



T.C.
SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NAFTİLALDEHİTTEN ELDE EDİLEN SCHİFF
BAZLARININ METAL KOMPLEKSLERİNİN
SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**

Aylin ÇALIŞ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
Kimya Anabilim Dalını

AĞUSTOS-2019
KONYA
Her Hakkı Saklıdır

TEZ KABUL VE ONAYI

Aylin ÇALIŞ tarafından hazırlanan " Naftilaldehitten Elde Edilen Schiff Bazlarının Metal Komplekslerinin Sentezi Ve Karakterizasyonu" adlı tez çalışması 26/08/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

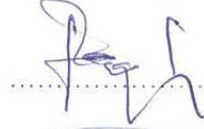
Jüri Üyeleri

Başkan
Doç.Dr.Nuriye KOÇAK

Danışman
Prof.Dr.Ersin GÜLER

Üye
Doç.Dr.Ahmed Nuri KURŞUNLU

İmza



Yukarıdaki sonucu onaylım.

Prof. Dr. Mustafa YILMAZ
FBE Müdürü

Bu tez çalışması S.Ü. BAP tarafından 18201077 nolu proje ile desteklenmiştir.

TEZ BİLDİRİMİ

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

DECLARATION PAGE

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.



Aylin ÇALIŞ
26/08/2019

ÖZET**NAFTİLALDEHİTTEN ELDE EDİLEN SCHIFF BAZLARININ METAL
KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**

Aylin ÇALIŞ
Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ersin GÜLER

2019, 60 Sayfa

Jüri
Prof.Dr.Ersin GÜLER
Doç.Dr. Ahmed Nuri KURŞUNLU
Doç.Dr.Nuriye KOÇAK

Bu çalışmanın ilk aşamasında 1-hidroksinaftilaldehit ile iki farklı kloroetilamin hidroklorür tuzu ve bromoetilamin hidrobromür tuzu kullanılarak iki Schiff bazı bileşikler sentezlendi. Çalışmanın ikinci aşamasında ise elde edilen bileşikler Ni(II), Co(II), Mo(II), Cu(II), Zn(II) kompleksleri uygun şartlarda hazırlandı. Hazırlanan bu iki ligand ve komplekslerinin karakterizasyonu manyetik süssebtibilite, erime noktası tayini ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve FT-IR gibi yöntemler kullanılarak gerçekleştirildi.

Anahtar Kelimeler: 1-hidroksinaftilaldehit, Bromoetilamin, Kloroetilamin İnfrared, Kompleks, NMR, Schiff Bazı

ABSTRACT**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF SCHIFF BASES METAL COMPLEXES
OBTAINED FROM NAFTYLALDEHYDE****Aylin ÇALIŞ****SELÇUK UNIVERSITY Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Chemistry****Advisor: Prof. Dr. Ersin GÜLER
2019, 60 Pages****Jury****Advisor Prof. Dr. Ersin GÜLER
Assoc. Doç. Dr. Nuriye KOÇAK
Assoc. Doç. Dr. Ahmed Nuri KURŞUNLU**

In the first step of this study, two Schiff base compounds were synthesized by using 1-hydroxynaphthylaldehyde and two different chloroethylamine hydrochloride salts and the bromoethylamine hydrobromide salt. In the second phase of the study, the obtained compounds Ni(II), Co(II), Mo(II), Cu(II), Zn(II) complexes were prepared under suitable conditions. The characterization of these two ligands and their complexes was carried out using magnetic susceptibility, melting point determination using ¹H-NMR, ¹³C-NMR and FT-IR.

Keywords: ¹-Hydroxynaphthylaldehyde, Bromoethylamine, Chloroethylamine Infrared, Complex, NMR, Schiff Bases

ÖNSÖZ

Yüksek lisans çalışmamın yönetimini üstlenen ve çalışmalarımın her safhasında ilgisini, yardımını ve desteğini esirgemeyen çok değerli hocam Sayın Prof. Dr. Ersin GÜLER'e sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmamın sürem boyunca bana çalışma ortamının hazırlanmasında yardımlarını esirgemeyen sayın Doç. Dr. Ahmed Nuri KURŞUNLU'ya sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Tez süresince çalışmalarımı izleyen ve ilgi ve alakalarını esirgemeyen Selçuk Üniversitesi Kimya Bölümü'ndeki tüm hocalarıma teşekkür ederim.

Ayrıca hayatım boyunca her daim maddi manevi desteklerini esirgemeyen anneme, babama ve kız kardeşlerime sevgilerimi sunar teşekkür ederim.

Aylin ÇALIŞ

Ağustos-2019
KONYA

İÇİNDEKİLER

TEZ BİLDİRİMİ	ii
DECLARATION PAGE	ii
ÖZET	iii
ABSTRACT.....	iv
ÖNSÖZ	v
İÇİNDEKİLER	vi
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	ix
Çizelge Listesi.....	x
Şekil Listesi.....	xi
1. GİRİŞ	1
1.1. Schiff Bazları	1
1.1.1. Schiff bazları ve özellikleri.....	1
1.1.2. Schiff bazının reaksiyon mekanizması	3
1.1.3. Schiff bazı sentezleri.....	4
1.1.4. Schiff bazlarının spektroskopik özellikleri.....	6
1.1.5. Schiff bazlarının metal kompleksleri.....	6
1.1.6. Schiff bazlarının kullanım alanları	7
1.1.7. Schiff bazlarının fiziksel özellikleri.....	8
1.1.8. Schiff bazlarının kimyasal özellikleri	8
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	10
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	12
3.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler ve Cihazlar	12
3.1.1. Kullanılan kimyasal maddeler	12
3.1.2. Kullanılan cihazlar	13
4. DENEYSEL BÖLÜM.....	14
4.1. Schiff Bazlarının Elde Edilmesi.....	14
4.1.1. (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazının sentezi.....	14
4.1.2. (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazının sentezi.....	15
4.1.3. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Zn(II) kompleksinin sentezi.....	16
4.1.4. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Ni (II) kompleksinin sentezi.....	17
4.1.5. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Mo (II) Kompleksinin Sentezi	18

4.1.6. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Cu(II) Kompleksinin Sentezi	19
4.1.7. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Co(II) Kompleksinin Sentezi	20
4.1.8. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Zn(II) Kompleksinin Sentezi	21
4.1.9. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Ni (II) Kompleksinin Sentezi	22
4.1.10. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Mo(II) Kompleksinin Sentezi	23
4.1.11. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Cu(II) Kompleksinin Sentezi	24
4.1.12. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Co(II) Kompleksinin Sentezi	25
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	26
5.1. ¹ H-NMR Spektrumu İle İlgili Yorumlar	26
5.2. ¹³ C-NMR Spektrumu İle İlgili Yorumlar	27
5.3. FT-IR Spektrumu İle İlgili Yorumlar	27
5.4. Öneriler	31
KAYNAKLAR	33
EKLER	35
EK-1 (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı FT-IR Spektrumu 35	
EK-2 Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Ni(II) kompleksi FT-IR Spektrumu.....	36
EK-3 Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Mo(II) kompleksi FT-IR Spektrumu.....	37
EK-4 Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Cu(II) kompleksi FT-IR Spektrumu.....	38
EK-5 Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Co(II) kompleksi FT-IR Spektrumu.....	39
EK-6 Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Zn(II) kompleksi FT-IR Spektrumu.....	40
.....	40
EK-7 (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı FT-IR Spektrumu	41
EK-8 Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Ni (II) Sentezi FT-IR Spektrumu	42

EK-9 Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Mo(II) Sentezi FT-IR Spektrumu	43
EK-10 Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Cu(II) Sentezi FT-IR Spektrumu	44
EK-11 Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Co(II) Sentezi FT-IR Spektrumu	45
EK-11 Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Zn(II) Sentezi FT-IR Spektrumu	46
EK-13 ¹H-NMR Spektrumları.....	47
(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı	47
(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı	48
.....	48
Ek-14 ¹³C-NMR Spektrumları.....	49
(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı	49
(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı	50
ÖZGEÇMİŞ	51

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

mmol:	Milimol
ml:	Mililitre
g:	Gram
°C:	Santigrat Derece
ppm:	Parts per million (Milyonda bir birim)

Kısaltmalar

FT-IR:	Fourier Transform Infrared Spektroskopisi
UV-Vis:	Ultraviyole-Görünür Bölge Spektroskopisi
¹ H-NMR:	HidrojenNükleer Manyetik Rezonans
NMR:	Nükleer Manyetik Rezonans
CDCl ₃ :	Dötörökloroform
DMSO:	Dimetilsülfoksit
E.N:	Erime Noktası
pH:	Hidrojen iyonu derişiminin eksi logaritması

Çizelge Listesi

Çizelge 4.1. (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol bileşiğinin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.2. (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol bileşiğinin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.3. (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Zn(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.4. (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Ni(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.5. (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Mo(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.6. (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Cu(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.7. (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Co(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.8. (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Zn(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.9. (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Ni(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.10. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Mo(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.11. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Cu(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.12. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Co(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Şekil Listesi

Şekil 1.1. Schiff bazlarının yapısı

Şekil 1.2. Schiff bazı reaksiyon mekanizması

Şekil 1.3. Schiff bazlarının oluşum mekanizmaları

Şekil 2.1. Glisin temelli bir Schiff bazı

Şekil 2.2. Komplekslerin manyetik özellikleri

Şekil 4.1. (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazının sentez reaksiyonu

Şekil 4.2. (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazının sentez reaksiyonu

Şekil 4.3. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Zn(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

Şekil 4.4. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Ni(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

Şekil 4.5. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Mo(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

Şekil 4.6. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Cu(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

Şekil 4.7. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Co(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

Şekil 4.8. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Zn(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

Şekil 4.9. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Ni(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

Şekil 4.10. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Mo(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

Şekil 4.11. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Cu(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

Şekil 4.12. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Co(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

1. GİRİŞ

İlk başta 1864 yılında Nobel ödüllü Alman kimyager Hugo Schiff tarafından Schiff bazları sentezlenmiştir. Ketonların veya aldehitlerin aminlerle nükleofilik katılması sonucunda elde edilmiştir. Karbon ve azotun oluşturduğu bağda çift bağ (-CH=N-) içerirler. Aldehitlerle meydana gelen reaksiyon sonucunda oluşan bağ aldimin ya da azometin olarak adlandırılır. Ketonlarla reaksiyon sonucunda oluşan bağa ise imin denir. Kararlı ve kolay sentezlenebilirler.

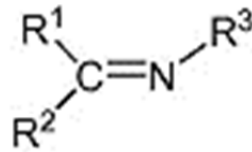
Schiff bazları içerdikleri $-C=N-$ grubunun metal iyonlarıyla kompleks oluşturma yetenekleriyle yapılarında döner (elektron verici) azot atomları içermesidir. Ligandlar kompleks bileşiği oluşturma sırasında metal iyonuna bir ya da birden fazla elektron çifti aktarabilirler.

Çalışmalarımızda 2-hidroksi 1-Naftaldehit ile kloroetilamin hidroklorür ve bromoetilamin hidrobromürün ayrı ayrı tepkimeleri sonucunda Schiff bazı bileşikleri elde edilmiştir. Elde ettiğimiz ve ligand özelliği taşıyan Schiff bazları ağır metallerin asetat tuzlarıyla metal kompleksleri elde edilmiştir. Elde edilen tüm bileşiklerin yapı aydınlatma çalışmaları enstrümental analiz ve analitik yöntemler kullanılarak yapılmıştır. $^1H-^{13}C$ -NMR analizleri yapılarak; elde ettiğimiz ligandlar ve kompleksler hakkında yorumlamalar yapılmıştır. Başka bir analiz metodu olan IR sonuçları ile elde edilen ligand ve komplekslerin yapıları kanıtlanmıştır

1.1. Schiff Bazları

1.1.1. Schiff bazları ve özellikleri

Schiff bazlarının yapısı gösterilen Şekil 1.1. 'da keton veya aldehitlerin aminlerle nükleofilik katılma reaksiyonlarıyla elde edilir oluşan karbon azot çifte bağı (-CH=N-) içerirler.



$R^1, R^2, \text{ and/or } R^3 = \text{alkyl or aryl}$

Şekil 1.1. Schiff bazlarının yapısı(Karaca 2018)

Schiff bazlarının genel gösterimi $RCH=NR'$ şeklindedir. Formüldeki R ve R' alkil veya aril sübstütientleridir. Schiff bazları aminotiyoller, aminoalkollere,asetil aseton veya salisilaldehitin katılması sonucunda oluşturulabilir.

Aldehit ve aminlerin farklı türünün olmasından ötürü çok sayıda imin türevleri elde edilmiştir. Fakat her imin grubunun da iyi bir ligand olduğu düşünülmemelidir. Örneğin $Ar-CH=N-Ar$, $Ar-CH=N-R$ gibi fonksiyonel grup olarak sadece imin grubu içeren Schiff bazları içinde en iyi ligandlar imin grubuna orto konumuna $-NH_2$, $-SH$, $-OCH_3$, $-OH$ gibi grupları içerenlerdir.

İminler azot atomunun üzerinde bulunan bir çift elektron ile kuvvetli ligandlar olarak kabul edilir. Kompleks elde edilirken imin içerikli bu ligandlar metal atomuna kolayca elektron verebilirler. Bu bileşikler çok dişli ligandlar olması sebebi ile iki, dört, altılı koordinasyon oluşturacak şekilde kararlı bileşikler oluşturabilir. Azometin gruplarına ilaveten ligandda diş sayısını arttırabilmek için farklı fonksiyonel gruplar içermesi tercih edilir. Bu gruplar genel olarak oksijen atomu içeren hidroksil grubudur.

Primer aminler ile karbonil içeren ($C=O$) grupların reaksiyonuyla oluşan Schiff bazları iki temel gruba ayrılabilir. Birinci grupta, kondenzasyon reaksiyonu takiben bir amin-karbonil ara bileşiği elde edilirken, ikinci grupta ise bir mol suyun uzaklaştırılmasıyla Schiff bazları elde edilmektedir. Bu reaksiyon tıpkı hidrazonların, semikarbazonların ve oksimlerin elde edilmiş prosedürleri ile aynıdır.

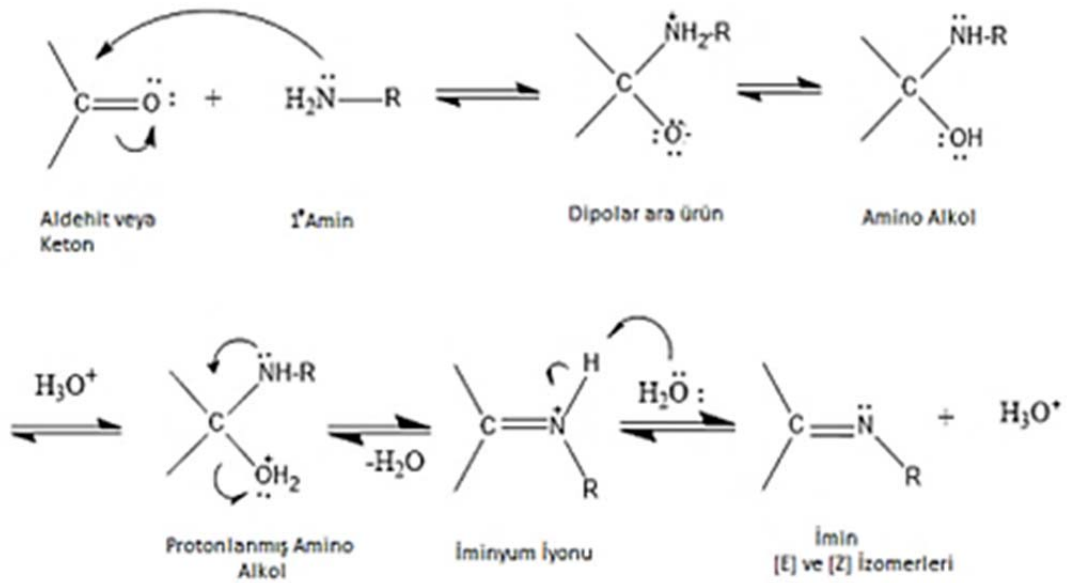
Schiff bazlarının kondenzasyon tepkimeleri sonucunda elde edilen aril sübstitüe N-alkil veya imin yapısındaki tepkime dengesi genellikle sulu çözeltilerde hidrolizi tercih eder. Kondenzasyon tepkimesi suyun destilasyon yöntemi sayesinde ortamdan ayırabildiği çözücülerde uygulanır. Sübstitüent taşımayan, α -pozisyonundaki aldehitler genellikle aminlerle başarılı kondenzasyon tepkimesi yapmaya eğilimli değildirler. Bunun sebebi, başlangıçtaki Schiff bazları daha sonra dimerizasyon veya polimerizasyon tepkimelerine girebilirler. Karbonil bileşiklerinin primer aminlerle kondenzasyon reaksiyonları sonucunda meydana gelen aril veya N-alkil sübstitüenin

imin yapısındaki Schiff bazının kondenzasyon tepkime dengesi kısmen sulu çözeltilerinde büyük oranda hidrolize olmaya eğilimlidir.

İmin ve metal komplekslerinin farklı proseslerinde, ilaç endüstrisinde, polimer üretiminde ve sanayinin pek çok alanında kullanımının artışı antimikrobiyal ve antifungal aktiviteleri bu bileşiklere olan ilgiyi arttırmıştır. Özellikle sıvı kristal üzerine yapılan akademik çalışmalarda imin bileşiklerinin kullanımı önemli ölçüde artmıştır. Uçak yapımında sıvı kristaller kullanılmaktadır. (Kocyigit and Güler 2010)

1.1.2. Schiff bazının reaksiyon mekanizması

Genellikle Schiff bazı reaksiyonları pH=4 ve pH=5 arasında en hızlı şekilde gerçekleşir. Çok düşük ve çok yüksek pH'da ise imin oluşumu yavaştır. İminin oluşturulması için tavsiye edilen mekanizma incelenirse asit katalizörünün niçin gerekli kılındığını bulabiliriz. Şekil 1.2.' da reaksiyonun mekanizması gösterilmiştir. Buradaki en önemli basamak mekanizmada gösterilen, protonlanma olmuş alkolün su (H_2O) molekülünü kaybederek iminyum iyonuna dönüşmesidir. Ayrılması güç olan grubu (OH^-) iyi ayrılan bir gruba (OH_2^+) çevirerek asit alkol grubu protonlanır. Ancak hidronyum iyonun konsantrasyonu yüksek ise tepkime oldukça ağır ilerler. Bunun nedeni aminin kendisi önemli oranda protonlanır ve bu da ilk basamakta gerekli nükleofil derişimini azaltacak bir etkidir. Hidronyum iyon derişimi çok az ise reaksiyon yine yavaşlar, nedeni protonlanmış aminoalkol derişimi azalır. Bu sebeple en uygun pH değeri 4 ila 5 arasındadır.



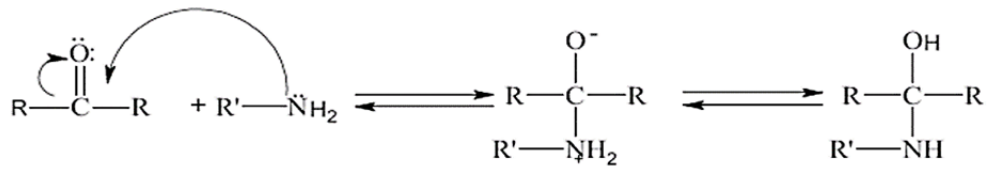
Şekil 1.2. Schiff bazı reaksiyon mekanizması

1.1.3. Schiff bazı sentezleri

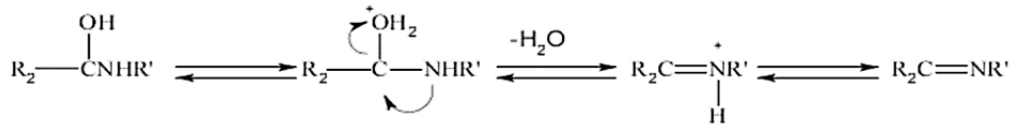
Schiff bazlarında primer amin içeren gruplara aromatik veya alifatik aldehit maddelerinin katılma tepkimesinden suyun ayrılması sonucunda elde edilir. Şekil 1.3.' da Schiff bazının sentezi gösterilmiştir. Örneğin aminotioller, amino alkollere, asetofenon veya benzaldehit ve benzerleri maddelerini katılması ile Schiff bazları elde edilebilir.

Amonyakla tepkimesi sonucunda meydana gelen Schiff bazları dayanıklı değildir bir süre bekletilip bakıldığında polimerleşme meydana getirebilirler. Karbonil bileşikleri primer aminlerin reaksiyonu sonucunda meydana gelen Schiff bazlarının oluşum mekanizması iki adımlıdır. İlk adımda, primer aminle karbonilin kondensasyon reaksiyonu sonucunda bir karbinolamin ara ürünü oluşmaktadır. Diğer adımda ise bu karbinolamin ara ürünün dehidratasyonu (su açığa çıkması) tepkimesi sonrasında Schiff bazı oluşmaktadır. Şekil 1.3. 'da Schiff bazlarının oluşum mekanizmaları gösterilmiştir.

1.Basamak: katılma



2.Basamak: ayrılma



Şekil 1.3. Schiff bazlarının oluşum mekanizmaları

Aminler, amonyak ve diğer benzer bileşikler azot atomu ortaklanmamış elektron içermektedir ve karbonil karbonuna karşı nükleofil(elektron salıcı) görev yapmaktadır. Tepkimesi sonucunda ilk meydana gelen dört yüzlü katılma ürünü bir yan asetale benzer, fakat oksijenlerden birisinin yerine -NH gelmiştir. İminler oksijen yerine -NR grubunun geçtiği karbonil bileşiklerine benzemektedir. Oluşan ürünler biyokimyasal tepkimelerde, çok sayıda enzimde bulunan amino grubuna karbonil bileşiklerinin bağlanmasında önemli ara ürünleridir.

Karbonil bileşikleri ile primer aminlerin kondensasyonunda meydana gelen N-alkil veya aril sübstitüe imin yapısındaki Schiff bazlarının kondensasyonunda tepkime dengesi sulu ve nispeten sulu çözeltilerde büyük oranda hidrolize kaymaya meyillidir. İmin vermek hususunda ketonlar aldehitlerden daha pasiftirler. Asit katalizörü tercih edilerek yüksek sıcaklıkta ve çok uzun sürede reaksiyon gerçekleşerek tepkimeden suyun uzaklaştırılmasıyla, oldukça verimle Schiff bazları elde edilebilir. Ketonların daha pasif olmaları sebebiyle, aldehitlere nispeten sterik bakımdan engel teşkil etmesiyle durum açıklanabilmektedir. İminlerin hidroliz ve kondensasyon hızlarına asidin ortamda bulunmasından dolayı, mekanizma hakkında çok sayıda ipucu çıkarılmıştır.

Genel olarak kondensasyon, hidroliz ve aldol kondensasyonundan kaçınmak için orta bazik çözeltilerde(katalizsiz) pH' dan bağımsız bir reaksiyon gösterir.

Nötr ve asit özellik gösteren çözeltilerde ise asit katalizli tepkime meydana gelir. Orta seviyede asit çözeltilerde ise hem hidroliz hem de kondensasyon hızı asiditenin

artması durumunda artar. Ancak iminler bulunduğunda da kuvvetli asitler tercih edilmemelidir. Çünkü zayıf asitlerle olumlu sonuçlar alınabilmektedir.

1.1.4. Schiff bazlarının spektroskopik özellikleri

Schiff bazlarının spektroskopik özelliklerinin ilgi çekiyor olmaları biyokimya ve aynı zamanda analitik uygulamalarda önemli rol oynadıkları için tercih edilir. Aromatik azometinlerin NMR çalışmaları, hidroksi ve azot grubu arasında hidrojen bağı içerdiği için meydana gelir. Fakat Hammett, σ sabitiyle azometin protonunun kimyasal kaymasına substituent etkilerini ilişkilendirip incelemiştir ve aldehit halkasındaki para substituentlerle bir ilişkisinin olduğunu göstermiştir. Azometinlerin NMR spektrumları, aromatik aldehit halkasında para substitusyonunun, substituentlerin konjugatif etkisi ile aynı doğrultuda azometin protonunun kimyasal kaymasında değişiklik olduğunu göstermektedir.

Hidroksil grubu bulduran Schiff bazlarının IR spektrumları, karakteristik $\nu(\text{C}=\text{N})$ ve $\nu(\text{OH})$ frekanslarının gözlemlenmesi amacıyla alınır. Ayrıca, orto-hidroksi grubu hidrojeni ile azometin azotu arasındaki muhtemel hidrojen bağı oluşumundan kaynaklanan $\nu(\text{OH})$ frekansındaki kaymalar incelenir. Azometin azotu ile yapılan H bağından ötürü oluşan konjuge-kelat halka sisteminin yaklaşık $2700\text{-}2800\text{ cm}^{-1}$ aralığında bandı gözlenir ve 3500 cm^{-1} in üzerinde π bağında -OH grubuna ait geniş bir band gözlenir. Kompleks oluşumundan sonra -OH bandı kaybolur. Schiff bazlarının yapısındaki $-\text{N}=\text{C}-$ grubunun düzlem içi titreşimlerinden ileri gelen absorpsiyonlar çevresindeki elektronik değişikliklere aşırı duyarlı olup iminlerde yaklaşık $1640\text{-}1630\text{ cm}^{-1}$ de gözlenmektedir.

1.1.5. Schiff bazlarının metal kompleksleri

Koordinasyon bileşikleri sentezinde ligand olarak kullanılan Schiff bazlarıyla pek çok bilim insanı ilgilenmiş olup çok farklı sayıda kompleksler elde etmiş ve oluşturmuşlardır. Schiff bazlarının yapılarında oksokrom gruplar bulunduğunda, elde ettiğimiz ligandların metal kompleksleri renkli maddelerdir. Bu sebepten ötürü boya endüstrisinde en çokta tekstil boyacılığında pigment olarak kullanılmak amacıyla tercih edilmektedir. Schiff bazı komplekslerinin antikanser aktivite göstermesinden ötürü tıp dünyasındaki önemi de giderek artmaktadır. Aromatik aminler Schiff bazı kompleksleri,

bazı kimyasal reaksiyonlarda çeşitli substratlara oksijen taşıyıcı olarak ve kemoterapi tedavi alanında kullanılmaktadır.

Amin ve karbonil bileşikleri beş veya altılı şelat oluşturabilecek kapasitedeyse, metal iyonu ile kararlı bileşik yapabilirler. Metal-şelat teşekküllü çok sayıda önem arz eden biyolojik görevlerde yer almaktadır. Oluşan kompleks bileşiklerinin özellikleri kullanılan ligand ve metal iyonlarına göre farklılık göstermektedir.

Kompleksin kararlılığını kompleks oluşumu sırasında kullanılan metal iyonunun büyüklüğü, yükü ve iyonlaşma gerilimi etkilemektedir. Ligantlardan meydana gelen kompleksler, polimer teknolojisinde, tarım alanlarında, polimerler için anti-statik madde olarak ve içerilerinde bulunan bazı grupların özelliklerinden dolayı da boya endüstrisinde kullanılmaktadır (R. Allan, McCloy et al. 1992). Jack-Bean üreaz enzimi ve bazı hidrojenaz enzimleri içerisinde çok az miktarda Schiff bazı Ni(II) komplekslerine rastlanmıştır (İspir 2005).

1.1.6. Schiff bazlarının kullanım alanları

Schiff bazları; yararlı şelatlar olarak bilinir. Yapısal çeşitleri, hazırlanma kolaylığı, sterik ve elektronik kontrol mekanizmaları nedeniyle yararlı şelat olup avantaj sağlarlar. Bunlar "ayrıcılık ligand" olarak kabul edilirler ve çok yönlü sentezi ve iyi çözünürlüğü sayesinde oldukça çok kullanılırlar (Sangeeta, Ahmad et al. 2017).

Azometin türevlerinde, C=N bağı biyolojik aktivite için gereklidir. Azometinin azot atomu, normal hücre işlemlerinde bileşenlerin oluşumunda rol oynar ve etkileşime girer (Tan, Zhang et al. 2017). Bir azot halka sistemi ve fenol türevi içeren heterosiklik yapıların, antifungal, antioksidan, antibakteriyel, antitümör, anti-inflamatuar ve antipiretik uygulamalar gibi geniş bir biyolojik uygulama yelpazesine sahip olduğu biliniyor (Rakesh, H M et al. 2015). Birçok çalışmada Schiff bazlarının mükemmel şelatlama ajanları olması iyi antioksidan bileşik olduklarını gösterir (Rudbari, Irvani et al. 2016).

Schiff bazları ayrıca katalizör, organik sentezdeki ara maddeler, boya, pigment, polimer stabilizatörü ve korozyon inhibitörleri olarak kullanılırlar (Antony Shanty, Philip et al. 2016). Buna örnek verilecek olursa 2-hidroksi-1-naftaldehit ile 2-amino-5-nitrofenolün glikol ya da glikoleter içerisindeki reaksiyon sonucunda oluşan Schiff bazının Cr^{+3} kompleksi boya sanayinde çok sık kullanılmaktadır (Sharma, Handa et al.

1996). N-2-hidroksi-1-naftilmetiliden-2-hidroksi-5-Rsüstitüe anilinin, silisyum ve titan kompleksleri (ML₂) tekstil boyası olarak kullanılmaktadır. Yapılarında oksokrom grubu bulunduran Schiff bazları, ve bu Schiff bazlarından elde edilen metal kompleksleri renkli maddeler olduğu için boya sanayisinde özellikle de tekstil alanında boyar madde olarak tercih edilmektedir.

Schiff bazlarının ve komplekslerinin farklı heterosiklik yapılarla birlikte antikanser aktivitesinden ötürü tıp alanında önemi giderek artmaya başlamıştır. Kanserle savaşta reaktif olarak kullanılması için araştırmalara başlanmıştır.

1.1.7. Schiff bazlarının fiziksel özellikleri

C=N çift bağı etrafındaki dönmenin, C=C çift bağındakine göre kolay olması stereo izomerlerinin birbirine dönüşmesini sağlamaktadır. Bu daha elektronegatif olan azotun azometin bağında polarizasyona sebep olmasından kaynaklanmaktadır. Ancak iminlerin stereoizomerlerin aralarında enerji farkının çok düşük olması istisnalar dışında izole edilebilmesini mümkün kılmamaktadır. Azot atomunda elektronegatif bir grubun bulunması durumunda azometin bağı etrafında dönme kolaylığını azaltarak stereoizomerlerin eldesini sağlayabilmektedir.

Schiff bazları, genel olarak renkli ve saydam katılardır. Kesin erime noktalarına sahiptirler. Bu özellikleri karbonil bileşiklerinin tanınmasında ve metal miktarlarının tayininde kullanılmaktadırlar.

İminler azot atomunda hidrojen atomu içermedikleri için kararlıdırlar. Salisilaldimin bileşiğinin o-konumundaki hidroksil grubu protonunun ayrılması durumunda hidrojen üzerinde anyon durum meydana gelir, fenolik oksijen ise bağlı bulunduğu benzen halkasıyla kısmi bir çift bağ özelliği göstererek rezonansa girer ve halkayı elektronca zenginleştirir. Bu durum, aromatik halka üzerinde elektron veren veya çeken süstitüentleri de rezonans nedeniyle etkileyerek bir elektron çifti bulunan azot üzerinde de negatif yük birikimi oluşmasını sağlar.

1.1.8. Schiff bazlarının kimyasal özellikleri

Azot atomunda elektronegatifliği artıracak süstitüent olunca azometin bileşiğinin kararlılığı artmaktadır. Örneğin; azot atomunda hidroksil grubu taşıyan

oksimler ile -NH grubu taşıyan fenilhidrazon ve semikarbazonlar, azot atomunda alkil ya da aril süstitüent taşıyan Schiff bazlarına göre hidrolize çok daha dayanıklıdırlar. Schiff bazları alkalilere karşı oldukça kararlıdırlar. Ancak düşük pH durumunda hidrolize olurlar. Bunun sonucunda ise kendisini oluşturan karbonil ve amin bileşiğine ayrılırlar. Bu tepkime çift yönlüdür. Azot atomunda en az bir adet ortaklaşmamış elektron içeren elektronegatif özellik gösteren atomun kullanılması sonucunda tepkime meydana gelir ve tekrar hidroliz meydana gelmez ve oldukça yüksek verimle elde edilmiş olur.

Ayrıca azometin grubunun reaktivitesine etki eden faktörlerden biri de indüktif etkidir. Orto ve para süstitüe diaril ketiminler hidrolize karşı daha dayanıklıdırlar. Bunun nedeni fenol \leftrightarrow imin, keto \leftrightarrow amin tautomerizmidir.

Keto-amin durumundaki p- ve o- süstitüe ketiminlerin hidroliz hızının yavaş meydana gelmesi, keto halinin hidroliz olmaya karşı dayanıklı olmasıyla açıklanabilir. Para ve orto metoksi süstitüentli diaril ketiminlerde oldukça yavaş hidrolizlenirler ve meydana gelen bileşiklerin tautomerleşmesi olanaksızdır. Rezonans oluşturabildikleri için hidrolize karşı oldukça dayanıklıdırlar.

Alifatik β -diketonların monoazometinle türevleri, keto \leftrightarrow imin, keto \leftrightarrow enamin ve enol \leftrightarrow imin olmak üzere üç tautomer formülüne sahiptirler. Azometin bileşiklerinin hidrolize karşı dayanıklılıklarında sterik etkilerin de rolü vardır. Orto durumundaki bir süstitüent m- ve p- pozisyonlarında bulunduğu konumlara göre yapıyı hidrolize karşı dayanıklı olmaktadır.

Azometin grubunun içerdiği azotun nükleofil oluşu nedeniyle Schiff bazlarında oldukça immobil bir tautomerizm ortaya çıkar. Bu tautomerleşmede bir karbondaki proton diğer karbona aktarılır. Bu şekilde tautomerizm, pridoksal ve α -aminoasitler arasındaki transaminasyon ile aynı olduğundan biyolojik bir öneme sahiptir.

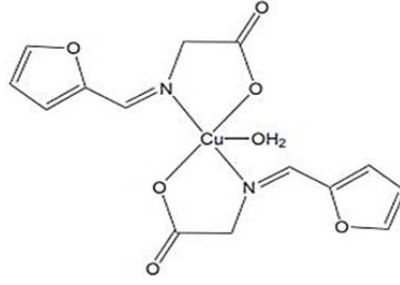
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Üç dişli Schiff bazı temelli ligandlarının kompleks yapıları X-ray kristal metoduyla aydınlatılmıştır. Bu komplekslerin bağlanmaları karboksilat oksijeni, imin azotu ve fenolat oksijeni ile başarılmıştır. Schiff bazlarını içeren metal kompleksleri koordinasyon kimyasında en temel şelat sistemlerdir.

Salisilaldehit veya benzerleri (naftilaldehit) ve α -aminoasitlerden türeyen Schiff bazı metal kompleksleri kimyasının anlaşılmasında önemli gelişmeler yaşanmıştır. Böyle metal komplekslerinin dizayn çalışmalarının pek çoğu bu ligandların çeşitli bağlanma türleri üzerine odaklanmıştır.

Casella ve Gullotti yaptıkları çalışmada apolar yüzey zincirli aminoasitlerde elde ettiği Schiff bazıları Zn(II) ve Cu(II) metalleriyle kararsız kompleks oluşturmuşlardır. Ama yalnızca histidinin iminleri veya onun metil esterleri istenilen saflıkta izole edilebilmiştir. Ligand kararsızlığı ile ilgili bu problemler Schiff bazı C=N bağının indirgenmesiyle aşılmış ve mannich bazı olarak bilinen bir amin elde edilmiştir. İndirgenen Schiff bazıları konformasyonu olarak daha rahat yapılar sebebiyle çok daha ilginç koordinasyon kimyasını üretmesi beklenir. Bu bağlantıda indirgenen Schiff bazı ligandları ile elde edilen çeşitli Cu kompleksleri (Salisilaldehit ve aminoasitler arasındaki) transaminasyon reaksiyonları ve biyolojik rasemizasyonda ara ürünler için servis edilebilmesi araştırılmıştır (Casella and Gullotti 1983).

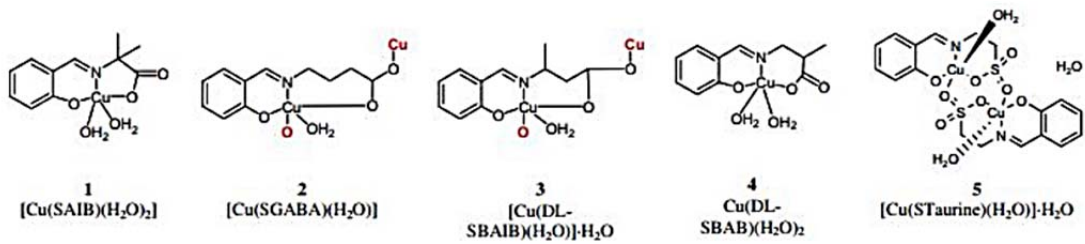
Agata Trzesowska-Kruszynska 2012 yılında yapmış olduğu çalışmada glisin temelli bir Schiff bazı ve onun bakır kompleksini hazırlamış, termal özelliklerini incelemiştir. Bu kompleks situ ligand sentez metoduyla hazırlanmıştır. IR, Uv-Vis, TGA ve Tek Kristal X-ray difraksiyon metotlarıyla karakterize edilmiştir. Spin izinli elektronik geçişler zamana bağlı DFT metodu ile izole bir kompleks molekülü için hesaplanmıştır. Bu elektronik yapı hesapları teorik MP2 ve DFT seviyelerindeki gaz ve sıvı fazında Schiff bazı molekülü için gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.1. Glisin temelli bir Schiff bazı

Kristal formunda aminoasit temelli Schiff bazı elde edebilmek için bir kiral merkezi olması gerekliliği sonucuna varmıştır. DFT ve MP2 hesaplamalarının sonucu bunun gibi bir Schiff bazı var ise o katı fazda zwitter iyon formunda olduğunu göstermiştir (Trzesowska-Kruszynska 2012).

Z. Puterová-Tokárová ve ark. 2013 yılında yapmış oldukları çalışmada aminoasitlerden türeyen yeni Schiff bazı kompleksleri hazırlamış ve manyetik özelliklerini incelemiştir. Bu Schiff bazı salisilaldehit ve aminoasitlerden elde edilmiştir. Bu ligand dört bağlı izomerlerden oluşur ve üç veya dört dişlidir. Beşinci ligand ise karboksil yerine sülfonat grubunu içerir. Yapısal olarak iki kompleks monomer (1-4) biri dimer (5) ikisi polimerdir (2-3). Bu komplekslerin manyetik özellikleri 1 numaralı bileşik antiferromanyetik, 2 ve 4 numaralı bileşikler ferromanyetik, 3 numaralı bileşik ferromanyetik-antiferromanyetik (ribon) birleşimi, 5 numaralı ise etkin manyetik momentik alışılmadık sıcaklık gelişimini sunmuştur (Puterová-Tokárová, Mrázová et al. 2013).



Şekil 2.2. Komplekslerin manyetik özellikleri

Serin ve ark. (1997), 3,5-di(tersiyer-bütül)-4-hidroksianilin 4-hidroksisalisilaldehit ve o-vanillin ile yeni Schiff Bazı ligandları ve metal komplekslerini sentezlemişlerdir. Bileşiklerin Termal, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR ve infrared gibi çeşitli spektroskopik yöntemlerle karakterize edildiği bildirilmiştir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

Çalışmalarımızda kullanılan tüm kimyasal maddeler, Merck, Sigma-Aldrich ve Fluka firmalarından temin edilmiş olup tüm kimyasal maddeler analitik saflıktadırlar.

Çalışmalarımızda kullanılan kimyasal maddelerin tümü kullanıldığı yerlere göre listelenmiştir.

3.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler ve Cihazlar

3.1.1. Kullanılan kimyasal maddeler

Çözücü olarak kullanılan kimyasal maddeler;

- Etanol
- Metanol
- DMSO
- Kloroform

Schiff bazlarının sentezleri için kullanılan kimyasal maddeler;

- 1-hidroksinaftaldehit
- Kloroetilamin hidroklorür tuzu
- Bromoetilenamin hidrobromür tuzu

Schiff bazlarının metal komplekslerinin sentezleri için kullanılan kimyasal maddeler;

- $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$
- $Co(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$
- $Ni(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$
- $Cu(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$
- $Mo(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$

3.1.2. Kullanılan cihazlar

- Isıtıcıli Manyetik Karıştırıcı (Arex)
- Vakumlu Etüv (Nüve)
- Infrared Spektroskopisi (IR) (Bruker)
- Analitik Terazı (0,0000 Hassasiyette) (Precisa)
- Ultra Saf Su Cihazı (Millipore)
- ¹H-NMR (Varyan, 400 MHz)
- Erime Noktası Tayin Cihazı: Gallenkamp marka cihaz
- Manyetik Süseptibilite



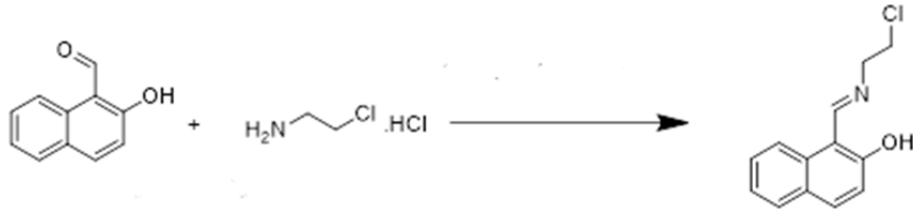
4. DENEYSEL BÖLÜM

4.1. Schiff Bazlarının Elde Edilmesi

4.1.1. (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazının sentezi

3,32 g (0,02 mol) kloroetilamin hidroklorür tuzu 20 mL etilasetatta çözüldü. Üzerine 1,7 ml 2-Hidroksi 1-Naftaldehit (0,02 mol, d=1,166 g/ml) damla damla ilave edildi. Bu şekilde yarım saat kadar karıştırıldı. Daha sonra trietilamin 2,8 ml (0,02 mol, d= 0,728 g/ml) yavaş yavaş ilave edildi. 10-15 dk içerisinde trietilamin hidroklorür tuzu çöktü. Çökme tamamlandıktan sonra süzgeç kağıdı yardımıyla süzüldü. Alta geçen etil asetat fazının çözücüsü evaporatörde uzaklaştırıldı. Elde edilen Schiff bazı kristalleri vakumlu etüvde kurutuldu. Oluşan bu kristaller sıcak etil alkolde çözüldü ve tekrar kristallendirildi.

Elde edilen bu (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol bileşiği sıcak etil alkolde, dimetilsülfoksit, kloroform, asetonunda çözünebilmektedir. Şekil 4.1.'da sentezin reaksiyonu gösterilmiştir.



Şekil 4.1. (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazının sentez reaksiyonu

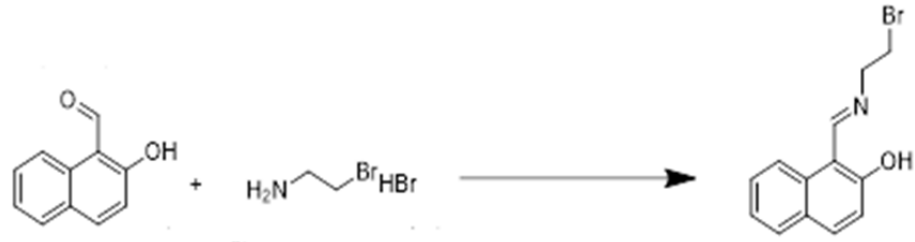
Çizelge 4.1. (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol bileşiğinin özellikleri verilmiştir.

Verim	% 65,25
E.N	235 °C
¹ H-NMR	(OH) 13.5, (ArCH) 7.4-7.1-7.0, (CH) 8.4, (CH ₂) 3.9-3.8
FT-IR(cm ⁻¹)	1639 (C=N), 3130 (OH), 2967- 2824 (CH ₂), 827 (Cl)

4.1.2. (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazının sentezi

5,52 g (0,02 mol) 2-bromoethan -1amin hidrobromür tuzu 20 mL etilasetatta çözüldü. Üzerine 1,7 mL 2-Hidroksi 1-Naftaldehit (0,02 mol, d=1,166 g/ml) damla damla ilave edildi. Bu şekilde yarım saat kadar karıştırıldı. Daha sonra trietilamin 2,8 mL (0,02 mol, d= 0,728 g/mL) yavaş yavaş ilave edildi. 10-15 dk içerisinde trietilamin hidrobromür tuzu çöktü. Çökme tamamlandıktan sonra süzgeç kağıdı yardımıyla süzüldü. Alta geçen etil asetat fazının çözücüsü evaporatörde uzaklaştırıldı. Elde edilen Schiff bazı kristalleri vakumlu etüvde kurutuldu. Oluşan bu kristaller sıcak etil alkolde çözüldü ve tekrar kristallendirildi.

Elde edilen bu (E)-2-((2-bromoetilimino)metil)naftilen-2-ol) bileşiği sıcak etil alkolde, dimetilsülfoksit, kloroform, asetonda çözünebilmektedir. Şekil 4.2.' da sentezin reaksiyonu gösterilmiştir.



Şekil 4.2. (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazının sentez reaksiyonu

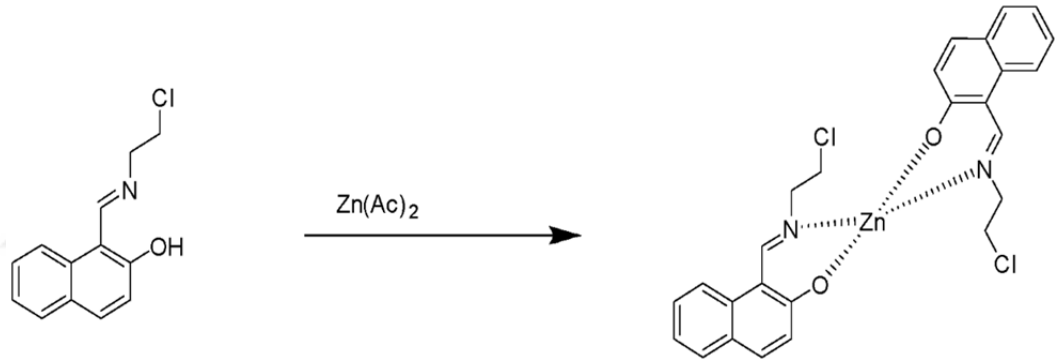
Çizelge 4.2. (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) bileşiğinin özellikleri verilmiştir.

Verim	% 75,25
E.N	245 °C
¹ H-NMR	(OH) 13.2, (ArCH) 7.4-7.1-7.0, (CH) 8.4, (CH ₂) 3.8-3.7
FT-IR(cm ⁻¹)	1629 (C=N), 3459 (OH), 2867-2824 (CH ₂), 825 (Cl)

4.1.3. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Zn(II) kompleksinin sentezi

Elde edilen Schiff bazı ligandı olan (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) bir balon içerisinde 1 g (3 mmol) alınarak 50 mL metanolde manyetik karıştırıcı yardımıyla çözülmesi sağlandı.

Başka bir manyetik karıştırıcı üzerinde ise bir beherde 0.98 g (1,5 mmol) $Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O$ 25 mL metanolde çözüldü. Son olarak beher içerisinde bulunan $Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O$ çözeltisi balondaki çözelti üzerine yavaş bir şekilde damla damla ilave edilerek yaklaşık $75^\circ C$ 'de geri soğutucu altında 3-4 saat karışması sağlandı (Hosny, Hussien et al. 2014). Elde edilen çökelti süzülde ve kuruması için desikatörde 2 gün bekletildi. Gerekli analizler yapıp, sonuçlar kaydedildi (Pişkin 2011). Şekil 4.3.'da sentezin reaksiyonu gösterilmiştir.



Şekil 4.3. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Zn(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

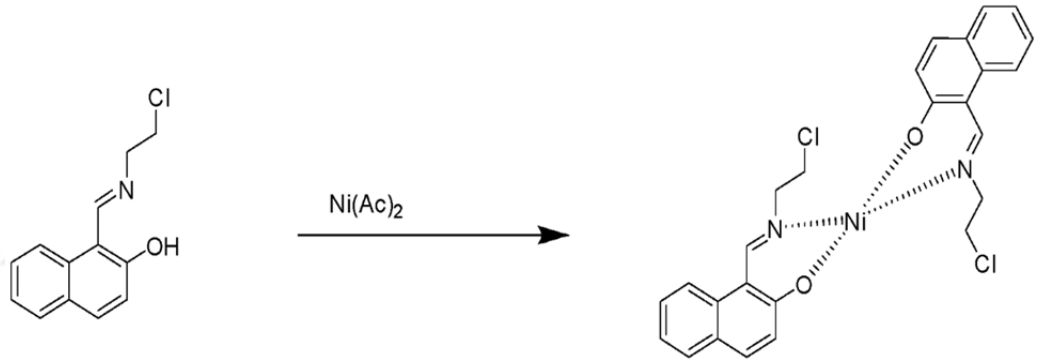
Çizelge 4.3. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Zn(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Verim	%81
E.N	> 215 °C (Bozunma)
B.M	Diamanyetik
FT-IR	2935 cm^{-1} (-C-H), 1637 cm^{-1} (-C=N)

4.1.4. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Ni (II) kompleksinin sentezi

Elde edilen Schiff bazı ligandı olan (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) bir balon içerisinde 1 g (3 mmol) alınarak 50 mL metanolde manyetik karıştırıcı yardımıyla çözülmesi sağlandı.

Başka bir manyetik karıştırıcı üzerinde ise bir beherde 0.96 g (1,5 mmol) Ni(Ac)₂·4H₂O 25 mL metanolde çözüldü. Son olarak beher içerisinde bulunan Ni(Ac)₂·4H₂O çözeltisi balondaki çözelti üzerine yavaş bir şekilde damla damla ilave edilerek yaklaşık 75°C’de geri soğutucu altında 3-4 saat karışması sağlandı (Hosny, Hussien et al. 2014). Elde edilen çökelti süzüldü ve kuruması için desikatörde 2 gün bekletildi. Gerekli analizler yapıp, sonuçlar kaydedildi (Pişkin 2011).



Şekil 4.4. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Ni(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

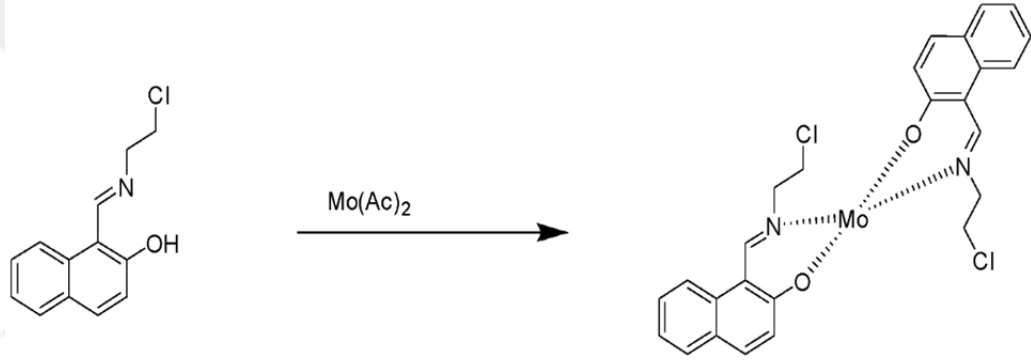
Çizelge 4.4. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Ni(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Verim	%87
E.N	> 230 °C (Bozunma)
B.M	Diamanyetik
FT-IR	2935 cm ⁻¹ (-C-H), 1637 cm ⁻¹ (-C=N)

4.1.5. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Mo (II) Kompleksinin Sentezi

Elde edilen Schiff bazı ligandı olan (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) bir balon içerisine 1 g (3 mmol) alınarak 50 mL metanolde manyetik karıştırıcı yardımıyla çözülmesi sağlandı.

Başka bir manyetik karıştırıcı üzerinde ise bir beherde 0.96 g (1,5 mmol) $\text{Mo}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 25 mL metanolde çözüldü. Son olarak beher içerisinde bulunan $\text{Mo}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi balondaki çözelti üzerine yavaş bir şekilde damla damla ilave edilerek yaklaşık 75°C 'de geri soğutucu altında 3-4 saat karışması sağlandı (Hosny, Hussien et al. 2014). Elde edilen çökelti süzüldü ve kuruması için desikatörde 2 gün bekletildi. Gerekli analizler yapıp, sonuçlar kaydedildi (Pişkin 2011).



Şekil 4.5. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Mo(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

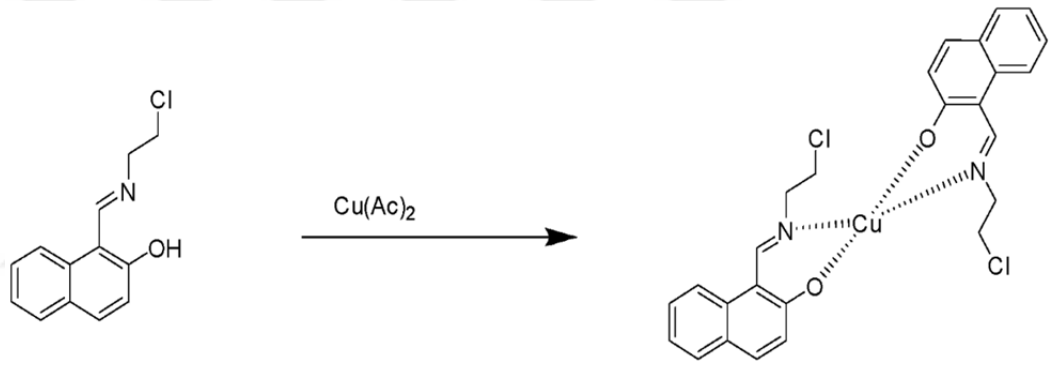
Çizelge 4.5. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Mo(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Verim	%89
E.N	> 230 °C (Bozunma)
B.M	Diamanyetik
FT-IR	2935 cm^{-1} (-C-H), 1637 cm^{-1} (-C=N)

4.1.6. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff Bazı ile Cu(II) Kompleksinin Sentezi

Elde edilen Schiff bazı ligandı olan (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol bir balon içerisinde 1 g (3 mmol) alınarak 50 mL metanolde manyetik karıştırıcı yardımıyla çözülmesi sağlandı.

Başka bir manyetik karıştırıcı üzerinde ise bir beherde 0.96 g (1,5 mmol) $\text{Cu}(\text{Ac})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 25 mL metanolde çözüldü (Hosny, Hussien et al. 2014). Son olarak beher içerisinde bulunan $\text{Cu}(\text{Ac})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ çözeltisi balondaki çözelti üzerine yavaş bir şekilde damla damla ilave edilerek yaklaşık 75°C 'de geri soğutucu altında 3-4 saat karışması sağlandı. Elde edilen çökelti süzüldü ve kuruması için desikatörde 2 gün bekletildi. Gerekli analizler yapıp, sonuçlar kaydedildi (Pişkin 2011).



Şekil 4.6. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Cu(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

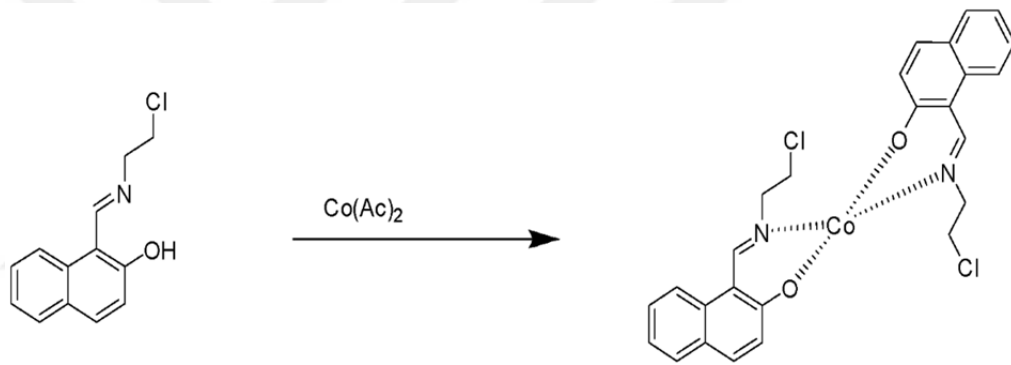
Çizelge 4.6. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Cu(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Verim	%85
E.N	> 170 °C (Bozunma)
FT-IR	2935 cm^{-1} (-C-H), 1637 cm^{-1} (-C=N)

4.1.7. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff Bazı ile Co(II) Kompleksinin Sentezi

Elde edilen Schiff bazı ligandı olan (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol bir balon içerisinde 1 g (3 mmol) alınarak 50 mL metanolde manyetik karıştırıcı yardımıyla çözülmesi sağlandı.

Başka bir manyetik karıştırıcı üzerinde ise bir beherde 0.96 g (1,5 mmol) $\text{Co}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 25 mL metanolde çözüldü (Hosny, Hussien et al. 2014). Son olarak beher içerisinde bulunan $\text{Co}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi balondaki çözelti üzerine yavaş bir şekilde damla damla ilave edilerek yaklaşık 75°C 'de geri soğutucu altında 3-4 saat karışması sağlandı. Elde edilen çökelti süzüldü ve kuruması için desikatörde 2 gün bekletildi. Gerekli analizler yapıldı, sonuçlar kaydedildi (Pişkin 2011).



Şekil 4.7. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Co(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

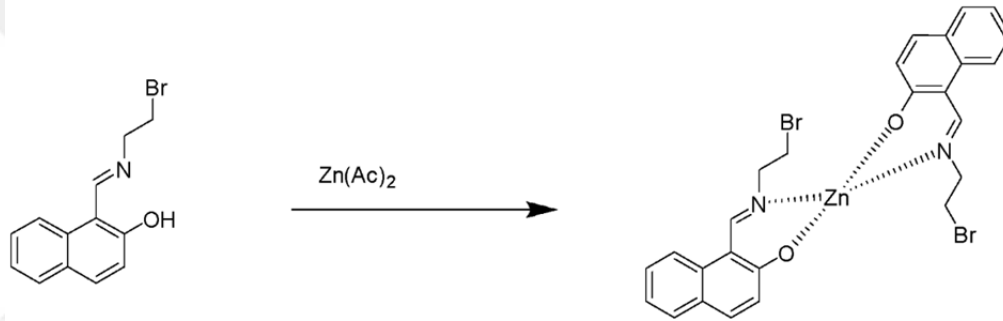
Çizelge 4.7. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Co(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Verim	%79
E.N	> 170 °C (Bozunma)
B.M	Diamanyetik
FT-IR	2935 cm^{-1} (-C-H), 1637 cm^{-1} (-C=N)

4.1.8. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Zn(II) Kompleksinin Sentezi

Elde edilen Schiff bazı ligandı olan (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) bir balon içerisine 1 g (3 mmol) alınarak 50 mL metanolde manyetik karıştırıcı yardımıyla çözülmesi sağlandı.

Başka bir manyetik karıştırıcı üzerinde ise bir beherde 0.98 g (1,5 mmol) $Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O$ 25 mL metanolde çözüldü (Hosny, Hussien et al. 2014). Son olarak beher içerisinde bulunan $Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O$ çözeltisi balondaki çözelti üzerine yavaş bir şekilde damla damla ilave edilerek yaklaşık $75^\circ C$ 'de geri soğutucu altında 3-4 saat karışması sağlandı. Elde edilen çökelti süzüldü ve kuruması için desikatörde 2 gün bekletildi. Gerekli analizler yapıp, sonuçlar kaydedildi (Pişkin 2011).



Şekil 4.8. Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Zn(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

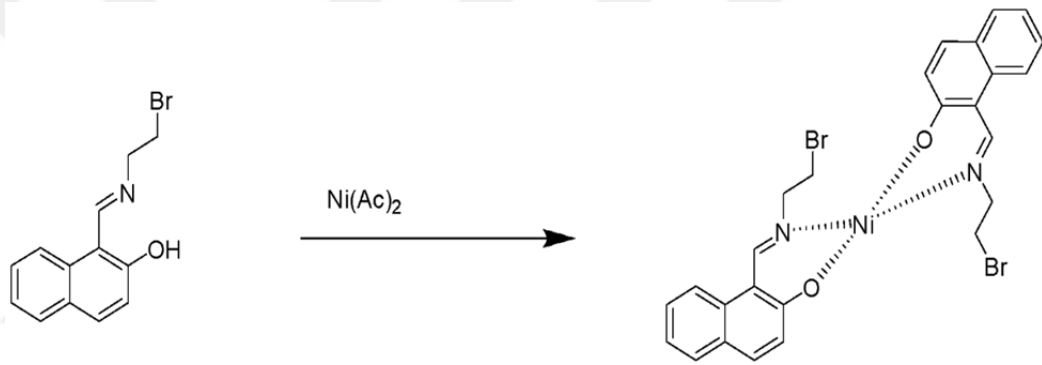
Çizelge 4.8. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Zn(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir

Verim	%83
E.N	> 220 °C (Bozunma)
B.M	Diamanyetik
FT-IR	2935 cm^{-1} (-C-H), 1637 cm^{-1} (-C=N)

4.1.9. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Ni (II) Kompleksinin Sentezi

Elde edilen Schiff bazı ligandı olan (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) bir balon içerisine 1 g (3 mmol) alınarak 50 mL metanolde manyetik karıştırıcı yardımıyla çözülmesi sağlandı.

Başka bir manyetik karıştırıcı üzerinde ise bir beherde 0.96 g (1,5 mmol) $\text{Ni}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 25 mL metanolde çözüldü (Hosny, Hussien et al. 2014). Son olarak beher içerisinde bulunan $\text{Ni}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi balondaki çözelti üzerine yavaş bir şekilde damla damla ilave edilerek yaklaşık 75°C 'de geri soğutucu altında 3-4 saat karışması sağlandı. Elde edilen çökelti süzüldü ve kuruması için desikatörde 2 gün bekletildi. Gerekli analizler yapıp, sonuçlar kaydedildi (Pişkin 2011).



Şekil 4.9. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Ni(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

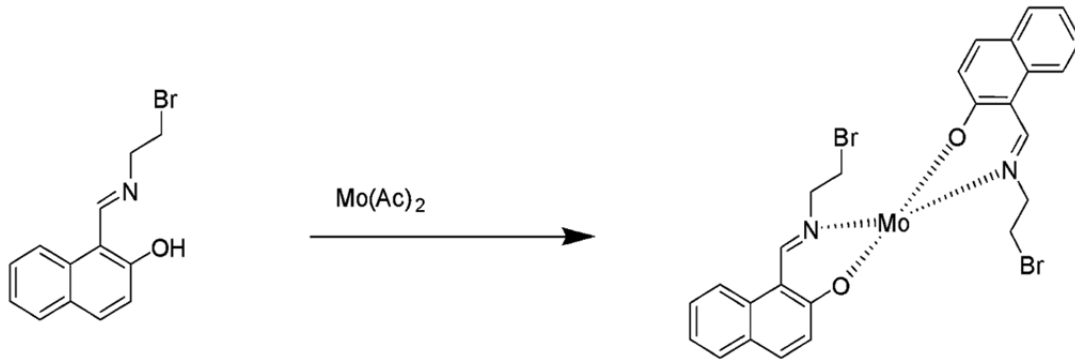
Çizelge 4.9. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Ni(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir

Verim	%79
E.N	> 260 °C (Bozunma)
B.M	Diamanyetik
FT-IR	2935 cm^{-1} (-C-H), 1637 cm^{-1} (-C=N)

4.1.10. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Mo(II) Kompleksinin Sentezi

Elde edilen Schiff bazı ligandı olan (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) bir balon içerisine 1 g (3 mmol) alınarak 50 mL metanolde manyetik karıştırıcı yardımıyla çözülmesi sağlandı.

Başka bir manyetik karıştırıcı üzerinde ise bir beherde 0.91 g (1,5 mmol) $\text{Mo}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 25 mL metanolde çözüldü (Hosny, Hussien et al. 2014). Son olarak beher içerisinde bulunan $\text{Mo}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi balondaki çözelti üzerine yavaş bir şekilde damla damla ilave edilerek yaklaşık 75°C 'de geri soğutucu altında 3-4 saat karışması sağlandı. Elde edilen çökelti süzüldü ve kuruması için desikatörde 2 gün bekletildi. Gerekli analizler yapıp, sonuçlar kaydedildi (Pişkin 2011).



Şekil 4.10. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Mo(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

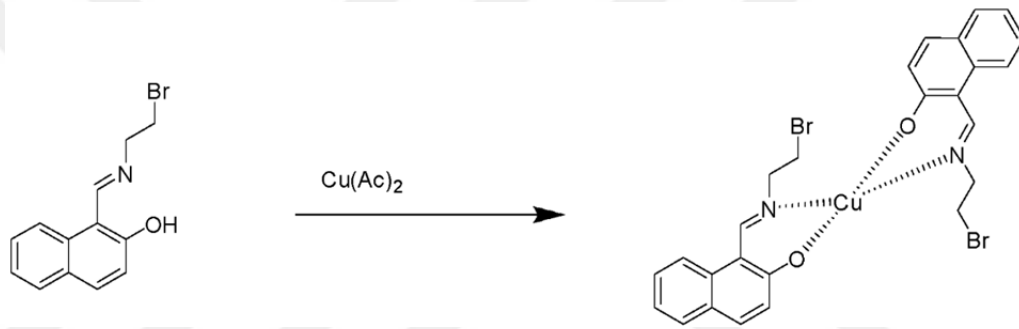
Çizelge 4.10. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Mo(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Verim	%87
E.N	> 215 °C (Bozunma)
B.M	Diamanyetik
FT-IR	2930 cm^{-1} (-C-H), 1639 cm^{-1} (-C=N)

4.1.11. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Cu(II) Kompleksinin Sentezi

Elde edilen Schiff bazı ligandı olan (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) bir balon içerisine 1 g (3 mmol) alınarak 50 mL metanolde manyetik karıştırıcı yardımıyla çözülmesi sağlandı.

Başka bir manyetik karıştırıcı üzerinde ise bir beherde 0.98 g (1,5 mmol) $\text{Cu}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 25 mL metanolde çözüldü (Hosny, Hussien et al. 2014). Son olarak beher içerisinde bulunan $\text{Cu}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi balondaki çözelti üzerine yavaş bir şekilde damla damla ilave edilerek yaklaşık 75°C 'de geri soğutucu altında 3-4 saat karışması sağlandı. Elde edilen çökelti süzüldü ve kuruması için desikatörde 2 gün bekletildi. Gerekli analizler yapıp, sonuçlar kaydedildi (Pişkin 2011).



Şekil 4.11. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Cu(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

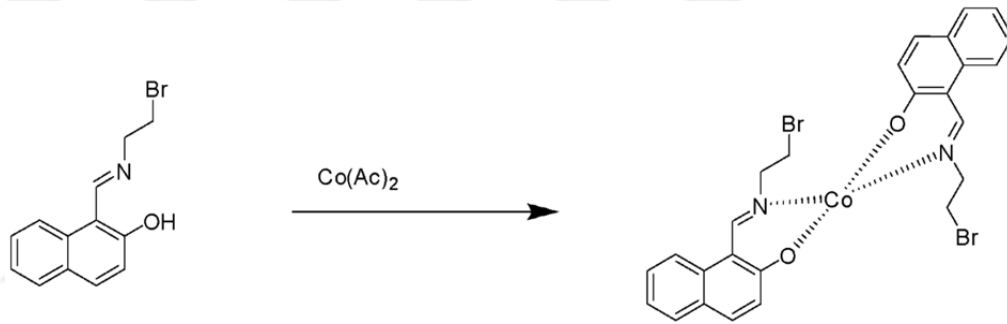
Çizelge 4.11. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Cu(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Verim	%87
E.N	> 215 °C (Bozunma)
FT-IR	2930 cm^{-1} (-C-H), 1639 cm^{-1} (-C=N)

4.1.12. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Co(II) Kompleksinin Sentezi

Elde edilen Schiff bazı ligandı olan (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) bir balon içerisinde 1 g (3 mmol) alınarak 50 mL metanolde manyetik karıştırıcı yardımıyla çözülmesi sağlandı.

Başka bir manyetik karıştırıcı üzerinde ise bir beherde 0.94 g (1,5 mmol) $\text{Co}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 25 mL metanolde çözüldü (Hosny, Hussien et al. 2014). Son olarak beher içerisinde bulunan $\text{Co}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi balondaki çözelti üzerine yavaş bir şekilde damla damla ilave edilerek yaklaşık 75°C 'de geri soğutucu altında 3-4 saat karışması sağlandı. Elde edilen çökelti süzüldü ve kuruması için desikatörde 2 gün bekletildi. Gerekli analizler yapılp, sonuçlar kaydedildi (Pişkin 2011).



Şekil 4.12. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Co(II) kompleks sentezinin reaksiyonu

Çizelge 4.12. Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Co(II) kompleks sentezinin özellikleri verilmiştir.

Verim	%86
E.N	> 215 °C (Bozunma)
B.M	Diamanyetik
FT-IR	2929 cm^{-1} (-C-H), 1632 cm^{-1} (-C=N)

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1. ¹H-NMR Spektrumu İle İlgili Yorumlar

Sentezlenen ürünlerin ¹H-NMR spektrumları ekler kısmında verilmiş olup burada sadece karakteristik piklere dair yorumlara yer verilmiştir. (E) -1-(((2-kloroetil)imino)metil)naftilen-2-ol ¹H-NMR'ı incelendiğinde; naftilaldehitin -HC=O grubu aldehit hidrojeni 10,8 ppm civarında iken, elde edilen (E) -1-(((2-kloroetil)imino)metil)naftilen-2-ol bileşimizde -HC=N (imin) grubunda yer alan H yaklaşık olarak 8,8 ppm civarında belirmiştir. Buna ilave olarak naftil grubunun aromatik hidrojenleri 5 dublet ve 2 triplet şeklinde sırasıyla 8.01, 7.63, 7.49, 7.37, 7.19 ve 6.73 ppm'de gözlenmiştir.

Oluşan yeni ürünün naftil grubundaki -OH ise yaklaşık olarak 13,8 ppm'de belirmiştir. Aromatik bölgede (6-8 ppm arası) dublet, triplet pikler naftil grubunun hidrojenleri olarak belirmiştir. Bu pikler naftaldehit aromatik pikleriyle karşılaştırıldığında küçük kaymalar gözlenmiştir. 4,6 ppm de gözlenen singlet pik ise amino asit grubunda yer alan -CH₂ hidrojenlerine işaret eder. Elde edilen tüm piklerin integral hesapları yapılmış olup beklenen yapının integral hesaplarıyla örtüşmektedir. Sonuç olarak hedeflenen bileşiğin sentezlendiği ispatlanmıştır

Naftilaldehit temelli ligandımızda bromoetil amin ile benzer şekilde hazırlanan (E)-1-(((2-bromoetil)imino)metil)naftilen-2-ol aldehit grubu hidrojeni yaklaşık olarak 8,7 ppm ¹H-NMR spektrumunda gözlemlenmiştir. Buna ilave olarak naftil grubunun aromatik hidrojenleri 4 dublet ve 2 triplet şeklinde sırasıyla 7.95, 7.74, 7.58, 7.33, 7.14 ve 6.82 ppm'de gözlenmiştir Bu durum bize meydana gelen bileşiğin sentezlendiğini doğrulamıştır.

Oluşan diğer Schiff bazımızda da naftil grubundaki -OH ise yaklaşık olarak 13,6 ppm'de belirmiştir. Aromatik bölgede (6-8 ppm arası) dublet, triplet pikler naftil grubunun hidrojenleri olarak belirmiştir. Bu pikler naftaldehit aromatik pikleriyle karşılaştırıldığında küçük kaymalar gözlenmiştir. 4,6 ppm de gözlenen singlet pik ise amino asit grubunda yer alan -CH₂ hidrojenlerine işaret eder. Elde edilen tüm piklerin integral hesapları yapılmış olup beklenen yapının integral hesaplarıyla örtüşmektedir. Sonuç olarak hedeflenen bileşiğin sentezlendiği ispatlanmıştır.

5.2. ¹³C-NMR Spektrumu İle İlgili Yorumlar

Bileşiklerin ¹³C-NMR spektrumları ekler kısmında verilmiştir. ¹H-NMR'ı alınan tüm bileşiklerin ¹³C-NMR'ları da alınmış ve diğer karakteristik özelliklerini doğrulayıcı nitelikte sonuçlar elde edilmiştir.

Naftilaldehitin ¹³C-NMR'ında 45 ppm'de gözlenen -N-CH₂ karbonu maddenin sentezinden sonra 54 ppm'e kaymıştır. (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) ligantında 100 ppm ile 140 ppm aralığında aromatik karbon piklerinde küçük kaymalar gözlenmiştir. 160 ppm'de gözlenen pik -C-OH, fenolik -OH ünitesindeki karbon atomuna atfedilmiştir. 165 ppm'deki pik 155 ppm'e kaydığı gözlemlenmiştir. 191 ppm'de gözlenen naftilaldehitin -C=O karbon piki -C=N dönüşümünden sonra 170 ppm'e kaydığı belirlenmiştir. Elde edilen bulgular hedefteki maddenin sentezlendiğini doğrulamıştır.

Naftilaldehitin ¹³C-NMR'ında 45 ppm'de gözlenen -N-CH₂ karbonu maddenin sentezinden sonra 52 ppm'e kaymıştır.(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) ligantında 100 ppm ile 135 ppm aralığında aromatik karbon piklerinde küçük kaymalar gözlenmiştir. 165 ppm'de gözlenen pik -C-OH, fenolik -OH ünitesindeki karbon atomuna atfedilmiştir. 165 ppm'deki pik 155 ppm'e kaydığı gözlemlenmiştir. 190 ppm'de gözlenen naftilaldehitin -C=O karbon piki -C=N dönüşümünden sonra 173 ppm'e kaydığı belirlenmiştir. Elde edilen tüm sonuçlar 2-hidroksinaftilaldehitten meydana gelen Schiff bazlarının sentezlerini doğrulamıştır.

5.3. FT-IR Spektrumu İle İlgili Yorumlar

Sentezlenmiş olan ligandların ve komplekslerin FT-IR spektrumları ekler kısmında verilmiştir. Burada karakteristik piklere ait yorumlar bulunmaktadır.

(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazının ligandının FT-IR spektrumu incelendiğinde; 3130 cm⁻¹ civarında gözlenen pik -OH gerilmesine bağlı olarak gözlemlenmiştir. 3050– 2950 cm⁻¹ aralığında gözlenen küçük çatallı pikler alifatik ve aromatik -C-H gerilmesine işaret ettiği şeklinde yorumlanmıştır. 1710 cm⁻¹ gözlenen pik asit grubunun -C=O gerilmesine bağlı olduğu şeklinde yorumlanmıştır. 1647 cm⁻¹ (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) -C=N gerilmesinden dolayı oluşan pik şeklinde yorumlanmıştır(Özcan, İde et al. 2003). 1545–1455 cm⁻¹ civarında gözlenen pikler aromatik gruplardaki -C=C gerilmesine; 1300 cm⁻¹ civarındaki pik asit

grubunun -C-O gerilmesi nedeniyle oluşan piktir. Giriş maddelerinin kaybolan spesifik pikleri ve oluşan ürünün yeni karakteristik pikler hedeflenen yapının sentezlendiğini doğrulamıştır (Khan, Kureshy R.I. et al. 1991).

(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazının ligandının FT-IR spektrumu incelendiğinde; 2080 cm^{-1} civarında gözlenen pik -OH gerilmesine bağlı olarak gözlemlenmiştir. 3050– 2950 cm^{-1} aralığında gözlenen küçük çatalı pikler alifatik ve aromatik -C-H gerilmesine işaret ettiği şeklinde yorumlanmıştır. 1710 cm^{-1} gözlenen pik asit grubunun -C=O gerilmesine bağlı olduğu şeklinde yorumlanmıştır. 1655 cm^{-1} (E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) -C=N gerilmesinden dolayı oluşan pik şeklinde yorumlanmıştır. 1500–1455 cm^{-1} civarında gözlenen pikler aromatik gruplardaki -C=C gerilmesine; 1300 cm^{-1} civarındaki pik asit grubunun -C-O gerilmesi nedeniyle oluşan piktir. Giriş maddelerinin kaybolan spesifik pikleri ve oluşan ürünün yeni karakteristik pikler hedeflenen yapının sentezlendiğini doğrulamıştır (Özcan, İde et al. 2003).

Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Zn(II) kompleksinin FT-IR spektrumu incelendiğinde; 3123 cm^{-1} 'de Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) ligandında gözlenen -OH gerilmesine bağlı oluşan pik kompleks oluşumu sebebiyle kaybolmuştur. 2894 cm^{-1} 'de oluşan pik aromatik ve alifatik -C-H gerilmelerine işaret etmiştir. Ligandta 1638 cm^{-1} 'de gözlenen -C=N gerilme titreşimi komplekste 1595 cm^{-1} civarına kaydığı görülmüştür. Bu durum kompleks oluşumuna bağlı beklenen bir etki olarak belirtilmiştir. Yine 1574-1417 cm^{-1} civarında gözlenen pikler aromatik -C=C gerilmesi sebebiyle; 1300 cm^{-1} civarında görülen pikler -C-O gerilmesinden dolayı gözlenen piklerdir. Kompleks oluşumuna bağlı olarak 554 cm^{-1} ve 460 cm^{-1} görülen pikler sırasıyla Zn-O ve Zn-N metal-ligand titreşimlerine işaret eden pikler olarak yorumlanmıştır.

Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Cu(II) kompleksinin FT-IR spektrumu incelendiğinde; 3119 cm^{-1} 'de Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) ligandında gözlenen -OH gerilmesine bağlı oluşan pik kompleks oluşumu sebebiyle kaybolmuştur. 2949 cm^{-1} 'de oluşan pik aromatik ve alifatik -C-H gerilmelerine işaret etmektedir. Ligandta 1645 cm^{-1} 'de gözlenen -C=N gerilme titreşimi komplekste 1698 cm^{-1} civarına kaydığı görülmektedir. Bu durum kompleks oluşumuna bağlı beklenen bir etki olarak belirtilmiştir. Yine 1500-1490 cm^{-1} civarında gözlenen pikler aromatik -C=C gerilmesi sebebiyle; 1149 cm^{-1} civarında görülen pikler -C-O gerilmesinden dolayı meydana gelen piklerdir. Kompleks

oluşumuna bağlı olarak 523 cm^{-1} ve 430 cm^{-1} 'de görülen pikler sırasıyla Cu-O ve Cu-N metal ligand titreşimlerine işaret eden pikler olarak yorumlanmıştır. Elde edilen tüm değişikliklerle Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol)Cu(II) kompleks oluşumunu doğrulamıştır.

Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Ni(II) kompleksinin FT-IR spektrumu incelendiğinde; 3127 cm^{-1} 'de Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) ligandında gözlenen –OH gerilmesine bağlı oluşan pik kompleks oluşumu sebebiyle kaybolmuştur. 3440 cm^{-1} 'de oluşan pik aromatik ve alifatik –C-H gerilmelerine işaret etmiştir. Ligandta 1639 cm^{-1} 'de gözlenen –C=N gerilme titreşimi komplekste 1630 cm^{-1} civarına kaydığı görülmüştür. Bu durum kompleks oluşumuna bağlı beklenen bir etki olarak belirtilmiştir (Khan, Kureshy R.I. et al. 1991). Yine $1550-1395\text{ cm}^{-1}$ civarında gözlenen pikler aromatik –C=C gerilmesi sebebiyle; 1280 cm^{-1} civarında görülen pikler –C-O gerilmesinden dolayı gözlenmekte olan piklerdir. Kompleks oluşumu sonucunda 489 cm^{-1} ve 477 cm^{-1} görülen pikler sırasıyla Ni-O ve Ni-N metal-ligand titreşimlerine işaret eden pikler olarak yorumlanmıştır. Elde edilen tüm değişiklikler Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Ni(II) kompleks oluşumunu doğrulamıştır (Şakıyan, Özcan et al. 2006).

Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Co(II) kompleksinin FT-IR spektrumu incelendiğinde; 3130 cm^{-1} 'de (E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) ligandında gözlenen –OH gerilmesine bağlı oluşan pik kompleks oluşumu sebebiyle kaybolmuştur. 3441 cm^{-1} 'de oluşan pik aromatik ve alifatik –C-H gerilmelerine işaret etmiştir. Ligandta 1637 cm^{-1} 'de gözlenen –C=N gerilme titreşimi komplekste 1625 cm^{-1} civarına kaydığı görülmüştür. Yaklaşık 12 birimlik kayma görülmüştür. Bu durum kompleks oluşumuna bağlı beklenen bir etki olarak belirtilmiştir. Yine $1589-1509\text{ cm}^{-1}$ civarında gözlenen pikler aromatik –C=C gerilmesi sebebiyle; 1379 cm^{-1} civarında görülmekte olan pikler –C-O gerilmesinden dolayı gözlenen piklerdir. Kompleks oluşumuna bağlı olarak 497 cm^{-1} ve 473 cm^{-1} görülen pikler sırasıyla Co-O ve Co-N metal-ligand titreşimlerine işaret eden pikler olarak yorumlanmıştır. Elde edilen tüm değişiklikler Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Co(II) kompleks oluşumunu doğrulamıştır.

Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Mo (II) kompleksinin FT-IR spektrumu incelendiğinde; 3130 cm^{-1} 'de(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Öligandında gözlenen –OH gerilmesine bağlı oluşan pik kompleks oluşumu sebebiyle kaybolmuştur. 2790 cm^{-1} civarında oluşan pik aromatik ve alifatik –C-H gerilmeler

olduğunu gösterir. Ligandta 1639 cm^{-1} 'de gözlenen $\text{C}=\text{N}$ gerilme titreşimi komplekste 1610 cm^{-1} civarında omuz şeklinde diğer aromatik $\text{C}=\text{C}$ piki ile birleşip geniş bir pik olarak gözlemlenmektedir. Bu durum kompleks oluşumuna bağlı beklenen bir etkidir. Yine $1420\text{-}1339\text{ cm}^{-1}$ civarında gözlenen pikler aromatik $\text{C}=\text{C}$ gerilmesi sebebiyle; 1010 cm^{-1} civarında görülmekte olan pikler $\text{C}-\text{O}$ gerilmesinden dolayı meydana gelen piklerdir. Kompleks oluşumu sonucunda meydana gelen 671 cm^{-1} ve 542 cm^{-1} görülen pikler sırasıyla Mo-O ve Mo-N metal-ligand titreşimlerine işaret eden pikler olarak yorumlanmaktadır. Elde edilen tüm değişiklikler Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Mo(II) kompleks oluşumunu doğrulamıştır (Özcan, İde et al. 2003).

Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Zn(II) kompleksinin FT-IR spektrumu incelendiğinde; 2939 cm^{-1} 'de oluşan pik aromatik ve alifatik $\text{C}-\text{H}$ gerilmelerini gösterir. Ligandta 1634 cm^{-1} 'de gözlenen $\text{C}=\text{N}$ gerilme titreşimi komplekste 1629 cm^{-1} civarına kaydığı görülmüştür. Bu durum kompleks oluşumuna bağlı beklenen bir etki olarak belirtilmiştir. Yine $1604\text{-}1549\text{ cm}^{-1}$ arasında gözlenmekte olan pikler aromatik $\text{C}=\text{C}$ gerilmesinden dolayı; 1509 cm^{-1} civarında görülen pikler $\text{C}-\text{O}$ gerilmesinden dolayı gözlenmekte olan piklerdir. Kompleks oluşumuna bağlı olarak 482 cm^{-1} ve 419 cm^{-1} görülen pikler sırasıyla Zn-O ve Zn-N metal-ligand titreşimlerine işaret eden pikler olarak yorumlanmaktadır. Elde edilen tüm değişiklikler Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Zn(II) kompleks oluşumunu doğrulamıştır.

Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Cu(II) kompleksinin FT-IR spektrumu incelendiğinde; 3369 cm^{-1} 'de oluşan pik aromatik ve alifatik $\text{C}-\text{H}$ gerilmelerini göstermiştir. Ligandta 1633 cm^{-1} 'de gözlenen $\text{C}=\text{N}$ gerilme titreşimi komplekste 1619 cm^{-1} civarına kaydığı görülmüştür. Meydana gelen bu değişim kompleks oluşumuna bağlı olduğu belirtilmiştir. $1569\text{-}1439\text{ cm}^{-1}$ civarında gözlenmekte olan pikler aromatik $\text{C}=\text{C}$ gerilmesi sebebiyle; 1389 cm^{-1} civarında görülen pikler $\text{C}-\text{O}$ gerilmesinden dolayı gözlenen piklerdir. Kompleks oluşumu sonucunda 550 cm^{-1} ve 470 cm^{-1} görülen pikler sırasıyla Cu-O ve Cu-N metal-ligand titreşimlerine işaret eden pikler olarak yorumlanmıştır. Meydana gelen tüm değişiklikler Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Cu(II) kompleks oluşumunu doğrulamıştır.

Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Ni(II) kompleksinin FT-IR spektrumu incelendiğinde; 3029 cm^{-1} 'de oluşan pik aromatik ve alifatik $\text{C}-\text{H}$ gerilmelerine işaret etmiştir. Ligandta 1633 cm^{-1} 'de gözlenen $\text{C}=\text{N}$ gerilme titreşimi

komplekste 1619 cm^{-1} civarına kaydıđı görölmüştür. Bu durum kompleks oluşumuna bađlı beklenen bir etki olarak belirtilmiştir. Yine $1539\text{-}1447\text{ cm}^{-1}$ civarında gözlenen pikler aromatik -C=C gerilmesi sebebiyle; 1184 cm^{-1} civarında görölen pikler -C-O gerilmesinden dolayı gözlenen piklerdir. Kompleks oluşumuna bađlı olarak 534 cm^{-1} ve 489 cm^{-1} görölen pikler sırasıyla Ni-O ve Ni-N metal-ligand titreşimlerine işaret eden pikler olarak yorumlanmıştır. Elde edilen tüm deđişiklikler Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metil)naftilen-2-ol) Ni(II) kompleks oluşumunu dođrulamıştır.

Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metil)naftilen-2-ol) Co(II) kompleksinin FT-IR spektrumu incelendiđinde; 3019 cm^{-1} 'de oluşan pik aromatik ve alifatik -C-H gerilmelerine işaret etmiştir. Ligandta 1631 cm^{-1} 'de gözlenen -C=N gerilme titreşimi komplekste 1609 cm^{-1} civarına kaydıđı görölmüştür. Bu durum kompleks oluşumuna bađlı beklenen bir etki olarak belirtilmiştir. Yine $1541\text{-}1457\text{ cm}^{-1}$ civarında gözlenen pikler aromatik -C=C gerilmesi sebebiyle; 1379 cm^{-1} civarında görölen pikler -C-O gerilmesinden dolayı gözlenen piklerdir. Kompleks oluşumuna bađlı olarak 491 cm^{-1} ve 449 cm^{-1} görölen pikler sırasıyla Co-O ve Co-N metal-ligand titreşimlerine işaret eden pikler olarak yorumlanmaktadır. Meydana gelen tüm deđişiklikler Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metil)naftilen-2-ol) Co(II) kompleks oluşumunu dođrulamıştır.

Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metil)naftilen-2-ol) Mo(II) kompleksinin FT-IR spektrumu incelendiđinde; 3050 cm^{-1} 'de oluşan pik aromatik ve alifatik -C-H gerilmelerine işaret etmiştir. Ligandta 1628 cm^{-1} 'de gözlenen -C=N gerilme titreşimi komplekste 1599 cm^{-1} civarına kaydıđı görölmüştür. Bu durum kompleks oluşumuna bađlı beklenen bir etki olarak belirtilmiştir. Yine $1582\text{-}1459\text{ cm}^{-1}$ civarında gözlenen pikler aromatik -C=C gerilmesi sebebiyle; 1339 cm^{-1} civarında görölen pikler -C-O gerilmesinden dolayı gözlenen piklerdir. Kompleks oluşumuna bađlı olarak 559 cm^{-1} ve 498 cm^{-1} görölen pikler sırasıyla Mo-O ve Mo-N metal-ligand titreşimlerine işaret eden pikler olarak yorumlanmıştır. Elde edilen tüm deđişiklikler Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metil)naftilen-2-ol) Mo(II) kompleks oluşumunu dođrulamıştır.

5.4. Öneriler

Kloroetilamin hidroklorür tuzu ile bromoetil amin hidroklorür tuzu ayrı ayrı 2-Hidroksi 1-Naftilaldehit ile tepkimeleri yapıldı ve bunun sonucunda iki tane Schiff bazı elde edildi. Elde edilen bu Schiff bazları Zn, Ni, Co, Mo ve Cu metalleriyle kompleksleri

elde edildi.Elde edilen bu komplekslerin gerekli analizleri yapılmış ve sonuçları kaydedilmiştir.

Gözlenen sonuçlardan yola çıkarak Schiff bazlarımız ve komplekslerimiz elde edilmiştir.Bundan sonraki çalışmalarda Schiff bazları komplekslerinin boya sanayisinde pigment olarak kullanımının incelenmesi, tıp alanında meydana gelen yenilikler sonucunda kemoterapi tedavi alanında kullanılması için çalışmalar yapılmasına karar verilmiştir.Bundan sonraki çalışmalarımızda Schiff bazımızın katalizör, organik sentezdeki ara maddeler, boya, pigment, polimer stabilizatörü ve korozyon inhibitörleri üzerinde ki araştırmalara devam edilecek olup, C=N bağı biyolojik aktiviteside incelenecektir.



KAYNAKLAR

Casella, L. and M. Gullotti (1983). "Coordination modes of histidine. 4. Coordination structures in the copper(II)-L-histidine (1:2) system." *Journal of inorganic biochemistry* **18**: 19-31.

Hosny N., 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* **132C**: 121-129.

İspir, E. (2005). "Si İçeren Schiff Bazları Ve Metal Komplekslerinin Sentezi Ve Karakterizasyonu." **72**.

Karaca, E. Ö. (2018). "Yeni Schiff Bazı Bileşiklerinin Sentezi ve Yapılarının Aydınlatılması." *Journal of Polytechnic* : 245-249.

Khan, T. M. M., et al. (1991). "Synthesis, characterization and solvent dependent reversible binding of carbon monoxide to Ru(III) Schiff base complexes." *Inorganica Chimica Acta* **181**(1): 119 - 129.

Kocuyigit, O. and E. Güler (2010). "Synthesis of 1,3,5-tris(4-(4-nitrophenyliminomethyl)phenoxy)methyl)benzene as a new Schiff base and its complexation properties with the (salen and salophen)-bridged Fe/Cr(III)." *Journal of Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry* **67**: 287-293.

Özcan, Y., İde S. Logoglu E. (2003). "Structure and characterization of N-(2-hydroxy-1-naphthylidene)threonine." *Journal of Molecular Structure - J MOL STRUCT* **658**: 207-213.

Pişkin, N. (2011). "Yeni Aminoasit – Schiff Bazlarının Ve Ni(II) Komplekslerinin Sentezi, Karakterizasyonu Ve Biyolojik Aktivitelerinin Değerlendirilmesi." **62**.

Puterová-Tokárová, Z., et al. (2013). "Magnetism of novel Schiff-base copper(II) complexes derived from aminoacids." *Polyhedron* **61**: 87-93.

R. Allan, J. B. McCloya, A.D. Patona, W.E. Smith, D.L. Gerrardc (1992). "Thermal, structural and electrical studies of the chloro complexes of cobalt, nickel and copper with 2-butoxypyridine." *Thermochimica Acta - THERMOCHIM ACTA* **198**: 229-236.

Rakesh, K. P., Manukumar H.M., Channe Gowda D. (2015). "Schiff's Bases of Quinazolinone Derivatives: Synthesis and SAR Studies of A Novel Series of Potential Anti-Inflammatory and Antioxidants." *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters* **13**.

Rudbari, H., Iravania M.R., Moazam V., Askari B., Khorshidifard M. Habibi N., Brunoc G. (2016). "Synthesis, characterization, X-ray crystal structures and antibacterial activities of Schiff base ligands derived from allylamine and their Vanadium(IV), Cobalt(III), Nickel(II), Copper(II), Zinc(II) and Palladium(II) complexes." *Journal of Molecular Structure* **1125**.

Sangeeta, S., Ahmad K., Noorussabah N., Bharti S., Mishra M.K., Sharma S.R., Choudhary M. (2017). "Synthesis, crystal structures, molecular docking and urease inhibition studies of Ni(II) and Cu(II) Schiff base complexes." *Journal of Molecular Structure* **1156**.

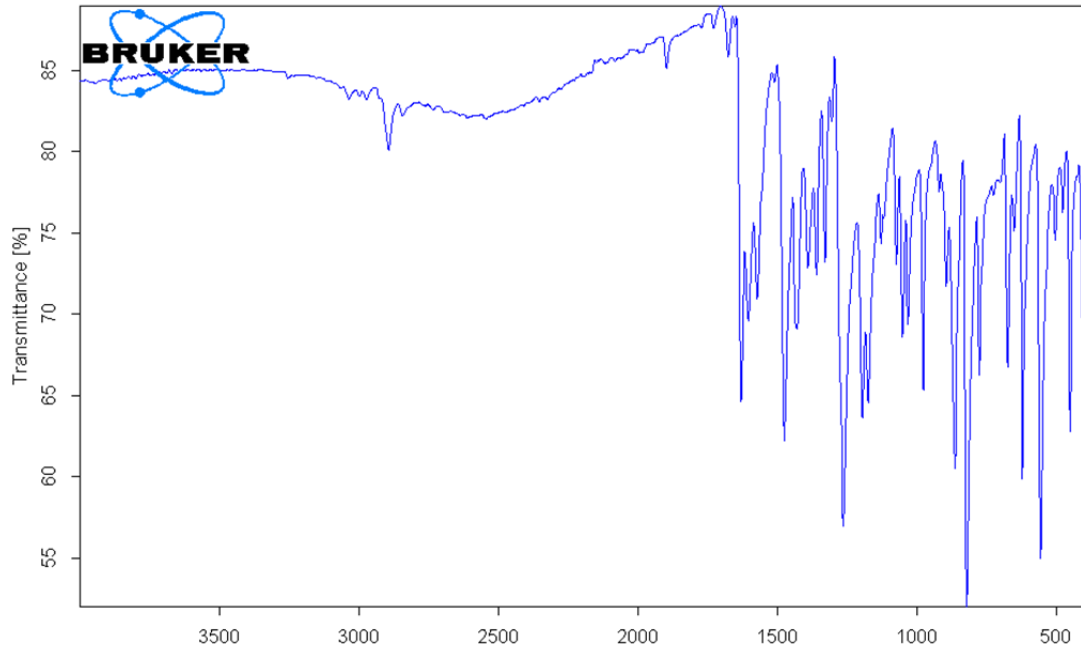
Shantya A.A., Philip E.J., Sneha E.J. Maliyeckal R., Kurup R., Kurupa P., Balachandran S., Mohanan V.P.(2016). "Synthesis, characterization and Biological studies of Schiff bases derived from Heterocyclic moiety." *Bioorganic Chemistry* **70**.

Sharma, P. K., Handa R.N., Dubey S.N. (1996). "Synthesis and Characterization of Some Transition Metal Complexes of N-(2-Hydroxy-1-naphthylidene) Amino Acids." *Synthesis and Reactivity in Inorganic and Metal-Organic Chemistry* **26(7)**: 1219-1230.

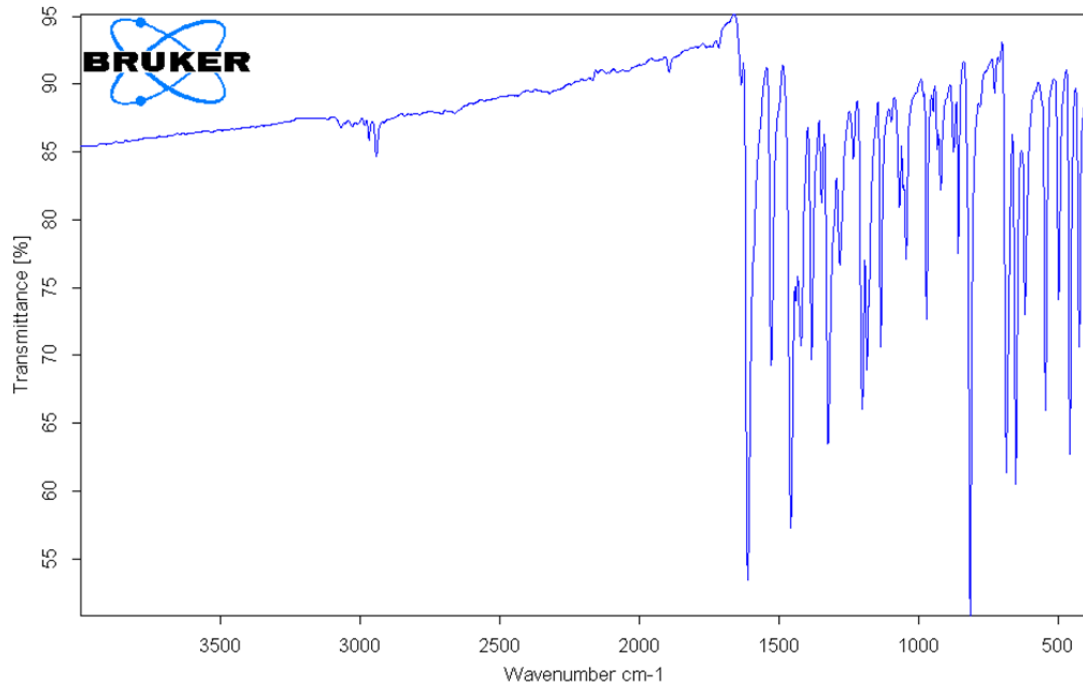
Şakıyan İ., Özcan Y., İde S., (2006). "[N-(2-Hidroksi -1-Naftaliden)Histidin] Schiff Bazının Sentez Ve Kristal Yapı Analizi." *C.B.Ü. Fen Bilimleri Dergisi*(ISSN 1305-1385): 99-105.

Tan, Y.-X., Zhang Z.J., Liu Y., Yu J.X., Zhu X.M., Kuang D.Z., Jiang W.J. (2017). "Synthesis, crystal structure and biological activity of the Schiff base organotin(IV) complexes based on salicylaldehyde- o -aminophenol." *Journal of Molecular Structure* **1149**.

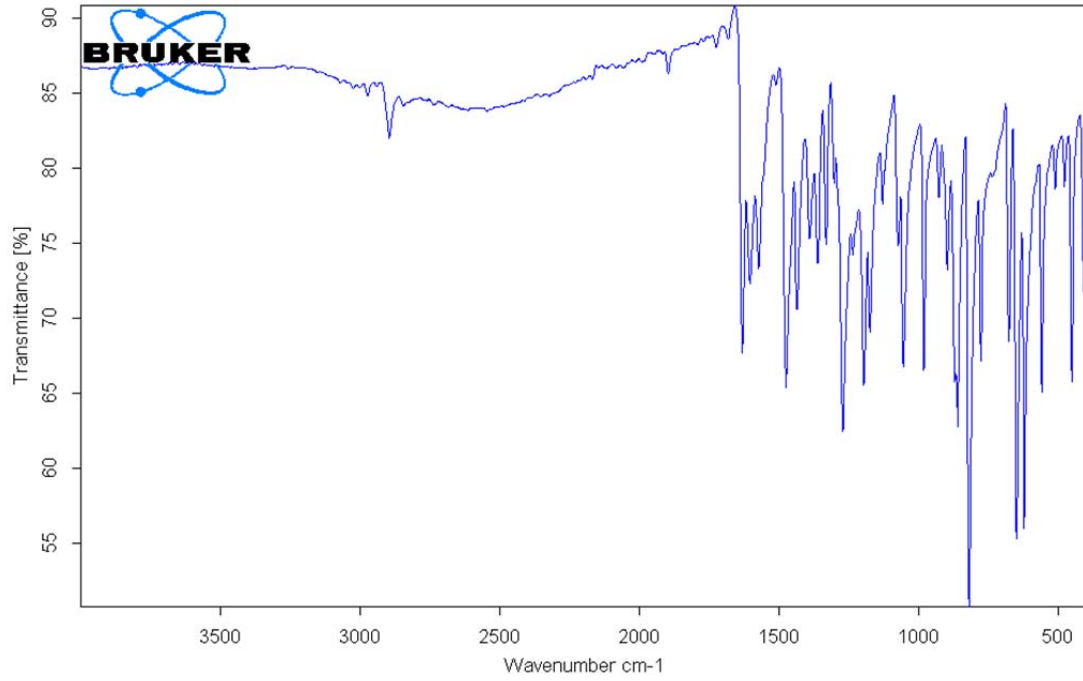
Trzesowska-Kruszynska, A. (2012). "Copper complex of glycine Schiff base: In situ ligand synthesis, structure, spectral, and thermal properties." *Journal of Molecular Structure* **1017**: 72–78.

EKLER**EK-1 (E)-2-((2-kloroetil)imino)metil)naftilen-2-ol) Schiff bazı FT-IR Spektrumu**

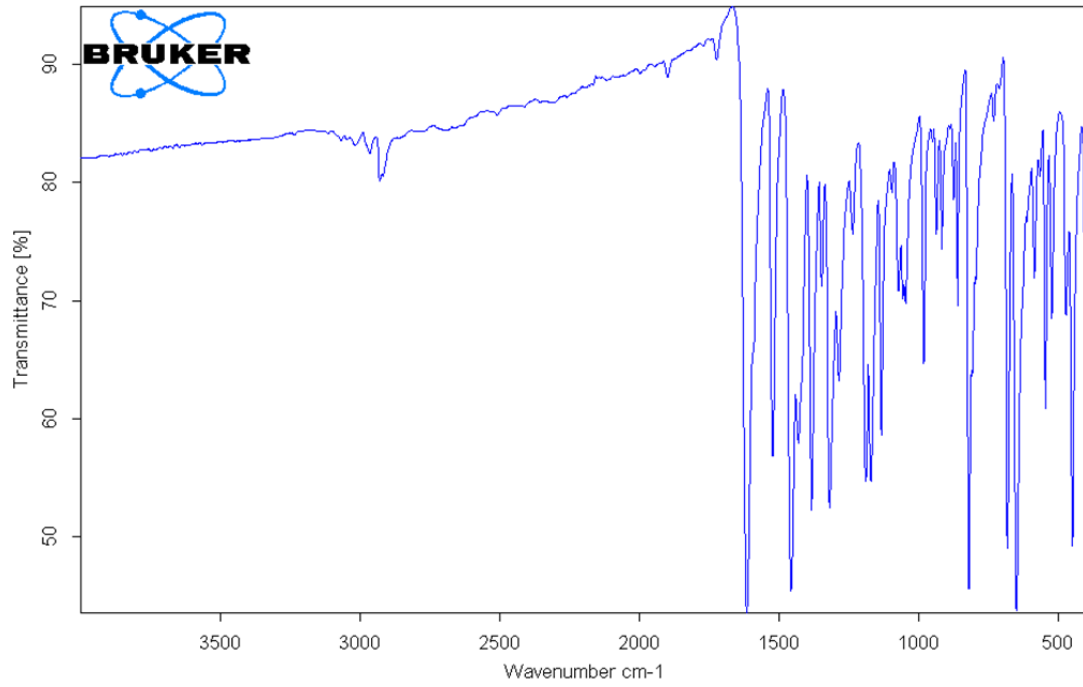
EK-2 Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazi ile Ni(II) kompleksi FT-IR Spektrumu



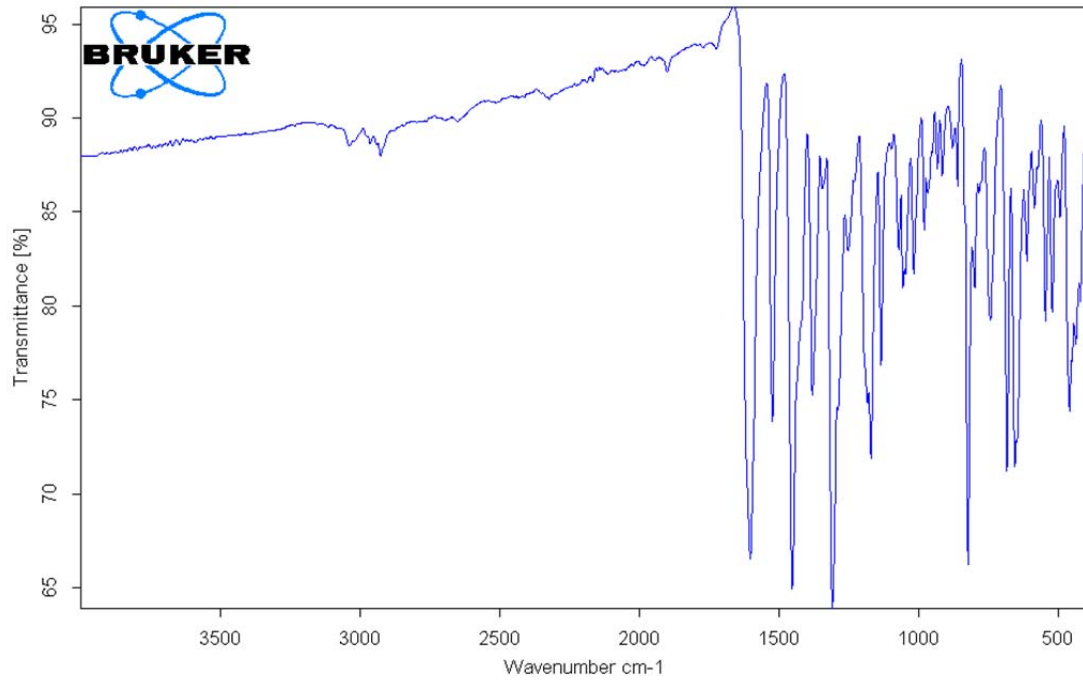
EK-3 Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazı ile Mo(II) kompleksi FT-IR Spektrumu



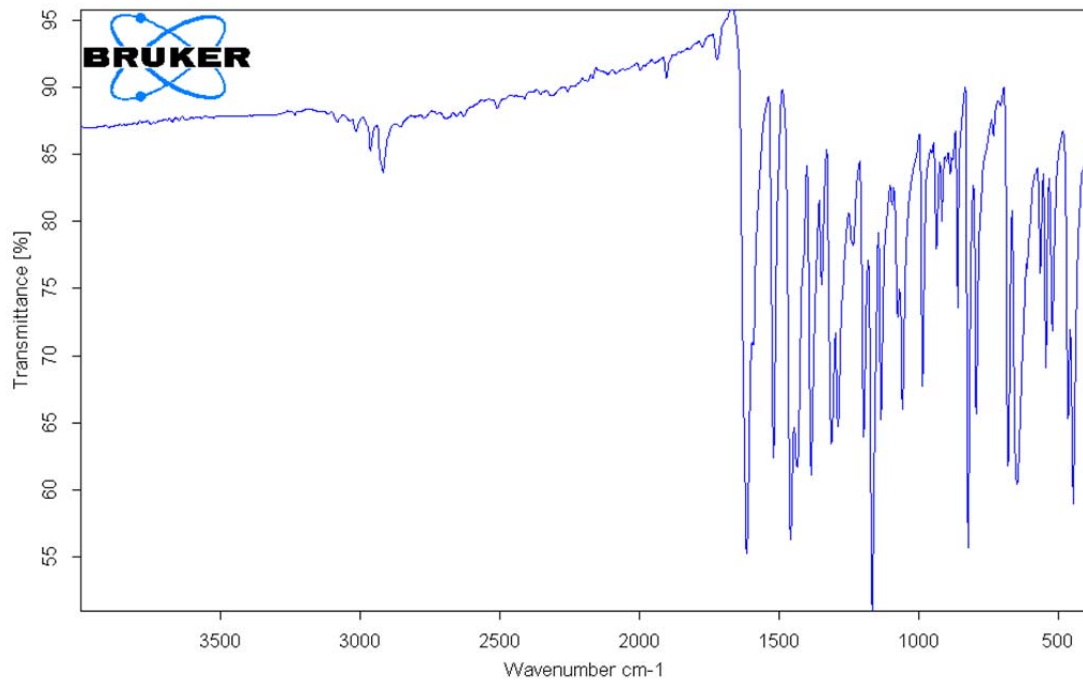
EK-4 Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Cu(II) kompleksi FT-IR Spektrumu

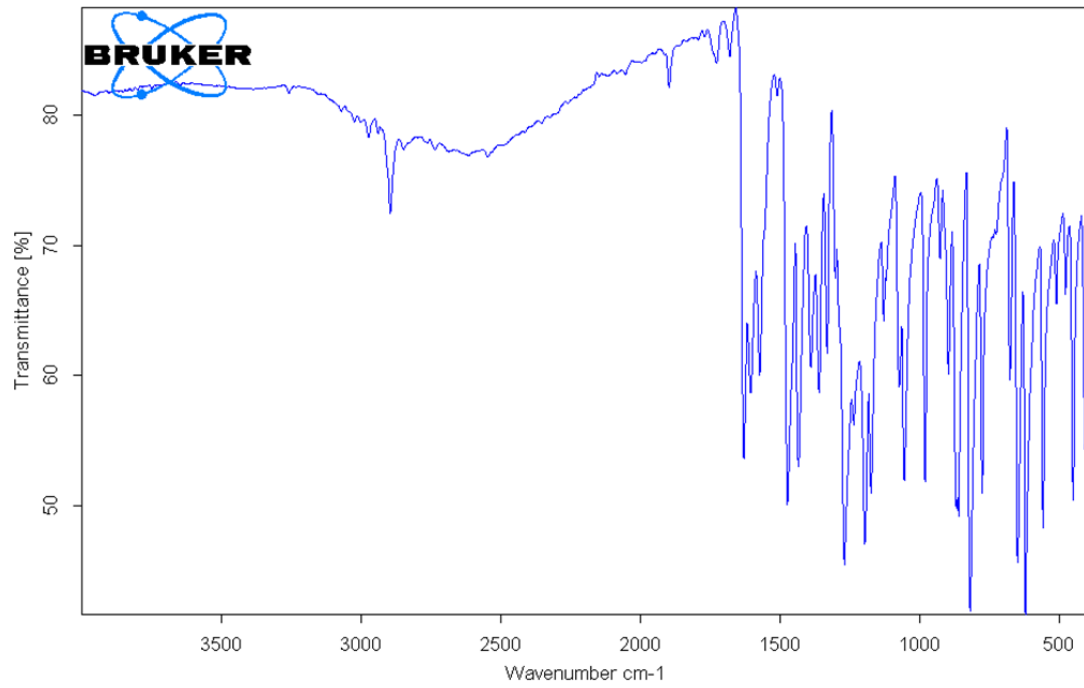


EK-5 Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Co(II) kompleksi FT-IR Spektrumu

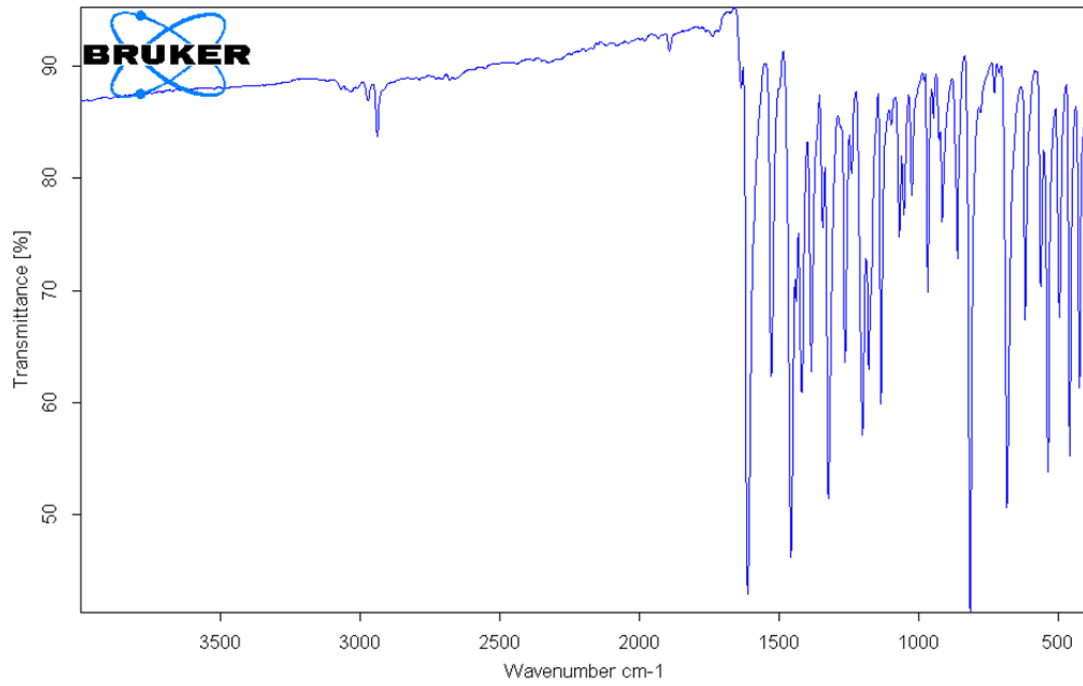


EK-6 Bis(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff bazı ile Zn(II) kompleksi FT-IR Spektrumu

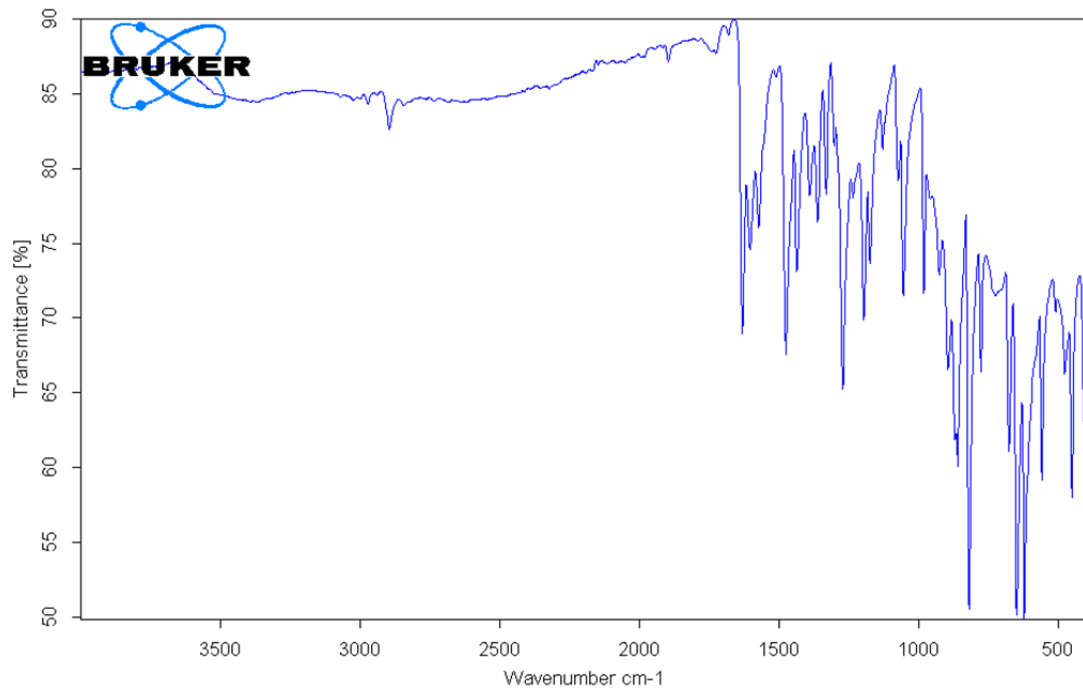


EK-7 (E)-2-((2-bromoetil)imino)metil)naftilen-2-ol) Schiff bazı FT-IR Spektrumu

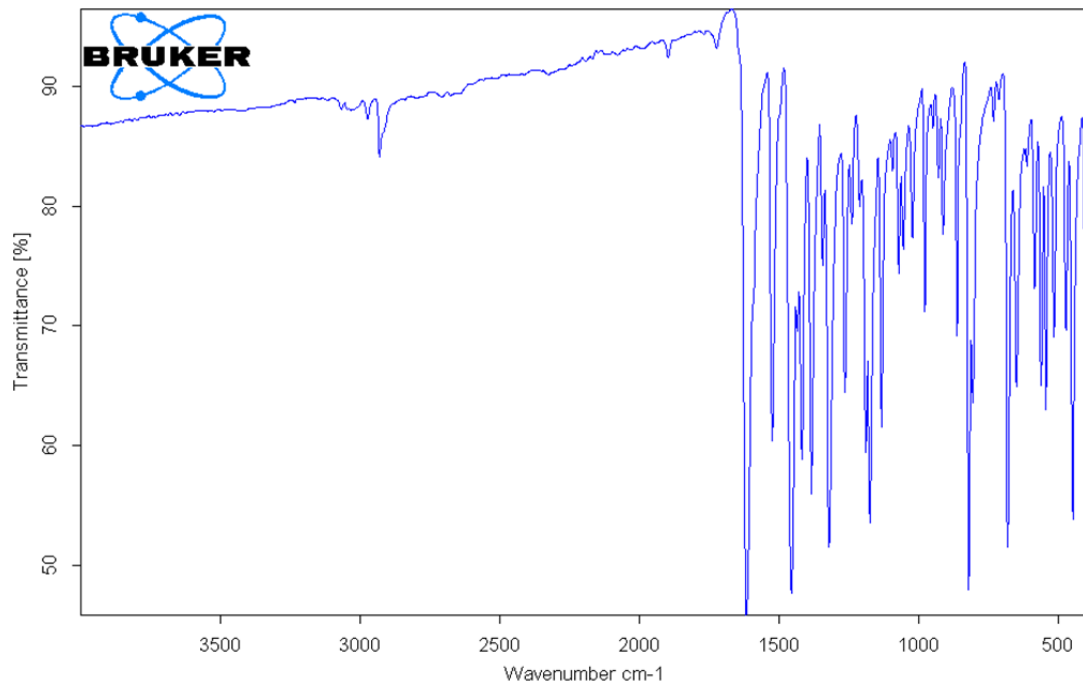
**EK-8 Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Ni (II)
Sentezi FT-IR Spektrumu**



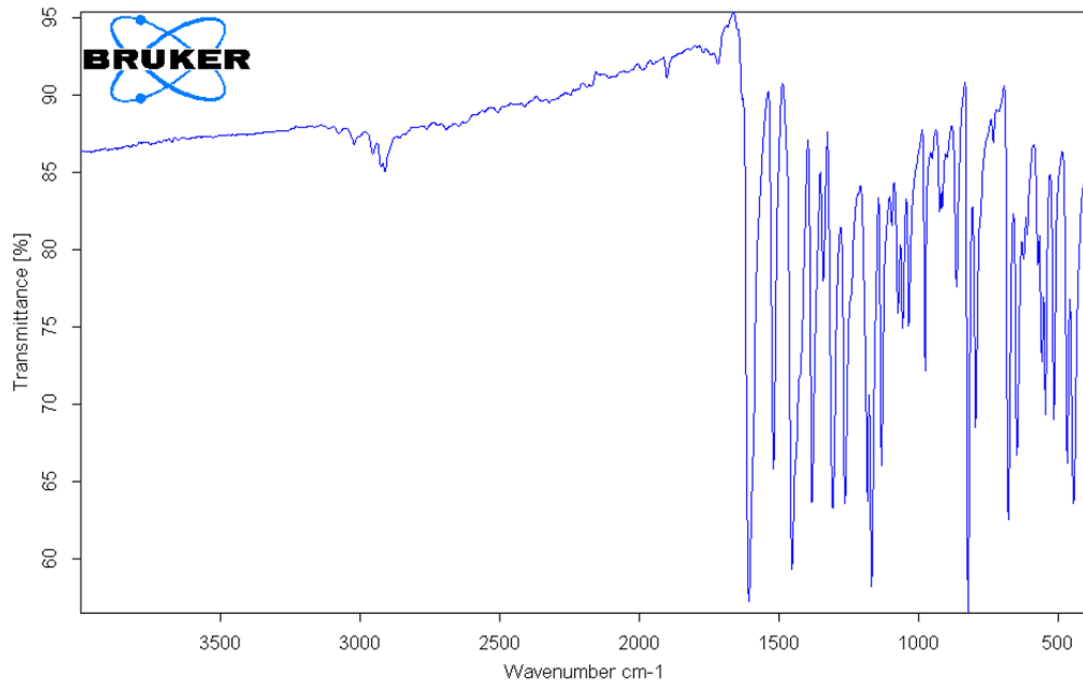
**EK-9 Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Mo(II)
Sentezi FT-IR Spektrumu**



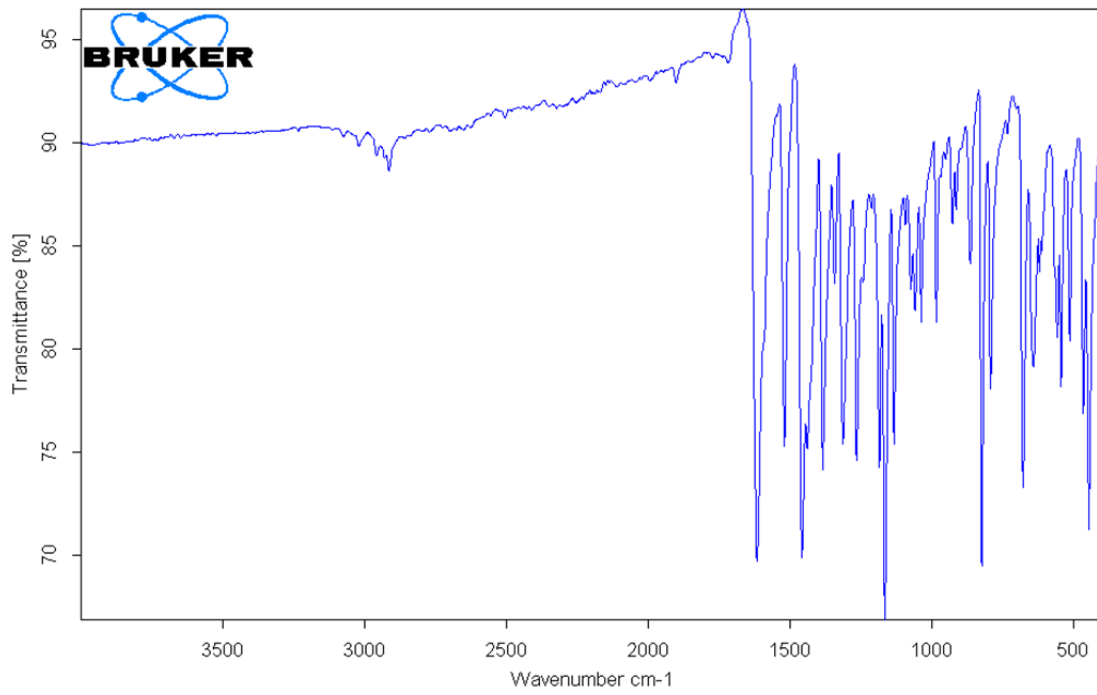
EK-10 Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Cu(II) Sentezi FT-IR Spektrumu

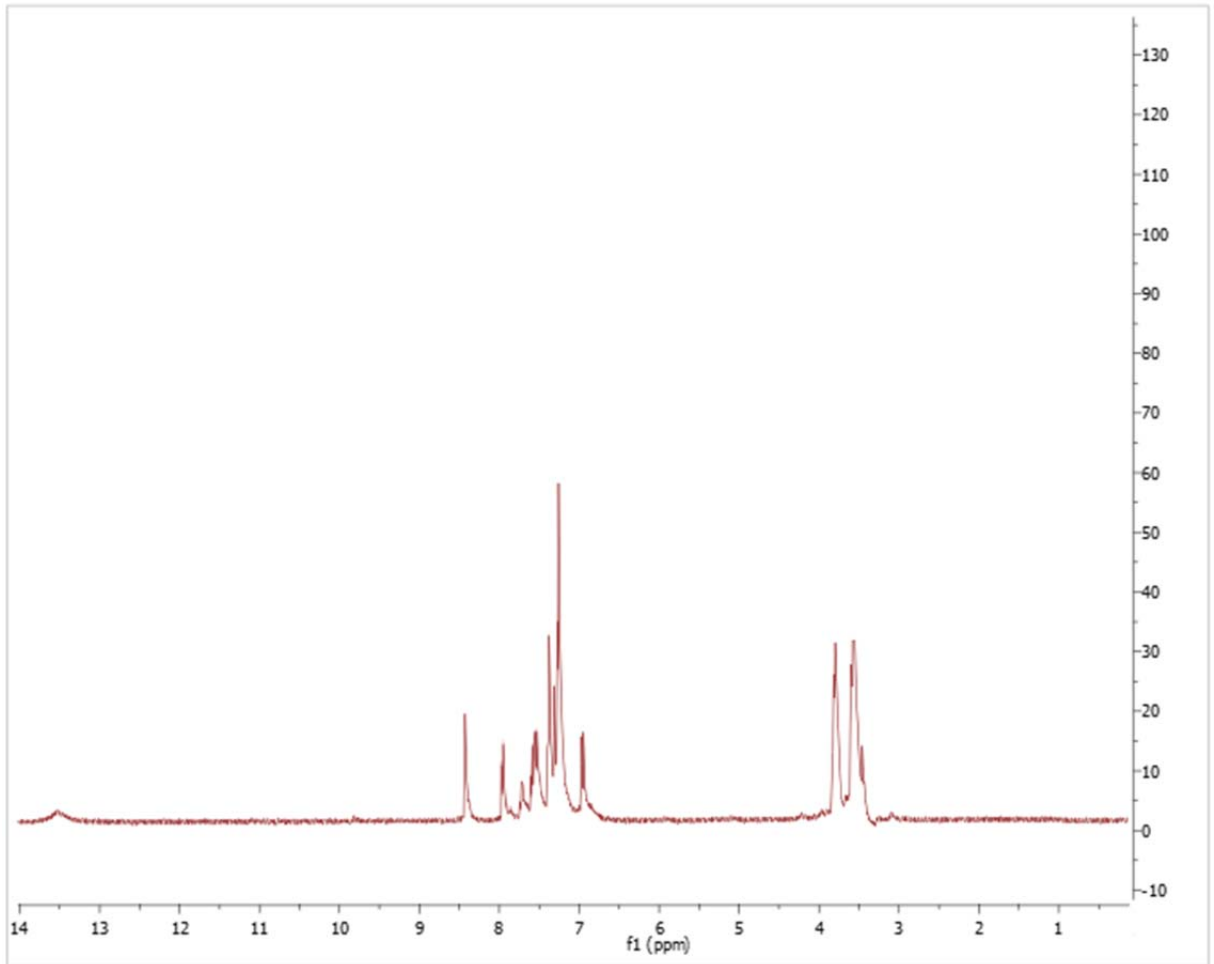


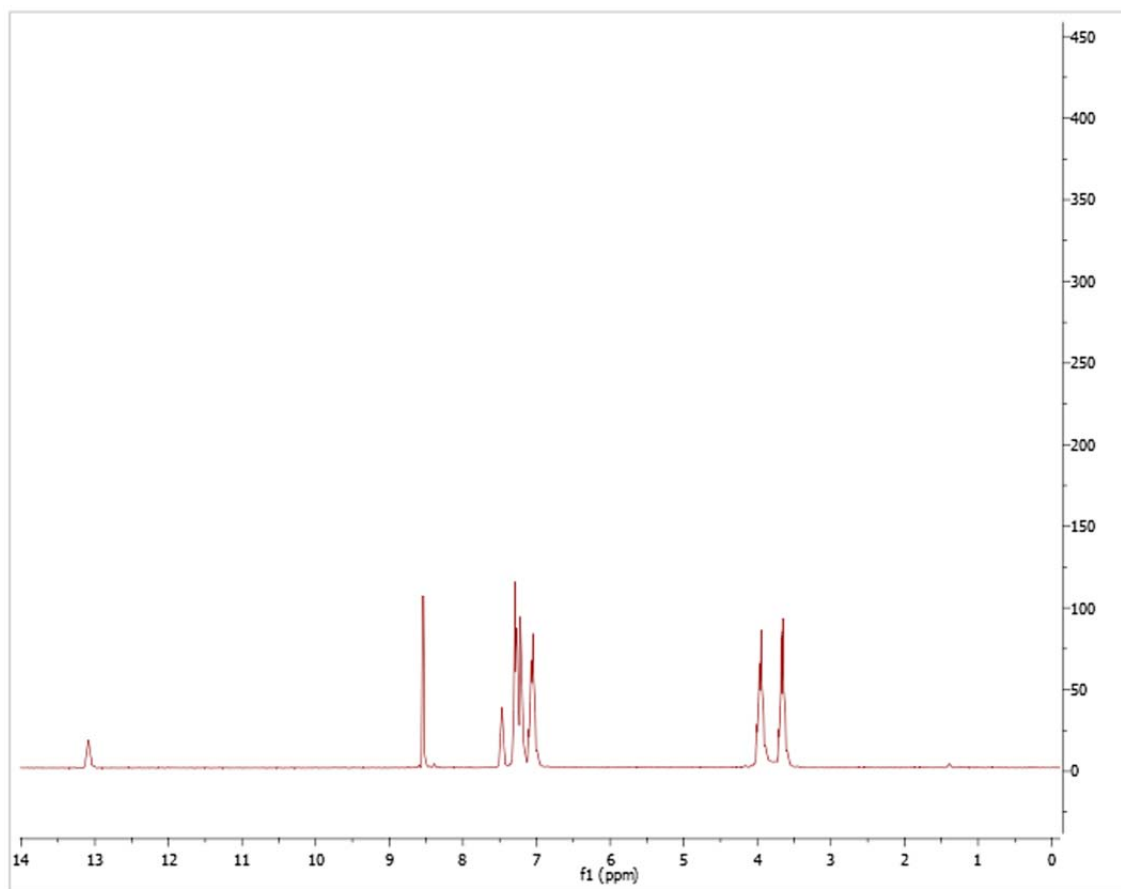
**EK-11 Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol Schiff Bazı ile Co(II)
Sentezi FT-IR Spektrumu**

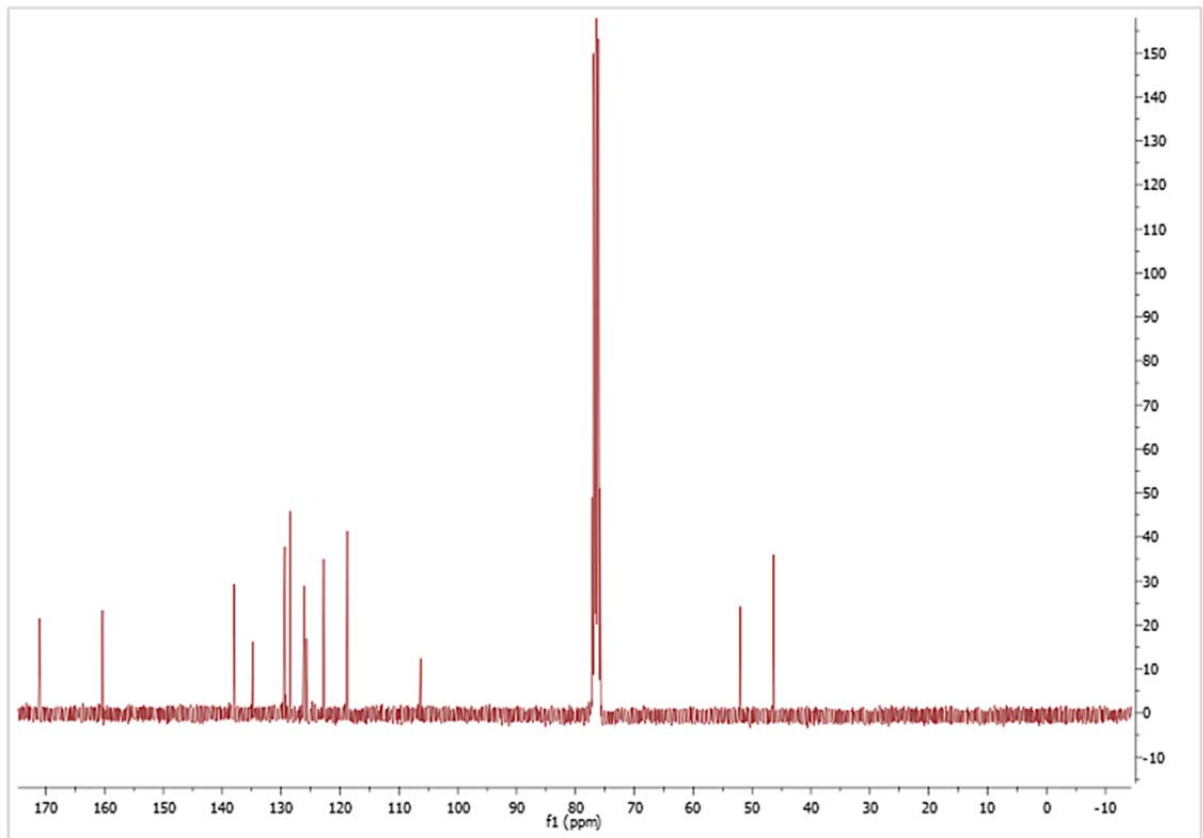


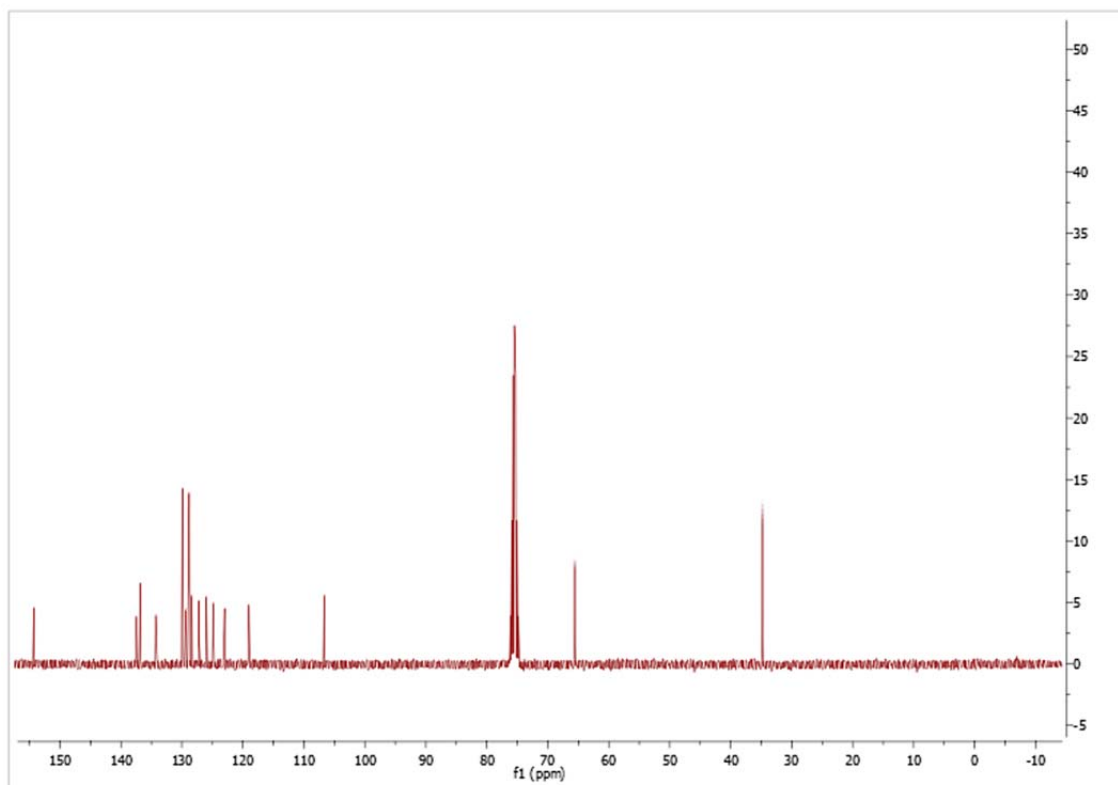
**EK-11 Bis(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff Bazı ile Zn(II)
Sentezi FT-IR Spektrumu**



EK-13 ^1H -NMR Spektrumları**(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazi**

(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazi

Ek-14 ^{13}C -NMR Spektrumları**(E)-2-((2-kloroetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazi**

(E)-2-((2-bromoetil)imino)metilnaftilen-2-ol) Schiff bazi

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Aylin ÇALIŞ
Uyruğu : T.C
Doğum Yeri ve Tarihi : ANKARA/ALTINDAĞ 09/07/1992
Telefon : 05302629915
Faks :
e-mail : Aylincalis7@gmail.com

EĞİTİM

Derece	Adı, İlçe, İl	Bitirme Yılı
Lise	: Elmadağ Lisesi ,Elmadağ,ANKARA	2010
Üniversite	: Selçuk Üniversitesi , Selçuklu . KONYA	2014
Yüksek Lisans	: Selçuk Üniversitesi , Selçuklu . KONYA	2019

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görevi
2017	MEB	Kimya Öğretmeni

YAYINLAR

Aylin Çalış, Ahmed Nuri Kurşunlu, Ersin Güler, Dipirometen esaslı yeni Zn (II) komplekslerinin sentezlenmesi ve karakterizasyonu, 2nd International Eurasian Conference on Biological and Chemical Sciences (EurasianBioChem 2019) June 28-29, 2019 / Ankara, Turkey