EtOH içindeki elektronik verileri

Bileşikler	$\lambda_{\max}$ (nm)	Geçişler
L <sup>1</sup>	202, 236, 240, 274	n- $\pi^*$ ve $\pi$ - $\pi^*$
L <sup>1</sup> -Co	235,250,297,367,610	$\pi$ - $\pi^*$ , n- $\pi^*$ , d-d
L <sup>1</sup> -Cu	230,278,356,384,575	$\pi$ - $\pi^*$ , n- $\pi^*$ , d-d
L <sup>1</sup> -Ni	251,270,350,397,586	$\pi$ - $\pi^*$ , n- $\pi^*$ , d-d
L <sup>2</sup>	202, 242, 272, 281	n- $\pi^*$ ve $\pi$ - $\pi^*$
L <sup>2</sup> -Co	242,250,315,350,398,617	$\pi$ - $\pi^*$ , n- $\pi^*$ , d-d
L <sup>2</sup> -Cu	240,280,318,396,589	$\pi$ - $\pi^*$ , n- $\pi^*$ , d-d
L <sup>2</sup> -Ni	236,274,320,395,556	$\pi$ - $\pi^*$ , n- $\pi^*$ , d-d

#### 4.5 Sentezlenen Schiff Bazı Ligandlarının <sup>1</sup>H ve <sup>13</sup>C NMR Spektrumlarının Değerlendirilmesi

Sentezlenen L<sup>1</sup> ve L<sup>2</sup> ligandlarını <sup>1</sup>H NMR spektrumları CDCl<sub>3</sub> çözücüsü ve tetramethylsilane (TMS) internal standartı kullanılarak alınmıştır. Ligandların <sup>1</sup>H NMR spektrumları Çizelge 4.5.1.'de verilmiştir.

L<sup>1</sup> ligandının <sup>1</sup>H NMR spektrumunda sikloheksan halkasına ait proton sinyaller 1.87 ve 3.38 ppm de multipler olarak gözlenmiştir. Azomethine grubuna ait sinyal 8.46 ppm de singlet olarak gözlenmiştir. Piridin grubu protonları 8.66-7.99 ppm aralığında multipler olarak gözlenmiştir. L<sup>2</sup> ligandının <sup>1</sup>H NMR spektrumunda imine grubuna ait proton sinyali

8.67 de gözlenmiştir. Diğer aromatik proton sinyalleri 7.39-8.74 ppm aralığında gözlenmiştir.

L<sup>1</sup> ligandının <sup>13</sup>C NMR spektrumunda 68.8 ve 32.3 ppm de gözlenen sinyaller sikloheksan halkasına ait carbon atomlarından kaynaklanmaktadır. Azometin carbon atomuna ait sinyal 160.2 ppm de gözlenmiştir. Piridin halkasına ait carbon atom sinyalleri 149.5-154.7 aralığında gözlenmiştir. L<sup>2</sup> ligandının <sup>13</sup>C spektrumunda azometin grubuna ait carbon atom sinyali 160.21 ppm de gözlenmiştir. Aromatik karbon atomlarına ait sinyaller ise 121.96-159.39 ppm aralığında gözlenmiştir. Sentezlenen ligandlara ait <sup>13</sup>C NMR spektrumları Çizelge 4.5.2. de verilmiştir.

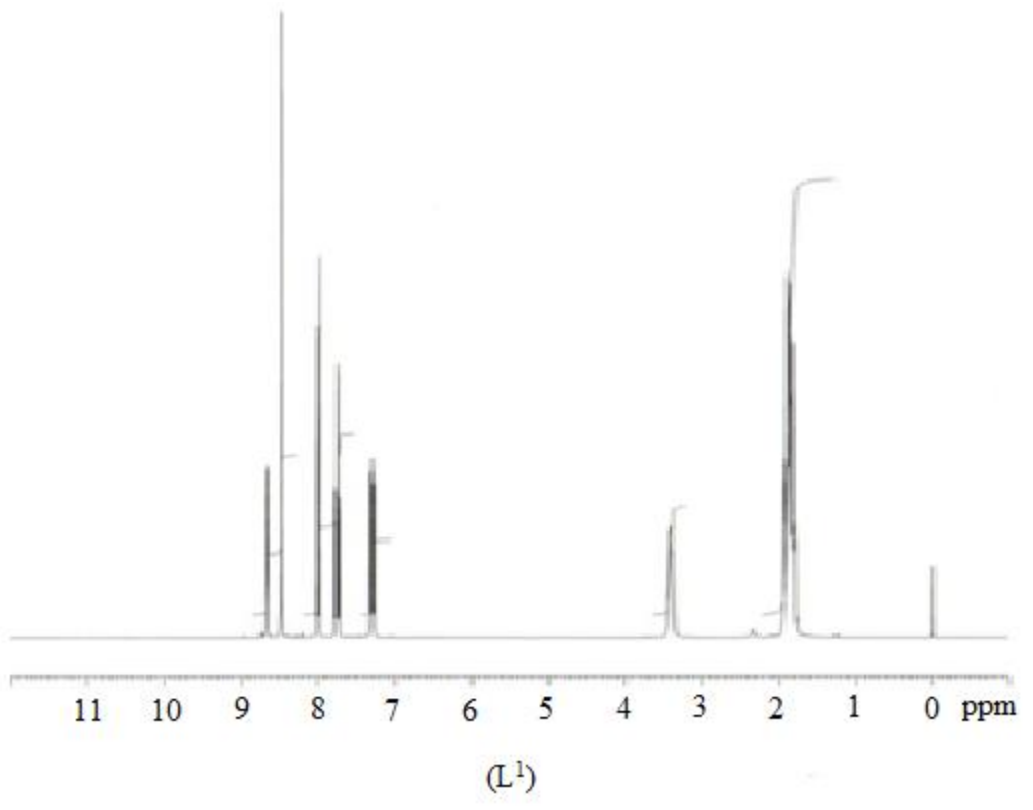
L<sup>1</sup> ve L<sup>2</sup> ligandlarının NMR spektrumları incelendiğinde her iki liganda da organik bir safsızlığın bulunmadığı görülmüştür. Ligandların <sup>1</sup>H NMR spektrumları incelendiğinde 9-10 ppm aralığında gözlenen karbonil grubu proton sinyallerinin –HC=O– gözükmeyip 8-9 ppm aralığında gözlenen azometin grubun ait sinyallerin varlığı Schiff bazı ligandlarının oluştuğunu göstermektedir.

Çizelge 4.5.1.Sentezlenen ligandlara ait <sup>1</sup>H-NMR spektrumları

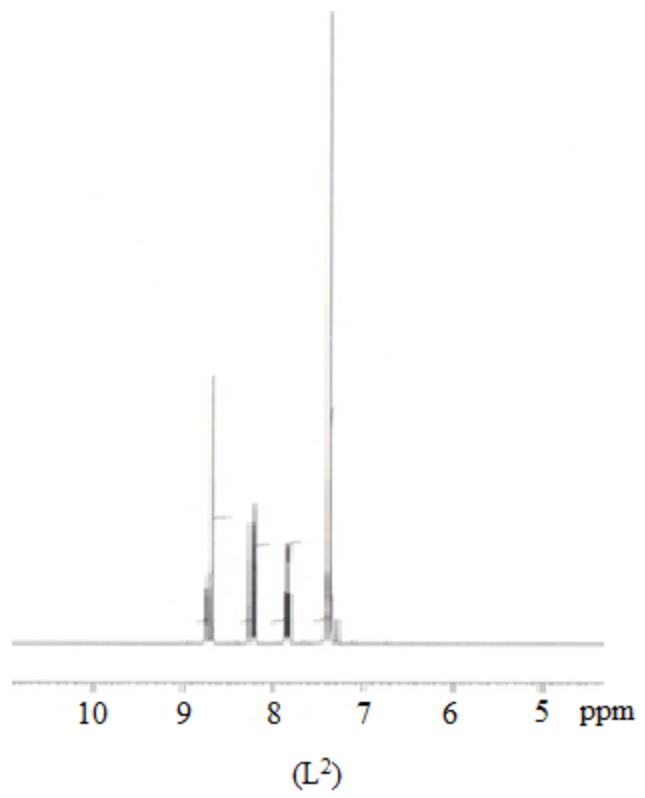
Bileşikler	H-(sikloheksan)	H-(piridin)	CH=N
L <sup>1</sup>	1.87-3.38	8.66-7.99	8.46
L <sup>2</sup>	-	7.39-8.74	8.67

Çizelge 4.5.2. Sentezlenen ligandlara ait <sup>13</sup>C NMR spektrumları

Bileşikler	CH=N	C-(sikloheksan)	C-(piridin)
L <sup>1</sup>	160.2	68.8-32.3	149.5-154.7
L <sup>2</sup>	160.21	-	121.96-159.36



Şekil 4.5.1. L<sup>1</sup> Ligandının <sup>1</sup>H-NMR spektrumu



Şekil 4.5.2. L<sup>2</sup> Ligandının <sup>1</sup>H-NMR spektrumu



#### 4.6 Sentezlenen Bileşiklerin Elektrokimyasal Özelliklerinin İncelenmesi

Ligandların ve metal komplekslerin elektrokimyasal özellikleri, çalışma elektrodu olarak camı karbon elektrot,  $Ag^+/AgCl$  referans elektrot ve platin tel karşıt elektrot kullanılarak incelenmiştir. Elektrolit olarak 0.1M tetrabütülamonyumtetraflorborat tamponu kullanılmıştır. Çözelti içerisindeki uzaklaştırmak için sürekli azot gazı geçirilmiştir. Çözücü olarak  $1 \times 10^{-3}$  (DMF)dimetilformamit kullanılmıştır. Ligandların ve komplekslerin elektrokimyasal özellikleri  $1 \times 10^{-3}$  M konsantrasyonları ve 100-1000 mV/s tarama hızı aralığında yapılmıştır. Dönüşümlü bir olayda elektrot reaksiyonunda transfer durumu pik potansiyeli arasındaki farktan tayin edilebilir.

$$\Delta E_p = \frac{E_{pa} - E_{pc}}{n} = 0.0591$$

Burada  $E_{pa}$ ,  $E_{pc}$  ve  $n$  sırasıyla anodik potansiyel, katodik potansiyel ve transfer olan elektron sayısıdır. Yani bir elektron transfer işleminde  $\Delta E_p$  yaklaşık olarak 0.059 V'u gösterir. Yavaş tarama hızında anodik ve katodik pik potansiyelleri için pik ayrımı 60-70 mV'a yakındır. Bu da transfer olan elektron sayısının 1 olduğunu göstermektedir

Ana bileşiklerin elektrokimyasal özellikleri, yukarıda da bahsedildiği üzere, DMF ( $1.10^{-3}$  M) çözeltisinde 293 K'de ve 0.1 M  $NBu_4BF_4$  (tetrabütülamonyumtetraflorborat) destekleyici elektrolit kullanılarak çekilmiştir. Kaydedilen bütün potansiyeller bir Ferrosen-Ferrosenyum standardına karşı 100, 250, 500, 750 ve 1000  $mVs^{-1}$  scan hızlarında yapılan ölçümlere karşılık gelmektedir. Çizelge 4.6.1'de tüm deneylerin sonuçları verilmiştir.

100  $mVs^{-1}$  hızında  $L^1$  ligandımız -2 V ve 1.5 V aralığında bünyesindeki imin ünitelerinin elektron kaybederek katyon ve dikatyon radikalleri oluşturması, yani iminlerin oksidasyon proseslerine ait olan iki anodik pik (1.18 V ve -0.57 V) vermiştir. Karşı yürütmede ise ligandımız -1.10 V ve 0.89 V olmak üzere bir tane dönüşümsüz bir tane de yarı dönüşümlü katodik pikler vermiştir. -1.10 V ( $E_{pc}$ ) ve 1.18 V ( $E_{pa}$ ) değerlerinde gözlenen dönüşümsüz proseslerin iki elektron içeren transfer mekanizmasına uyduğu söylenebilir. Ligandımız benzer dönüşümsüz prosesleri 250 V[1.22( $E_{pc}$ ), 1.09( $E_{pc}$ )] ve 500 V[-1.37( $E_{pc}$ ), 1.21( $E_{pa}$ )] hızlarında da göstermektedir. Geri kalan bütün scan hızlarında kaydedilen potansiyeller yarıdönüşümlü ya da dönüşümsüz olarak kaydedilmiştir. 100 V ve 250 V hızlarına ait olan  $L^1$  ligandının elektrokimyasal grafikleri Şekil 4.6.1.'de

verilmiştir.  $250 \text{ mVs}^{-1}[0.85(E_{pc}), 1.15(E_{pa})]$  ve  $500 \text{ mVs}^{-1}[0.83(E_{pc}), 1.18(E_{pa})]$  hızlarında  $L^1$  ligandının bakır kompleksi yarı dönüşümlü yükseltgenme-indirgenme prosesleri vermektedir. Bu değerlerdeki katodik ve anodik pik potansiyellerinin oranı ( $I_{pc}:I_{pa}$ ) yaklaşık olarak 0.7 civarında çıkmaktadır. Bu değer de literatürde yarı dönüşümlü prosesler için verilen değerlere yakındır. Aynı kompleks  $100 \text{ mVs}^{-1}$  ve  $750 \text{ mVs}^{-1}$  hızlarında ise hem yarı dönüşümlü hem de dönüşümsüz prosesler sergilemektedir. Aynı ligandın ( $L^1$ ) Nikel kompleksi geri dönüşümsüz tek elektron redoks prosesini  $[\text{Ni(II)} \leftrightarrow \text{Ni(I)}]$   $250 \text{ mVs}^{-1}[-1.01(E_{pc}), 1.12(E_{pa})]$  ve  $750 \text{ mVs}^{-1}[-1.13(E_{pc}), 1.23(E_{pa})]$  yürütme hızlarında vermektedir.  $500 \text{ mVs}^{-1}$  ve  $750 \text{ mVs}^{-1}$  hızlarında ise hem yarı dönüşümlü hem de dönüşümsüz potansiyel değerleri vermektedir.

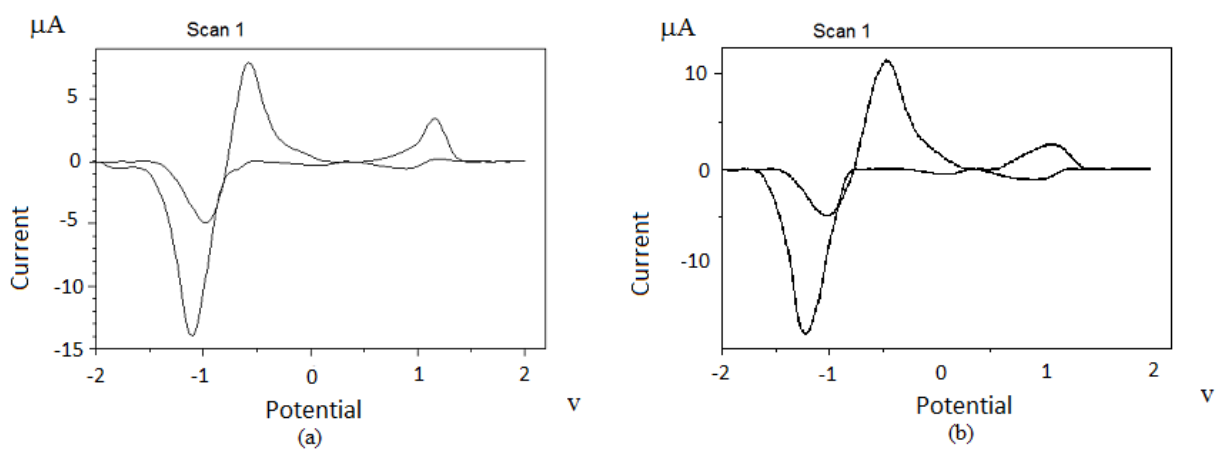
$L^2$  ligandı ve kompleksleri incelendiğinde -2 V ve 2 V aralığında değişik potansiyel değerleri verdiğini görmekteyiz.  $100 \text{ mVs}^{-1}$  (Şekil 4.6.2a) yürütme hızında Schiff bazı ligandımız ileri yürütmede -0.48 V ve 0.87 V olmak üzere iki katodik pik vermektedir. Aynı ligand, geri yürütmede 0.73 V değerinde gösterdiği anodik pik ile geri dönüşümlü bir proses sergilemektedir [ $I_{pc}:I_{pa}(0.87:0.73)=1.1$ ]. -0.48 V, -0.63 V, -1.38 V pikleri ise  $L^2$  ligandı için geridönüşümsüz indirgenme ve yükseltgenme prosesleri vermektedir.  $250 \text{ mVs}^{-1}$  [ $1.02(E_{pc}), 0.71(E_{pa})$ ] (Şekil 4.6.2b) ve  $500 \text{ mVs}^{-1}[1.15(E_{pc}), 0.69(E_{pa})]$  tarama hızlarında  $L^2$  ligandımızın geri dönüşümsüz redoks proseslerini gösterdiği görülmektedir. Bu tarama hızlarında kaydedilen diğer pikler de geri dönüşümsüz oksidasyon ve indirgenme proseslerine aittirler. Bu liganda ait olan koordinasyon bileşikleri tüm scan hızları için geri dönüşümsüz prosesler göstermiştir.

Tüm kompleks bileşiklerin geri dönüşümsüz ve yarı dönüşümlü redoks prosesleri bir elektronlu  $M(\text{II})$  veya  $M(\text{I})$  oluşumları olarak tanımlanabilir. Ligandlara ait redoks prosesleri Şekil 4.6.3.'deki gibi gösterilebilir.

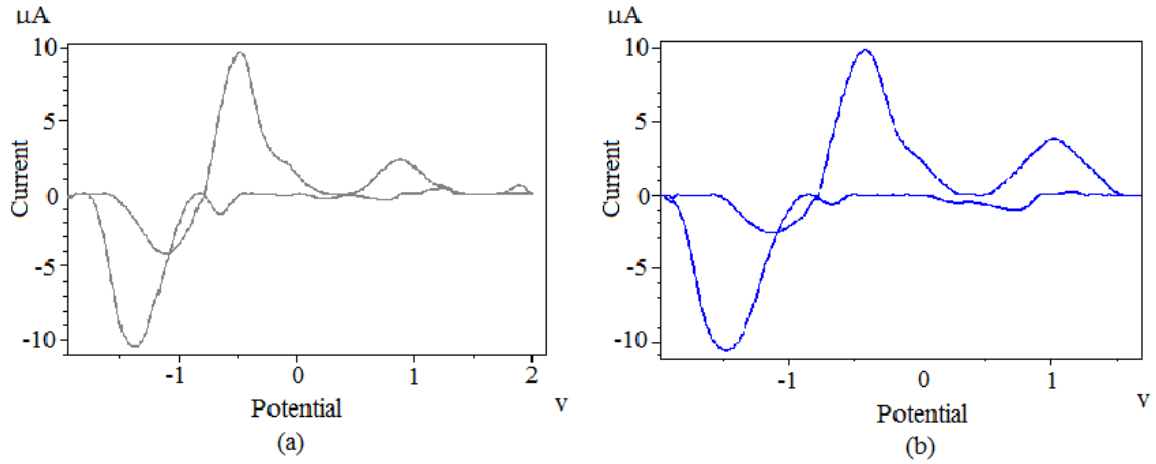
Çizelge 4.6.1 Sentezlenen ligandların ve komplekslerinin elektrokimyasal verileri

Bileşikler	Taramaoranı (mV/s)	$E_{pc}(E_{pa})$ ( V)	$E_{1/2}$ (V)	$\Delta E_p$ (V)
<b>L<sup>1</sup></b>	100	-1.10, 0.89(1.18, -0.57)	-	0.29
	250	-1.22, 0.92(1.09, -0.45)	-	0.17
	500	-1.37, 0.83(1.21, -0.35)	-	0.38
	750	-1.49, 0.85(1.27, -0.27)	-	0.42
	1000	-1.54, 0.76(1.23, -0.24)	-	0.47
<b>Cu<sub>2</sub>L<sup>1</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub></b>	100	-0.98, 0.95(1.12)	-	0.17
	250	-1.10, -0.22, 0.85(1.15, 0.01)	-	0.23
	500	-1.33, 0.83(1.18, 0.08)	-	0.39
	750	-1.41, -0.40, 0.83(1.25, 0.14)	-	0.42
	1000	-1.55, -0.47(0.82, 1.24)	-	0.42
<b>Ni<sub>2</sub>L<sup>1</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub></b>	100	-0.99(1.10, -0.58)	-	0.41
	250	-1.01, 0.82(1.12, -0.61)	-	0.30
	500	-1.03, 0.83(1.18, -0.62 )	-	0.35
	750	-1.31, 0.75(1.14, -0.55)	-	0.48
	1000	-1.49, -0.13, 0.78(1.29, -0.50)	-	0.51
<b>Co<sub>2</sub>L<sup>1</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub></b>	100	-0.94,0.08, 0.96(0.92,0.60, 0.57)	-	-0.04
	250	-1.07, 0.97(1.21, -0.57)	-	0,24
	500	-1.16, 0.91(0.97, -0.53)	-	0.06
	750	-1.27, 0.92(1.06, -0.48)	-	0.14
	1000	-1.40, 0.89(1.07, -0.52)	-	0.18
<b>L<sup>2</sup></b>	100	-0.48, 0.87 (0.73, -0.63,-1.38)	-	0.14
	250	-0.44, 1.02 (0.71, -1.49)	-	0.31
	500	-0.34, 1.15 (0.69, -1.60)	-	0.46
	750	-0.30, 1.25 (0.68, -1.61)	-	0.57
	1000	-0.34, 1.22 (0.70, -1.57)	-	0.52
<b>Cu<sub>2</sub>L<sup>2</sup>(H<sub>2</sub>O)</b>	100	-0.68, 1.05 (-1.09)	-	0.43
	250	-0.63, 1.20 (-1.21)	-	0.58
	500	-0.65, 0.96 (-1.20)	-	0.45

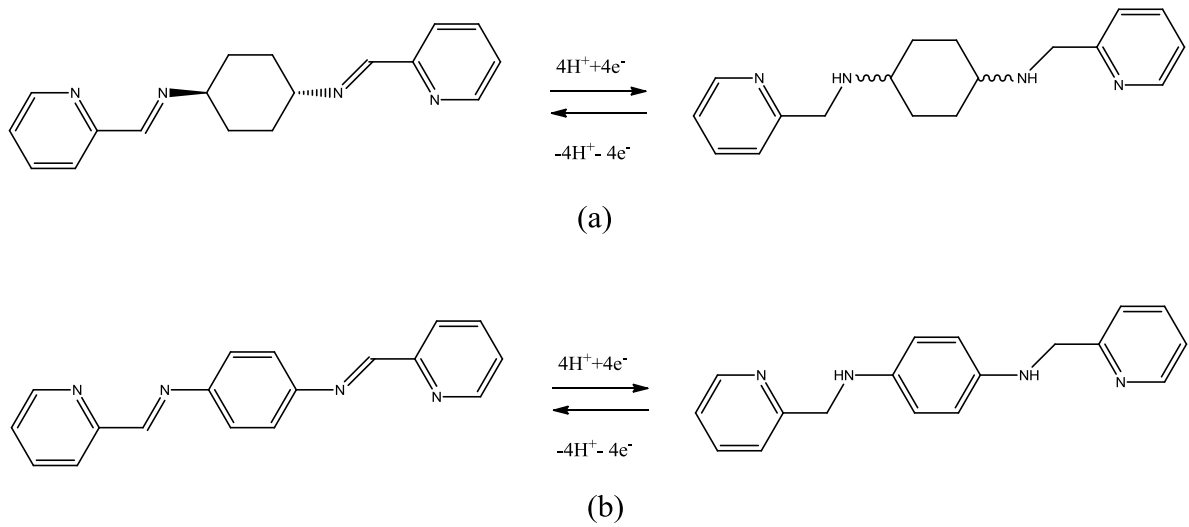
	750	-0.62, 1.41 (0.82, -1.33)	-	0.21
	1000	-0.54, 1.13 (0.80, -1.46)	-	0.33
<b>Ni<sub>2</sub>L<sup>2</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub></b>	100	0.99 (0.57, -1.35)	-	0.42
	250	1.20, -0.51(0.54, -1.62)	-	0.49
	500	-0.47, 1.17 (0.55, -1.72)	-	0.56
	750	-0.48, 1.19 (0.53, -1.75)	-	0.60
	1000	-0.48, 1.27 (0.54, -1.84)	-	0.68
<b>Co<sub>2</sub>L<sup>2</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub></b>	100	1.14 (0.60, -1.53)	-	0.54
	250	-0.38, 1.18 (0.56, -1.66)	-	0.60
	500	-0.39, 1.10 (0.56, -1.76)	-	0.53
	750	-0.24, 1.27 (0.58, -1.80)	-	0.69
	1000	-0.48, 1.10 (0.53, -1.80)	-	0.54



Şekil 4.6.1 L<sup>1</sup> ligandının 100 mVs<sup>-1</sup> (a) and 250 mVs<sup>-1</sup> (b) hızlarındaki elektrokimyasal eğrileri.



Şekil 4.6.2  $L^2$  ligandının  $100 \text{ mVs}^{-1}$  (a) and  $250 \text{ mVs}^{-1}$  (b) hızlarındaki elektrokimyasal eğrileri.



Şekil 4.6.3 Sentezlenen Schiff bazı ligandlarının muhtemel redoks prosesleri.

#### 4.7 Sentezlenen Bileşiklerin Termal Özelliklerinin İncelenmesi

Bütün Termal Analiz  $30 \text{ }^\circ\text{C}$  ve  $988 \text{ }^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında  $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{dakikalık}$  bir ısıtma hızında ve  $\text{N}_2$  atmosferi altında yapılmıştır. Sentezlenen bileşiklerin TG eğrileri incelendiğinde, Bize Termal kararlılıkları ve bozunma davranışları hakkında bilgi sağladı. Ligandların TG eğrileri incelendiğinde  $L^1$  ligandı,  $L^2$  ayrışma sıcaklığına göre yaklaşık  $230 \text{ }^\circ\text{C}$  de başlayan en kararlı liganddır. Ancak hemen hemen bütün kompleksler  $250 \text{ }^\circ\text{C}$  ve  $650 \text{ }^\circ\text{C}$  ayrışma sıcaklık aralığında  $\text{H}_2\text{O}$  kaybı dışında kendi gruplar içerisinde benzer ayrışmalar ortaya koydu. Bu ayrışma sıcaklık aralığında ligandlara göre sıcaklığa karşı

daha fazla direnç gösterdi. Sadece her iki ligandın bakır(II) kompleksi diğer bileşiklere göre daha düşük sıcaklıklarda bozunmaya uğradı.

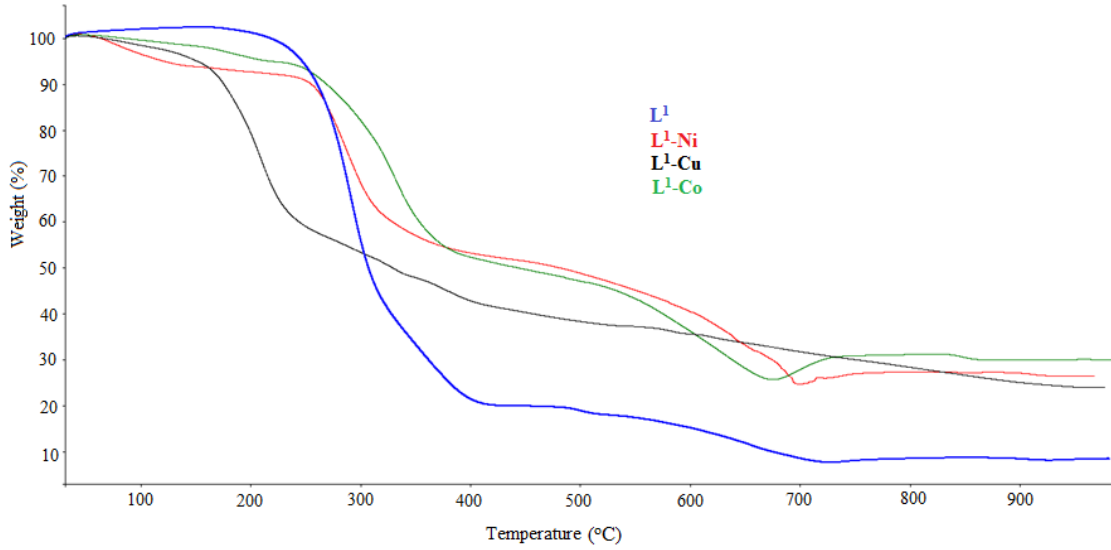
Sentezlenen bileşikler üzerinde yapılan termal çalışmalar ligandların ve komplekslerinin önerilen yapılarını destekler.  $L^1$  ligandının TGA grafiği,  $230^\circ\text{C}$  ve  $430^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında bozunmasında sırasıyla iki birim  $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}$  ve bir birim  $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{N}_2$  kaybindan kaynaklanan 99% toplam kütle kaybı vererek gösterir. Bu ligandın bakır kompleksi çakışık ve çözünmemiş üç adımda ayrışır. Bu ayrışma adımları 73% net kütle kaybı ile  $110^\circ\text{C}$ - $700^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında gerçekleşir. Kalan kısım 16%  $\text{CuO}$  oluşumunu ve 10.8% belirlenemeyen bir kısmını verir.  $\text{Co}_2\text{L}^1(\text{H}_2\text{O})_4$  kompleksinin termogravimetrik çalışmaları üç ayrışma adımında dört su molekülü iki birim  $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}$  ve bir birim  $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{N}_2$  kayıpları ile  $95^\circ\text{C}$ - $650^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında gerçekleşir.  $550^\circ\text{C}$ - $670^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında  $\text{CoO}$  oluşumu kalıntı parça olarak hesaplandı.  $\text{Ni}_2\text{L}^1(\text{H}_2\text{O})_4$  kompleksinin TG grafiği  $\text{Cu(II)}$  ve  $\text{Co(II)}$  komplekslerinin değerleri ile benzer ayrışma yüzdeleri ortaya koymaktadır. Geriye kalan kısım olarak  $\text{NiO}$  oluşumu  $620^\circ\text{C}$ - $700^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında gerçekleşir. Yukarıdaki sonuçlara göre eğer su kayıpları önemsenmediğinde,  $L^1$  ligandının kompleksleri arasında en kararlı bileşik  $260^\circ\text{C}$  sıcaklıkta ayrışması ile Nikel(II) kompleksi en az kararlı Bakır(II) kompleks olduğu gözlemlendi.

$L^2$  ligandının TGA grafiği incelendiğinde  $110^\circ\text{C}$  ve  $400^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında bozunması sırasıyla iki birim  $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}$  ve bir birim  $\text{C}_6\text{H}_4$  kaybindan kaynaklanan 89.28 % toplam net kütle kaybı meydana geldi. Artık parça olarak yüzde 9.78  $\text{N}_2$  ve 0.94 %. Belirsiz bir kısım oluşur.

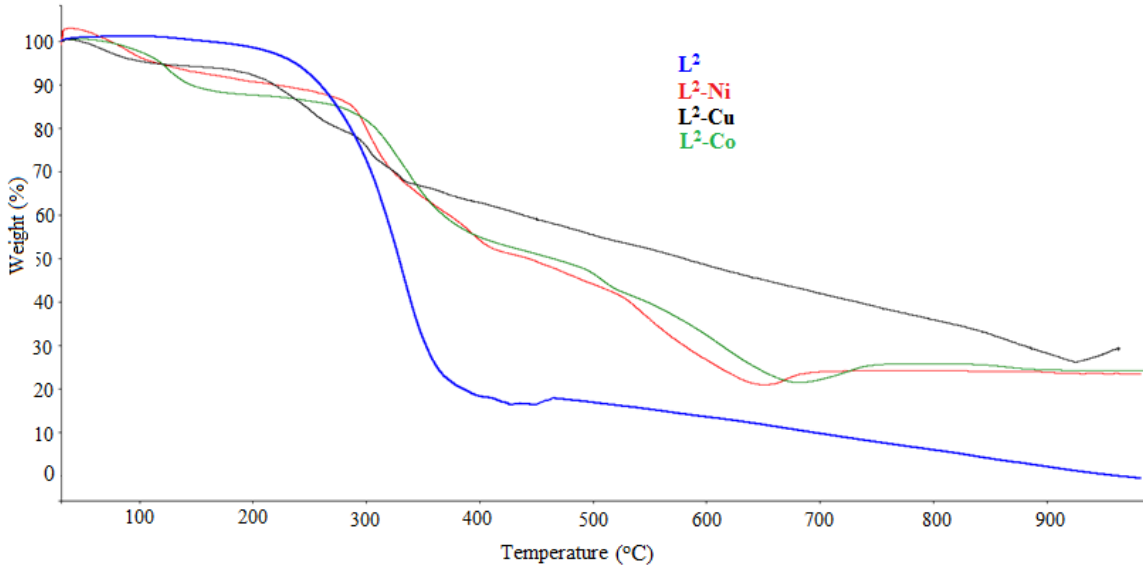
$\text{Co}_2\text{L}^2(\text{H}_2\text{O})_4$  kompleksinin Termogravimetrik analizde sıcaklığa bağlı olarak kütle kaybı incelenmiş dört farklı basamakta  $70^\circ\text{C}$  and  $550^\circ\text{C}$  Sıcaklık aralığında dört birim su molekülü, iki birim  $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}$ , bir birim  $\text{C}_6\text{H}_4$  ve  $\text{N}_2$  den kaynaklanan 75.13 % toplam kütle kaybı gerçekleşmiştir. Ancak bu sıcaklık aralığı için,  $410^\circ\text{C}$  and  $550^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında 21.84 %  $\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_2$  kaybı tek adımda veya ardışık iki adımda meydana gelmiş olabilir.  $410^\circ\text{C}$ - $520^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında 15.9 %  $\text{C}_6\text{H}_4$  ve  $520^\circ\text{C}$ - $550^\circ\text{C}$  Sıcaklık aralığında 5.88 %  $\text{N}_2$  kütle kaybı olmuştur.  $\text{CoO}$  oluşumunu gösteren kütle kaybı  $550^\circ\text{C}$  üzerinde gerçekleşir.

$\text{Cu}_2\text{L}^2(\text{H}_2\text{O})_4$  kompleksinin Termogravimetrik analiz incelemesinde  $50^\circ\text{C}$  ve  $800^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında bozulduğu görülür.  $50^\circ\text{C}$ - $200^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında sadece iki birim 7.41 %  $\text{H}_2\text{O}$  molekülü kütle kaybı gözlenir.  $200^\circ\text{C}$  ve  $800^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında  $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}$  ve  $\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_2$  kayıpları yer alır.  $\text{CuO}$  oluşumuna ait kütle kaybı  $800^\circ\text{C}$  üzerinde gerçekleşir.

$Ni_2L^2(H_2O)_4$  kompleksinin TGA grafiđi incelendiđinde 50 °C ve 650 °C sıcaklık aralıđında ardışık üç bozulma basamađından kaynaklanan 75.23% toplam kütle kaybı gerçekteşir. Bu kompleksin metal oksit oluşumuna ait kütle kaybı 600 °C üzerinde meydana gelir.



Şekil 4.7.1.  $L^1$  ve komplekslerinin 10 °C/min ısınma oranında 30 °C ve 988 °C sıcaklık aralıđında nitrojen atmosferi altında TG grafikleri



Şekil 4.7.2.  $L^2$  ve komplekslerinin 10 °C/min ısınma oranında 30 °C ve 988 °C sıcaklık aralıđında nitrojen atmosferi altında TG grafikleri

Çizelge 4.7.1. Ligandlar ile Metal Komplekslerinin Termal Analiz Verileri

Bileşikler	M.W.	T/°C	Kütle kaybı% Bulunan(hesaplanan)		Kalıntı% Bulunan(hesaplanan)
<b>L<sup>1</sup></b>	292.38	30-320	62.00(61.87)	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> N	1(1.01)
		20-430	37.00(37.12)	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> N <sub>2</sub>	
<b>Cu<sub>2</sub>L<sup>1</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub></b>	491.53	110-160	14.2(13.88)	H <sub>2</sub> O	10.80(10.61)
		190-195	37.00(37.23)	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> N	16(16.41)CuO
		203-440	22.00(21.87)	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> N <sub>2</sub>	
<b>Co<sub>2</sub>L<sup>1</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub></b>	482.31	95-210	14.90(13.51)	H <sub>2</sub> O	9.61(10.99)
		250-390	37.15(36.86)	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> N	15.54(16.00)CoO
		395-530	22.8(22.64)	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> N <sub>2</sub>	
<b>Ni<sub>2</sub>L<sup>1</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub></b>	323.21	80-210	14.94(14.66)	H <sub>2</sub> O	9.65(9.69)
		260-360	37.77(37.51)	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> N	15.5(15.65)NiO
		360-620	22.83(22.49)	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> N <sub>2</sub>	
<b>L<sup>2</sup></b>	286.33	110-400	62.72(62.83)	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> N	9.78(10.10)N <sub>2</sub>
			26.50(26.20)	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	0.94(0.87)
<b>Cu<sub>2</sub>L<sup>2</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub></b>	485.48	50-200	7.41(7.87)	H <sub>2</sub> O	16.38(16.72)CuO
		200-800	37.48(37.61)	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> N	16.89(15.01)
			21.84(22.79)	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> N <sub>2</sub>	
<b>Co<sub>2</sub>L<sup>2</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub></b>	476.26	0-190	15.12(15.24)	H <sub>2</sub> O	15.75(15.81)CoO
		85-410	38.23(38.45)	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> N	9.12(8.88)
		410-520	15.9(15.86)	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	
		520-550	5.88(5.76)	N <sub>2</sub>	
<b>Ni<sub>2</sub>L<sup>2</sup>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub></b>	475.78	50-250	15.13(15.34)	H <sub>2</sub> O	15.69(15.46)NiO
		290-450	38.25(38.51)	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> N	
		450-650	21.85(21.74)	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> N <sub>2</sub>	



## 5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, öncelikle L<sup>1</sup> ve L<sup>2</sup> Schiff bazı ligandları sentezlenmiştir. Elde edilen Schiff baz ligandlarının Cu(II), Co(II), Ni(II) kompleksleri sentezlenmiştir. Sentezlenen bu ligand ve komplekslerin yapıları, kütle spektrum değerleri (MS), elementel analiz, elektronik absorpsiyon (Uv) spektroskopik verileri, magnetik süsseptibilite değerleri, erime noktası tayin verileri, cyclic voltametri ile elektrokimyasal davranış verileri ve ayrıca infrared spektroskopisi ile yapılan deneysel ve teorik hesaplama verileri ile aydınlatılmaya çalışılmıştır. Elde edilen sonuçlar önerilen yapıları desteklemektedir.

Schiff Bazlarının fiziksel özellikleri incelendiğinde erime aralığı 167.3 – 178.2 °C arasında iken komplekslerinki 165.5 – 181.5 °C' tür. Schiff Bazlarının renklerine bakıldığında çeşitlilik görülmektedir.

Schiff Bazlarının NMR spektrumları incelendiğinde her iki liganda da organik bir safsızlığın bulunmadığı görülmüştür. Ligandların <sup>1</sup>H NMR spektrumları incelendiğinde 9-10 ppm aralığında gözlenen karbonil grubu proton sinyallerinin –HC=O– gözükmeyip 8-9 ppm aralığında gözlenen azometin grubun ait sinyallerin varlığı Schiff bazı ligandlarının oluştuğunu göstermektedir.

Ligandlar ve bunların metal komplekslerinin UV spektrumları etanol içinde 200-700 nm aralığından incelenmiştir. L<sup>1</sup> ligandın metal komplekslerinde 610 ve 575 nm de gözlenen absorpsiyon bandları d-d geçişlerine yorumlanmıştır. Yine bu komplekslerde 397-367 nm aralığında gözlenen bandlar yük transfer bandlarına atfedilmiştir. Sentezlenen ligandların ve komplekslerinin n-π\* ve π-π\* geçişleri 202-356 nm aralığında gözlenmiştir. L<sup>2</sup> ligandın metal komplekslerine ait d-d geçişleri 500 nm'nin üzerinde gözlenmiştir. Yine bu komplekslerde 395 nm civarında gözlenen absorpsiyon bandları yük transfer geçişlerine yorumlanmıştır.

Schiff bazı ligandlarının IR spektrumları incelendiğinde imine (C=N) bağına ait titreşim bandları sırası ile 1638 ve 1618 cm<sup>-1</sup> de gözlenmiştir. Ligandların IR spektrumlarında başlangıç aldehitlerinden gelen ve 1700 cm<sup>-1</sup> civarında gözlenen karbonil C=O titreşimlerin tamamen kaybolup ve yerine imine bağı (C=N) titreşimlerinin gözlenmesi ligandların oluştuğunu göstermektedir. Komplekslerin IR spektrumları ile ligandların IR spektrumları karşılaştırıldığında, pik değerlerinde kaymaların olduğu görülebilir. Bu durum kompleks reaksiyonunun gerçekleştiğini göstermektedir.

Komplekslerin yapılarında su varlığı elementel analiz ve termal analiz yöntemleri ile desteklenmiştir.

## KAYNAKLAR

- Allan, J. R. ve McCloy, B. 1992. *Thermochim Acta*, 211, 85-91.
- Birbiçer, N., 1998. Doktora Tezi, Ç.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, şubat, Adana, s.13.
- Burger, K., 1973, *Organic Reagents in Metal Analysis*. Pergamon Press, New York.
- Busch, D. H. 1967. *Helv. Chim. Acta*, 171.
- Costmanga, J.J., Vargas, A., Latorre ve G., Mena, 1992 *Coordination Chemistry Reviews*. 119, 67-88
- Cozzi, P.G. (2004), *Metal-Salen Schiff base complexes in catalysis: practical Aspects*, *Chem. Soc. Rev.* 33, 410-421.
- Coles, S.J., Hursthouse, M.B., Kelly, D.G., Toner, A.J., 2000. Titanium (IV) Complexes of the Crystallographically Characterised Fluorene-Schiff Base *N*-2-FLUORENCYL (salicylideneimine) and Related bi- and tetradentate Ligand. *Polyhedron*, 19: 177-183
- El-sonbati, A.Z., El-bindary, A. A. ve Shoair, A. F. 2002 *Spectrochimica Acta Part A*, 58, 3003-3009
- Greenwood, N.N. ve Earnshaw, A., *Chemistry of The Elements*, Pergamon Pres, Elmford, N.Y., 1077 p.
- Grama, A., Flores-lopez, L.Z., Aguirre, G., Parra-hake, M., Somanathan, R. ve Walsh, P. J. 2002. *Tetrahedron: Asymmetry*, 13, 149- 154
- Jiang J., Chu, Z.; Huang, W., (2009), One trinuclear copper(II) complex derived from a new Schiff base ligand based on the dianion of 4-chloro-6-(hydroxymethyl)-2-((3-aminopropylimino)methyl)-phenol: Synthesis, structure, spectroscopic and magnetic properties, *Inorganica Chimica Acta* 362: 2933-2936.
- Köksal, H., 1996, Geçiş metalllerinin naftilsalisilaldiminlerle kompleks bileşiklerinin sentezi, yapı ve spektral özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, K.S.Ü., Fen Bil. Enst., K.Maraş, 86 s.
- Kwiatkowski, M.; Kwiatkowski, E.; Olechnowicz, A., (1990), Mono- and Di-nuclear Nickel(ii) Complexes with Schiff Bases derived from 4-Substituted 2,6-Diformylphenol and 7-Amino-4-methyl-5-azahept-3-en-2-one; Crystal and Molecular Structure of [4-Chloro-2,6-bis(4-methyl-2-oxo-5,8-diazona-3,8-dienyl)phenolate(3-)]dinickel(II) Bromide Hemihydrate, *J. Chem.Soc., Dalton Trans.*, Issue 1, pp. xix-xxii.
- Lal de, R., Samanta, K., Maiti, K., Keller, E., 2000. Metal Specific Variable Binding Modes in Schiff Base Complexes- Facile Synthesis and Crystal Structure of

- Anionic bis- N-(2-oxyethyl-5-bromosalicylal-diminato) Cobalt(III). Tetrahedron, asimetri 8: 3740-3742
- Miessler, G. L. Vatter, D.A., 2002, İnorganik Kimya, Çev. ED. Nurcan Karacan ve Perihan Güngör, Palme Yayıncılık, Adana
- Masami Yonemura, KEISUKE Arimura, KOJI Inoue, NAOKI Usuki, MASAOKI Ohba, ve HISASHI Okawa,; Coordination-Position isomeric  $M^{II} Cu^{II}$  and  $Cu^{II} M^{II}$  (M=Co, Ni, Zn) complexes derived from macrocyclic compartmental ligands
- Oskay, E. 1975. Organik Kimya. Hacettepe Üniv. Yayınları, Ankara. 420s.
- P. Amuda, P. Akalin, M. Kandaswamy, Synthesis, spectral, elektrochemical and magnetik properties of new phenoxo-bridge dicopper(II) complexes derived from unsymmetrical binucleating ligands with imino and amino side arms.
- Pessoa, J.C., Cavaco, I., Correa, I., Costa, D., Henriques, R.T., Gillard, R.D., 2000. Preparation and Characterisation of New Oxovanadium (IV) Schiff base Complexes Derived from Salicylaldehyde and simple Dipeptides. Inorganica Chimica Acta, 305: 7-13
- Peker, E., Serin, S., 2004, Synt. And React. İn İnorg. and Met.-Org. Chem. 34 (5) 859-872.
- Serin, S., 1980, 1,3-difenil-2-to-,5-bis(hidroksimino)-1,2,4,5-tetrahidroimidazol eldesi, geometrik izomerleri ve geçiş metalleri ile kompleks formasyonları, Doktora tezi, K.T.Ü. Fen Bil. Enst., Trabzon.
- Scovill, J. P., Klayman, D., Ve Franchino, F. 1982 J. Med. Chem. 25,1261
- Serin, S., Tunçel, M., 2003, Synt. And React. İn İnorg. and Met.-Org. Chem. 33, No. 6, 985-998.
- Şener, K., Bazı Tridentat Schiff Bazları ve Geçiş Metal Şelat Komplekslerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Anti Mikrobiyal Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, KSÜ Fen Edebiyat Fakültesi, Ocak1999 .
- Tarafder, B. T. ve Miah, P.B. 1986. Revue Roumaine de Chimie, 31, 5, 529 532.
- Tümer, M., Köksal, H. ve Serin, S., 1996, Synthesis, characterization and thermal studies of mononuclear and binuclear complexes of copper(II) with Schiff bases derived from 1-phenyl-2,3-dimethyl- 4-Amino-5-pyrazolone, Synth. React. İnorg. Met.-Org. Chem., 26, 1589-1598.
- Tümer, M., Köksal, H. ve Serin, S., 1996, Synthesis, characterization and thermal studies of mononuclear and binuclear complexes of copper(II) with Schiff bases derived

from 1-phenyl-2,3-dimethyl- 4-Amino-5-pyrazolone, Synth. React. Inorg. Met.-  
Org. Chem., 26, 1589-1598.

Tong, J., Zhang, Y., Li, Z., Xia , C., 2006, Journal of Molecular Catalysis A: Chemical  
249, 47-52.

Yazici, A. ve Karabağ, E.T., 1988, Aminoasitlerden Türeyen Schiff Bazlarının Metal  
Komplekslerinin araştırılması. İstanbul Üniversitesi Mühendislik Fakültesi  
Bitirme Projesi.

Wasiak, W. ve Urbaniak, W. 1997. , Journal of Chromotography A,757, 137- 143.

West D. X. ve Ark., Transition Met. Chem.,1989

Zishen, W., Huixia, W., Zhenhuan, Y. ve Changai, H.1987.XXV International Conference  
on Coordination Chemistry.Book of Abstracts, p.663

## ÖZGEÇMİŞ

### Kişisel Bilgiler

Adı, soyadı : Seyhan AKAR  
Uyruğu : T.C.  
Doğum tarihi ve yeri : 22.03.1984, Kozan  
Medeni hali : Evli  
Telefon : 0 (507) 430 38 40  
e-posta : seyhan.akar@hotmail.com

### Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Yüksek lisans	KSÜ /Kimya Bölümü	2015
Lisans	KSÜ/ Kimya Bölümü	2008
Lise	Kozan Lisesi	2001

### İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2011-2015	Diyarbakır İl Emniyet Müdürlüğü	Polis Memuru

### Yabancı Dil

İngilizce

### Yayınlar

1. G. Ceyhan, M. Tumer, M. Köse, V. McKee, S. Akar, Structural characterization, luminescence and electrochemical properties of the Schiff base ligands, *Journal of Luminescence*, 2012, **132**, 2917-2928.
2. S. Bal, S.S. Bal, A. Erener, H.N. Halipci, S. Akar, Synthesis, thermal stability, electronic features, and antimicrobial activity of phenolic azo dyes and their Ni(II) and Cu(II) complexes, *Chemical Papers*, 2014, **68**, 352–361.

### Hobiler

Kimya bilimleri, Basketbol, Yüzme, Futbol, Masa tenisi, Kitap okuma.