

HAZİRAN 2015

DOKTORA - KİMYA BÖLÜMÜ

MEHMET EMİN HACIYUSUFOĞLU

GAZİANTEP ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YENİ TRİDENTAT SÜBSTİTÜE PİRİMİDİN SCHIFF
BAZLARI VE METAL KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ,
SPEKTROSKOPİK KARAKTERİZASYONU, TERMAL,
ANTİMİKROBİYAL VE ELEKTROKİMYASAL
İNCELENMESİ

KİMYA BÖLÜMÜ
DOKTORA TEZİ

MEHMET EMİN HACIYUSUFOĞLU
HAZİRAN 2015

Yeni Tridentat Süstitüe Pirimidin Schiff Bazları ve Metal Komplekslerinin Sentezi, Spektroskopik Karakterizasyonu, Termal, Antimikrobiyal ve Elektrokimyasal İncelenmesi

Gaziantep Üniversitesi

Kimya Bölümü

Doktora Tezi

Danışman

Prof.Dr. Mehmet SÖNMEZ

Mehmet Emin HACIYUSUFOĞLU

Haziran 2015

© 2015 [Mehmet Emin HACIYUSUFOĞLU]

T.C.
GAZIANTEP ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLER ENSTİTÜSÜ
KİMYA BÖLÜMÜ

Tezin Adı: Yeni Tridentat Sübstitüe Pirimidin Schiff Bazları ve Metal Komplekslerinin Sentezi, Spektroskopik Karakterizasyonu, Termal, Antimikrobiyal ve Elektrokimyasal İncelenmesi

Öğrencinin, Adı Soyadı: Mehmet Emin HACIYUSFOĞLU


Tez Savunma Tarihi: 16.06.2015

Fen Bilimleri Enstitüsü onayı


Prof. Dr. Metin BEDİR

FBE Müdürü

Bu tezin Doktora tezi olarak gerekli şartları sağladığını onaylarım.


Prof. Dr. Mehmet SÖNMEZ
Enstitü ABD Başkanı

Bu tez tarafımda okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.


Prof. Dr. Mehmet SÖNMEZ
Tez Danışmanı

Bu tez tarafımızca okunmuş, kapsam ve niteliği açısından bir Doktora tezi olarak oy birliği ile kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Prof. Dr. Mehmet SÖNMEZ

Prof. Dr. Metin BEDİR

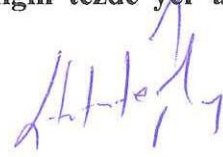
Prof. Dr. Emine Elçin EMRE

Doç. Dr. Abdulkadir LEVENT

Doç. Dr. Benan KILBAŞ

İmzası


İlgili tezin akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek ilgili tezde yer aldığını beyan ederim.



Mehmet Emin HACIYUSUFOĞLU



ÖZET

YENİ TRİDENTAT SÜBSTİTÜE PİRİMİDİN SCHİFF BAZLARI VE METAL KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ, SPEKTROSKOPİK KARAKTERİZASYONU, TERMAL, ANTİMİKROBİYAL VE ELEKTROKİMYASAL İNCELENMESİ

HACIYUSUFOĞLU, Mehmet Emin

Doktora Tezi, Kimya Bölümü

Tez Yöneticisi: Prof. Dr. Mehmet SÖNMEZ

Haziran 2015

208+xxiii sayfa

Bu çalışmada, 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on bileşiği ile 2-hidroksibenzaldehit, 2-hidroksi-5-metoksibenzaldehit, 2-hidroksi-1-naftaldehit, 2-hidroksi-3-metoksibenzaldehit (*o*-vanilin) bileşiklerinin ayrı ayrı kondenzasyonundan sırasıyla PAS (L₁H), PASM (L₂H), PAN (L₃H), ve PAV (L₄H) olan yeni üç dişli Schiff bazı ligandları sentezlenmiştir. Elde edilen bu ligandlar ile Co(II), Ni(II), Cu(II), Pd(II) asetat tuzları kullanılarak oktahedral ve karedüzlem yapısında mononükleer kompleksler sentezlenmiştir. Sentezlenen bileşiklerin yapıları FT-IR, ¹H ve ¹³C NMR, UV-Vis, LC-MS/MS gibi spektroskopik ve TGA/DTA gibi termal yöntemlerle belirlenmiştir. Spektral tekniklerin yanısıra elementel analiz, manyetik duyarlılık ve elektrolitik iletkenlik tekniği de kullanılmıştır. Ayrıca bazı ligandların kesin yapıların belirlenmesinde X-ışını tek kristal kırınım yöntemi kullanılmıştır. Sentezlenen bütün bileşiklerin antibakteriyel ve antifungal aktiviteleri mikrodilüsyon metoduyla ve elektrokimyasal özellikleri ise dönüşümlü voltametri (CV) metoduyla incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Schiff bazı, metal kompleks, dönüşümlü voltametre, antimikrobiyal aktivite.

ABSTRACT

SYNTHESIS, SPECTROSCOPIC CHARACTERIZATION, THERMAL, ANTIMICROBIAL AND ELECTROCHEMICAL INVESTIGATION OF NEW TRIDENTATE SUBSTITUTED PYRIMIDINE SCHIFF BASES AND THEIR METAL COMPLEXES

HACIYUSUFOĞLU, Mehmet Emin

Ph.D. in Chemistry

Supervisor: Prof. Dr. Mehmet SÖNMEZ

June 2015

208+xxiii page

In this study, the condensation of the compound 1-amino-5-(4-methoxybenzoyl)-4-(4-methoxyphenyl)pyrimidin-2(1*H*)-one with one of the compounds 2-hydroxybenzaldehyde, 2-hydroxy-5-methoxybenzaldehyde, 2-hydroxy-1-naphthaldehyde, 2-hydroxy-3-methoxy benzaldehyde (*o*-vanillin) separately, new tridentate Schiff base ligands (PAS(L₁H), PASM(L₂H) PAN(L₃H) and PAV(L₄H) were synthesized. Tridentate square planar and octahedral structural mononuclear complexes have been synthesized by the reaction of acetate salts of Co(II), Ni(II), Cu(II), Pd(II) with obtained ligands. The structures of synthesized compounds were determined using spectroscopic techniques such as FT-IR, ¹H and ¹³C NMR, UV-Vis, LC-MS/MS and by thermal method such as TGA/DTA. In addition to spectroscopy techniques elemental analysis, magnetic susceptibility and electrolytic conductivity were used. Antibacterial and antifungal activities of all compounds have been investigated 'with the method of micro dilution'. Also electrochemical properties of all synthesized compounds have been investigated 'with cyclic voltammetry (CV)'.

Key Words: Schiff base, metal complex, cyclic voltammetry, antimicrobial activity.

*Rahmetle andığım Babam'a ve Amcam'a,
Duygularımı dahi ifade edemediğim Annem'e ve Ablam'a,
ve Ailem'e...*

TEŞEKKÜR

Bu çalışma süresince tüm bilgilerini benimle paylaşmaktan kaçınmayan, her türlü konuda desteğini benden esirgemeyen ve tezimde büyük emeği olan, aynı zamanda kişilik olarak bana çok şey katan ve zor durumumda hayatıma yön veren Gaziantep Üniversitesi öğretim üyelerinden danışman hocam, sayın Prof. Dr. Mehmet SÖNMEZ'e sonsuz minnet ve teşekkürlerimi sunarım.

Dönüşümlü voltametri (CV) ölçümlerin alınmasında, ayrıca tüm akademik çalışmalarında yardımcı olan ve her türlü konuda desteğini esirgemeyen Batman Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Öğretim üyesi değerli hocam Doç. Dr. Abdulkadir LEVENT'e çok teşekkür ederim.

Doktora süresince birçok konuda yardımlarını esirgemeyen değerli bölüm hocalarım Prof. Dr. Emine Elçin EMRE, Doç. Dr. Ayşegül İYİDOĞAN, Doç. Dr. Gülay ZENGİN, Doç. Dr. Hüseyin ZENGİN, Yrd. Doç. Dr. Hidayet MAZI, Yrd. Doç. Dr. Tuğba TAŞKIN TOK'a çok teşekkür ederim.

Düzce Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Organik Kimya araştırma laboratuvarının tüm imkanlarını sağlayan ve yardımlarını esirgemeyen Öğretim üyesi değerli hocam Doç. Dr. Benan KILBAŞ'a ve antimikrobiyal analizlerin alınmasındaki yardımlarından dolayı Düzce Üniversitesi Tıp Fakültesi Temel Tıp Bilimleri Bölümü Öğretim üyesi Yrd. Doç. Dr. Görkem DÜLGER'e çok teşekkür ederim.

X-Işını tek kristal kırınım yöntemi ile yapıların aydınlatılmasında katkılarından dolayı Harran Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim üyesi sayın Doç. Dr. Şerife Pınar YALÇIN'a çok teşekkür ederim.

Ölçüm ve analiz çalışmalarında yardımlarını esirgemeyen bölümümüz araştırma görevlilerinden sayın Arş. Gör. Hatice Gamze SOĞUKÖMEROĞULLARI, Arş. Gör. Nurcan KARAMAN ve Arş. Gör. Dr. Dilek BÜYÜKBEŞE'ye teşekkür ederim.

Her türlü desteğini ve yardımını esirgemeyen çalışma arkadaşım Eyüp BAŞARAN'a sonsuz teşekkür ederim.

Deneysel çalışmalarında bana yardımcı olan ve her türlü desteklerini esirgemeyen laboratuvar arkadaşlarım Ahmet Oral SARIOĞLU, Yrd. Doç. Dr. Yusuf YILMAZ ve Ali ÇAPAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Beni hep destekleyen ve maddi, manevi fedakarlıkta dur demeyen tüm aileme ve hayatımda yeni başlangıçların sebebi olan sevgili eşim Ayfer HACIYUSUFOĞLU'na sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER LİSTESİ

	Sayfa
ÖZET	v
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER LİSTESİ	x
ŞEKİLLER LİSTESİ	xiv
TABLolar LİSTESİ	xxi
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ	xxii
BÖLÜM 1	1
GİRİŞ	1
BÖLÜM 2	3
KAYNAK ÖZETLERİ	3
2.1. Schiff Bazları.....	3
2.1.1. Schiff Bazları Hakkında Genel Bilgiler	3
2.1.2. Schiff Bazlarının Önemi.....	4
2.1.3. Schiff Bazların Sınıflandırılması	4
2.1.4. Schiff Bazların Sentezi ve Oluşum Mekanizması	6
2.1.5. Schiff Bazların Özellikleri.....	8
2.1.5.1. Schiff Bazlarının Biyolojik, Farmakolojik Aktiviteleri ve Özellikleri	8
2.1.5.2. Schiff Bazı ve Komplekslerin Elektrokimyasal Çalışmaları	13
2.1.5.3. Schiff Bazlarının Polimerizasyon Özellikleri	15

2.1.5.4. Schiff Bazlarının Fotokimyasal Özellikleri	17
2.1.5.5. Schiff Bazlarının Katalitik Özellikleri	19
2.1.5.6. Schiff Bazlarının Termal Davranışları.....	20
2.1.5.7. Schiff Bazların Tautomerleşme Özelliği ve Hidrojen Bağları	22
2.1.5.8. Schiff Bazlarına pH Etkisi	25
2.1.6. Schiff Bazı Metal Kompleksleri	25
2.1.7. Elektrokimyasal Çalışmalar Hakkında Genel Bilgiler	26
2.1.7.1. Dönüşümlü Voltametri (CV).....	28
2.1.8. Pirimidin Türevleri Hakkında Genel Bilgiler	29
BÖLÜM 3.....	36
MATERYAL VE METOTLAR	36
3.1. MATERYAL.....	36
3.1.1. Deneylerde Kullanılan Kimyasal Maddeler	36
3.1.2. Deneylerde Kullanılan Araç ve Cihazlar.....	37
3.2. METOTLAR.....	38
3.2.1. Schiff Baz Liganlarının Sentezi.....	39
3.2.1.1. [1-(2-hidroksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil) pirimidin-2(1 <i>H</i>)-on]; (PAS) Sentezi (L ₁ H)	39
3.2.1.2. [1-(2-hidroksi-5-metoksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil) pirimidin-2(1 <i>H</i>)-on]; (PASM) Sentezi (L ₂ H).....	40
3.2.1.3. [1-((2-hidroksinaftalin-1-il)metilenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1 <i>H</i>)-on]; (PAN) Sentezi (L ₃ H)	40
3.2.1.4. [1-(2-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil) pirimidin-2(1 <i>H</i>)-on]; (PAV) Sentezi (L ₄ H)	41
3.2.2. Schiff Baz Ligandların Metal Komplekslerinin Sentezi	42
3.2.2.1 PAS Ligandının (L ₁ H) Metal Kompleksleri	42
3.2.2.1.1. [Co(L ₁) ₂] Kompleksinin Sentezi	42
3.2.2.1.2. [Ni(L ₁) ₂] Kompleksinin Sentezi.....	43

3.2.2.1.3. [Cu(L ₁) ₂] Kompleksinin Sentezi	43
3.2.2.1.4. [Pd (L ₁) ₂]·2H ₂ O Kompleksinin Sentezi	44
3.2.2.2 PASM Ligand (L ₂ H) Kompleksleri	45
3.2.2.2.1. [Co(L ₂) ₂] Kompleksinin Sentezi	45
3.2.2.2.2. [Ni(L ₂) ₂]·H ₂ O Kompleksinin Sentezi	46
3.2.2.2.3. [Cu(L ₂) ₂] Kompleksinin Sentezi	47
3.2.2.2.4. [Pd(L ₂) ₂]·2H ₂ O Kompleksinin Sentezi	47
3.2.2.3. PAN Ligand (L ₃ H) Kompleksleri	48
3.2.2.3.1. [Co(L ₃) ₂]·2H ₂ O Kompleksinin Sentezi	48
3.2.2.3.2. [Ni(L ₃) ₂]·2H ₂ O Kompleksinin Sentezi	49
3.2.2.3.3. [Cu(L ₃) ₂]·4H ₂ O Kompleksinin Sentezi	50
3.2.2.3.4. [Pd(L ₃) ₂]·2H ₂ O Kompleksinin Sentezi	51
3.2.2.4. PAV Ligand (L ₄ H) Kompleksleri	52
3.2.2.4.1. [Co(L ₄) ₂]·4H ₂ O Kompleksinin Sentezi	52
3.2.2.4.2. [Ni(L ₄) ₂]·H ₂ O Kompleksinin Sentezi	53
3.2.2.4.3. [Cu(L ₄) ₂]·2H ₂ O Kompleksinin Sentezi	54
3.2.2.4.4. [Pd(L ₄) ₂]·5H ₂ O Kompleksinin Sentezi	54
3.2.3. Biyolojik Çalışmalar	55
3.2.3.1. Mikroorganizma Kültürlerinin Hazırlanması	55
3.2.3.2. Disk Difüzyon Metodu	55
3.2.4. Elektrokimyasal Çalışmalar	56
3.2.4.1. Sentezlenen Bileşiklerin Voltametrik Çalışmaları	56
BÖLÜM 4.....	57
BULGULAR	57
4.1. Sentezlenen Bileşiklerin Spektral ve Diğer Analiz Değerleri	57
4.1.1. PAS (L ₁ H) Ligand ve Komplekslerinin Analiz Verileri	58

4.1.2. PASM (L ₂ H) Ligand ve Komplekslerinin Analiz Verileri.....	84
4.1.3. PAN (L ₃ H) Ligand ve Komplekslerinin Analiz Verileri.....	109
4.1.4. PAV (L ₄ H) Ligand ve Komplekslerinin Analiz Verileri.....	135
BÖLÜM 5.....	162
TARTIŞMA SONUÇ	162
5.1. PAS (L ₁ H) ligandına ve komplekslerine ait değerlendirmeler	163
5.2. PASM (L ₂ H) ligandına ve komplekslerine ait değerlendirmeler	166
5.3. PAN (L ₃ H) ligandına ve komplekslerine ait değerlendirmeler	169
5.4. PAV (L ₄ H) ligandına ve komplekslerine ait değerlendirmeler	171
5.5. Tüm Bileşiklere Ait Kütle Spektrumların ve Fiziksel Özelliklerin Değerlendirilmesi	174
5.6. Tüm Bileşiklerinin Antimikrobiyal Etkileri.....	175
5.7. Tüm Bileşiklerinin Elektrokimyasal Davranışlarına Etkileri.....	175
KAYNAKLAR.....	181
ÖZGEÇMİŞ	206

ŞEKİLLER LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2.1. Schiff Bazlarının Genel Sınıflandırma Şekilleri.....	5
Şekil 2.2. Schiff Bazı Sentezi.....	6
Şekil 2.3. Schiff Bazı Oluşum Mekanizması	7
Şekil 2.4. Piridoksal Fosfat	8
Şekil 2.5. Piridoksal Fosfatın İmine Dönüşmesi	9
Şekil 2.6. Cu(II), Co(II) ve Ni(II) Komplekslerin Önerilen Yapısı.....	9
Şekil 2.7. Pirimidin Halkalı Sübstitüe Okzalamik Asit Yapılı Ligand.....	10
Şekil 2.8. Schiff Bazı Ligandının Kimyasal Yapısı	10
Şekil 2.9. Pirazol Türevli Schiff Baz Ligandı	10
Şekil 2.10. Sefalotin ve Sülfadiazin İçerikli Schiff Bazı	11
Şekil 2.11. Kumarin Schiff Bazı	11
Şekil 2.12. Salen Tipi Schiff Bazı ve Pt Kompleksi.....	12
Şekil 2.13. Aminoasit İçerikli Schiff Baz Kompleksi	12
Şekil 2.14. Azo-Schiff Baz Kompleksi.....	13
Şekil 2.15. Etanamin Schiff Bazı ve Kompleksleri.....	13
Şekil 2.16. Polimerik-Schiff Baz ve Bunların Cr(III) Kompleksleri.....	16
Şekil 2.17. Mn(III) Kompleksi ve Polimer Destekli Kompleksi.....	16
Şekil 2.18. Schiff Bazı ve Ce Kompleks Polimeri	17
Şekil 2.19. Naftalin İçerikli Schiff Bazları	18
Şekil 2.20. Sentetik Schiff Bazları	18
Şekil 2.21. <i>N,N'</i> -Bis(salsiliden)-1,3-diaminopropan-2-ol Schiff Bazı ve Zn Kompleksi	19
Şekil 2.22. Pd(II) Schiff Bazı.....	19
Şekil 2.23. Ru(II) Schiff Baz Kompleksi; N-alkilasyon, Transfer Hidrojenasyon, Aldehit Amit Dönüşümü	20
Şekil 2.24. 5-Benzoil-1-(fenil-metilenamino)-4-fenil-1H-pirimidin-2-tiyo Schiff Bazı Kompleksleri.....	21
Şekil 2.25. Heterosiklik Schiff Bazı Kompleksleri	21

Şekil 2.26. Binükleer Schiff Bazı Kompleksleri	22
Şekil 2.27. <i>N</i> -aminopirimidin Binükleer Schiff Bazı Kompleksleri	22
Şekil 2.28. Keto-Enol Tautomer Denge Hali	22
Şekil 2.29. Enol Halinin Rezonans Kararlılığı.....	23
Şekil 2.30. Ketoenamin (HN) ve Enolimin (OH) Tautomer Formları	23
Şekil 2.31. Salisilaldehit ve Benzoilaseon Türevli Schiff Bazları Ketoenamin ve Enolimin Tautomerik Dengesi.....	24
Şekil 2.32. Benzaldehit ve Naftaldehit Türevli Schiff Bazları Enol-Keto Tautomeri	24
Şekil 2.33. Schiff Bazına Ait Mono-, Bi-, Tri-Nükleer Cu(II) Kompleksleri.....	26
Şekil 2.34. Üçgensel Potansiyel Döngüsü	28
Şekil 2.35. Dönüşümlü Voltametri Akım-Potansiyel Eğrisi.....	28
Şekil 2.36. Pirimidin Türevleri.....	29
Şekil 2.37. Pirimidin Türevli Farklı Bileşikler.....	30
Şekil 2.38. Pirimidin Sentezi (İki Bileşenli Eşleşme)	30
Şekil 2.39. 4-Aminopirimidin Sentezi	31
Şekil 2.40. 4-Pirimidinon Sentezi.....	31
Şekil 2.41. Farklı Türden 4-Pirimidinon Sentezi	31
Şekil 2.42. 2-Pirimidinon Sentezi.....	32
Şekil 2.43. 2-Aminopirimidin Sentezi	32
Şekil 2.44. 2-Pirimidintiyon Sentezi.....	32
Şekil 2.45. 2,6-Diformil-4-metilfenol ile 5-aminourasil Schiff Bazı	33
Şekil 2.46. Bazı Pirimidin Yapılı Schiff Bazları.....	34
Şekil 2.47. 4-Amino-1,3-dimetil-2,6-pirimidindion Schiff Bazları	34
Şekil 3.1. 1-(2-hidroksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4- metoksifenil) pirimidin-2(1 <i>H</i>)-on (PAS) Sentezi	39
Şekil 3.2. 1-(2-hidroksi-5-metoksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)- 4-(4-metoksifenil) pirimidin-2(1 <i>H</i>)-on (PASM) Sentezi	40
Şekil 3.3. 1-((2-hidroksinaftalin-1-il)metilenamino)-5-(4-metoksibenzoil)- 4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1 <i>H</i>)-on (PAN) Sentezi.....	41
Şekil 3.4. 1-(2-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)- 4-(4-metoksifenil) pirimidin-2(1 <i>H</i>)-on (PAV) Sentezi.....	42
Şekil 3.5. [Co(L ₁) ₂] Kompleksinin Muhtemel Yapısı	42
Şekil 3.6. [Ni(L ₁) ₂] Kompleksinin Muhtemel Yapısı.....	43

Şekil 3.7. [Cu(L ₁) ₂] Kompleksinin Muhtemel Yapısı	44
Şekil 3.8. [Pd(L ₁) ₂]·2H ₂ O Kompleksi	45
Şekil 3.9. [Co(L ₂) ₂] Kompleksinin Muhtemel Yapısı	46
Şekil 3.10. [Ni(L ₂) ₂]·H ₂ O Kompleksinin Muhtemel Yapısı.....	46
Şekil 3.11. [Cu(L ₂) ₂] Kompleksinin Muhtemel Yapısı	47
Şekil 3.12. [Pd(L ₂) ₂]·2H ₂ O Kompleksinin Muhtemel Yapısı.....	48
Şekil 3.13. [Co(L ₃) ₂]·2H ₂ O Kompleksinin Muhtemel Yapısı	49
Şekil 3.14. [Ni(L ₃) ₂]·2H ₂ O Kompleksinin Muhtemel Yapısı.....	50
Şekil 3.15. [Cu(L ₃) ₂]·4H ₂ O Kompleksinin Muhtemel Yapısı	51
Şekil 3.16. [Pd(L ₃) ₂]·2H ₂ O Kompleksinin Muhtemel Yapısı.....	52
Şekil 3.17. [Co(L ₄) ₂]·4H ₂ O Kompleksinin Muhtemel Yapısı	53
Şekil 3.18. [Ni(L ₄) ₂]·H ₂ O Kompleksinin Muhtemel Yapısı.....	53
Şekil 3.19. [Cu(L ₄) ₂]·2H ₂ O Kompleksinin Muhtemel Yapısı	54
Şekil 3.20. [Pd(L ₄) ₂]·5H ₂ O Kompleksinin Muhtemel Yapısı.....	55
Şekil 4.1. PAS(L ₁ H) Liganda Ait Numaralandırılmış Proton Gösterimi	59
Şekil 4.2. PAS(L ₁ H) Liganda Ait Numaralandırılmış Karbon Gösterimi	59
Şekil 4.3. PAS(L ₁ H) Ligandının FT-IR Spektrumu	61
Şekil 4.4. PAS(L ₁ H) Ligandının ¹ H NMR Spektrumu	62
Şekil 4.5. PAS(L ₁ H) Ligandının ¹³ C NMR Spektrumu	63
Şekil 4.6. PAS(L ₁ H) Ligandının UV-Vis Spektrumu.....	64
Şekil 4.7. PAS (L ₁ H) Ligand ve Komplekslerin UV-Vis Spektrumları	64
Şekil 4.8. PAS(L ₁ H) Ligandının LC-MS/MS Kütle Spektrumu	65
Şekil 4.9. PAS(L ₁ H) Ligandının X-Ray Diyagramı.....	65
Şekil 4.10. 1x10 ⁻³ M PAS(L ₁ H) Ligandın Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	66
Şekil 4.11. [Co(L ₁) ₂] Kompleksinin FT-IR Spektrumu.....	68
Şekil 4.12. [Co(L ₁) ₂] Kompleksinin UV-Vis Spektrumu	69
Şekil 4.13. 1x10 ⁻³ M [Co(L ₁) ₂] Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	69
Şekil 4.14. [Co(L ₁) ₂]Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi	70
Şekil 4.15. [Ni(L ₁) ₂] Kompleksinin FT-IR Spektrumu	72
Şekil 4.16. [Ni(L ₁) ₂] Kompleksinin UV-Vis Spektrumu.....	73

Şekil 4.17. $1 \times 10^{-3} \text{ M}$ $[\text{Ni}(\text{L}_1)_2]$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	73
Şekil 4.18. $[\text{Ni}(\text{L}_1)_2]$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	74
Şekil 4.19. $[\text{Cu}(\text{L}_1)_2]$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu.....	76
Şekil 4.20. $[\text{Cu}(\text{L}_1)_2]$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu	77
Şekil 4.21. $1 \times 10^{-3} \text{ M}$ $[\text{Cu}(\text{L}_1)_2]$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	77
Şekil 4.22. $[\text{Cu}(\text{L}_1)_2]$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi	78
Şekil 4.23. $[\text{Pd}(\text{L}_1)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu	80
Şekil 4.24. $[\text{Pd}(\text{L}_1)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu	81
Şekil 4.25. $[\text{Pd}(\text{L}_1)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^{13}C NMR Spektrumu	82
Şekil 4.26. $[\text{Pd}(\text{L}_1)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu.....	83
Şekil 4.27. $1 \times 10^{-3} \text{ M}$ $[\text{Pd}(\text{L}_1)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	83
Şekil 4.28. $[\text{Pd}(\text{L}_1)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	84
Şekil 4.29. PASM(L_2H) Liganda Ait Numaralandırılmış Proton Gösterimi.....	85
Şekil 4.30. PASM(L_2H) Liganda Ait Numaralandırılmış Karbon Gösterimi.....	86
Şekil 4.31. PASM(L_2H) Ligandının FT-IR Spektrumu	87
Şekil 4.32. PASM(L_2H) Ligandının ^1H NMR Spektrumu.....	88
Şekil 4.33. PASM(L_2H) Ligandının ^{13}C NMR Spektrumu.....	89
Şekil 4.34. PASM(L_2H) Ligandının UV-Vis Spektrumu	90
Şekil 4.35. PASM (L_2H) Ligand ve Komplekslerin UV-Vis Spektrumları.....	90
Şekil 4.36. PASM(L_2H) Ligandının LC-MS/MS Kütle Spektrumu.....	91
Şekil 4.37. $1 \times 10^{-3} \text{ M}$ PASM(L_2H) Ligandın Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	91
Şekil 4.38. $[\text{Co}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu.....	93
Şekil 4.39. $[\text{Co}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu	94
Şekil 4.40. $1 \times 10^{-3} \text{ M}$ $[\text{Co}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	94
Şekil 4.41. $[\text{Co}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	95
Şekil 4.42. $[\text{Ni}(\text{L}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu	97
Şekil 4.43. $[\text{Ni}(\text{L}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu.....	98

Şekil 4.44. 1×10^{-3} M $[\text{Ni}(\text{L}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	98
Şekil 4.45. $[\text{Ni}(\text{L}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	99
Şekil 4.46. $[\text{Cu}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu.....	101
Şekil 4.47. $[\text{Cu}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu	102
Şekil 4.48. 1×10^{-3} M $[\text{Cu}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	102
Şekil 4.49. $[\text{Cu}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	103
Şekil 4.50. $[\text{Pd}(\text{L}_2)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu	105
Şekil 4.51. $[\text{Pd}(\text{L}_2)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu	106
Şekil 4.52. $[\text{Pd}(\text{L}_2)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^{13}C NMR Spektrumu	107
Şekil 4.53. $[\text{Pd}(\text{L}_2)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu.....	108
Şekil 4.54. 1×10^{-3} M $[\text{Pd}(\text{L}_2)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	108
Şekil 4.55. $[\text{Pd}(\text{L}_2)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	109
Şekil 4.56. PAN(L ₃ H) Liganda Ait Numaralandırılmış Proton Gösterimi.....	110
Şekil 4.57. PAN(L ₃ H) Liganda Ait Numaralandırılmış Karbon Gösterimi.....	110
Şekil 4.58. PAN(L ₃ H) Ligandının FT-IR Spektrumu.....	112
Şekil 4.59. PAN(L ₃ H) Ligandının ^1H NMR Spektrumu	113
Şekil 4.60. PAN(L ₃ H) Ligandının ^{13}C NMR Spektrumu	114
Şekil 4.61. PAN(L ₃ H) Ligandının UV-Vis Spektrumu	115
Şekil 4.62. PAN (L ₃ H) Ligand ve Komplekslerinin UV-Vis Spektrumları	115
Şekil 4.63. PAN(L ₃ H) Ligandının LC-MS/MS Kütle Spektrumu	116
Şekil 4.64. PAN(L ₃ H) Ligandının X-Ray Diyagramı	116
Şekil 4.65. 1×10^{-3} M PAN(L ₃ H) Ligandın Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	117
Şekil 4.66. $[\text{Co}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu.....	119
Şekil 4.67. $[\text{Co}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu.....	120
Şekil 4.68. 1×10^{-3} M $[\text{Co}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	120
Şekil 4.69. $[\text{Co}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	121
Şekil 4.70. $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu	123
Şekil 4.71. $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu.....	124

Şekil 4.72. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	124
Şekil 4.73. $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	125
Şekil 4.74. $[\text{Cu}(\text{L}_3)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu.....	127
Şekil 4.75. $[\text{Cu}(\text{L}_3)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu	128
Şekil 4.76. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Cu}(\text{L}_3)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	128
Şekil 4.77. $[\text{Cu}(\text{L}_3)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	129
Şekil 4.78. $[\text{Pd}(\text{L}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu	131
Şekil 4.79. $[\text{Pd}(\text{L}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu	132
Şekil 4.80. $[\text{Pd}(\text{L}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^{13}C NMR Spektrumu	133
Şekil 4.81. $[\text{Pd}(\text{L}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu.....	134
Şekil 4.82. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Pd}(\text{L}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	134
Şekil 4.83. $[\text{Pd}(\text{L}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	135
Şekil 4.84. PAV(L ₄ H) Liganda Ait Numaralandırılmış Proton Gösterimi.....	136
Şekil 4.85. PAV(L ₄ H) Liganda Ait Numaralandırılmış Karbon Gösterimi.....	136
Şekil 4.86. PAV(L ₄ H) Ligandının FT-IR Spektrumu.....	138
Şekil 4.87. PAV(L ₄ H) Ligandının ^1H NMR Spektrumu	139
Şekil 4.88. PAV(L ₄ H) Ligandının ^{13}C NMR Spektrumu	140
Şekil 4.89. PAV(L ₄ H) Ligandının UV-Vis Spektrumu	141
Şekil 4.90. PAV (L ₄ H) Ligand ve Komplekslerin UV-Vis Spektrumları	141
Şekil 4.91. PAV(L ₄ H) Ligandının LC-MS/MS Kütle Spektrumu	142
Şekil 4.92. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ PAV(L ₄ H) Ligandın Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	142
Şekil 4.93. $[\text{Co}(\text{L}_4)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu.....	144
Şekil 4.94. $[\text{Co}(\text{L}_4)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu	145
Şekil 4.95. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Co}(\text{L}_4)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	145
Şekil 4.96. $[\text{Co}(\text{L}_4)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	146
Şekil 4.97. $[\text{Ni}(\text{L}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu	148
Şekil 4.98. $[\text{Ni}(\text{L}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu.....	149

Şekil 4.99. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Ni}(\text{L}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları.....	149
Şekil 4.100. $[\text{Ni}(\text{L}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	150
Şekil 4.101. $[\text{Cu}(\text{L}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu.....	152
Şekil 4.102. $[\text{Cu}(\text{L}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu	153
Şekil 4.103. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Cu}(\text{L}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	153
Şekil 4.104. $[\text{Cu}(\text{L}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi	154
Şekil 4.105. $[\text{Pd}(\text{L}_4)_2] \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu	156
Şekil 4.106. $[\text{Pd}(\text{L}_4)_2] \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu	157
Şekil 4.107. $[\text{Pd}(\text{L}_4)_2] \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^{13}C NMR Spektrumu	158
Şekil 4.108. $[\text{Pd}(\text{L}_4)_2] \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu.....	159
Şekil 4.109. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Pd}(\text{L}_4)_2] \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. A:100 mV/s, B: Değişik Tarama Hızları	159
Şekil 4.110. $[\text{Pd}(\text{L}_4)_2] \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi.....	160
Şekil 4.111. Bazı Bakteri ve Mayalara Ait Besi Yeri Görüntüleri.....	161

TABLULAR LİSTESİ

	Sayfa
Tablo 1. Kullanılan Kimyasal Maddeler	36
Tablo 2. Tüm Bileşiklere Elementel Analiz, İletkenlik ve Manyetik Duyarlılık Verileri.....	176
Tablo 3. Tüm Bileşiklere Ait Fiziksel Verileri.....	177
Tablo 4. Sentezlenen Tüm Bileşiklerin Fonksiyonel Gruplara Ait FT-IR Sonuçları	178
Tablo 5. Bileşiklerin Ag/AgCl Referans Elektroduna Karşı 100 mVs ⁻¹ Tarama Hızında Elde Edilen Voltametrik Sonuçları	179
Tablo 6. Ligandlara ait ¹ H NMR Verileri.....	180

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

°C	Santigrad
CV	Dönüşümlü voltametre
δ	Kimyasal kayma
$\mu\text{S}/\text{cm}$	İletkenlik birimi
λ_{max}	Dalga boyu
π	Elektronik geçiş türü
PAS	Salisilaldehit türevli ligand
PASM	5-metoksisalisilaldehit türevli ligand
PAN	2-hidroksinafaldehit türevli ligand
PAV	<i>o</i> -vanilin türevli ligand
$L_{(n)}\text{H}$	Ligand
^{13}C NMR	Karbon 13 nükleer manyetik rezonans
^1H -NMR	Proton nükleer manyetik rezonans
BM	Manyetik duyarlılık birimi (Bohr Magneton)
DMF	Dimetilformamit
$\text{DMSO-}d_6$	Döterodimetilsülfoksit
TEAFB	Tetraetil amonyum tetrafloroborat
FT-IR	Fourier transform Infrared
gr	Gram
g.b	Gerilme bandı
in vitro	Laboratuar ortamında, yapay koşul
in vivo	Canlı ortamda ya da yaşayan koşullarda
TLC	İnce tabaka kromatografisi
M	Metal
mg	Miligram
mL	Mililitre
μL	Mikrolitre

mmol	Milimol
n	Elektronik geiř tr
Ph	Fenil
ppm	Milyonda bir (NMR spektrumlarında l birimi)
s	Singlet
m	Multiplet
t	Triplet
d	Dublet
THF	Tetrahidrofuran
UV-Vis	Ultraviyole Grnr Blge
LC-MS/MS	Ktle Spektroskopisi
TGA/DTA	Termogravimetrik analiz/Diferansiyel termal analiz
e.b.	Eęilme bandı

BÖLÜM 1

GİRİŞ

Koordinasyon kimyasında, merkez atomu, ligandın özellikleri ve bunların davranışları önem arz etmiş ve bunlardaki değişikliğe bağlı olarak farklı özellikler ortaya çıkmıştır. Koordinasyon kimyasında çok sık kullanılan Schiff bazları farklı özellikler göstermesi nedeniyle bu alanda yerini almış ve çok sayıda çalışmalar yapılmış ve halen bu alanda araştırmalar devam etmektedir. Schiff tarafından sentezlenen ve adını da buradan alan Schiff bazları, imin azometin grubu taşıyan bileşikler olarak da bilinir. Azot-karbon çift bağı içeren fonksiyonel grubundaki azot atomu iyi bir donör atom olması ve metal iyonları ile kolay ve kararlı kompleksler oluşturması nedeniyle ilgi odağı olmuştur. İlk defa Pfeiffer tarafından ligand olarak kullanılan Schiff bazı üzerine 1930'lu yıllardan sonra çalışmalar artmıştır. Schiff bazı ve metal kompleksleri üzerine çalışmalar kimya, tıp, biyoloji, fizik ve diğer uygulama alanlarında ilgi odağı olmuştur. Pirimidin türevleri, nükleik asitlerde, vitaminlerde, koenzim ve antibiyotiklerde yer alan ve biyolojik sistemlerde önemli rol oynayan altı halkalı azot içerikli heterosiklik bir bileşiktir. DNA ve RNA temel yapı taşı olan nükleik asit bazları ve nükleik asit yapısında bulunan sitozin, urasil, timin bazları pirimidin türevlidir. Bu bileşiklerin metallerle oluşturduğu kompleksler biyoorganik kimya alanında yer almıştır. Özellikle pirimidin türevli Schiff bazlarla ilgili kompleks çalışmalar biyoorganik kimya alanında önem kazanmıştır.

Bu çalışmada, başlangıç maddesi olarak kullanılan, 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on [1] ile 2-hidroksibenzaldehit, 2-hidroksi-5-metoksibenzaldehit, 2-hidroksi-1-naftaldehit, 2-hidroksi-3-metoksibenzaldehit (*o*-vanilin) kondenzasyonundan yeni Schiff baz ligandları ve Co(II), Ni(II), Cu(II) ve Pd(II) iyonlarıyla ML₂ yapısında metal kompleksleri sentezlenmiştir. Sentezlenen bu bileşiklerin yapıları elementel analiz, elektrolitik iletkenlik, manyetik duyarlılık ölçümleri ve FT-IR, ¹H ve ¹³C NMR, UV-Vis, LC-MS/MS, TGA/DTA gibi spektral

yöntemlerle karakterize edilmiştir. Ayrıca sentezlenmiş olan bu bileşiklerin elektrokimyasal özellikleri ve antimikrobiyal özellikleri incelenmiştir.

BÖLÜM 2

KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Schiff Bazları

2.1.1. Schiff Bazları Hakkında Genel Bilgiler

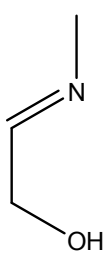
Koordinasyon kimyası temelleri atılmadan önce Hugo Schiff tarafından ilk kez sentezlenen ve adını buradan alarak literatüre Schiff bazı olarak geçen bu bileşikler [2], Pfeiffer tarafından ligand olarak kullanılması [3] ve bunlar üzerine kompleks çalışmaların yapılması koordinasyon kimyasına hız vermiştir. Primer aminlerin aldehit veya ketonların kondenzasyonundan elde edilen Schiff bazı bileşikler, karbon azot çift bağından ($RCH=NR$) oluşur ki imin veya azometin olarak da bilinir. Bu grupların elektron çifti bulundurmasından ve metal iyonlarıyla çok iyi koordine olmasından dolayı [4] Schiff bazlarla ilgili kompleks çalışmaları her geçen gün artmaktadır. Koordine edici gurupların çok sayıda olması ve elektron yoğunluğunun çok fazla olması kompleks kararlılığını artıran en büyük etkenlerden birisidir [5]. Azometin grubu üzerinde bulunan π -orbitalleri sayesinde uygun metal iyonlarına ait d-orbitalleriyle geri bağlanma neticesinde bir koordinasyon oluşturur ki bu grup hem σ -donör hem de π -akseptör fonksiyonu göstermektedir [6]. Ligandlar Lewis bazı olarak σ bağları vasıtasıyla merkez atomuna elektron verir. Merkez atomda yoğunlaşan elektronlar bir şekilde dağılmalıdır. Pauling, σ bağı yoluyla ligandların merkez atomuna verdiği elektronların merkez atomunun dolu d orbitali ile boş bağa karşı π^* orbitali arasında oluşan π bağı yoluyla liganda geri dönebileceğini söylemiştir. Bundan dolayı Schiff bazlarda bulunan azometin guruplarının iyi bir donör atom olması komplekslerin kararlı bir yapı oluşturmasına nedendir. Aynı şekilde azometin guruplarının yanında fonksiyonel bir gurubun (OH, SH, NH) bulunması komplekslerin daha kararlı bir yapı oluşturmasına katkı sağlamaktadır [7].

2.1.2. Schiff Bazlarının Önemi

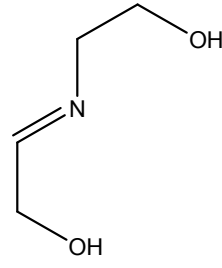
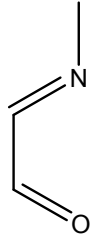
Schiff bazları ve kompleksleri koordinasyon kimyasında ve geniş uygulama alanlarında yer almasıyla artan öneme sahip maddeler arasına girmektedir. Özellikle tıpta kanser çalışmalarında ve DNA ile etkileşimleri neticesinde antikanser ajanı olabileceği belirtilmiştir [8]. Antikanser aktivite [9-18] göstermesi, kemoterapide [19-24] kullanılması, kanserle mücadelede reaktif olarak [9,25,26] kullanılmasıyla önemi her geçen gün artmaktadır. Tarım alanında herbisit, insektisit uygulamalarında [27-30], endüstride boya [31-38], plastik, polimer [34,35,39-42] ve tekstil sanayide [32,43,44] tarım ve endüstri sanayide yerini almıştır. Biyolojik aktivitede antibakteriyel, antifungal, antiviral, antitümör, antikonsülvan [45-52] gibi özellikler göstermesinden dolayı bu konuda sayısızca çalışma yapılmaktadır. Ayrıca DNA ile etkileşimleri ve biyolojik aktivite üzerine etkileri incelenmektedir [8,52-56,59,83]. Nanometre büyüklüğündeki parçacıkların fiziksel ve kimyasal özellikleri oldukça farklı olduğundan, bu tür parçacıklar dökme malzemede büyük ilgi çekmiştir [68]. Bu malzemeler arasında metal oksit nanopartiküllerin güneş pili, kimyasal sensör ve sıvı kristal ekran gibi teknolojik alanda kullanımları önem taşımaktadır [69]. Son yıllarda, nanoyapılı materyallerin hızlı gelişmesiyle ve nanoteknoloji nanoboyutlu manyetik parçacıkların, tıp ve biyoteknoloji gibi alanlarda dikkatlerini üzerine çekmiştir [70]. Bundan dolayı Schiff bazı nanopartikül çalışmaları hızla artmaktadır.

2.1.3. Schiff Bazların Sınıflandırılması

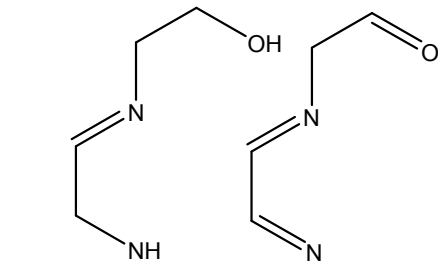
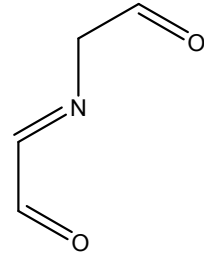
Schiff bazlar ile ilgili genel bir sınıflandırılma yapılmamıştır. Ancak yapılan birçok çalışmada Schiff bazlardaki donör atom sayısına göre bir sınıflandırma şekli oluşturulmuştur. Yaygın olarak N, O, S donör atomları üzerinden NO, ONO, ONN, ONNO, SNNS, NS, SNS, NNNN gibi sınıflar oluşturularak daha anlaşılır hale getirilmiştir. Bu anlamda çalışmalarımızda kullanılan Schiff bazlarını ONO tipi Schiff bazı olarak sınıflandırabiliriz. Bu doğrultuda önceki çalışmalarda yer alan bazı örnekler Şekil 2.1'deki gibi sunulmuştur [41,50,57-67].



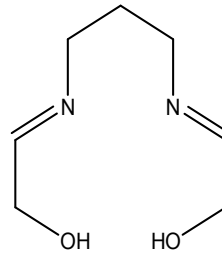
NO Tipi Schiff Bazı



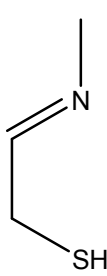
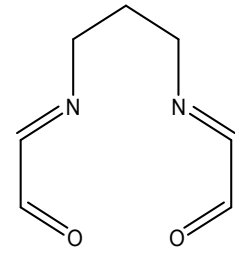
ONO Tipi Schiff Bazı



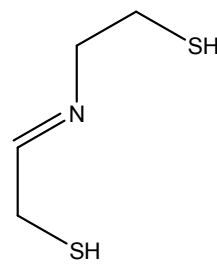
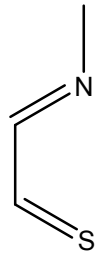
NNO Tipi Schiff Bazı



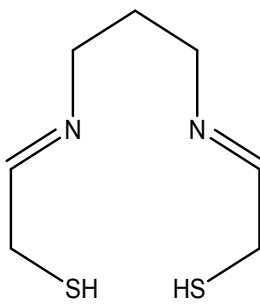
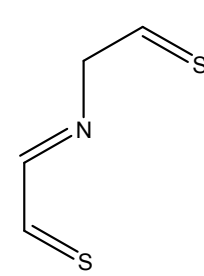
ONNO Tipi Schiff Bazı



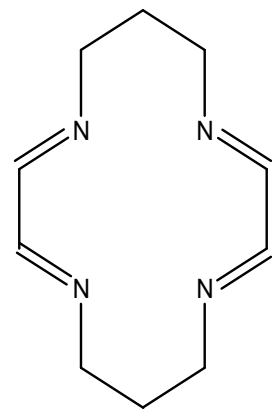
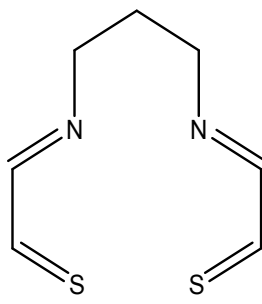
NS Tipi Schiff Bazı



SNS Tipi Schiff Bazı



SNNS Tipi Schiff Bazı

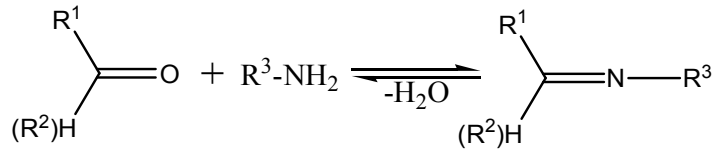


NNNN Tipi Schiff Bazı

Şekil 2.1. Schiff Bazlarının Genel Sınıflandırma Şekilleri

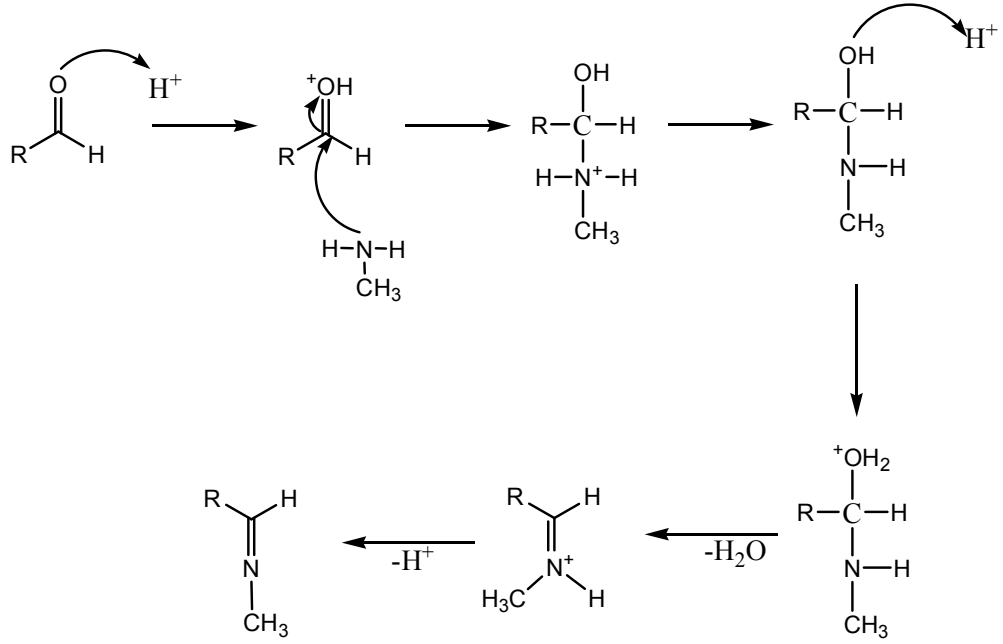
2.1.4. Schiff Bazların Sentezi ve Oluşum Mekanizması

Genel tepkime Şekil 2.2’de gösterildiği gibidir. Bu tepkimeler amonyak türevli katılmalardır [73]. Schiff tarafından rapor edilen klasik sentez metodu [2], karbonil bileşiklerin aminler ile kondenzasyonu neticesinde elde edilen bileşiklerdir (Şekil 2.3). Alifatik veya aromatik primer aminlerin karbonil gruplarıyla oluşturduğu hemiaminal ara ürünün dehidrasyonu neticesinde oluşan bir nükleofilik katılma reaksiyonudur. İmin gurubu olarak bilinen C=N yapısı Schiff bazının sentezlendiğini göstermektedir [71-74]. Schiff bazlarının sentezinde reaksiyon iki yönlü olmasından ortamın susuz olması ve reaksiyon sonucu oluşan suyun azeotropik destilasyon ile tutulması gerekir. Son zamanlarda suyun tutulması için değişik metotlar geliştirilmiş ve bunun için su tutucu çözücüler veya bileşikler, dean stark aparatı kullanılmıştır, ayrıca ortamın inert olması için azot, argon gibi soygazlar kullanılarak Schiff bazı sentezinin gerçekleştirilmesinde kullanılmıştır. Primer amin kullanıldığında imin, hidroksil amin kullanıldığında oksim, hidrazin kullanıldığında hidrazon, semikarbazit kullanıldığında semikarbazon türevlerini oluşturur



Şekil 2.2. Schiff Bazı Sentezi

Schiff bazı oluşum mekanizması aşağıda gösterildiği şekilde gerçekleşir [73].



Şekil 2.3. Schiff Bazı Oluşum Mekanizması

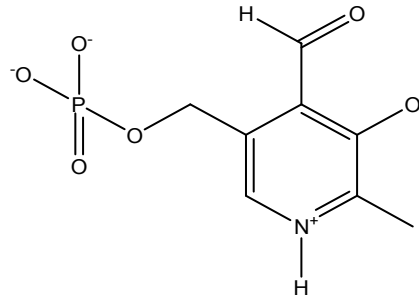
Karbonilamin ara üründen hidroksil (-OH) grubunun ayrılması zayıf ve güçtür. Bundan dolayı ara ürün protonlanarak hidronyum (OH₂⁺) iyonunu oluşturması suyun ayrılmasını kolaylaştırır. Ancak hidronyum iyonu derişimi fazla olduğu durumda nükleofil derişimi azalacağından tepkime yavaş ilerler. Derişimi az olduğu durumda ise amino alkol derişimi az olacağından yine tepkime yavaş ilerler. Bundan dolayı en ideal pH aralığı 4-5 arasında olduğu tespit edilmiştir [39,73,75]. Schiff bazı tepkimeleri iki yönlü olduğundan hidroliz olabilmektedir ki buda istenmeyen bir durumdur. Tepkimenin tek yönlü olması sentezlenecek olan ürünün verimini artıracaktır. Amin gurubu ile birlikte elektron verici grupların olması tepkimenin tek yönde olmasını sağlayacaktır ve böylelikle kolayca hidroliz olmayacağı belirtilmiştir [39,75]. Hidrolize uğramada diğer bir etken ise ortamın sulu olması veya tepkime neticesinde suyun oluşması, bunun için ortamın susuz olması ve oluşan suyun tutulması tepkimenin hidrolize uğramasını engellediği tespit edilmiştir [39,62,77]. Schiff bazı sentezinde primer aminlerin aldehit ile daha kolay reaksiyon verdiği halde ketonlar ile reaksiyonu daha zordur. Bu nedenle ketonlar ile reaksiyonunda genellikle katalizör kullanılmaktadır ve uygun çözücü ile yüksek sıcaklıkta geri soğutucu altında ısıtılmaktadır [44,78]. Primer amin ve aldehit/keton stokiyometrik oranlarında önemli olduğu belirtilmiştir [79]. Ayrıca sterik ve elektronik etkinin de bu tür reaksiyonlarda etkili olduğu belirtilmiştir [80]. Dolayısıyla Schiff bazı sentezinde ortamın sıcaklığı, çözücünün cinsi, ortamda suyun olup olmadığı,

başlangıç maddelerin özelliği, katalizör kullanılıp kullanılmaması, çözelti konsantrasyonu ve pH'ı, ortamın inert olması, bileşiklerin sterik ve elektronik etkisi gibi faktörlerin etkili olduğu tespit edilmiştir.

2.1.5. Schiff Bazların Özellikleri

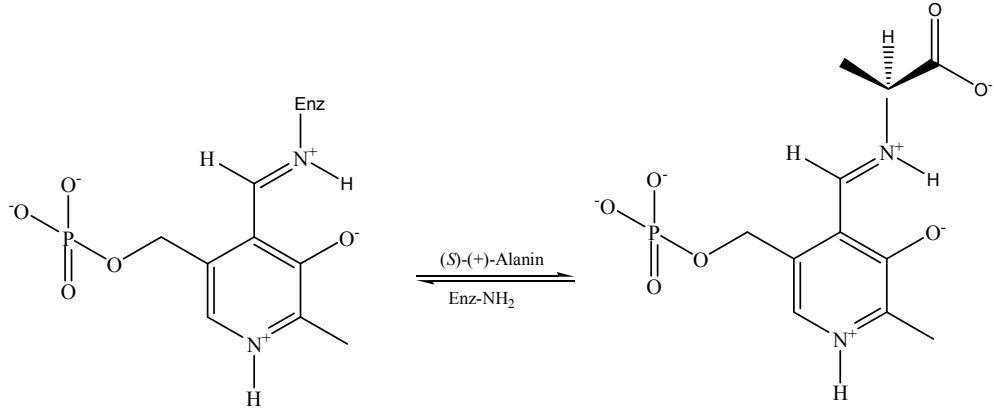
2.1.5.1. Schiff Bazlarının Biyolojik, Farmakolojik Aktiviteleri ve Özellikleri

İmin yapıları bileşiklerin biyolojik sistemlerde önemli fonksiyonları yerine getirdiği ve birçok işlevsel görevde rol aldığı anlaşılmıştır. Özellikle aminoasit biyosentez aktivitede önemli rol almaktadır. Bu bileşikler biyosentezlerde ara ürün olarak bulunduğu ve bu sentezlerin gerçekleşmesinde aktiftir. Bazı aminoasitlerin dönüşümleri ve enzimlerin karbonil ve azot üzerinden gerçekleşen enzimatik reaksiyonlar imin ara ürün üzerinden gerçekleşmektedir [81]. B₆ vitamini olarak bilinen piridoksal fosfat (Şekil 2.4) birçok enzim tarafından yönetilen iyi bir besin kaynağıdır. Piridoksal fosfat aldehit içermesine rağmen biyosentezlerde çoğu kez bir imin ara ürün oluşturmasıyla ve α -aminoasitlerin önemli birçok tepkimesinde aktif rol alan biyolojik bir moleküldür.



Şekil 2.4. Piridoksal Fosfat

Piridoksal fosfatın dahil olduğu enzimatik tepkimelerde, enzime bağlı olduğu imin bağının, amino substrat arasındaki imin bağına dönüşümünü içerir. (S)-(+)-alanin ile bu gözlenmektedir (Şekil 2.5) [73].

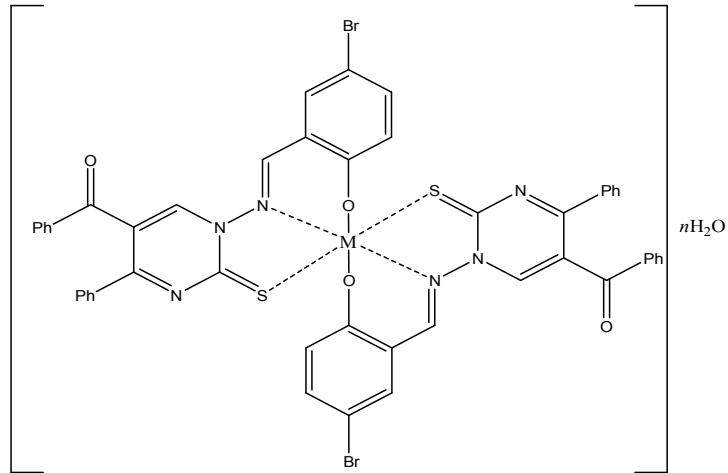


Şekil 2.5. Piridoksal Fosfatın İmine Dönüşmesi

N-Alkil veya *N*-Aril aminler ile benzaldehit tepkimesinden elde edilen Schiff bazların yapısı piridoksal (B₆ vitamin) yapısı için model olarak alınabileceği belirtilmiştir [82].

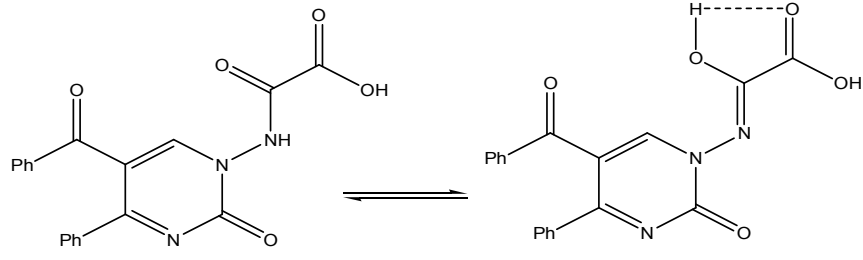
Schiff bazlar geniş bir biyolojik aktive sergileyen antimikrobiyal özellikleri incelenmiştir.

5-Bromobenzaldehit ile pirimidintiyonamin ile sentezlenen Schiff bazı ve kompleksleri gram-pozitif ve gram-negatif bakteriye karşı aktivite gösterdiği ortaya konulmuştur [45].



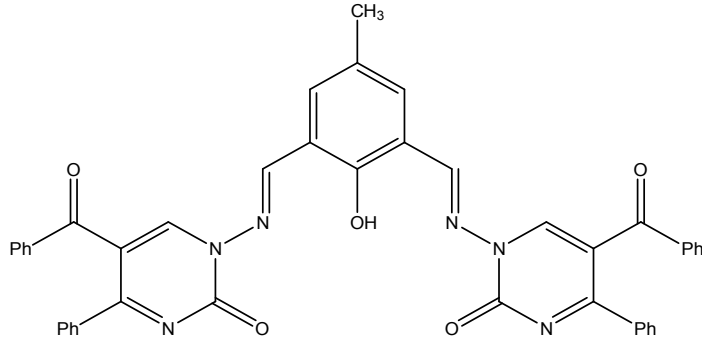
Şekil 2.6. Cu(II), Co(II) ve Ni(II) Komplekslerin Önerilen Yapısı

Pirimidinamin ve okzalilklorür ile elde edilen ligand ve komplekslerin *in vitro* antibakteri ve antifungal aktiviteleri incelenmiştir. Ligandın bakır kompleksinin çok iyi antibakteriyel aktivite gösterdiği tespit edilmiştir [46].



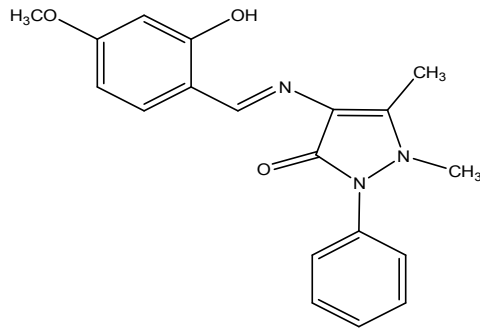
Şekil 2.7. Pirimidin Halkalı Süstitüe Okzalamik Asit Yapılı Ligand

2-Hidroksi-5-metilizofitalaldehit ile *N*-aminopirimidinin reaksiyonundan elde edilen yeni bir Schiff bazı ligandı ve metal kompleksleri sentezlenerek çeşitli yöntemlerle yapıları belirlenmiş ve yapılan antimikrobiyal çalışmalarda antibakteriyel ve antifungal aktivite sergilediği gözlemlenmiştir. Özellikle *Candida* cinsi mantarlara karşı etkili olduğu tespit edilmiştir [49].



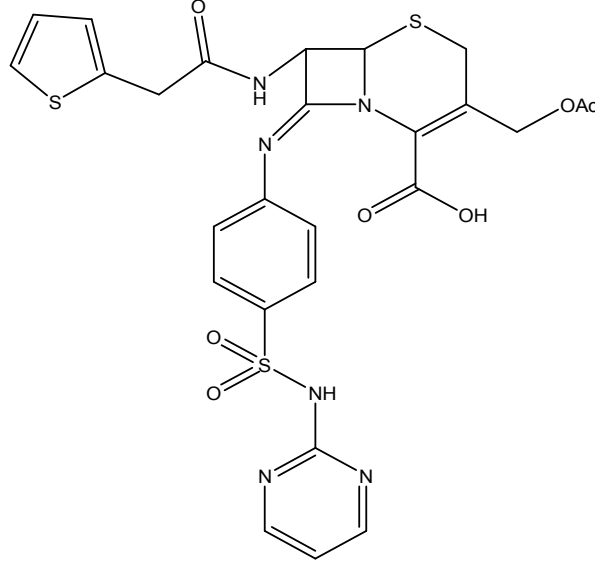
Şekil 2.8. Schiff Bazı Ligandının Kimyasal Yapısı

2-Hidroksi-4-metoksi-benzaldehit ve 1-fenil-2,3-dimetil-4-amino-3-pirazol-5-on ile elde edilen Schiff bazı ve kompleksleri spektral yöntemlerle karakterize edilmiş ve antibakteriyel özellikleri incelenmiştir. *K. pneumoniae*, *S. aureus*, *P. aeruginosa* ve *E. coli* bakterilerine karşı aktivite gösterdiği ve *S. aureus* bakterisine karşı yüksek bir aktivite gösterdiği tespit edilmiştir [50].



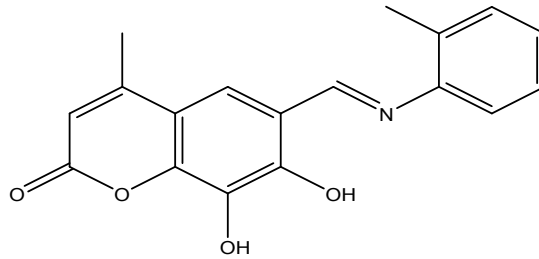
Şekil 2.9. Pirazol Türevli Schiff Bazı Ligandı

Gram-pozitif ve gram-negatif bakterilere karşı antibiyotik olarak kullanılan sefalotin (keflin) ile sulfadiazin reaksiyonundan elde edilen Schiff bazının yine gram-pozitif ve gram-negatif bakterilere karşı olan özellikleri incelenmiştir [51].



Şekil 2.10. Sefalotin ve Sülfadiazin İçerikli Schiff Bazı

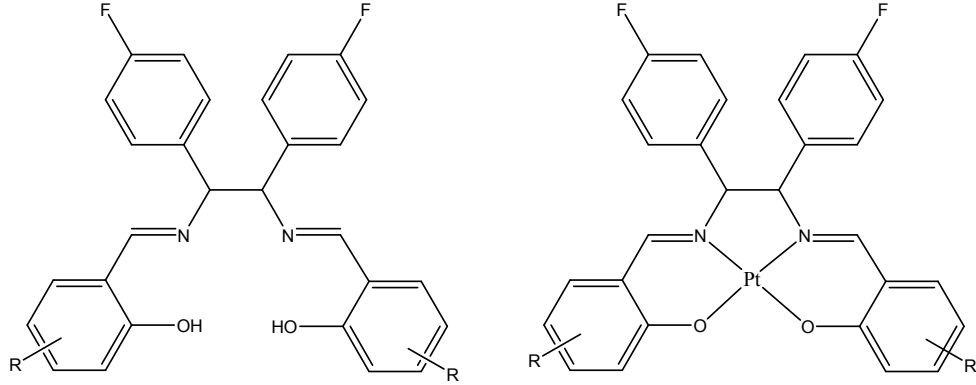
Değişik fonksiyonel guruplara sahip kumarin ile *o*-toluidin reaksiyonundan elde edilen Schiff bazları ve kompleksleri spektral yöntemlerle tayin edilmiş ve antibakteriyel, antifungal, antihelmintik ve DNA bölünme aktivitesi incelenmiştir. İyi antibakteriyel, antifungal ve antihelmintik aktivite göstermiş özellikle çok iyi antihelmintik göstermesi ve DNA tam bölünmesi antihelmintik özellik göstermesinin bir kanıtı olarak belirtilmiştir [52].



Şekil 2.11. Kumarin Schiff Bazı

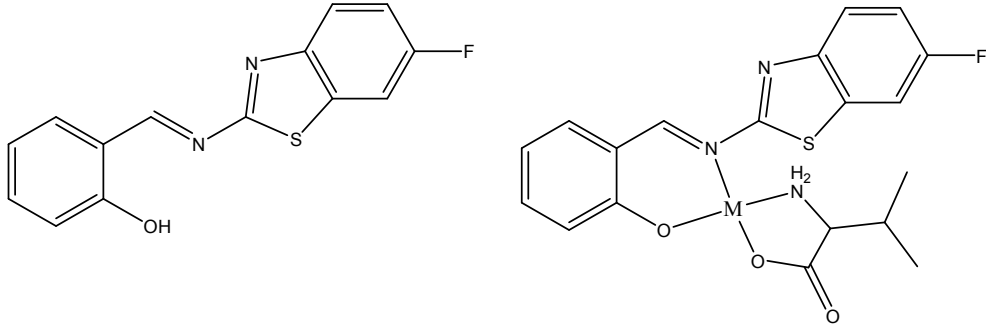
Schiff bazların DNA etkileşimlerin incelenmesi, antikanser reaktifi olup olmayacağı, ilaç olarak kullanılıp kullanılmayacağı, mikroplara, virüslere, alerjilere, ağrılara, düzensiz hücre çoğalmalara, ülserle karşı etkili olup olmayacağı gibi çalışmalar yapılmıştır.

Sentezlenen diarilsalen tipi Schiff bazının ve platin kompleksinin göğüs kanserine ve kolon karsinomaya (habis tümöral) karşı sitotoksik ve antiproliferatif (düzensiz çoğalan hücreler) etkisi incelenmiş bunun sonucunda sitotoksik ve antiproliferatif aktivite gösterdiği belirtilmiştir [84].



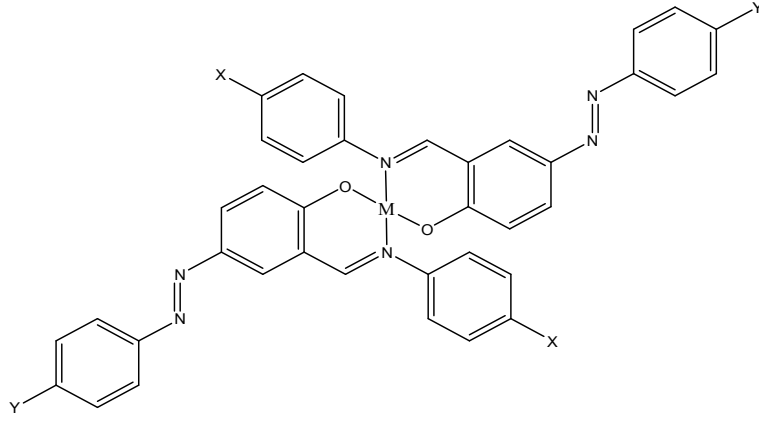
Şekil 2.12. Salen Tipi Schiff Bazı ve Pt Kompleksi

Daha güçlü antitümör kemoterapik ilaçlar elde etmek için aminoasit içerikli Schiff baz metal kompleksleri elde edilmiş ve DNA etkileşimi incelenerek servikal kanser hücresi (HeLa) sitotoksitesi değerlendirilmiştir [85].



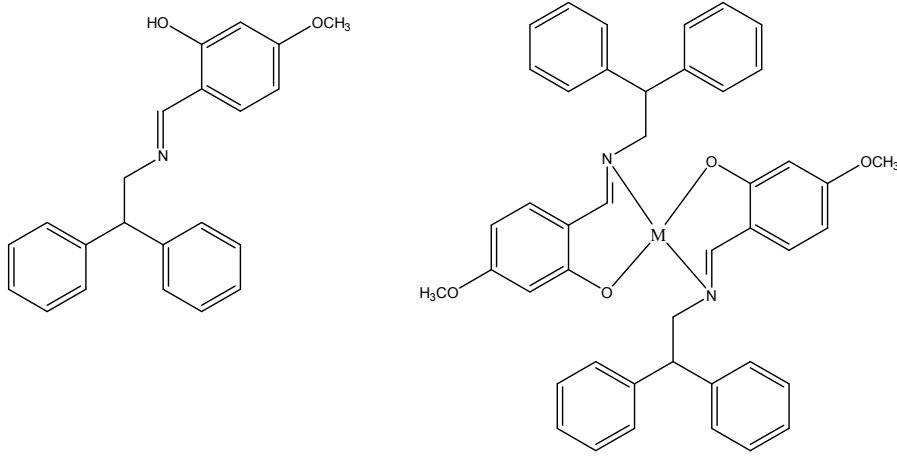
Şekil 2.13. Aminoasit İçerikli Schiff Baz Kompleksi

Azo içerikli Schiff baz ve kompleksleri sentezlenmiştir. DNA bağlanma ve fotoaktif DNA parçalanması araştırılmış ve Schiff bazı komplekslerin değişik kanser hücreler üzerinde fotositotoksik etkisi incelenmiştir. Bunların kanser hücreler üzerinde etkili olduğu tespit edilmiştir [54].



Şekil 2.14. Azo-Schiff Baz Kompleksi

DNA etkileşimi ve sitotoksitesi çalışılan etanamin Schiff bazı ve kompleksleri sentezlenerek özellikleri araştırılmıştır. Siklofosfamid standart ile karşılaştırılarak HepG2 (karaciğer kanser) hücelere karşı ligand ve kompleksleri sitotoksik etki sergilediği belirtilmiştir [55].



Şekil 2.15. Etanamin Schiff Bazı ve Kompleksleri

2.1.5.2. Schiff Bazı ve Komplekslerin Elektrokimyasal Çalışmaları

Sülfonil hidrazon ligand ve kompleksleri sentezlenerek spektral yöntemlerle yapıları aydınlatılmıştır. Bu bileşiklerin elektrokimyasal özellikleri incelenmiş ve değişik voltamogramları alınarak değerlendirilmiştir. Schiff bazlara ait imin gurubu 2 elektron alarak indirgendiği ve Epk katodik pik potansiyellerinin tarama hızıyla daha negatife kayması indirgenmelerin tersinir olmadığı tespit edilmiştir [87].

Fenazopirin hidroklorürün salisilaldehit ve türevleri ile Schiff bazları sentezlemiş ve sentezlenen Schiff bazlarının yapıları değişik yöntemlerle karakterize edilmiştir.

Elektrokimyasal indirgenme özellikleri tetrabutylamonyumiyodür/dimetilsülfoksit çözeltisinde cam karbon elektrot kullanılarak dönüşümlü voltametri (CV) ile değerlendirilmiştir [88].

Değişik poliakrilamid Schiff bazlarının Britton Robinson tamponu elektrolit ortamında elektrokimyasal davranışları kare dalga voltametri (SWV), dönüşümlü voltametri (CV) ve kroamperometri (CA) teknikleriyle incelenerek değerlendirilmiştir. Polimerik Schiff bazların elektrokimyasal davranışlarda fonksiyonel grupların etkili olduğu ve incelenen polimerik Schiff bazların yapılarındaki temel farklılık aromatik halkaya bağlı fonksiyonel gruplardan kaynaklandığı belirtilmiştir [89].

N-amino pirimidin-2-on ve okzalilklorürden yeni bir heterosiklik *N*-(5-benzoil-2-okso-4-fenil-2*H*-pirimidin-1-il)-okzalamik asit sentezlenmiş ve bunun metal kompleksleri çalışılmıştır. Elde edilen bileşiklerin elektrokimyasal özelliği incelenmiştir. Ligandın ve komplekslerinin 10-500 mV/s aralığında dönüşümlü voltamogramları alınarak değerlendirilmiştir. Ligandın dört indirgenme basamağı ve üç yükseltgenme basamağı gözlenmiştir. Ligandın bakır kompleksi üç indirgenme basamağının gözlendiği ve Cu⁺⁺ iyonun Cu⁰ kadar indirgenmesine karşılık geldiği belirtilmiştir [46].

Simetrik yeni bir bis-Schiff bazı sentezlenerek karakterize edilmiş ve elektrokimyasal özelliği araştırılmıştır. Dönüşümlü voltametri ve diferansiyel puls voltametri çalışılmıştır. Schiff bazı bileşiğin oksidasyonu deneysel şartları incelendiğinde tamamen geri dönüşümsüz ve difüzyon kontrollü olduğu belirtilmiştir [90].

Beklenmeyen yeni bir Schiff bazı ve Ni kompleksi sentezi karakterize edilerek elektrokimyasal özelliği dönüşümlü voltametri ile incelenmiştir. 100 mV/s tarama hızında alınan dönüşümlü voltametri sonucu, tersinir iki redoks basamağı olduğu ve Ni(II)/Ni(I) ve Ni(III)/Ni(II) redoks basamağı gözlendiği belirtilmiştir [91].

2-Hidroksibenzaldehit ve 2,3-diaminobenzenden elde edilen Schiff bazının ve bunun Zn kompleksinin elektrokimyasal özelliği dönüşümlü voltametri ile incelenmiştir. Zn kompleksinin zayıf bir şekilde tanımlanmış tersinir olmayan anodik, katodik piklerin sergilediği belirtilmiştir. Kompleksin indirgenme ve

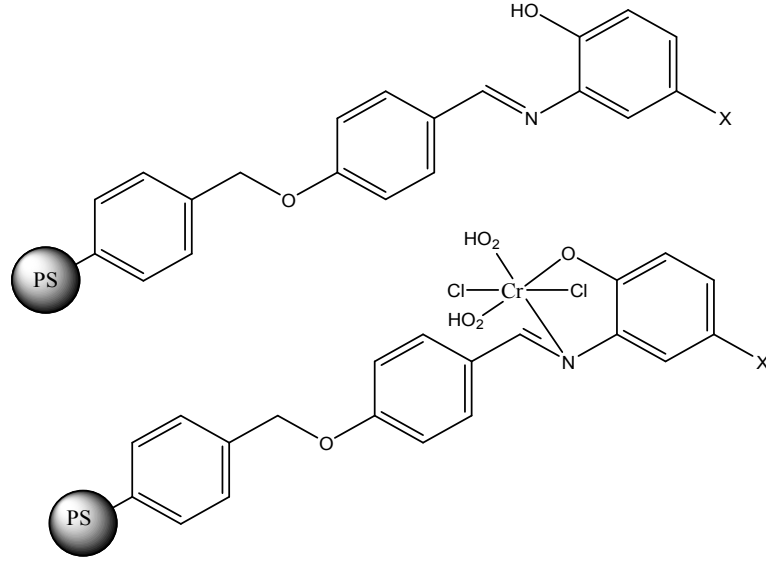
yükseltgenme potansiyeli gösterdiği ve ligandıyla karşılaştırıldığında indirgenme ve yükseltgenme potansiyelin daha çok negatif değere kaydığı belirtilmiştir [92].

Bir Schiff bazı olan 6-bis(2-(5-bromo-2-hidroksibenzilidenamino)-4-klorofenoksi)hekzan ve bazı metal kompleksleri hazırlanarak spektral çalışmaları yapılmıştır. Bu bileşiklerin elektrokimyasal çalışmaları dönüşümlü voltametri ile yapılmıştır. Oksidasyon potansiyelleri dönüşümlü voltametri ile ölçülerek HOMO ve LUMO değerleri ölçülmüştür. Liganda ve komplekslerine ait 50-1000 mV/s hızları arasında tarama yapılarak katodik ve anodik bölgelerdeki voltamogramları alınarak değerlendirilmiştir. Özellikle Cu kompleksine ait voltamogramlar karakteristik pikler olduğu belirtilmiştir [93].

2.1.5.3. Schiff Bazlarının Polimerizasyon Özellikleri

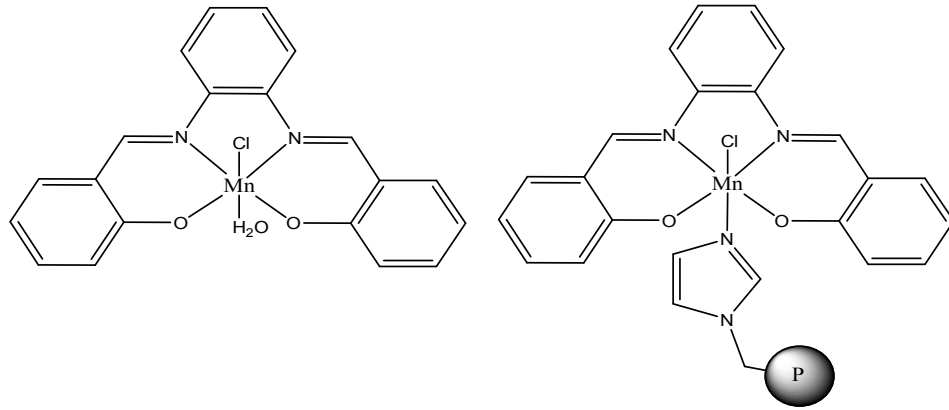
Polimer, monomer denilen alt birimin yapı içinde tekrar edilmesiyle meydana gelen makromoleküler maddelerdir. Monomerlerin birbirine bağlanma tepkimeleri ise polimerleşmedir. Yapılarına göre sınıflandırılabileceği ve tek bir monomerin tekrarlanmasıyla oluşturduğu polimer homopolimer, iki veya daha fazla monomerin tekrarlanmasıyla oluşturduğu polimer ise kopolimerdir [86]. Doğal, sentetik ve yarı sentetik olan polimerler canlı sistemlerden ve sentetik olarak elde edilebilir Polimer Schiff bazları oldukça ilginç olmaları nedeniyle, termal karalıklarıyla, yarı iletkenlik, elektrokimyasal hücre, yüksek enerji, katalitik aktivite, antimikrobiyal aktivite göstermeleriyle, sıvı doğal kauçuk korumasıyla, fotokimyasal bozulmaya karşı etken olmasıyla, epoksi ve antistatik materyal olmasıyla çok sayıda çalışma yapılmıştır [44,94,95].

Polimer bağlı 4-benzil-oksibenzaldehit ile 2-aminofenol, 2-amino-4-klorofenol ve 2-amino-4-metil-fenol reaksiyonlarından polimer bağlı Schiff bazı ve Cr(III) kompleksi sentezlenmiş ve bunlar karakterize edilerek antibakteriyel aktivitesi incelenmiştir. Sentezlenen polimerlerin bakterilere karşı çok iyi aktivite gösterdiği tespit edilmiş ve değişik uygulamalarda antimikrobiyal ajan olarak kullanılabileceği belirtilmiştir [96].



Şekil 2.16. Polimerik-Schiff Baz ve Bunların Cr(III) Kompleksleri

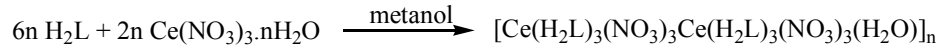
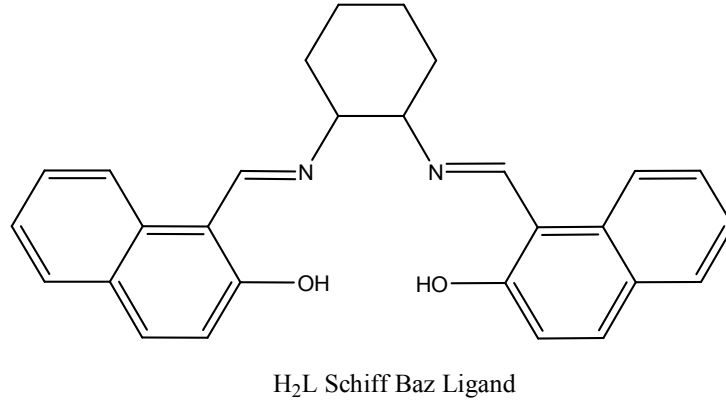
Polimer destekli Schiff baz metal kompleksler ile polimer olmaksızın aynı Schiff baz metal kompleksleri ile karşılaştırıldığında, polimer destekli Schiff baz metal komplekslerin daha yüksek katalitik aktivite sergilediği ve Mn(II) kompleksi alkan ve alkenlerin oksidasyonunda yüksek katalitik aktivite sergilediği tespit edilmiştir. Sikloheksan, siklohekzen ve stirenin enantioselektif oksidasyonu polimer destekli katalizör olarak kullanıldığında mükemmel enantioselektiflik gösterdiği belirtilmiştir [97].



Şekil 2.17. Mn(III) Kompleksi ve Polimer Destekli Kompleksi

2-Hidroksi-1-naftaldehit ve *trans-N,N'*-sikloheksandiaminden elde edilen kiral Schiff bazı ve Ce(III) metal ile elde edilen polimer molekülün karakterizasyonu değişik spektral yöntemlerle yapılmış ve bunların antikanser aktivitesi araştırılmıştır. Polimer

molekülün ve ligandın antiproliferatif özelliği incelenmiş ve polimer yapının çok yüksek antiproliferatif aktivite gösterdiği tespit edilmiştir [98].

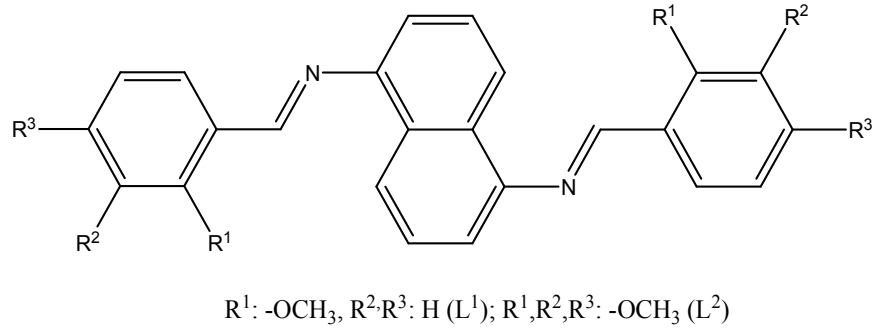


Şekil 2.18. Schiff Bazı ve Ce Kompleks Polimeri

2.1.5.4. Schiff Bazlarının Fotokimyasal Özellikleri

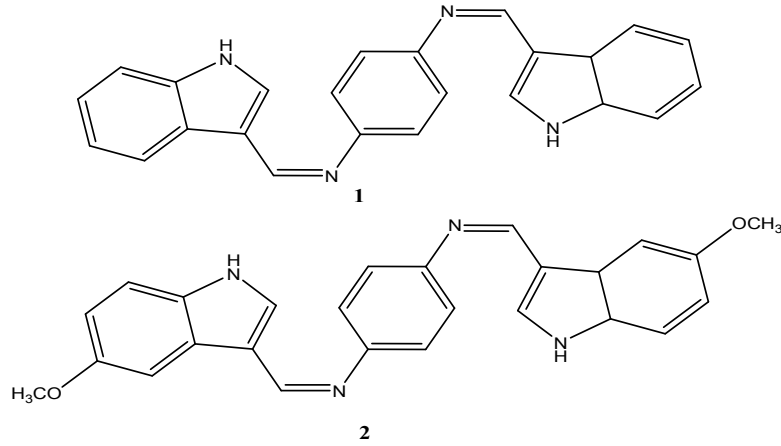
Organik maddelerin fotokimyasal özelliklerin incelenmesinde kromofor kavramı ön plana çıkmıştır ki alkenler, alkinler, karbonil bileşikler, aromatik moleküller ve azot, oksijen, kükürt gibi atom içeren moleküller kromofor özellik göstermektedir. Schiff bazlarında başlı başına R-CH=N- grubu olması azot içeren molekül olduğundan kromofor özellik göstermektedir. Ayrıca buna bağlı aromatik gurupların, alkenlerin, alkinlerin, karbonillerin, halojenlerin olması bu özelliği daha da artıracaktır. Bu özellikten dolayı Schiff bazların fotoluminesans, floresans, fotokataliz alanındaki uygulamalar dikkat çekmiştir.

N,N'-Bis(2-metoksi feniliden)-1,5-diamino naftalin ve *N,N'*-bis(3,4,5-trimetoksi feniliden)-1,5-diamino naftalin Schiff bazları sentezlenerek analitik ve spektroskopik yöntemler ile karakterize edilerek elektrokimyasal, fotoluminesans ve antikanser özellikleri farklı şartlarda incelenmiştir. Bunların sensör özelliği incelenmiş ve renk değişikliği metal katyonların ilave edilmesiyle farklılık oluşturarak 545 nm'den 585 nm'e kayarak batokromik kayma gözlemlendiği belirtilmiştir [99].



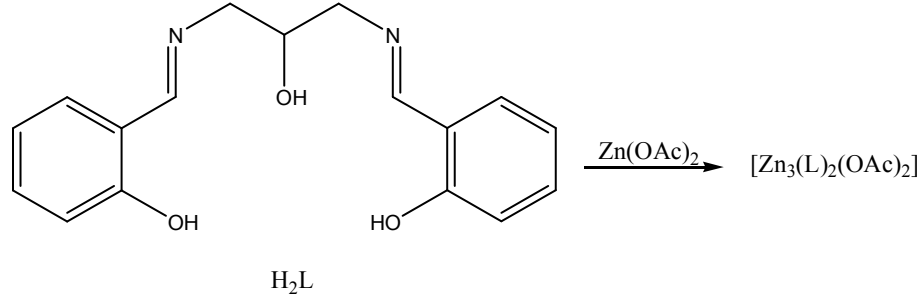
Şekil 2.19. Naftalin İçerikli Schiff Bazları

Zn tespiti için konjüge Schiff bazı temel alınarak iki yeni floresan problrı geliştirilmiştir. Floresan problrın elektron katılmaları ve absorpsiyon özellikleri, orbital enerjileri, molekül geometrileri karşılaştırılarak yoğunluk fonsiyonel teorisi ile B3LYP/6-31G'de hesaplanmıştır. Problrın floresan özellikleri UV-Vis ve floresans spektrometre ile incelenmiştir. Metal iyonlar ile Zn karşılaştırılarak incelenmiş ve problrın Zn için çok iyi seçici ve hassas olduğu tespit edilmiştir [100].



Şekil 2.20. Sentetik Schiff Bazları

N,N'-Bis(salsiliden)-1,3-diaminopropan-2-ol Schiff bazı sentezlenmiş ve karakterize edilmiştir. Bu ligandın trinükleer Zn kompleksi elde edilmiştir. Her ikisi de çok iyi floresans özellik göstermiştir. Zn ligandı prolitik metod ile çinko oksit nanopartikül elde etmek için bir ön madde olarak kullanılmıştır. Organik boyaların indirgenmesinde bir fotokatalitik ajan olarak kullanılmıştır [101].

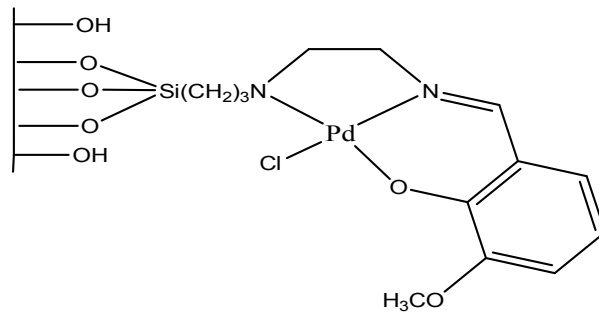


Şekil 2.21. *N,N'*-Bis(salsiliden)-1,3-diaminopropan-2-ol Schiff Bazı ve Zn Kompleksi

2.1.5.5. Schiff Bazlarının Katalitik Özellikleri

Schiff bazlarının ve metal komplekslerinin geniş kullanım alanına sahip olmasında katalitik aktivite büyük bir önem taşımaktadır. Bunlar homojen ve heterojen reaksiyonlarda katalizör olarak görev almaktadır; polimerizasyon, oksidasyon, epoksidasyon, halka açma, alkilasyon, katılma, karbonilasyon, Diels-alder, aldol kondenzasyon, Heck, Suzuki gibi reaksiyonlarda katalitik aktivite gösterdiği ve çok sayıda çalışma yapıldığı görülmektedir [74,102-105].

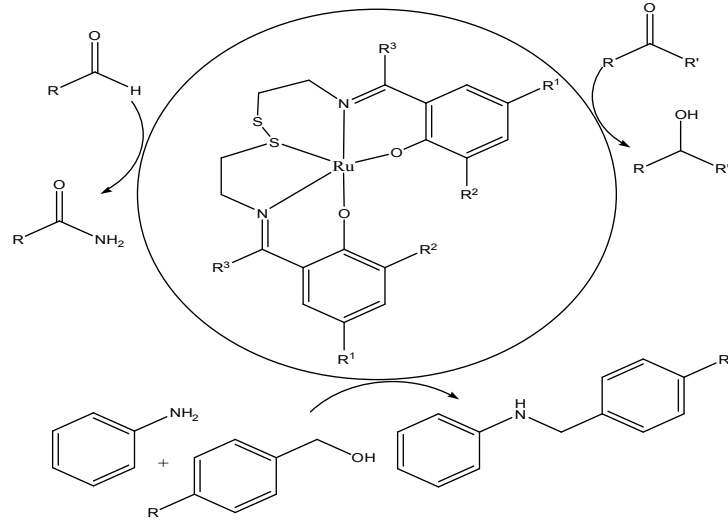
Yeni bir hibrit kataliz olan Pd(II) Schiff bazı kompleksi *o*-vanilinden ve 3-[(2-aminoetilamino)propil]trimetoksi silan'dan sentezlenerek Suzuki C-C çapraz eşleşme reaksiyonlarda katalitik aktivitesi değerlendirilmiştir. Aril boronik asit ve aril halojenürler ile reaksiyonlarda yüksek aktivite gösterdiği tespit edilmiştir [106].



Şekil 2.22. Pd(II) Schiff Bazı

Gözenekli silika üzerine yerleştirilen *N*-(3-(trimetoksisilil)-propiletildiamin ile 4-hidroksisalisilaldehitin kondenzasyonundan Schiff bazı ve Pd(II) metal tuzundan kompleksi elde edilmiştir. Değişik spektral yöntemlerle karakterize edilerek farklı alkenlerin epoksidasyonundaki katalitik etkisi araştırılmıştır. Bu katalizör olefinlerin epoksidasyonunda yüksek aktivite gösterdiği belirtilmiştir [107].

Disülfid bağı bulunan Ru(II) Schiff bazı kompleksi 2-hidroksibenzaldehit/2-asetilbenzaldehit türevleri ve sistamin ile sentezlenerek karakterize edilmiştir. Bu bileşiklerin aldehitlerin amitlere dönüşümünde, *N*-alkilasyonda, transfer hidronejasyon reaksiyonlarda katalizör olarak kullanılmıştır. Katalitik çalışmalarda, bu kompleksler tüm bu dönüşümlerde çok yönlü bir katalizör olduğu belirtilmiştir [108].

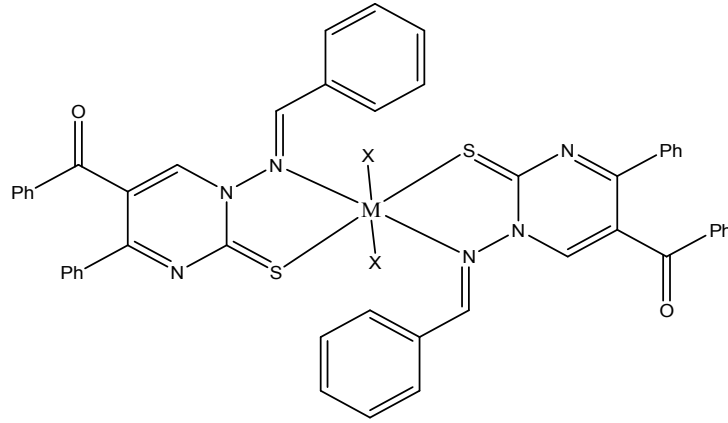


Şekil 2.23. Ru(II) Schiff Baz Kompleksi; *N*-alkilasyon, Transfer Hidrojenezasyon, Aldehit Amit Dönüşümü

2.1.5.6. Schiff Bazlarının Termal Davranışları

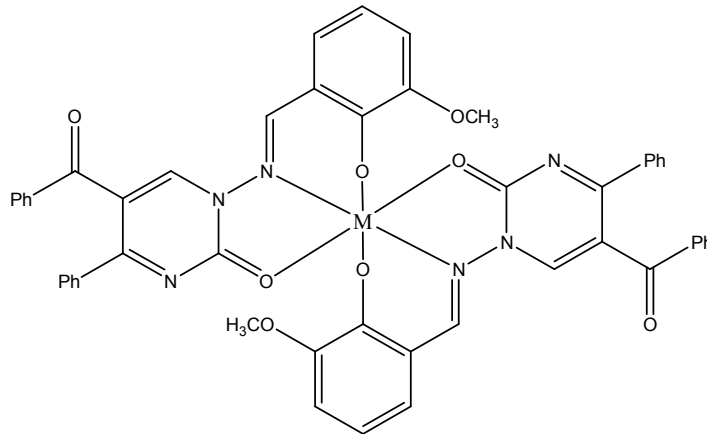
Maddenin belirli sıcaklık altında fiziksel özelliklerindeki değişmelere bağlı olarak yapı analizinde, ısıl özelliklerin belirlenmesinde, erime kaynama ve dekompozite sıcaklıklarının tespitinde, kalite kontrol araştırılmasında, ekzotermik mi endotermik mi hakkında bilgilendirilmesinde, ısı miktarın ölçülmesinde termal özeliğinden faydalanılır. Bu özellikler kullanılarak Schiff bazların sıcaklık karşısındaki değişimleri incelenmiştir [65,109,110].

5-Benzoil-1-(fenil-metilenamino)-4-fenil-1*H*-pirimidin-2-tiyo Schiff bazı hazırlanarak Cu(II), Ni(II), Co(II) ve Zn(II) kompleksleri elde edilmiştir. Yapıları spektral yöntemlerle tayin edilerek termal çalışmaları rapor edilmiştir [111].



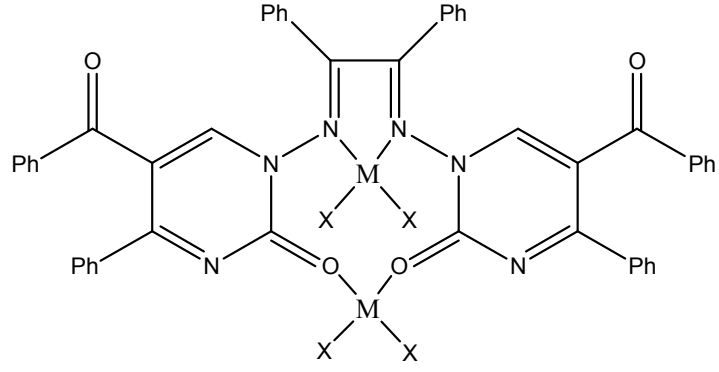
Şekil 2.24. 5-Benzoil-1-(fenil-metilenamino)-4-fenil-1*H*-pirimidin-2-tiyo Schiff Bazı Kompleksleri

1-Amino-5-benzoil-4-fenil-1*H*-pirimidin-2-on ve 3-metoksisalisilaldehitten türetilen heterosiklik Schiff bazın Cu(II), Co(II), Ni(II) ve Zn(II) kompleksleri sentezlenmiş ve değişik spektral yöntemlerle ve termogravimetrik analizlerle karakterize edilmiştir [112].



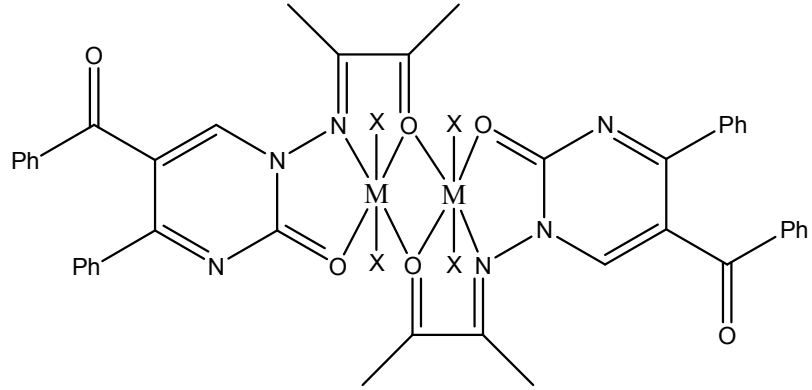
Şekil 2.25. Heterosiklik Schiff Bazı Kompleksleri

Template etki ile 1-amino-5-benzoil-4-fenil-1*H*-pirimidin-2-on, benzil ve Cu(AcO)₂.H₂O, NiCl₂.6H₂O, Co(AcO)₂.4H₂O, CdCl₂.2H₂O metal tuzları kullanılarak 2:1:2 stokiyometrik oranda binükleer Schiff baz metal kompleksleri sentezlenerek termal çalışmalarla ve diğer spektroskopik yöntemlerle karakterize edilmiştir [113].



Şekil 2.26. Binükleer Schiff Bazı Kompleksleri

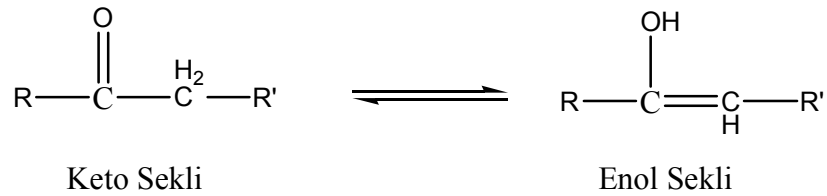
N-aminoprimidinamin, 2,3-bütandion ve Cu(II), Co(II), Ni(II), Zn(II) metal tuzlar ile template sentez yöntemiyle Schiff bazı kompleksleri sentezlenmiş ve termal özellikleri termogravimetri ile çalışılmıştır [114].



Şekil 2.27. *N*-aminopirimidin Binükleer Schiff Bazı Kompleksleri

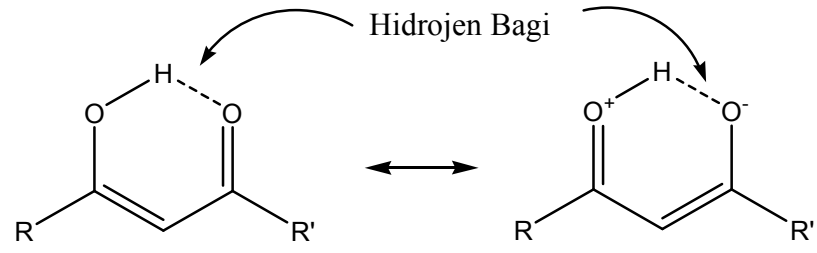
2.1.5.7. Schiff Bazların Tautomerleşme Özelliği ve Hidrojen Bağları

Karbonil bileşiklerin keto ve enol şeklinde izomerleri bulunabilir. Birbirine kolayca dönüşebilen bu tür izomere tautomerler, bu tür dönüşümlere ise tautomerleşme denir. Genelde keto-enol tautomerleri denge halinde bulunur.



Şekil 2.28. Keto-Enol Tautomer Denge Hali

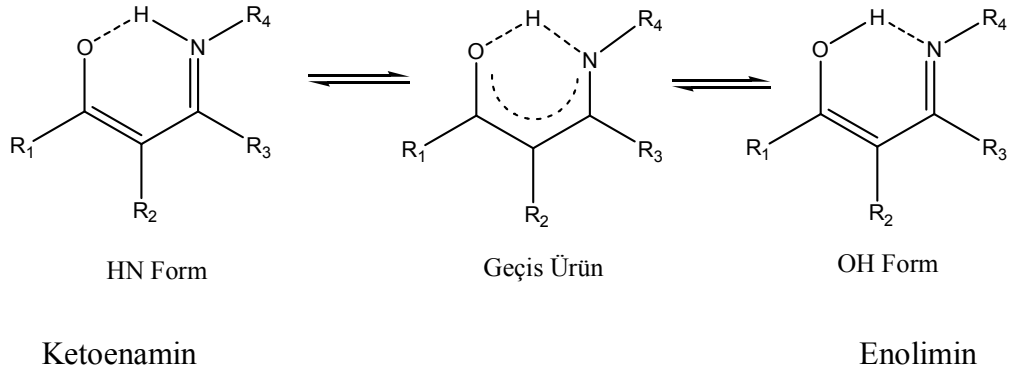
Halka halindeki hidrojen bağından kazanılan kararlılık ve konjuge ikili bağların rezonans kararlılığı enol yapısını daha kararlı kılmaktadır.



Şekil 2.29. Enol Halinin Rezonans Kararlılığı

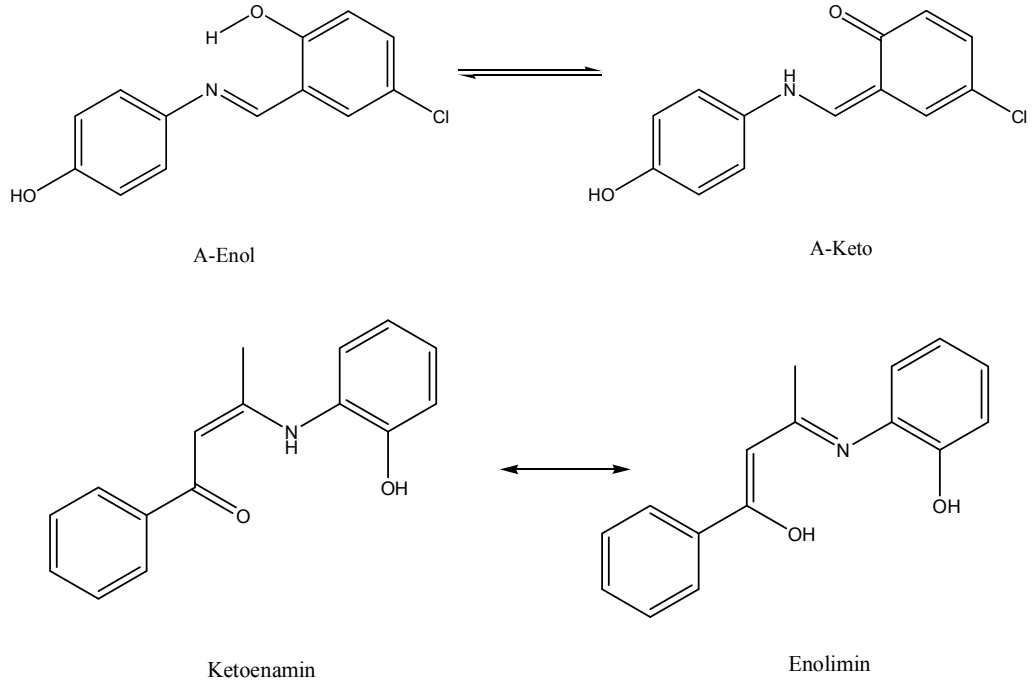
Keto ve enol tautomerik denge yoğunluğu UV-Vis, X-ray, IR ve NMR spektroskopik yöntemlerle tayin edilmektedir.

Schiff bazlar konjuge çift bağ (CH=N) ve hidrojen bağ üzerinden izomer oluşturabilirler. Bu izomerlerin oluşturduğu tautomerleşmede ketoenamin (HN) ve enolimin (OH) tautomer formları oluşturur ve bunlar denge halindedir [114,117].



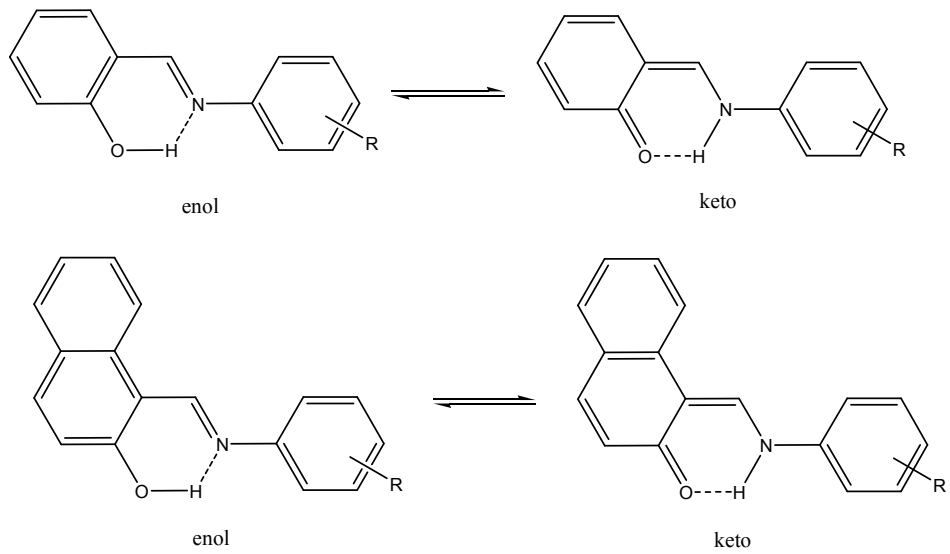
Şekil 2.30. Ketoenamin (HN) ve Enolimin (OH) Tautomer Formları

Salisilaldehit ile enamionlardan elde edilen ve benzoilaseton ile anilinden elde edilen Schiff bazların ketoenamin ve enolimin formları arasındaki tautomerik denge UV-Vis, IR, NMR ve X-ray spektral yöntemler kullanılarak analiz edilmiştir [115].



Şekil 2.31. Salisilaldehit ve Benzoilaseton Türevli Schiff Bazları Ketoenamin ve Enolimin Tautomerik Dengesi

o-Hidroksialdehitlerden keto-enol tautomerik şekilleri halinde elde edilen Schiff bazların tautomeri denge halinde bulunduğu, benzaldehit türevlerinde enol şekli kararlı olduğu naftaldehit türevlerinde ise enol ve keto formları karışık şekilde bulunduğu belirtilmiştir. DFT ve *ab initio* hesaplama ile NMR sonuçları karşılaştırılmıştır [116].



Şekil 2.32. Benzaldehit ve Naftaldehit Türevli Schiff Bazları Enol-Keto Tautomeri

2.1.5.8. Schiff Bazlarına pH Etkisi

Belirtildiği üzere Schiff bazı sentezlerinde ve fiziksel etkilerinde pH önemli olduğu ve bunun ile ilgili etkileri araştırılmıştır.

1-((4-bromofenilimino) metil) naftalin-2-ol ve 1-((4-klorofenilimino)metil) naftalin-2-ol Schiff bazları sentezlenmiş ve çeşitli spektral yöntemlerle karakterize edilmiştir. Bu bileşiklerin fotometrik ve elektrokimyasal özellikleri geniş pH aralığında incelenmiştir [118].

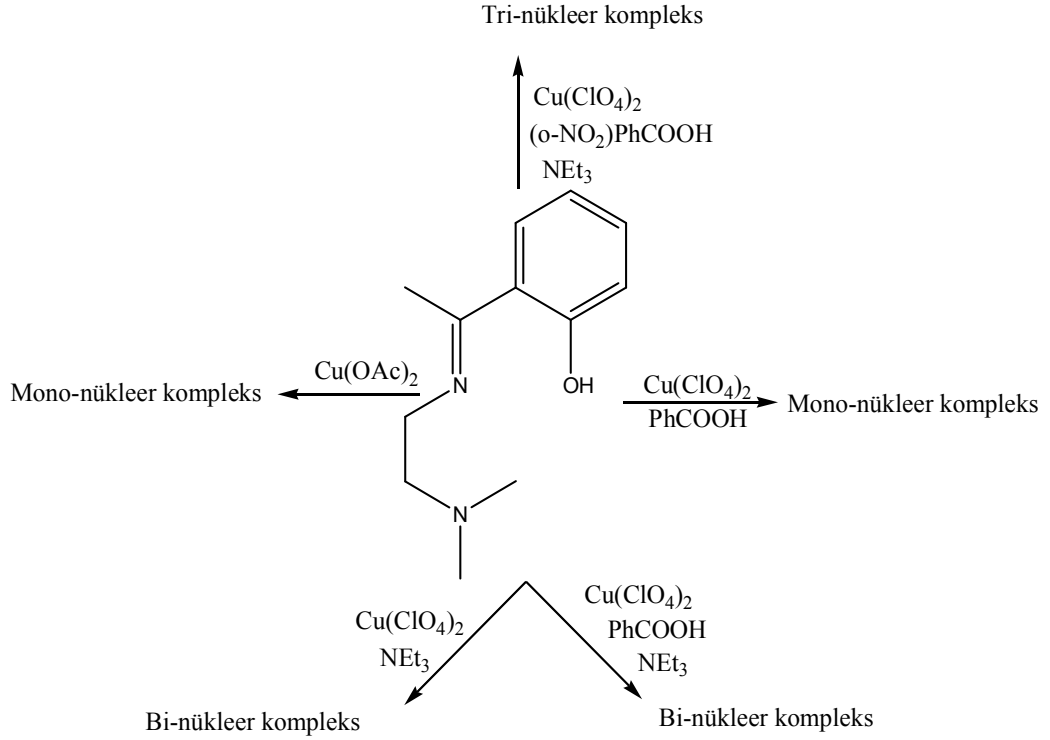
4-Hidroksisalisidensitosan Schiff bazı ligandı, 2,4-dihidroksibenzaldehit ile sitosandan elde edilmiş ve Cu(II), Co(II), Ni(II), Zn(II), Pd(II), Fe(III), Ru(III), Rh(III), Au(III) Schiff bazı kompleksleri sentezlenmiştir. Ligandın ayrışma sabitleri ve metal komplekslerin kararlılık sabitleri pH ölçümleriyle belirlenmiştir [119].

Değişik benzaldehit türevleri ile *p*-aminobenziliden Schiff bazları sentezlenmiş ve pH 5.0'de asit katalizli hidroliz kinetiği ve pH 7.4'de kararlılığı florojenik model bileşikler kullanılarak çalışılmıştır. pH 5.0'da etkili hidroliz olmasıyla ve pH 7.4'te uzun süreli kararlılık göstermesiyle antikanser ön-ilaç olarak geliştirilebileceği önerilmiştir [120].

2.1.6. Schiff Bazı Metal Kompleksleri

Metaller elektron yapısına göre ve liganttaki donör atom sayısına göre düşük koordinasyonlu, dört koordinasyonlu, beş koordinasyonlu, altı koordinasyonlu veya daha fazla koordinasyonlu Schiff bazı metal kompleks bileşikleri oluşturabilir, ancak yaygın olarak altı koordinasyonlu bileşikler oluşmakta ve çoğu çalışmalar mononükleer, binükleer, trinükleer komplekslerden oluşmaktadır.

Sentezlenen 2-[1-(2-dimetilamino-etilimino)-etil]-fenol Schiff bazı ligandı Cu(II) metal tuzlarıyla mono-, bi-, tri-nükleer kompleksleri elde edilmiş ve spektral yöntemlerle karakterize edilmiştir [121].



Şekil 2.33. Schiff Bazına ait Mono-, Bi-, Tri-Nükleer Cu(II) Kompleksleri

Mono-nükleer Cu(II), Zn(II) ve Cd(II) kompleksleri [122], mono-nükleer Cu(II), Co(II), Ni(II) ve Zn(II) kompleksleri [46,47,49,76,78,83,111,112,125,128,131], mono-nükleer ve bi-nükleer Fe(III) Cr(III) kompleksleri [123], mono-nükleer Ni(II) ve bi-nükleer Cu(II), Zn(II) ve Co(II) kompleksleri [124], bi-nükleer Cu(II), Ni(II), Cd(II) ve Co(II) kompleksleri [113,126], bi-nükleer Cu(II) kompleksi [127], mono-nükleer ve bi-nükleer Cu(II), Co(II), Ni(II), Zn(II), Cd(II) ve Mn(II) kompleksleri [129,130,131], mono-nükleer Pt(II) ve Pd(II) kompleksleri [45,48], tri-nükleer Cu(II), Co(II), Ni(II), Zn(II), Cd(II), Fe(II) ve Mn(II) kompleksleri [133-138] sentezlenerek değişik spektral yöntemlerle karakterize edilmiştir.

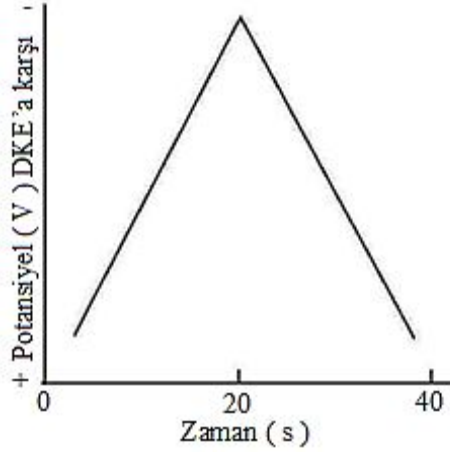
2.1.7. Elektrokimyasal Çalışmalar Hakkında Genel Bilgiler

Elektrokimya, kimya ile elektrik arasındaki ilişkiyi inceleyen ve elektronların aktarıldığı yükseltgenme/indirgenme tepkimelerinden oluşan bir bilim dalıdır. Bir elektrokimyasal tepkime olan yükseltgenme-indirgenme tepkimeleri elektrokimyasal hücrelerde gerçekleşir. Bir metal iyonu (M^{n+}) n elektron kazanarak (M) metal atomuna dönüşebilir, bu durumda iyon indirgenir. Bir metal atomu (M) n elektron kaybederek (M^{n+}) iyonuna dönüşebilir, bu durumda ise metal atomu yükseltgenir. Bu olay metal atomlarıyla uygun çözeltilerdeki metal iyonları arasında gerçekleşir. Böyle

kullanılan metal parçacığa elektrot; yükseltgenmenin oluşturduğu elektrota anot, indirgenmenin oluşturduğu elektrota ise katot denir. Böylece bir yarı-hücre oluşturulur. Bu yarı-hücrelerdeki elektrotlar bir voltmetreye bağlanarak ve çözeltileri de bir tuz köprüsü vasıtasıyla birleştirilerek bir elektrokimyasal hücre sistemi oluşturulur. Bu sistemde metallerdeki elektronların taşınması sonucu metalik iletkenlik, iyonlardaki iyon yüklerinin taşınması sonucu iyonik iletkenlik meydana gelecektir. Elektrokimyasal hücrelerde kendiliğinden gerçekleşen kimyasal tepkime sonucunda elektrik üretilir. Bu tür hücrelere volta veya galvani hücresi olarak adlandırılır. Kimyasal tepkimenin kendiliğinden gerçekleşmeyen ve elektriğe ihtiyaç duyulan hücrelere ise elektroliz hücresi olarak adlandırılır [86]. Elektrik akımı birimi olan amper, birim zamanda akan elektrik yük miktarına bağlıdır. Elektrik akımının akması için elektrik potansiyeli uygulanması gerekir. Böylece potansiyeli yüksek olan noktadan düşük olan noktaya doğru elektrik akımı akar. Bu elektriksel gerilimin birimi ise voltur. Elektroanalitik teknikler statik ve dinamik teknikler olarak sınıflandırılır. Statik teknikler; potansiyometri, seçici elektrotlar, potansiyometrik titrasyonlar şeklinde ayrılırken dinamik teknikler ise; potansiyel kontrollü, akım kontrollü, yük kontrollü olarak ayrılır. Potansiyel kontrollü dinamik teknik en çok kullanılan tekniklerdendir. Burada ise kronoamperometri, potansiyel kontrollü kulometri ve voltametri tekniği kullanılmaktadır. Voltametri, bir indikatör veya elektrotun polarize olduğu ve uygulanan potansiyelin bir fonksiyonuna bağlı olarak elde edilen akımın ölçülmesinden faydalanarak akım şiddeti-potansiyel eğrilerinin özelliklerini inceleyen ve değerlendiren bir elektroanalitik metodudur. Uygulanan bu metotta kullanılan elektrot çeşidi katı bir elektrot ise yapılan ölçüm voltametik bir ölçümdür, kullanılan elektrot çeşidi civa elektrot ise yapılan ölçüm polarografik bir ölçümdür. Değişik voltametik metot uygulamaları; normal voltametri, puls voltametri (normal puls, diferansiyel puls, kare dalga), dönüşümlü voltametri, sıyırma voltametri (anodik, katodik, adsorptif) gibidir ve bazı uygulamaları kısaca aşağıda özetlenmiştir.

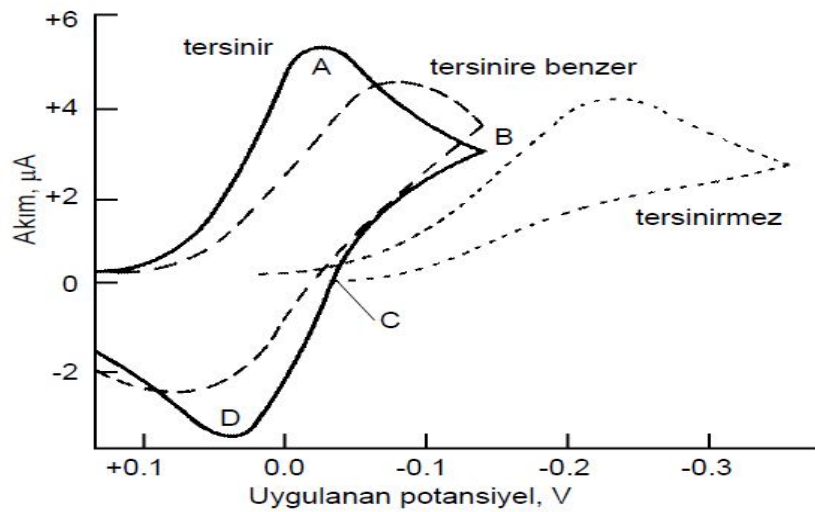
2.1.7.1. Dönüşümlü Voltametri (CV)

Dönüşümlü voltametri (CV) çalışma elektroduna belirli bir tarama hızında potansiyelin hem ileri hem geri yönde uygulanması esasına dayanan üçgensel potansiyel döngüsü olacak şekilde (Şekil 2.34) yapılan akım ölçümleridir.



Şekil 2.34. Üçgensel Potansiyel Döngüsü

Başlangıçtaki tarama negatif yönde veya pozitif yönde olabilir. Belirli bir dönüş potansiyeline doğru negatif yöndedir ve ileri tarama, dönüş potansiyeline ulaştığında tarama ters döner ve pozitif yöndedir ve geri tarama olarak adlandırılır. İleri yönde taramada indirgenme olmuşsa geri yönde taramada yükseltgenme olması beklenir. Şekil 2.35'deki gibi voltamogram elde edilir.

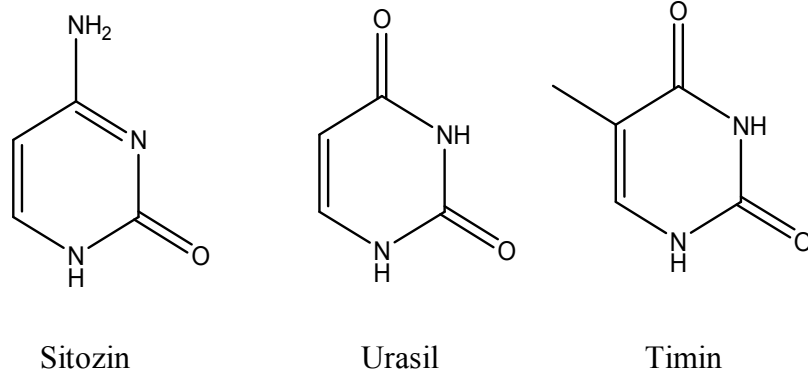


Şekil 2.35. Dönüşümlü Voltametri Akım-Potansiyel Eğrisi

Katodik potansiyel uygulandığında başlangıçtan B'ye kadar bir eğri elde edilir. İndirgenme sebebiyle bir katodik akım gözlenir. İndirgenebilen madenin yüzey derişimi küçüldüğünden akımda hızlı bir artış olur, pikin tepe noktasından (A) sonra difüzyon tabakası, elektrot yüzeyinden uzaklaştıkça hızla küçülür. B'de uygulanan katodik potansiyel azalmaya başlar ve B-C aralığında indirgenme devam eder, ancak indirgenmiş madde derişimi azalmış olduğundan akımda azalır. Madde indirgenmeyecek duruma geldiğinde C potansiyeline ulaşır burada akım sıfırdır. Potansiyelde daha fazla pozitif gidildiğinde indirgenmiş olan tanecikler yükseltgenmeye başlar. Konsantrasyon sıfır oluncaya kadar devam eder ve anodik D piki oluşur [87-89].

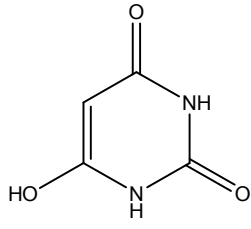
2.1.8. Pirimidin Türevleri Hakkında Genel Bilgiler

DNA ve RNA temel yapı taşı oluşturulan sitozin, urasil, timin (Şekil 2.36) bazıları pirimidin türevleri halka içinde bulunan ve 1,3 konumdaki azot atomlarından dolayı 1,3-diazin veya m-diazin olarak da adlandırılır. Pirimidinler DNA ve RNA'nın yapı taşı olması nedeniyle biyolojik fonksiyonları araştırılarak metallerle olan etkileşimi ve fonksiyonel özellikler araştırma konusu olmuştur [75,139,140].

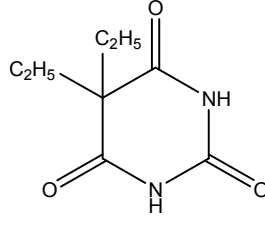


Şekil 2.36. Pirimidin Türevleri

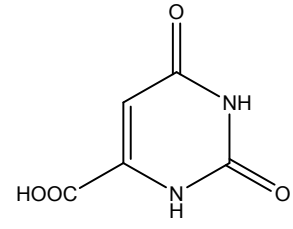
Pirimidin halka sistemi doğada sık rastlanan bir heterosiklik sistemdir. B₁ vitamin (tiyamin) yapısında, barbitürik asit ve orotik asit yapısında, ve hipnotik olarak kullanılan veronal bileşkerin yapısında pirimidin halka sistemi bulunmaktadır (Şekil 2.37) [140]. 1,3-Dikarbonil bileşiği ile iminoamitler (amidinler) veya üre (tiyoüre) türevlerin kondenzasyonundan sentezlenmektedir. Saf pirimidin elde etmek için değişik katalizör kullanılarak pirimidin türevleri sentezlenmiş ve klorlanma yapılarak indirgenme neticesinde saf pirimidin elde edilmiştir.



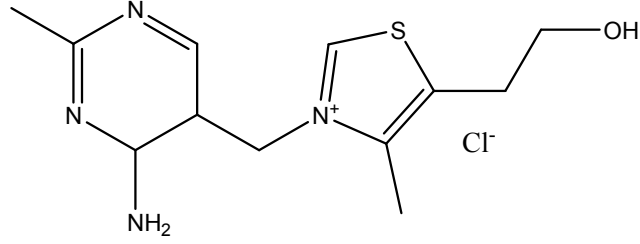
Barbitürük asit



Veronal



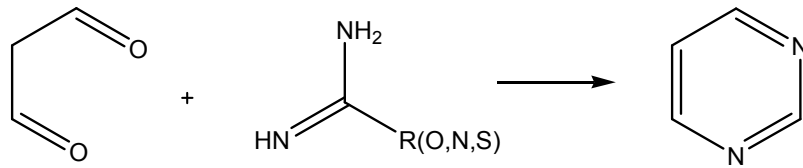
Orotik asit



B₁ Vitamini (Tiyamin)

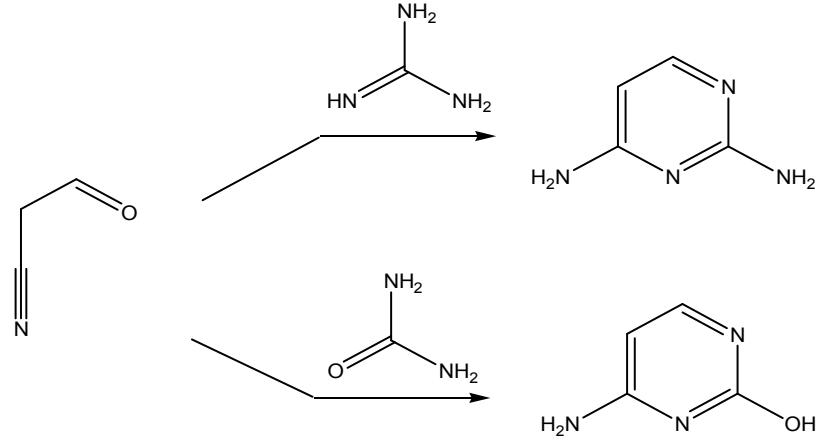
Şekil 2.37. Pirimidin Türevli Farklı Bileşikler

Pirimidin sentezinde yaygın olarak iki bileşenli eşleşmeden ve üç bileşenli eşleşmeden oluşan iki temel yöntem vardır. Ancak bir bileşenli eşleşmeyle de pirimidin türevleri sentezlenebilmektedir [141]. İki bileşenli eşleşmede, 1,3-dikarbonil bileşiği ile iminoamitler (amidinler) veya üre (tiyöüre) türevlerin veya guanidin kondenzasyonundan sentezlenmektedir (Şekil 2.38).



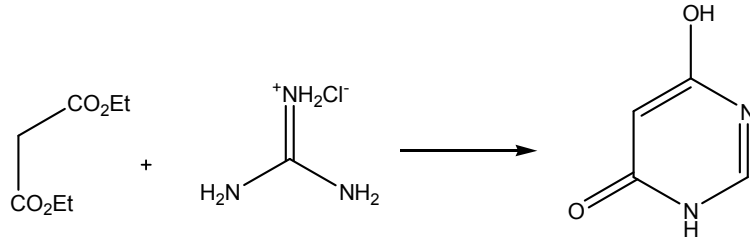
Şekil 2.38. Pirimidin Sentezi (İki Bileşenli Eşleşme)

1,3-Dikarbonil bileşiğin bir ucundaki karbonil grubu yerine siyano grubu bağlı olduğunda pirimidin sentezi 4-aminopirimidin olarak gerçekleşir (Şekil 2.39).



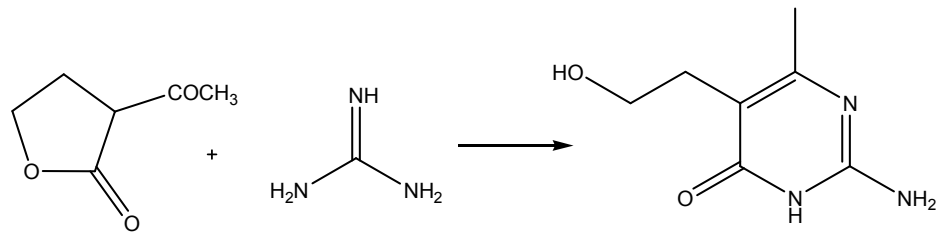
Şekil 2.39. 4-Aminopirimidin Sentezi

1,3-Dikarbonil bileşiğin her iki ucundaki karbonil grubu yerine karboksilik ester kullanıldığında 4-pirimidinon ve 6-hidroksi-4-pirimidinon oluşturmaktadır (Şekil 2.40).



Şekil 2.40. 4-Pirimidinon Sentezi

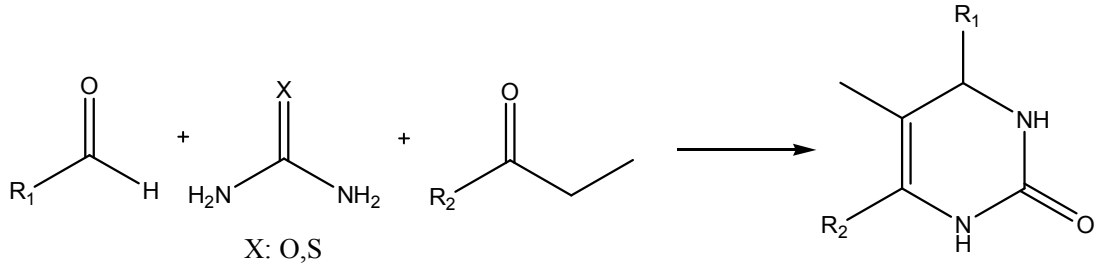
Pirimidin içerikli bileşiklerin antikanser ilaç olarak geniş bir şekilde kullanılması ve bu temel yaklaşım kullanılarak çok sayıda pirimidinler sentezlenmiştir. Bunlardan birisi olan, guanidin ile butirolakton esterlerin açılmasını içeren pirimidinon sentezidir (Şekil 2.41).



Şekil 2.41. Farklı Türden 4-Pirimidinon Sentezi

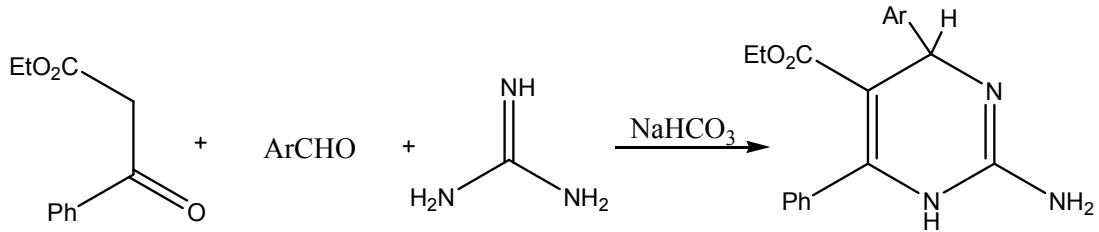
İkincisi üç bileşenli eşleşmede Biginelli reaksiyon olarak bilinen bir aldehit, bir üre veya tiyüre ve kolay enolleşebilen bir karbonil ile primidin türevleri sentezlenmiştir.

Bu reaksiyon temel alınarak fonksiyonel 2-pirimidinon türevleri sentezlenmiştir (Şekil 2.42).



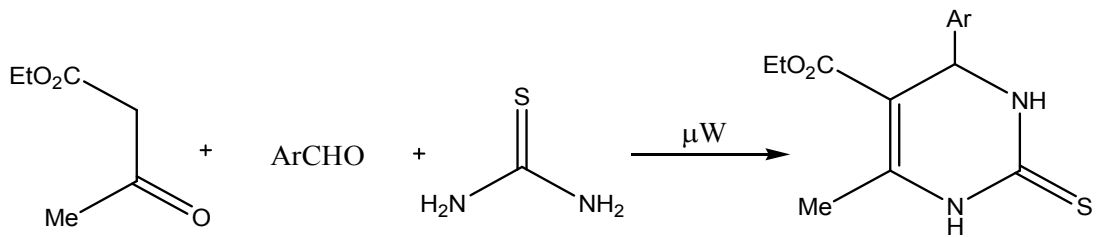
Şekil 2.42. 2-Pirimidinon Sentezi

β -keto ester, aril aldehit ve guanidin kullanılarak elde edilen 2-aminopirimidin üç bileşenli bir eşleşme olarak rapor edilmiştir (Şekil 2.43).



Şekil 2.43. 2-Aminopirimidin Sentezi

Benzer şekilde β -keto ester, aril aldehit ve tiyüre kullanılarak Michael reaksiyon ile asit katalizörlüğünde yüksek kaynama sıcaklığına sahip çözücünde veya çözücü olmadan ve yüksek sıcaklık olmadan mikrodalga kullanılarak 2-pirimidintiyon türevleri sentezlenmiştir (Şekil 2.44).



Şekil 2.44. 2-Pirimidintiyon Sentezi

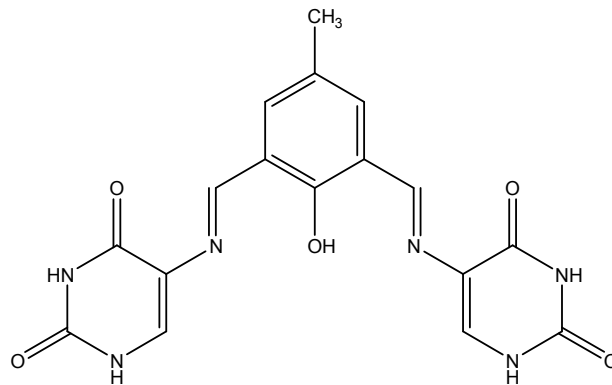
Çeşitli pirimidin içerikli pirimidinler, antibiyotik, antitümör, antimikrobiyal, antimalarial, kardiyotonik, antihipersensitive, antibronşitik, antiprotozoal, antiepileptik, anestezik, analjezik, anti-HIV [45,141-149] gibi güçlü aktivite göstermelerinden dolayı tıpta ve eczacılıkta yerini almıştır. Özellikle kompleks

yapılar antitümör özellik göstermesinden pirimidin içerikli kompleks yapılar çalışılmıştır. Örneğin *Streptomyces verticillus* adlı bakteri tarafından üretilen glikopeptit yapıda bir antibiyotik olan kompleks bleomisinler değişik kanser tedavisinde kullanılmaktadır. Kompleks yapılu pirimidinler antimikrobiyal, antitümör gibi gücü bir etkiye sahip olduğundan dolayı kolay kompleksleşebilen Schiff bazı içerikli pirimidin kompleksleri çalışılmaktadır. Pirimidinler ve metal kompleksleri biyolojik aktivite, farmakolojik özellikleri yanında herbisit aktivite, optik, elektrokimyasal, katalitik, kondüktometrik, fotoluminesans, termal özellikleri açısından da önemli olduğu ve çok sayıda araştırmalar yapılmıştır [134, 150-161].

2.1.8.1. Pirimidin Halkalı Schiff Bazları

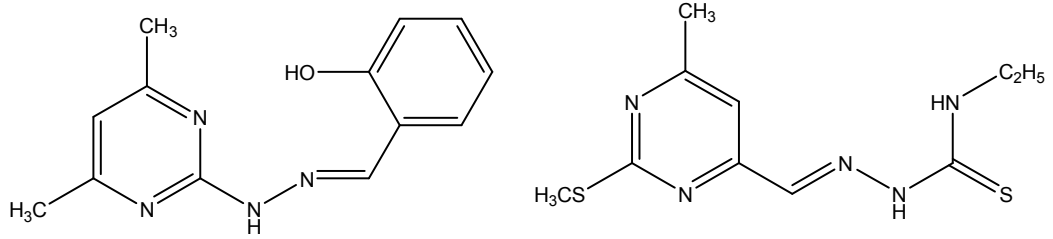
Pirimidintiyon içerikli Schiff bazı ve metal kompleksleri üzerine çok çalışma yapılmış ve bu çalışmalarla ilgili bileşiklerin biyolojik, eczacılık ve endüstriyel açıdan önemli olduğu belirlenmiştir. Schiff bazı komplekslerin aromatik aminleri özellikle kemoterapi alanında aktiftir [75]. *N*-aminopirimidin ve pirimidintiyonamin bileşiklerinin çeşitli aldehitlerle ve ketonlarla Schiff bazı metal kompleksleri sentezlenmiş ve yapıları değişik spektral yöntemlerle karakterize edilerek biyolojik, fiziksel ve kimyasal özellikleri araştırılmıştır [45-49,76,78,83,111-113,123,124,126,127,130-132,162-165].

2,6-diformil-4-metilfenol ile 5-aminourasil kondenzasyonundan elde edilen Schiff bazının ve metal komplekslerinin yapıları spektral yöntemlerle belirlenmiş ve biyolojik aktivite gösterdiği tespit edilmiştir [166].



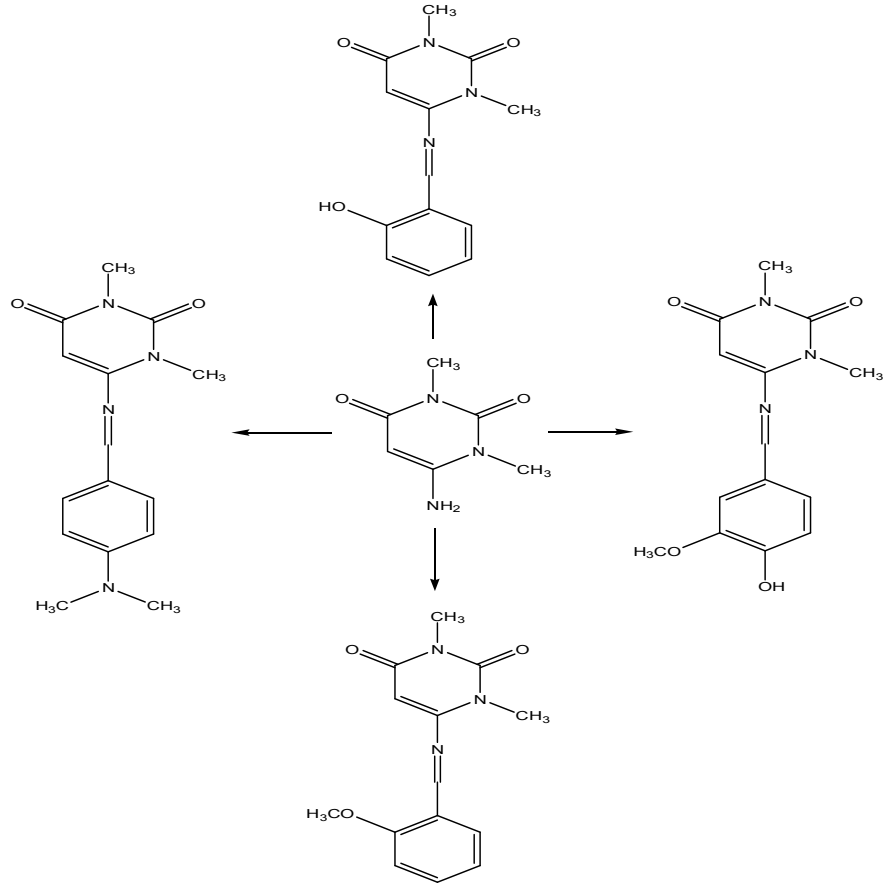
Şekil 2.45. 2,6-Diformil-4-metilfenol ile 5-aminourasil Schiff Bazı

Pirimidin yapılı Schiff bazlarının sentezi ile ilgili elde edilen ligandların Cu(II) nitrat tuzuyla kare piramit geometriye sahip kompleksler elde edilmiş ve magnetik özellikleri ile pH'a bağlı potansiyel özelliği araştırılmıştır [167].



Şekil 2.46. Bazı Pirimidin Yapılı Schiff Bazları

4-Amino-1,3-dimetil-2,6-pirimidindion ile benzaldehit türevlerinden Schiff bazları ve Co(II), Ni(II) kompleksleri sentezlenerek termal davranışları ve biyolojik aktiviteleri incelenmiştir [168].



Şekil 2.47. 4-Amino-1,3-dimetil-2,6-pirimidindion Schiff Bazları

Pirimidin ierikli Schiff bazı ve metal kompleksleri konusunda yeni arařtırmalar yapılmakta ve bu arařtırmalarda sentezlenen yeni bileřiklerin ok farklı zellikler gstermesinden dolayı nemi her geen gn artmakta ve alıřmalar bunun zerine yoęunlařmaktadır.

BÖLÜM 3

MATERYAL VE METOTLAR

3.1. MATERYAL

3.1.1. Deneylerde Kullanılan Kimyasal Maddeler

Deneysel çalışmalarımızda kullanılan kimyasal maddeler, analitik saflıkta olup Merck, Fluka, Sigma ve Aldrich gibi firmaların ürünleridir. Bu çalışmada çıkış materyali olan 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on literatürde verildiği şekilde sentezlenmiştir [1]. Schiff bazların sentezi için 2-hidroksibenzaldehit, 2-hidroksi-5-metoksibenzaldehit, 2-hidroksi-1-naftaldehit, 2-hidroksi-3-metoksibenzaldehit (*o*-vanilin) kullanılmıştır. Bu Schiff bazı ligandların sentezi için temel kimyasal maddeler ve komplekslerin sentezinde ise Co(II), Ni(II), Cu(II), Pd(II)'in asetat tuzları kullanılmıştır.

Ayrıca saflaştırma işlemlerinde ve organik reaksiyonların hazırlanmasında, kurutulmasında birçok organik çözücü, kurutucu denenmiş ve kullanılmıştır. Kullanılan temel kimyasallar ile çözücüler ve metal tuzlar Tablo1'de özetlenmiştir.

Tablo 1. Kullanılan Kimyasal Maddeler

Kimyasal Maddeler	Firma Adı	Katalog No
2-Hidroksibenzaldehit	Aldrich	W300403
2-Hidroksi-5-metoksibenzaldehit	Aldrich	146862
2-Hidroksi-1-naftaldehit	Aldrich	H45353
2-Hidroksi-3-metoksibenzaldehit	Aldrich	120804
Etil alkol	Merck	1009832500
Metanol	Merck	1060092500
1-Bütanol	Merck	8222622500
Dietil Eter	Merck	1009265000
Hekzan	Merck	1043672500
Asetofenon	Merck	8000281000
Toluen	Merck	1083232500
Asetik asit(glacial)	Merck	1000632500
Hidroklorik asit	Merck	1003172500

Tablo 1. Kullanılan Kimyasal Maddeler

Sülfirik asit	Merck	1120802500
Asetonitril	Merck	1000302500
Kloroform	Merck	1024452500
THF	Merck	1081142500
Sodyum asetat	Aldrich	1062671000
Kalsiyum klorür	Merck	1023780500
Dibenzoilmetan	Merck	8205380100
Okzalil klorür	Merck	8070660500
Co(AcO) ₂ .4H ₂ O	Aldrich	403024
Cu(AcO) ₂ .H ₂ O	Aldrich	C5893
Ni(AcO) ₂ .4H ₂ O	Aldrich	244066
Pd(AcO) ₂	Aldrich	683124

3.1.2. Deneyleerde Kullanılan Araç ve Cihazlar

Deneyleerde kullanılan cam malzemeler ve temel gereçler hariç diğere araç ve cihazlar aşağıda sıralanmıştır.

Erime noktası tayin cihazı: EZ-Melt Automated Melting Point Apparatus (SRS) marka cihaz ile katı bileşiklerin erime noktaları tayin edilmiştir.

Evaporatör: Heidolph laborota 4011 digital marka evaporatör ile sıvı bileşiklerin (çözücülerin) veya suyun evapore edilmesinde kullanılmıştır.

Etiv: Nüve FN 300 marka etiv (0-2500C) bileşiklerin ve malzemelerin kurutulmasında kullanılmıştır.

TLC: DC Alufolien kieselgen 60 F 254 Merck TLC ile bileşiklerin saflığı tespit edilmiştir ve bileşiklerin ayrıştırılmasıyla kıyaslama yapılmıştır.

Isıtıcı: Heidolph MR 3002 marka magnetik ısıtıcılar ile termal reaksiyonlarda ihtiyaç duyulan ısı için kullanılmıştır.

Sentezlenen tüm ligandların ve komplekslerin analizleri aşağıdaki cihazlarla gerçekleştirilmiştir.

Elementel Analiz: Thermo Scientific Flash 2000 model elementel analiz cihazı ile (C, H, N, S) tayin edilmiştir. Bu analizler Gaziantep Üniversitesi Kimya Araştırma Laboratuvarında ve Düzce Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında yapılmıştır.

FT-IR Spektrum: Perkin Elmer Spectrum 100 FT-IR Spectrometer Universal ATR Sampling Accessory Spektrometresi ile 30-4000 cm^{-1} dalga sayısına karşılık spektrumlar alınarak fonksiyonel guruplar tespit edilmiştir. Bu analizler Gaziantep Üniversitesi Kimya Araştırma Laboratuvarında yapılmıştır.

Ultraviole-Visble (UV-Vis): PG Instruments T80+UV/Vis. Spectrophotometer ile 190-800 nm dalga boyu aralığındaki elektronik geçişler tespit edilmiştir. Bu analizler Gaziantep Üniversitesi Kimya Araştırma Laboratuvarında yapılmıştır.

^1H NMR ve ^{13}C NMR: Bruker Avance 400 MHz spektroskopi ile ppm cinsinde kimyasal kayma değerleri tespit edilmiştir. Bu analizler Gaziosmanpaşa Üniversitesi Kimya bölümünde yapılmıştır.

Magnetik Süsseptibilite: Sherwood Scientific cihaz ile $\text{Hg}[\text{Co}(\text{SCN})_4]$ standart kullanılarak Bohr Magneton (B.M.) cinsinden μ_{eff} değerleri tespit edilmiştir. Bu analizler Gaziantep Üniversitesi Kimya Araştırma Laboratuvarında yapılmıştır.

LC-MS/MS Spektrumu: Bu analizler Gaziantep Üniversitesi Kimya Araştırma Laboratuvarında yapılmıştır.

Elektrolitik İletkenlik: Thermo Scientific Electron Corporation cihaz ile $\mu\text{S}/\text{cm}$ cinsinden iletkenlik değerleri ölçülmüştür. Bu analizler Gaziantep Üniversitesi Kimya Araştırma Laboratuvarında yapılmıştır.

TGA/DTA Analiz: Setaram Simultaneous TGA/DTA cihaz ile termogravimetrik analiz yapılmıştır. Bu analizler Sütçü İmam Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında ve Düzce Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında yapılmıştır.

Dönüşümlü Voltametre (CV): Autolab PGSTAT 128N Electrochemical Analyzer cihazı ile yapılmıştır. Bu elektrokimyasal çalışmalar Batman Üniversitesi Analitik Kimya Araştırma Laboratuvarda yapılmıştır.

3.2. METOTLAR

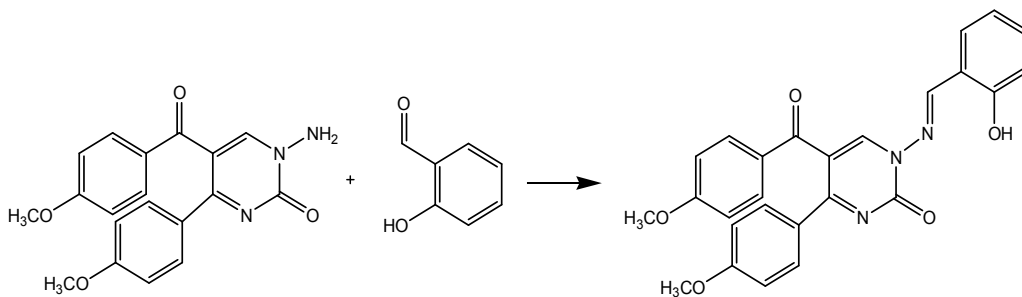
Metot veya yöntem belirlenirken öncelikli literatüre paralel uygulamalar yapılmıştır. Genel kabul görmüş Schiff baz sentezindeki yöntemler kullanılarak çalışmalar bu doğrultuda gerçekleştirilmiştir. Sentezlenmesi düşünülen Schiff baz ligandlar için

yöntemler denenmiş ve uygun şartlar belirlenmiştir. Bunun için gerekli olan sıcaklık, pH, süre, çözücü gibi etkenler dikkate alınmıştır. Sentez reaksiyonunda başlangıçtan sonraki süreçte TLC ile takip edilmiş, elde edilen bileşiklerin saflığı kontrol edilmiştir. Çıkış materyali olan 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on [1] literatürde verildiği üzere sentezlenmiş ve Schiff baz ligandların ve komplekslerin çalışmaları yapılmıştır. Bu bileşiklerin aydınlatılmasında ve karakterize edilmesinde elementel analiz, elektrolitik iletkenlik, manyetik duyarlılık ve spektral yöntemler olan FT-IR, ¹H ve ¹³C NMR, UV-Vis, LC-MS/MS, TGA/DTA gibi ölçümlerden faydalanılmıştır.

3.2.1. Schiff Baz Liganlarının Sentezi

3.2.1.1. [1-(2-hidroksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on]; (PAS) Sentezi (L₁H)

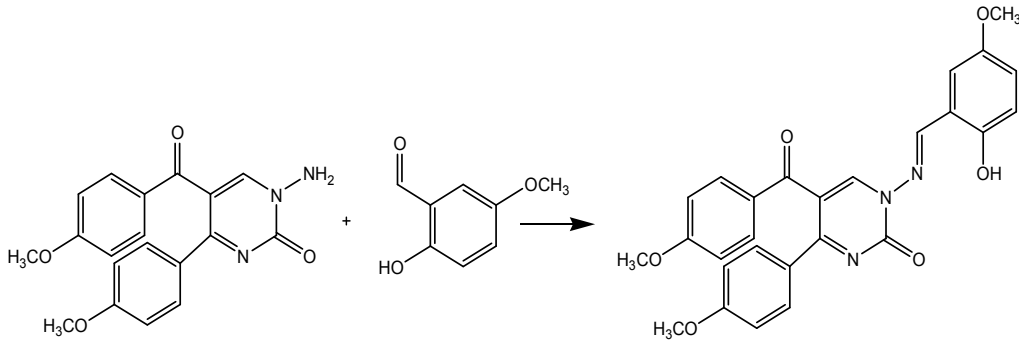
0,351 gr (1 mmol) 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on kaynama sıcaklığında, 30 ml etanolde çözüldü. Saydam olan bu çözelti üzerine 0,108 ml (1 mmol, d:1,146 g/ml MA: 122,12 g/mol) 2-hidroksibenzaldehit (salisilaldehit) ilave edildi. Çözelti geri soğutucu altında kaynama sıcaklığında reaksiyona tabi tutuldu. Reaksiyon aşamasında çözelti sarı rengini aldı. Reaksiyon süresince TLC alınarak 5 saat geri soğutucu altında ısıtıldı. Reaksiyon durdurulduktan sonra 1 saat boyunca soğukta karıştırıldı. Oluşan sarı katılar filtre edilerek soğuk etanolde yıkandı. P₂O₅ ortamında desikatörde kurutuldu. Elde edilen Schiff bazı liganı (PAS) etanolde kristallendirildi. TLC ile saflığı kontrol edilerek erime noktasına bakıldı. E.n: 225-227 °C, Kapalı Formül: C₂₆H₂₁N₃O₅, MA: 455,45 g/mol, verim %89



Şekil 3.1. 1-(2-hidroksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on (PAS) Sentezi

3.2.1.2. [1-(2-hidroksi-5-metoksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil) pirimidin-2(1H)-on]; (PASM) Sentezi (L₂H)

0,351 gr (1 mmol) 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1H)-on (PA) kaynama sıcaklığında, 30 ml etanolde çözüldü. Saydam olan bu çözelti üzerine 0,124 ml (1 mmol, d:1,219 g/ml MA: 152 g/mol) 2-hidroksi-5-metoksibenzaldehit (5-metoksisalisilaldehit) ilave edildi. Çözelti geri soğutucu altında 3 saat kaynama sıcaklığında magnetik ısıtıcıda karıştırılarak reaksiyona tabi tutuldu. Çözelti rengi reaksiyon aşamasında sarı oldu. Daha sonra TLC alınarak reaksiyon takibi neticesinde reaksiyon 12 saat sonra tamamlandı. 1 saat boyunca soğukta karıştırıldı. Oluşan sarı katılar filtre edilerek soğuk etanolde yıkandı. P₂O₅ ortamında desikatörde kurutuldu. Elde edilen Schiff bazı ligandı (PASM) 1-bütanolde kristallendirildi. TLC ile saflığı kontrol edilerek erime noktasına bakıldı. E.n: 182-184 °C, Kapalı Formül: C₂₇H₂₃N₃O₆, MA: 485,5 g/mol, verim %70

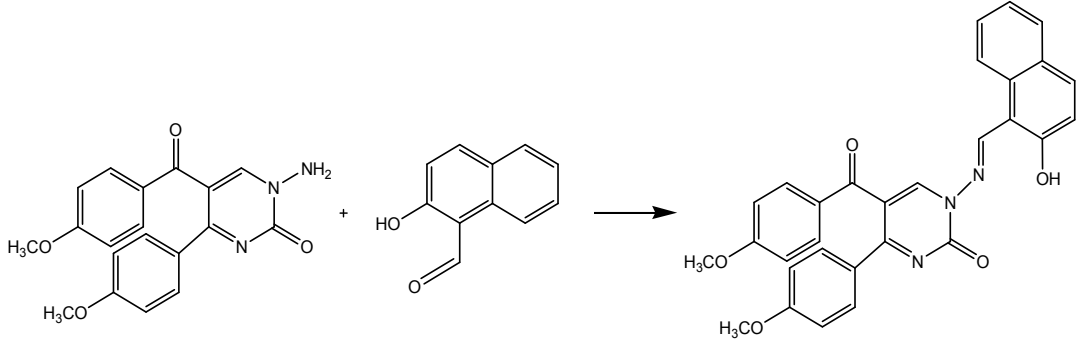


Şekil 3.2. 1-(2-hidroksi-5-metoksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil) pirimidin-2(1H)-on (PASM) Sentezi

3.2.1.3. [1-((2-hidroksinaftalin-1-il)metilenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1H)-on]; (PAN) Sentezi (L₃H)

0,351 gr (1 mmol) 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1H)-on (PA) kaynama sıcaklığında, 30 ml 1-bütanolde çözüldü. Saydam olan bu çözelti üzerine 0,172 gr 2-hidroksi-1-naftaldehit ilave edildi. Çözelti geri soğutucu altında reflaks edilmeye başlandı. Çözelti rengi kirli sarı oldu. Peryodik olarak TLC alınarak yapılan reaksiyon takibi sonucunda 7 saat sonra tamamlandı. Daha sonra 2 saat boyunca soğukta karıştırıldı. Oluşan sarı katılar filtre edilerek eterde yıkandı. P₂O₅ ortamında desikatörde kurutuldu. Elde edilen Schiff bazı ligandı (PAN) 1-bütanolde

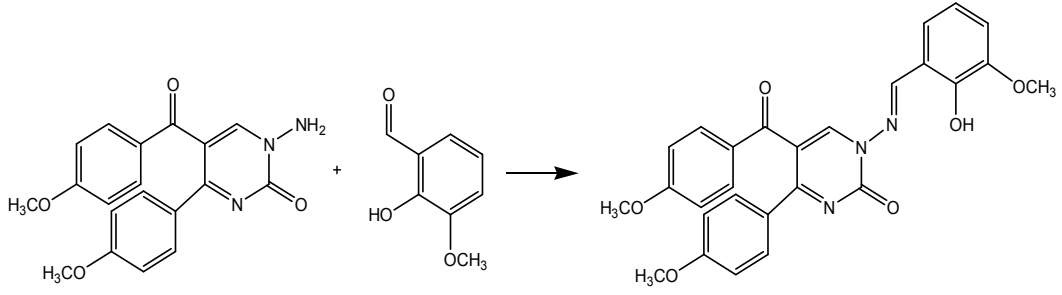
kristallendirildi. TLC ile saflığı kontrol edilerek erime noktasına bakıldı. E.n: 234-236 °C, Kapalı Formül: C₃₀H₂₃N₃O₅, MA: 505,50 g/mol, verim %55.



Şekil 3.3. 1-((2-hidroksinaftalin-1-il)metilenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1H)-on (PAN) Sentezi

3.2.1.4. [1-(2-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil) pirimidin-2(1H)-on]; (PAV) Sentezi (L₄H)

0,351 gr (1 mmol) 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1H)-on (PA) kaynama sıcaklığında, 30 ml etanolde çözüldü. Saydam olan bu çözelti üzerine 0,152 gr (1 mmol) 2-hidroksi-3-metoksibenzaldehyt (5-metoksisisilaldehyt) ilave edildi. Çözelti geri soğutucu altında reflaks edilmeye başlandı. Çözelti reaksiyon aşamasında sarı rengini aldı. Reaksiyon periyodik olarak TLC alınarak takip edildi. Buna göre reaksiyon 5 saat sonra durduruldu ve 1 saat boyunca soğukta karıştırıldı. Oluşan sarı katılar filtre edilerek soğuk etanolde yıkandı. P₂O₅ ortamında desikatörde kurutuldu. Elde edilen Schiff bazı ligandı (PAV) etanolde kristallendirildi. TLC ile saflığı kontrol edilerek erime noktasına bakıldı. E.n: 204-206 °C, Kapalı Formül: C₂₇H₂₃N₃O₆, MA: 485,5 g/mol, verim %75



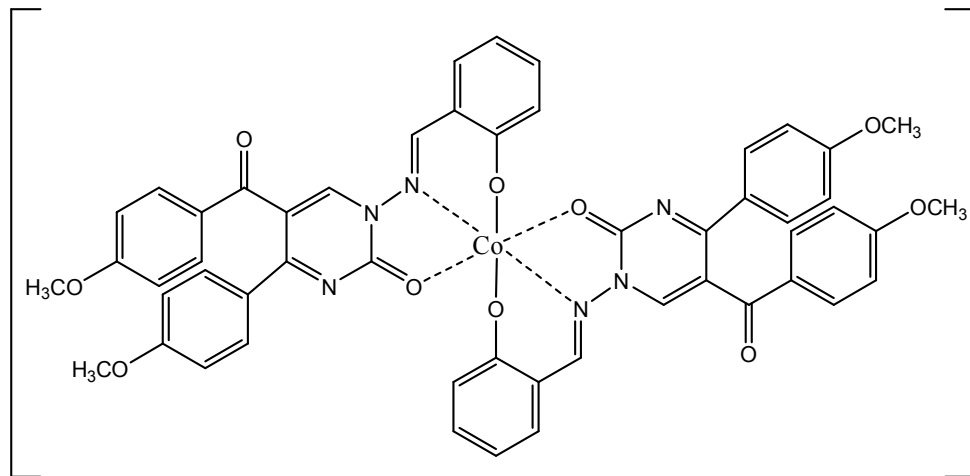
Şekil 3.4. 1-(2-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil) pirimidin-2(1*H*)-on (PAV) Sentezi

3.2.2. Schiff Baz Ligandların Metal Komplekslerinin Sentezi

3.2.2.1 PAS Ligandının (L_1H) Metal Kompleksleri

3.2.2.1.1. $[Co(L_1)_2]$ Kompleksinin Sentezi

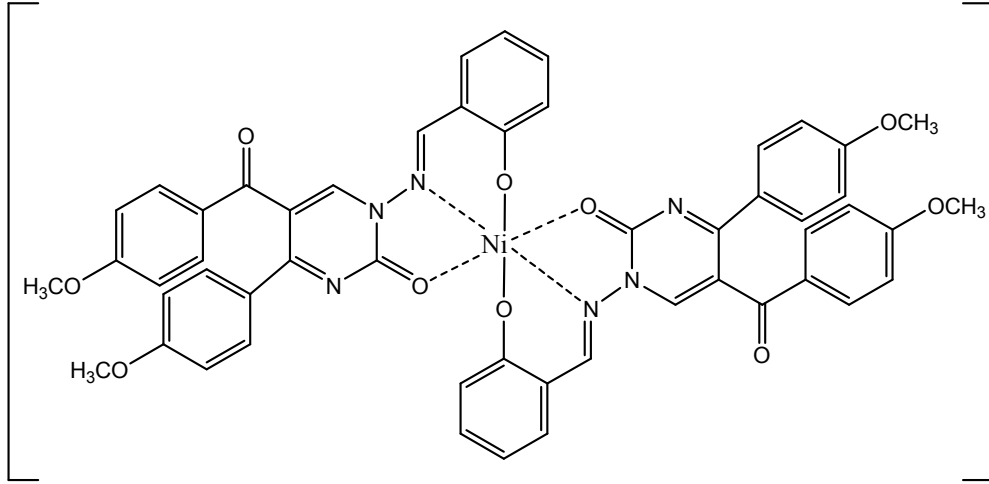
1 mmol (455 mg) PAS ligand sıcakta 10/10 ml kloroform/metanol çözücünde çözüldü. 0.5 mmol (124 mg) $Co(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ sıcakta 5 ml suda çözüldü ve 10 ml metanol ilave edildi. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti vişneçürüğü rengini aldı ve bulanma gözlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Oluşan kırmızı-kahverengi çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkanıp desikatörde kurutuldu. E.n: 282 °C'de dekom., Kapalı Formül: $C_{52}H_{40}N_6O_{10}Co$, MA: 967,84 g/mol, verim %80.



Şekil 3.5. $[Co(L_1)_2]$ Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.1.2. [Ni(L₁)₂] Kompleksinin Sentezi

1 mmol (455 mg) PAS ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltildi. 0.5 mmol (124 mg) Ni(CH₃COO)₂·4H₂O sıcakta 10 ml metanolde çözüldü. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti vişneçürüğü rengini aldı ve bulanma gözlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Oluşan kiremit kırmızısı renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkanıp desikatörde kurutuldu. E.n: 280-282 °C, Kapalı Formül: C₅₂H₄₀N₆O₁₀Ni, MA: 967,60 g/mol, verim %66

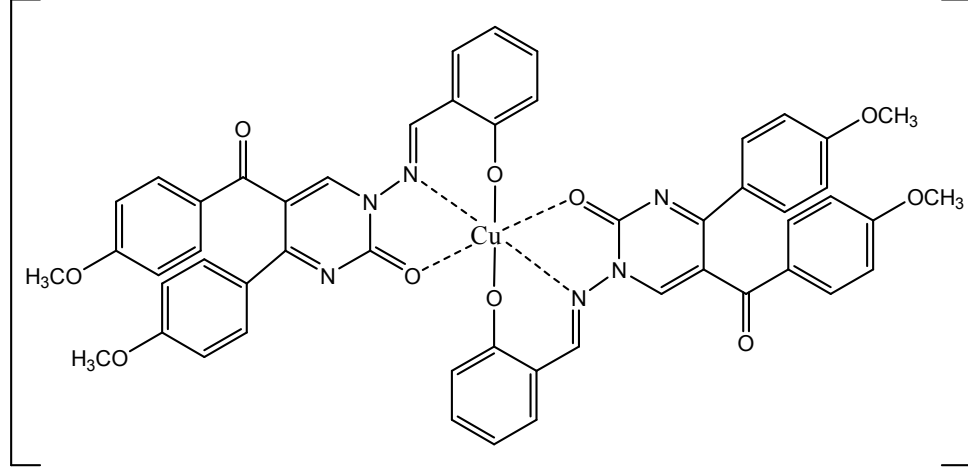


Şekil 3.6. [Ni(L₁)₂] Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.1.3. [Cu(L₁)₂] Kompleksinin Sentezi

1 mmol (455 mg) PAS ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltildi. 0.5 mmol (100 mg) Cu(CH₃COO)₂·H₂O sıcakta 10 ml metanolde çözüldü. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti kırmızı rengini aldı ve bulanma gözlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Çözelti rengi yeşilimsiye oldu. Oluşan yeşil renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkanıp

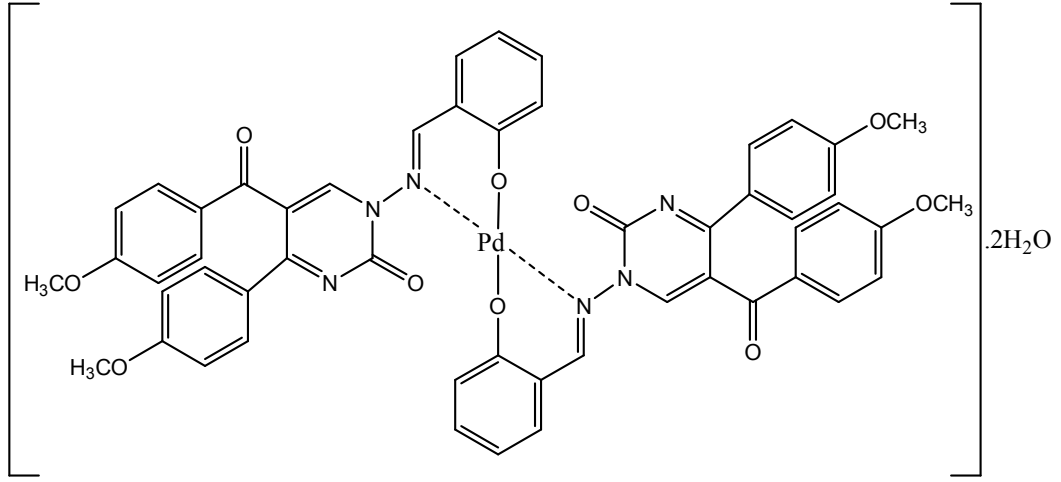
desikatörde kurutuldu. E.n: 230-232 °C, Kapalı Formül: C₅₂H₄₀N₆O₁₀Cu, MA: 972,45 g/mol, verim %82



Şekil 3.7. [Cu(L₁)₂] Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.1.4. [Pd (L₁)₂]·2H₂O Kompleksinin Sentezi

1 mmol (455 mg) PAS ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltili. 0.5 mmol (112 mg) Pd(CH₃COO)₂ sıcakta 10 ml metanolde çözüldü. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti haki yeşil rengini aldı ve bulanma gözlemlendi. 60 °C’de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Çözelti rengi turuncu oldu. Oluşan turuncu renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkanıp desikatörde kurutuldu. E.n: 262 °C’de dekom., Kapalı Formül: C₅₂H₄₄N₆O₁₂Pd, MA: 1051,36 g/mol, verim %50

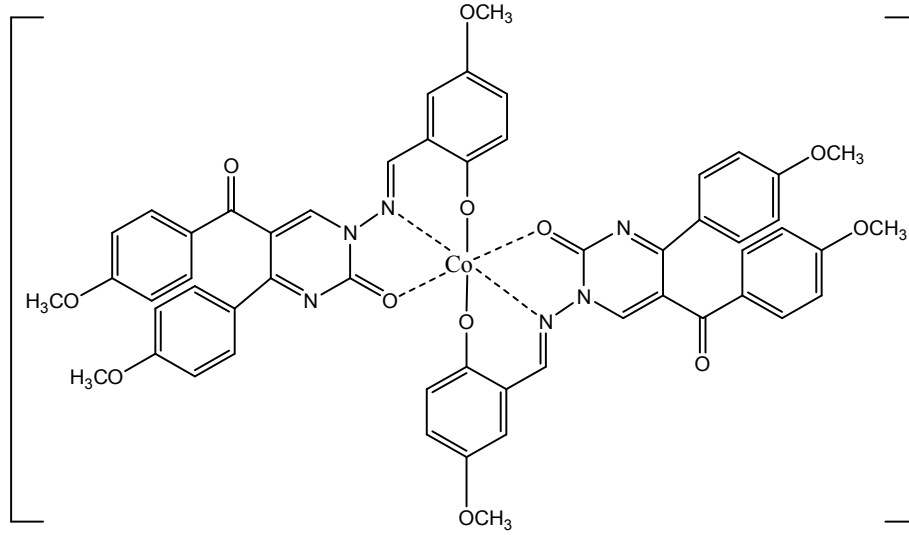


Şekil 3.8. $[Pd(L_1)_2] \cdot 2H_2O$ Kompleksi

3.2.2.2 PASM Ligand (L_2H) Kompleksleri

3.2.2.2.1. $[Co(L_2)_2]$ Kompleksinin Sentezi

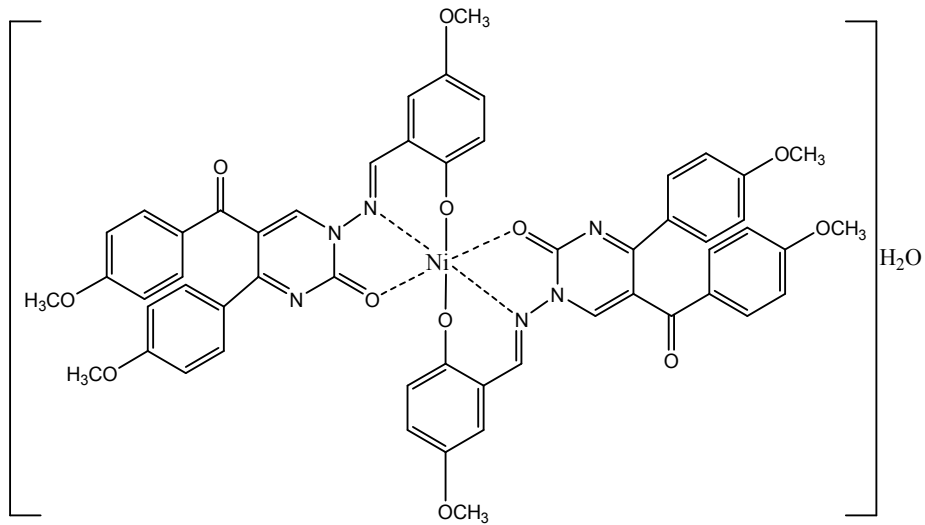
1 mmol (485 mg) PASM ligand sıcakta 10:10 ml kloroform:metanol çözelti ile çözüldü. 0.5 mmol (124 mg) $Co(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ sıcakta 5 ml suda çözüldü ve 10 ml metanol ilave edildi. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti koyu kırmızı rengini aldı ve bulanma gözlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Çözelti menekşe renginde oldu Oluşan patlıcan moru renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkayıp desikatörde kurutuldu. E.n: 270-272 °C, Kapalı Formül: $C_{54}H_{44}N_6O_{12}Co$, MA: 1027,89 g/mol, verim %63.



Şekil 3.9. $[\text{Co}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.2.2. $[\text{Ni}(\text{L}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

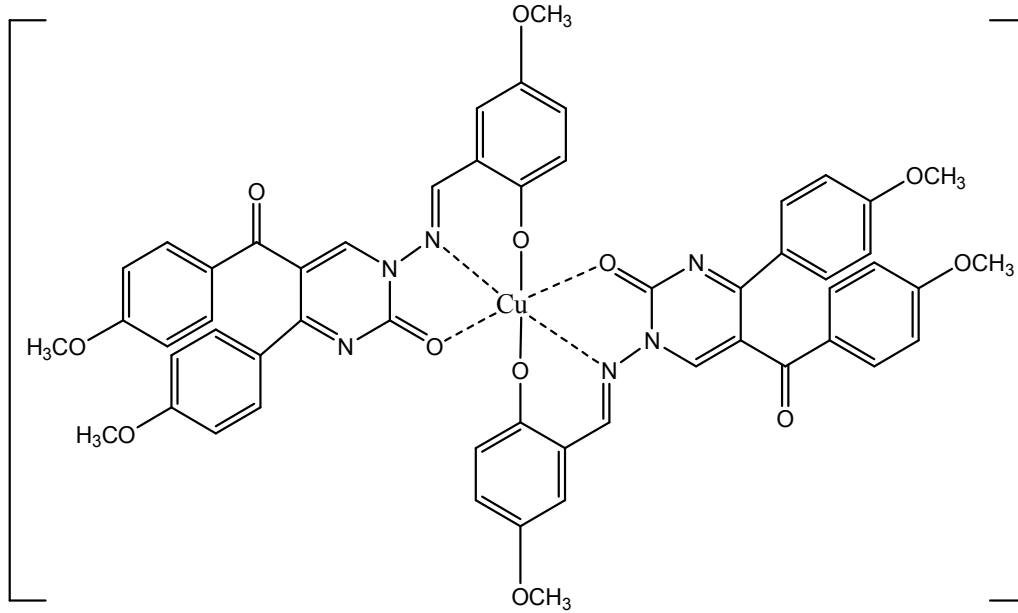
1 mmol (485 mg) PASM ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltildi. 0.5 mmol (124 mg) $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sıcakta 10 ml metanolde çözüldü. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti vişneçürüğü rengini aldı ve bulanma gözlemlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Oluşan menekşe renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkanıp desikatörde kurutuldu. E.n: 255-257 °C, Kapalı Formül: $\text{C}_{54}\text{H}_{46}\text{N}_6\text{O}_{13}\text{Ni}$, MA: 1045,60 g/mol, verim %55.



Şekil 3.10. $[\text{Ni}(\text{L}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.2.3. [Cu(L₂)₂] Kompleksinin Sentezi

1 mmol (485 mg) PASM ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltilti. 0.5 mmol (100 mg) Cu(CH₃COO)₂·H₂O sıcakta 10 ml metanolde çözüldü. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti koyu kırmızı rengini aldı ve bulanma gözlemlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Çözelti rengi kırmızı-sarı oldu. Oluşan karamel renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkayıp desikatörde kurutuldu. E.n: 227-229 °C, Kapalı Formül: C₅₄H₄₄N₆O₁₂Cu, MA: 1032,51 g/mol, verim %64.

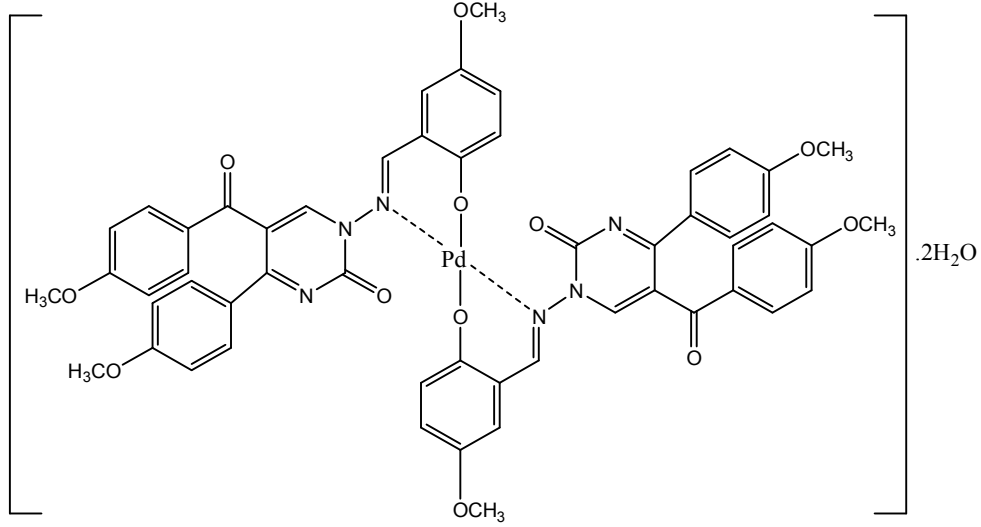


Şekil 3.11. [Cu(L₂)₂] Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.2.4. [Pd(L₂)₂]·2H₂O Kompleksinin Sentezi

1 mmol (455 mg) PASM ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltilti. 0.5 mmol (112 mg) Pd(CH₃COO)₂ sıcakta 10 ml metanolde çözüldü. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti kiremit kırmızısı rengini aldı ve bulanma gözlemlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Oluşan açık kahve renkli

çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkanıp desikatörde kurutuldu. E.n: 270-272 °C, Kapalı Formül: C₅₄H₄₈N₆O₁₄Pd, MA: 1111,41 g/mol, verim %60.

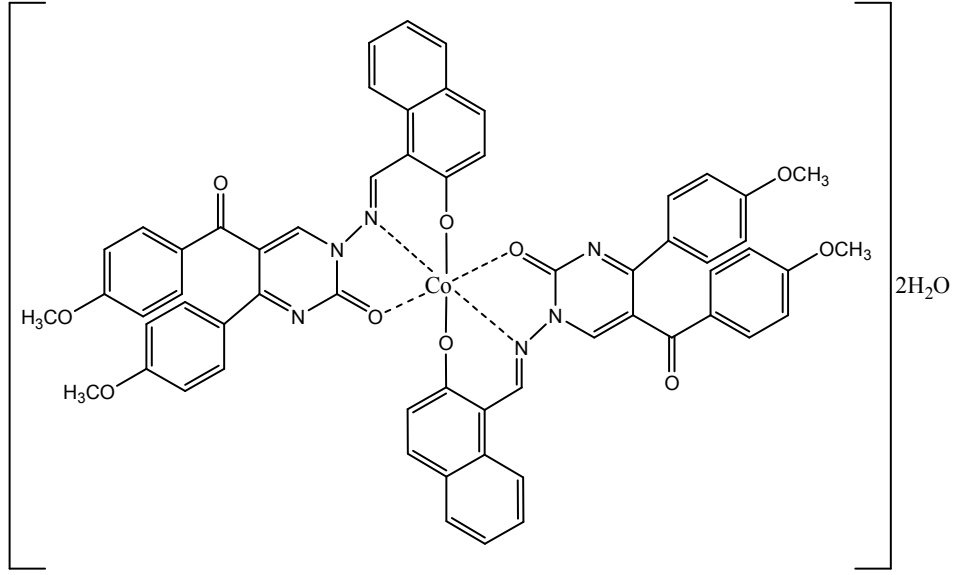


Şekil 3.12. [Pd(L₂)₂].2H₂O Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.3. PAN Ligand (L₃H) Kompleksleri

3.2.2.3.1. [Co(L₃)₂].2H₂O Kompleksinin Sentezi

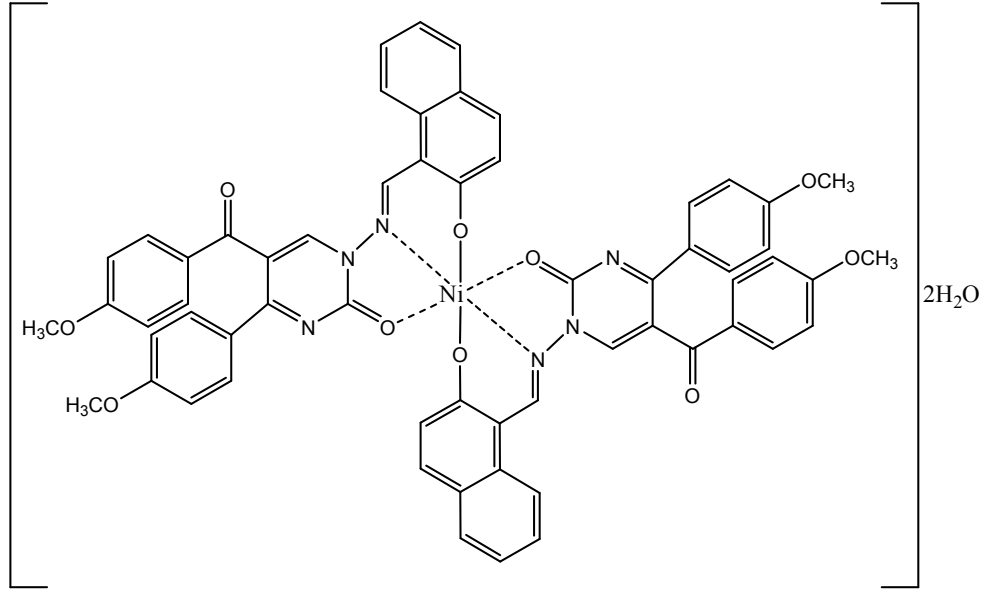
1 mmol (505 mg) PAN ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltildi. 0.5 mmol (124 mg) Co(CH₃COO)₂.4H₂O sıcakta 5 ml suda çözüldü ve 10 ml metanol ilave edildi. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti koyu kahverengini aldı ve bulanma gözlemlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Oluşan koyu yeşil renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkanıp desikatörde kurutuldu. E.n: 260-263 °C, Kapalı Formül: C₆₀H₄₈N₆O₁₂Co, MA: 1103,99 g/mol, verim %63.



Şekil 3.13. $[\text{Co}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.3.2. $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

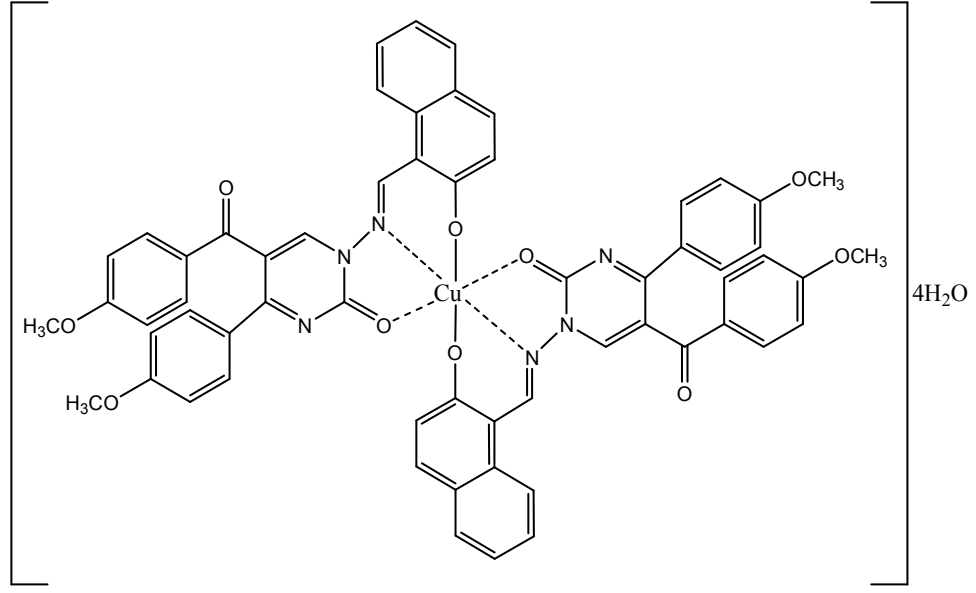
1 mmol (505 mg) PAN ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltildi. 0.5 mmol (124 mg) $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sıcakta 10 ml metanolde çözüldü. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti vişneçürüğü rengini aldı ve bulanma gözlemlendi. 60 °C’de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Oluşan koyu yeşil renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkanıp desikatörde kurutuldu. E.n: 251-253 °C, Kapalı Formül: $\text{C}_{60}\text{H}_{48}\text{N}_6\text{O}_{12}\text{Ni}$, MA: 1103,99 g/mol, verim %40.



Şekil 3.14. $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.3.3. $[\text{Cu}(\text{L}_3)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Sentezi

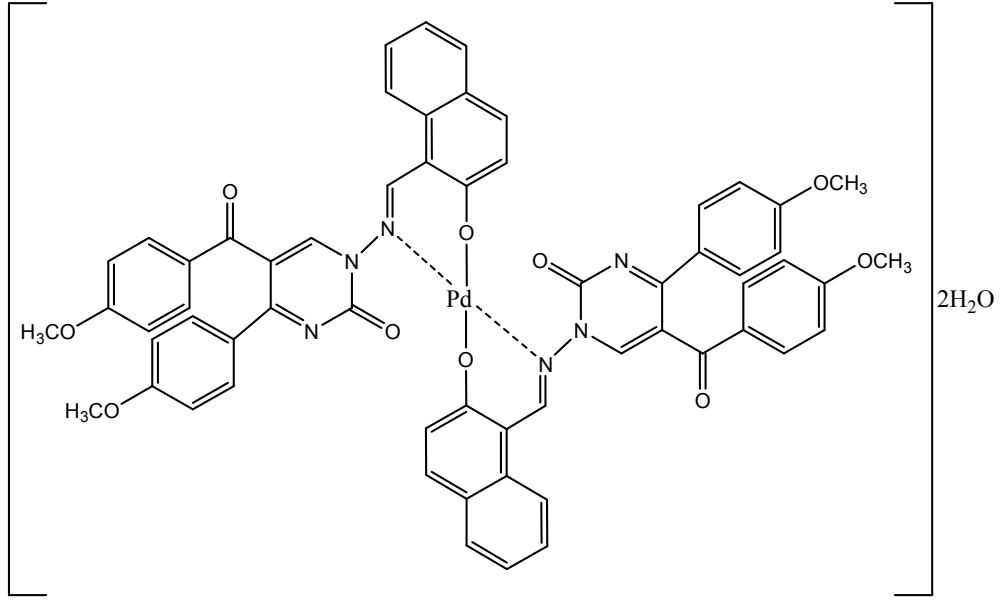
1 mmol (505 mg) PAN ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltili. 0.5 mmol (100 mg) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ sıcakta 10 ml metanolde çözüldü. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti koyu kahverengini aldı ve bulanma gözlemlendi. $60\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Çözelti koyu kahverenginden açılarak karamel rengini aldı. Daha sonra oluşan sarı-yeşil renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkanıp desikatörde kurutuldu. E.n: $247\text{-}250\text{ }^\circ\text{C}$, Kapalı Formül: $\text{C}_{60}\text{H}_{52}\text{N}_6\text{O}_{14}\text{Cu}$, MA: 1144,63 g/mol, verim %94.



Şekil 3.15. $[Cu(L_3)_2] \cdot 4H_2O$ Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.3.4. $[Pd(L_3)_2] \cdot 2H_2O$ Kompleksinin Sentezi

1 mmol (505 mg) PAN ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltildi. 0.5 mmol (112 mg) $Pd(CH_3COO)_2$ sıcakta 10 ml metanolde çözüldü. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti açık kahverengini aldı ve bulanma gözlemlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Çözelti rengi turuncu oldu. Oluşan turuncu renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkanıp desikatörde kurutuldu. E.n: 285-287 °C, Kapalı Formül: $C_{60}H_{48}N_6O_{12}Pd$, MA: 1151,48 g/mol, verim %84.

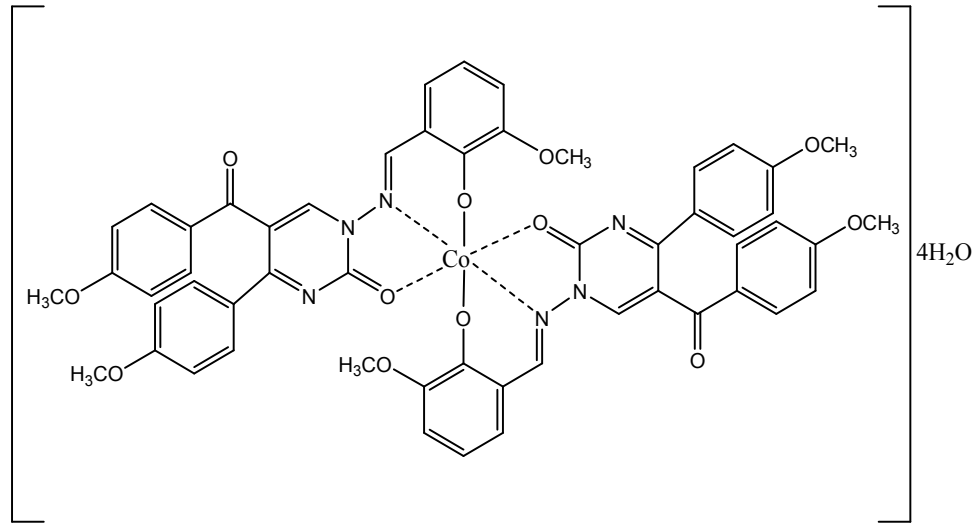


Şekil 3.16. $[Pd(L_3)_2] \cdot 2H_2O$ Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.4. PAV Ligand (L_4H) Kompleksleri

3.2.2.4.1. $[Co(L_4)_2] \cdot 4H_2O$ Kompleksinin Sentezi

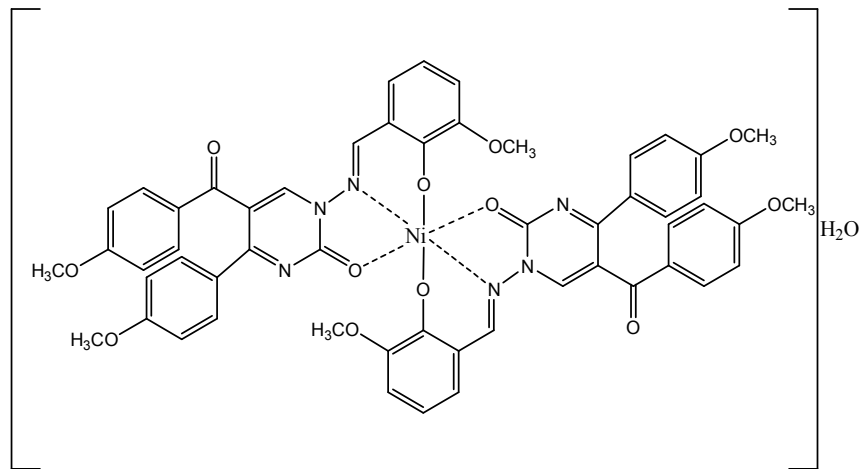
1 mmol (485 mg) PAV ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltili. 0.5 mmol (124 mg) $Co(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ sıcakta 5 ml suda çözüldü ve 10 ml metanol ilave edildi. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti koyu kahverengini aldı ve bulanma gözlemlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Çözelti kahverengi-kırmızı renginde oldu Oluşan kiremit kırmızısı renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkanıp desikatörde kurutuldu. E.n: 275-278 °C, Kapalı Formül: $C_{54}H_{52}N_6O_{16}Co$, MA: 1099,28 g/mol, verim %64.



Şekil 3.17. $[Co(L_4)_2] \cdot 4H_2O$ Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.4.2. $[Ni(L_4)_2] \cdot H_2O$ Kompleksinin Sentezi

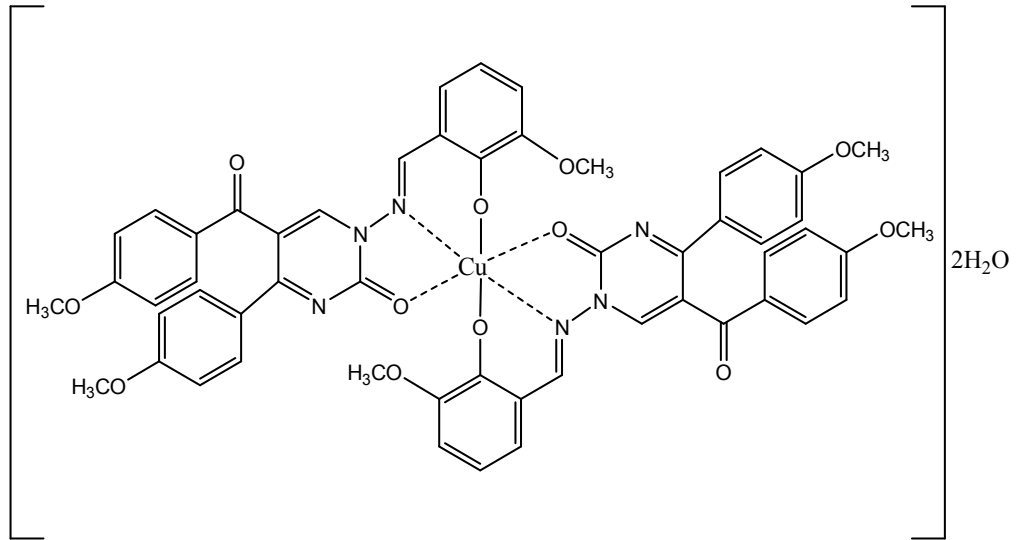
1 mmol (485 mg) PAV ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltildi. 0.5 mmol (124 mg) $Ni(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ sıcakta 10 ml metanolde çözüldü. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti kan kırmızısı rengini aldı ve bulanma gözlemlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Oluşan koyu kırmızı renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkanıp desikatörde kurutuldu. E.n: 269-271 °C, Kapalı Formül: $C_{54}H_{46}N_6O_{13}Ni$, MA: 1045,60 g/mol, verim %52.



Şekil 3.18. $[Ni(L_4)_2] \cdot H_2O$ Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.4.3. [Cu(L₄)₂].2H₂O Kompleksinin Sentezi

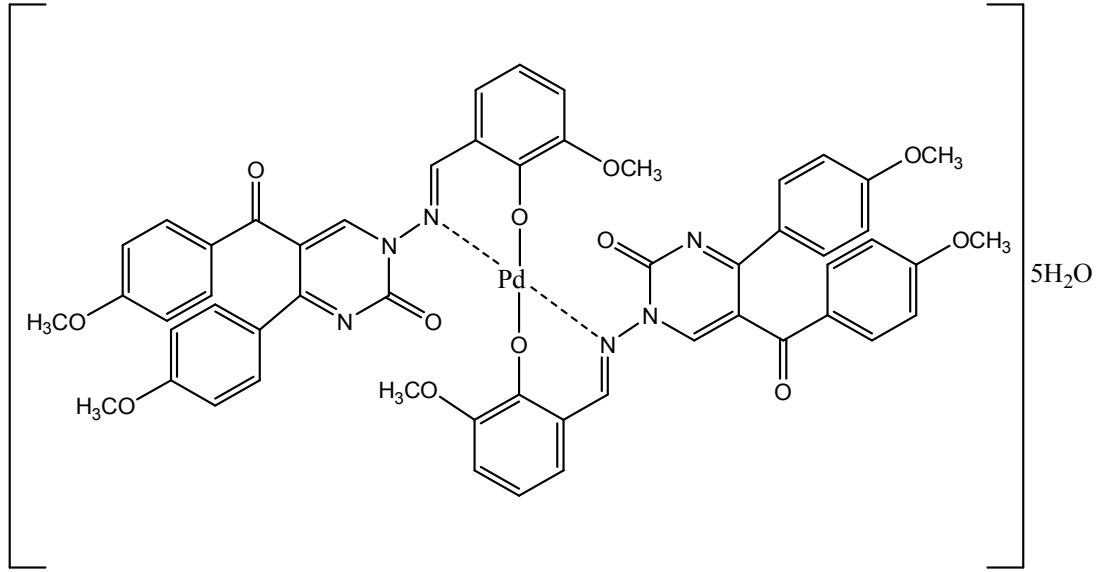
1 mmol (485 mg) PAV ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltilti. 0.5 mmol (100 mg) Cu(CH₃COO)₂.H₂O sıcakta 10 ml metanolde çözüldü. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti koyu kırmızı rengini aldı ve bulanma gözlemlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Çözelti rengi kırmızı-sarı oldu. Oluşan hardal sarısı renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkayıp desikatörde kurutuldu. E.n: 214-216 °C, Kapalı Formül: C₅₄H₄₈N₆O₁₄Cu, MA: 1068,54 g/mol, verim %48.



Şekil 3.19. [Cu(L₄)₂].2H₂O Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.2.4.4. [Pd(L₄)₂].5H₂O Kompleksinin Sentezi

1 mmol (455 mg) PAV ligand sıcakta 10 ml kloroformda çözüldü, daha sonra üzerine 10 ml metanol ile seyreltilti. 0.5 mmol (112 mg) Pd(CH₃COO)₂ sıcakta 10 ml metanolde çözüldü. Reaksiyon 2:1 ligand:metal oranında olacak şekilde hazırlandı. Bu şekilde hazırlanmış olan metal çözeltisi yavaş yavaş ligand çözeltisine ilave edildi. Çözelti açık kahverengini aldı ve bulanma gözlemlendi. 60 °C'de 1 saat karıştırıldıktan sonra soğukta 1 saat karıştırıldı. Oluşan turuncu renkli çökelek filtre edilerek alındı. Metanol ve eter ile yıkayıp desikatörde kurutuldu. E.n: 290-293 °C, Kapalı Formül: C₅₄H₅₄N₆O₁₇Pd, MA: 1165,46 g/mol, verim %63.



Şekil 3.20. $[Pd(L_4)_2] \cdot 5H_2O$ Kompleksinin Muhtemel Yapısı

3.2.3. Biyolojik Çalışmalar

3.2.3.1. Mikroorganizma Kültürlerinin Hazırlanması

Bu çalışma kapsamında ilk önce antibakteriyal ve antifungal aktivite çalışması için kullanılacak olan bakteri ve maya örneklerinin genç kültürleri elde edildi. Daha öncesine $+4^{\circ}C$ ' de bulunan stok kültürlerden Nutrient Broth Besiyerine (Merck) ekim yapıldı ve ardından bakteri örnekleri $35-37^{\circ}C$ 'de, maya örnekleri $27-30^{\circ}C$ arasında, 18-24 saat etüvde inkübasyona tabi tutuldu. Süre sonunda elde edilen genç kültürler ile disk difüzyon yöntemi ile antimikrobiyal aktivite çalışması yapıldı.

3.2.3.2. Disk Difüzyon Metodu

Sentezi yapılan tüm maddelerinin antimikrobiyal aktivitelerinin belirlenmesi amacı ile her birinden 10 mg alındı ve 1mL DMSO'da çözülerek eppendorf tüplerinde saklandı. Antimikrobiyal aktivite çalışması için, Mueller Hinton Agar Besiyeri hazırlandı. Hazırlanan besi yeri etüvde steril edilen petrilere, her bir petride 15-20 mL olacak şekilde dağıtılarak soğumaya bırakıldı. Soğuyan besiyerlerine mikroorganizmaların genç kültürlerinin ekimi yapıldı. Ardından elde edilen çözeltilerden 50'şer μL alınarak steril disklerle (bioanalysis) emdirildi. Emdirilen diskler mikroorganizmaların ekildiği petrilere aktarıldı ve petrilere sentezlenen

kimyasalların antimikrobiyal etkilerin belirlenmesi amacı ile etüvde 18-24 saat inkübasyona tabi tutuldu.

3.2.4. Elektrokimyasal Çalışmalar

Elektrokimyasal ölçümler, AUTOLAB PSTAT 128N Electrochemical Analyzer cihazı ile yapıldı. Çalışma elektrodu olarak, camısı karbon elektrot, karşı elektrot olarak platin tel ve referans elektrot olarak AgNO_3 'ın asetonitrilde hazırlanmış 0,1 M çözeltisine daldırılmış gümüş tel ve destek elektrolit 0.1 M TEAFB DMSO çözeltisi kullanıldı. Ligand ve kompleksler 1mM DMSO çözeltisinde hazırlandı. Elektrokimyasal deneylerde elektrokimyasal analiz cihazları için özel olarak üretilmiş olan tek bölmeli kapaklı bir deney hücresi ile kombine olan Bioanalytical System marka hücre standı kullanılmıştır. Kapağında dört girişi bulunan bu hücrenin üç girişine elektrotlar, dördüncü girişe ise azot gazı göndermek amacıyla teflon bir boru daldırılmıştır. Azot gazının deney hücresine gönderilmesiyle çözeltide çözünmüş halde bulunan oksijenin uzaklaştırılması sağlanmış olur. Her ölçümden önce 10 dakika azot gazı gönderilmiştir.

3.2.4.1. Sentezlenen Bileşiklerin Voltametri Çalışmaları

Bu tez kapsamında sentezlenen tüm ligandların (PAS (L_1H), PASM (L_2H), PAN (L_3H) ve PAV (L_4H)) ve bu ligantlara ait Co(II), Ni(II), Cu(II), Pd(II) metal komplekslerinin dönüşümlü voltametri tekniği kullanılarak elektrokimyasal özellikleri araştırılmıştır. PAS (L_1H), PASM (L_2H), PAN (L_3H), PAV (L_4H) ve Co(II), Ni(II), Cu(II), Pd(II) metal komplekslerin DMSO çözücü ortamlarında 1mM derişimde değişik tarama hızlarında voltamogramları alınarak çözücünün ve tarama hızının ligand ve metal komplekslerinin elektrokimyasal davranışına etkileri incelenmiştir. Çalışma ortamının iyonik şiddeti, TEAFB kullanılarak 0.1 M düzeyinde sabit tutulmuştur.

BÖLÜM 4

BULGULAR

Başlangıç maddesi olarak 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil) pirimidin-2(1*H*)-on bileşiğinin 2-hidroksibenzaldehit, 2-hidroksi-5-metoksibenzaldehit, 2-hidroksi-1-naftaldehit ve 2-hidroksi-3-metoksibenzaldehit (*o*-vanilin) bileşikleriyle kondenzasyon reaksiyonlarından 4 tane yeni pirimidin halkalı Schiff bazı sentezlenmiştir. Schiff bazı ligandların (Co(II), Ni(II), Cu(II), Pd(II)) geçiş metal tuzlarıyla kloroform/metanol ortamındaki reaksiyonlarından mononükleer metal kompleksleri elde edilmiştir. Tüm bileşikler katı olup oda sıcaklığında kararlıdır. Elde edilen Schiff bazı ligandlarının yapıları elementel analiz, FT-IR, ¹H ve ¹³C NMR, UV-Vis, LC-MS/MS, X-ışınları kırınımı (PAS(L₁H) ve PAN(L₃H)) bileşikler için) yöntemleriyle aydınlatılırken, metal komplekslerinin yapı analizlerinde bu yöntemlere ilaveten TGA/DTA, manyetik duyarlılık ve iletkenlik ölçümleri kullanılmıştır. Ayrıca bu bileşiklerin biyolojik aktiviteleri ve elektrokimyasal özelliği incelenmiştir. Sentezlenen bazı yeni Schiff bazların uygun kristalleri elde edilmiş ve bunların X-ışınları çalışması yapılarak, kesin yapıları karakterize edilmiştir.

4.1. Sentezlenen Bileşiklerin Spektral ve Diğer Analiz Değerleri

Sentezlenmiş olan PAS(L₁H), PASM(L₂H), PAN(L₃H) ve PAV(L₄H) ligandlarının ve metal komplekslerinin FT-IR spektrumları 450-4000 cm⁻¹ dalga sayısı aralığı ATR yöntemi kullanılarak ve 30-700 cm⁻¹ dalga sayısı aralığı PE (polietilen) disk kullanılarak alınmıştır. Ligandların ve diamanyetik özellik gösteren Pd(II) komplekslerinin ¹H ve ¹³C NMR spektrumları DMSO-d₆ çözücüsünde alınmıştır. Tüm bileşiklerin 1x10⁻³M DMF çözeltileri hazırlanarak 190-800 nm dalga boyu aralığında UV-Vis spektrumları ve molar iletkenlik ölçümleri alınmıştır. Ligandların kütle ölçümleri LC-MS/MS cihazında elektro spreylentiyle kloroform/metanol çözücüsünde alınmıştır. Tüm bileşiklere ait fiziksel ve analitik verileri ile molar iletkenlik değerleri ve elementel analiz (C, H, N, S) hesaplanan ve bulunan değerleri

Tablo 2 ve Tablo 3'de verilmiştir. Tespit edilen veriler ile literatür verileri karşılaştırılmıştır. Komplekslerin geometrilerini belirlemede manyetik duyarlık ve elektrolitik ölçüm değerlerinin literatür verileriyle de karşılaştırılarak tahmini yapılar önerilmiştir. Ayrıca TGA/DTA ölçümleri alınarak organik maddelerin parçalanmasıyla yapıdaki kristal ve hidrat su ve organik bozulmalar tespit edilmiştir.

4.1.1. PAS (L₁H) Ligand ve Komplekslerinin Analiz Verileri

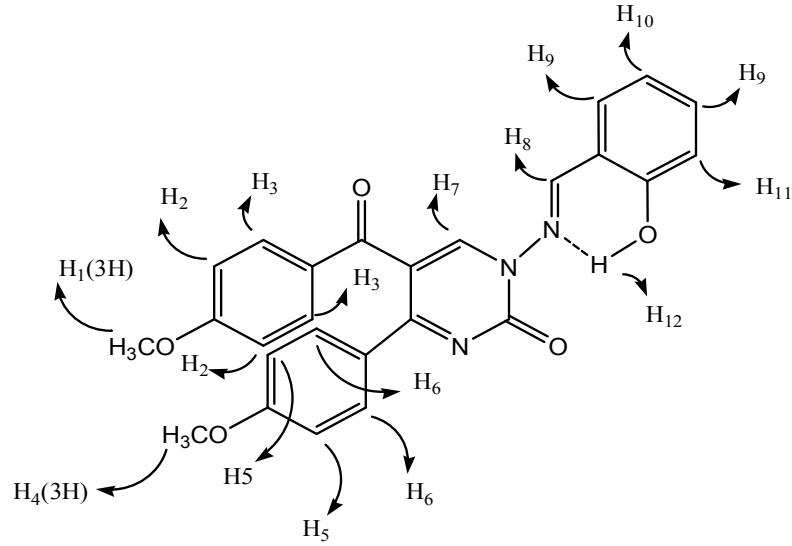
PAS (L₁H) ligandına ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$:

PAS(L₁H) Ligandının FT-IR spektrumunda 3040 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2933 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait (C-H), 2837 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1693 cm^{-1} 'de benzoil grubuna ait (C=O), 1635 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N) ve 1340 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

¹H NMR (δ ppm):

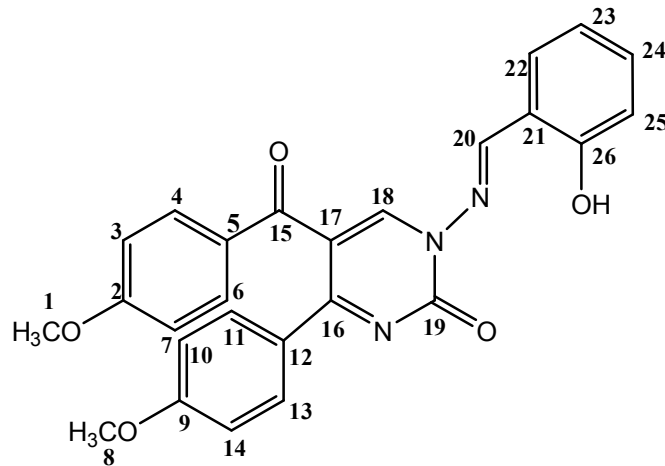
10.61 (s, 1H, (**H**₁₂), aromatik halkaya bağlı fenolik proton (Ph-OH)), 9.41 (s, 1H, (**H**₈), imine (HC=N) ait proton), 8.60 (s, 1H, (**H**₇), pirimidin-H), aromatik halkaya ait protonlar (**Ar-H**); 7.87 (d, 2H, $J= 8.8$ Hz), 7.82 (d, 1H, $J= 7.6$ Hz), 7.49 (d, 2H, $J= 8.8$ Hz), 7.44 (d, 1H, $J= 7.6$ Hz), 7.01-6.98 (m, 3H), 6.95 (d, 1H, $J= 7.6$ Hz), 6.92 (d, 2H, $J= 8.8$ Hz), 3.82 (s, 3H, (**H**₁), benzoil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃(-CO-Ph-OCH₃)), 3.75 (s, 3H, (**H**₄), fenil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃(-Ph-OCH₃)).



Şekil 4.1. PAS(L₁H) Liganda Ait Numaralandırılmış Proton Gösterimi

¹³C NMR (δ ppm):

190.81 (C15, benzoil (-CO-Ph) C=O ait karbon atomu), 169.71 (C19, pirimidin halkasına ait C=O karbon atomu), 163.96 (C20, HC=N), 163.85 (C18, HC-pirimidin halkası), 161.94 (C2, benzoil-metoksi grubuna bağlı karbon atomu), 159.04 (C9, fenil-metoksi grubuna bağlı karbon atomu), 151.69 (C26, OH-bağlı karbon atomu), 148.18 (C16, Ph-C, pirimidin halkası), 134.85-114.48 (Ar-C, aromatik halkaya ait karbon atomları), 114.23 (C17, -CO-Ph-C, pirimidin halkası), 56.09 (C1, OCH₃, -CO-Ph), 55.80 (C8, OCH₃, -Ph).



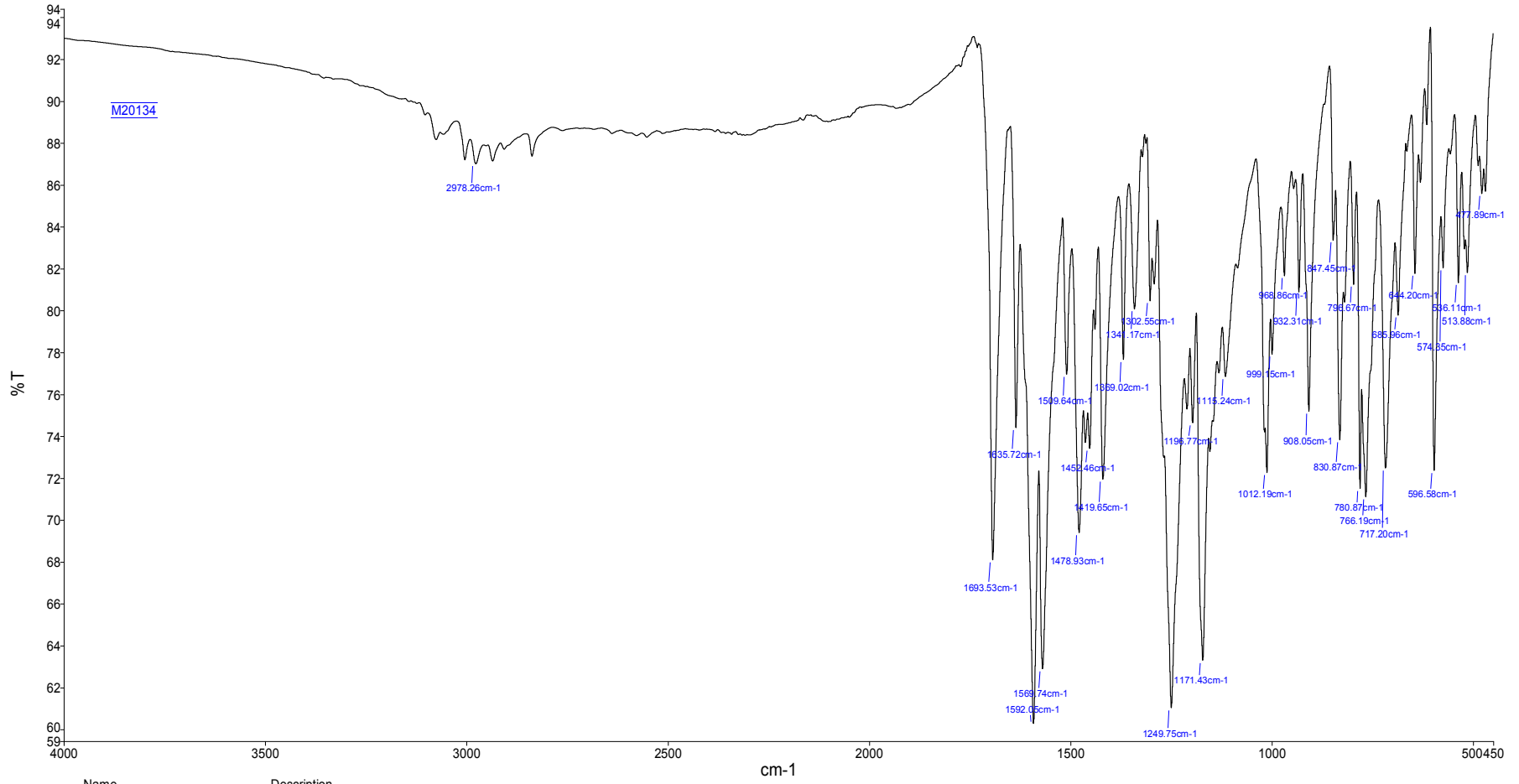
Şekil 4.2. PAS(L₁H) Liganda Ait Numaralandırılmış Karbon Gösterimi

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 365 (1.306), 290 (2.228), 270 (1.888).

Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 68.56 (68.50), H % 4.65 (4.63), N % 9.23 (9.20).

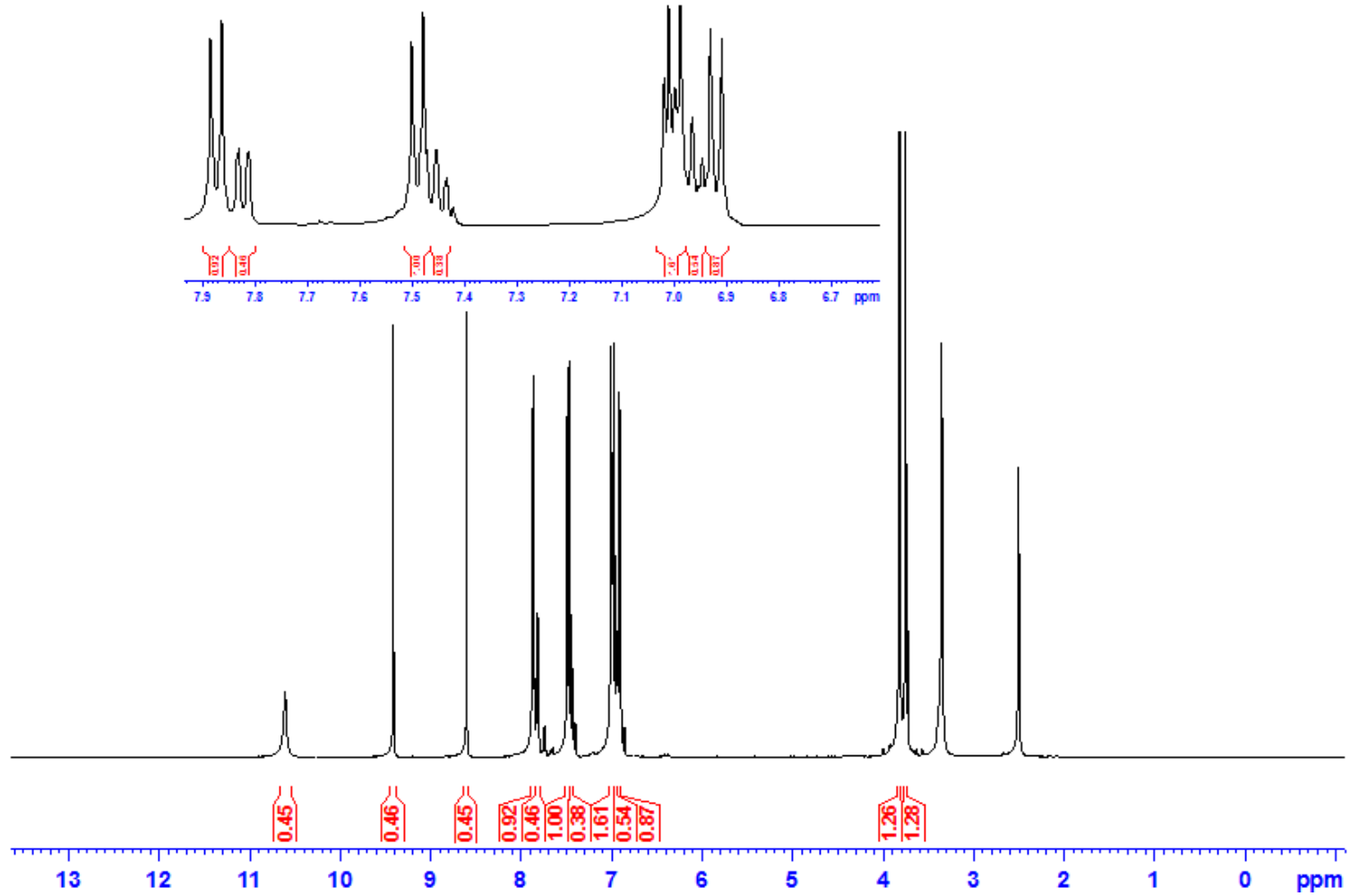
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri:

Şekil 4.10 A'da 1 mM derişimindeki PAS(L₁H)'nın indirgenme yönünde, -2.3 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs⁻¹ gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görölmektedir. PAS(L₁H) ligantın +1.51 V (I_c), -0.75 V (II_c), -1.19 V (III_c), -1.80 V (IV_c) ve -2.30 V (V_c) ta beş indirgenme basamağı gözlenmektedir. Ligandın indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +0.62 V (I_a) +0.20 V (II_a), -1.10 V (III_a), -1.45 V (IV_a) ve -2.0 V (V_a) dolayında beş yükseltgenme basamağı görölmektedir. Gerilim tarama hızının PAS(L₁H) üzerine etkisi 25-800 mVs⁻¹ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.10 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mV/s>), anodik yöndeki III_a dalgası kaybolmuştur.

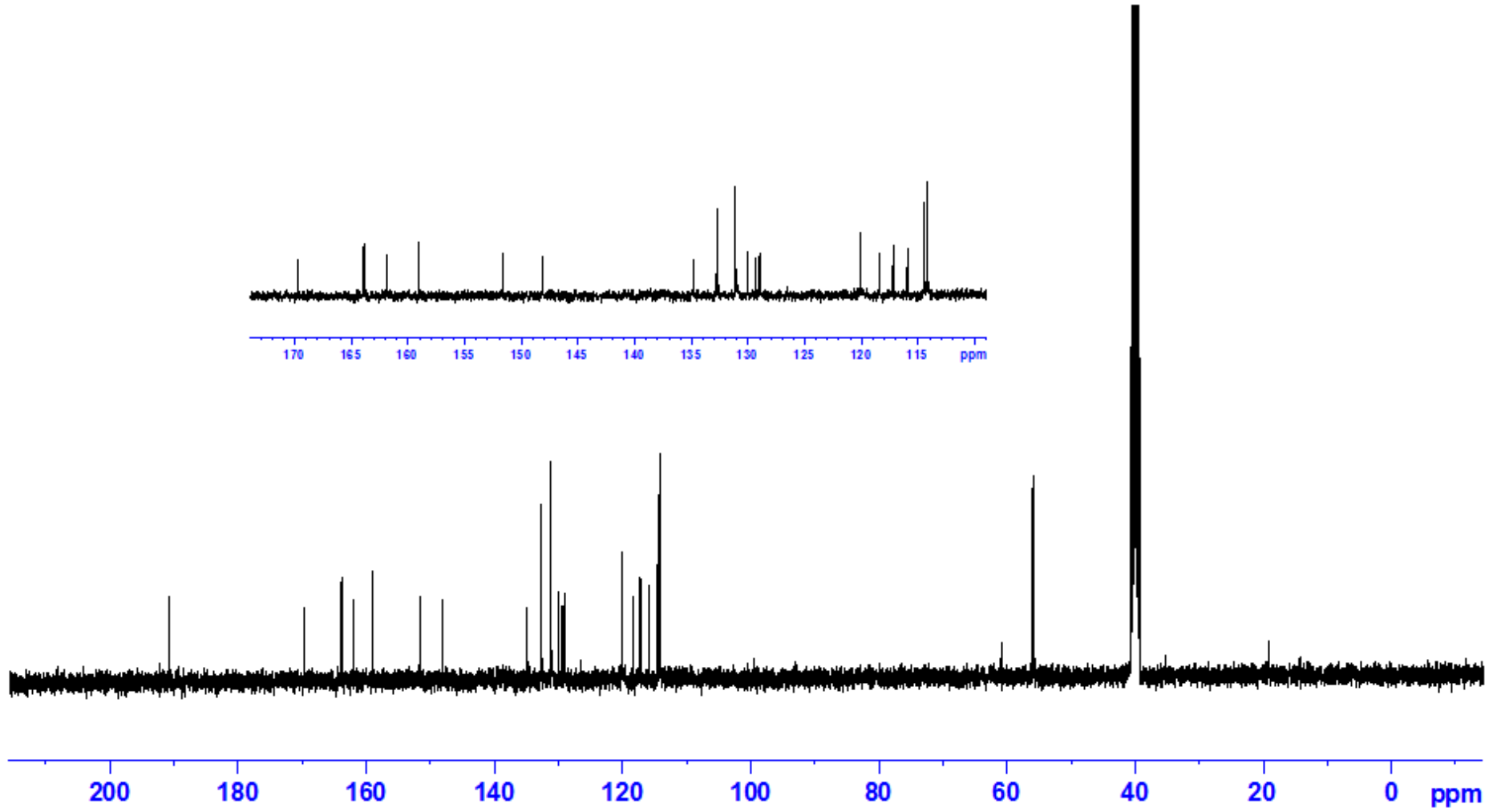


Name: M20134_1
 Description: Sample 015 By Administrator Date Friday, March 29 2013

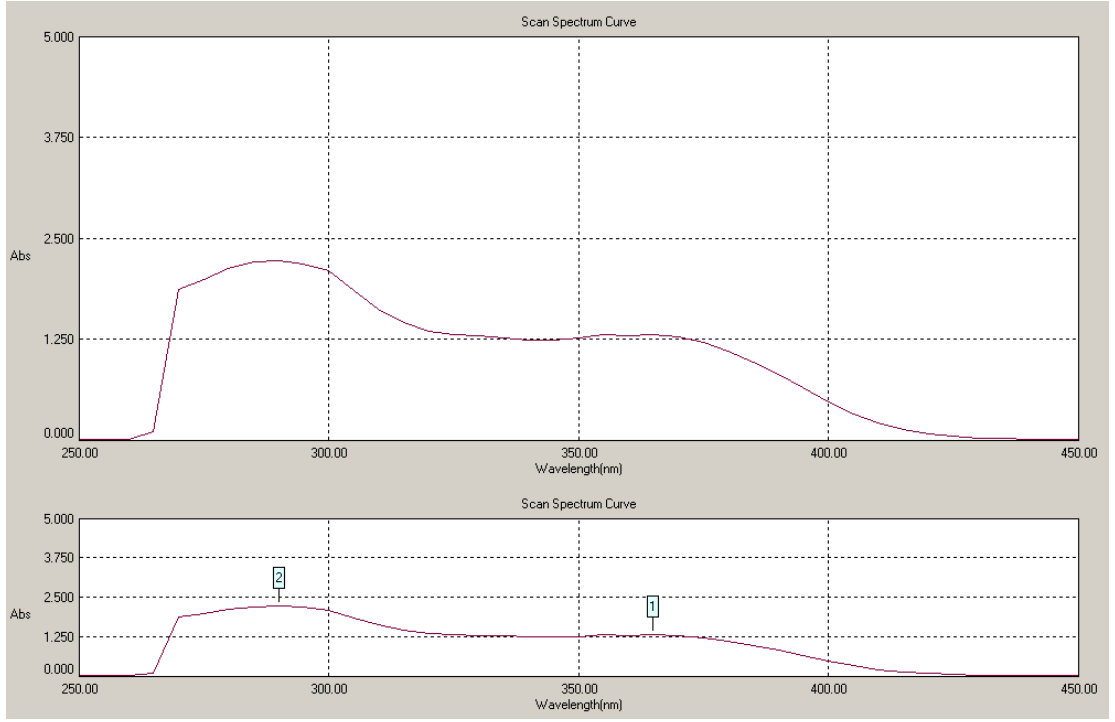
Şekil 4.3. PAS(L₁H) Ligandının FT-IR Spektrumu



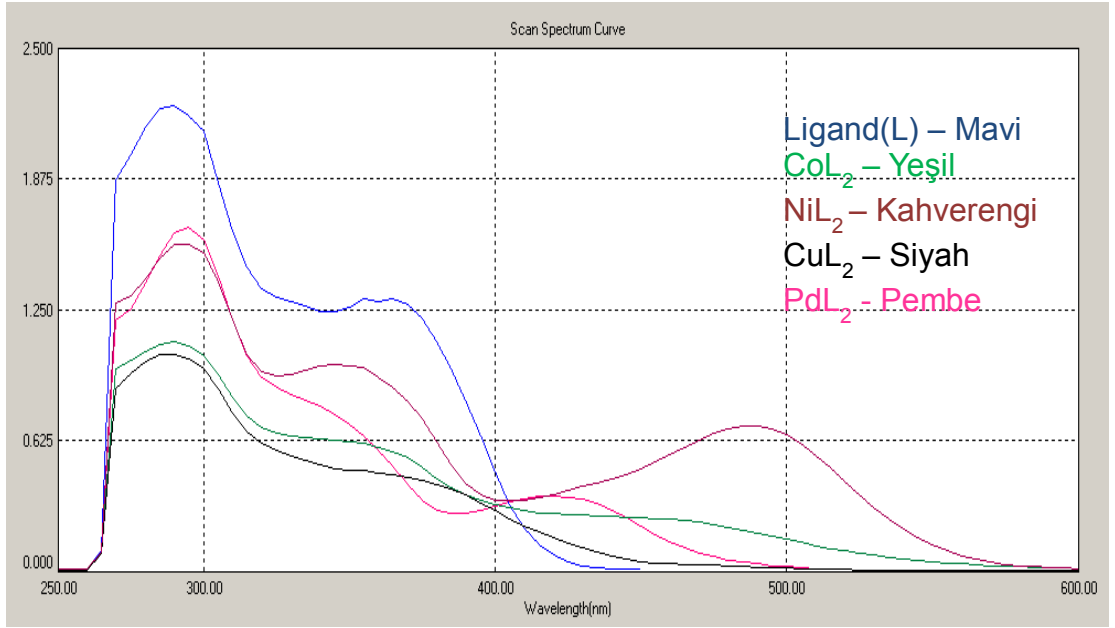
Şekil 4.4. PAS(L₁H) Ligandının ^1H NMR Spektrumu



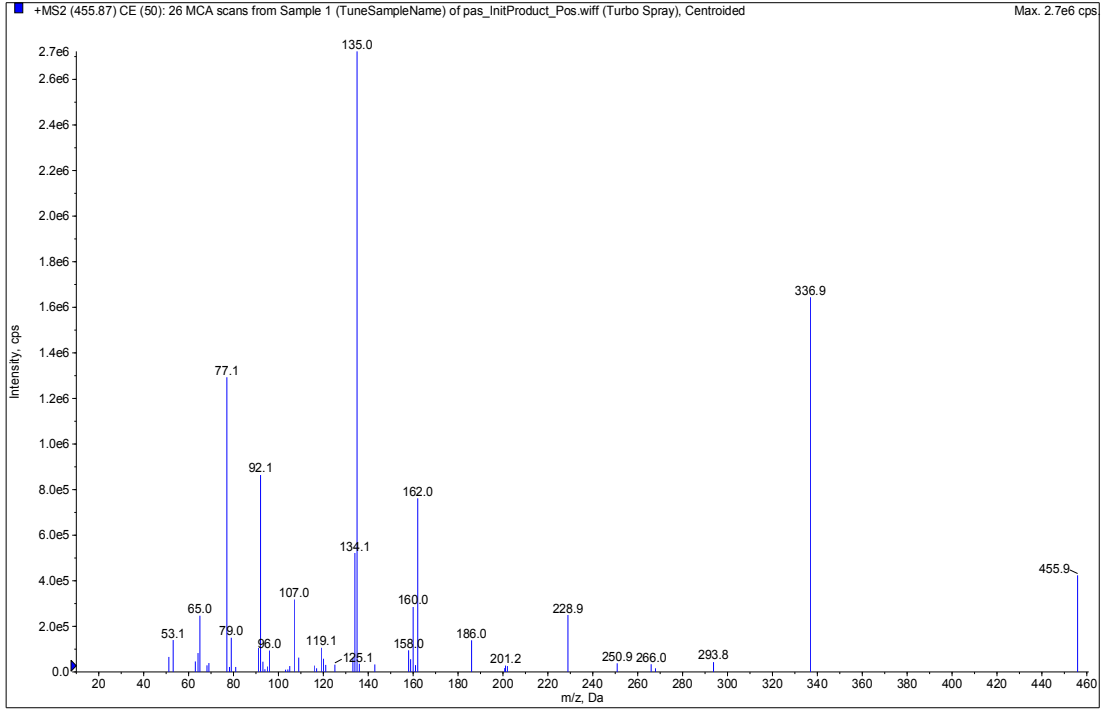
Şekil 4.5. PAS(L₁H) Ligandının ^{13}C NMR Spektrumu



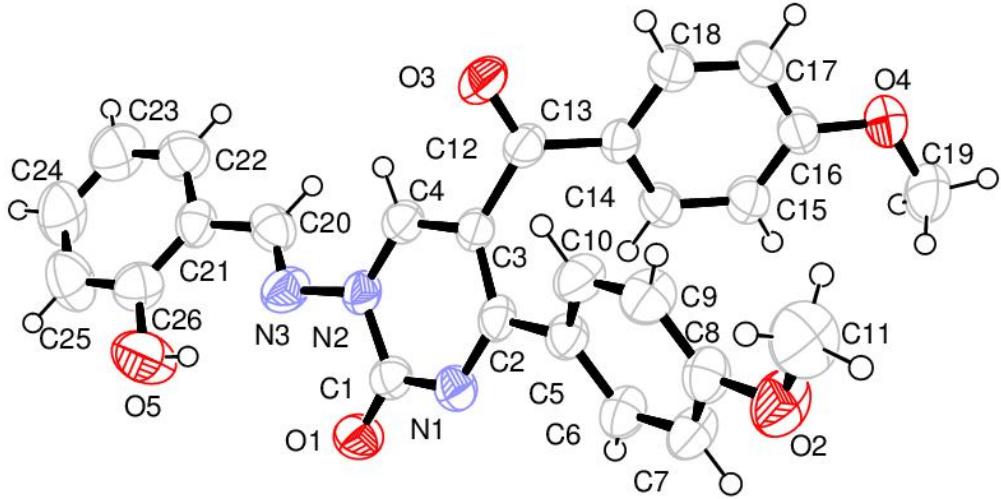
Şekil 4.6. PAS(L₁H) Ligandının UV-Vis Spektrumu



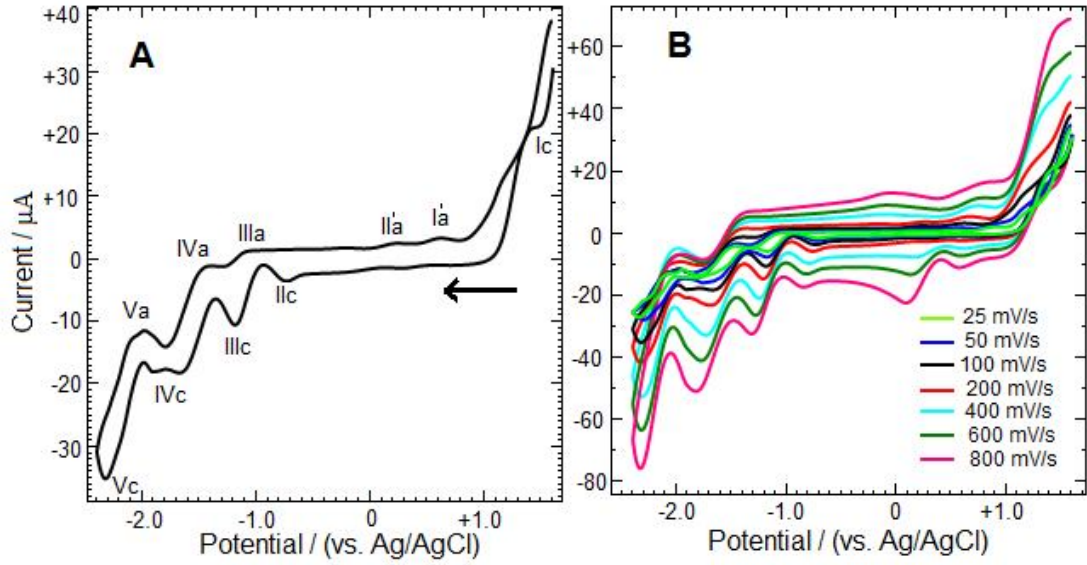
Şekil 4.7. PAS (L₁H) Ligand ve Komplekslerin UV-Vis Spektrumları



Şekil 4.8. PAS(L₁H) Ligandının LC-MS/MS Kütle Spektrumu



Şekil 4.9. PAS(L₁H) Ligandının X-Ray Diyagramı



Şekil 4.10. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ PAS(L₁H) Ligandın Camsı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları

[Co(L₁)₂] Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$:

[Co(L₁)₂] Kompleksinin FT-IR spektrumunda 3040 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2933 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait (C-H), 2837 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1662 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1620 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N) ve 1310 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 460 (0.248), 365 (0.643), 290 (1.097), 270 (0.975).

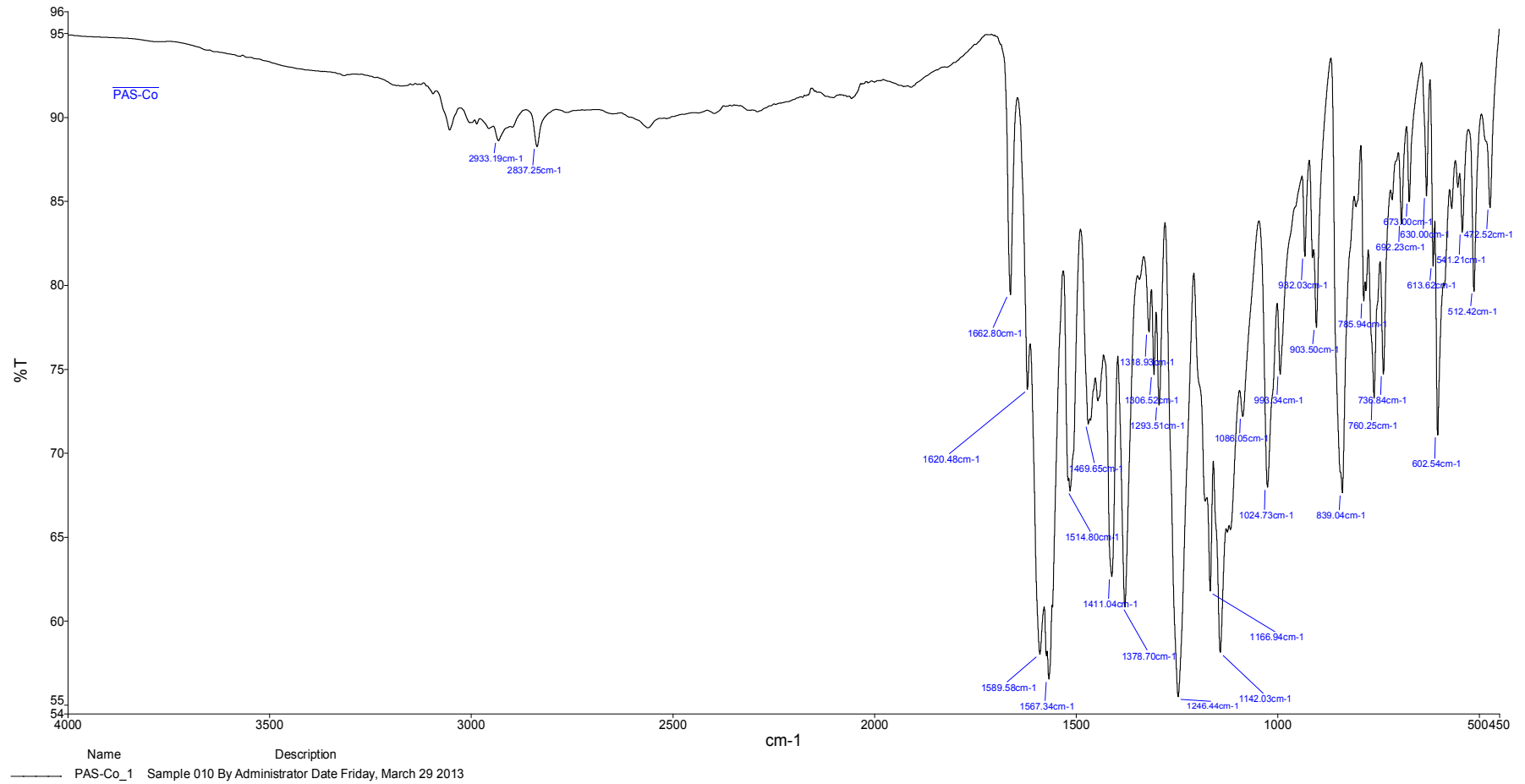
Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 64.53 (64.10), H % 4.17 (4.07), N % 8.68 (8.71).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): H₂O % 0 (0), 2(PhCO) + 2Ph + 6CO % 55 (54.9)

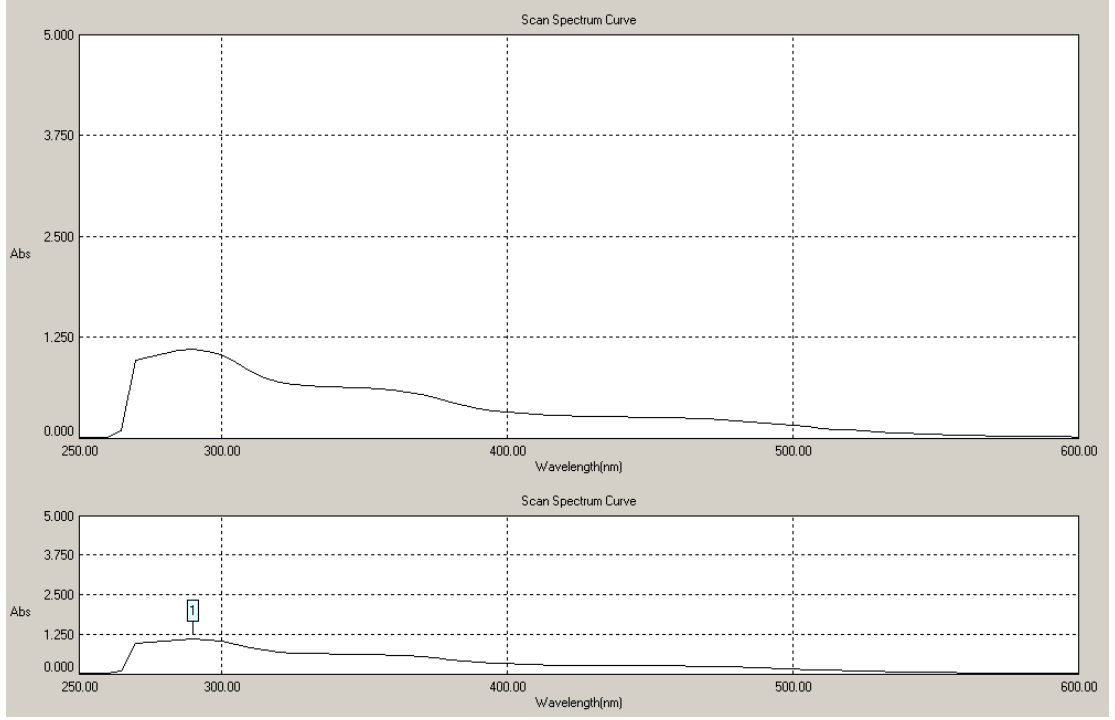
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri:

Şekil 4.13 A'da 1 mM derişimindeki [Co(L₁)₂] indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs^{-1} gerilim tarama hızında alınan voltamogramı

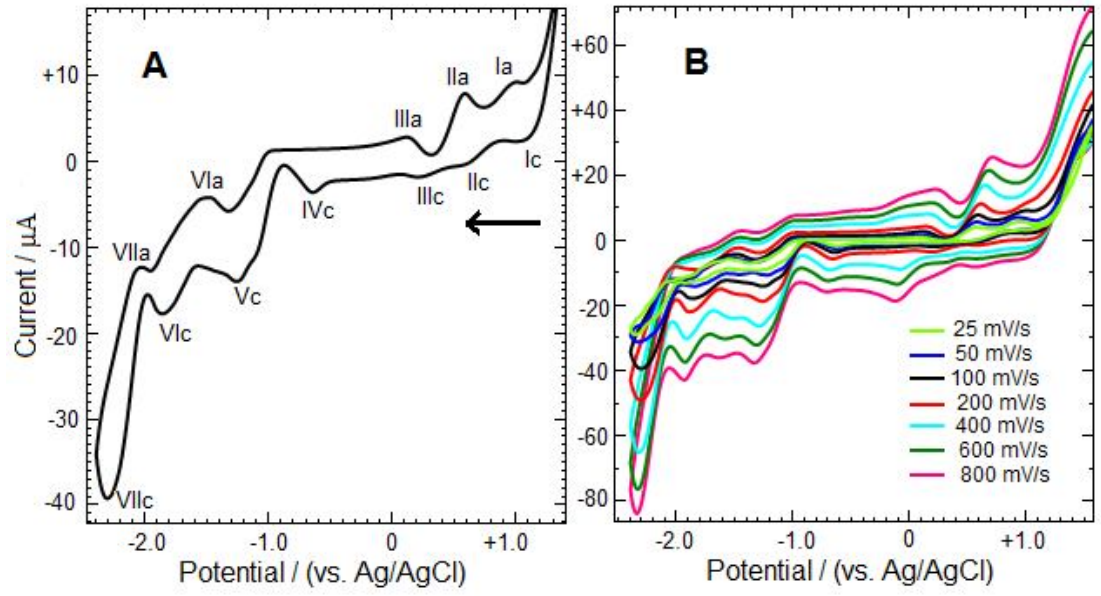
görülmektedir. $[\text{Co}(\text{L}_1)_2]$ kompleksinin +1.10 V (Ic), +0.65 V (IIc), +0.25 V (IIIc), -0.61 V (IVc), -1.21 V (Vc), -1.85 V (VIc) ve -2.30 V (VIIc) dolaylarında yedi indirgenme basamağı görülmektedir. $[\text{Co}(\text{L}_1)_2]$ kompleksinin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +0.98 V (I_a), +0.60 V (II_a), +0.11 (III_a), -1.50 V (VI_a) ve -2.05 V (VII_a) dolaylarında beş yükseltgenme basamağı oluşmuştur. Gerilim tarama hızının $[\text{Co}(\text{L}_1)_2]$ üzerine etkisi 25-800 mVs^{-1} aralığında incelenmiştir (Şekil 4.13 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mV/s), anodik yöndeki II_a dalgası kaybolurken katodik yönde -1.60 V civarında yeni bir dalga belirginleşmiştir.



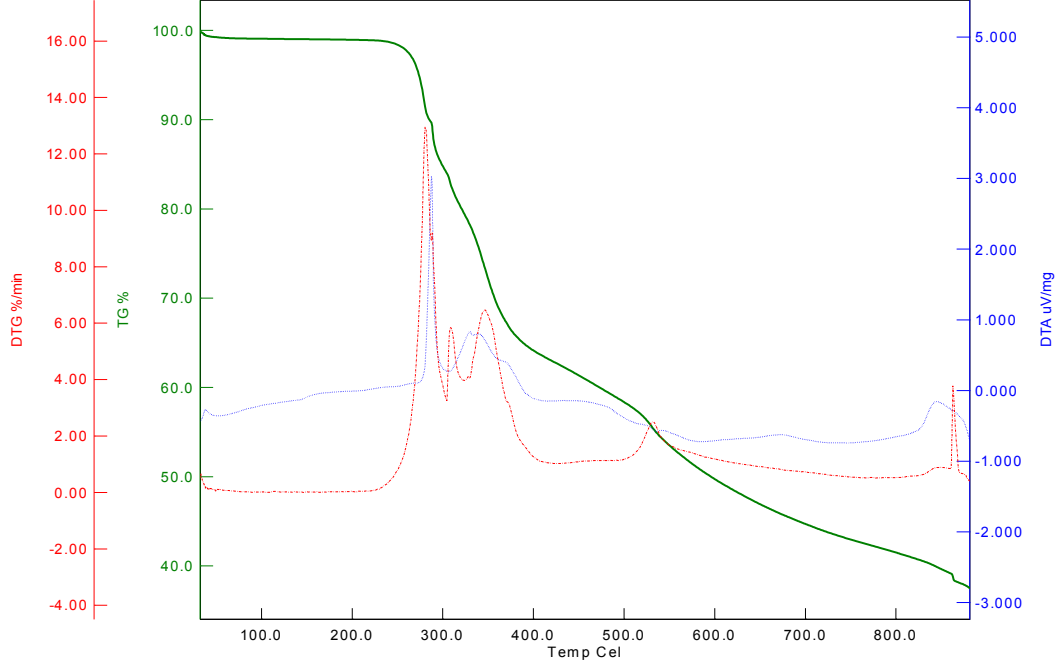
Şekil 4.11. [Co(L₁)₂] Kompleksinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.12. $[\text{Co}(\text{L}_1)_2]$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.13. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Co}(\text{L}_1)_2]$ Kompleksinin Camısı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.14. [Co(L₁)₂] Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

[Ni(L₁)₂] Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$:

[Ni(L₁)₂] Kompleksinin FT-IR spektrumunda 3040 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2933 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait (C-H), 2837 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1663 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1620 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N) ve 1318 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 485 (0.695), 345 (0.988), 295 (1.568), 270 (1.294).

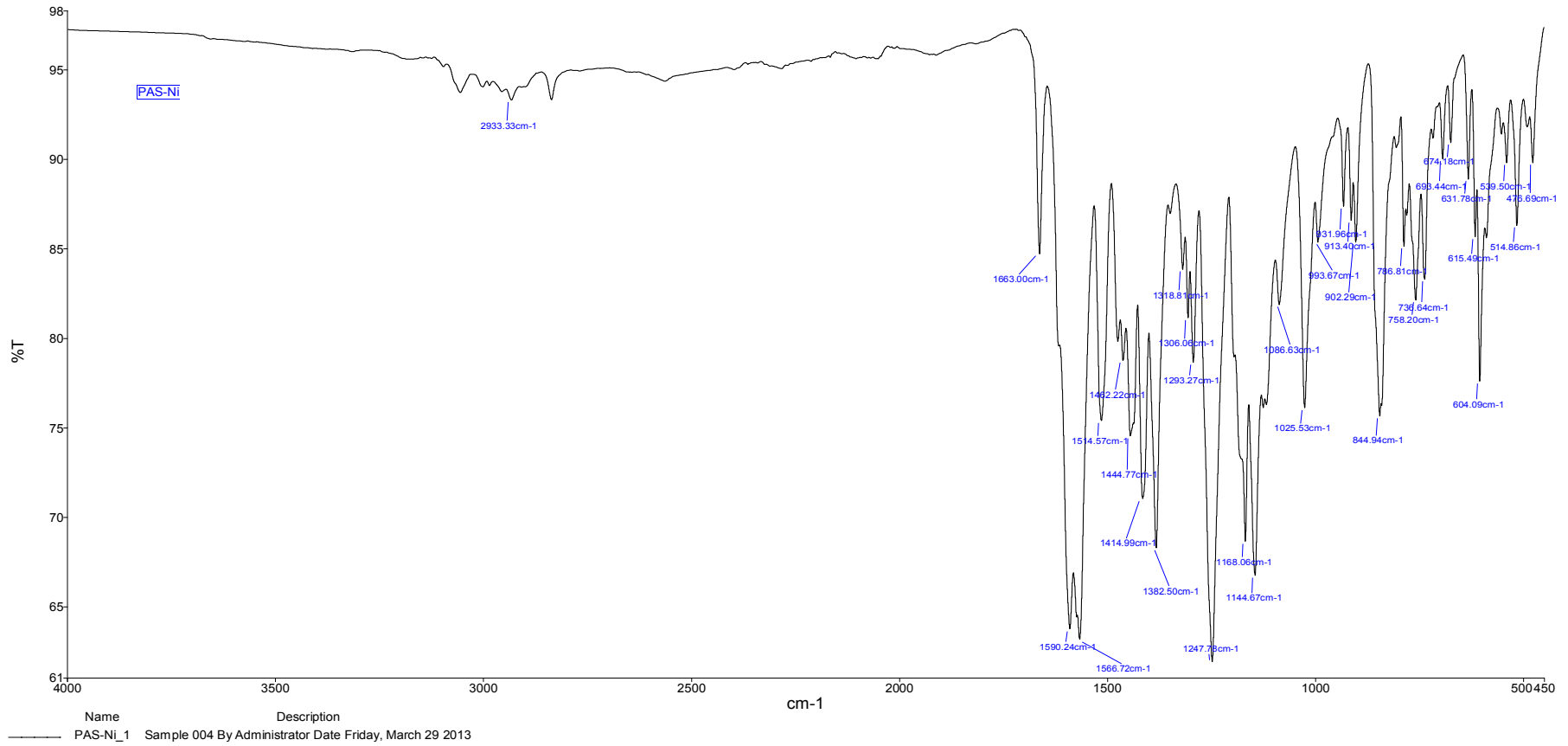
Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 64.55 (64.15), H % 4.17 (4.13), N % 8.69 (8.72).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): H₂O % 0 (0), 2(PhCO) + 2Ph + 6CO % 55 (54.8).

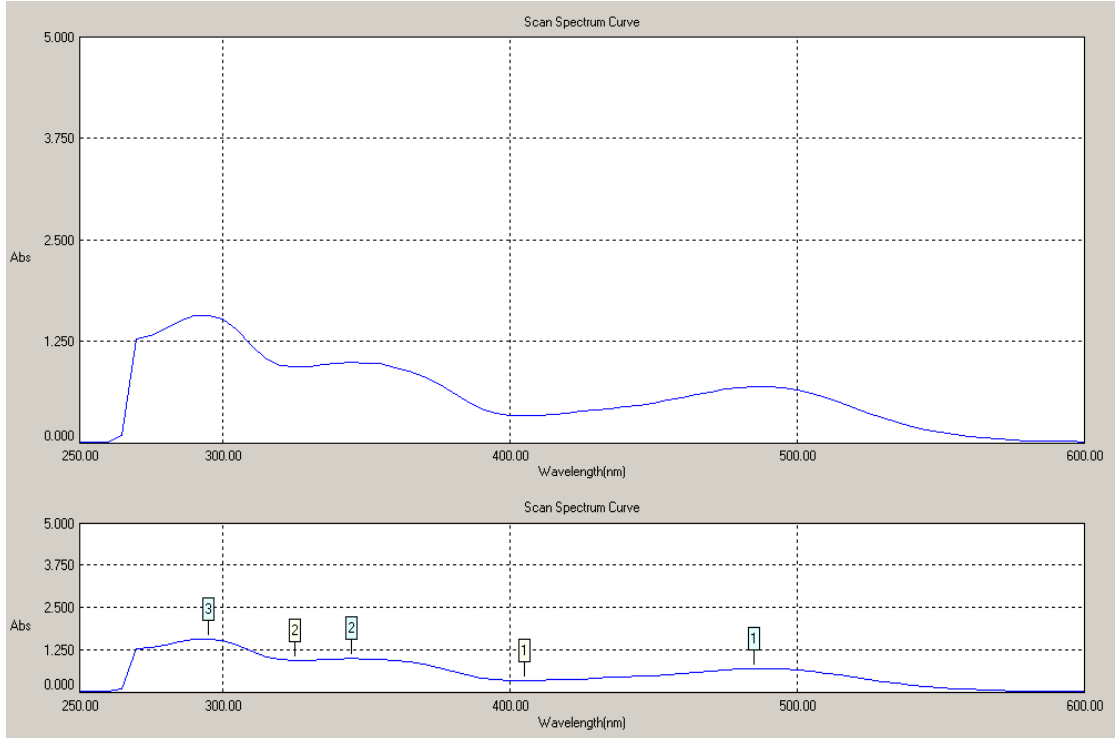
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri:

Şekil 4.17A'da 1 mM derişimindeki [Ni(L₁)₂] indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs^{-1} gerilim tarama hızında alınan voltamogramı

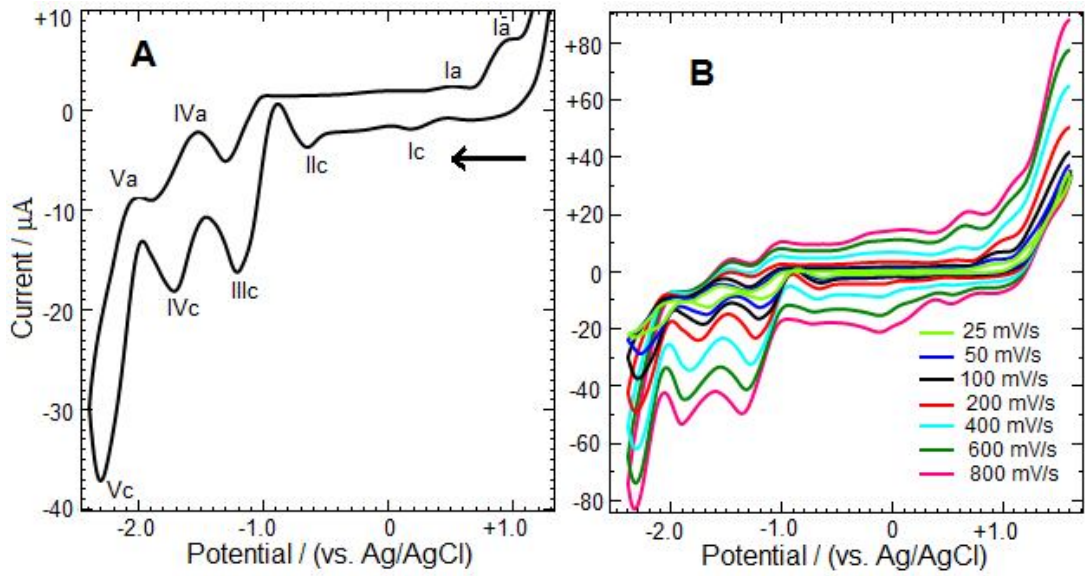
görülmektedir. $[\text{Ni}(\text{L}_1)_2]$ kompleksinin +0.20 V (Ic), -0.62 V (IIc), -1.21 V (IIIc), -1.70 V (IVc) ve -2.31 V (Vc) dolaylarında beş indirgenme basamağı görülmektedir. $[\text{Ni}(\text{L}_1)_2]$ kompleksinin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +0.91 V (Ia'), +0.51 V (Ia), -1.50 V (IVa) ve -2.01 V (Va) dolaylarında dört yükseltgenme basamağı oluşmuştur. Gerilim tarama hızının $[\text{Ni}(\text{L}_1)_2]$ üzerine etkisi 25-800 mVs^{-1} aralığında incelenmiştir (Şekil 4.17 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mV/s), katodik bölgede -0.15 V ve anodik bölgede -1.02 V dolaylarında yeni dalgalar gözlenmiştir.



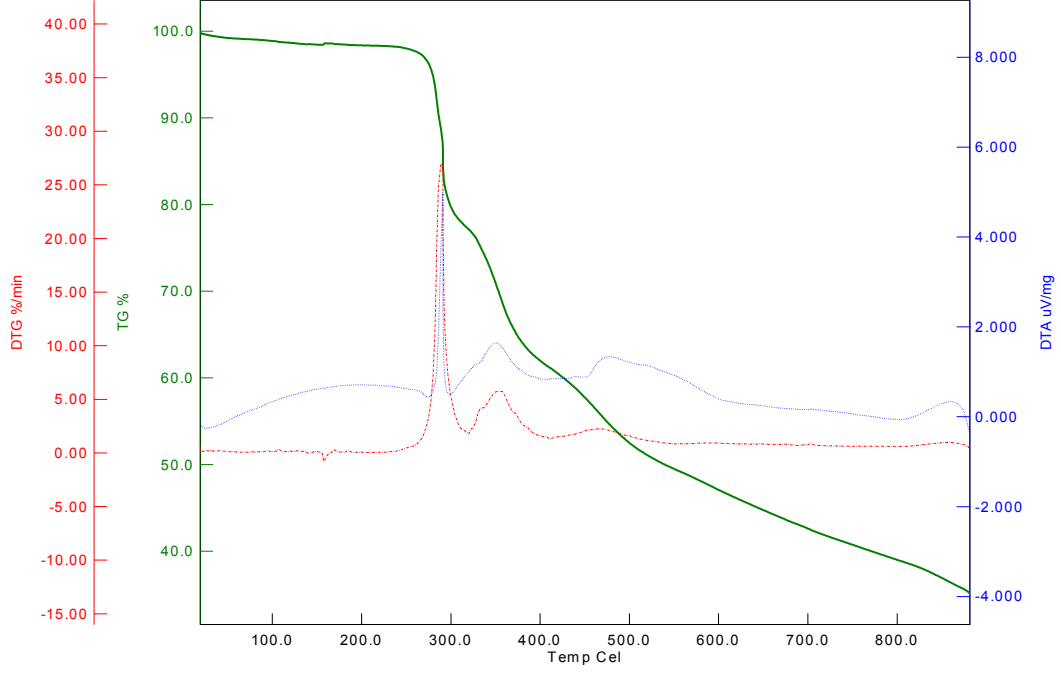
Şekil 4.15. [Ni(L₁)₂] Kompleksinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.16. $[\text{Ni}(\text{L}_1)_2]$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.17. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Ni}(\text{L}_1)_2]$ Kompleksinin Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.18. [Ni(L₁)₂] Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

[Cu(L₁)₂] Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$:

[Cu(L₁)₂] kompleksinin FT-IR spektrumunda 3040 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2933 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait (C-H), 2837 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1659 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1630 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N) ve 1330 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 365 (0.590), 290 (1.04), 270 (0.839).

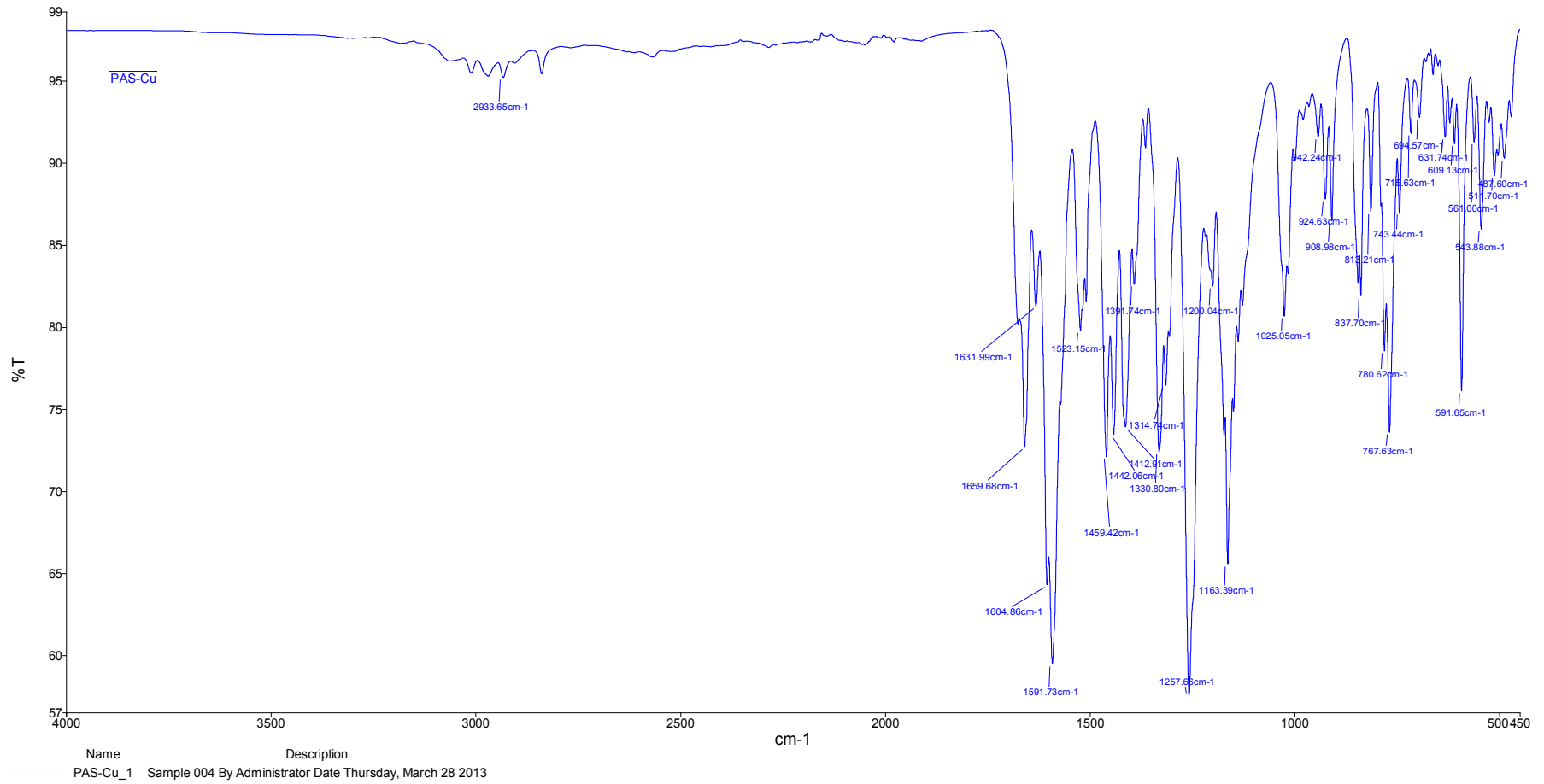
Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 64.22 (64.12), H % 4.15 (4.11), N % 8.64 (8.70).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): H₂O % 0 (0), 2(PhCO) + 2Ph + 6CO % 54.7 (55).

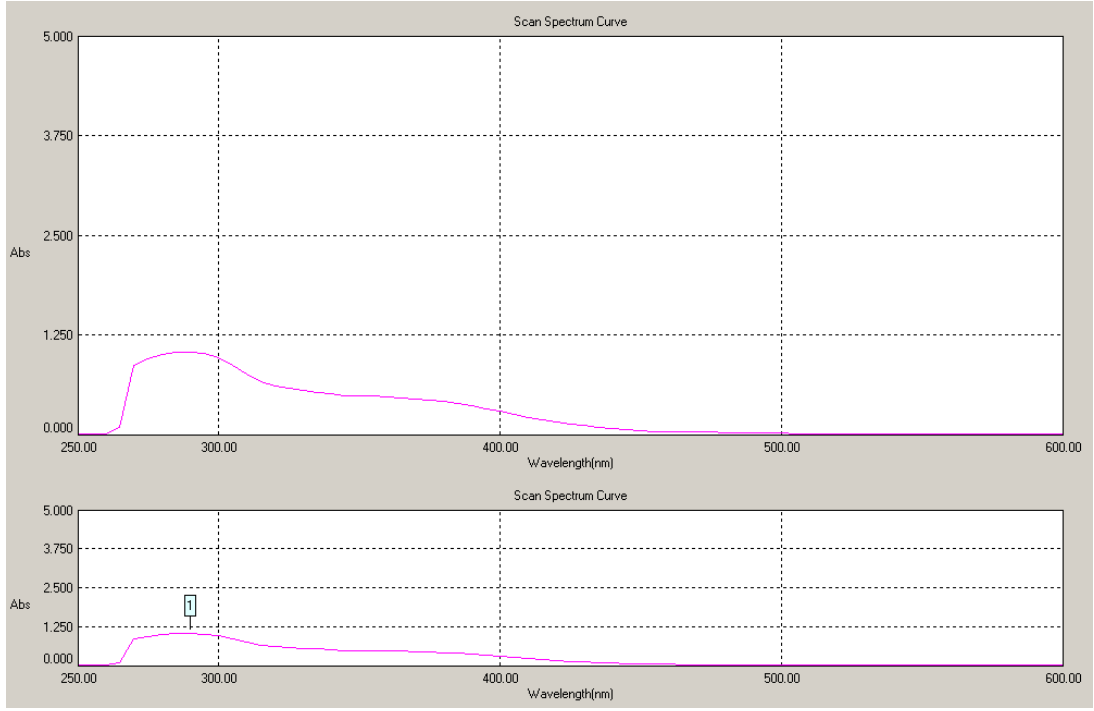
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri:

Şekil 4.21 A'da 1 mM derişimindeki [Cu(L₁)₂] indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs^{-1} gerilim tarama hızında alınan voltamogramı

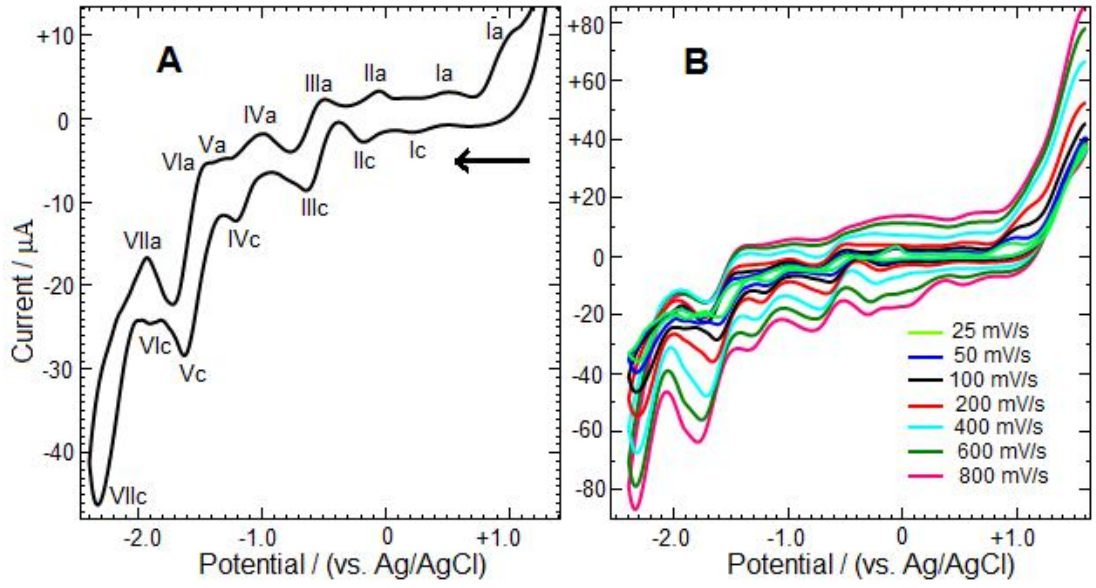
görülmektedir. $[\text{Cu}(\text{L}_1)_2]$ kompleksinin +0.28 V (Ic), -0.20 V (IIc), -0.61 V (IIIc), -1.21 V (IVc), -1.60 V (Vc), -1.90 V (VIc) ve -2.31 V (VIIc) dolaylarında yedi indirgenme basamağı görülmektedir. $[\text{Cu}(\text{L}_1)_2]$ kompleksinin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +0.95 V (Ia'), +0.51 V (Ia), -0.05 V (IIa), -0.50 V (IIIa), -1.00 V (IVa), -1.31 V (Va), -1.45 V (VIa) ve -1.91 V (VIIa) dolaylarında sekiz yükseltgenme basamağı oluşmuştur. Gerilim tarama hızının $[\text{Cu}(\text{L}_1)_2]$ üzerine etkisi 25-800 mVs^{-1} aralığında incelenmiştir (Şekil 4.21 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mV/s), IIa Ia' ve VIc pikleri kayboldukları gözlenmiştir.



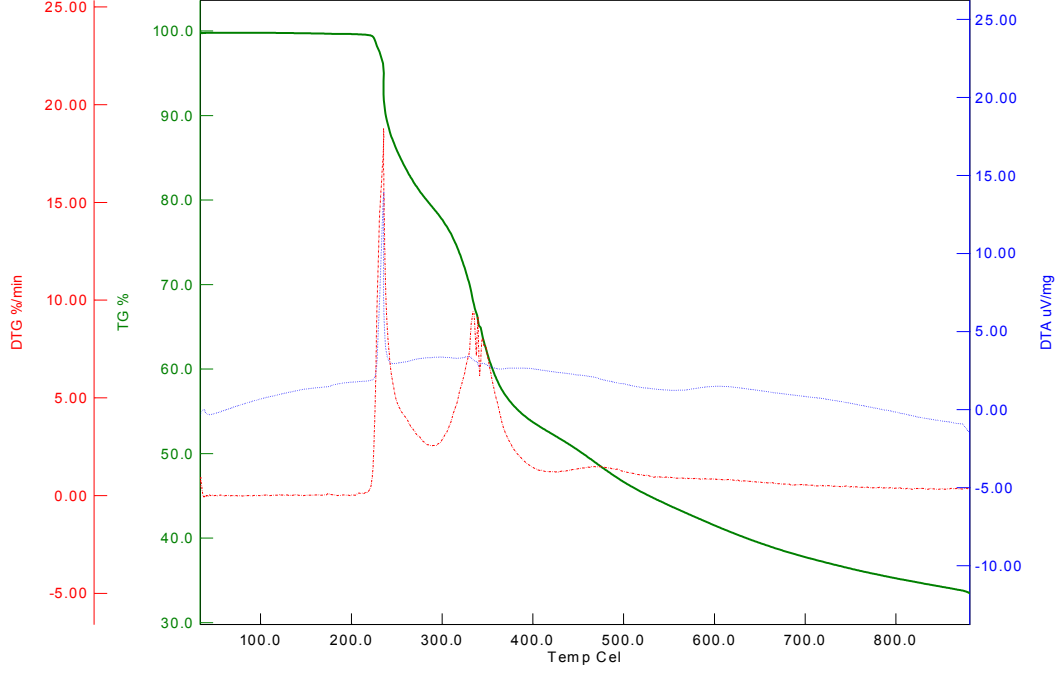
Şekil 4.19. [Cu(L₁)₂] Kompleksinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.20. $[CuL_1]_2$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.21. $1 \times 10^{-3} M$ $[Cu(L_1)_2]$ Kompleksinin Camısı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.22. [Cu(L₁)₂] Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

[Pd(L₁)₂]•2H₂O Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$:

[Pd(L₁)₂]•2H₂O kompleksinin FT-IR spektrumunda 3040 cm⁻¹'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2934 cm⁻¹'de aromatik halkasına ait (C-H), 2835 cm⁻¹'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1651 cm⁻¹'de pirimidin halkasına ait (C=O), ve 1307 cm⁻¹'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

¹H NMR (δ ppm):

8.58 (s, 1H, imine (HC=N) ait proton), 8.73 (s, 1H, pirimidin C-H), 6.37-7.83 (m, 12H, Ar-H; aromatik halkaya ait protonlar), 3.81 (s, 3H, benzoil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃(-CO-Ph-OCH₃)), 3.79 (s, 3H, fenil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃(-Ph-OCH₃)).

¹³C NMR (δ ppm):

190.41 (benzoil (-CO-Ph) C=O ait karbon atomu), 171.18 (pirimidin halkasına ait C=O karbon atomu), 168.83 (HC=N), 165.52 (HC-pirimidin halkası), 164.10 (benzoil-metoksi grubuna bağlı karbon atomu), 162.23 (fenil-metoksi grubuna bağlı

karbon atomu), 151.57 (Ph-C, pirimindin halkası), 150.90 (OH-bağlı karbon atomu), 137.84-114.74 (aromatik halkaya ait karbon atomları), 114.54 (-CO-Ph-C, pirimidin halkası), 56.14 (OCH₃, -CO-Ph), 55.88 (OCH₃, -Ph).

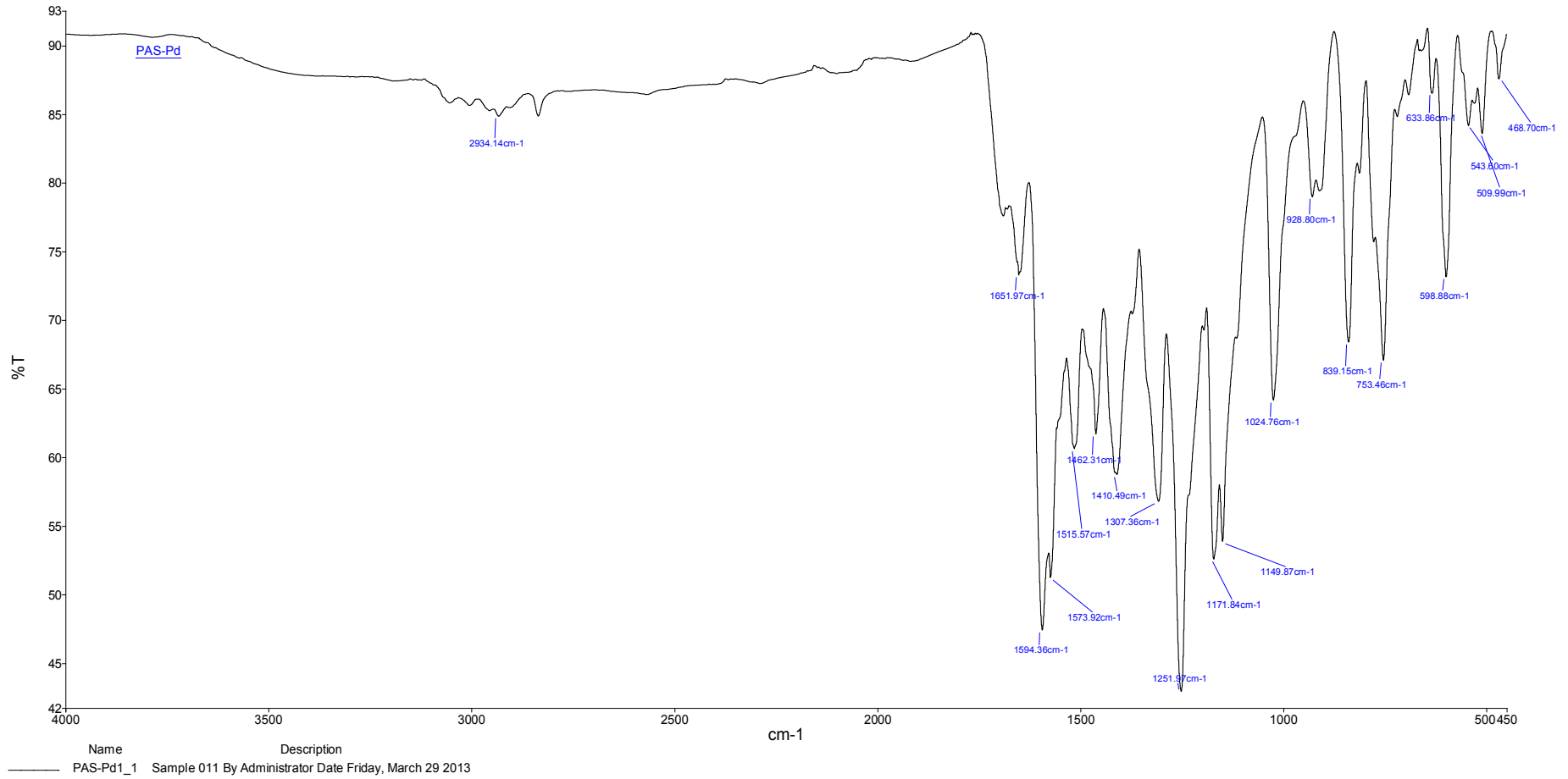
UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)) : 420 (0.361), 345 (1.036), 295 (1.645), 270 (1.224).

Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 59.40 (59.14), H % 4.22 (4.10), N % 7.99 (7.74).

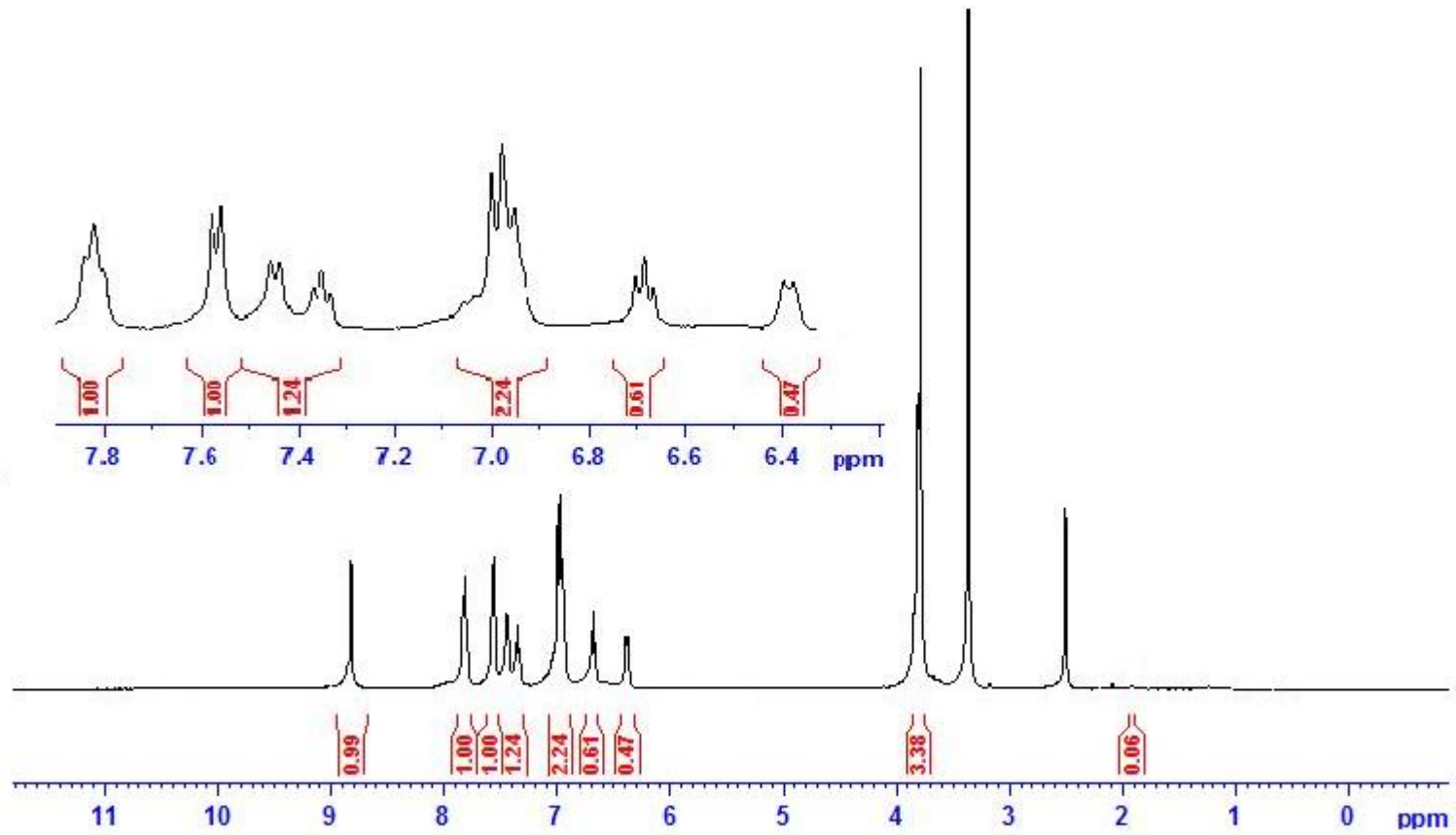
TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): 2H₂O % 3.4 (3.5), 2(PhCO) + 2Ph + 6CO % 59.8 (60).

Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri:

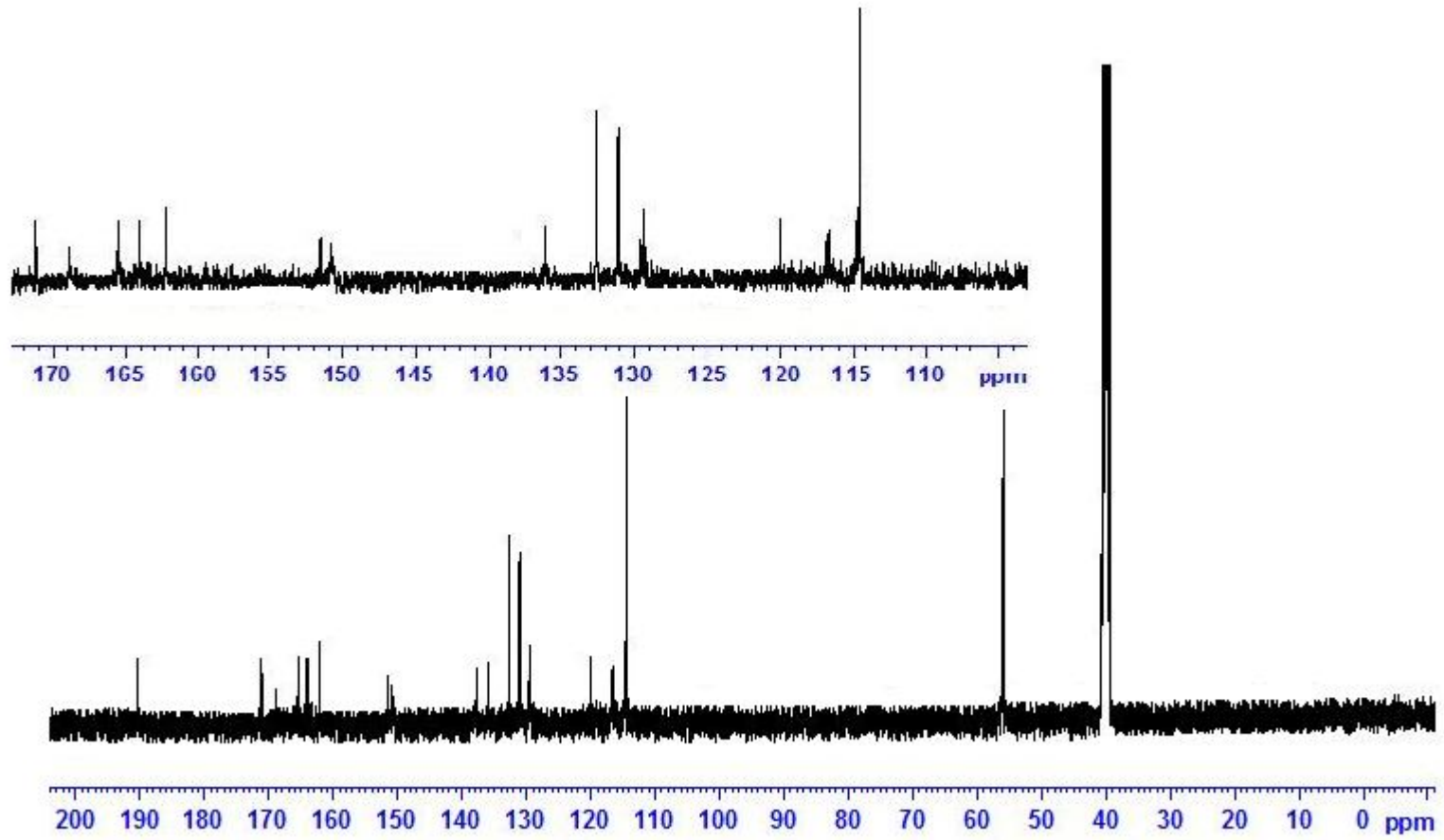
Şekil 4.27 A'da 1 mM derişimindeki [PdL₂] \cdot 2H₂O nin indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs⁻¹ gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görölmektedir. [PdL₂] \cdot 2H₂O kompleksinin +-1.70 V (Ic), -1.20 V (IIc), -1.55 V (IIIc), -1.78 V (IVc) ve -2.31 V (Vc) dolaylarında beş indirgenme basamağı görölmektedir. [PdL₂] \cdot 2H₂O kompleksinin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +1.11 V (Ia'), -1.45 V (IVa) ve -1.81 V (Va) dolaylarında üç yükseltgenme basamağı oluşmuştur. Gerilim tarama hızının [PdL₂] \cdot 2H₂O üzerine etkisi 25-800 mVs⁻¹ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.27 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mV/s>), katodik bölgede +0.21 ve -0.51 V dolaylarında yeni dalgalar gözlenmiştir.



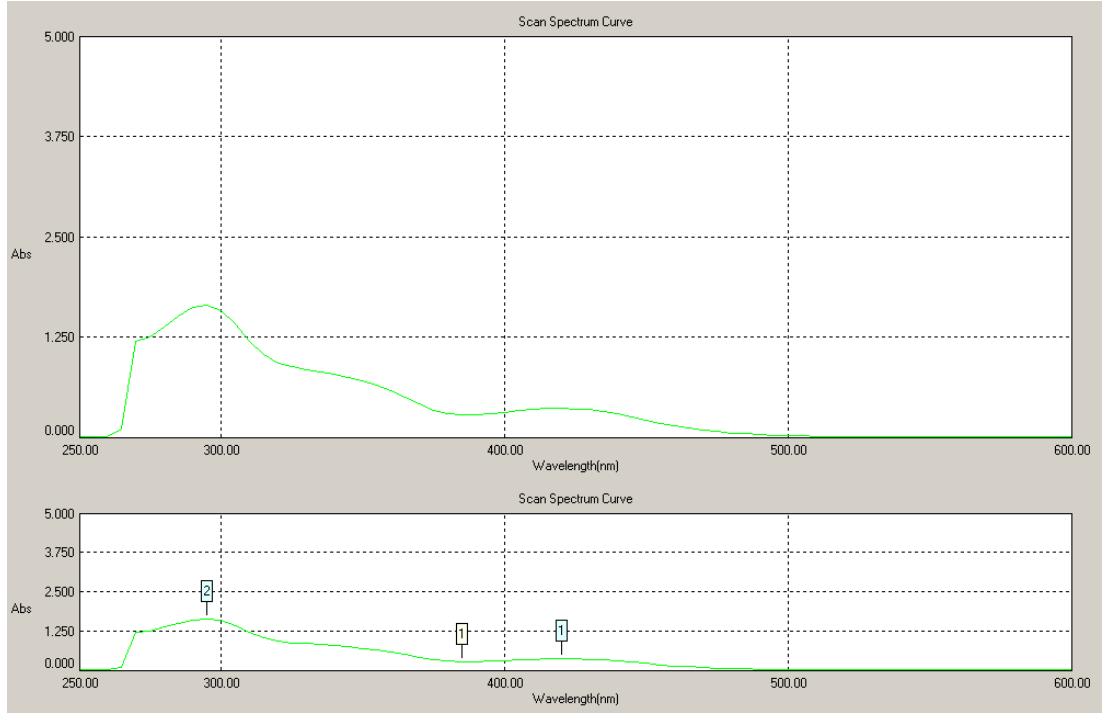
Şekil 4.23. [Pd(L₁)₂]·2H₂O Kompleksinin FT-IR Spektrumu



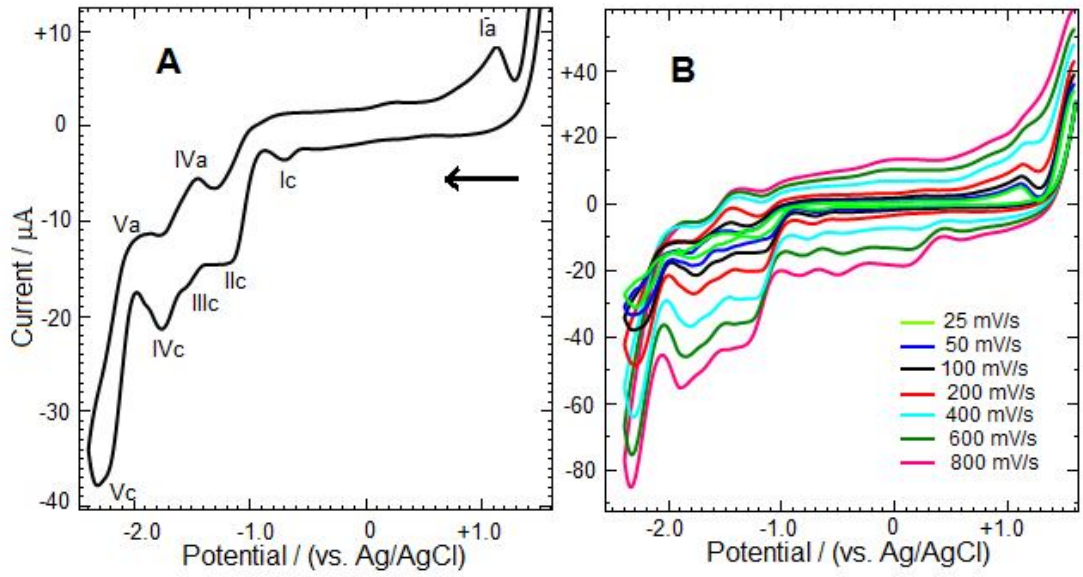
Şekil 4.24. $[\text{Pd}(\text{L}_1)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu



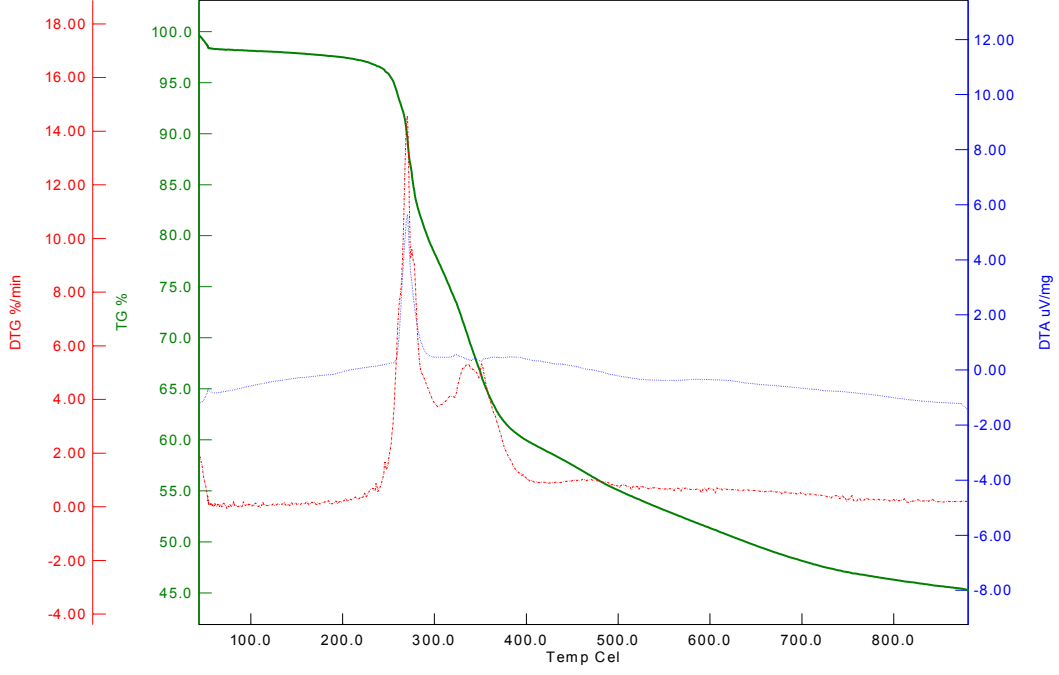
Şekil 4.25. $[\text{Pd}(\text{L}_1)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^{13}C NMR Spektrumu



Şekil 4.26. $[\text{Pd}(\text{L}_1)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.27. 1×10^{-3} M $[\text{Pd}(\text{L}_1)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.28. $[Pd(L_1)_2] \cdot 2H_2O$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

4.1.2. PASM (L_2H) Ligand ve Komplekslerinin Analiz Verileri

PASM (L_2H) ligandına ait;

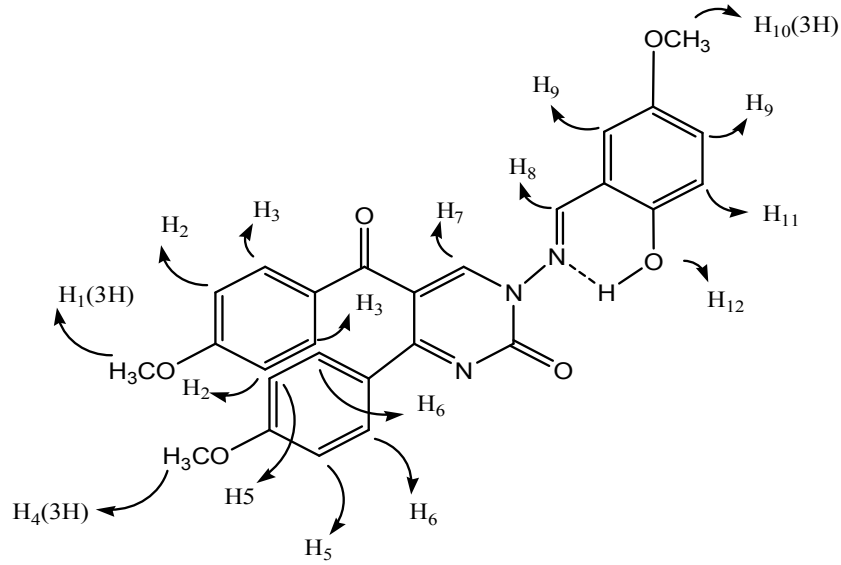
FT-IR $\nu(cm^{-1})$:

PASM(L_2H) ligandının FT-IR spektrumunda 3078 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2950 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait (C-H), 2836 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1677 cm^{-1} 'de benzoil grubuna ait (C=O), 1643 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1617 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N) ve 1329 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

1H NMR (δ ppm):

10.16 (s, 1H, (**H**₁₂) aromatik halkaya bağlı fenolik proton (Ph-OH)), 9.42 (s, 1H, (**H**₈) imine (HC=N) ait proton), 8.49 (s, 1H, (**H**₇) pirimidin-H), aromatik halkaya ait protonlar (**Ar-H**); 7.87 (d, 2H, $J= 8.8$ Hz), 7.49 (d, 2H, $J= 8.8$ Hz), 7.34 (d, 1H, $J= 3.2$ Hz), 7.08 (dd, 1H, $J_1= 3.2$ Hz, $J_2= 8.8$ Hz), 7.00 (d, 2H, $J= 8.8$ Hz), 6.93 (t, 3H, $J_1= 9.6$ Hz, $J_2= 9.2$ Hz), 3.82 (s, 3H, (**H**₁₀) fenol grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃ (-Ph-OH)), 3.75 (s, 3H, (**H**₁) benzoil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃ (-

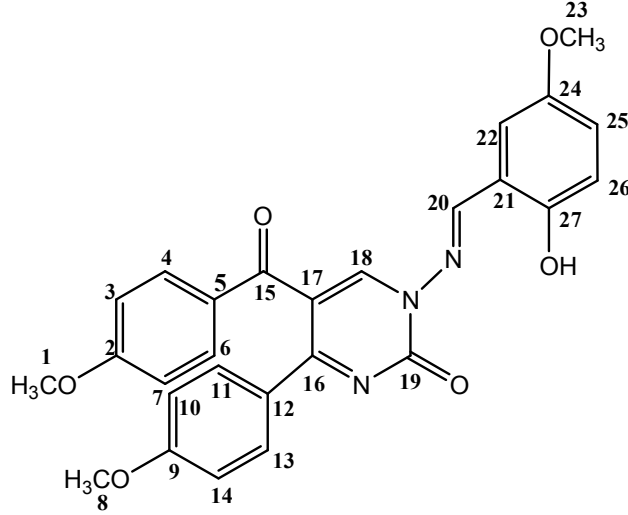
CO-Ph-OCH₃)), 3.73 (s, 3H, (**H**₄) fenil grubuna bađlı alifatik protonlar –OCH₃(-Ph-OCH₃)).



Şekil 4.29. PASM(L₂H) Liganda Ait Numaralandırılmış Proton Gösterimi

¹³C NMR (δ ppm):

190.81 (**C15**, benzoil (-CO-Ph) C=O ait karbon atomu), 169.64 (**C19**, pirimidin halkasına ait C=O karbon atomu), 163.96 (**C20**, HC=N), 163.38 (**C18**, HC-pirimidin halkası), 161.94 (**C2**, benzoil-metoksi grubuna bađlı karbon atomu), 153.41 (**C9**, fenil-metoksi grubuna bađlı karbon atomu), 152.65 (**C27**, OH-bađlı karbon atomu), 151.74 (**C24**, fenol-metoksi grubuna bađlı karbon atomu), 148.37 (**C16**, Ph-C, pirimidin halkası), 132.77-114.23 (**Ar-C**, aromatik halkaya ait karbon atomları), 110.23 (**C17**, -CO-Ph-C, pirimidin halkası), 56.09 (**C1**, OCH₃, -CO-Ph), 55.95 (**C23**, OCH₃, OH-Ph), 55.80 (**C8**, OCH₃, -Ph).



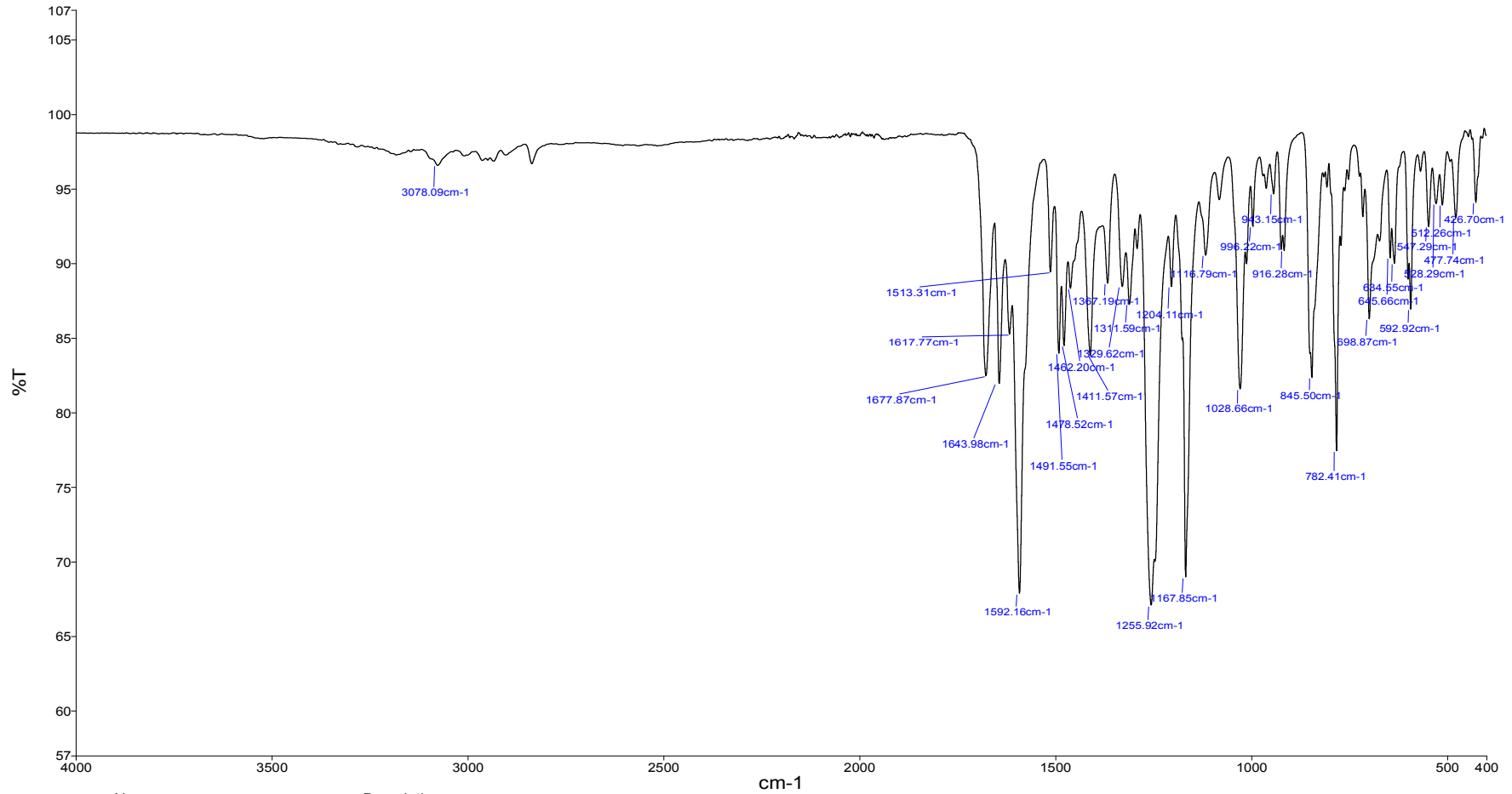
Şekil 4.30. PASM(L₂H) Liganda Ait Numaralandırılmış Karbon Gösterimi

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 365 (1.035), 290 (1.720), 270 (1.400).

Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 66.80 (66.25), H % 4.78 (4.82), N % 8.66 (8.70).

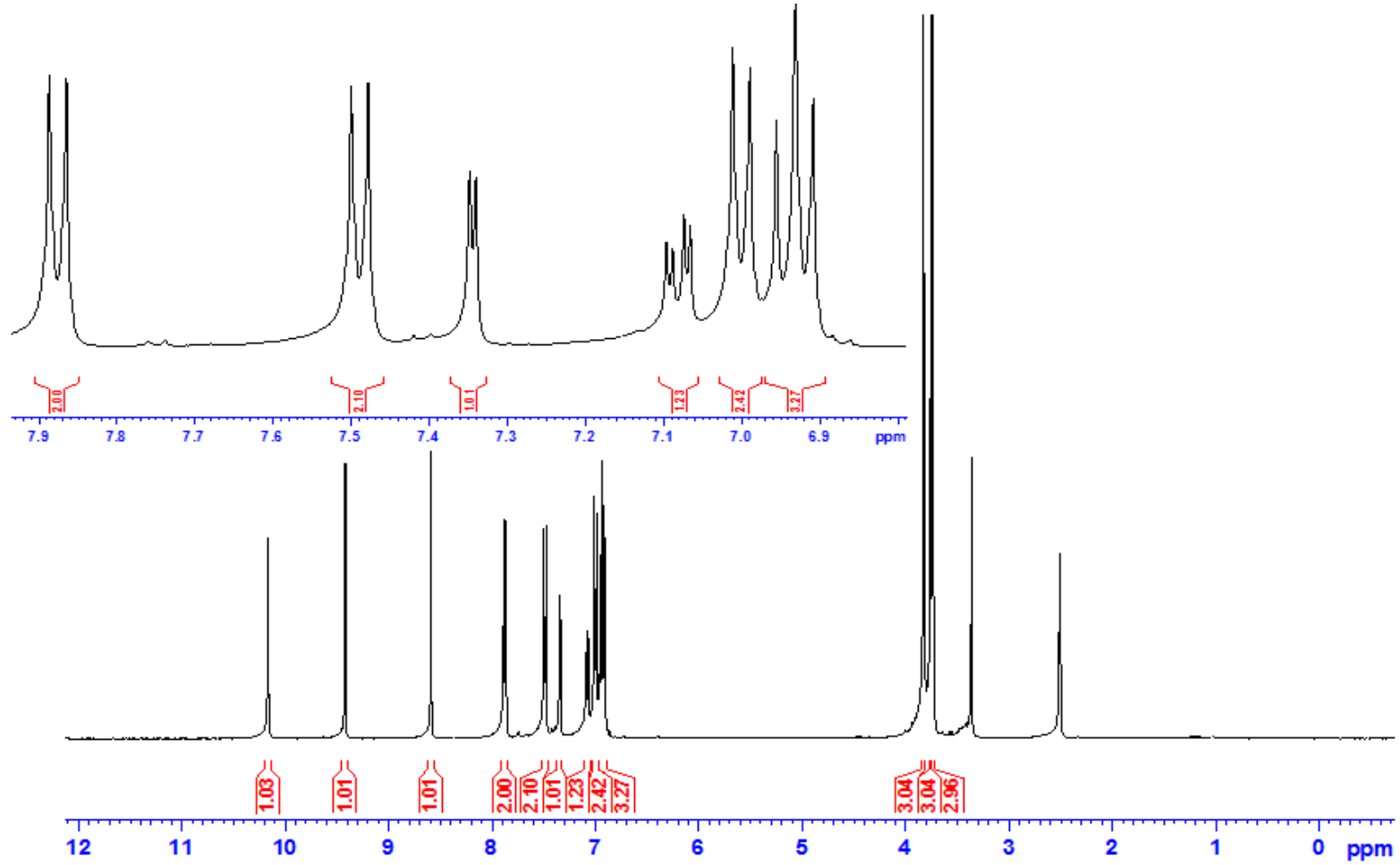
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri:

Şekil 4.37 A'da 1 mM derişimindeki PASM(L₂H)'nin indirgenme yönünde, -2.3 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs⁻¹ gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görülmektedir. PASM ligantın +0.78 V (Ic), +0.25 V (IIc), -0.67 V (IIIc), -1.20 V (IVc), -1.58 V (Vc) ve (VIc)'da altı indirgenme basamağı gözlenmektedir. Ligandın indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +0.92 V (I_a) ve -1.55 V (IV_a + Va) dolayında iki yükseltgenme basamağı görülmektedir. Gerilim tarama hızınının 1 mM PASM üzerine etkisi 25-800 mVs⁻¹ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.37 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mV/s>), +0.25 V civarında yeni bir yükseltgenme basamağı gözlenirken VI_a+Va piki iyice belirginleşmiştir.

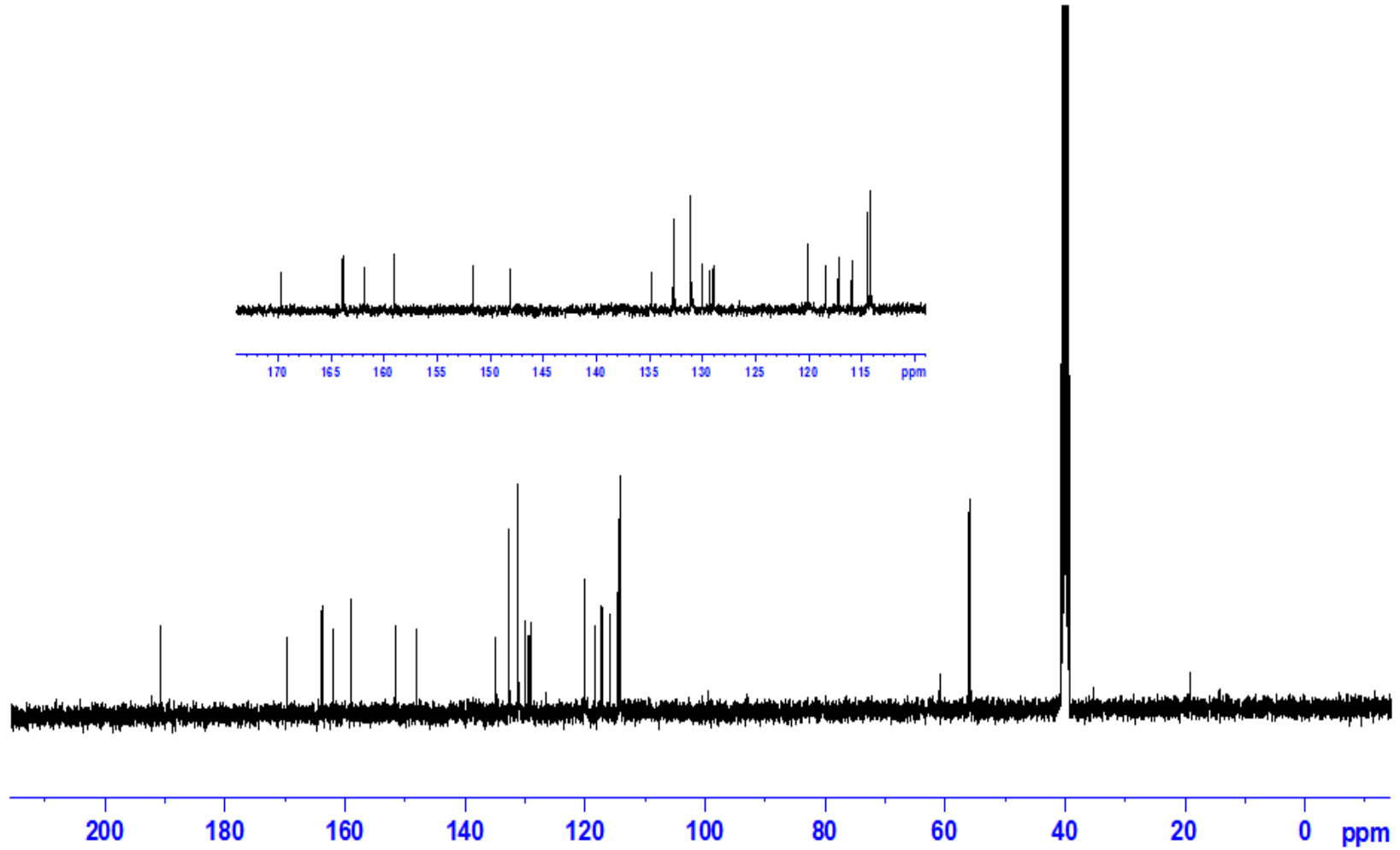


Name: meh-pasm_1
 Description: Sample 146 By Administrator Date Tuesday, June 24 2014

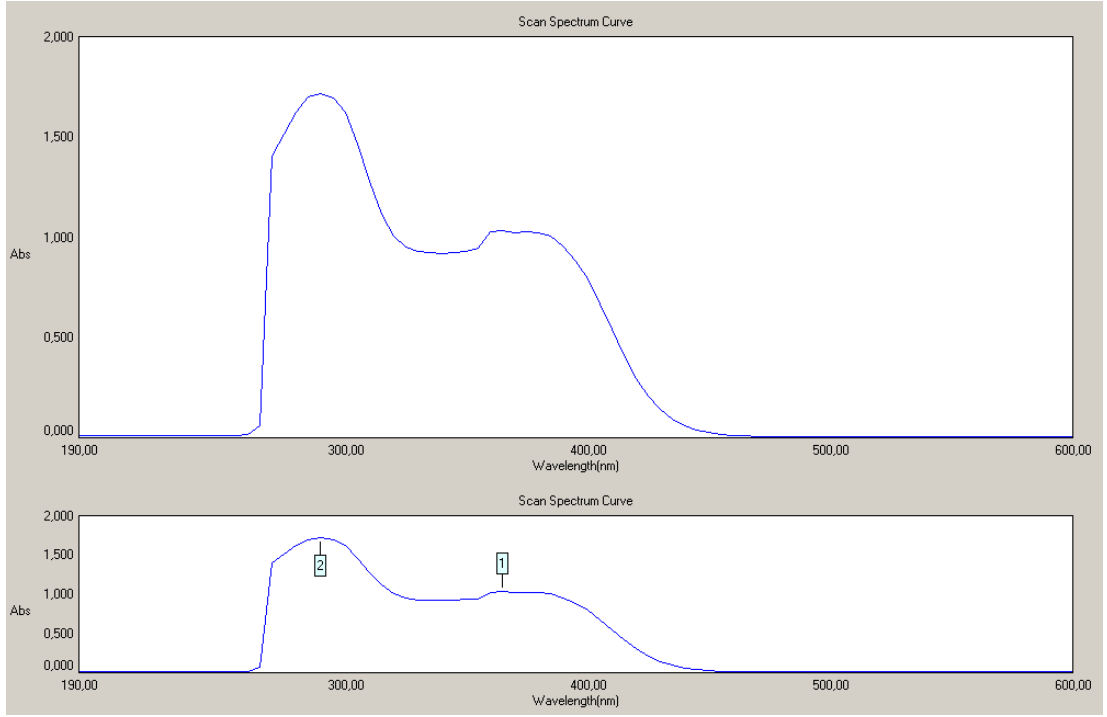
Şekil 4.31. PASM(L₂H) Ligandının FT-IR Spektrumu



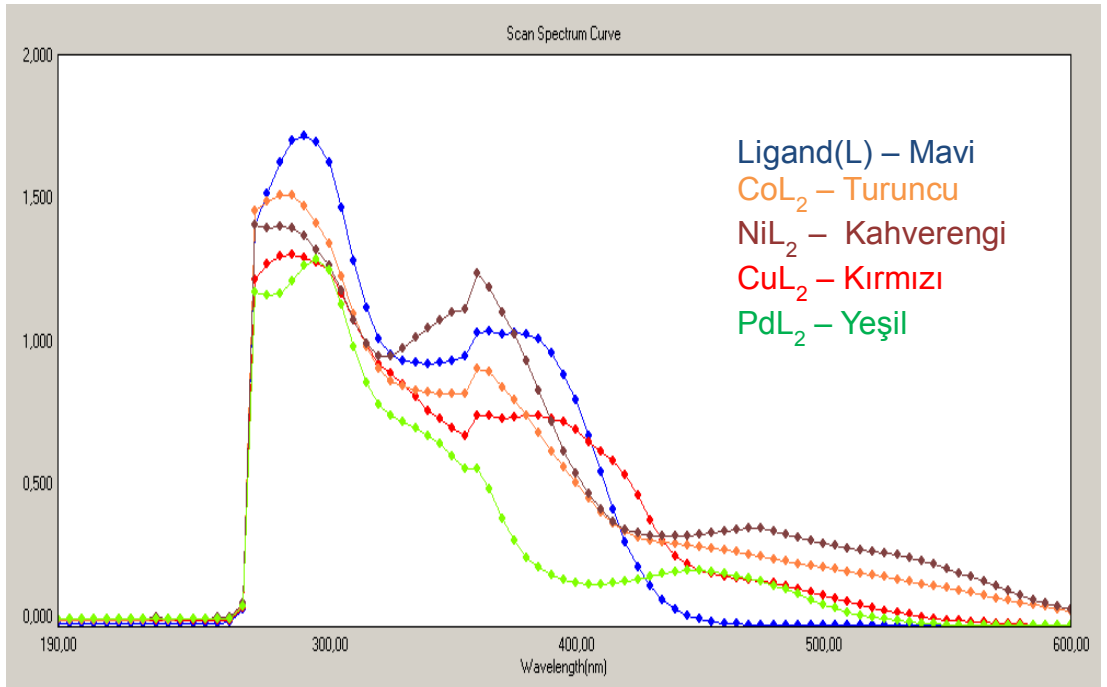
Şekil 4.32. PASM(L₂H) Ligandının ^1H NMR Spektrumu



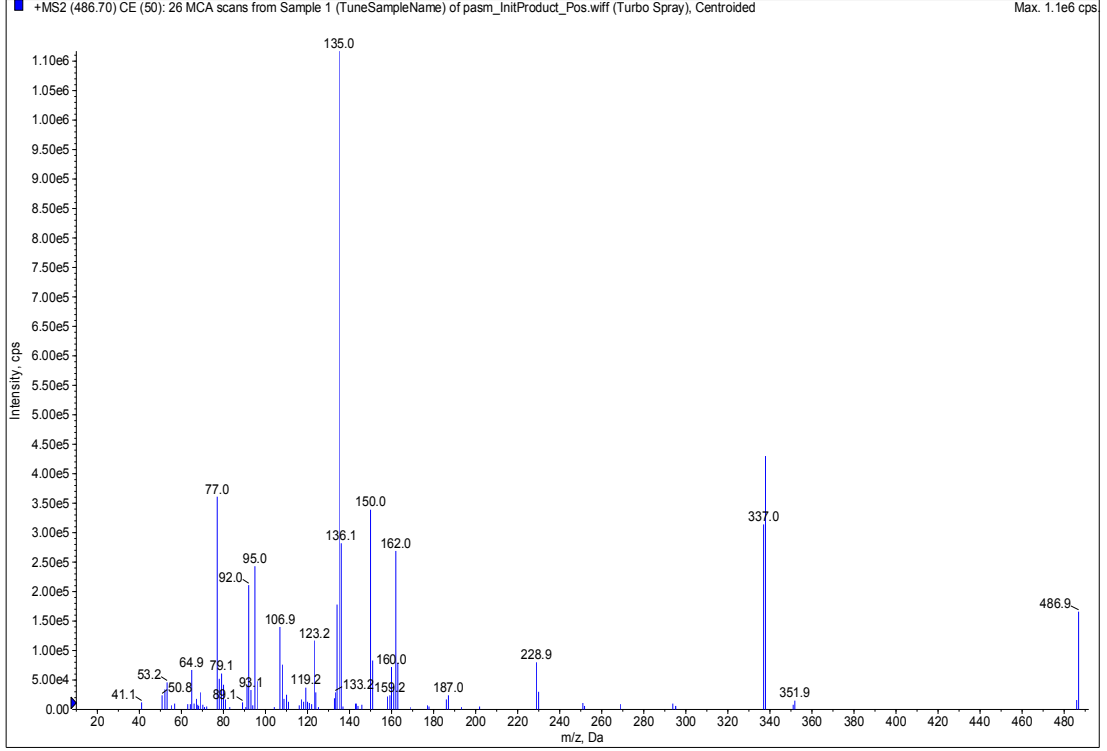
Şekil 4.33. PASM(L₂H) Ligandının ^{13}C NMR Spektrumu



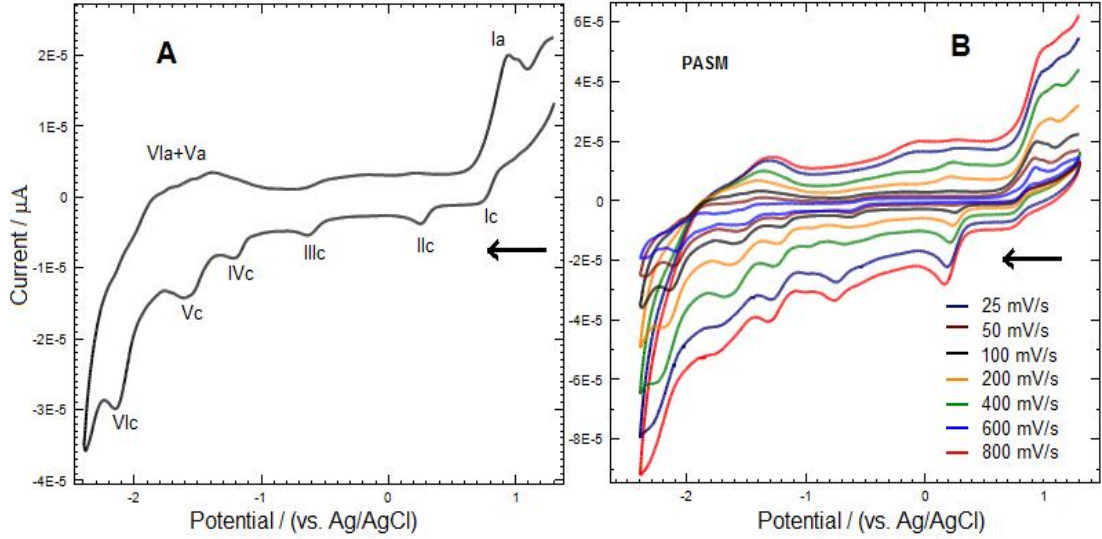
Şekil 4.34. PASM(L₂H) Ligandının UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.35. PASM (L₂H) Ligand ve Komplekslerin UV-Vis Spektrumları



Şekil 4.36. PASM(L₂H) Ligandının LC-MS/MS Kütle Spektrogramı



Şekil 4.37. 1×10^{-3} M PASM(L₂H) Ligandın Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları

[Co(L₂)₂] Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$:

[Co(L₂)₂] kompleksinin FT-IR spektrumunda 3062 cm^{-1} 'de (C-H pirimidin halkasına ait gerilme), 2934 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait (C-H), 2836 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1659 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1616 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N), 1320 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

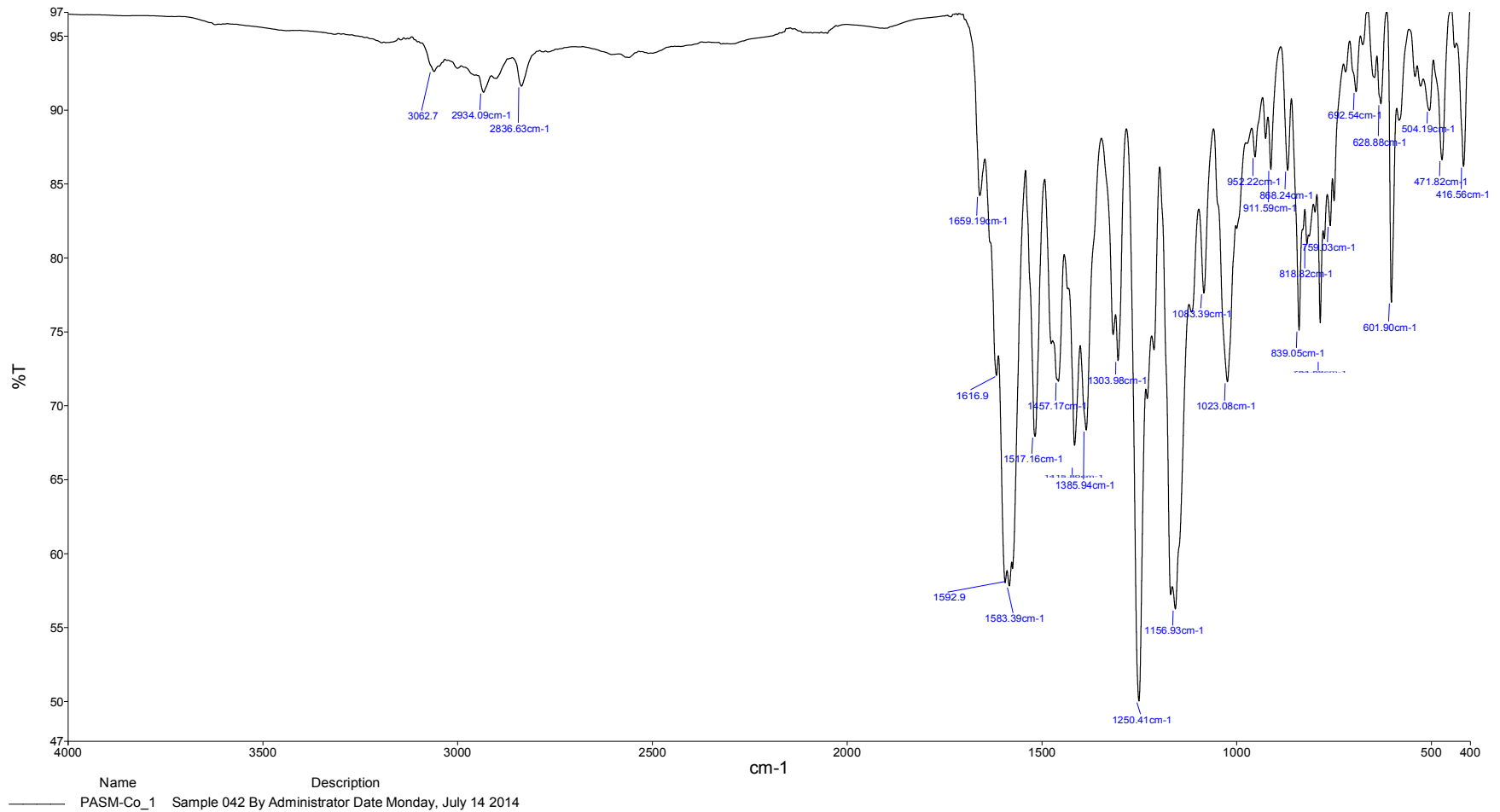
UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 420 (0.330), 365 (0.905), 290 (1.515), 270 (1.350).

Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 63.10 (63.13), H % 4.33 (4.22), N % 8.04 (7.99).

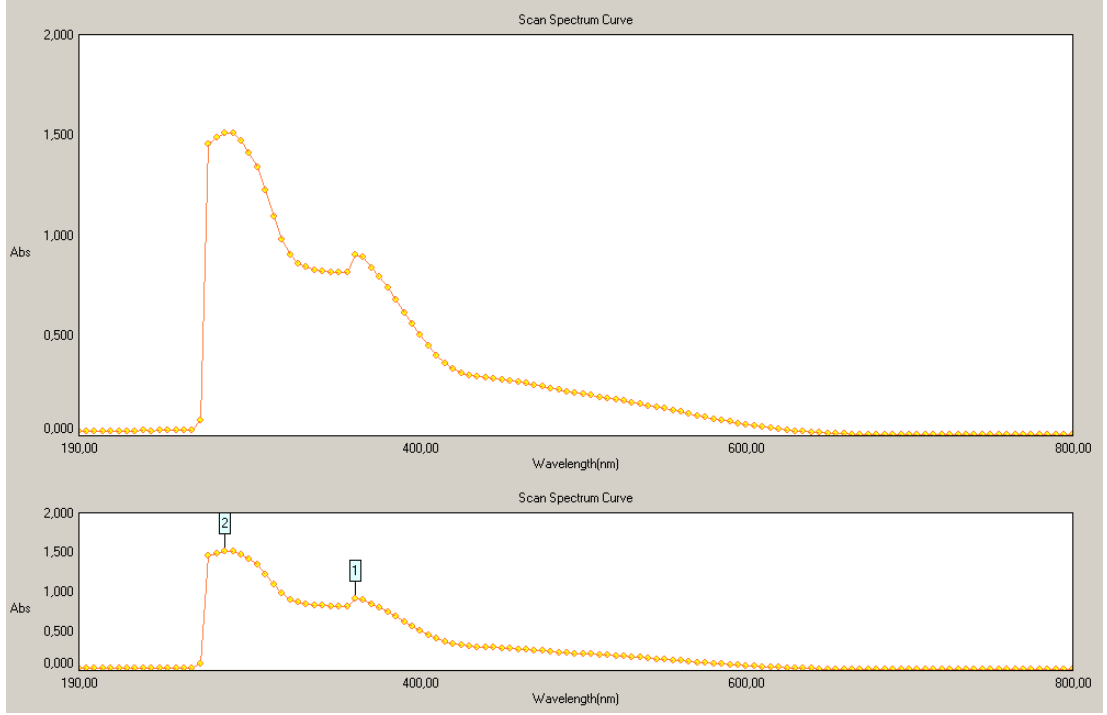
TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): H₂O % 0 (0), 2(PhCO) + 2Ph + 6CO % 50.9 (50.0), Organik Kalıntı % 40.3 (41.0), CoO % 7.1 (7.5)

Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri:

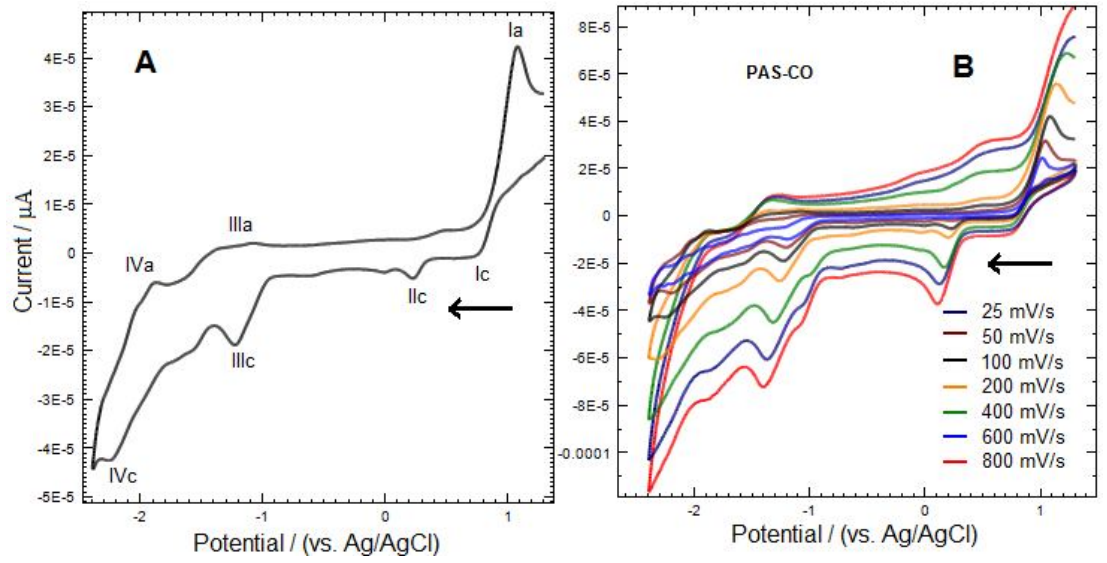
Şekil 4.40 A'da 1 mM derişimindeki [Co(L₂)₂] kompleksinin indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs^{-1} gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görülmektedir. [Co(L₂)₂] kompleksinin +0.75 V (Ic), +0.22 V (IIc), -1.21 V ve -2.21 V (IVc) de dört indirgenme basamağı gözlenmektedir. Kompleksin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +1.06 V (Ia), -1.37 V (IIIa) ve -1.06 V (IVa) dolayında dört yükseltgenme basamağı görülmektedir. Gerilim tarama hızının $1 \times 10^{-3} \text{M}$ [Co(L₂)₂] üzerine etkisi 25-800 mVs^{-1} aralığında incelenmiştir (Şekil 4.40 B). Yüksek tarama hızlarında (400 mV/s) IVc piki gözlenmemektedir.



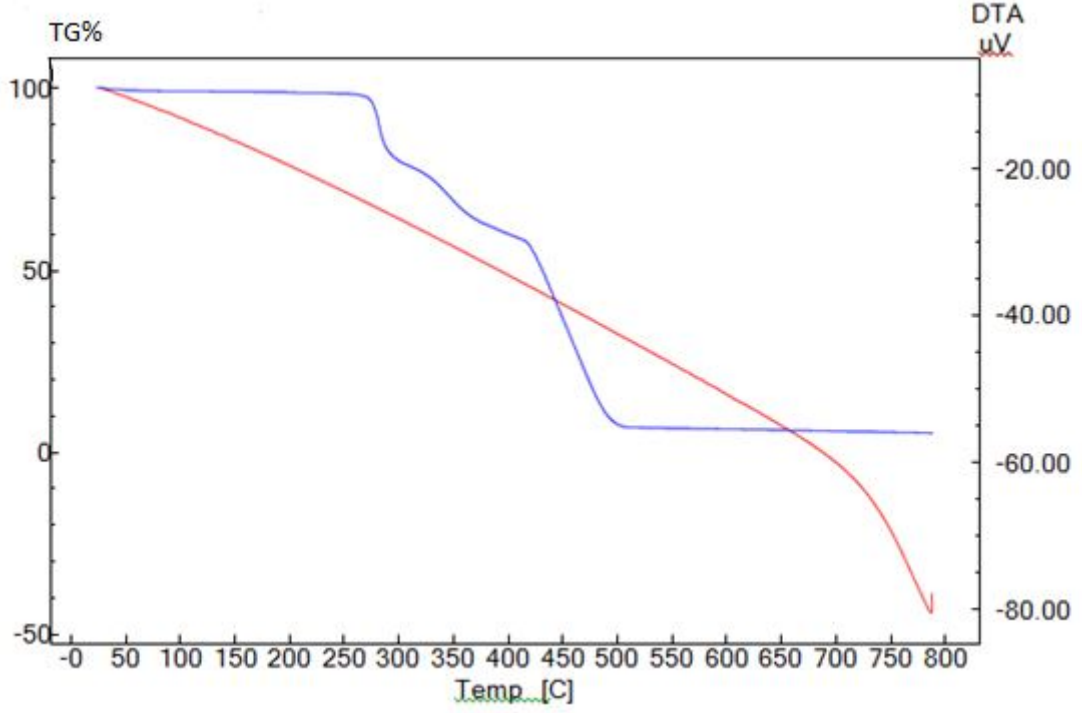
Şekil 4.38. [Co(L₂)₂] Kompleksinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.39. $[\text{Co}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.40. 1×10^{-3} M $[\text{Co}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin Camşı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.41. [Co(L₂)₂] Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

[Ni(L₂)₂]·H₂O Kompleksine ait;

FT-IR ν (cm⁻¹):

[Ni(L₂)₂]·H₂O kompleksinin FT-IR spektrumunda 3060 cm⁻¹'de (C-H pirimidin halkasına ait gerilme), 2935 cm⁻¹'de aromatik halkasına ait (C-H), 2836 cm⁻¹'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1655 cm⁻¹'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1616 cm⁻¹'de imin grubuna ait (C=N), 1320 cm⁻¹'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

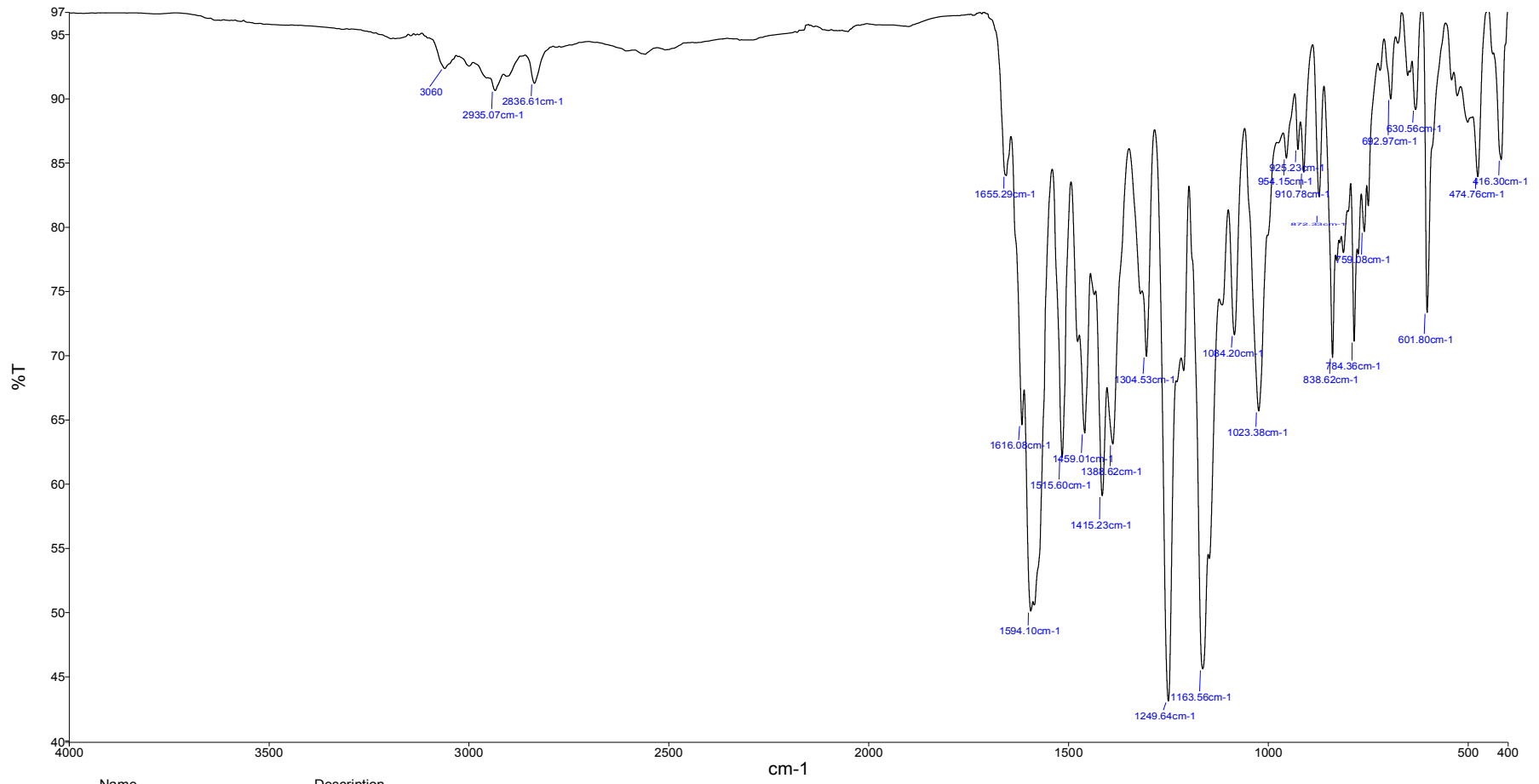
UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 470 (0.343), 365 (1.230), 270 (1.404).

Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 62.03 (62.30), H % 4.43 (4.22), N % 8.04 (8.04).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): H₂O % 1.7 (1.9), 2(PhCO) + 2Ph + 6CO % 50.9 (49.5), Organik Kalıntı % 40.32 (41.5) NiO % 7.08 (7.2)

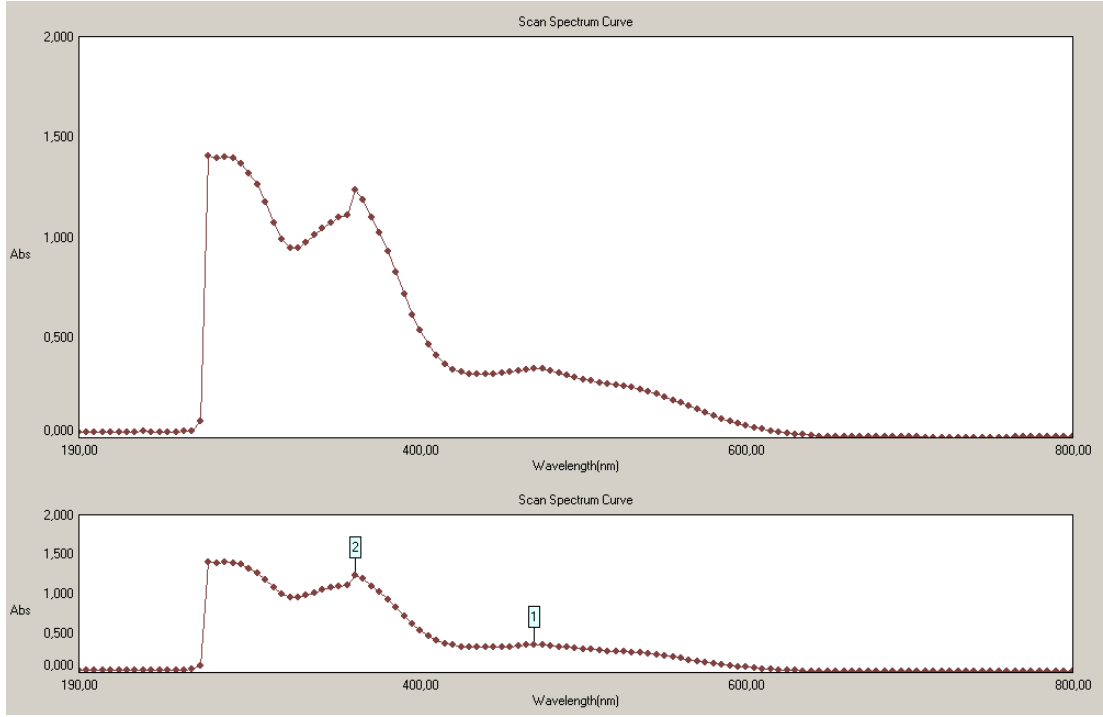
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri:

Şekil 4.44 A'da 1 mM derişimindeki $[\text{Ni}(\text{L}_2)_2]\cdot\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs^{-1} gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görülmektedir. $[\text{Ni}(\text{L}_2)_2]\cdot\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin katodik bölgede sırasıyla +0.72 V (Ic), -1.22 V (IIc), -1.65 V (IIIc) ve -2.15 V (IVc) dolayında dört yükseltgenme basamağı meydana gelmiştir. Kompleksin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla -0.99 V (Ia), -1,00 V (IIa), -1.46 V (IIIa) ve -1.96 V (IVa) dolayında dört yükseltgenme basamağı meydana gelmiştir. Gerilim tarama hızının 1 mM $[\text{Ni}(\text{L}_2)_2]\cdot\text{H}_2\text{O}$ üzerine etkisi $25\text{-}800 \text{ mVs}^{-1}$ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.44 B). Tarama hızının artması ile Ic ve IVc basamakların akım şiddeti azalırken IIIc indirgenme basamağındaki pik şiddeti artmaktadır. 200 mVs^{-1} tarama hızlarında +0.15 V dolaylarında yeni bir indirgenme basamağı gözlemlenmiştir.

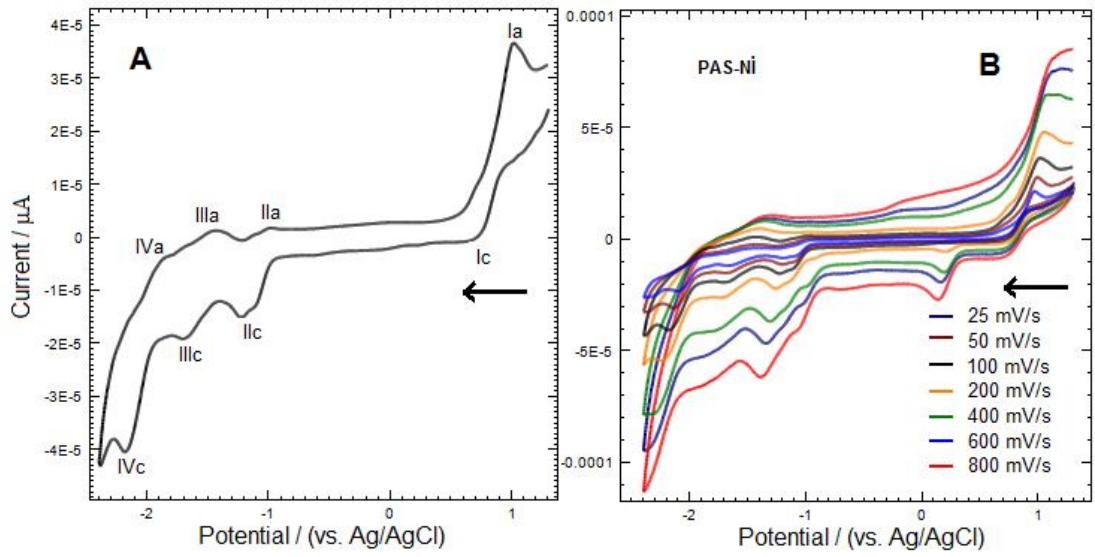


Name Description
 PASM-Ni_1 Sample 040 By Administrator Date Monday, July 14 2014

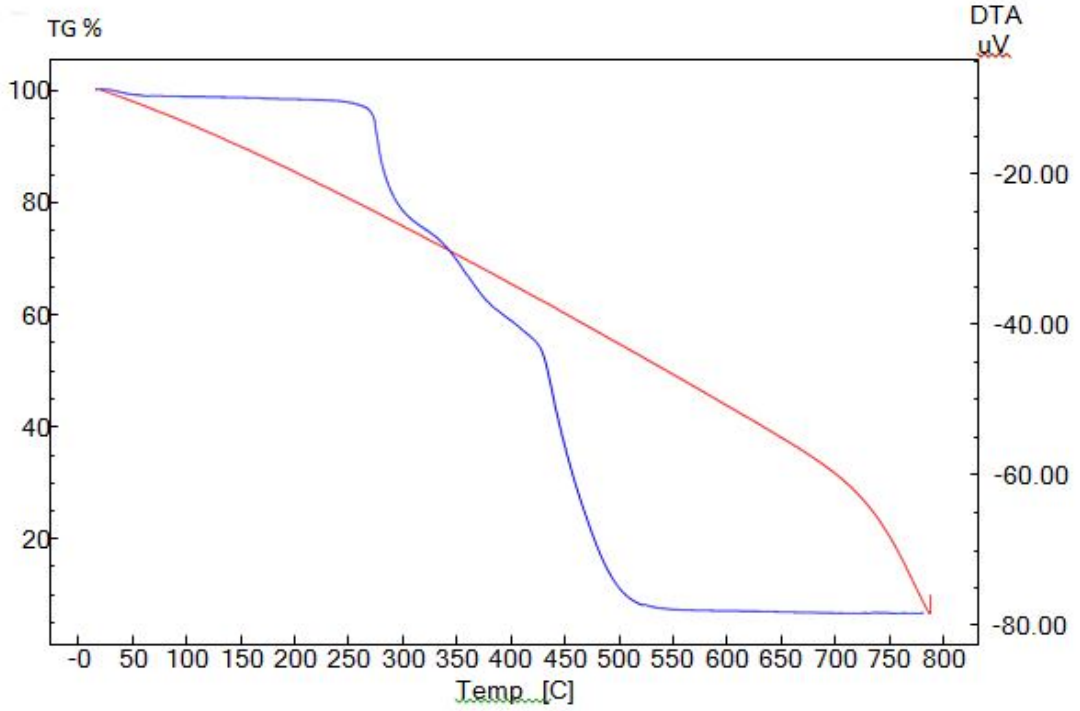
Şekil 4.42. [Ni(L₂)₂]·H₂O Kompleksinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.43. $[\text{Ni}(\text{L}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.44. 1×10^{-3} M $[\text{Ni}(\text{L}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksin Camşı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.45. $[\text{Ni}(\text{L}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

[Cu(L₂)₂] Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$:

$[\text{Cu}(\text{L}_1)_2]$ kompleksinin FT-IR spektrumunda 3060 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2924 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait (C-H), 2836 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1645 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O) ve 1320 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 420 (0.531), 365 (0.738), 290 (1.305), 270 (1.250).

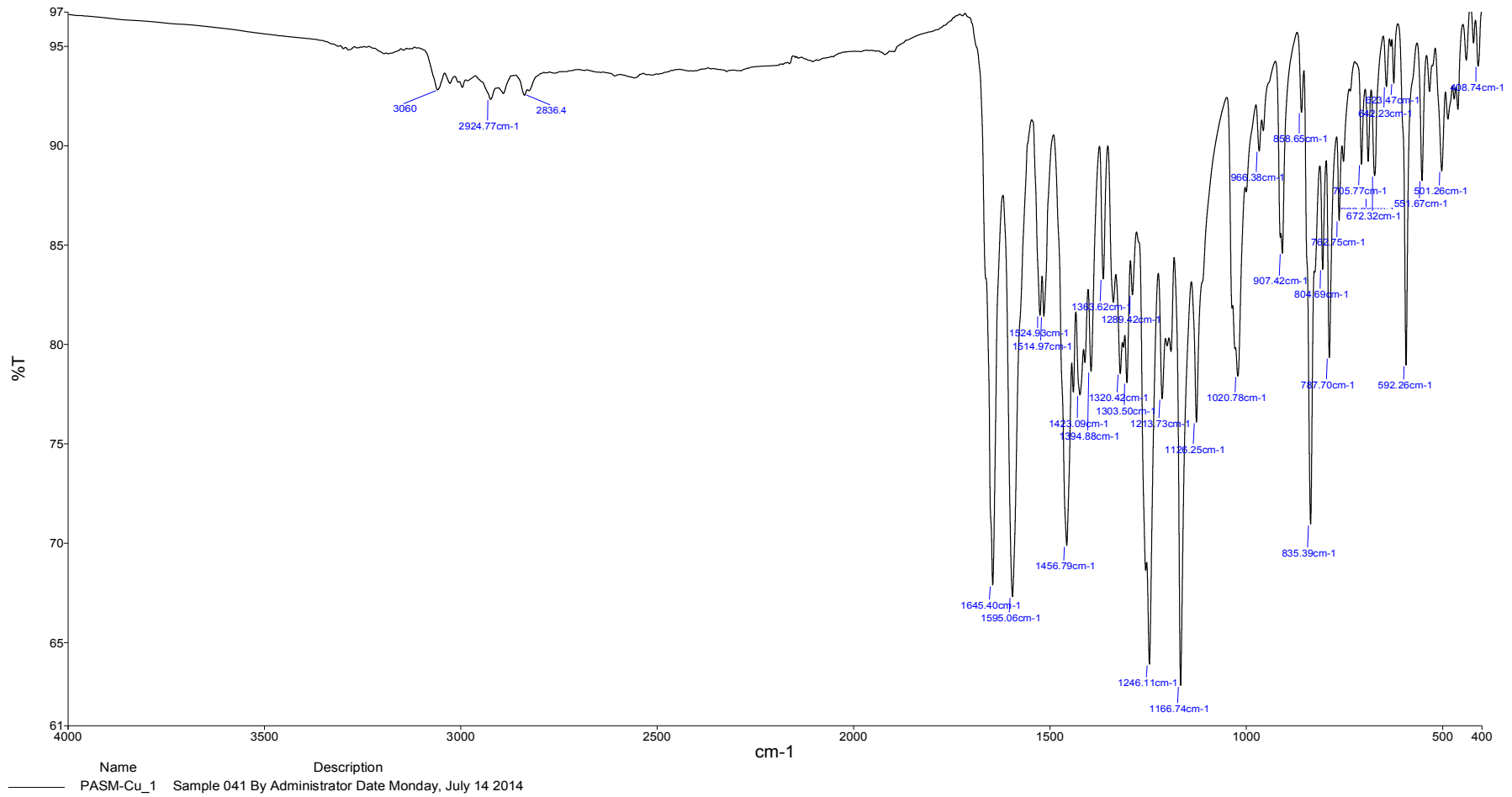
Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 62.82 (62.70), H % 4.41 (4.44), N % 8.00 (7.93).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): H_2O % 0 (0), $2(\text{PhCO}) + 2\text{Ph} + 6\text{CO}$ % 50.6 (49.5), Organik Kalıntı % 40.2 (41.0) CuO % 7.5 (7.8)

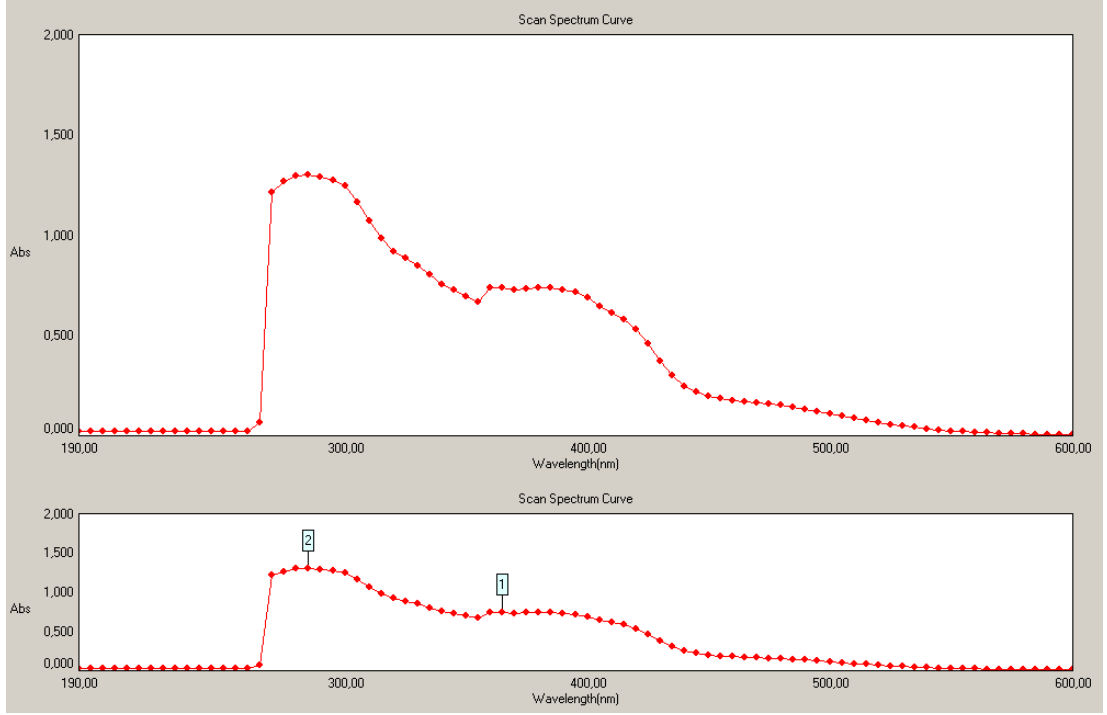
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri:

Şekil 4.48 A'da 1 mM derişimindeki $[\text{Cu}(\text{L}_2)_2]$ indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs^{-1} gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görülmektedir. $[\text{Cu}(\text{L}_2)_2]$ kompleksinin katodik bölgede sırasıyla +0.73 V (I_c), +0.22

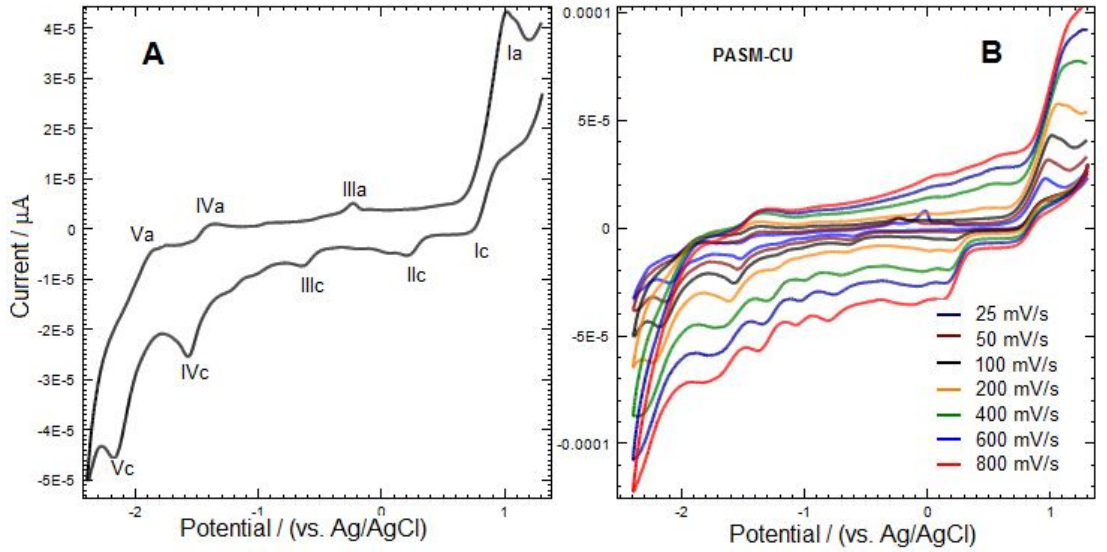
V (IIc), -0.63 V (IIIc), -1.57 V (IVc) ve -2.16 V (Vc)' dolayında beş yükseltgenme basamağı meydana gelmiştir. Kompleksin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +0.99 V (I_a), -0,24 V (III_a), -1.38 V (IV_a) ve -1.87 V (Va) dolayında dört yükseltgenme basamağı meydana gelmiştir. Gerilim tarama hızının 1 mM [Cu(L₂)₂] üzerine etkisi 25-800 mVs⁻¹ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.48 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mV/s>), II_a yükseltgenme basamağı gözlenmemektedir. Buna karşılık; tarama hızı arttıkça anodik yönde -1.36 V ve -1.06 V dolaylarında iki yeni indirgenme dalgası oluşmuştur.



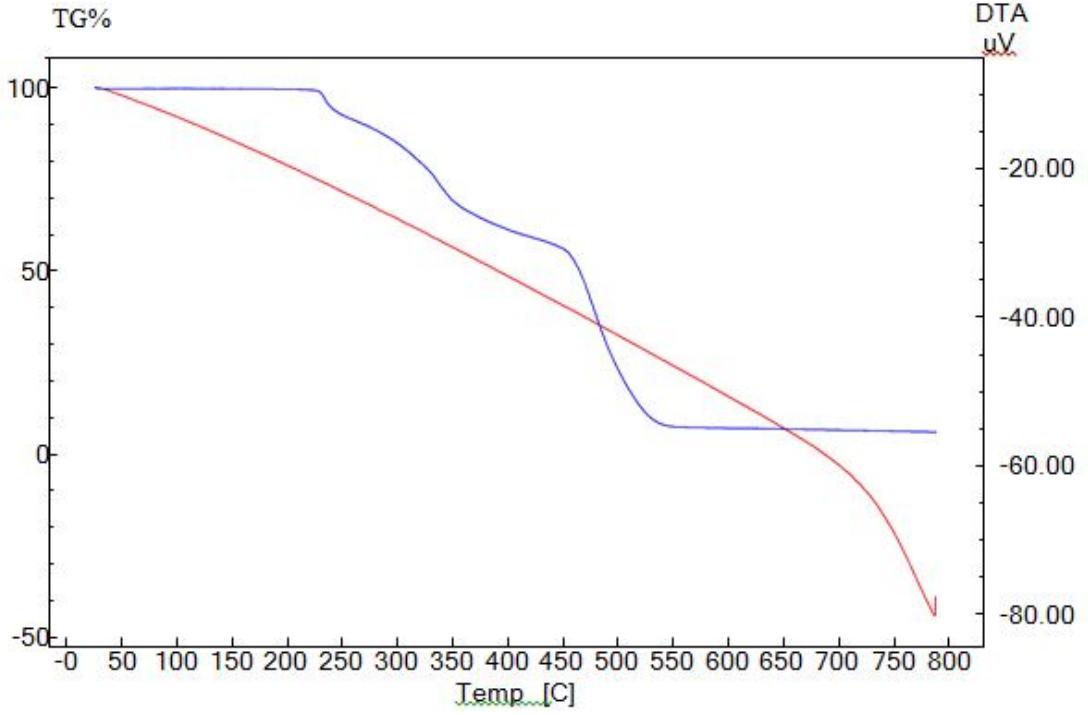
Şekil 4.46. [Cu(L₂)₂] Kompleksinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.47. $[\text{Cu}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.48. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Cu}(\text{L}_2)_2]$ Kompleksinin Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.49. [Cu(L₂)₂] Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

[Pd(L₂)₂]-2H₂O Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$: [Pd(L₂)₂]-2H₂O kompleksinin FT-IR spektrumunda 3054 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2934 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait (C-H), 2836 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1651 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O) ve 1335 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

¹H NMR (δ ppm): 8.83 (s, 1H, imine (HC=N) ait proton), 8.70 (s, 1H, pirimidin C-H), 6.34-7.82 (m, 11H, Ar-H, aromatik halkaya ait protonlar), 3.81 (s, 3H, fenol grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃ (-Ph-OH) protonlar), 3.79 (s, 3H, benzoil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃(-CO-Ph-OCH₃)), 3.67 (s, 3H, fenil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃(-Ph-OCH₃)).

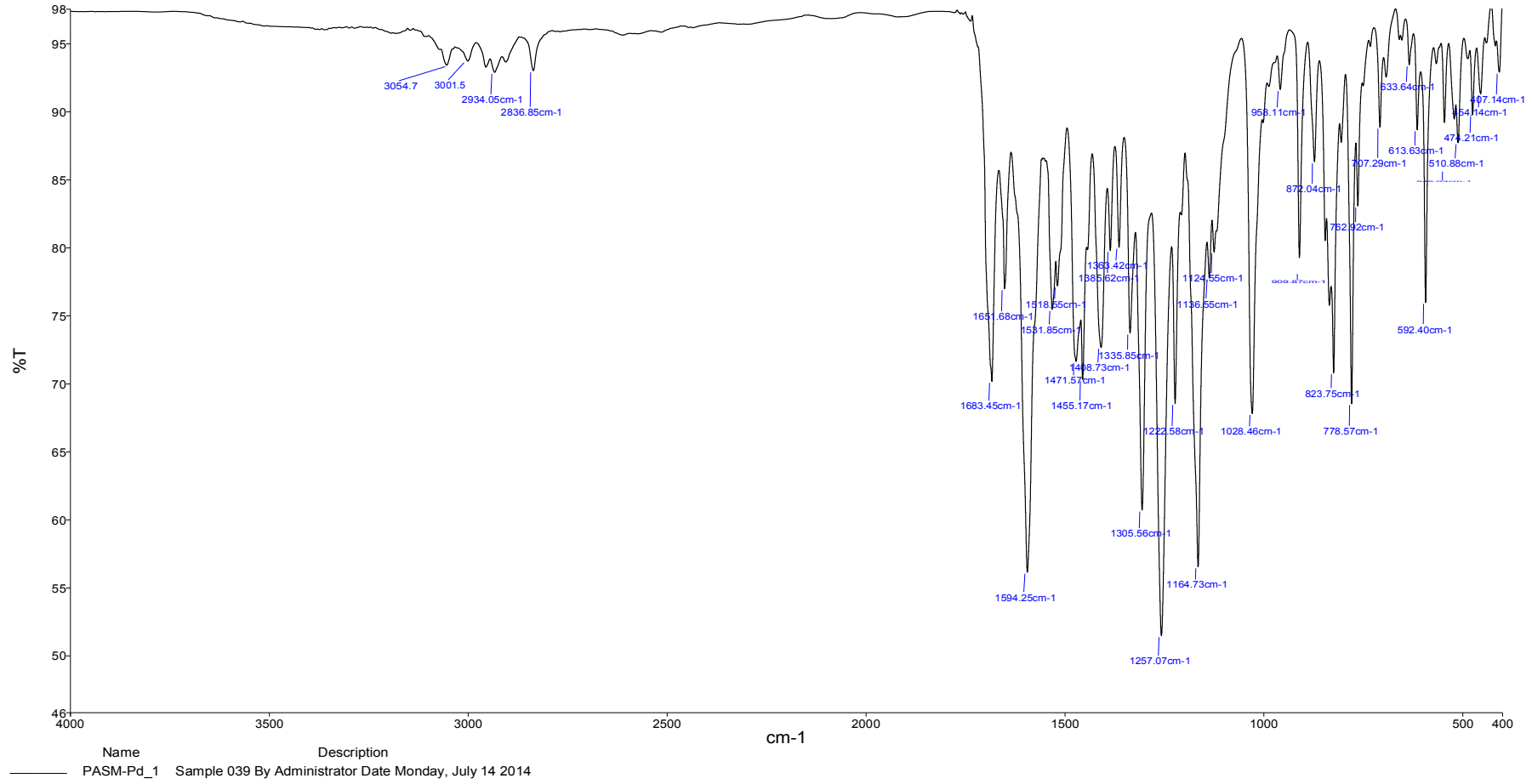
¹³C NMR (δ ppm): 190.41 (benzoil (-CO-Ph) C=O ait karbon atomu), 171.14 (pirimidin halkasına ait C=O karbon atomu), 164.09 (HC=N), 162.23 (HC-pirimidin halkası), 161.30 (benzoil-metoksi grubuna bağlı karbon atomu), 151.57 (Ph-C, pirimidin halkası), 149.83 (OH-bağlı karbon atomu), 132.64-114.64 (Ar-C, aromatik halkaya ait karbon atomları), 114.52 (-CO-Ph-C, pirimidin halkası), 56.14 (OCH₃, -CO-Ph), 56.01 (OCH₃, OH-Ph), 55.88 (OCH₃, -Ph).

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)) : 450 (0.192), 360 (0.573), 330 (0.713), 295 (1.283), 270 (1.175).

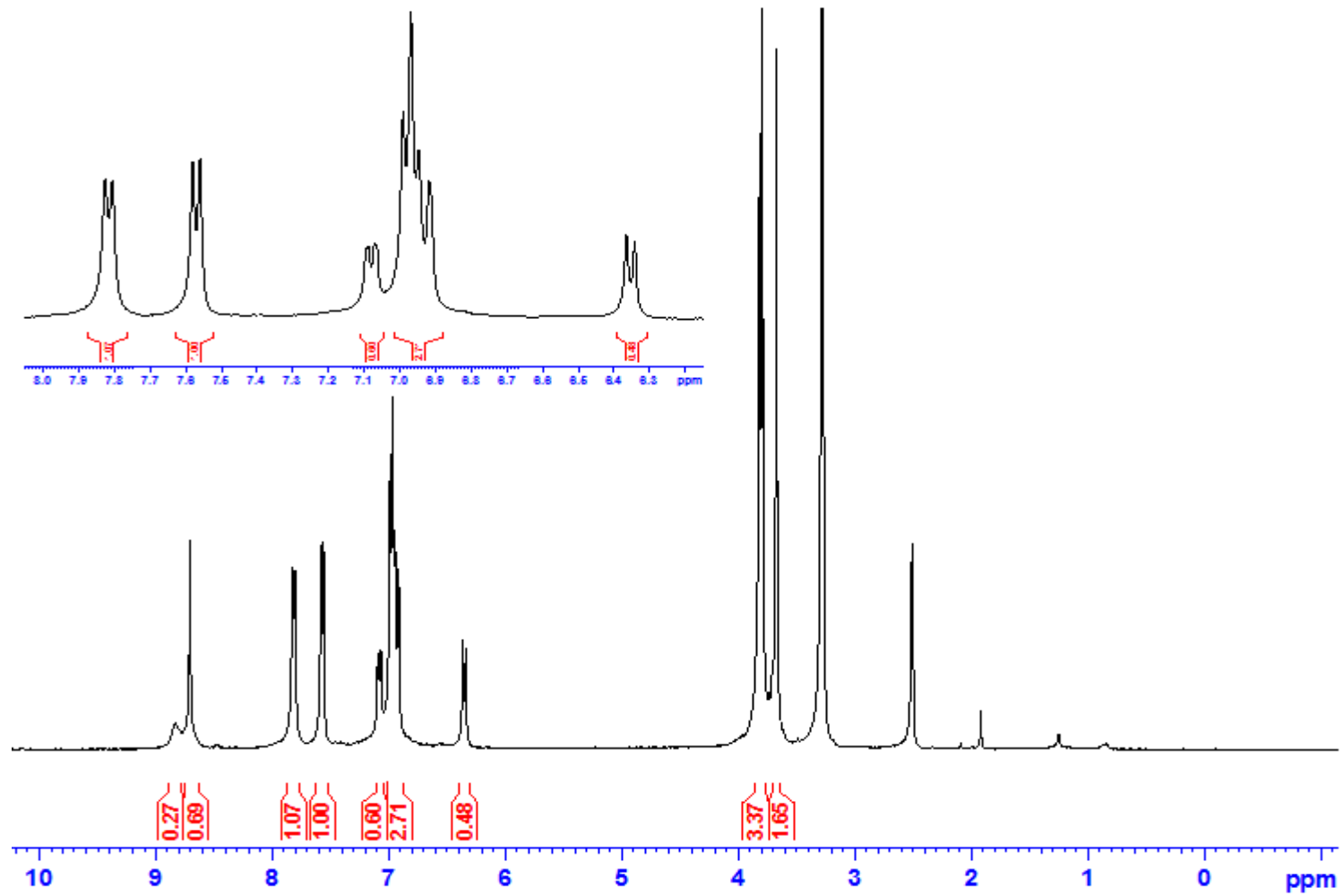
Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 56.52 (55.99), H % 4.57 (4.48), N % 7.32 (7.28).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): 2H₂O % 3.2 (2.8), 2(PhCO) + 2Ph + 6CO % 47.7 (48.0), Organik Kalıntı % 38.7 (37.7) PdO % 10.8 (11.5)

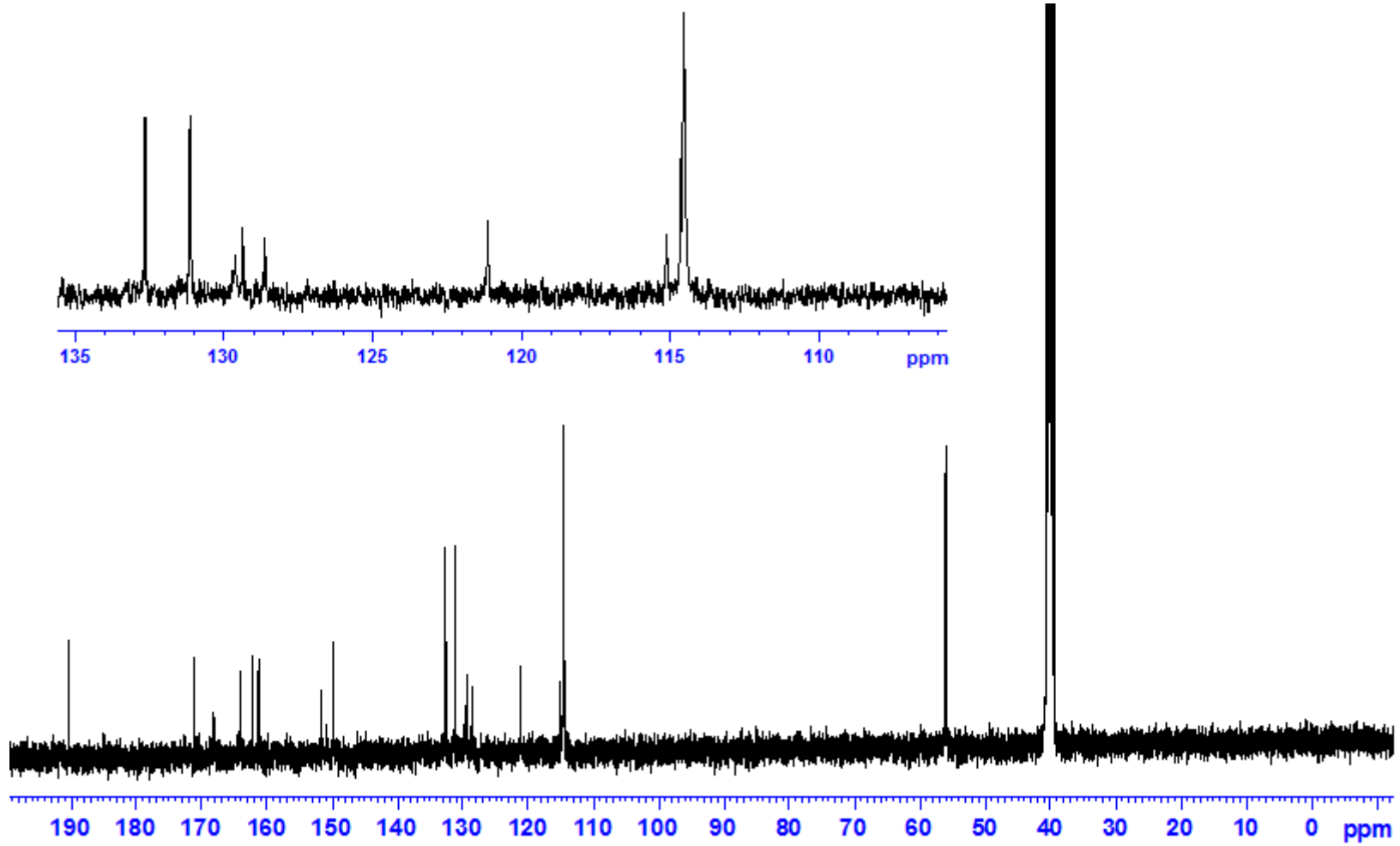
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri: Şekil 4.54 A'da 1 mM derişimindeki [Pd(L₂)₂] \cdot 2H₂O kompleksinin indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs⁻¹ tarama hızında alınan voltamogramı görölmektedir. [Pd(L₂)₂] \cdot 2H₂O kompleksinin -1.16 V (Ic), -1.34 V (IIc), -1.56 V (IIIc) ve -2.16 V (IVc) dolaylarında dört indirgenme basamağı gözlenmektedir. Kompleksin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik yönde devam edildiğinde sırasıyla -0.99 V (II_a), -1.44 V (II_a) ve -1.90 V (IV_a) dolayında üç yükseltgenme basamağı görölmektedir. Gerilim tarama hızının [Pd(L₂)₂] \cdot 2H₂O üzerine etkisi 25-800 mVs⁻¹ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.54 B). Tarama hızının artması ile III_a ve IV_a basamakları kaybolmuştur. Yüksek tarama hızlarında (200 mV/s >) IVc basamağı kaybolurken +0.18 V dolaylarında yeni bir yükseltgenme basamağı meydana gelmiştir.



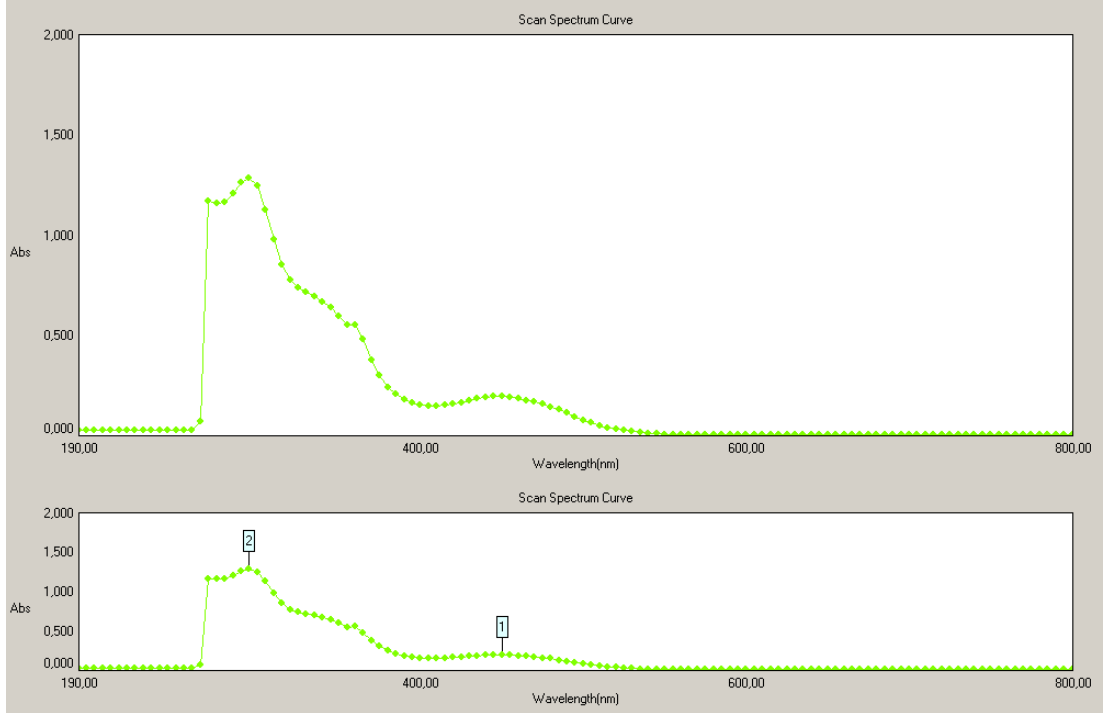
Şekil 4.50. [Pd(L₂)₂]·2H₂O Kompleksinin FT-IR Spektrumu



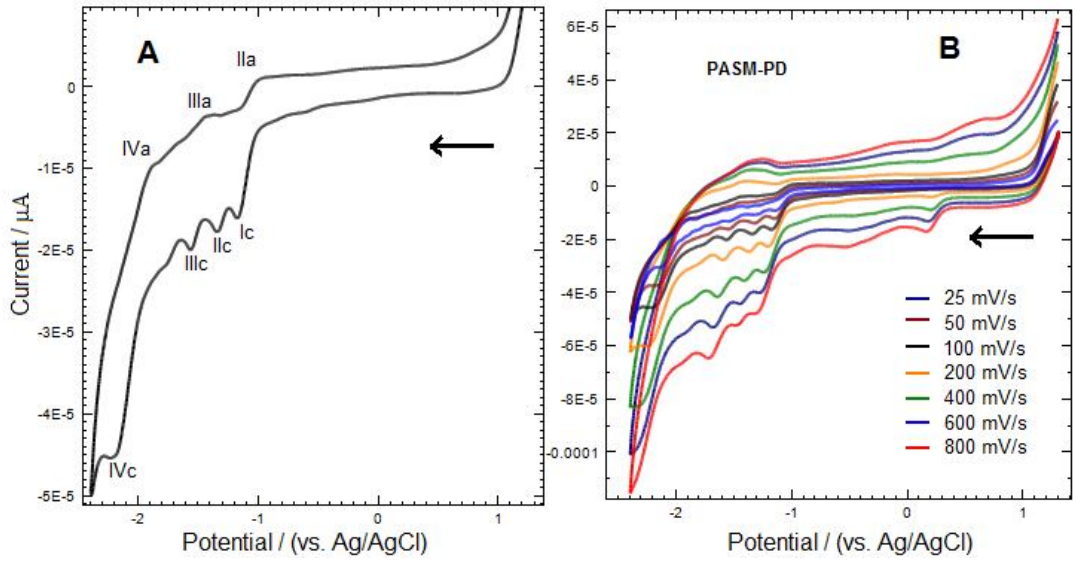
Şekil 4.51. $[\text{Pd}(\text{L}_2)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu



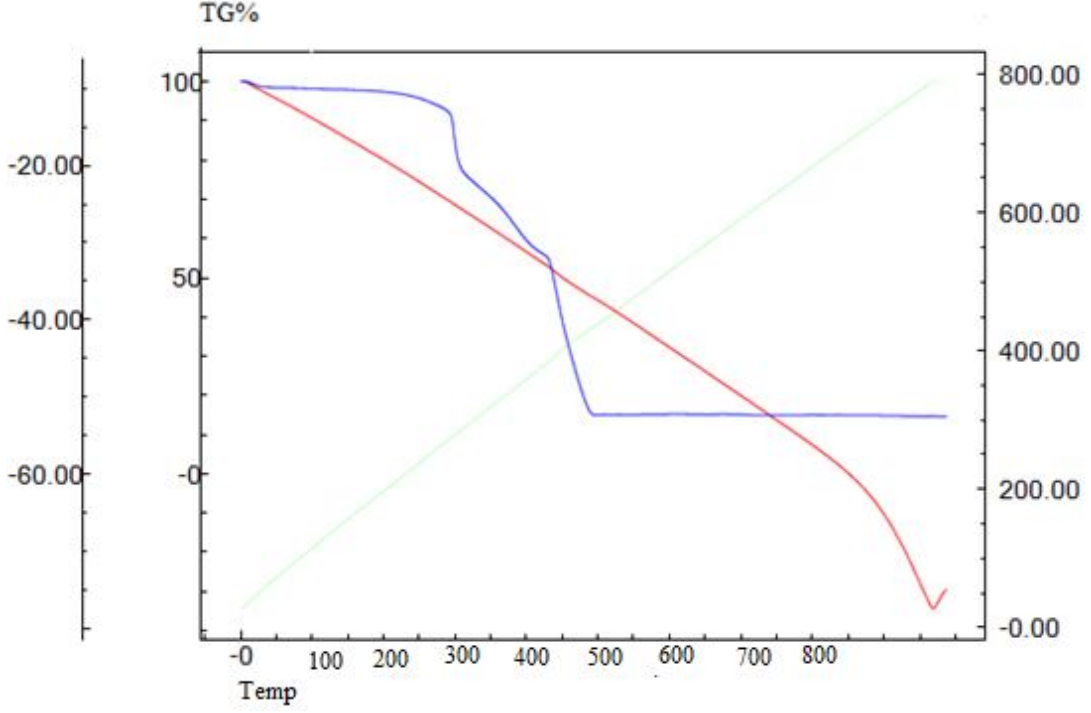
Şekil 4.52. $[\text{Pd}(\text{L}_2)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^{13}C NMR Spektrumu



Şekil 4.53. $[\text{Pd}(\text{L}_2)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.54. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Pd}(\text{L}_2)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.55. $[\text{Pd}(\text{L}_2)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

4.1.3. PAN (L_3H) Ligand ve Komplekslerinin Analiz Verileri

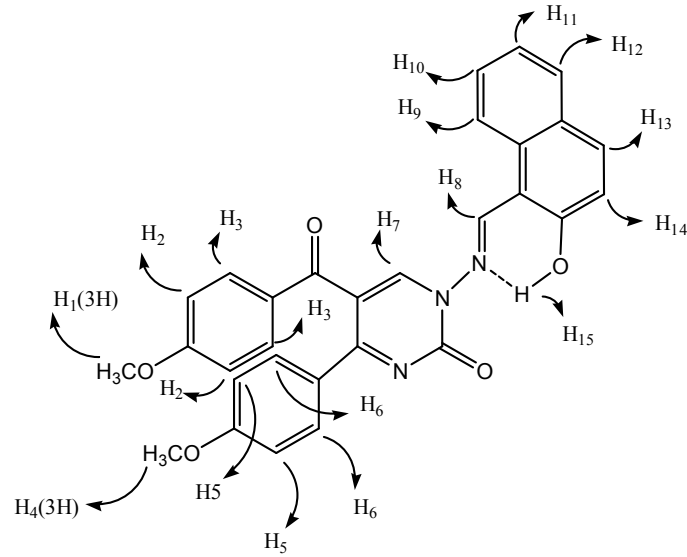
PAN (L_3H) ligandına ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$:

PAN(L_3H) ligandının FT-IR spektrumunda 3073 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2956 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait (C-H), 2836 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1675 cm^{-1} 'de benzoil grubuna ait (C=O), 1645 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O) ve 1330 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

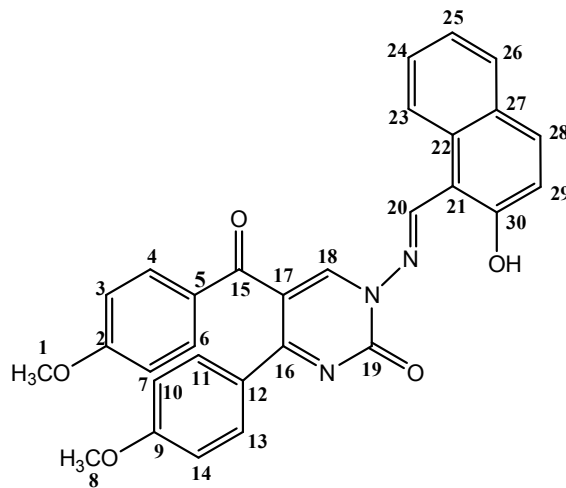
$^1\text{H NMR}$ ($\delta \text{ ppm}$):

9.88 (s, 1H, (**H**₈) imine (HC=N) ait proton), 8.88 (s, 1H, (**H**₇) pirimidin-H), aromatik halkaya ait protonlar (**Ar-H**); 8.75 (d, 1H, $J= 8.4 \text{ Hz}$), 8.09 (d, 1H, $J= 8.8 \text{ Hz}$), 7.91 (t, 3H, $J_1= 8.4 \text{ Hz}$, $J_2= 8.8 \text{ Hz}$), 7.61 (t, 1H, $J_1= 7.6 \text{ Hz}$, $J_2= 8.0 \text{ Hz}$), 7.51 (d, 2H, $J= 8.4 \text{ Hz}$), 7.44 (t, 1H, $J_1= 7.2 \text{ Hz}$, $J_2= 7.6 \text{ Hz}$), 7.29 (d, 1H, $J= 9.2 \text{ Hz}$), 7.00 (d, 2H, $J= 8.8 \text{ Hz}$), 6.93 (d, 2H, $J= 8.4 \text{ Hz}$), 3.82 (s, 3H, (**H**₁) benzoil grubuna bağlı alifatik protonlar $-\text{OCH}_3(-\text{CO}-\text{Ph}-\text{OCH}_3)$), 3.76 (s, 3H, (**H**₄) fenil grubuna bağlı alifatik protonlar $-\text{OCH}_3(-\text{Ph}-\text{OCH}_3)$).



Şekil 4.56. PAN(L₃H) Liganda Ait Numaralandırılmış Proton Gösterimi

¹³C NMR (δ ppm): 190.89 (**C15**, benzoil (-CO-Ph) C=O ait karbon atomu), 169.89 (**C19**, pirimidin halkasına ait C=O karbon atomu), 164.88 (**C20**, HC=N), 163.98 (**C18**, HC-pirimidin halkası.), 161.94 (**C2**, benzoil-metoksi grubuna bağlı karbon atomu), 160.70 (**C9**, fenil-metoksi grubuna bağlı karbon atomu), 151.59 (**C30**, OH-bağlı karbon atomu), 147.40 (**C16**, Ph-C, pirimidin halkası), 136.47-114.17 (**Ar-C**, aromatik halkaya ait karbon atomları), 108.69 (**C17**, -CO-Ph-C, pirimidin halkası), 56.09 (**C1**, OCH₃, -CO-Ph), 55.81 (**C8**, OCH₃, -Ph).

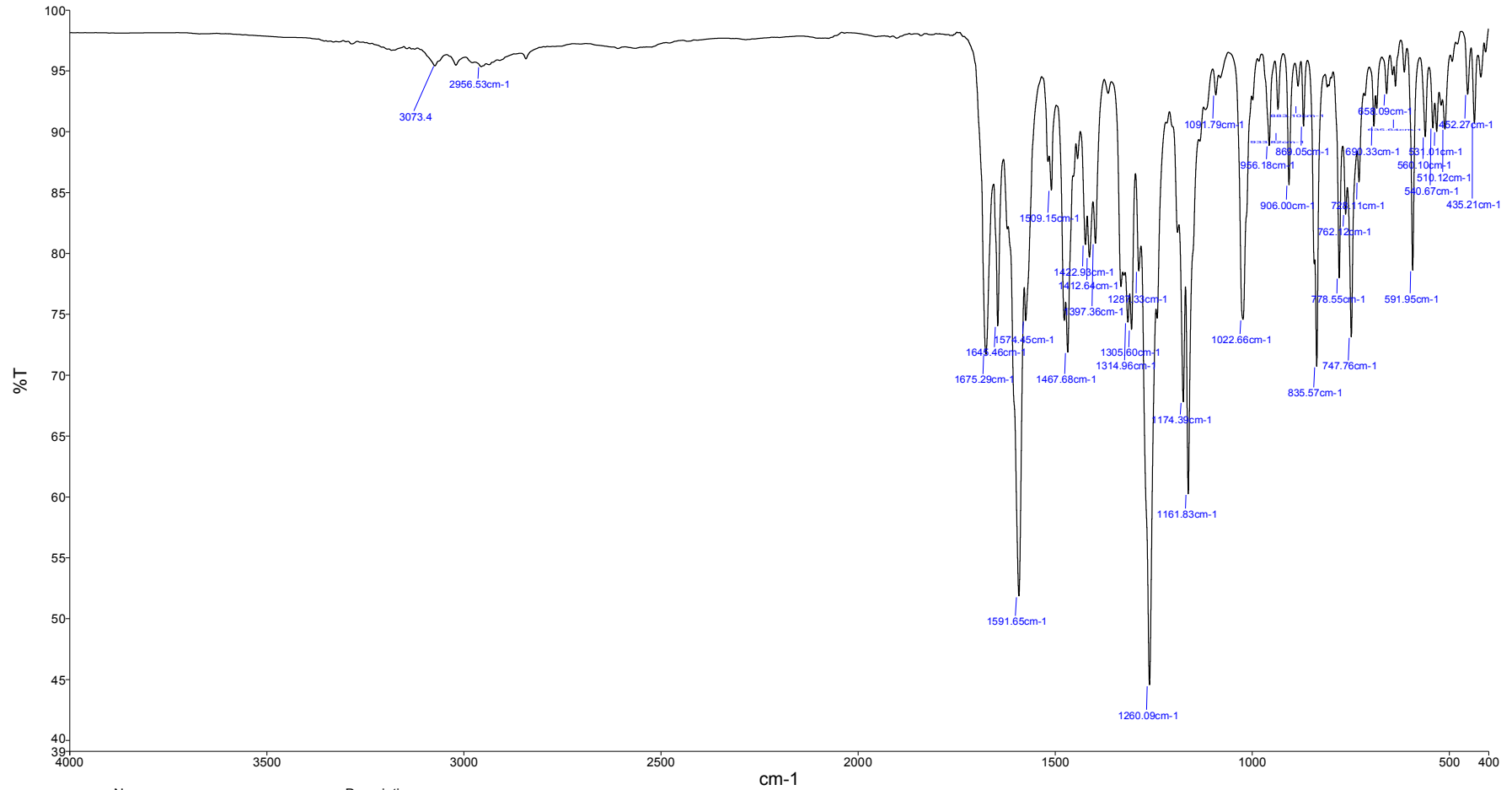


Şekil 4.57. PAN(L₃H) Liganda Ait Numaralandırılmış Karbon Gösterimi

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 365 (0.915), 290 (1.379), 270 (1.270).

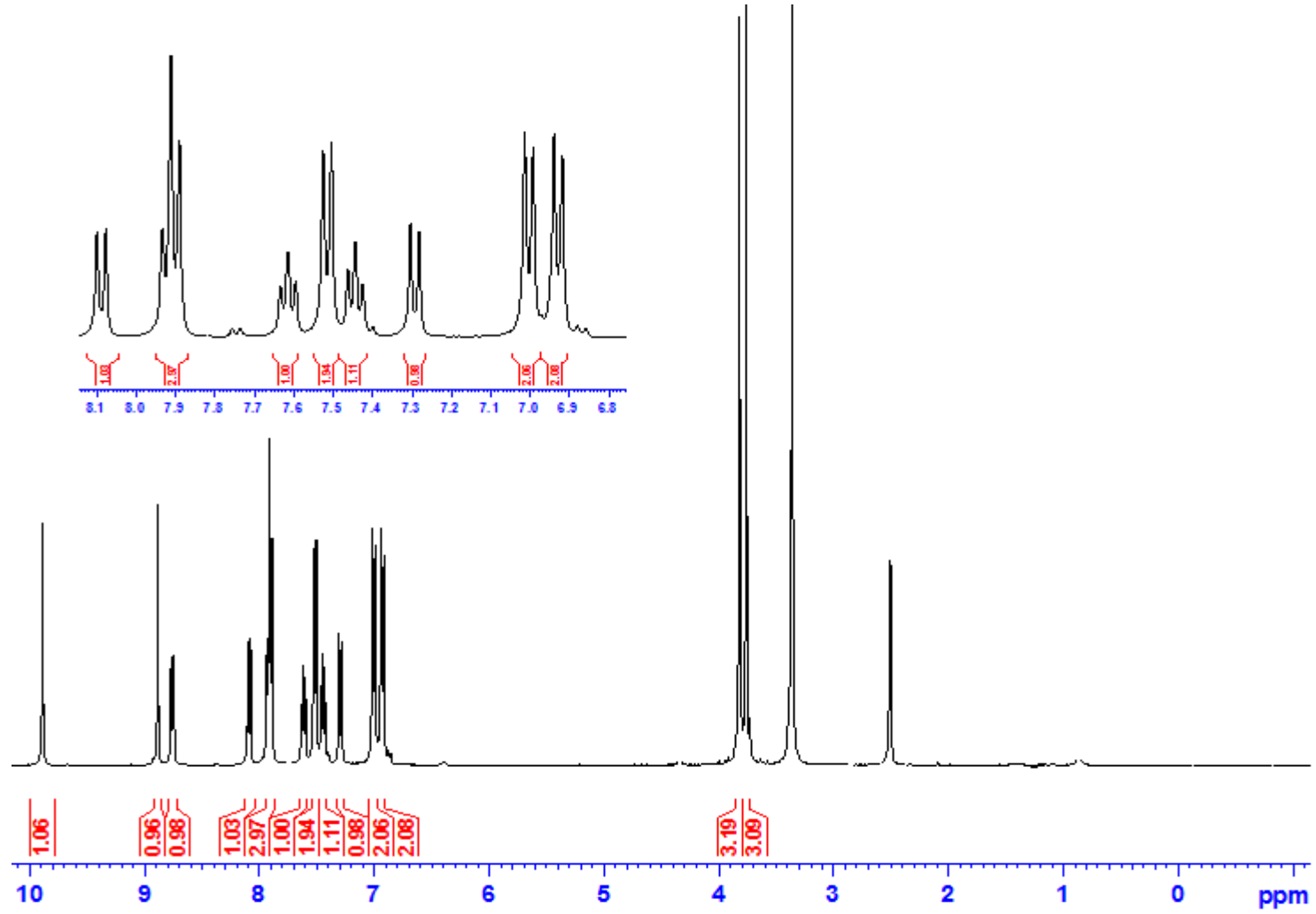
Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 71.28 (71.16), H % 4.59 (4.55), N % 8.31 (8.42).

Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri: Şekil 4.65 A'da 1 mM derişimindeki PAN(L₃H)'nin indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs⁻¹ gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görölmektedir. PAN(L₃H) ligandının +1.07 V (Ic), + 0.85 V (IIc), -0.07 V (IIIc), -1.13 V (IVc), -1.58 V (Vc) ve -2.13 V (VIc) dolaylarında altı indirgenme basamağı gözlenmektedir. Ligandın indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik yönde devam edildiğinde sırasıyla +1.07 V (IIa), +0.54 V (IIIa), -1.42 V (Va) ve -1.98 V (VIa) dolayında dört yükseltgenme basamağı görölmektedir. Gerilim tarama hızının PAN(L₃H) üzerine etkisi 25-800 mVs⁻¹ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.65 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mV/s>), katodik yönde -0.78 V ve anodik yönde +0.01 V dolaylarında iki yeni dalga belirginleşirken VIc indirgenme basamağı kaybolduğu görölmektedir.

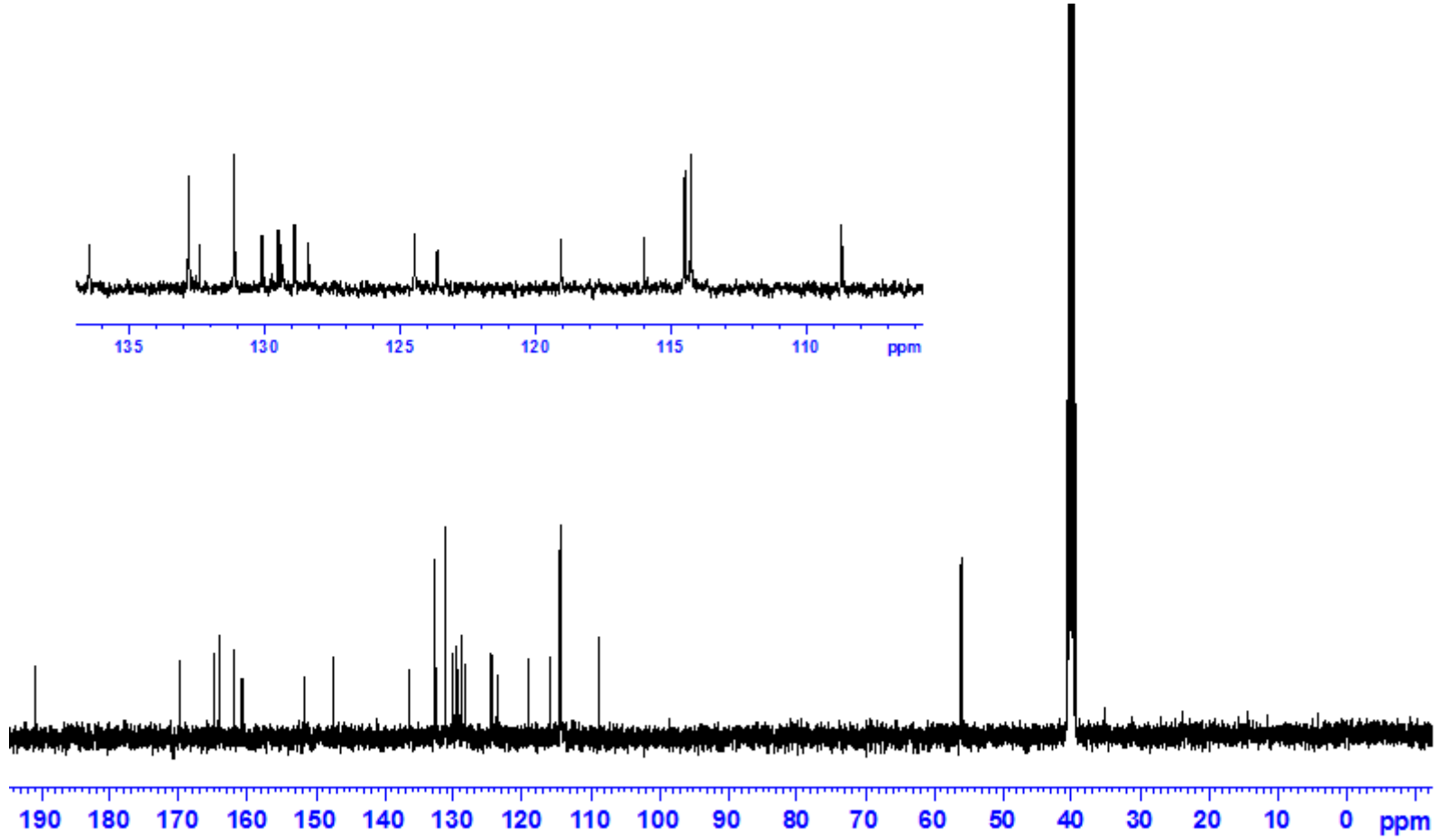


Name Description
 meh-pan_002_1 Sample 005 By Administrator Date Tuesday, June 24 2014

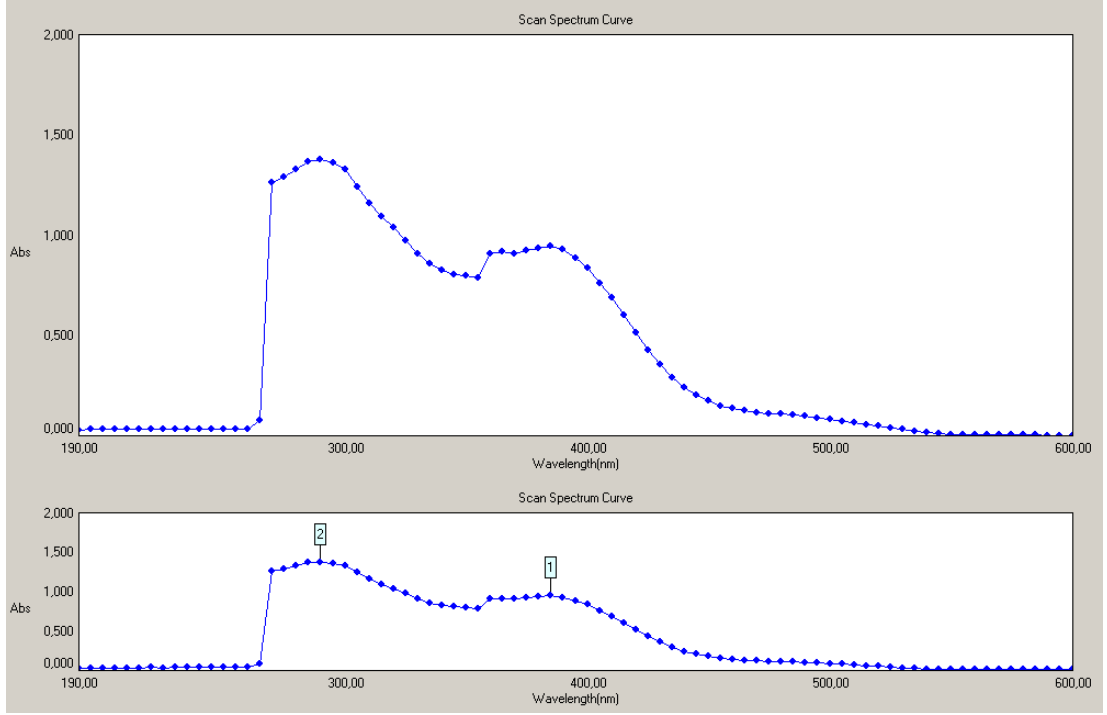
Şekil 4.58. PAN(L₃H) Ligandının FT-IR Spektrumu



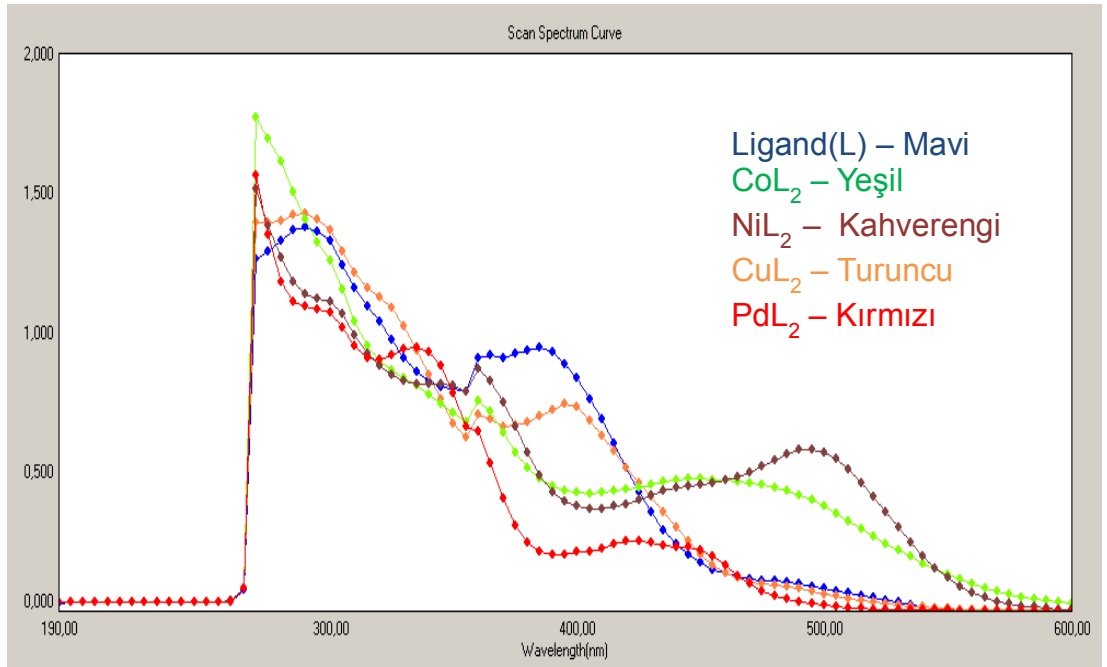
Şekil 4.59. PAN(L₃H) Ligandının ^1H NMR Spektrumu



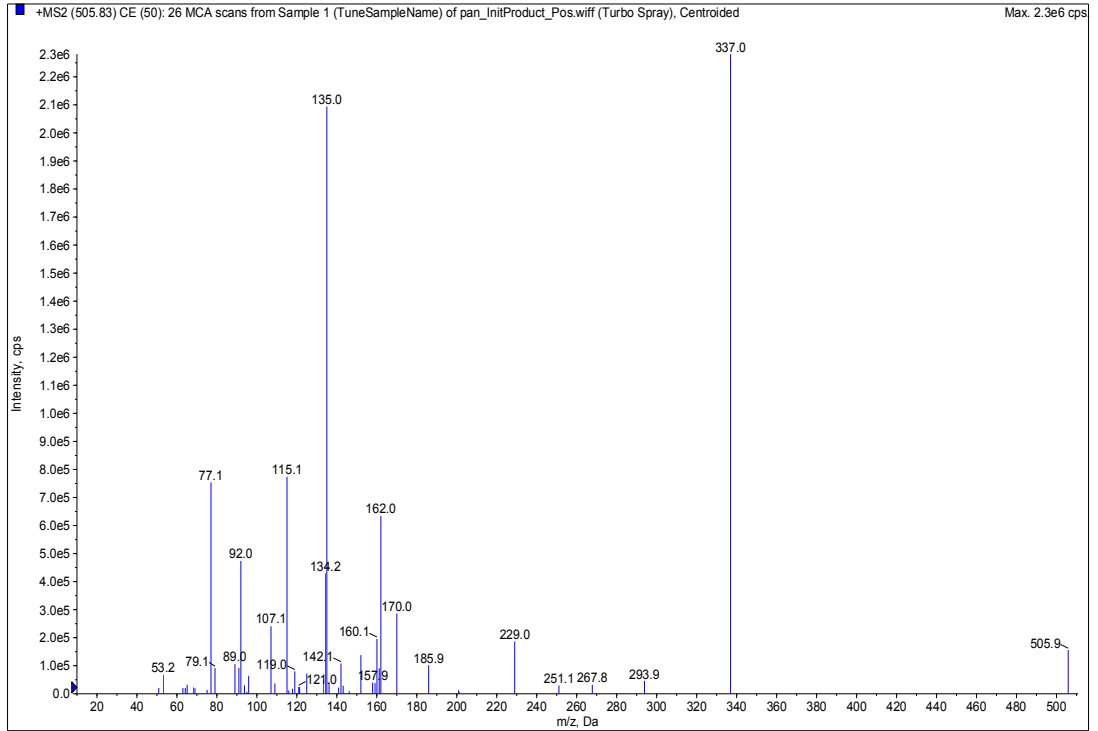
Şekil 4.60. PAN(L₃H) Ligandının ^{13}C NMR Spektrumu



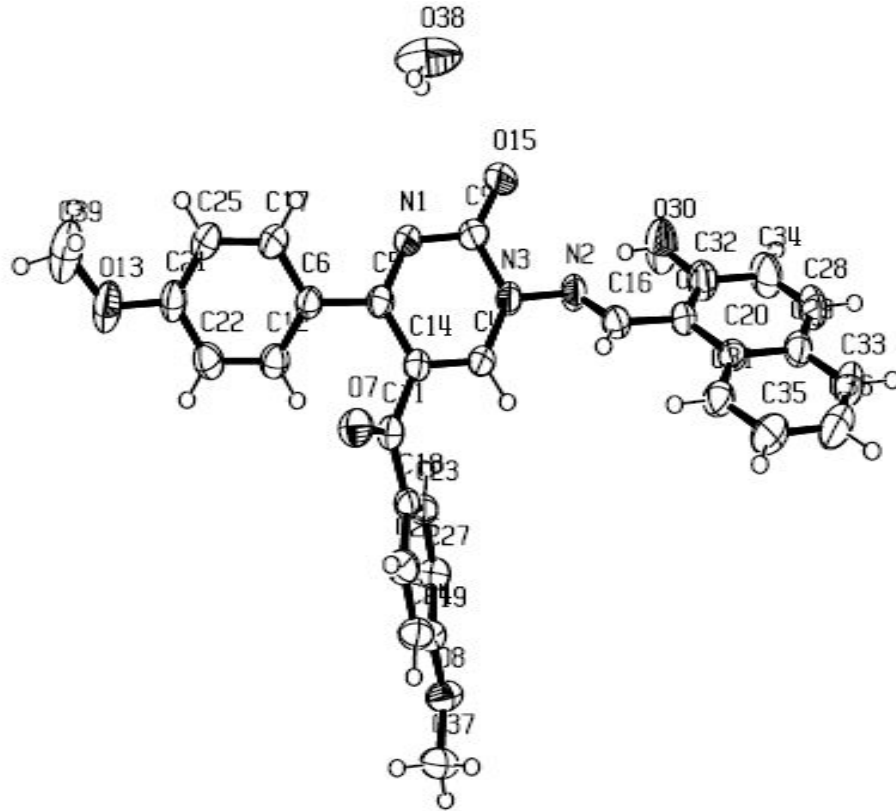
Şekil 4.61. PAN(L₃H) Ligandının UV-Vis Spektrumu



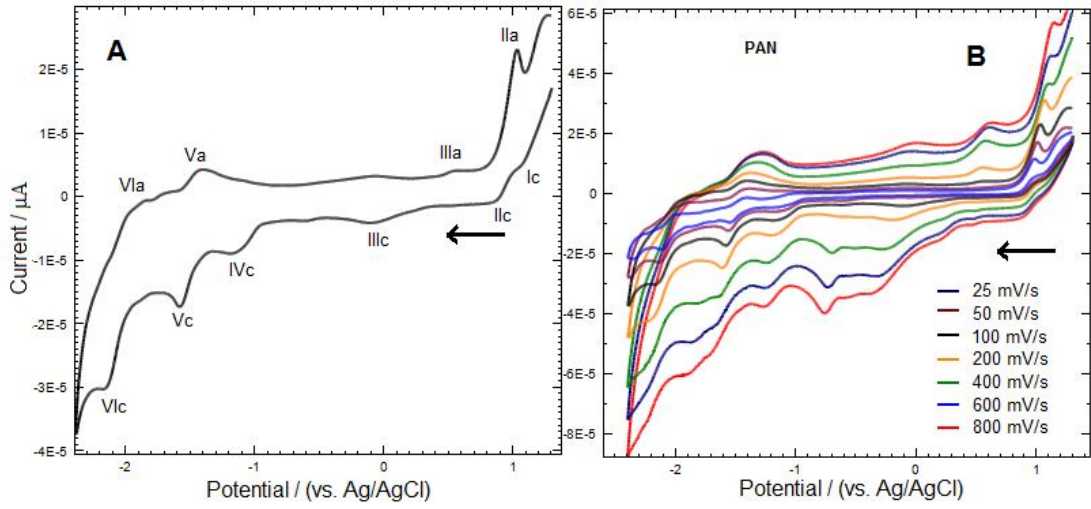
Şekil 4.62. PAN (L₃H) Ligand ve Komplekslerinin UV-Vis Spektrumları



Şekil 4.63. PAN(L₃H) Ligandının LC-MS/MS Kütle Spektrumu



Şekil 4.64. PAN(L₃H) Ligandının X-Ray Diyagramı



Şekil 4.65. 1×10^{-3} M PAN(L₃H) Ligandın Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları

[Co(L₃)₂] \cdot 2H₂O Kompleksine ait;

FT-IR ν (cm⁻¹):

3070 cm⁻¹'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2901 cm⁻¹'de aromatik halkasına ait (C-H), 2833 cm⁻¹'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1648 cm⁻¹'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1614 cm⁻¹'de imin grubuna ait (C=N) ve 1356 cm⁻¹'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 450 (0.472), 360 (0.756), 325 (0.870), 290 (1.325), 270 (1.776).

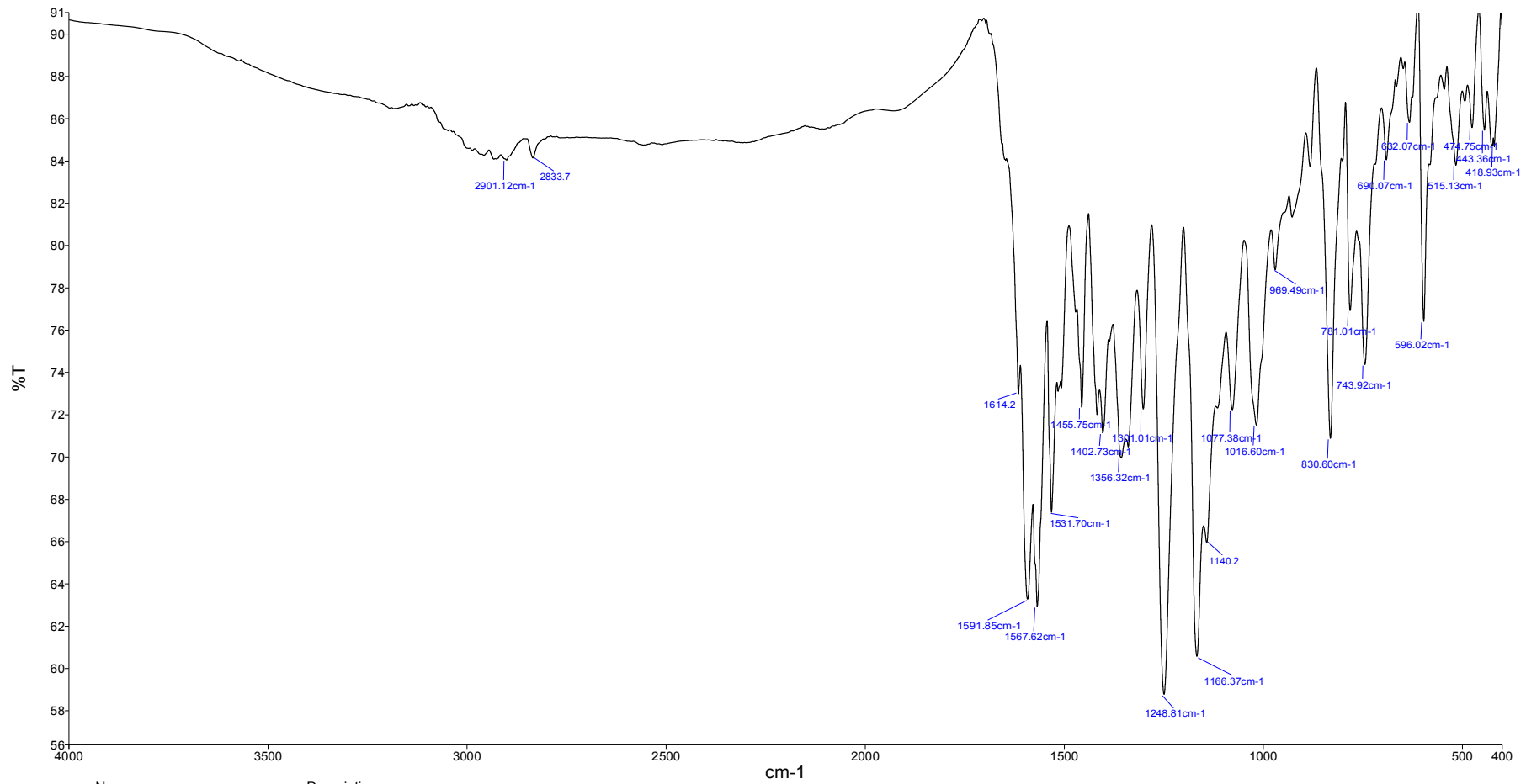
Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 65.28 (65.14), H % 4.38 (4.25), N % 7.61 (7.72).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): 2H₂O % 3.2 (3.5), 2(PhCO) + 2Ph + 6CO % 48.2 (47.5)

Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri:

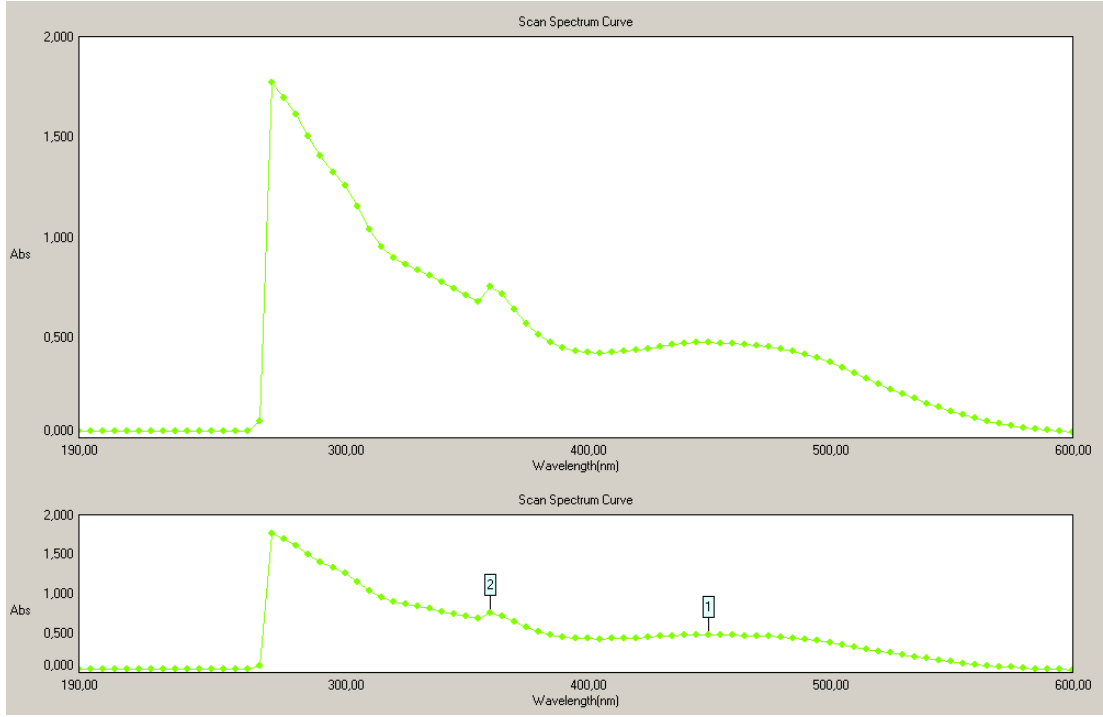
Şekil 4.68 A'da 1 mM derişimindeki [Co(L₃)₂] \cdot 2H₂O kompleksinin indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs⁻¹ gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görülmektedir. [Co(L₃)₂] \cdot 2H₂O kompleksinin -1.26 V (Ic), -1.64 V (IIc), -1.86 V (IIIc) ve -2.16 V (IVc) dolaylarında dört indirgenme basamağı

görülmektedir. $[\text{Co}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla -1.02 V (I_a), +0.57 V (I_a') ve -1.03 V (II_a), -1.48 V (III_a) ve -1.99 V (IV_a) dolaylarında dört yükseltgenme basamağı oluşmuştur. Gerilim tarama hızının $[\text{Co}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ üzerine etkisi 25-800 mVs^{-1} aralığında incelenmiştir (Şekil 4.68 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mV/s), katodik yönde -0.35 V dolayında yeni bir dalga belirginleşmiştir. Ayrıca I_a' ve IV_c dalgaları gözlenmemektedir.

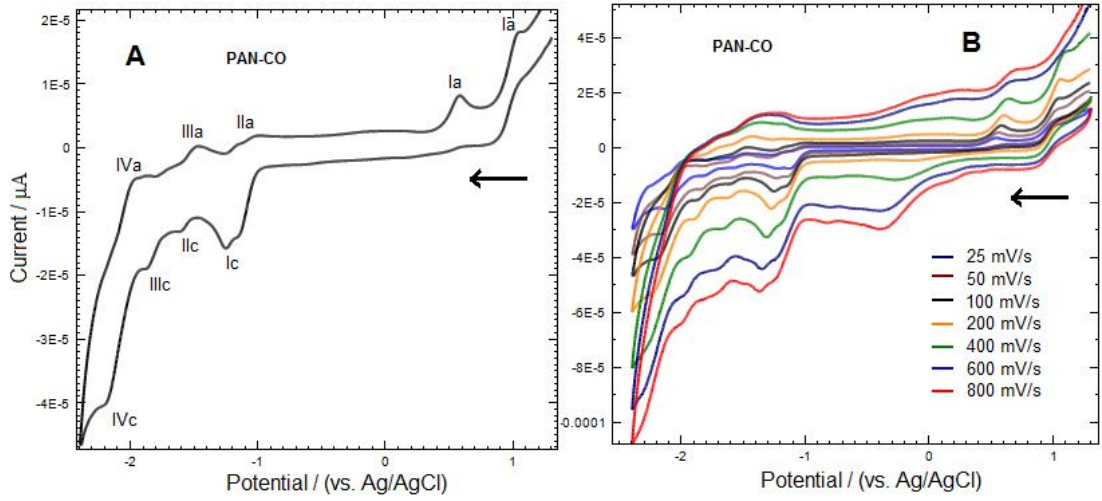


Name: PAN-Co_1
 Description: Sample 047 By Administrator Date Monday, July 14 2014

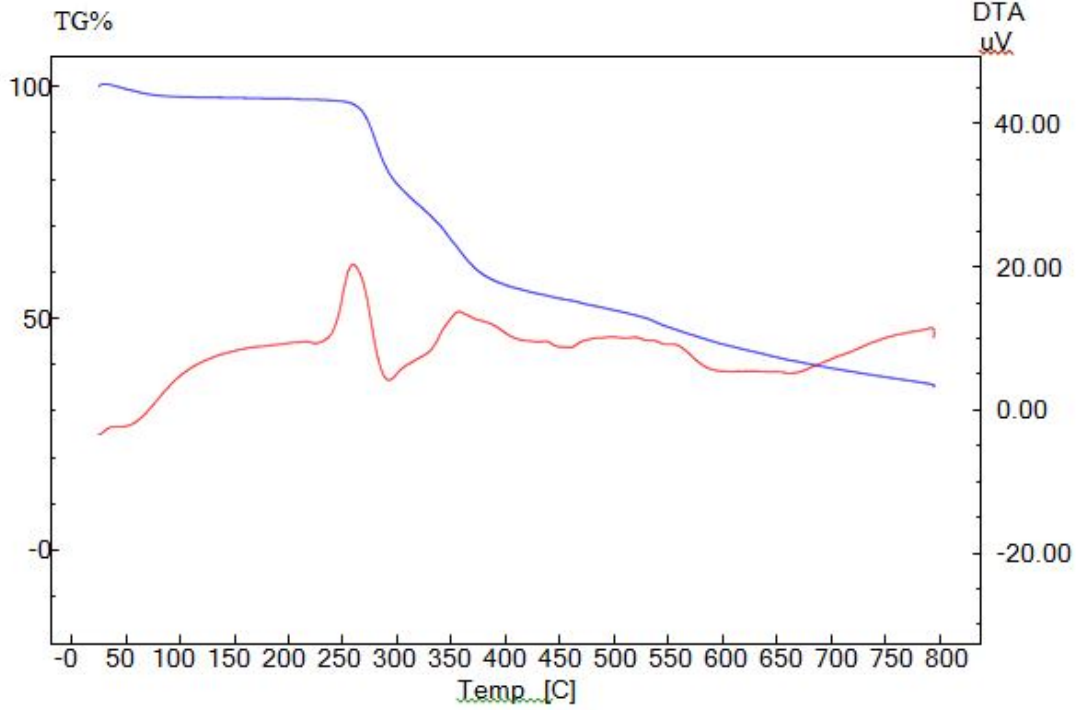
Şekil 4.66. [Co(L₃)₂]·2H₂O Kompleksinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.67. $[\text{Co}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.68. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Co}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.69. $[\text{Co}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

[Ni(L₃)₂]·2H₂O Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3070 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2926 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait (C-H), 2836 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1648 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1614 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N) ve 1358 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

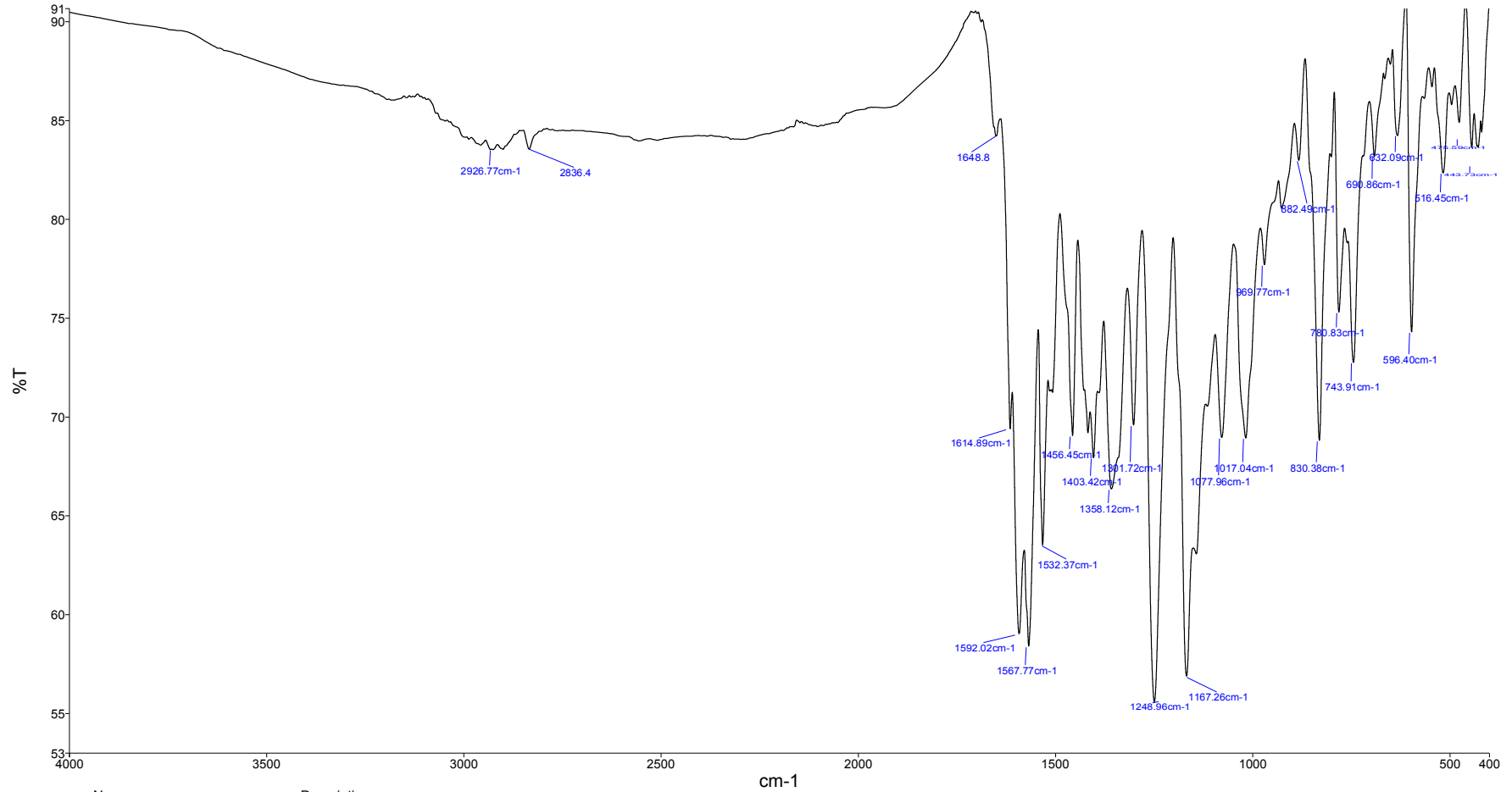
UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 495 (0.580), 360 (0.867), 325(0.853), 290 (1.120), 270 (1.500).

Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 65.28 (65.05), H % 4.38 (4.24), N % 7.61 (7.68).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): 2H₂O % 3.2 (3.1), 2(PhCO) + 2Ph + 6CO % 48.2 (48.5), Organik Kalıntı % 41.9 (42.2) NiO % 6.7 (6.5)

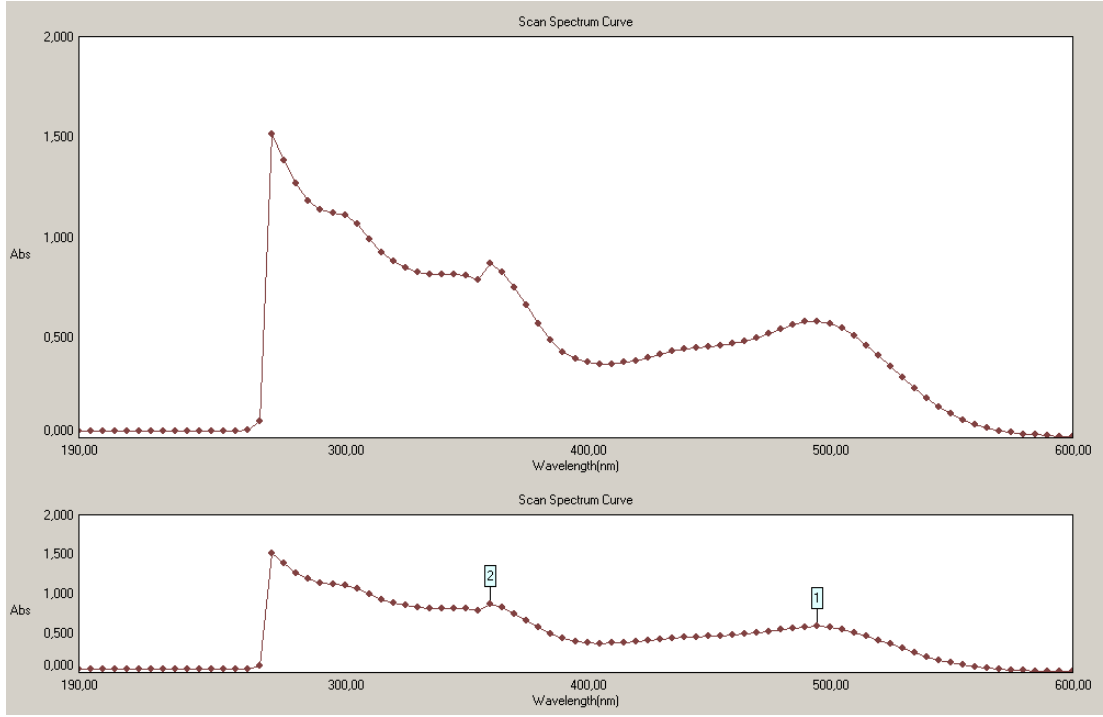
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri: Şekil 4.72 A'da 1 mM derişimindeki $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs^{-1} gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görülmektedir. $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin +0.86 V (Ic), -1.14 V (IIc), -1.66 V (IIIc) ve -2.26 V (IVc)

dolaylarında dört indirgenme basamağı görülmektedir. $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +1.20 V (I_a), -0.24 V (I_a')-1.14 V (II_a), -1.49 (III_a) ve -2.01 V (IV_a) dolaylarında beş yükseltgenme basamağı oluşmuştur. IV_a yükseltgenme basamağı çatal görünümündedir. Bu redoks çiftleri yarı tersinir piklerdir. Gerilim tarama hızının $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ üzerine etkisi 25-800 mVs^{-1} aralığında incelenmiştir (Şekil 4.68 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mV/s), katodik yönde -0.32 V ve anodik yönde -0.80 V dolaylarında iki yeni dalga belirginleşmiştir. Ayrıca I_c ve IV_c dalgaları gözlenmemektedir.

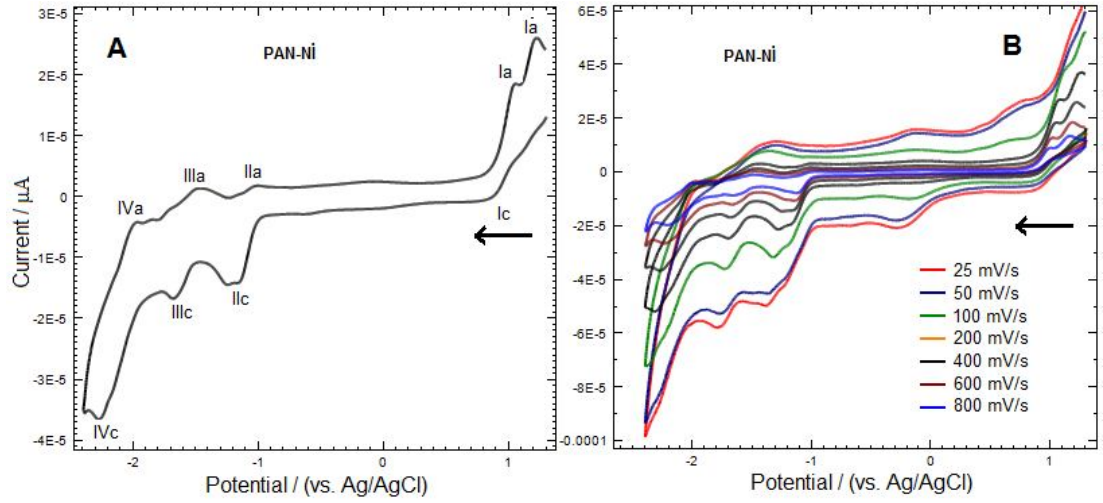


Name: PAN-Ni_1
 Description: Sample 046 By Administrator Date Monday, July 14 2014

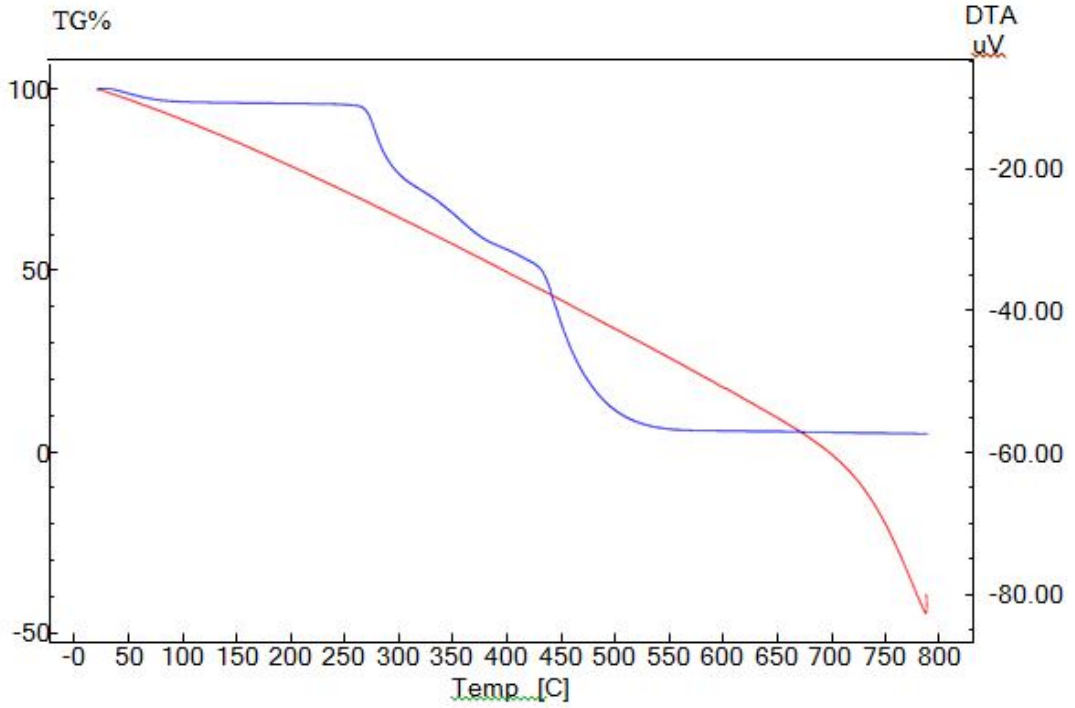
Şekil 4.70. [Ni (L₃)₂]·2H₂O Kompleksinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.71. $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.72. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.73. $[\text{Ni}(\text{L}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

$[\text{Cu}(\text{L}_3)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3050 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2935 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait (C-H), 2836 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1642 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1614 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N) ve 1334 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

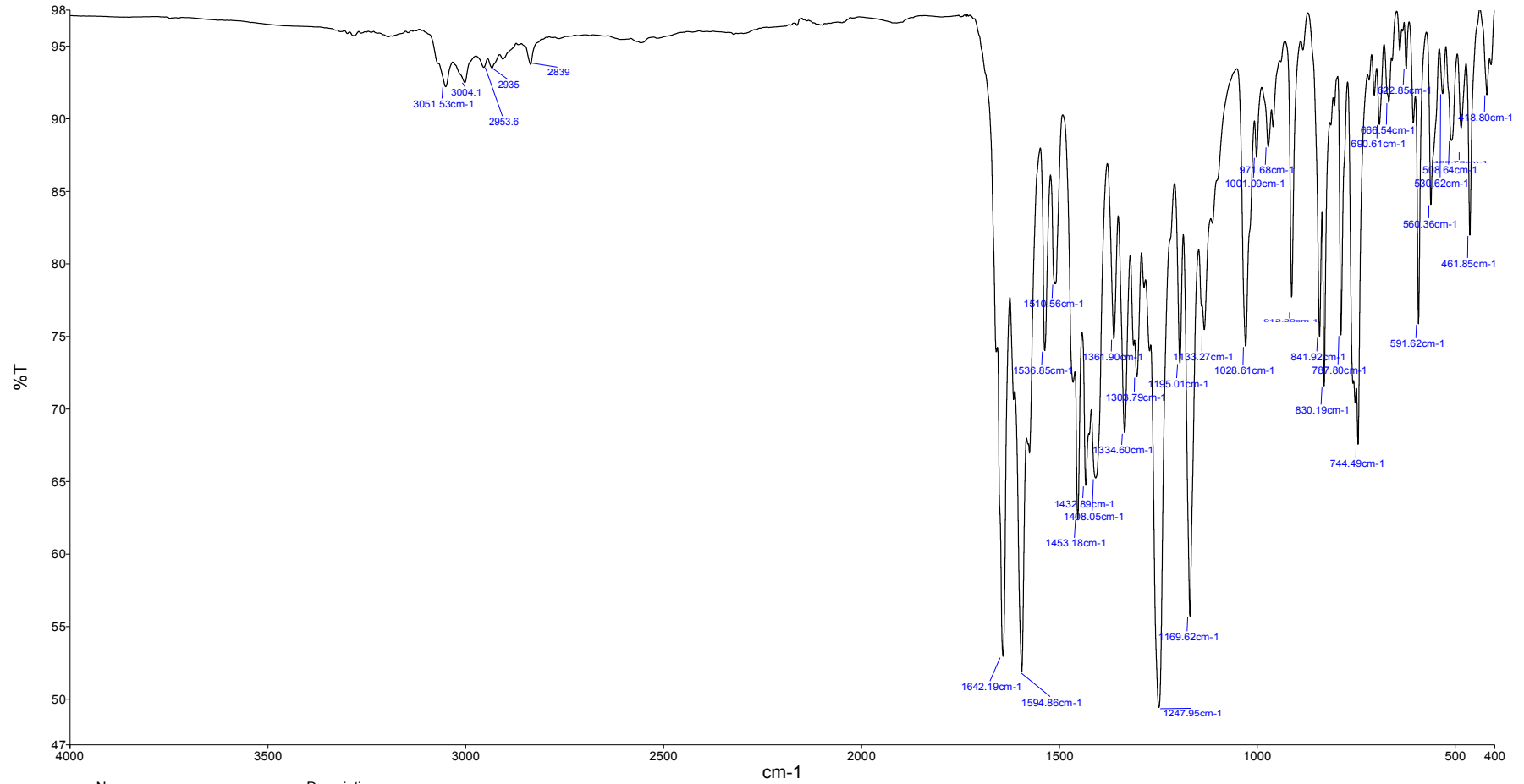
UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 400 (0.731), 385 (0.741), 360 (0.700), 290 (1.427), 270 (1.385).

Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 62.96 (62.57), H % 4.58 (4.01), N % 7.34 (7.30).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): $4\text{H}_2\text{O}$ % 6.4 (6.0), $2(\text{PhCO}) + 2\text{Ph} + 6\text{CO}$ % 48.0 (47.7), Organik Kalıntı % 38.4 (38.1) CuO % 7.2 (8.0)

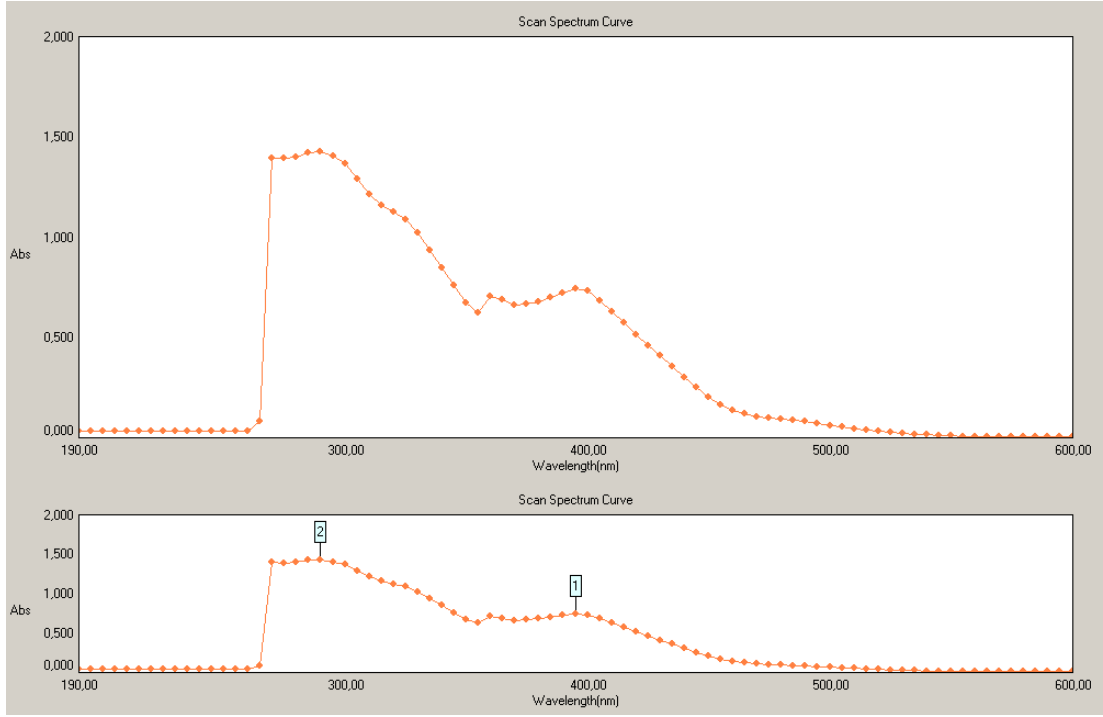
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri: Şekil 4.76 A'da 1 mM derişimindeki $[\text{Cu}(\text{L}_3)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs^{-1} gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görülmektedir. $[\text{Cu}(\text{L}_3)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin -0.62 V (Ic), -1.64 V (IIc) ve -2.18 V (IIIc) dolaylarında üç indirgenme basamağı görülmektedir. $[\text{Cu}(\text{L}_3)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin

indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +0.09 V (I_a), -0.24 V (I'_a) -1.44 V, (II_a) ve -2.01 V (III_a) dolaylarında dört yükseltgenme basamağı meydana gelmiştir. Gerilim tarama hızının [Cu(L₃)₂].4H₂O üzerine etkisi 25-800 mVs⁻¹ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.76 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mV/s>), I_a ve I'_a pikleri kaybolurken katodik yönde -0.40 V ve -1.30 V dolaylarında iki yeni indirgenme dalgası belirginleşmiştir.

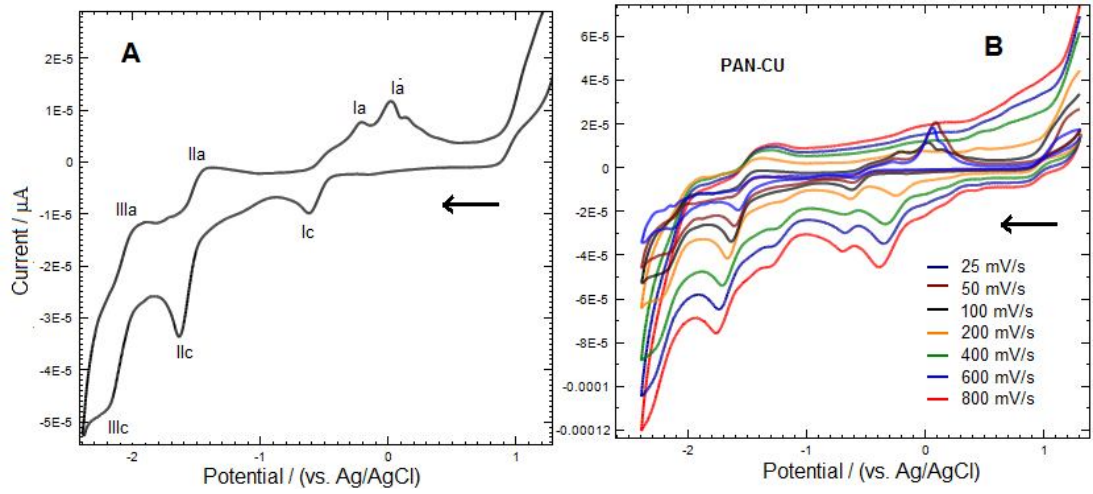


Name: PAN-Cu_1
 Description: Sample 044 By Administrator Date Monday, July 14 2014

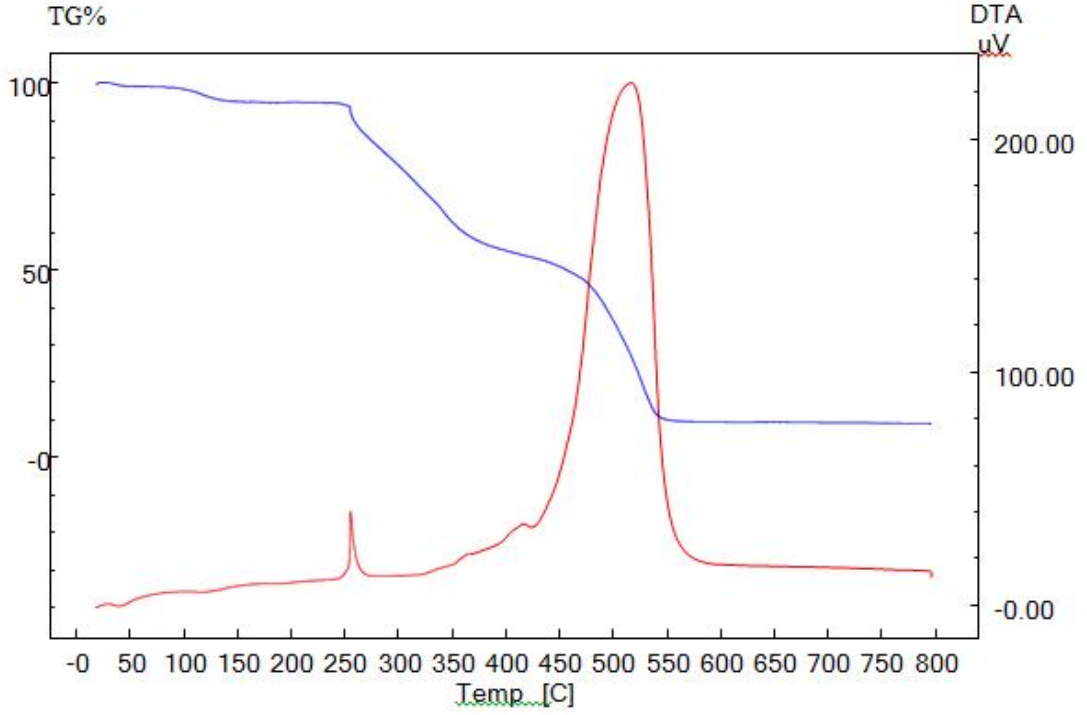
Şekil 4.74. [Cu(L₃)₂]·4H₂O Kompleksinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.75. $[\text{CuL}_3]_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.76. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{CuL}_3]_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.77. $[\text{Cu}(\text{L}_3)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

[Pd(L₃)₂]·H₂O Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3450 (OH/H₂O ait gerilme), 3060 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2950 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait (C-H), 2833 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1645 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1598 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N) ve 1337 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

¹H NMR (δ ppm): 9.58 (s, 1H, imine (HC=N) ait proton), 8.85 (s, 1H, pirimidin C-H), 6.56-8.19 (m, 14H, Ar-H, aromatik halkaya ait protonlar), 3.80 (s, 3H, benzoil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃(-CO-Ph-OCH₃)), 3.79 (s, 3H, fenil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃(-Ph-OCH₃)).

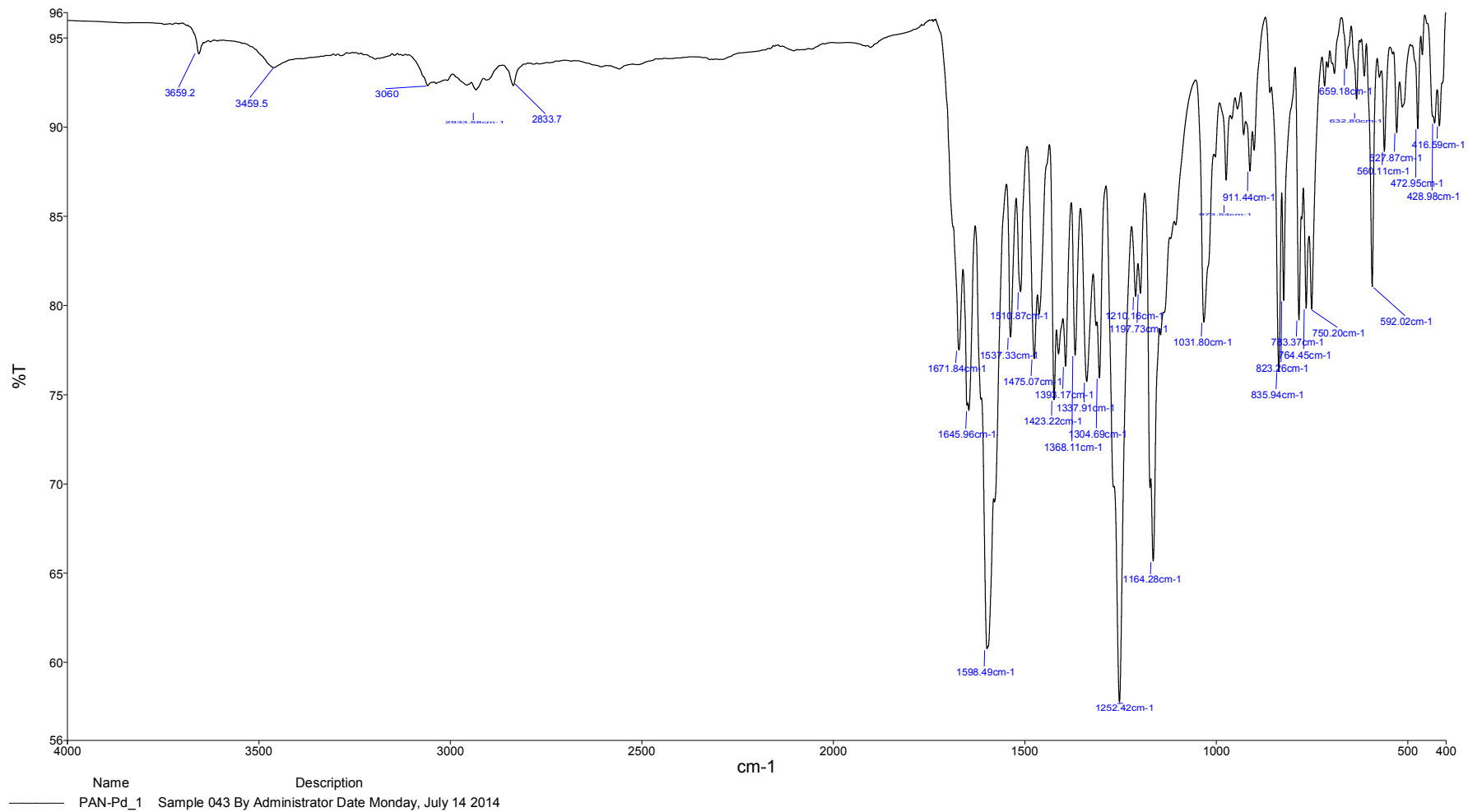
¹³C NMR (δ ppm): 190.64 (benzoil (-CO-Ph) C=O ait karbon atomu), 170.94 (pirimidin halkasına ait C=O karbon atomu), 167.13 (HC=N), 164.08 (HC-pirimidin halkası), 162.18 (benzoil-metoksi grubuna bağlı karbon atomu), 152.05 (OH-bağlı karbon atomu), 138.48 (Ph-C, pirimidin halkası), 134.10-114.57 (Ar-C), 107.43 (-CO-Ph-C, pirimidin halkası), 56.12 (OCH₃, -CO-Ph), 55.89 (OCH₃, -Ph).

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)) : 425 (0.249), 360 (0.645), 335 (0.944), 290 (1.065), 270 (1.555).

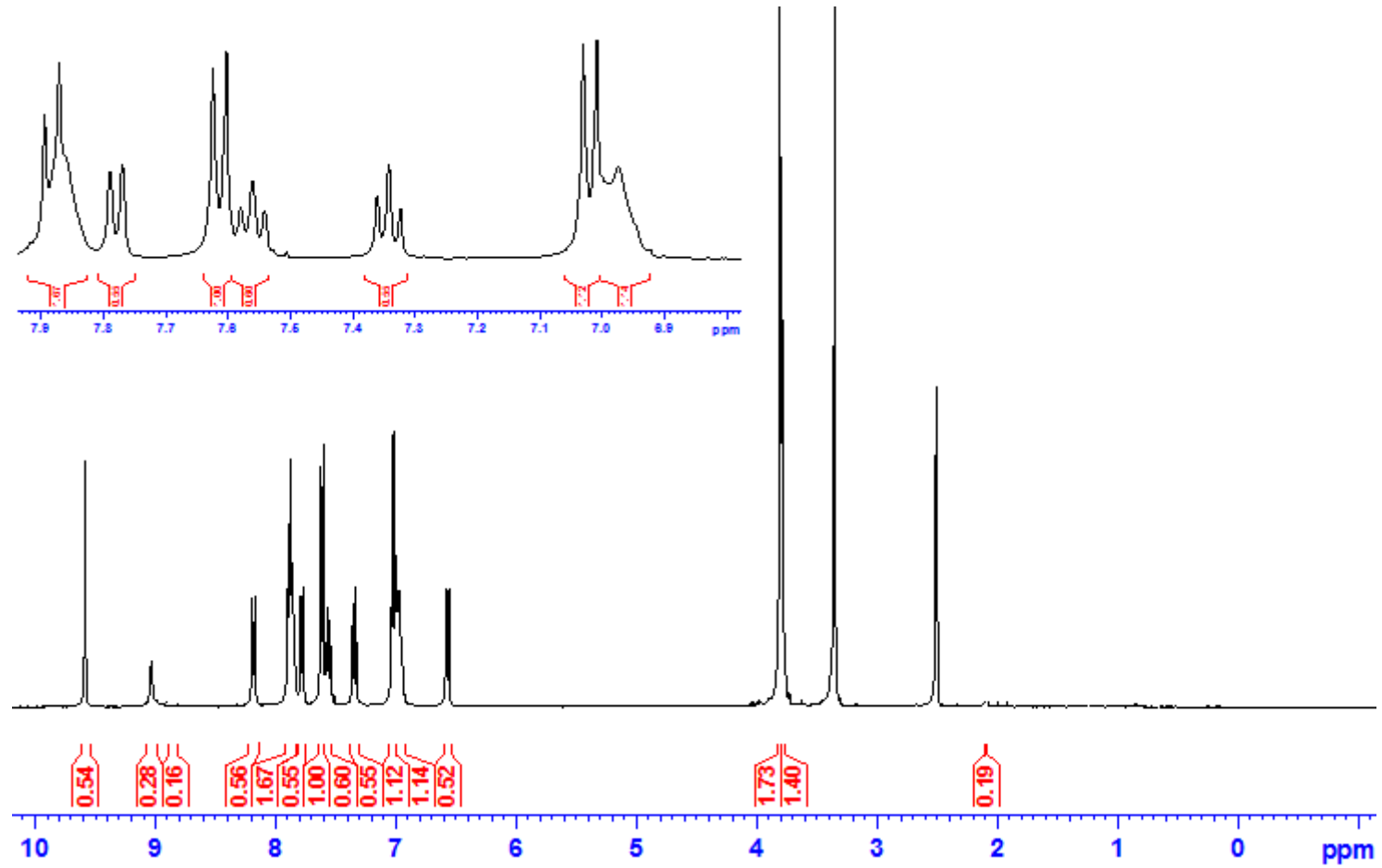
Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 63.58 (63.65), H % 4.09 (4.09), N % 7.41 (7.38).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): H₂O % 1.5 (1.8), 2(PhCO) + 2Ph + 6CO % 46.5 (46.0), Organik Kalıntı % 41.5 (41.1) PdO % 10.6 (11.0).

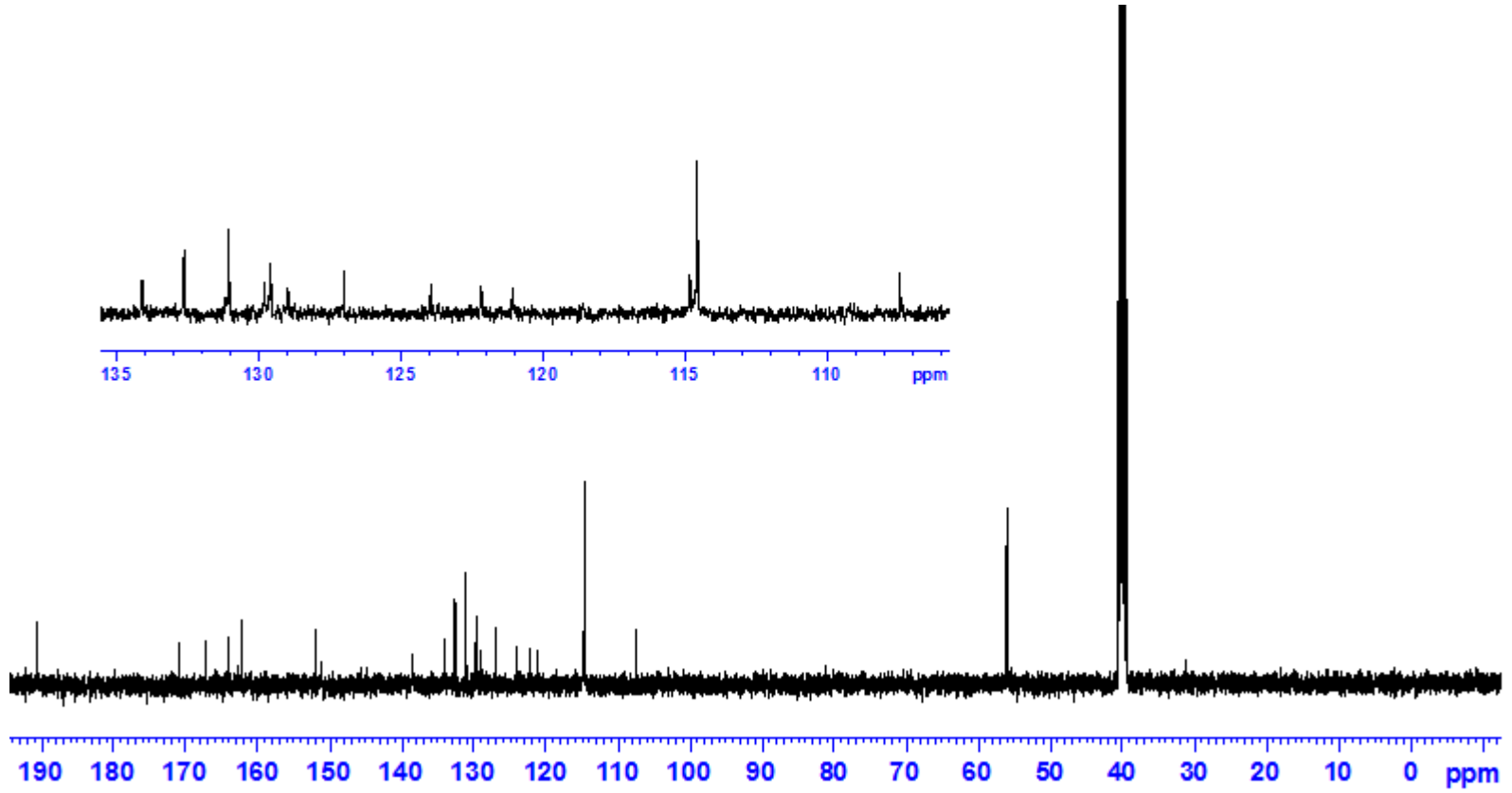
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri: Şekil 4.82 A'da 1 mM derişimindeki [Pd(L₃)₂].H₂O kompleksinin indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs⁻¹ gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görölmektedir. [Pd(L₃)₂].H₂O kompleksinin -0.61 V (Ic) ve -1.14 V (IIc), ve -1.60 V (IIIc) dolaylarında üç indirgenme basamağı görölmektedir. [Pd (L₃)₂].H₂O kompleksinin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla -0.94 V (II_a), ve -1.49 (III_a) dolaylarında iki yükseltgenme basamağı oluşmuştur. III_a dalgası yayvan görünümündedir. Gerilim tarama hızının [Pd(L₃)₂].H₂O üzerine etkisi 25-800 mVs⁻¹ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.82 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mVs⁻¹>), +0.15 V ve +0.60 V civarında yeni iki yükseltgenme dalgası meydana gelmiştir.



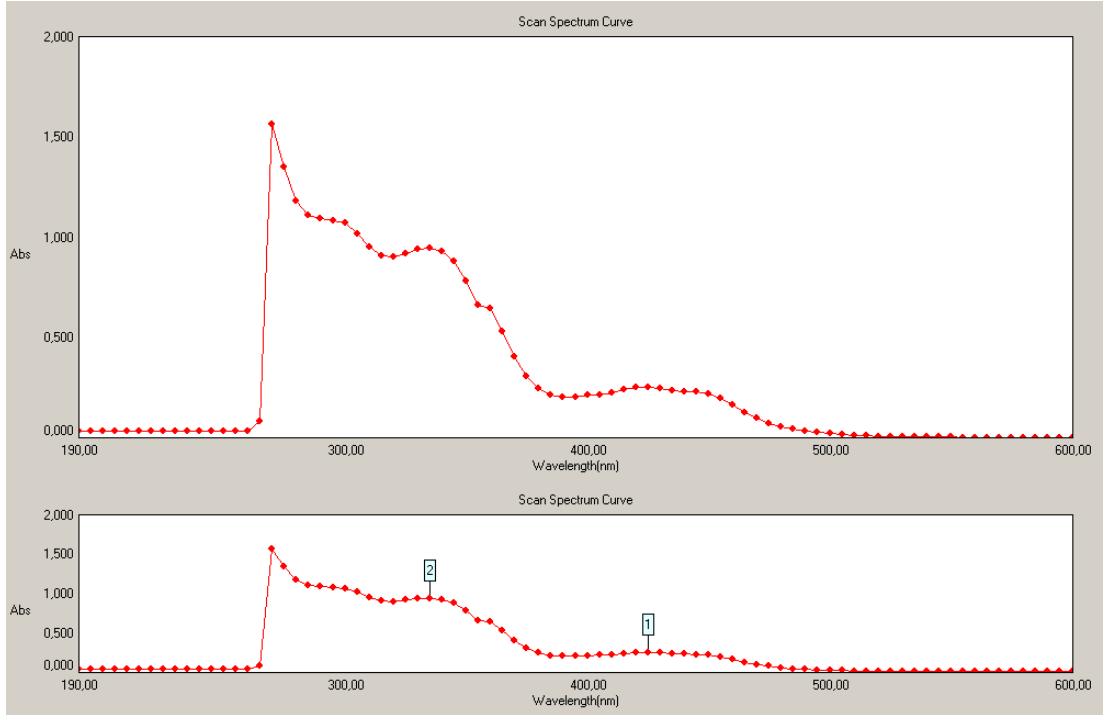
Şekil 4.78. $[Pd(L_3)_2] \cdot H_2O$ Kompleksinin FT-IR Spektrumu



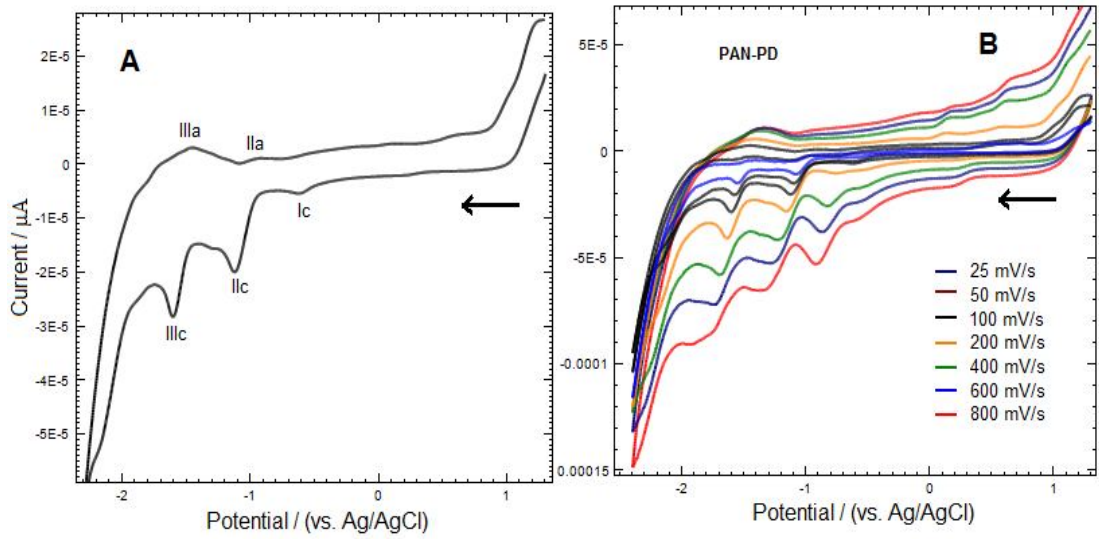
Şekil 4.79. $[\text{Pd}(\text{L}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu



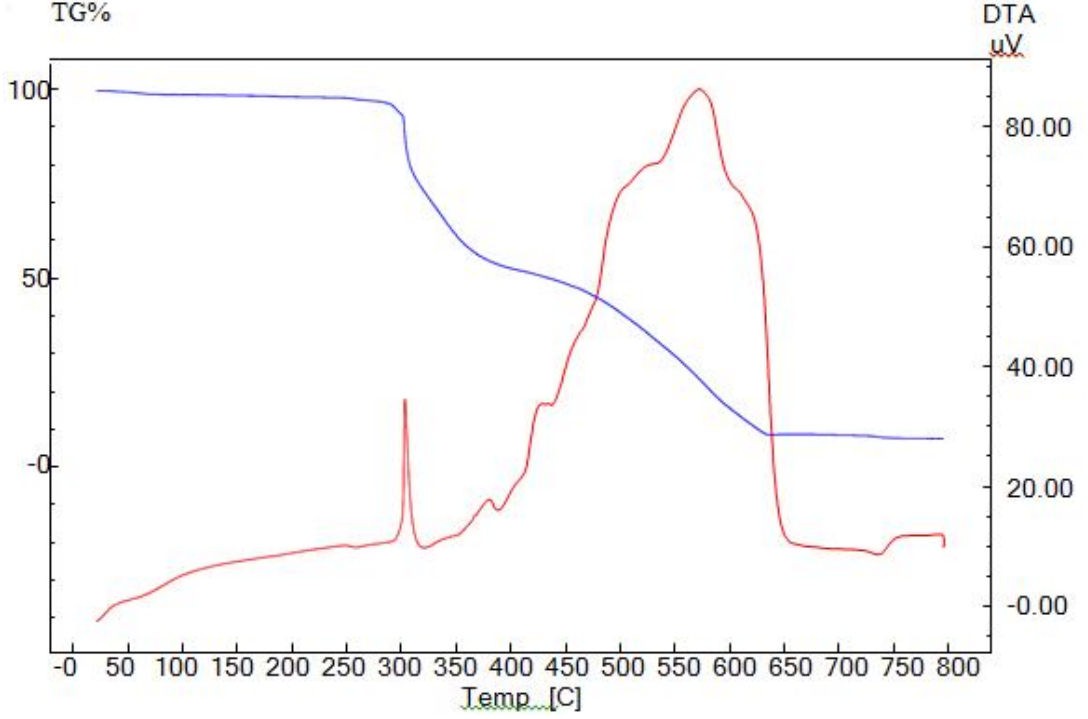
Şekil 4.80. $[\text{Pd}(\text{L}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^{13}C NMR Spektrumu



Şekil 4.81. $[\text{Pd}(\text{L}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.82. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Pd}(\text{L}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



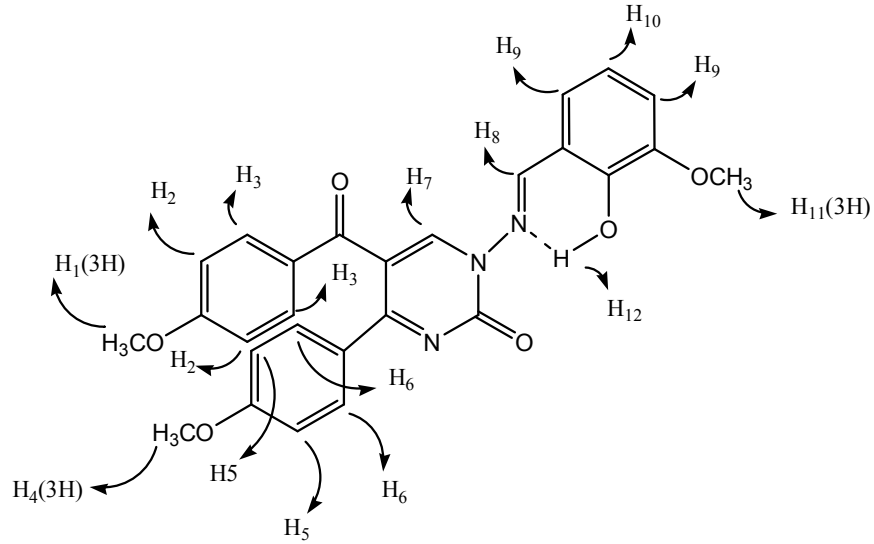
Şekil 4.83. $[Pd(L_3)_2] \cdot H_2O$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

4.1.4. PAV (L_4H) Ligand ve Komplekslerinin Analiz Verileri

PAV (L_4H) ligandına ait;

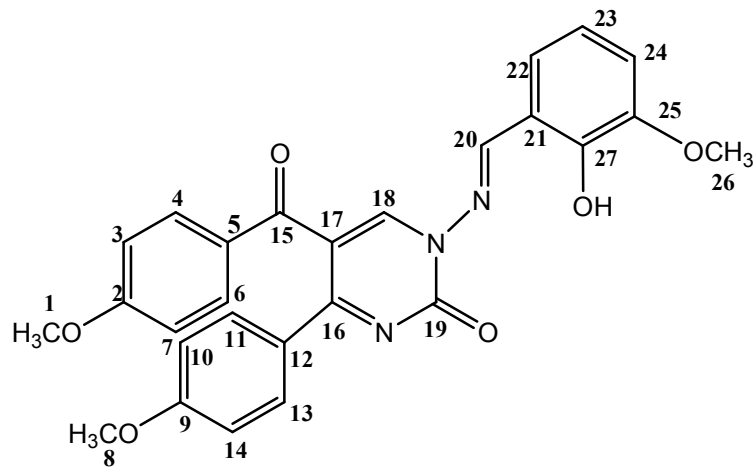
FT-IR $\nu(cm^{-1})$: PAV(L_4H) ligandının FT-IR spektrumunda 3358 cm^{-1} 'de (O–H gerilmesi), 3073 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C–H), 2934 cm^{-1} 'de aromatik halkasına ait, 2840 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C–H), 1645 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1613 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N), 1372 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C–O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

1H NMR (δ ppm): 10.04 (s, 1H, (**H**₁₂) aromatik halkaya bağlı fenolik proton (-Ph-OH)), 9.47 (s, 1H, (**H**₈) imine (HC=N) ait proton), 8.57 (s, 1H, (**H**₇) pirimidin-H), aromatik halkaya ait protonlar (**Ar-H**); 7.86 (d, 2H, $J= 8.8$ Hz), 7.49 (d, 2H, $J= 8.8$ Hz), 7.41 (d, 1H, $J= 7.2$ Hz), 7.18 (d, 1H, $J= 7.2$ Hz), 6.99 (d, 2H, $J= 8.8$ Hz), 6.92 (t, 3H, $J_1= 5.6$ Hz, $J_2= 8.8$ Hz), 3.86 (s, 3H, (**H**₁₁) fenol grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃ (-Ph-OH)), 3.82 (s, 3H, (**H**₁) benzoil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃(-CO-Ph-OCH₃)), 3.75 (s, 3H, (**H**₄), fenil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃(-Ph-OCH₃)).



Şekil 4.84. PAV(L₄H) Liganda Ait Numaralandırılmış Proton Gösterimi

¹³C NMR (δ ppm): 190.80 (**C15**, benzoil (-CO-Ph) C=O ait karbon atomu), 169.69 (**C19**, pirimidin halkasına ait C=O karbon atomu), 163.95 (**C20**, HC=N), 163.66 (**C18**, HC-pirimidin halkası), 161.94 (**C2**, benzoil-metoksi grubuna bağlı karbon atomu), 151.71 (**C9**, fenil-metoksi grubuna bağlı karbon atomu), 148.88 (**C27**, OH-bağlı karbon atomu), 148.67 (**C25**, fenol-metoksi grubuna bağlı karbon atomu), 148.24 (**C16**, Ph-C, pirimidin halkası), 132.76-114.47 (**Ar-C**, aromatik halkaya ait karbon atomları), 114.21 (**C17**, -CO-Ph-C, pirimidin halkası), 56.46 (**C1**, OCH₃, -CO-Ph), 56.07 (**C26**, OCH₃, OH-Ph), 55.79 (**C8**, OCH₃, -Ph).

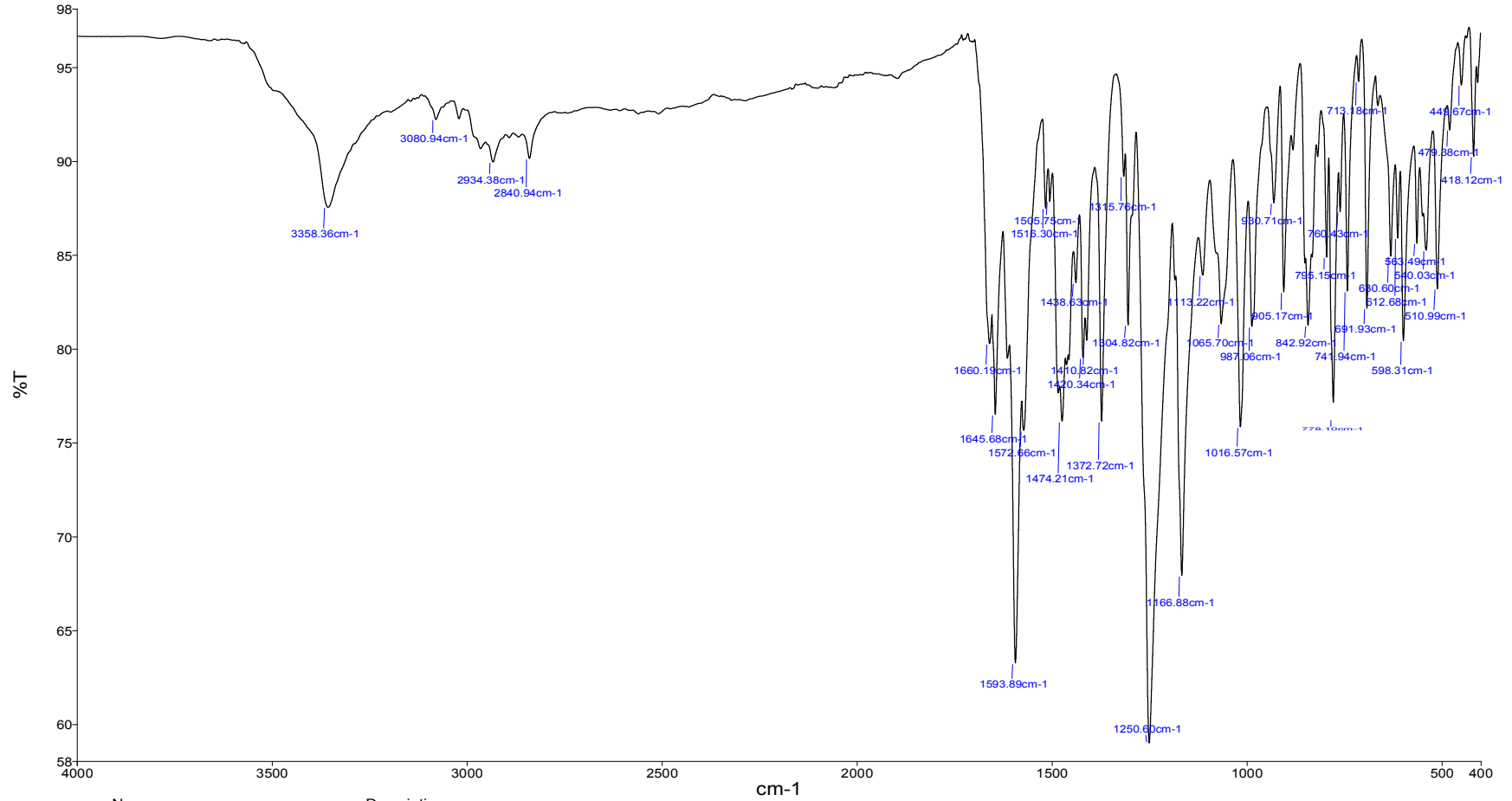


Şekil 4.85. PAV(L₄H) Liganda Ait Numaralandırılmış Karbon Gösterimi

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 365 (1.18), 290 (1.977), 270 (1.443)

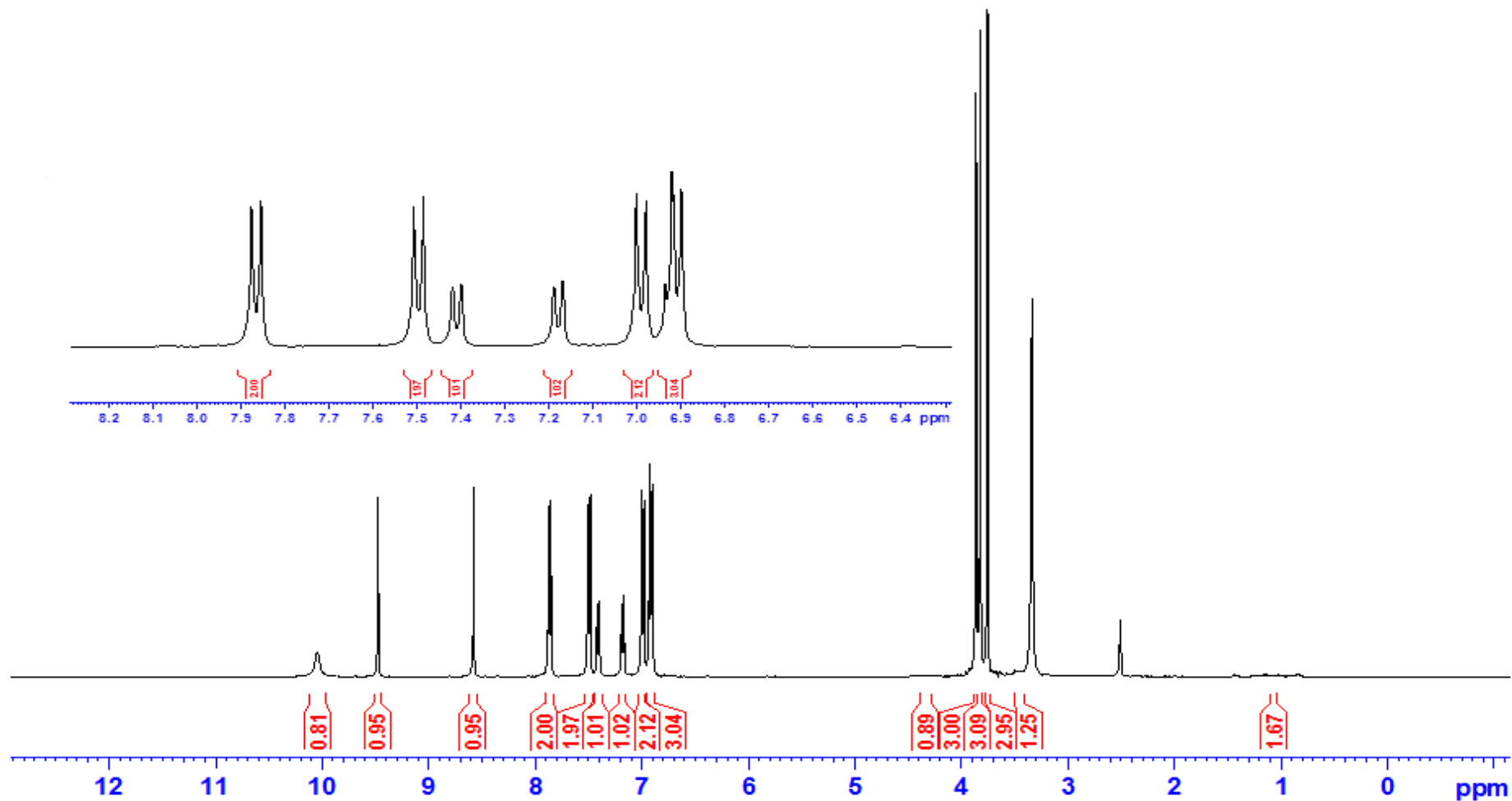
Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 66.80 (66.20), H % 4.78 (4.70), N % 8.66 (8.74)

Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri: Şekil 4.92 A'da 1 mM derişimindeki PAV(L₄H)'nin indirgenme yönünde, -2.3 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs⁻¹ gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görölmektedir. PAV(L₄H) ligandın +0.82 V (Ic), +0.18 V (IIc), -0.65 V (IIIc), -1.18 V (IVc) ve -1.57 V (Vc) ta beş indirgenme basamağı gözlenmektedir. Gerilim tarama hızının PAV(L₄H) üzerine etkisi 25-800 mVs⁻¹ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.92 B). Yüksek tarama hızlarında (400 mVs⁻¹>), katodik bölgede -0.51 V ve anodik bölgede -1.45 V ve +0.98 V dolaylarında yeni dalgalarda gözlenmiştir. Ligantın indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde +0.39 V (IIa) dolayında bir yükseltgenme basamağı görölmektedir.

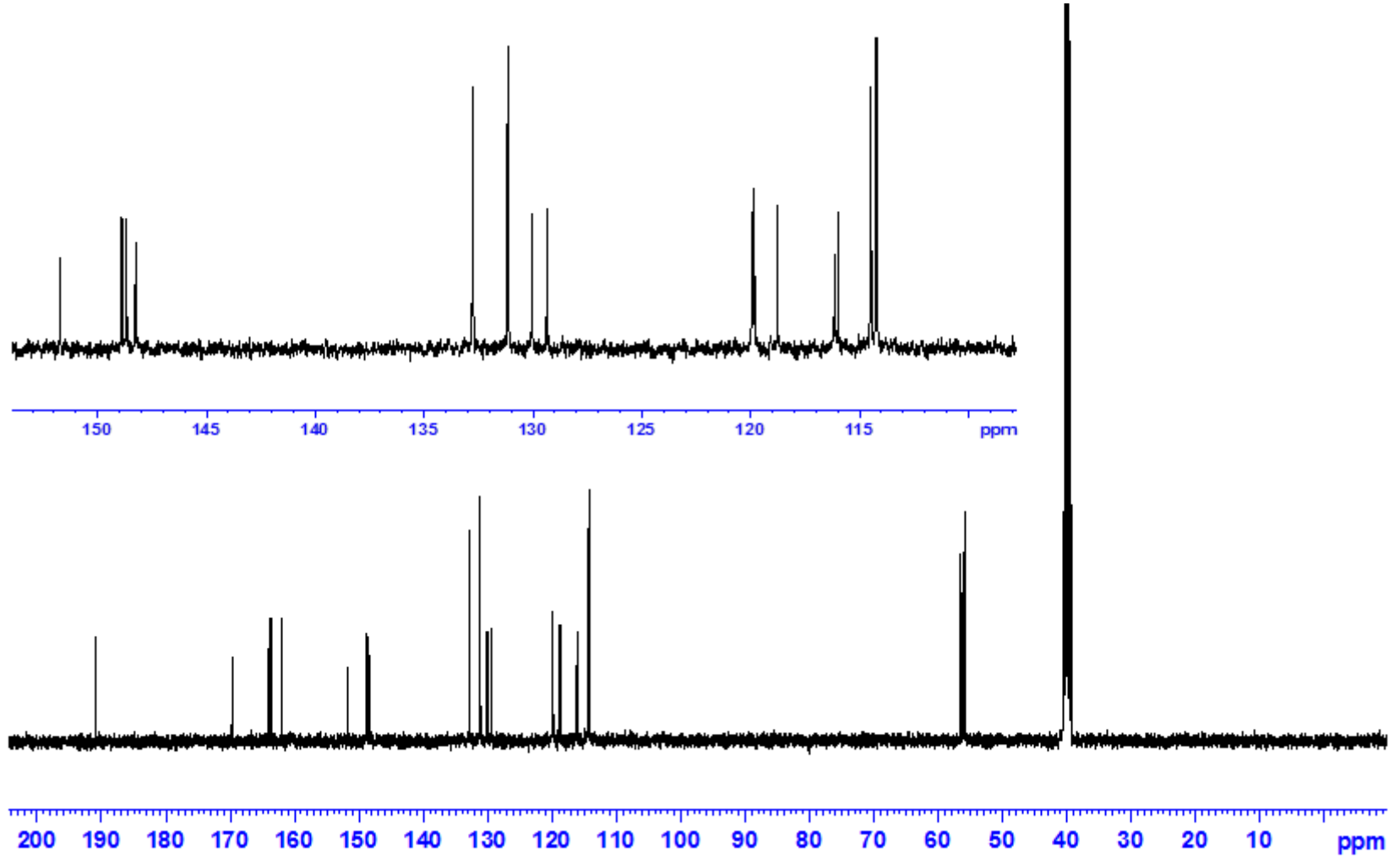


Name: meh-PAV_1
 Description: Sample 019 By Administrator Date Sunday, January 25 2015

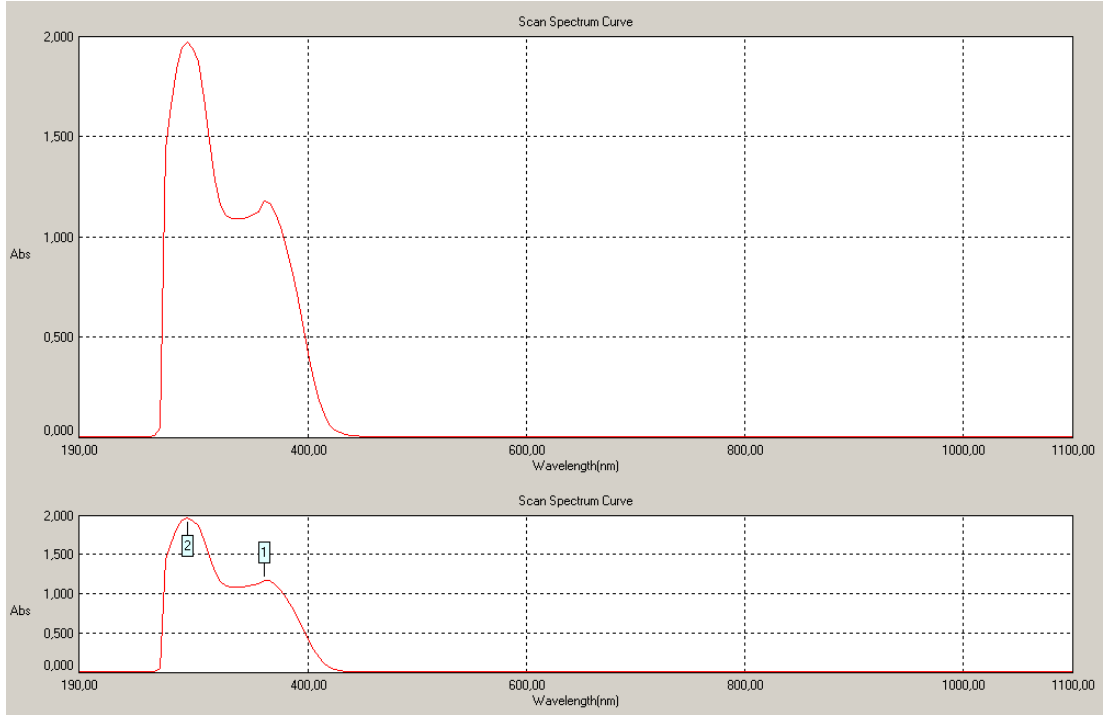
Şekil 4.86. PAV(L₄H) Ligandının FT-IR Spektrumu



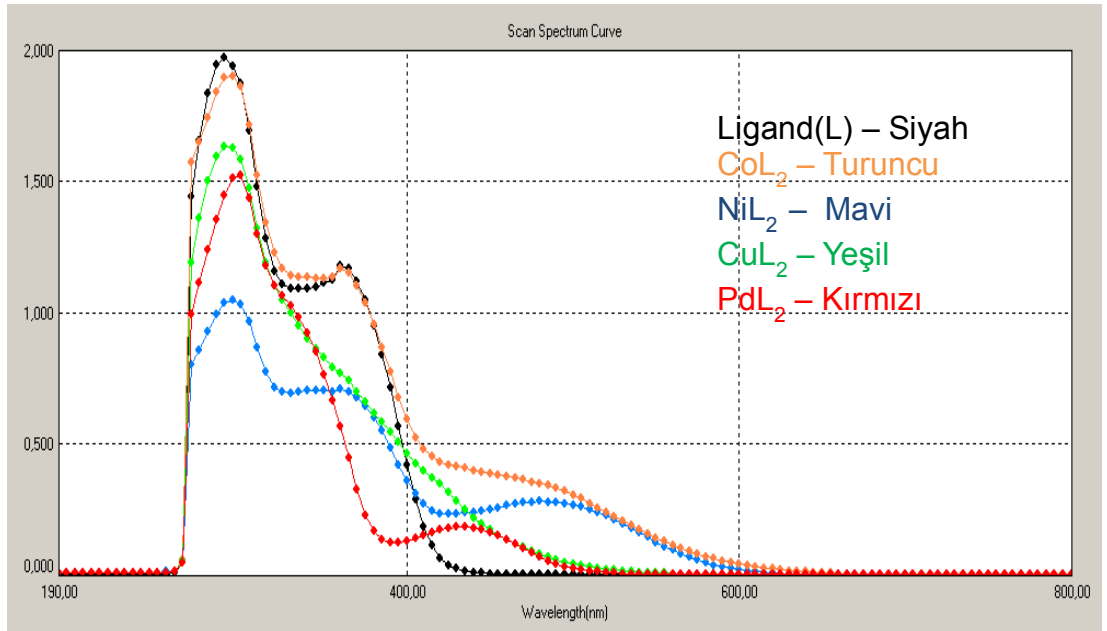
Şekil 4.87. PAV(L₄H) Ligandının ^1H NMR Spektrumu



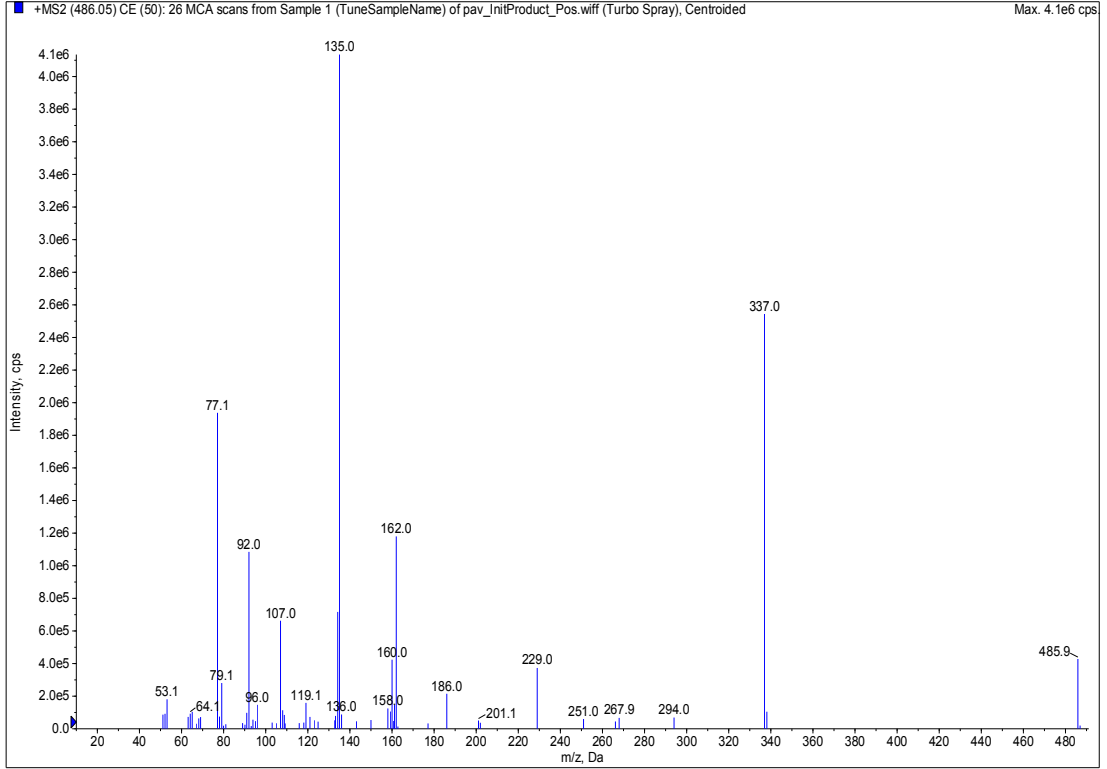
Şekil 4.88. PAV(L₄H) Ligandının ^{13}C NMR Spektrumu



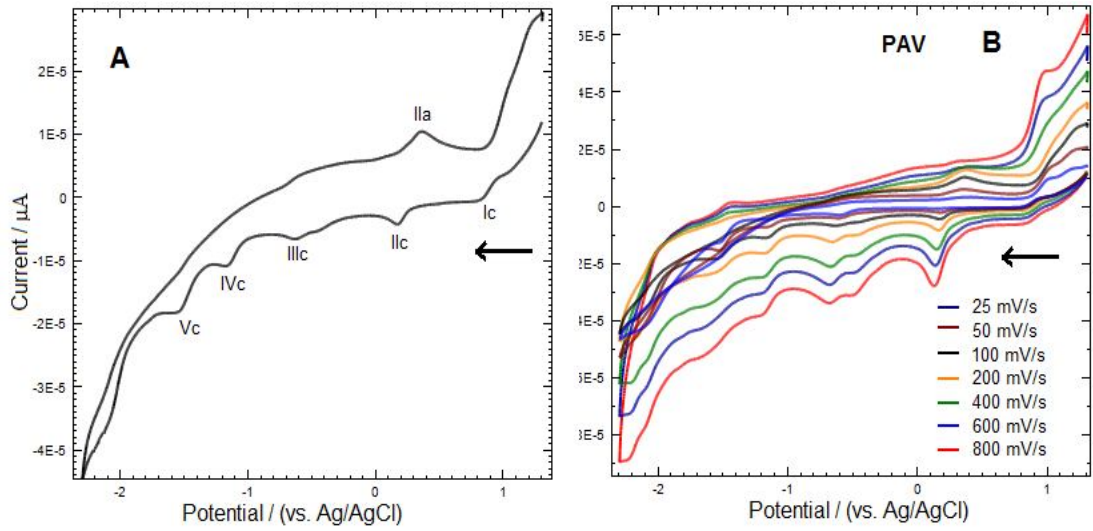
Şekil 4.89. PAV(L₄H) Ligandının UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.90. PAV (L₄H) Ligand ve Komplekslerin UV-Vis Spektrumları



Şekil 4.91. PAV(L₄H) Ligandının LC-MS/MS Kütle Spektromu



Şekil 4.92. 1×10^{-3} M PAV(L₄H) Ligandın Caması Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları

[Co(L₄)₂]-4H₂O Kompleksine ait;

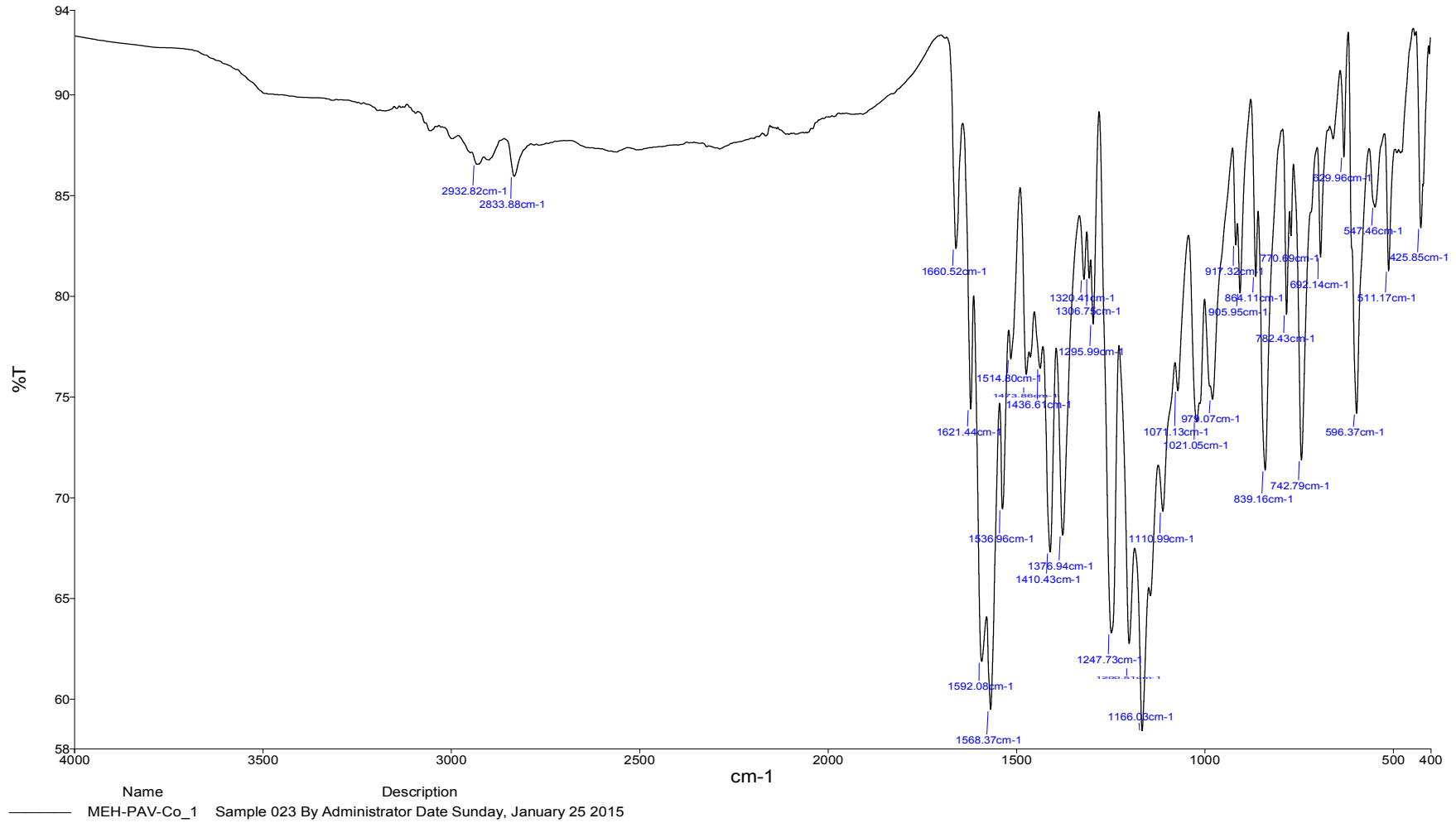
FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3070 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2932 (C-H aromatik halkasına ait gerilme), 2833 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1660 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1621 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N), 1376 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 490 (0.333), 365 (1.169), 290 (1.906), 270 (1.573).

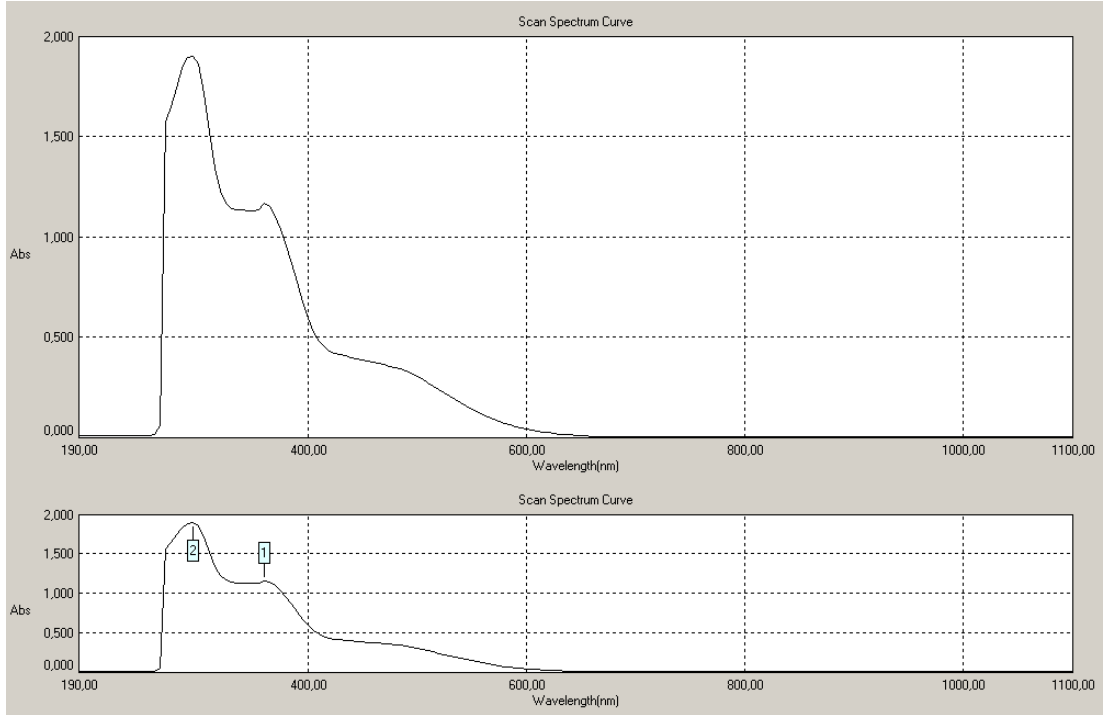
Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 58.96 (58.25), H % 4.72 (4.90), N % 7.64 (7.64).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): 4H₂O % 6.5 (6.1), 2(PhCO) + 2Ph + 6CO % 48.4 (49.2), Organik Kalıntı % 38.3 (37.5) CoO % 6.8 (7.0)

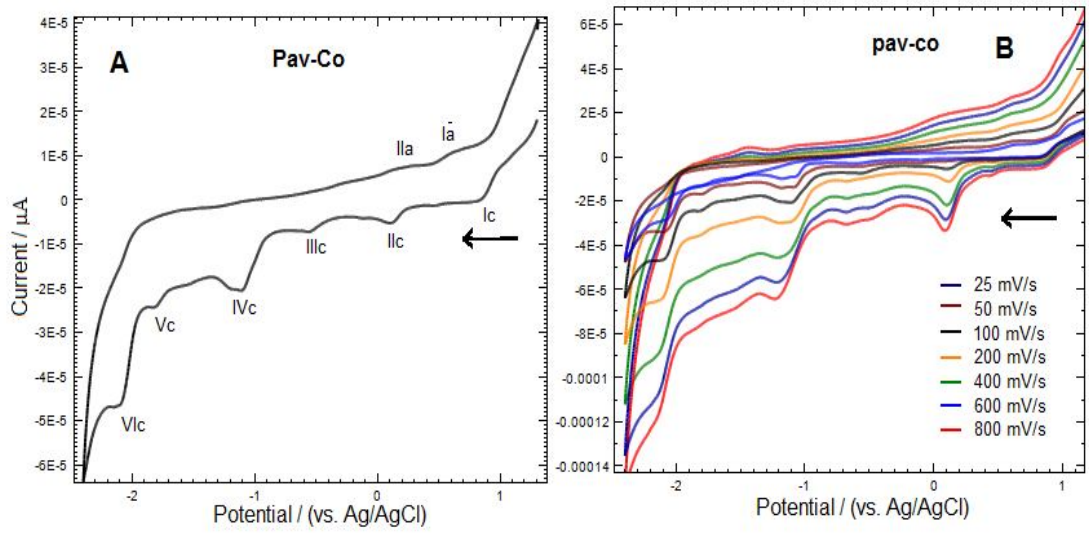
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri: Şekil 4.95 A'da 1 mM derişimindeki [Co(L₄)₂]-4H₂O kompleksinin indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs^{-1} gerilim tarama hızında incelenmiştir. [Co(L₄)₂]-4H₂O kompleksinin +0.90 V (Ic), +0.12 V (IIc), -0.58 V (IIIc), -1.10 V (IVc), -1.81 V (Vc) ve -2.11 V (VIc) dolaylarında altı indirgenme basamağı görülmektedir. [Co(L₄)₂]-4H₂O kompleksinin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +0.20 V (IIa) ve +0.65 V (Ia) dolaylarında iki yükseltgenme basamağı meydana gelmiştir. Gerilim tarama hızının [Co(L₄)₂]-4H₂O üzerine etkisi 25-800 mVs^{-1} aralığında incelenmiştir (Şekil 4.95 B). Yüksek tarama hızlarında (400 mV/s) anodik bölgede -1.42 V dolaylarında yeni bir dalga oluşurken Vc dalgası gözlenmemektedir.



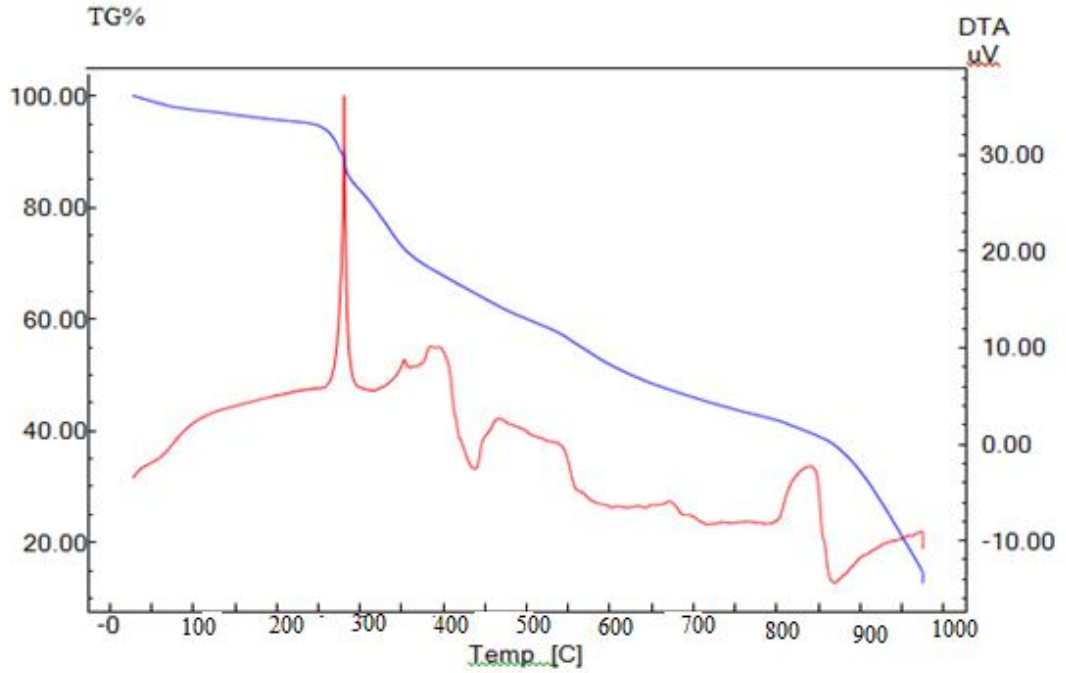
Şekil 4.93. [Co(L₄)₂] \cdot 4H₂O Kompleksinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.94. $[\text{Co}(\text{L}_4)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.95. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Co}(\text{L}_4)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camlı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.96. $[\text{Co}(\text{L}_4)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

$[\text{Ni}(\text{L}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3070 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2932 (C-H aromatik halkasına ait gerilme), 2830 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1653 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1621 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N), 1394 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

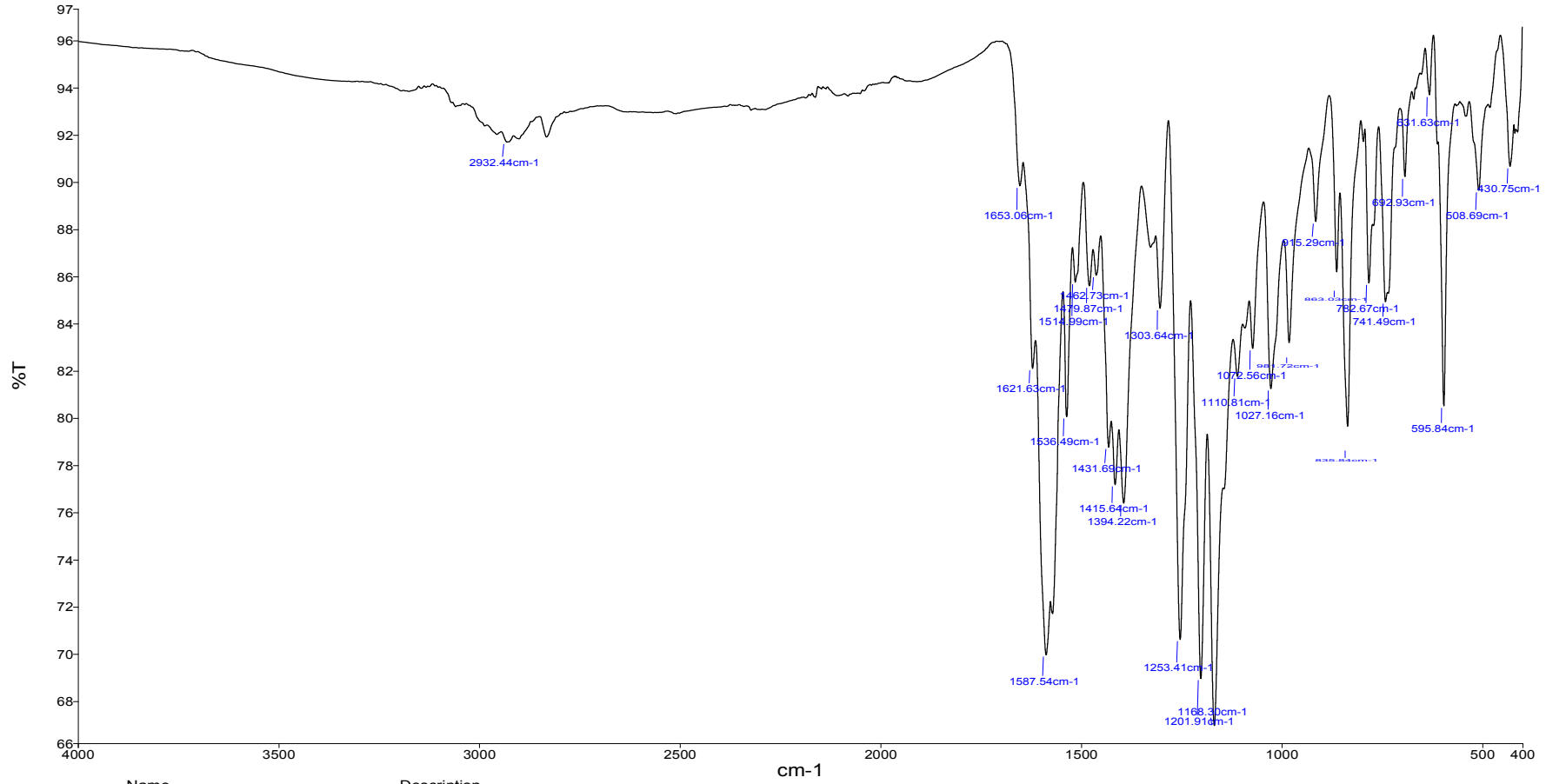
UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)) : 480 (0.280), 365 (0.710), 290 (1.050), 270 (0.804).

Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 62.03 (61.90), H % 4.43 (4.42), N % 8.04 (8.78).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): H_2O % 1.7 (1.6), $2(\text{PhCO}) + 2\text{Ph} + 6\text{CO}$ % 50.9 (49.5), Organik Kalıntı % 40.3 (40.8) NiO % 7.1 (7.8)

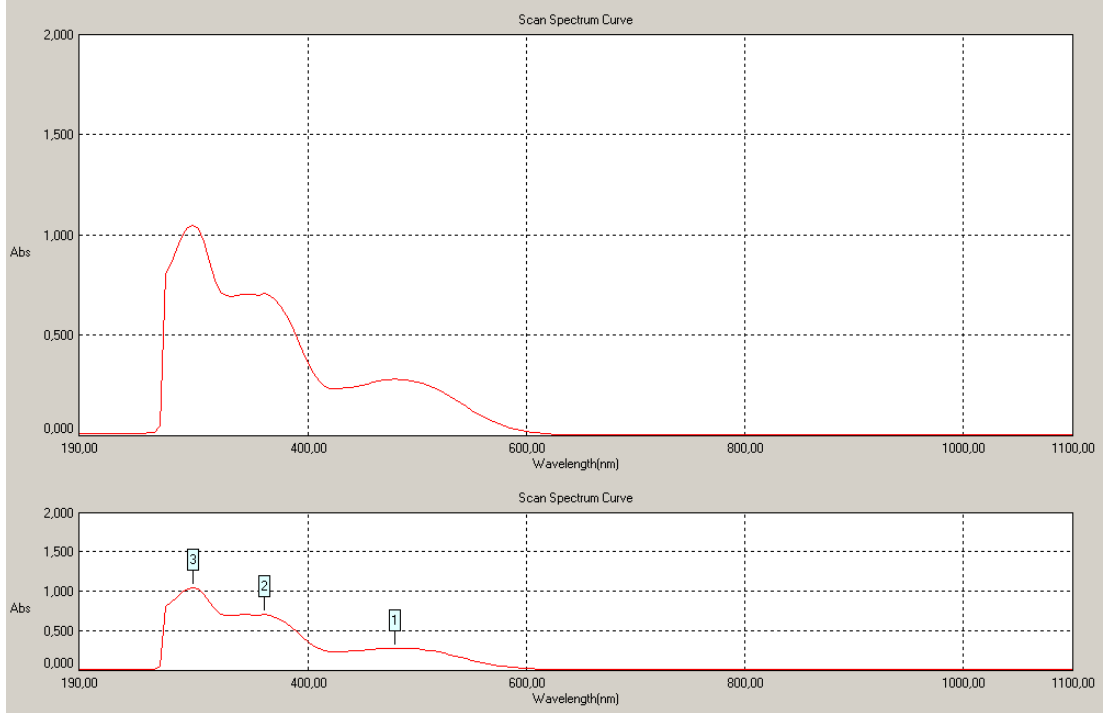
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri: Şekil 4.99 A'da 1 mM derişimindeki $[\text{Ni}(\text{L}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksinin indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs^{-1} gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görülmektedir. $[\text{Ni}(\text{L}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksinin +0.87 V (Ic), +0.48 V (IIc), +0.11 V (IIIc), -0.52 V (IVc), -1.18 V (Vc), -1.67 V (VIc) ve -2.21 V (VIIc) dolaylarında yedi indirgenme

basamađı grlmektedir. $[\text{Ni}(\text{L}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksinin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik blgede devam edildiđinde sırasıyla +1.09 V (Ia) ve +0.85 V (IIa) dolaylarında iki yükseltgenme basamađı meydana gelmiştir. Gerilim tarama hızının $[\text{Ni}(\text{L}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksi üzerine etkisi $25\text{-}800 \text{ mVs}^{-1}$ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.99 B). Yüksek tarama hızlarında (400 mVs^{-1}), anodik blgede -1.45 V ve -1.12 V dolaylarında iki yeni dalga gözlenirken Ia dalgası kaybolmuştur.

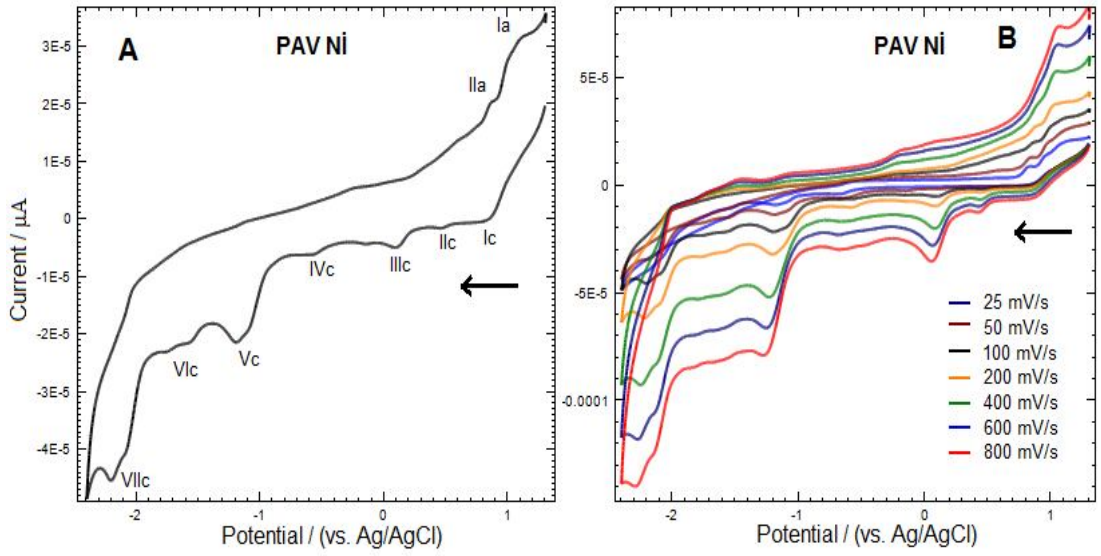


Name: MEH-PAV-Ni_1
 Description: Sample 024 By Administrator Date Sunday, January 25 2015

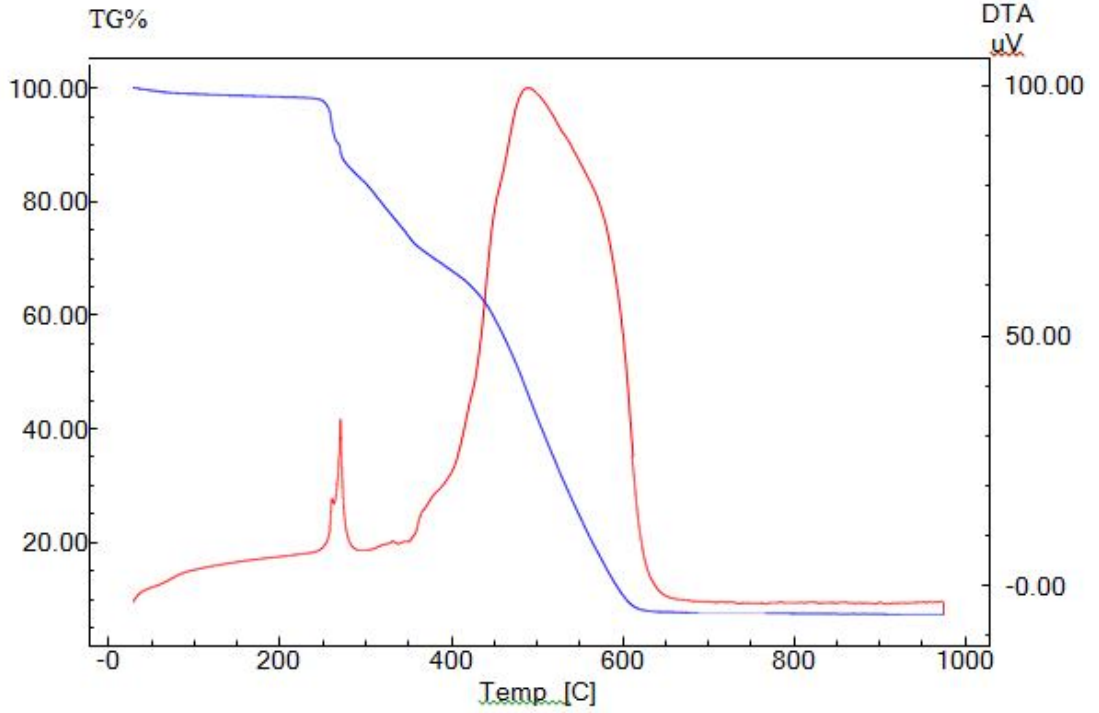
Şekil 4.97. [Ni(L₄)₂]·H₂O Kompleksinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.98. $[\text{Ni}(\text{L}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.99. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Ni}(\text{L}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.100. $[\text{Ni}(\text{L}_4)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

$[\text{Cu}(\text{L}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3070 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2933 cm^{-1} (C-H aromatik halkasına ait gerilme), 2833 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1669 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1646 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N), 1392 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

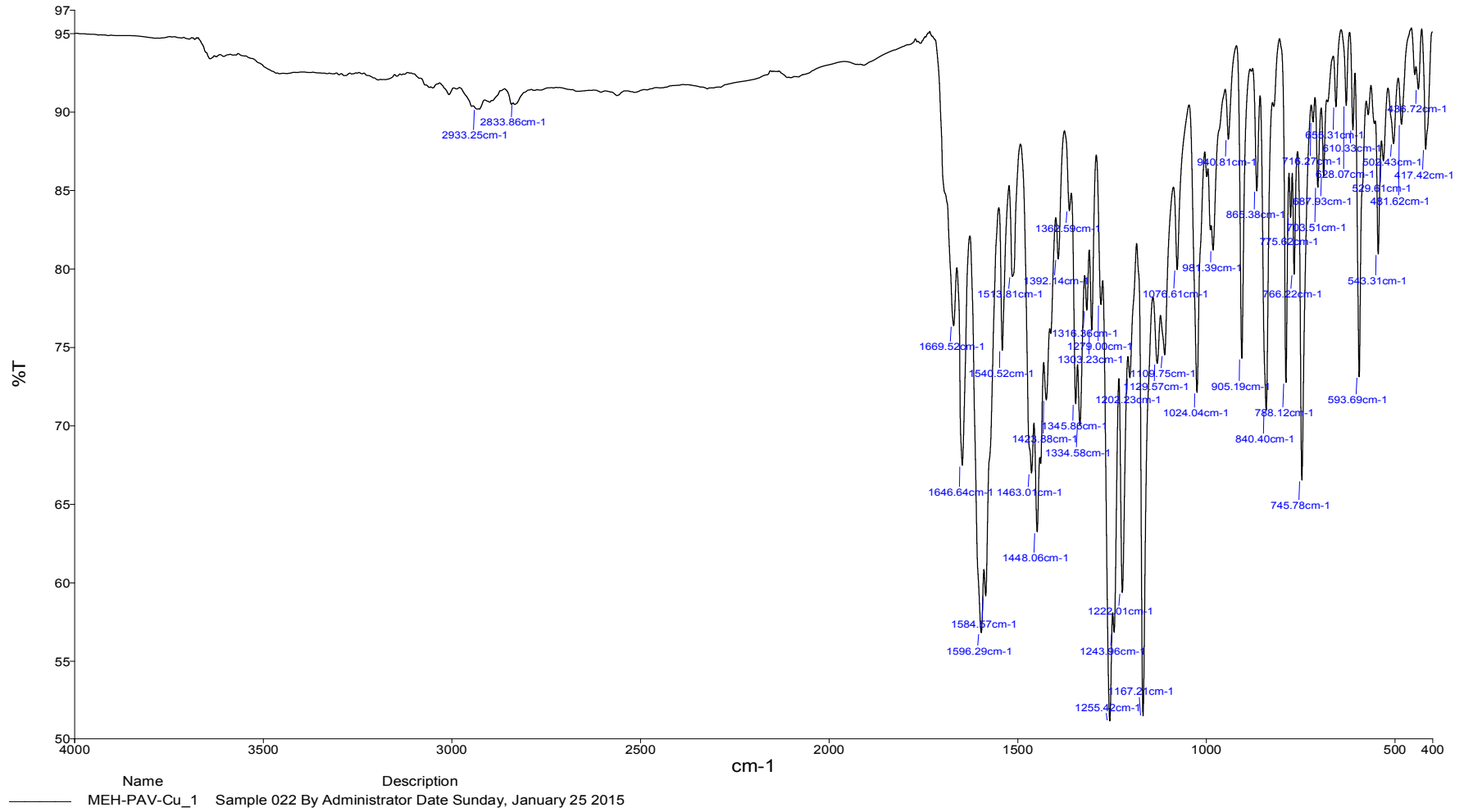
UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)): 365 (0.753), 290 (1.635), 270 (1.190).

Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 60.74 (61.47), H % 4.53 (4.38), N % 7,88 (8.01).

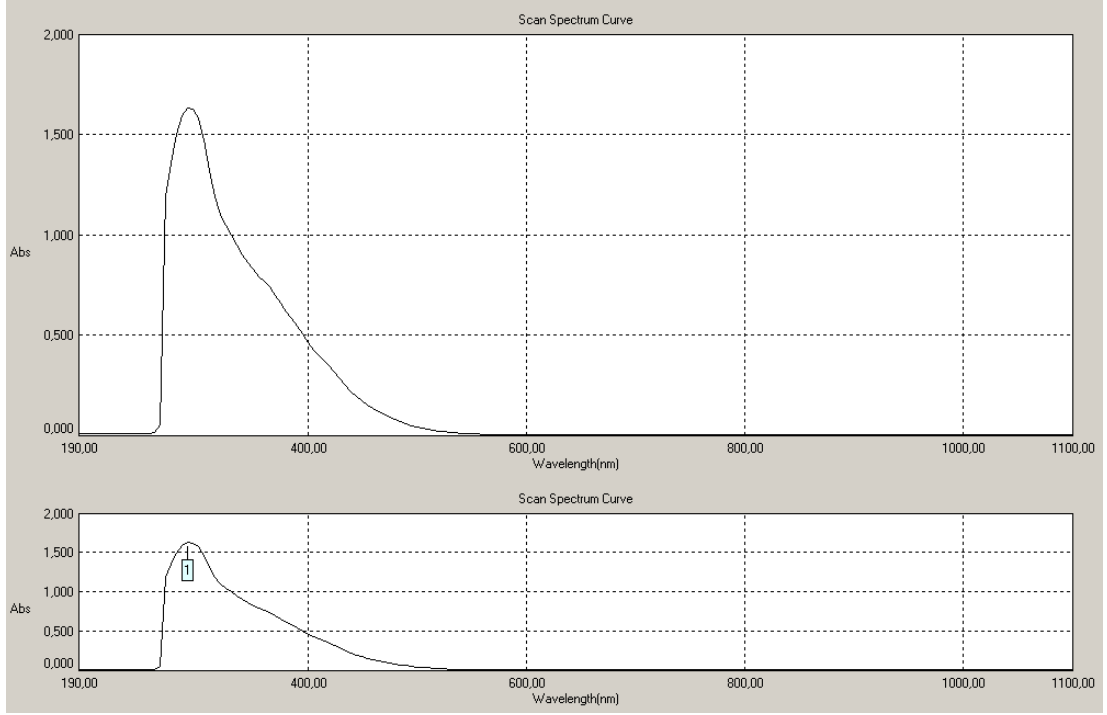
TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): $2\text{H}_2\text{O}$ % 3.3 (3.8), $2(\text{PhCO}) + 2\text{Ph} + 6\text{CO}$ % 49.8 (49.2), Organik Kalıntı ve CuO % 46.9 (47.0)

Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri: Şekil 4.103 A'da 1 mM derişimindeki $[\text{Cu}(\text{L}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs^{-1} gerilim tarama hızında alınan voltamogramı görülmektedir. $[\text{Cu}(\text{L}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin +0.85 V (Ic), +0.10 V (IIc), -0.61 V (IIIc), -1.65 V (IVc) ve -2.15 V (Vc) dolaylarında beş indirgenme basamağı görülmektedir.

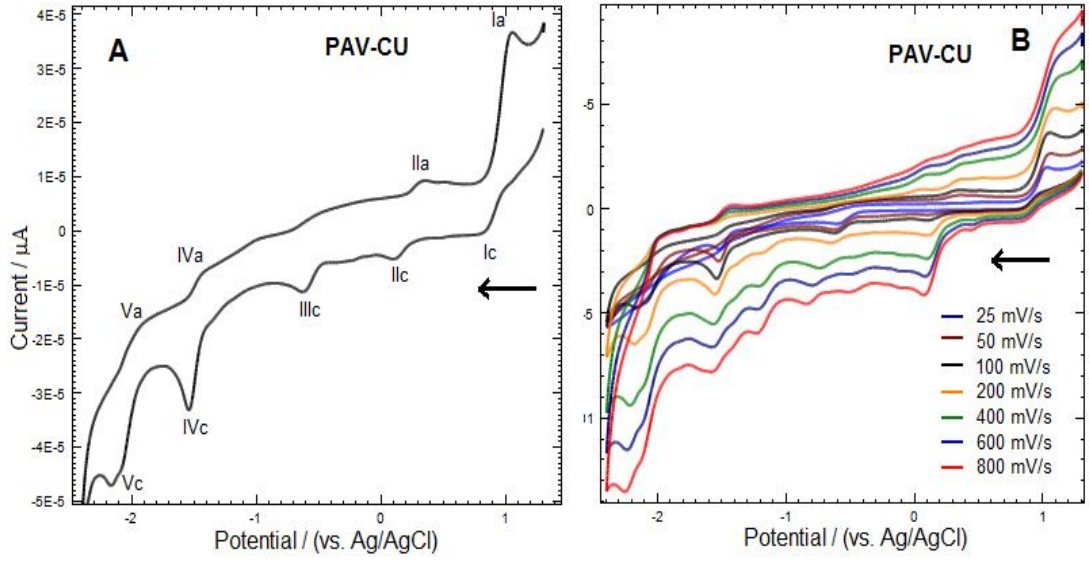
[Cu(L₄)₂] \cdot 2H₂O kompleksinin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +1.05 V (Ia), +0.31 V (IIa), -1.45 V (IVa) ve -1.92 V (Va) dolaylarında dört yükseltgenme basamağı meydana gelmiştir. Gerilim tarama hızının [Cu(L₄)₂] \cdot 2H₂O üzerine etkisi 25-800 mVs⁻¹ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.103 B). Yüksek tarama hızlarında (200 mVs⁻¹>), katodik bölgede -0.51 V ve -1.22 V dolaylarında iki yeni dalga gözlenmiştir.



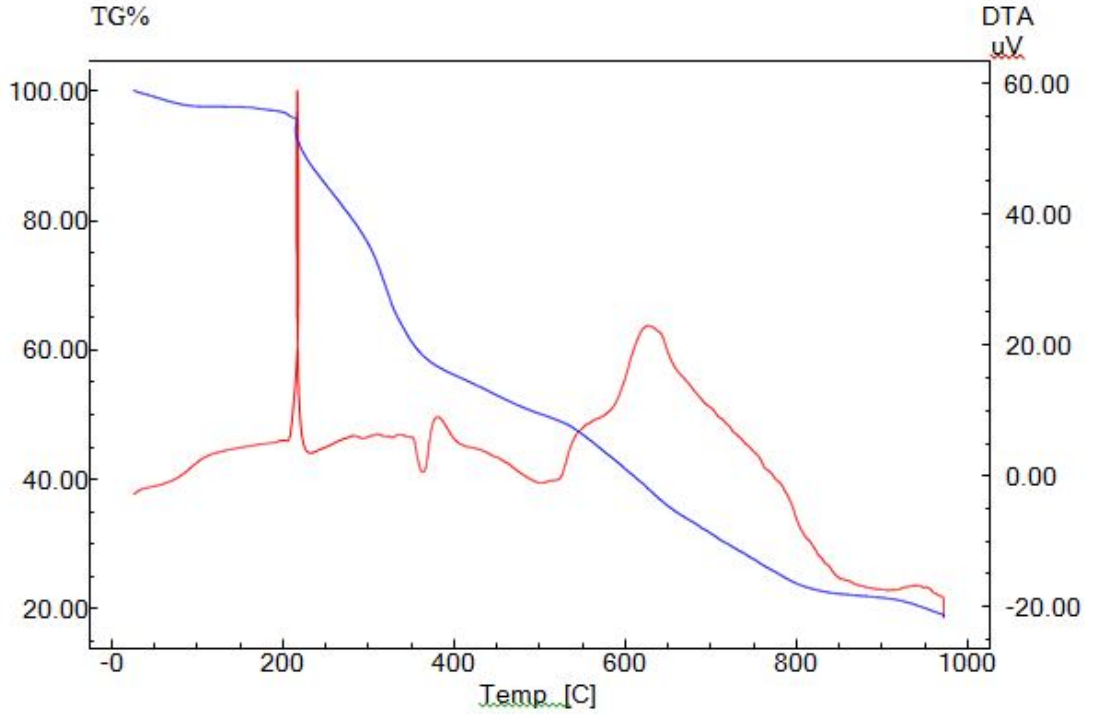
Şekil 4.101. [Cu(L₄)₂]·2H₂O Kompleksinin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.102. $[\text{Cu}(\text{L}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



Şekil 4.103. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Cu}(\text{L}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.104. $[\text{Cu}(\text{L}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

[Pd(L₄)₂]·5H₂O Kompleksine ait;

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3007 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C-H), 2928 (C-H aromatik halkasına ait gerilme), 2834 cm^{-1} 'de metoksi gruplarına ait (C-H), 1676 cm^{-1} 'de pirimidin halkasına ait (C=O), 1644 cm^{-1} 'de imin grubuna ait (C=N), 1341 cm^{-1} 'de fenolik gruba ait (C-O) gerilme titreşim bantları görülmektedir.

¹H NMR (δ ppm): 8.78 (s, 1H, imine (HC=N) ait proton), 8.30 (s, 1H, pirimidin C-H), 6.59-7.89 (m, 11H, Ar-H, aromatik halkaya ait protonlar), 3.86 (s, 3H, fenol grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃ (-Ph-OH)), 3.80 (s, 3H, benzoil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃(-CO-Ph-OCH₃)), 3.34 (s, 3H, fenil grubuna bağlı alifatik protonlar -OCH₃(-Ph-OCH₃)).

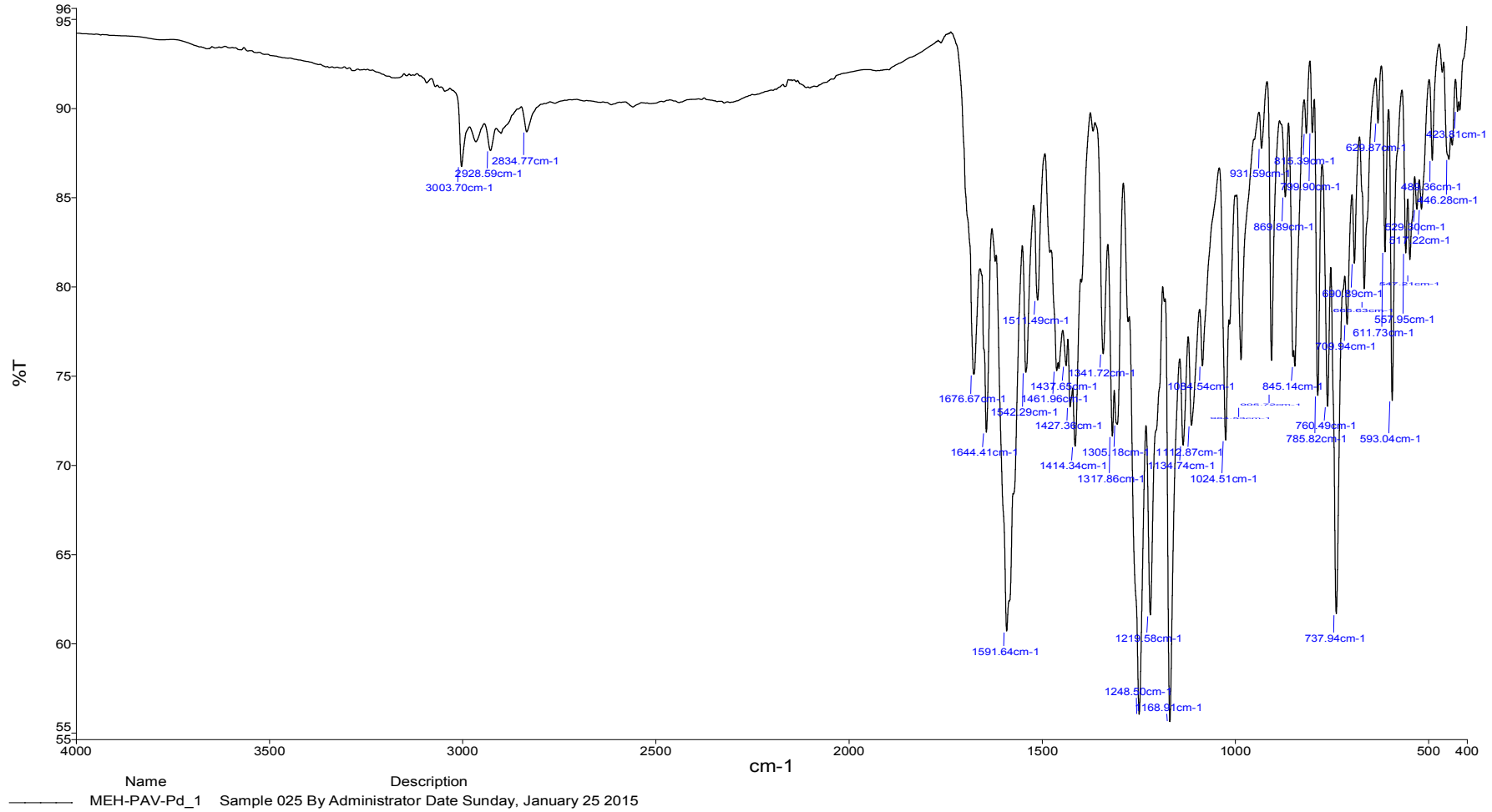
¹³C NMR (δ ppm): 190.49 (benzoil (-CO-Ph) C=O ait karbon atomu), 170.78 (pirimidin halkasına ait C=O karbon atomu), 162.12 (HC=N), 156.89 (HC-pirimidin halkası), 151.19 (OH-bağlı karbon atomu), 132.78-114.50 (Ar-C, aromatik halkaya ait karbon atomları), 114.33 (-CO-Ph-C, pirimidin halkası), 56.30 (OCH₃, -CO-Ph), 56.09 (OCH₃, OH-Ph), 55.84 (OCH₃, -Ph).

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)) : 435 (0.185), 360 (0.950), 290 (1.451), 270 (0.993).

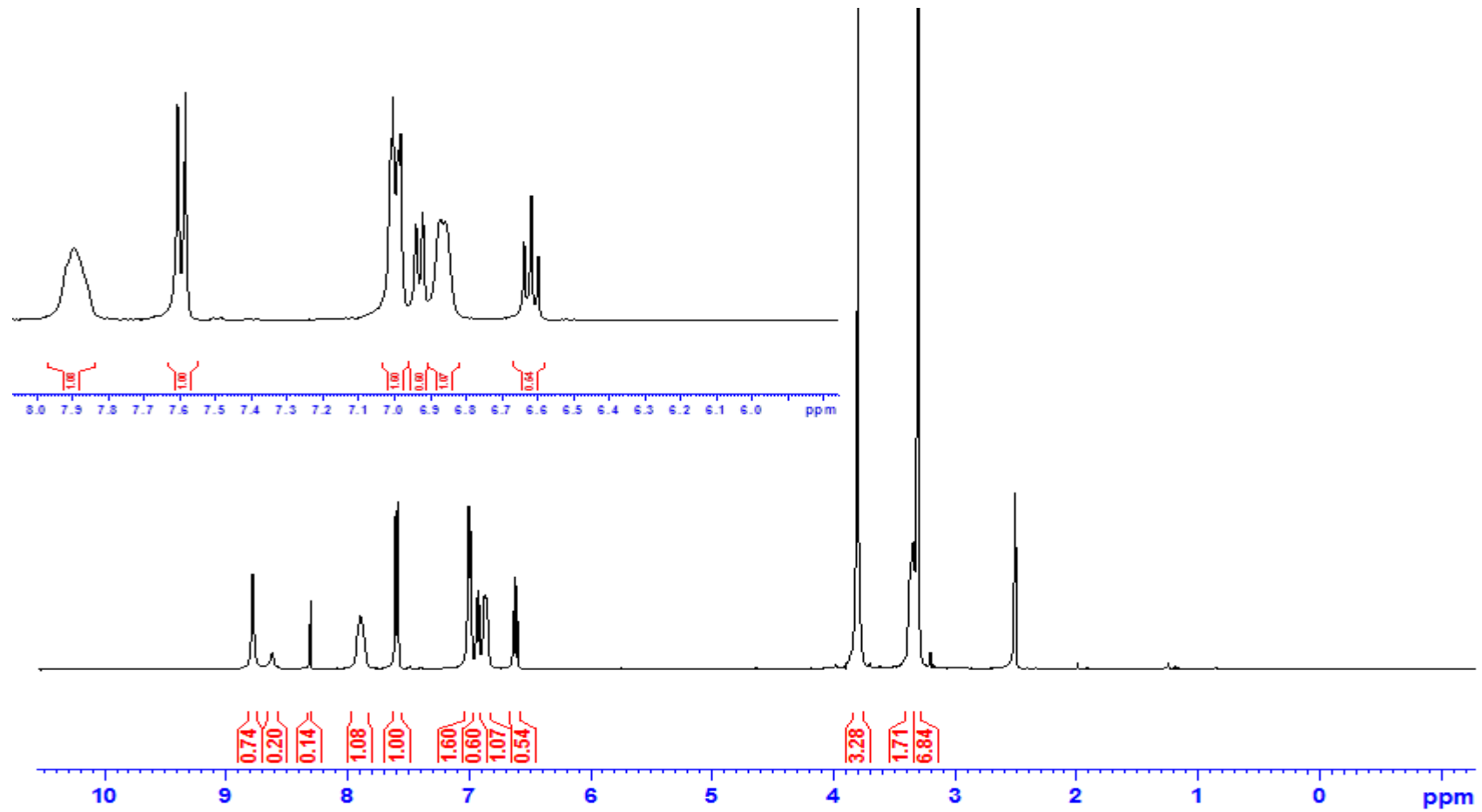
Elementel Analiz (C, H, N, S, Hesaplanan (Bulunan)): C % 55.65 (55.65), H % 4.67 (4.77), N % 7.21 (7.07).

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)): 5H₂O % 7.3 (7.1), 2(PhCO) + 2Ph + 6CO % 45.5 (45.7), Organik Kalıntı ve PdO % 47.2 (48.0)

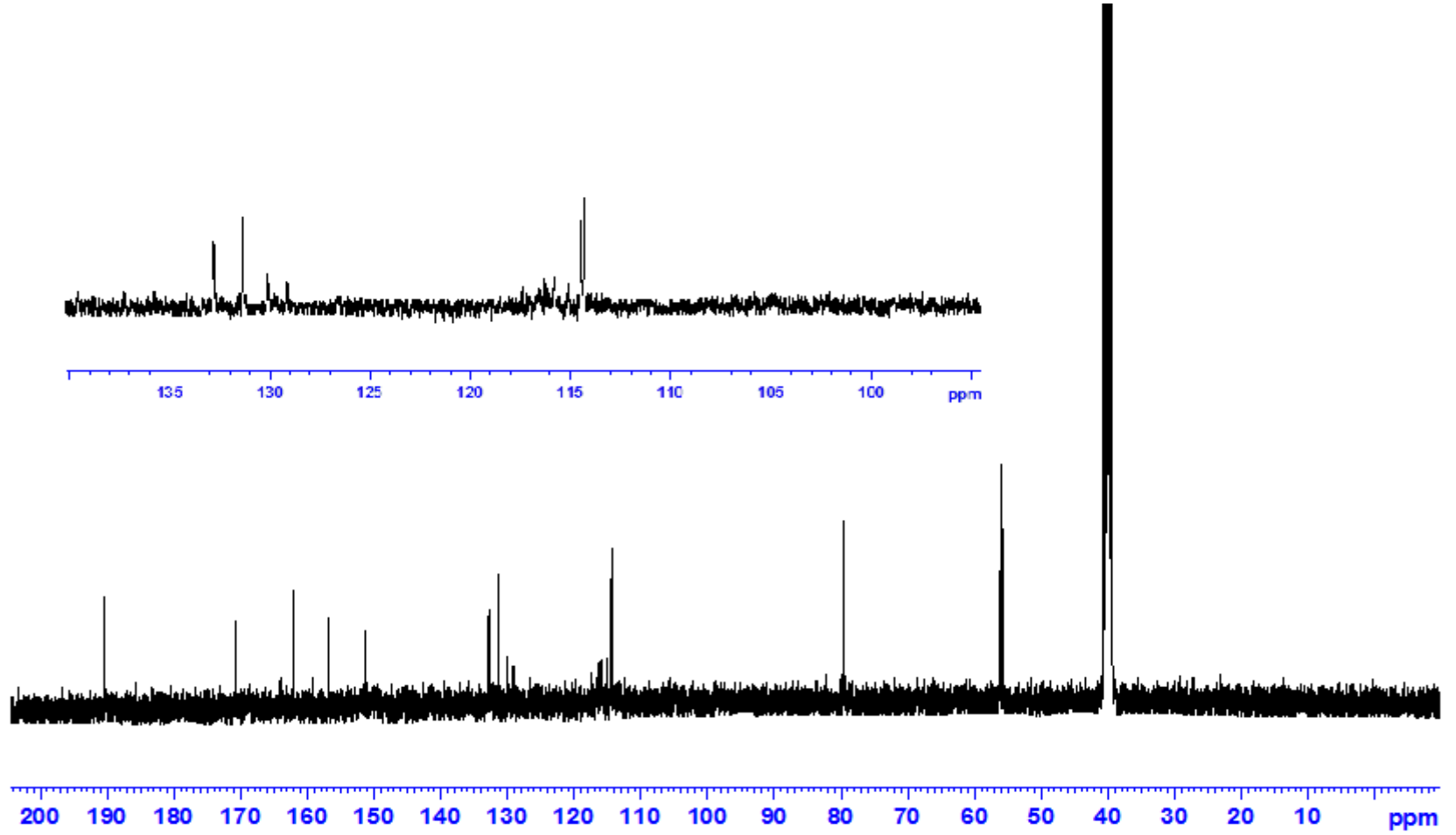
Dönüşümlü Voltametre (CV) Verileri: Şekil 4.109 A'da 1 mM derişimindeki [Pd(L₄)₂] \cdot 5H₂O kompleksinin indirgenme yönünde, -2.4 V ile +1.4 V gerilim aralığında 100 mVs⁻¹ gerilim tarama hızında incelenmiştir. [Pd(L₄)₂] \cdot 5H₂O kompleksinin +0.20 V (Ic), -0.41 V (IIc), -0.70 V (IIIc), -1.11 V (IVc), -1.52 V (Vc) ve -2.22 V (VIc) dolaylarında altı indirgenme basamağı görülmektedir. [Pd(L₄)₂] \cdot 5H₂O kompleksinin indirgenmesinden sonra gerilim taramasına anodik bölgede devam edildiğinde sırasıyla +0.10 V (Ia), +0.40 V (IIa) ve +0.72 V (IIIa) dolaylarında üç yükseltgenme basamağı meydana gelmiştir. Gerilim tarama hızının [Pd(L₄)₂] \cdot 5H₂O kompleksi üzerine etkisi 25-800 mVs⁻¹ aralığında incelenmiştir (Şekil 4.109 B). Yüksek tarama hızlarında (400 mV/s>), anodik bölgedeki Ia, IIa ve IIIa dalgaları iki yeni dalgaya dönüşmüştür.



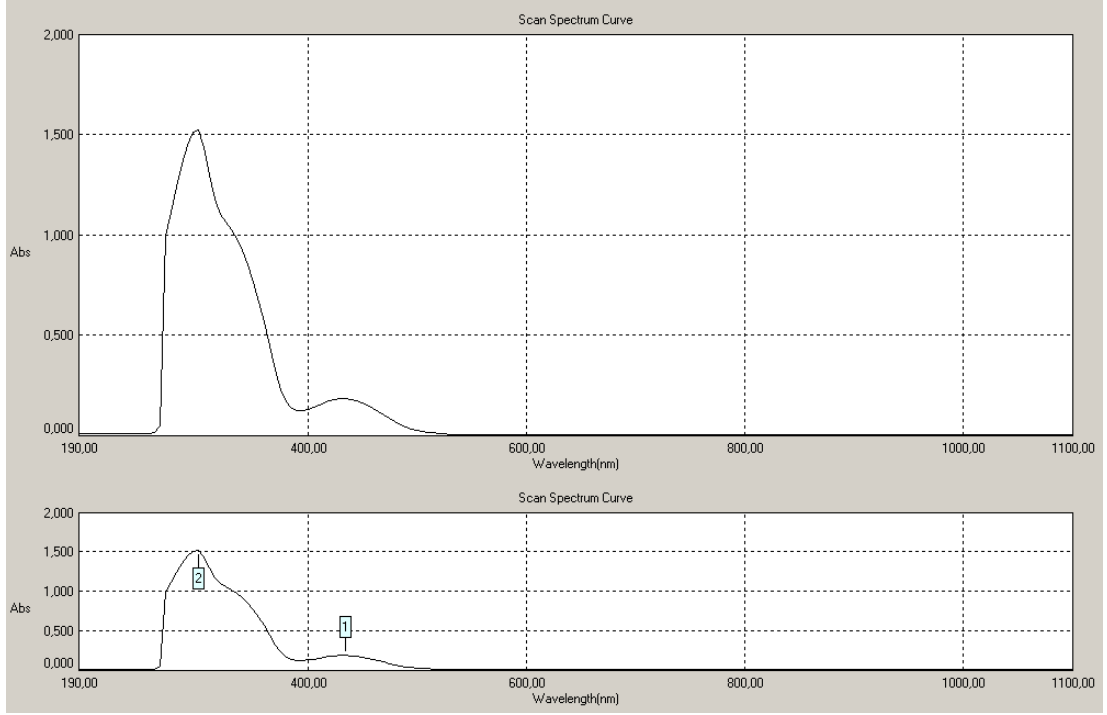
Şekil 4.105. [Pd(L₄)₂]·5H₂O Kompleksinin FT-IR Spektrumu



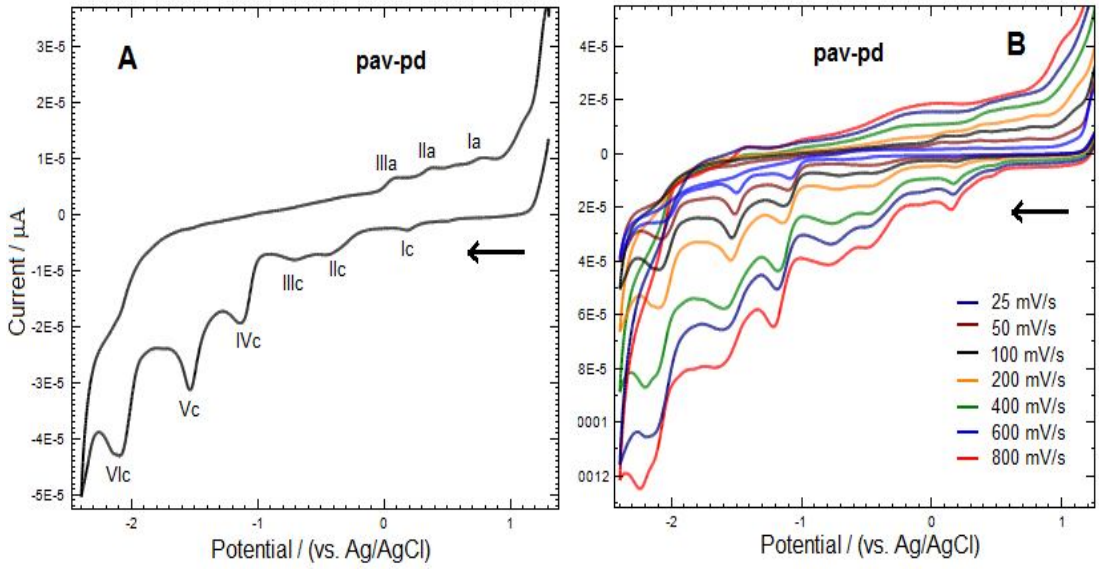
Şekil 4.106. $[\text{Pd}(\text{L}_4)_2] \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^1H NMR Spektrumu



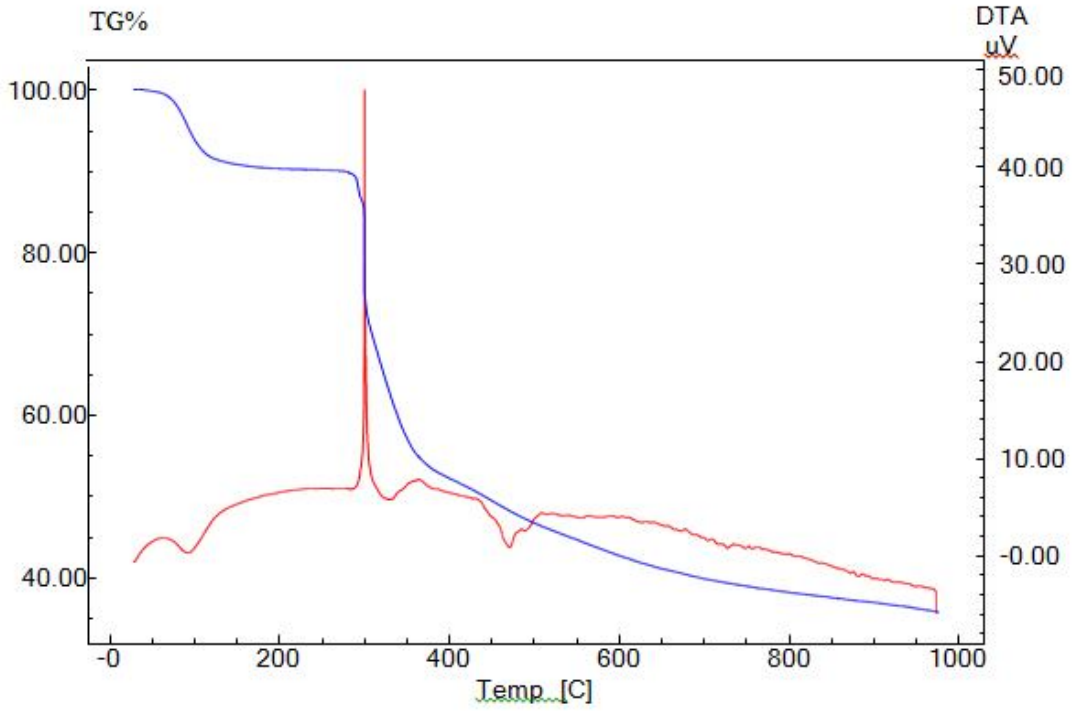
Şekil 4.107. $[\text{Pd}(\text{L}_4)_2] \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ^{13}C NMR Spektrumu



Şekil 4.108. $[\text{Pd}(\text{L}_4)_2] \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin UV-Vis Spektrumu



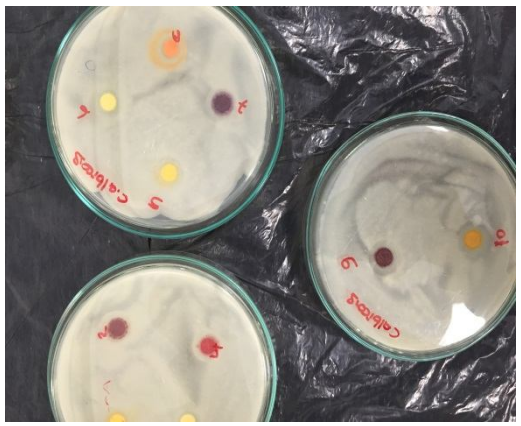
Şekil 4.109. $1 \times 10^{-3} \text{M}$ $[\text{Pd}(\text{L}_4)_2] \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin Camı Karbon Elektrotta Dönüşümlü Voltamogramı. **A:** 100 mV/s, **B:** Değişik Tarama Hızları



Şekil 4.110. [Pd (L₄)₂].5H₂O Kompleksinin TGA/DTA Eğrisi

4.2. Bileşiklerin Antimikrobiyal Çalışmalara Ait Veriler

Sentezlenen Schiff bazı ligandları ile ve bu ligandlara ait metal komplekslerinin *Enterococcus faecalis*, *Listeria inocule* TSA, *Streptococcus epidermidis* ATCC3693, *Bacillus cereus* FMC19, *Escherichia coli* ATCC 11230, *Staphylococcus aureus* 6T38P bakterilere karşı ve *Candida lypolitica* PB20, *Candida neoformans*, *Candida albicans* ATCC9028, *Candida glabrata* RSKK 34019 mayalara karşı antimikrobiyal aktiviteleri incelenmiştir.



Şekil 4.111. Bazı Bakteri ve Mayalara Ait Besi Yeri Görüntüleri

BÖLÜM 5

TARTIŞMA SONUÇ

1-Amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on bileşiğinin 2-hidroksibenzaldehit, 2-hidroksi-5-metoksibenzaldehit, 2-hidroksi-1-naftaldehit ve 2-hidroksi-3-metoksibenzaldehit (*o*-vanilin) bileşikleri ile kondenzasyon reaksiyonlarından yeni PAS (L₁H), PASM (L₂H), PAN (L₃H) ve PAV (L₄H) pirimidin Schiff bazı türevleri sentezlenerek karakterize edilmiştir. Schiff bazı ligandların geçiş metal (Co(II), Ni(II), Cu(II), Pd(II)) tuzlarıyla mononükleer yapıda kompleksleri elde edilerek karakterize edilmiştir. Sentezlenen bileşiklerin karakterizasyonu için FT-IR, ¹H and ¹³C NMR, UV-Vis, LC-MS/MS, TGA/DTA, elementel analiz, erime noktası, manyetik duyarlılık ve iletkenlik ölçümleri ve spektral yöntemler kullanılmıştır.

Sentezlenen tüm bileşikler oda sıcaklığında kararlı ve katı fazdadır. Schiff bazıları dikloretan, kloroform, aseton, DMSO, DMF gibi organik çözücülerde oda sıcaklığında bile çözünürken, metanol, etanol ve bütanol gibi çözücülerde ise sıcakta çözünmektedir. Kompleksler ise DMF ve DMSO da tamamen çözünmektedirler. FT-IR, ¹H ve ¹³C NMR (Pd(II) kompleksleri), UV-Vis, LC-MS/MS, TGA/DTA, elementel analiz, erime noktası, manyetik duyarlılık ve iletkenlik ölçümleri ile karakterize edilmiş ve spektrumlarında meydana gelen değişimlerden ligandın hangi donör atomlar üzerinden koordinasyona girdiği belirlenmeye çalışılmış ve elde edilen sonuçların literatür ile uygunluğu tartışılmıştır. Sentezlenen tüm ligandların Co(II), Ni(II) ve Cu(II) kompleksleri paramanyetik özellik gösterdiğinden NMR spektrumları alınmamıştır. Diğer taraftan tüm ligandların Pd(II) kompleksleri diyamanyetik özellik gösterdiğinden NMR spektrumları alınmıştır.

5.1. PAS (L₁H) ligandına ve komplekslerine ait değerlendirmeler

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$:

Ligand sentezinde başlangıç maddesi olan 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on bileşiğe ait 3250 cm^{-1} 'de primer amin gerilme titreşimi [1] görülmemesi ve Schiff bazları için karakteristik olan C=N gerilme titreşiminin 1635 cm^{-1} 'de gözlenmesi Schiff bazı kondenzasyonun gerçekleştiğini göstermektedir [45,75,78,169,170,171,172,175,176]. Liganda ait bu gerilme titreşiminin komplekslerin spektrumlarında (1620-1630 cm^{-1}) kaydığı gözlenmiştir. Bu durum, kompleksleşmenin C=N grubu üzerinden metal iyonuna koordine olduğunu göstermektedir. Ancak, Pd(II) kompleksine ait spektrumda C=N gerilme titreşimi gözlenmemektedir. Buna neden olarak, ilgili pikin diğer gerilme bantlarıyla perdelenmesi sonucu olduğu düşünülmektedir. Yapıda beklenen 3200-3600 cm^{-1} (O-H) gerilmesi muhtemel Keto-enol tautomeri oluşturduğundan bu aralıkta gerilme bandı gözlenmemiştir. PAS (L₁H) ligand ve komplekslerine ait fenolik C-O gerilme titreşimi 1307-1340 cm^{-1} aralığında gözlenmiştir. Liganda ait 1340 cm^{-1} gerilme bandı kompleksleşmede 1307-1318 cm^{-1} aralıklarda gözlenmesi fenolik (O-H) deprotonasyonu üzerinden metallere bağlandığını göstermektedir [45,75,130,168,174,175,176]. Diğer taraftan ligand ve komplekslerinde bulunan karbonil (C=O) grubuna ait gerilme bantları 1651-1693 cm^{-1} aralığında gözlenmiştir. Liganda ait olan 1693 cm^{-1} 'deki titreşim bandı kompleksleşme sonucu 1651-1663 cm^{-1} aralığına kaymıştır [130,168,174]. Komplekslere ait parmak izi bölgesi spektrumda sırasıyla 510-515 cm^{-1} ve 422-468 cm^{-1} arasında gözlenen titreşim pikleri M-N ve M-O ait olduğu düşünülmekte ve literatürle uyumlu olduğu görülmektedir [45,75,173,174,175,176]. Sonuç olarak, PAS ligand ve komplekslerine ait fonksiyonel grupların gerilme titreşimleri incelendiğinde, komplekslerin liganda göre ± 10 -35 cm^{-1} kadarlık bir kayma gözlenmiştir [49]. Buda kompleksleşmenin azometin (C=N), karbonil (C=O) ve fenolik (O-H) grupları üzerinden gerçekleştiğini düşündürmektedir. Bu verilere ait tüm değerler Tablo 4'de sunulmuştur.

¹H NMR (δ ppm):

Başlangıç maddesi olan 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on bileşiğine ait primer amin kimyasal kayma değeri δ 7.25 ppm (s, 2H, N-NH₂)[1] ligand sentezinde kaybolması ve karakteristik azometin (C=N) grubuna ait δ

9.41 ppm (s, 1H, **(H₈)**) [45,48,49,76,78,83,112,113,127,130,162,172,174,176,178,179] pikinin görülmesi ve literatür ile uyumlu olması Schiff bazın oluştuğunu göstermektedir. 10.61 ppm (s, 1H, **(H₁₂)**)’deki pikin fenolik protona, 8.60 ppm (s, 1H, **(H₇)**)’deki pikin pirimidin halkadaki protona, 6.86-7.88 ppm (12H, **Ar-H**) arasındaki piklerin aromatik halkadaki protonlara, 3.82 ppm (s, 3H, **(H₁)**)’deki pikin benzoil grubuna bağlı metoksi protonlara, 3.75 ppm (s, 3H, **(H₄)**)’deki pikin fenil grubuna bağlı metoksi protonlara karşılık geldiği düşünülmektedir. Bu kayma değerlerinin literatür [180] ile uyumlu olduğu görülmektedir. Pirimidin halkasında bulunan serbest protonun farklı literatürlerde belirtilen 8.35-8.96 ppm aralığındaki kimyasal kaymanın 8.60 ppm (s, 1H, **(H₇)**)’deki pirimidin halkasına ait kimyasal kayma ile uyumlu olduğu görülmektedir [45,48,49,76,83,112,113,131]. Ligandın ¹H NMR verileri Tablo 6’da verilmiştir ve proton sayıları ligand yapısını doğrulamaktadır. PAS(L₁H) liganda ait 10.61 ppm (s, 1H, **(H₁₂)**)’deki fenolik pikin deprotonasyonu nedeniyle Pd(II) kompleksinde görülmemektedir. Böylece ligand ile metal iyonu arasındaki bağ, fenolik (O-H) atomu üzerinden deprotonasyonu neticesinde bağlandığını doğrulamaktadır. Diğer pikler, yaklaşık olarak ligandın rezonans yaptığı bölgede sinyal vermektedir. Numaralandırılmış proton gösterimi Şekil 4.1’de sunulmuştur.

¹³C NMR (δ ppm):

PAS(L₁H) liganda ait Şekil 4.2’de belirtilen karbon atomların, ¹³C NMR spektrumunda benzoile ait (C=O) **(C15)** δ 190.81 ppm, pirimidin halkasına ait (C=O) **(C19)** δ 169.71 ppm, azometin grubuna ait (C=N) **(C20)** δ 163.96 ppm, fenolik gruba ait **(C26)** δ 151.69 ppm, aromatik halkaya ait **Ar-C** δ 134.85-114.48 ppm, metoksi gruplarına ait **(C1)** ve **(C8)** sırasıyla δ 56.09 ve 55.80 ppm karşılık geldiği düşünülmektedir. Tüm karbonlara karşılık gelen kaymalar, bulgular kısmında belirtilmiştir ve literatüre [45-49,78,83,123-127,130-132,180,181] uyumlu olduğu gözlenmiştir. ¹³C NMR’deki karbon atom sayısı PAS(L₁H) liganda ait Şekil 4.2’de belirtilen karbon atom sayısını doğrulamaktadır. Liganda ait sırasıyla **(C20)** ve **(C26)** δ 163.96 ve δ 151.69 ppm titreşimleri Pd(II) kompleksinde sırayla δ 168.83 ppm ve δ 150.90 ppm’e kayması gruplar üzerinden koordine olduğunu göstermektedir.

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)):

PAS(L₁H) ligand ve kompleks bileşiklerinin UV-Vis spektrumları DMF içerisinde 190-800 nm tarama aralığında kaydedilmiştir. PAS(L₁H) liganda ait gözlenen 365, 290, 270 nm'deki bantlar azometin ve fenil grupları ile pirimidin halkasına ait n- π^* ve π - π^* geçişlerine karşılık gelmektedir. Bu değerlerin literatür ile [45-49,13-132,182-184] uyumlu olduğu gözlenmiştir. PAS(L₁H) ligandına ait Co(II), Ni(II), Cu(II) ve Pd(II) komplekslerinde yaklaşık 365-270 nm arasındaki geçişler yine azometin ve fenil grupları ile pirimidin halkasına ait n- π^* ve π - π^* geçişlerine karşılık geldiği düşünülmektedir. Co(II), Cu(II), Ni(II) ve Pd(II) komplekslerinde 420-485 nm aralığındaki zayıf ve orta şiddette d-d geçişleri görülmektedir. PAS(L₁H) ligand ve komplekslere ait absorpsiyon dalga boyları ve molar absorblama katsayıları bulgular bölümünde sunulmuş ve literatürle uyumlu olduğu gözlenmiştir.

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)):

PAS(L₁H) liganda ait komplekslerin termal kararlılığını, organik maddelerin parçalanmasını ve yapıdaki hidrat suyu tespit etmek için TGA/DTA spektrumlarından faydalanılmıştır. Sıcaklık 25–800 °C arasında ve azot gazı geçirilerek dakikada 10 °C sıcaklık artışıyla TGA/DTA ölçümleri alınmıştır. Co(II), Ni(II) ve Cu(II) komplekslerin TGA/DTA spektrumları incelendiğinde yaklaşık 280 °C'ye kadar termal kararlı olduğu ve bu aralıkta kütle kaybı görülmemektedir. Buda kompleks yapılarında H₂O molekülünün olmadığını göstermektedir. 250 °C'den sonra organik parçalanmaların üç kademedede görülmektedir. Co(II), Ni(II) ve Cu(II) komplekslerinde 250-800 °C sıcaklık aralığındaki sırasıyla %54.9, %54.8 ve %55'lik kütle kayıpları 2 mol benzoil (PhCO), 2 mol fenil (Ph) ve 6 mol karbonmonoksitin (CO) ayrılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Pd(II) kompleksinde ise 25-100 °C sıcaklık aralığındaki %3.5'lik kütle kaybı 2 mol su (H₂O) ve 250-380 °C sıcaklık aralığındaki %60'lık kütle kaybı ise 2 mol benzoil (PhCO), 2 mol fenil (Ph) ve 6 mol karbonmonoksitin (CO) ayrılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. PAS(L₁H) liganda ait komplekslerin TGA/DTA spektrumları ve verileri bulgular bölümünde sunulmuştur.

5.2. PASM (L₂H) ligandına ve komplekslerine ait değerlendirmeler

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$:

Ligand sentezinde başlangıç maddesi olan 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on bileşiğe ait primer amin gerilme titreşimi olarak belirtilen 3250 cm^{-1} [1]'deki pik ligand sentezi sonucunda görülmemiştir. Schiff bazı için karakteristik olan C=N gerilme titreşimi 1617 cm^{-1} 'de gözlemlenmiş ve Schiff bazı kondenzasyonun gerçekleştiğini göstermektedir [45,75,78,169,170,171,172,175,176]. Cu(II) ve Pd(II) komplekslerine ait C=N gerilme titreşiminin görülmediği, C=O ait gerilme bandının perdelediği düşünülmektedir. Yapıda beklenen 3200-3600 cm^{-1} (O-H) gerilmesi muhtemel Keto-enol tautomeri oluşturduğundan bu aralıkta gerilme bandı gözlenmemiştir. Ligand ve komplekslerin fenolik C-O gerilme titreşimi 1320-1335 cm^{-1} aralığında gözlenmiştir. PASM(L₂H) ligand ve komplekslerine ait 1329 cm^{-1} gerilme bandı Co(II), Ni(II) ve Cu(II) komplekslerde 1320 cm^{-1} , Pd(II) kompleksinde ise 1335 cm^{-1} 'de gözlenmesi fenolik (O-H) deprotonasyonu üzerinden metallere bağlandığını göstermektedir [45,75,130,168,174,175,176]. Ligand ve komplekslerinde bulunan karbonil (C=O) grubuna ait gerilme bantları 1643-1659 cm^{-1} aralığında gözlenmiştir. Liganda ait olan 1643 cm^{-1} 'deki titreşim bandı komplekslerinde 1645-1659 cm^{-1} aralığına kaymıştır [130,168,174]. Komplekslere ait parmak izi bölgesi spektrumda sırasıyla 500-510 cm^{-1} ve 417-455 cm^{-1} arasındaki titreşim bantları M-N ve M-O ait olduğu düşünülmekte ve literatürle uyumlu olduğu gözlenmiştir [45,75,173,174,175,176]. Sonuç olarak, PASM ligand ve komplekslerine ait fonksiyonel gruplarına ait gerilme titreşimleri incelendiğinde, komplekslerin liganda göre $\pm 5-15 \text{ cm}^{-1}$ kadarlık kaymalar gözlenmiştir [49]. Buda kompleksleşmenin azometin (C=N), karbonil (C=O) ve fenolik (O-H) grupları üzerinden gerçekleştiği düşünülmektedir. Bu verilere ait tüm değerler Tablo 4'de sunulmuştur.

¹H NMR (δ ppm):

Başlangıç maddesi olan 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on bileşiğine ait primer amin kimyasal kayma değeri δ 7.25 ppm (s, 2H, N-NH₂)[1] ligand sentezinde kaybolması ve karakteristik azometin (C=N) grubuna ait δ 9.42 ppm (s, 1H, (H₈)) [45,48,49,76,78,83,112,113,127,130,162,172,174,176,178,179] pikinin görülmesi ve literatür ile uyumlu olması Schiff bazın oluştuğunu

göstermektedir. δ 10.16 ppm (s, 1H, (**H₁₂**))’deki pikin fenolik protona, δ 8.49 ppm (s, 1H, (**H₇**))’deki pikin pirimidin halkadaki protona, δ 6.90-7.88 ppm (11H, **Ar-H**) arasındaki piklerin aromatik halkadaki protonlara, δ 3.82 ppm (s, 3H, (**H₁₀**))’deki pikin fenol grubuna bağlı metoksi protonlara, δ 3.75 ppm (s, 3H, (**H₁**))’deki pikin benzoil grubuna bağlı metoksi protonlara, δ 3.73 ppm (s, 3H, (**H₄**))’deki pikin fenil grubuna bağlı metoksi protonlara karşılık geldiği düşünülmektedir. Bu kayma değerlerin literatür [180] ile uyumlu olduğu görülmektedir. Pirimidin halkasına ait çalışmalarda δ 8.35-8.96 ppm aralığındaki kimyasal kaymanın, δ 8.49 ppm (s, 1H, (**H₇**))’deki pirimidin halkasına ait kimyasal kayma ile uyumlu olduğu görülmektedir [45,48,49,76,83,112,113,131]. Ligandın ¹H NMR verileri Tablo 6’da sunulmuş ve proton sayıları ligand yapısını doğrulamaktadır. Pd(II) kompleksine ait ¹H NMR spektrumunda δ 10.16 ppm (s, 1H, (**H₁₂**))’deki fenolik pikin deprotonasyonu nedeniyle görülmemektedir. Böylece ligand ile metal iyonu arasındaki bağ, fenolik (O-H) atomu üzerinden deprotonasyonu neticesinde bağlandığını doğrulamaktadır. Numaralandırılmış protonlar gösterimi Şekil 4.29’da sunulmuştur.

¹³C NMR (δ ppm):

PASM(L₂H) liganda ait Şekil 4.30’da belirtilen karbon atomların, ¹³C NMR spektrumunda benzoile ait (C=O) δ 190.81 ppm **C15**, pirimidin halkasına ait (C=O) δ 169.64 ppm **C19**, azometin grubuna ait (C=N) δ 152.65 ppm **C20**, fenolik gruba ait δ 151.74 ppm **C27**, aromatik halkaya ait δ 132.77-114.23 ppm **Ar-C**, metoksi gruplarına ait sırasıyla δ 56.09, 55.95 ve 55.80 ppm **C1**, **C23** ve **C8** karbon atomlarına karşılık geldiği düşünülmektedir. Belirtilmeyen diğer karbonlara karşılık gelen kaymalar, bulgular kısmında belirtilmiş ve literatüre [45-49,78,83,123-127,130-133,180,181] uyumlu olduğu gözlenmiştir. ¹³C NMR’deki karbon atom sayısı, PASM(L₂H) liganda ait Şekil 4.30’da belirtilen karbon atom sayısını doğrulamaktadır. PASM(L₂H) liganda ait azometin grubun (C=N) δ 169.64 ppm **C20**, fenolik grubun δ 151.74 ppm **C27**, kimyasal kaymaların Pd(II) kompleksinde sırasıyla δ 161.30 ppm ve δ 149.83 ppm’de görülmesi bu gruplar üzerinden koordine olduğunu göstermektedir.

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)):

PASM(L₂H) ligand ve kompleks bileşiklerinin UV-Vis spektrumları DMF içerisinde 190-800 nm tarama aralığında kaydedilmiştir. PAS(L₂H) liganda ait gözlenen 365, 290, 270 nm'deki bantlar azometin ve fenil grupları ile pirimidin halkasına ait n- π^* ve π - π^* geçişlerine karşılık geldiği ve literatürle [45-49,13-132,182-184 uyumlu olduğu gözlenmektedir. PASM(L₂H) liganda ait Co(II), Ni(II), Cu(II) ve Pd(II) komplekslerinde yaklaşık 365-270 nm arasındaki geçişler yine azometin ve fenil grupları ile pirimidin halkasına ait n- π^* ve π - π^* geçişlerine karşılık geldiği düşünülmektedir. Co(II), Ni(II), Cu(II) ve Pd(II) komplekslerinde 420-470 nm aralığındaki zayıf bantlar d-d geçişini göstermektedir. PASM(L₂H) ligand ve komplekslere ait dalga boyları ve absorbanları bulgular bölümünde sunulmuş ve literatürle uyumlu olduğu gözlenmiştir.

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)):

PASM(L₂H) liganda ait komplekslerin termal kararlılığını, organik maddelerin parçalanmasını ve yapıdaki hidrat suyu tespit etmek için TGA/DTA spektrumlarından faydalanılmıştır. Sıcaklık 25–800 °C arasında ve azot gazı geçirilerek dakikada 10 °C sıcaklık artışıyla TGA/DTA ölçümleri alınmıştır. Co(II), Ni(II) ve Cu(II) komplekslerin TGA/DTA spektrumları incelendiğinde yaklaşık 25-75 °C aralığında sırasıyla %1.8, %1.9 ve %1.5'lik kütle kaybı 1 mol su (H₂O), 230-450 °C sıcaklık aralığındaki %50.9, %41.5 ve %49.5'lik kütle kaybı ise 2 mol benzoil (PhCO), 2 mol fenil (Ph) ve 6 mol karbonmonoksitin (CO) ayrılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. %7.5, %7.2 ve %7.8'lik kalan inorganik kalıntılar sırasıyla Co(II), Ni(II) ve Cu(II) ait metal oksitleri olduğu düşünülmektedir. Pd(II) kompleksinde ise 25-100 °C sıcaklık aralığındaki %3.5'lik kütle kaybı 2 mol su (H₂O) ve 230-380 °C sıcaklık aralığındaki %48'lik kütle kaybı ise 2 mol benzoil (PhCO), 2 mol fenil (Ph) ve 6 mol karbonmonoksitin (CO) ayrılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Pd(II) kompleksde %11.5'lik inorganik kalıntı ise metal oksidi olduğu düşünülmektedir. PASM(L₂H) liganda ait komplekslerin TGA/DTA spektrumları ve verileri bulgular bölümünde sunulmuştur.

5.3. PAN (L₃H) ligandına ve komplekslerine ait değerlendirmeler

FT-IR $\nu(\text{cm}^{-1})$:

Ligand sentezinde başlangıç maddesi olan 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on bileşiğe ait 3250 cm^{-1} primer amin gerilme titreşimi [1] görülmemesi ve Schiff bazları için karakteristik olan C=N gerilme titreşimi 1614 cm^{-1} 'de gözlenmesi Schiff bazı kondenzasyonun gerçekleştiğini göstermektedir [45,75,78,169,170,171,172,175,176]. Liganda ait beklenen 1620 cm^{-1} civarında gerilme titreşimi gözlenmemiştir, C=O grubuna ait titreşim bandının perdelediği düşünülmektedir. Karbonil grupların ve imin grupların FT-IR spektrumunda yakın bölgede çıkması birbirini perdelemesine neden olmaktadır. Fenolik C-O gerilme titreşimi 1330-1358 cm^{-1} aralığında gözlenmiştir. Liganda ait 1330 cm^{-1} gerilme bandı kompleksleşmede 1334-1358 cm^{-1} aralıklarda gözlenmesi fenolik (O-H) üzerinden deprotonasyon olduğu metallerin buradan bağlandığını göstermektedir [45,75,130,168,174,175,176]. Ligand ve komplekslerinde bulunan karbonil (C=O) grubuna ait gerilme bantları 1642-1648 cm^{-1} aralığında gözlenmiştir. Liganda ait olan 1645 cm^{-1} 'deki titreşim bandı kompleksleşmede farklı dalga boyuna kaydığı gözlenmiştir [130,168,174]. Komplekslere ait parmak izi bölgesi spektrumunda sırasıyla 507-517 cm^{-1} ve 416-427 cm^{-1} arasındaki titreşim bantları M-N ve M-O ait olduğu düşünülmekte ve literatürle uyumlu olduğu gözlenmektedir [45,75,173,174,175,176]. Ligand ve komplekslerine ait fonksiyonel grupların gerilme titreşimleri incelendiğinde, komplekslerin liganda göre $\pm 3-28 \text{ cm}^{-1}$ kayma gözlenmiştir. Buda kompleksleşmenin azometin (C=N), karbonil (C=O) ve fenolik (O-H) grupları üzerinden gerçekleştiği düşünülmektedir. Bu verilere ait tüm değerler Tablo 4'de sunulmuştur.

¹H NMR (δ ppm):

Başlangıç maddesi olan 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1*H*)-on bileşiğine ait primer amin kimyasal kayma değeri δ 7.25 ppm (s, 2H, N-NH₂)[1] ligand sentezinde kaybolması ve karakteristik azometin (C=N) grubuna ait δ 9.88 ppm (s, 1H, (H₈)) [45,48,49,76,78,83,112,113,127,130,162,172,174,176,178,179] pikinin görülmesi ve literatür ile uyumlu olması Schiff bazın oluştuğunu göstermektedir. δ 10.00 ppm civarında beklenen fenolik protona ait pikin

gözükmemesi muhtemel keto-enol tautomeri oluşturmasından kaynaklandığı düşünülmektedir, δ 8.88 ppm (s, 1H, (**H₇**))’deki pikin pirimidin halkadaki protona, δ 6.91-8.76 ppm (14H, **Ar-H**) arasındaki piklerin aromatik halkadaki protonlara, δ 3.82 ppm (s, 3H, (**H₁**))’deki pikin benzoil grubuna bağlı metoksi protonlara, δ 3.76 ppm (s, 3H, (**H₄**))’deki pikin fenil grubuna bağlı metoksi protonlara karşılık geldiği düşünülmektedir. Bu kayma değerlerin literatür [180] ile uyumlu olduğu görülmektedir. Pirimidin halkasına ait çalışmalarda δ 8.35-8.96 ppm aralığındaki kimyasal kaymanın, δ 8.88 ppm (s, 1H, (**H₇**))’deki pirimidin halkasına ait kimyasal kayma ile uyumlu olduğu görülmektedir [45,48,49,76,83,112,113,131]. Ligandın ¹H NMR verileri Tablo 6’da sunulmuş ve proton sayıları ligand yapısını doğrulamaktadır. Pd(II) kompleksine ait ¹H NMR spektrumunda fenolik pik görülmemektedir. Böylece ligand ile metal iyonu arasındaki bağ, fenolik (O-H) atomu üzerinden deprotonasyonu neticesinde bağlandığı düşünülmektedir. Numaralandırılmış protonlar Şekil 4.56’da sunulmuştur.

¹³C NMR (δ ppm):

PAN(L₃H) liganda ait Şekil 4.57’de belirtilen karbon atomların, ¹³C NMR spektrumunda benzoile ait (C=O) δ 190.89 ppm **C15**, pirimidin halkasına ait (C=O) δ 169.89 ppm **C19**, azometin grubuna ait (C=N) δ 164.88 ppm **C20**, fenolik gruba ait δ 151.59 ppm **C30**, aromatik halkaya ait δ 136.47-114.17 ppm **Ar-C**, metoksi gruplarına ait sırasıyla δ 56.09 ve 55.81 ppm **C1** ve **C8** karbon atomlarına karşılık geldiği düşünülmektedir. Belirtilmeyen diğer karbonlara karşılık gelen kaymalar, bulgular kısmında belirtilmiştir ve literatüre [45-49,78,83,123-127,130-133,180,181] uyumlu olduğu gözlenmiştir. ¹³C NMR’deki karbon atom sayısı, PAN(L₃H) liganda ait Şekil 4.57’de belirtilen karbon atom sayısını doğrulamaktadır. PAN(L₃H) liganda ait azometin grubun (C=N) δ 164.88 ppm **C20**, fenolik grubun δ 151.59 ppm **C30**, kimyasal kaymaların Pd(II) kompleksinde sırasıyla δ 167.13 ppm ve δ 152.05 ppm’de görülmesi bu gruplar üzerinden koordine olduğunu göstermektedir.

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)):

PAN(L₃H) ligand ve kompleks bileşiklerinin UV-Vis spektrumları DMF içerisinde 190-800 nm tarama aralığında kaydedilmiştir. PAN(L₄H) liganda ait gözlenen 365, 290, 270 nm’deki bantlar azometin ve fenil grupları ile pirimidin halkasına ait n- π^* ve π - π^* geçişlerine karşılık geldiği ve literatürle [45-49,13-132,182-184] uyumlu

olduğu gözlenmektedir. PAN(L₃H) liganda ait Co(II), Ni(II), Cu(II) ve Pd(II) komplekslerinde yaklaşık 360-270 nm arasındaki geçişler yine azometin ve fenil grupları ile pirimidin halkasına ait n-π* ve π-π* geçişlerine karşılık geldiği düşünülmektedir. Co(II), Ni(II), Cu(II) ve Pd(II) komplekslerinde 400-495 nm aralığındaki zayıf ve orta şiddetli bantlar d-d geçişini göstermektedir. PAN(L₃H) ligand ve komplekslere ait dalga boyları ve absorbanları bulgular bölümünde sunulmuş ve literatürle uyumlu olduğu gözlenmiştir.

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)):

PAN(L₃H) liganda ait komplekslerin termal kararlılığını, organik maddelerin parçalanmasını ve yapıdaki hidrat suyu tespit etmek için TGA/DTA spektrumlarından faydalanılmıştır. Sıcaklık 25–800 °C arasında ve azot gazı geçirilerek dakikada 10 °C sıcaklık artışıyla TGA/DTA ölçümleri alınmıştır. Co(II), Ni(II) ve Pd(II) komplekslerin TGA/DTA spektrumları incelendiğinde yaklaşık 25-85 °C aralığında sırasıyla %3.2, %3.1 ve %2.8'lik kütle kaybı 1 mol su (H₂O), 280-390 °C sıcaklık aralığındaki %47.5, %48.5 ve %47.0'lik kütle kayıpları ise 2 mol benzoil (PhCO), 2 mol fenil (Ph) ve 6 mol karbonmonoksitin (CO) ayrılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. %6.5 ve %11.0'lik kalan inorganik kalıntılar sırasıyla Ni(II) ve Pd(II) komplekslerin metal oksitleri olduğu düşünülmektedir. Cu(II) kompleksinde ise 25-120 °C sıcaklık aralığındaki %6.0'lik kütle kaybı 4 mol su (H₂O) ve 250-470 °C sıcaklık aralığındaki %47.7'lik kütle kaybı ise 2 mol benzoil (PhCO), 2 mol fenil (Ph) ve 6 mol karbonmonoksitin (CO) ayrılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. %8.0'lik inorganik kalıntı ise Cu(II) kompleksine ait metal oksidi olduğu düşünülmektedir. PAN(L₃H) liganda ait komplekslerin TGA/DTA spektrumları ve verileri bulgular bölümünde sunulmuştur.

5.4. PAV (L₄H) ligandına ve komplekslerine ait değerlendirmeler

FT-IR ν(cm⁻¹):

Ligand sentezinde başlangıç maddesi olan 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1H)-on bileşiğe ait 3250 cm⁻¹ primer amin gerilme titreşimi [1] görülmemesi ve Schiff bazları için karakteristik olan C=N gerilme titreşimi 1613-1646 cm⁻¹ aralığında gözlenmesi Schiff bazı kondenzasyonun gerçekleştiğini göstermektedir [45,75,78,169,170,171,172,175,176]. Liganda ait 1613 cm⁻¹ gerilme

titreşimi gözlenmiştir ve kompleksleşmede 1621-1646 cm^{-1} aralığına kaydığı buda kompleksleşmenin C=N grubu üzerinden koordine olduğunu göstermektedir. 3358 cm^{-1} gözlenen pikin fenolik (O-H) gerilme titreşimi göstermektedir. Fenolik C-O gerilme titreşimi 1341-1394 cm^{-1} aralığında gözlenmiştir. Liganda ait 1372 cm^{-1} gerilme titreşim bandı sırasıyla Co(II), Ni(II) ve Cu(II) komplekslerde 1376, 1394, 1392 cm^{-1} 'e ve Pd(II) kompleksinde ise 1341 cm^{-1} 'e kayması fenolik (O-H) üzerinden deprotonasyon olduğu metallerin buradan bağlandığını göstermektedir [45,75,130,168,174,175,176]. Ayrıca liganda ait fenolik (O-H) gerilme titreşiminin kompleksleşmede kaybolduğu yine bu grup üzerinden deprotonasyon olduğu metallerin buradan bağlandığını göstermektedir [174,176,177]. Ligand ve komplekslerinde bulunan karbonil (C=O) grubuna ait gerilme bantları 1645-1676 cm^{-1} aralığında gözlenmiştir. Liganda ait olan 1645 cm^{-1} 'deki titreşim bandı kompleksleşmede farklı dalga boyuna kaydığı gözlenmiştir [130,168,174]. Komplekslere ait parmak izi bölgesi spektrumunda sırasıyla 506-515 cm^{-1} ve 420-448 cm^{-1} arasındaki titreşim bantları M-N ve M-O ait olduğu düşünülmekte ve literatürle uyumlu olduğu gözlenmektedir [45,75,173,174,175,176]. Ligand ve komplekslerine ait fonksiyonel grupların gerilme titreşimleri incelendiğinde, komplekslerin liganda göre $\pm 10-30 \text{ cm}^{-1}$ kayma gözlenmiştir [49]. Buda kompleksleşmenin azometin (C=N), karbonil (C=O) ve fenolik (O-H) grupları üzerinden gerçekleştiği düşünülmektedir. Bu verilere ait tüm değerler Tablo 4'de sunulmuştur.

¹H NMR (δ ppm):

Başlangıç maddesi olan 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1H)-on bileşiğine ait primer amin kimyasal kayma değeri δ 7.25 ppm (s, 2H, N-NH₂)[1] ligand sentezinde kaybolması ve karakteristik azometin (C=N) grubuna ait δ 9.47 ppm (s, 1H, **(H₈)**) [45,48,49,76,78,83,112,113,127,130,162,172,174,176,178,179] pikinin görülmesi ve literatür ile uyumlu olması Schiff bazın oluştuğunu göstermektedir. δ 10.04 ppm (s, 1H, **(H₁₂)**)'deki pikin fenolik protona, δ 8.57 ppm (s, 1H, **(H₇)**)'deki pikin pirimidin halkadaki protona, δ 6.90-7.87 ppm (11H, **Ar-H**) arasındaki piklerin aromatik halkadaki protonlara, δ 3.86 ppm (s, 3H, **(H₁₁)**)'deki pikin fenol grubuna bağlı metoksi protonlara, δ 3.82 ppm (s, 3H, **(H₁)**)'deki pikin benzoil grubuna bağlı metoksi protonlara, δ 3.75 ppm (s, 3H, **(H₄)**)'deki pikin fenil grubuna bağlı metoksi protonlara karşılık geldiği düşünülmektedir. Bu kayma değerlerin literatür [180] ile uyumlu olduğu görülmektedir. Pirimidin halkasında

bulunan serbest protonun farklı literatürde verilen δ 8.35-8.96 ppm aralığındaki kimyasal kaymanın, δ 8.57 ppm (s, 1H, (**H₇**))’deki pirimidin halkasına ait kimyasal kayma ile uyumlu olduğu görülmektedir [45,48,49,76,83,112,113,131]. Ligandın ¹H NMR verileri Tablo 6’da sunulmuş ve proton sayıları ligand yapısını doğrulamaktadır. Pd(II) kompleksine ait ¹H NMR spektrumunda δ 10.04 ppm (s,1H, (**H₁₂**))’deki fenolik pikin deprotonasyonu nedeniyle görülmemektedir. Böylece ligand ile metal iyonu arasındaki bağ, fenolik (O-H) atomu üzerinden deprotonasyonu neticesinde bağlandığını doğrulamaktadır. Numaralandırılmış protonlar Şekil 4.84’de sunulmuştur.

¹³C NMR (δ ppm):

PAV(L₄H) liganda ait Şekil 4.85’de belirtilen karbon atomların, ¹³C NMR spektrumunda benzoile ait (C=O) δ 190.80 ppm **C15**, pirimidin halkasına ait (C=O) δ 169.69 ppm **C19**, azometin grubuna ait (C=N) δ 163.95 ppm **C20**, fenolik gruba ait δ 148.88 ppm **C27**, aromatik halkaya ait δ 132.76-114.47 ppm **Ar-C**, metoksi gruplarına ait sırasıyla δ 56.46, 56.07 ve 55.79 ppm **C1**, **C25** ve **C8** karbon atomlarına karşılık geldiği düşünülmektedir. Belirtilmeyen diğer karbonlara karşılık gelen kaymalar, bulgular kısmında belirtilmiştir ve literatüre [45-49,78,83,123-127,130-133,180,181] uyumlu olduğu gözlenmiştir. ¹³C NMR’daki karbon atom sayısı, PAV(L₄H) liganda ait Şekil 4.85’de belirtilen karbon atom sayısını doğrulamaktadır. PAV(L₄H) liganda ait azometin grubun (C=N) δ 163.95 ppm **C20**, fenolik grubun δ 148.88 ppm **C27**, kimyasal kaymaların Pd(II) kompleksinde sırasıyla δ 162.12 ppm ve δ 151.19 ppm’de görülmesi bu gruplar üzerinden koordine olduğunu göstermektedir.

UV-Vis (λ_{max} nm, (Abs.)):

PAV(L₄H) ligand ve kompleks bileşiklerinin UV-Vis spektrumları DMF içerisinde 190-800 nm tarama aralığında kaydedilmiştir. PAV(L₄H) liganda ait gözlenen 365, 290, 270 nm’deki bantlar azometin ve fenil grupları ile pirimidin halkasına ait n- π^* ve π - π^* geçişlerine karşılık geldiği ve literatürle [45-49,13-132,182-184] uyumlu olduğu gözlenmektedir. PAV(L₄H) liganda ait Co(II), Ni(II), Cu(II) ve Pd(II) komplekslerinde yaklaşık 365-270 nm arasındaki geçişler yine azometin ve fenil grupları ile pirimidin halkasına ait n- π^* ve π - π^* geçişlerine karşılık geldiği düşünülmektedir. Co(II), Ni(II), Cu(II) ve Pd(II) komplekslerinde 435-490 nm

aralığındaki zayıf bantlar d-d geçişini göstermektedir. PAV(L₄H) ligand ve komplekslere ait dalga boyları ve absorbanları bulgular bölümünde sunulmuş ve literatürle uyumlu olduğu gözlenmiştir.

TGA/DTA (Kütle Kaybı, Hesaplanan (Bulunan)):

PAV(L₄H) liganda ait komplekslerin termal kararlılığını organik maddelerin parçalanmasını ve yapıdaki hidrat suyu tespit etmek için TGA/DTA spektrumlarından faydalanılmıştır. Sıcaklık 25–800 °C arasında ve azot gazı geçirilerek dakikada 10 °C sıcaklık artışıyla TGA/DTA ölçümleri alınmıştır. Co(II), Ni(II), Cu(II) ve Pd(II) komplekslerin TGA/DTA spektrumları incelenmiştir. Co(II) kompleksinde yaklaşık 25-150 °C aralığındaki %6.1'lik kütle kaybı 4 mol su (H₂O), Ni(II) kompleksinde yaklaşık 25-75 °C aralığındaki %1.6'lık kütle kaybı 1 mol su (H₂O), Cu(II) kompleksinde yaklaşık 25-85 °C aralığındaki %3.8'lik kütle kaybı 2 mol su (H₂O), Pd(II) kompleksinde yaklaşık 25-125 °C aralığındaki %7.1'lik kütle kaybı 4 mol su (H₂O) ayrılmasından kaynaklandığı, Co(II), Ni(II), Cu(II) ve Pd(II) yaklaşık 225-425 °C aralığındaki sırasıyla %49.2, %49.5, %49.2 ve %45.7'lik kütle kayıpları 2 mol benzoil (PhCO), 2 mol fenil (Ph) ve 6 mol karbonmonoksitin (CO) ayrılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ni(II) kompleksinde %7.8'lik kalan inorganik kalıntı, metal oksiti olduğu düşünülmektedir. PAV(L₄H) liganda ait komplekslerin TGA/DTA spektrumları ve verileri bulgular bölümünde sunulmuştur.

5.5. Tüm Bileşiklere Ait Kütle Spektrumların ve Fiziksel Özelliklerin Değerlendirilmesi

PAS(L₁H), PASM(L₂H), PAN(L₃H) ve PAV(L₄H) ligandlarına ait LC-MS/MS kütle spektrumunda sırasıyla m/z 455.9 [M+H]⁺, m/z 486.9 [M+H]⁺, m/z 506.9 [M+H]⁺, m/z 486.9 [M+H]⁺ moleküler iyon pikleri ligand yapılarını tek tek doğrulamaktadır. Elementel analiz sonuçları incelendiğinde tüm ligandlar ve kompleksleri için önerilen yapı ile uyumlu olduğu gözlenmiştir. Ayrıca başlangıç maddesi olan 1-amino-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil)pirimidin-2(1H)-on bileşin erime noktası 217°C[1] iken PAS(L₁H), PASM(L₂H), PAN(L₃H) ve PAV(L₄H) ligandların erime noktası sırasıyla 226, 183, 235, 205 °C'dir. Tüm ligandların kompleksleri ligandlara göre daha büyük bir erime/bozunma noktası göstermiştir. Ayrıca bütün bileşikler elektrolitik özellik göstermediğinden yapıların iyonik olmadığı tespit

edilmiştir (Tablo 2, Tablo 3). Komplekslerin manyetik duyarlılıkları incelendiğinde Co(II) komplekslerin 3.95, 3.88, 4.00, 4.18 BM, Ni(II) komplekslerin 3.46, 2.56, 2.93, 3.09 BM, Cu(II) komplekslerin 2.14, 2.21, 2.68, 2.15 BM olan magnetik moment değerleri, mononükleer kompleks yapıların oktahedral yapıda olduğunu doğrulamaktadır [46-49,76,78,185], Pd(II) komplekslerin beklenildiği gibi magnetik moment değerleri negatif veya sıfır olması ve diyamanyetik özellik göstermesi kare düzlem yapıda olduğunu doğrulamaktadır [45-49].

5.6. Tüm Bileşiklerinin Antimikrobiyal Etkileri

Sentezlenen tüm bileşiklerin, bulgular bölümünde belirtilen bakterilere ve mayalara karşı antimikrobiyal aktiviteleri incelenmiştir. İncelenmiş olan tüm bileşiklerin bakterilere ve mayalara karşı zayıf aktivite gösterdiği tespit edilmiş ve buna ait besi yeri görüntüleri Şekil 4.111'de gösterilmiştir.

5.7. Tüm Bileşiklerinin Elektrokimyasal Davranışlarına Etkileri

Sentezlenen PAS (L₁H), PASM (L₂H), PAN (L₃H), PAV (L₄H) ve bunların Co(II), Ni(II), Cu(II), Pd(II) komplekslerin pik gerilimi ve pik akımı üzerine gerilim tarama hızının etkisi camı karbon elektrot yüzeyinde incelenmiştir. Pik akımı (ip) ise 25-800 mV/s aralığında hızın (v) karekökü (\sqrt{v}) ile doğrusal olarak değişmektedir. Aynı hız aralığında log v - log ip ilişkisinin de doğrusal olduğu saptanmıştır. Bu bilgiler bu bilgilerden bileşiklerin elektrot yüzeyindeki reaksiyonu difüzyon kontrollü olduğu söylenebilir [46,186]. Bu bileşiklere ait voltametrik sonuçlar Tablo 5'de özetlenmiştir.

Tablo 2. Tüm Bileşiklere Elementel Analiz, İletkenlik ve Manyetik Duyarlılık Verileri

Bileşik	Elementel Analiz Hesaplanan (Bulunan) %			İletkenlik ($\mu\text{S/cm}$)	μ_{eff} (BM)
	<i>C</i>	<i>H</i>	<i>N</i>		
L₁H (PAS)	68,56 (68,50)	4,65 (4,63)	9,23 (9,20)	0,55	---
[Co (L₁)₂]	64,53 (64,10)	4,17 (4,07)	8,68 (8,71)	2,00	3,95
[Ni (L₁)₂]	64,55 (64,15)	4,17 (4,13)	8,69 (8,72)	3,45	3,46
[Cu (L₁)₂]	64,22 (64,12)	4,15 (4,11)	8,64 (8,70)	2,50	2,14
[Pd (L₁)₂]\cdot2H₂O	57,44 (57,14)	4,45 (4,10)	7,73 (7,74)	1,90	Dia.
L₂H (PASM)	66,80 (66,25)	4,78 (4,82)	8,66 (8,70)	3,80	---
[Co (L₂)₂]	63,10 (63,13)	4,31 (4,22)	8,18 (7,99)	1,95	3,88
[Ni (L₂)₂]\cdotH₂O	62,03 (62,30)	4,43 (4,22)	8,04 (8,04)	1,73	2,56
[Cu (L₂)₂]	62,82 (62,70)	4,41 (4,44)	8,00 (7,93)	2,65	2,21
[Pd (L₂)₂]\cdot2H₂O	58,25 (57,90)	4,53 (4,48)	7,55 (7,41)	1,85	Dia.
L₃H (PAN)	71,28 (71,16)	4,59 (4,55)	8,31 (8,42)	1,38	---
[Co (L₃)₂]\cdot2H₂O	65,28 (65,14)	4,38 (4,25)	7,61 (7,72)	2,00	4,00
[Ni (L₃)₂]\cdot2H₂O	65,28 (65,05)	4,38 (4,24)	7,61 (7,68)	1,61	2,93
[Cu (L₃)₂]\cdot4H₂O	62,96 (62,57)	4,58 (4,01)	7,34 (7,30)	2,55	2,68
[Pd (L₃)₂]\cdotH₂O	63,58 (63,54)	4,09 (4,09)	7,41 (7,38)	1,31	Dia.
L₄H (PAV)	66,80 (66,20)	4,78 (4,70)	8,66 (8,74)	2,85	---
[Co (L₄)₂]\cdot4H₂O	58,96 (58,25)	4,72 (4,90)	7,64 (7,64)	1,87	4,18
[Ni (L₄)₂]\cdotH₂O	62,03 (61,90)	4,43 (4,42)	8,04 (8,78)	1,50	3,09
[Cu (L₄)₂]\cdot2H₂O	60,70 (61,37)	4,53 (4,48)	7,88 (8,01)	1,23	2,15
[Pd (L₄)₂]\cdot5H₂O	56,52 (56,11)	4,57 (4,77)	7,32 (8,03)	1,48	Dia.

Tablo 3. Tüm Bileşiklere Ait Fiziksel Verileri

Bileşik	Kapalı Formül	Renk	Verim %	E.N. (°C)
L₁H (PAS)	C ₂₆ H ₂₁ N ₃ O ₅ (455,45 g/mol)	Sarı	89	225-227
[Co (L₁)₂]	C ₅₂ H ₄₀ N ₆ O ₁₀ Co (967,84 g/mol)	Kırmızı-kahverengi	80	>282
[Ni (L₁)₂]	C ₅₂ H ₄₀ N ₆ O ₁₀ Ni (967,60 g/mol)	Kiremit kırmızısı	66	280-282
[Cu (L₁)₂]	C ₅₂ H ₄₀ N ₆ O ₁₀ Cu (972,45 g/mol)	Yeşil	82	230-232
[Pd (L₁)₂]•2H₂O	C ₅₂ H ₄₈ N ₆ O ₁₄ Pd (1087,39 g/mol)	Turuncu	50	>262
L₂H (PASM)	C ₂₇ H ₂₃ N ₃ O ₆ (485,50 g/mol)	Sarı	70	182-184
[Co (L₂)₂]	C ₅₄ H ₄₄ N ₆ O ₁₂ Co (1027,89 g/mol)	Patlıcan moru	63	270-272
[Ni (L₂)₂]•H₂O	C ₅₄ H ₄₆ N ₆ O ₁₃ Ni (1045,60 g/mol)	Menekşe	55	255-258
[Cu (L₂)₂]	C ₅₄ H ₄₄ N ₆ O ₁₂ Cu (1032,50 g/mol)	Karamel	64	227-229
[Pd (L₂)₂]•2H₂O	C ₅₄ H ₅₀ N ₆ O ₁₄ Pd (1165,46 g/mol)	Kahverengi	60	270-272
L₃H (PAN)	C ₃₀ H ₂₃ N ₃ O ₅ (505,50 g/mol)	Sarı	55	234-236
[Co (L₃)₂]•2H₂O	C ₆₀ H ₄₈ N ₆ O ₁₂ Co (1103,99 g/mol)	Koyu yeşil	62	260-263
[Ni (L₃)₂]•2H₂O	C ₆₀ H ₄₈ N ₆ O ₁₂ Ni (1103,99 g/mol)	Koyu yeşil	40	251-253
[Cu (L₃)₂]•4H₂O	C ₆₀ H ₅₂ N ₆ O ₁₄ Cu (1144,63 g/mol)	Sarı-yeşil	94	247-250
[Pd (L₃)₂]•H₂O	C ₆₀ H ₄₆ N ₆ O ₁₁ Pd (1133,46 g/mol)	Turuncu	84	285-287
L₄H (PAV)	C ₂₇ H ₂₃ N ₃ O ₆ (485,50 g/mol)	Sarı	75	204-206
[Co (L₄)₂]•4H₂O	C ₅₄ H ₅₂ N ₆ O ₁₆ Co (1099,28 g/mol)	Kiremit kırmızısı	64	275-278
[Ni (L₄)₂]•H₂O	C ₅₄ H ₄₆ N ₆ O ₁₃ Ni (1045,60 g/mol)	Koyu kırmızı	52	269-271
[Cu (L₄)₂]•2H₂O	C ₅₄ H ₄₈ N ₆ O ₁₄ Cu (1068,54 g/mol)	Hardal sarısı	48	214-216
[Pd (L₄)₂]•5H₂O	C ₅₄ H ₅₄ N ₆ O ₁₇ Pd (1165,45 g/mol)	Turuncu	63	290-293

Tablo 4. Sentezlenen Tüm Bileşiklerin Fonksiyonel Gruplara Ait FT-IR Sonuçları

BİLEŞİK	O-H (g.b.)	C-H (Pirimidin g.b.)	C-H (Ar g.b.)	C-H (Metoksi g.b.)	C=O (g.b.)	C=N (g.b.)	C-O (g.b.)	M-N (g.b.)	M-O (g.b.)
L ₁ H (PAS)	-	3040	2933	2837	1693	1635	1340	-	-
[Co (L ₁) ₂]	-	3040	2933	2837	1662	1620	1318	512	422
[Ni (L ₁) ₂]	-	3040	2933	2837	1663	1620	1318	515	427
[Cu (L ₁) ₂]	-	3040	2933	2837	1659	1630	1330	512	440
[Pd (L ₁) ₂] •2H₂O	-	3040	2934	2835	1651	-	1307	510	468
L ₂ H (PASM)	-	3078	2950	2836	1643	1617	1329	-	-
[Co (L ₂) ₂]	-	3062	2934	2836	1659	1616	1320	506	417
[Ni (L ₂) ₂] •H₂O	-	3060	2935	2836	1655	1616	1320	501	423
[Cu (L ₂) ₂]	-	3060	2924	2836	1645	-	1320	500	440
[Pd (L ₂) ₂] •2H₂O	-	3054	2934	2836	1651	-	1335	510	455
L ₃ H (PAN)	-	3073	2956	2836	1645	-	1330	-	-
[Co (L ₃) ₂] •2H₂O	-	3070	2901	2833	-	1614	1356	515	427
[Ni (L ₃) ₂] •2H₂O	-	3070	2926	2836	1648	1614	1358	517	428
[Cu (L ₃) ₂] •4H₂O	-	3050	2935	2836	1642	1614	1334	507	418
[Pd (L ₃) ₂] •H₂O	3450	3060	2950	2833	1645	-	1337	513	416
L ₄ H (PAV)	3358	3073	2934	2840	1645	1613	1372	-	-
[Co (L ₄) ₂] •4H₂O	-	3070	2932	2833	1660	1621	1376	510	420
[Ni (L ₄) ₂] •H₂O	-	3070	2932	2830	1653	1621	1394	512	426
[Cu (L ₄) ₂] •2H₂O	-	3070	2933	2833	1669	1646	1392	506	432
[Pd (L ₄) ₂] •5H₂O	-	3003	2928	2834	1676	1644	1341	515	448

Tablo 5. Bileşiklerin Ag/AgCl Referans Elektroduna Karşı 100 mVs⁻¹ Tarama Hızında Elde Edilen Voltametrik Sonuçları

Bileşikler	Katodik Pik Potansiyeli (V)	Anodik Pik Potansiyeli (V)
L ₁ H (PAS)	Ic: +1.51, Ic: -0.75, IIIc: -1.19, IVc: -1.80, Vc: -2.30	Ia: +0.62, IIa: +0.20, IIIa: -1.10, IVa: -1.45, Va: -2.0
[Co(L ₁) ₂]	Ic: +1.10, IIc: +0.65, IIIc: +0.25, IVc: -0.61, Vc: -1.21, VIc: -1.85, VIIc: -2.30	Ia: +0.98, IIa: +0.60, IIIa: +0.11, VIa: -1.50, VIIa: -2.05
[Ni(L ₁) ₂]	Ic: +0.20, IIc: -0.62, IIIc: -1.21, IVc: -1.70, Vc: -2.31	Ia': +0.91, Ia: +0.51, IVa: -1.50, Va: -2.01
[Cu(L ₁) ₂]	Ic: +0.28, IIc: -0.20, IIIc: -0.61, IVc: -1.21, Vc: -1.60, VIc: -1.90, VIIc: -2.31	Ia': +0.95, Ia: +0.51, IIa: -0.05, IIIa: -0.50, IVa: -1.00, Va: -1.31, VIa: -1.45, VIIa: -1.91
[Pd(L ₁) ₂] • 2H ₂ O	Ic: -1.70, IIc: -1.20, IIIc: -1.55, IVc: -1.78, Vc: -2.31	Ia': +1.11, IVa: -1.45, Va: -1.81
L ₂ H (PASM)	Ic: +0.78, IIc: +0.25, IIIc: -0.67, IVc: -1.20, Vc: -1.58, VIc: -2.14	Ia: +0.92, IVa+Va: -1.55
[Co(L ₂) ₂]	Ic: +0.73, IIc: +0.22, IIIc: -0.63, IVc: -1.57, Vc: -2.16	Ia: +0.99, IIIa: -0.24, IVa: -1.38, Va: -1.87
[Ni(L ₂) ₂] • H ₂ O	Ic: +0.72, IIc: -1.22, IIIc: -1.65, IVc: -2.15	Ia: -0.99, IIa: -1.00, IIIa: -1.46, IVa: -1.90
[Cu(L ₂) ₂]	Ic: +0.75, IIc: +0.22, IIIc: -1.21, IVc: -2.21	Ia: +1.06, IIIa: -1.37, IVa: -1.06
[Pd(L ₂) ₂] • 2H ₂ O	Ic: -1.16, IIc: -1.34, IIIc: -1.56, IVc: -2.16	IIa: -0.99, IIIa: -1.44, IVa: -1.90
L ₃ H (PAN)	Ic: +1.07, IIc: +0.85, IIIc: -0.07, IVc: -1.13, Vc: -1.58, VIc: -2.13	IIa: +1.02, IIIa: +0.54, Va: -1.42, VIa: -1.98
[Co(L ₃) ₂] • 2H ₂ O	Ic: -0.62, IIc: -1.64, IIIc: -2.18,	Ia: +0.09, I'a: -0.24, IIa: -1.44, IIIa: -2.01
[Ni(L ₃) ₂] • 2H ₂ O	Ic: +0.86, IIc: -1.14, IIIc: -1.66, IVc: -2.26	Ia: +1.20, I'a: +0.54, IIa: -1.04, IIIa: -1.49, IVa: -2.01
[Cu(L ₃) ₂] • 4H ₂ O	Ic: -1.26, IIc: -1.64, IIIc: -1.86, IVc: -2.16	Ia: +1.02, I'a: +0.57, IIa: -1.03, IIIa: -1.48, IVa: -1.99
[Pd(L ₃) ₂] • H ₂ O	Ic: -0.61, IIc: -1.14, IIIc: -1.60	IIa: -0.94, IIIa: -1.49
L ₄ H (PAV)	Ic: +0.82, IIc: +0.18, IIIc: -0.65, IVc: -1.18, Vc: -1.57	IIa: +0.39
[Co(L ₄) ₂] • 4H ₂ O	Ic: +0.85, IIc: +0.10, IIIc: -0.61, IVc: -1.65, Vc: -2.15	Ia: +1.05, IIa: +0.31, IVa: -1.45, Va: -1.92
[Ni(L ₄) ₂] • H ₂ O	Ic: +0.90, IIc: +0.11, IIIc: -0.58, IVc: -1.10, Vc: -1.81, VIc: -2.11	IIa: +0.20, Ia': +0.65
[Cu(L ₄) ₂] • 2H ₂ O	Ic: +0.87, IIc: +0.48, IIIc: +0.11, IVc: -0.52, Vc: -1.18, VIc: -1.67, VIIc: -2.21	Ia: +1.09, IIa: +0.85
[Pd(L ₄) ₂] • 5H ₂ O	Ic: +0.20, IIc: -0.41, IIIc: -0.70, IVc: -1.11, Vc: -1.52, VIc: -2.22	Ia: +0.10, IIa: +0.40, IIIa: +0.72

Tablo 6. Ligandlara ait ¹H NMR Verileri

Bileşik No	Bileşik Proton No-Kimyasal Kimya Değerleri- Yarımlama ve Proton Sayısı						
	H ₁₂	H ₈	H ₇	Ar-H	H _{10/ H₁₁}	H ₁	H ₄
PAS (L₁H)	10.61 (ppm δ) s 1H	9.41 (ppm δ) s 1H	8.60 (ppm δ) s 1H	6.86-7.88 (ppm δ) 12H	-	3.82 (ppm δ) s 3H	3.75 (ppm δ) s 3H
PASM (L₂H)	10.16 (ppm δ) s 1H	9.42 (ppm δ) s 1H	8.49 (ppm δ) s 1H	6.90-7.88 (ppm δ) 11H	3.82 (ppm δ) s 3H	3.75 (ppm δ) s 3H	3.73 (ppm δ) s 3H
PAN (L₃H)	-	9.88 (ppm δ) s 1H	8.88 (ppm δ) s 1H	6.91-8.76 (ppm δ) 14H	-	3.82 (ppm δ) s 3H	3.76 (ppm δ) s 3H
PAV (L₄H)	10.04 (ppm δ) s 1H	9.47 (ppm δ) s 1H	8.57 (ppm δ) s 1H	6.90-7.87 (ppm δ) 11H	3.86 (ppm δ) s 3H	3.82 (ppm δ) s 3H	3.75 (ppm δ) s 3H

KAYNAKLAR

- [1] Saripinar, E., Yilmaz, Ç., Ünal, D., Ilhan, I.O., Yazir, N., Akçamur, Y. (2006). A Convenient Synthesis of Functionalized 1*H*-Pyrimidine-2-ones/thiones, Pyridazine and Imidazole; Experimental Data and PM3 Calculations. *Japan Institute of Heterocyclic Chem.* **68**, 2045-2061.
- [2] Schiff H. (1869). Untersuchungen über salicinderivate Berlin: Annalen Der Chemie.193-200 s.
- [3] Pfeiffer A. (1932). Tricyclische Orthokondensierte Nebenvalevzringe. Berlin: Liebigs Annalen Der Chemie. 492, 81-127.
- [4] Tunalı NK, Özkar S. (1999). Anorganik Kimya. Ankara: Gazi Kitapevi.
- [5] Martell AE, Calvin M. (1958). GMBH. Weinheim, Germany: Die Chemie der Metallchelate Verbindungen. Verlag Chemie. 576 s.
- [6] Canpolat, E. (2003). İmin ve Oksim içeren Ligandların Sentezi, Karakterizasyonu ve Bu Ligandların Bazı Metal Komplekslerinin İncelenmesi. Fırat Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Elazığ.
- [7] Patai S. (1970). Chemistry of The Carbon- Nitrogen Double Bound. New York: Wiley. 47s.
- [8] Li, Z.L., Chen, J.H., Zhang, K.C., Li, M.L., Yu, R.G. (1993). Preliminary Screening of Nonplatinum Complexes of Schiff-Bases as Antitumor Agents Using Fluorometry. *Science in China Series B-Chemistry.* **36**, 214-224.

- [9] Scovill, J.P., Klayman, D.L., Franchino, C.F. (1982). 2-Acetylpyridine Thiosemicarbazones 4. Complexes with Transition Metals as Antimalarial and Antileukemic Agents. *J. Med. Chem.* **25**, 1261-1264.
- [10] West, D.X., Pannell, L.K. (1989). Transition Metal Ion Complexes of Thiosemicarbazones Derived from 2-Acetylpyridine N-Oxide II. the N-4-Dimethyl Derivate, *Trans. Metal Chem.* **14**, 457-462.
- [11] Anderson, O.P., Cour, A., Findeisen, M., Henning, L., Simonsen, O., Taylor, L.F., Toftlund, H. (1997). Zinc(II) schiff base complexes incorporating pyrazole; syntheses, characterization, tautomeric equilibria and racemization kinetics. *Journal of Chemical Society Dalton Trans.* 111-120.
- [12] Zishen, W., Zhiping, L., Zhenhuan, Y. (1993). Synthesis, characterization and antifungal activity of glycyglycine Schiff base complexes of 3d transition metal ions. *Trans. Met. Chem.* **18**, 291-294.
- [13] Nirmal, R., Prakash, C.R., Meenakshi, K., Shanmugapandiyam, P. (2010). Synthesis and Pharmacological Evaluation of Novel Schiff Base Analogues of 3-(4-amino) phenylimino) 5-fluoroindolin-2-one. *Jurnal of Young Pharmacists.* **2**, 162-168.
- [14] Patil, M., Hunoor, R., Gudasi, K. (2010). Transition metal complexes of a new hexadentate macrocyclic N₂O₄-donor Schiff base: Inhibitory activity against bacteria and fungi. *European Journal of Medicinal Chemistry.* **45**, 2981-2986.
- [15] Pandeya, S.N., Sriram, D., Nath, G., De Clercq, E. (1999). Synthesis, Antibacterial, Antifungal and Anti-HIV Activities of Schiff and Mannich Bases Derived From Ísatin Derivatives and N-[4-(4'-chlorophenyl)thiazol-2-yl] Thiosemicarbazide. *European Journal of Pharmaceutical Sciences.* **9**, 25-31.

- [16] Panneerselvam, P., Nair, R.R., Vijayalakshmi, G., Subramanian, E.H., Sridhar, S.K. (2005). Synthesis of Schiff bases of 4-(4-aminophenyl)-morpholine as potential antimicrobial agents. *European Journal of Medicinal Chemistry*. **40**, 225-229.
- [17] Ismail, Z.K., El-Dissouky, A., Shehada, A.Z. (1997). Spectroscopic and magnetic studies on some Copper (II) complexes of antipyrine schiff base derivatives. *Polyhedron*. **16**, 2909-2916.
- [18] Osowole, A.A., Ott, I., Ogunlana, O.M. (2012). Synthesis, Spectroscopic, Anticancer, and Antimicrobial Properties of Some Metal(II) Complexes of (Substituted) Nitrophenol Schiff Base. Hindawi Publishing Corporation. *International Journal of Inorganic Chemistry*. **6**, 206417.
- [19] Gabaric, Z., Lazarevic, Z., Koprivanac, N. (1993). Simultaneous 1st-Derivate Spectrophotometric Determination of Nickel and Manganese Complexes with 2-(2-Pyridylmethyleneamino)Phenol. *Anal. Lett*, **26**, 2455-2471.
- [20] Singh, D.P., Rana, V.B. (1986). Dinuclear Trivalent Chromium, Manganese, Iron and Cobalt Complexes Bridges by Aromatic Diamines. *Transition Met. Chem.* **11**, 23-26.
- [21] Patra, A.K., Gupta, T., Roy, S., Chakravarty, A.R. (2008). Synthesis, structure, DNA-binding and photocleavage activity of a binuclear copper(II) complex. *Indian Journal of Chemistry* **47**, 643.
- [22] Richards, A.D., Rodgers, A. (2007). Synthetic metallomolecules as agents for the control of DNA structure. *Chemical Society Reviews*. **36**, 471-483.
- [23] Tarafder, M.T.H., Mihail, M.A.L. (1986). Novel peroxo complexes of zirconium containing organic ligands. *Inorganic Chemistry*. **25**, 2265-2268.

- [24] Tümen, F. (2013). Sterik Engelli Fenol Türevli Schiff Bazlarının Kanseri Hücreleri Üzerine Sitotoksik Etkilerinin Araştırılması. Harran Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi. Şanlıurfa
- [25] West, D.X., Pannell, L.K. (1989). Transition metal ion complexes of thiosemicarbazones derived from 2-acetylpyridine. Part 2. The 4 N-dimethyl derivative. *Trans. Metal Chem.* **14**, 457-462.
- [26] Ghassemzadeh, M., Fallahnedjad, L., Heravi, M.M., Neumuller, B. (2008). Synthesis, characterization and crystal structure of new silver (I) and palladium(II) complexes containing 1,2,4-triazole moieties. *Polyhedron.* **27**, 1655–1664.
- [27] Siddiqi, K.S., Kureshy, R.I., Khan, N.H., Tabassum. S., Zaidi, S. (1988). Characterization and toxicity of lanthanide complexes with nitrogen- and sulphur-containing Schiff bases. *Inorg Chem Acta.* **151**, 95-100.
- [28] Wang, X, Yin J., Shi, L., Zhang G., Song, B. (2014). Design, synthesis, and antibacterial activity of novel Schiff base derivatives of quinazolin-4(3H)-one *European Journal of Medicinal Chemistry.* **77**, 65-74.
- [29] Liu, Q., Yang, Y., Hao, W., Xu, Z., Zhu, L. (2013). Synthesis Characterization and Biological Activity of Cis-Dioxomolybdenum(VI) Schiff base Complex [MoO₂(L)₂]. *IERI Procedia.* **5**, 178.
- [30] Banerjee, S., Adhikary, C., Rizzoli, C., Single, R.P. (2014). End to end azido bridged adduct of a tridentate schiff base copper(II) complex: Synthesis, structure, magnetism and catalytic studies. *Inorganica Chimica Acta.* **409**, 202–207.
- [31] Sharma, P.K., Handa, R.N., Dubey, S.N. (1996) Synthesis and Characterization of Some Transition Metal Complexes of N-(2-Hydroxy-1-Naphtylidene) Amino Acids. *Synth. React. Inorg. Met. Org. Chem.* **26**, 1219-1230.

- [32] Serin, S., Gök, Y. (1988). Hidroksi Schiff Bazı Metal Komplekslerinin Tekstil Boyamacılığında Kullanılabilirliğinin İncelenmesi. *Doğa*. **12**, 325-331.
- [33] Naeimi, H., Rabiei, K., Salimi, F. (2007). Rapid, Efficient and Facile Synthesis and Characterization of Novel Schiff Bases and Their Complexes with Transition Metal Ions. *Dyes and Pigments*. **75**, 294-297.
- [34] Riberio da Silva, M.A.V., Riberio da Silva, M.D.M.C., Monte, M.J.S., Gonçaves, J.M., Fernandes, E.M.R. (1997). Energetics of metal-ligand binding in copper(II) and nickel(II) complexes of two Schiff bases. *J.Chem.Soc.,Dalton Trans.* 1257.
- [35] Küçükdumlu, A. (2010). Bazı Oksim ve Schiff Bazları ile Metal Komplekslerinin İncelenmesi. Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Doktora Tezi, Trabzon.
- [36] Yuan, C., Kuwata, O., Liang, J., Misra, S., Sergei, P.B., Thomas, G. (1999). Ebrey “Chloride Binding Regulates the Schiff Base pK in Gecko P521 Cone-Type Visual Pigment”. *Biochemistry*. **38**, 4649-4660.
- [37] Papic, S., Koprivanac, N., Grabaric, Z., Paracosterman, D. (1994). Metal Complex Dyes of Nickel with Schiff Bases. *Dyes Pigment*. **25**, 240-299.
- [38] Hadi, M.M., Abdullah M.A., Salman, A. (2014). Khan.Spectrophotometric and spectrofluorimetric studiesof novel heterocyclic Schiff base dyes. *Arabian Journal of Chemistry* . **7**, 609-614.
- [39] Dede B. (2007). Çok Disli Dioksimler ve Bunların Bazı Komplekslerinin Sentezi ve Karakterizasyonu. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Isparta.
- [40] Kumar, S., Dhar, D.N., Saxena, P.N. (2009). Applications of metal complexes of Schiff bases-a review. *Journal of Scientific and Industrial Research*. **68**, 181–187.

- [41] Kumar Naik, K.H., Selvaraj, S., Naik, N. (2014). Metal complexes of ONO donor Schiff base ligand as a new class of bioactive compounds; Synthesis, characterization and biological evolution. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **131**, 599–605.
- [42] Erdemir, S. (2007). Schiff Bazı Ve Polimerlerinin Geçiş Metal Komplekslerinin Sentezi Karakterizasyonu Ve Oksidasyon Katalizörü Olarak Etkilerinin İncelenmesi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Adana.
- [43] Odabaşıoğlu, M., Albayrak, Ç., Özkanca, R., Aykan, F.Z., Lonecke, P. (2007). Some Polyhydroxy Azo–azomethine Derivatives of Salicylaldehyde: Synthesis, characterization, Spectroscopic, Molecular Structure and Antimicrobial Activity Studies. *Journal of Molecular Structure*. **840**, 71-89.
- [44] Tuna, M. (2011). Poli Hidroksi Schiff Bazı Metal Komplekslerinin Hazırlanması, Karakterizasyonu ve Polimerleşebilme Özelliklerinin Araştırılması. Sakarya Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Sakarya.
- [45] Gülcan, M., Sönmez M., Berber, I. (2012). Synthesis, characterization, and antimicrobial activity of a new pyrimidine Schiff base and its Cu(II), Ni(II), Co(II), Pt(II), and Pd(II) complexes. *Turk J Chem*. **36**, 189–200.
- [46] Sönmez, M., Çelebi M., Levent A., Berber, I., Şentürk, Z. (2010). A new pyrimidine-derived ligand, N-pyrimidine oxalamic acid, and its Cu(II), Co(II), Mn(II), Ni(II), Zn(II), Cd(II), and Pd(II) complexes: synthesis, characterization, electrochemical properties, and biological activity. *Journal of Coordination Chemistry*. **63**, 848–860.
- [47] Sönmez, M., Çelebi M., Levent A., Berber, I., Şentürk, Z. (2010). Synthesis, characterization, cyclic voltammetry, and antimicrobial properties of N-(5-benzoyl-2-oxo-4-phenyl-2H-pyrimidine-1-yl)-malonamic acid and its metal complexes. *Journal of Coordination Chemistry*. **63**, 1986–2001.

- [48] Gülcan, M., Sönmez, M. (2010). Synthesis, characterisation and antimicrobial activity 1-aminopyrimidine-2(1H)-thione and its Co(II), Ni(II), Pd(II) and Pt(II) complexes. *Journal of Chemical Research*. 274–277.
- [49] Sönmez, M., Çelebi, M., Berber. I. (2010). Synthesis, spectroscopic and biological studies on the new symmetric Schiff base derived from 2,6-diformyl-4-methylphenol with N-aminopyrimidine. *European Journal of Medicinal Chemistry*. **45**, 1935–1940.
- [50] Rosu, T., Pahontu, E., Maxim, C., Georgescu, R., Stanica, N., Gulea, A. (2011). Some new Cu(II) complexes containing an ON donor Schiff base: Synthesis, characterization and antibacterial activity. *Polyhedron*. **30**, 154–162.
- [51] Anacona, J.R., Noriega, N., Camus, J. (2015). Synthesis, characterization and antibacterial activity of a tridentate Schiff base derived from cephalothin and sulfadiazine, and its transition metal complexes. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **137**, 16–22.
- [52] Patil, S.A., Prabhakara, C.T., Halasangi, B.M., Toragalmath, S.S. (2015). DNA cleavage, antibacterial, antifungal and anthelmintic studies of Co(II), Ni(II) and Cu(II) complexes of coumarin Schiff bases: Synthesis and spectral approach. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **137**, 641–651.
- [53] Ebeada, Y.H., Salman, H.M.A., Shebany, Y.M., Abdellah, M.A. (2012). Synthesis, Spectroscopic and Biological Investigations of the Ternary Metal Complexes of Schiff Bases Derived From 2-hydroxy-1-naphthaldehyde and Some Amino Acids. *Synthesis and Reactivity in Inorganic, Metal-Organic, and Nano-Metal Chemistry*.

- [54] Pradeepa, S.M., Bhojya Naik, H.S., Vinay Kumar, B., Indira Priyadarsini, K., Barik, A., Prabhakara, M.C. (2015). DNA binding, photoactivated DNA cleavage and cytotoxic activity of Cu(II) and Co(II) based Schiff-base azo photosensitizers. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **141**, 34–42.
- [55] Sujarani, S., Ramu, A. (2015). Docking of ethanamine Schiff base imines & metal (II) complexes, cytotoxicity & DNA interaction studies. *Journal of Molecular Structure*. **1079**, 353–362.
- [56] Hosny, N.M., Hussien, M.A., Radwan, F.M., Nawar, N. (2014). Synthesis, spectral characterization and DNA binding of Schiff-base metal complexes derived from 2-amino-3-hydroxypropanoic acid and acetylacetone. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **132**, 121–129.
- [57] El-Gammal, O.A., El-Reash, G.A., Ahmed, S.F. (2015). Synthesis, spectral characterization, molecular modeling and in vitro antibacterial activity of complexes designed from O₂, NO and NO donor Schiff-base ligand. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **135**, 227–240.
- [58] Zangrando, E., Islam, M.T., Al-Amin, M., Islam, A.A., Sheikh, M.C., Tarafder, M.T.H., Miyatake, R., Zahan, R., Hossain, M.A. (2015). Synthesis, characterization and bio-activity of nickel(II) and copper(II) complexes of a bidentate NS Schiff base of S-benzyl dithiocarbamate. *Inorganica Chimica Acta*. **427**, 278–284.
- [59] Nagesh, G.Y., Mruthyunjayaswamy, B.H.M. (2015) Synthesis, characterization and biological relevance of some metal (II) complexes with oxygen, nitrogen and oxygen (ONO) donor Schiff base ligand derived from thiazole and 2-hydroxy-1-naphthaldehyde. *Journal of Molecular Structure*. **1085**, 198–206.
- [60] Novoa, N., Justaud, F., Hamon, P., Roisnel, T., Cador, O., Le Boris, G., Manzur, C., Carrillo, D., Hamon, J.R. (2015). Doubly phenoxide-bridged binuclear copper(II) complexes with one tridentate schiff base ligand: Synthesis, structural, magnetic and theoretical studies. *Polyhedron*. **86**, 81–88.

- [61] Aziz, A.A. A., Salem, A.N.M., Sayed, M.A., Aboaly, M.M. (2012). Synthesis, structural characterization, thermal studies, catalytic efficiency and antimicrobial activity of some M(II) complexes with ONO tridentate Schiff base N-salicylidene-o-aminophenol (saphH₂). *Journal of Molecular Structure*. **1010**, 130–138.
- [62] Bilgiç, R. (2008). Schiff Bazlarının Bor Bileşikleri İle Verdiği Komplekslerin Sentezi ve Yapılarının Aydınlatılması. Ankara Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Ankara.
- [63] Chen, Y., Liu, Y., Zhang, X., Zhang, Z., Liu, L., Fan, D., Ding, L., Lü, X. (2015). Stereo-regulated methyl methacrylate (MMA) polymerization atalyzed by asymmetric Salen-type Schiff-base Cu(II) complexes. *Inorganic Chemistry Communications*. **53**, 1–3.
- [64] Ali, M.A., Mirza, A. H., Mei, C.C., Bernhardt, P.V., Karim, M.R. (2013). Template synthesis and X-ray structural characterization of nickel(II) and zinc(II) complexes of tetradentate SNNS ligands formed by condensation of phthalaldehyde with S-methyldithiocarbamate and 4N-methyl-3-thiosemicarbazide. *Polyhedron*. **49**, 277–283.
- [65] Ergun, Ü. (2009). ONO ve ONNO Tipindeki Schiff Bazlarının Geçiş Metalleri Komplekslerinin Termal Bozunma Tepkimelerinde Kinetik Parametrelerin Belirlenmesi ve Bazı Koordinasyon Bağ Enerjilerinin Hesaplanması. Doktora Tezi Ankara Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Ankara.
- [66] Yaman Köse, P. (2014). Synthesis of Coordination Compounds With Schiff-Bases and Their Spectroscopic Characterization. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, İzmir.
- [67] Mohamed. G.G., Omar, M.M., Ibrahim, A.A. (2010). Preparation, characterization and biological activity of novel metal-NNNN donor Schiff base complexes. *Spectrochimica Acta Part A*. **75**, 678–685.

- [68] Gao, X., Li, J., Gao, W. (2009). Study on Preparation of Modified Lubricant Containing Nano-Schiff Base and Schiff Base Copper Complexin W/O Microemulsion Reactor. *Colloid Journal*. **71**, 302–307.
- [69] Saghatforoush, L.A., Mehdizadeh, R., Chalabian, F. (2010). Hydrothermal and sonochemical synthesis of a nano-sized nickel(II) Schiff base complex as a precursor for nano-sized nickel(II) oxide; spectroscopic, catalytic and antibacterial properties. *Transition Met Chem*. **35**, 903–910.
- [70] Behpour, M., Ghoreishi, S.M., Meshki, M., Naemi, H. (2014). Electrochemical Determination of Acetaminophen in the Presence of Propranolol Using an Electrode Modified with a Schiff Base from 2-Hydroxynaphthaldehyde and Ethylenediamine and Multi-Walled Carbon Nanotubes. *Journal of Analytical Chemistr*. **69**, 982–989.
- [71] da Silva, C.M., da Silva, D.L., Modolo, L.V., Alves, R.B., de Resende, M.A., Martins, C.V.B., de Fatima A. (2011). Schiff bases: A short review of their antimicrobial activities. *Journal of Advanced Research*. **2**, 1-8.
- [72] Deivanayagam P., Bhoopathy, R.P., Thanikaikarasan, S. (2014). Synthesis, characterization, antimicrobial, analgesic and CNS studies of Schiff base Cu(II) complex derived from 4-chloro-o-phenylene diamine. *International Journal of Advanced Chemistry*. **2**, 166-170.
- [73] Solomons, TWG, Fryhle, CB. (2002). *Organik Kimya*. İstanbul: Literatür Yayıncılık Dağıtım, s 1350.
- [74] Sebastian, M. (2010). Transition metal complexes of quinoxaline based Schiff base ligands: Synthesis, characterization and catalytic activity study. Cochin university of science and technology. Doctor of Philosophy, Kochi.
- [75] Gülcan, M. (2010). Pirimidintiyonamin ve Pirimidintiyonaminden Türeyen Bazı Schiff Bazı ve Metal Komplekslerinin Sentezi ve Spektroskopik Çalışmaları. Yüzüncüyıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Doktora Tezi, Van.

- [76] Sönmez, M., Levent, A., Şekerci, M. (2003). Synthesis and Characterization of Cu(II), Co(II), Ni(II), and Zn(II) Complexes of a Schiff Base Derived from 1-Amino-5-benzoyl-4-phenyl-1H-pyrimidine-2-one and 3-Hydroxysalicylaldehyde. *Synthesis and Reactivity In Inorganic And Metal-Organic Chemistry*. **33**, 1747–1761.
- [77] Jurca, T. (2012). Charting New Territory in Bis(imino)pyridine Coordination Chemistry. Ottawa-Carleton Chemistry Institute University of Ottawa. Doctorate in Philosophy, Canada.
- [78] Sönmez, M., Hacıyusufoğlu, M.E. (2006). Synthesis and characterization of CuII, CoII, NiII and ZnII Schiff base complexes derived from acetylaceton with 1-amino-5-benzoyl-4-phenyl-1H pyrimidine-2-one. *Asian J. of Chem.* **18**, 2032-2036.
- [79] Borisova, N.E., Reshetova, M.D., Ustynyuk, Y.A. (2007). Metal-Free Methods in the Synthesis of Macrocyclic Schiff Bases. *Chem. Rev.* **107**, 46-79.
- [80] Sundaravel, K., Suresh, E., Palaniandavar, M. (2009). Synthesis, structures, spectral and electrochemical properties of copper(II) complexes of sterically hindered Schiff base ligands. *Inorganica Chimica Acta*. **362**, 199–207.
- [81] Tuna S. (2010). Aromatik Amin İçeren Schiff Bazı Ligandlarının Sentezi, Karakterizasyonu ve Bazı Geçiş Metal Komplekslerinin İncelenmesi. Fırat Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Elazığ.
- [82] Tümer, M. (1996). Redox Aktif N-(Süstitüe) benzilamin Esaslı Bazı Geçiş Metal Komplekslerinin Sentezi. Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Doktora Tezi, Van.
- [83] Sönmez, M., Çelebi, M., Yardım, Y., Şentürk, Z. (2010). Palladium(II) and platinum(II) complexes of a symmetric Schiff base derived from 2,6-diformyl-4-methylphenol with N-aminopyrimidine: Synthesis, characterization and detection of DNA interaction by voltammetry. *European Journal of Medicinal Chemistry* **45**, 4215-4220.

- [84] Proetto, M., Liu, W., Hagenbach, A., Abram, U., Gust, R. (2012). Synthesis, characterization and in vitro antitumour activity of a series of novel platinum(II) complexes bearing Schiff base ligands. *European Journal of Medicinal Chemistry*. **53**, 168-175.
- [85] Alizadeh, R., Yousuf, I., Afzal, M., Srivastav, S., Srikrishna, S., Arjmand, F. (2015). Enantiomeric fluoro-substituted benzothiazole Schiff base-valine Cu(II)/Zn(II) complexes as chemotherapeutic agents: DNA binding profile, cleavage activity, MTT assay and cell imaging studies. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*. **143**, 61–73.
- [86] Petrucci, RH, Harwood, WS, Herring, FG. (2010). Genel Kimya. Ankara: Palme Yayıncılık.
- [87] Mamaş, S. (2013). Bazı Sülfonil Hidrazonların, Sülfonamitlerin, Schiff Bazlarının Ve Bunların Bazı Metal Komplekslerinin Elektrokimyasal Özelliklerinin Araştırılması. Gazi Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Ankara.
- [88] Yağmur, S. (2010). Fenazopridin Hidroklorür Ve Bazı Schiff Bazlarının Elektrokimyasal Davranışlarının İncelenmesi. Onsekiz Mart Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Çanakkale.
- [89] Deletioğlu, D. (2009). Bazı Polimerik Schiff Bazlarının Elektroanalitik Amaçlarla Kullanımı. Gazi Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Ankara.
- [90] Balic, T., Markovic, B., Medvidovic-Kosanovic, M. (2015) Electrochemical and structural analysis of a novel symmetrical bis-Schiff base with herringbone packing motif. *Journal of Molecular Structure*. **1084**, 82–88.
- [91] Lan-Qin, C. Hong-Song, Z., Jiao-Jiao, H., Yu-Li, Z. (2015). An unexpected Schiff base-type Ni(II) complex: Synthesis, crystal structures, fluorescence, electrochemical property and SOD-like activities. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **137**, 661–669.

- [92] Ouari, K., Bendia, S., Weiss, J., Bailly, C. (2015). Spectroscopic, crystal structural and electrochemical studies of zinc(II)-Schiff base complex obtained from 2,3-diaminobenzene and 2-hydroxy naphthaldehyde. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **135**, 624–631.
- [93] İlhan, S., Baykara, H., Seyitoglu, M.S., Levent, A., Özdemir, S., Dünder, A., Öztomsuk, A., Cornejo, M.H. (2014). Preparation, spectral studies, theoretical, electrochemical and antibacterial investigation of a new Schiff base and its some metal complexes. *Journal of Molecular Structure* **107**, 32–42.
- [94] Kazancı, A. (2010). Polimer Schiff Bazları ve Metal Komplekslerinin Sentezi ve Katalizör Özelliklerinin İncelenmesi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Adana.
- [95] Atlan, M. (2012). Yeni Schiff Bazları ve Metal Kompleksleri ile Polikondenzasyon Yöntemiyle Oligomerlerinin Sentezi, Karakterizasyonu, DNA ile Etkileşimleri, Optik ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi. Dicle Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, Diyarbakır.
- [96] Selvi, C., Nartop, D. (2012). Novel polymer anchored Cr(III) Schiff base complexes: Synthesis, characterization and antimicrobial properties. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **95**, 165–171.
- [97] Gupta, K.C., Sutara, A.K., Lin, C. (2009). Polymer-supported Schiff base complexes in oxidation reactions. *Coordination Chemistry Reviews*. **253**, 1926–1946.
- [98] Yu-Hua, F., Ai-Dong, W., Cai-Feng, B., Yan, X., Shuang-Yu, B., Xia, Z., Qiang, W. (2011). Synthesis, crystal structure and anticancer activity of 2D-coordination polymer of cerium(III) with chiral Schiff base trans-*N,N*-bis-(2-hydroxy-1-naphthaldehyde)-(1*R*,2*R*)-cyclohexanediamine. *Synthetic Metals*. **161**, 1552–1556.

- [99] Köse, M., Ceyhan, G., Tümer, M., Demirtas, I., Gönül, I., McKee, V. (2015). Monodentate Schiff base ligands: Their structural characterization, photoluminescence, anticancer, electrochemical and sensör properties. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **137**, 477–485.
- [100] Xu, T., Duan, H., Wang, X., Meng, X., Bu, J. (2015). Fluorescence sensors for Zn²⁺ based on conjugated indole. *Schiff base. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **138**, 603–608.
- [101] Dey, D., Kaur, G., Patra, M., Choudhury, A.R., Kole, N., Biswas, B. (2014). A perfectly linear trinuclear zinc–Schiff base complex: Synthesis, luminescence property and photocatalytic activity of zinc oxide nanoparticle. *Inorganica Chimica Acta*. **421**, 335–341.
- [102] Erdemir, S. (2007). Schiff Bazı ve Polimerlerinin Geçiş Metal Komplekslerinin Sentezi Karakterizasyonu ve Oksidasyon Katalizörü Olarak Etkilerinin İncelenmesi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Adana.
- [103] Paşa, S. (2010). Tiyo Schiff Bazları ve Komplekslerinin Sentezi, Karakterizasyonu, Katalitik Etkilerinin İncelenmesi ve Diyot Uygulamaları. Dicle Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, Diyarbakır.
- [104] Sakallıoğlu H. (2013). Manyetik Nanopartiküller Üzerine Desteklenmiş Schiff Bazı Türevi Metal Komplekslerinin Sentezleri ve Katalitik Etkinliklerinin İncelenmesi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Adana.
- [105] Güler, E. (2013). Katı Destekli N₂O₄ Tipindeki Schiff Baz Ligandları ve Metal Komplekslerinin Sentezi Karakterizasyonu, Alkan Oksidasyonu ve Epoksidasyon Tepkimelerinin İncelenmesi. Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş.

- [106] Das, S., Bhunia, S., Maity, T., Koner, S. (2014). Suzuki cross-coupling reaction over Pd-Schiff-base anchored mesoporous silica catalyst. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. **394**, 188–197.
- [107] Hassan, M.A.H., Saad, E.M., Soltan, M.S., Betiha, M.A., Butler, I.S., Mostafa, S.I. (2014). A palladium(II) 4-hydroxysalicylidene Schiff-base complex anchored on functionalized MCM-41: An efficient heterogeneous catalyst for the epoxidation of olefins. *Applied Catalysis A: General*. **488**, 148–159.
- [108] Prakash, G., Viswanathamurthi, P. (2014). New ruthenium(II) carbonyl complexes bearing disulfide Schiff base ligands and their applications as catalyst for some organic transformations. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **129**, 352–358.
- [109] Hasanoğlu, E. (2009). Schiff Bazlarının Sentezi, Karakterizasyonu ve Termal Davranışlarının İncelenmesi. Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri. Yüksek Lisans Tezi, Niğde.
- [110] Yardan A. (2010). Çok Dişli Schiff Bazlarının Sentez ve Bazı Geçiş Metaller ($M=Ni^{2+}$, Zn^{2+} , Cd^{2+} ve Cu^{2+}) ile Yaptığı Koordinasyon Bileşiklerinin Hazırlanması, Yapılarının Aydınlatılması ve Termal Davranışlarının İncelenmesi. Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Balıkesir.
- [111] Sönmez, M., Şekerci, M. (2003). Synthesis, Characterization, and Thermal Investigation of Copper(II), Nickel(II), Cobalt(II), and Zinc(II) Complexes with 5-Benzoyl-1-(phenylmethylenamino)-4-phenyl-1H-pyrimidine-2-thione. *Synthesis And Reactivity In Inorganic And Metal-Organic Chemistry*. **33**, 1689–1701.
- [112] Sönmez, M., Levent, A., Şekerci, M. (2004). Synthesis, Characterization, and Thermal Investigation of Some Metal Complexes Containing Polydentate ONO-Donor Heterocyclic Schiff Base Ligand. *Russian Journal of Coordination Chemistry*. **30**, 655–659.

- [113] Sönmez, M., Şekerci, M. (2004). The Template Synthesis, Characterization, and Thermal Investigation of New Heterocyclic Binucleating Schiff Base Complexes. *Synthesis And Reactivity In Inorganic And Metal-Organic Chemistry* **34**, 1551–1561.
- [114] Martyniak, A., Lipkowski, P., Boens, N., Filarowski, A. (2012). Electron-topological, energetic and π -electron delocalization analysis of ketoenamine-enolimine tautomeric equilibrium. *J Mol Model.* **18**, 257–263.
- [115] Rodríguez, M., Santillan, R., Lopez, Y., Farfan, N., Barba, V., Nakatani, K., Garciaabaez, E.V., Padilla-Martinez, I.I. (2007). N-H · · · O Assisted Structural Changes Induced on Ketoenamine Systems. *Supramolecular Chemistry, December.* **19**, 641–653.
- [116] Flores-Leonar, M., Esturau-Escofet, N., Mendez-Stivalet, J.M., Marin-Becerra, A., Amador-Bedolla, C. (2011). Factors determining tautomeric equilibria in Schiff bases. *Journal of Molecular Structure.* **1006**, 600–605.
- [117] Yılmaz, İ. (2002). Bazı Schiff Bazları İle Metal Komplekslerinin Sentezi, Protonasyon ve Kararlılık Sabitlerinin Potansiyometrik Metotla Tayini. Fırat Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Doktora Tezi, Elazığ.
- [118] Rauf, A., Shah, A., Abbas, S., Rana, U.A., Khan, S., Ali, S., Rehman, Z., Qureshi, R., Kraatz, H.B., Belanger-Gariepy, F. (2015). Synthesis, spectroscopic characterization and pH dependent photometric and electrochemical fate of Schiff bases. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy.* **138**, 58–66.
- [119] Anan, N.A., Hassan, S.M., Saad, E.M., Butler, I.S., Mostafa, S.I. (2011). Preparation, characterization and pH-metric measurements of 4-hydroxysalicylidenechitosan Schiff-base complexes of Fe(III), Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn(II), Ru(III), Rh(III), Pd(II) and Au(III). *Carbohydrate Research.* **346**, 775–79.

- [120] Müller, I.A., Kratz, F., Jung, M., Warneck, A. (2010). Schiff bases derived from p-aminobenzyl alcohol as trigger groups for pH-dependent prodrug activation. *Tetrahedron Letters*. **51**, 4371–4374.
- [121] Bhowmik, P., Chattopadhyay, S., Ghosh, A. (2013). Synthesis and structure of mono-, di- and tri-nuclear copper(II) benzoate complexes with a tridentate N₂O donor Schiff base ligand. *Inorganica Chimica Acta*. **396**, 66–71.
- [122] Sönmez, M. (2001). Synthesis and characterization of copper(II), nickel(II), cadmium(II), cobalt(II) and zinc(II) complexes with 2-Benzoyl-3-hydroxy-1-naphthylamino-phenyl-2-propen-1-on. *Turk J. Chem.* **25**, 181-185.
- [123] Sönmez, M. (2004). Template Synthesis of Fe(III) and Cr(III) Acyclic Complexes Derived from Diacetyl Benzil and 1-Amino-5-benzoyl-4-phenyl-1H-pyrimidine-2-one. *Synthesis And Reactivity In Inorganic And Metal-Organic Chemistry*. **34**, 733–741.
- [124] Sönmez, M., Şekerci, M. (2004). A New Heterocyclic Schiff Base and Its Metal Complexes *Synthesis And Reactivity In Inorganic And Metal-Organic Chemistry*. **34**, 489–502.
- [125] Sönmez, M., Berber, İ., Akbaş E. (2006). Synthesis, antibacterial and antifungal activity of some new pyridazinone metal complexes. *European Journal of Medicinal Chemistry*. **41**, 101–105.
- [126] Sönmez, M., Şekerci, M. (2007). The template synthesis, spectral characterization and thermal behaviour of new binuclear Schiff base complexes derived from N-aminopyrimidine with 2,3-butandion. *J. Serb. Chem. Soc.* **72**, 259–264.
- [127] Sönmez, M. (2008). Binuclear Cu(II) Complexes Of Ono Tridentate Heterocyclic Schiff Base Derived From N-Aminopyrimidine With Substitutes Salicylaldehyde or 2-Hydroxynaphthaldehyde. *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*. **24**, 308-314.

- [128] Akbas, E., Sönmez, M., Çelebi, M., Aslanoglu, F. (2008). Synthesis of some transition metal complexes of ligands derived from 5-phenyl-2,3-dihydro-2,3-furandione. *Journal of Chemical Research*. 256–259 No 5 PAPER: 08/5109.
- [129] Akbaş, E., Sönmez, M., Anıl, B., Aslanoglu, F. (2008). Synthesis and Spectral Studies of Pyranone Derivative and Its Cu(II), Co(II), Ni(II) and Zn(II) Complexes. *Russian Journal of General Chemistry*. **78**, 1277–1282.
- [130] Sönmez, M., Bayram, M.R., Çelebi, M. (2009). Synthesis and characterization of heterocyclic Schiff base and its complexes with Cu(II), Ni(II), Co(II), Zn(II), and Cd(II). *Journal of Coordination Chemistry*. **62**, 2728–2735.
- [131] Gülcan, M., Sönmez, M. (2011). Synthesis and Characterization of Cu(II), Ni(II), Co(II), Mn(II) and Cd(II) Transition Metal Complexes of Tridentate Schiff Base Derived From *o*-Vanillin and N-Aminopyrimidine-2-Thione. *Phosphorus, Sulfur, and Silico*. **186**, 1962–1971.
- [132] Önal, Z., Zengin, H., Sönmez, M. (2011). Synthesis, characterization, and photoluminescence properties of Cu(II), Co(II), Ni(II), and Zn(II) complexes of N-aminopyrimidine-2-thione. *Turk J Chem*. **35**, 905–914.
- [133] Saha, S., Sasmal, A., Choudhury C.R., Gomez-Garcia, C.J., Garribba, E., Mitra, S. (2014). A new linear double phenoxide-bridged trinuclear Cu(II) Schiff base complex: Synthesis, crystallographic elucidation, magneto-structural correlation and DFT Study. *Polyhedron*. **69**, 262–269
- [134] Das, K. Jana, A., Konar, S., Chatterjee, S., Mondal, T.K., Barik, A.K., Kar, S.K. (2013). A new trinuclear zinc(II) complex and a heptacoordinated mononuclear cadmium(II) complex with a pyrimidine derived Schiff base ligand: Syntheses, crystal structures, photoluminescence and DFT calculations. *Journal of Molecular Structure*. **1048**, 98–107.

- [135] Singh, A.K., Singh, A.K. (2012). Synthesis and spectral characterization of trinuclear, oxo-centered, carboxylate-bridged, mixed-valence iron complexes with Schiff bases. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **96**, 986–991.
- [136] Cristovao, B., Klak, J., Pelka, R., Mirosław, B., Hnatejko, Z. (2014). Heterometallic trinuclear 3d–4f–3d compounds based on a hexadentate Schiff base ligand. *Polyhedron*. **68**, 180–190.
- [137] Gutierrez, A., Perpina, M.F., Sanchez, A.E., Torralba, M.C., Torres, M.R. (2012). New trinuclear Schiff base complexes, Co–M–Co (M=Mn, Co), as molecular precursors for mixed oxides. *Polyhedron*. **44**, 165–173.
- [138] Mukherjee, P., Drew, M.G.B., Tangoulis, V., Estrader, M., Diaz, C., Ghosh, A. (2009). A ferromagnetic linear trinuclear Ni(II)-Schiff base complex supported by phenoxo and cinnamato bridges. *Inorganic Chemistry Communications*. **12**, 929–932.
- [139] Sönmez, M., Şentürk, Z., Berber, İ., Levent, A., Çelebi, M. (2008). Pirimidinamino Asit Yapılı Ligand ve Bazı Metal Komplekslerin Sentezi, Elektrokimyasal ve Biyolojik Özelliklerin İncelenmesi. TÜBİTAK. Proje No:105T145.
- [140] Dudhe, R., Sharmab, P.K., Vermae, P., Chaudhary, A. (2011) Pyrimidine As Anticancer Agent: A Review. *Journal of Advanced Scientific Research*. **2**, 10-17.
- [141] Alvarez-Builla, J., Vaquero, J.J., Barluenga, J. (2011). Modern Heterocyclic Chemistry. Germany, Weinheim: Wiley-VCH Verlag & Co. KGaA, Boschstr. 12, 69469.
- [142] Sharma, P., Rane, N., Gurram, V.K. (2004). Synthesis and QSAR studies of pyrimido[4,5-d]pyrimidine-2,5-dione derivatives as potential antimicrobial agents. *Bioorg. Med. Chem. Lett*. **14**, 4185–4190.

- [143] Holla, B.S., Mahalinga, M., Karthikeyan, M.S., Akberali, P.M., Shetty, N.S. (2006). Synthesis of some novel pyrazolo[3,4-d]pyrimidine derivatives as potential antimicrobial agents. *Bioorg. Med. Chem.* **14**, 2040–2047.
- [144] Mohamed, N.R., El-Saidi, M.M.T., Ali, Y.M., Elnagdi, M.H. (2007). Utility of 6-amino-2-thiouracil as a precursor for the synthesis of bioactive pyrimidine derivatives. *Bioorg. Med. Chem.* **15**, 6227–6235.
- [145] Arikkatt, S.D., Mathew, B.V., Joseph, J., Chandran, M., BHAT, A.R., Krishnakumar, K. (2014). Pyrimidine Derivatives And Its Biological Potential. *International Journal of Organic and Bioorganic Chemistry.* **4**, 1-5.
- [146] Selvam, T.P., James, C.R., Dniandev, P.V., Valzita, S.K. (2012). A mini review of pyrimidine and fused pyrimidine marketed drugs. *Research in Pharmacy.* **2**, 1-9.
- [147] Suryawanshi, V.D., Anbhule, P.V., Gore, A.H., Patil, S.R., Kolekar, G.B. (2013). A spectral deciphering the perturbation of model transporter protein (HSA) by antibacterial pyrimidine derivative: Pharmacokinetic and biophysical insights. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology.* **118**, 1–8.
- [148] Veerasamy, R. Chean, O.C., Subramaniam, D.K., Ying, N.M., Sivadasan, S., Rajak, H., Rasheed, A. (2013). Designing hypothesis of diaryl pyrimidine analogs as anti-HIV agent: QSAR approach. *Med Chem Res.* **22**, 35–44.
- [149] Sondhi, S.M., Singh, J., Agrawal, S.K., Saxena, A.K., Roy, P. (2012). Synthesis of pyrimidine and condensed pyrimidine derivatives and their evaluation for anti-inflammatory activity. *Med Chem Res.* **21**, 91–99.
- [150] Geysen, H.M., Rodda, S.J., Mason, T.J., Tribbick, G., Schoofs, P.G. (1987). Strategies for epitope analysis using peptide synthesis. *Journal of Immunological Methods.* **102**, 259-274.

- [151] Cini, R., Bellucci, C., Tamasi, G., Corsini, M., Fontani, M., Zanello, P. (2002). Synthesis, electrochemical studies, density functional analysis and X-ray structures of trans,cis,cis-[RuCl₂(N-methylimidazole)₂(SbPh₃)₂] and trans,cis,cis-[RuCl₂(4-methylpyrimidine)₂(SbPh₃)₂]. The role of C/H...N and C/H...Cl interactions in pyrimidine pairings and in tuning the angular approach of imidazole residues to metals. *Inorganica Chimica Acta*. **339**, 89-103.
- [152] Issa, Y.M., El Ansary, A.L., Sherif, O.E., Hassib, H.B. (2011). Charge-transfer complexes of pyrimidine Schiff bases with aromatic nitro compounds. *Spectrochimica Acta Part A*. **79**, 513–521.
- [153] Ray, S., Jana, S., Jana, A., Konar, S., Das, K., Chatterjee, S., Butcher, R.J., Kar, S.K. (2012). Dicopper(II) complexes of a tridentate pyrimidine derived Schiff base ligand: Syntheses, crystal structures and catalytic reactions. *Polyhedron*. **46**, 74–80.
- [154] Xu, Q., Liu, X., Li, H., Yin, L., Hu, X. (2013). Electrochemical determination of purine and pyrimidine DNA bases based on the recognition properties of azocalix[4]arene. *Biosensors and Bioelectronics*. **42**, 355–361.
- [155] Kılıç, H. (2013). Electronic absorption study on hydration, solvation behavior for some keto and thioketo pyrimidine derivatives. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **104**, 328–336.
- [156] Hadad, C., Achelle, S., Lopez-Solera, I., Garcia-Martinez, J.C., Rodriguez-Lopez, J. (2013). Metal cation complexation studies of 4-arylvinyl-2,6-di(pyridin-2-yl) pyrimidines: Effect on the optical properties. *Dyes and Pigments*. **97**, 230-237.
- [157] Mamtamin, X., Matsidik, R., Nurulla, I. (2010). New soluble rigid rod copolymers comprising alternating 2-amino-pyrimidine and phenylene repeat units: Syntheses, characterization, optical and electrochemical properties. *Polymer*. **51**, 437–446.

- [158] Gaber, M., Mansour, I.A., El-Sayed, Y.S.Y. (2007). Spectrophotometric, conductometric and thermal studies of Co(II), Ni(II) and Cu(II) complexes with 2-(2-hydroxynaphthylazo)-4-hydroxy-6-methyl-1,3-pyrimidine. *Spectrochimica Acta Part A*. **68**, 305–311.
- [159] Masouda, M.S., Ramadana, A.M., El-Ashry, G.M. (2013). Thermal properties of some pyrimidine, purine, amino-acid and mixed ligand complexes. *Thermochimica Acta*. **551**, 164–174.
- [160] Ray, S., Konar, S., Jana, A., Jana, S., Patra, A., Chatterjee, S., Golen, J.A., Rheingold, A.L., Mandal, S.S., Kar, S.K. (2012). Three new pseudohalide bridged dinuclear Zn(II), Cd(II) complexes of pyrimidine derived Schiff base ligands: Synthesis, crystal structures and fluorescence studies. *Polyhedron*. **33**, 82–89.
- [161] Costamagna, J., Barroso, N.P., Matsuhira, B., Villagrfin, M. (1998). Copper(II) complexes with aminosugar derived Schiff bases as ligands. *Inorganica Chimica Acta*. **273**, 191-195.
- [162] Sönmez, M. (2003). Synthesis and Spectroscopic Studies of Cu(II), Co(II), Ni(II), and Zn(II) Schiff Base Complexes From 1-Amino-5-Benzoyl-4-Phenyl-1H-Pyrimidine-2-one with 2-Hydroxynaphthaldehyde. *Polish J. Chem.* **77**, 397-402.
- [163] Aslanoğlu, F., Akbaş, E., Sönmez, M., Anıl, B. (2007). Studies on Reactions of Pyrimidine Compounds: Synthesis and Reactions of 5-Benzoyl-4,6-Diphenyl-1,2,3,4-Tetrahydro-2-Thioxopyrimidine. *Phosphorus, Sulfur, and Silicon*. **182**, 1589–1597.
- [164] Temirci, C., Gülcan, M., Goksen, K., Sönmez, M. (2010). Ohmic and rectifier properties of Al/Ligand(N-APTH) and Al/Cu(II)Complex contacts. *Microelectronic Engineering*. **87**, 2282–2287.
- [165] Temirci, C., Gülcan, M., Goksen, K., Sönmez, M. (2011). Metal/semiconductor contact properties of Al/Co(II)complex compounds. *Microelectronic Engineering*. **88**, 41–45.

- [166] Hueso-Urena, F., Illan-Cabeza, N.A., Moreno-Carretero, M.N., Martinez-Martos, J.M., Ramirez-Exposito, M.J. (2003). Synthesis and spectroscopic studies on the new Schiff base derived from the 1:2 condensation of 2,6-diformyl-4-methylphenol with 5-aminouracil (BDF5AU) and its transition metal complexes Influence on biologically active peptides-regulating aminopeptidases. *Journal of Inorganic Biochemistry*. **94**, 326–334.
- [167] Gupta, S., Pal, S., Barik, A.K., Hazra, A., Roy S., Mandal, T.N., Shie-Ming, P. Gene-Hsiang, L., El Fallah, M.S. Tercero, J., Kar, S.K. (2008). Synthesis, characterization and magnetostructural correlation studies on three binuclear copper complexes of pyrimidine derived Schiff base ligands. *Polyhedron*. **27**, 2519–2528.
- [168] El-Wahab, Z.H.A. (2008). Complexation of 4-amino-1,3 dimethyl-2,6 pyrimidine-dione derivatives with cobalt(II) and nickel(II) ions: synthesis, spectral, thermal and antimicrobial studies. *Journal of Coordination Chemistry*. **61**, 1696–1709.
- [169] Ummathur, M.B., Sayudevi, P., Krishnankutty, K. (2009). Schiff Bases of 3-[2-(1,3-Benzothiazol-2-Yl)Hydrazinylidene] Pentane-2,4-Dione With Aliphatic Diamines And Their Metal Complexes. *The Journal of the Argentine Chemical Society*. **97**, 31-39.
- [170] Keypour, H., Salehzadeh, S., Pritchard, R.G., Parish, R.V. (2001). Synthesis and Crystal Structure Determination of a Nickel(II) Complex of an Acyclic Pentadentate (N5) Mono Schiff Base Ligand. *Molecules*. **6**, 909-914.
- [171] Cinarli, A. Gürbüz, D., Tavman, A., Birteksöz, A.S. (2011). Synthesis, Spectral Characterizations and Antimicrobial Activity of Some Schiff Bases of 4-Chloro-2-Aminophenol. *Bull. Chem. Soc. Ethiop*. **25**, 407-417.
- [172] Hacıyusufoğlu, M.E. (2003). β -Diketonlardan Türeyen N-Aminopirimidin Schiff Baz Komplekslerinin Sentezi ve Bazı Özelliklerinin İncelenmesi. Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, Van.

- [173] Patel, N.H., Parekh, H.M., Patel, M.N. (2005). Synthesis, characterization and biological evaluation of manganese(II), cobalt(II), nickel(II), copper(II), and cadmium(II) complexes with monobasic (NO) and neutral (NN) Schiff bases. *Transition Metal Chemistry*. **30**, 13–17.
- [174] Levent A. (2001). Süstitüe salisilaldehitlerin 1-amino-5-benzoil-4-fenil-1H-pirimidin-2-on ile schiff bazlarının Cu(II), Co(II), Ni(II) ve Zn(II) komplekslerinin sentezi ve karakterizasyonu. Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, Van.
- [175] Singh, V.P., Singh, S., Singh, D.P., Tiwari, K., Mishra, M. (2014). Synthesis, spectroscopic (electronic, IR, NMR and ESR) and theoretical studies of transition metal complexes with some unsymmetrical Schiff bases. *Journal of Molecular Structure*. **1058**, 71–78.
- [176] Çelikel, H.G. (2011). Pirimidin Halkalı Schiff Bazı ve Metal Komplekslerinin Sentezi. Gaziantep Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, Gaziantep.
- [177] Tunç, A. (2014). N-Aminopirimidin-2-tiyon ile 2-Hidroksi-5-metoksibenzaldehit'ten Türeyen Yeni Bir Schiff Bazı ve Bazı Metal Komplekslerinin Sentezi. Gaziantep Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, Gaziantep.
- [178] Issa, Y.M., Hassib, H.B., Abdelaal, H.E. (2009). ¹H NMR, ¹³C NMR and mass spectral studies of some Schiff bases derived from 3-amino-1,2,4-triazole. *Spectrochimica Acta Part A*. **74**, 902–910.
- [179] Dziembowska, T., Szafran, M., Katrusiak, A., Rozwadowski, Z. (2009). Crystal structure of and solvent effect on tautomeric equilibrium in Schiff base derived from 2-hydroxy-1-naphthaldehyde and methylamine studied by X-ray diffraction, DFT, NMR and IR methods. *Journal of Molecular Structure*. **929**, 32–42.
- [180] Balci, M. (2005). Basic ¹H- and ¹³C-NMR Spectroscopy. Elsevier.

- [181] Matijevic-Sosa, J., Vinkovic, M., Vikić-Topić, D. (2006). NMR Spectroscopy of 2-Hydroxy-1-naphthylidene Schiff Bases with Chloro and Hydroxy Substituted Aniline Moiety. *Croatica Chemica Acta Ccacia* **79**, 489-495.
- [182] Taşkın O.K., Öztürk, Ö.F., Canpolat, E. (2012). Yeni Bir Schiff Bazı ve Geçiş Metalleri ile Oluşturdukları Komplekslerin Sentezi ve Karakterizasyonu. *BEU Journal of Science*. **1**, 34-39.
- [183] Anaconda, J.R., Martell, T., Sanchez, I. (2005). Metal complexes of a new ligand derived from 2,3-quinoxalinedithiol and 2,6-bis(bromomethyl)pyridine. *J.Chil.Chem.Soc.* N 1.
- [184] Lever, A.B.P. (1984). *Inorganic Electronic Spectroscopy*. Amsterdam: Elsevier
- [185] Emara, A.A.A., Adly, O.M.I., (2007). Synthesis and spectroscopic studies of new binuclear transition metal complexes of Schiff bases derived from 4,6-diacetylresorcinol. *Trans. Met. Chem.* **32**, 889-901.
- [186] Zanello, P. (2003). *Inorganic Electrochemistry; Theory, Practice and Application*, *The Royal Society of Chemistry*, Cambridge.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı ve Soyadı : Mehmet Emin HACIYUSUFOĞLU
Uyruğu : T.C.
Doğum yeri ve Tarihi : Ahlat 16/08/1978
Evlilik Durumu : Evli
Telefon : +90 532 6727996
Email : mehaciyusufoglu@hotmail.com

EĞİTİM BİLGİLERİ

	Mezun olduğu okul	Mezuniyet yılı
Doktora	Gaziantep Üniversitesi	2015
Yüksek Lisans	Yüzüncü Yıl Üniversitesi	2003
Lisans	Karadeniz Teknik Üniversitesi	2000

İŞ TECRÜBESİ

	Görevi
2013-Halen	Düzce Üniversitesi Akçakoca MYO, Öğr.Gör., Düzce
2004-2009	Ereksu Su Entegre Tesisi, Mesul Müdür, Van

YAYINLAR

- Y.1. Sönmez, M., **Hacıyusufoglu, M.E.**, “Synthesis and characterization of Cu(II), Co(II), Ni(II)and Zn(II) Schiff base complexes derived from acetylaceton with 1-amino-5-benzoyl-4-phenyl-1H pyrimidine-2-one ” *Asian J. of Chem.*, 18, 3, 2032-2036 (2006).

- Y.2. Ümit Ceylan, **Mehmet Emin Hacıyusufoglu**, Mehmet Sönmez, Serife Pınar Yalçın, Namık Özdemir. Corrigendum to “Experimental and Theoretical studies of (*E*)-1-(2-hydroxybenzylideneamino)-5-(4-methoxybenzoyl)-4-(4-methoxyphenyl)pyrimidin-2(1*H*)-one”. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 141 (2015) 307–315 .
- P.1. Mehmet Sönmez ve **Mehmet Emin Hacıyusufoglu**. "1-(5-Benzoil-4-fenil-2-oxo-1,2-dihidro-pirimidinil-amino)-1-fenil-2-benzoiletin'in Cu(II), Co(II) ve Ni(II) Komplekslerinin Sentezi ve Karakterizasyonu", XVII. Ulusal Kimya Kongresi, sayfa 221, İstanbul, Eylül, 2003.
- P.2. Ahmet Oral Sarıoğlu, **Mehmet Emin Hacıyusufoglu**, Mehmet Sönmez and İsmet Berber “Synthesis, Characterization and Biological Activity of Derivatives Aniline of Structure Bis-*N*-Carboxamide” 10th International Symposium on Pharmaceutical Sciences (ISOPS-10) in Ankara, June 26-29, 2012.
- P.3. **Mehmet Emin Hacıyusufoglu**, Zülbiye Önal, Mehmet Sönmez. “Pirimidin Halkalı ONO Tridentat Yapılı Pd(II), Cu(II), Co(II) ve Ni(II) Schiff Bazı Komplekslerin Sentezi ve Karakterizasyonu” IV. Anorganik Kimya Kongresi, Tokat, 30 Mayıs 2013.
- P.4. Aydın Tunç, **Mehmet Emin Hacıyusufoglu**, Mehmet Sönmez. “Merkaptopirimidin Halkalı Yeni Schiff Bazı ve Bazı Metal Komplekslerinin Sentezi ve Karakterizasyonu” IV. Anorganik Kimya Kongresi, Tokat, 30 Mayıs 2013.
- P.5. Ümit Ceylan, **Mehmet Emin Hacıyusufoglu**, Mehmet Sönmez, Şerife Pınar Yalçın, Namık Özdemir “Synthesize, X-ray Structure and DFT Studies of 1-amino-5-(4-methoxybenzoyl)-4-(4-methoxyphenyl) pyrimidine-2(1*H*)-one” 4th National Crystallographic Meeting, Diyarbakır, 17-19 Mayıs 2014, sayfa 119.
- P.6. Şerife Pınar Yalçın, Mehmet Sönmez, Ümit Ceylan, **Mehmet Emin Hacıyusufoglu**, Hatice Karavelioğlu “Synthesize, EPR Studies And Molecular Calculations of *N*-Aminopyrimidine Salicylaldiminato Copper (II) Complex” Molecular Electronic Structure at Amasya, Amasya, 1-5 Sept. 2014.
- P.7. **Mehmet Emin Hacıyusufoglu**, Mehmet Sönmez, İsmet Berber, Zülbiye Önal. “Synthesis, evaluation of the antioxidant activity of new ONO donor heterocyclic Schiff base and its novel Cu(II) complex” *Fourth International Meeting on Pharmacy & Pharmaceutical Sciences (IMPPS-4)* İstanbul, 18-21 September 2014, p:160.
- P.8. **Mehmet Emin Hacıyusufoglu**, Mehmet Sönmez, Zülbiye Önal. “1-(2-hidroksi-5-metoksibenzilidenamino)-5-(4-metoksibenzoil)-4-(4-metoksifenil) pirimidin-2(1*H*)-on Schiff Bazı ve Co(II), Ni(II), Cu(II), Pd(II) Komplekslerin Sentezi ve Karakterizasyonu”.V. Ulusal Anorganik Kimya Kongresi Mersin, 22-25 Nisan 2015, sayfa 114.

YABANCI DİL BİLGİSİ

İngilizce, (ÜDS : 70)

HOBİLER

Arıcılık, Satranç