

T.C.
HİTİT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**BAZI YENİ İMİN BİLEŞİKLERİNİN ELDESİ,
SPEKTROSKOPİK ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ VE
İNHİBİTÖR ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Pakize SILKU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KİMYA ANA BİLİM DALI

DANIŞMAN

Yrd. Doç. Dr. Sevil ÖZKINALI

Haziran 2014

ÇORUM

Pakize SILKU tarafından hazırlanan 'Bazı Yeni İmin Bileşiklerinin Eldesi, Spektroskopik Özelliklerinin Belirlenmesi ve İnhibitör Özelliklerinin İncelenmesi' adlı tez çalışması 18 / 06 / 2014 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından oy birliği ile Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı' nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Doç. Dr. Naki ÇOLAK

Yrd. Doç. Dr. Sevil ÖZKINALI

Yrd. Doç. Dr. Mahmut GÜR

Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu' nun 18/06/2014 tarih ve 2014/02..... sayılı kararı ile Pakize SILKU' nun Kimya Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans Derecesi alması onanmıştır.

Prof. Dr. Ali KILIÇARSLAN

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TEZ BEYANI

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yaptığımı beyan ederim.

Pakize SILKU



BAZI YENİ İMİN BİLEŞİKLERİNİN ELDESİ, SPEKTROSKOPİK ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ VE İNHİBİTÖR ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Pakize SILKU

HİTİT ÜNİVERSİTESİ
FENBİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Haziran 2014

ÖZET

Bu çalışmada başlangıç maddesi olarak *p*-hidroksibenzaldehit ve anilin, *p*-kloranilin, *p*-nitro anilin, *p*-metilanilin ve *p*-aminobenzoik asit kullanılarak Schiff bazları ve bunların akriloil türevleri elde edilmiştir. Birinci basamakta anilin türevleri ile *p*-hidroksibenzaldehitin etkileştirilmesi sonucu Schiff bazları, ikinci basamakta ise elde edilen bileşiklerin inert atmosferde önce metalik sodyum ve daha sonra akriloil klorür ile etkileştirilmesi sonucu schiff bazlarının akriloil türevleri elde edilmiştir. Sentezlenen bileşiklerin yapıları, elementel analiz ve IR, UV-VIS, ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve kütle spektroskopik yöntemleri ile analiz edilmiştir. Ayrıca akriloil türevli bileşiklerin dönüşümlü voltametri ile inhibitör çalışmaları gerçekleştirilmiştir. UV-VIS spektroskopik çalışmalar sonucunda bileşiklerin EtOH, CHCl₃ ve DMF içerisinde çekilen spektrumlarında $\pi \rightarrow \pi^*$ ve $n \rightarrow \pi^*$ soğurma piklerinin varlığı ve bileşiklerin enolimin tautomer yapısında bulunduğu belirlenmiştir. IR ve NMR spektroskopik verileri de bileşiklerin enolimin tautomer yapısında olduğunu göstermiştir. Korozyondan korunmada inhibitör olarak etkinliği incelenen maddelerin 0,1 M NaOH ortamında koruma sağlamadığı ancak NaCl ve H₂SO₄ gibi ortamlarda etkin korunma sağlayabileceği belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Schiff bazı, akriloil klorür, enolimin tautomer yapısı, inhibitör

**SYNTHESIS, DETERMINATION OF SPECTROSCOPIC PROPERTIES
AND INVESTIGATION OF INHIBITION PROPERTIES OF SOME IMINE
COMPOUNDS**

Pakize SILKU

HİTİT ÜNİVERSİTESİ
FENBİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Haziran 2014

ABSTRACT

In this study Schiff bases and their acryloyl derivatives have been synthesized by reacting of *p*-hydroxybenzaldehyde with analine, *p*-chloroaniline, *p*-nitroanilyne, *p*-metilanilyn and *p*-aminobenzoic acide. In the first step Schiff bases have been obtained by the reaction of *p*-hydroxybenzaldehyde with aniline and in the second step the acryloyl derivatives of Schiff bases have been obtained by the reaction of metallic sodium and then acryloyl chloride in an inert atmosphere. The structure of these compounds have been characterized by IR, ¹H-NMR, ¹³C-NMR and Mass spectroscopic techniques. On the other hand the inhibitory studies of acryloyl compounds are made by using cyclic voltammetry. The results of the UV-VIS spectroscopic studies in EtOH, CHCl₃ and DMF it is determined $\pi \rightarrow \pi^*$ and $n \rightarrow \pi^*$ absorption peaks so it has been understood that these compounds are in enolimine tautomer forms. Also the spectroscopic data of IR and NMR spectroscopy have shown that these compounds are in enolimine tautomeric forms. The effect of the compounds which was analysed as inhibitör in corrosion protection don't provide protection in 0,1 M NaOH setting but it was shown that effective protection may be provided in NaCl and H₂SO₄ settings.

Keywords: Schiff bases, acryloyl chloride, enolimine tautomer forms, inhibitör

TEŞEKKÜR

Bu tezi hazırlarken her konuda her zaman yakın ilgi ve desteğini gördüğüm değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Sevil ÖZKINALI'ya en derin saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Laboratuar ve diğer teknik konularda yanımda olan Hitit Üniversitesi Kimya Mühendisliği hocalarımdan Doç. Dr. Abdurrahman ASAN ve Kimya Bölümü hocalarımdan Doç. Dr. Dursun Ali KÖSE'ye teşekkür ederim.

Çalışmam boyunca desteğini esirgemeyen, bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşan değerli arkadaşım Hitit Üniversitesi Kimya Mühendisliği Uzman Zeynel ÖZTÜRK'e ve eşi değerli arkadaşım Banu ÖZTÜRK'e teşekkürü bir borç bilirim.

FEF04.11.005 nolu proje kapsamında tez çalışmalarım süresince gerekli malzemelerin alınması ve analizlerinin yapılması için sağlamış oldukları imkanlardan dolayı Hitit Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Birimine teşekkür ederim.

Çalışmam boyunca maddi ve manevi destekleriyle hep yanımda olan annem Seyhan SILKU ve babam Vedat SILKU'ya teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xiv
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI.....	3
2.1.Schiff Bazlarının Önemi ve Kullanım Alanları	3
2.2. Schiff Bazlarının Sentezi.....	12
2.3. Schiff Bazlarının Adlandırılması	14
2.4. Korozyon ve Korozyondan Korunma	15
2.4.1. Korozyon.....	15
2.4.2. Korozyondan korunma.....	16
2.4.2.1. Kaplamayla korozyondan korunma.....	16
2.4.2.2. Katodik koruma.....	16
2.4.2.3. Anodik koruma.....	17
2.4.3. Korozyon hızı elektrokimyasal ölçüm teknikleri.....	17
2.4.3.1. Elektrokimyasal empedans spektroskopisi.....	17
2.4.3.2. Galvanik eşleşme.....	17
2.4.3.3.Dönüşümlü polarizasyon	17
2.4.3.4.Tafel ekstrapolasyon yöntemi	18

	Sayfa
2.5. Spektroskopik Özellikleri.....	19
2.5.1. Kızıl ötesi (IR) spektroskopisi	19
2.5.2. Görünür bölge- mor ötesi (UV-VIS) spektroskopisi.....	21
3. MATERYAL VE YÖNTEM	25
3.1. Materyal.....	25
3.1.1. Kullanılan kimyasal maddeler.....	25
3.1.2. Kullanılan cihazlar	25
3.2. Yöntem.....	26
3.2.1. Sentez	26
4. BULGULAR VE TARTIŞMALAR	28
4.1. Sentez Çalışmaları.....	28
4.1.1. (E)-4-((fenilimino)metil)fenol (II) sentezi.....	28
4.1.2. (E)-4-((fenilimino)metil)fenil akrilat (III) sentezi	28
4.1.3. (E)-4-((4-klorofenilimino)metil)fenol (IV) sentezi	29
4.1.4. (E)-4-((4-klorofenilimino)metil)fenil akrilat (V) sentezi.....	29
4.1.5. (E)-4-((4-nitrofenilimino)metil)fenol (VI) sentezi	30
4.1.6. (E)-4-((4-nitrofenilimino)metil)fenil akrilat (VII) sentezi.....	31
4.1.7. (E)-4-((p-tolilimino)metil)fenol (VIII) sentezi	31
4.1.8. (E)-4-((p-tolilimino)metil)fenil akrilat (IX) sentezi.....	32
4.1.9. (E)-4-(4-hidroksibenzilidenimino)benzoik asit (X) sentezi	32
4.1.10. (E)-4-(4-hidroksibenzilidenimino)benzoik asit akrilat (XI) sentezi	33
4.2. Spektroskopisi Çalışmalar.....	34
4.2.1. Kızıl ötesi (IR) spektroskopisi	34
4.2.2. Morötesi-görünür bölge (UV-VIS) çalışmaları.....	47
4.2.3. NMR çalışmaları	61

	Sayfa
4.2.3.1. ^1H -NMR çalışmaları	61
4.2.3.2. ^{13}C -NMR çalışmaları.....	74
4.2.4. Kütle spektrumları.....	86
4.3. Elementel Analiz	88
4.4. Elektrokimyasal Çalışmalar	88
4.4.1. III Numaralı örneğin 0,1 M NaOH ortamında korozyondan korunmada inhibitör özelliği	89
4.4.2. V Numaralı örneğin 0,1 M NaOH ortamında korozyondan korunmada inhibitör özelliği	91
4.4.3. VII Numaralı örneğin 0,1 M NaOH ortamında korozyondan korunmada inhibitör özelliği	92
4.4.4. IX Numaralı örneğin 0,1 M NaOH ortamında korozyondan korunmada inhibitör özelliği	93
4.4.5. XI Numaralı örneğin 0,1 M NaOH ortamında korozyondan korunmada inhibitör özelliği	94
4.4.6. VII Numaralı örneğin 0,1 M H_2SO_4 ortamındaki korozyondan koruma özelliği.....	95
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	96
KAYNAKLAR	98
EKLER.....	103
EK -1. (III) Kodlu Örnek Tafel Analizleri	103
EK-2. (V) Kodlu Örnek Tafel Analizleri	105
EK-3. (VII) Kodlu Örnek Tafel Analizleri	107
EK-4. (IX) Kodlu Örnek Tafel Analizleri.....	109
EK-5. (XI) Kodlu Örnek Tafel Analizleri.....	111
ÖZGEÇMİŞ	114

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Schiff bazlarının genel mekanizması	3
Şekil 2.2. Schiff bazı oluşum mekanizması	4
Şekil 2.3. Schiff bazının suda çözünen kobalt (II) kompleksi	5
Şekil 2.4. N,N'-1,3-propilen-bis(3-metoksisalisilidenimin)' in Schiff baz kompleksi	5
Şekil 2.5. Bis(5-feniloza salisilaldehit) 2,3-naftalin diimin	6
Şekil 2.6. Agrawal ve ark. tarafından sentezlenen schiff bazları	6
Şekil 2.7. o-kloranilin-N-benziliden (o-CANB)	7
Şekil 2.8. Tiyolidenazo boyarmaddeleri	8
Şekil 2.9. Thienylidene 4a-b azo boyarmaddeleri.....	9
Şekil 2.10. Azo-imin gruplu Schiff bazları	10
Şekil 2.11. Schiff baz liganları	11
Şekil 2.12. Ligandların Co(II) ve Cu(II) kompleksleri	11
Şekil 2.13. Schiff bazı oluşum tepkimesi.....	12
Şekil 2.14. Schiff bazı oluşum mekanizması	13
Şekil 2.15. Bazı schiff bazlarının isimlendirilmesi	14
Şekil 2.16. Tafel polarizasyon eğrisi.....	18
Şekil 2.17. Karbonil grubuna konjuge çifte bağlı bulunan bazı bileşikler ve soğurma değerleri.....	20
Şekil 2.18. NPIMP-4 molekül yapısı	20
Şekil 2.19. Akriloil gruplu azo bileşiği	21
Şekil 2.20. NPIM-4 ün tautomerik formları.....	22
Şekil 2.21. Asiri ve arkadaşları tarafından sentezlenen schiff bazları	23
Şekil 2.22. Golcu ve arkadaşları tarafından sentezlenen schiff bazları.....	24

Şekil	Sayfa
Şekil 3.1. Sentezlenen Schiff baz bileşikleri.....	26
Şekil 3.2. Akriloil türevli schiff bazlarının eldesi.....	27
Şekil 4.1. (E)-4-((fenilimino)metil)fenol sentezi.....	28
Şekil 4.2. (E)-4-((fenilimino)metil)fenil akrilat (III) sentezi.....	29
Şekil 4.3. (E)-4-((4-klorofenilimino)metil)fenol sentezi.....	29
Şekil 4.4. (E)-4-((4-klorofenilimino)metil)fenil akrilat (V) sentezi.....	30
Şekil 4.5. (E)-4-((4-nitrofenilimino)metil)fenol sentezi.....	30
Şekil 4.6. (E)-4-((4-nitrofenilimino)metil)fenil akrilat sentezi.....	31
Şekil 4.7..(E)- 4 - ((p-tolilimino)metil)fenol sentezi.....	31
Şekil 4.8. (E)-4-((p-tolilimino)metil)fenil akrilat sentezi.....	32
Şekil 4.9. (E)-4-(4-hidroksibenzilidenimino)benzoik asit sentezi.....	32
Şekil 4.10. (E)-4-(4-hidroksibenzilidenimino)benzoik asit akrilat sentezi.....	33
Şekil 4.11. II Numaralı bileşiğin IR spektrumu.....	35
Şekil 4.12. III Numaralı bileşiğin IR spektrumu.....	36
Şekil 4.13. IV Numaralı bileşiğin IR spektrumu.....	37
Şekil 4.14. V Numaralı bileşiğin IR spektrumu.....	38
Şekil 4.15. VI Numaralı bileşiğin IR spektrumu.....	39
Şekil 4.16. VII Numaralı bileşiğin IR spektrumu.....	40
Şekil 4.17. VIII Numaralı bileşiğin IR spektrumu.....	41
Şekil 4.18. IX Numaralı bileşiğin IR spektrumu.....	42
Şekil 4.19. X Numaralı bileşiğin IR spektrumu.....	43
Şekil 4.20. XI Numaralı bileşiğin IR spektrumu.....	44
Şekil 4.21. Schiff bazlarının enolimin ve ketoamin tautomer yapıları.....	48
Şekil 4.22. II Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu.....	49

Şekil	Sayfa
Şekil 4.23. III Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu	50
Şekil 4.24. IV Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu	51
Şekil 4.25. V Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu	52
Şekil 4.26. VI Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu	53
Şekil 4.27. VII Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu.....	54
Şekil 4.28. VIII Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu	55
Şekil 4.29. IX Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu	56
Şekil 4.30. X Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu	57
Şekil 4.31. XI Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu	58
Şekil 4.32. II Numaralı bileşiğin ¹ H-NMR spektrumu	62
Şekil 4.33. III Numaralı bileşiğin ¹ H-NMR spektrumu	63
Şekil 4.34. IV Numaralı bileşiğin ¹ H-NMR spektrumu.....	64
Şekil 4.35. V Numaralı bileşiğin ¹ H-NMR spektrumu	65
Şekil 4.36. VI Numaralı bileşiğin ¹ H-NMR spektrumu.....	66
Şekil 4.37. VII Numaralı bileşiğin ¹ H-NMR spektrumu	67
Şekil 4.38. VIII Numaralı bileşiğin ¹ H-NMR spektrumu	68
Şekil 4.39. IX Numaralı bileşiğin ¹ H-NMR spektrumu.....	69
Şekil 4.40. X Numaralı bileşiğin ¹ H-NMR spektrumu	70
Şekil 4.41. XI Numaralı bileşiğin ¹ H-NMR spektrumu.....	71
Şekil 4.42. II Numaralı bileşiğin ¹³ C-NMR spektrumu	75
Şekil 4.43. III Numaralı bileşiğin ¹³ C-NMR spektrumu	76
Şekil 4.44. IV Numaralı bileşiğin ¹³ C-NMR spektrumu.....	77
Şekil 4.45. V Numaralı bileşiğin ¹³ C-NMR spektrumu	78
Şekil 4.46. VI Numaralı bileşiğin ¹³ C-NMR spektrumu.....	79
Şekil 4.47. VII Numaralı bileşiğin ¹³ C-NMR spektrumu	80

Şekil	Sayfa
Şekil 4.48. VIII Numaralı bileşiğin ¹³ C-NMR spektrumu.....	81
Şekil 4.49. IX Numaralı bileşiğin ¹³ C-NMR spektrumu.....	82
Şekil 4.50. X Numaralı bileşiğin ¹³ C-NMR spektrumu	83
Şekil 4.51. XI Numaralı bileşiğin ¹³ C-NMR spektrumu.....	84
Şekil 4.52. de IX numaralı bileşiğin kütle spektrumu.....	86
Şekil 4.53. VII numaralı bileşiğin kütle spektrumu	87
Şekil 4.54. III Numaralı örnek dönüşümlü taramaları	90
Şekil 4.55. III Numaralı Örnek LogA/V görünümü.....	90
Şekil 4.56. V Numaralı örnek dönüşümlü taramaları	91
Şekil 4.57. V Numaralı örnek LogA/V görünümü.....	91
Şekil 4.58. VII Numaralı örnek dönüşümlü taramaları.....	92
Şekil 4.59. VII Numaralı örnek dönüşümlü taramaları.....	92
Şekil 4.60. IX Numaralı örnek dönüşümlü taramaları	93
Şekil 4.61 IX Numaralı örnek dönüşümlü taramaları	93
Şekil 4.62. XI Numaralı örnek dönüşümlü taramaları	94
Şekil 4.63. XI Numaralı örnek dönüşümlü taramaları	94
Şekil 4.64. VII Numaralı örneğin 0,1 M H ₂ SO ₄ ortamındaki log A/V eğrileri.....	95
Şekil E 1.1. İnhibitörsüz Çelik Korozyon Hızı	103
Şekil E 1.2. 10 ppm (III) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	103
Şekil E.1.3. 25 ppm (III) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	104
Şekil E 1.4. 50 ppm (III) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	104
Şekil E 1.5. 100 ppm (III) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	105

Şekil	Sayfa
Şekil E 2.1. 10 ppm (V) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	105
Şekil E 2.2. 25 ppm (V) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	106
Şekil E 2.3. 50 ppm (V) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	106
Şekil E 2.4. 100 ppm (V) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	107
Şekil E 3.1. 10 ppm (VII) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	107
Şekil E 3.2. 25 ppm (VII) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	108
Şekil E 3.3. 50 ppm (VII) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	108
Şekil E 3.4. 100 ppm (VII) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	109
Şekil E 4.1. 10 ppm (IX) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	109
Şekil E 4.2. 25 ppm (IX) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	110
Şekil E 4.3. 50 ppm (IX) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	110
Şekil E 4.4. 100 ppm (IX) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	111
Şekil E 5.1. 10 ppm (XI) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	111
Şekil E 5.2. 25 ppm (XI) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	112
Şekil E 5.3. 50 ppm (XI) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	112
Şekil E 5.4. 100 ppm (XI) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Korozyon Hızı Hesaplamaları.....	113

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Akriloil gruplu bazı azo ester bileşiklerinin absorpsiyon değerleri	21
Çizelge 2.2. NPIM-4' ün UV-VIS spektrum değerleri	22
Çizelge 2.3. NPIM-4' ün DMSO içerisinde NaOH ve HCl ile UV-VIS spektrum verileri	233
Çizelge 2.4. Golcu tarafından elde edilen schiff bazlarının $CDCl_3$ çözeltilisinde 1H (^{13}C) NMR verileri	24
Çizelge 4.1. I-XI Numaralı bileşiklerinin karakteristik IR titreşim değerleri (cm^{-1}) .	45
Çizelge 4.2. II-XI Numaralı bileşiklerinin UV-VIS spektrumlarına ait $\lambda_{maks.}$ (nm) ve log ϵ değerleri	59
Çizelge 4.3. Elde edilen bileşiklerin 1H -NMR verileri	72
Çizelge 4.4. II-XI Numaralı elde edilen bileşiklere ait ^{13}C -NMR verileri	85
Çizelge 4.5. Elde edilen bileşiklerin elementel analiz sonuçları	88
Çizelge E 1.1. İnhibitörsüz Çelik Model Data ve Tafel Analizi Korozyon Hızları .	103
Çizelge E 1.2. 10 ppm (III) / 0,1 M NaOH Çözeltilisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	103
Çizelge E 1.3. 25 ppm (III) / 0,1 M NaOH Çözeltilisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	104
Çizelge E 1.4. 50 ppm (III) / 0,1 M NaOH Çözeltilisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	104
Çizelge E 1.5. 100 ppm (III) / 0,1 M NaOH Çözeltilisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	105
Çizelge E 2.1. 10 ppm (V) / 0,1 M NaOH Çözeltilisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	105
Çizelge E 2.2. 25 ppm (V) / 0,1 M NaOH Çözeltilisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	106
Çizelge E 2.3. 50 ppm (V) / 0,1 M NaOH Çözeltilisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	106

Çizelge	Sayfa
Çizelge E 2.4. 100 ppm (V) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	107
Çizelge E 3.1. 10 ppm (VII) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	107
Çizelge E 3.2. 25 ppm (VII) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	108
Çizelge E 3.3. 50 ppm (VII) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	108
Çizelge E 3.4. 100 ppm (VII) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	109
Çizelge E 4.1. 10 ppm (IX) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	109
Çizelge E 4.2. 25 ppm (IX) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	110
Çizelge E 4.3. 50 ppm (IX) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	110
Çizelge E 4.4. 100 ppm (IX) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	111
Çizelge E 5.1. 10 ppm (XI) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	111
Çizelge E 5.2. 25 ppm (XI) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	112
Çizelge E 5.3. 50 ppm (XI) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	112
Çizelge E 5.4. 100ppm (XI) / 0,1 M NaOH Çözeltisindeki Çeliğin Model Verileri ve Tafel Analiz Sonuçları	113

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler

Açıklama

E	: Molar soğurma katsıysı
%T	: Yüzde geçirgenlik
λ_{\max}	: Maksimum dalga boyu
R_f	: Sürüklenme derecesi/ Alıkonma faktörü
$\bar{\nu}$: Dalga sayısı

Kısaltmalar

Açıklama

E.N.	: Erime noktası
DMF	: N,N-Dimetilformamit
DMSO	: Dimetilsülfoksit
THF	: Tetrahidrofuran
NMR	: Nükleer Manyetik Rezonans

1. GİRİŞ

Aldehit ve ketonların, primer aminlerle susuz ortamda reaksiyonları sonucu, zayıf bazik özellik gösteren kondenzasyon ürünlerine Schiff bazları denir. Yapısında $>C=N-$ bağı içeren Schiff bazları 1869 yılında Alman Kimyager Hugo Schiff tarafından bulunmuştur. Hugo Schiff, bir primeramin ve bir aktif karbonil grubunun kondenzasyonundan elde ettiği ve azometin grubu içeren, bu ligandlara Schiff bazları demiştir. İlk defa ligand olarak 1933 yılında Pfeiffer tarafından kullanılmıştır. Çoğunlukla kristal yapıya sahip bileşikler olan Schiff bazlarının, keskin bir erime noktası bulunmaktadır. Alifatik aminlerden elde edilen iminlerin, bazıları ise yağimsidir.

Schiff bazları çeşitli alanlarda oldukça yaygın olarak kullanılan organik bileşiklerdir. Boyarmadde ve pigment olarak, korozyon inhibitörü, katalizör, polimer stabilizatörü olarak kullanılmalarının yanı sıra oldukça geniş bir biyolojik aktiviteye de sahiptirler. Aynı zamanda metal komplekslerin kalitatif ve kantitatif tayinlerinde, ilaç sanayinde, tarım alanında, suların sertliğinin giderilmesinde, radyoaktif maddelerin zenginleştirilmesinde, roket yakıtı hazırlanmasında, antioksidan, dezenfektan ve stabilizatör maddelerin sentezinde kullanım alanı bulmaktadır. Bu bileşikler, koordinasyon kimyasında en sık kullanılan ligandlardır. Ligand, koordinasyon bileşiklerinde katyona veya merkez atomuna bağlı olan yüklü veya yüksüz gruplara denir.

Bu çalışmada literatürde yer almayan ester gruplu imin (Schiff) bazlarının sentezi gerçekleştirilmiştir. Birinci aşamada, *p*-hidroksibenzaldehit ile anilin, *p*-kloranilin, *p*-metilanilin, *p*-nitroanilin ve *p*-aminobenzoikasitin kondenzasyon reaksiyonu sonucu imin ($>C=N-$) grubuna sahip bazlarının eldesi, ikinci aşamada ise bu bileşiklerin inert atmosferde önce metalik sodyum sonra akrilol klorür ile etkileştirilmesi sonucunda ester gruplu yeni organik bileşiklerin eldesi gerçekleştirilmiştir. UV-VIS, IR, 1H -NMR, ^{13}C -NMR, DEPT, kütle spektroskopik yöntemleri ve elementel analiz ile yapısal karakterizasyonlarının belirlenmesinin sonucunda bu bileşiklerin literatüre kazandırılması amaçlanmaktadır.

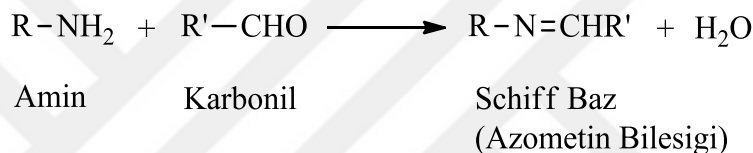
Günümüzde mühendislik alanında karşılaşılan başlıca sorunlardan biri korozyondur. Organik ya da inorganik içerikli korozyon inhibitörlerinin aşınıcı yüzeye çok az miktarda eklenmesi ile metallerin bozunması azaltılmaktadır. Schiff bazı bileşikleri, metaller üzerinde önemli inhibitör etkinliğine sahip organik bileşiklerdir. Schiff bazlarının inhibitör uygulamalarındaki önemi, yüksek inhibisyon sağlamalarının yanında oldukça ucuz maddelerden kolay sentezlenebilir olmalarından da kaynaklanır. Yapılarında azometin grubu yanında aromatik halka ve N, O, S gibi elektronegatif atomlar da bulunan Schiff bazlarının inhibitör etkinlikleri metal yüzeyine adsorpsiyon kabiliyetlerinin yüksek olmasıyla ilişkilidir.



2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1. Schiff Bazlarının Önemi ve Kullanım Alanları

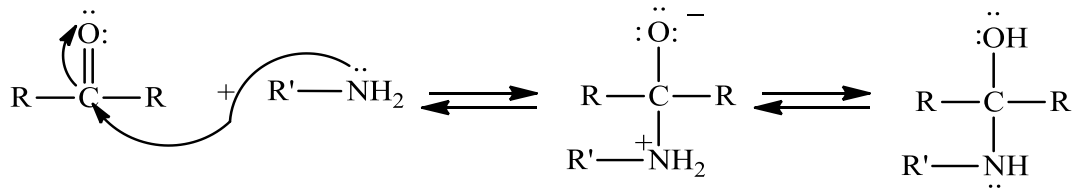
Karbonil bileşikleri ile primer aminlerin, kondenzasyon reaksiyonu vererek oluşturdukları azometin bileşiklerine Schiff bazları denir (Bilgiç, 2001; Golcu ve ark., 2005). Schiff bazları ilk olarak Alman kimyager H. Schiff tarafından 1869 yılında sentezlenmiştir (Işıklan, 1997; Gündüz, 2002). İyi bir azot ligandı olarak bilinen schiff bazları ($>C=N-$) (Şekil 2.1), zayıf bazik özellik gösterirler (Vigato, 2004; Bal, 2010). Zayıf bazik özelliğe sahip iminlerin tuz oluşturma özellikleri düşük olmakla birlikte, kuvvetli asitlerde çözümleri mümkündür (Issaadi ve ark., 2011).



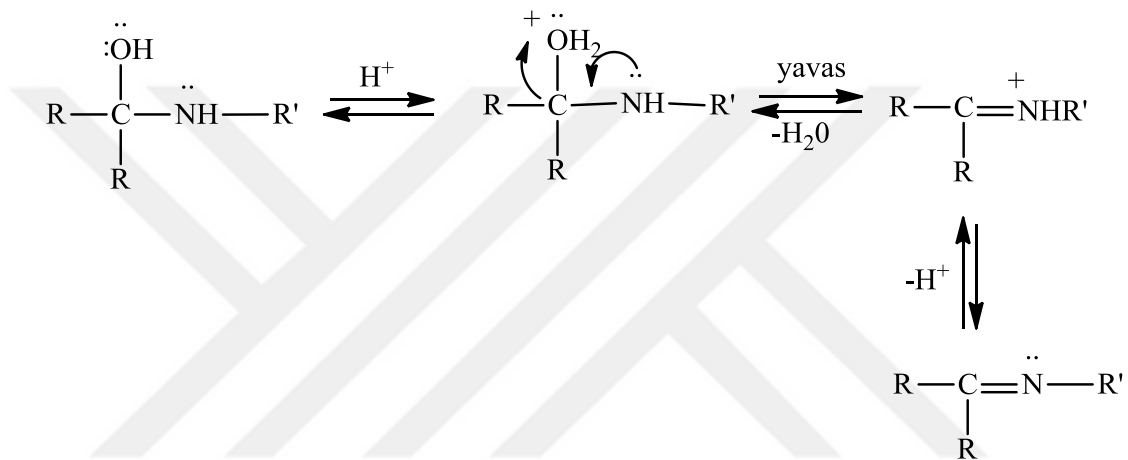
Şekil 2.1. Schiff bazlarının genel mekanizması

Schiff bazlarının sentezi iki ana basamakta oluşur (Şekil 2.2). Birinci basamakta, primer aminle karbonil grubun kondenzasyonundan bir karbonil amin ara bileşiği, ikinci basamakta ise karbonil amin ara bileşiğinin dehidratasyonundan Schiff bazı oluşur. Schiff bazlarının kondenzasyonunda reaksiyon dengesi sulu kısma doğru kaymaya yatkındır. Bu nedenle kondenzasyonlar, genellikle suyun azeotrop teşkil ettiği çözücülerde, destilasyon yoluyla ortamdaki uzaklaştırılarak yapılır (Gupta, 2008). Reaksiyon koşullarına bağlı olarak tepkime geri dönüşümlü bir denge içerir (Machoa, 2004). Aldehitler kadar kolay olmasa da aldehitlere benzer olarak ketonlardan da Schiff bazları ($R_1R_2C=N-R_3$) elde edilebilir (Gupta, 2008).

1.Basamak: Katılma



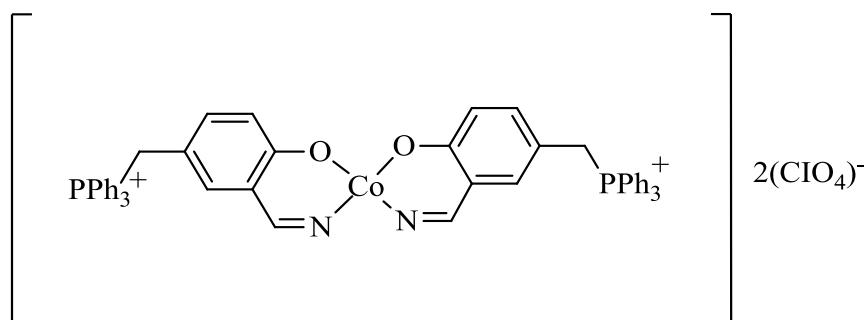
2.Basamak: Ayrılma



Şekil 2.2. Schiff bazı oluşum mekanizması

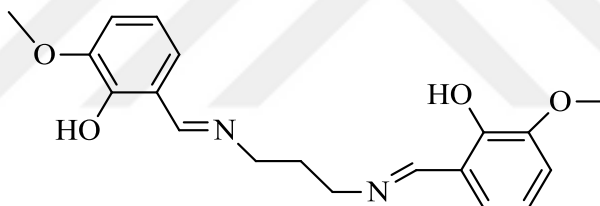
Schiff bazlarının, koordinasyon bileşiklerinin sentezinde ligand olarak kullanımları, 1937 yılında Pfeiffer tarafından gerçekleştirilmiştir (Pfeiffer ve ark.,1937; Işıklan, 1997). Schiff bazları koordinasyon bileşiğinin oluşması sırasında metal iyonuna bir veya daha fazla elektron çifti vererek 4, 5 veya 6 halkalı kararlı kompleksler oluşturmaktadır. Bu nedenle azometin grubuna yakın olan ve yer değiştirebilir hidrojen atomuna sahip ikinci bir fonksiyonel grubun bulunması gerekmektedir. Bu grup tercihen hidroksil grubu olmaktadır (Patai ve ark., 1970; Köksal, 1999; Aydın, 2006; Kazancı, 2010).

Schiff bazları ilaç ve medikal alanında kullanılan bileşiklerin önemli bir sınıfını oluşturmaktadır. Antibakteriyel, antifungal ve antitümör aktivite içeren biyolojik uygulamalara sahiptirler. Shahabadi ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada Schiff bazının suda çözünen kobalt (II) kompleksinin DNA ile bağlanma etkileşimleri incelenmiştir (Şekil 2.3) (Shahabadi ve ark., 2010).



Şekil 2.3. Schiff bazının suda çözünen kobalt (II) kompleksi

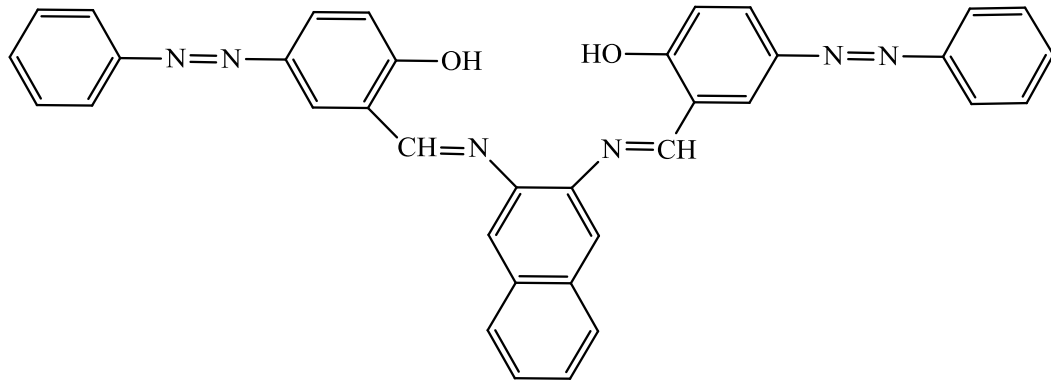
Lashgari ve ark. (2010) tarafından yapılan çalışmada N,N'-1,3-propilen-bis(3-metoksisalisilidenimin)' in (Şekil 2.4) yumuşak çelik korozyonu üzerine sülfürik asit ortamında inhibitör aktivitesi elektrokimyasal yöntemler, IR spektroskopisi ve taramalı elektron mikroskopisi kullanılarak araştırılmıştır. Çalışmalar sonucunda çoğunlukla anodik olmak üzere karışık-tipte iyi bir inhibitör özelliği gösterdiği ve çok dişli bir ligand olarak hareket ettiğini tespit etmişlerdir.



Şekil 2.4. N,N'-1,3-propilen-bis(3-metoksisalisilidenimin)' in Schiff bazı kompleksi

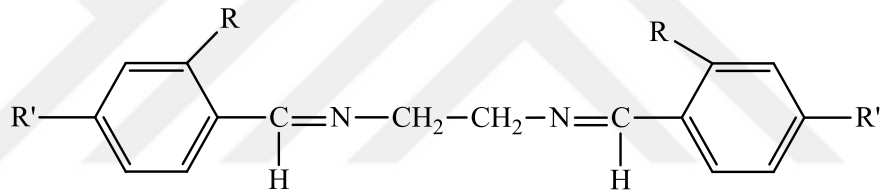
İnhibitör olarak kullanılan Schiff bazlarının inhibisyon özelliğinin, sentezde kullanılan aldehit ve aminlerin etkisi ile oluştuğu gözlemlenmiştir. Molekülde bulunan amin grubuna bağlı olarak, inhibisyon etkisinin arttığı tespit edilmiştir (Desai ve ark., 1986; Aydınli, 2006).

Abbaspour ve arkadaşlarının (2002) sentezledikleri (Şekil 2.5) dört dişli Schiff bazı ligandı ile alüminyum iyon-seçici elektrodun performansını değerlendirmişlerdir. İyon seçici elektrot yapımında, salisilaldehitin çok dişli ligantları kullanılarak, sentezlenen Schiff bazlarının, geçiş metalleri ile çok kararlı kompleks bileşikler oluşturmasından yararlanmışlardır (Aydınli, 2006).



Şekil 2.5. Bis(5-feniloza salisilaldehit) 2,3-naftalin diimin

Schiff bazları, Agrawal ve arkadaşları (2004) tarafından yapılan çalışmada (Şekil 2.6) benzen halkası üzerinde bulunan fonksiyonel grupların türüne bağlı olarak inhibisyon etkilerinin değiştiği, sıcaklığın ve diğer termodinamik parametrelerin korozyona etkisi tayin edilerek Schiff bazlarının iyi bir inhibitör olduğu bulunmuştur.



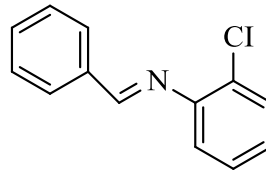
EDDB: R=R'=H; EDMDB: R=H ve R' = -OCH₃; EDDS : R=OH ve R'=H

Şekil 2.6. Agrawal ve ark. tarafından sentezlenen Schiff bazları

Schiff bazlarının oldukça geniş çalışma alanları bulunmaktadır. Schiff bazları (azometin, iminler) ilaç ya da kauçuk katkı maddeleri üretimleri için yaygın olarak kullanılan organik ara ürünlerdir (Machoa, 2004). Aynı zamanda Schiff bazları, boyarmaddelerin üretiminde özellikle tekstil endüstrisinde, plastik sanayinde, polimer üretiminde, analitik kimyada, sıvı kristal teknolojisinde, kozmetik ve ilaç üretiminde, korozyonun önlenmesinde ve elektronik endüstrisi gibi birçok alanda da kullanımı bulunmaktadır. Özellikle kemoterapi tedavisinde kullanılan ilaçların üretiminde büyük önem taşımaktadır. Bu nedenle biyolojik ve yapısal önemlerinden dolayı üzerinde çok çalışılan bir bileşik olma özelliği göstermektedir (Birbiçer, 1998; Bal, 2010).

Schiff bazları metal miktarının tayininde kullanılırken, saydam, katı ve renkli olmalarından dolayı da boya endüstrisinde kullanım alanı bulmaktadır. Analitik kimyada kullanım alanı ise, bu bileşiklerin bazı metal iyonlarına karşı seçici ve spesifik reaksiyon vermesiyle, spektrofotometrik reaktif olarak kullanılmasıdır (Serin, 1980; Özelcanat, 2008; Bal, 2010; Kazancı, 2010; Issaadi ve ark., 2011).

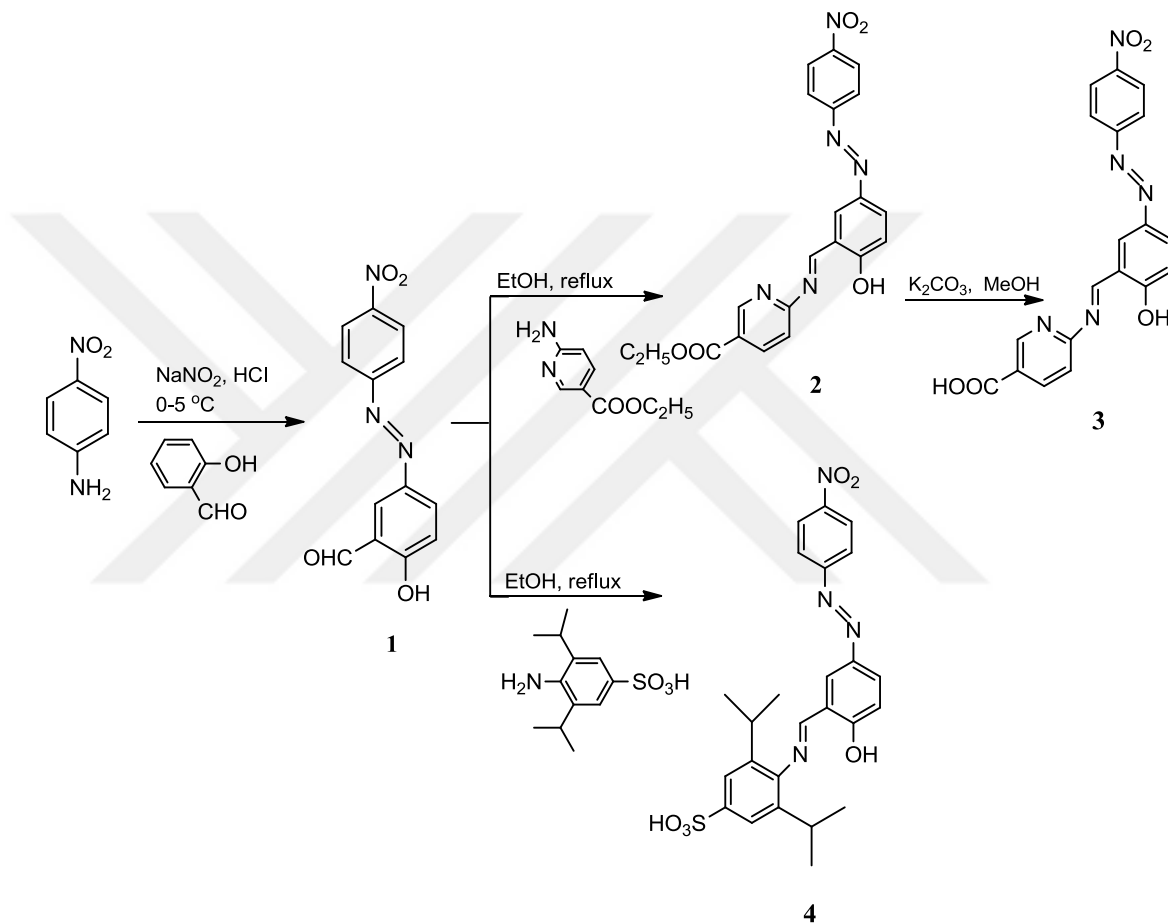
Patel ve ark. (2011) tarafından *o*-kloranilin-N-benziliden bileşiğinin eldesi gerçekleştirilmiş (Şekil 2.7) ve saf alüminyum üzerine 1,0 M hidroklorik asitin korozyon etkisine karşı bu bileşiğin kimyasal yöntem (ağırlık kaybı); polarizasyon yöntemi ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) gibi elektrokimyasal tekniklerle inhibitör aktivitesi belirlenmiştir.



Şekil 2.7. *o*-kloranilin-N-benziliden (*o*-CANB)

Schiff bazları Cu (II), Ni (II), Zn (II), Co (II) ve Fe (II) gibi çoğu metal iyonları ile bir seri kompleks oluşturabilmektedir. Aynı zamanda bu bileşikler fotokromik özelliklerinden dolayı optik materyallerin eldesinde de kullanılmaktadır.

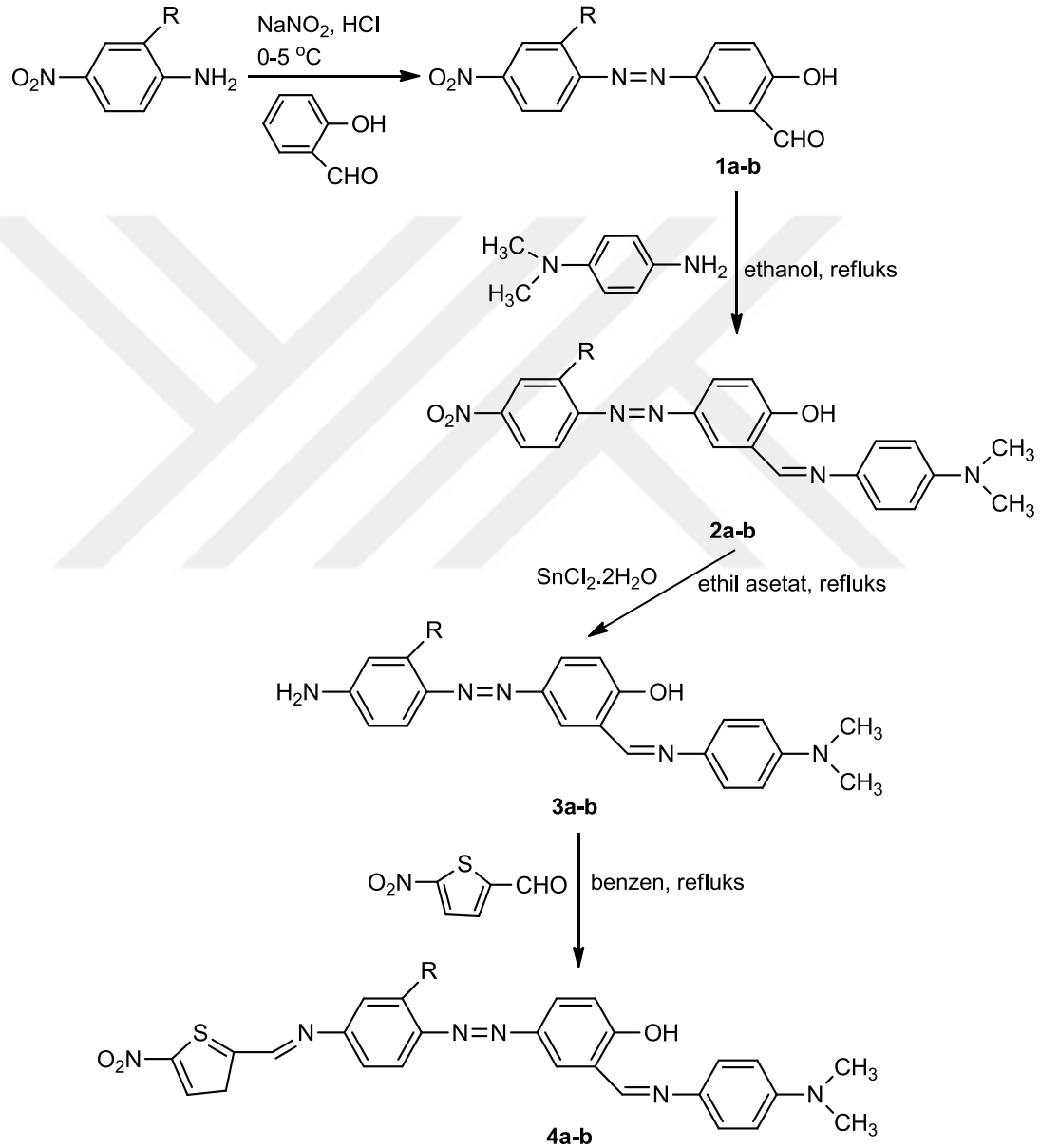
Dinçalp ve arkadaşları tarafından azo (-N=N-) ve imin (>C=N-) grubu içeren tiyolidenazo boyarmaddeleri (Şekil 2.8) elde edilmiştir. Elde edilen bileşiklerin yapısı IR, UV-VIS, $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$, MS spektroskopik yöntemleri ile TGA ve CV ile tayin edilmeye çalışılmıştır (Dinçalp, 2010).



Şekil 2.8. Tiyolidenazo boyarmaddeleri

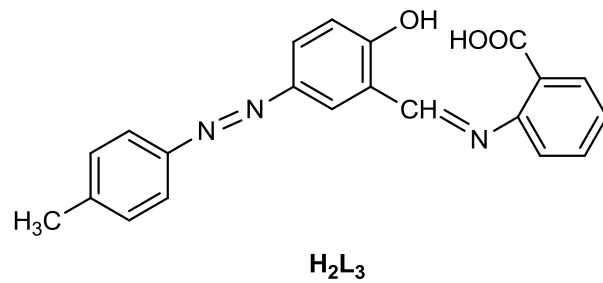
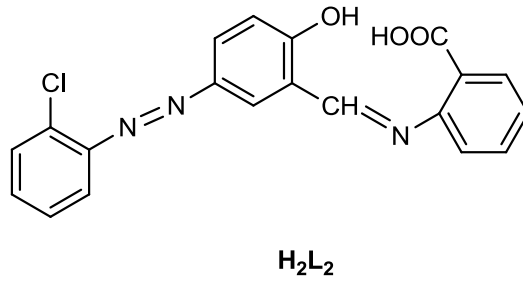
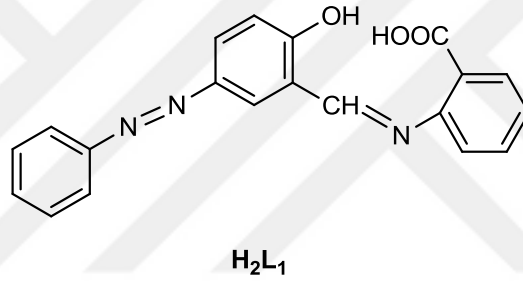
Dinçalp ve grubu (2007) tarafından yapılan çalışmada salisilaldehit ile *p*-nitroanilin türevlerinin kenetlendirilmesi sonucunda, 1-(3-formil-4-hidroksifenilazo)-4-nitrobenzen ve 1-(3-formil-4-hidroksifenilazo)-2-kloro-4-nitrobenzen boyarmaddeleri ve bu bileşiklerin de (Şekil 2.9) Schiff bazları elde edilmiştir. Elde edilen bileşiklerin organik çözücüler içerisinde Cu^{2+} iyonlarına karşı optik sensör olarak kullanımlarını incelemiştir. Bileşiklerin yapısı IR, UV-VIS, $^1\text{H-NMR}$, ^{13}C -

NMR, kütle spektroskopisi, TGA ve CV ile incelenmiştir. Bileşiklerin spektral özellikleri farklı polariteye sahip beş organik çözücü içerisinde incelenmiştir. Bileşiklerin fotoizomerizasyon davranışları etil asetat içerisinde Xe lambası kullanılarak 1 saat boyunca floresans spektrofotometresi ile belirlenmiştir. cis-trans düzenlenmesine ait fotoizomerizasyon hız sabiti 10^{-5} s^{-1} olarak tespit edilmiştir.



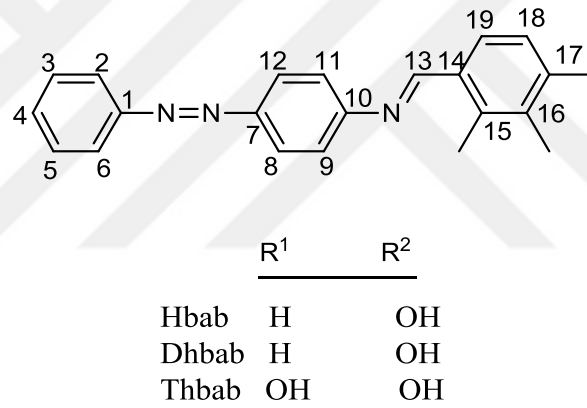
Şekil 2.9. Thienylidene 4a-b azo boyarmaddeleri

Refat ve grubu (2006) tarafından 5-fenilazosalisil aldehit ve *o*-aminobenzoik asitten türetilen yeni heterosiklik Schiff bazlarının Cu(II), Ni(II), Mn(II) ve Zn (II) metal kompleksleri sentezlenmiştir (Şekil 2.10) ve bu bileşiklerin yapıları elementel analiz, UV-VIS, IR, ¹H-NMR spektroskopik yöntemleri ile ve aynı zamanda taramalı elektron mikroskobu (SEM), toz X-ışını kırınımı yöntemi, molar iletkenlik ölçümleri ve termogravimetrik analiz ile aydınlatılmaya çalışılmıştır. Elde edilen verilerden Schiff bazlarının nötral üç dişli ligand olarak metallerle 1:1 stokiyometrik oranında kompleksler meydana getirdiklerini tespit etmişlerdir. Metal komplekslerinin termal bozunma aralığı 25-800°C arasında ölçülmüştür. Elde edilen verilerden komplekslerin 2 ya da 3 basamakta bozunduğu ve 50-300°C aralığında ise yapıda bulunan su moleküllerinin uzaklaştığı tespit edilmiştir.

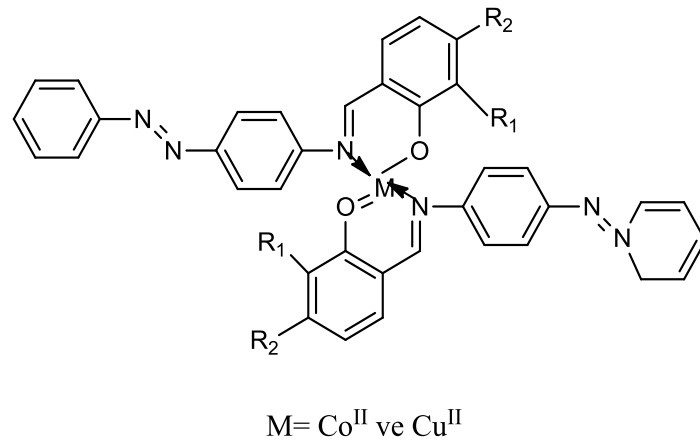


Şekil 2.10. Azo-imin gruplu Schiff bazları

E. İspir tarafından (2009) *p*-aminoazobenzenin salisilaldehit ile tepkimesi sonucu azo gruplu Schiff bazlarının ve bunların kobalt ve bakır metal komplekslerinin eldesi gerçekleştirilmiştir. Bileşiklerin yapısı elemental analiz, IR, UV-VIS, ¹H-NMR ve kütle spektroskopisi ile aydınlatılmıştır. Co(II) ve Cu(II) komplekslerinin boyarmaddelerdeki O ve N atomu üzerinden koordine olduğu tespit edilmiştir. Metal komplekslerinin elektrokimyasal özellikleri DMSO içerisinde 100 mVs⁻¹ tarama hızında araştırılmıştır. Elde edilen bileşiklerin (Şekil 2.11 ve Şekil 2.12) antibakteriyel aktivitesi disk difüzyon metoduna göre belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlarda metal komplekslerinin mikroorganizmalara karşı çok aktif olduğu ancak aynı koşullarda boyarmaddelerin aynı mikroorganizmalara karşı aktif olmadığı görülmüştür.



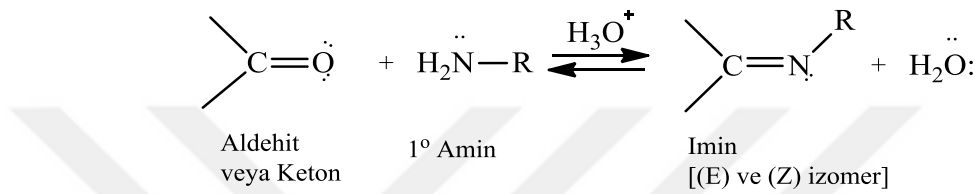
Şekil 2.11. Schiff baz liganları



Şekil 2.12. Ligandların Co(II) ve Cu(II) kompleksleri

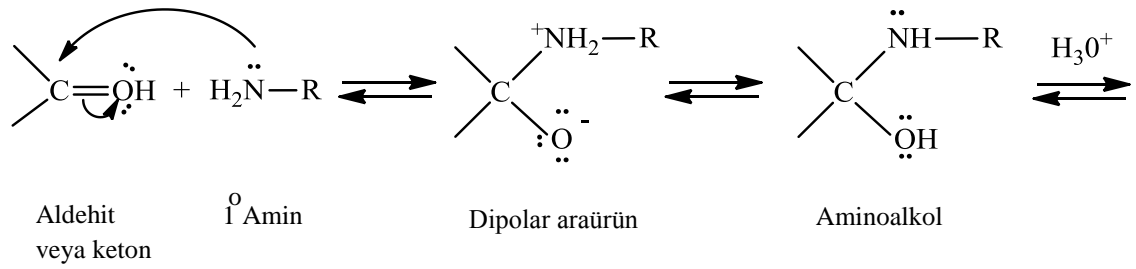
2.2 . Schiff Bazlarının Sentezi

Aldehit ve ketonlar birincil aminlerle (RNH_2) tepkime vererek iminler (RCH=NR veya $\text{R}_2\text{C=NR}$) olarak adlandırılan karbon-azot ikili bağına sahip bileşikleri oluştururlar (Şekil2.13). Tepkime asitle katalizlenir ve ürün (*E*) ve (*Z*) izomerlerinin bir karışımı olarak oluşabilir.



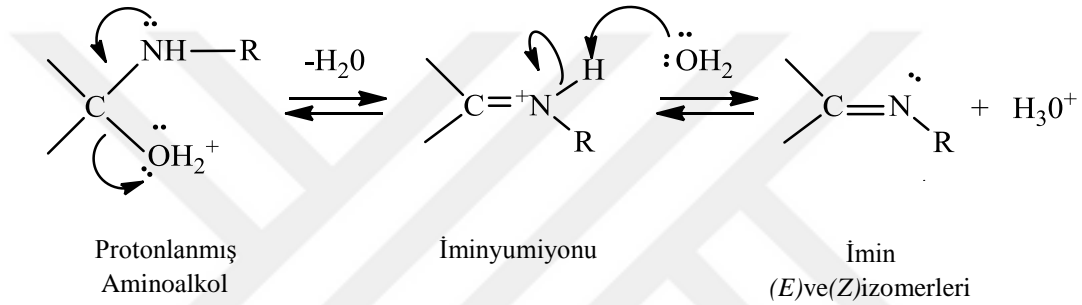
Şekil 2.13. Schiff bazı oluşum tepkimesi

İmin oluşumu çok düşük ve çok yüksek pH' de yavaştır ve genel olarak pH 4 ve 5 arasında en hızlı gerçekleşir. Eğer imin oluşumu için önerilen mekanizma dikkate alınırsa neden asit katalizörünün gerekli olduğu anlaşılır. Önemli basamak, protonlanmış alkolün bir su molekülü kaybederek, iminyum iyonu haline geldiği basamaktır. Asit, alkol grubunu protonlayarak, zayıf ayrılan bir grubu ($-\text{OH}$ grubu) iyi ayrılan bir gruba ($-\text{OH}_2^+$ grubu) çevirir (Şekil 2.14).



Amin karbonil grubuna katılarak bir dipolar düzgün dört yüzlü ara ürün oluşturur

Azottan oksijene molekül içi proton aktarımı Aminoalkolü oluşturur.



Oksijenin protonlanması iyi Ayrılan bir grup oluşturur. Bir su molekülünün kaybı İminyum iyonunu verir.

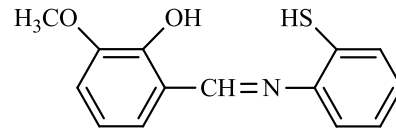
Bir protonun suya Aktarılması imini Oluşturur ve katalitik İyonu yeniden ortaya çıkarır.

Şekil 2.14. Schiff bazı oluşum mekanizması

Eğer hidronyum iyonu derişimi çok yüksekse tepkime daha yavaş ilerler, çünkü aminin kendisi önemli oranda protonlanır ve bu da ilk basamakta gerekli nükleofil derişimini azaltacak bir etkidir. Hidronyum iyonu derişimi çok az ise, tepkime yine yavaşlar, çünkü protonlanmış amino alkol derişimi azalır. pH 4 ve pH 5 arasındaki bir pH ise en uygun olanıdır. İmin oluşumu, birçok biyokimyasal tepkimede de meydana gelir, çünkü enzimler, genellikle bir aldehit veya keton ile olan tepkimelerde $-NH_2$ gruplarını kullanırlar (Solomon, 2002).

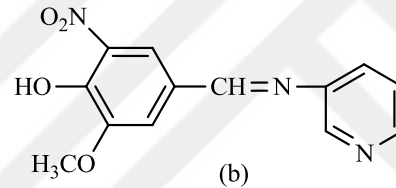
2.3. Schiff Bazlarının Adlandırılması

Schiff bazları literatürde farklı isimlendirilme yöntemleri ile kullanılmıştır. Aromatik yapıdaki bileşiklerin birçoğu salisilaldehit ve türevi bileşiklerinden sentezlenmiştir. Bu bileşikler salisilalddiimin, benzilalddiimin, imino veya salisilidenanilin (Şekil 2.15) şekillerinde isimlendirilmiştir (Oskay, 1999; Özbülül, 2006)



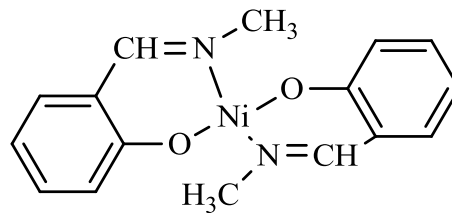
(a)

(a) 3-metoksisalisiliden-2-aminotiyofenol



(b)

(b) N-(pidil)-3-metoksi-4-hidroksi-5-nitrobenzalddiimin



(c)

(c) Bis(N-metilsalisilalddiimino)Ni(II)

Şekil 2.15. Bazı Schiff bazlarının isimlendirilmesi

2.4 . Korozyon ve Korozyondan Korunma

2.4.1. Korozyon

Metal veya alaşımlarının buldukları gaz veya sıvı ortamlarla etkileşmeleri sonucu metallerde meydana gelen bozunmalara diğer bir deyişle metal yükseltgenmesi sonucu oluşan kayıplara korozyon denir (Erbil, 2013).

Korozyonun elektrokimyasal mekanizması klasik pillerden yola çıkılarak basitçe ifade edilebilir. Klasik bir kuru pil için, pilin dış çeperi çinko, merkezinde grafit çubuk, çinko ve grafit arasında elektrolit olarak NH_4Cl bulunur. Burada metalin elektrolitle temas eden yüzeyinde devre tamamlandığında çinko yükseltgenerek elektrolitik faza geçerken, grafit çubuk yüzeyinde ortamdaki katyonlar indirgenerek yük denliğini sağlarlar. Pilin akması olarak tarif edilen olay, pil reaksiyonu sonucu korozyona uğrayan metal kısmın delinmesinden kaynaklanır.

Korozyon, metalin bulunduğu ortamda anot ve katotlar oluşması neticesinde gerçekleşir. Kastedilen anot ve katot aynı metal üzerinde olabileceği gibi temas halindeki farklı metallerin arasındaki potansiyel farktan kaynaklı olarak da gerçekleşebilir. Birçok korozyon türü vardır ve bunlardan en bilineni üniform korozyondur. Bu korozyon türünde metal yüzeyi aynı seviyede korozyona uğrayarak incelir. Üniform bozulmanın sebebi genellikle anodik ve katodik çevrelerin sürekli yer değiştirmesidir (Chen ve Bogaerts, 1996). Birbiriyle temas halindeki iki metal arasındaki potansiyel farktan oluşan galvanik pil devresi ile korozyon gerçekleşir. Bu tür korozyona galvanik korozyon denilir ve en çok bilinen korozyon türlerindedir (Mansfeld, 1971). Metal yüzeyinde oyuklar şeklinde görülen ve üniform korozyona göre çok az metal kaybı olan bu korozyon türü çukurcuk veya oyuk korozyonu olarak tanımlanır (Frankel, 1998). Bu korozyon türünde çukurlar etrafında mekanik gerilme artıştan dolayı diğer korozyon türlerine göre daha kötü sonuçlar elde edilebilir. En çok bilinen diğer korozyon türleri; aralık korozyonu, seçimli korozyon, taneler arası korozyon, gerilmeli korozyon, erozyonlu korozyon, yorulmalı korozyon ve filiform korozyondur. Korozyon; atmosfer, şebeke suları, deniz suyu, zemin ve biyolojik sistemler gibi elektrolitik ortamlarda gerçekleşebilir.

2.4.2. Korozyondan korunma

İnşaat, otomotiv, gıda ve enerji gibi büyük sektörlerde fazlaca kullanılan metallerin korozyon kaynaklı hata ve tehlikelerden bertarafı için korozyondan korunma işlemleri uygulanmaktadır. Korozyondan korunma; metalik-organik-inorganik kaplamalarla, katodik ve anodik koruma yöntemleriyle sağlanabilmektedir.

2.4.2.1. Kaplamayla korozyondan korunma

Korozyondan korunacak metal veya yüzeyler galvanik seriye göre daha soy metallerle kaplanarak korunma sağlanabilmektedir. Daha soy olan metal kullanılacağı ortamda daha kararlı olacağından korunma sağlanır (Lewis ve ark., 1965). En çok bilinen kaplama yöntemleri; elektrolitik, sıcak daldırma, sıcak püskürtme, giydirme, fiziksel buhar biriktirme (physical vapor deposition; PVD) ve kimyasal buhar biriktirme (chemical vapor deposition; CVD) dir. Organik maddelerin metal yüzeylere kaplanarak korozyondan korunmaya en iyi örnek boyalardır. Organik kaplamalarda dikkat edilmesi gereken önemli husus boyanın uygulama ortamında kararlı olarak bozunmadan kalabilmesidir (Grundmeier ve ark., 2000). Metal yüzeylerinde meydana gelen oksit, tuz ve beton gibi birikmeler inorganik kaplamaya örnek olarak verilebilir. Alüminyum yüzeyi atmosferde ince film şeklinde oksit tabakası oluşturur ve bu türe en iyi örnektir. İnhibitörlerle yüzeyin pasifleştirilmesi en yaygın türüdür (Batis ve ark., 2003).

2.4.2.2. Katodik koruma

Metallerin korunmasında oldukça etkin olan bu yöntemde göre katot bölgesi anodik hale getirilerek korozyondan korunma sağlanır. Korozyondan korunacak metal galvanik seride kendinden daha aktif bir metalle eşlenerek anot hale gelmesi sağlanır. Böylece aktif metal harcanarak asıl metal korunur. Burada harcanan metale çoğu zaman kurban metal de denilir. Katodik koruma için en çok uygulanan yöntemlerden biri de dışardan akım uygulanmasıdır. Akım uygulanarak katot pil düzeneğinde anot olur ve korunur (Baekmann ve ark., 1997).

2.4.2.3. Anodik koruma

Ancak pasifleşme özelliğine sahip metallere uygulanabilen bu yöntemde, metale dışarıdan akım uygulanarak metal yüzeyinde pasif tabakalar oluşturma esasına dayanır. Az sayıda metal ve ortam için uygulanan bu yöntem uygulama kısıtlarından dolayı çok yaygın değildir (Yalcın ve ark., 1998).

2.4.3. Korozyon hızı elektrokimyasal ölçüm teknikleri

Korozyon hızı ölçümünde; elektrokimyasal empedans spektroskopisi (Electrochemical Impedance Spectroscopy; EIS), dönüşümlü polarizasyon, galvanik eşleşme ve en yaygın olanı tafel ekstrapolasyon yöntemleri kullanılmaktadır.

2.4.3.1. Elektrokimyasal empedans spektroskopisi

Alternatif akım devrelerinin direnci olarak tanımlanan empedans ölçümleriyle korozyon hızı ölçmek mümkündür. Diğer ölçüm yöntemlerine göre metal yüzeyinden doğru akım geçirilmediğinden bozunmalara sebep vermeden ölçümler yapılması en güçlü yönüdür. Bunun yanında eşdeğer devreler olarak gösterimleriyle elektrokimyasal mekanizmalar daha kolay ifade edilebilmektedir (Nishikata ve ark., 1995).

2.4.3.2. Galvanik eşleşme

Metalin korozyona uğrayıp uğramayacağı hakkında kalitatif bilgi veren bu yöntem, galvanik hücreden geçen akımların zamana karşı kaydedilip yorumlanması prensibine dayanır (Lu ve ark., 1995).

2.4.3.3. Dönüşümlü polarizasyon

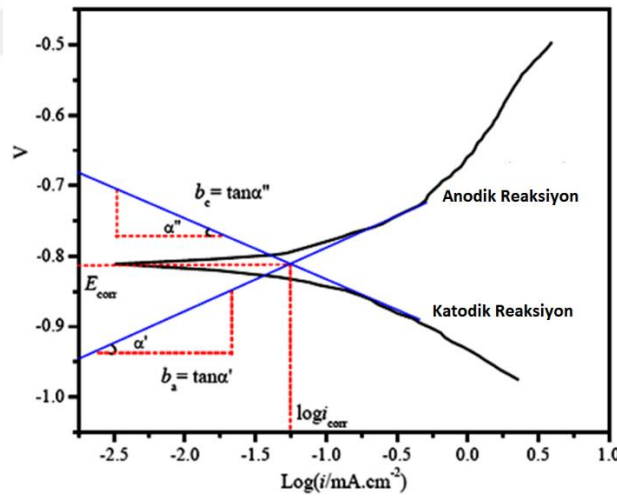
Metalin çukurcuk korozyonu potansiyelinin ölçülmesi için de yaygın olarak kullanılan bu yöntem, korozif çözelti ortamında ileri ve geri yönlü potansiyel taramalarıyla akım değerleri ölçülerek değerlendirmeler yapılır. İleri ve geri yönlü

taramalar arasındaki potansiyel farkın büyüklüğü çukurcuk korozyonu eğiliminin büyüklüğünü verir (Roach ve ark., 2000).

2.4.3.4. Tafel ekstrapolasyon yöntemi

Korozyon, metal ile çözelti arasındaki anodik ve katodik reaksiyonlarla oluşur ve bu reaksiyonların gerçekleşmesi için devreden farklı potansiyellerde akımlar geçmesi gerekir. Bu akım ve karşılık gelen potansiyellerin ölçülüp gerekli hesaplamalar yapılarak korozyon hızı belirlenebilir. Tafel polarizasyon eğrisinde (log i ye karşı potansiyel) anodik ve katodik reaksiyonlar sırasında ölçülen akım/potansiyel değerlerinden yararlanılarak tafel eğimleri b_a ve b_c hesaplanır (Şekil 2.16). Korozyon akım yoğunluğu (i_{corr} (A/cm²)) aşağıdaki Stren-Geary eşitliğinden hesaplanır (Stern ve Geary, 1957).

$$i_{corr} = \frac{b_a * b_c}{2.3(R_p)(b_a + b_c)}$$



Şekil 2.16. Tafel polarizasyon eğrisi

Elde edilen değerler kullanılarak korozyon hızı aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanır.

$$Korozyon\ hızı = 3.268 * 10^3 \frac{i_{corr} MW}{\rho z}$$

Eşitlikteki MW; metalin molekül kütlesi (g/mol), ρ ; metalin yoğunluğu (g/cm³), z; devreden geçen elektron sayısını göstermektedir (Bhandari ve ark., 2012).

İnhibitör etkinliği aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanır.

$$\eta \% = \left(1 - \frac{\rho_{inh}}{\rho_{blank}}\right) * 100$$

ρ_{inh} ve ρ_{blank} sırasıyla inhibitor ve inhibitörsüz ortamdaki metalin korozyon hızlarını ifade eder (Ihebrodike ve Mejeha, 2012).

2.5 . Spektroskopik Özellikleri

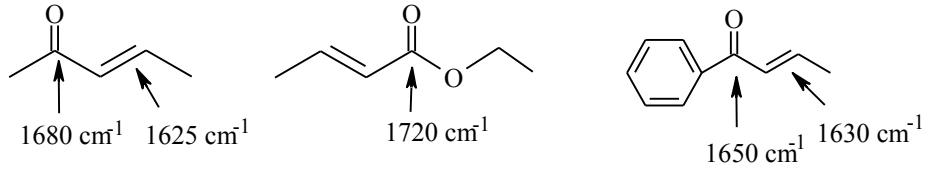
2.5.1. Kızıl ötesi (IR) spektroskopisi

Organik bileşiklerde bulunan işlevsel gruplar, farklı dalga boylarında ışık absorpsiyonu yaparlar. Moleküllerin titreşimlerinin veya dönme enerji seviyelerinin bir başka enerji seviyesine geçişindeki değişimleri kızıl ötesi spektroskopi yöntemi ile gözlemlenmektedir. Titreşimlerle organik bileşiklerin yapısındaki fonksiyonel gruplar belirlenir. Bu nedenle bileşiklerin infrared spektrumları molekül yapısının aydınlatılmasında önemli bir yöntemdir (Erdik, 2008).

Kızıl ötesi bölgesindeki soğurma, moleküllerin titreşme ve dönme düzeylerini uyarırken, ışın enerjisi moleküldeki bağları bozmadığından elektronik uyarma yapmamaktadır. Titreşme genlikleri, molekül geometrisine, atom kütlelerine ve bağların gücüne bağlı olarak artmaktadır. Kızıl ötesi titreşimleri, moleküldeki bağların ve atom gruplarının dipol momentlerinde gerilme ve eğilme titreşimi olarak titreşim hareketi göstermektedir. Gerilme titreşimi bağ eksenine doğrultusunda ritmik hareket gösterirken, eğilme titreşimi, aynı atoma doğru olan bağlar arasındaki açının değişmesini ve atom grubunun molekül içindeki hareketini vermektedir (Erdik, 2008; Küstü, 2008)

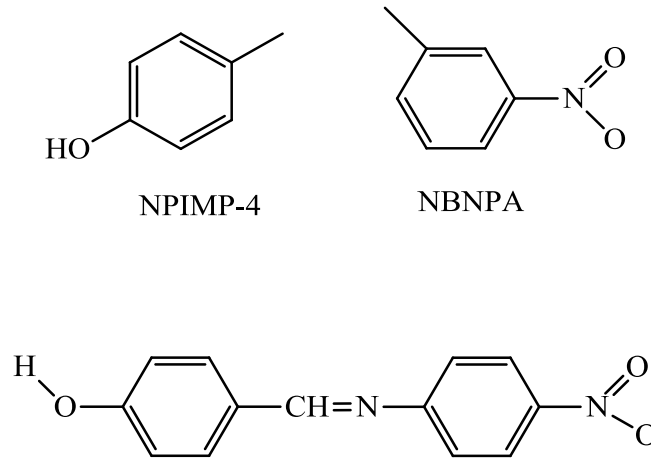
Kaynaklara göre IR spektroskopisinde, C=C bağlarına ait pikler 1650 cm⁻¹ de zayıf bir pik, 1650-1450 cm⁻¹ de orta şiddetli veya şiddetli pikler olarak aromatik halkayı göstermektedir. >C=O grubu asitlerde 3300-2400 cm⁻¹ de geniş O-H piki verirken, aynı zamanda 3000 cm⁻¹ den daha yüksek frekansta aromatik ve vinilik C-H pikleri gözlemlenmektedir. Karbonil grubu, çevresindeki gruplara bağlı olarak 1800-1600

cm^{-1} aralığında pik vermektedir. Ester karbonili, $1750\text{-}1740\text{ cm}^{-1}$ bölgesinde şiddetli pik vermekle birlikte, konjuge olan $\text{CH}_2=\text{CH}-$ grubu ile Şekil 2.17 de görüldüğü gibi daha düşük frekanslarda pikler verebilmektedir (Erdik, 2008; Özkınalı, 2008).



Şekil 2.17. Karbonil grubuna konjuge çifte bağlı bulunan bazı bileşikler ve soğurma değerleri

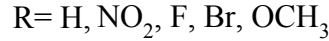
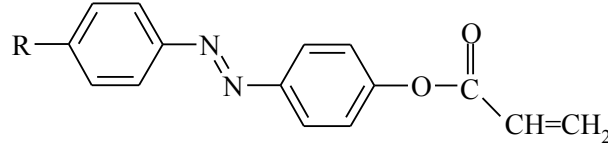
Upadhyay ve arkadaşlarının (2008) yapmış olduğu çalışmada (Şekil 2.18) $-\text{NO}_2$ grubunun asimetrik ve simetrik absorpsiyonu $1564\text{-}1520\text{ cm}^{-1}$ ve $1377\text{-}1200\text{ cm}^{-1}$ aralığında gözlenmiştir. NPIMP-4 aromatik $-\text{OH}$ bağı 3366 cm^{-1} de pike, moleküler arası $-\text{H}$ bağının neden olduğu gözlenmiştir. Tüm Schiff bazlarında benzer durumlarda $2973\text{-}2924\text{ cm}^{-1}$ aralığında azometin grupların absorpsiyonu belirlenmiştir.



Şekil 2.18. NPIMP-4 molekül yapısı

Gür tarafından elde edilen bazı akriloil grublu azo bileşiklerinin (Şekil 2.19) $>\text{C}=\text{O}$, $\text{CH}_2=\text{CH}$ ve $-\text{C}(\text{O})-\text{O}$ gerilme titreşimlerine ait veriler Çizelge 2.1 de yer almaktadır. Bu verilerden de $-\text{NO}_2$ gibi elektron çekici grupların varlığında gerilme

titreşimlerinin bir miktar arttığı, $-\text{OCH}_3$ gibi elektron yoğunluğunu artırıcı grupların varlığında ise gerilme titreşimlerinin bir miktar azaldığı tespit edilmiştir (Gür, 2007).



Şekil 2.19. Akriloil gruplu azo bileşiği

Çizelge 2.1. Akriloil gruplu bazı azo ester bileşiklerinin absorpsiyon değerleri

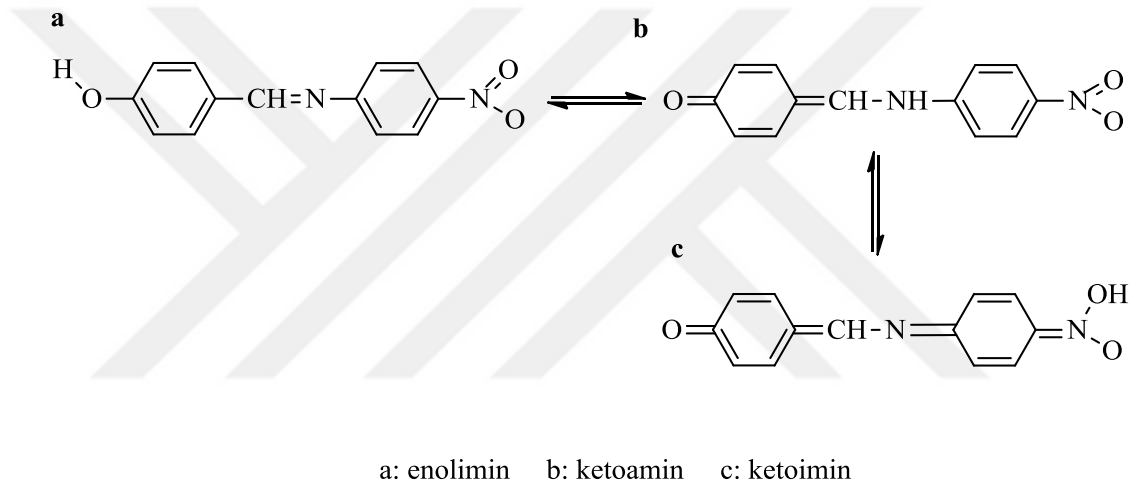
R	$>\text{C}=\text{O}$ (cm^{-1})	$\text{CH}_2=\text{CH}-$ (cm^{-1})	$-\text{C}(\text{O})-\text{O}$ (cm^{-1})
H	1738	1636	1155,1200
NO_2	1744	1646	1151,1203
F	1744	1636	1161,1200
Br	1748	1636	1161,1204
Cl	1746	-	1161,1202
OCH_3	1734	-	1148,1199

2.5.2. Görünür bölge- mor ötesi (UV-VIS) spektroskopisi

UV-VIS spektroskopisi yöntemi ile Schiff bazların yapısı hakkında genel bilgiler edinilebilmektedir. Bütün organik bileşikler 160- 400 nm bölgesi mor ötesi, 400-780 nm bölgesinde ise görünür bölge ışınmasını soğururlar (Erdik, 2008). Moleküler absorpsiyon spektroskopisinde bir çözeltinin absorbansının (A) veya geçirgenliğinin (T) ölçümü, 160-780 nm dalga boyları arasında ölçülmektedir. Bu absorpsiyon moleküllerdeki bağ elektronlarının uyarılması sonucunda, bir moleküldeki fonksiyonel grupların tanınmasında ve fonksiyonel grupları taşıyan bileşiklerin nicel tayininde kullanılır. Organik moleküllerde π , σ ve n orbitalleri arasındaki geçişlerde görülür. Organik moleküllerde dört tür elektronik geçiş görülmektedir. Bunlar, $\sigma \rightarrow \sigma^*$, $n \rightarrow \sigma^*$, $\pi \rightarrow \pi^*$ ve $n \rightarrow \pi^*$ dir. Ligandda meydana gelen $n \rightarrow \pi^*$, $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişleri,

metallerde d→d geçişleri ve ligandan metale yük transfer geçişleri bulunmaktadır (Bal, 2010).

Upadhyay ve arkadaşları, dört adet Schiff bazı sentezleyerek (Şekil 2.20) bu bileşiklerin yapısal karakterizasyonlarını, IR, ¹H NMR, kütle spektroskopisi ve UV–VIS spektroskopik yöntemlerini kullanarak belirlemişlerdir. Bu bileşiklerden 4-[(4-nitro-fenilimino)-metil]-fenol (NPIMP-4) bileşiğinin CHCl₃ ve DMSO içerisinde elde edilen UV değerleri Çizelge 2.2 ve Çizelge 2.3 de verilmektedir (Upadhyay, 2007).



Şekil 2.20. NPIMP-4' ün tautomerik formları

Çizelge 2.2. NPIMP-4' ün UV-VIS spektrumu verileri

Schiff baz	Kloroform	DMSO
	λ_{\max} (nm)	λ_{\max} (nm)
NPIMP-4	412, 409, 382, 378, 370, 366, 358, 354, 351, 340, 337, 330, 327, 310, 305, 298, 295, 288, 285, 279, 272, 260, 254, 251, 245	444, 436, 432, 428, 425, 416, 414, 399, 392, 390, 383, 363, 355, 352, 337, 333, 330, 327, 320, 310, 297, 283, 277, 267, 257

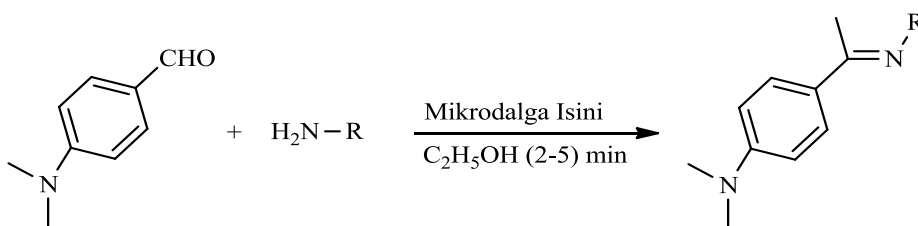
Çizelge 2.3. NPIM-4' ün DMSO içerisinde NaOH ve HCl ile UV-VIS spektrum verileri

Schiff bazı	DMSO	NaOH	HCl
NPIMP-4	443,87	508,57	444,50

2.5.3. Nükleer manyetik rezonans (NMR) spektroskopisi

NMR (Nükleer Manyetik Rezonans) spektroskopi tekniği ile Schiff bazlarının yapısı belirlenir. $^1\text{H-NMR}$ tekniği ile yapıdaki protonların türleri, yerleri ve sayıları hakkında bilgi edinilerek yapının aydınlatılmasını sağlamaktadır.

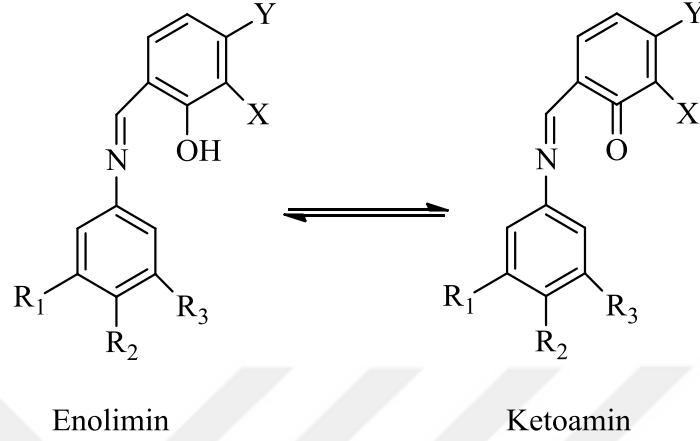
A.M. Asiri ve grubu tarafından yapılan çalışmada (Şekil 2.21), $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda Schiff bazlarının 8,69-9,79 ppm'de keskin singlet bir pik olarak azometin (-CH=N-) protonlarının varlığını tespit etmişlerdir. Aromatik halkadan kaynaklanan pikleri ise çoklu pikler halinde 6,37-8,46 ppm'de, $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumunda ise 111,00-119,94 ppm'de aromatik karbon atomlarını, 125,15-131,21 ppm'de ise azometin karbon atomlarının varlığını belirlemişlerdir (Asiri ve ark., 2013).



Şekil 2.21. Asiri ve arkadaşları tarafından sentezlenen Schiff bazları

Golcu ve arkadaşları (2005) tarafından sentezlenen Schiff bazlarına (Şekil 2.22) ait $^1\text{H-NMR}$ ve $^{13}\text{C-NMR}$ değerleri Çizelge 2.4 de verilmiştir. Elde edilen verilerde anilin halkası üzerindeki sübsitüe grupların belirgin bir kimyasal kayma göstermediği belirlenmiştir. Brom (Br) atomu bağlandığı zaman kuvvetli elektron çekici grupların etkisine göre proton sinyallerinin aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir. Orto

konumunda hidroksil grubu bulunan Schiff bazlarında moleküller içi hidrojen bağından dolayı 10,10-12,30 ppm'de hidroksil grubuna ait rezonans piki tespit edilmiştir.



Şekil 2.22. Golcu ve arkadaşları tarafından sentezlenen Schiff bazları

Çizelge 2.4. Golcu tarafından elde edilen Schiff bazlarının CDCl_3 çözeltisinde ^1H (^{13}C) NMR verileri

Bileşik	CH_3	t-Bu	Ar	$\text{CH}=\text{N}$	OH
A₁			7,20-7,74 (112,81-152,45)	8,94(163,15)	10,45-11,70
A₂		1,51(32,00)	7,14-7,19 (110,10-156,66)	8,38 (166,75)	10,10-12,15
A₃	2,28(27,30)		7,18-7,60 (116,13-157,17)	8,90 (162,52)	10,60-11,05
A₄			7,32-7,72(113,40-154,61)	8,92 (165,05)	10,55-10,30
A₅		1,62(32,95)	7,04-7,29 (115,20-155,00)	8,39 (169,90)	10,10-12,30

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

3.1.1. Kullanılan kimyasal maddeler

Schiff bazlarının sentezinde; *p*-hidroksibenzaldehit (Merck, $\geq\%$ 98), anilin (Sigma Aldrich, d:1,021g/mL), *p*-kloranilin (FlukaChemika, $\geq\%$ 95), *p*-nitroanilin (Alfa Aesar, $\geq\%$ 98), *p*-metilanilin (Merck, $\geq\%$ 99), *p*-aminobenzoik asit (Merck, $\geq\%$ 99), toluen (Merck, $\geq\%$ 99) ve asetik asit (Merck, $\geq\%$ 100) kullanılmıştır.

Schiff bazlarının akrilolil türevlerinin sentezinde; akrilolil klorür (Merck, $\geq\%$ 96), metalik sodyum (Merck, $\geq\%$ 99) ve çözücü olarak da THF (Merck, $\geq\%$ 99) kullanılmıştır.

Saflaştırma işlemlerinde, etilalkol (Merck, extrapure, % 100), metilalkol (Sigma Aldrich, min % 99,7), kloroform (Merck, % 99-% 99,4), THF (Merck, extrapure, $\geq\%$ 99), DMF (BDH-Analar, $\geq\%$ 99,5), aseton (Merck, $\geq\%$ 99) ve saf su kullanılmıştır.

Spektroskopik çalışmalarda; etilalkol (Merck, extrapure, %100), kloroform (Merck, % 99-99,4), DMF (BDH-Analar, $\geq\%$ 99,5) ve asitlik, bazlık ayarlaması için hidroklorik asit (Sigma Aldrich, %37) ve sodyum hidroksit (Sigma Aldrich, % 99-100) kullanılmıştır.

Elektrokimyasal çalışmalarda, sodyum hidroksit (Sigma Aldrich, % 99-100) ve deiyonize saf su kullanılmıştır.

3.1.2. Kullanılan cihazlar

Erime noktasını belirlemek amacıyla Stuart Melting Point 30, dijital göstergeli erime noktası cihazı kullanılmıştır.

Schiff bazların ve akrilolil türevlerinin IR spektrumları Thermo Scientific Class1 Laser Product markalı spektrofotometresiyle alınmıştır.

Schiff bazların ve komplekslerin UV-VIS spektrumları Thermo Scientific Genesys 10S markalı spektrofotometresiyle alınmıştır.

Schiff bazlarının ve ester türevlerinin elementel analizleri (C, H ve N) Thermo Scientific marka Flash 2000 model cihaz ile yapılmıştır.

Schiff bazların ve akrilol türevlerinin $^1\text{H-NMR}$ ve $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumları Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkez Laboratuvarı ve İnönü Üniversitesi Merkez Laboratuvarın da yapılmıştır.

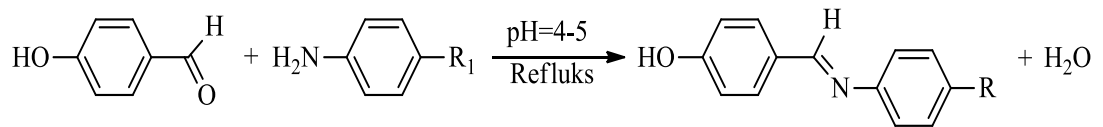
Sentezlenen maddelerin içerisindeki su uzaklaştırılması işlemi Stuart Digital Water Bath RE 3000DB marka evaporatör cihaz ile yapılmıştır.

Tüm elektrokimyasal ölçümler Ivium marka Compactstat model potansiyostat / galvanostat cihazında (Eindhoven, Hollanda) iki tarama olarak gerçekleştirilmiştir.

3.2. Yöntem

3.2.1. Sentez

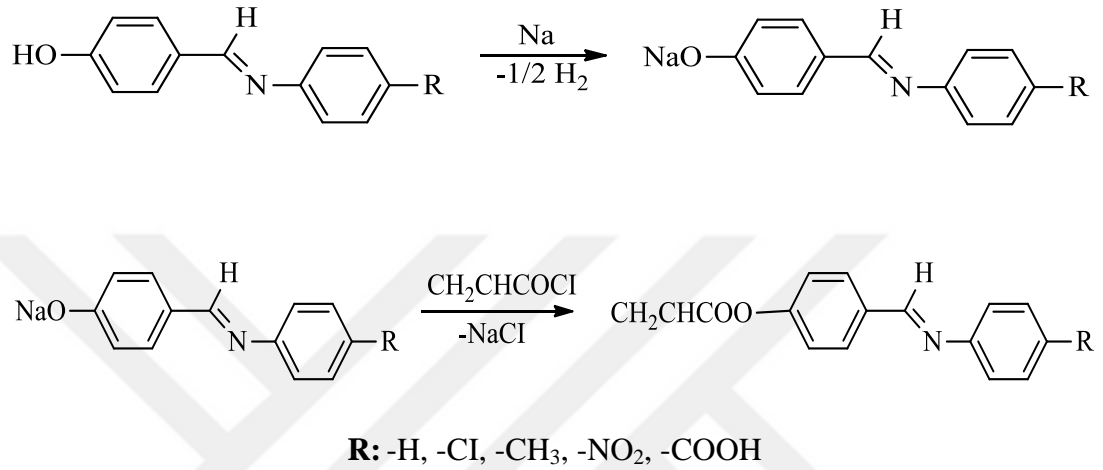
Bu tez çalışmasında başlangıç maddesi olarak *p*-hidroksibenzaldehit ve anilin, *p*-kloranilin, *p*-nitroanilin, *p*-metilanilin ve *p*-aminobenzoik asit kullanılarak (*E*)-4-((fenilimino)metil)fenol, (*E*)-4-((4-klorofenilimino)metil)fenol, (*E*)-4-((4-nitrofenilimino)metil)fenol ve (*E*)-4-((*p*-tolilimino)metil)fenol, (*E*)-4-(4-hidroksibenzilideneamino)benzoikasit bileşikleri sentezlendi (Şekil 3.1). Sentezlenen bileşikler saflaştırma işlemi uygulanarak akrilolillenme basamağı için hazırlandı.



R: -H, -Cl, -CH₃, -NO₂, -COOH

Şekil 3.1. Sentezlenen Schiff bazı bileşikleri

Akriloit türevli bileşiklerin eldesi için; sentezlenen bileşiklerin susuz THF içerisinde N_2 ortamında metalik sodyum ile etkileştirilmeleri ile bu bileşiklerin sodyum tuzları elde edilmiştir. Elde edilen bileşiklerin sodyum tuzları aynı ortamda akriloit klorür ile etkileştirilmeleri sonucunda akriloit türevli bileşiklerin eldesi gerçekleştirildi (Şekil 3.2).



Şekil 3.2. Akriloit türevli Schiff bazlarının eldesi

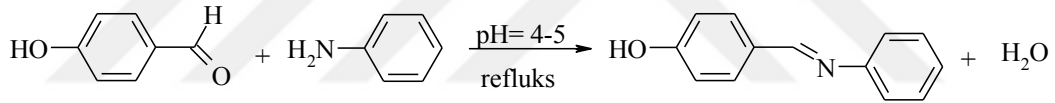
Sentezlenen maddelerin korozyon hızlarını belirleyebilmek için akriloitlenen (*E*) -4-((fenilimino)metil)fenol, (*E*)-4-((4-klorofenilimino)metil)fenol, (*E*)-4-((4-nitrofenilimino)metil)fenol ve (*E*) -4-((*p*-tolilimino)metil)fenol, (*E*) -4-(4-hidroksibenzilidenamino)benzoikasidi uygun çözücülerde çözerek 0,1M NaOH çözeltisi ile 100 ppm, 50 ppm, 25 ppm ve 10 ppm'de çözeltiler hazırlanarak inhibitör özellikleri incelendi.

4. BULGULAR VE TARTIŞMALAR

4.1. Sentez Çalışmaları

4.1.1. (*E*)-4-((fenilimino)metil)fenol (II) sentezi

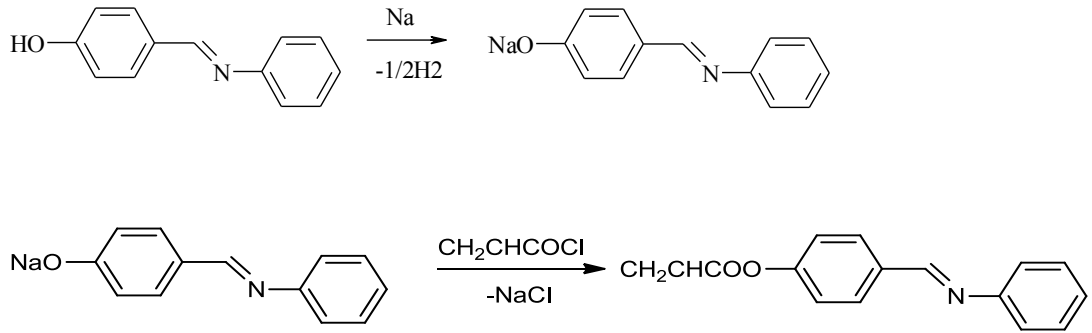
p-hidroksibenzaldehit (1,22 g; 0,01 mol) 35 mL toluen içerisinde çözülerek üzerine anilin (0,93 g; 0,91 mL) ve pH 4-5 olana kadar donar (glasiyel) asetik asit eklendi ve bir gün geri soğutucu altında kaynatma (refluks) yapıldı. Schiff bazı verimini artırmak için kurulan damıtma düzeneği ile ortamda oluşan su uzaklaştırıldı. 3 saat daha geri soğutucu altında kaynatma (refluks) yapılarak oluşan Schiff bazı (Şekil 4.1) oda sıcaklığına kadar soğutularak çöktürüldü ve bir gece buzdolabında bekletilerek süzüldü ve kurutuldu. Oluşan ürün etil alkol ve su ile saflaştırıldı. Verim: %84; EN: 124–125 °C



Şekil 4.1. (*E*)-4-((fenilimino)metil)fenol sentezi

4.1.2. (*E*)-4-((fenilimino)metil)fenil akrilat (III) sentezi

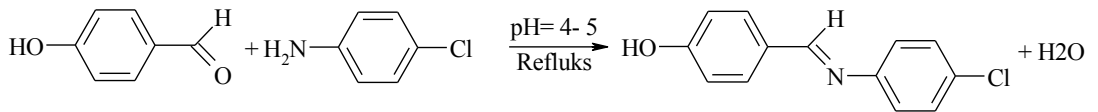
(*E*)-4-((fenilimino)metil)fenol (0,6405 g; 3,25 mmol) elde edilen Schiff bazı 30 mL susuz THF içerisinde çözülerek, metalik sodyum (74,77 mg; 3,25 mmol) ile N₂ ortamında bir gece karıştırıldı. Elde edilen sodyum tuzu % 97'lik akriloil klorür (0,271 mL; 3,25 mmol) ile etkileştirildi. Bir gün oda sıcaklığında N₂ ortamında karıştırıldıktan sonra çöken tuz süzülerek ayrıldı ve çözücünün uçurulması ile akriloil türevli madde elde edildi. Elde edilen ürün (Şekil 4.2) THF ile çözülüp, süzüldü ve su ile çöktürülerek saflaştırıldı. Verim: % 64; EN: 140-142 °C



Şekil 4.2. (E)-4-((fenilimino)metil)fenil akrilat (III) sentezi

4.1.3. (E)-4-((4-klorofenilimino)metil)fenol (IV) sentezi

p-hidroksibenzaldehit (1,22 g; 0,01 mol) 35 mLtoluen içerisinde çözülerek üzerine *p*-klor anilin (1,27g; 0,01mol) ve pH 4-5 olana kadar donar (glasiyel) asetik asit eklendi ve bir gün geri soğutucu altında kaynatılarak (refluks) yapıldı. Schiff bazı verimini artırmak için kurulan damıtma düzeneği ile ortamda oluşan su uzaklaştırıldı. 3 saat daha geri soğutucu altında kaynatma (refluks) yapılarak oluşan Schiff bazı oda sıcaklığına kadar soğutulmuş ve bir gece buzdolabında bekletilerek süzülme ve kurutuldu. Oluşan ürün (Şekil 4.3) etil alkol ve su ile saflaştırıldı. Verim:%82; EN: 184-185 °C

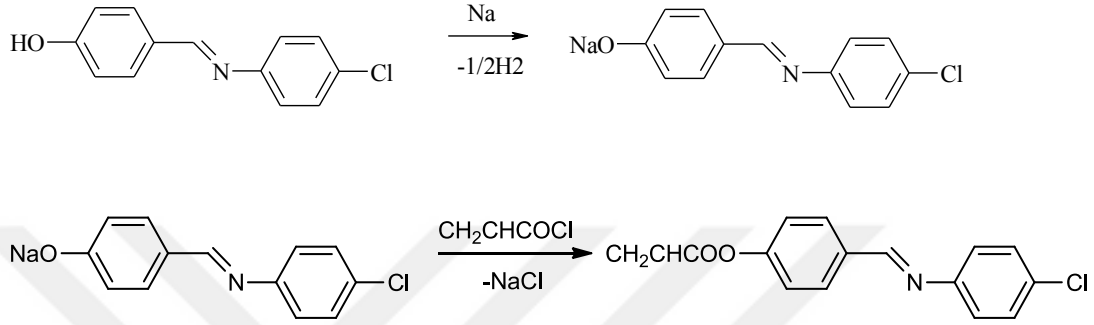


Şekil 4.3. (E)-4-((4-klorofenilimino)metil)fenol sentezi

4.1.4. (E)-4-((4-klorofenilimino)metil)fenil akrilat (V) sentezi

(E)-4-((4-klorofenilimino)metil)fenol (1,7795 g; 8,26 mmol) 30 ml susuz THF içerisinde çözülerek, metalik sodyum (18,99 mg; 8,26 mmol) ile N₂ ortamında bir

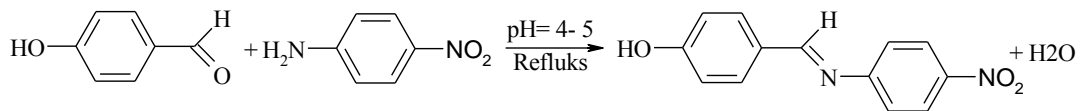
gece karıştırıldı. Elde edilen sodyum tuzu % 97 lik akriloil klorür (0,688 ml; 8,26mmol) ile etkileştirildi. Bir gün oda sıcaklığında N₂ ortamında karıştırıldıktan sonra çöken tuz süzülerek ayrıldı ve çözücünün uçurulması ile akriloil türevli madde elde edildi (Şekil 4.4). Elde edilen madde THF ile çözülüp, süzüldü ve su ile çöktürülerek saflaştırıldı. Verim:% 79; EN: 144-145 °C



Şekil 4.4. (E)-4-((4-klorofenilimino)metil)fenil akrilat (V) sentezi

4.1.5. (E)-4-((4-nitrofenilimino)metil)fenol (VI) sentezi

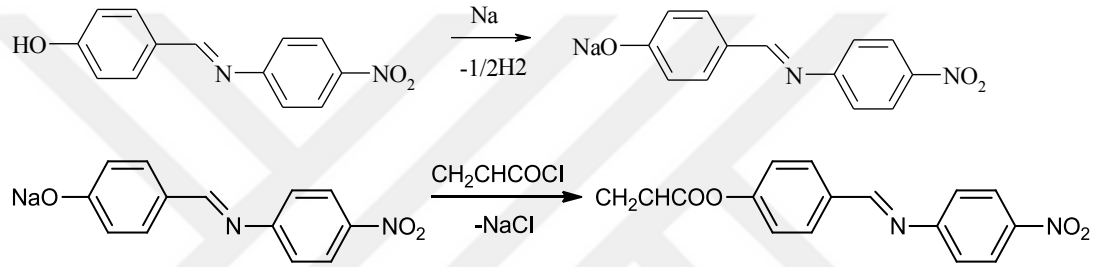
p-hidroksibenzaldehit (1,22 g; 0,01 mol) 35 mL toluen içerisinde çözülerek üzerine *p*-nitro anilin (1,38 g; 0,01mol) ve pH 4-5 olana kadar donar (glasiyel) asetik asit eklendi ve bir gün geri soğutucu altında kaynatma (refluks) yapıldı. Schiff bazı verimini artırmak için kurulan damıtma düzeneği ile ortamda oluşan su uzaklaştırıldı. 3 saat dahageri soğutucu altında kaynatılarak (refluks) oluşan Schiff bazı oda sıcaklığına kadar soğutularak çöktürüldü ve bir gece buzdolabında bekletilerek süzüldü ve kurutuldu. Oluşan ürün (Şekil 4.5) etil alkol ve su ile saflaştırıldı. Verim: % 83; EN: 182-183 °C



Şekil 4.5. (E)-4-((4-nitrofenilimino)metil)fenol (VI) sentezi

4.1.6. (E)-4-((4-nitrofenilimino)metil fenil akrilat (VII) sentezi

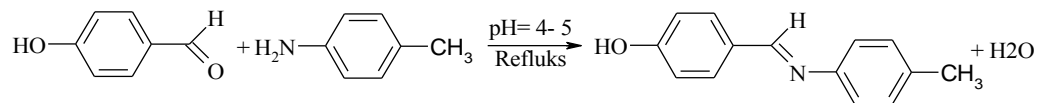
(E)-4-((4-nitrofenilimino)metil)fenol (2,0227 g; 8,27 mmol) 30 mL susuz THF içerisinde çözülerek, metalik sodyum (0,1903 g; 8,27 mmol) ile N₂ ortamında bir gece karıştırıldı. Elde edilen sodyum tuzu % 97 lik akriloilklorür (0,699 mL; 8,27 mmol) ile etkileştirildi. Bir gün oda sıcaklığında N₂ ortamında karıştırıldıktan sonra çöken tuz süzülerek ayrıldı ve çözücünün uçurulması ile akriloil türevli madde elde edildi. Elde edilen ürün (Şekil 4.6) THF ile çözülüp, süzüldü ve su ile çöktürülerek saflaştırıldı. Verim: %72; EN:114-115 °C



Şekil 4.6. (E)-4-((4-nitrofenilimino)metil fenil akrilat (VII) sentezi

4.1.7. (E)- 4 - ((p-tolilimino)metil)fenol (VIII) sentezi

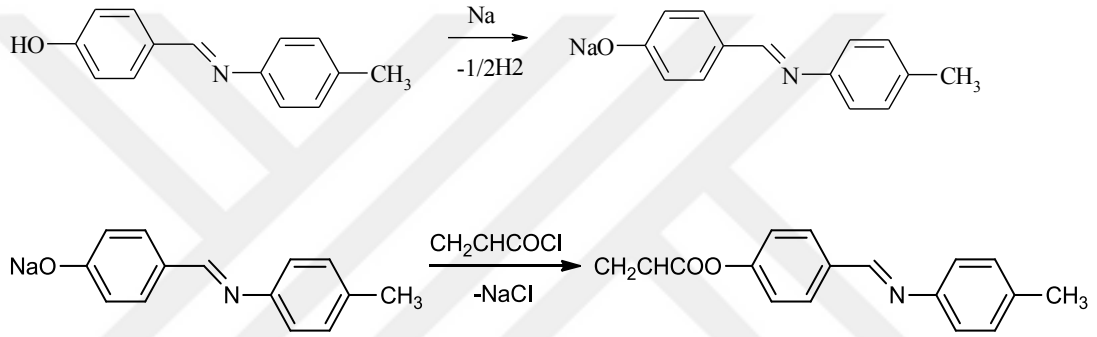
p-hidroksibenzaldehit (1,22 g; 0,01 mol) 35 mL toluen içerisinde çözülerek üzerine *p*-metil anilin (1,07 g; 0,01 mol) ve pH 4-5 olana kadar donar (glasiyel) asetik asit eklendi ve bir gün geri soğutucu altında kaynatma (refluks) yapıldı. Schiff bazı verimini artırmak için kurulan damıtma düzeneği ile ortamda oluşan su uzaklaştırıldı. 3 saat daha geri soğutucu altında kaynatma (refluks) yapılarak oluşan Schiff bazı oda sıcaklığına kadar soğutulmuş ve çöktürüldü ve bir gece buzdolabında bekletilerek süzüldü ve kurutuldu. Oluşan ürün (Şekil 4.7) etil alkol ve su ile saflaştırıldı. Verim: % 81; EN: 220-221°C



Şekil 4.7. (E)- 4 - ((p-tolilimino)metil)fenol sentezi

4.1.8. (E)-4-((p-tolilimino)metil)fenil akrilat (IX) sentezi

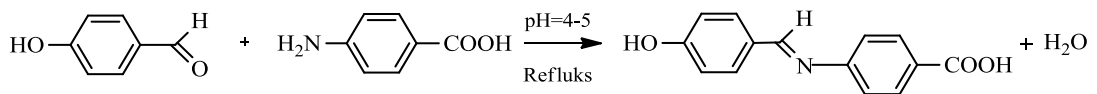
(E)-4-((p-tolilimino)metil)fenol (1,7282 g; 8,19 mmol) 30 mL susuz THF içerisinde çözülerek, metalik sodyum (0,188 g; 8,19 mmol) ile N₂ ortamında bir gece karıştırıldı. Elde edilen sodyum tuzu % 97 lik akriloil klorür (0,683 mL; 8,19 mmol) ile etkileştirildi. Bir gün oda sıcaklığında N₂ ortamında karıştırıldıktan sonra çöken tuz süzülerek ayrıldı ve çözücünün uçurulması ile akriloil türevli madde elde edildi. Elde edilen ürün (Şekil 4.8) THF ile çözülüp, süzüldü ve su ile çöktürülerek saflaştırıldı. Verim: % 86; EN:170-171 °C



Şekil 4.8. (E)-4-((p-tolilimino)metil)fenil akrilat sentezi

4.1.9. (E)-4-(4-hidroksibenzilidenimino)benzoik asit (X) sentezi

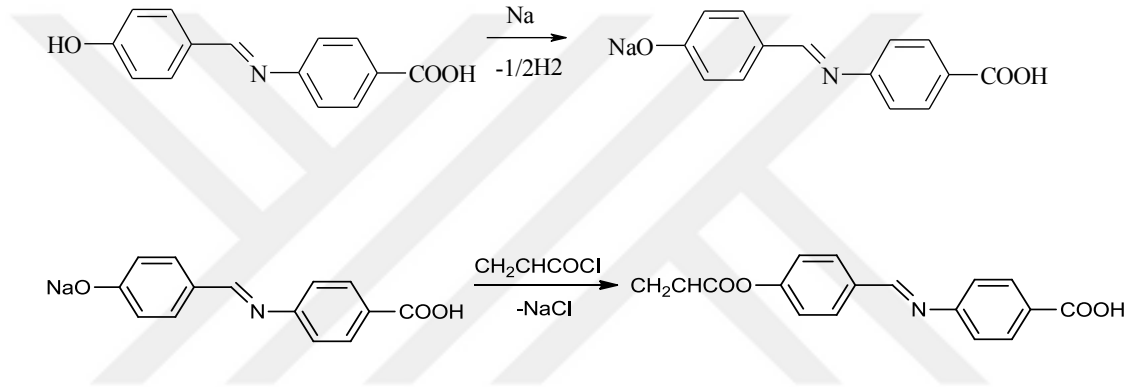
p-hidroksibenzaldehit (1,22 g; 0,01 mol) 35 mL toluen içerisinde çözülerek üzerine *p*-aminobenzoik asit (1,37 g; 0,01 mol) ve pH 4-5 olana kadar donar (glasiyel) asetik asit eklendi ve bir gün gerisoğutucu altında kaynatma (refluks) yapıldı. Schiff bazı verimini artırmak için kurulan damıtma düzeneği ile ortamda oluşan su uzaklaştırıldı. 3 saat daha geri soğutucu altında kaynatma (refluks) yapılarak oluşan Schiff bazı oda sıcaklığına kadar soğutulularak çöktürüldü ve bir gece buzdolabında bekletilerek süzüldü ve kurutuldu. Oluşan ürün (Şekil 4.9) etil alkol ve su ile saflaştırıldı. Verim: % 94; EN: 254-255 °C



Şekil 4.9. (E)-4-(4-hidroksibenzilidenimino)benzoik asit sentezi

4.1.10. (*E*)-4-(4-hidroksibenzilidenimino)benzoik asit akrilat (XI) sentezi

(*E*)-4-(4-hidroksibenzilidenimino)benzoik asit (2,2273 g; 9,23 mmol) 30 mL susuz THF içerisinde çözülerek, metalik sodyum (0,188 g; 8,19 mmol) ile N₂ ortamında bir gece karıştırıldı. Elde edilen sodyum tuzu % 97 lik akriloil klorür (0,683 mL 8,19 mmol) ile etkileştirildi. Bir gün oda sıcaklığında N₂ ortamında karıştırıldıktan sonra çöken tuz süzülerek ayrıldı ve çözücünün uçurulması ile madde elde edildi. Elde edilen ürün (Şekil 4.10) THF ile çözülüp, süzüldü ve su ile çöktürülerek saflaştırıldı. Verim: %64; EN: 227-228 °C



Şekil 4.10. (*E*)-4-(4-hidroksibenzilidenimino)benzoik asit akrilat sentezi

4.2. Spektroskopik Çalışmalar

4.2.1. Kızıl ötesi (IR) spektroskopisi

Başlangıç maddesi olan *p*-hidroksibenzaldehitin (I) IR spektrumu incelendiğinde, 3375-3053 cm^{-1} bölgesinde yayvan olmak üzere hidroksil grubuna ait gerilme piki görülmektedir. 1663 cm^{-1} de ise C=O gerilme bandı tespit edilirken bu pikin imin grubuna (-CH=N-) dönüşmesi ile birlikte ortadan kalktığı tespit edilmiştir. 2985 cm^{-1} , 2829 cm^{-1} ve 2881 cm^{-1} de alifatik C-H gerilme piki, 3040 cm^{-1} ve 3017 cm^{-1} de ise aromatik =C-H gerilme pikleri görülmektedir. 1588 cm^{-1} de aromatik -C=C- ikili bağına ait gerilme piki, 1281 cm^{-1} ve 1157 cm^{-1} de ise Ar-O gerilme piki kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir (Kianfar ve ark, 2011).

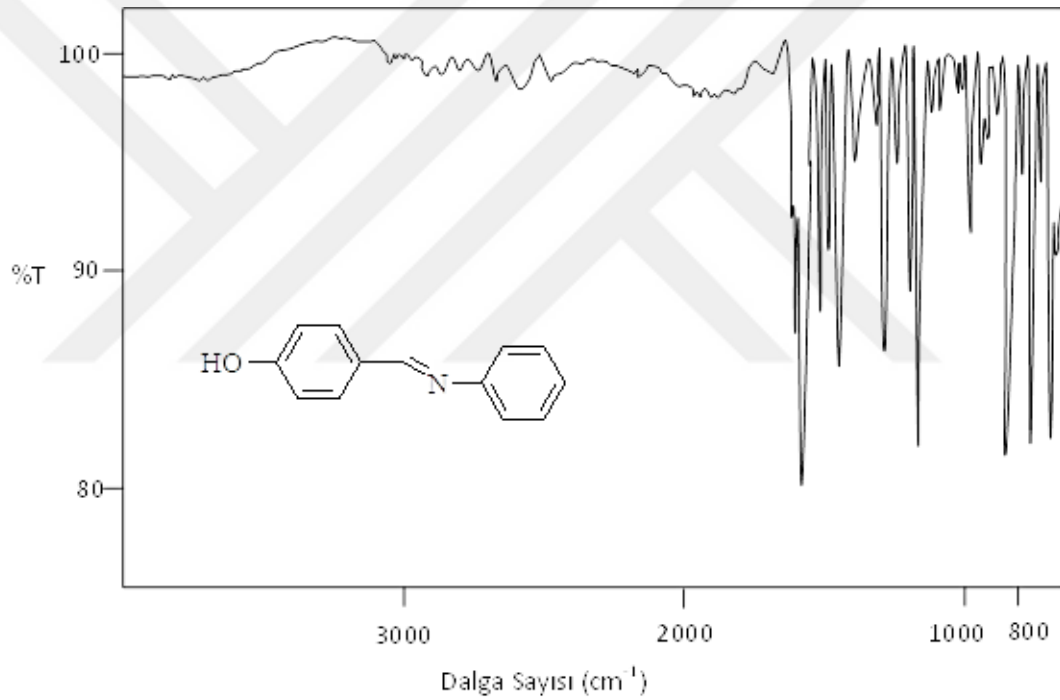
p-hidroksibenzaldehitin anilin türevleri ile tepkimesi sonucu elde edilen imin bileşiklerinin IR spektrumları incelendiğinde, 1663 cm^{-1} de görülen >C=O gerilme pikinin **II**, **IV**, **VI**, **VIII** ve **X** numaralı bileşiklerde 1628–1597 cm^{-1} aralığında HC=N ikili bağına dönüştüğü tespit edilmiştir. Para konumunda bulunan hidroksil grubuna ait O-H gerilme piki ise **II**, **IV** ve **VIII** numaralı bileşiklerde 3391–2388 cm^{-1} aralığında yayvan pik olarak tespit edilirken, **VI** numaralı bileşikte ise 3356 cm^{-1} 'de keskin pik olarak belirlenmiştir. Buradan da **II**, **IV** ve **VIII** numaralı bileşiklerde OH grubun hidrojen bağı yaptığı, **VI** numaralı bileşikte ise OH grubunun serbest halde bulunduğu anlaşılmaktadır. **X** numaralı bileşikte ise yapıda bulunan iki hidroksil grubuna ait pik çakışık olarak yayvan bir pik şeklinde 3411–2352 cm^{-1} de belirlenmiştir (Kianfar ve ark., 2011; Ceyhan ve ark., 2013).

Bu bileşiklerin akriloillenmesi sonucu elde edilen **III**, **V** ve **VII** numaralı bileşiklerde 3391–2388 cm^{-1} de görülen molekül içi hidrojen bağı -OH grubuna ait yayvan piklerin, hidroksil grubunun akriloil grubuna dönüşmesi sonucu, ortadan kaybolduğu görülmüştür. **XI** numaralı bileşiğin yapısında -COOH grubu bulunmasından dolayı akriloilleme işlemi sonrasında da 3339 cm^{-1} bölgesinde -OH grubuna ait yayvan pikin varlığı tespit edilmiştir.

II, **IV**, **VI**, **VIII** ve **X** numaralı bileşiklerin akriloillenmesi sonucunda meydana gelen **III**, **V**, **IX** ve **XI** numaralı bileşiklerde akriloil grubunun varlığı 1749–1733 cm^{-1} de

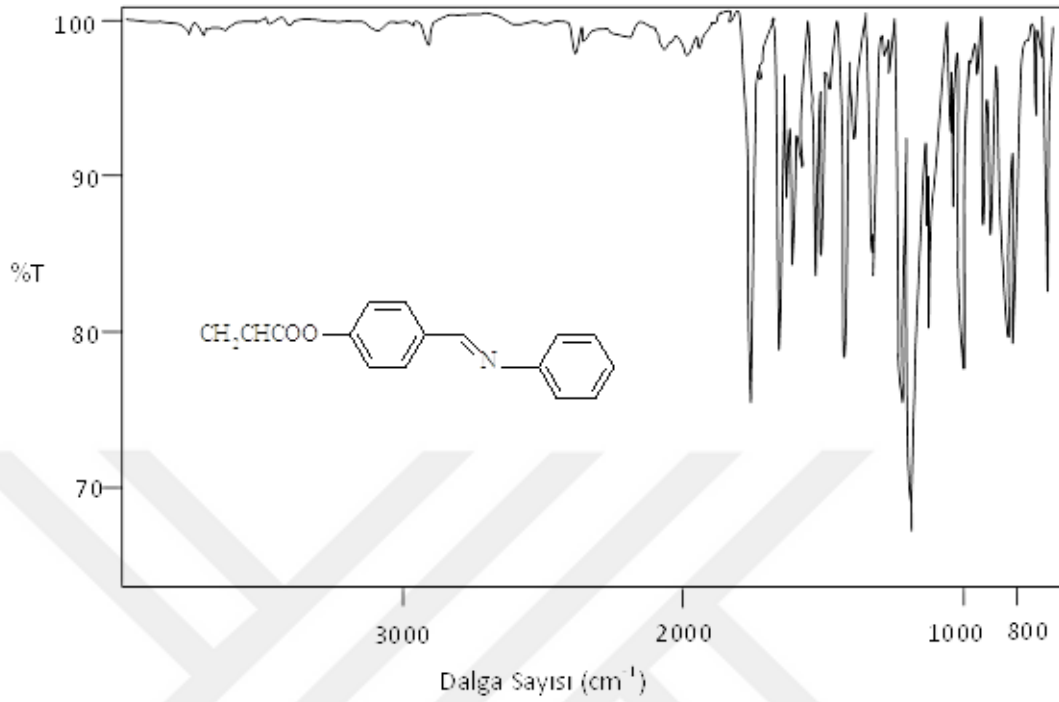
$>C=O$ gerilmesine ait kuvvetli piklerin varlığı ile anlaşılmaktadır. Aynı zamanda $-HC=N$ gerilmesine ait piklerinde akriloil grubunun indüktif etkisi ile $1-11\text{ cm}^{-1}$ kadar aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir (Marwani ve ark., 2013).

II, **IV**, **VI** ve **VIII** numaralı bileşiklerde Ar-O, **X** numaralı bileşikte ise Ar-O ve $-C(O)-O$ gerilmesine ait pikler $1288-1277\text{ cm}^{-1}$ ve $1250-1160\text{ cm}^{-1}$ bölgesinde orta şiddette pikler olarak tespit edilmiştir. Bu bileşiklerin akriloillenmesi sonucunda **III**, **V**, **VII**, **IX**, **XI** numaralı bileşiklerde ise $1337-1202\text{ cm}^{-1}$ ve $1291-1138\text{ cm}^{-1}$ arasında görülen bu piklerin ise kuvvetlendiği tespit edilmiştir. Bileşiklere ait IR spektrumları Şekil 4.11-Şekil 4.20 de verilmiştir.



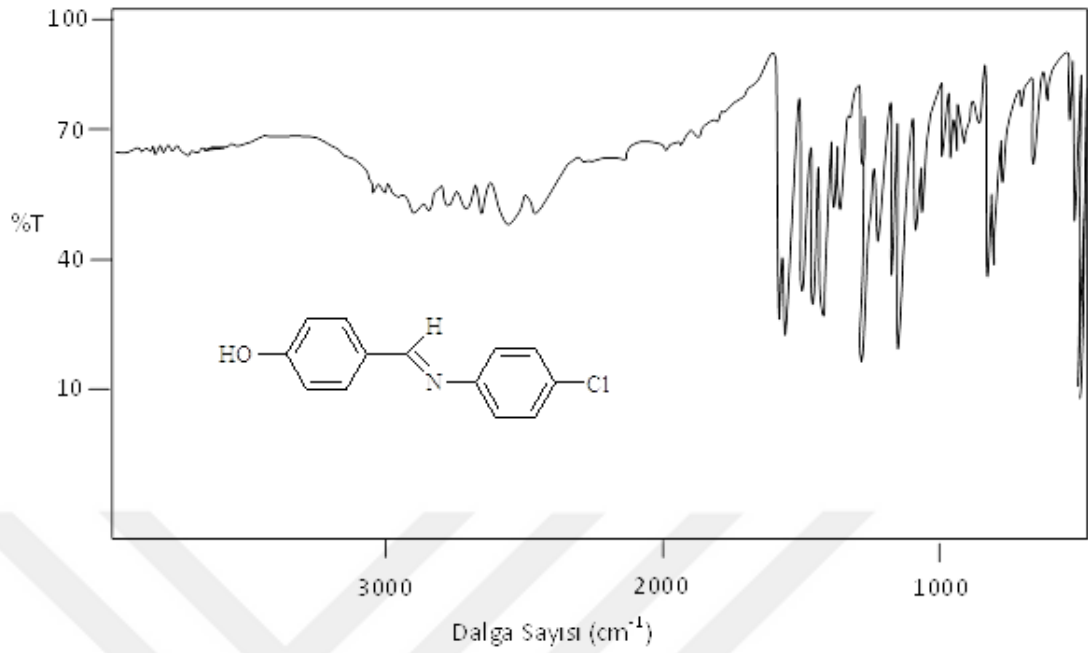
Şekil 4.11. II Numaralı bileşiğin IR spektrumu

II Numaralı (Şekil 4.11) bileşikte $-OH$ gerilmesi $3391-3121\text{ cm}^{-1}$ de yayvan bir pik olarak görülmektedir. Bu pik molekül arası hidrojen bağı yapmış $-OH$ grubunu göstermektedir. 2913 cm^{-1} ve 2868 cm^{-1} de alifatik C-H gerilmesine ait iki pik tespit edilmiştir. İskelet titreşimlerine ait $-C=C-$ gerilmesi 1573 cm^{-1} ve 1514 cm^{-1} de, $HC=N-$ gerilmesi 1601 cm^{-1} de ve Ar-O gerilme piki ise 1283 cm^{-1} ve 1241 cm^{-1} de kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir (Asiri ve ark., 2013).



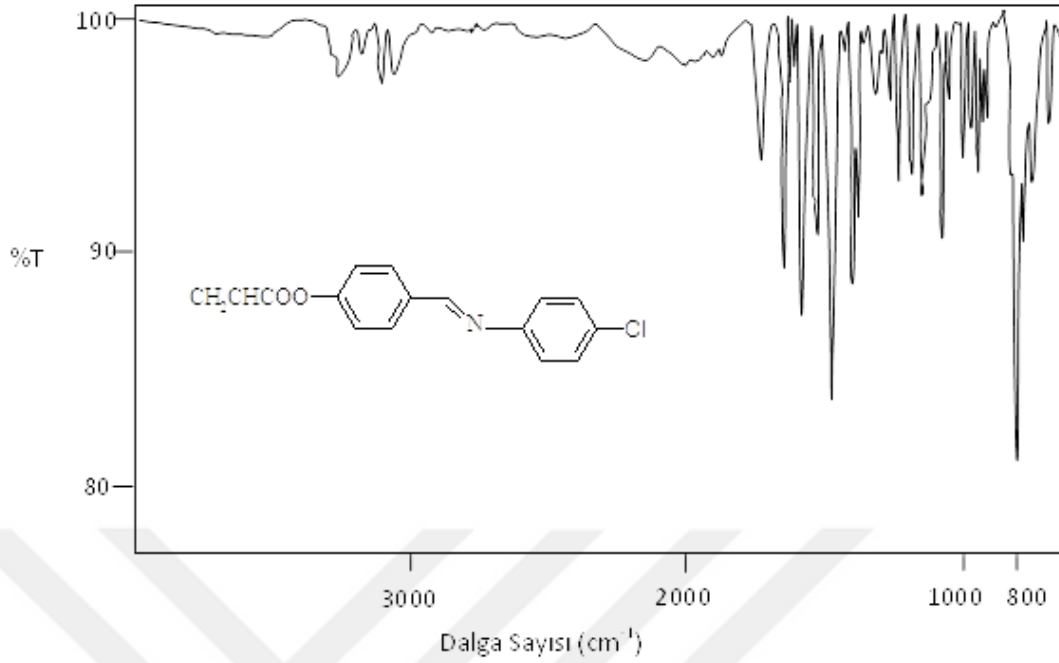
Şekil 4.12. III Numaralı bileşiğin IR spektrumu

III Numaralı bileşiğin IR spektrumu (Şekil 4.12) incelendiğinde karbonil grubuna C=O ait 1733 cm^{-1} de keskin bir pikin varlığı görülmektedir. Bu pik akriloil grubunun bağlandığını göstermektedir. Akriloillenme sonucunda 3391 cm^{-1} , 3121 cm^{-1} de görülen molekül içi hidrojen bağlı OH grubuna ait yayvan pikin ortadan kaybolduğu tespit edilmiştir. 2993 cm^{-1} ve 2887 cm^{-1} de alifatik -C-H gerilme piki görülmektedir. Aromatik ve alifatik -C=C- gerilme pikleri 1629 , 1584 cm^{-1} de, -C(O)-O gerilmesine ait pikler ise 1292 cm^{-1} , 1196 cm^{-1} ve 1165 cm^{-1} 'de tespit edilmiştir. Aynı zamanda **II** numaralı bileşiğe göre -HC=N gerilmesine ait pikin 1 cm^{-1} kadar aşağı kaydığı görülmektedir (Asiri ve ark., 2013; Marwani ve ark, 2013).



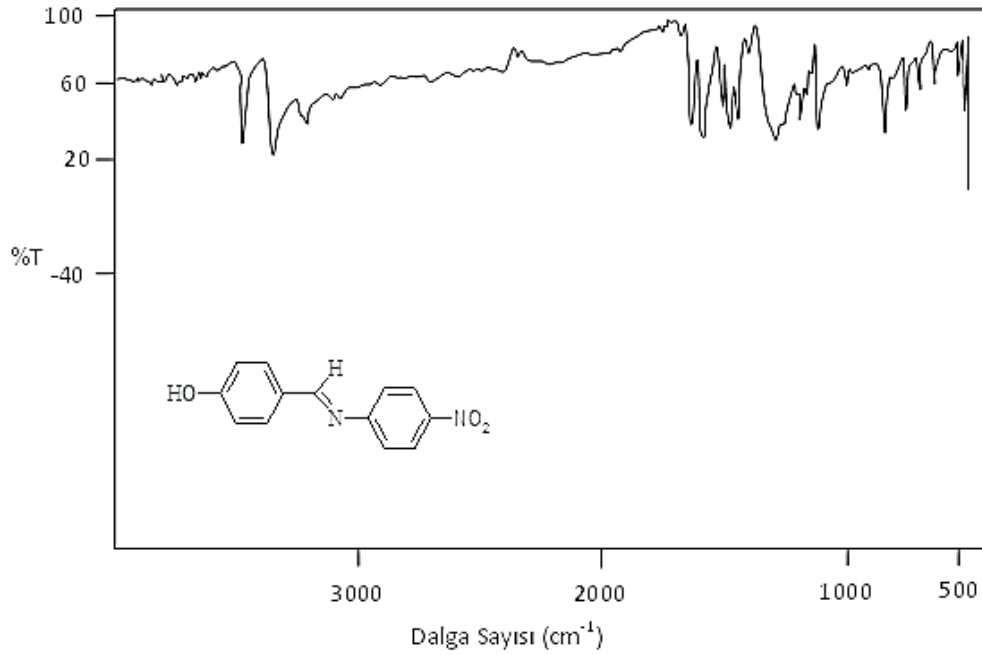
Şekil 4.13. IV Numaralı bileşiğin IR spektrumu

IV Numaralı bileşikte (Şekil 4.13) $3236 - 3180 \text{ cm}^{-1}$ arasında -OH grubuna ait yayvan bir pik görülmektedir. Bu yayvan pik hidrojen bağlı hidroksil grubunun varlığını göstermektedir. Alifatik C-H gerilmesine ait pikler 2916 cm^{-1} ve 2857 cm^{-1} de tespit edilmiştir. C=C aromatik ikili bağına ait gerilme piki 1568 cm^{-1} ve 1514 cm^{-1} de, HC=N gerilmesi 1598 cm^{-1} de ve Ar-O gerilme piki ise $1288-1250 \text{ cm}^{-1}$ de gözlemlenmektedir. C-Cl bağına ait gerilme pik 1109 cm^{-1} de kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir (Özkınalı, 2002; Erdik, 2008)



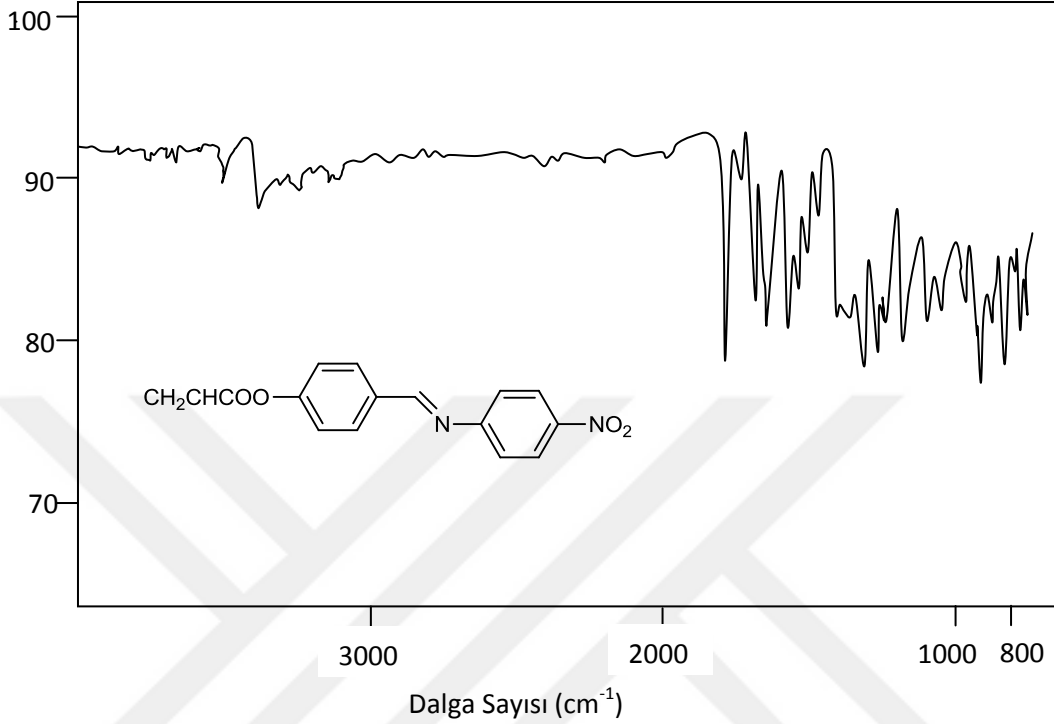
Şekil 4.14. V Numaralı bileşiğin IR spektrumu

V Numaralı bileşiğin IR spektrumu (Şekil 4.14) incelendiğinde IV numaralı bileşikte görülen molekül içi hidrojen bağına ait $3236-3180\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen yayvan pik, bileşiğin akriloillenmesi sonucunda kaybolduğu görülmektedir. Bu pik yerine karbonil grubuna ait ($>C=O$) 1749 cm^{-1} de keskin bir pikin varlığı tespit edilmiştir. 2944 cm^{-1} de alifatik C-H gerilme piki, 1662 cm^{-1} ve 1627 cm^{-1} de aromatik ve alifatik $-C=C-$ gerilme piki gözlemlenmektedir. C-Cl bağına ait gerilme piki 1089 cm^{-1} de tespit edilmiştir. IV numaralı bileşikte gözlemlenen $-HC=N$ gerilmesine ait pikin V numaralı bileşikte 1 cm^{-1} kadar aşağı kaydığı gözlemlenmektedir. $-C(O)-O$ gerilmesine ait piklerde 1337 cm^{-1} , 1202 cm^{-1} ve 1164 cm^{-1} de tespit edilmiştir (Özkınalı, 2002; Erdik, 2008).



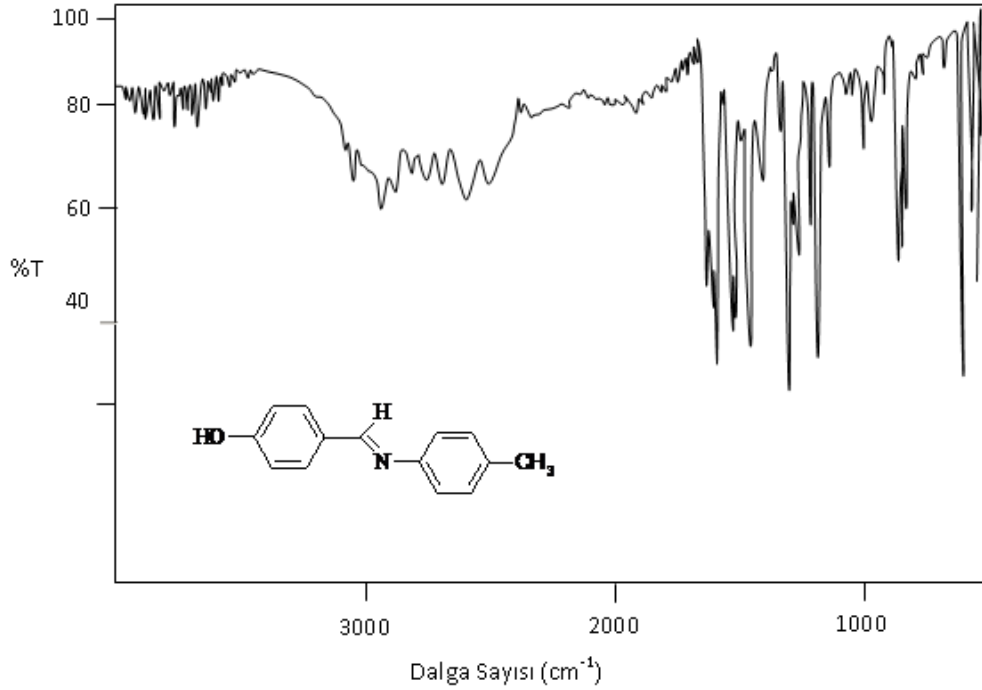
Şekil 4.15. VI Numaralı bileşiğin IR spektrumu

VI Numaralı bileşikte (Şekil 4.15) OH piki 3356 cm^{-1} de yayvan bir pik olarak görülmektedir. Alifatik C-H gerilmesine ait pikler 2907 cm^{-1} ve 2828 cm^{-1} de, aromatik C-H gerilmesine ait piklerde 3108 cm^{-1} ve 3075 cm^{-1} de tespit edilmiştir. – C=C- gerilmesine ait pikler ise 1600 cm^{-1} ve 1585 cm^{-1} de, -HC=N gerilmesine ait pik 1628 cm^{-1} de görülmektedir. Ar-O gerilme piki 1282 cm^{-1} ve 1181 cm^{-1} de, -NO₂ grubuna ait gerilme piki de 1468 cm^{-1} de tespit edilmiştir (Upadhyay ve ark., 2007).



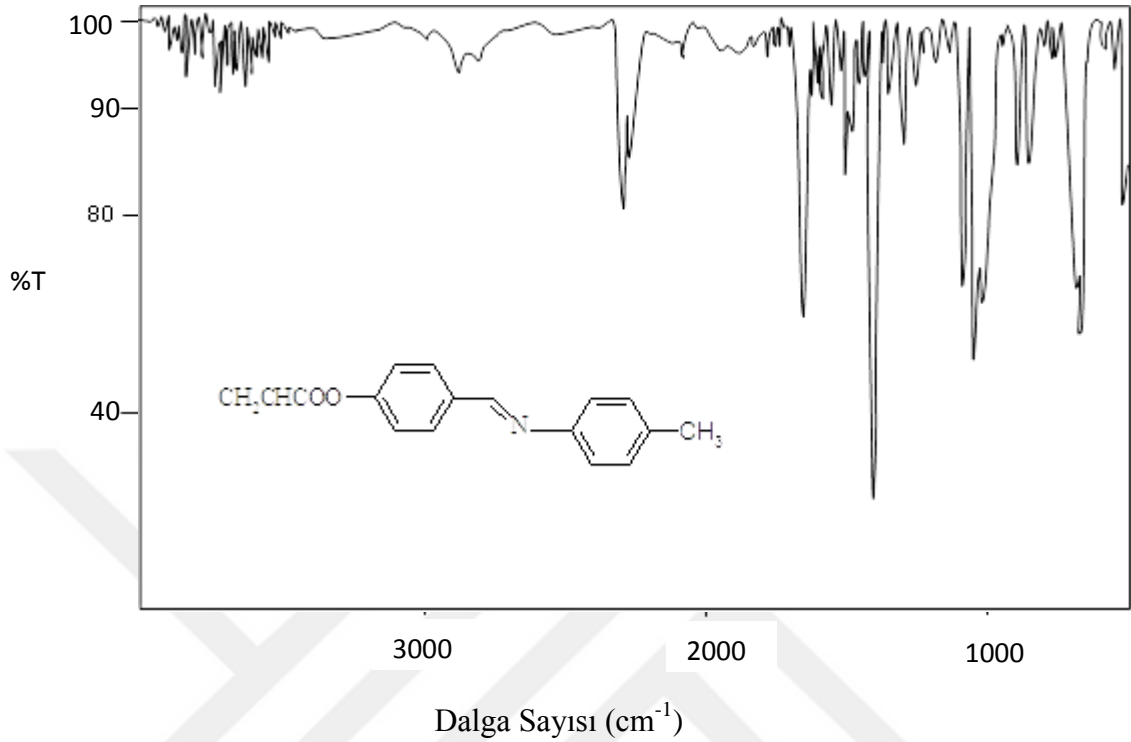
Şekil 4.16. VII Numaralı bileşiğin IR spektrumu

VII Numaralı bileşiğin IR spektrumu (Şekil 4.16) incelendiğinde VI numaralı bileşiğin akriloillenmesinden kaynaklı karbonil grubuna ait 1744 cm^{-1} de keskin bir pik görülmektedir. 2850 cm^{-1} de alifatik C-H gerilme piki, 3050 cm^{-1} 'de aromatik C-H gerilme piki, 1693 cm^{-1} ve 1596 cm^{-1} de aromatik ve alifatik -C=C- gerilme pikleri tespit edilmiştir. -NO₂ grubuna ait gerilme piki 1413 cm^{-1} de görülmektedir. VI numaralı bileşikte görülen -HC=N- gerilmesine ait pik VII numaralı bileşikte 1 cm^{-1} kadar aşağı kayıp 1627 cm^{-1} de tespit edilmiştir. -C(O)-O gerilmesine ait piklerde 1295 cm^{-1} ve 1281 cm^{-1} de gözlemlenmiştir (Upadhyay ve ark., 2007; Erdik, 2008)



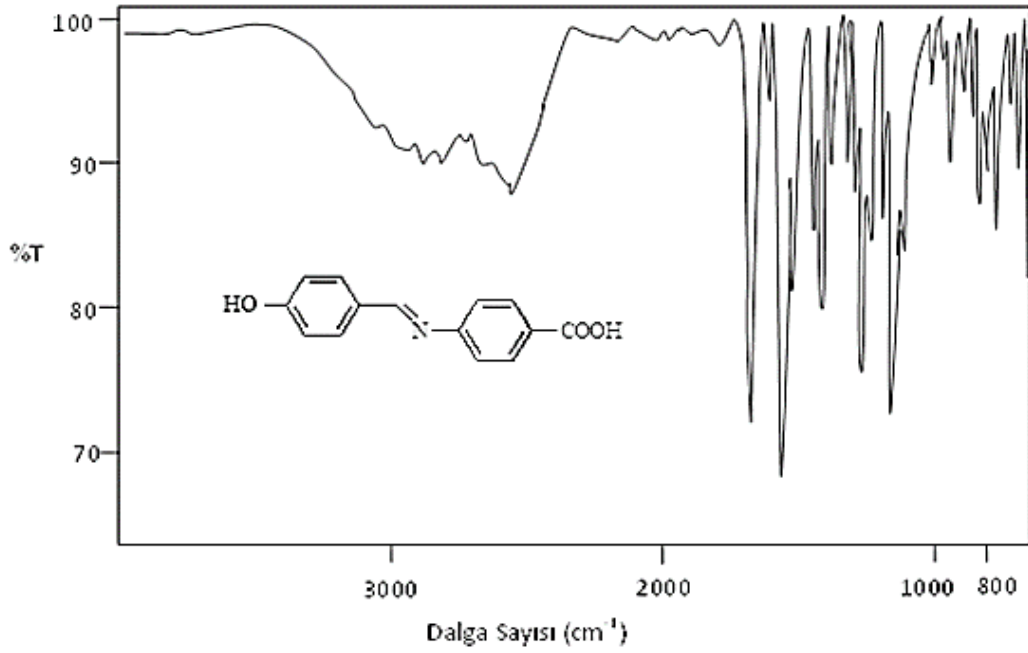
Şekil 4.17. VIII Numaralı bileşiğin IR spektrumu

VIII Numaralı bileşiğin IR spektrumu (Şekil 4.17) incelendiğinde OH grubuna ait gerilme piki $3291\text{-}2388\text{ cm}^{-1}$ de görülmektedir. Alifatik C-H gerilmesine ait pikler 2919 cm^{-1} ve 2861 cm^{-1} de tespit edilmiştir. Aromatik C=C pikleri 1605 cm^{-1} ve 1574 cm^{-1} de, -CH=N gerilmesi 1605 cm^{-1} de ve Ar-O gerilmesine ait pikler 1284 cm^{-1} , 1241 cm^{-1} ve 1162 cm^{-1} de tespit edilmiştir. -CH₃ grubuna ait aromatik C-H piki 3027 cm^{-1} de gözlemlenmektedir (Erdik, 2008; Kianfar ve ark., 2011).



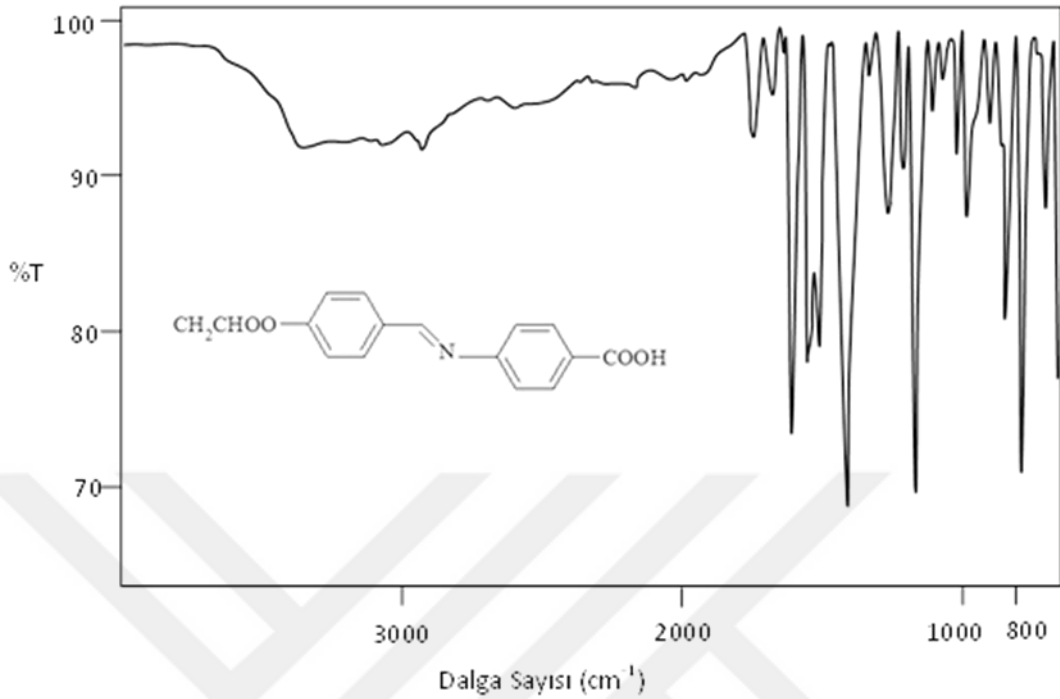
Şekil 4.18. IX Numaralı bileşğin IR spektrumu

IX Numaralı bileşğin IR spektrumu (Şekil 4.18) incelendiğinde karbonil grubuna ait ($>C=O$) ait pik 1749 cm^{-1} de görülmektedir. Akriiloillenme sonucunda $3291 - 2388\text{ cm}^{-1}$ de görülen OH grubuna ait yayvan pikin kaybolduđu tespit edilmiştir. Alifatik C-H gerilmesine ait 2919 cm^{-1} ve 2850 cm^{-1} de, alifatik $-HC=N$ piki 1599 cm^{-1} , aromatik ve alifatik $-C=C-$ gerilme pikleri 1652 cm^{-1} ve 1506 cm^{-1} de görülmektedir. $-C(O)-O$ gerilmesine ait pikler 1202 cm^{-1} , 1164 cm^{-1} ve 1138 cm^{-1} de tespit edilirken, $-CH_3$ grubuna ait aromatik $-C-H$ piki 3033 cm^{-1} de gözlemlenmektedir (Erdik, 2008; Marwani ve ark., 2013).



Şekil 4.19. X Numaralı bileşiğin IR spektrumu

X Numaralı bileşiğin IR spektrumu (Şekil 4.19) incelendiğinde, bileşikte 3411–2352 cm^{-1} arasında OH grubuna ait yayvan bir pik görülmektedir. Bu yayvan pik hidrojen bağlı hidroksil grubunun varlığını göstermektedir. Alifatik C-H gerilmesine ait pikler 2978 cm^{-1} ve 2940 cm^{-1} de tespit edilmiştir. C=C aromatik ikili bağına ait gerilme piki 1587 cm^{-1} , 1561 cm^{-1} ve 1518 cm^{-1} de, -HC=N gerilmesi 1611 cm^{-1} de ve Ar-O gerilme piki ise 1232 cm^{-1} ve 1160 cm^{-1} de gözlemlenmektedir. >C-O bağına ait gerilme pik 1679 cm^{-1} de kaynaklara uygun tespit edilmiştir (Erdik, 2008).



Şekil 4.20. XI Numaralı bileşiğin IR spektrumu

XI Numaralı bileşiğin IR spektrumu incelendiğinde (Şekil 4.20) karbonil grubuna $>C=O$ ait pik 1739 cm^{-1} de keskin bir pik olarak görülmektedir. Bu pik akriloil grubunun bağlandığını göstermektedir. Akriloillenme sonucunda $3411\text{--}2352\text{ cm}^{-1}$ de görülen molekül içi hidrojen bağlı $-OH$ grubuna ait yayvan pikin ortadan kaybolup 3339 cm^{-1} de yayvan bir pik tespit edilmiştir. 3038 cm^{-1} ve 2955 cm^{-1} de alifatik $C-H$ gerilme piki görülmektedir. Aromatik ve alifatik $-C=C-$ gerilme pikleri 1673 cm^{-1} , 1543 cm^{-1} ve 1512 cm^{-1} de, $-C(O)-O$ gerilmesine ait pikler ise 1266 cm^{-1} , 1205 cm^{-1} ve 1163 cm^{-1} de tespit edilmiştir. $>C-O$ bağına ait gerilme pik 1673 cm^{-1} de ve $-HC=N$ gerilmesine ait pikin X numaralı bileşiğe göre 11 cm^{-1} kadar aşağı kayarak 1600 cm^{-1} de olduğu görülmektedir (Erdik, 2008).

Çizelge 4.1. I-XI Numaralı bileşiklerinin karakteristik IR titreşim değerleri (cm⁻¹)

Bileşik	O-H ₍₁₎	O-H ₍₂₎	Al. C-H	Ar. C-H	C=O ₍₁₎	-C=C _{(1),>} C=C<	HC=N-	C=O ₍₂₎	-C(O)-O, Ar-O	NO ₂	C-Cl
I	3375, 3053	-	2881, 2829	-	-	-1588	-	1663	1281, 1157	-	-
II	-	3391, 3121	2913, 2868	-	-	1573, 1514	1601	-	1283, 1241	-	-
III	-	-	2913, 2887	-	1773	1629, 1584	1600	-	1292, 1196, 1165	-	-
IV	-	3236, 3180	2916, 2857	-	-	1586, 1514	1598	-	1288, 1250	-	1109
V	-	-	2944	-	1749	1662, 1627	1597	-	1337, 1202, 1164	-	1089
VI	3356	-	2907, 2828	3108, 3075	-	1600, 1585	1628	-	1282, 1181	1468	-
VII	3374	-	2850	3050	1744	1693, 1596	1627	-	1394, 1412	1468	-

Çizelge 4.1. (Devam) I-XI Numaralı bileşiklerinin karakteristik IR titreşim değerleri (cm⁻¹)

Bileşik	O-H ₍₁₎	O-H ₍₂₎	Al. C-H	Ar. C-H	C=O ₍₁₎	-C=C _{(1), >C=C<₍₂₎}	HC=N-	C=O ₍₂₎	-C(O)-O, Ar-O	NO ₂	C-Cl
VIII.	-	3291	2919, 2861	3027	-	1605, 1574	1605	-	1284, 1241, 1162	-	-
IX	-	-	2919, 2850	3033	1749	1652, 1506	1599	-	1202, 1164, 1138		
X	-	3411-2352	2978, 2940	-		1587, 1561, 1518	1611	1679	1277, 1232, 1160	-	-
XI	-	3339	3038, 2955		1739	1673, 1543, 1512	1600	1673	1266, 1205, 1163	-	-

OH₍₁₎: Serbest halde bulunan hidroksil grubuna ait pikler

OH₍₂₎: Moleküliçi hidrojen bağı yapmış hidroksil grupları

-C=C-₍₁₎: Aromatik halkaya ait iskelet titreşimleri

-C=C-₍₂₎: Akriol grubuna ait alkenik yapı pikleri

C=O₍₁₎: Akriol grubuna ait karbonil piki

C=O₍₂₎: Benzaldehit ve karboksil gruplarına ait titreşim pikleri

4.2.2. Morötesi-görünür bölge (UV-VIS) çalışmaları

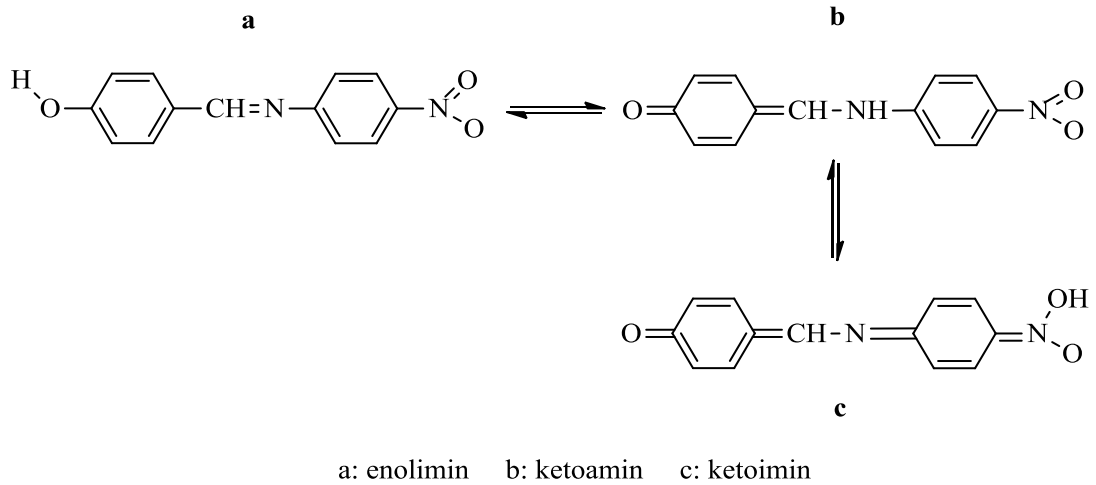
Elde edilen bileşiklerin UV-VIS spektrumları bileşiklerin çözünürlüklerine bağlı olarak kloroform (—), etil alkol (—), DMF (—) içerisinde, ayrıca pH 2 (—) ve pH 12' de (—) DMF çözeltisinde, kaydedilerek soğurma dalga boyları ve molar soğurma katsayıları belirlendi. Schiff bazı ve akriloil türevleri 1×10^{-4} , 5×10^{-4} , 5×10^{-5} ve $2,5 \times 10^{-5}$ M derişimlerinde kaydedilmiştir.

250-300 nm dalga boyu aralığındaki bantlar bütün Schiff bazlarında benzen halkasından kaynaklanan B-bantlarına karşılık gelmektedir (Upadhyay,2008). Kaynaklarda Schiff bazı bileşiklerinin enolimin–ketoamin tautomer yapıları şeklinde bulunabileceği ve soğurma dalga boylarının 278-320 nm gibi kısa dalga boylarında enolimin tautomer yapısının; 337-464 nm gibi uzun dalga boylarında ise ketoamin tautomer yapısında bulunduğu bilinmektedir (Şekil 4.21) (Golcu, 2005; Upadhyay, 2008). Etil alkol içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin 288-320 nm de kuvvetli soğurma göstermesi yapılarının büyük oranda enolimin tautomer yapısında olduğunu göstermektedir (Golcu, 2005). Etil alkol içerisinde 332-373 nm arasında $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin varlığı tespit edilmiştir. Bu geçişlerin molar soğurma katsayıları düşük olmakla birlikte, benzer yapıdaki bileşikler için gözlenen bu pikler $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerine atfedilmiştir. Etil alkol içerisinde Schiff bazları ile karşılık gelen akriloil türevleri karşılaştırıldığında (III, V, VII, IX), akriloil grubunun elektron çekici etkisinden dolayı $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde 3-32 nm lik hipsokromik kayma gözlenmiştir. En çok kayma 32 nm ile metil grubu taşıyan IX numaralı bileşikte gözlenmiştir. II numaralı bileşik ile Schiff bazları (IV, VI, VII ve X) karşılaştırıldığında IV ve VIII numaralı bileşiklerde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde elektron verici grupların indüktif etkisi ile 12 nm ve 13 nm' lik batokromik kayma gözlemlenirken; VI ve X numaralı bileşiklerde ise elektron çekici grupların etkisi ile $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde 16 nm ve 17 nm lik hipsokromik kayma gözlemlenmiştir. Etil alkol içerisinde III numaralı bileşiğin diğer akriloil türevli Schiff bazları arasında absorpsiyon değerlerinde belirgin bir değişiklik tespit edilememiştir.

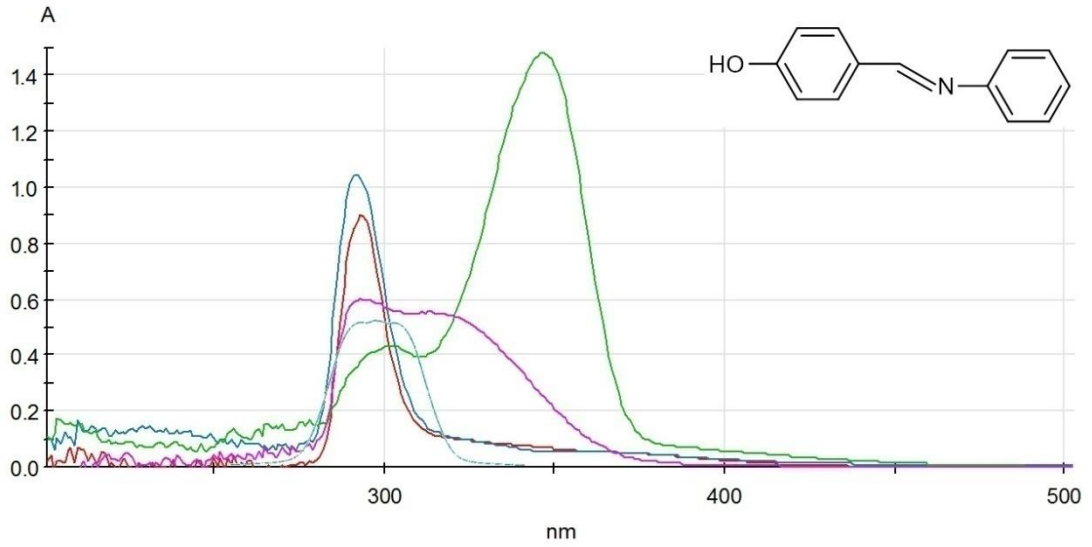
Yapıya bağlanan akriloil gruplarının (III, V, VII, IX, XI) elektronik etkisi ile kloroform içerisinde Schiff bazları ile karşılaştırıldığında (II, IV, VI, VIII ve X)

$\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde **III**, **V** ve **VII** numaralı bileşiklerde batokromik kayma; **IX** ve **XI** nolu bileşiklerde ise bir kaç nm lik hipsokromik kayma tespit edilmiştir. Schiff bazları ve akriloil türevleri için $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişleri 292-304 nm ve $n \rightarrow \pi^*$ geçişleri ise 308°-349 nm'de tespit edilmiştir.

Kloroform ve etil alkole göre DMF içerisinde Schiff bazı ve akriloil türevlerinin (**II**-**XI**) $\pi \rightarrow \pi^*$ ve $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin daha uzun dalga boyunda soğurma yaptığı görülmektedir. DMF gibi polar bir çözücü ortamında **II**, **IV**, **VI**, **VIII** ve **X** numaralı bileşiklere ait $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerini 293-301 nm arasında $n \rightarrow \pi^*$ geçişi ise 321-383 nm arasında tespit edilmiştir. Bu bileşiklerin **III**, **V**, **VII**, **IX** ve **XI** numaralı akriloil türevlerinde ise $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişleri 289-321 nm arasında; $n \rightarrow \pi^*$ geçişleri ise **III** numaralı bileşikte omuz şeklinde olmak üzere 326-383 nm arasında tespit edilmiştir. Yapıya bağlanan akriloil gruplarının, elektron çekici etkisi ile $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde de azalma kaydedilirken, $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin ortadan kalktığı ya da zayıfladığı tespit edilmiştir. Schiff bazı bileşiklerinin ve akriloil türevlerinin DMF içerisinde pH 2'de elde edilen UV-VIS spektrumlarında dalga boyları Çizelge 4.2 de görüleceği üzere pek değişmezken, pH 12'de bütün bileşikler özellikle $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin, DMF içerisinde elde edilen verilere göre 19-189 nm arasında uzun dalga boyuna kaydığı tespit edildi.

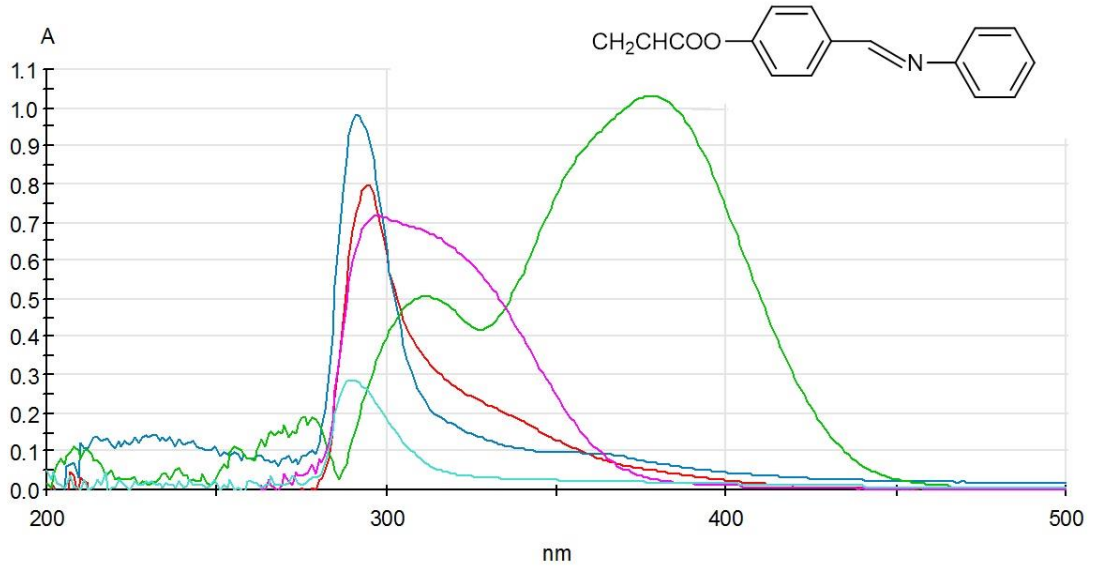


Şekil 4.21. Schiff bazlarının enolimin ve ketoamin tautomer yapıları



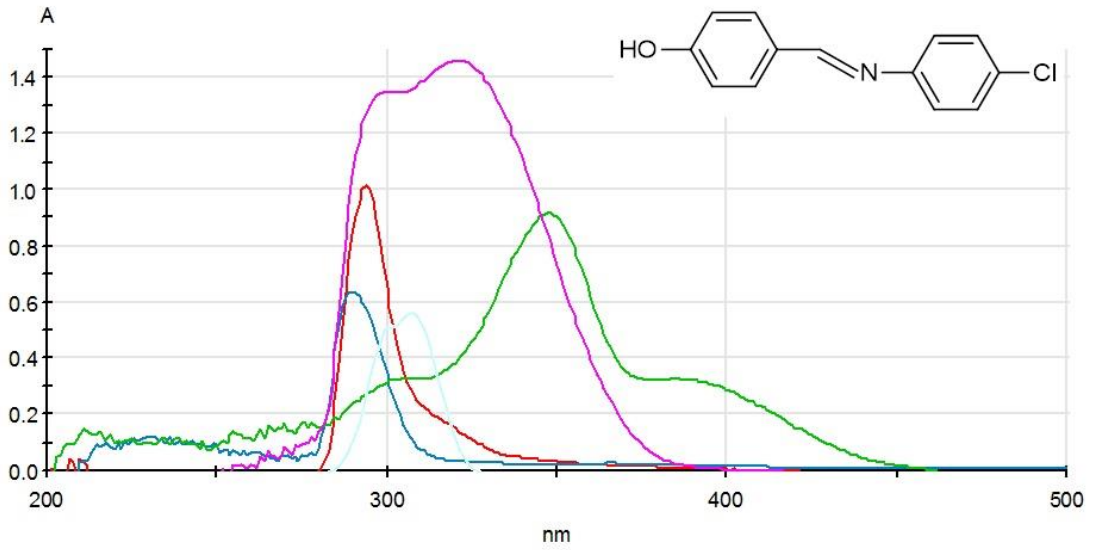
Şekil 4.22. II Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu

Şekil 4.22’de **II** numaralı bileşiğin CHCl_3 , EtOH, DMF, DMF içinde pH=2 ve pH=12 de 5×10^{-5} M– $2,5 \times 10^{-5}$ M derişimler de çekilen UV-VIS spektrumu incelendiğinde; 292-307 nm de $\pi \rightarrow \pi^*$, 311-347 nm de ise $n \rightarrow \pi^*$ geçişleri görülmektedir. pH=12 de diğer çözücülere göre özellikle $n \rightarrow \pi^*$ geçişinde batokromik kayma gözlenmiştir. CHCl_3 , EtOH, DMF ve pH=2 de $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin molar absorpsiyon katsayıları daha büyük olup, bu verilerde enolimin tautomer yapısının baskın olduğu düşünölmektedir. **II** numaralı bileşiğin ^1H NMR spektrumu incelendiğinde de 10,19 ppm’de OH grubuna ait pikin gözlenmesi ve ayrıca IR spektrumunda $-\text{NH}$ pikinin gözlenmemesi de yapının enolimin tautomer formunda bulunduğunu göstermektedir. pH=12’de $n \rightarrow \pi^*$ geçişinin molar absorpsiyon katsayısının daha büyük olduğu görölmektedir. Buradan da bileşiğin ketoamin tautomer yapısında olduğu düşünölebilir.



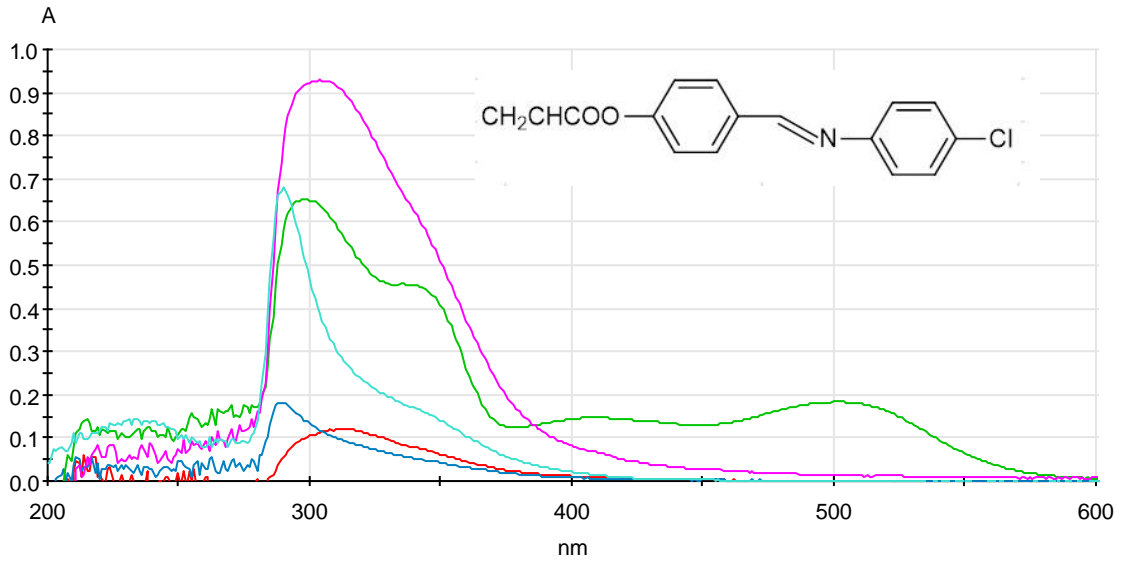
Şekil 4.23. III Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu

Şekil 4.23’de **III** numaralı bileşiğin CHCl_3 , EtOH, DMF, DMF içinde pH=2 ve pH=12 de 1×10^{-4} M– 5×10^{-5} M derişimler de çekilen UV-VIS spektrumu incelendiğinde; 289-311 nm de $\pi \rightarrow \pi^*$, 308-378 nm de ise $n \rightarrow \pi^*$ geçişleri görülmektedir. **II** numaralı başlangıç bileşiği ile karşılaştırıldığında EtOH içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin kuvvetlendiği ve 18 nm’lik hipsokromik kayma olduğu tespit edilmiştir. Bu durumun ise bağlanan akriloil grubunun elektron çekici etkisinden kaynaklandığı düşünülmektedir. **III** numaralı bileşiğin CHCl_3 , EtOH, DMF, DMF içinde pH=2’de $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin molar absorpsiyon katsayılarının daha büyük olduğu ve $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinden daha büyük olması da yapının varlığını desteklemektedir. pH=12’de ise **II** numaralı başlangıç bileşiğine göre **III** numaralı akriloil türevinin CHCl_3 , EtOH, DMF ve pH=2’de çekilen spektrumlarına göre $n \rightarrow \pi^*$ ve $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin batokromik kaymaya uğradığı görülmektedir.



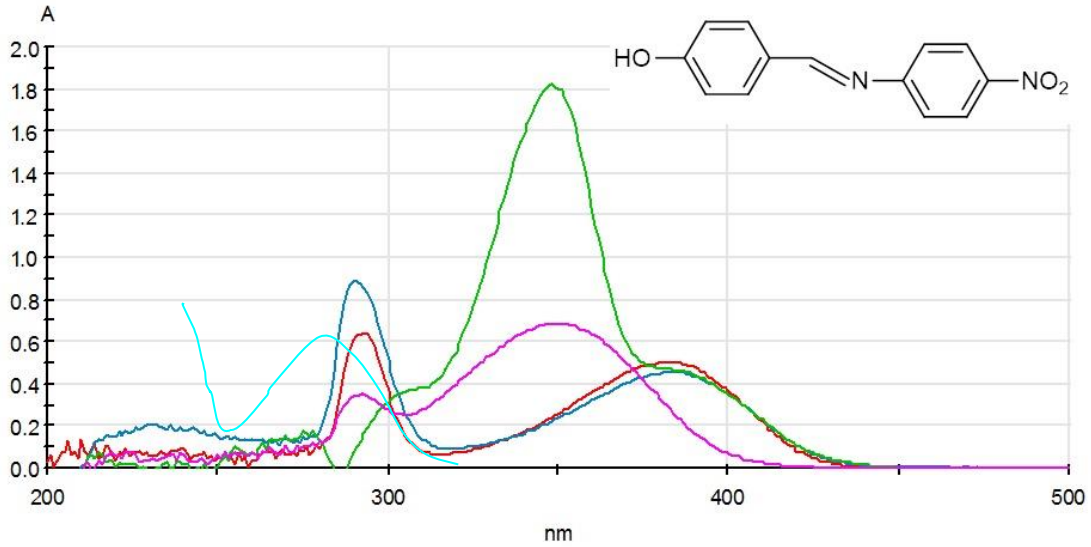
Şekil 4.24. IV Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu

Şekil 4.24'de **IV** numaralı bileşiğin CHCl_3 , EtOH, DMF, DMF içinde pH=2 ve pH=12'de 5×10^{-5} M– $2,5 \times 10^{-5}$ M derişimler de çekilen UV-VIS spektrumu incelendiğinde; 290-319 nm'de $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişleri, 321-385 nm'de ise $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerine ait pikler görülmektedir. Yapıya bağlanan klor atomunun indüktif etkisi ile **II** numaralı unsubstitüe bileşiğe göre CHCl_3 içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişinde 4 nm, EtOH içerisinde 12 nm, DMF içerisinde 8 nm kadar batokromik kayma görülmektedir. pH=2'de ise 2 nm lik $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişinde hipsokromik kayma ve pH=12'de $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişinde 4 nm'lik batokromik kayma gözlemlenmiştir. **IV** numaralı bileşiğin **II** numaralı bileşiğe benzer şekilde CHCl_3 , EtOH, DMF ve pH=2 içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin kuvvetli olması enolimin tautomer yapısının baskın olduğunu göstermektedir. Bileşiğin $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda da 10,18 ppm'de OH grubuna ait pikin gözlemlenmesi enolimin tautomer yapısının baskın olduğunu doğrulamaktadır. pH=12'de ise diğer çözücülere göre belirgin bir batokromik kayma tespit edilmiştir. Özellikle $n \rightarrow \pi^*$ geçişinin kuvvetli olması yapıda ketoamin tautomer yapısının varlığını düşündürmektedir.



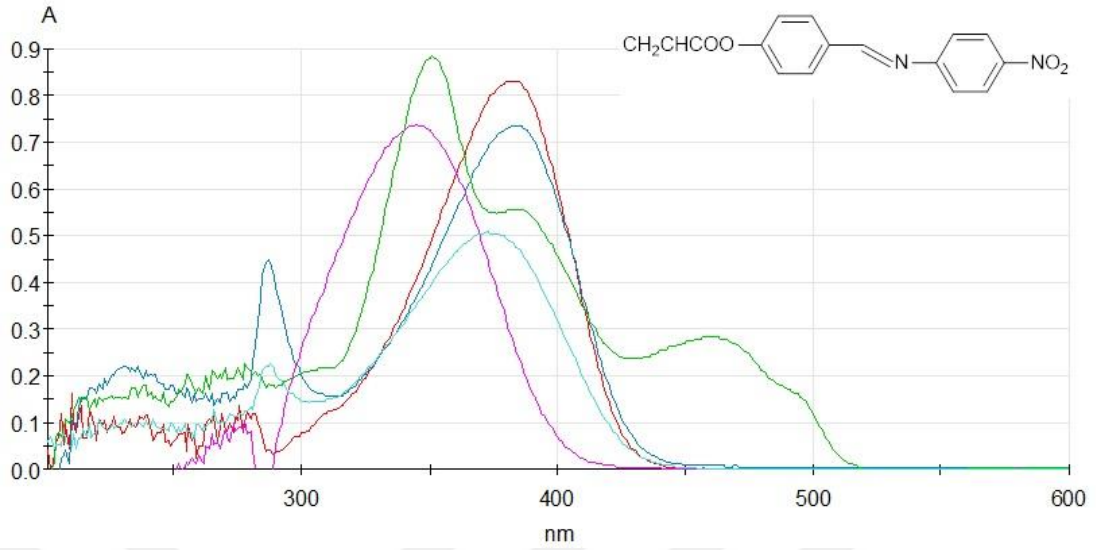
Şekil 4.25. V Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu

Şekil 4.25’de V numaralı bileşiğin CHCl_3 , EtOH, DMF, DMF içinde pH=2 ve pH=12’ de 1×10^{-4} M– 5×10^{-5} M derişimler de çekilen UV-VIS spektrumu incelendiğinde; $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişleri, EtOH, DMF ve pH=2 içerisinde sırasıyla 29 nm, 7 nm ve 1 nm’lik hipsokromik kayma, CHCl_3 içerisinde ise 7 nm’lik batokromik kayma gözlemlenmiştir. Bu durumun ise yapıya bağlanan akriloil grubunun EtOH, DMF gibi polar çözücülerde hipsokromik kayma meydana getirirken, CHCl_3 gibi apolar çözücüde ise batokromik kayma meydana geldiği görülmektedir. Benzer durum III numaralı bileşik içinde tespit edilmiştir. V numaralı bileşiğin III numaralı unsubstitüe bileşiğe göre UV-VIS spektrumları karşılaştırıldığında klor atomunun indüktif etkisi ile $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde CHCl_3 , EtOH ve DMF içerisinde sırasıyla 7 nm, 1 nm ve 20 nm kadar batokromik kayma meydana geldiği tespit edilmiştir. Benzer durum pH=12’de de görülmektedir. V numaralı bileşiğin 290-336 nm aralığında $\pi \rightarrow \pi^*$, 331-503 nm aralığında ise $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin varlığı tespit edilmiştir.



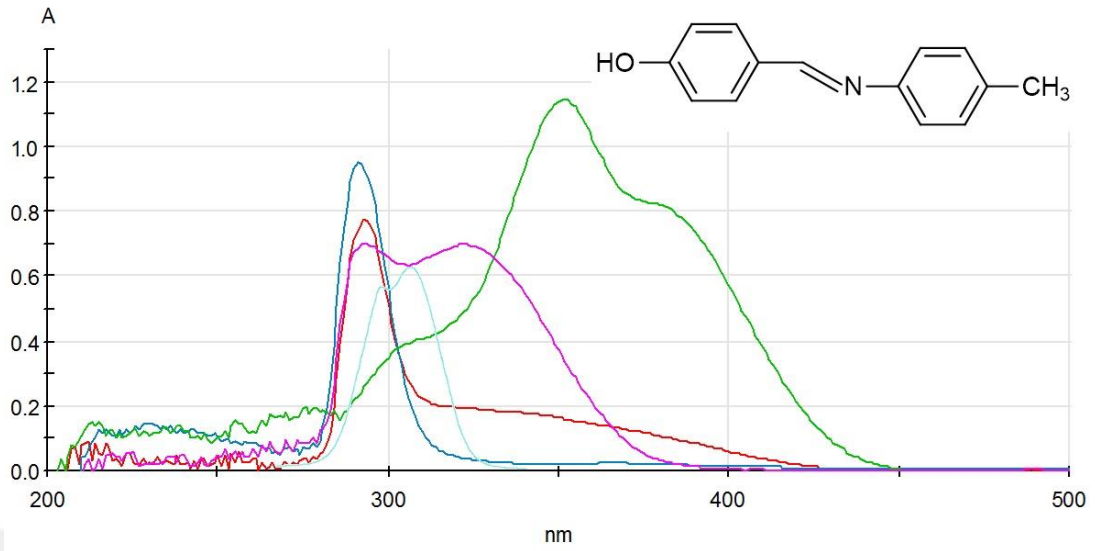
Şekil 4.26. VI Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu

Şekil 4.26'de **VI** numaralı bileşiğin CHCl_3 , EtOH, DMF, DMF içinde pH=2 ve pH=12'de 5×10^{-5} M– $2,5 \times 10^{-5}$ M derişimler de çekilen UV-VIS spektrumu incelendiğinde; 291-348 nm de $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişleri, 349-384 nm de ise $n \rightarrow \pi^*$ geçişleri tespit edilmiştir. Asidik özellik gösteren EtOH içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin CHCl_3 ve DMF ye göre 2 nm kadar hipsokromik kayma meydana getirdiği görülmektedir. $n \rightarrow \pi^*$ ve $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin CHCl_3 , EtOH ve DMF de kuvvetli olması her iki tautomer yapının da dengede olduğu anlaşılmaktadır. pH=12 de ise diğer çözücülere göre $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde belirgin bir batokromik kayma tespit edilmiştir. **VI** numaralı bileşiğin **II** numaralı unsubstitüe bileşiğe göre UV-VIS spektrumları incelendiğinde nitro grubunun elektron çekici etkisi ile $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde CHCl_3 , DMF ve pH=12'de sırasıyla 38 nm, 5 nm, 36 nm kadar batokromik kayma tespit edilmiştir. EtOH ve pH=2 de ise **II** numaralı unsubstitüe bileşiğe göre sırasıyla 370 nm ve 384 nm'de $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin meydana geldiği görülmektedir. **VI** numaralı bileşiğin ^1H -NMR spektrumu incelendiğinde 10,60 ppm de OH grubunun varlığı yapının enolimin tautomer şeklinde bulunduğunu doğrulamaktadır.



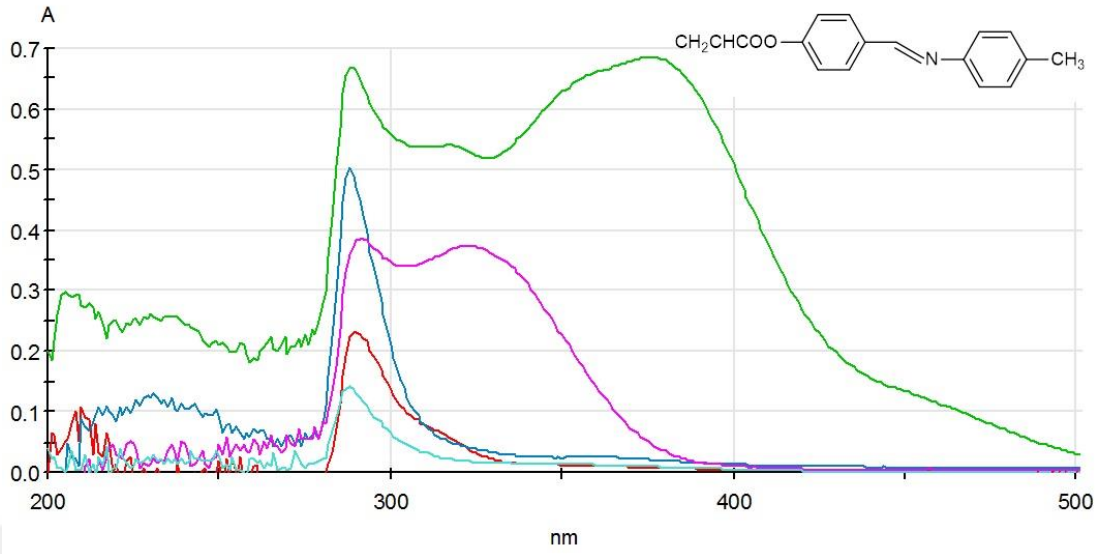
Şekil 4.27. VII Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu

Şekil 4.27’de **VII** numaralı bileşiğin CHCl_3 , EtOH, DMF, DMF içinde pH=2 ve pH=12 de $2,5 \times 10^{-5}$ M derişimde çekilen UV-VIS spektrumu incelendiğinde; **VI** numaralı başlangıç bileşiğine göre CHCl_3 içerisinde $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde 4 nm’lik hipsokromik kayma gözlemlenirken, $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin kaybolduğu görülmektedir. EtOH içerisinde ise $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde 3 nm’lik hipsokromik kayma tespit edilmiştir. DMF içerisinde de CHCl_3 benzer şekilde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin, $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin altında kaldığı görülmektedir. pH=12’de ise **VI** numaralı başlangıç bileşiğine göre $\pi \rightarrow \pi^*$ ve $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin her ikisinde de 3 nm ve 106 nm’lik batokromik kayma tespit edilmiştir. **VII** numaralı bileşiğin $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişleri 287- 351 nm aralığında, $n \rightarrow \pi^*$ geçişleri ise 345- 489 nm’de tespit edilmiştir. EtOH ve pH=2’de $\pi \rightarrow \pi^*$ ve $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin her ikisinde de kuvvetli absorbans pikleri olarak görülürken, CHCl_3 ve DMF’ de sadece $n \rightarrow \pi^*$ geçişleri tespit edilmiştir. **VII** numaralı bileşiğin **III** numaralı unsubstitüe bileşik ile UV-VIS spektrumları karşılaştırıldığında nitro grubunun elektron çekici etkisi ile CHCl_3 içerisinde $n \rightarrow \pi^*$ geçişinde 37 nm batokromik kayma, EtOH içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişinde 1 nm’lik hipsokromik kayma, DMF içerisinde $n \rightarrow \pi^*$ geçişinde 57 nm lik batokromik kayma tespit edilmiştir. **VII** numaralı bileşikte **III** numaralı unsubstitüe bileşikten farklı olarak EtOH içerisinde 370 nm de $n \rightarrow \pi^*$ geçişinin kaybolduğu görülmektedir. pH=2 ve pH=12’de de $\pi \rightarrow \pi^*$ ve $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde **III** numaralı bileşiğe göre belirgin bir batokromik kayma tespit edilmiştir.



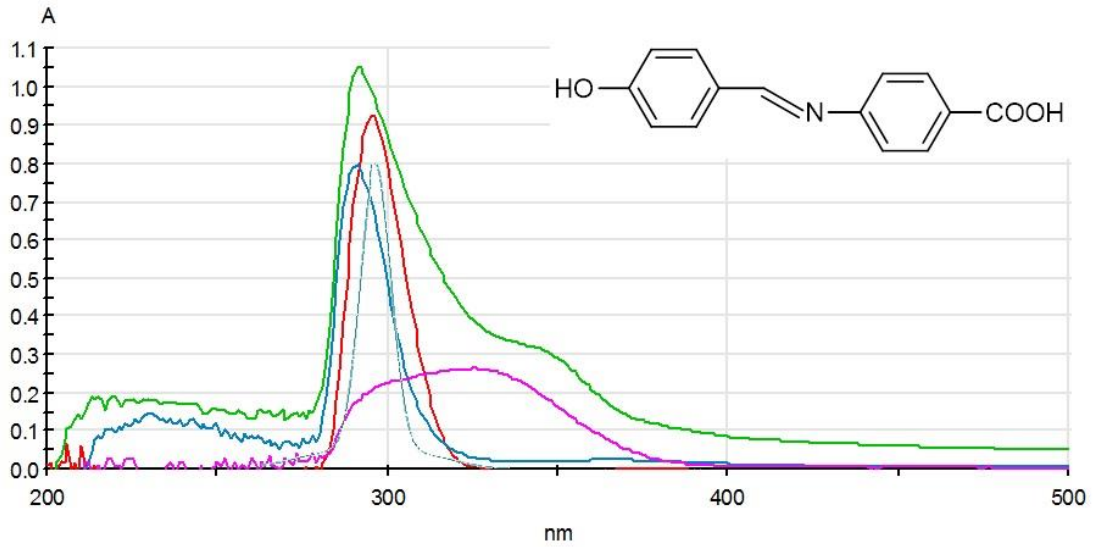
Şekil 4.28. VIII Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu

Şekil 4.28’de **VIII** numaralı bileşiğin CHCl_3 , EtOH, DMF, DMF içinde pH=2 ve pH=12’de $5 \times 10^{-5} \text{ M}$ – $2,5 \times 10^{-5} \text{ M}$ derişimler de çekilen UV-VIS spektrumu incelendiğinde, pH=12 de belirgin bir batokromik kayma görülmektedir. CHCl_3 ve EtOH içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişleri sırasıyla 293 nm ve 312 nm’de, $n \rightarrow \pi^*$ geçişleri ise 322 nm ve 320 nm’de kuvvetli absorpsiyon pikleri olarak tespit edilmiştir. Buradan da her iki tautomer yapının da varlığı anlaşılmaktadır. DMF ve pH=2’de ise $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin soğurma katsayılarının kuvvetli olması enolimin tautomer yapısının baskın olduğunu göstermektedir (Golcu, 2005; Upadhyay, 2008). ^1H NMR spektrumlarında 16 ppm bölgesinde $-\text{NH}$ pikinin gözlenmemesi de enolimin şeklin baskın olduğunu göstermektedir. pH=12’de ise $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin absorbansının zayıfladığı, $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin ise kuvvetlendiği görülmektedir. Buradan da yapının ketoamin tautomer yapısının baskın olabileceği düşünülmektedir.



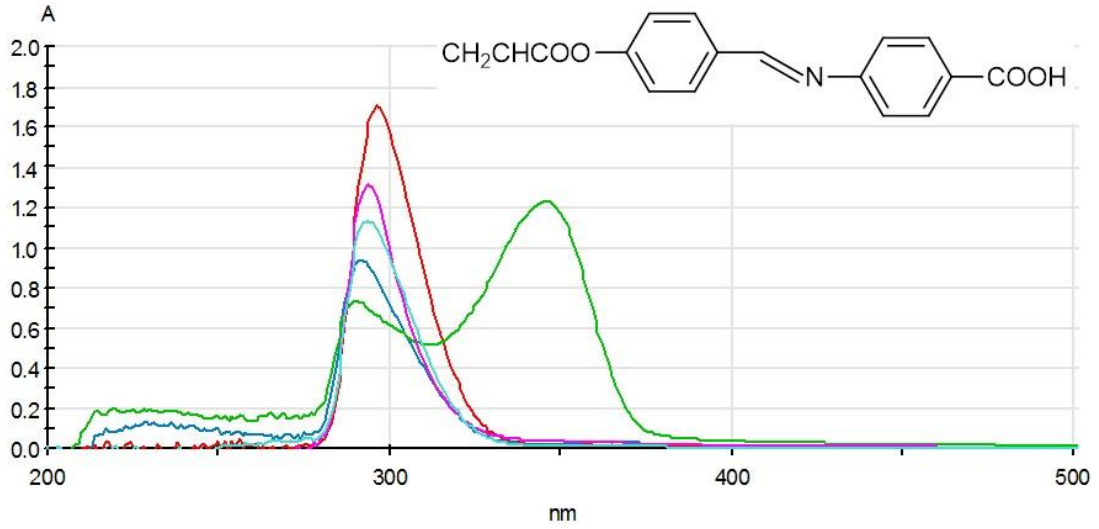
Şekil 4.29. IX Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu

Şekil 4.29'de ise **IX** numaralı bileşiğin CHCl_3 , EtOH, DMF, DMF içinde pH=2 ve pH=12 de 1×10^{-4} M – 5×10^{-5} M derişimler de çekilen UV-VIS spektrumu incelendiğinde; **VIII** numaralı başlangıç bileşiğinden farklı olarak DMF içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişinde 4 nm hipsokromik kayma gözlenirken, $n \rightarrow \pi^*$ geçişinde kaybolduğu tespit edilmiştir. Buradan da akriloil elektron çekici etkisi ve OH grubunun ortadan kalkması ile ketoamin tautomer yapısının oluşma ihtimalinin zayıfladığı anlaşılmaktadır. Benzer şekilde EtOH içerisinde de başlangıç bileşiğine (**VIII**) göre $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişinin 32 nm'lik hipsokromik kaymaya uğradığı ve $n \rightarrow \pi^*$ geçişinde ortadan kalktığı görülmektedir. EtOH ve DMF içerisinde **IX** numaralı bileşiğin $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişinde kuvvetli soğurma göstermesi, yapıdan OH grubunun kaybolduğunu ve tautomer dengenin de oluşma ihtimalinin azaldığını göstermektedir. $^1\text{H-NMR}$ spektrumlarında da OH grubuna ait pik tespit edilememiştir. Akriloil grubunun elektron çekici etkisi ile pH=1-2, DMF ve EtOH içerisinde **VIII** numaralı bileşiğe göre hipsokromik kayma tespit edilmiştir. DMF içerisinde pH=12'de **VIII** numaralı bileşik ile benzer soğurma piki vermesi yapıya bağlanan akriloil grubunun hidroliz olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.30. X Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu

Şekil 4.30'da ise X numaralı bileşiğin CHCl_3 , EtOH, DMF, DMF içinde pH=2 ve pH=12'de 5×10^{-5} M– $2,5 \times 10^{-5}$ M derişimler de çekilen UV-VIS spektrumu incelendiğinde; 290-297 nm'de $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişleri, 326-335 nm'de ise $n \rightarrow \pi^*$ geçişleri tespit edilmiştir. EtOH içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin CHCl_3 ve DMF ye göre sırasıyla 7 nm ve 6 nm kadar hipsokromik kayma meydana getirdiği görülmektedir. EtOH, DMF ve pH=2'de sadece $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin gözlenmesi yapıda enolimin tautomer yapısının baskın olduğunu doğrulamaktadır. X numaralı bileşiğin II numaralı unsubstitüe bileşiğe göre UV-VIS spektrumları incelendiğinde CHCl_3 içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişinde 4 nm, $n \rightarrow \pi^*$ geçişinde ise 15 nm'lik batokromik kayma, DMF içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişinde 3 nm batokromik kayma, EtOH içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişinde 17 nm, pH=2'de ise 1 nm hipsokromik kayma tespit edilmiştir. CHCl_3 , EtOH, DMF ve pH=2'de $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin gözlenmesi yapıda enolimin tautomer yapısının baskın olduğunu göstermektedir. 10,30 ppm'de OH grubunun gözlenmesi yapının enolimin tautomer formunda olduğunu doğrulamaktadır.



Şekil 4.31. XI Numaralı bileşiğin UV-VIS spektrumu

Şekil 4.31’de ise **XI** numaralı bileşiğin CHCl_3 , EtOH, DMF, DMF içinde pH=2 ve pH=12’de 5×10^{-4} M– $2,5 \times 10^{-5}$ M derişimler de çekilen UV-VIS spektrumu incelendiğinde; **X** numaralı başlangıç bileşiğine göre CHCl_3 içerisinde $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişinde 3 nm’lik hipsokromik kayma gözlemlenirken $n \rightarrow \pi^*$ geçişinin kaybolduğu görülmektedir. EtOH ve pH=2’de $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde sırasıyla 5 nm ve 2 nm’lik batokromik kayma gözlemlenirken, pH=12’de $n \rightarrow \pi^*$ geçişinde 11 nm’lik batokromik kayma tespit edilmiştir. DMF ve pH=12’de $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde **X** numaralı bileşiğe göre belirgin bir deęişiklik olmamıştır. **X** numaralı bileşiğin **III** numaralı unsubstitüe bileşik ile UV-VIS spektrumları karşılaştırıldığında CHCl_3 için $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişinde 3 nm’lik hipsokromik kayma, EtOH, DMF ve pH=2 de $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinde sırasıyla 8 nm, 2 nm ve 2 nm’lik batokromik kayma görülmektedir. Bu durum karboksil gurubunun polar çözücülerle etkileşerek batokromik kaymaya neden olduğunu düşündürmektedir. **XI** numaralı bileşikte 290-297 nm’de, $n \rightarrow \pi^*$ geçişleri ise pH=12’de 346 nm’de görülmektedir. CHCl_3 , EtOH, DMF ve pH=2’de $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin gözlenmesi ve $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin kaybolması yapıda tautomer dengenin olmadığını, buda akriloil grubunun yapıya bağlandığını doğrulamaktadır.

Çizelge 4.2. II-XI Numaralı bileşiklerinin UV-VIS spektrumlarına ait $\lambda_{\text{maks.}}$ (nm) ve log ϵ değerleri

Bileşik	Dalga Boyu CHCl ₃	Log ϵ (I/mol.cm)	Dalga Boyu EtOH	Log ϵ (I/mol.cm)	Dalga Boyu DMF	Log ϵ (I/mol.cm)	Dalga Boyu DMF (pH=1-2)	Log ϵ (I/mol.cm)	Dalga Boyu DMF (pH= 12)	Log ϵ (I/mol.cm)		
II	293	4,38	307	4,30	293	4,25	292	4,32	302	3,94		
	311 ^o	4,34			328	3,26			347	4,47		
					377	2,96						
III	297	4,16	289	3,46	294	4,20	291	4,29	311	4,00		
	308 ^o	4,14			326 ^o	3,68			378	4,31		
IV	297	4,38	295 ^o	4,29	301 ^o	4,48	290	4,40	306 ^o	4,11		
			319	4,34	321	4,52			348	4,56		
									385 ^o	4,11		
V	304	3,27	290	4,13	314	3,08	289	3,56	299	4,11		
	331 ^o	3,16	332 ^o	3,58					336	3,96		
									408 ^o	3,47		
									503	3,56		
VI	293	4,15	291	4,16	293	4,41	291	4,55	309 ^o	4,18		
	349	4,44	370	4,07	383	4,30			384	4,26	348	4,86
											383 ^o	4,27

Çizelge 4.2. (Devam) II-XI Numaralı bileşiklerinin UV-VIS spektrumlarına ait λ maks. (nm) ve log ϵ değerleri

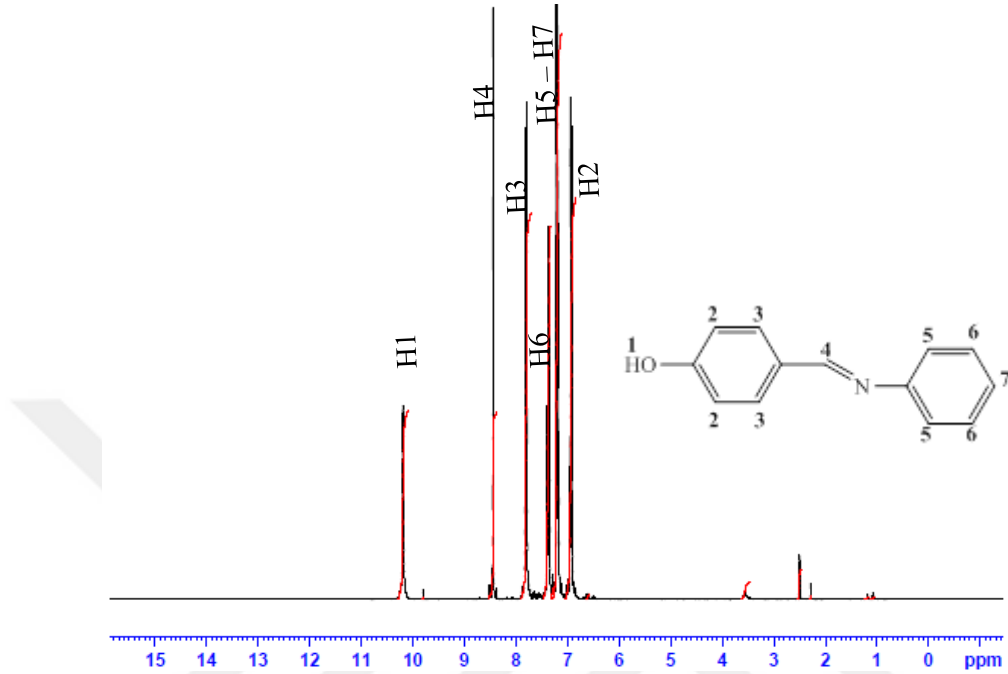
Bileşik	Dalga Boyu Kloro form	Log ϵ (I/mol.cm)	Dalga Boyu EtOH	Log ϵ (I/mol.cm)	Dalga Boyu DMF	Log ϵ (I/mol.cm)	Dalga Boyu DMF (pH=1-2)	Log ϵ (I/mol.cm)	Dalga Boyu DMF (pH= 12)	Log ϵ (I/mol.cm)
VII	345	4,47	288 373	3,95 4,31	383	4,52	287 384	4,25 4,47	351 460 489 ^o	4,55 4,05 3,85
VIII	293 322	4,45 4,45	312 320	4,14 4,40	293 339	4,19 3,55	291	4,28	303 351 377	3,88 4,36 4,22
IX	292 322	3,89 3,87	288	3,46	289	3,36	288	4,00	288 317 ^o 375 452 ^o	4,13 4,03 4,14 3,41
X	297 ^o 326	3,63 3,72	290	4,52	296	4,57	291	4,50	291 335 ^o	4,62 4,13
XI	294	3,42	292 297	4,38 4,33	293	4,51	292	4,57	290 346	4,47 4,69

4.2.3. NMR çalışmaları

4.2.3.1. ¹H-NMR çalışmaları

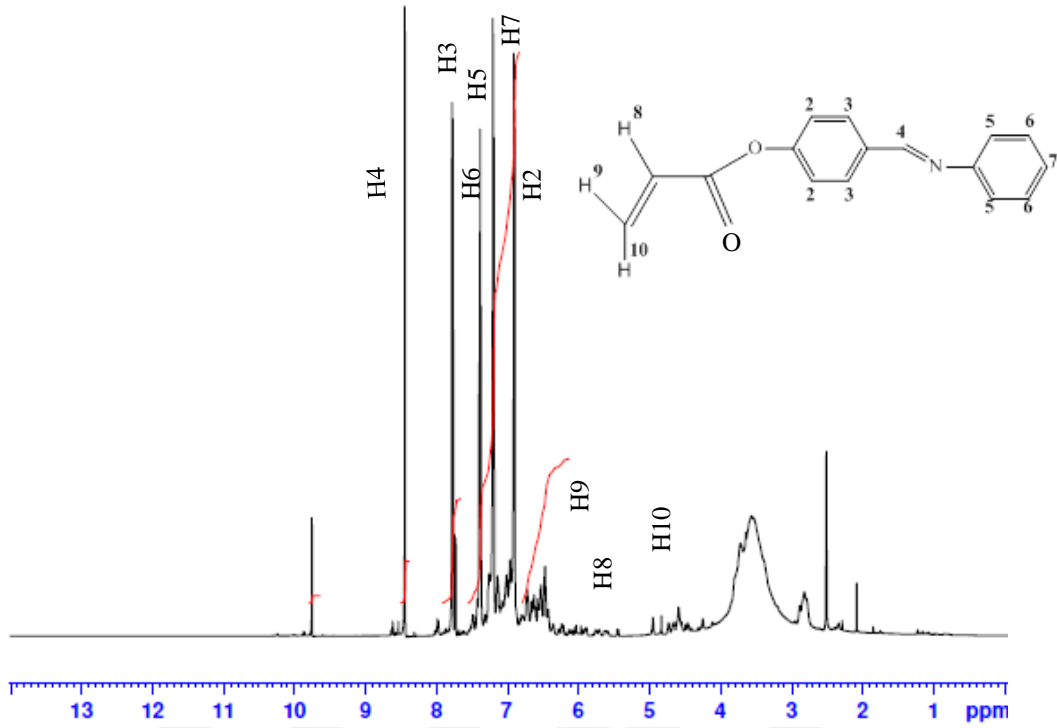
Elde edilen bileşiklerin ¹H-NMR spektrumları d₆-DMSO içerisinde çekilerek; bileşiklere ait kimyasal kayma değerleri ve birbirleri ile olan etkileşimleri ve ayrıca farklı kimyasal çevreye sahip protonların türleri belirlenmeye çalışılmıştır. Çözücü olarak kullanılan d₆-DMSO ya ait metil pikleri 2,49 ppm'de ve çözücüde bulunan su pikleri 3,39 ppm değerinde belirlenmiştir (Erdik, 1993; Balcı, 2000). **II**, **IV**, **VI**, **VIII** ve **X** nolu bileşiklerde 10,18-10,30 ppm'de yer alan -OH grubuna ait pikler kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir. -OH gruplarının aşağı alanda yer alması moleküler arası hidrojen bağı yaptığını göstermektedir. **II**, **IV** ve **VIII** numaralı bileşiklerin IR spektrumlarında da -OH grupları yayvan bir pik olarak 3391-2388 cm⁻¹ de tespit edilmiştir. Akriloilleme işlemi yapıldıktan sonra -OH grubuna ait piklerin ortadan kalktığı tespit edilmiştir. **III**, **V** ve **VII** numaralı bileşiklerin IR spektrumlarında da 3500-3000 cm⁻¹ bölgesinde -OH gerilmesine ait piklerin gözlenmemesi, bileşiklerin akriloil grubu ile etkileştiğini göstermektedir.

p-hidroksibenzaldehit ile anilin türevlerinin etkileşmesi sonucu meydana gelen imin grubuna ait protonlar kaynaklara uygun olarak 8,44-9,77 ppm'de tespit edilmiştir. **II** numaralı bileşik hariç **IV**, **VI**, **VIII** ve **X** numaralı bileşiklerde H2 ve H3 protonlarının akriloil grubu bağlanmasından sonra aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir. **III**, **V**, **VII**, **IX** ve **XI** nolu bileşiklerde akriloil grubuna ait H8, H9 ve H10 protonları kaynaklara uygun olarak 5,60-6,59 ppm de tespit edilmiştir. Bu bileşiklerin IR spektrumlarında da akriloil grubundan kaynaklanan karbonil grubuna ait >C=O gerilme piki 1739-1773 cm⁻¹ bölgesinde kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir. aromatik halkalara ait pikler H2, H3, H5 ve H6 (**II** numaralı bileşik için H7) 6,69-8,28 ppm de kaynaklara uygun olarak belirlenmiştir.



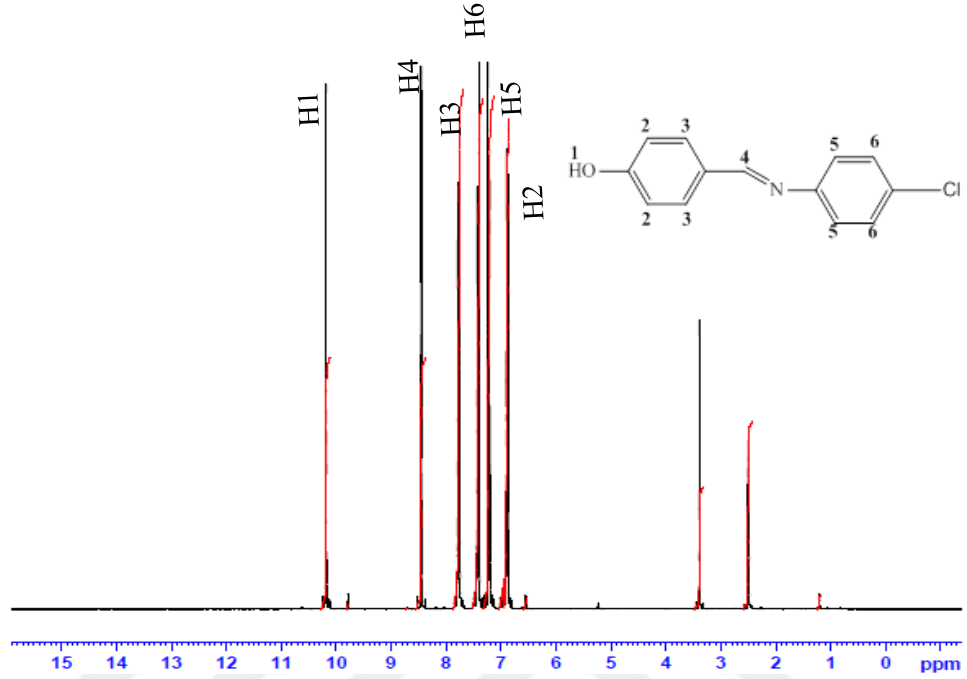
Şekil 4.32. II Numaralı bileşiğin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

Şekil 4.32’de II numaralı bileşiğin $\text{d}_6\text{-DMSO}$ içerisinde $^1\text{H-NMR}$ spektrumu incelendiğinde 10,19 ppm (1H, s) de OH grubuna ait pik görülmektedir. Pikin aşağı alana kayması OH grupların birbiri ile molekül içi hidrojen bağı yaptığını göstermektedir. Bileşik akriloillendikten sonra bu pikin ortadan kalktığı tespit edilmiştir. Anilin ile *p*-hidroksibenzaldehitin kenetlenmesi sonucu oluşan imin grubunda yer alan =CH grubuna ait pikler H4 (8,44 ppm, 1H, s) kaynaklara uygun olarak belirlenmiştir. (Golcu, 2005; Farag ve ark., 2013). Aromatik halkaya ait protonlarının integrasyon verilerinin değerlendirilmesiyle H2 (6,94 ppm, 2H, d); H3 (7,79 ppm, 2H, d); H5 (7,21 ppm, 2H, d); H6 (7,37 ppm, 1H, t); H7 (7,21 ppm, 1H, t) olarak gözlemlenmiştir. H5 ve H7 protonları aynı bölge içerisinde çakışık olarak tespit edilmiştir.



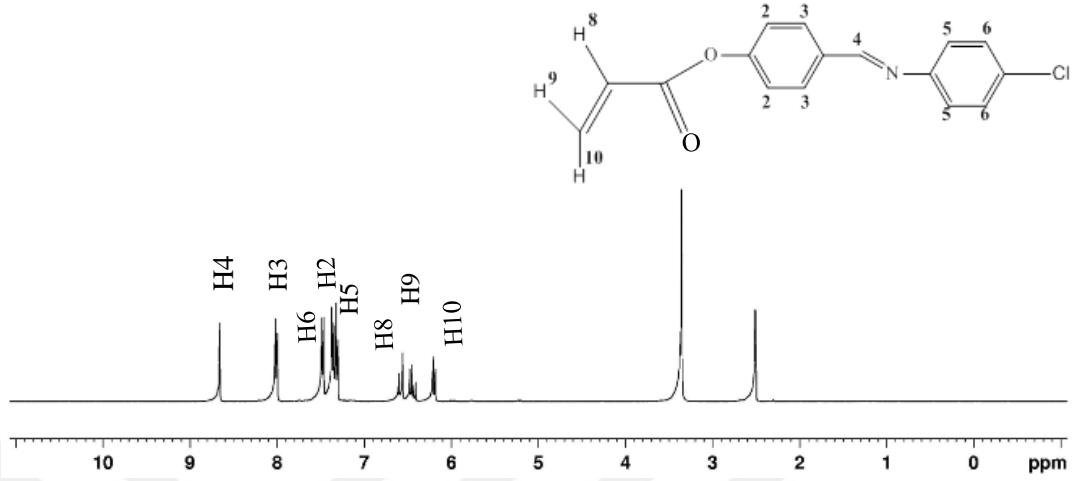
Şekil 4.33. **III** Numaralı bileşiğin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

Şekil 4.33’de **III** numaralı bileşiğin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu incelendiğinde **II** numaralı başlangıç bileşiğine göre 10,19 ppm’de görülen OH grubuna ait pik yapıya akriloil grubunun bağlanması ile ortadan kaybolmuştur. Aromatik yapıdan kaynaklanan protonlar 7,78-6,91 ppm aralığında olup akriloil grubuna ait protonların sırasıyla tepe noktaları H8 (6,30 ppm, 1H, d); H9 (6,53 ppm, 1H, d); H10(5,60 ppm; 1H, d) olup literatürlere uygun olarak tespit edilmiştir. İmin grubundan kaynaklanan H4 protonları ise (8,44 ppm, s) olarak bulunmaktadır. Bileşiğin d_6 -DMSO içerisindeki çözünürlüğünün iyi olmamasından dolayı pik yarılımları tam olarak tespit edilememiştir. Akriloil grubunun yapıya bağlanması ile pik yarılımlarında artma görülmektedir.



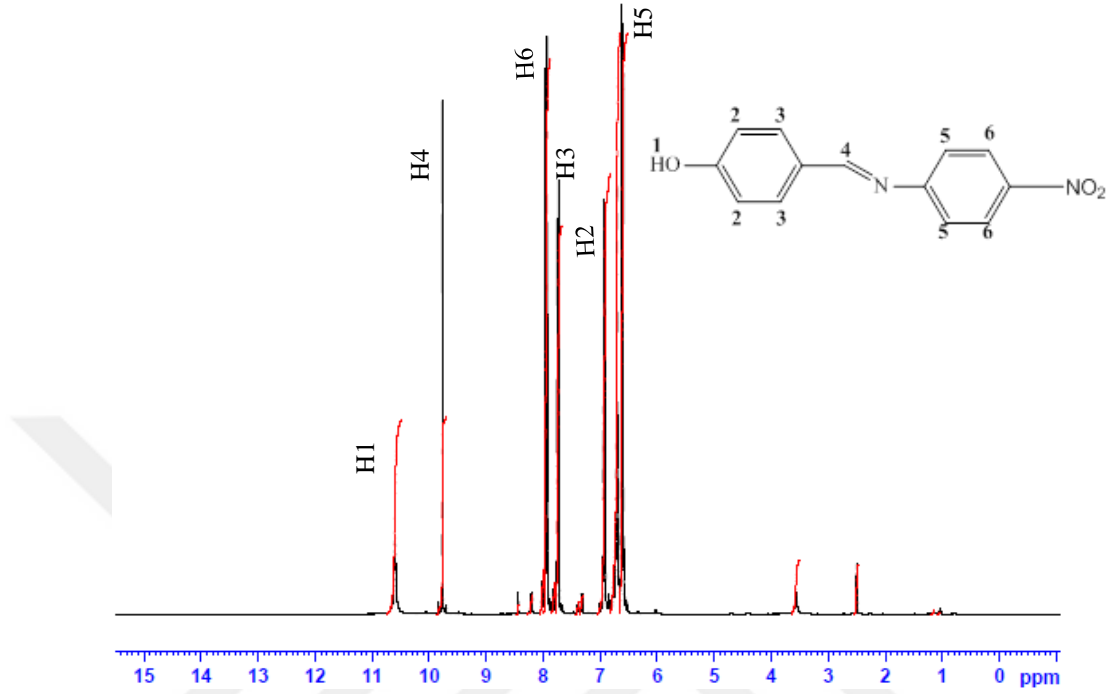
Şekil 4.34. IV Numaralı bileşiğin ¹H-NMR spektrumu

Şekil 4.34'de IV numaralı bileşiğin ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde 10,18 ppm de OH grubuna ait singlet pik ve 8,45 ppm'de imin grubuna ait singlet pik Schiff bazın oluşumunu göstermektedir. Benzaldehit fenil halkasına ait aromatik protonlar sırasıyla H2 (6,94ppm, d, 2H); H3 (7,76ppm, d, 2H) gözlenirken, anilin fenil halkasına ait aromatik protonlar ise sırasıyla H5 (7,23ppm, d, 2H); H6 (7,43ppm, d, 2H) değerlerinde literatüre uygun olarak tespit edilmiştir. II numaralı başlangıç bileşiği ile karşılaştırıldığında H6 numaralı protonun triplettten dublete dönüştüğü görülmektedir. Ayrıca IV numaralı bileşikte yapıya bağlanan Cl atomunun elektronegatif etkisi ile piklerin aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir.



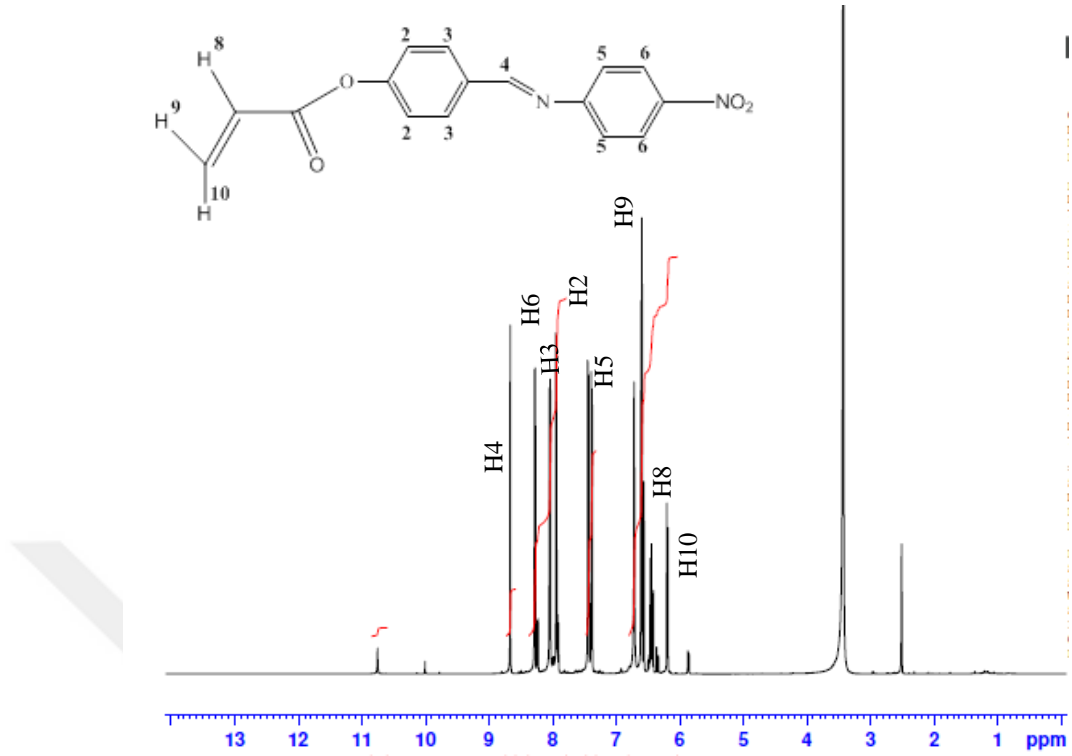
Şekil 4.35. V Numaralı bileşiğin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

Şekil 4.35’de V numaralı bileşiğin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu incelendiğinde Çizelge 4.3’de tepe noktaları 8,66-6,21 ppm aralığında olan piklerin integrasyon değeri 12,15 olup molekül içerisinde yer alan 12 tane hidrojen atomuna karşılık gelmektedir. IV numaralı başlangıç bileşiğinde görülen 10,18 ppm’deki OH grubuna ait pik yapıya bağlanan akriloil grubundan dolayı ortadan kalkmıştır. H8 (6,45 ppm, d); H9 (6,59 ppm, dd); H10 (6,21 ppm, d) yapıya akriloil grubunun bağlandığını göstermektedir. Akriloil grubunun bağlanması ile IV numaralı başlangıç bileşiğine göre H2 ve H3 protonlarının aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir. Aromatik halkalara ait pikler ise sırasıyla H2 (7,35 ppm, d); H3 (8,01 ppm, d); H5 (7,30 ppm, d); H6 (7,48 ppm, d) olarak tespit edilmiştir.



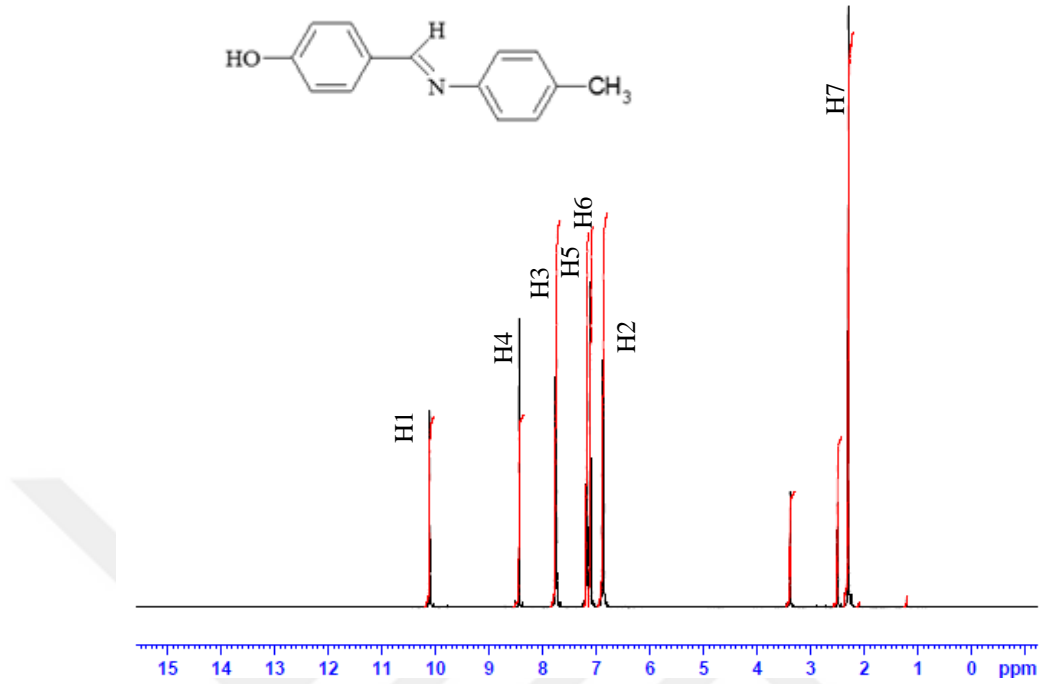
Şekil 4.36. VI Numaralı bileşiğin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

Şekil 4.36'de VI numaralı bileşiğin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu incelendiğinde 10,60 ppm'de OH, 9,77 ppm'de ise imine grubuna ait singlet pik görülmektedir. Aromatik protonlar ise sırasıyla H2 (6,97 ppm, d); H3 (7,73 ppm, d); H5 (6,64 ppm, d); H6 (7,93 ppm, d) pik olarak tespit edilmiştir. II numaralı unsubstitüe bileşik ile karşılaştırıldığında H6 protonuna $-\text{NO}_2$ grubunun bağlanmasıyla aşağı alana kaydığı, H5 protonlarının ise yukarı alana kaydığı tespit edilmiştir. aynı zamanda II numaralı bileşikte triplet görülen H6 protonlarının $-\text{NO}_2$ grubunun bağlanması ile dublete dönüştüğü görülmektedir.



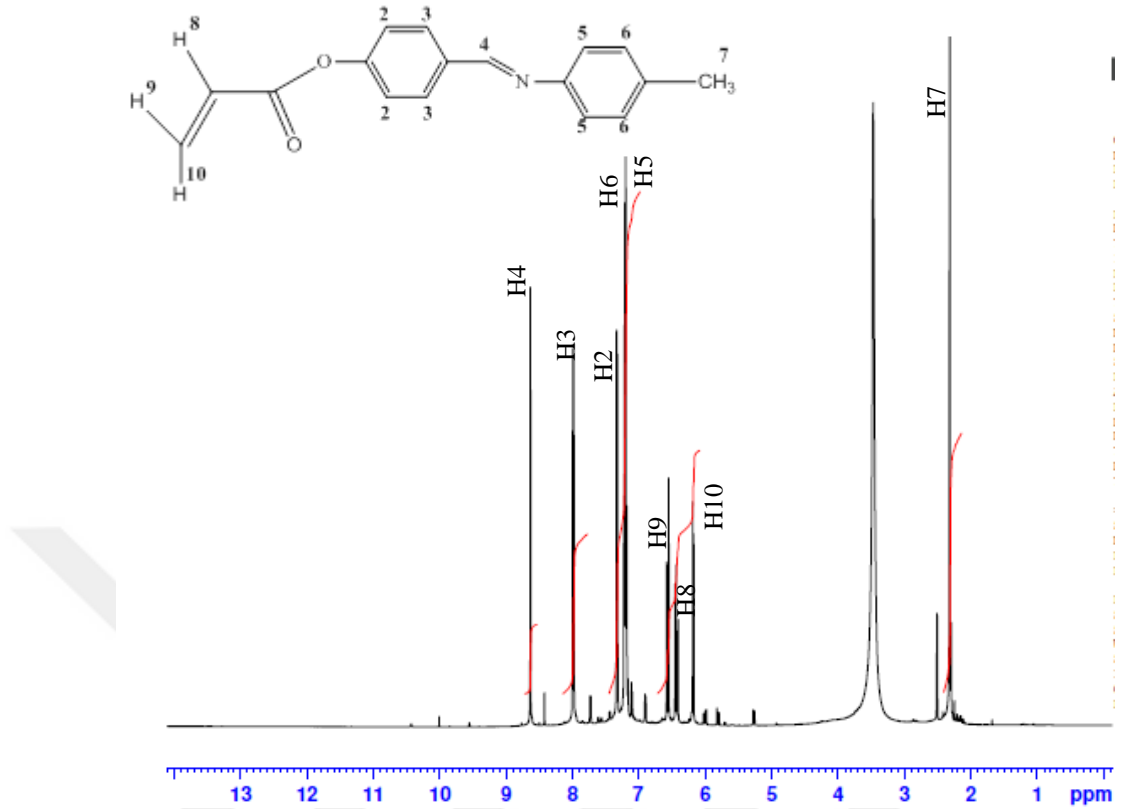
Şekil 4.37. VII Numaralı bileşiğin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

Şekil 4.37’de **VII** numaralı bileşiğin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu incelendiğinde **VI** numaralı başlangıç bileşiğinde görülen 10,60 (s) ppm’deki OH grubuna ait pik yapıya bağlanan akriloil grubundan dolayı ortadan kalkmıştır. H8 (6,44 ppm, m); H9 (6,59 ppm, d); H10 (6,20 ppm, d) yapıya akriloil grubunun bağlandığını göstermektedir. Akriloil grubunun bağlanması ile **VI** numaralı başlangıç bileşiğine göre H2 ve H3 protonlarının aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir. Aromatik halkalara ait pikler ise sırasıyla H2 (7,93 ppm, d); H3 (8,03 ppm, d); H5 (7,41 ppm, d); H6 (8,28 ppm, d) olarak tespit edilmiştir. Yapıda yer alan imin grubuna ait pik ise kaynaklara uygun olarak 8,66 ppm (s) de tespit edilmiştir.



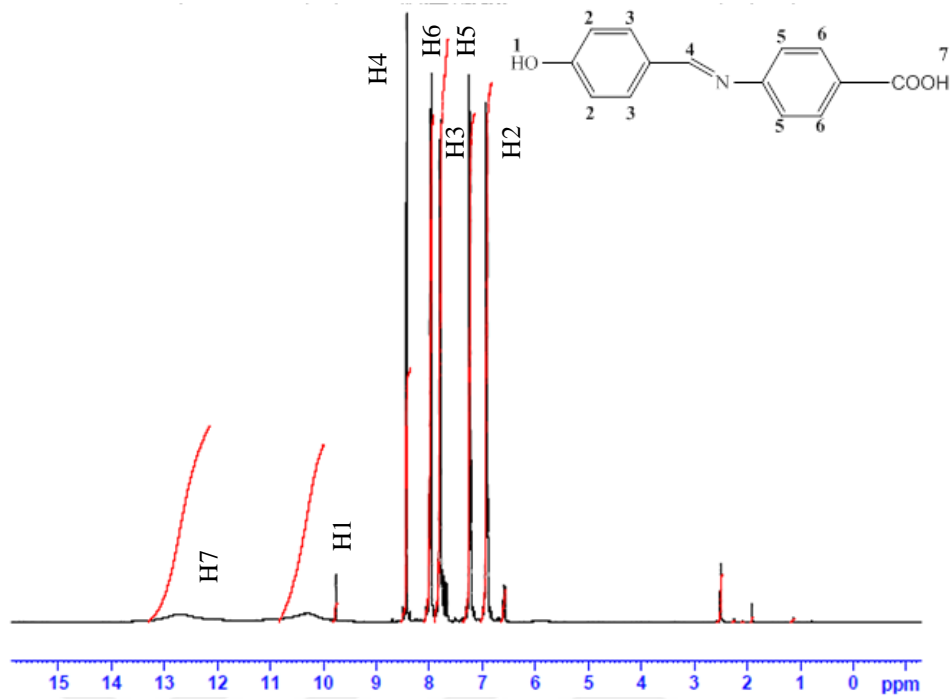
Şekil 4.38. VIII Numaralı bileşiğin ¹H-NMR spektrumu

Şekil 4.38’de VIII numaralı bileşiğin ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde 10,18 ppm de OH grubuna ait singlet pik, 8,46 ppm’de ise imin grubuna ait singlet pik Schiff bazın oluşumunu göstermektedir. Benzaldehit fenil halkasına ait aromatik protonlu H2 (6,92 ppm, d, 2H); H3(7,74 ppm, d, 2H); değerlerinde gözlenirken, anilin fenil halkasına ait aromatik protonlar sırasıyla H5 (7,17 ppm, d, 2H); H6 (7,12 ppm, d, 2H); değerlerinde literatürlere uygun olarak tespit edilmiştir. II numaralı unsubstitüe bileşik ile karşılaştırıldığında H6 protonuna metil grubunun bağlanması ile yukarı alana kaydığı ve dublete dönüştüğü görülmektedir. Yapıda bulunan metil grubuna ait pik ise 2,37 ppm’de singlet pik olarak tespit edilmiştir.



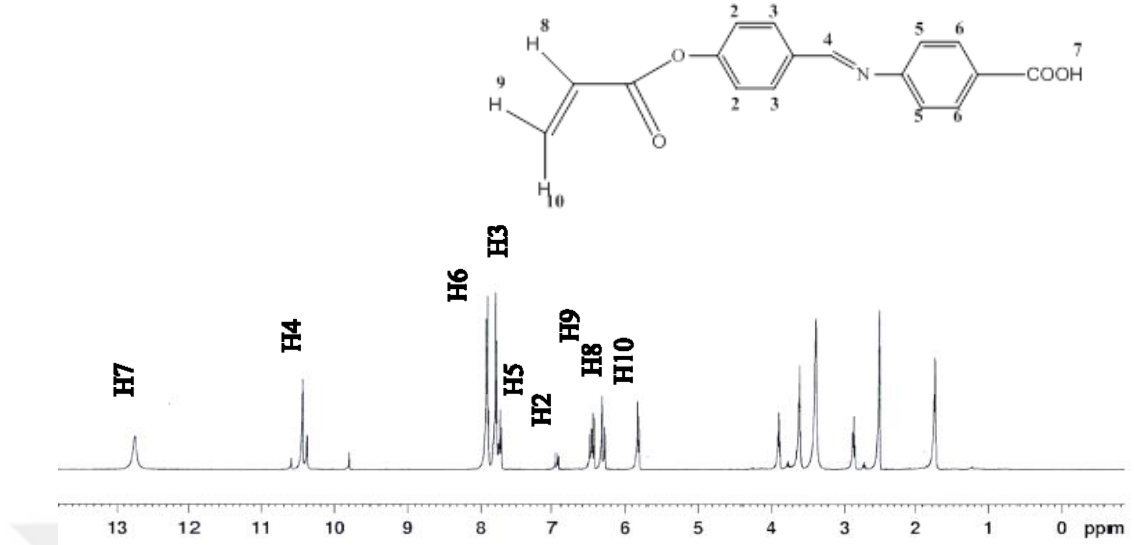
Şekil 4.39. IX Numaralı bileşiğin ¹H-NMR spektrumu

Şekil 4.39'da IX numaralı bileşiğin ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde VIII numaralı başlangıç bileşiğinde görülen 10,18 (s) ppm'deki OH grubuna ait pik yapıya bağlanan akriloil grubundan dolayı ortadan kalkmıştır. H8 (6,43 ppm, m); H9 (6,55 ppm, d); H10 (6,19 ppm, d) yapıya akriloil grubunun bağlandığını göstermektedir. Akriloil grubunun bağlanması ile VIII numaralı başlangıç bileşiğine göre H2 ve H3 protonlarının aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir. Aromatik halkalara ait pikler ise sırasıyla H2 (7,34 ppm, d); H3 (7,98 ppm, d); H5 (7,19 ppm, d); H6 (7,21 ppm, d) olarak tespit edilmiştir. Yapıda yer alan metil grubuna ait pik ise kaynaklara uygun olarak 2,31 ppm'de tespit edilmiştir.



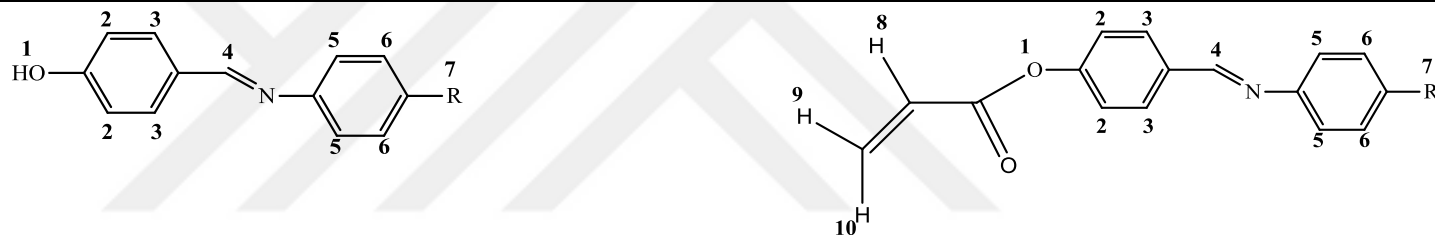
Şekil 4.40. X Numaralı bileşiğin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

Şekil 4.40'da X numaralı bileşiğin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu incelendiğinde, OH grubuna ait H1 piki 10,30 ppm'de yayvan olarak ve karboksil grubuna ait OH piki H7 12,69 ppm'de yayvan bir pik olarak tespit edilmiştir. Piklerin yayvan olması OH gruplarının hidrojen bağı yaptığını göstermektedir. 8,43 ppm'de görülen imin grubuna ait singlet pik ise Schiff bazının oluşumunu göstermektedir. Benzaldehit fenil halkasına ait aromatik protonlar sırasıyla H2 (6,93 ppm, d, 2H); H3 (7,78 ppm, d, 2H); olarak gözlemlenirken, anilin fenil halkasına ait aromatik protonlar ise sırasıyla H5 (7,25 ppm, d, 2H); H6 (7,96 ppm, d, 2H) değerlerinde kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir. II numaralı unsubstitüe bileşik ile karşılaştırıldığında H5 ve H6 protonlarının aşağı alana kaydığı ve ayrıca triplet olan H6 protonlarının dublete dönüştüğü belirlenmiştir.



Şekil 4.41. XI Numaralı bileşiğin ¹H-NMR spektrumu

Şekil 4.41’de XI numaralı bileşiğin ¹H-NMR spektrumu incelendiğinde akriloil grubuna ait H9 (6,47 ppm, m, 1H); H8 (6,32 ppm, d, 1H) ve H10 (5,82 ppm, d, 1H) literatüre uygun olarak tespit edilmiştir. Karboksil grubuna ait OH piki ise 12,74 ppm de singlet pik olarak gözlemlenmektedir. Aromatik yapıya ait H6 (7,90 ppm, d, 2H); H5 (7,75 ppm, d, 2H); H3 (7,79 ppm, d, 2H) ve H2 (6,94 ppm, d, 2H) olarak tespit edilmiştir.

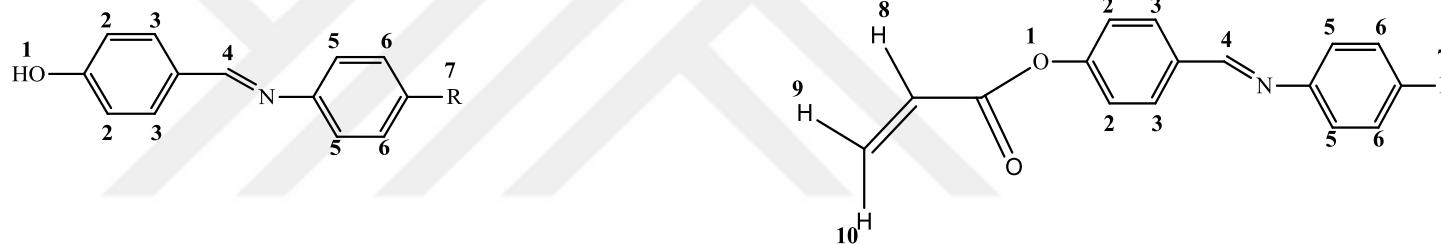


R=H (II), Cl (IV), NO₂ (VI), CH₃ (VIII), COOH (X)

R=H (III), Cl (V), NO₂ (VII), CH₃ (IX), COOH (XI)

Çizelge 4.3. Elde edilen bileşiklerin ¹H-NMR verileri

Bileşik	-OH	R Grubu	Benzaldehit Fenil Halkası		Anilin Fenil Halkası		N=CH	Akriloil Grubu		
	H1	H7	H2	H3	H5	H6	H4	H8	H9	H10
II	10,19 (s)	7,21 (d)	6,94 (d)	7,79 (d)	7,21 (d)	7,37(t)	8,44 (s)	-	-	-
III	-	7,19 (t)	6,91 (d)	7,78 (d)	7,20 (d)	7,38 (d)	8,44 (s)	6,30	6,53	5,60
IV	10,18 (s)	-	6,94 (d)	7,76 (d)	7,23 (d)	7,43 (d)	8,45 (s)	-	-	-
V	-	-	7,35 (d)	8,01 (d)	7,30 (d)	7,48 (d)	8,66 (s)	6,45 (d,d)	6,59 (d)	6,21 (d)
VI	10,60 (s)	-	6,94 (d)	7,73 (d)	6,69 (d)	7,93 (d)	9,77 (s)	-	-	-



R=H (II), Cl (IV), NO₂ (VI), CH₃ (VIII), COOH (X)

R=H (III), Cl (V), NO₂ (VII), CH₃ (IX), COOH (XI)

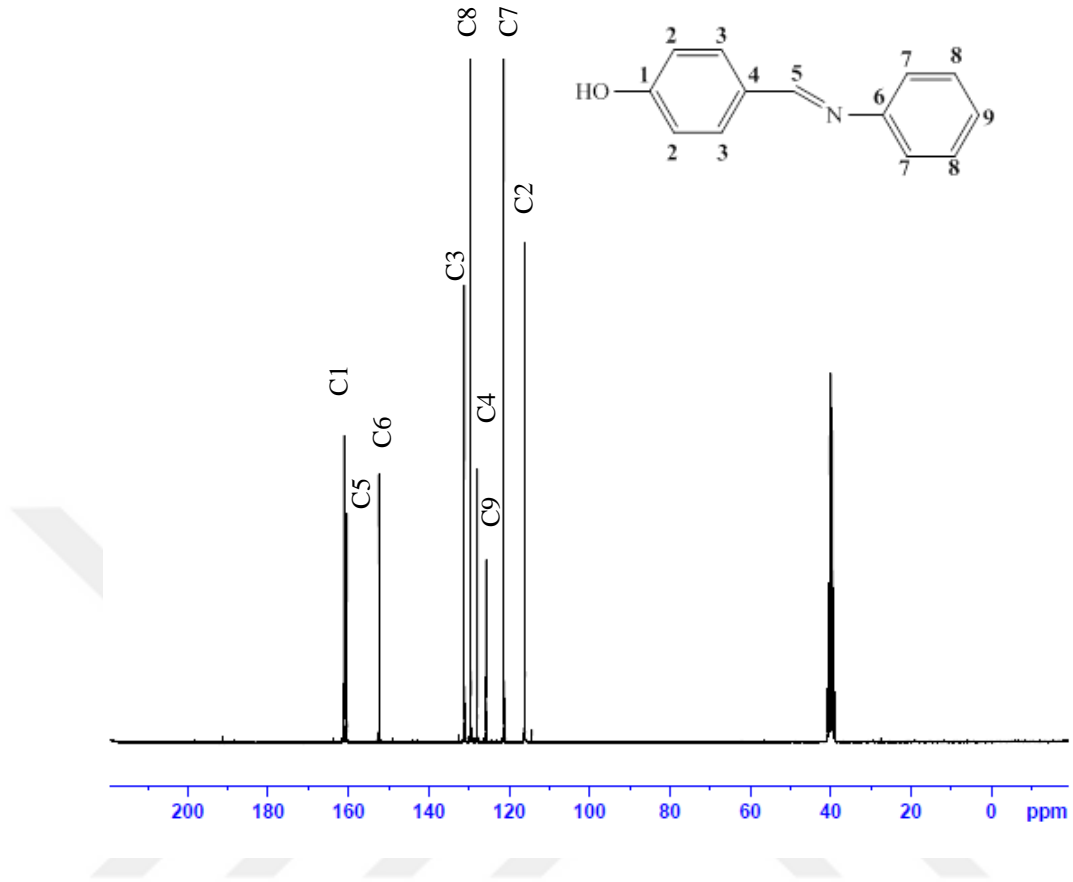
Çizelge 4.3. (Devam) Elde edilen bileşiklerin ¹H-NMR verileri

Bileşik	-OH	R Grubu	Benzaldehit Fenil Halkası		Anilin Fenil Halkası		N=CH	Akriloil Grubu		
	H1	H7	H2	H3	H5	H6	H4	H8	H9	H10
VII	-	-	7,93 (d)	8,03 (d)	7,41(d,d)	8,28 (d)	8,66 (s)	6,44 (m)	6,59 (d)	6,20 (d)
VIII	10,18(s)	2,37(s)	6,92 (d)	7,74 (d)	7,17 (d)	7,12 (d)	8,46 (s)	-	-	-
IX	-	2,31 (s)	7,34 (d)	7,98 (d)	7,19 (d)	7,21 (d)	8,64 (s)	6,43 (m)	6,55 (d)	6,19 (d)
X	10,30(bs)	12,69(bs)	6,93 (d)	7,78 (d)	7,25 (d)	7,96 (d)	8,43 (s)	-	-	-
XI	10,45 (s)	12,74(s)	6,94 (d)	7,79 (d)	7,75 (d)	7,90 (d)	-	6,32 (d)	6,47 (m)	5,82 (d)

4.2.3.2. ¹³C-NMR çalışmaları

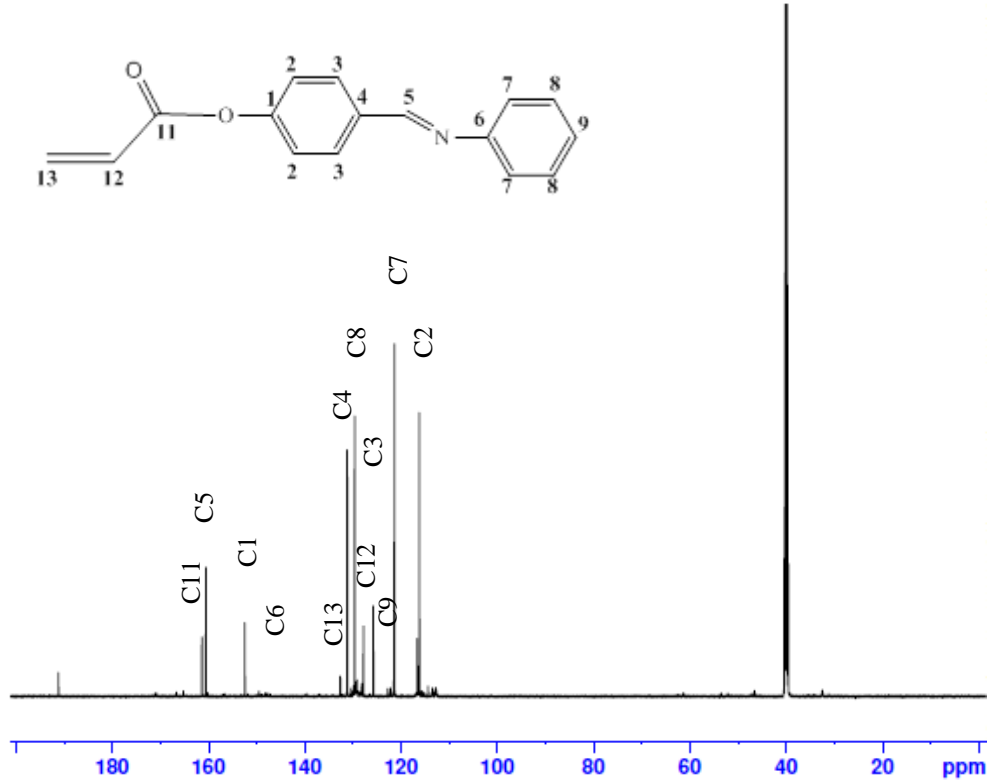
Elde edilen bileşiklerin ¹³C-NMR spektrumları d₆-DMSO içerisinde çekilerek; bileşiklere ait kimyasal kayma değerleri ve birbirleri ile olan etkileşimleri ve ayrıca farklı kimyasal çevreye sahip karbon atomlarının türleri belirlenmeye çalışılmıştır. Çözücü olarak kullanılan d₆-DMSO ya ait karbon atomlarının piki 40 ppm'de belirlenmiştir (Erdik, 1993; Balcı, 2000).

Schiff bazlarının aromatik karbon atomlarına ait pikleri **II**, **IV**, **VI**, **VIII** ve **X** numaralı bileşiklerde 163,78-116,07 ppm de kaynaklara uygun olarak tespit edilirken bu bileşiklerin akriloillenmesi sonucunda elde edilen **III**, **V**, **VII**, **IX** ve **XI** numaralı bileşiklerde 156,15-116,18 ppm'de tespit edilmiştir. akriloil grubunun bağlanması ile C2 ve C4 karbon atomlarının aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir. İmin grubuna ait C5 karbon atomunun bütün bileşiklerde kaynaklara uygun olarak 163,48- 159,11 ppm'de tespit edilmiştir. **II**, **IV** ve **X** numaralı bileşiklerin akriloillenmesi sonucu C5 karbon atomlarının aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir. **III**, **V**, **VII** ve **IX** numaralı bileşiklerde akriloil grubuna ait C11 numaralı karbonil karbon atomları 164,34-166,90 ppm de kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir. C12 ve C13 numaralı karbon atomları ise aromatik bölge içerisinde 134,56-127,12 ppm'de belirlenmiştir. Bileşiklerin DEPT-135 NMR spektrumlarında da C13 negatif pik olarak geldiği görülmektedir.



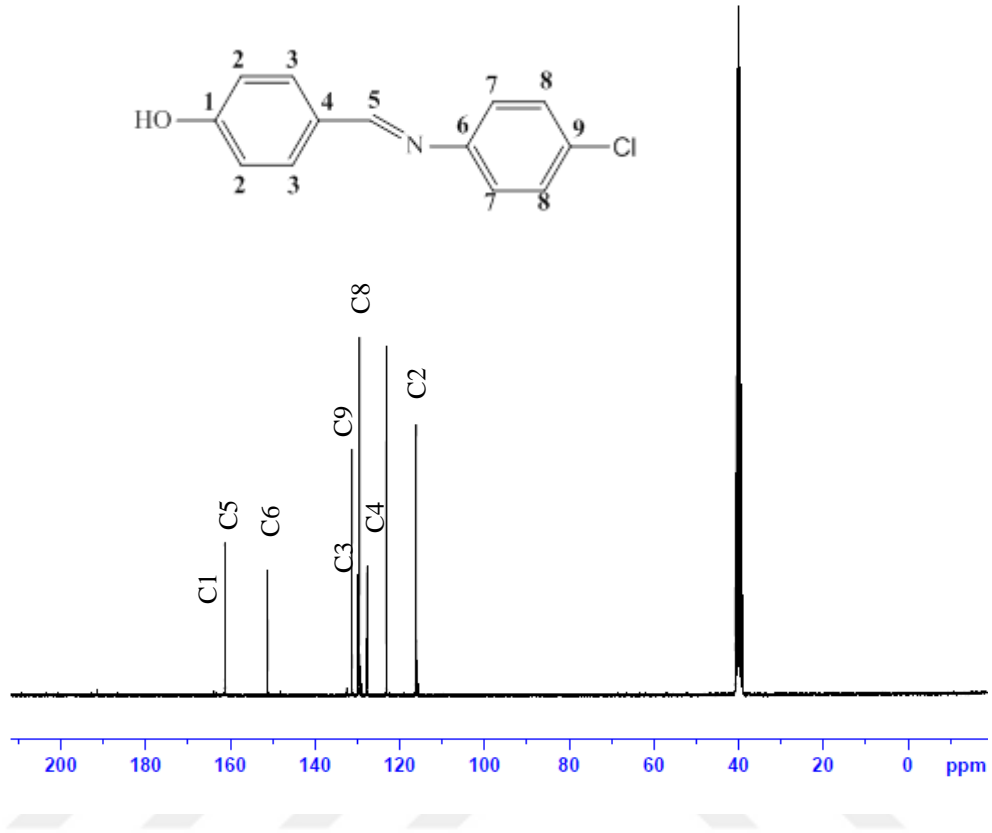
Şekil 4.42. II Numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu

Şekil 4.42’de II numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde, imin grubuna ait karbon atomunun piki 160,42 ppm’de kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir. Aromatik halkada yer alan karbon atomlarına ait 8 pik sırasıyla, C1 161,15 ppm; C2 116,15 ppm; C3 131,18 ppm; C4 128,0 ppm; C6 152,47 ppm; C7 121,34 ppm; C8 129,96 ppm; C9 125,78 ppm’de kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir. C2, C3, C7 ve C8 karbon atomları tek pik olarak gözlenmiştir. C1 ve C6 karbon atomları ise elektronegatif atoma bağlı oldukları için diğer karbon atomlarına göre daha aşağı alanda tespit edilmiştir.



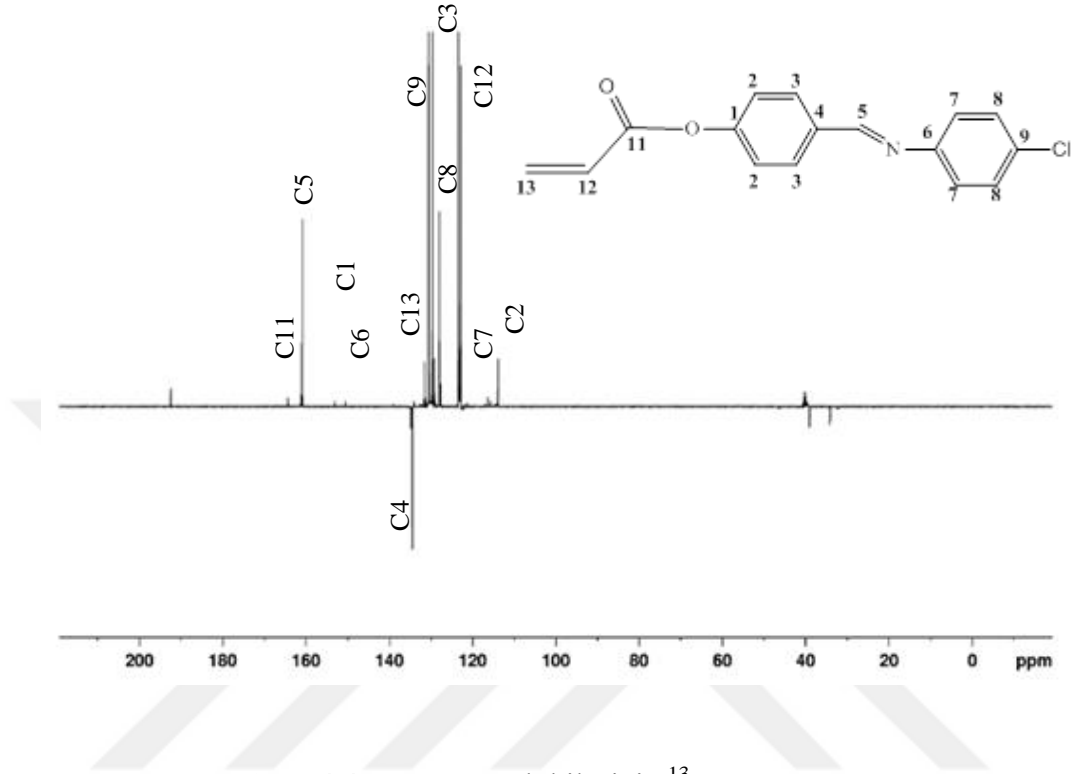
Şekil 4.43. III Numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu

Şekil 4.43’de III numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde, 165,2 ppm C11; 160,52 ppm C5; 152,46 ppm C1; 116,18 ppm C2; 129,60 ppm C3; 131,14 ppm C4; 149,90 ppm C6; 121,33 ppm C7; 129,69 ppm C8; 125,77 ppm C9; 127,77 ppm C12; 132,60 ppm C13 karbon atomlarına ait kimyasal kayma değerleri tespit edilmiştir. 16 tane karbon atomu bulunmasına rağmen aynı çevreye sahip karbon atomlarının aynı bölge içerisinde gözlenmiştir. II numaralı başlangıç bileşiğinden farklı olarak 165,2 ppm’de C11 karbonil ($>\text{C}=\text{O}$) gruplarına ait karbon atomlarının pikleri ve akriloil grubundan kaynaklanan pikler ise sırasıyla, 127,77 ppm C12; 132,60 ppm C13 numaralı karbon atomlarının gözlenmesi yapıya akriloil grubunun bağlandığını göstermektedir. Ayrıca DEPT.135 NMR spektrumunda C13 numaralı $-\text{CH}_2$ grubunun negatif olarak gözlemlenmesi de yapıya akriloil grubunun bağlandığını doğrulamaktadır. Akriloil grubunun bağlanması ile birlikte C1 karbon atomunun yukarı alana kayarken C2 karbon atomunun aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir. Yapıya bağlanan akriloil grubu ile aromatik bölge içerisindeki pik sayısında da artış tespit edilmiştir.



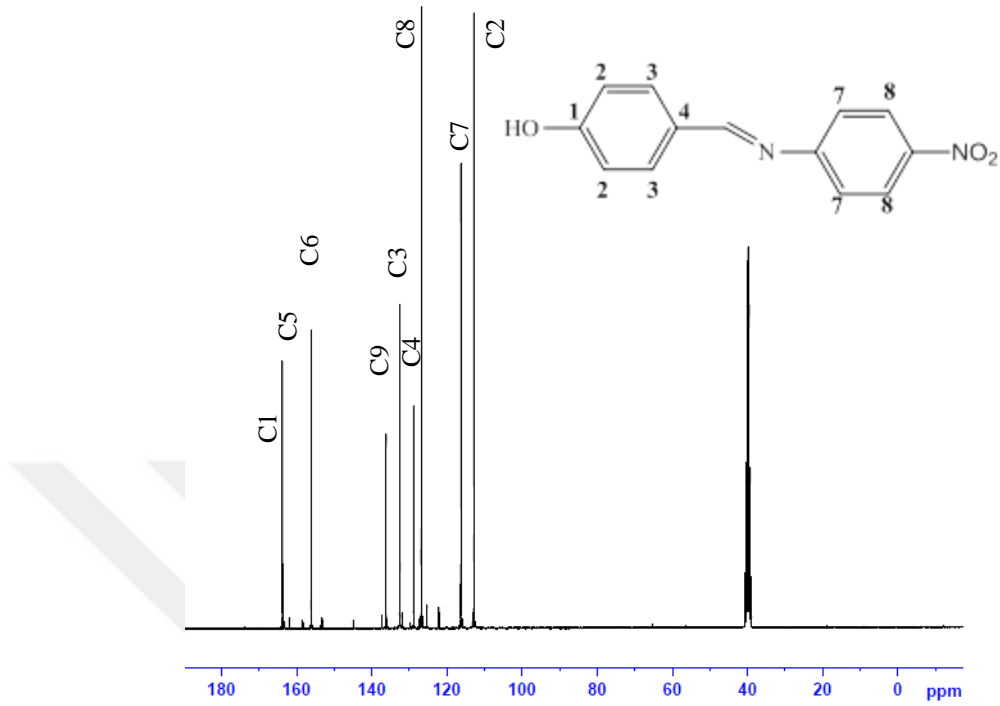
Şekil 4.44. IV Numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu

Şekil 4.44'de IV numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde imin grubuna ait $-\text{CH}=\text{N}$ piki 161,21 ppm'de kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir. Aromatik karbon atomlarına ait pikler ise sırasıyla 161,31 ppm C1; 116,14 ppm C2; 129,98 ppm C3; 127,74 ppm C4; 151,22 ppm C6; 123,16 ppm C7; 129,50 ppm C8; 131,32 ppm C9 kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir. C2 ile C3 ve C7 ile C8 karbon atomları aynı bölge içerisinde yer aldığı için tek pik olarak gözlenmektedir. II numaralı unsubstitüe bileşik ile karşılaştırıldığında yapıya bağlanan klor atomunun elektronegatif etkisi ile C9 karbon atomunun aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir.



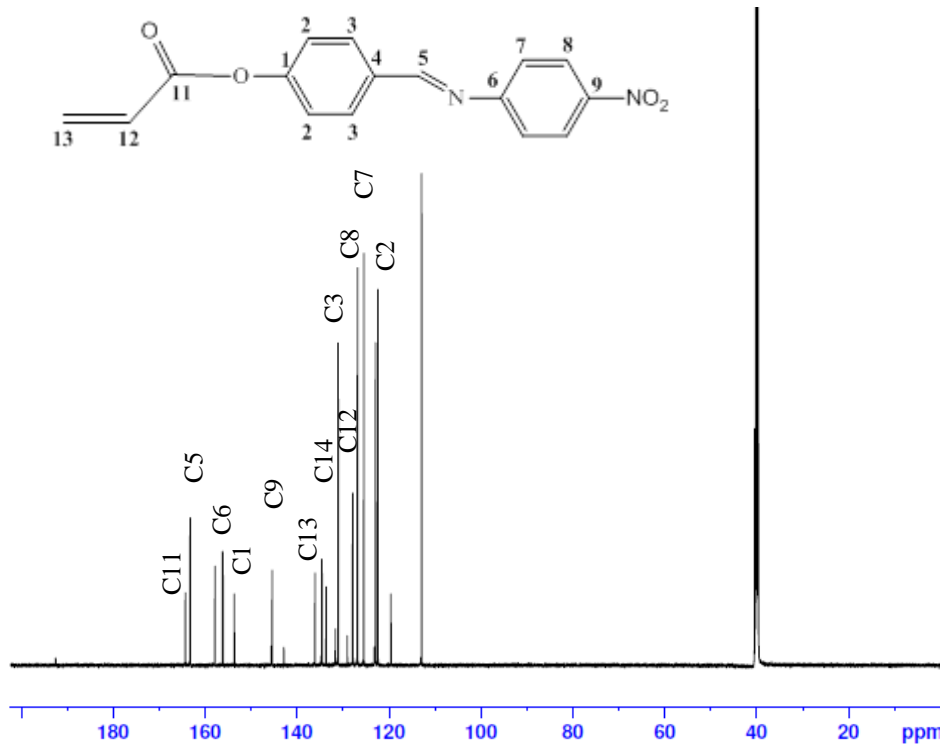
Şekil 4.45. V Numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu

V numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.45) incelendiğinde IV numaralı başlangıç bileşiğinden farklı olarak C11 164,34 ppm'de; C12 127,12 ppm'de ve C13 134,10 ppm'de tespit edilirken yapıya akriloyl grubunun bağlandığı görülmektedir. Ayrıca DEPT-135 NMR spektrumunda da C13 karbon atomunun negatif pik olarak gözlenmesi yapıya akriloyl grubunun bağlandığını doğrulamaktadır. İmin grubuna ait C5 karbon atomu kaynaklara uygun olarak 161,91 ppm'de tespit edilirken, aromatik halkalardan kaynaklanan karbon atomları sırasıyla, 153,15 ppm C1; 127,78 ppm C2; 129,60 ppm C3; 134,48 ppm C4; 150,54 ppm C6; 123,34 ppm C7; 130,55 ppm C8; 130,77 ppm C9 pikleri tespit edilmiştir. Yapıya bağlanan akriloyl grubunun etkisi ile III numaralı bileşiğe benzer şekilde C1 karbon atomunun yukarı alana kaydığı, C4 karbon atomunun ise aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir. Aromatik bölge içerisinde karbonil grubu da dahil olmak üzere ve C2, C3, C7, C8'den iki tane karbon atomu olmasına rağmen aynı çevreye sahip olduğundan dolayı üst üste çakışmakta ve toplam 12 tane pik görülmektedir.



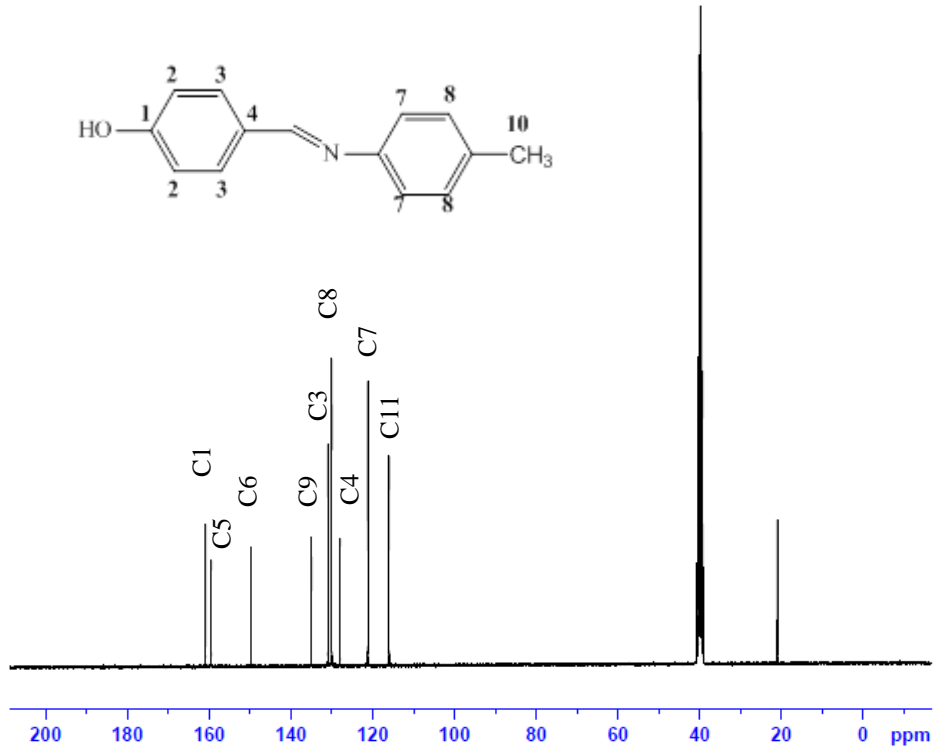
Şekil 4.46. VI Numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu

VI numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.46) incelendiğinde $-\text{CH}=\text{N}$ imin grubuna ait pikin 163,22 ppm'de kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir. Aromatik karbon atomlarına ait pikler ise sırasıyla 163,78 ppm C1; 112,83 ppm C2; 132,53 ppm C3; 128,87 ppm C4; 156,11 ppm C6; 116,28 ppm C7; 126,83 ppm C8; 136,16 ppm C9; pikleri kaynaklara uygun gözlemlenmektedir. Yapıya bağlanan $-\text{NO}_2$ grubunun etkisiyle II numaralı unsubstitüe bileşik ile karşılaştırıldığında C9 karbon atomu aşağı alana kayarken C8 karbon atomunun ise yukarı alana kaydığı tespit edilmiştir.



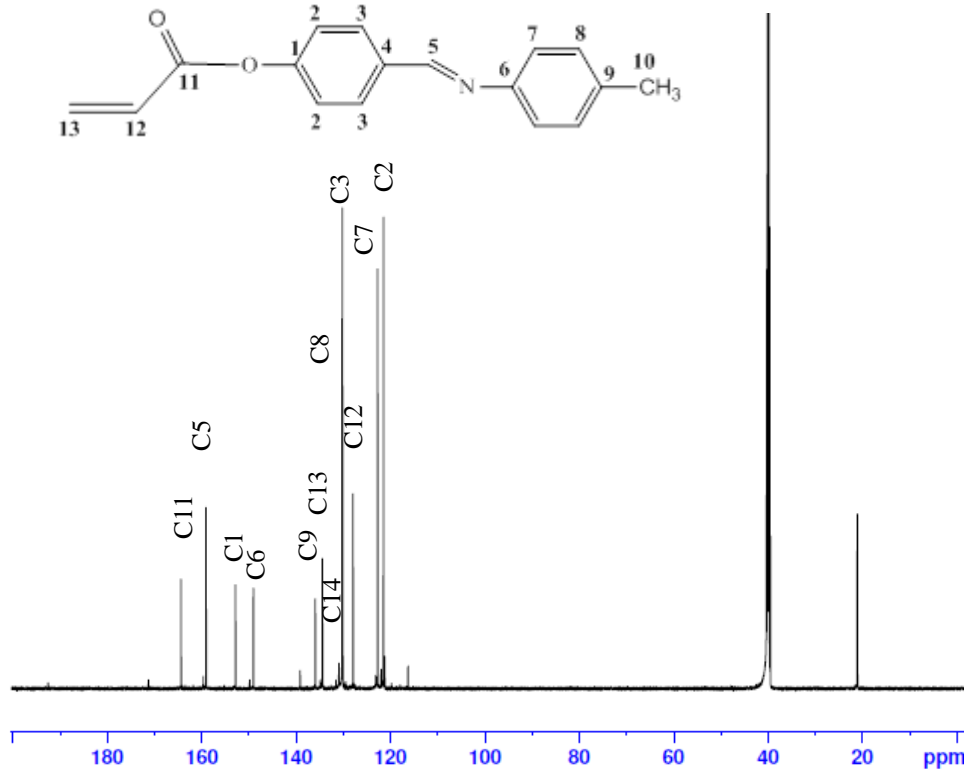
Şekil 4.47. VII Numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu

VII numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.47) incelendiğinde VI numaralı başlangıç bileşiğinden farklı olarak 164,34 ppm’de akriloil grubuna ait karbonil grubunun piki tespit edilmiştir. İmin grubuna ait C5 karbon atomu kaynaklara uygun olarak 163,26 ppm’de gözlemlenmektedir. Akriloil grubuna ait diğer C12 ve C13 karbon atomları ise aromatik bölge içerisinde sırasıyla 127,87 ppm ve 134,56 ppm’de kaynaklara uygun gözlemlenmektedir. Akriloil grubunun bağlanması ile birlikte C1 karbon atomunun aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir. Aromatik halkada yer alan karbon atomlarının sırasıyla, 153,65 ppm C1; 122,38 ppm C2; 131,64 ppm C3; 133,64 ppm C4; 156,15 ppm C6; 125,44 ppm C7; 126,85 ppm C8; 145,42 ppm C9 pikleri kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir.



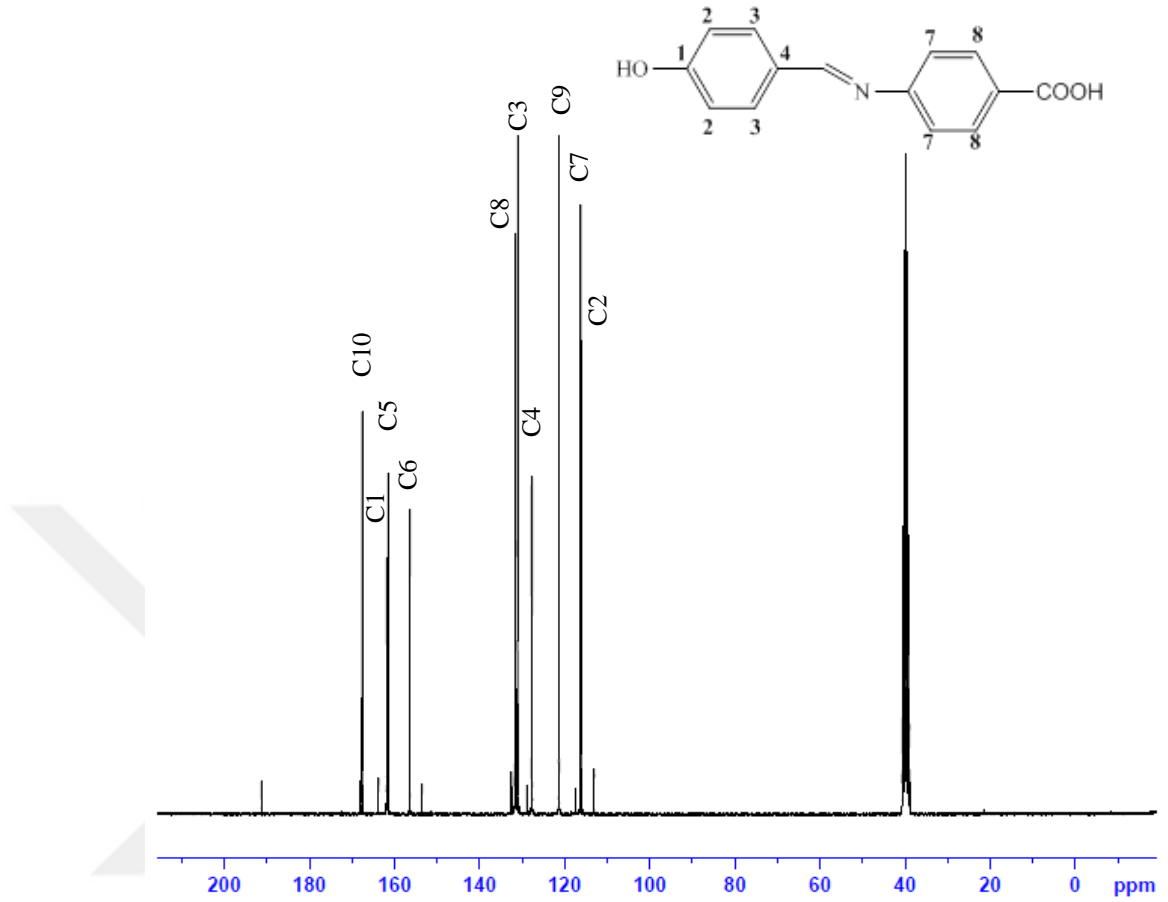
Şekil 4.48. VIII Numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu

Şekil 4.48’de VIII numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu incelendiğinde 159,57 ppm’de $-\text{CH}=\text{N}$ grubuna ait C5 karbon atomunun piki kaynaklara uygun olarak tespit edilmiştir. Yapıda bulunan $-\text{CH}_3$ grubuna ait C10 piki ise 21,02 ppm’de görülürken, aromatik halkaya ait pikler sırasıyla, 160,93 ppm C1; 116,07 ppm C2; 130,99 ppm C3; 128,08 ppm C4; 149,79 ppm C6; 121,26 ppm C7; 130,09 ppm C8; 135,03 ppm C9 pikleri kaynaklara uygun bulunmaktadır. II numaralı unsubstitüe bileşik ile karşılaştırıldığında $-\text{CH}_3$ grubunun indüktif etkisi ile C9 karbon atomunun aşağı alana kaydığı C6 karbon atomunun ise yukarı alana kaydığı tespit edilmiştir. C2, C3, C7, C8 den iki tane karbon atomu olmasına rağmen aynı çevreye sahip olduğundan dolayı üst üste çakışmakta ve toplam 12 tane pik görülmektedir.



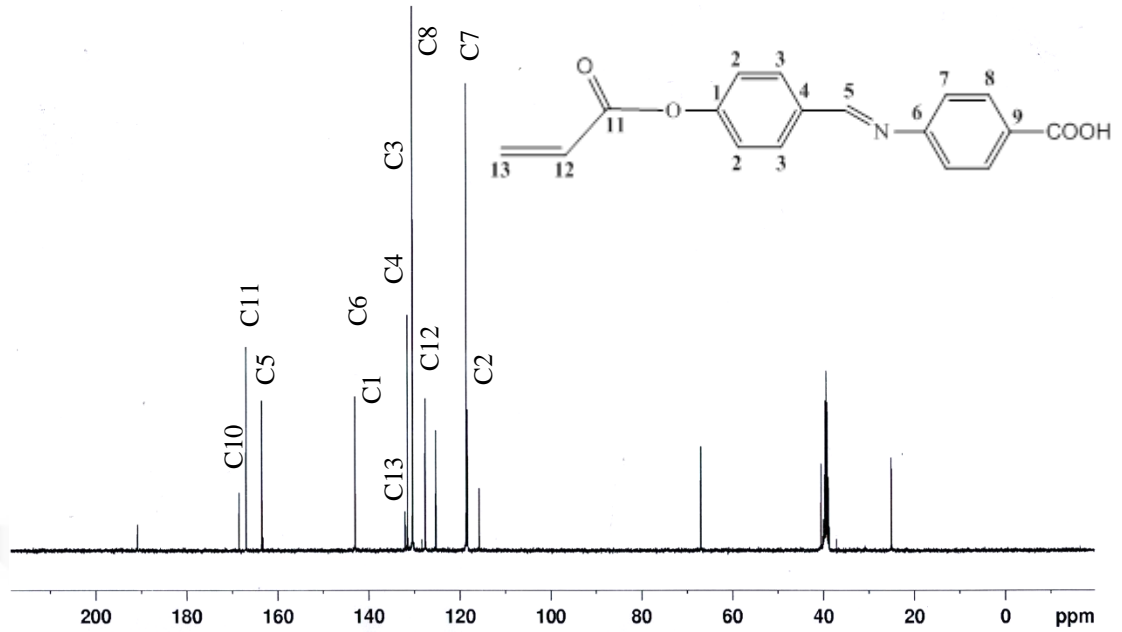
Şekil 4.49. IX Numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu

IX numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil4.49) incelendiğinde VIII numaralı başlangıç bileşiğinden farklı olarak C11 164,40 ppm'de; C12 127,93 ppm'de ve C13 134,47 ppm'de tespit edilirken yapıya akriloil grubunun bağlandığı görülmektedir. İmin grubuna ait C5 karbon atomu kaynaklara uygun olarak 159,11 ppm'de tespit edilirken, aromatik halkalardan kaynaklanan karbon atomları sırasıyla, 152,84 ppm C1; 121,46 ppm C2; 130,17 ppm C3; 134,43 ppm C4; 149,07 ppm C6; 122,71 ppm C7; 130,28 ppm C8; 135,94 ppm C9 pikleri tespit edilmiştir. Yapıya bağlanan akriloil grubunun etkisi ile III numaralı bileşiğe benzer şekilde C1 karbon atomunun yukarı alana kaydığı, C4 karbon atomunun ise aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir. Aromatik bölge içerisinde karbonil grubu da dahil olmak üzere ve C2, C3, C7, C8 den iki tane karbon atomu olmasına rağmen aynı çevreye sahip olduğundan dolayı üst üste çakışmakta ve toplam 12 tane pik görülmektedir.



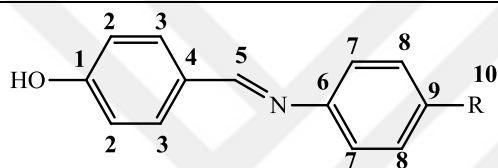
Şekil 4.50. X Numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu

X numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.50) incelendiğinde, imin grubuna ait C5 piki 161,56 ppm'de tespit edilirken, yapıda yer alan karboksil grubuna ait C10 numaralı karbonil grubuna 167,61 ppm'de kaynaklara uygun bulunmaktadır. C2 ile C3, C7 ile C8 karbon atomlarının aynı bölgede yer almasından dolayı aromatik karbon atomları 8 pik olarak sırasıyla, 161,86 ppm C1; 116,21 ppm C2; 131,09 ppm C3; 127,81 ppm C4; 156,42 pm C6; 121,36 ppm C7; 131,55 ppm C8; 127,65 ppm C9 piki kaynaklara uygun olarak gözlemlenmiştir. II numaralı unsubstitüe bileşik ile karşılaştırıldığında yapıda bulunan karboksil grubunun etkisiyle C9 karbon atomunun aşağı alana kaydığı tespit edilmiştir.

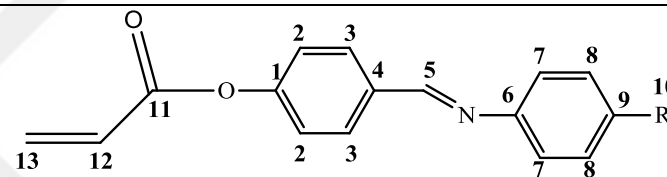


Şekil 4.51. XI Numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu

XI numaralı bileşiğin ^{13}C -NMR spektrumu (Şekil 4.51) incelendiğinde, X numaralı başlangıç bileşiğinden farklı olarak 166,90 ppm'de C11 karbon atomunun piki literatüre uygun olarak tespit edilmiştir. Buradan da yapıya akriloil grubunun bağlandığı görülmektedir. 168,48 ppm'de ise yapıda bulunan karboksil grubuna ait olan diğer karbonil grubunun piki yer almaktadır. İmin grubuna ait C5 karbon atomu 163,48 ppm'de kaynaklara uygun tespit edilirken, akriloil grubuna ait olan C12 ve C13 karbon atomları aromatik bölge içerisinde sırasıyla 127,60 ppm ve 132,03 ppm'de gözlemlenmektedir. Aromatik karbon atomları ise sırasıyla, 142,90 ppm C1; 118,32 ppm C2; 130,38 ppm C3; 131,51 ppm C4; 143,00 ppm C6; 118,61 ppm C7; 130,09 ppm C8; 128,36 ppm C9 pikleri olarak bulunmaktadır.



R=H (II), Cl (IV), NO₂ (VI), CH₃ (VIII), COOH (X)

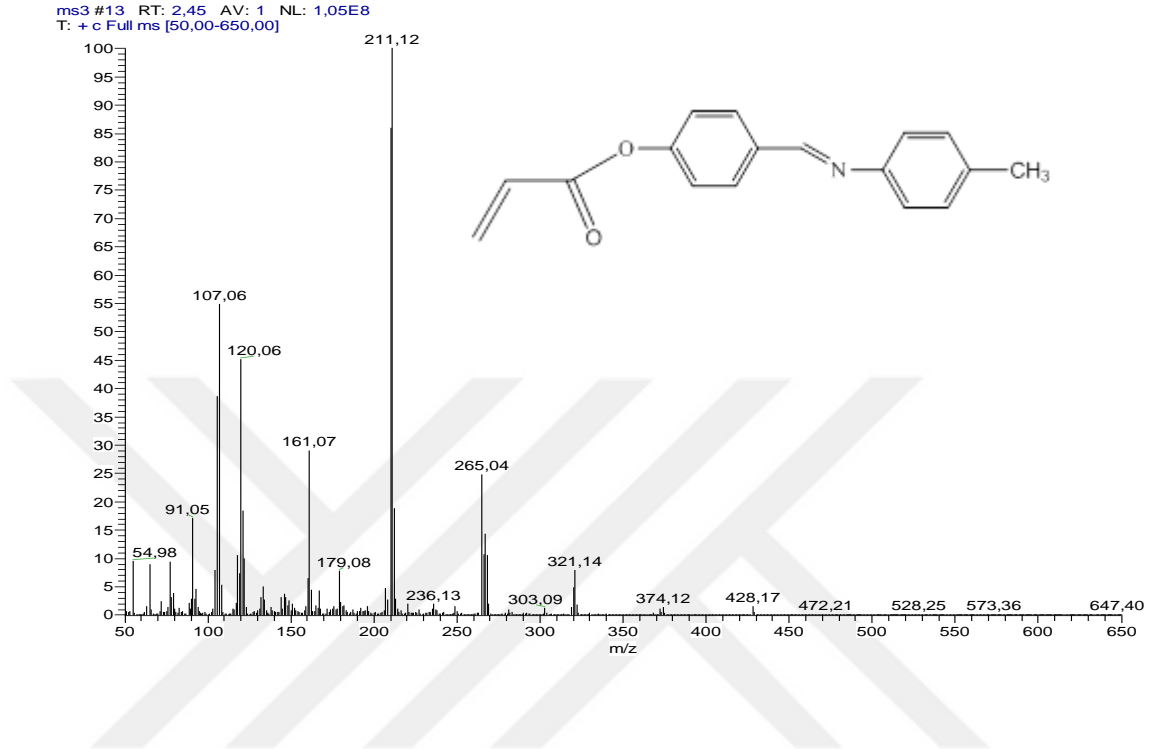


R=H (III), Cl (V), NO₂ (VII), CH₃ (IX), COOH (XI)

Çizelge 4.4. II-XI Numaralı elde edilen bileşiklere ait ¹³C-NMR verileri

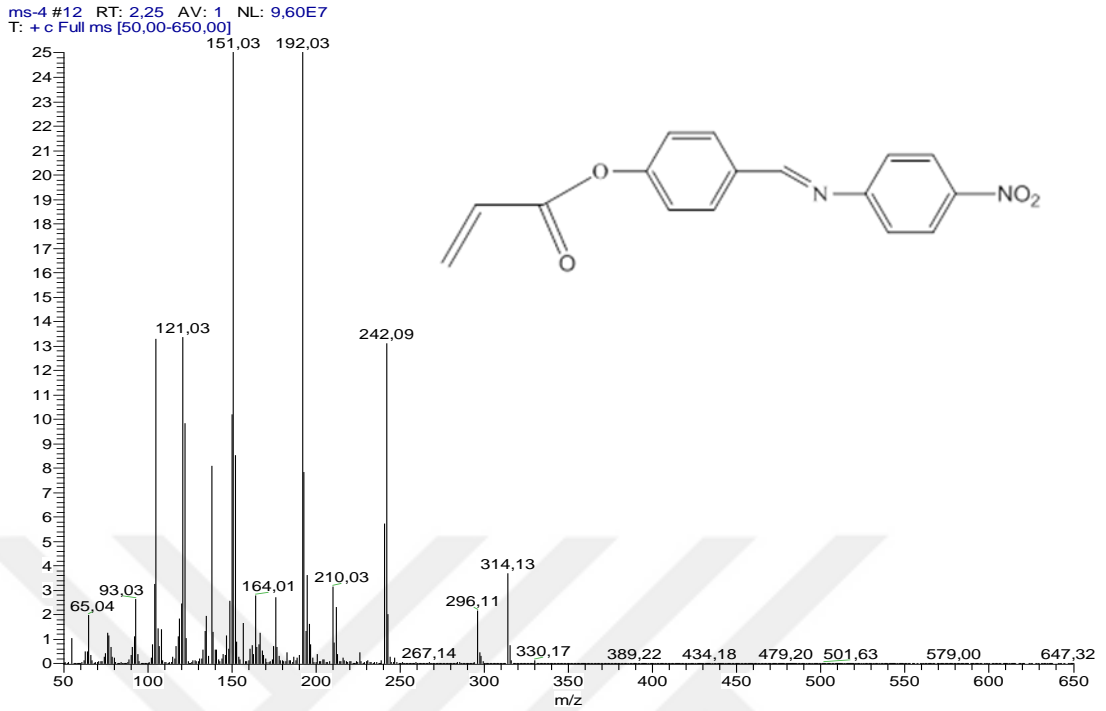
Bileşik	>C=O	-CH=	Benzaldehit Fenil Halkası				Anilin Fenil Halkası				Akriloil Grubu		R
	C11	C5	C1	C2	C3	C4	C6	C7	C8	C9	C12	C13	C10
II	-	160,42	161,15	116,15	131,18	128,00	152,47	121,34	129,96	125,78	-	-	-
III	165,2	160,52	152,46	116,18	129,60	131,14	149,90	121,33	129,69	125,77	127,77	132,60	-
IV	-	161,21	161,31	116,14	129,98	127,74	151,22	123,16	129,50	131,32	-	-	-
V	164,34	160,91	153,15	122,78	129,60	134,48	150,54	123,34	130,55	130,77	127,12	134,10	-
VI	-	163,22	163,78	112,83	132,53	128,87	156,11	116,28	126,83	136,16	-	-	-
VII	164,34	163,26	153,65	122,38	131,64	133,64	156,15	125,44	126,85	145,42	127,87	134,56	-
VIII	-	159,57	160,93	116,07	130,99	128,08	149,79	121,26	130,09	135,03	-	-	21,02
IX	164,40	159,11	152,84	121,46	130,17	134,43	149,07	122,71	130,28	135,94	127,93	134,47	21,05
X	-	161,56	161,86	116,21	131,09	127,81	156,42	121,36	131,55	127,65	-	-	167,61
XI	166,90	163,48	142,90	118,32	130,38	131,51	143,00	118,61	130,09	128,36	127,60	132,03	168,48

4.2.4. Kütle spektrumları



Şekil 4.52. IX numaralı bileşiğin kütle spektrumu

Şekil 4.52’de IX numaralı bileşiğin kütle spektrumu incelendiğinde m/z piki 265,04 de M^+ moleküler iyon pikini ve m/z 266 ve 267 de ise $[M+1]^{+1}$ ve $[M+2]^{+1}$ iyon pikleri görülmektedir. Bileşiğin molekül ağırlığı 266,16 g/mol olup moleküler iyon piki ile uyum içerisinde. Bağlı bollukları yüksek olan m/z 211,12 değeri bileşiğin Schiff bazına $[CH_3-C_6H_4-N=CH-C_6H_4(OH)^+]$ karşılık gelmektedir. 55 birimlik azalma akrilol grubunun yapıdan uzaklaştığını göstermektedir. m/z 179,08-161,07 ve 120,06-107,06 pikleri $[CH_3]^+$ ve $[-CH=]$ parçacıklarının yapıdan ayrıldığını göstermektedir. 91,05 piki aynı zamanda $C_6H_5-CH_2^+$ parçacığına da karşılık gelmektedir.



Şekil 4.53. VII numaralı bileşiğin kütle spektrumu

Şekil 4.53'de VII numaralı bileşiğin kütle spektrumu incelendiğinde m/z piki 296,11 de M^+ moleküler iyon pikini ve m/z 297 de ise $[M+1]^+$ iyon pikleri görülmektedir. Bileşiğin molekül ağırlığı 296,24 g/mol olup moleküler iyon piki ile uyum içerisindedir. Bağlı bollukları yüksek olan m/z 242,09 değeri bileşiğin Schiff bazına $[\text{NO}_2\text{-C}_6\text{H}_4\text{-N=CH-C}_6\text{H}_4(\text{OH}_2)^+$ karşılık gelmektedir. 55 birimlik azalma akriloyl grubunun yapıdan uzaklaştığını göstermektedir. m/z 242,09-151,03 piki $[-\text{O-C}_6\text{H}_4\text{-CH}]^+$ parçasının yapıdan ayrıldığını göstermektedir. 91,05 piki aynı zamanda $\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2^+$ parçasına da karşılık gelmektedir. m/z 192,03-151,03 piki yapıda NO_2 grubunun ayıldığını düşündürmektedir.

4.3. Elementel Analiz

Elde edilen bileşiklerin elementel analiz sonuçları, moleküllerinin kapalı formülleri ve molekül ağırlıkları Çizelge 4.5’de görülmektedir. Elementel analiz sonuçlarından deneysel değerlerle teorik değerlerin birbiri ile uyum içerisinde olduğu görülmektedir. Elde edilen bu veriler ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve kütle spektroskopisi ile uyum içerisindedir

Çizelge 4.5. Elde edilen bileşiklerin elementel analiz sonuçları

Bileşikler	Molekül Formülü	M _A g/mol	%C	%H	%N
III	C ₁₆ H ₁₃ NO ₂	251	75,87(76,49)	5,14(5,17)	5,12(5,57)
V	C ₁₆ H ₁₂ NO ₂ Cl	285,5	67,87(67,25)	4,01(4,20)	4,38(4,90)
VII	C ₁₆ H ₁₂ N ₂ O ₄	296	63,97(64,86)	3,93(4,05)	9,21(9,45)
IX	C ₁₇ H ₁₅ NO ₂	265	76,25(76,98)	5,38(5,66)	5,13(5,28)
XI	C ₁₇ H ₁₃ NO ₄	297	68,92(69,15)	4,33(4,40)	3,92(4,74)

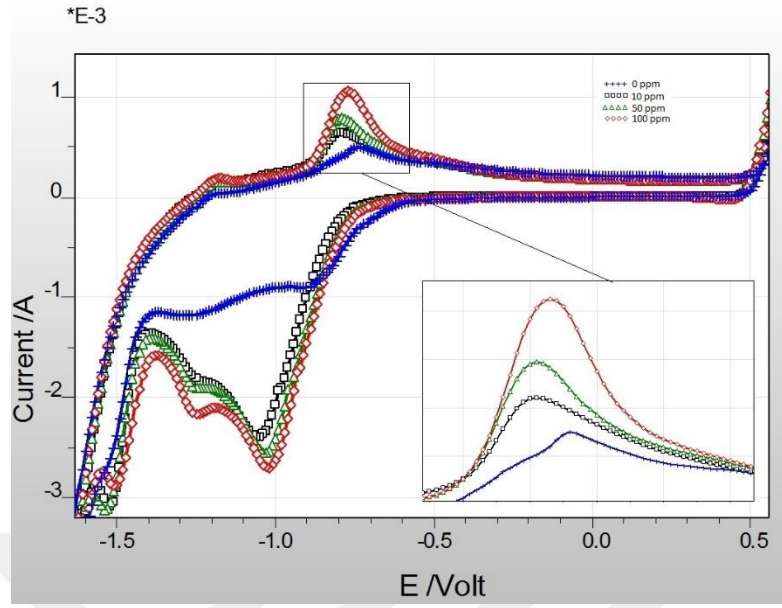
4.4. Elektrokimyasal Çalışmalar

İnhibitörsüz ve 10, 25, 50, 100 ppm konsantrasyondaki tüm inhibitörler için çalışma elektrodu olarak 304 çelik (EN:Standart X5CrNi18-10) kullanılarak dönüşümlü voltametri eğrileri 50 mV/s tarama hızında 10 mV veri alma frekansında -2V / 1V aralığında gerçekleştirilmiştir. Daha sonra aynı tarama hızı ve veri alma frekansında doğrusal tarama ölçümüyle tafel polarizasyon eğrileri elde edilmiştir. Elde edilen sonuçlar aynı inhibitörler için bir arada gösterilerek daha kolay kıyas yapılması sağlanmıştır. Dönüşümlü voltametri ölçümleri her bir inhibitör için dört tarama ile gerçekleştirilmiş ve diğer inhibitörlerle kıyaslanırken 1. taramalar kullanılmıştır.

İnhibitörsüz 0,10 M NaOH ortamında ve 10, 25, 50, 100 ppm inhibitörlü ortamlarda 304 çelik çalışma elektroduyla gerçekleştirilen dönüşümlü voltametri ve tafel polarizasyon analizi sonuçları elde edilmiştir. Dönüşümlü tarama analizlerinde dört taramanın ilki seçilmiştir. Bunun sebebi ilk tarama sırasında gerçekleşen pasifleşme veya etkileşimlerin daha net görülebilmesidir. Devam eden taramalarda aynı inhibitör ve konsantrasyonda devreden geçen akım yorumlanarak pasifleşme diğer deyişle korozyondan korunma olup olmadığı hakkında bilgi edinilebilmektedir (Zhang ve ark., 2009). Tüm konsantrasyonlar ve Schiff bazları için pasifleşmenin olduğu söylenebilir. Tafel polarizasyon analizleri ile korozyon potansiyelleri (E_{corr}) korozyon akım yoğunluğu (i_{corr} , A/cm²) ve korozyon hızları (c. rate mm/y) değerleri elde edilip bunlara göre kıyaslamalar ve değerlendirmeler yapılmıştır.

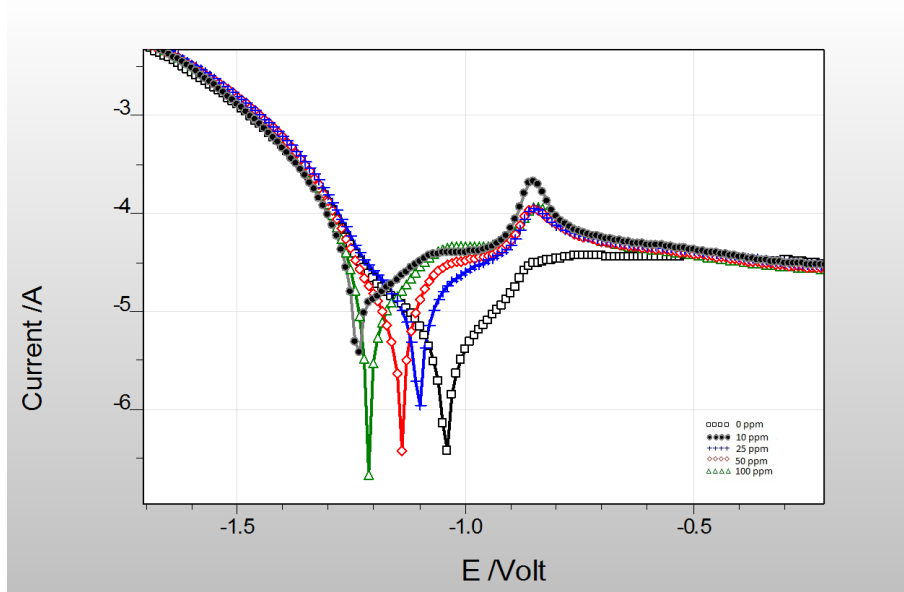
4.4.1. III Numaralı örneğin 0,1 M NaOH ortamında korozyondan korunmada inhibitör özelliği

III numaralı örnek için yapılan dönüşümlü tarama diyagramlarından yaklaşık -0,75 V yakınlarında inhibitörsüz ortama göre akımda artış gözlemlendi. Bununla beraber Şekil 4.54'de geri yönde taramalarda yükseltgenmeye göre çok daha fazla indirgenme olduğu görüldü. Log A/V grafiğinden (Şekil 4.55) korozyon potansiyellerinin birbirine yakın olduğu belirlendi. Aynı şekilde anodik kolların neredeyse üst üste çakışık olduğu belirlendi, bu da korozyon hızlarının birbirine yakın olduğu anlamına gelmektedir.



Şekil 4.54. III Numaralı örnek dönüşümlü taramaları

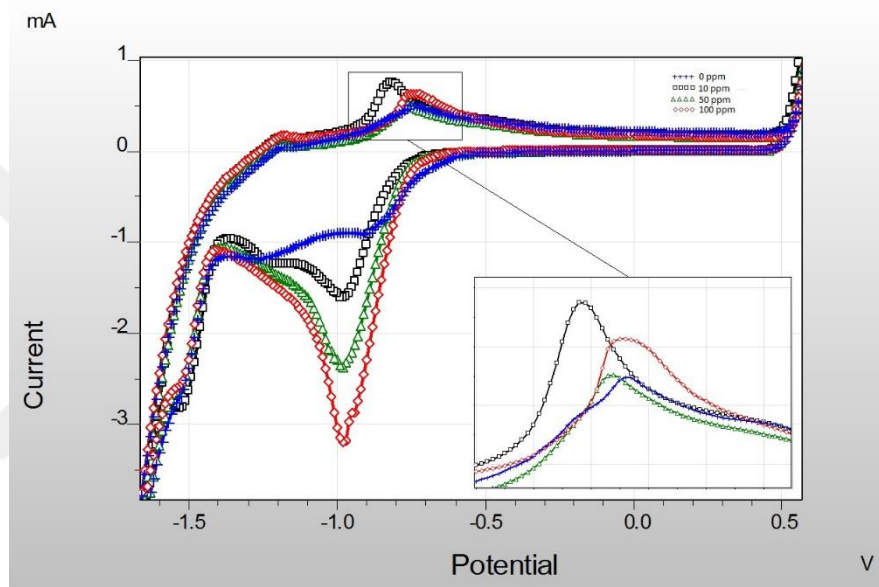
Şekil 4.55’de logaritmik akım değerlerine karşı potansiyel eğrilerinde, yaklaşık -0,3V civarında inhibitörlü ortamlarda yükseltgenme pikleri görüldü. Aynı bölgede inhibitörsüz ortamda yükseltgenme pikleri gözlemlenmedi. Anodik kolda eğrilerin eğimleri birbirine çok yakın olduğu diğer deyişle korozyon hızlarının yakın olduğu görüldü.



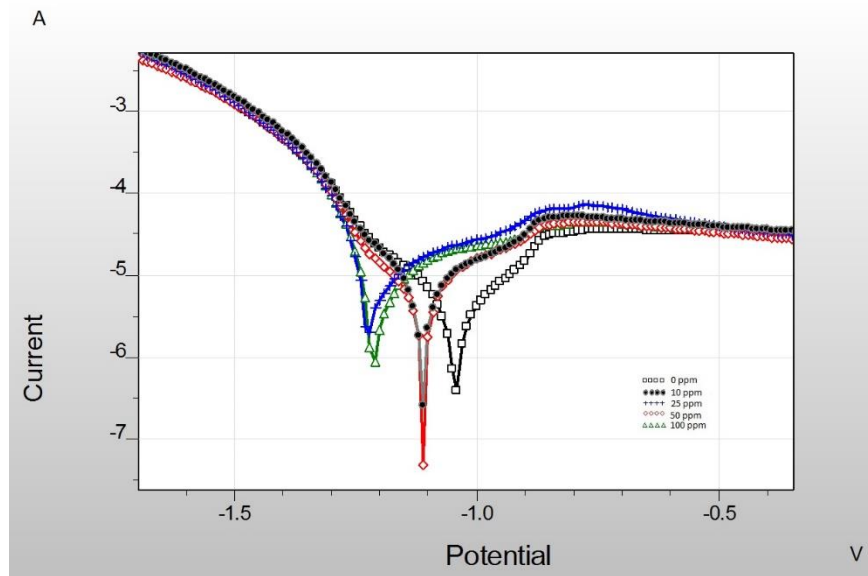
Şekil 4.55. III Numaralı örnek LogA/V görünümü

4.4.2. V Numaralı örneğin 0,1 M NaOH ortamında korozyondan korunmada inhibitör özelliği

III numaralı örnekte farklı olarak yükseltgenme potansiyellerinde 50 ppm inhibitördeki yükseltgenmenin nispeten az olduğu belirlendi. Diğer taraftan III numaralı örnekte olduğu gibi yükseltgenme miktarında artan konsantrasyonla artış görüldü. Şekil 4.56 ve Şekil 4.57'de görüldüğü gibi anodik kol eğimleri III için olduğu gibi birbirine yakın ve benzer olduğu belirlendi.



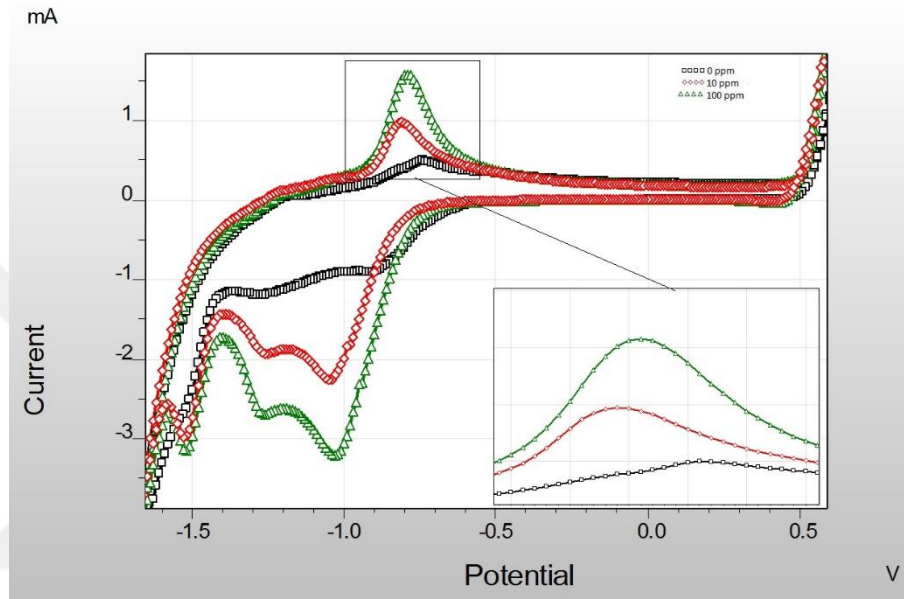
Şekil 4.56. V Numaralı örnek dönüşümlü taramaları



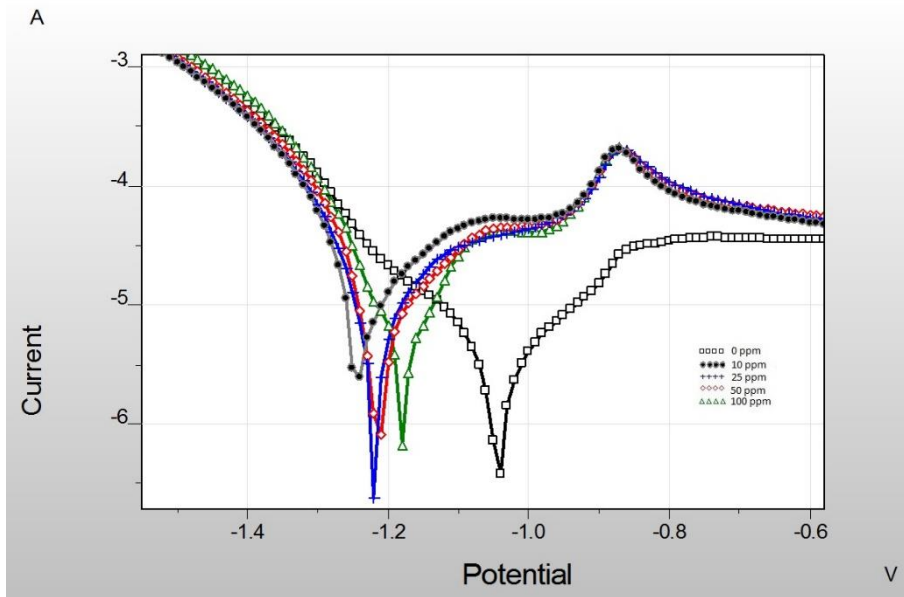
Şekil 4.57. V Numaralı örnek LogA/V görünümü

4.4.3. VII Numaralı örneğin 0,1 M NaOH ortamında korozyondan korunmada inhibitör özelliği

VII kodlu örnek III ve V numaralıdakilere benzer şekilde korozyondan koruma sağlamadığı ve yaklaşık aynı bölgelerdeki yükseltgenmelerde artan konsantrasyonla artış görülmüştür (Şekil 4.58, Şekil 4.59).



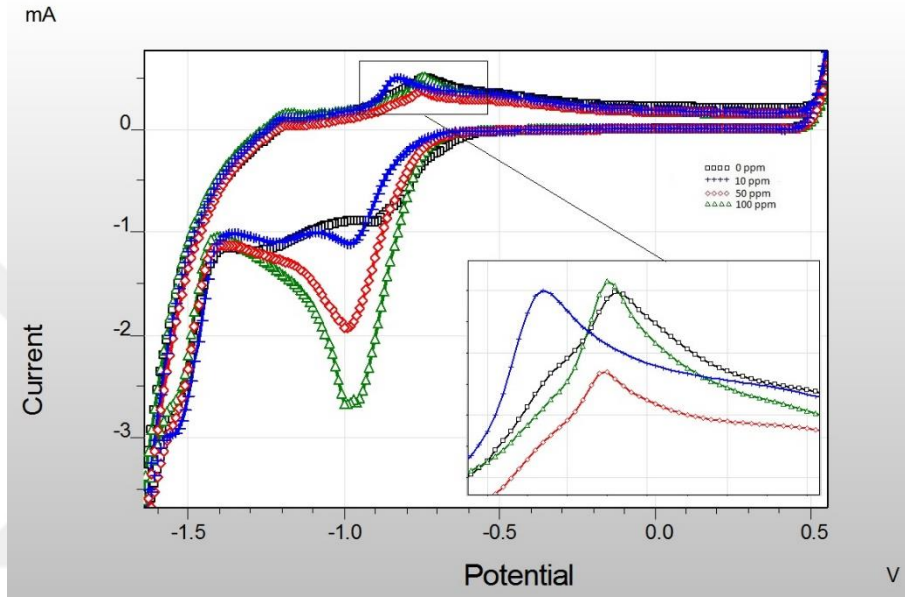
Şekil 4.58. VII Numaralı örnek dönüşümlü taramaları



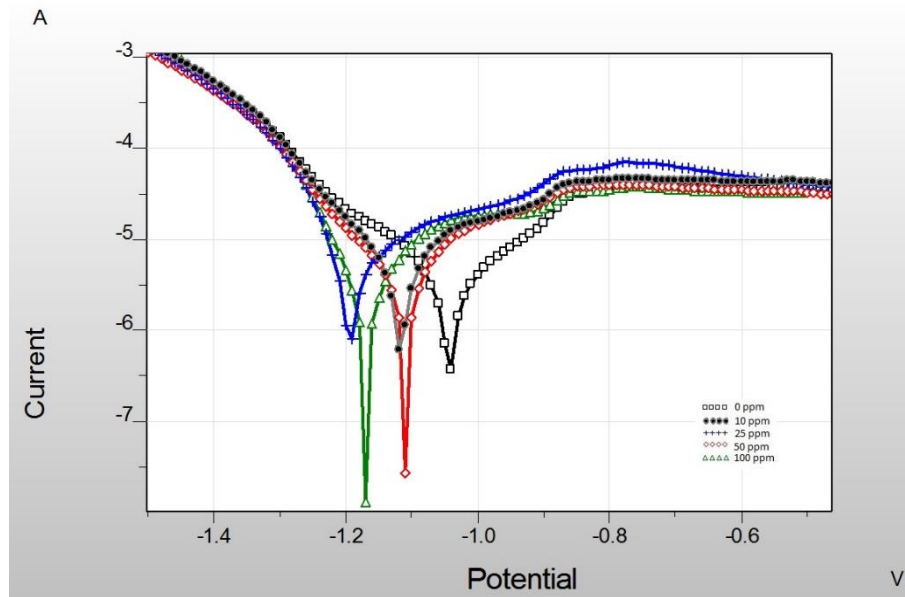
Şekil 4.59. VII Numaralı örnek LogA/V görünümü

4.4.4. IX Numaralı örneğin 0,1 M NaOH ortamında korozyondan korunmada inhibitör özelliği

IX numaralı örnek inhibitör olarak diğerlerinden farklı olarak 50 ppm için koruma sağladığı görüldü. Bu yaklaşık -0,75 V civarında inhibitörsüz maddeye göre daha düşük akımda yükseltgenme eğrisi göstermesinden anlaşıldı (Şekil 4.60, Şekil 4.61).



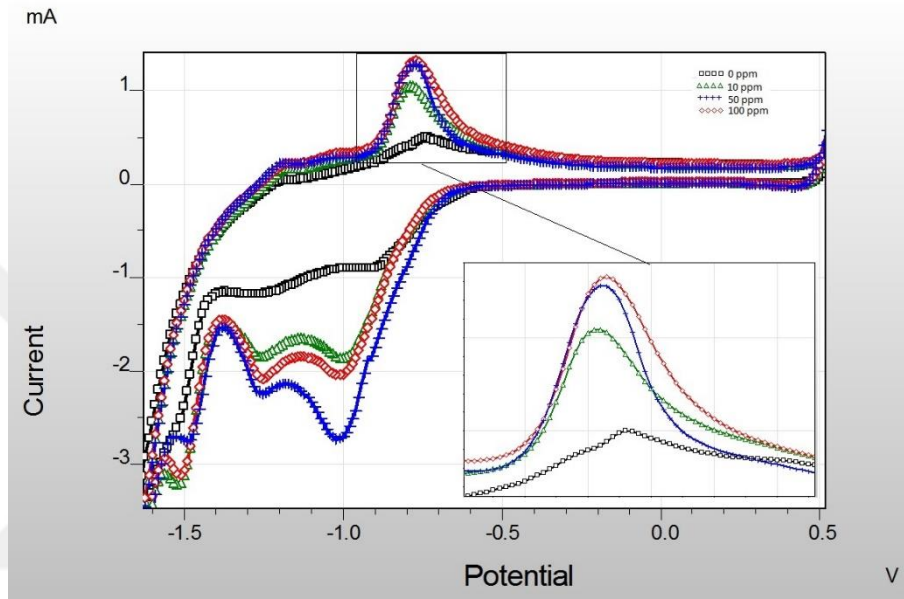
Şekil 4.60. IX Numaralı örnek dönüşümlü taramaları



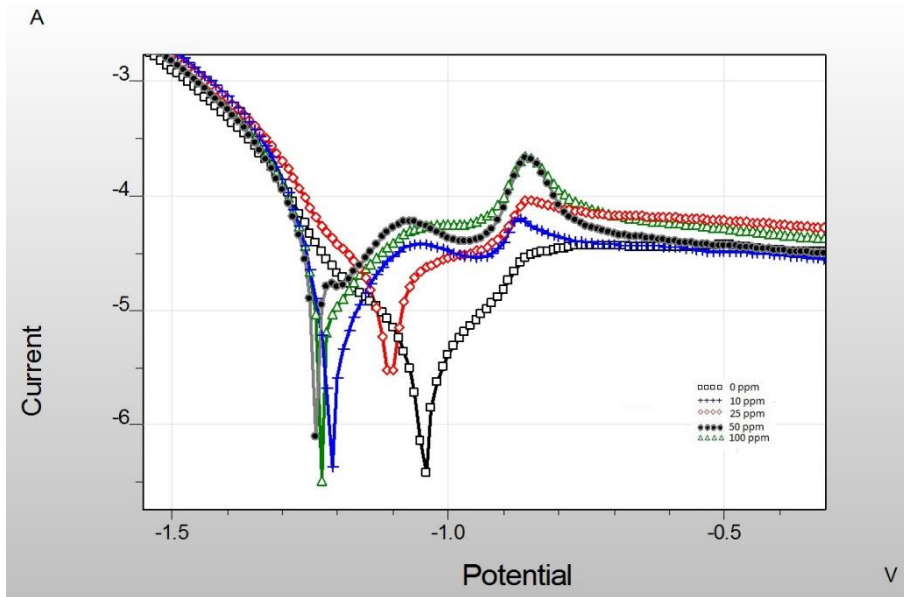
Şekil 4.61. IX Numaralı örnek LogA/V görünümü

4.4.5. XI Numaralı örneğin 0,1 M NaOH ortamında korozyondan korunmada inhibitör özelliği

IX numaralı örneğin aksine diğer dört örnekteki benzer şekilde XI numaralı örnek te korozyondan korunma sağlamadığı yükseltgenme piklerinden anlaşıldı (Şekil 4.62 ve Şekil 4.63).

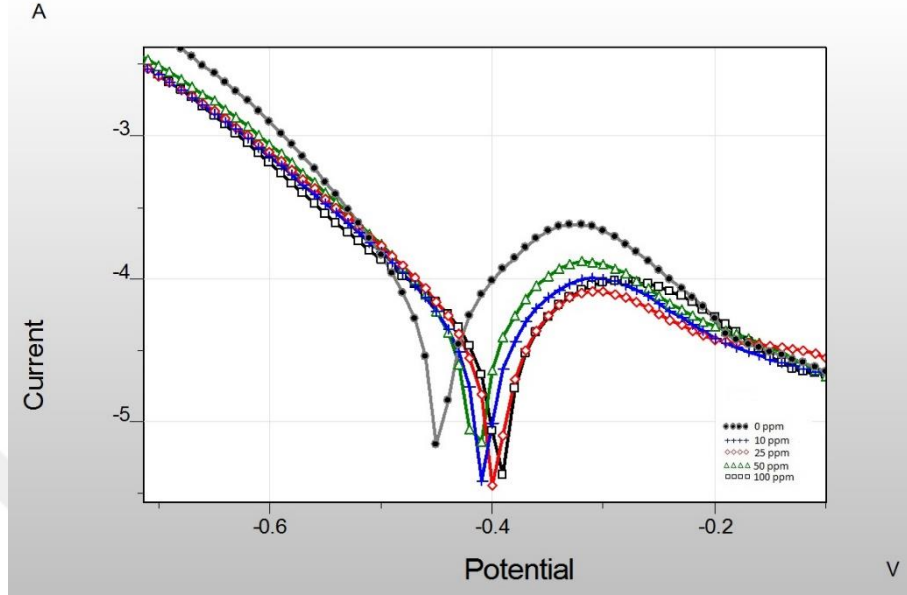


Şekil 4.62. XI Numaralı örnek dönüşümlü taramaları



Şekil 4.63. XI Numaralı örnek LogA/V görünümü

4.4.6. VII Numaralı örneğin 0,1 M H₂SO₄ ortamındaki korozyondan koruma özelliği



Şekil 4.64. VII Numaralı örneğin 0,1 M H₂SO₄ ortamındaki log A/V eğrileri

0,1 M NaOH ortamındakinin aksine inhibitörsüz ortamdaki yükseltgenme pilerinde artan inhibitör konsantrasyonları için küçülme görüldü. Yaklaşık -0,3 V civarında inhibitörsüz ortam için çeliğin yükseltgenme piki -3,5 A civarındayken bu değer VII numaralı inhibitörün artan konsantrasyonları için periyodik olarak azaldığı belirlendi (Şekil 4.64).

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

1. Elde edilen Schiff bazı ve akriloil türevlerinin yapılarının aydınlatılmasında IR, UV-VIS, $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$ elementel analiz ve kütle gibi spektroskopik yöntemler kullanıldı.

2. Elde edilen bileşiklerin UV-VIS spektrumları CHCl_3 , etilalkol, DMF ve ayrıca DMF içerisinde pH 2 ve pH 12'de çekilmiştir. Schiff bazı ve akriloil türevi (**II-XI**) bileşiklerinin, $\pi \rightarrow \pi^*$ ve $n \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin meydana geldiği ve bileşiklerin $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerinin enolimin tautomer yapısında bulunduğu tespit edilmiştir.

3. Akriloil grubu içeren bileşiklerin elde edilen IR spektrumlarından 1750 cm^{-1} de $>\text{C}=\text{O}$ gerilmesine ait piklerin elde edilmesi yapıya akriloil grubunun bağlandığını gösterirken, Schiff bazlarında bulunan OH gruplarına ait gerilme piklerinin akriloillenme işleminin sonucunu ortadan kaldırdığı tespit edilmiştir.

4. Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ spektrumlarında, vinil grubuna ait protonlar 5,60-6,59 ppm arasında tespit edilirken, Schiff bazlarında 10,18-10,45 ppm OH grubuna ait piklerin akriloillenme işlemi sonucunu ortadan kaldırdığı da tespit edilmiştir.

5. Bileşiklerin $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumlarında vinil karbon atomları, aromatik karbon atomları ile aynı bölge içerisinde tespit edilirken, karbonil karbon atomları 163,48-159,11 ppm'de görülmektedir.

6. **VII** ve **IX** bileşiklerin kütle spektrumları alınmış ve bileşiklerin bulunan deneysel değerlerinin ve deneysel kütle değerlerinin teorik değerlerle uyumlu olduğu tespit edilmiştir. **VII** numaralı bileşik için deneysel olarak bulunan değer 296,11 g/mol (teorik değer 296,24 g/mol) iken **IX** numaralı bileşik için 265,04 g/mol (teorik değer 266,16 g/mol) olarak elde edilmiştir.

7. Dönüşümlü tarama ölçümlerinde örneklerin inhibitör olarak etkin olup olmadığı potansiyel, yükseltgenme basamakları incelenerek belirlendi. Buna göre Şekil 4.53, 4.55, 4.57, 4.59 ve 4.61'de yaklaşık -0,7 V civarında yükseltgenme pikleri görülmektedir. Artan inhibitör konsantrasyonuyla yükseltgenme piklerinde küçülme beklenirken aksine artış gözlemlendi. Bu pikler elektrotu oluşturan demir metalinin ne kadar yükseltgendiği hakkında bağıl olarak fikir vermektedir. İnhibitörsüz

çözeltiden aynı potansiyelde geçen akım az iken inhibitör eklendiğinde daha fazla akım geçtiği görülmüştür. Bundan anlaşılan inhibitör konsantrasyonu arttıkça, diğer deyişle ortamda bulunan Schiff bazı madde miktarı arttıkça devreden daha fazla akım geçmekte yani daha fazla demir yükseltgenmektedir. Korozyonun tanımına göre metalin daha fazla korozyona uğraması demektir. Özellikle -1/-1,25 V potansiyel aralığında görülen indirgenme pikleri ortamda yükseltgenenden fazla maddenin indirgendiğini göstermektedir. Dolayısı ile korozyondan korunmada inhibitör olarak etkinliği incelenen maddelerin 0,1 M NaOH ortamında koruma sağlamadığı belirlendi.

Şekil 4.54, 4.56, 4.58, 4.60 ve 4.62'deki log A/V diyagramları incelendiğinde özellikle i_{corr} ve korozyon hızı değerlerinin birbirine yakın olduğu anlaşıldı. Özellikle anodik kolda gözlemlenen birbirine oldukça yakın eğriler kullanılarak yapılan tafel analizlerinden büyük hatalar gelebileceği anlaşıldı. Bunun üzerine model analiz ile Iviumsoft yazılımı yardımıyla eğriye en uygun model polarizasyon eğrisi simule edildi ve korozyon hızlarının gerçekten yakın olduğu anlaşıldı. Tüm tafel ve model analiz benzetimleri **EK-I, II, III, IV** ve **V** te görülmektedir. H₂SO₄ ve NaCl gibi çelik için oldukça korozif olan ortamlarda inhibitör olarak kullanılabileceği düşünülmüştür. Bu durum yapılan ön denemelerle ispatlandı. Yapılan ön denemede 0,1 M H₂SO₄ ortamında ve 100 ppm konsantrasyondaki **VII** numaralı örnek için korozyon hızları ve polarizasyon eğrileri elde edildi (Şekil 4.63). Sonuç olarak 0,1 M H₂SO₄ ortamında inhibitörsüz, 10, 25, 50 ve 100 ppm **VII** içeren polarizasyon eğrileri, korozyondan korunma özellikleri incelenen **III, V, VII** ve **IX** için örneklerin özellikle NaCl ve H₂SO₄ gibi ortamlarda etkin korunma sağlayabileceği belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

- Abbaspour, A., Esmailbeig, A., Jarrahpour, A., Khajeh, B., 2002. Aluminium(III)-selective electrode based on a newly synthesized tetradentate Schiff base. *Talanta*, 58(2), 397-403.
- Agrawal, Y., Talati, J.D., Shan, M.D., Desai, M.N., Shah, N.K., 2004. Schiff bases of ethylenediamine as corrosion inhibitors of zinc in sulphuric acid. *Corrosion Science*, 46(3), 633-651.
- Asiri, A. M., Khan, S. A., Sharma, K., 2013. Synthesis, spectroscopic and physico-chemical investigations of environmentally benign heterocyclic Schiff base derivatives as antibacterial agents on the bases of in vitro and density functional theory. *Journal of Photo Chemistry and Photobiology B: Biology*, 120, 82-89.
- Aydınlı, E., 2006. Bazı Schiff Bazılarının Antimikrobiyal Aktiviteleri. Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Baeckmann, W., Schwenk, W., Prinz, W., 1997. *Cathodic Corrosion Protection*. MA, USA: Elsevier.
- Bal, M., 2010. Yeni azo-Schiff Bazı Türü Ligand ve Metal Komplekslerinin Sentezi, Spektroskopik ve Genotoksik Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş.
- Batis, G., Pantazopoulou, P., Routoulas, A., 2003. Corrosion protection investigation of reinforcement by inorganic coating in the presence of alkanolamine-based inhibitor. *Cement and Concrete Composites*, 25(3), 371-377.
- Bhandari, H., Kumar, S.A., Dhawan, S.K., 2012. Conducting polymer nanocomposites for anticorrosive and antistatic applications. *Intech*, Hindistan, Bölüm 13., 330-368s.
- Bilgiç, R., 2001. Çinko Tayini İçin Spektroflorimetrik Metot Geliştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Ceyhan, G., Köse, M., Tümer, M., Demirtaş, İ., Yağlıoğlu, A., Mckee, V., 2013. Structural characterization of some Schiff base compounds: investigation of their electrochemical, photoluminescence, thermal and anticancer activity properties. *Journal of Luminescence*, 143, 623-634.
- Chen, J.F., Bogaerts, W.F., 1996. Electrochemical emission spectroscopy for monitoring uniform and localized corrosion. *Corrosion*, 52(10), 753-759.
- Desai, M., Shah, C., Desai, S., 1986. Schiff bases as corrosion inhibitors for mild steel in hydrochloric acid solutions. *Corrosion Science*, 26, 827.

- Dinçalp, H., Toker, F., Durucasu, İ., Avcıbaşı, N., İçli, S., 2007. New thiophene-based azoligands containing azo methine group in the main chain for the determination of copper(II) ions. *Dyes and Pigments*, 75, 11-24.
- Dinçalp, H., Yavuz, S., Haklı, Ö., 2010. Optical and photovoltaic properties of salicylaldehyde-based azoligands. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 210, 8-16.
- Erbil, M., 2013. Korozyon ve Önemi, <http://www.korozyondernegi.org.tr/tr> (14.06.2014)
- Erdik, E., 2008. *Organik Kimyada Spektroskopik Yöntemler*. Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Gazi Kitabevi, Ankara.
- Frankel, G.S., 1998. Pitting corrosion of metals. *Journal. Electrochem. Soc.*, 145(6), 2186-2198.
- Golcu, A., Tumer, M., Demirelli, H., Wheatley, A. R., 2005. Cd (II) and Cu(II) complexes of polydentate Schiff base ligands: Synthesis, characterization, properties and biological activity. *Inorganica Chimica Acta*, 358, 1785-1797.
- Gramma, A., Flores-Lopez, L., Aguirre, G., Parra-Hake, M., Somanathan, R., Walsh, P.J., 2002. Steric effects in the design of chiral Schiff base-titanium complexes: New catalysts for asymmetric trimethylsilylcyanation of aldehydes. *Tetrahedron. Asymmetry*, 13, 149-154.
- Grundmeier, G., Schmidt, W., Stratmann, M., 2000. Corrosion protection by organic coatings: electrochemical mechanism and novel methods of investigation. *Electrochimica Acta*, 45(15-16), 2515-2533.
- Gupta, K., Sutar, A. K., 2008. Catalytic activities of Schiff base transition metal complexes. *Coordination Chemistry Reviews*, 252, 1420-1450.
- Gündüz, B., 2002. Eser Alüminyum Tayini İçin Spektrofluorimetrik Yöntem Geliştirilmesi. Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Gür, M. H., 2007. Synthesis, Spectral and thermal characterisation of some azo-ester derivatives containing a 4-acryloyloxy group. *Dyes and Pigments*, 72, 101-108.
- Ihebrodike, A., Mejeha, M., 2012. Experimental and theoretical assessment of the inhibiting action of *Aspilia africana* extract on corrosion aluminium alloy AA3003 in hydrochloric acid. *Journal of Materials Science*, 47, 2559-2572.
- İspir, E., 2009. The synthesis, characterization, electrochemical character, catalytic and antimicrobial of novel, azo-containing Schiff bases and their metal complexes. *Dyes and Pigments*, 82, 13-19.

- Issaadi, S., Douadi, T., Zouaoui, A., Chafaa, S., 2011. Novel thiophene symmetrical Schiff base compounds as corrosion inhibitor for mild steel in acidic media. *Corrosion Science*, 53, 1484-1488.
- Işıklan, M., 1997. 2-hidroksi-1-naftadehitin Primer Aminlerle Schiff Bazlarının Sentezi ve Bazı Geçiş Metal Komplekslerinin Hazırlanması. Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Kırıkkale.
- Kazancı, A., 2010. Polimer Schiff Bazları ve Metal Komplekslerinin Sentezi ve Katalizör Özelliklerinin İncelenmesi. Doktora Tezi, Çukurava Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Adana.
- Kianfar, A. H., Paliz, M., Roushani, M., Shamsipur, M., 2011. Synthesis, spectroscopy, electrochemistry and thermal study of vanadyl tridentate Schiff base complexes. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 82, 44-48.
- Köksal, H., 1999. Yeni İmin-Oksim Ligandlarının ve Metal Komplekslerinin Sentezi ve Yapılarının Aydınlatılması. Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Elazığ.
- Küstü, C., 2008. Asitli Ortamdaki Korozyona Karsı Schiff Bazı Temelli Bazı Yeni İnhibitörlerin Geliştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, SANKARA.
- Lashgari, M., Arshadi, M., Miandari, S., 2010. The enhancing power of iodide on corrosion prevention of mild steel in the presence of a synthetic-soluble Schiff base: Electrochemical and surface analyses. *Electrochimica Acta.*, 55, 6058-6063.
- Lewis, E. C., Plumley, A. L., Tallent, R. G., 1965. Prevention of furnace corrosion. UNITED STATES, Patent No. US 3404663 A.
- Lu, W. K., Elsenbaumer, R. L., Wessling, B., 1995. Corrosion protection of mild steel by coatings containing polyaniline. *Synthetic Metals*, 71(1-3), 2163-2166.
- Machoa, V., Králik, M., 2004. One stage preparation of Schiff' s bases from nitroarenes aldehydes and carbon monoxide at presence of water. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 209, 69-73.
- Mansfeld, F., 1971. Area relationships in galvanic corrosion. *Corrosion*, 27(10), 436-442.
- Nishikata, A., Ichihara, Y., Tsuru, T., 1995. An application of electrochemical impedance spectroscopy to atmospheric corrosion study. *Corrosion Science*, 37(6), 897-911.

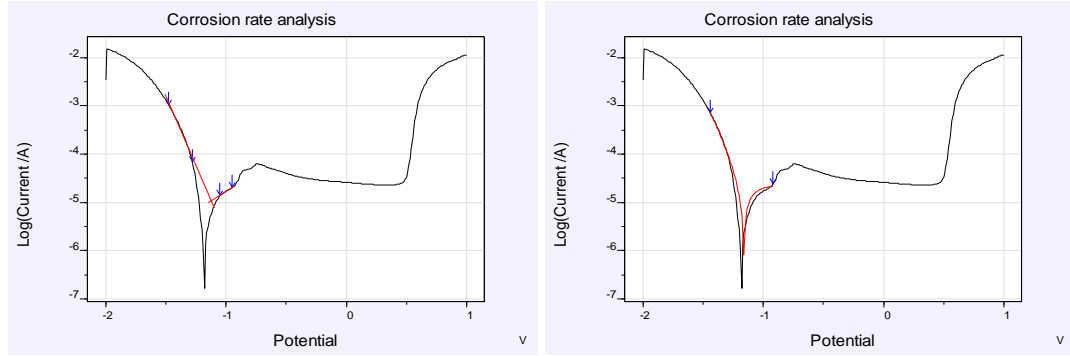
- Oskay, E., 1999. Organik Kimya. Hacettepe Üniversitesi Yayınları, Ankara, 420s.
- Özbülbül, A., 2006. Oligofenol Esaslı Yeni Tip Oligomer Schiff Bazlarının Sentezi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Adana.
- Özelcanat, Ç., 2008. Yeni Tip Schiff Bazları ve Metal Komplekslerinin Sentezi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Adana.
- Özkınalı, S., 2008. Akriol ve Azo Grubu İçeren Bazı Kaliks[4]aren Bileşiklerinin Eldesi ve Spektroskopik Özelliklerinin İncelenmesi. Doktora Tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Samsun.
- Patai, S., 1970. Chemistry of the carbon-nitrogen double bond., Wiley. New York: 238-47.
- Patel, A., Panchal, V., Mudaliar, G.V., Shah, N., 2011. Impedance spectroscopic study of corrosion inhibition of Al-pure by organic Schiff base in hydrochloric acid. Journal of Saudi Chemical Society, 10, 1016.
- Pfeiffer, P., Hesse, T., Pfintzner, H., Scholl, W., Thielert, H., 1937. Innere komplexalze der aldiminund azoreihe. Das Journal Für Practische Chemie, 149, 217-269.
- Refat, S., El-Deen, M., Ibrahim, H., El-Ghoor, S., 2006. Synthesis and spectroscopic studies of some transition metal complexes of a novel Schiff base ligands derived from 5-phenylazo-salicylaldehyde and o-amino benzoic acid. Spectrochimica Acta Part A, 65, 1208-1220.
- Roach, M. D., Wolan, J. T., Parsell, D. E., Bumgardner, J. D., 2000. Use of x-ray photoelectron spectroscopy and cyclic polarization to evaluate the corrosion behavior of six nickel-chromium alloys before and after porcelain-fused-to-metal firing. The Journal of Prosthetic Dentistry, 84(6), 623-634.
- Serin, S., 1980. 1,3-Difenil-2-To-5-Bis(Hidroksimino)-1, 2, 4, 5-Tetrahidroimidazol Eldesi, Geometrik İzomerleri ve Geçiş Metalleri ile Kompleks Formasyonları. Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Shahabadi, N., Kashanian, S., Darabi, F., 2010. DNA binding and DNA cleavage studies of a water soluble cobalt (II) complex containing dinitrogen Schiff base ligand: The effect of metal on the mode of binding. European Journal of Medicinal Chemistry, 45, 4239-4245.
- Solomons, T.G., Fryhle, C.B., 2000. Organik Kimya. 7. Mart Yayıncılık, İstanbul.
- Stern, M., Geary, A., 1957. J. I. A. Theoretical Analysis the shape of polarization curves. Electrochem Polarization, 104, 56.

- Upadhyay, K., Kumar, A., Upadhyay, S., Mishra, P., 2008. Synthesis, characterization structural optimization using density functional theory and superoxide ion scavenging activity of some Schiff bases: *Journal of Molecular Structure. Science Direct*, 873, 5–16.
- Vigato, P. A., Tamburini, S., 2004. The challenge of cyclicandacyclic Schiff bases and related derivatives. *Coordination Chemistry Reviews*, 248, 1717-2128.
- Yalcın, H., Koc, T., 1998. Mühendisler için Korozyon. Kimya Mühendisleri Odası, Ankara.



EKLER

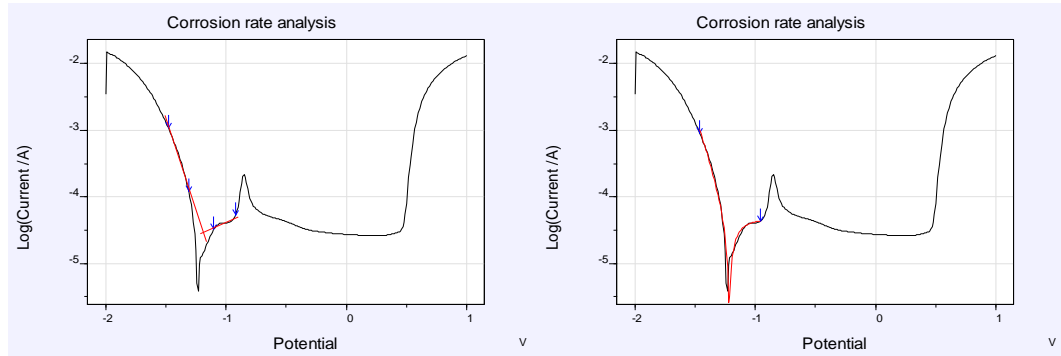
EK –1. (III) Kodlu Örnek Tafel Analizleri



Şekil E 1.1. İnhibitörsüz çelik korozyon hızı

Çizelge E 1.1. İnhibitörsüz çelik model veri ve tafel analizi korozyon hızları

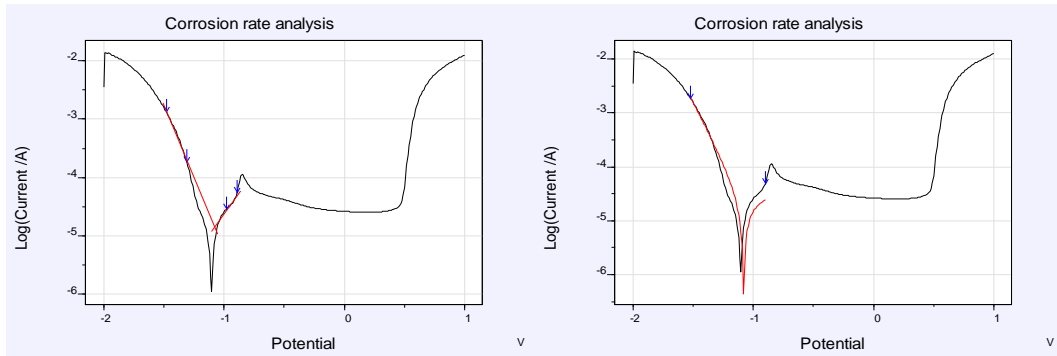
	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-11.247	-11.629
I cor. A/cm ²	1.06E-5	9,76E-03
C. Rate mm/y	0.1231	0.1133



Şekil E 1.2. 10 ppm (III) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 1.2. 10 ppm (III) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

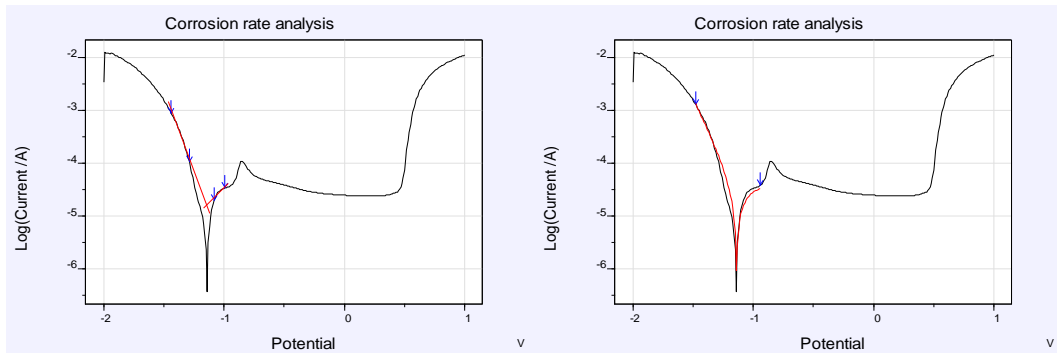
	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,1685	-1,2157
I cor. A/cm ²	3,656E-05	1,938E-05
C. Rate mm/y	0,4247	0,2250



Şekil E 1.3. 25 ppm (III) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 1.3. 25 ppm (III) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

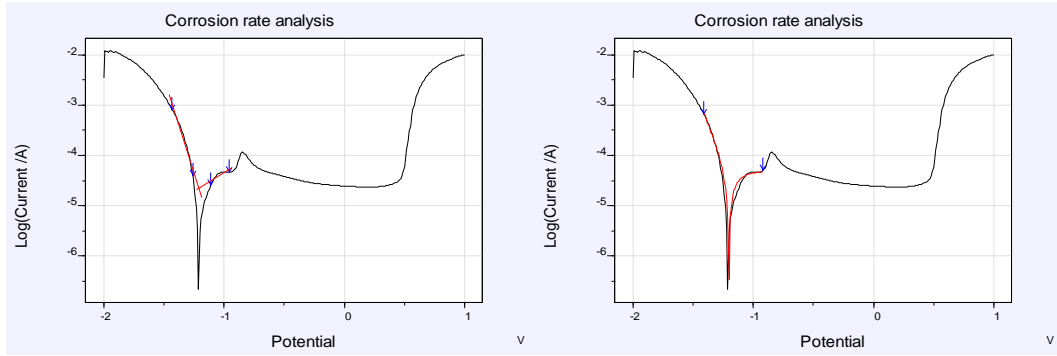
	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,0757	-1,1179
I cor. A/cm ²	1,421E-05	1,424E-05
C. Rate mm/y	0,1650	0,1654



Şekil E 1.4. 50 ppm (III) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 1.4. 50 ppm (III) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,1429	-1,1511
I cor. A/cm ²	1,608E-05	1,454E-05
C. Rate mm/y	0,1868	0,1689

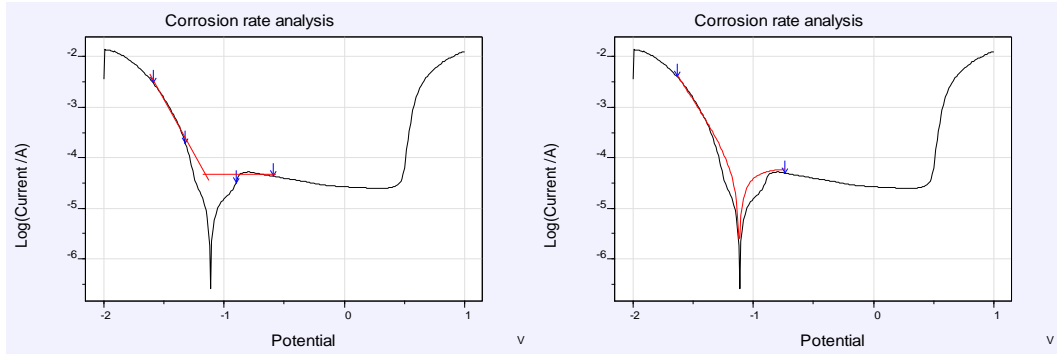


Şekil E 1.5. 100 ppm (III) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 1.5. 100 ppm (III) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,2055	-1,2005
I cor. A/cm ²	2,245E-05	2,094E-05
C. Rate mm/y	0,2607	0,2432

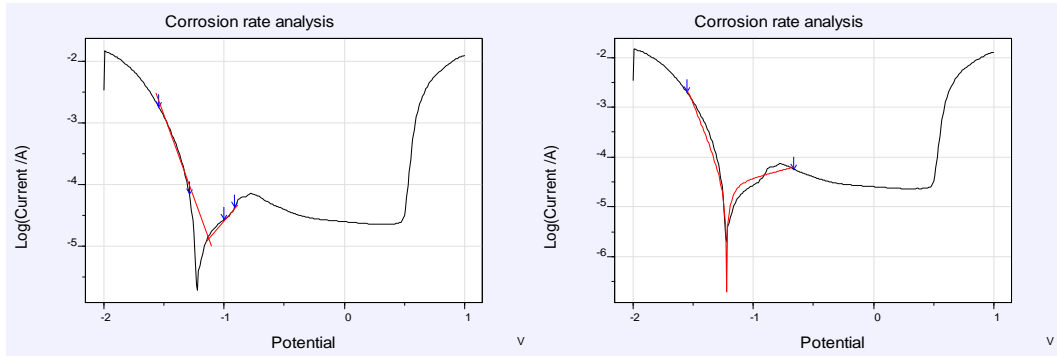
EK-2. (V) Kodlu Örnek Tafel Analizleri



Şekil E 2.1. 10 ppm (V) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 2.1. 10 ppm (V) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

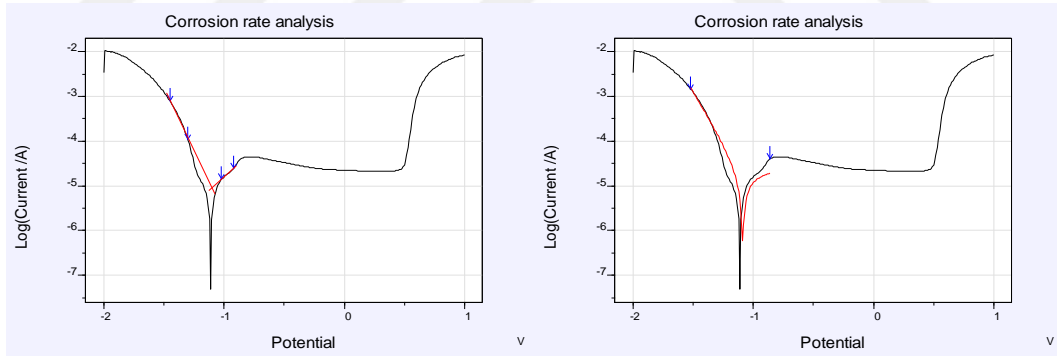
	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,1520	-1,1153
I cor. A/cm ²	4,639E-05	2,696E-05
C. Rate mm/y	0,5388	0,3131



Şekil E 2.2. 25 ppm (V) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 2.2. 25 ppm (V) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

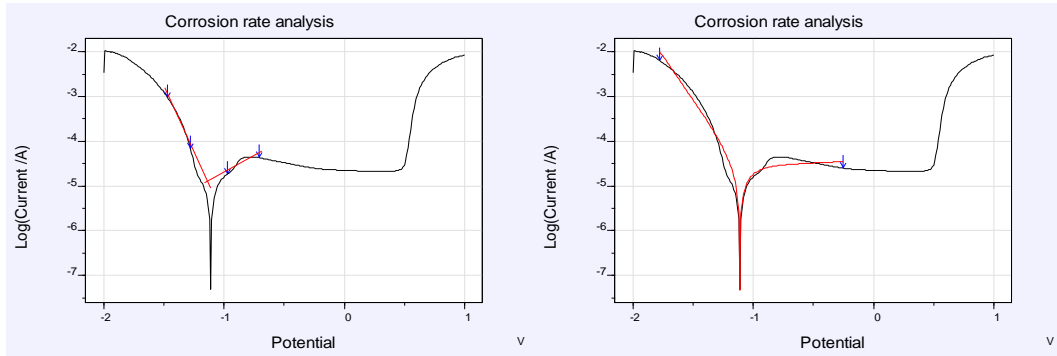
	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,1258	-1,2155
I cor. A/cm ²	1,368E-05	1,316E-05
C. Rate mm/y	0,1589	0,1528



Şekil E 2.3. 50 ppm (V) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 2.3. ppm (V) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,0996	-1,1226
I cor. A/cm ²	8,993E-06	1,03E-05
C. Rate mm/y	0,1044	0,1192

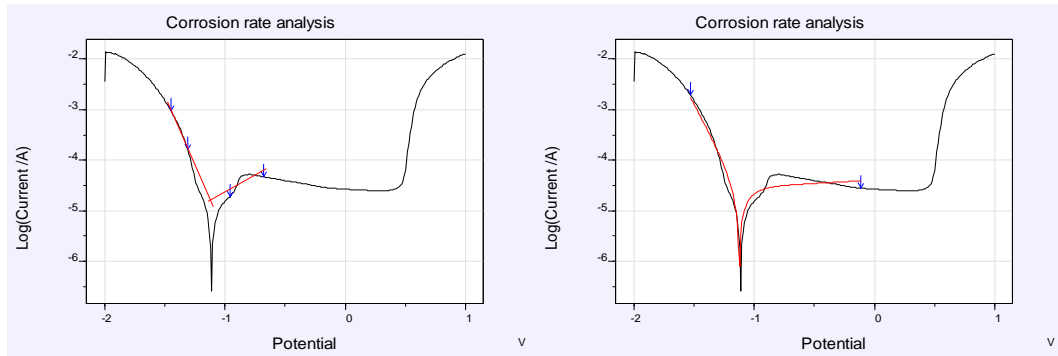


Şekil E 2.4. 100 ppm (V) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 2.4. 100 ppm (V) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,1354	-1,1098
I cor. A/cm ²	1,274E-05	1,21E-05
C. Rate mm/y	0,1479	0,1402

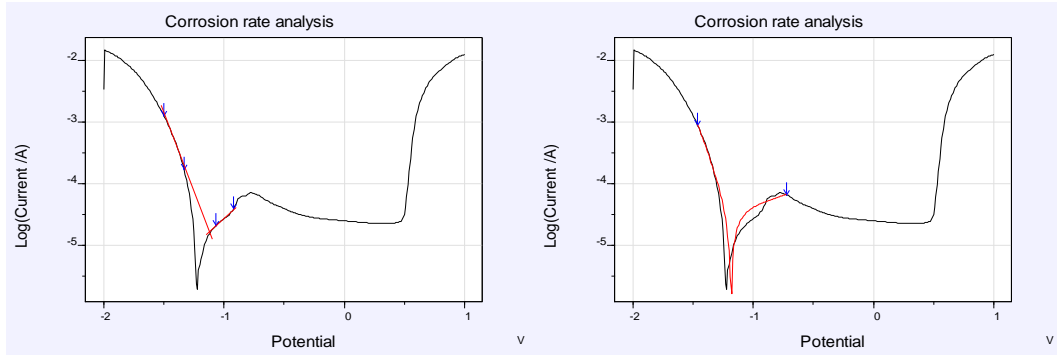
EK-3. (VII) Kodlu Örnek Tafel Analizleri



Şekil E 3.1. 10 ppm (VII) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 3.1. 10 ppm (VII) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

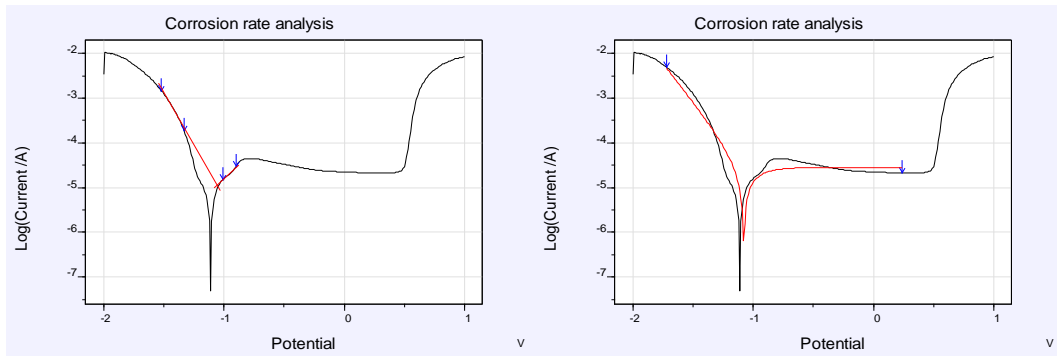
	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,1183	-1,1226
I cor. A/cm ²	1,673E-05	1,25E-05
C. Rate mm/y	0,1944	0,1449



Şekil E 3.2. 25 ppm (VII) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 3.2. 25 ppm (VII) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

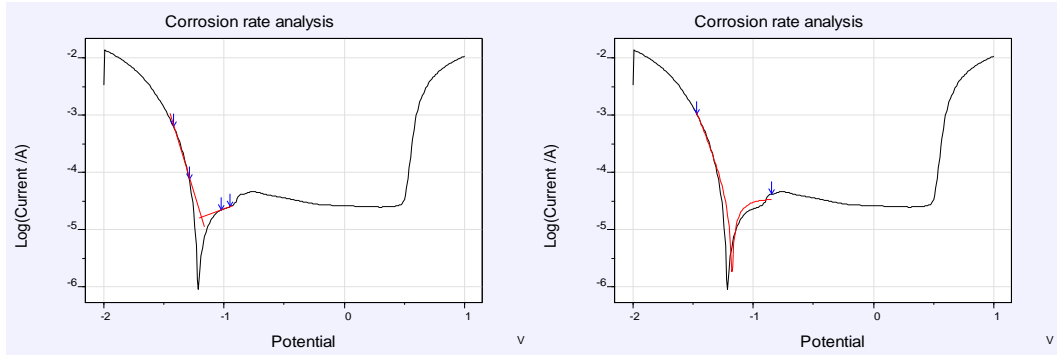
	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,1227	-1,1837
I cor. A/cm ²	1,683E-05	1,51E-05
C. Rate mm/y	0,1955	0,1751



Şekil E 3.3. 50 ppm (VII) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 3.3. 50 ppm (VII) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,0565	-1,0771
I cor. A/cm ²	1,118E-05	1,23E-05
C. Rate mm/y	0,1299	0,1426

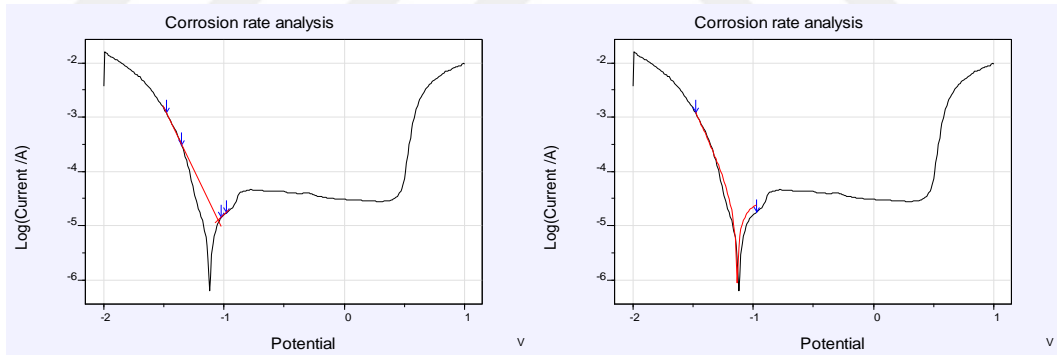


Şekil E 3.4. 100 ppm (VII) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 3.4. 100 ppm (VII) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,1844	-1,1756
I cor. A/cm ²	1,672E-05	1,48E-05
C. Rate mm/y	0,1942	0,1716

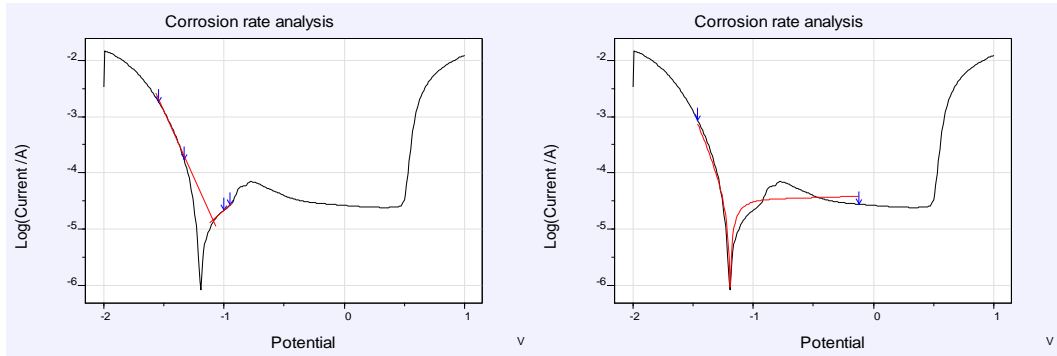
EK-4. (IX) Kodlu Örnek Tafel Analizleri



Şekil E 4.1. 10 ppm (IX) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 4.1. 10 ppm (IX) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

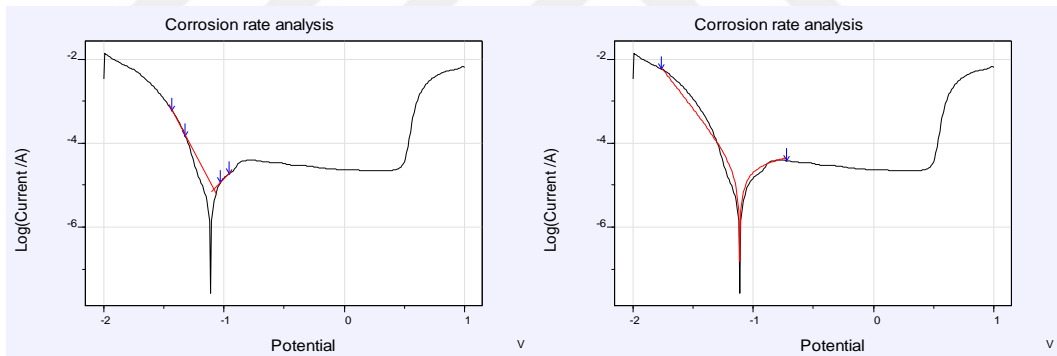
	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,0487	-1,1345
I cor. A/cm ²	1,260E-05	1,26E-05
C. Rate mm/y	0,1463	0,1466



Şekil E 4.2. 25 ppm (IX) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 4.2. 25 ppm (IX) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

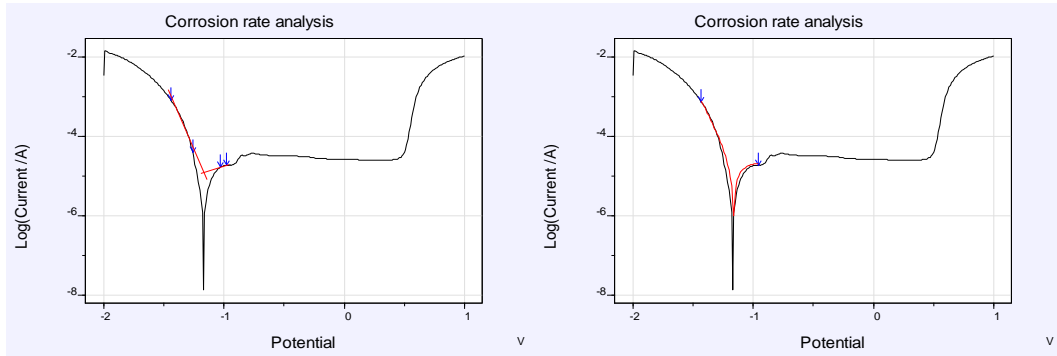
	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,0918	-1,1924
I cor. A/cm ²	1,440E-05	1,42E-05
C. Rate mm/y	0,1675	0,1643



Şekil E 4.3. 50 ppm (IX) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 4.3. 50 ppm (IX) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,0820	-1,1099
I cor. A/cm ²	8,310E-06	1,13E-05
C. Rate mm/y	0,0966	0,1308

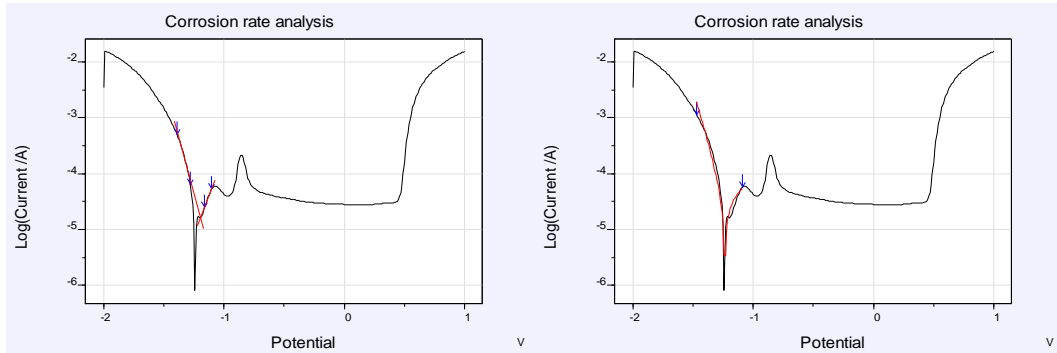


Şekil E 4.4. 100 ppm (IX) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 4.4. 100 ppm (IX) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,1675	-1,1646
I cor. A/cm ²	1,229E-05	9,88E-06
C. Rate mm/y	0,1428	0,1148

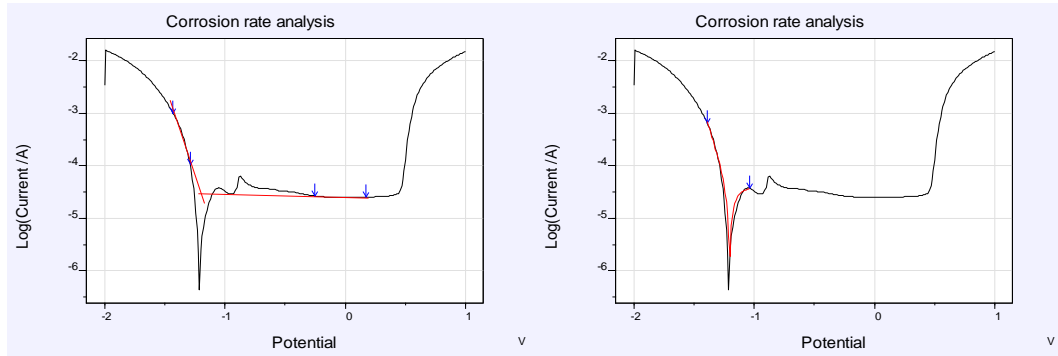
EK-5. (XI) Kodlu Örnek Tafel Analizleri



Şekil E 5.1. 10 ppm (XI) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 5.1. 10 ppm (XI) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

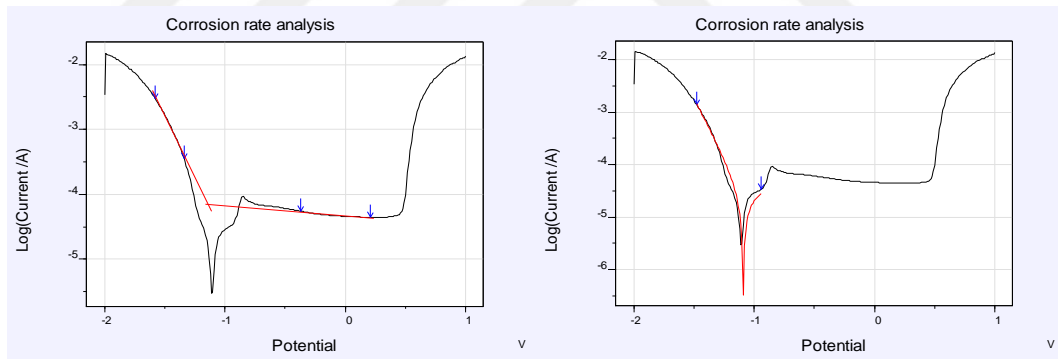
	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,1938	-1,2388
I cor. A/cm ²	1,612E-05	1,51E-05
C. Rate mm/y	0,1872	0,1756



Şekil E 5.2. 25 ppm (XI) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 5.2. 25 ppm (XI) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

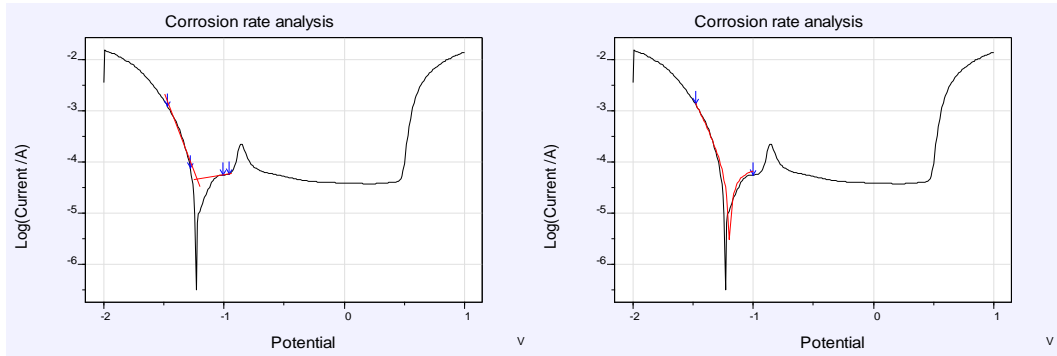
	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,1922	-1,2034
I cor. A/cm ²	2,883E-05	1,75E-05
C. Rate mm/y	0,0118	0,0072



Şekil E 5.3. 50 ppm (XI) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 5.3. 50 ppm (XI) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,1379	-1,1133
I cor. A/cm ²	6,907E-05	1,52E-05
C. Rate mm/y	0,0283	0,0062



Şekil E 5.4. 100 ppm (XI) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin korozyon hızı hesaplamaları

Çizelge E 5.4. 100ppm (XI) / 0,1 M NaOH çözeltisindeki çeliğin model veri ve tafel analiz sonuçları

	Tafel Verileri	Model Verileri
E. corr V	-1,2235	-1,1964
I cor. A/cm ²	4,665E-05	3,29E-05
C. Rate mm/y	0,0191	0,0135

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, Adı : SILKU, Pakize

Uyruğu : T.C.

Doğum tarihi ve yeri : 08.09.1982 - Çorum

Medeni hali : Bekar

Telefon : 0 (505) 498 84 44

e-mail : pakizesilku@hotmail.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Tezsiz Yük. Lisans	19 Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü/ Kimya Bölümü	2007
Lisans	Kırıkkale Üniversitesi/ Kimya Bölümü	2005
Lise	Çorum Atatürk Lisesi (Y.D.A.)	2000

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2008 -2010	Çorum Toprak Sanayicileri Kooperatifi	Laboratuar Sorumlusu

Yabancı Dil

İngilizce

Yayınlar**Uluslar arası Bilimsel Toplantılarda Sunulan ve Bildiri Kitabında Basılan Bildiriler**

Sıtku, P., Özkınalı, S., Öztürk, Z., Asan, A., 2013. Synthesis new imine compounds and investigation of their spectroscopic and inhibitory properties. 44th. World Chemistry Congress, İstanbul, Turkey.

Projeler

Özkınalı, S., Asan, A., Sıtku, P., FEF04.11.005, 2011-2014. Bazı yeni azo-imin bileşiklerinin eldesi, spektroskopik özelliklerinin belirlenmesi ve bazik ortamda inhibitör özelliklerinin incelenmesi. Hitit Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi, Çorum, Turkey.