

T.C.
ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



**2,3-DİHİDROKSİBENZALDEHİT İÇEREN BAZI YENİ SCHIFF
BAZLARININ SENTEZİ, KRİSTALOGRAFİK VE SPEKTROSKOPİK
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

MAHMUT TAŞDOĞAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**T.C.
ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**2,3-DİHİDROKSİBENZALDEHİT İÇEREN BAZI YENİ SCHİFF
BAZLARININ SENTEZİ, KRİSTALOGRAFİK VE SPEKTROSKOPİK
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

MAHMUT TAŞDOĞAN

KİMYA ANABİLİM DALI

**SAMSUN
2019**

Her hakkı saklıdır.

TEZ ONAYI

Mahmut TAŞDOĞAN tarafından hazırlanan “2,3-dihidroksibenzaldehit içeren bazı yeni Schiff bazlarının sentezi, kristalografik ve spektroskopik özelliklerinin incelenmesi” adlı tez çalışması 08/07/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı’nda **Yüksek Lisans Tezi** olarak kabul edilmiştir.

Danışman Prof. Dr. Erbil AĞAR
Kimya Anabilim Dalı
İkinci Danışman Dr. Öğr. Üyesi Gonca ÖZDEMİR TARI
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Fizik Anabilim Dalı

Jüri Üyeleri

Başkan Prof. Dr. Hasan GENÇ
Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Kimya Anabilim Dalı

Üye Prof. Dr. Hasan KOCAOKUTGEN
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Kimya Anabilim Dalı

Üye Prof. Dr. Mustafa MACİT
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Kimya Anabilim Dalı

Üye Prof. Dr. Erbil AĞAR
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Kimya Anabilim Dalı

Üye Dr. Öğr. Üyesi Gonca ÖZDEMİR TARI
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Fizik Anabilim Dalı

Yukarıdaki sonucu onaylarım. .../.../2019

Prof. Dr. Bahtiyar ÖZTÜRK

Enstitü Müdürü

ETİK BEYAN

Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez içindeki bütün bilgilerin doğru ve tam olduğunu, bilgilerin üretilmesi aşamasında bilimsel etiğe uygun davrandığımı, yararlandığım bütün kaynakları atıf yaparak belirttiğimi beyan ederim.

08/07/2019

Mahmut TAŞDOĞAN



ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

2,3-dihidroksibenzaldehit içeren bazı yeni schiff bazlarının sentezi, kristalografik ve spektroskopik özelliklerinin incelenmesi

Mahmut TAŞDOĞAN

Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr.Erbil AĞAR
Dr. Öğr. Üyesi Gonca ÖZDEMİR TARI

Bu çalışmada 2,3-dihidroksibenzaldehit; 2-metoksianilin, 4-iyotanilin, 2-brom-3-metilanilin, 2-amino-4-metilfenol, 2-fenoksianilin, 3-kloro-4-(4-kloro-fenoksi)anilin,3-kloro-4-metilanilin, 3,4-dimetoksibenzilamin, *N*-aminofitalamid ve 2-tiyofenmetilamin ile reaksiyona sokularak karşılık gelen azometin bileşikleri elde edildi. Sentezlenen bileşikler, (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on, (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol, (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol, (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on, (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksi fenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on, (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol, (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksi siklohekza-2,4-dien-1-on, (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksi siklohekza-2,4-dien-1-on, 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion, (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on dır. Sentezlenen bu azometin bileşiklerinin yapıları IR, ¹H-NMR, ¹³C-NMR, UV-vis spektroskopik teknikleri kullanılarak aydınlatıldı. Uygun çözücülerde tek kristalleri hazırlanan bileşiklerin kristalografik ve moleküler yapıları X-ışınları difraksiyon yöntemiyle de belirlendi.

Temmuz 2019, 115 Sayfa

Anahtar Kelimeler: Schiff bazları; İmin; Azometin; Keto-enol tautomerisi; IR; NMR; UV-vis; X Işınları.

ABSTRACT

Master's Thesis

Synthesis, crystallographic and spectroscopic properties of some new schiff bases containing 2,3-dihydroxybenzaldehyde

Mahmut TAŞDOĞAN

Ondokuz Mayıs University
Graduate School of Sciences
Department of Chemistry

Supervisor: Prof.Dr.Erbil AĞAR
Dr.Gonca ÖZDEMİR TARI

2,3-dihydroxybenzaldehyde; 2-methoxyaniline, 4-iodoaniline, 2-bromo-3-methylaniline, 2-amino-4-methylphenol, 2-phenoxyaniline, 3-chloro-4-(4-chlorophenoxy)aniline, 3-chloro-4-methylaniline, 3,4-dimethoxybenzylamine was reacted with *N*-aminophthalamide, 2-thiophenemethylamine to give the corresponding azomethine compounds. The compounds synthesized are (Z)-2-hydroxy-6-(((2-methoxyphenyl)amino)methylene)cyclohexane-2,4-dien-1-one, (E)-3-(((4-iodyl phenyl)imino)methyl)benzene-1,2-diol, (E)-3-(((3-brom-4-methylphenyl)imino)methyl)benzene-1,2-diol, (Z)-2-hydroxy-6-(((2-hydroxy-5-methylphenyl)amino)methylene)cyclohexane-2,4-dien-1-one, (Z)-2-hydroxy-6-(((2-phenoxyphenyl)amino)methylene)cyclohexane-2,4-dien-1-one, (E)-3-(((3-chloro-4-(4-chlorophenoxy)phenyl)imino)methyl)benzene-1,2-diol, (Z)-6-(((3-chloro-4-methylphenyl)amino)methylene)-2-hydroxycyclohexane-2,4-dien-1-one, (Z)-6-(((3,4-dimethoxybenzyl)amino)methylene)-2-hydroxycyclohexane-2,4-dien-1-one, 2-((2,3-dihydroxybenzyl)amino)isoindoline-1,3-dione, (Z)-2-hydroxy-6-(((thiophene-2)-methylmethyl)amino)methylene)cyclohexane-2,4-dien-1-one. The structures of these synthesized azomethine compounds were elucidated using IR, ¹H-NMR, ¹³C-NMR, UV-vis spectroscopic techniques. Crystallographic and molecular structures of the compounds prepared with single crystals in suitable solvents were also determined by X-ray diffraction method.

July 2019, pages 115

Keywords: Schiff bases; Imine; The azomethine; Keto-enol tautomerism; IR; UV-vis; NMR; X Rays.

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Bu Yüksek Lisans Tez çalışması Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Organik Kimya Ana Bilim Dalı laboratuvarında gerçekleştirildi.

Tez çalışmamın planlanmasında, araştırılmasında, yürütülmesinde ve oluşumunda ilgi ve desteğini esirgemeyen, engin bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, yönlendirme ve bilgilendirmeleriyle çalışmamı bilimsel temeller ışığında şekillendiren saygıdeğer tez danışmanlarım Sayın Prof. Dr. Erbil AĞAR'a ve Dr. Öğretim üyesi Gonca ÖZDEMİR TARI'ya,

Çalışmalarım boyunca laboratuvarını açan, bilgileriyle aydınlatan değerli hocalarım Sayın Prof. Dr. Ayşen AĞAR ve Prof. Dr. Mustafa MACİT'e,

Değerli jüri üyelerim, Sayın Prof. Dr. Hasan GENÇ, Prof. Dr. Mustafa MACİT, Prof. Dr. Hasan KOCAOKUTGEN, Prof. Dr. Erbil AĞAR ve Dr. Öğretim Üyesi Gonca ÖZDEMİR TARI'ya,

Tüm laboratuvar arkadaşlarıma, laboratuvar çalışmalarım ve tezimin yazımı sırasında hep yanımda olan değerli laboratuvar arkadaşım Onur Erman DOĞAN'a,

Canım kızlarım Ece ve Melis TAŞDOĞAN'a,

Eğitimim boyunca her zaman yanımda olan, beni destekleyen, onsuz bir hayat düşünemediğim canımın parçası olan eşim Meral TAŞDOĞAN'a,

Tüm kalbimle teşekkür ederim.

Bu tez çalışması PYO.FEN.1904.18.019 nolu Bilimsel Araştırma Projesi olarak Ondokuz Mayıs Üniversitesi tarafından desteklenmiştir.

Temmuz 2019, Samsun
Mahmut TAŞDOĞAN

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xii
1. GİRİŞ.....	1
2. TEMEL BİLGİLER.....	5
2.1. Schiff Bazlarının Yapısı.....	5
2.2. Schiff Bazlarının Adlandırılması.....	7
2.3. Schiff Bazlarında pH Önemi.....	8
2.4. Schiff Bazlarının Sentezi.....	9
2.4.1. Birincil Aminler ile Aldehit ve Ketonların Tepkimesinden.....	9
2.4.2. Hidrazin ve Türevlerinin Aldehit ve Ketonlarla Tepkimesinden.....	10
2.5. Schiff Bazı Oluşumunun Mekanizması.....	11
2.6. Schiff Bazlarında Tautomerizm.....	12
2.7. Schiff Bazlarında Hidrojen Bağı.....	13
2.8. Schiff Bazlarının Kimyasal Tepkimeleri.....	14
2.8.1. Hidroliz Tepkimeleri.....	14
2.8.2. İndirgenme Tepkimeleri.....	15
2.8.3. Kompleks Oluşumu.....	15
2.8.4. Halka Kapanma Tepkimeleri.....	16
2.8.5. Polimerleşme Tepkimeleri.....	16
2.8.6. Zn ve Haloesterlerle Tepkimeleri.....	17
2.8.7. HCN ile Tepkimeleri.....	17
2.8.9. H ₂ S ile Tepkimeleri.....	18
2.8.10. Fosforanlarla Tepkimeleri.....	18
2.8.11. Diazometanla Tepkimeleri.....	18
2.8.12. Alkollerle Tepkimeleri.....	19
2.8.13. Kenetlenme Tepkimeleri.....	19
2.8.14. Siklokataliz Tepkimeleri.....	20
2.8.15. Organometalik Bileşiklerle Tepkimeleri.....	21
2.9. Schiff Bazlarının Spektroskopik Özellikleri.....	22
2.9.1. Schiff Bazlarının IR Spektrumları.....	23
2.9.2. Schiff Bazlarının X-Işını Kırınımı.....	24
2.9.3. Schiff bazlarının NMR spektrumları.....	25
2.9.4. Schiff bazlarının UV spektrumları.....	26
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	27
3.1. Kullanılan Kimyasallar.....	27
3.2. Kullanılan Cihazlar.....	27
3.3. Schiff Bazı Bileşiklerinin Sentezi.....	27
3.3.1. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol Bileşiğinin (I) Sentezi (MT123).....	27
3.3.2. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol Bileşiğinin (II) Sentezi (MT23).....	34
3.3.3. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol Bileşiğinin (III) Sentezi (MT24).....	40

3.3.4. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion Bileşığının (IV) Sentezi (MT171)	46
3.3.5. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on Bileşığının (V) Sentezi (MT61)	54
3.3.6. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on Bileşığının (VI) Sentezi (MT17)	60
3.3.7. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on Bileşığının (VII) Sentezi (MT158)	67
3.3.8. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on Bileşığının (VIII) Sentezi (MT167)	73
3.3.9. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on Bileşığının (IX) Sentezi (MT33)	79
3.3.10. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on Bileşığının (X) Sentezi (MT139)	85
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	95
4.1. Sentezlenen Bileşiklerin IR Verileri	95
4.2. Sentezlenen Bileşiklerin UV-vis. Verileri	96
4.3. Sentezlenen Bileşiklerin ¹ H-NMR Verileri	97
4.4. Sentezlenen Bileşiklerin ¹³ C-NMR Verileri	98
4.5. Sentezlenen bileşiklerin X ışını verileri	100
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	105
KAYNAKLAR	107
ÖZGEÇMİŞ	113

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER VE KISALTMALAR

A	:	Absorbans
Å	:	Angström
a,b,c,α,β,γ	:	Birim hücre parametreleri
°C	:	Santigrat derece
¹³C-NMR	:	Karbon-13 Nükleer Manyetik Rezonans spektroskopisi
δ_{ppm}	:	Kimyasal kayma değeri
FT-IR	:	Fourier Transform İnfrared Spektroskopisi
¹H-NMR	:	Proton Nükleer Manyetik Rezonans Spektroskopisi
hkl	:	Miller indisleri
IPDS II	:	Görüntü Plakalı Difraksiyon sistemi, Model II
KBr	:	Potasyum bromür
λ	:	Dalga boyu
M	:	Molekül ağırlığı
R	:	Güvenilirlik katsayısı
R_w	:	Ağırlıklı güvenilirlik katsayısı
ρ	:	Elektron yoğunluğu dağılım fonksiyonu
UV-vis	:	Ultraviyole-Görünür Bölge Spektroskopisi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Karbonil bileşikleri birincil amin grupları ile kondenzasyon tepkimeleri ...	8
Şekil 2.2. Azometin bileşiklerinde pH'ya bağımlılık	9
Şekil 2.3. Birincil aminden sentezlenen iminler	9
Şekil 2.4. Anilinden sentezlenen aniller	9
Şekil 2.5. Hidrazinden sentezlenen hidrazon ve azinler	10
Şekil 2.6. Hidroksil aminden sentezlenen oksimler (Oksi-İminler)	10
Şekil 2.7. Aminoasidlerden sentezlenen iminler	10
Şekil 2.8. Sübstitüe aromatik aminlerden sentezlenen iminler	11
Şekil 2.9. Schiff bazı oluşum mekanizması birinci basamağı	11
Şekil 2.10. Schiff bazı oluşum mekanizması ikinci basamağı	11
Şekil 2.11. Asit ortamında aminlerin davranışı.....	11
Şekil 2.12. Schiff bazlarının enol-imin ve keto-amin tautomerleri.....	12
Şekil 2.13. 3-Hidroksi-2-naftaldehit'ten oluşan fenol-imin baskın tautomerik formu 3-hidroksi-2-naftaliden	13
Şekil 2.14. 2-hidroksi-1-naftaldehit'ten oluşan keto-amin baskın tautomerik formu 2- hidroksi-1-naftaliden	13
Şekil 2.15. Hidrojen bağı yapmış enol-imin ve keto-amin tautomer yapıları.....	14
Şekil 2.16. Schiff bazı hidroliz tepkimesi	14
Şekil 2.17. Schiff bazının asidik ortamda hidroliz tepkimesi mekanizması	15
Şekil 2.18. Schiff bazının indirgenme tepkimesi	15
Şekil 2.19. Schiff bazlarının kompleks oluşturma tepkimeleri	16
Şekil 2.20. Schiff bazlarının halka kapanma tepkimeleri	16
Şekil 2.21. Poli Schiff bazlarının oluşum tepkimeleri	17
Şekil 2.22. Schiff bazların Zn ve haloesterlerle tepkimeleri.....	17
Şekil 2.23. Schiff bazlarına HCN katılma tepkimesi	17
Şekil 2.24. Schiff bazların H ₂ S ile tepkimeleri	18
Şekil 2.25. Schiff bazların fosforanlarla tepkimeleri	18
Şekil 2.26. Schiff bazların diazometanla tepkimesi.....	19
Şekil 2.27. Schiff bazlarının alkollerle tepkimesi	19
Şekil 2.28. Schiff bazlarının kenetlenme tepkimeleri	20
Şekil 2.29. Diels-Alder tepkimesi	20
Şekil 2.30. Schiff bazlarının keton ile siklo katılma tepkimeleri.....	21
Şekil 2.31. Nitrillerin grignard bileşikleriyle tepkimeleri.....	21

Şekil 2.32. Grignard bileşiğinin aril veya alkil grubuyla yer değiştirme tepkimesi ..	21
Şekil 2.33. Aromatik aldehytlerin Grignard bileşikleriyle tepkimeleri	22
Şekil 2.34. <i>N</i> -kloroiminlere Grignard reaktiflerinin eter ortamında tepkimesi.....	22
Şekil 2.35. Elektromanyetik dalga çeşitleri ve dalga boyları.....	23
Şekil 2.36. Fenol-imin ve Keto-amin taotomeri formu.....	25
Şekil 3.1. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (I) sentezi	28
Şekil 3.2. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (I) FT-IR spektrumu	28
Şekil 3.3. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (I) UV-vis spektrumu.....	29
Şekil 3.4. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (I) ¹ H-NMR spektrumu.....	29
Şekil 3.5. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (I) ¹³ C-NMR spektrumu.....	30
Şekil 3.6. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (I) ortep yapısı.....	30
Şekil 3.7. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (I) birim hücre yapısı	31
Şekil 3.8. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) sentezi	34
Şekil 3.9. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) FT-IR spektrumu	35
Şekil 3.10. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) UV-vis spektrumu	35
Şekil 3.11. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) ¹ H-NMR spektrumu	36
Şekil 3.12. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) ¹³ C-NMR spektrumu	36
Şekil 3.13. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) ortep yapısı.....	37
Şekil 3.14. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) birim hücre yapısı.....	37
Şekil 3.15. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) sentezi	40
Şekil 3.16. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) FT-IR spektrumu	41
Şekil 3.17. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) UV-vis spektrumu.....	41
Şekil 3.18. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) ¹ H-NMR spektrumu.....	42

Şekil 3.19. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) ¹³ C-NMR spektrumu.....	42
Şekil 3.20. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) ortep yapısı	43
Şekil 3.21. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) birim hücre yapısı	43
Şekil 3.22. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) sentezi	46
Şekil 3.23. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) FT-IR spektrumu	47
Şekil 3.24. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) UV-vis spektrumu.....	47
Şekil 3.25. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) ¹ H-NMR spektrumu.....	48
Şekil 3.26. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) ¹³ C-NMR spektrumu.....	48
Şekil 3.27. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) ortep yapısı	49
Şekil 3.28. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) birim hücre yapısı	49
Şekil 3.29. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (V) Sentezi	54
Şekil 3.30. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (V) FT-IR spektrumu	55
Şekil 3.31. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (V) UV-vis spektrumu	55
Şekil 3.32. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (V) ¹ H-NMR spektrumu	56
Şekil 3.33. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (V) ¹³ C-NMR spektrumu	56
Şekil 3.34. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (V) ortep yapısı	57
Şekil 3.35. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (V) birim hücre yapısı.....	57
Şekil 3.36. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VI) sentezi	61
Şekil 3.37. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (VI) FT-IR spektrumu	61
Şekil 3.38. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VI) UV-vis spektrumu.....	62
Şekil 3.39. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VI) ¹ H-NMR spektrumu	62

Şekil 3.40. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VI) ¹³ C-NMR spektrumu.....	63
Şekil 3.41. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VI) ortep yapısı.....	63
Şekil 3.42. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VI) birim hücre yapısı	64
Şekil 3.43. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) sentezi	67
Şekil 3.44. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) FT-IR spektrumu.....	68
Şekil 3.45. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) UV-vis spektrumu	68
Şekil 3.46. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) ¹ H-NMR spektrumu	69
Şekil 3.47. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) ¹³ C-NMR spektrumu.....	69
Şekil 3.48. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) ortep yapısı	70
Şekil 3.49. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) birim hücre yapısı	70
Şekil 3.50. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) sentezi	73
Şekil 3.51. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) FT-IR spektrumu	74
Şekil 3.52. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) UV-vis spektrumu.....	74
Şekil 3.53. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) ¹ H-NMR spektrumu.....	75
Şekil 3.54. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) ¹³ C-NMR spektrumu.....	75
Şekil 3.55. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) ortep yapısı	76
Şekil 3.56. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) birim hücre yapısı	76
Şekil 3.57. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (IX) sentezi.....	79
Şekil 3.58. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (IX) FT-IR spektrumu	80
Şekil 3.59. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (IX) UV-vis spektrumu	80
Şekil 3.60. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (IX) ¹ H-NMR spektrumu	81

Şekil 3.61. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (IX) ¹³ C-NMR spektrumu	81
Şekil 3.62. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (IX) ortep yapısı	82
Şekil 3.63. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (IX) birim hücre yapısı.....	82
Şekil 3.64. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (X) sentezi	85
Şekil 3.65. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (X) FT-IR spektrumu.....	86
Şekil 3.66. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (X) UV-vis spektrumu.....	86
Şekil 3.67. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (X) ¹ H-NMR spektrumu	87
Şekil 3.68. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (X) ¹³ C-NMR spektrumu.....	87
Şekil 3.69. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (X) ortep yapısı.....	88
Şekil 3.70. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (X) birim hücre yapısı	88

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (I) kristal yapı verileri.....	31
Çizelge 3.2. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiği (I) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları.....	32
Çizelge 3.3. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) kristal yapı verileri.....	38
Çizelge 3.4. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiği (II) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve hidrojen bağları.....	39
Çizelge 3.5. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) kristal yapı verileri.....	44
Çizelge 3.6. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiği (III) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları	45
Çizelge 3.7. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) kristal yapı verileri.....	50
Çizelge 3.8. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiği (IV) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları	51
Çizelge 3.9. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (V) kristal yapı verileri.....	58
Çizelge 3.10. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiği (V) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları..	59
Çizelge 3.11. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VI) kristal yapı verileri	64
Çizelge 3.12. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiği (VI) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları	66
Çizelge 3.13. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin(VII) kristal yapı verileri.....	70
Çizelge 3.14. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiği (VII) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları	71
Çizelge 3.15. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) kristal yapı verileri.....	76
Çizelge 3.16. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiği (VIII) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları	77
Çizelge 3.17. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4 dien-1-on bileşiğinin (IX) kristal yapı verileri	83
Çizelge 3.18. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4 dien-1-on bileşiği (IX) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları	84

Çizelge 3.19. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiminin (X) kristal yapı verileri.....	89
Çizelge 3.20. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiği (X) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları	90
Çizelge 3.21. Sentezlenen Bileşiklerin Formülleri, Adlandırılmaları, Erime Noktaları ve Molekül Ağırlıkları.....	92



1. GİRİŞ

Genel formülü $R_1CH=NR_2$ şeklinde olan Schiff bazları aldehitlerin veya ketonların birincil aminler ile kondenzasyonları sonucu oluşan imin ($>C=N-$) grubu taşıyan bileşiklerin genel adıdır (Park vd, 1998). İlk olarak 1864 yılında Nobel ödüllü Alman kimyager Hugo Schiff tarafından sentezlenen Schiff bazları birincil aminlerle aldehitlerin veya ketonların kondenzasyonundan elde edilmiştir (Schiff, 1869). Ligand olarak ise 1930'larda Pfeiffer tarafından kullanılmıştır (Pfeiffer vd, 1933).

Schiff bazları koordinasyon kimyasında ligand olarak geniş bir kullanım alanı bulmuştur (Calligaris vd, 1972). Schiff Bazları biyolojik aktivitelerinden dolayı kimyanın çeşitli alanları ve biyokimya açısından önemlidir. Ayrıca, fotokromizm (ışığa ile etkileşince renk değiştirme) özelliğine sahip olmaları radyasyon şiddeti kontrol etme ve ölçme, görüntü sistemleri ve optik bilgisayarlar gibi değişik alanlarda kullanılmalarını sağlamıştır (Roothaan, 1951), bununla birlikte Schiff Bazı komplekslerinin antikanser aktivite göstermesi nedeniyle tıp dünyasında önemi giderek artmaktadır ve kanserle mücadelede reaktif olarak kullanılması araştırılmaktadır (Scovill vd, 1982).

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 (Shahabadi ve ark., 2010).

Schiff bazları (azometin, iminler) ilaç ya da kauçuk katkı maddeleri üretimleri için yaygın olarak kullanılan organik ara ürünlerdir (Machoa, 2004). Aynı zamanda Schiff bazları, boyar maddelerin 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).

Bu tezde sözü geçen tüm kristal yapılar tek kristal X-ışını yöntemiyle incelendi. Yapı çözümü bilgisayar ortamında WinGX (Farrugia, 1999) paket programında bulunan SHELXT (Sheldrick, 1997) yazılımı ile, yapıların arıtımı ise SHELXL yazılımı ile yapıldı. Elde edilen verilerden görsel sonuçların oluşturulması için ORTEP-3 (Farrugia, 1997) yazılımı kullanıldı.

Schiff bazları, ligantlarının önemli bir sınıfıdır ve günümüze kadar koordinasyon kimyası içerisinde çok geniş bir çalışma alanına sahip olmuştur. Seçilen aldehit, keton ve amin gruplarına göre farklı özellikler gösterirler ve bir çok türü sentezlenebilir. Günümüzde metal kompleksleri bilim dünyasında çok fazla yer almaktadır. Schiff bazlarından elde edilen metal kompleksleri renkli maddeler olduğundan boya endüstrisinde özellikle tekstil boyacılığında pigment olarak kullanılmaktadır. Ayrıca metal kompleksleri kataliz reaksiyonlarında sıkça kullanılırlar (Cozzi, 2004).

Schiff bazı türevlerinin biyolojide, klinik, farmakolojik ve analitik bakımdan çok önemli bileşikler olduğu kaydedilmiştir (Ismail vd, 1997). Schiff Bazı komplekslerinin antikanser aktivitesi göstermesi özelliğinden dolayı tıp dünyasındaki önemi giderek artmaktadır ve kanserle mücadelede reaktif olarak kullanılması araştırılmaktadır (Scovill vd, 1982). Gd elementi ile yapılan Schiff bazı kompleksleri tıpta kullanılan Manyetik Rezonans Görüntüleme (MR) yöntemi için uygun özellikte maddelerdir (Alexander, 1995). Ayrıca polimerik Schiff bazlarının yüksek ısıda kararlı yapıya sahip olması ve iletken özellikte olmaları ile sıvı kristal endüstrisinde yer bulmuştur (Cerrada vd, 1999).

Bunların yanı sıra furfurilamin ve vanilin türevi bileşiklerin önemli biyokimyasal özellikler gösterdikleri bilinmekte ve bu amaçla bu tür bileşiklerin sentezi ve biyolojik aktiviteleri araştırılmaktadır (Higasio ve Shoji, 2001; Juhász vd, 2000; Kumar ve Ramesh, 2004).

Kükürt içeren bileşiklerin antibakteriyel (Altundas vd, 2010), antialerjik (Temple vd, 1979), ve kemoterpetik (Eger vd, 1990) gibi etkiye sahip olduğu bilindiğinden, bu tür ligantların ve komplekslerin sentezi üzerine çalışmaların son yıllarda oldukça yaygın olduğu görülmektedir. Schiff bazları, antimikrobiyel aktivitelere oldukça etkilidir (Nurşen vd, 2003).

Bu çalışmada 2,3-dihidroksibenzaldehit'in; 2-metoksianilin, 4-iyotanilin, 2-brom-3-metilanilin, 2-amino-4-metilfenol, 2-fenoksianilin, 3-kloro-4-(4-kloro fenoksi)anilin, 3-kloro-4-metilanilin, 3,4-dimetoksibenzilamin, *N*-aminofitalamid ve 2-tiyofenmetilamin ile reaksiyonuyla karşılık gelen azometin bileşikleri sentezlenmiş ve bu azometin bileşiklerinin yapıları IR, UV-vis, ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve X-Ray spektroskopik teknikleri kullanılarak aydınlatılması amaçlanmıştır. Web of Science ve Scifinder'da yapılan literatür araştırmalarında sentezlediğim tüm bileşiklerin yeni Schiff bazlar olduğu görülmüştür.



2. TEMEL BİLGİLER

2.1. Schiff Bazlarının Yapısı

Schiff bazı ligandları koordinasyon bileşiğinin oluşumu sırasında metal iyonuna bir veya daha çok elektron çifti vermektedir. Schiff bazlarının oldukça kararlı 4, 5 veya 6 halkalı kompleksler oluşturabilmesi için azometin grubuna mümkün olduğu kadar yakın ve yer değiştirebilir hidrojen atomuna sahip ikinci bir fonksiyonel grubun bulunması gereklidir. Bu grup tercihen hidroksil grubudur (Patai, 1970).

Bunun yanı sıra koordinasyon kimyası literatürlerinde de Schiff bazlarına çok sık rastlanır. Yıllardır koordinasyon kimyası sürekli yayınlarının hemen hemen hepsinde bir Schiff bazı çalışması bulunmaktadır. Schiff bazları son derece ilginç bileşikler olup, geometrik izomerlik gösterirler ve kolaylıkla indirgenirler. Ancak buna karşın kolayca yükseltgenemezler ve geometrik yapılarına göre son derece kuvvetli ligandlardır.

İlk olarak 1869 yılında Alman Kimyacı H.Schiff tarafından hazırlandıklarından dolayı hala günümüzde Schiff bazı adıyla anılmaktadırlar (Schiff, 1869). Schiff bazlarının bilimsel alanda ilk kullanılmaları 1932 yılında başlar, ünlü Alman kimyacı P. Pfeifer özellikle 2-hidroksibenzaldehitten hazırladığı Schiff bazları ile çeşitli renklerde onlarca kompleks hazırlayarak Schiff bazlarını koordinasyon kimyası alanına sokar (Pfeiffer vd, 1933). 1932 yılından sonra Schiff bazları anorganik kimyanın daha doğrusu koordinasyon kimyasının vazgeçilmez bir grubu haline gelmiştir. Bugün bilgisayarlı veri tabanı taramalarında Schiff bazı anahtar kelimesi verilirse onbinlerce çalışma karşımıza çıkmaktadır. P. Pfeifer'in çalıştığı yıllardan sonra özellikle II. Dünya Savaşı'ndan sonra Schiff Bazları tabanlı yüzlerce patentli pigment boya ortaya çıkmıştır. Fakat endüstriyel olarak 1950-1980 yılları arasında Schiff bazları çok fazla kullanım alanı bulamamışlar, daha çok bilimsel araştırmalarda kullanılmışlardır.

1980 sonrasında Schiff bazları ve onların kompleksleri tıpta, izleme tekniklerinde, sıvı kristal üretimi, HPLC cihazları gibi ileri teknoloji ürünlerinde boya endüstrisinde, elektronik materyallerde (Oyama vd, 1987), kauçukların vulkanizasyonunda, ilaç sanayinde ve plastik sanayinde oldukça fazla kullanılmakta

ve bu konuda arařtırmalar devam etmektedir (Di Bella vd, 2004; Taylor vd, 2004). Schiff bazlarının polimerleřtirilmesiyle de bu alan daha da artmaktadır; katı halde pillerde, anyonik polielektrolit olarak hidrometalurjide, katyon deęiřim reĉinelerinde, yanmaz malzemelerde, yapay diř yapımında, metal seĉici absorban yapımında (Hanack vd, 1988), nkleer kimyada (su kirlilięinin kontrolnde) da yerlerini almıřlardır (Ciardelli vd, 1989). Schiff Bazı komplekslerinin antikanser aktivite gstermesi zellięinden dolayı tıp dnyasındaki nemleri giderek artmaktadır ve kanserle mcadelede reaktif olarak kullanılmaları zerinde arařtırmalar devam etmektedir (Ghassemzadeh vd, 2008; Scovill vd, 1982; West vd, 1991).

Tiyosemikarbazon ve tiyosemikarbazit'in antibakteriyel, antimalarial (sıtma), antiviral ve antitmr zelliklerinden dolayı fazlaca sentezlenmiřlerdir (Beraldo ve Gambino, 2004). 1,2,4-triazoller ve 1,2,4-triazin formuna sahip olan tiyosemikarbazitlerden heterosiklikler tretilmiř ve bunların nemli antifungal, antibakteriyel ve bcek ldrc zelliklerinin olduęu tespit edilmiřtir (Kkgzel vd, 2001).

Elektron ĉekici grup (-Cl, -Br gibi) iĉeren ligandların metal komplekslerinin biyolojik aktivitelerinin fazla olduęu, tberkloz mikrobu koli basiline karřı oldukĉa yksek antimikrobik aktivite gsterdięi (Roothaan, 1951), btn Cu(II) ve Co(II) komplekslerinin (Cozzi, 2004) zellikle hidroksi gruplu Schiff bazı ve komplekslerinin aktiviteyi daha da arttırdıęı bulunmuřtur (Sharaby, 2007). Ayrıca bir takım Schiff Bazı kompleksleri deęiřik uygulama alanları bulmuřtur; rneęin, Cu²⁺ ve Gd²⁺ komplekslerinin pozitron-emisyon tomografisi ve grntlemede kullanıldıęı (Blower, 1997; Reichert vd, 1999), platin komplekslerinin anti-tmr aktivite gsterdięi, kobalt komplekslerinin oksijen ayrılması-tařınması tepkimeleri iĉin, oksijen tařıyıcı model olarak kullanıldıęı, Mn ve Ru komplekslerinin suyun fotolizini katalizledięi (Salman vd, 1991), demir komplekslerinin oksijenin elektrokimyasal indirgenmesinde katalizr olarak kullanıldıęı bilinmektedir (Gaber vd, 1989). Katalizrler doęada, endstride ve laboratuvarda geniř lĉde kullanılmaktadır ve kalkınmıř lkelerdeki mamul rnlerin altıda birinin yapımına katkıda bulunduęu tahmin edilmektedir (Shriver ve Atkins, 1999). Ayrıca kimyasal retim yaklařık %90'ı katalizrlerle yrtlr ve geĉiř metalleri kullanılan katalizrlerde ana elementlerdir. rneęin Ni, yaęların hidrojenle doyurulmasında (hidrojenasyon); Pt, Pd ve Rh, otomobillerin katalitik konvertrlerinde; Fe₃O₄, amonyak sentezinde;

V₂O₅, sülfürik asit elde edilmesinde SO₂'in SO₃'e çevrilmesinde kullanılır (İlkeler ve Cilt, 2002).

Hidrojenasyon, hidroformilasyon ve karbonilasyon gibi homojen katalitik tepkimelerde metal karbonillerin reaktif özellikleri kanıtlanmıştır. Kompleksin ihtiyaç duyduğu elektronları burada karbonmonoksit karşılamıştır. Diğer taraftan Schiff bazları ve onların komplekslerinin oksijen ile bağlanmalarının geri dönüşümlü olması üzerine olan bir çalışma yapılmıştır. Olefinlerin hidrojenasyon'da katalitik aktiviteleri, amino gruplarının transferi, fotokromik özellikler ve toksik (zehirli) metallerle kompleks oluşturma eğilimleri incelenmiştir. Biyolojik sistemlerin çeşitliliği içindeki ilginç modeller enine boyuna düşünülmüş, metal-protein sistemleri için metal iyonları ve amino asitler arasındaki etkileşim, Schiff bazlarının metal komplekslerine benzetilmiştir (Soliman vd, 2006).

Son yıllarda sıvı kristal teknolojisinde kullanılabilecek pek çok Schiff bazının sentezlenmesi bu maddelerle ilgili çalışmaların önemini daha da arttırmıştır (Cozzi, 2004). Geçiş metalleri ile farklı donör gruplara sahip ligandların meydana getirdikleri komplekslerin biyokimyasal reaksiyon mekanizmaların (Hemoglobin'de oksijen transferi gibi) aydınlatılmasında model bileşik olarak kullanılmasıyla (Di Bella vd, 2004; Taylor vd, 2004) ve özellikle bazı organik maddelerin bozunma, yükseltgenme tepkimelerinde (Chukhadzhyan vd, 1972), bazı alkenlerin dimerleşme ve polimerleşme tepkimelerinde katalizör etkilerinin bulunması (Zvezdina vd, 1980), ağır makine yağlarında inceltici olarak kullanılması farklı araştırma konularının doğmasına sebebiyet vermiştir (Dede vd, 2009). Bu durumda Schiff bazı metal komplekslerinin sentezlenebilirliklerindeki kolaylık, yüksek seçicilik, farklı sübstitüentleri yapılarında bulundurabilmelerinden kaynaklanan yapısal esneklik önemli rol oynamaktadır.

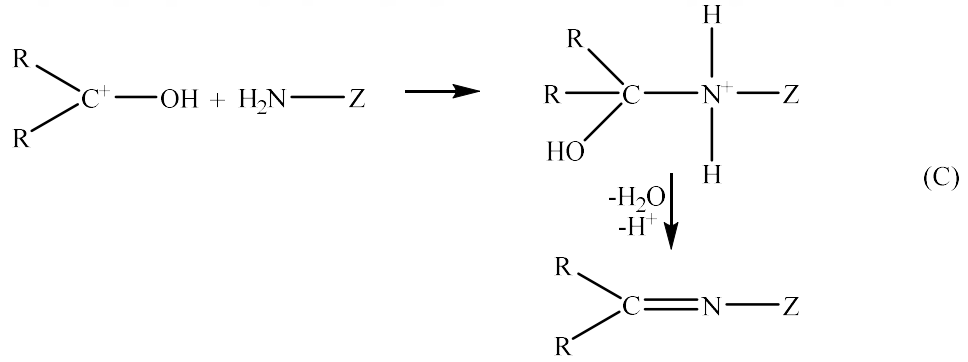
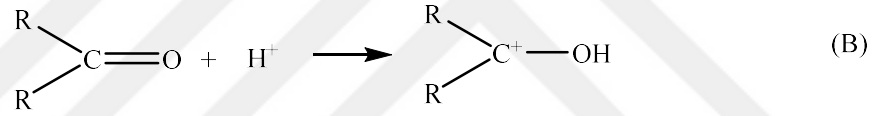
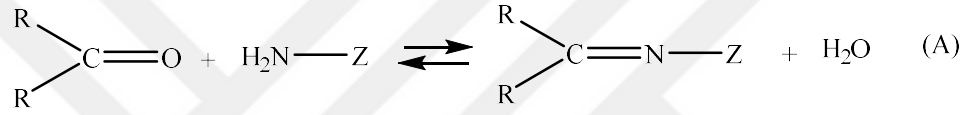
2.2. Schiff Bazlarının Adlandırılması

Genel formülü $RR'C=NR''$ şeklinde olan iminler, $>CH=N-$ (azometin) içerirler. Azometin içeren bileşiklerin birkaç ismi bulunmaktadır. Bunlar; Schiff bazları, aniller, azometin, benzilidenamin ve imindir. Son yıllarda bu bileşikler literatürde iminler ve Schiff bazları kategorisi altında incelenmiştir. Aldiminler, R'nin alkil veya aril, R nin H olduğu bileşikler olarak kabul edilirken, ketiminler hem R'nin hem de R'nin alkil veya aril olduğu bileşikler olarak kabul edilir. Bu isimlendirmeye uygun

olarak Schiff bazları, bu iminlerin R'nin sadece aril, R'nin H ve R''nin ya alkil ya da aril grubu olduğu bileşikler olarak sınırlandırılabilir (Layer, 1963). Schiff bazları genellikle türetildikleri aldehit ya da ketonun adına -imin kelimesi eklenerek veya -aldimin ve -ketimin son ekleri kullanılarak adlandırılırlar (Forman, 1964).

2.3. Schiff Bazlarında pH Önemi

Karbonil bileşikleri primer amin grupları ile kondenzasyon tepkimeleri verir ve karbonazot çifte bağı oluşur. Bu bağı imin veya azometin bağı adı verilir. Kondenzasyon tepkimelerinin genel şeması aşağıda verilmiştir. Karbonil bileşiği aldehit ise oluşan bağı azometin veya aldimin, keton ise oluşan bağı imin veya ketimin adı verilir (Beyer ve Walter, 1988; Brown vd, 2014).



Şekil 2.1. Karbonil bileşikleri birincil amin grupları ile kondenzasyon tepkimeleri

R ve Z ne kadar elektron çekici ve rezonansa iştirak edebilen gruplar ise azometin bileşiği o kadar kararlıdır. Kondenzasyon tepkimelerinin mekanizması katılma-ayırılma reaksiyonu üzerinden yürür. Bu yüzden azometin bileşiklerinin meydana gelmesinde ortamın pH'ı çok etkilidir. Reaksiyonun pH'a bağımlılığını gösteren mekanizmayı şu şekilde gösterebiliriz.



Şekil 2.2. Azometin bileşiklerinde pH'ya bağımlılık

Görülüyor ki bu tepkimelerde H^+ önemli bir rol oynamaktadır. Ancak (D) numaralı reaksiyonda da görüldüğü gibi aşırısından kaçmak gerekir. Yukarıda açıklanan karbonil kondenzasyon ürünlerinin bir grubu Schiff bazlarıdır. Her Schiff Bazının kendini meydana getiren amin ve karbonil bileşeninin karakterine bağlı olarak oluştuğu bir optimum pH veya asidite vardır. Bu optimum alandan uzaklaştıkça Schiff bazının hidroliz olup tekrar kendini meydana getiren bileşenlere ayrışma olasılığı da artmaktadır.

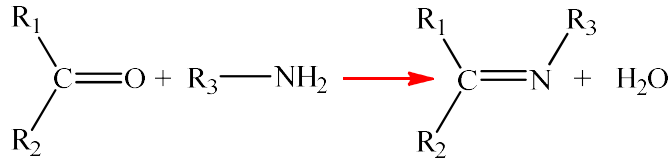
Ayrıca kondenzasyon tepkimesi ortamında suyun bulunması (A) da görüldüğü gibi tepkimeyi sola kaydırır bu da istenmeyen bir durumdur. Bu nedenle kondenzasyonlar genellikle suyun azeotrop teşkili ile damıtma yoluyla ortamdan uzaklaştırılabildiği çözücülerde yapılır.

2.4. Schiff Bazlarının Sentezi

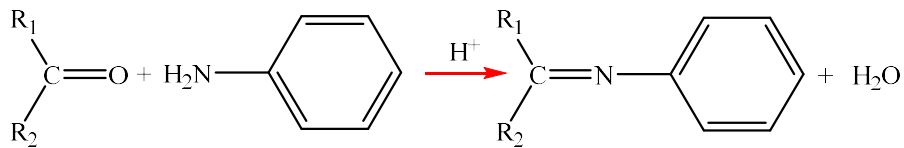
Schiff bazlarının sınıflandırılması sentezlendikleri amin bileşiğine göre yapılır.

2.4.1. Birincil Aminler ile Aldehit ve Ketonların Tepkimesinden

Schiff bazları birincil amino grubu içeren bileşiklere aromatik veya alifatik aldehit bileşiklerinin katılarak su ($-H_2O$) ayrılması sonucu elde edilebilir. Örneğin; aminotiyoller, *o*-aminofenoller, α -aminoasitler ve aminoalkollerle asetilaseton veya salisilaldehit ve benzerlerinin katılması ile elde edilebilir.



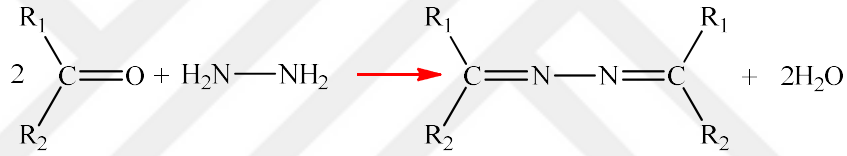
Şekil 2.3. Birincil amininden sentezlenen iminler



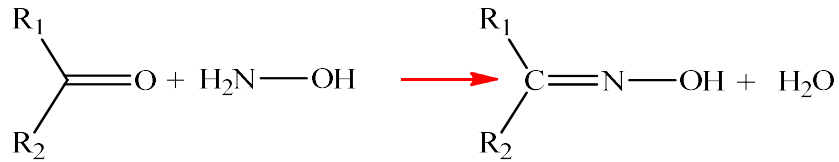
Şekil 2.4. Anilinden sentezlenen aniller

2.4.2. Hidrazin ve Türevlerinin Aldehit ve Ketonlarla Tepkimesinden

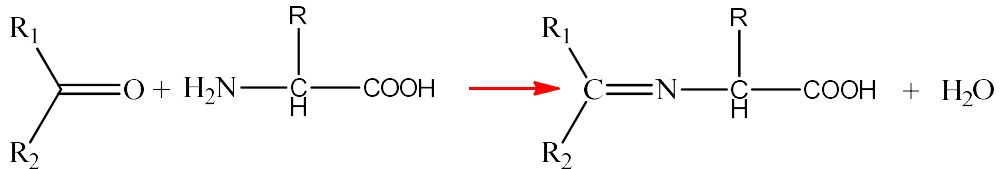
Hidrazin $\text{NH}_2\text{-NH}_2$ yapısındadır. Hidrojen atomlarının başka bir grup atom ile yerdeğiştirdiği hidrazin türevleri vardır. N atomu üzerindeki ortaklanmamış bir çift elektron ile alkil karbonu tepkimeye girerek alkil C ile N atomu arasında bir çift bağ oluşturur. Hidrazonların koordinasyon yetenekleri, farmakolojik aktiviteleri, antibakteriyel antifungal özelliklerinden dolayı, yapıları çok iyi bir şekilde araştırılmıştır. 1952 yılında salisilaldehit benzoilhidrazon'un bakteriyostatik özelliklere sahip olduğu gösterilmiş (Offe, 1988), 1982'de salisilaldehit benzoilhidrazon içeren bir dizi üç dişli ONO hidrazonlarının demir şelatlaştırıcı ilaçlar olduğu tahmin edilmiştir (Johnson vd, 1982a). Ayrıca salisilaldehit benzoilhidrazon bileşiğinin çok çeşitli insan ve hayvan hücrelerinin gelişiminde ve DNA sentezinde nadiren kullanılan güçlü bir inhibitör olduğu da belirlenmiştir (Johnson vd, 1982b; Pickart vd, 1983).



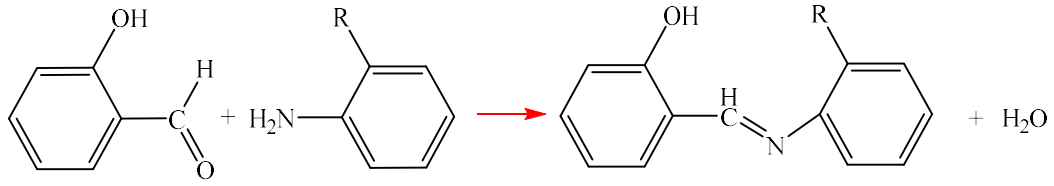
Şekil 2.5. Hidrazinden sentezlenen hidrazon ve azinler



Şekil 2.6. Hidroksil aminden sentezlenen oksimler (Oksi-İminler)



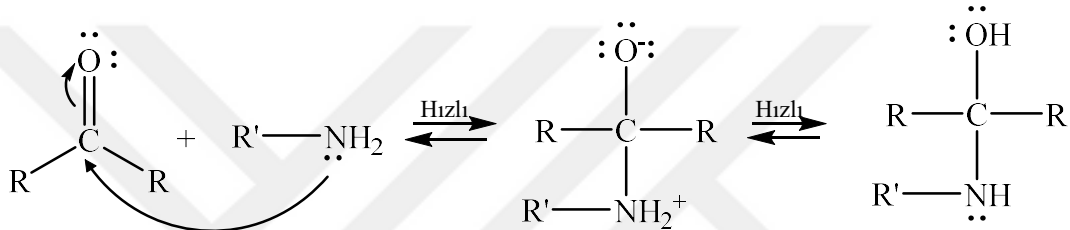
Şekil 2.7. Amino asitlerden sentezlenen iminler



Şekil 2.8. Sübstitüe aromatik aminlerden sentezlenen iminler

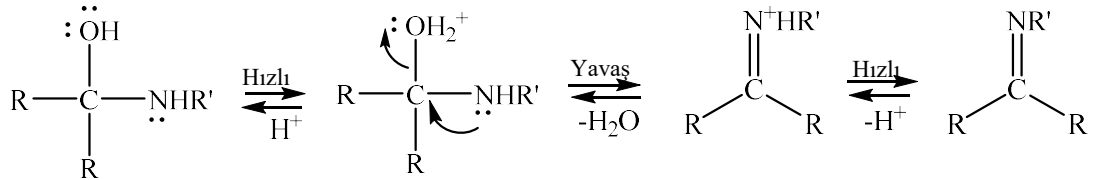
2.5. Schiff Bazlarının Oluşum Mekanizması

İmin oluşumunun mekanizması, iki basamaklı bir işlemdir. İlk basamak, nükleofilik aminin kısmi pozitif yük taşıyan karbonil karbonuna katılması, sonra azotun bir proton kaybetmesi ve oksijene bir proton bağlanmasıdır (Fessenden vd, 2001).



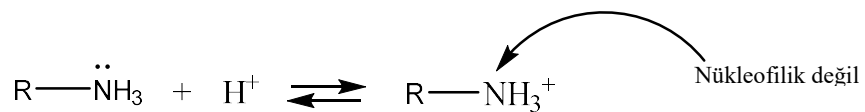
Şekil 2.9. Schiff bazı oluşum mekanizması birinci basamağı

2. basamakta ise, protonlanmış olan OH grubu su olarak ayrılır.



Şekil 2.10. Schiff bazı oluşum mekanizması ikinci basamağı

İmin oluşumu pH'a bağımlı bir tepkimedir. İlk basamak, protonlanmamış serbest aminin karbonil grubuna katılmasıdır. Şayet çözelti çok asidik olursa, amin derişimi ihmal edilecek kadar azalır. Böyle olduğunda, normalde hızlı olan katılma basamağı yavaşlar ve tepkime dizisinde hız belirleyen basamak haline gelir (Fessenden vd, 2001).



Şekil 2.11. Asit ortamında aminlerin davranışı

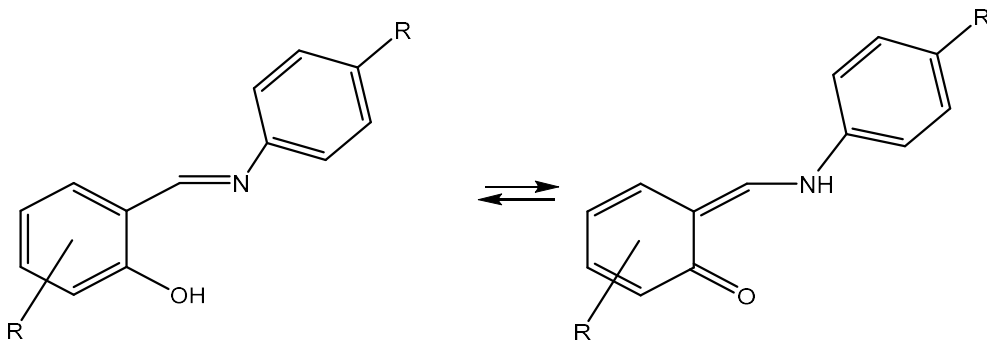
Tepkimedeki ikinci basamak, protonlanmış OH grubunun su olarak ayrılmasıdır. İlk basamağın (amin katılması) aksine, asit derişiminin artması ikinci basamağın hızını arttırır. OH kuvvetli bir baz ve zor ayrılabilen bir grup iken, -OH₂ zayıf baz ve iyi ayrılabilir grup olup, H₂O şeklinde kolayca ayrılabilir.

Asitliğin yüksek olması, 2. basamağın daha hızlı, fakat 1. basamağın daha yavaş yürümesine neden olur. Buna karşılık asitliğin azalmasıyla, 1. basamak daha hızlı, 2. basamak ise daha yavaş yürür. En uygun pH, bu iki aşırı ucun arasındaki pH'tır (pH=3-4). Uygun pH'ta tepkimenin toplam hızı en yüksek olur. Bu pH'ta aminin bir kısmı protonlanmıştır, ancak nükleofilik katılma tepkimesini başlatabilmek için yeterli miktarda serbest amin de bulunmaktadır. Bu pH'ta yeterli hızda ayrılmanın gerçekleşebilmesi için de istenen asit vardır (Fessenden vd, 2001).

2.6. Schiff Bazlarında Tautomerizm

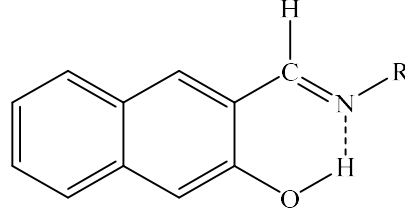
Schiff bazlarının yapısına etki eden bir faktör de indüktif etkidir. Bu bileşiklerde hem azot hem de karbon atomu süstitüe olabileceğinden karbonil bileşiklerinde görülmeyen bir tautomeri ortaya çıkmaktadır. Orto hidroksi grup içeren aldehitlerden oluşan Schiff bazlarında fenol-imin, keto-amin olmak üzere iki tip tautomerik form gözlenir. Bu tip tautomerik formun varlığı ¹³C-NMR, ¹H-NMR, UV-vis. spektroskopik yöntemleri ve X ışınları kristallografisi çalışmaları ile belirlenmiştir (Nazır, 2000; Ünver, 2001).

Schiff bazları genellikle çözelti içerisinde enol-imin tautomerleşmesi yaparlar ve bu moleküller, molekül içi ve moleküller arası hidrojen bağı yaparak tautomer dengeleri gösterirler (Ünver, 2010).

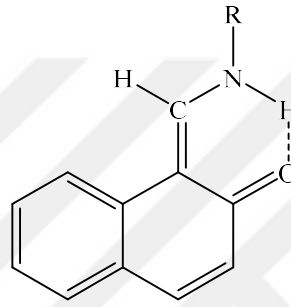


Şekil 2.12. Schiff bazlarının enol-imin ve keto-amin tautomerleri

3-Hidroksi-2-naftaldehit'ten oluşan Schiff bazlarında fenol-imin tautomerik formu baskınken, 2-hidroksi-1-naftaldehit'ten oluşan Schiff bazlarında keto-amin tautomerik formunun baskın olduğu görülmüştür(Costamagna, 1992).



Şekil 2.13. 3-Hidroksi-2-naftaldehit'ten oluşan fenol-imin baskın tautomerik formu 3-hidroksi-2-naftaliden



Şekil 2.14. 2-Hidroksi-1-naftaldehit'ten oluşan keto-amin baskın tautomerik formu 2-hidroksi-1-naftaliden

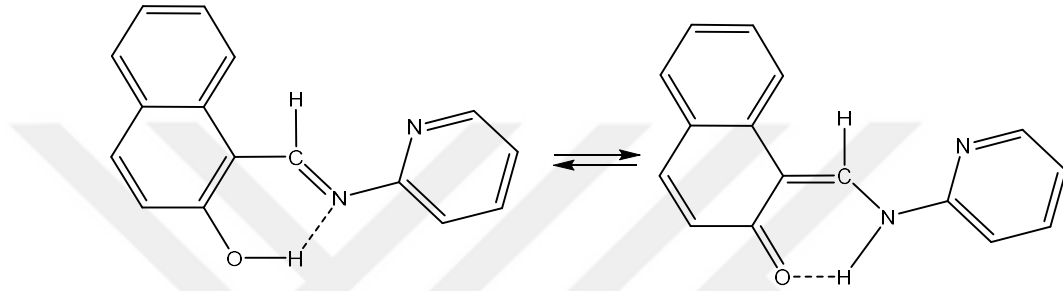
2.7. Schiff Bazlarında Hidrojen Bağı

Schiff bazları ilginç fiziksel ve biyolojik özelliklere sahiptir ve buda proton transfer denge ve molekül içi hidrojen bağı göstermelerine bağlıdır. Hidrojen bağı çeşitleri kullanılan aldehit veya ketona bağlı olup, molekülün stereokimyasına ve imino (N) atomundaki substitüente bağlı değildir. Aromatik halkadaki substitüentler konformasyon ve hidrojen bağı enerjisini etkiler (Gavranić vd, 1996).

Hidrojen bağının varlığı FT-IR, ¹H-NMR gibi spektroskopik analizlerde kanıtlanmıştır. Örneğin FT-IR spektrumlarında hidrojen bağı yapmamış bileşiklerde 3600 cm⁻¹'de görülen (-OH) gerilme titreşimi, hidrojen bağı oluşturmuş bileşiklerde 2300-3300 cm⁻¹ arasında geniş bir bölgeye yayılmış olarak gözlenir (Freedman, 1961). Kaynaklarda yapılan araştırmalara göre azometin grubu üzerinde yer alan alkil veya aril gruplarının sterik olarak birbirlerini itmesi moleküldeki hidrojen bağının güçlenmesine neden olmaktadır. Bu durum, sterik itme sonucu moleküldeki

şelat halkasının düzlemselliğinin artması ile daha uygun konumda hidrojen bağı oluşmasına imkan tanınmasının bir sonucudur (Filarowski vd, 1999).

o-Hidroksi aromatik aldehit, *o*-Hidroksi aminlerden hazırlanan Schiff Bazlarında hidrojen bağıının OH...O şeklinde olduğu ve OH grubu bulundurmeyen Schiff Bazları ile aynı veya yakın bazik özelliğe sahip olduğu görülmüştür. OH...N hidrojen bağı oluşturan tek OH grubuna sahip Schiff bazlarında ise, iki OH grubunu bulunduran ve hiç bulundurmeyen Schiff bazlarına göre bazlık kuvvetlerinin azaldığı görülmüştür (Salman vd, 1991).

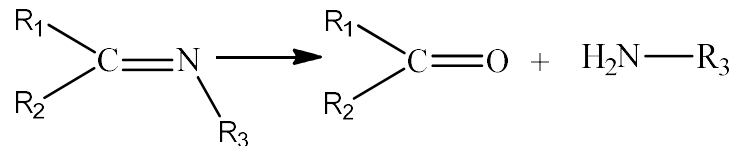


Şekil 2.15. Hidrojen bağı yapmış enol-imin ve keto-amin tautomer yapıları

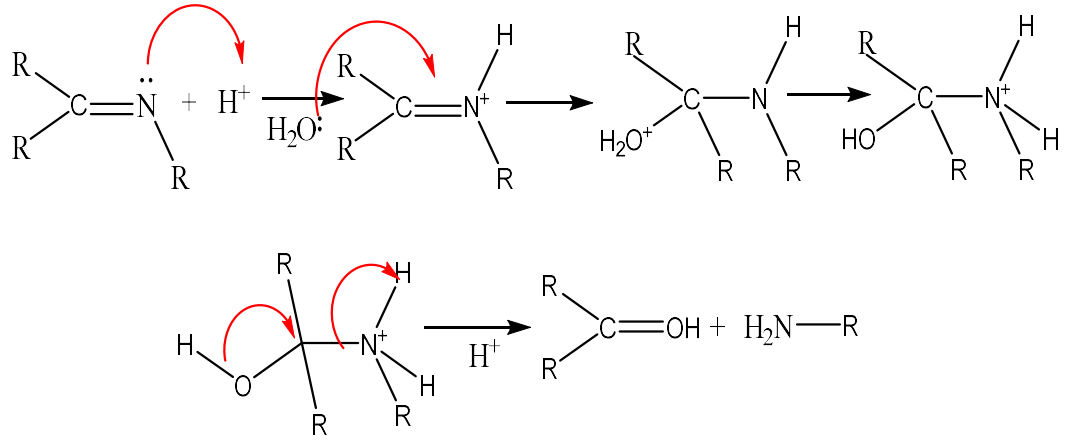
2.8. Schiff Bazlarının Kimyasal Tepkimeleri

2.8.1. Hidroliz Tepkimeleri

Schiff bazı sentezindeki tepkime basamakları tersinirdir ve Schiff bazlarının hidroliziyle başlangıç maddelerinin (karbonil bileşiği ve aminler) elde edilmesi mümkündür. Hidroliz gerçekleşirken ilk basamakta ara ürün olan karbinolamin oluşur ve ikinci basamakta karbinolamin parçalanarak reaksiyon ürünleri olan aldehit veya keton ile amini meydana getirir. Hidroliz tepkimesinin hızı $[H^+]$ derişimine bağlıdır ve hidroliz tepkimelerinin genellikle asit katalizörlüğünde gerçekleştiği söylenebilir (Fessenden vd, 2001).



Şekil 2.16. Schiff bazı hidroliz tepkimesi



Şekil 2.17. Schiff bazının asidik ortamda hidroliz tepkimesi mekanizması

2.8.2. İndirgenme Tepkimeleri

İminlerin, Schiff bazlarının, hidrazonların ve diğer C=N bağı içeren maddelerin NaBH₄, Na-EtOH, hidrojen katalizör ve diğer indirgeyici etkenlerle indirgenebildiği çalışmaları yapılmıştır (Rylander, 2012).

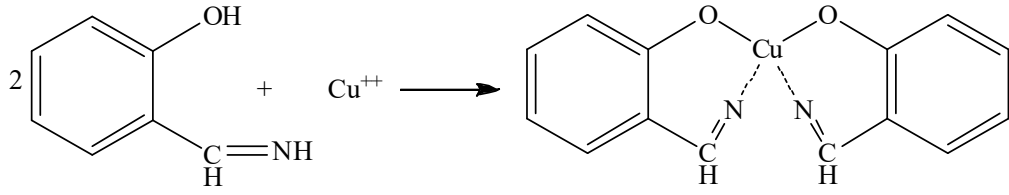


Şekil 2.18. Schiff bazının indirgenme tepkimesi

2.8.3. Kompleks Oluşumu

Metal komplekslerinin sentezinde üç yöntem kullanılmaktadır. Bunlar sırasıyla; Metal tuzu ile Schiff bazının doğrudan etkileşmesi (March, 1992), Aldehit, amin ve metal tuzunun kalıp olarak kondenzasyonu (Fernández-G vd, 2001), aldehito komplekslerinin aminlerle kondenzasyonudur (Krygowski vd, 1997).

Schiff bazları, karbonil bileşiklerinin oluşturduğu komplekslere benzer kompleks oluşumu gösterirler. Metallerle karakteristik halka oluşumuna sahiptirler. Halka bir ya da iki çift bağ içerir. Örnek olarak salisilaldehit iminlerinin metallerle oluşturduğu kompleks verilebilir.



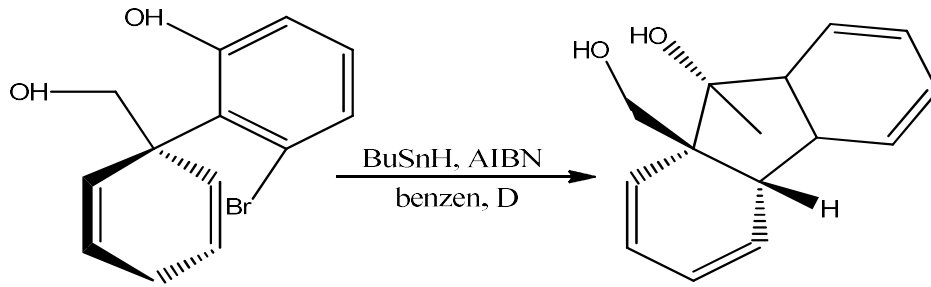
Şekil 2.19. Schiff bazlarının kompleks oluşturma tepkimeleri

Schiff bazlarının metallerle oluşturduğu kompleks bileşiklerinin çoğu boyarmadde özelliği göstermektedir. Örneğin, 2-piridinkarbaldehit ve 2-hidroksianilinden meydana gelen (2-piridilmetilenamino)fenolün Ni^{+2} ve Cr^{+3} ile oluşturduğu kompleksler boyar madde özelliği gösteren bileşiklerdir (Grabarić vd, 1993; Papić vd, 1994).

2.8.4. Halka Kapanma Tepkimeleri

Schiff bazları tiyoglikonik asit ve tiyolaktik asitle halka kapanması sonucu tiyazolidinon türevlerini oluşturmaktadır (Aydogan vd, 2001).

Sikloheksa-1,4-diendiol radikalik halka kapanması sonucunda yeni bir beşli halka oluşmuştur. Bu bileşik üzerindeki fonksiyonel gruplar değiştirilerek oluşan ürünün verimi arttırılmıştır (Elliott ve El Sayed, 2005).

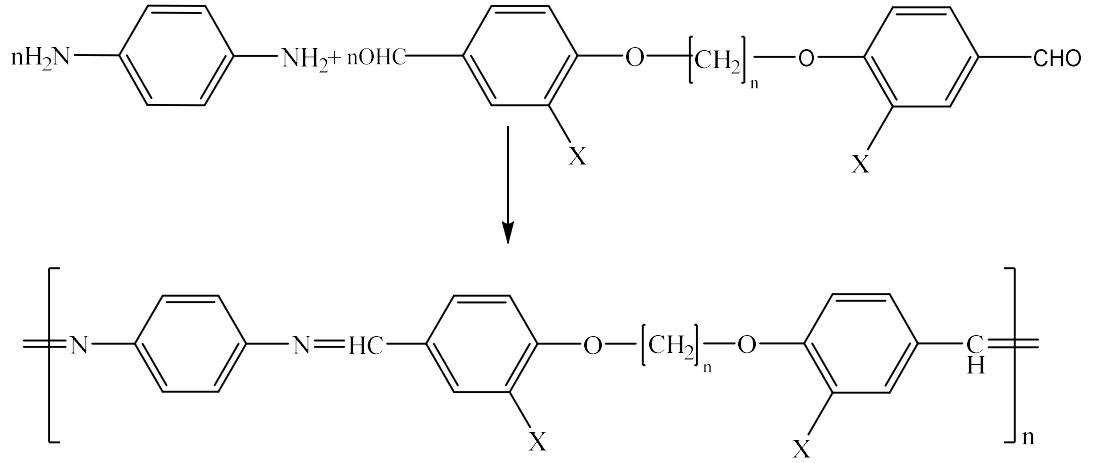


Şekil 2.20. Schiff bazlarının halka kapanma tepkimeleri

2.8.5. Polimerleşme Tepkimeleri

Aromatik aldehytler, alifatik veya aromatik ketonlar, aminlerle oldukça kararlı azometinleri verirler. Buna karşılık $-\text{CH}_2\text{CH}=\text{N}-$ grubu içeren primer aldehyt azometinleri kolaylıkla aldol tipi kondenzasyon tepkimeleri verirler. Bu yüzden bu gibi aldehytlerin aminlerle tepkimelerinde genellikle polimerleşme görülür .

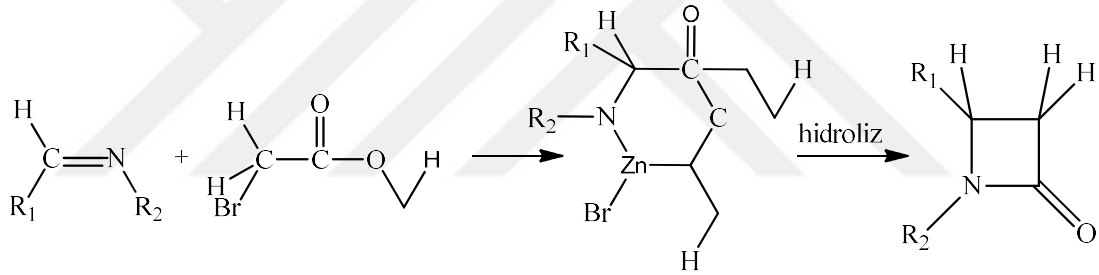
Diaminlerle dialdehytin tepkimeye girmesi sonucunda poli Schiff bazları elde edilebilmektedir (Catanescu vd, 2001).



Şekil 2.21. Poli Schiff bazlarının oluşum tepkimeleri

2.8.6. Zn ve Haloesterlerle Tepkimeleri

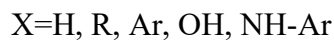
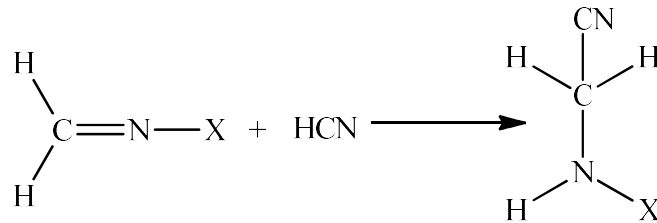
Schiff Bazları Zn ve haloesterlerle oda sıcaklığında muamelesi sonucunda β -laktamlar elde edilir (March, 1992).



Şekil 2.22. Schiff bazların Zn ve haloesterlerle tepkimeleri

2.8.7. HCN ile Tepkimeleri

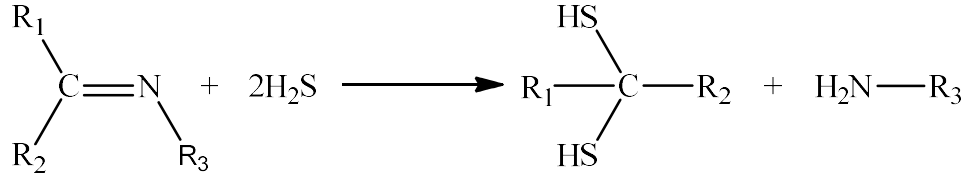
Schiff bazlarına hidrojen siyanür (HCN) katılması tepkimesi hızlı gerçekleşen bir tepkimedir ve amino nitrillerin oluşmasını sağlar (March, 1992).



Şekil 2.23. Schiff bazlarına HCN katılma tepkimesi

2.8.9. H₂S ile Tepkimeleri

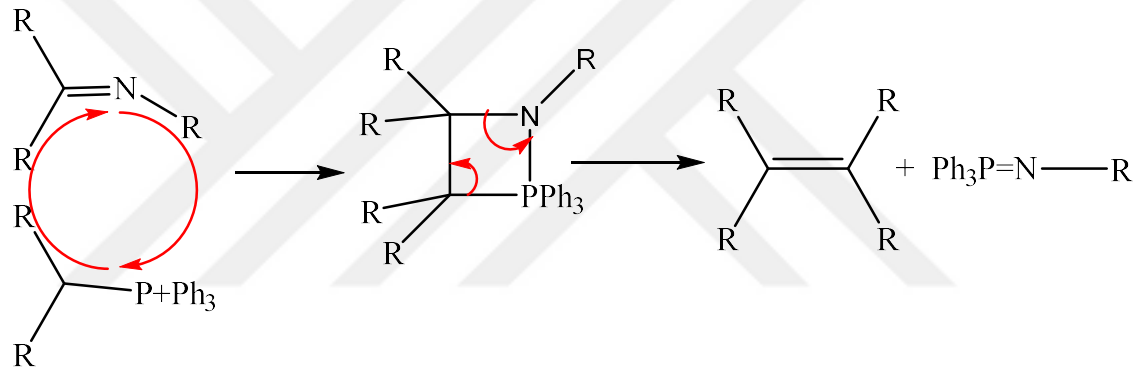
Schiff bazlarının H₂S ile muamelesi sonucunda geminal ditiyoller elde edilmektedir (March, 1992).



Şekil 2.24. Schiff bazların H₂S ile tepkimeleri

2.8.10. Fosforanlarla Tepkimeleri

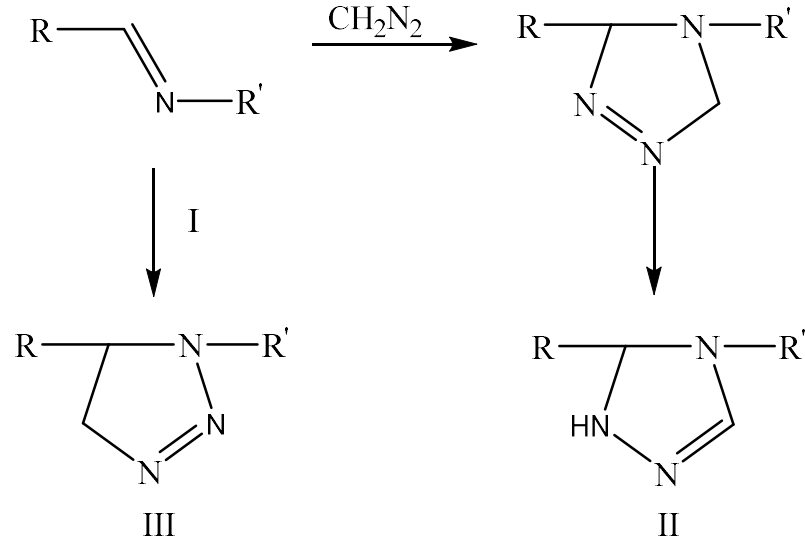
Schiff bazları fosforanlarla tepkimesi sonucu alkenleri oluştururlar (March, 1992).



Şekil 2.25. Schiff bazların fosforanlarla tepkimeleri

2.8.11. Diazometanla Tepkimeleri

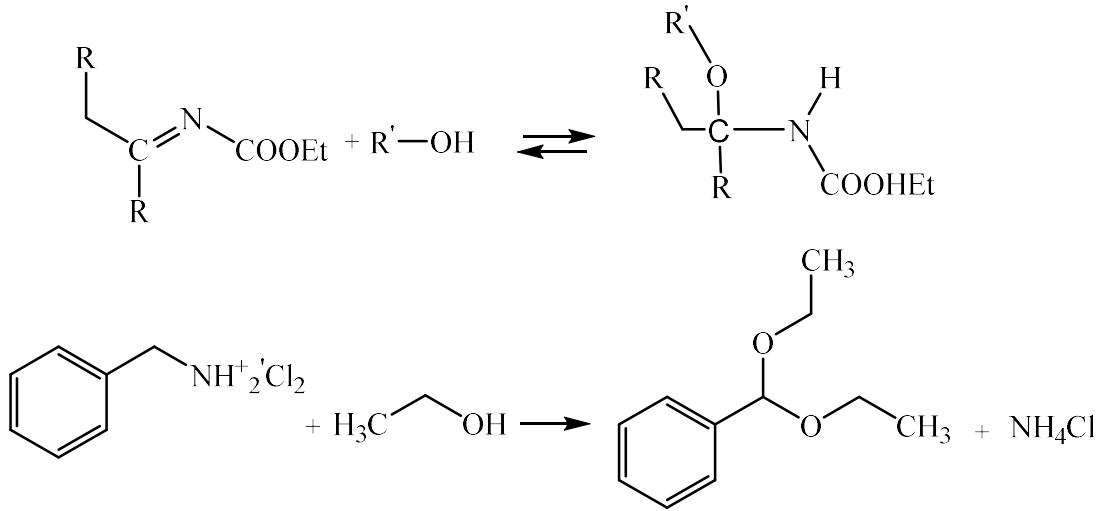
Schiff bazlarına dioksan-su karışımında (NiO₂) katalizörü yanında diazometan katılırsa karşılık gelen 1,2,3-triazolinler meydana gelir. 1,2,3-triazolin türevleri üçüncül-butilamonyum klorür ve potasyum permanganatın benzen-su karışımında yaklaşık 4 saat geri soğutucu altında kaynatılması halinde 1,2,3-triazollere dönüşür (Erşahin, 2007).



Şekil 2.26. Schiff bazların diazometanla tepkimesi

2.8.12. Alkollerle Tepkimeleri

Schiff bazlarının alkollerle tepkimesi iki basamakta gerçekleşir. İlk basamakta ürün olarak karbonilamin eter oluşmaktadır ve geri dönüşümlüdür. Asit katalizörlüğünde alkolizasyon devam ettirildiğinde geri dönüşümsüz olan ikinci basamakta ürün olarak asetal ve amin tuzu elde edilebilir (Duman, 2007).



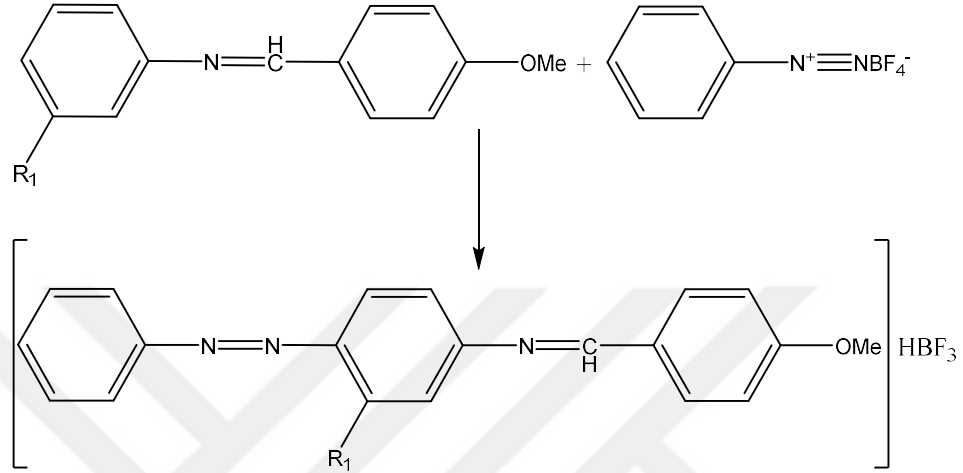
Şekil 2.27. Schiff bazlarının alkollerle tepkimesi

2.8.13. Kenetlenme Tepkimeleri

Azo grubunu oluşturmak için yapılan kenetlenme tepkimesine azo kenetlenmesi de denilir. Bu tepkime, aromatik birincil aminden oluşmuş bir diazonyum tuzu ile -OH,

-NH₂, NH(R) gibi bir grup taşıyan aromatik yapıdaki kenetleme bileşeninin karşılıklı etkileşimi sonucu oluşur. Yukarıdaki tanımlamaya göre sentez, diazolanırma ve kenetlenme olmak üzere iki aşamada gerçekleşir.

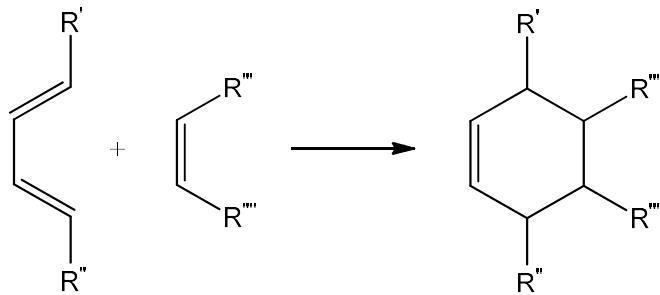
Schiff bazları diazonyumtetrafloroborat tuzlarıyla tepkimeye girerek karşılık gelen azo-azometin bileşiklerini oluştururlar (Fishwick vd, 1991; Karaer, 1997).



Şekil 2.28. Schiff bazlarının kenetlenme tepkimeleri

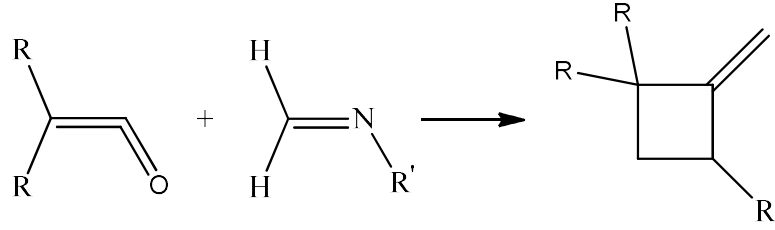
2.8.14. Siklokatılma Tepkimeleri

Siklo katılma tepkimeleri polisiklik ve heterosiklik bileşiklerin sentezinde kullanılan önemli bir yöntemdir. Siklo katılma tepkimeleri kimyasal perisiklik tepkimeler olarak da tanımlanabilirler (Noorizadeh ve Maihami, 2006).



Şekil 2.29. Diels-Alder tepkimesi

1,3-dipolar siklo katılma tepkimeleri şeklinde iki ana gruba ayrılmaktadır. Bu tip tepkimelerde 2 π bağı koparken 2 yeni σ bağı oluşur. Tepkimede itici güç, oluşan yeni σ bağlarının, π bağlarına göre daha kararlı olmasıdır. Schiff bazları keton ile siklo katılma tepkimesi sonucunda β-laktamları meydana getirirler (March, 1992).

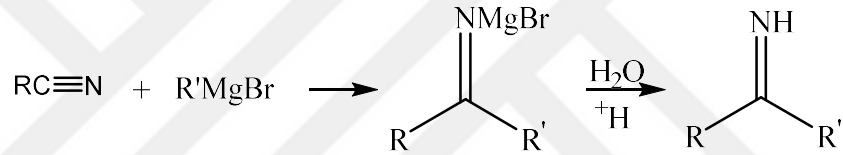


Şekil 2.30. Schiff bazlarının keton ile siklo katılma tepkimeleri

2.8.15. Organometalik Bileşiklerle Tepkimeleri

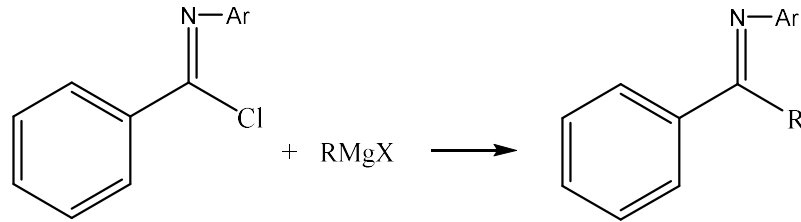
Metal-karbon bağı içeren bileşikler organometalik olarak adlandırılırlar. Bu tür bileşikler RM genel yapısı ile gösterilir. Bu tür bileşiklerden en fazla kullanılanları Grignard olarak bilinen R-MgX, organolityum olarak bilinen R-Li ve organoçinko olarak bilinen R-ZnX bileşikleridir (Jenkins, 1992).

Grignard reaktifleri nitrillerle ketiminleri oluşturmak için tepkime verebilirler.



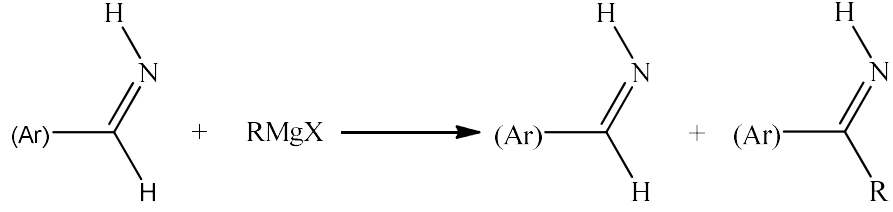
Şekil 2.31. Nitrillerin grignard bileşikleri ile tepkimeleri

C-klor-N-benzilideanilinlerdeki klor atomunun Grignard reaktifinin aril veya alkil grubuyla yer değiştirmesi sonucu yüksek verimle iminler elde edilebilmektedir.



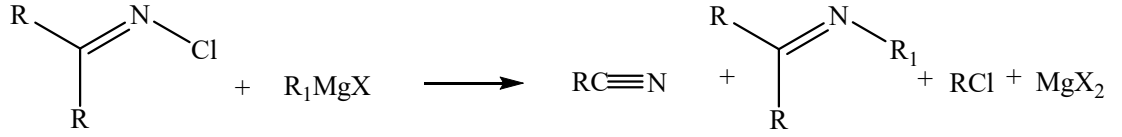
Şekil 2.32. Grignard bileşiğinin aril veya alkil grubuyla yer değiştirme tepkimesi

Aromatik aldehytlerin oksimleri ile Grignard reaktiflerinin tepkimesi sonucu ana ürün olarak benzilamin elde edilirken, yan ürün olarak ketiminler elde edilebilmektedir.



Şekil 2.33. Aromatik aldehitlerin Grignard bileşikleri ile tepkimeleri

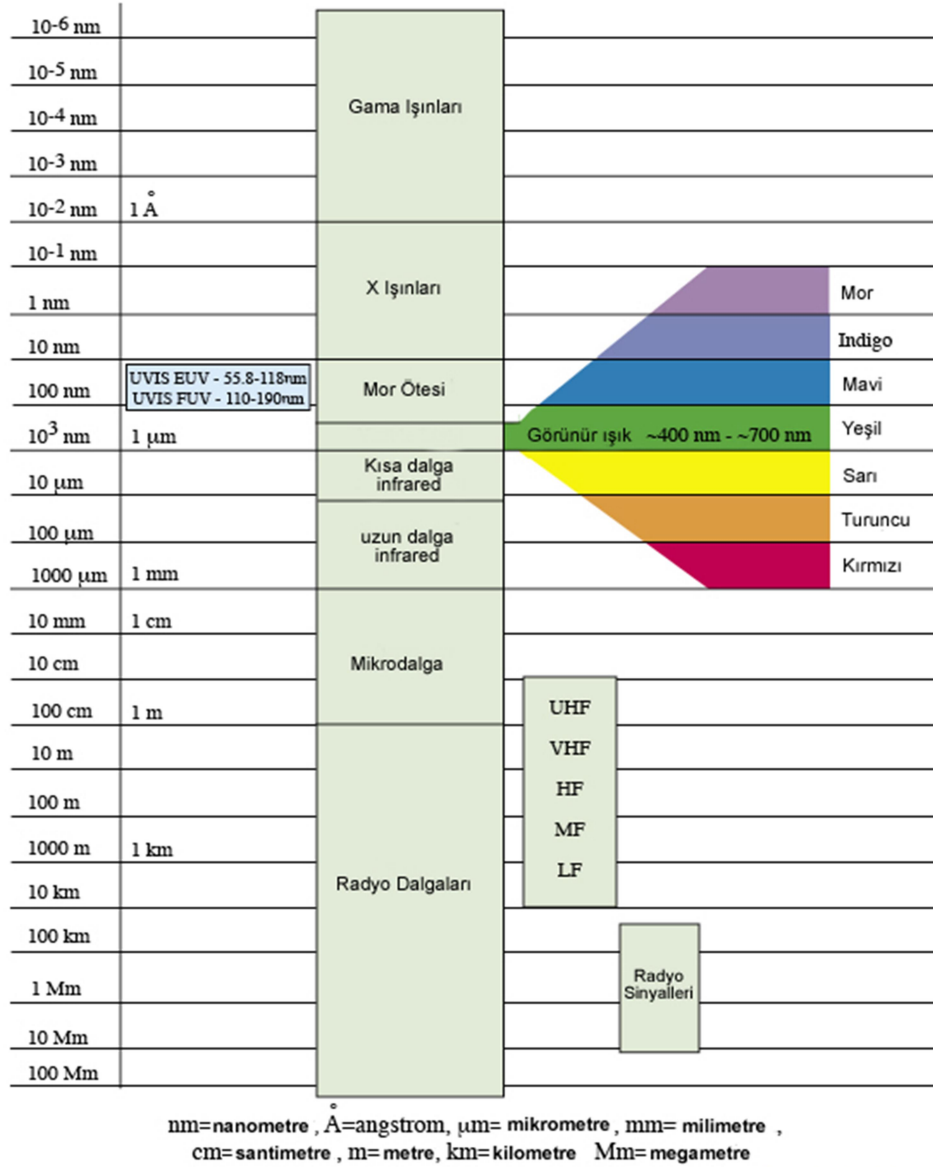
N-kloroiminlere Grignard reaktiflerinin eter ortamında yavaşça eklenmesi %50 imin ve %20 verimle nitril elde edilmesiyle sonuçlanmaktadır (Duman, 2007).



Şekil 2.34. *N*-kloroiminlere Grignard reaktiflerinin eter ortamında tepkimesi

2.9. Schiff Bazlarının Spektroskopik Özellikleri

Bu bölümde Schiff bazlarının IR Spektrumları, UV-vis. Spektrumları, NMR spektrumları ve X-Işını kırınımı verilecektir.



Şekil 2.35. Elektromanyetik dalga çeşitleri ve dalga boyları

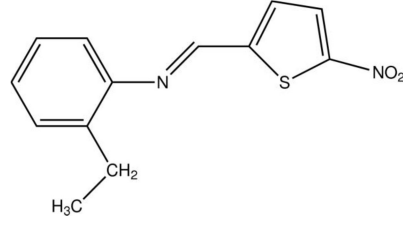
2.9.1. Schiff Bazlarının IR Spektrumları

Azometin (>C=N-) grubunun soğurması 1689-1571 cm⁻¹ bölgeleri arasında gözlenmektedir. C=N gerilme titreşimi, değişken şiddette olmakla beraber, C=C gerilme titreşimlerinden daha şiddetlidir (Silverstein ve Bassler, 1962). O-hidroksi Schiff bazlarında keto yapısının delokalize π bağı taşıyan karbonil C=O grubundan kaynaklanan keskin soğurmaları 1600 cm⁻¹'den daha büyük değerlerde gözlenmektedir. 5-nitro-*N*-salisilidenetilamin üzerine yapılan çalışmalarda asetonitril içerisinde alınan spektrumda karbonil frekansının 1680 cm⁻¹ geldiği gösterilmiştir (Majerz vd, 2000). Bu da keto karakterin artmasıyla karbonil frekansının yükseldiğini göstermektedir.

IR spektrumlarında azometin grubu dışında moleküle bağlı diğer grupların titreşimlerini de gözlemek mümkündür. Nitro grubunun bağlı olması durumunda 1550-1500 cm^{-1} ve 1360-1290 cm^{-1} bölgesinde iki kuvvetli soğurma gösterir. Molekül içihidrojen bağlı sistemlerde 3200-2500 cm^{-1} arasında zayıf ve yayvan bir pik meydana gelirken moleküller arası hidrojen bağlı sistemlerde 3550-3450 cm^{-1} arasında soğurma gözlenmektedir. Aromatik C-H gerilme titreşimleri 3100-3000 cm^{-1} bölgesinde ortaya çıkarken aromatik C=C gerilme titreşimleri 1600-1585 cm^{-1} ve 1500-1400 cm^{-1} bölgesinde ve CH_2 için alifatik C-H asimetric gerilmesi 2926 cm^{-1} vesimetrik C-H gerilmesi 2853 cm^{-1} , CH_3 için asimetric C-H gerilmesi 2962 cm^{-1} vesimetrik C-H gerilmesi 2872 cm^{-1} gözlenir. Aromatik halkaya klor bağlanmasıyla oluşan C-Cl bağı gerilme titreşimi 1096-1089 cm^{-1} , florun varlığında C-F gerilme titreşimi 1250-1100 cm^{-1} , C-Br gerilme titreşimi 1090-1025 cm^{-1} ve C-I gerilme titreşimi de 1080-1025 cm^{-1} aralığında gelmektedir (George ve McIntyre, 1987; Köksal, 1996; Silverstein ve Bassler, 1962).

2.9.2. Schiff Bazlarının X-Işını Kırınımı

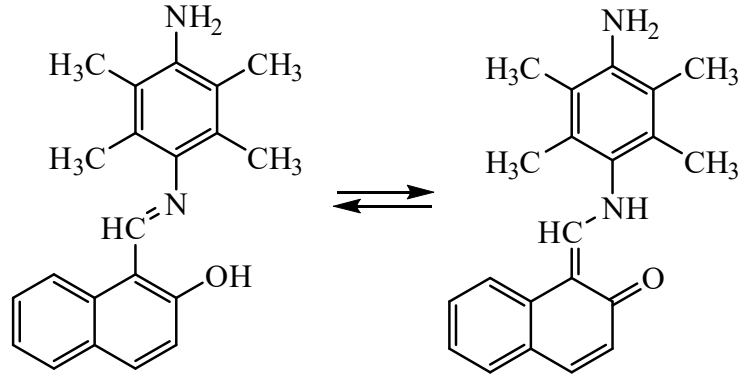
Ümit Ceylan ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada 2-Ethyl-N-[(5-nitrothiophen-2-yl)methylidene]aniline ($\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$) Schiff bazının kristal yapı verileri; Kristal Sisteminin Monoclinic, Uzay Grubu $P21/c$, $a = 11.3578$ (4) Å, $b = 7.4923$ (2) Å, $c = 14.9676$ (6) Å, Birim Hücre Parametreleri (Å) $\beta = 99.589$ (3)°, Birim Hücre Hacmi (Å³) $V = 1255.89$ (7), Birim Hücredeki Molekül Sayısı $Z = 4$, $F(000) = 544$, Hesaplanan Yoğunluk (Mg.m^{-3}) $D_x = 1.377$, Erime noktası= 385–387 K, X-ışını ve Dalga Boyu (Å) Mo $K\alpha$, $\lambda = 0.71073$, Parametre sayısı 18861, $\theta = 1.8$ – 28.0° , $\mu = 0.25$ mm^{-1} , $T = 296$ K, Boyut/Renk/Biçim $0.54 \times 0.41 \times 0.23$ mm, Prizma, sarı, Veri Toplama $T_{\min} = 0.866$, $T_{\max} = 0.954$, Gözlenen yansıma sayısı 12190, Bağımsız yansıma sayısı 2468, $R_{\text{int}} = 0.040$, $\theta_{\max} = 26.0^\circ$, $\theta_{\min} = 1.8^\circ$, h, k, l Aralığı $h = -13 \rightarrow 13$, $k = -9 \rightarrow 9$, $l = -18 \rightarrow 18$, Verilerin Arıtılması $R[F2 > 2\sigma(F2)] = 0.032$, $wR(F2) = 0.087$, $S = 1.05$, Parametre sayısı 176 ölçülmüştür (Ceylan ve ark., 2016).



Şekil 2.36. 2-Ethyl-N-[(5-nitrothiophen-2-yl)methylidene]aniline ($C_{13}H_{12}N_2O_2S$) Schiff bazı bileşiği

2.9.3. Schiff bazlarının NMR spektrumları

Yapılan çalışmalarda 2-hidroksi Schiff bazlarında $\delta=10-16$ ppm' de gözlenen ikili yada geniş tekli OH pikleri ile $\delta=8-9$ ppm' de gözlenen ikili H-C=N- piklerinin keto-amin formundan kaynaklandığı bulunmuştur. İkili pikin amin protonu (N-H) ile metin protonunun (=C-H) etkileşmesinden oluşan yarılmadan kaynaklandığı belirtilmiştir. Aşağıda verilen bileşiğin 1H -NMR spektrumundan DMSO'da keto-amin formunda olduğu bulunmuştur. Bileşikteki serbest NH_2 protonları $\delta=4.60$ ppm' de tekli pik olarak gözlenmiştir. Keto formundan dolayı NH ve =C-H protonları sırasıyla $\delta=15.64$ ve $\delta=9.56$ ppm'de ikili pik olarak gözlenmiştir. Naftil protonları $\delta=7.87-6.92$ ppm' de çoklu pik olarak bulunmuştur. $ArCH_3$ protonları $\delta=2.08$ ppm ve $\delta=2.01$ ppm' de tekli pik olarak gözlenmiştir (Ünver, 2010).



Şekil 2.37. Fenol-imin ve Keto-amin taotomeri formu

Bileşiklerin ^{13}C -NMR spektrumunda keto (C=O) formundaki karbonun kimyasal kayma değerlerinin, imin (CH=N) formundaki karbonun kimyasal kayma değerine göre daha yüksek olduğu bulunmuştur (Ünver, 2010).

Asiri ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, 1H -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}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).

Golcu ve arkadaşları tarafından sentezlenen Schiff bazlarına ait elde edilen ^1H -NMR ve ^{13}C -NMR verilerinde 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 (Golcu, 2005).

2.9.4. Schiff bazlarının UV spektrumları

Moleküler absorpsiyon spektroskopisinde bir çözeltinin absorbansının (A) veya geçirgenliğinin (T) ölçümü, 160-780 nm dalga boyları arasında ölçülmektedir. Bu absorpsiyon sonucu moleküllerdeki bağ elektronları uyarılır. Bu da; bir moleküldeki fonksiyonel grupların tanınmasında ve fonksiyonel grupları taşıyan bileşiklerin nicel olarak tayininde kullanılmakta ve organik moleküllerde π , σ ve n orbitalleri arasındaki elektron geçişlerinde görülmektedir. Organik moleküllerde dört tür elektronik geçiş görülmektedir. Bunlar, $\sigma \rightarrow \sigma^*$, $n \rightarrow \sigma^*$, $\pi \rightarrow \pi^*$ ve $n \rightarrow \pi^*$ dir. Ligandlarda $n \rightarrow \pi^*$, $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişleri meydana gelirken, komplekslerdeki metalde $d \rightarrow d^*$ geçişleri ve ligandan metale yük transfer geçişleri bulunmaktadır (Bal, 2010).

UV-vis. spektroskopisi de Schiff bazlarının bağ yapısı hakkında genel bir bilgi verebilmektedir. Bütün organik bileşikler 160-400 nm bölgesi mor ötesi, 400-780 nm bölgesinde ise görünür bölge ışımasını soğurmaktadır (Erdik, 2008).

Schiff bazlarındaki azometin grubunun 210-400 nm arasında iki absorpsiyon bandı verdiği görülür. $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişine ait absorpsiyon pikleri ultraviyole alanda 200-272 nm aralığında gözlenirken; $n \rightarrow \pi^*$ geçişine ait pikler 280-400 nm aralığında gelmektedir. Mor ötesi bölgede absorpsiyon gösteren bu zayıf kromoforun ($-\text{HC}=\text{N}-$) absorpsiyon pikleri, metallerin ve bağlı grupların çeşitliliğine göre yer değiştirebilir. Örneğin fenil gruplarıyla konjugasyon absorpsiyon piklerini daha büyük dalga boyuna kaydırır. Bu yüzden aromatik aldehit ve ketonlardan oluşan türevler genellikle sarıdır (Aksu, 2001).

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Kullanılan Kimyasallar

2,3-dihidroksibenzaldehit, 2-metoksianilin, 4-iodoanilin, 2-brom-3-metilanilin, 2-amino-4-metilfenol, 2-fenoksianilin, 3-kloro-4-(4-klorofenoksi)anilin, 3-kloro-4-metilanilin, 3,4-dimetoksibenzilamin, *N*-aminofitalamid, 2-tiyofenmetilamin, etil alkol, kloroform.

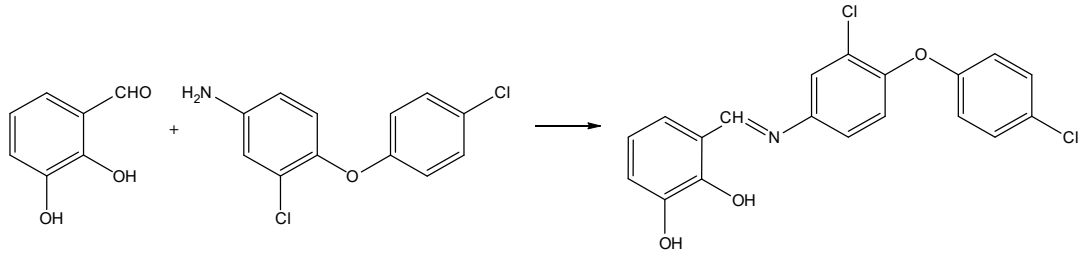
3.2. Kullanılan Cihazlar

- Erime noktası tayin cihazı Electrothermal -IA9200 sentezlenen maddelerin E.N (mp) tayini için kullanıldı.
- Hassas terazi tüm hassas tartım işlemlerinde kullanıldı.
- Manyetik karıştırıcılı ısıtıcı sentez süreçlerinin gerçekleştirilmesi için kullanıldı.
- STOE IPDS II difraktometresi ve Oxford Diffraction SuperNova (single Source at offset) Kristallerin yapılarının çözümlerinde kullanıldı.
- GBC CINTRA 20 UV-vis. spektrometresi,
- Nükleer magnetik rezonans spektrumları (¹H NMR), Bruker Ultra Shield Plus, ultra long hold time Magnet system 500 MHz 54 mm.

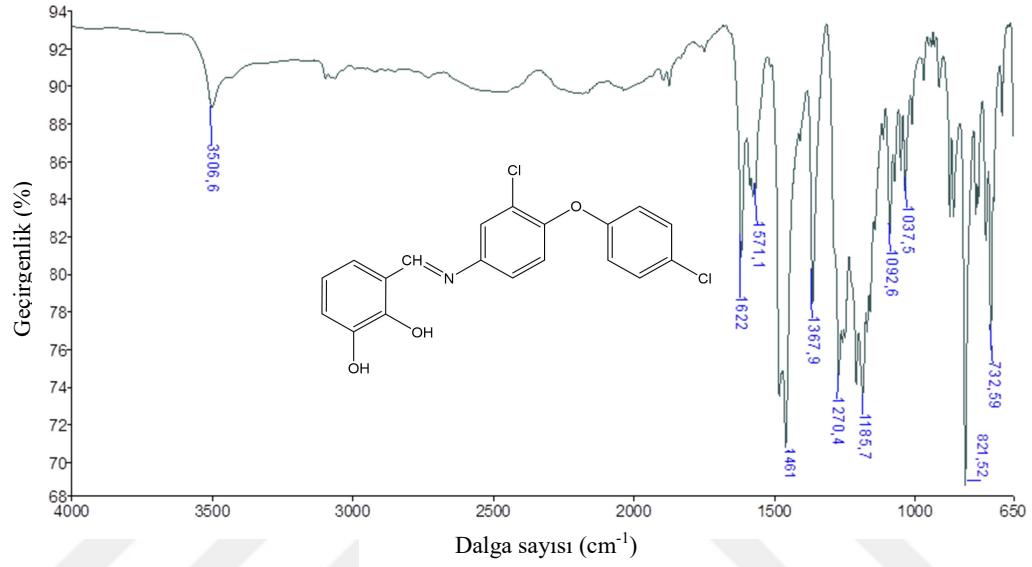
3.3. Schiff Bazı Bileşiklerinin Sentezi

3.3.1. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol Bileşiğinin (I) Sentezi (MT123)

50 mL'lik balon içerisinde 2,3-dihidroksibenzaldehit 13,8 mg (0,1 mmol) 10 mL mutlak etil alkolde çözüldü. Daha sonra üzerine 10 mL mutlak etil alkolde 3-kloro-4-(4-klorofenoksi)anilin 25,4 mg (0.1 mmol) çözülerek ilave edildi. Sonra çözelti 14 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Tepkime sonunda etil alkol buharlaştırıldı. Elde edilen (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiği etanol-kloroform (1:1) karışımında yavaş buharlaştırma yöntemiyle oda sıcaklığında kristallendirildi. Elde edilen kristalin yapısı IR, UV-vis, ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve X-ışını kırınımı metotlarıyla aydınlatıldı. Verim: %58, E.N.: 138-140°C.

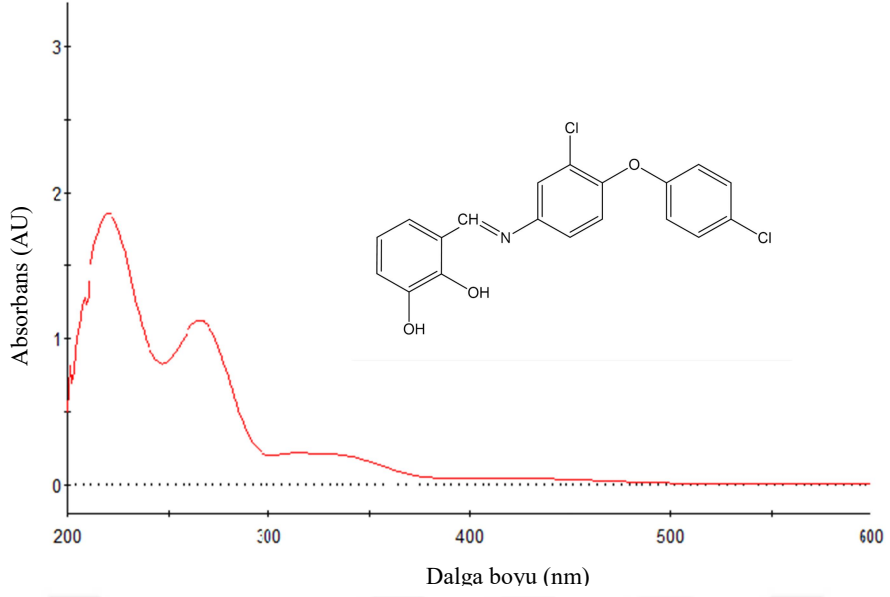


Şekil 3.1. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiminin (I) sentezi



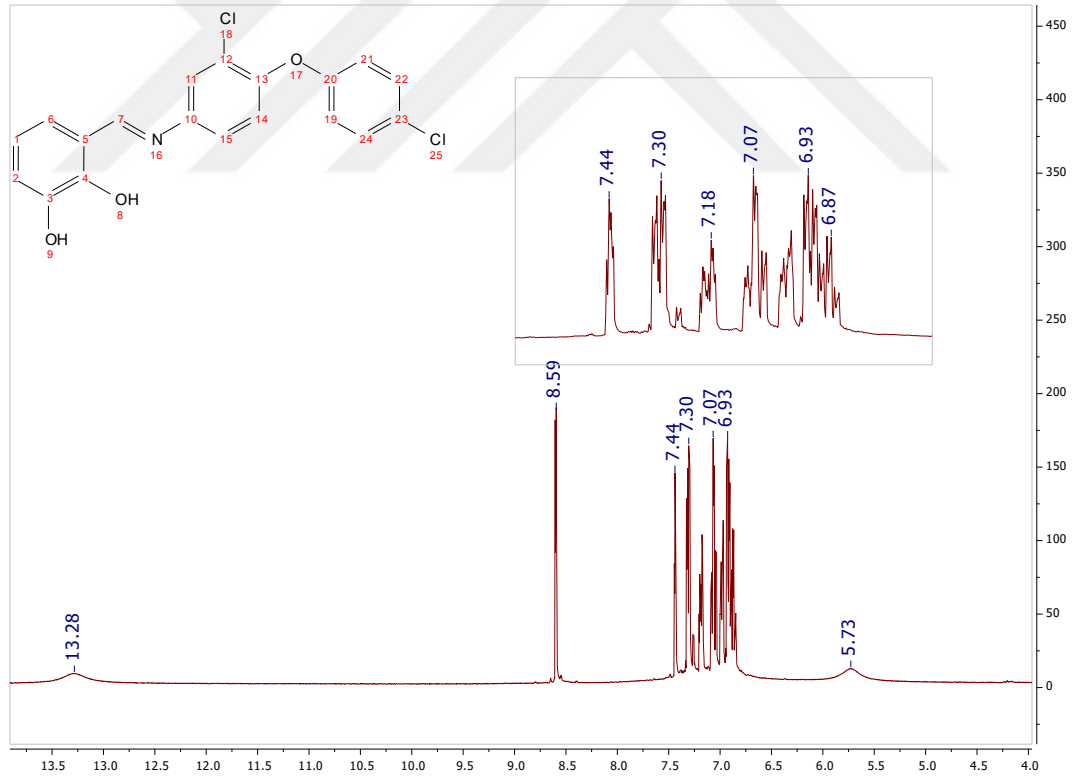
Şekil 3.2. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiminin (I) FT-IR spektrumu

FT-IR spektrumu (KBr pellet cm⁻¹): 3506 (z, O-H), 3068 (z, aromatik C-H), 1622 (ş, C=N), 1571 (ş, aromatik C=C), 1185 (ş, aromatik C-O), 1092 (o, C-Cl).ş: şiddetli, o: orta şiddetli, z: zayıf, y:yayvan.



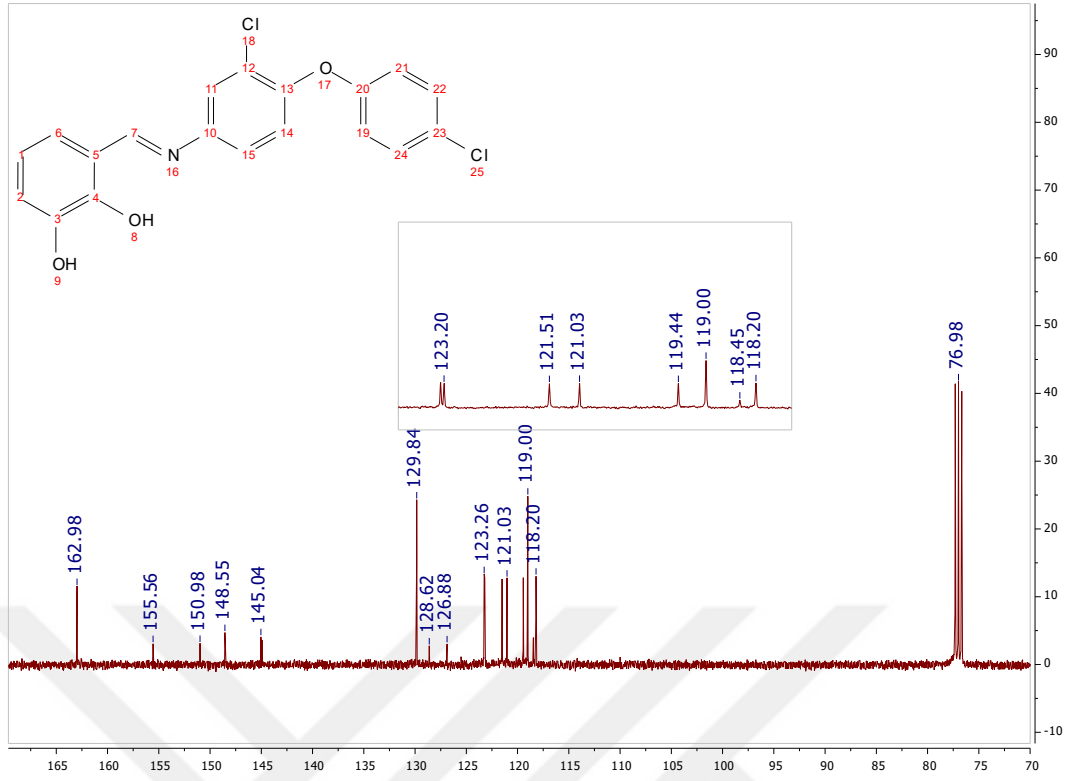
Şekil 3.3. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiminin (I) UV-vis spektrumu

UV-vis soğurma spektrumu (λ_{\max}/nm , 2×10^{-5} M $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$): λ_{\max} : 215, 273 nm.



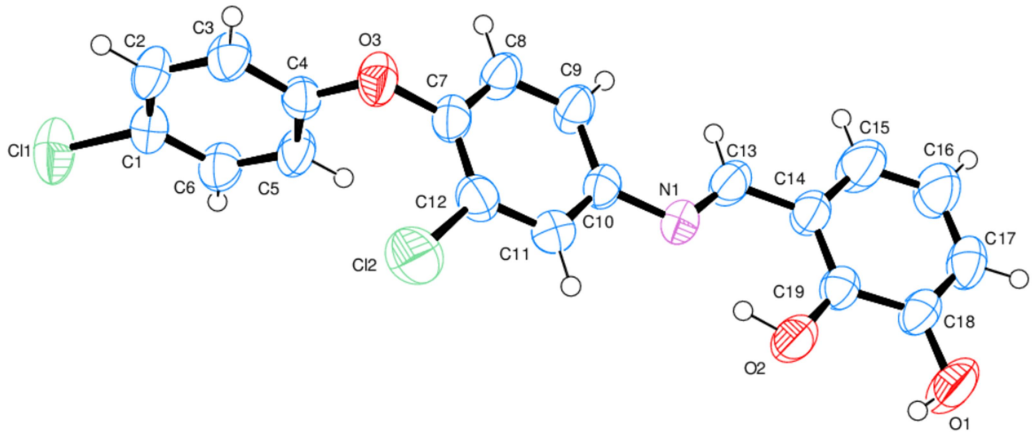
Şekil 3.4. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiminin (I) ^1H -NMR spektrumu

^1H -NMR spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, standart: TMS, ppm): 13,28: (OH_8); 8,59: (H-C=N); 7,44-6,87: (Aromatik H); 5,73: (OH_9).

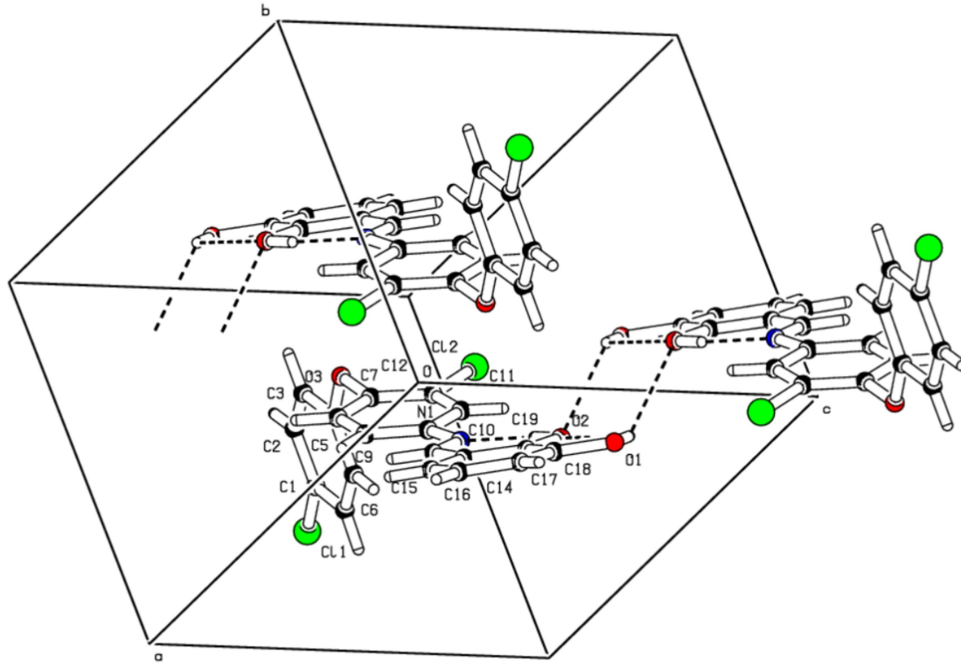


Şekil 3.5. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiminin (I) ^{13}C -NMR spektrumu

^{13}C -NMR Spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 162,98: (C_7); 155,56-118,20: (Aromatik C'lar); 76,98: (kloroform-d).



Şekil 3.6. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiminin (I) ortep yapısı



Şekil 3.7. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (I) birim hücre yapısı

Çizelge 3.1. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (I) kristal yapı verileri

Kristal Özellikleri	
Kimyasal Formül	C ₁₉ H ₁₃ Cl ₂ NO ₃
Molekül Ağırlığı (M _r)	374.20
Kristal Sistemi	Triclinic
Uzay Grubu	P1
Birim Hücre Parametreleri (Å)	a=8.747 (3), b=9.723 (3), c=10.927 (4) α(°)= 90.37 (3), β(°)= 110.19 (3), γ(°)= 100.35 (3)
Birim Hücre Hacmi (Å ³)	855.6 (5)
Birim Hücredeki Molekül Sayısı	2
Hesaplanan Yoğunluk (Mg.m ⁻³)	1.453
Çizgisel Soğurma Katsayısı (mm ⁻¹)	0.40
Boyut/Renk/Biçim	0,30x0,22x0,16/Kırmızı/Şekilsiz
Veri Toplama	
Veriler STOE IPDS-2 kırınım metre sisteminde ω-taraması yöntemi ile toplandı.	
X-ışını ve Dalga Boyu (Å)	MoK _α , λ=0,71073 Å
Monokromatör	Grafit
Veri toplama sıcaklığı	293 K

F_{000}	384
Gözlenen yansıma sayısı	13018
Bağımsız yansıma sayısı	3535
Soğurma düzeltmesi	İntegrasyon
Geçirgenlik Faktörü	$T_{\min}=0,8772$, $T_{\max}=0,9679$
R_{int}	0.045

Verilerin Arıtılması

Kullanılan Programlar	SHELXS97, SHELXL97
Yapı Çözülmesi	Direkt Metotlar
Yapı Arıtımı	Tam matris (F^2)'ye göre
Ağırlık Fonksiyonu	$1/\sigma(F^2)$
Hidrojen Atomlarının Yerleştirilmesi	Geometrik ve izotropik arıtım
h, k, l Aralığı	$-10 < h < 10$, $-12 < k < 11$, $-13 < l < 13$
Parametre Sayısı	231
$S(F^2)$	0.86
R	0.043
wR_2	0.100
$\Delta\rho_{\max}$, $\Delta\rho_{\min}$ ($e/\text{Å}^3$)	0,40, -0,39

Çizelge 3.2. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiği (I) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları

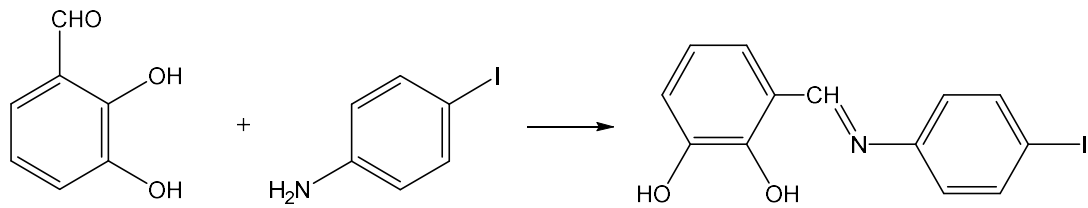
Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı	Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı
C11—C1	1.748 (2)	C1—C2	1.364 (3)
C12—C12	1.730 (2)	C1—C6	1.369 (3)
O3—C4	1.380 (3)	C2—H2A	0.9300
O3—C7	1.394 (2)	C5—C6	1.376 (3)
O2—C19	1.340 (3)	C5—H5	0.9300
O2—H2	0.94 (3)	C14—C15	1.401 (3)
N1—C13	1.267 (3)	C14—C13	1.442 (3)
N1—C10	1.424 (3)	C9—C8	1.371 (3)
O1—C18	1.359 (3)	C9—H9	0.93
O1—H1A	0.8200	C11—C12	1.378 (3)
C4—C3	1.370 (3)	C11—H11	0.93
C4—C5	1.371 (3)	C18—C17	1.363 (3)
C19—C14	1.392 (3)	C6—H6	0.93
C19—C18	1.399 (3)	C8—H8	0.93
C10—C11	1.378 (3)	C17—C16	1.378 (4)
C10—C9	1.392 (3)	C17—H17	0.93
C7—C8	1.364 (3)	C13—H13	0.93

C7—C12	1.380 (3)	C15—C16	1.364 (4)
C3—C2	1.373 (3)	C15—H15	0.9300
C3—H3	0.9300	C16—H16	0.9300
C4—O3—C7	118.29 (16)	C8—C9—C10	120.0 (2)
C19—O2—H2	105.8 (19)	C8—C9—H9	120
C13—N1—C10	121.89 (19)	C10—C9—H9	120
C18—O1—H1A	109.5	C12—C11—C10	120.6 (2)
C3—C4—C5	120.4 (2)	C12—C11—H11	119.7
C3—C4—O3	116.11 (19)	C10—C11—H11	119.7
C5—C4—O3	123.50 (18)	O1—C18—C17	119 (2)
O2—C19—C14	122.38 (19)	O1—C18—C19	120.7 (2)
O2—C19—C18	118.4 (2)	C17—C18—C19	120.3 (2)
C14—C19—C18	119.2 (2)	C11—C12—C7	120.1 (2)
C11—C10—C9	118.73 (19)	C11—C12—C12	120.3 (19)
C11—C10—N1	116.89 (19)	C7—C12—C12	119.55 (18)
C9—C10—N1	124.3 (2)	C1—C6—C5	119.7 (2)
C8—C7—C12	119.4 (2)	C1—C6—H6	120.1
C8—C7—O3	119.6 (2)	C5—C6—H6	120.1
C12—C7—O3	120.8 (2)	C7—C8—C9	121.1 (2)
C4—C3—C2	119.9 (2)	C7—C8—H8	119.4
C4—C3—H3	120.1	C9—C8—H8	119.4
C2—C3—H3	120.1	C18—C17—C16	120.9 (2)
C2—C1—C6	120.7 (2)	C18—C17—H17	119.5
C2—C1—C11	119.87 (16)	C16—C17—H17	119.5
C6—C1—C11	119.40 (19)	N1—C13—C14	123.4 (2)
C1—C2—C3	119.7 (2)	N1—C13—H13	118.3
C1—C2—H2A	120.2	C14—C13—H13	118.3
C3—C2—H2A	120.2	C16—C15—C14	121.1 (3)
C4—C5—C6	119.6 (2)	C16—C15—H15	119.5
C4—C5—H5	120.2	C14—C15—H15	119.5
C6—C5—H5	120.2	C15—C16—C17	119.5 (3)
C19—C14—C15	118.9 (2)	C15—C16—H16	120.2
C19—C14—C13	120.8 (2)	C17—C16—H16	120.2
C15—C14—C13	120.3 (2)		
C7—O3—C4—C3	-178.9 (2)	O2—C19—C18—C17	-178.4 (2)
C7—O3—C4—C5	0.1 (3)	C14—C19—C18—C17	-0.1 (3)
C13—N1—C10—C11	-173.2 (2)	C10—C11—C12—C7	0.6 (4)
C13—N1—C10—C9	3.3 (3)	C10—C11—C12—C12	-177.22 (17)
C4—O3—C7—C8	97.1 (2)	C8—C7—C12—C11	0.8 (3)
C4—O3—C7—C12	-87.5 (3)	O3—C7—C12—C11	-174.6 (2)
C5—C4—C3—C2	1.8 (4)	C8—C7—C12—C12	178.58 (18)
O3—C4—C3—C2	-179.1 (2)	O3—C7—C12—C12	3.2 (3)
C6—C1—C2—C3	-1.4 (4)	C2—C1—C6—C5	1.6 (4)
C11—C1—C2—C3	177.79 (19)	C11—C1—C6—C5	-177.60 (19)
C4—C3—C2—C1	-0.3 (4)	C4—C5—C6—C1	-0.1 (4)
C3—C4—C5—C6	-1.6 (4)	C12—C7—C8—C9	-0.7 (3)

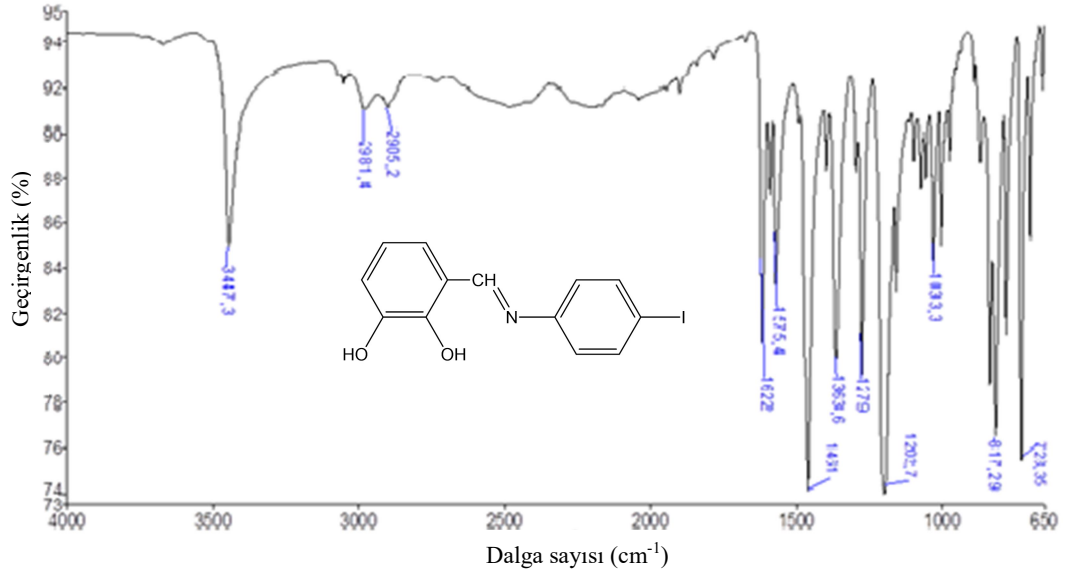
O3—C4—C5—C6	179.4 (2)	O3—C7—C8—C9	174.7 (2)
O2—C19—C14—C15	179.6 (2)	C10—C9—C8—C7	-0.6 (4)
C18—C19—C14—C15	1.3 (4)	O1—C18—C17—C16	179.8 (3)
O2—C19—C14—C13	2.1 (4)	C19—C18—C17—C16	-1.1 (4)
C18—C19—C14—C13	-176.1 (2)	C10—N1—C13—C14	173.3 (2)
C11—C10—C9—C8	1.9 (3)	C19—C14—C13—N1	-0.4 (4)
N1—C10—C9—C8	-174.5 (2)	C15—C14—C13—N1	-177.8 (3)
C9—C10—C11—C12	-1.9 (3)	C19—C14—C15—C16	-1.4 (5)
N1—C10—C11—C12	174.8 (2)	C13—C14—C15—C16	176.1 (3)
O2—C19—C18—O1	0.6 (3)	C14—C15—C16—C17	0.2 (5)
C14—C19—C18—O1	178.9 (2)	C18—C17—C16—C15	1.1 (5)

3.3.2. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol Bileşiğinin (II) Sentezi (MT23)

50 mL'lik balon içerisinde 2,3-dihidroksibenzaldehit 13,8 mg (0,1 mmol) 10 mL mutlak etil alkolde çözüldü. Daha sonra üzerine 10 mL mutlak etil alkolde 4-iyotanilin 21,9 mg (0.1 mmol) çözümlenerek ilave edildi. Sonra çözelti 14 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Tepkime sonunda etil alkol buharlaştırıldı. Elde edilen (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiği etanol-kloroform (1:1) karışımında yavaş buharlaştırma yöntemiyle oda sıcaklığında kristallendirildi. Elde edilen kristalin yapısı IR, UV-vis, ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve X-ışını kırınımı metotlarıyla aydınlatıldı. Verim: %60, E.N.: 167-169°C.

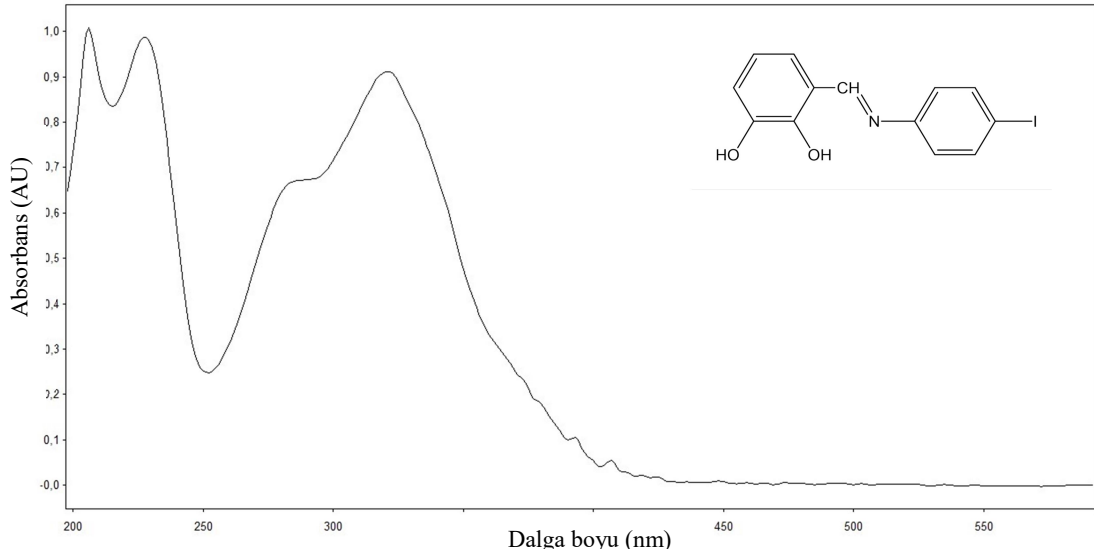


Şekil 3.8. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) sentezi



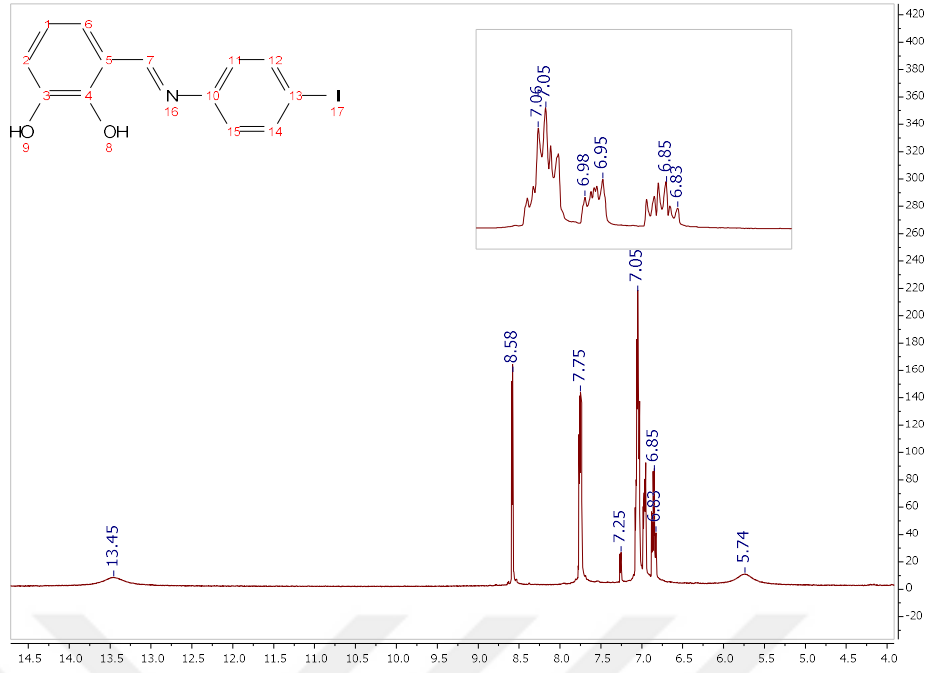
Şekil 3.9. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) FT-IR spektrumu

FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3447 (ş, O-H), 3070 (z, aromatik C-H), 2981 (z, alifatik C-H), 2905 (z, C-N), 1622 (ş, C=N), 1575 (ş, aromatik C=C), 1202 (ş, aromatik C-O), 1033 (o, C-I). ş: şiddetli, o: orta şiddetli, z: zayıf, y: yayvan.



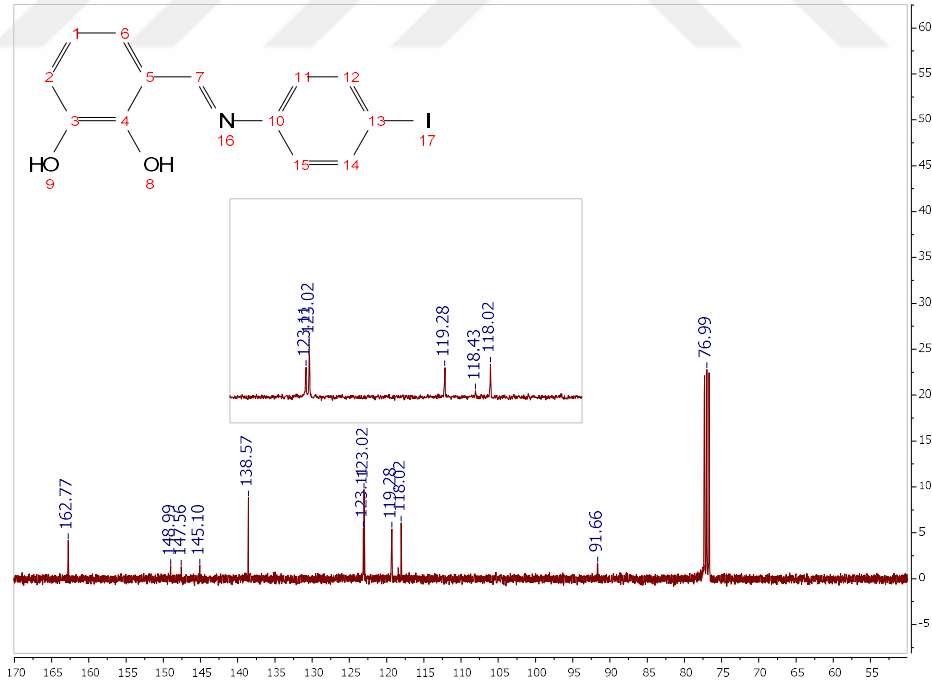
Şekil 3.10. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) UV-vis spektrumu

UV-vis. soğurma spektrumu ($\lambda_{\text{max/nm}}$, 2×10^{-5} M $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$): λ_{max} : 206, 228, 285, 321nm.



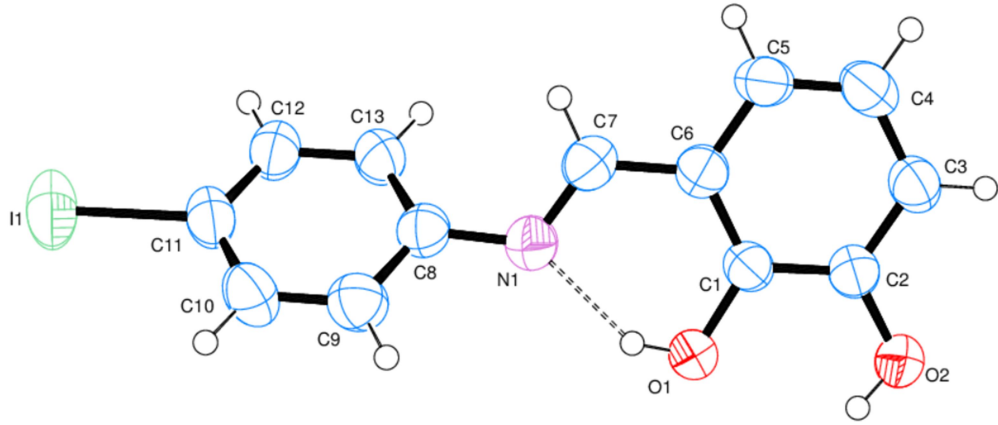
Şekil 3.11. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, standart: TMS, ppm): 13,45: (OH_8); 8,58: (H-C=N); 7,75-6,83: (Aromatik H); 5,74: (OH_9).

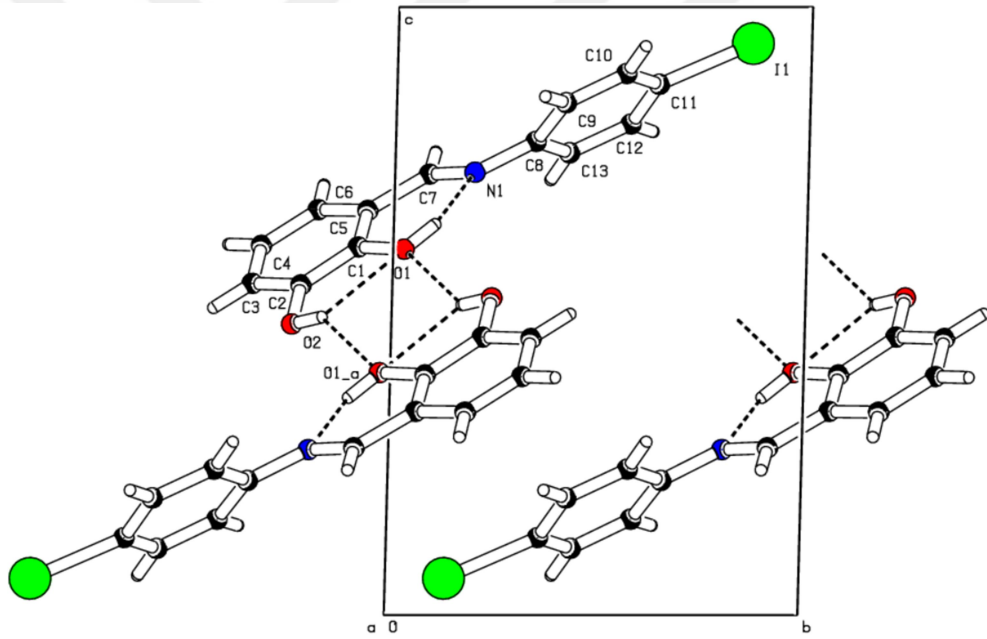


Şekil 3.12. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumu

$^{13}\text{C-NMR}$ Spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 162,77: (C_7); 148,99-118,02: (Aromatik C'lar); 91,66: (C_{13}); 76,99: (kloroform-d).



Şekil 3.13. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiminin (II) ortep yapısı



Şekil 3.14. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiminin (II) birim hücre yapısı

Çizelge 3.3. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (II) kristal yapı verileri

Kristal Özellikleri	
Kimyasal Formül	C ₁₃ H ₁₀ INO ₂
Molekül Ağırlığı (M _r)	339.12
Kristal Sistemi	Triclinic
Uzay Grubu	P1
Birim Hücre Parametreleri (Å)	a=6.047 (3), b=8.932 (3), c=12.312 (5) α(°)=86.40 (3), β(°)=83.86 (4), γ(°)=68.88(3)
Birim Hücre Hacmi (Å ³)	616.5 (5)
Birim Hücredeki Molekül Sayısı	2
Hesaplanan Yoğunluk (Mg.m ⁻³)	1.827
Çizgisel Soğurma Katsayısı (mm ⁻¹)	2.59
Boyut/Renk/Biçim	0,720x0,333x0,09/Kırmızı/Şekilsiz
Veri Toplama	
Veriler STOE IPDS-2 kırınım metre sisteminde ω-taraması yöntemi ile toplandı	
X-ışını ve Dalga Boyu (Å)	MoK _α , λ=0,71073 Å
Monokromatör	Grafit
Veri toplama sıcaklığı	293 K
F ₀₀₀	328
Gözlenen yansıma sayısı	8024
Bağımsız yansıma sayısı	2556
Soğurma düzeltmesi	İntegrasyon
Geçirgenlik Faktörü	T _{min} =0,3918, T _{max} =0,7797
R _{int}	0,094
Verilerin Arıtılması	
Kullanılan Programlar	SHELXS97, SHELXL97
Yapı Çözülmesi	Direkt Metotlar
Yapı Arıtımı	Tam matris (F ²)'ye göre
Ağırlık Fonksiyonu	1/σ(F ²)
Hidrojen Atomlarının Yerleştirilmesi	Geometrik ve izotropik arıtım
h, k, l Aralığı	-7<h<7, -11<k<11, -15<l<15
Parametre Sayısı	156
S(F ²)	0,97
R	0,039

wR_2	0,110
$\Delta\rho_{\max}, \Delta\rho_{\min}$ ($e/\text{\AA}^3$)	1,00,-0,76

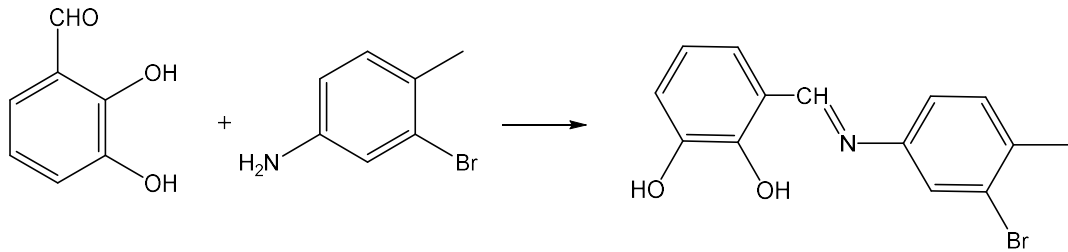
Çizelge 3.4. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiği (II) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve hidrojen bağları

Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (\AA) ve Açısı	Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (\AA) ve Açısı
I1—C11	2.090 (4)	C2—C3	1.379 (6)
O1—C1	1.359 (5)	C13—C12	1.385 (6)
O1—H1	0.8200	C13—H13	0.9300
O2—C2	1.367 (5)	C3—C4	1.396 (6)
O2—H2	0.8200	C3—H3	0.9300
N1—C7	1.277 (6)	C11—C12	1.376 (7)
N1—C8	1.406 (5)	C11—C10	1.387 (7)
C8—C13	1.386 (6)	C4—C5	1.359 (6)
C8—C9	1.398 (7)	C4—H4	0.9300
C1—C2	1.389 (5)	C5—H5	0.9300
C1—C6	1.394 (6)	C9—C10	1.368 (6)
C7—C6	1.455 (6)	C9—H9	0.9300
C7—H7	0.9300	C10—H10	0.9300
C6—C5	1.407 (6)	C12—H12	0.9300
C1—O1—H1	109.5	C2—C3—C4	119.7 (4)
C2—O2—H2	109.5	C2—C3—H3	120.2
C7—N1—C8	119.7 (4)	C4—C3—H3	120.2
C13—C8—C9	118.6 (4)	C12—C11—C10	120.1 (4)
C13—C8—N1	122.3 (4)	C12—C11—I1	119.6 (3)
C9—C8—N1	118.9 (4)	C10—C11—I1	120.2 (3)
O1—C1—C2	117.8 (3)	C5—C4—C3	121.0 (4)
O1—C1—C6	122.3 (3)	C5—C4—H4	119.5
C2—C1—C6	119.8 (4)	C3—C4—H4	119.5
N1—C7—C6	121.8 (4)	C4—C5—C6	119.8 (4)
N1—C7—H7	119.1	C4—C5—H5	120.1
C6—C7—H7	119.1	C6—C5—H5	120.1
C1—C6—C5	119.5 (4)	C10—C9—C8	120.7 (4)
C1—C6—C7	120.5 (4)	C10—C9—H9	119.7
C5—C6—C7	120.0 (4)	C8—C9—H9	119.7
O2—C2—C3	118.6 (4)	C9—C10—C11	120.1 (4)
O2—C2—C1	121.2 (4)	C9—C10—H10	120.0
C3—C2—C1	120.2 (4)	C11—C10—H10	120.0
C12—C13—C8	120.7 (4)	C11—C12—C13	119.8 (4)
C12—C13—H13	119.6	C11—C12—H12	120.1
C8—C13—H13	119.6	C13—C12—H12	120.1
C7—N1—C8—C13	45.7 (6)	O2—C2—C3—C4	178.1 (4)
C7—N1—C8—C9	-139.9 (4)	C1—C2—C3—C4	-1.9 (7)
C8—N1—C7—C6	-174.6 (4)	C2—C3—C4—C5	-0.2 (7)

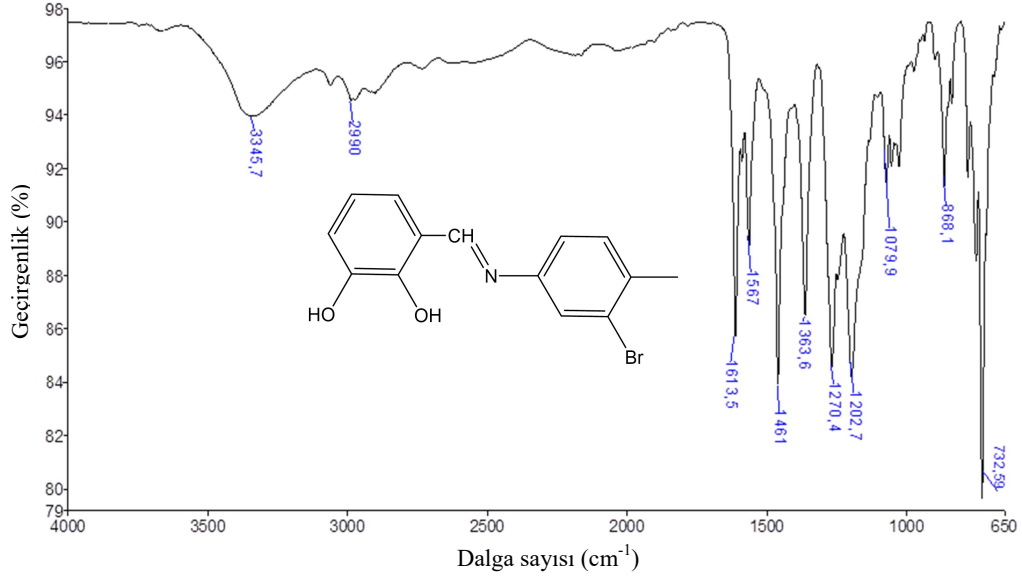
O1—C1—C6—C5	179.4 (4)	C3—C4—C5—C6	0.8 (7)
C2—C1—C6—C5	-2.9 (6)	C1—C6—C5—C4	0.8 (7)
O1—C1—C6—C7	-1.9 (6)	C7—C6—C5—C4	-177.9 (4)
C2—C1—C6—C7	175.8 (4)	C13—C8—C9—C10	-3.3 (7)
N1—C7—C6—C1	3.2 (7)	N1—C8—C9—C10	-178.0 (4)
N1—C7—C6—C5	-178.2 (4)	C8—C9—C10—C11	2.2 (7)
O1—C1—C2—O2	1.3 (6)	C12—C11—C10—C9	-0.2 (7)
C6—C1—C2—O2	-176.5 (4)	I1—C11—C10—C9	177.2 (4)
O1—C1—C2—C3	-178.7 (4)	C10—C11—C12—C13	-0.7 (7)
C6—C1—C2—C3	3.4 (6)	I1—C11—C12—C13	-178.1 (3)
C9—C8—C13—C12	2.4 (7)	C8—C13—C12—C11	-0.4 (7)
N1—C8—C13—C12	176.9 (4)		

3.3.3. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol Bileşiğinin (III) Sentezi (MT24)

50 mL'likbalon içerisinde 2,3-dihidroksibenzaldehit 13,8 mg (0,1 mmol) 10 mL mutlak etil alkolde çözüldü. Daha sonra üzerine 10 mL mutlak etil alkolde 3-brom-4-metilanilin 18,6 mg (0.1 mmol) çözümlenilerek ilave edildi. Sonra çözelti 14 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Tepkime sonunda etil alkol buharlaştırıldı. Elde edilen (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiği etanol-kloroform (1:1) karışımında yavaş buharlaştırma yöntemiyle oda sıcaklığında kristallendirildi. Elde edilen kristalin yapısı IR, UV-vis, ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve X-ışını kırınımı metotlarıyla aydınlatıldı. Verim: %56, E.N.: 134-136°C.

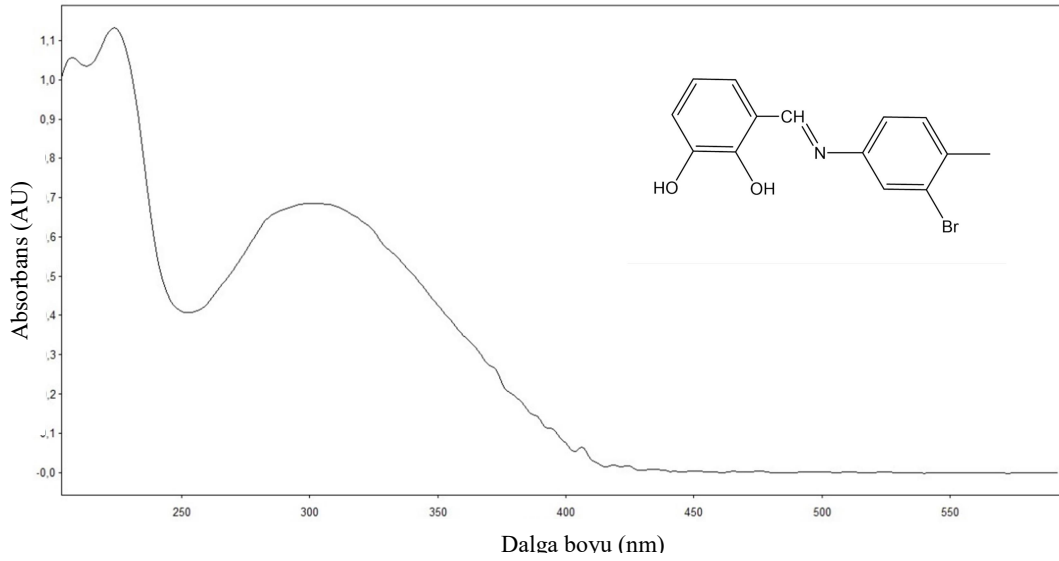


Şekil 3.15. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) sentezi



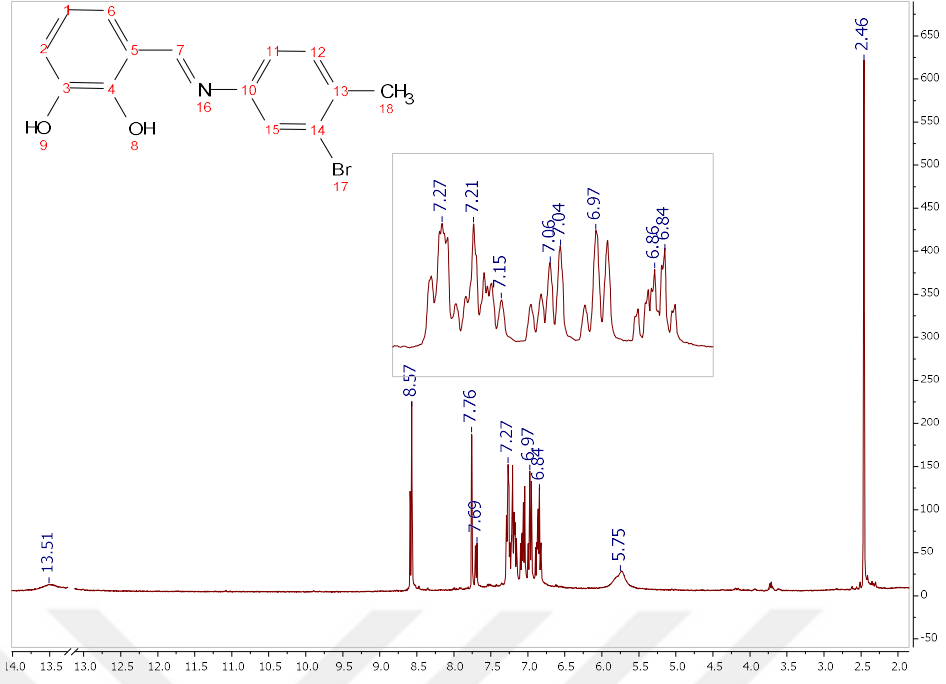
Şekil 3.16. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) FT-IR spektrumu

FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3345 (y, O-H), 3048 (z, aromatik C-H); 2990 (z, alifatik C-H), 1613 (ş, C=N), 1567 (ş, aromatik C=C), 1202 (ş, aromatik C-O), 1079 (z, C-Br). ş: şiddetli, o: orta şiddetli, z: zayıf, y:yayvan.



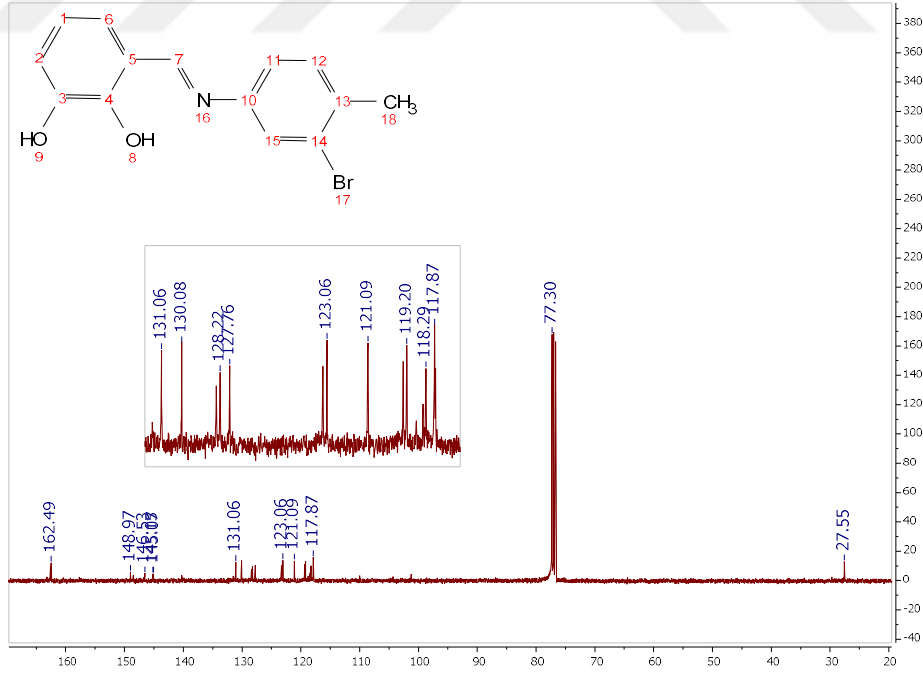
Şekil 3.17. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) UV-vis spektrumu

UV-vis. soğurma spektrumu (λ_{max}/nm , 2×10^{-5} M C_2H_5OH): λ_{max} : 207, 224, 300 nm.



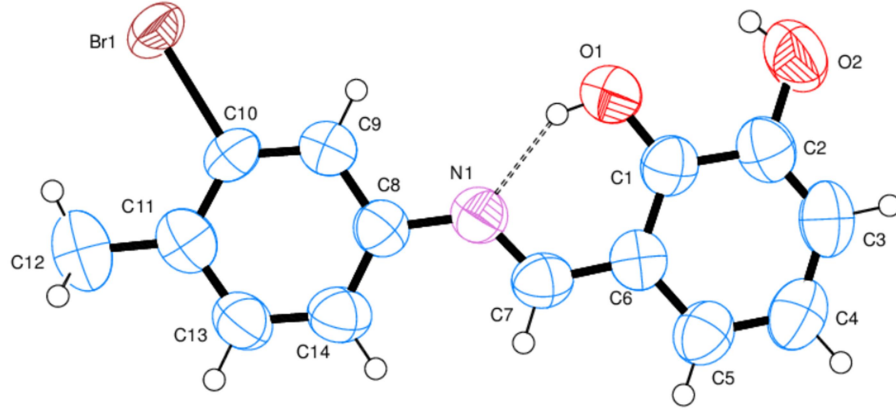
Şekil 3.18. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, standart: TMS, ppm): 13,51: (OH_8); 8,57: (H-C=N); 7,76-6,84: (Aromatik H); 5,75: (OH_9); 2,46: (CH_3).

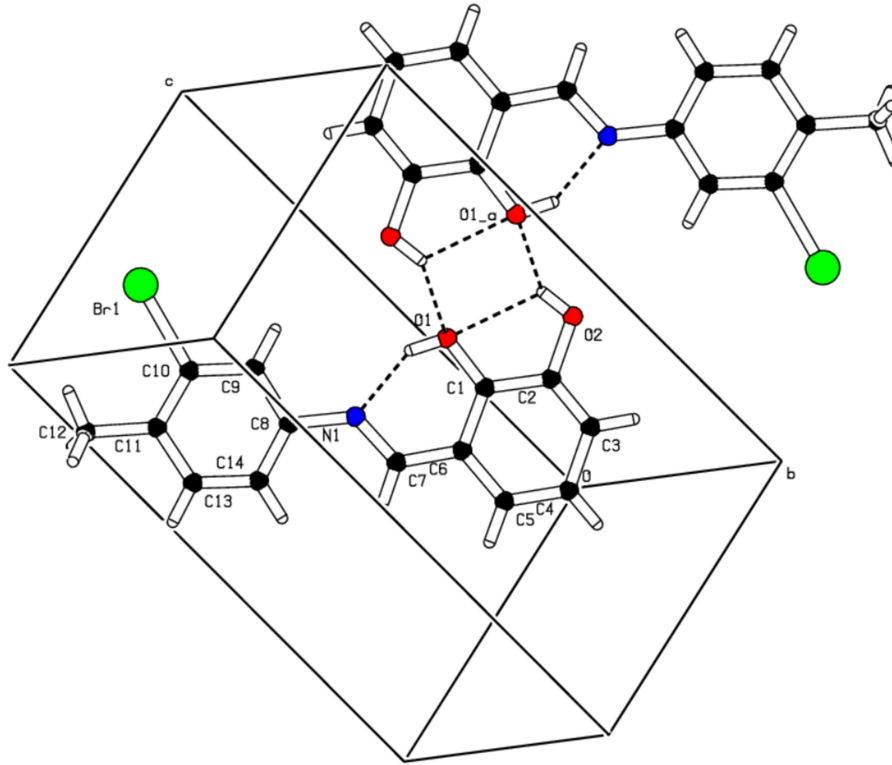


Şekil 3.19. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumu

$^{13}\text{C-NMR}$ Spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 162,49: (C_7); 148,97-117,87: (aromatik C'lar); 27,55: (C_{18}).



Şekil 3.20. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) ortep yapısı



Şekil 3.21. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) birim hücre yapısı

Çizelge 3.5. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiğinin (III) kristal yapı verileri

Kristal Özellikleri	
Kimyasal Formül	C ₁₄ H ₁₂ BrNO ₂
Molekül Ağırlığı (M _r)	306.16
Kristal Sistemi	Triclinic
Uzay Grubu	P1
Birim Hücre Parametreleri (Å)	a=7.168 (4), b=8.158 (5), c=11.908 (7) α(°)=103.52 (4), β(°)=100.38 (5), γ(°)=94.50 (5)
Birim Hücre Hacmi (Å ³)	660.7 (7)
Birim Hücredeki Molekül Sayısı	2
Hesaplanan Yoğunluk (Mg.m ⁻³)	1.236
Çizgisel Soğurma Katsayısı (mm ⁻¹)	3.10
Boyut/Renk/Biçim	0,600x0,251x0,033/kırmızı/Prizmatik
Veri Toplama	
Veriler STOE IPDS-2 kırınım metre sisteminde ω-taraması yöntemi ile toplandı	
X-ışını ve Dalga Boyu (Å)	MoK _α , λ=0,71073 Å
Monokromatör	Grafit
Veri toplama sıcaklığı	293 K
F ₀₀₀	256
Gözlenen yansıma sayısı	7275
Bağımsız yansıma sayısı	2461
Soğurma düzeltmesi	İntegrasyon
Geçirgenlik Faktörü	T _{min} =0,9022, T _{max} =0,9855
R _{int}	0.091
Verilerin Arıtılması	
Kullanılan Programlar	SHELXS97, SHELXL97
Yapı Çözülmesi	Direkt Metotlar
Yapı Arıtımı	Tam matris (F ²)'ye göre
Ağırlık Fonksiyonu	1/σ(F ²)
Hidrojen Atomlarının Yerleştirilmesi	Geometrik ve izotropik arıtım
h, k, l Aralığı	-8<h<8, -9<k<9, -13<l<14
Parametre Sayısı	164
S(F ²)	1.12
R	0.222

wR_2	0,059
$\Delta\rho_{\max}, \Delta\rho_{\min}$ ($e/\text{\AA}^3$)	0.73, -0.71

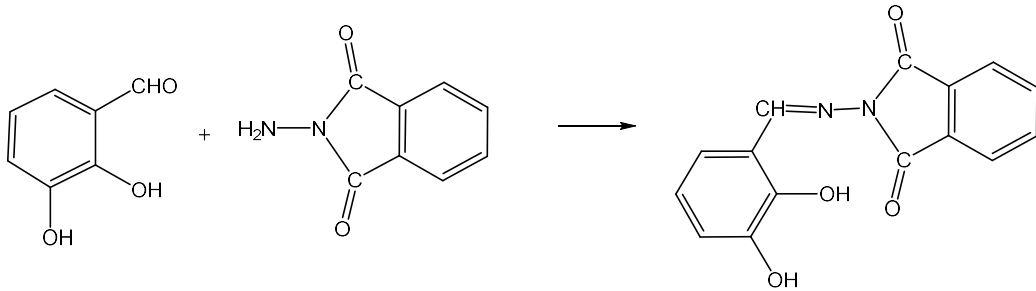
Çizelge 3.6. (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol bileşiği (III) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları

Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı	Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı
Br1—C10	2.089 (6)	C13—H13	0.9300
O1—C1	1.323 (9)	C11—C12	1.497 (11)
O1—H1	0.8200	C14—H14	0.9300
N1—C7	1.302 (9)	C6—C5	1.400 (10)
N1—C8	1.411 (8)	C6—C1	1.418 (10)
O2—C2	1.401 (10)	C1—C2	1.404 (10)
O2—H2	0.8200	C2—C3	1.322 (12)
C9—C10	1.372 (9)	C5—C4	1.374 (11)
C9—C8	1.376 (10)	C5—H5	0.9300
C9—H9	0.9300	C3—C4	1.424 (12)
C8—C14	1.372 (9)	C3—H3	0.9300
C7—C6	1.402 (10)	C4—H4	0.9300
C7—H7	0.9300	C12—H12A	0.9600
C10—C11	1.389 (9)	C12—H12B	0.9600
C13—C14	1.388 (11)	C12—H12C	0.9600
C13—C11	1.400 (11)		
C1—O1—H1	109.5	C5—C6—C7	120.0 (6)
C7—N1—C8	126.5 (6)	C5—C6—C1	119.6 (6)
C2—O2—H2	109.5	C7—C6—C1	120.4 (6)
C10—C9—C8	120.1 (6)	O1—C1—C2	119.9 (6)
C10—C9—H9	120.0	O1—C1—C6	122.2 (6)
C8—C9—H9	120.0	C2—C1—C6	117.9 (7)
C14—C8—C9	120.0 (6)	C3—C2—O2	121.4 (7)
C14—C8—N1	123.7 (7)	C3—C2—C1	121.8 (7)
C9—C8—N1	116.3 (5)	O2—C2—C1	116.9 (7)
N1—C7—C6	122.1 (6)	C4—C5—C6	120.8 (7)
N1—C7—H7	118.9	C4—C5—H5	119.6
C6—C7—H7	118.9	C6—C5—H5	119.6
C9—C10—C11	121.9 (6)	C2—C3—C4	121.5 (7)
C9—C10—Br1	117.7 (4)	C2—C3—H3	119.3
C11—C10—Br1	120.3 (5)	C4—C3—H3	119.3
C14—C13—C11	121.3 (6)	C5—C4—C3	118.3 (8)
C14—C13—H13	119.3	C5—C4—H4	120.8
C11—C13—H13	119.3	C3—C4—H4	120.8
C10—C11—C13	116.9 (6)	C11—C12—H12A	109.5
C10—C11—C12	123.6 (8)	C11—C12—H12B	109.5
C13—C11—C12	119.5 (7)	H12A—C12—H12B	109.5

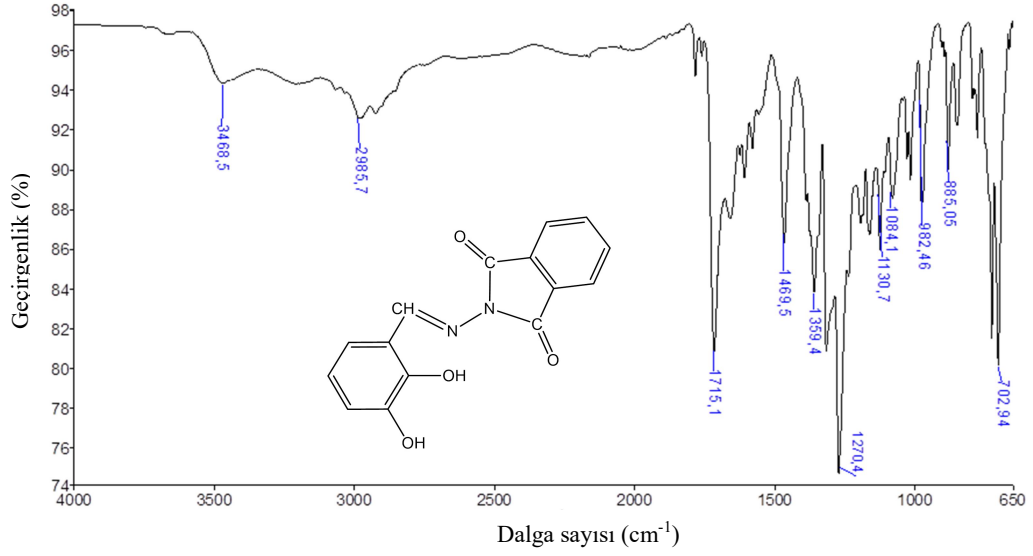
C8—C14—C13	119.8 (7)	C11—C12—H12C	109.5
C8—C14—H14	120.1	H12A—C12—H12C	109.5
C13—C14—H14	120.1	H12B—C12—H12C	109.5
C10—C9—C8—C14	-0.1 (9)	N1—C7—C6—C5	179.6 (6)
C10—C9—C8—N1	179.6 (6)	N1—C7—C6—C1	0.2 (9)
C7—N1—C8—C14	1.1 (10)	C5—C6—C1—O1	-177.5 (6)
C7—N1—C8—C9	-178.7 (6)	C7—C6—C1—O1	2.0 (9)
C8—N1—C7—C6	179.9 (6)	C5—C6—C1—C2	2.5 (9)
C8—C9—C10—C11	1.4 (9)	C7—C6—C1—C2	-178.0 (5)
C8—C9—C10—Br 1	178.6 (4)	O1—C1—C2—C3	-179.8 (7)
C9—C10—C11—C13	-0.6 (9)	C6—C1—C2—C3	0.3 (10)
Br1—C10—C11—C13	-177.7 (5)	O1—C1—C2—O2	0.0 (9)
C9—C10—C11—C12	179.2 (7)	C6—C1—C2—O2	-179.9 (6)
Br1—C10—C11—C12	2.2 (9)	C7—C6—C5—C4	177.3 (6)
C14—C13—C11—C10	-1.4 (10)	C1—C6—C5—C4	-3.2 (10)
C14—C13—C11—C12	178.7 (7)	O2—C2—C3—C4	177.8 (6)
C9—C8—C14—C13	-1.9 (10)	C1—C2—C3—C4	-2.4 (11)
N1—C8—C14—C13	178.4 (6)	C6—C5—C4—C3	1.1 (11)
C11—C13—C14—C8	2.7 (11)	C2—C3—C4—C5	1.7 (11)

3.3.4. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion Bileşğinin (IV) Sentezi (MT171)

50 mL'likbalon içerisinde 2,3-dihidroksibenzaldehit 13,8 mg (0,1 mmol) 10 mL mutlak etil alkolde çözüldü. Daha sonra üzerine 10 mL mutlak etil alkolde N-aminofitalamid 16,2 mg (0.1 mmol) çözümlenerek ilave edildi. Sonra çözeltili 14 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Tepkime sonunda etil alkol buharlaştırıldı. Elde edilen 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşğini etanol-kloroform (1:1) karışımında yavaş buharlaştırma yöntemiyle oda sıcaklığında kristallendirildi. Elde edilen kristalin yapısı IR, UV-vis, ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve X-ışını kırınımı metotlarıyla aydınlatıldı. Verim: %66, E.N.: 223-225°C.

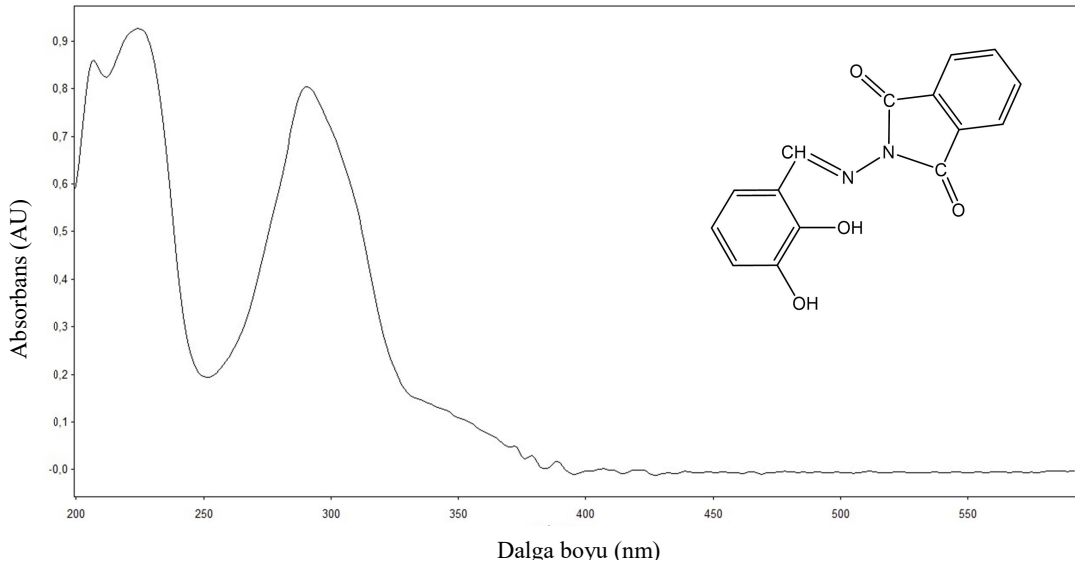


Şekil 3.22. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşğinin (IV) sentezi



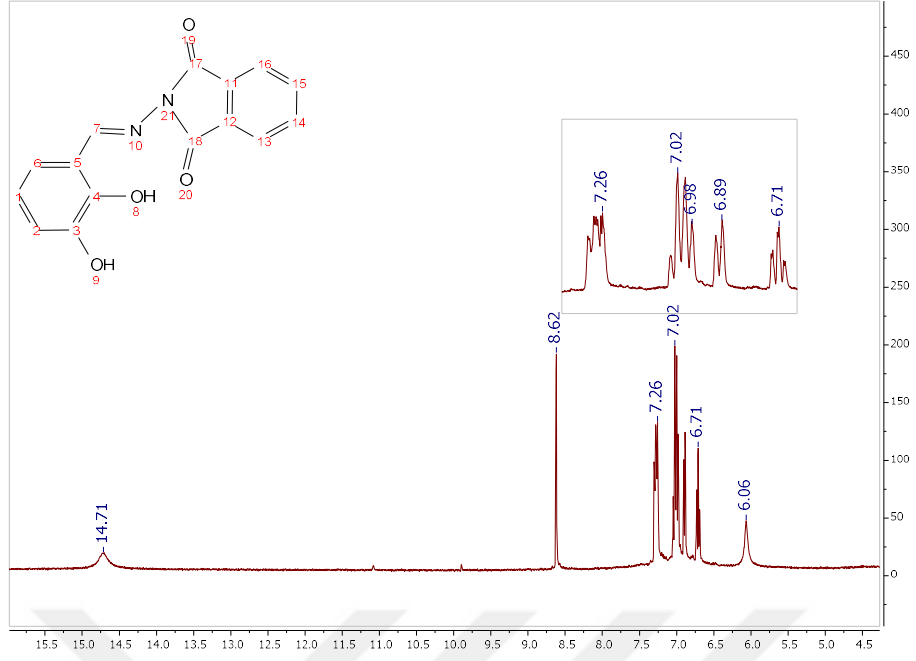
Şekil 3.23. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) FT-IR spektrumu

FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3468 (z, O-H), 3032 (z, aromatik C-H), 2985 (z, alifatik C-H), 1715 (ş, C=O), 1635 (C=N), 1469 (o, aromatik C=C). ş: şiddetli, o: orta şiddetli, z: zayıf, y:yayvan.



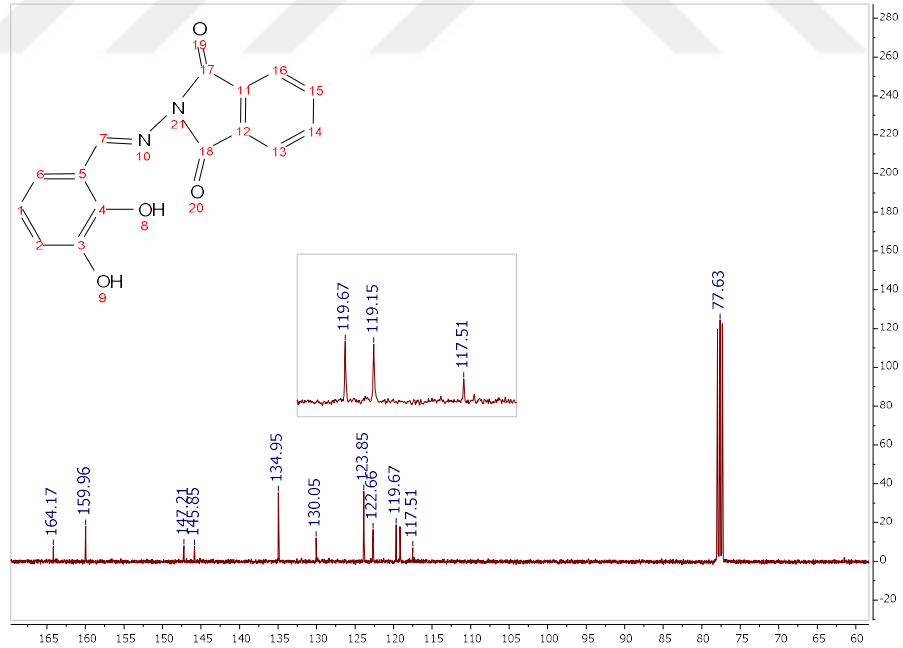
Şekil 3.24. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) UV-vis spektrumu

UV-vis soğurma spektrumu ($\lambda_{\text{max/nm}}$, 2×10^{-5} M $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$): λ_{max} : 207, 224, 291 nm.



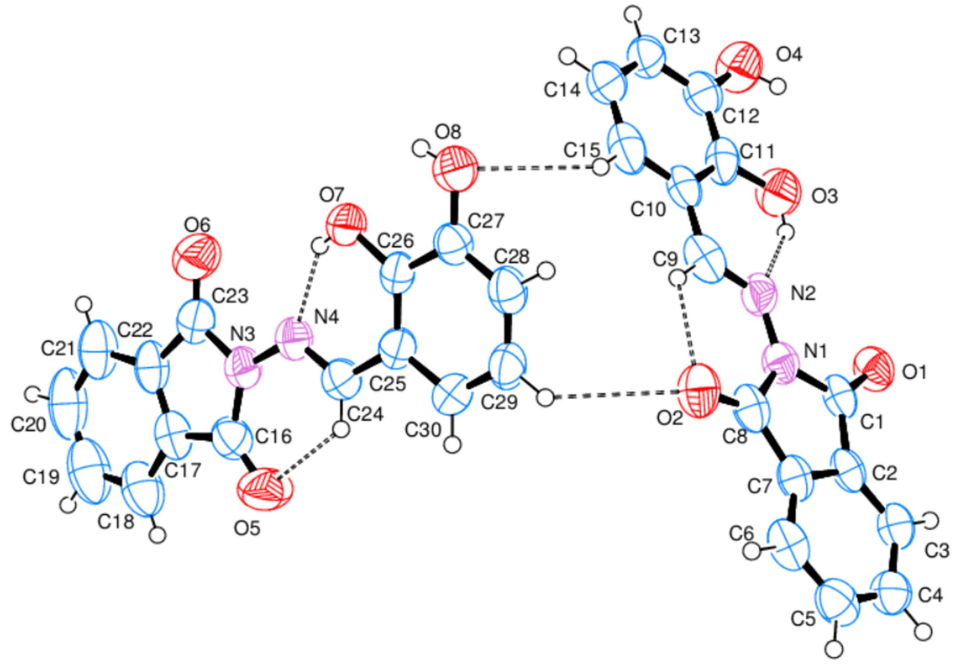
Şekil 3.25. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, standart: TMS, ppm): 14,71: (OH_8); 8,62: (H-C=N); 7,26-6,71: (Aromatik H); 6,06: (OH_9).

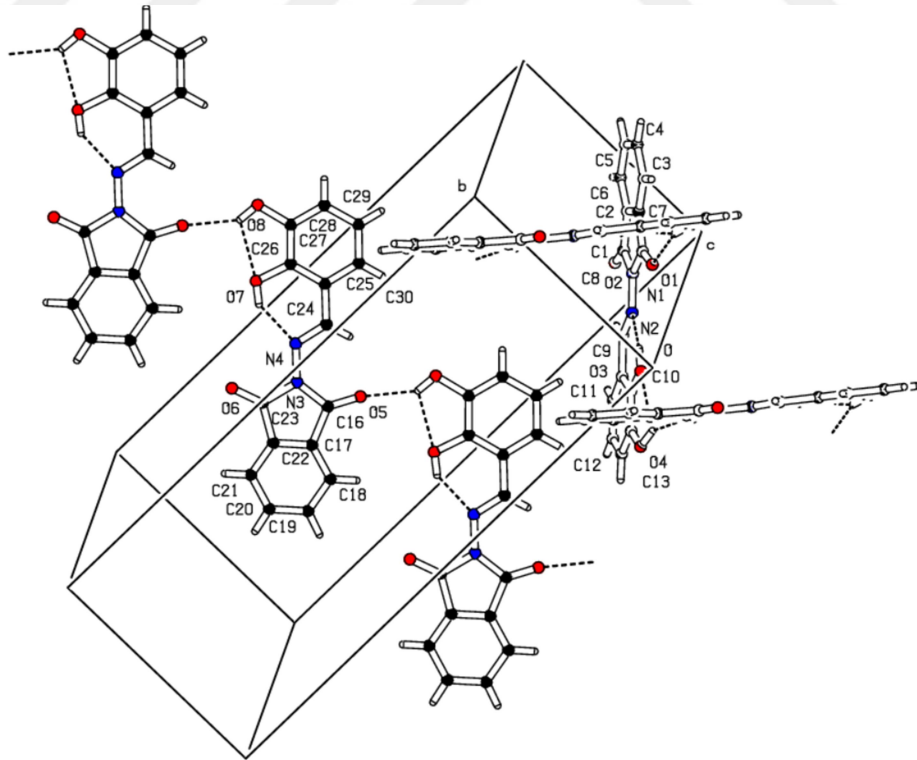


Şekil 3.26. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumu

$^{13}\text{C-NMR}$ Spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 164,17: (C_7); 159,96: (C_4); 147,21: (C_{18}); 145,85: (C_{17}); 134,95-117,51: (Aromatik C'lar); 77,63: (Kloroform-d).



Şekil 3.27. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşğinin (IV) ortep yapısı



Şekil 3.28. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşğinin (IV) birim hücre yapısı

Çizelge 3.7. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiğinin (IV) kristal yapı verileri

Kristal Özellikleri	
Kimyasal Formül	C ₁₅ H ₁₀ N ₂ O ₄
Molekül Ağırlığı (M _r)	282.25
Kristal Sistemi	Monoklinik
Uzay Grubu	P2 ₁ /c
Birim Hücre Parametreleri (Å)	a=20.564 (4), b=8.8161 (11), c=14.109 (3), β(°)= 94.484 (16)
Birim Hücre Hacmi (Å ³)	2550.1 (8)
Birim Hücredeki Molekül Sayısı	8
Hesaplanan Yoğunluk (Mg.m ⁻³)	1.470
Çizgisel Soğurma Katsayısı (mm ⁻¹)	0.11
Boyut/Renk/Biçim	0,630x0,360x0,070/Sarı/Prizmatik

Veri Toplama

Veriler STOE IPDS-2 kırınımmetre sisteminde ω-taraması yöntemi ile toplandı

X-ışını ve Dalga Boyu (Å)	MoK _α , λ=0,71073 Å
Monokromatör	Grafit
Veri toplama sıcaklığı	293 K
F ₀₀₀	1168
Gözlenen yansıma sayısı	34106
Bağımsız yansıma sayısı	5271
Soğurma düzeltmesi	İntegrasyon
Geçirgenlik Faktörü	T _{min} =0,3957, T _{max} =0,6271
R _{int}	0.103

Verilerin Arıtılması

Kullanılan Programlar	SHELXS97, SHELXL97
Yapı Çözülmesi	Direkt Metotlar
Yapı Arıtımı	Tam matris (F ²)'ye göre
Ağırlık Fonksiyonu	1/σ(F ²)
Hidrojen Atomlarının Yerleştirilmesi	Geometrik ve izotropik arıtım
h, k, l Aralığı	-25<h<25, -11<k<11, -17<l<17
Parametre Sayısı	384
S(F ²)	1.00
R	0.068

wR_2	0.154
$\Delta\rho_{\max}, \Delta\rho_{\min}$ ($e/\text{\AA}^3$)	0,47, -0,18

Çizelge 3.8. 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion bileşiği (IV) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları

Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı	Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı
C20—C19	1.377 (8)	C10—C11	1.384 (5)
C20—C21	1.384 (7)	C10—C9	1.471 (5)
C20—H20	0.9300	C27—C28	1.368 (5)
O7—C26	1.358 (4)	C11—C12	1.428 (5)
O7—H7	0.8200	C25—C30	1.402 (5)
O1—C1	1.212 (3)	C25—C24	1.444 (5)
O8—C27	1.361 (4)	C6—C5	1.378 (5)
O8—H8	0.8200	C6—H6	0.9300
O2—C8	1.213 (4)	C12—C13	1.350 (5)
N1—N2	1.390 (4)	C24—H24	0.9300
N1—C1	1.400 (4)	C22—C17	1.372 (5)
N1—C8	1.415 (4)	C22—C21	1.378 (5)
O3—C11	1.341 (4)	C22—C23	1.475 (5)
O3—H3	0.8200	C28—C29	1.379 (5)
O4—C12	1.347 (4)	C28—H28	0.9300
O4—H4	0.8200	C13—C14	1.416 (5)
N2—C9	1.274 (4)	C13—H13	0.9300
O6—C23	1.210 (4)	C4—C5	1.383 (5)
N3—N4	1.381 (4)	C4—H4A	0.9300
N3—C16	1.395 (5)	C30—C29	1.370 (5)
N3—C23	1.414 (5)	C30—H30	0.9300
N4—C24	1.273 (4)	C5—H5	0.9300
O5—C16	1.201 (5)	C17—C18	1.381 (5)
C1—C2	1.477 (5)	C17—C16	1.470 (5)
C2—C3	1.375 (5)	C14—C15	1.364 (5)
C2—C7	1.383 (4)	C14—H14	0.9300
C7—C6	1.379 (5)	C9—H9	0.9300
C7—C8	1.475 (5)	C15—H15	0.9300
C26—C27	1.395 (5)	C29—H29	0.9300
C26—C25	1.398 (5)	C21—H21	0.9300
C3—C4	1.390 (5)	C18—C19	1.378 (7)
C3—H3A	0.9300	C18—H18	0.9300
C10—C15	1.365 (5)	C19—H19	0.9300
C19—C20—C21	121.8 (5)	N4—C24—C25	120.0 (3)
C19—C20—H20	119.1	N4—C24—H24	120.0
C21—C20—H20	119.1	C25—C24—H24	120.0
C26—O7—H7	109.5	C17—C22—C21	121.5 (4)

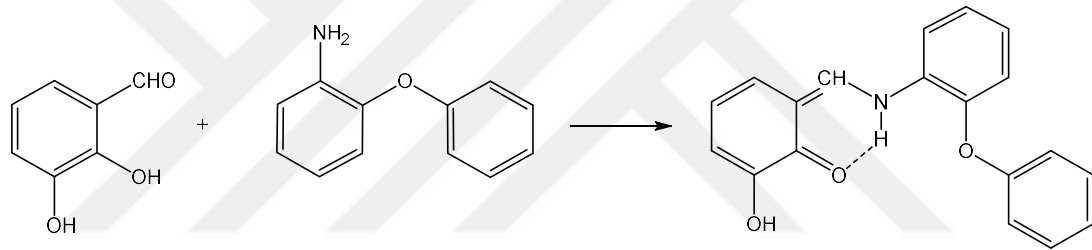
C27—O8—H8	109.5	C17—C22—C23	108.7 (3)
N2—N1—C1	117.2 (3)	C21—C22—C23	129.8 (4)
N2—N1—C8	130.9 (3)	C27—C28—C29	120.8 (3)
C1—N1—C8	111.9 (3)	C27—C28—H28	119.6
C11—O3—H3	109.5	C29—C28—H28	119.6
C12—O4—H4	109.5	C12—C13—C14	120.9 (4)
C9—N2—N1	123.0 (3)	C12—C13—H13	119.6
N4—N3—C16	130.1 (3)	C14—C13—H13	119.6
N4—N3—C23	118.3 (3)	O6—C23—N3	123.9 (4)
C16—N3—C23	111.5 (3)	O6—C23—C22	131.0 (4)
C24—N4—N3	120.2 (3)	N3—C23—C22	105.1 (3)
O1—C1—N1	124.6 (3)	C5—C4—C3	120.8 (4)
O1—C1—C2	129.9 (3)	C5—C4—H4A	119.6
N1—C1—C2	105.6 (3)	C3—C4—H4A	119.6
C3—C2—C7	121.7 (3)	C29—C30—C25	120.5 (4)
C3—C2—C1	129.8 (3)	C29—C30—H30	119.8
C7—C2—C1	108.5 (3)	C25—C30—H30	119.8
C6—C7—C2	121.3 (3)	C6—C5—C4	121.8 (3)
C6—C7—C8	129.7 (3)	C6—C5—H5	119.1
C2—C7—C8	109.0 (3)	C4—C5—H5	119.1
O7—C26—C27	116.5 (3)	C22—C17—C18	122.1 (4)
O7—C26—C25	123.7 (3)	C22—C17—C16	108.9 (4)
C27—C26—C25	119.9 (3)	C18—C17—C16	129.0 (4)
O2—C8—N1	124.6 (3)	C15—C14—C13	118.8 (4)
O2—C8—C7	130.4 (3)	C15—C14—H14	120.6
N1—C8—C7	105.0 (3)	C13—C14—H14	120.6
C2—C3—C4	117.2 (3)	O5—C16—N3	125.3 (4)
C2—C3—H3A	121.4	O5—C16—C17	129.0 (4)
C4—C3—H3A	121.4	N3—C16—C17	105.7 (4)
C15—C10—C11	120.9 (4)	N2—C9—C10	121.5 (3)
C15—C10—C9	119.8 (3)	N2—C9—H9	119.3
C11—C10—C9	119.3 (3)	C10—C9—H9	119.3
O8—C27—C28	119.1 (3)	C14—C15—C10	121.3 (4)
O8—C27—C26	120.9 (3)	C14—C15—H15	119.4
C28—C27—C26	119.9 (3)	C10—C15—H15	119.4
O3—C11—C10	127.0 (4)	C30—C29—C28	120.1 (4)
O3—C11—C12	114.5 (3)	C30—C29—H29	119.9
C10—C11—C12	118.5 (3)	C28—C29—H29	119.9
C26—C25—C30	118.8 (3)	C22—C21—C20	116.6 (5)
C26—C25—C24	121.8 (3)	C22—C21—H21	121.7
C30—C25—C24	119.3 (3)	C20—C21—H21	121.7
C5—C6—C7	117.2 (3)	C19—C18—C17	116.6 (5)
C5—C6—H6	121.4	C19—C18—H18	121.7
C7—C6—H6	121.4	C17—C18—H18	121.7
O4—C12—C13	119.9 (4)	C20—C19—C18	121.5 (5)
O4—C12—C11	120.5 (3)	C20—C19—H19	119.3

C13—C12—C11	119.6 (3)	C18—C19—H19	119.3
C1—N1—N2—C9	178.5 (3)	C30—C25—C24—N4	-178.1 (3)
C8—N1—N2—C9	0.0 (5)	O8—C27—C28—C29	-179.8 (3)
C16—N3—N4—C24	1.3 (5)	C26—C27—C28—C29	0.9 (5)
C23—N3—N4—C24	-176.0 (3)	O4—C12—C13—C14	-177.8 (3)
N2—N1—C1—O1	3.3 (4)	C11—C12—C13—C14	2.6 (5)
C8—N1—C1—O1	-177.9 (3)	N4—N3—C23—O6	0.3 (5)
N2—N1—C1—C2	-176.9 (2)	C16—N3—C23—O6	-177.5 (3)
C8—N1—C1—C2	1.9 (3)	N4—N3—C23—C22	179.3 (3)
O1—C1—C2—C3	-2.6 (5)	C16—N3—C23—C22	1.5 (4)
N1—C1—C2—C3	177.7 (3)	C17—C22—C23—O6	177.4 (4)
O1—C1—C2—C7	179.0 (3)	C21—C22—C23—O6	-2.5 (6)
N1—C1—C2—C7	-0.7 (3)	C17—C22—C23—N3	-1.6 (4)
C3—C2—C7—C6	-0.4 (5)	C21—C22—C23—N3	178.5 (3)
C1—C2—C7—C6	178.1 (3)	C2—C3—C4—C5	1.2 (5)
C3—C2—C7—C8	-179.1 (3)	C26—C25—C30—C29	-1.1 (5)
C1—C2—C7—C8	-0.6 (3)	C24—C25—C30—C29	-178.9 (3)
N2—N1—C8—O2	-2.8 (5)	C7—C6—C5—C4	0.8 (5)
C1—N1—C8—O2	178.6 (3)	C3—C4—C5—C6	-1.5 (5)
N2—N1—C8—C7	176.4 (3)	C21—C22—C17—C18	0.4 (5)
C1—N1—C8—C7	-2.2 (3)	C23—C22—C17—C18	-179.5 (3)
C6—C7—C8—O2	2.2 (6)	C21—C22—C17—C16	-179.1 (3)
C2—C7—C8—O2	-179.2 (3)	C23—C22—C17—C16	1.0 (4)
C6—C7—C8—N1	-176.9 (3)	C12—C13—C14—C15	-1.6 (5)
C2—C7—C8—N1	1.7 (3)	N4—N3—C16—O5	1.9 (6)
C7—C2—C3—C4	-0.2 (5)	C23—N3—C16—O5	179.3 (4)
C1—C2—C3—C4	-178.4 (3)	N4—N3—C16—C17	-178.4 (3)
O7—C26—C27—O8	-0.5 (4)	C23—N3—C16—C17	-1.0 (4)
C25—C26—C27—O8	179.4 (3)	C22—C17—C16—O5	179.7 (4)
O7—C26—C27—C28	178.8 (3)	C18—C17—C16—O5	0.2 (7)
C25—C26—C27—C28	-1.3 (5)	C22—C17—C16—N3	-0.1 (4)
C15—C10—C11—O3	178.7 (3)	C18—C17—C16—N3	-179.5 (4)
C9—C10—C11—O3	-0.4 (5)	N1—N2—C9—C10	-179.3 (3)
C15—C10—C11—C12	0.6 (5)	C15—C10—C9—N2	-177.4 (3)
C9—C10—C11—C12	-178.5 (3)	C11—C10—C9—N2	1.7 (5)
O7—C26—C25—C30	-178.7 (3)	C13—C14—C15—C10	0.0 (5)
C27—C26—C25—C30	1.4 (5)	C11—C10—C15—C14	0.5 (5)
O7—C26—C25—C24	-1.0 (5)	C9—C10—C15—C14	179.6 (3)
C27—C26—C25—C24	179.1 (3)	C25—C30—C29—C28	0.7 (5)
C2—C7—C6—C5	0.1 (5)	C27—C28—C29—C30	-0.5 (5)
C8—C7—C6—C5	178.6 (3)	C17—C22—C21—C20	-0.1 (5)
O3—C11—C12—O4	-0.1 (5)	C23—C22—C21—C20	179.8 (4)
C10—C11—C12—O4	178.3 (3)	C19—C20—C21—C22	-0.2 (6)
O3—C11—C12—C13	179.5 (3)	C22—C17—C18—C19	-0.4 (6)
C10—C11—C12—C13	-2.1 (5)	C16—C17—C18—C19	179.0 (4)

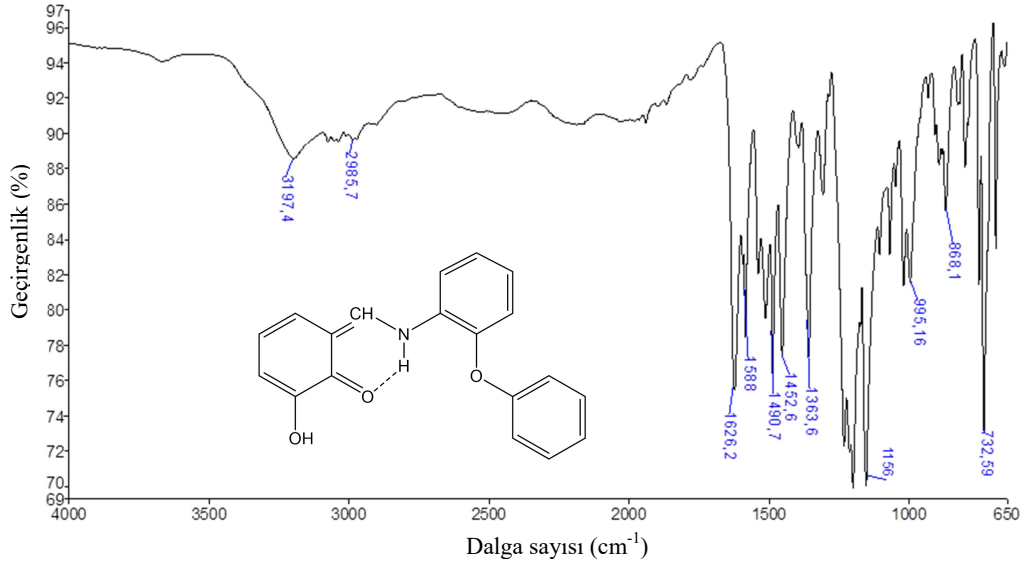
N3—N4—C24—C25	179.4 (3)	C21—C20—C19—C18	0.2 (7)
C26—C25—C24—N4	4.1 (5)	C17—C18—C19—C20	0.1 (7)

3.3.5. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on Bileşğinin (V) Sentezi (MT61)

50 mL'likbalon içerisinde 2,3-dihidroksibenzaldehit 13,8 mg (0,1 mmol) 10 mL mutlak etil alkolde çözüldü. Daha sonra üzerine 10 mL mutlak etil alkolde 2-fenoksianilin 24,3 mg (0.1 mmol) çözümlenerek ilave edildi. Sonra çözeltili 14 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Tepkime sonunda etil alkol buharlaştırıldı. Elde edilen (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşğini etanol-kloroform (1:1) karışımında yavaş buharlaştırma yöntemiyle oda sıcaklığında kristallendirildi. Elde edilen kristalin yapısı IR, UV-vis, ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve X-ışını kırınımı metotlarıyla aydınlatıldı. Verim: %62, E.N.: 116-118°C.

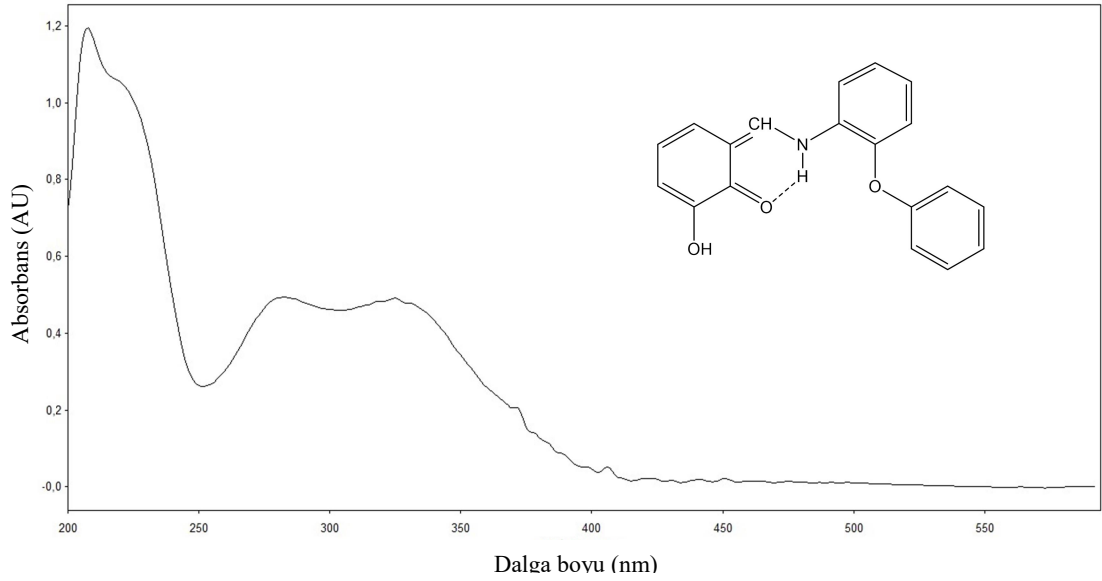


Şekil 3.29. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşğinin (V) Sentezi



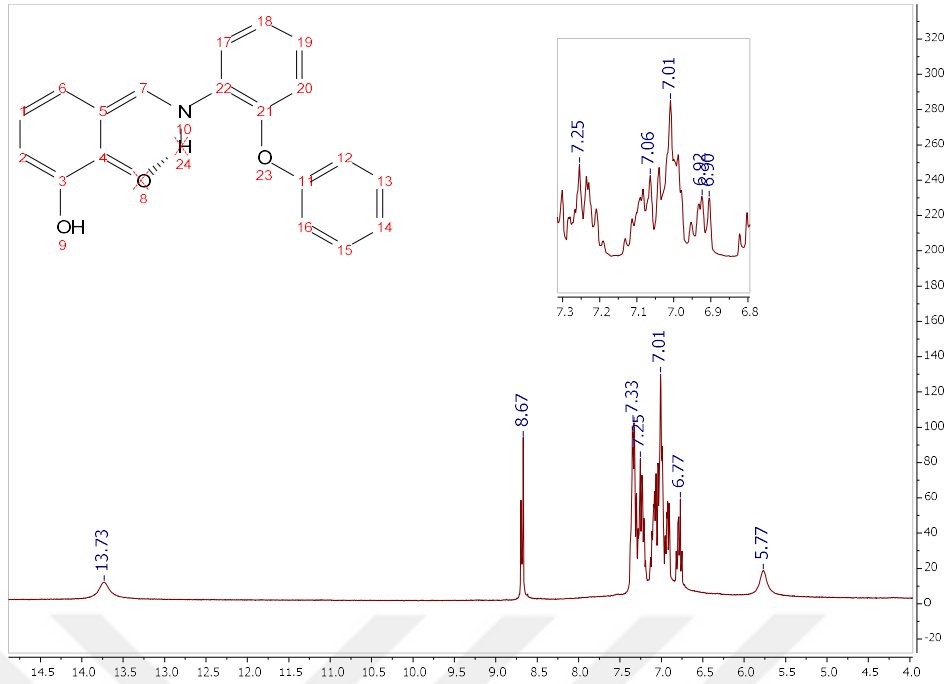
Şekil 3.30. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiginin (V) FT-IR spektrumu

FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3361 (z,O-H), 3197 (z,N-H), 3053 (z, aromatik C-H), 2985 (z, alifatik C-H), 2843 (z,C-N), 1626 (ş,C=O), 1588 (ş,C=C), 1156 (ş, aromatik C-O). ş: şiddetli, o: orta şiddetli, z: zayıf, y:yayvan.



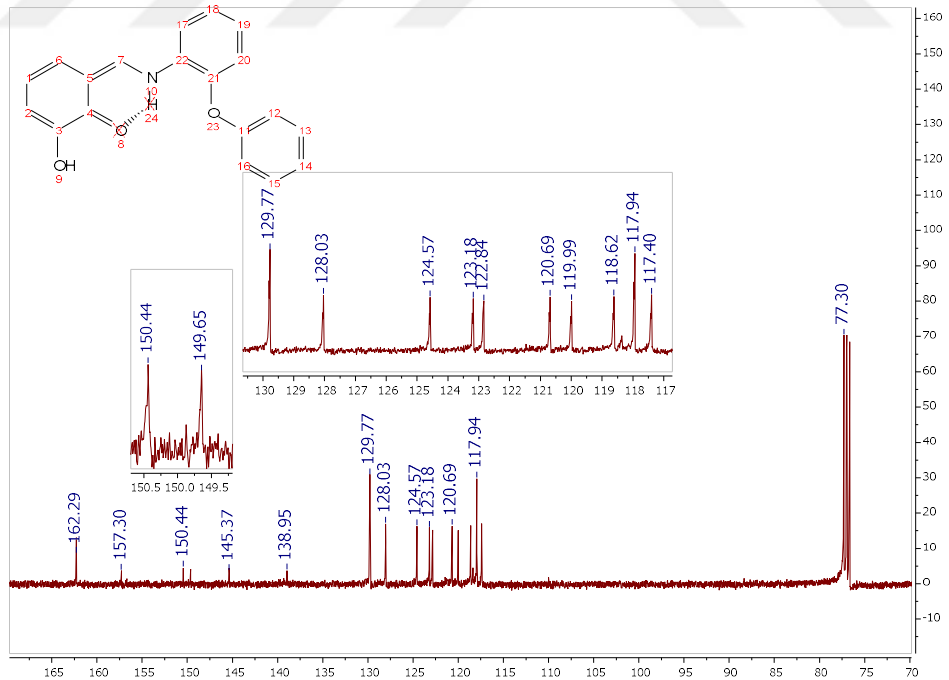
Şekil 3.31. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiginin (V) UV-vis spektrumu

UV-vis soğurma spektrumu ($\lambda_{\text{max/nm}}$, 2×10^{-5} M $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$): λ_{max} : 208, 283, 325, 331 nm.



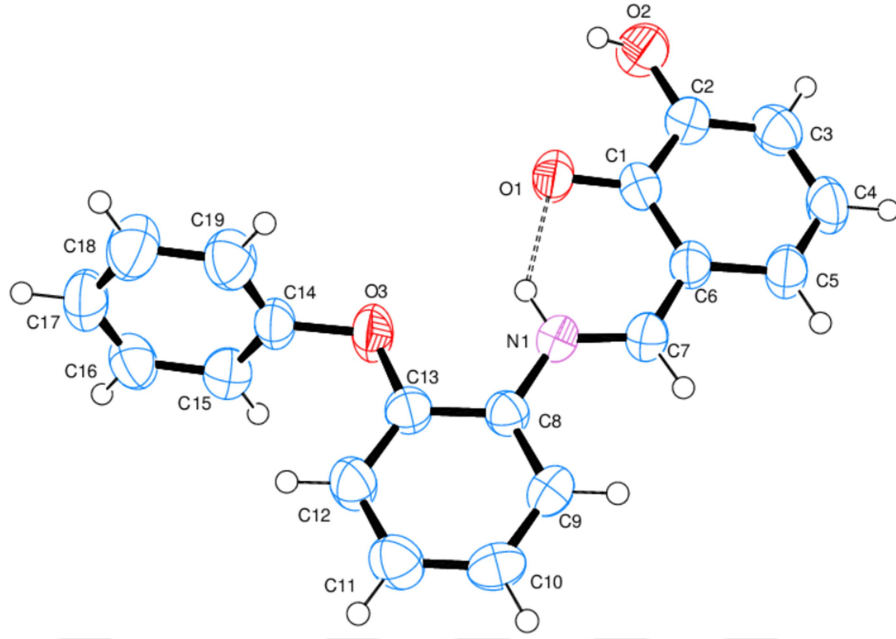
Şekil 3.32. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (V) ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR spektrumu (CDCl₃, 400 MHz, standart: TMS, ppm): 13,73: (NH₂₄); 8,67: (H-C-N); 7,33-6,77: (Aromatik H); 5,77: (OH₉).

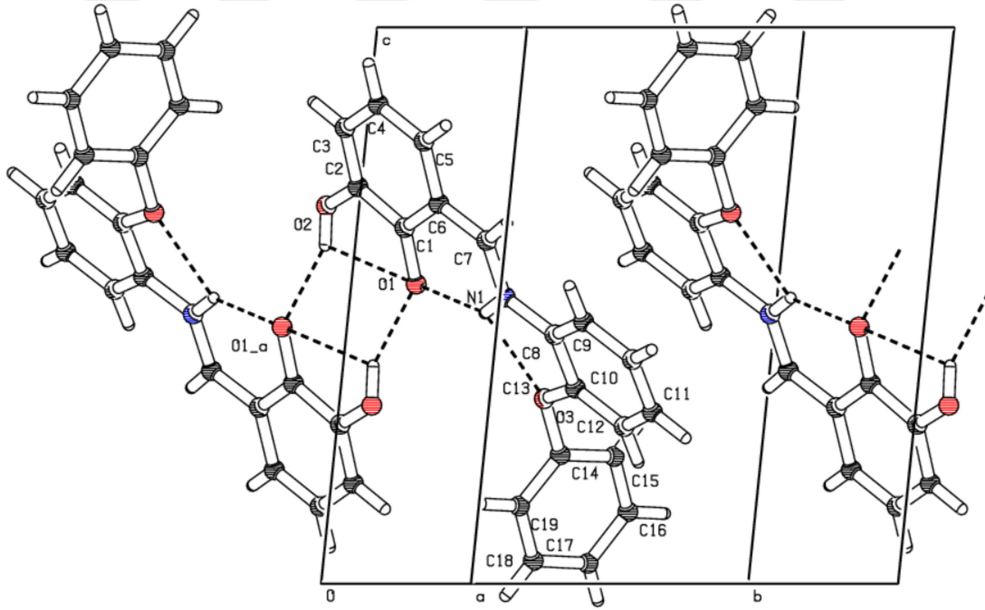


Şekil 3.33. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (V) ¹³C-NMR spektrumu

¹³C-NMR Spektrumu (CDCl₃, 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 162,29: (C₇); 157,30-117,40: (Aromatik C'lar); 77,30: (Kloroform-d).



Şekil 3.34. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşinin (V) ortep yapısı



Şekil 3.35. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşinin (V) birim hücre yapısı

Çizelge 3.9. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiminin (V) kristal yapı verileri

Kristal Özellikleri	
Kimyasal Formül	C ₃₈ H ₃₀ N ₂ O ₆
Molekül Ağırlığı (M _r)	610.64
Kristal Sistemi	Triclinic
Uzay Grubu	P1
Birim Hücre Parametreleri (Å)	a=7.655 (5), b=8.982(5), c=11.950(5) α(°)=86.57 (4), β(°)= 75.22 (4), γ(°)=74.92 (4)
Birim Hücre Hacmi (Å ³)	767.1 (7)
Birim Hücredeki Molekül Sayısı	1
Hesaplanan Yoğunluk (Mg.m ⁻³)	1.329
Çizgisel Soğurma Katsayısı (mm ⁻¹)	0.09
Boyut/Renk/Biçim	0,620x0,337x0,050/Kırmızı/Şekilsiz
Veri Toplama	
Veriler STOE IPDS-2 kırınım metre sisteminde ω-taraması yöntemi ile toplandı	
X-ışını ve Dalga Boyu (Å)	MoK _α , λ=0,71073 Å
Monokromatör	Grafit
Veri toplama sıcaklığı	293 K
F ₀₀₀	320
Gözlenen yansıma sayısı	11662
Bağımsız yansıma sayısı	3183
Soğurma düzeltmesi	İntegrasyon
Geçirgenlik Faktörü	T _{min} =0,9619, T _{max} =0,9952
R _{int}	0.106
Verilerin Arıtılması	
Kullanılan Programlar	SHELXS97, SHELXL97
Yapı Çözülmesi	Direkt Metotlar
Yapı Arıtımı	Tam matris (F ²)'ye göre
Ağırlık Fonksiyonu	1/σ(F ²)
Hidrojen Atomlarının Yerleştirilmesi	Geometrik ve izotropik artım
h, k, l Aralığı	-9<h<9, -11<k<11, -14<l<14

Parametre Sayısı	209
S(F ²)	0.83
R	0.049
wR ₂	0.083
$\Delta\rho_{\max}, \Delta\rho_{\min}$ (e/Å ³)	0,12, -0,13

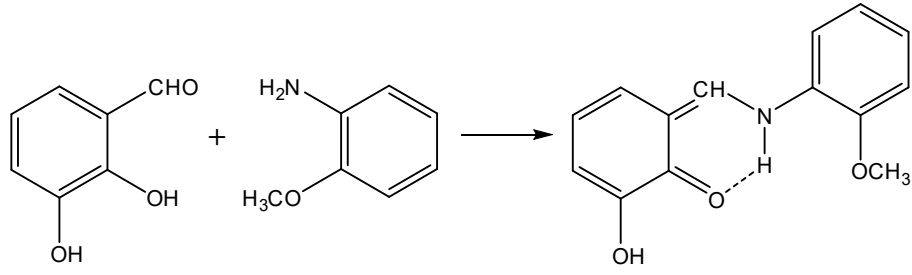
Çizelge 3.10. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiği (V) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları

Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı	Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı
O1—C1	1.296 (3)	C3—C4	1.413 (4)
O2—C2	1.375 (3)	C3—H3	0.9300
O2—H2	0.8200	C1—C2	1.427 (3)
O3—C13	1.385 (3)	C12—C11	1.383 (3)
O3—C14	1.402 (3)	C12—H12	0.9300
N1—C7	1.299 (3)	C11—H11	0.9300
N1—C8	1.412 (3)	C14—C19	1.359 (3)
N1—H1	0.8600	C14—C15	1.366 (3)
C7—C6	1.403 (3)	C5—C4	1.357 (3)
C7—H7	0.9300	C5—H5	0.9300
C13—C12	1.383 (3)	C15—C16	1.383 (3)
C13—C8	1.389 (3)	C15—H15	0.9300
C8—C9	1.394 (3)	C19—C18	1.378 (3)
C9—C10	1.377 (3)	C19—H19	0.9300
C9—H9	0.9300	C4—H4	0.9300
C6—C5	1.425 (3)	C16—C17	1.356 (3)
C6—C1	1.433 (3)	C16—H16	0.9300
C10—C11	1.372 (3)	C17—C18	1.371 (4)
C10—H10	0.9300	C17—H17	0.9300
C3—C2	1.359 (3)	C18—H18	0.9300
C2—O2—H2	109.5	C13—C12—H12	120.0
C13—O3—C14	117.24 (19)	C10—C11—C12	120.7 (3)
C7—N1—C8	126.2 (2)	C10—C11—H11	119.6
C7—N1—H1	116.9	C12—C11—H11	119.6
C8—N1—H1	116.9	C3—C2—O2	119.2 (3)
N1—C7—C6	124.2 (2)	C3—C2—C1	120.4 (3)
N1—C7—H7	117.9	O2—C2—C1	120.4 (2)
C6—C7—H7	117.9	C19—C14—C15	121.3 (2)
C12—C13—O3	124.5 (2)	C19—C14—O3	118.8 (3)
C12—C13—C8	120.0 (2)	C15—C14—O3	119.8 (3)
O3—C13—C8	115.5 (2)	C4—C5—C6	120.4 (3)
C13—C8—C9	118.6 (2)	C4—C5—H5	119.8
C13—C8—N1	117.7 (2)	C6—C5—H5	119.8
C9—C8—N1	123.7 (2)	C14—C15—C16	119.0 (3)
C10—C9—C8	121.4 (2)	C14—C15—H15	120.5
C10—C9—H9	119.3	C16—C15—H15	120.5
C8—C9—H9	119.3	C14—C19—C18	119.3 (3)
C7—C6—C5	119.5 (2)	C14—C19—H19	120.3
C7—C6—C1	121.0 (2)	C18—C19—H19	120.3
C5—C6—C1	119.5 (2)	C5—C4—C3	120.3 (2)

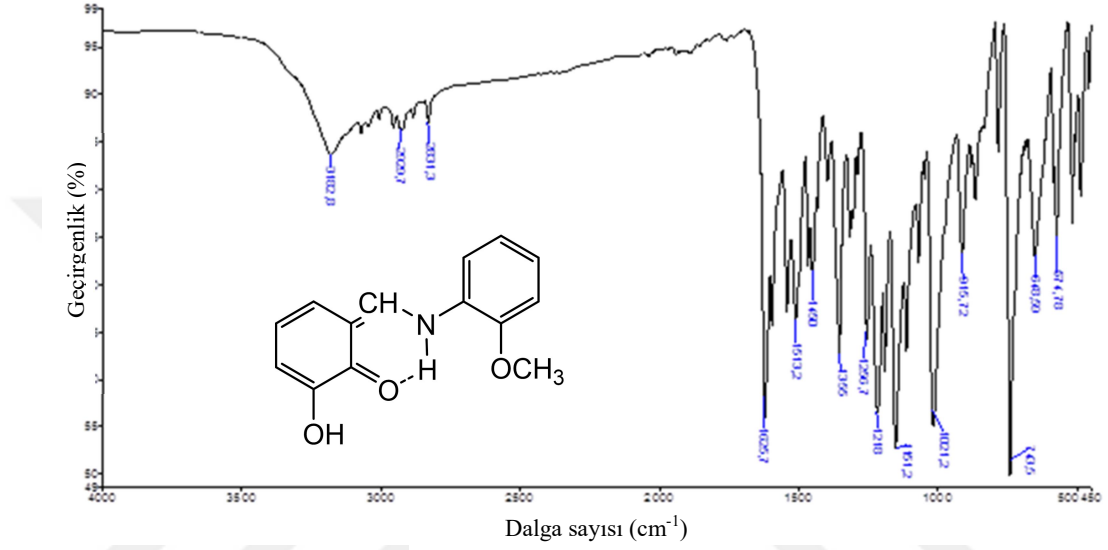
C11—C10—C9	119.2 (3)	C5—C4—H4	119.9
C11—C10—H10	120.4	C3—C4—H4	119.9
C9—C10—H10	120.4	C17—C16—C15	120.3 (3)
C2—C3—C4	121.4 (3)	C17—C16—H16	119.8
C2—C3—H3	119.3	C15—C16—H16	119.8
C4—C3—H3	119.3	C16—C17—C18	120.2 (3)
O1—C1—C2	120.0 (2)	C16—C17—H17	119.9
O1—C1—C6	122.0 (2)	C18—C17—H17	119.9
C2—C1—C6	118.0 (2)	C17—C18—C19	120.0 (3)
C11—C12—C13	120.1 (2)	C17—C18—H18	120.0
C11—C12—H12	120.0	C19—C18—H18	120.0
C8—N1—C7—C6	177.3 (2)	C13—C12—C11—C10	0.1 (4)
C14—O3—C13—C12	5.5 (4)	C4—C3—C2—O2	-176.8 (2)
C14—O3—C13—C8	-175.1 (2)	C4—C3—C2—C1	1.4 (4)
C12—C13—C8—C9	-1.0 (4)	O1—C1—C2—C3	179.1 (3)
O3—C13—C8—C9	179.6 (2)	C6—C1—C2—C3	-1.9 (4)
C12—C13—C8—N1	179.6 (2)	O1—C1—C2—O2	-2.7 (4)
O3—C13—C8—N1	0.2 (3)	C6—C1—C2—O2	176.3 (2)
C7—N1—C8—C13	-168.2 (2)	C13—O3—C14—C19	101.2 (3)
C7—N1—C8—C9	12.5 (4)	C13—O3—C14—C15	-81.8 (3)
C13—C8—C9—C10	1.2 (4)	C7—C6—C5—C4	179.2 (2)
N1—C8—C9—C10	-179.4 (2)	C1—C6—C5—C4	-0.4 (4)
N1—C7—C6—C5	-178.1 (2)	C19—C14—C15—C16	-1.3 (4)
N1—C7—C6—C1	1.5 (3)	O3—C14—C15—C16	-178.2 (2)
C8—C9—C10—C11	-0.8 (4)	C15—O4—C19—O8	0.9 (4)
C7—C6—C1—O1	0.8 (4)	O3—C14—C19—C18	177.8 (3)
C5—C6—C1—O1	-179.6 (2)	C6—C5—C4—C3	-0.2 (4)
C7—C6—C1—C2	-178.2 (2)	C2—C3—C4—C5	-0.3 (4)
C5—C6—C1—C2	1.4 (3)	C14—C15—C16—C17	0.4 (4)
O3—C13—C12—C11	179.7 (3)	C15—C16—C17—C18	0.9 (4)
C8—C13—C12—C11	0.3 (4)	C16—C17—C18—C19	-1.2 (4)
C9—C10—C11—C12	0.2 (4)	C14—C19—C18—C17	0.4 (4)

3.3.6. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on Bileşinin (VI) Sentezi (MT17)

50 mL'lik balon içerisinde 2,3-dihidroksibenzaldehit 13,8 mg (0,1 mmol) 10 mL mutlak etil alkolde çözüldü. Daha sonra üzerine 10 mL mutlak etil alkolde 2-metoksianilin 12,3 mg (0.1 mmol) çözümlenerek ilave edildi. Sonra çözelti 14 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Tepkime sonunda etil alkol buharlaştırıldı. Elde edilen (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiği etanol-kloroform (1:1) karışımında yavaş buharlaştırma yöntemiyle oda sıcaklığında kristallendirildi. Elde edilen kristalin yapısı IR, UV-vis, ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve X-ışını kırınımı metotlarıyla aydınlatıldı. Verim: %58, E.N.: 172-174°C.

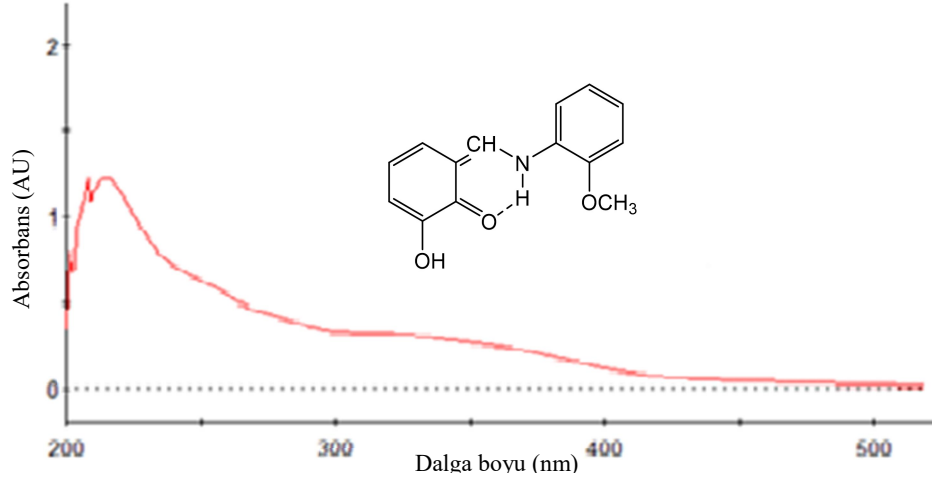


Şekil 3.36. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VI) sentezi



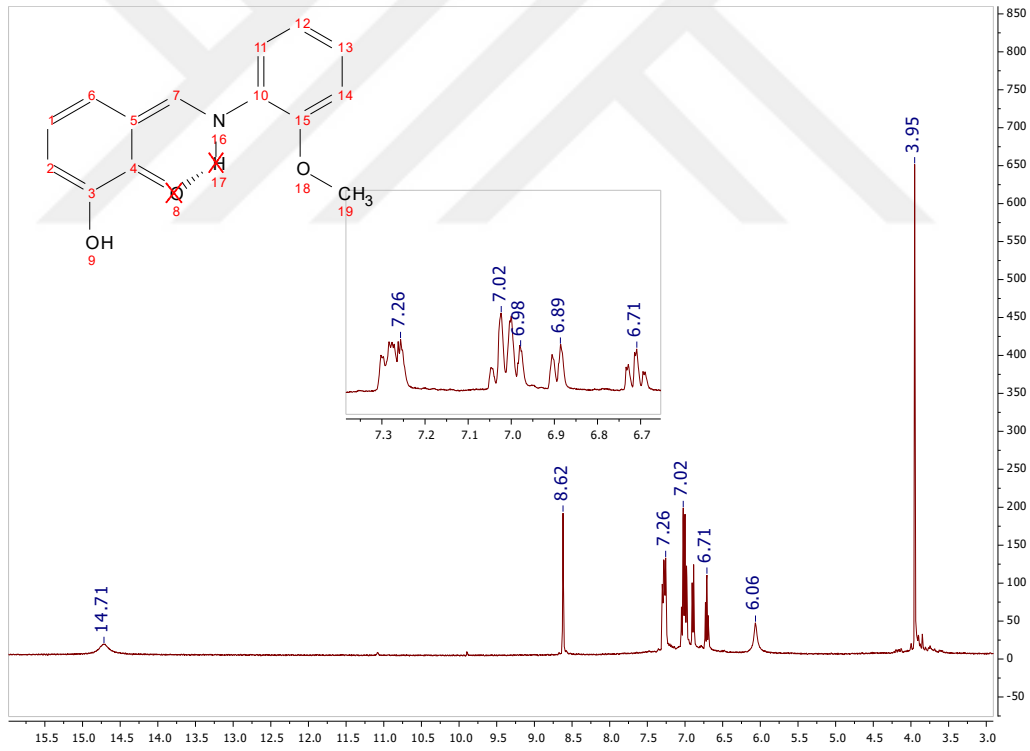
Şekil 3.37. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (VI) FT-IR spektrumu

FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3123 (z, O-H), 3182 (z, N-H), 3087 (z, aromatik C-H), 2929 (z, alifatik C-H), 2831 (z, C-N), 1625 (ş, C=O), 1513 (o, C=C), 1218 (ş, C-H). ş: şiddetli, o: orta şiddetli, z: zayıf, y:yayvan.



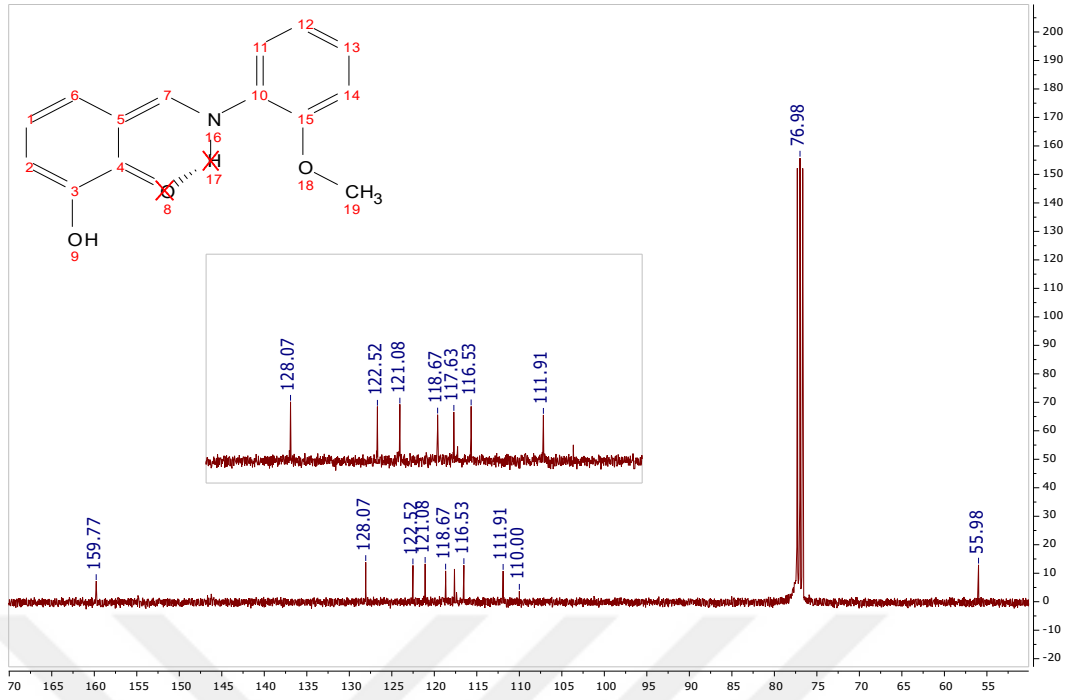
Şekil 3.38. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiminin (VI) UV-vis. spektrumu

UV-vis. soğurma spektrumu (λ_{\max}/nm , 2×10^{-5} M $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$): λ_{\max} : 210, 217, 284, 343 nm.



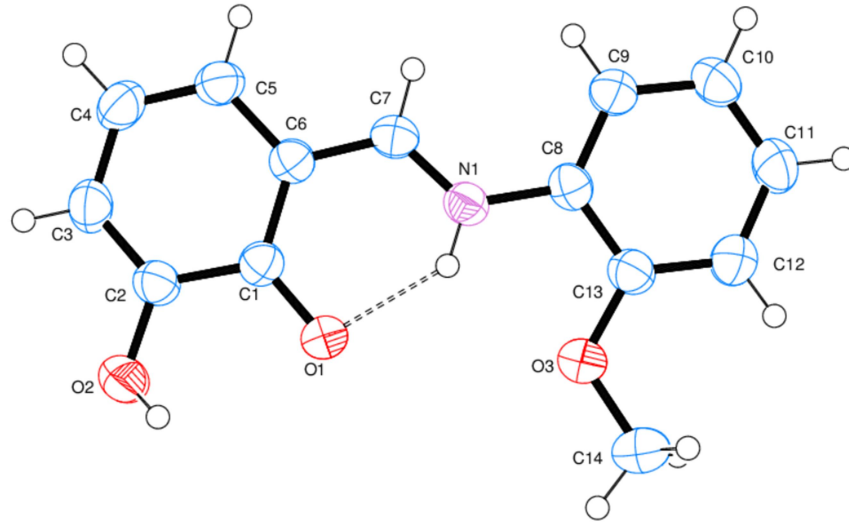
Şekil 3.39. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiminin (VI) ¹H-NMR spektrumu

¹H-NMR spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, standart: TMS, ppm): 14,71: (NH_{17}); 8,62: (H-C-N); 7,26-6,71: (Aromatik H); 6,06: (OH_9); 3,95: (CH_3).

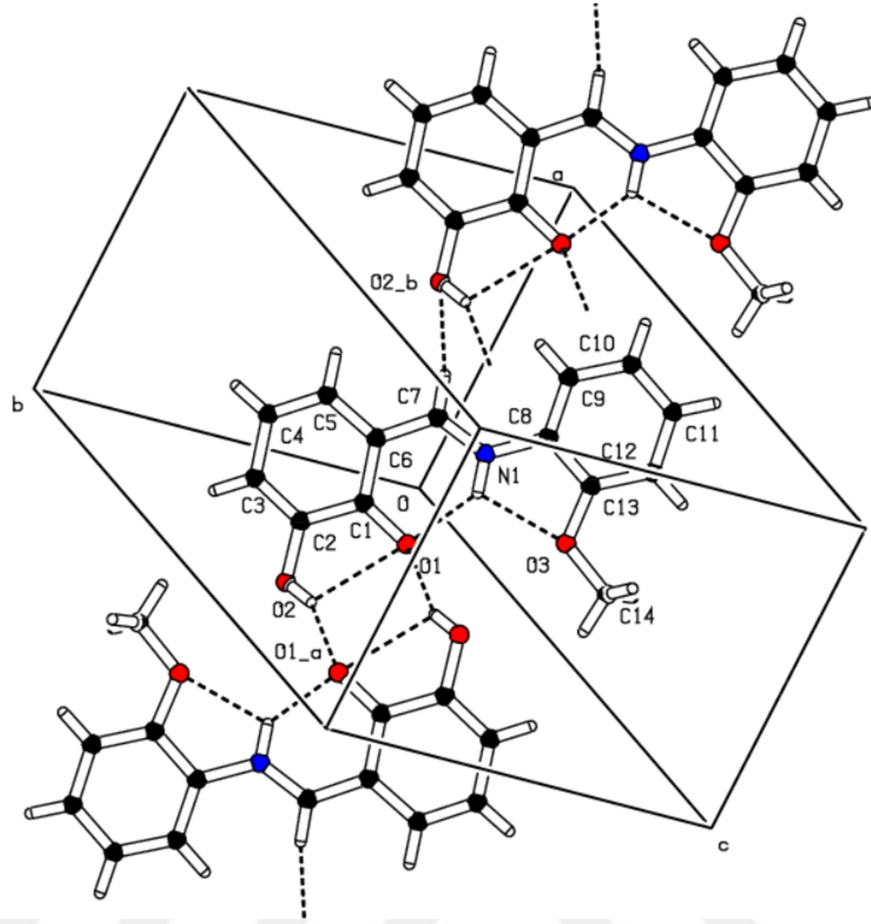


Şekil 3.40. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VI) ^{13}C -NMR spektrumu

^{13}C -NMR Spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 159,77: (C_7); 128,07-110,00: (Aromatik C'lar); 76,98: (Kloroform-d); 55,98: (C_{19}).



Şekil 3.41. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VI) ortep yapısı



Şekil 3.42. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VI) birim hücre yapısı

Çizelge 3.11. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VI) kristal yapı verileri

Kristal Özellikleri	
Kimyasal Formül	$C_{14}H_{13}NO_3$
Molekül Ağırlığı (M_r)	243.25
Kristal Sistemi	Monoklinik
Uzay Grubu	$P2_1/n$
Birim Hücre Parametreleri (Å)	$a=7.551(2)$, $b=11.318(3)$, $c=13.490(4)$ $\beta = 95.09(2)^\circ$
Birim Hücre Hacmi (Å ³)	1148.3 (6)
Birim Hücredeki Molekül Sayısı	4
Hesaplanan Yoğunluk ($Mg.m^{-3}$)	1.407
Çizgisel Soğurma Katsayısı (mm^{-1})	0.10
Boyut/Renk/Biçim	0,690x0,447x0,200/Kırmızı/Prizmatik

Veri Toplama

Veriler STOE IPDS-2 kırınım metre sisteminde ω -taraması yöntemi ile toplandı

X-ışını ve Dalga Boyu (Å)	MoK $_{\alpha}$, $\lambda=0,71073$ Å
Monokromatör	Grafit
Veri toplama sıcaklığı	293 K
F $_{000}$	512
Gözlenen yansıma sayısı	8462
Bağımsız yansıma sayısı	2380
Soğurma düzeltmesi	İntegrasyon
Geçirgenlik Faktörü	T $_{\min}$ =0,3957, T $_{\max}$ =0,6271
R $_{\text{int}}$	0.025

Verilerin Arıtılması

Kullanılan Programlar	SHELXS97, SHELXL97
Yapı Çözülmesi	Direkt Metotlar
Yapı Arıtımı	Tam matris (F 2)'ye göre
Ağırlık Fonksiyonu	1/ σ (F 2)
Hidrojen Atomlarının Yerleştirilmesi	Geometrik ve izotropik artım
h, k, l Aralığı	-9<h<9, -14<k<14, -16<l<16
Parametre Sayısı	165
S(F 2)	0,96
R	0,033
wR $_2$	0,082
$\Delta\rho_{\text{max}}$, $\Delta\rho_{\text{min}}$ (e/Å 3)	0,14,-0,12

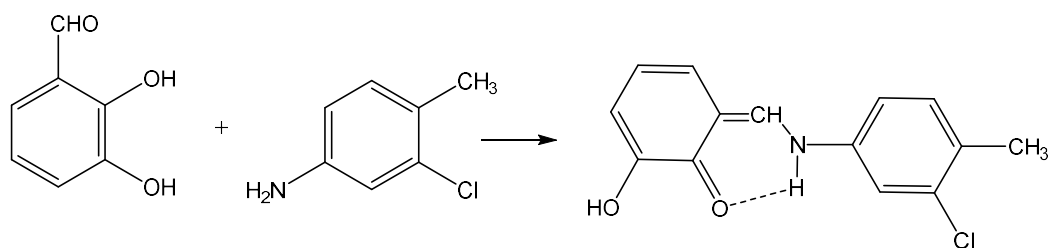
Çizelge 3.12. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiği (VI) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları

Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı	Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı
O1—C1	1.2929 (14)	C2—C3	1.3597 (18)
O2—C2	1.3611 (16)	C5—C4	1.3543 (19)
O2—H2	0.8200	C5—H5	0.9300
O3—C13	1.3615 (16)	C9—C10	1.3805 (19)
O3—C14	1.4219 (16)	C9—H9	0.9300
N1—C7	1.3038 (15)	C3—C4	1.403 (2)
N1—C8	1.4118 (16)	C3—H3	0.9300
N1—H1	0.8600	C12—C11	1.374 (2)
C1—C6	1.4244 (17)	C12—H12	0.9300
C1—C2	1.4295 (17)	C4—H4	0.9300
C8—C9	1.3790 (19)	C10—C11	1.373 (2)
C8—C13	1.3992 (18)	C10—H10	0.9300
C6—C7	1.4048 (17)	C11—H11	0.9300
C6—C5	1.4198 (17)	C14—H14A	0.9600
C7—H7	0.9300	C14—H14B	0.9600
C13—C12	1.3825 (19)	C14—H14C	0.9600
C2—O2—H2	109.5	C6—C5—H5	119.8
C13—O3—C14	117.76 (11)	C8—C9—C10	120.07 (12)
C7—N1—C8	127.43 (11)	C8—C9—H9	120.0
C7—N1—H1	116.3	C10—C9—H9	120.0
C8—N1—H1	116.3	C2—C3—C4	121.80 (13)
O1—C1—C6	122.66 (11)	C2—C3—H3	119.1
O1—C1—C2	120.34 (11)	C4—C3—H3	119.1
C6—C1—C2	117.00 (11)	C11—C12—C13	119.68 (13)
C9—C8—C13	119.95 (11)	C11—C12—H12	120.2
C9—C8—N1	123.52 (11)	C13—C12—H12	120.2
C13—C8—N1	116.53 (11)	C5—C4—C3	119.78 (12)
C7—C6—C5	119.60 (11)	C5—C4—H4	120.1
C7—C6—C1	119.98 (11)	C3—C4—H4	120.1
C5—C6—C1	120.40 (11)	C11—C10—C9	119.68 (13)
N1—C7—C6	123.44 (11)	C11—C10—H10	120.2
N1—C7—H7	118.3	C9—C10—H10	120.2
C6—C7—H7	118.3	C10—C11—C12	121.15 (13)
O3—C13—C12	125.16 (12)	C10—C11—H11	119.4
O3—C13—C8	115.38 (11)	C12—C11—H11	119.4
C12—C13—C8	119.46 (12)	O3—C14—H14A	109.5
C3—C2—O2	119.89 (12)	O3—C14—H14B	109.5
C3—C2—C1	120.58 (12)	H14A—C14—H14B	109.5
O2—C2—C1	119.51 (11)	O3—C14—H14C	109.5
C4—C5—C6	120.39 (13)	H14A—C14—H14C	109.5
C4—C5—H5	119.8	H14B—C14—H14C	109.5

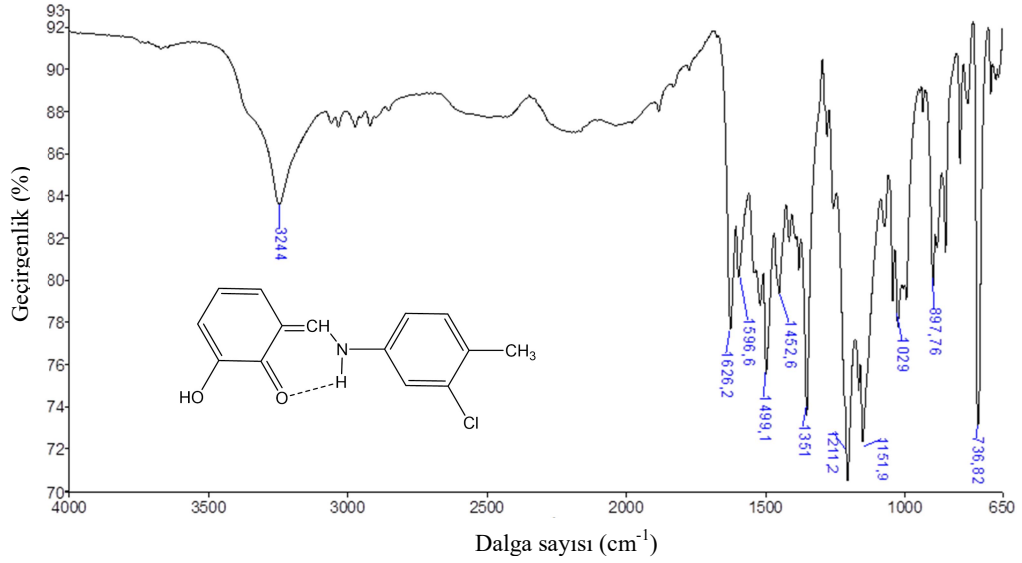
C7—N1—C8—C9	5.95 (19)	C6—C1—C2—C3	-1.08 (17)
C7—N1—C8—C13	-174.42 (11)	O1—C1—C2—O2	-2.14 (18)
O1—C1—C6—C7	3.37 (18)	C6—C1—C2—O2	177.33 (11)
C2—C1—C6—C7	-176.09 (11)	C7—C6—C5—C4	176.31 (12)
O1—C1—C6—C5	-178.05 (11)	C1—C6—C5—C4	-2.28 (18)
C2—C1—C6—C5	2.49 (17)	C13—C8—C9—C10	0.00 (19)
C8—N1—C7—C6	175.52 (11)	N1—C8—C9—C10	179.62 (11)
C5—C6—C7—N1	-177.88 (11)	O2—C2—C3—C4	-179.02 (13)
C1—C6—C7—N1	0.71 (18)	C1—C2—C3—C4	-0.6 (2)
C14—O3—C13—C12	10.8 (2)	O3—C13—C12—C11	-178.68 (13)
C14—O3—C13—C8	-168.47 (12)	C8—C13—C12—C11	0.6 (2)
C9—C8—C13—O3	178.82 (11)	C6—C5—C4—C3	0.5 (2)
N1—C8—C13—O3	-0.82 (16)	C2—C3—C4—C5	0.9 (2)
C9—C8—C13—C12	-0.53 (19)	C8—C9—C10—C11	0.4 (2)
N1—C8—C13—C12	179.83 (12)	C9—C10—C11—C12	-0.4 (2)
O1—C1—C2—C3	179.45 (12)	C13—C12—C11—C10	-0.2 (2)

3.3.7. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on Bileşiğinin (VII) Sentezi (MT158)

50 mL'likbalon içerisinde 2,3-dihidroksibenzaldehit 13,8 mg (0,1 mmol) 10 mL mutlak etil alkolde çözüldü. Daha sonra üzerine 10 mL mutlak etil alkolde 3-kloro-4-metilanilin 14,1 mg (0.1 mmol) çözümlenerek ilave edildi. Sonra çözelti 14 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Tepkime sonunda etil alkol buharlaştırıldı. Elde edilen (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiği etanol-kloroform (1:1) karışımında yavaş buharlaştırma yöntemiyle oda sıcaklığında kristallendirildi. Elde edilen kristalin yapısı IR, UV-vis, ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve X-ışını kırınımı metotlarıyla aydınlatıldı. Verim: %64, E.N.: 143-145°C.



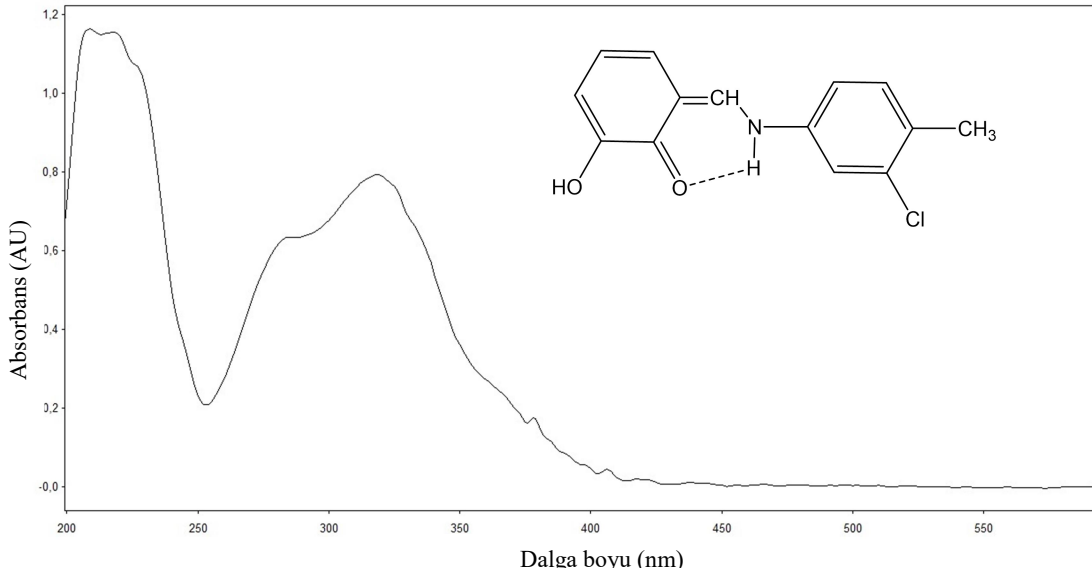
Şekil 3.43. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) sentezi



Şekil 3.44. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşinin (VII) FT-IR spektrumu

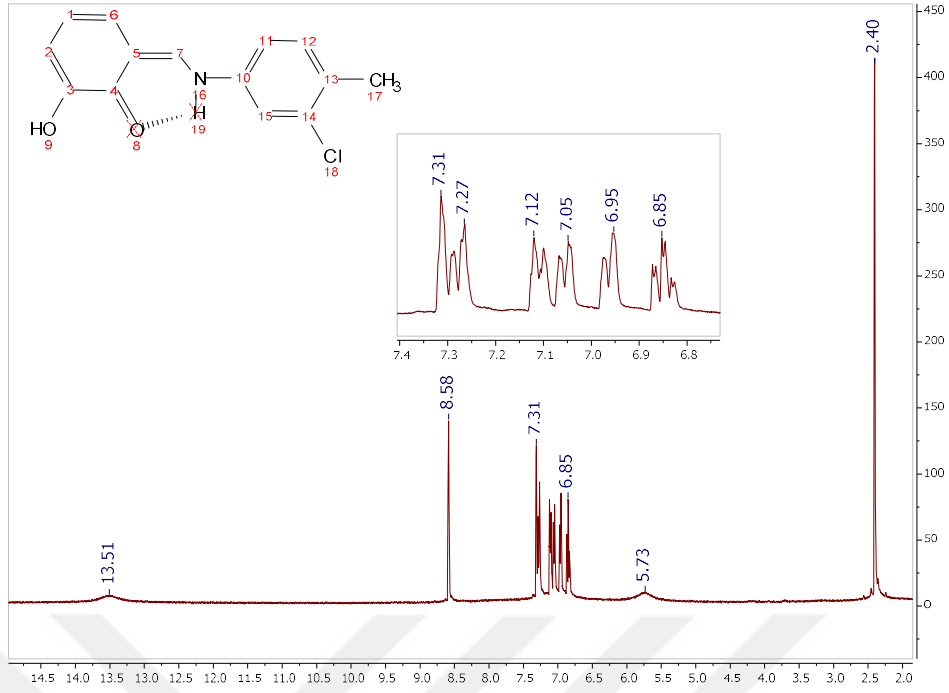
FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3361 (z, O-H), 3244 (z, N-H), 3065 (z, aromatik C-H), 2998 (z, alifatik C-H), 2825 (z, C-N), 1626 (ş, C=O), 1596 (ş, C=C), 1029 (o, C-Cl).

ş: şiddetli, o: orta şiddetli, z: zayıf, y: yayvan.



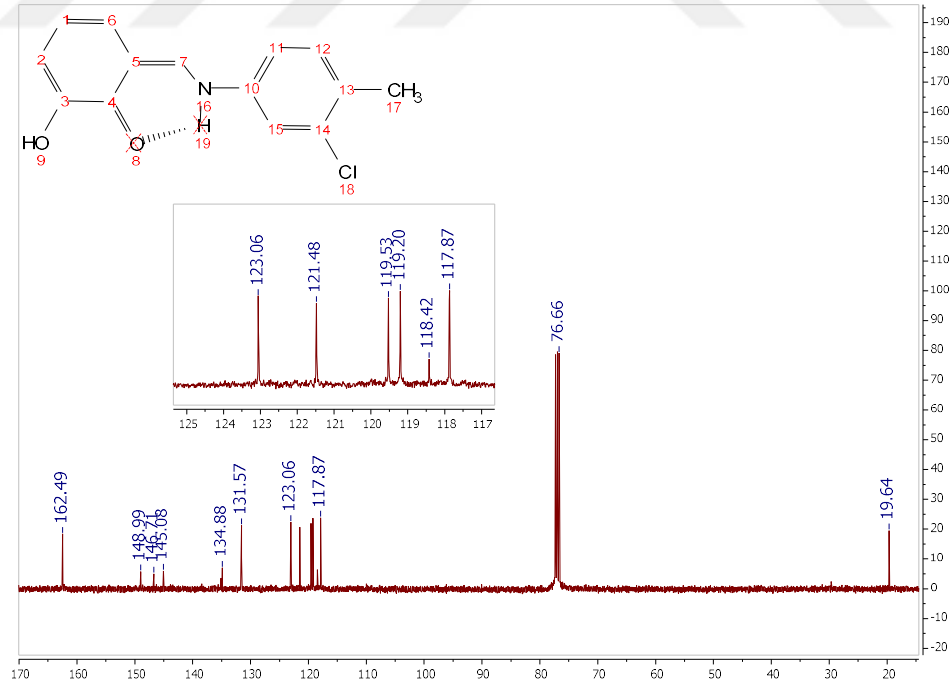
Şekil 3.45. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşinin (VII) UV-vis. spektrumu

UV-vis soğurma spektrumu ($\lambda_{\text{max/nm}}$, 2×10^{-5} M $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$): λ_{max} : 209, 218, 285, 318 nm.



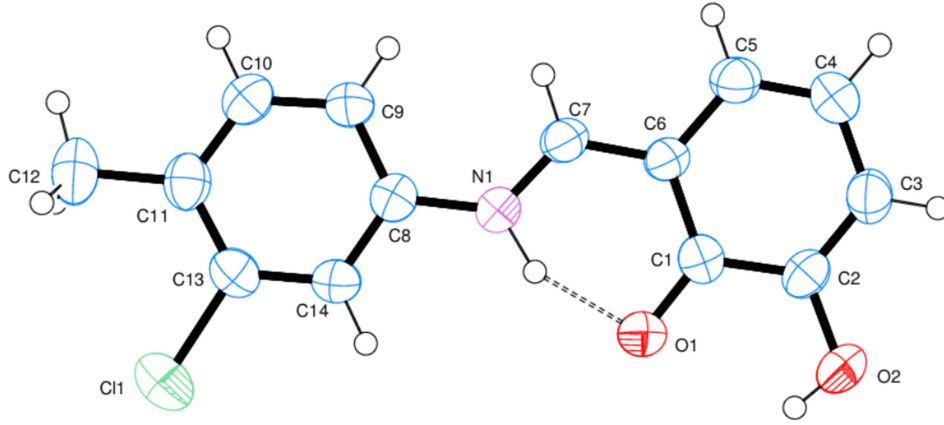
Şekil 3.46. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, standart: TMS, ppm): 13,51: (NH_{19}); 8,58: (H-C-N); 7,31-6,85: (Aromatik H); 5,73: (OH_9); 2,40: (CH_3).

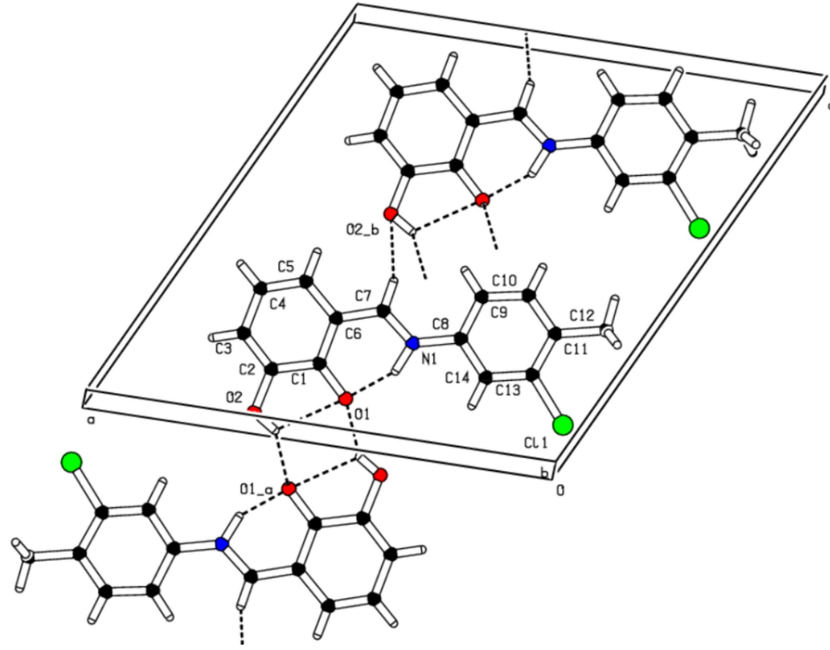


Şekil 3.47. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumu

$^{13}\text{C-NMR}$ Spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 162,49: (C_7); 148,99-117,87: (Aromatik C'lar); 76,66: (Kloroform-d); 19,64: (C_{17}).



Şekil 3.48. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) ortep yapısı



Şekil 3.49. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) birim hücre yapısı

Çizelge 3.13. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VII) kristal yapı verileri

Kristal Özellikleri	
Kimyasal Formül	$C_{14}H_{12}ClNO_2$
Molekül Ağırlığı (M_r)	261.70
Kristal Sistemi	Monoclinic
Uzay Grubu	P21/c
Birim Hücre Parametreleri (Å)	$a=14.035 (6)$, $b=6.972 (2)$, $c=13.964 (7)$
	$\beta(^{\circ})= 116.37 (4)$
Birim Hücre Hacmi (Å ³)	1224.2 (10)

Birim Hücredeki Molekül Sayısı	4
Hesaplanan Yoğunluk (Mg.m ⁻³)	1.344
Çizgisel Soğurma Katsayısı (mm ⁻¹)	0.30
Boyut/Renk/Biçim	0,290x0,187x0,080/Kırmızı/Prizmatik

Veri Toplama

Veriler STOE IPDS-2 kırınımmetre sisteminde ω -taraması yöntemi ile toplandı.

X-ışını ve Dalga Boyu (Å)	MoK _{α} , $\lambda=0,71073$ Å
Monokromatör	Grafit
Veri toplama sıcaklığı	293 K
F ₀₀₀	516
Gözlenen yansıma sayısı	9200
Bağımsız yansıma sayısı	2527
Soğurma düzeltmesi	İntegrasyon
Geçirgenlik Faktörü	T _{min} =0,3957, T _{max} =0,6271
R _{int}	0.090

Verilerin Arıtılması

Kullanılan Programlar	SHELXS97, SHELXL97
Yapı Çözülmesi	Direkt Metotlar
Yapı Arıtımı	Tam matris (F ²)'ye göre
Ağırlık Fonksiyonu	1/ σ (F ²)
Hidrojen Atomlarının Yerleştirilmesi	Geometrik ve izotropik artırım
h, k, l Aralığı	-17<h<17, -8<k<8, -17<l<17
Parametre Sayısı	168
S(F ²)	0.86
R	0.052
wR ₂	0.099
$\Delta\rho_{\max}$, $\Delta\rho_{\min}$ (e/Å ³)	0,15, -0,15

Çizelge 3.14. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiği (VII) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları

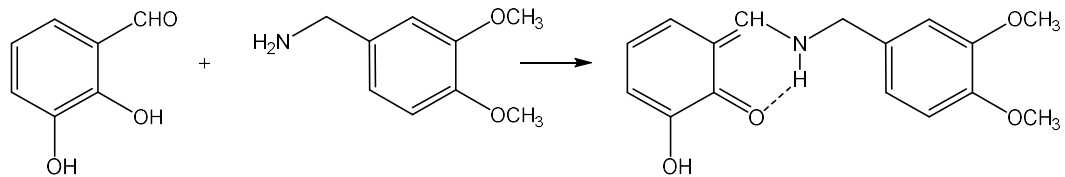
Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı	Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı
O2—C1	1.291 (2)	C11—C12	1.369 (3)
O4—C12	1.365 (2)	C11—C10	1.393 (3)
O4—C13	1.415 (3)	C11—H11	0.9300
O3—C14	1.369 (2)	C10—H10	0.9300

O3—C15	1.407 (3)	C2—C3	1.363 (3)
O1—C2	1.360 (2)	C7—H7	0.9300
O1—H1	0.8200	C5—C4	1.354 (3)
N1—C7	1.286 (3)	C5—H5	0.9300
N1—C8	1.470 (3)	C3—C4	1.396 (3)
N1—H1A	0.8600	C3—H3	0.9300
C14—C16	1.372 (3)	C4—H4	0.9300
C14—C12	1.390 (3)	C8—H8A	0.9700
C9—C10	1.368 (3)	C8—H8B	0.9700
C9—C16	1.394 (3)	C13—H13A	0.9600
C9—C8	1.502 (3)	C13—H13B	0.9600
C1—C2	1.423 (3)	C13—H13C	0.9600
C1—C6	1.429 (3)	C15—H15A	0.9600
C16—H16	0.9300	C15—H15B	0.9600
C6—C7	1.416 (3)	C15—H15C	0.9600
C6—C5	1.418 (3)		
C12—O4—C13	118.44 (18)	C10—C11—H11	120.1
C14—O3—C15	117.26 (18)	C9—C10—H10	119.6
C2—O1—H1	109.5	C11—C10—H10	119.6
C7—N1—C8	125.77 (19)	O1—C2—C3	119.8 (2)
C7—N1—H1A	117.1	O1—C2—C1	119.4 (2)
C8—N1—H1A	117.1	C3—C2—C1	120.8 (2)
O3—C14—C16	124.85 (19)	O4—C12—C11	125.07 (19)
O3—C14—C12	115.01 (19)	O4—C12—C14	115.16 (18)
C16—C14—C12	120.14 (19)	C11—C12—C14	119.8 (2)
C10—C9—C16	119.2 (2)	N1—C7—C6	124.3 (2)
C10—C9—C8	121.8 (2)	N1—C7—H7	117.9
C16—C9—C8	119.05 (19)	C6—C7—H7	117.9
O2—C1—C2	120.56 (19)	C4—C5—C6	120.7 (2)
O2—C1—C6	123.0 (2)	C4—C5—H5	119.6
C2—C1—C6	116.5 (2)	C6—C5—H5	119.6
C14—C16—C9	120.33 (19)	C2—C3—C4	122.2 (2)
C14—C16—H16	119.8	C2—C3—H3	118.9
C9—C16—H16	119.8	C4—C3—H3	118.9
C7—C6—C5	119.5 (2)	C5—C4—C3	119.2 (2)
C7—C6—C1	119.9 (2)	C5—C4—H4	120.4
C5—C6—C1	120.6 (2)	C3—C4—H4	120.4
C12—C11—C10	119.9 (2)	N1—C8—C9	110.93 (17)
C12—C11—H11	120.1	N1—C8—H8A	109.5
C9—C10—C11	120.7 (2)	C9—C8—H8A	109.5
H13B—C13—H13C	109.5	N1—C8—H8B	109.5
O3—C15—H15A	109.5	C9—C8—H8B	109.5
O3—C15—H15B	109.5	H8A—C8—H8B	108.0
H15A—C15—H15B	109.5	O4—C13—H13A	109.5
O3—C15—H15C	109.5	O4—C13—H13B	109.5
H15A—C15—H15C	109.5	H13A—C13—H13B	109.5

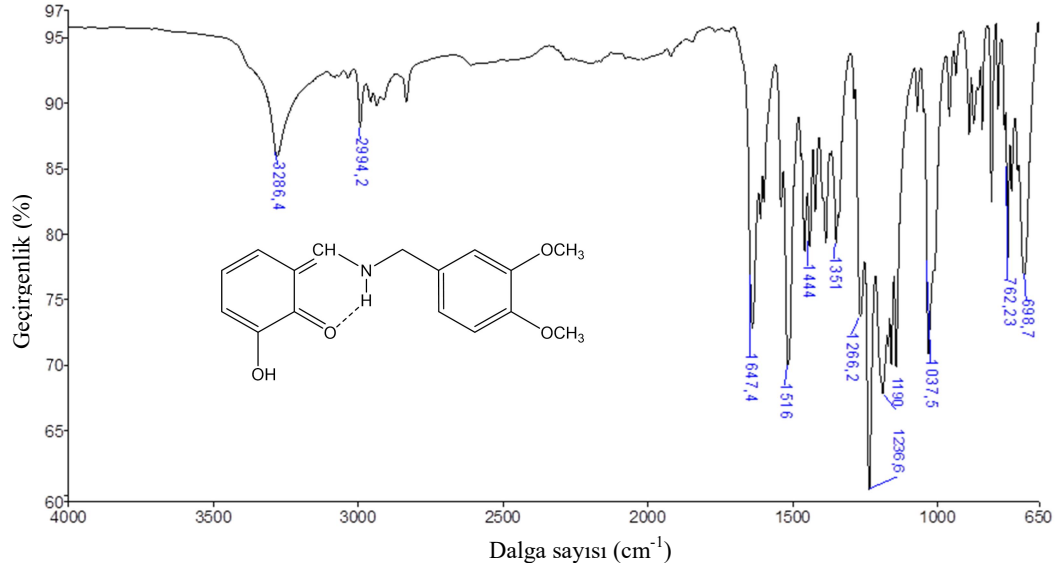
H15B—C15—H15C	109.5	O4—C13—H13C	109.5
H13A—C13—H13C	109.5		
C15—O3—C14—C16	-0.4 (3)	C6—C1—C2—C3	0.8 (3)
C15—O3—C14—C12	179.3 (2)	C13—O4—C12—C11	4.3 (3)
O3—C14—C16—C9	-179.12 (19)	C13—O4—C12—C14	-175.73 (19)
C12—C14—C16—C9	1.2 (3)	C10—C11—C12—O4	179.98 (19)
C10—C9—C16—C14	-0.4 (3)	C10—C11—C12—C14	0.0 (3)
C8—C9—C16—C14	179.76 (19)	O3—C14—C12—O4	-0.7 (3)
O2—C1—C6—C7	-1.1 (3)	C16—C14—C12—O4	179.07 (18)
C2—C1—C6—C7	177.49 (19)	O3—C14—C12—C11	179.31 (18)
O2—C1—C6—C5	-179.40 (18)	C16—C14—C12—C11	-0.9 (3)
C2—C1—C6—C5	-0.8 (3)	C8—N1—C7—C6	179.59 (19)
C16—C9—C10—C11	-0.5 (3)	C5—C6—C7—N1	177.7 (2)
C8—C9—C10—C11	179.28 (18)	C1—C6—C7—N1	-0.6 (3)
C12—C11—C10—C9	0.8 (3)	C7—C6—C5—C4	-177.5 (2)
O2—C1—C2—O1	-0.3 (3)	C1—C6—C5—C4	0.8 (3)
C6—C1—C2—O1	-178.89 (18)	O1—C2—C3—C4	179.0 (2)
O2—C1—C2—C3	179.4 (2)	C1—C2—C3—C4	-0.7 (3)
C7—N1—C8—C9	-125.7 (2)	C6—C5—C4—C3	-0.6 (3)
C10—C9—C8—N1	98.3 (2)	C2—C3—C4—C5	0.6 (4)
C16—C9—C8—N1	-81.9 (2)		

3.3.8. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on Bileşiğinin (VIII) Sentezi (MT167)

50 mL'lik balon içerisinde 2,3-dihidroksibenzaldehit 13,8 mg (0,1 mmol) 10 mL mutlak etil alkolde çözüldü. Daha sonra üzerine 10 mL mutlak etil alkolde 3,4-dimetoksibenzilamin 16,7 mg (0.1 mmol) çözülerek ilave edildi. Sonra çözelti 14 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Tepkime sonunda etil alkol buharlaştırıldı. Elde edilen (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on (1:1) karışımında yavaş buharlaştırma yöntemiyle oda sıcaklığında kristallendirildi. Elde edilen kristalin yapısı IR, UV-vis, ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve X-ışını kırınımı metotlarıyla aydınlatıldı. Verim: %59, E.N.: 160-162°C.

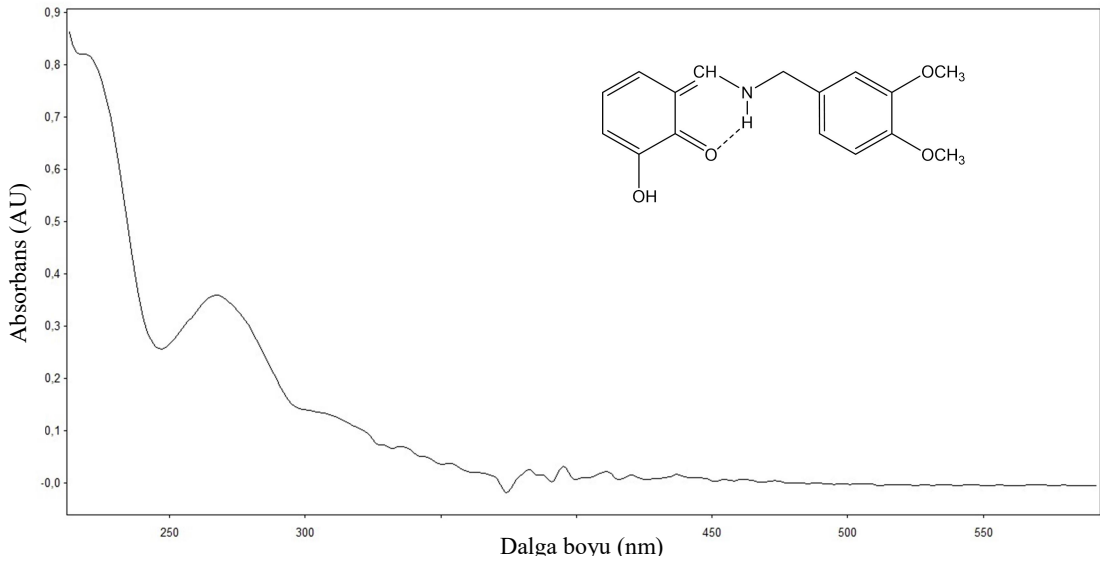


Şekil 3.50. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) sentezi



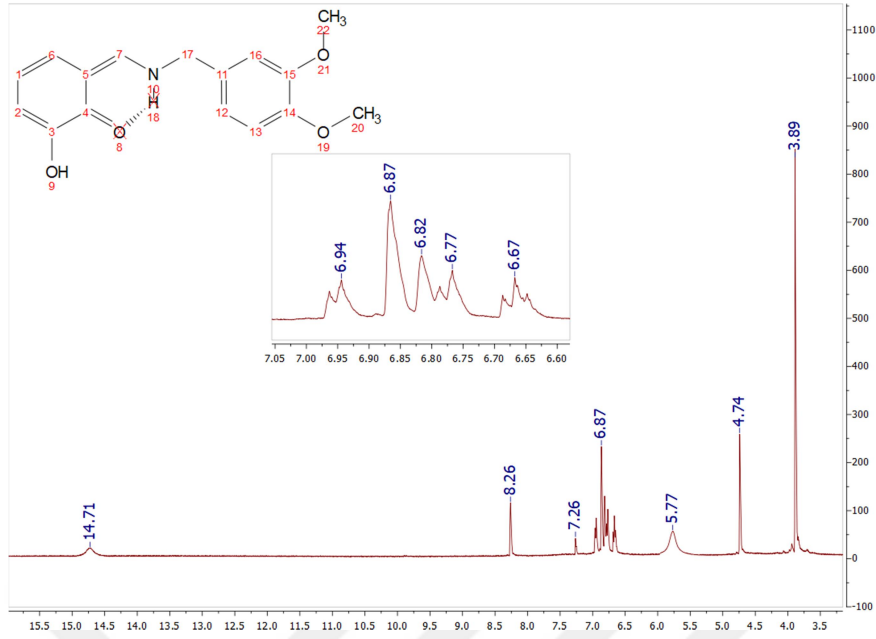
Şekil 3.51. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) FT-IR spektrumu

FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3377 (z, O-H), 3286 (z, N-H), 3089 (z, aromatik C-H), 2994 (z, alifatik C-H), 2803 (z, C-N), 1647 (ş, C=O), 1516 (ş, aromatik C=C), 1190 (ş, aromatik C-O). ş: şiddetli, o: orta şiddetli, z: zayıf, y: yayvan.



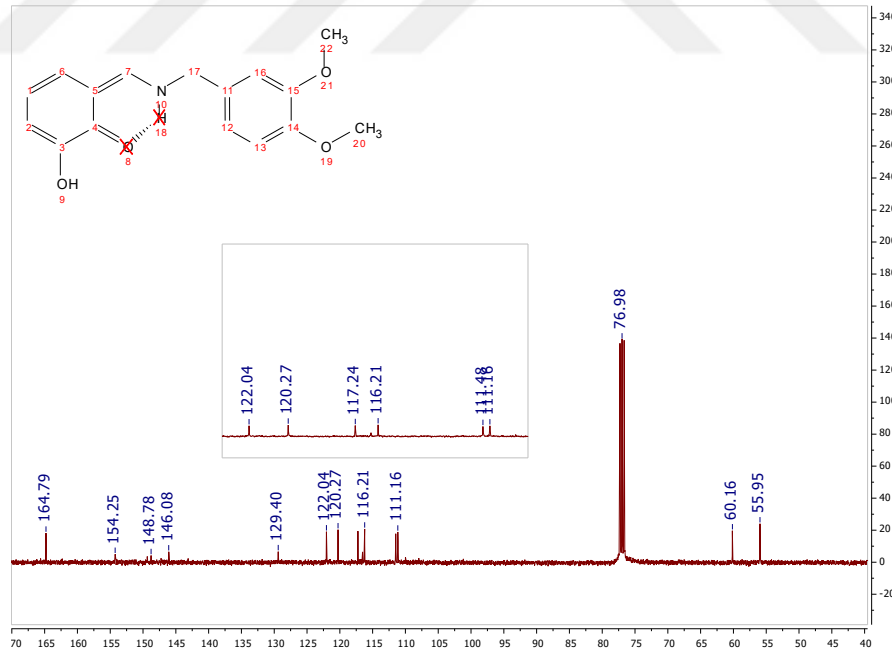
Şekil 3.52. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) UV-vis. spektrumu

UV-vis. soğurma spektrumu ($\lambda_{\text{max/nm}}$, 2×10^{-5} M $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$): λ_{max} : 218, 267, 335, 353 nm.



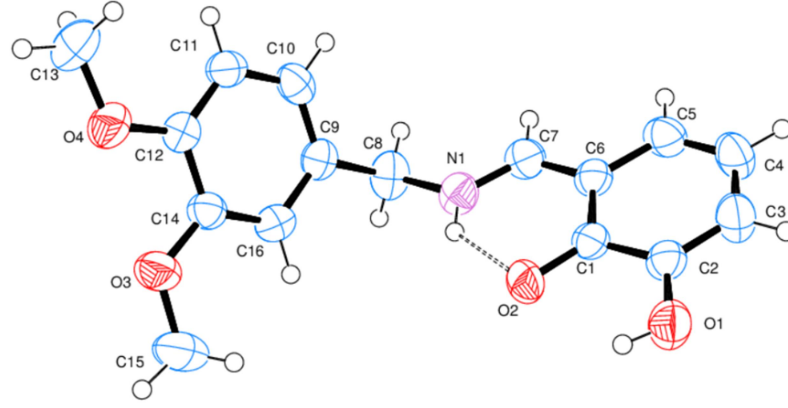
Şekil 3.53. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, standart: TMS, ppm): 14,71: (NH_{18}); 8,26: (H-C-N); 7,26-6,67: (Aromatik H); 5,77: (OH_9); 4,74: (CH_2); 3,89: (CH_3).

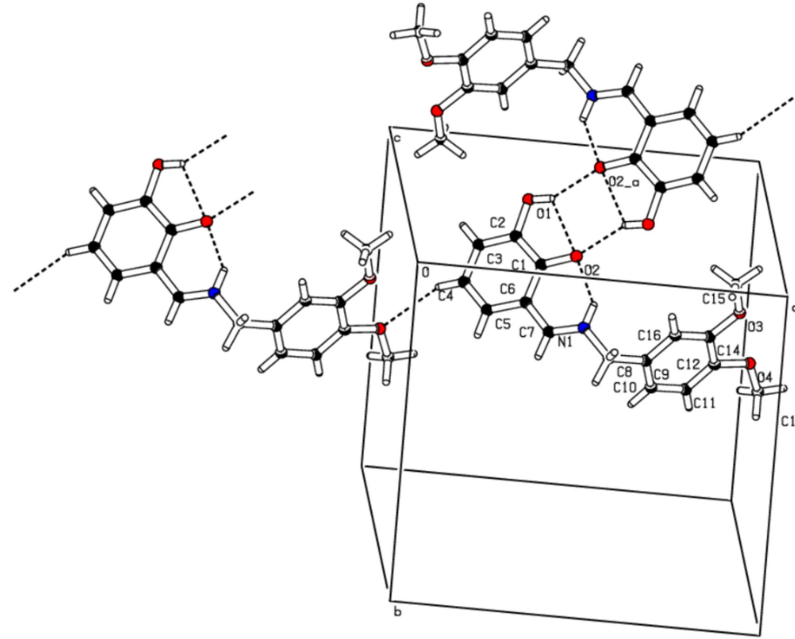


Şekil 3.54. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumu

$^{13}\text{C-NMR}$ Spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 164,79: (C_7); 154,25: (C_{17}); 148,78-111,16: (Aromatik C'lar); 76,98: (Kloroform-d); 60,16: (C_{22}); 55,95: (C_{20}).



Şekil 3.55. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) ortep yapısı



Şekil 3.56. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) birim hücre yapısı

Çizelge 3.15. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (VIII) kristal yapı verileri

Kristal Özellikleri	
Kimyasal Formül	C ₁₆ H ₁₇ NO ₄
Molekül Ağırlığı (M _r)	287.30
Kristal Sistemi	Monoclinic
Uzay Grubu	P2 ₁ /c
Birim Hücre Parametreleri (Å)	a= 12.9608 (7), b=16.1681(11), c=6.9657
	(4)
	β(°)= 102.398 (4)

Birim Hücre Hacmi (\AA^3)	1425.63 (15)
Birim Hücredeki Molekül Sayısı	4
Hesaplanan Yoğunluk (Mg.m^{-3})	1.339
Çizgisel Soğurma Katsayısı (mm^{-1})	0.10
Boyut/Renk/Biçim	0,38x0,27x0,22/Sarı/Prizmatik

Veri Toplama

Veriler STOE IPDS-2 kırınım metre sisteminde ω -taraması yöntemi ile toplandı.

X-ışını ve Dalga Boyu (\AA)	MoK $_{\alpha}$, $\lambda=0,71073 \text{\AA}$
Monokromatör	Grafit
Veri toplama sıcaklığı	293 K
F $_{000}$	608
Gözlenen yansıma sayısı	16626
Bağımsız yansıma sayısı	2789
Soğurma düzeltmesi	İntegrasyon
Geçirgenlik Faktörü	T $_{\min}$ =0,9592, T $_{\max}$ =0,9935
R $_{\text{int}}$	0.130

Verilerin Arıtılması

Kullanılan Programlar	SHELXS97, SHELXL97
Yapı Çözülmesi	Direkt Metotlar
Yapı Arıtımı	Tam matris (F 2)'ye göre
Ağırlık Fonksiyonu	1/ σ (F 2)
Hidrojen Atomlarının Yerleştirilmesi	Geometrik ve izotropik arıtım
h, k, l Aralığı	-15<h<15, -19<k<19, -8<l<8
Parametre Sayısı	193
S(F 2)	0.91
R	0.049
wR $_2$	0.087
$\Delta\rho_{\text{max}}, \Delta\rho_{\text{min}}$ (e/ \AA^3)	0,12, -0,14

Çizelge 3.16. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on bileşiği (VIII) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları

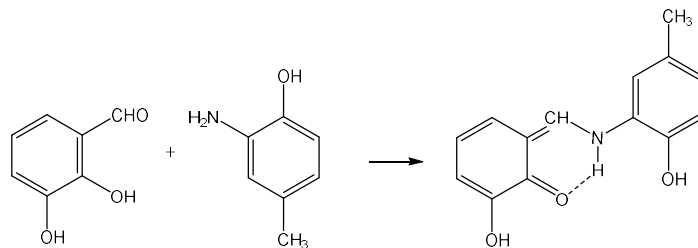
Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (\AA) ve Açısı	Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (\AA) ve Açısı
O2—C1	1.291 (2)	C11—C12	1.369 (3)
O4—C12	1.365 (2)	C11—C10	1.393 (3)
O4—C13	1.415 (3)	C11—H11	0.9300
O3—C14	1.369 (2)	C10—H10	0.9300

O3—C15	1.407 (3)	C2—C3	1.363 (3)
O1—C2	1.360 (2)	C7—H7	0.9300
O1—H1	0.8200	C5—C4	1.354 (3)
N1—C7	1.286 (3)	C5—H5	0.9300
N1—C8	1.470 (3)	C3—C4	1.396 (3)
N1—H1A	0.8600	C3—H3	0.9300
C14—C16	1.372 (3)	C4—H4	0.9300
C14—C12	1.390 (3)	C8—H8A	0.9700
C9—C10	1.368 (3)	C8—H8B	0.9700
C9—C16	1.394 (3)	C13—H13A	0.9600
C9—C8	1.502 (3)	C13—H13B	0.9600
C1—C2	1.423 (3)	C13—H13C	0.9600
C1—C6	1.429 (3)	C15—H15A	0.9600
C16—H16	0.9300	C15—H15B	0.9600
C6—C7	1.416 (3)	C15—H15C	0.9600
C6—C5	1.418 (3)		
C12—O4—C13	118.44 (18)	C10—C11—H11	120.1
C14—O3—C15	117.26 (18)	C9—C10—H10	119.6
C2—O1—H1	109.5	C11—C10—H10	119.6
C7—N1—C8	125.77 (19)	O1—C2—C3	119.8 (2)
C7—N1—H1A	117.1	O1—C2—C1	119.4 (2)
C8—N1—H1A	117.1	C3—C2—C1	120.8 (2)
O3—C14—C16	124.85 (19)	O4—C12—C11	125.07 (19)
O3—C14—C12	115.01 (19)	O4—C12—C14	115.16 (18)
C16—C14—C12	120.14 (19)	C11—C12—C14	119.8 (2)
C10—C9—C16	119.2 (2)	N1—C7—C6	124.3 (2)
C10—C9—C8	121.8 (2)	N1—C7—H7	117.9
C16—C9—C8	119.05 (19)	C6—C7—H7	117.9
O2—C1—C2	120.56 (19)	C4—C5—C6	120.7 (2)
O2—C1—C6	123.0 (2)	C4—C5—H5	119.6
C2—C1—C6	116.5 (2)	C6—C5—H5	119.6
C14—C16—C9	120.33 (19)	C2—C3—C4	122.2 (2)
C14—C16—H16	119.8	C2—C3—H3	118.9
C9—C16—H16	119.8	C4—C3—H3	118.9
C7—C6—C5	119.5 (2)	C5—C4—C3	119.2 (2)
C7—C6—C1	119.9 (2)	C5—C4—H4	120.4
C5—C6—C1	120.6 (2)	C3—C4—H4	120.4
C12—C11—C10	119.9 (2)	N1—C8—C9	110.93 (17)
C12—C11—H11	120.1	N1—C8—H8A	109.5
C9—C10—C11	120.7 (2)	C9—C8—H8A	109.5
H13B—C13—H13C	109.5	N1—C8—H8B	109.5
O3—C15—H15A	109.5	C9—C8—H8B	109.5
O3—C15—H15B	109.5	H8A—C8—H8B	108.0
H15A—C15—H15B	109.5	O4—C13—H13A	109.5
O3—C15—H15C	109.5	O4—C13—H13B	109.5
H15A—C15—H15C	109.5	H13A—C13—H13B	109.5

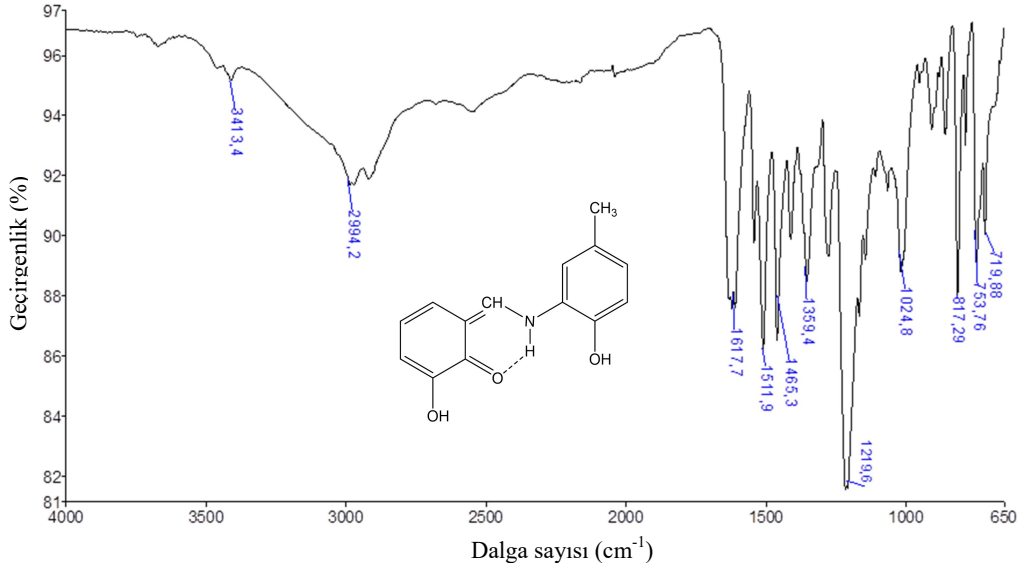
H15B—C15—H15C	109.5	O4—C13—H13C	109.5
H13A—C13—H13C	109.5		
C15—O3—C14—C16	-0.4 (3)	C6—C1—C2—C3	0.8 (3)
C15—O3—C14—C12	179.3 (2)	C13—O4—C12—C11	4.3 (3)
O3—C14—C16—C9	-179.12 (19)	C13—O4—C12—C14	-175.73 (19)
C12—C14—C16—C9	1.2 (3)	C10—C11—C12—O4	179.98 (19)
C10—C9—C16—C14	-0.4 (3)	C10—C11—C12—C14	0.0 (3)
C8—C9—C16—C14	179.76 (19)	O3—C14—C12—O4	-0.7 (3)
O2—C1—C6—C7	-1.1 (3)	C16—C14—C12—O4	179.07 (18)
C2—C1—C6—C7	177.49 (19)	O3—C14—C12—C11	179.31 (18)
O2—C1—C6—C5	-179.40 (18)	C16—C14—C12—C11	-0.9 (3)
C2—C1—C6—C5	-0.8 (3)	C8—N1—C7—C6	179.59 (19)
C16—C9—C10—C11	-0.5 (3)	C5—C6—C7—N1	177.7 (2)
C8—C9—C10—C11	179.28 (18)	C1—C6—C7—N1	-0.6 (3)
C12—C11—C10—C9	0.8 (3)	C7—C6—C5—C4	-177.5 (2)
O2—C1—C2—O1	-0.3 (3)	C1—C6—C5—C4	0.8 (3)
C6—C1—C2—O1	-178.89 (18)	O1—C2—C3—C4	179.0 (2)
O2—C1—C2—C3	179.4 (2)	C1—C2—C3—C4	-0.7 (3)
C7—N1—C8—C9	-125.7 (2)	C6—C5—C4—C3	-0.6 (3)
C10—C9—C8—N1	98.3 (2)	C2—C3—C4—C5	0.6 (4)
C16—C9—C8—N1	-81.9 (2)		

3.3.9. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on Bileşğinin (IX) Sentezi (MT33)

50 mL'lik balon içerisinde 2,3-dihidroksibenzaldehit 13,8 mg (0,1 mmol) 10 mL mutlak etil alkolde çözüldü. Daha sonra üzerine 10 mL mutlak etil alkolde 2-amino-4-metilfenol 12,3 mg (0.1 mmol) çözümlenerek ilave edildi. Sonra çözelti 14 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Tepkime sonunda etil alkol buharlaştırıldı. Elde edilen (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşğini etanol-kloroform (1:1) karışımında yavaş buharlaştırma yöntemiyle oda sıcaklığında kristallendirildi. Elde edilen kristalin yapısı IR, UV-vis, ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve X-ışını kırınımı metotlarıyla aydınlatıldı. Verim: %58, E.N.: 214-216°C.

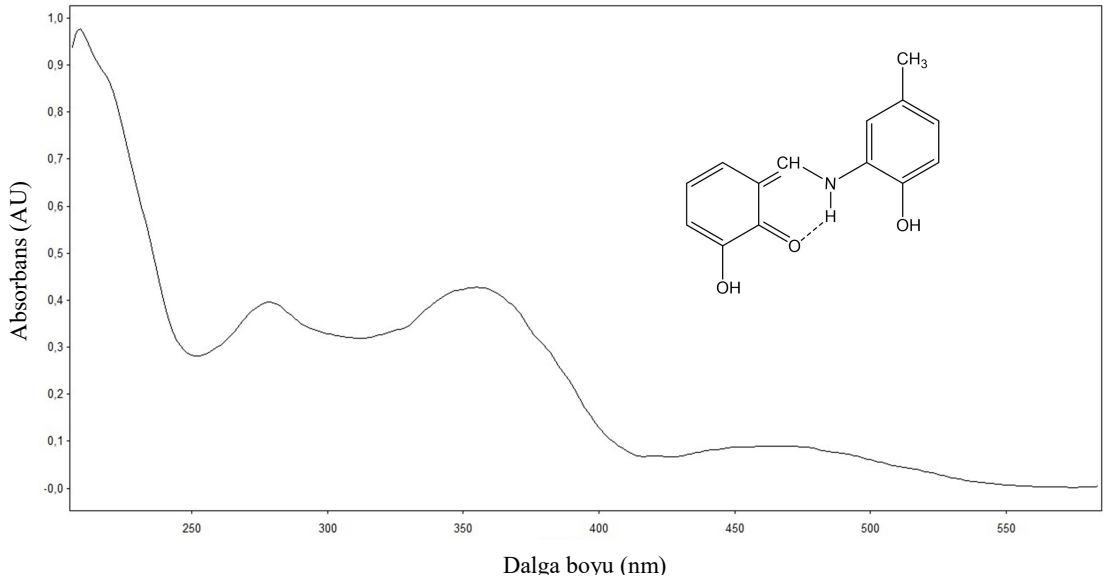


Şekil 3.57. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşğinin (IX) sentezi



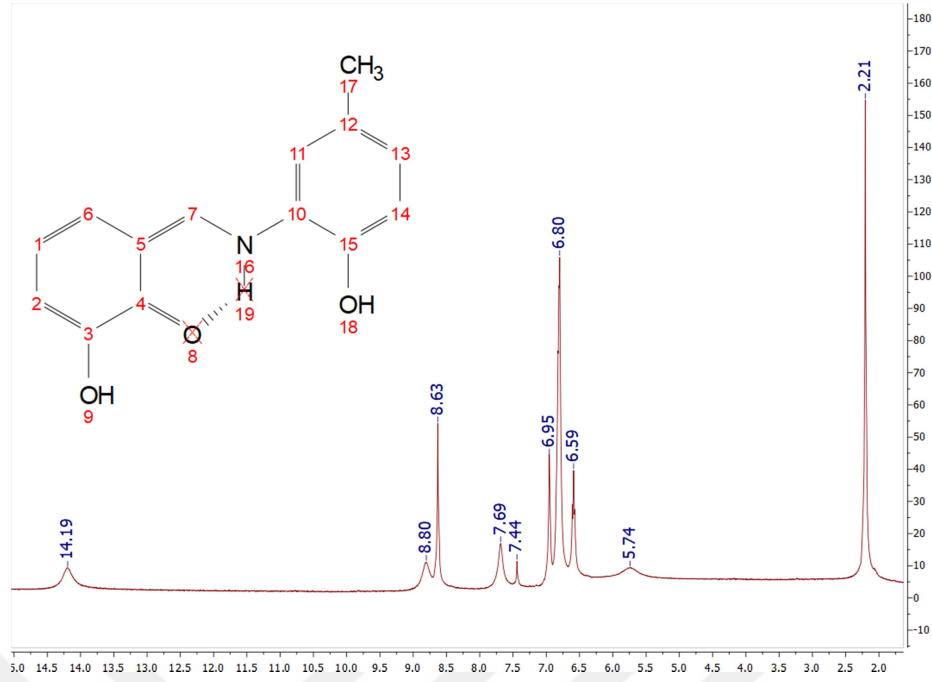
Şekil 3.58. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4 dien-1-on bileşğinin (IX) FT-IR spektrumu

FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3413 (z, O-H), 3067 (z, aromatik C-H), 2994 (o, alifatik C-H), 2876 (z, C-N), 1617 (ş, C=O), 1511 (ş, C=C), 1219 (ş, aromatik C-O), 1024 (o, C=C). ş: şiddetli, o: orta şiddetli, z: zayıf, y:yayvan.



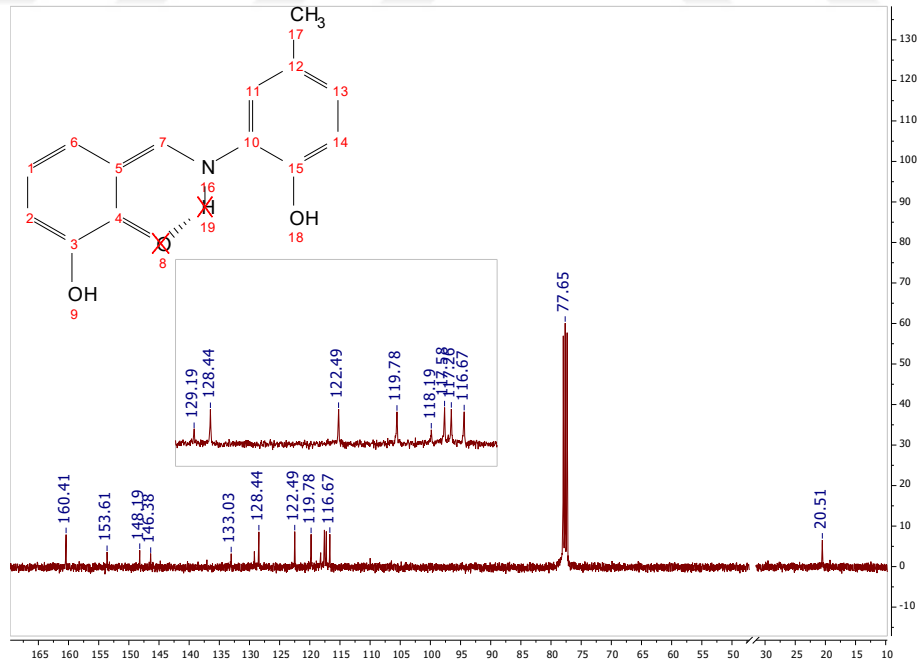
Şekil 3.59. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4 dien-1-on bileşğinin (IX) UV-vis. spektrumu

UV-vis. soğurma spektrumu ($\lambda_{\text{max/nm}}$, 2×10^{-5} M $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$): λ_{max} : 209, 279, 355 nm.



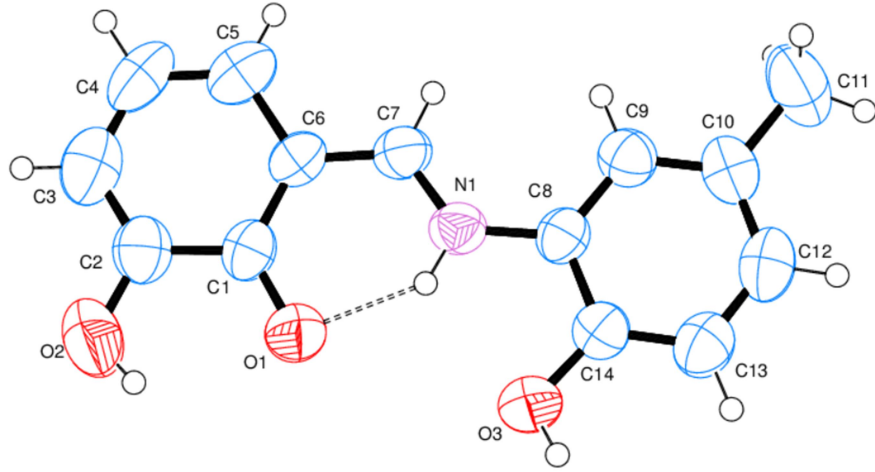
Şekil 3.60. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4 dien-1-on bileşiğinin (IX) $^1\text{H-NMR}$ spektrumu

$^1\text{H-NMR}$ spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, standart: TMS, ppm): 14,19: (NH_{19}); 8,80: (H-C-N); 8,63: (OH_{18}); 7,69-6,59: (Aromatik H); 5,74: (OH_9); 2,21: (CH_3).

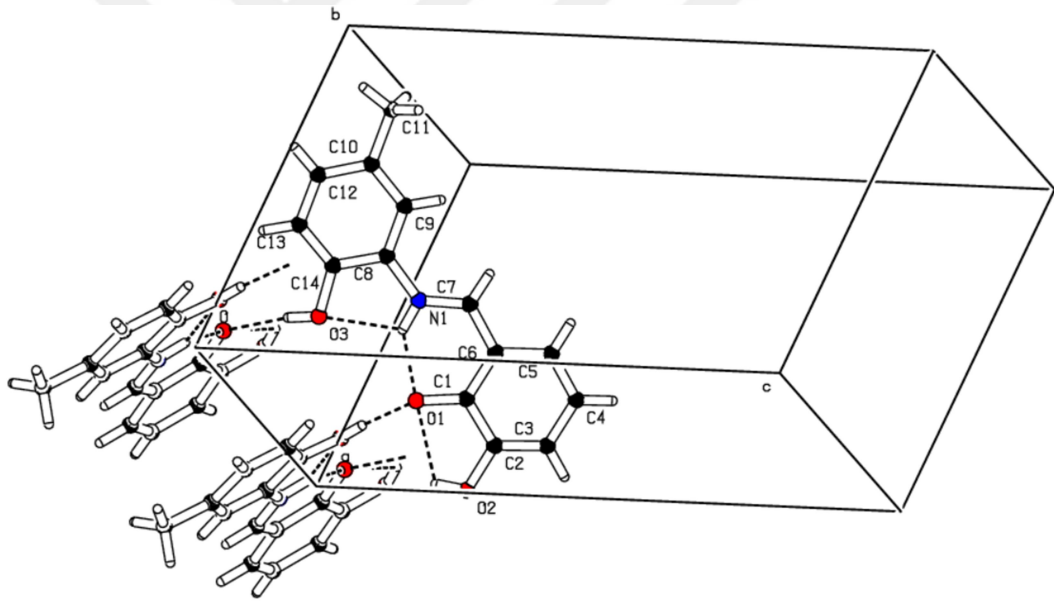


Şekil 3.61. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4 dien-1-on bileşiğinin (IX) $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumu

$^{13}\text{C-NMR}$ Spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 160,41: (C_7); 153,61-116,67: (Aromatik C'lar); 77,65: (Kloroform-d); 20,51: (C_{17}).



Şekil 3.62. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4 dien-1-on bileşğinin (IX) ortep yapısı



Şekil 3.63. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4 dien-1-on bileşğinin (IX) birim hücre yapısı

Çizelge 3.17. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiminin (IX) kristal yapı verileri

Kristal Özellikleri	
Kimyasal Formül	C ₁₄ H ₁₃ NO ₃
Molekül Ağırlığı (M _r)	243.25
Kristal Sistemi	Orthorhombic
Uzay Grubu	P2 ₁ 2 ₁ 2 ₁
Birim Hücre Parametreleri (Å)	a=6.1415 (18), b=10.102 (3), c=19.449 (7) α(°)=β(°)=γ(°)=90
Birim Hücre Hacmi (Å ³)	1206.6 (7)
Birim Hücredeki Molekül Sayısı	4
Hesaplanan Yoğunluk (Mg.m ⁻³)	1.344
Çizgisel Soğurma Katsayısı (mm ⁻¹)	0.10
Boyut/Renk/Biçim	0,750x0,387x0,190/kırmızı/Prizmatik
Veri Toplama	
Veriler STOE IPDS-2 kırınım metre sisteminde ω-taraması yöntemi ile toplandı	
X-ışını ve Dalga Boyu (Å)	MoK _α , λ=0,71073 Å
Monokromatör	Grafit
Veri toplama sıcaklığı	293 K
F ₀₀₀	512
Gözlenen yansıma sayısı	13542
Bağımsız yansıma sayısı	2421
Soğurma düzeltmesi	İntegrasyon
Geçirgenlik Faktörü	T _{min} =0,9504, T _{max} =0,9871
R _{int}	0.066
Verilerin Arıtılması	
Kullanılan Programlar	SHELXS97, SHELXL97
Yapı Çözülmesi	Direkt Metotlar
Yapı Arıtımı	Tam matris (F ²)'ye göre
Ağırlık Fonksiyonu	1/σ(F ²)
Hidrojen Atomlarının Yerleştirilmesi	Geometrik ve izotropik arıtım
h, k, l Aralığı	-7<h<7, -12<k<12, -24<l<24
Parametre Sayısı	166
S(F ²)	0.78
R	0.063

wR_2	0.032
$\Delta\rho_{\max}, \Delta\rho_{\min}$ ($e/\text{\AA}^3$)	0,07, -0,08

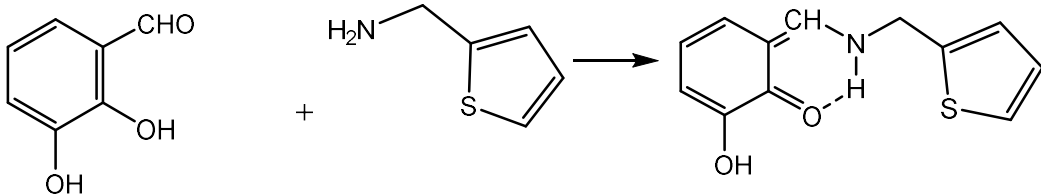
Çizelge 3.18. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4 dien-1-on bileşiği (IX) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları

Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı	Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı
O1—C1	1.287 (3)	C9—C10	1.379 (4)
N1—C7	1.300 (3)	C9—H9	0.9300
N1—C8	1.409 (3)	C2—C3	1.349 (4)
N1—H1	0.8600	C13—C12	1.379 (4)
O3—C14	1.365 (3)	C13—H13	0.9300
O3—H3	0.8200	C10—C12	1.387 (4)
O2—C2	1.362 (3)	C10—C11	1.504 (4)
O2—H2	0.8200	C12—H12	0.9300
C8—C9	1.376 (4)	C4—C5	1.365 (4)
C8—C14	1.393 (3)	C4—C3	1.404 (4)
C1—C6	1.411 (3)	C4—H4	0.9300
C1—C2	1.423 (3)	C3—H3A	0.9300
C14—C13	1.370 (4)	C5—H5	0.9300
C6—C7	1.415 (3)	C11—H11A	0.9600
C6—C5	1.423 (4)	C11—H11B	0.9600
C7—H7	0.9300	C11—H11C	0.9600
C7—N1—C8	130.1 (2)	O2—C2—C1	118.0 (3)
C7—N1—H1	115.0	C14—C13—C12	119.8 (3)
C8—N1—H1	115.0	C14—C13—H13	120.1
C14—O3—H3	109.5	C12—C13—H13	120.1
C2—O2—H2	109.5	C9—C10—C12	117.1 (3)
C9—C8—C14	119.9 (3)	C9—C10—C11	121.2 (3)
C9—C8—N1	124.3 (2)	C12—C10—C11	121.7 (3)
C14—C8—N1	115.8 (3)	C13—C12—C10	122.1 (3)
O1—C1—C6	123.6 (3)	C13—C12—H12	118.9
O1—C1—C2	119.2 (3)	C10—C12—H12	118.9
C6—C1—C2	117.2 (3)	C5—C4—C3	119.9 (3)
O3—C14—C13	125.0 (3)	C5—C4—H4	120.1
O3—C14—C8	115.7 (2)	C3—C4—H4	120.1
C13—C14—C8	119.2 (3)	C2—C3—C4	121.0 (3)
C1—C6—C7	119.7 (3)	C2—C3—H3A	119.5
C1—C6—C5	120.3 (3)	C4—C3—H3A	119.5
C7—C6—C5	119.9 (3)	C4—C5—C6	120.0 (3)
N1—C7—C6	122.3 (3)	C4—C5—H5	120.0
N1—C7—H7	118.9	C6—C5—H5	120.0
C6—C7—H7	118.9	C10—C11—H11A	109.5
C8—C9—C10	121.7 (3)	C10—C11—H11B	109.5
C8—C9—H9	119.1	H11A—C11—H11B	109.5

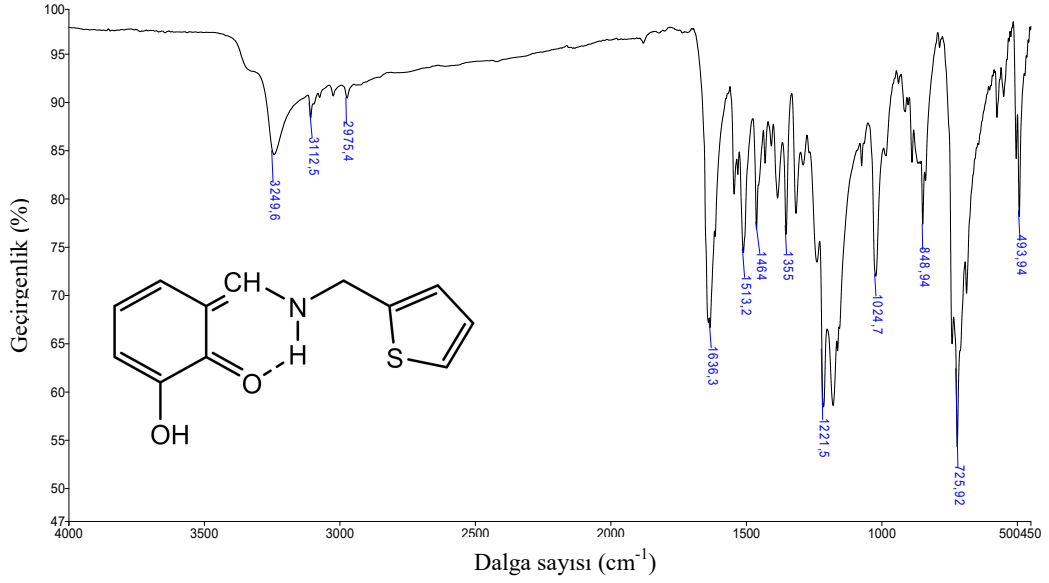
C10—C9—H9	119.1	C10—C11—H11C	109.5
C3—C2—O2	120.5 (3)	H11A—C11—H11C	109.5
C3—C2—C1	121.5 (3)	H11B—C11—H11C	109.5
C7—N1—C8—C9	-0.8 (4)	C6—C1—C2—C3	0.6 (4)
C7—N1—C8—C14	179.5 (3)	O1—C1—C2—O2	1.8 (4)
C9—C8—C14—O3	179.0 (2)	C6—C1—C2—O2	-178.3 (3)
N1—C8—C14—O3	-1.4 (3)	O3—C14—C13—C12	-179.8 (3)
C9—C8—C14—C13	-1.8 (4)	C8—C14—C13—C12	1.1 (4)
N1—C8—C14—C13	177.8 (2)	C8—C9—C10—C12	-0.8 (4)
O1—C1—C6—C7	-5.6 (4)	C8—C9—C10—C11	178.7 (3)
C2—C1—C6—C7	174.4 (2)	C14—C13—C12—C10	-0.2 (4)
O1—C1—C6—C5	178.4 (3)	C9—C10—C12—C13	0.0 (4)
C2—C1—C6—C5	-1.6 (4)	C11—C10—C12—C13	-179.5 (3)
C8—N1—C7—C6	-179.0 (2)	O2—C2—C3—C4	179.7 (3)
C1—C6—C7—N1	-0.4 (4)	C1—C2—C3—C4	0.8 (4)
C5—C6—C7—N1	175.6 (3)	C5—C4—C3—C2	-1.3 (5)
C14—C8—C9—C10	1.7 (4)	C3—C4—C5—C6	0.3 (4)
N1—C8—C9—C10	-177.9 (2)	C1—C6—C5—C4	1.1 (4)
O1—C1—C2—C3	-179.4 (3)	C7—C6—C5—C4	-174.9 (3)

3.3.10. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on Bileşiğinin (X) Sentezi (MT139)

50 mL'likbalon içerisinde 2,3-dihidroksibenzaldehit 13,8 mg (0,1 mmol) 10 mL mutlak etil alkolde çözüldü. Daha sonra üzerine 10 mL mutlak etil alkolde 2-tiyofenmetilamin 11,3 mg (0.1 mmol) çözümlenilerek ilave edildi. Sonra çözelti 14 saat geri soğutucu altında kaynatıldı. Tepkime sonunda etil alkol buharlaştırıldı. Elde edilen (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiği etanol-kloroform (1:1) karışımında yavaş buharlaştırma yöntemiyle oda sıcaklığında kristallendirildi. Elde edilen kristalin yapısı IR, UV-vis, ¹H-NMR ve X-ışını kırınımı metotlarıyla aydınlatıldı. Verim: %60, E.N.: 185-187°C.

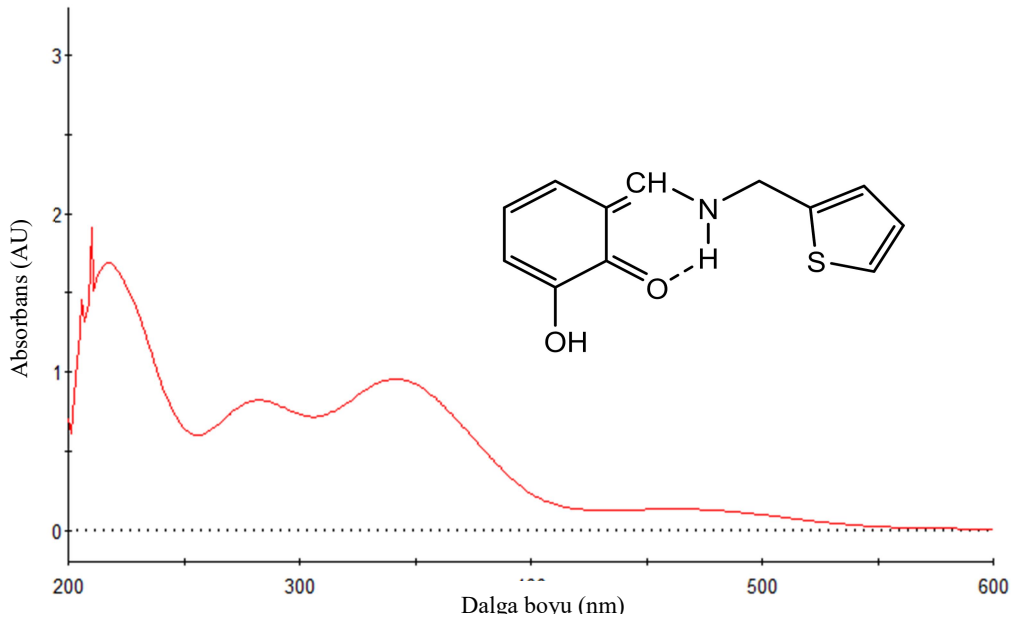


Şekil 3.64. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (X) sentezi



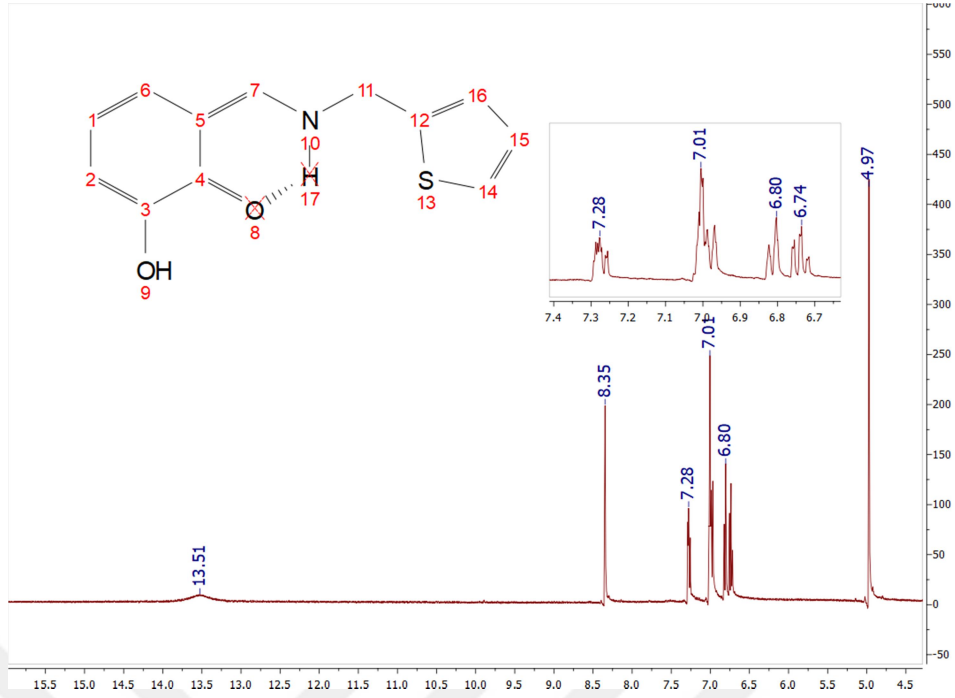
Şekil 3.65. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiminin (X) FT-IR spektrumu

FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3336 (z, O-H), 3249 (z, N-H), 3112 (z, aromatik C-H), 2975 (z, alifatik C-H), 1636 (ş, C=O), 1513 (o, C=C), 1221 (ş, C-S), 848 (o, C-S-C). ş: şiddetli, o: orta şiddetli, z: zayıf, y:yayvan.



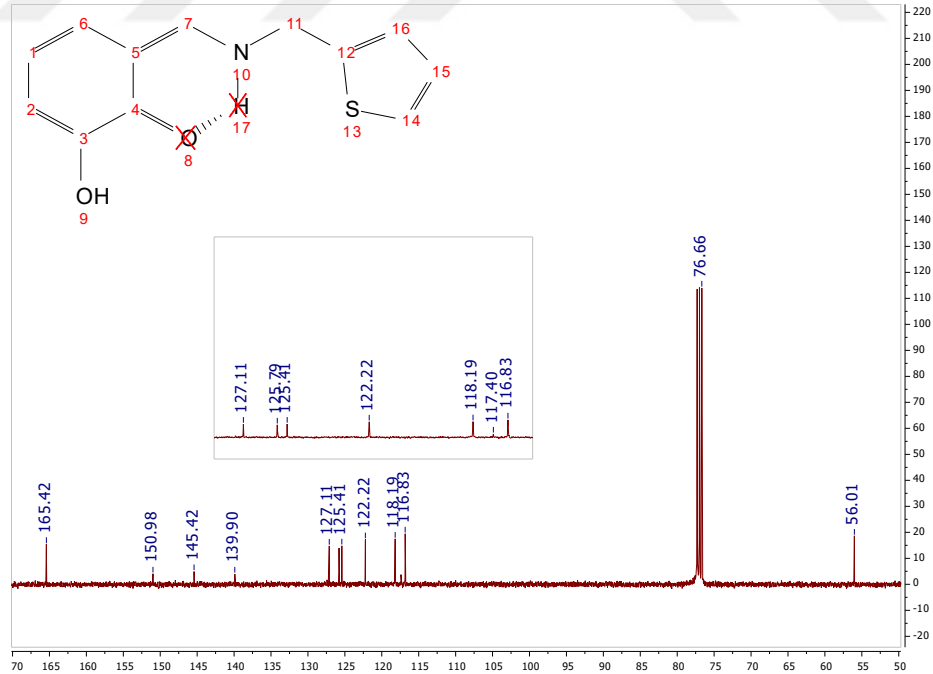
Şekil 3.66. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiminin (X) UV-vis. spektrumu

UV-vis. soğurma spektrumu ($\lambda_{\text{max/nm}}$, 2×10^{-5} M $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$): λ_{max} : 221, 266, 291nm.



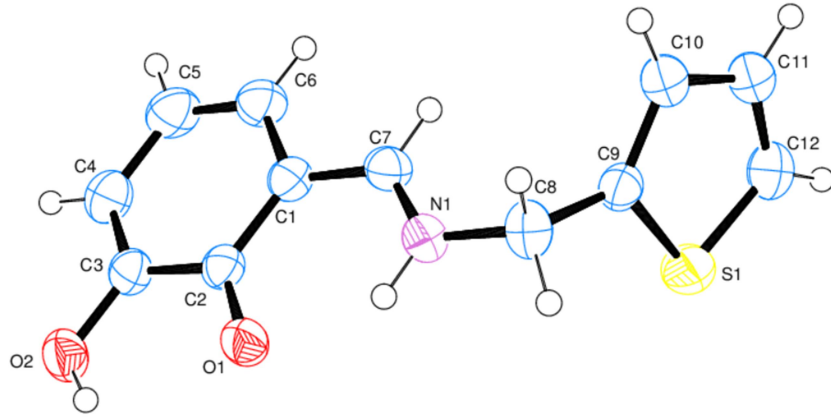
Şekil 3.67. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (X) ^1H -NMR spektrumu

^1H -NMR spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, standart: TMS, ppm): 13,51: (NH_{17}); 8,35: (H-C-N); 7,28-6,74: (Aromatik H); 5,25: (OH_9); 4,97: (CH_2).

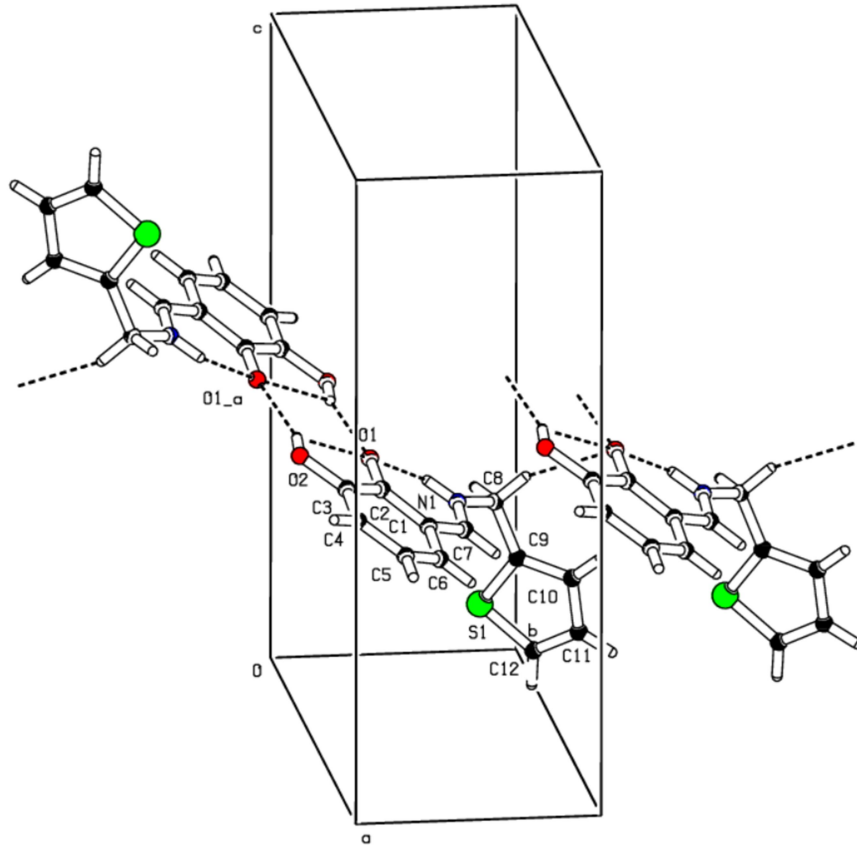


Şekil 3.68. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiğinin (X) ^{13}C -NMR spektrumu

^{13}C -NMR Spektrumu (CDCl_3 , 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 165,42: (C_7); 150,98-116,83: (Aromatik C'lar); 76,66: (Kloroform-d); 56,01: (C_{11}).



Şekil 3.69. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşğinin (X) ortep yapısı



Şekil 3.70. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşğinin (X) birim hücre yapısı

Çizelge 3.19. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on bileşiğinin (X) kristal yapı verileri

Kristal Özellikleri	
Kimyasal Formül	C ₁₂ H ₁₁ NO ₂ S
Molekül Ağırlığı (M _r)	233.28
Kristal Sistemi	Monoklinik
Uzay Grubu	P2 ₁ /n
Birim Hücre Parametreleri (Å)	a=11.8040 (15), b=5.9552 (5), c=15.6935 (19) β(°)= 98.343 (10)
Birim Hücre Hacmi (Å ³)	1091.5 (2)
Birim Hücredeki Molekül Sayısı	4
Hesaplanan Yoğunluk (Mg.m ⁻³)	1.420
Çizgisel Soğurma Katsayısı (mm ⁻¹)	0.28
Boyut/Renk/Biçim	0,640x0,407x0,230/Kırmızı/Prizmatik
Veri Toplama	
Veriler STOE IPDS-2 kırınım metre sisteminde ω-taraması yöntemi ile toplandı.	
X-ışını ve Dalga Boyu (Å)	MoK _α , λ=0,71073 Å
Monokromatör	Grafit
Veri toplama sıcaklığı	293 K
F ₀₀₀	488
Gözlenen yansıma sayısı	7465
Bağımsız yansıma sayısı	2509
Soğurma düzeltmesi	İntegrasyon
Geçirgenlik Faktörü	T _{min} =0,8819, T _{max} =0,9434
R _{int}	0.057
Verilerin Arıtılması	
Kullanılan Programlar	SHELXS97, SHELXL97
Yapı Çözülmesi	Direkt Metotlar
Yapı Arıtımı	Tam matris (F ²)'ye göre
Ağırlık Fonksiyonu	1/σ(F ²)
Hidrojen Atomlarının Yerleştirilmesi	Geometrik ve izotropik arıtım
h, k, l Aralığı	-15<h<15, -6<k<7, -20<l<20
Parametre Sayısı	147
S(F ²)	1.07

R	0.053
wR ₂	0.156
$\Delta\rho_{\max}, \Delta\rho_{\min}$ (e/Å ³)	0,50, -0,34

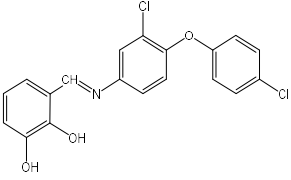
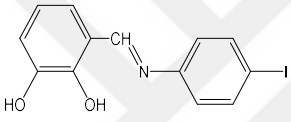
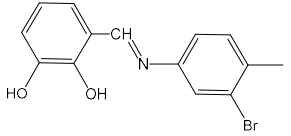
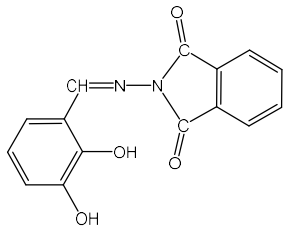
Çizelge 3.20. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on bileşiği (X) için bağ uzunlukları, bağ açıları ve torsiyon açıları

Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı	Bağ Yapan Atomlar	Bağ Uzunluğu (Å) ve Açısı
C1—C7	1.417 (3)	C8—N1	1.465 (3)
C1—C6	1.420 (3)	C8—C9	1.498 (3)
C1—C2	1.425 (3)	C8—H8A	0.9700
C2—O1	1.288 (3)	C8—H8B	0.9700
C2—C3	1.428 (3)	C9—C10	1.413 (3)
C3—O2	1.359 (3)	C9—S1	1.703 (2)
C3—C4	1.363 (3)	C10—C11	1.421 (3)
C4—C5	1.409 (4)	C10—H10	0.9300
C4—H4	0.9300	C11—C12	1.344 (4)
C5—C6	1.355 (4)	C11—H11	0.9300
C5—H5	0.9300	C12—S1	1.695 (3)
C6—H6	0.9300	C12—H12	0.9300
C7—N1	1.296 (3)	N1—H1	0.88 (3)
C7—H7	0.9300	O2—H3	0.852 (17)
C7—C1—C6	119.5 (2)	N1—C8—H8A	108.6
C7—C1—C2	119.5 (2)	C9—C8—H8A	108.6
C6—C1—C2	121.0 (2)	N1—C8—H8B	108.6
O1—C2—C1	123.4 (2)	C9—C8—H8B	108.6
O1—C2—C3	120.24 (19)	H8A—C8—H8B	107.6
C1—C2—C3	116.4 (2)	C10—C9—C8	126.9 (2)
O2—C3—C4	120.1 (2)	C10—C9—S1	111.78 (18)
O2—C3—C2	118.67 (19)	C8—C9—S1	121.20 (18)
C4—C3—C2	121.3 (2)	C9—C10—C11	109.6 (2)
C3—C4—C5	121.2 (2)	C9—C10—H10	125.2
C3—C4—H4	119.4	C11—C10—H10	125.2
C5—C4—H4	119.4	C12—C11—C10	114.1 (2)
C6—C5—C4	120.0 (2)	C12—C11—H11	123.0
C6—C5—H5	120.0	C10—C11—H11	123.0
C4—C5—H5	120.0	C11—C12—S1	112.5 (2)
C5—C6—C1	120.1 (2)	C11—C12—H12	123.8
C5—C6—H6	119.9	S1—C12—H12	123.8
C1—C6—H6	119.9	C7—N1—C8	126.1 (2)
N1—C7—C1	123.7 (2)	C7—N1—H1	117 (2)
N1—C7—H7	118.1	C8—N1—H1	117 (2)
C1—C7—H7	118.1	C3—O2—H3	112 (2)
N1—C8—C9	114.60 (19)	C12—S1—C9	92.06 (12)

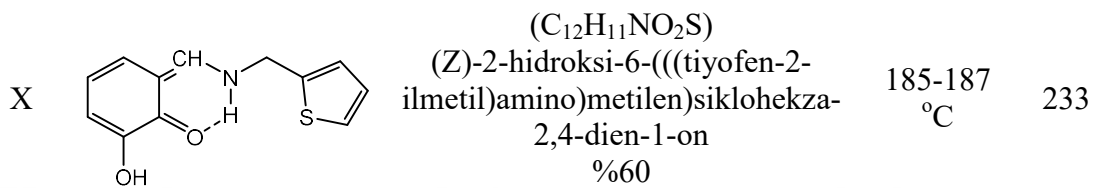
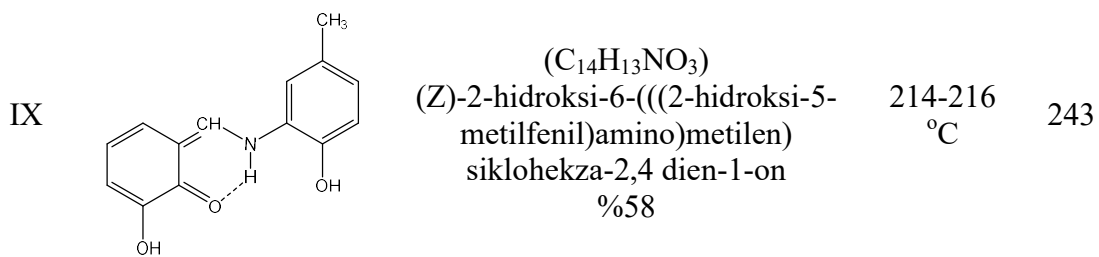
C7—C1—C2—O1	0.2 (3)	C6—C1—C7—N1	-179.4 (2)
C6—C1—C2—O1	-178.9 (2)	C2—C1—C7—N1	1.4 (3)
C7—C1—C2—C3	-178.9 (2)	N1—C8—C9—C10	102.8 (3)
C6—C1—C2—C3	2.0 (3)	N1—C8—C9—S1	-81.9 (3)
O1—C2—C3—O2	-1.4 (3)	C8—C9—C10—C11	176.2 (2)
C1—C2—C3—O2	177.76 (19)	S1—C9—C10—C11	0.5 (2)
O1—C2—C3—C4	179.3 (2)	C9—C10—C11—C12	-0.3 (3)
C1—C2—C3—C4	-1.6 (3)	C10—C11—C12—S1	-0.1 (3)
O2—C3—C4—C5	-179.4 (2)	C1—C7—N1—C8	-176.6 (2)
C2—C3—C4—C5	-0.1 (4)	C9—C8—N1—C7	-41.7 (3)
C3—C4—C5—C6	1.3 (4)	C11—C12—S1—C9	0.4 (2)
C4—C5—C6—C1	-0.9 (4)	C10—C9—S1—C12	-0.54 (19)
C7—C1—C6—C5	-180.0 (2)	C8—C9—S1—C12	-176.49 (19)
C2—C1—C6—C5	-0.8 (4)		



Çizelge 3.21. Sentezlenen Bileşiklerin Formülleri, Adlandırılmaları, Erime Noktaları ve Molekül Ağırlıkları.

No	Bileşik formülleri	Adlandırma ve verim	E.N.	M.A
I		(C ₁₉ H ₁₃ Cl ₂ NO ₃) (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol %58	138-140 °C	458
II		(C ₁₃ H ₁₀ INO ₂) (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol %60	167-169 °C	339
III		(C ₁₄ H ₁₂ BrNO ₂) (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol %56	134-136 °C	306
IV		(C ₁₅ H ₁₀ N ₂ O ₄) 2-(((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion , %66	223-225 °C	292

V		(C ₁₉ H ₁₆ NO ₃) (Z)-2-hidroksi-6-(((2- fenoksifenil)amino)metilen) sikloheksa-2,4-dien-1-on %62	116-118 °C	306
VI		(C ₁₄ H ₁₃ NO ₃) (Z)-2-hidroksi-6-(((2- metoksifenil)amino)metilen) sikloheksa-2,4-dien-1-on %58	172-174 °C	243
VII		(C ₁₄ H ₁₂ ClNO ₂) (Z)-6-(((3-klor-4- metilfenil)amino)metilen)-2- hidroksisikloheksa-2,4-dien-1-on %64	143-145 °C	261
VIII		(C ₁₆ H ₁₇ NO ₄) (Z)-6-(((3,4- dimetoksibenzil)amino)metilen)- 2-hidroksisikloheksa-2,4-dien-1- on %59	160-162 °C	287



4. BULGULARVE TARTIŞMA

Sentezlenen bileşiklerin yapıları IR, UV-vis., ¹H-NMR ve ¹³C-NMR spektroskopileri kullanılarak aydınlatıldı. Ayrıca uygun çözücülerde azometin bileşiklerinin tek kristalleri elde edildi ve elde edilen bu kristallerin yapıları X-ışınları difraktometresi kullanılarak belirlendi.

4.1. Sentezlenen Bileşiklerin IR Verileri

- I.** (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (I) (C₁₉H₁₃Cl₂NO₃), FT-IR spektrumu (KBr pellet cm⁻¹): 3506 (z, O-H), 3068 (z, aromatik C-H), 1622 (ş, C=N), 1571 (ş, aromatik C=C), 1185 (ş, aromatik C-O), 1092 (o, C-Cl).
- II.** (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (II) (C₁₃H₁₀INO₂), FT-IR spektrumu (KBr pellet cm⁻¹): 3447 (ş, O-H), 3070 (z, aromatik C-H), 2981 (z, alifatik C-H), 2905 (z, C-N), 1622 (ş, C=N), 1575 (ş, aromatik C=C), 1202 (ş, aromatik C-O), 1033 (o, C-I).
- III.** (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (III) (C₁₄H₁₂BrNO₂), FT-IR spektrumu (KBr pellet cm⁻¹): 3345 (y, O-H), 3048 (z, aromatik C-H); 2990 (z, alifatik C-H), 1613 (ş, C=N), 1567 (ş, aromatik C=C), 1202 (ş, aromatik C-O), 1079(z, C-Br).
- IV.** 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion (IV) (C₁₅H₁₀N₂O₄), FT-IR spektrumu (KBr pellet cm⁻¹): 3468 (z, O-H), 3032 (z, aromatik C-H), 2985 (z, alifatik C-H), 1715 (ş, C=O), 1635 (C=N), 1469 (o, aromatik C=C).
- V.** (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (V) (C₃₈H₃₀N₂O₆), FT-IR spektrumu (KBr pellet cm⁻¹): 3361 (z,O-H), 3197 (z,N-H), 3053 (z, aromatik C-H), 2985 (z, alifatik C-H), 2843 (z,C-N), 1626 (ş,C=O), 1588 (ş,C=C), 1156 (ş, aromatik C-O).
- VI.** (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (VI) (C₁₄H₁₃NO₃), FT-IR spektrumu (KBr pellet cm⁻¹): 3123 (z, O-H), 3182 (z, N-H), 3087 (z, aromatik C-H), 2929 (z, alifatik C-H), 2831 (z, C-N), 1625 (ş, C=O), 1513 (o, C=C), 1218 (ş, C-H).

- VII.** (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisikloheksa-2,4-dien-1-on (VII) ($C_{14}H_{12}ClNO_2$), FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3361 (z, O-H), 3244 (z, N-H), 3065 (z, aromatik C-H), 2998 (z, alifatik C-H), 2825 (z, C-N), 1626 (ş, C=O), 1596 (ş, C=C), 1029 (o, C-Cl).
- VIII.** (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisikloheksa-2,4-dien-1-on (VIII) ($C_{16}H_{17}NO_4$), FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3377 (z, O-H), 3286 (z, N-H), 3089 (z, aromatik C-H), 2994 (z, alifatik C-H), 2803 (z, C-N), 1647 (ş, C=O), 1516 (ş, aromatik C=C), 1190 (ş, aromatik C-O).
- IX.** (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on (IX) ($C_{14}H_{13}NO_3$), FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3413 (z, O-H), 3067 (z, aromatik C-H), 2994 (o, alifatik C-H), 2876 (z, C-N), 1617 (ş, C=O), 1511 (ş, C=C), 1219 (ş, aromatik C-O), 1024 (o, C=C).
- X.** (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on (X) ($C_{12}H_{11}NO_2S$), FT-IR spektrumu (KBr pellet cm^{-1}): 3336 (z, O-H), 3249 (z, N-H), 3112 (z, aromatik C-H), 2975 (z, alifatik C-H), 1636 (ş, C=O), 1513 (o, C=C), 1221 (ş, C-S), 848 (o, C-S-C).

4.2. Sentezlenen Bileşiklerin UV-vis. Verileri

- I.** (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (I) ($C_{19}H_{13}Cl_2NO_3$), UV-vis soğurma spektrumu ($\lambda_{max/nm}$, 2×10^{-5} M C_2H_5OH): λ_{max} : 215, 273nm.
- II.** (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (II) ($C_{13}H_{10}INO_2$), UV-vis soğurma spektrumu ($\lambda_{max/nm}$, 2×10^{-5} M C_2H_5OH): λ_{max} : 206, 228, 321, 285nm.
- III.** (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (III) ($C_{14}H_{12}BrNO_2$), UV-vis soğurma spektrumu ($\lambda_{max/nm}$, 2×10^{-5} M C_2H_5OH): λ_{max} : 207, 224, 300 nm.
- IV.** 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion (IV) ($C_{15}H_{10}N_2O_4$), UV-vis soğurma spektrumu ($\lambda_{max/nm}$, 2×10^{-5} M C_2H_5OH): λ_{max} : 207, 224, 291 nm.
- V.** (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on (V) ($C_{38}H_{30}N_2O_6$), UV-vis soğurma spektrumu ($\lambda_{max/nm}$, 2×10^{-5} M C_2H_5OH): λ_{max} : 208, 283, 325, 331 nm.

- VI.** (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on (VI) ($C_{14}H_{13}NO_3$), UV-vis soğurma spektrumu (λ_{\max}/nm , 2×10^{-5} M C_2H_5OH): λ_{\max} : 210, 217, 284, 343 nm.
- VII.** (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisikloheksa-2,4-dien-1-on (VII) ($C_{14}H_{12}ClNO_2$), UV-vis soğurma spektrumu (λ_{\max}/nm , 2×10^{-5} M C_2H_5OH): λ_{\max} : 209, 218, 285, 318 nm.
- VIII.** (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisikloheksa-2,4-dien-1-on (VIII) ($C_{16}H_{17}NO_4$), UV-vis soğurma spektrumu (λ_{\max}/nm , 2×10^{-5} M C_2H_5OH): λ_{\max} : 218, 267, 335, 353 nm.
- IX.** (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)sikloheksa-2,4 dien-1-on (IX) ($C_{14}H_{13}NO_3$), UV-vis soğurma spektrumu (λ_{\max}/nm , 2×10^{-5} M C_2H_5OH): λ_{\max} : 209, 279, 355 nm.
- X.** (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)sikloheksa-2,4-dien-1-on (X) ($C_{12}H_{11}NO_2S$), UV-vis soğurma spektrumu (λ_{\max}/nm , 2×10^{-5} M C_2H_5OH): λ_{\max} : 221, 266, 291 nm.

4.3. Sentezlenen Bileşiklerin 1H -NMR Verileri

- I.** (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (I) ($C_{19}H_{13}Cl_2NO_3$), 1H -NMR spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, standart: TMS, ppm): 13,28: (OH_8); 8,59: (H-C=N); 7,44-6,87: (Aromatik H); 5,73: (OH_9).
- II.** (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (II) ($C_{13}H_{10}INO_2$), 1H -NMR spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, standart: TMS, ppm): 13,45: (OH_8); 8,58: (H-C=N); 7,75-6,83: (Aromatik H); 5,74: (OH_9).
- III.** (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (III) ($C_{14}H_{12}BrNO_2$), 1H -NMR spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, standart: TMS, ppm): 13,51: (OH_8); 8,57: (H-C=N); 7,76-6,84: (Aromatik H); 5,75: (OH_9); 2,46: (CH_3).
- IV.** 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion (IV) ($C_{15}H_{10}N_2O_4$), 1H -NMR spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, standart: TMS, ppm): 14,71: (OH_8); 8,62: (H-C=N); 7,26-6,71: (Aromatik H); 6,06: (OH_9).

- V. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (V) ($C_{38}H_{30}N_2O_6$), 1H -NMR spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, standart: TMS, ppm): 13,73: (NH_{24}); 8,67: (H-C-N); 7,33-6,77: (Aromatik H); 5,77: (OH_9).
- VI. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (VI) ($C_{14}H_{13}NO_3$), 1H -NMR spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, standart: TMS, ppm): 14,71: (NH_{17}); 8,62: (H-C-N); 7,26-6,71: (Aromatik H); 6,06: (OH_9); 3,95: (CH_3).
- VII. (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on (VII) ($C_{14}H_{12}ClNO_2$), 1H -NMR spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, standart: TMS, ppm): 13,51: (NH_{19}); 8,58: (H-C-N); 7,31-6,85: (Aromatik H); 5,73: (OH_9); 2,40: (CH_3).
- VIII. (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on (VIII) ($C_{16}H_{17}NO_4$), 1H -NMR spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, standart: TMS, ppm): 14,71: (NH_{18}); 8,26: (H-C-N); 7,26-6,67: (Aromatik H); 5,77: (OH_9); 4,74: (CH_2); 3,89: (CH_3).
- IX. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4 dien-1-on (IX) ($C_{14}H_{13}NO_3$), 1H -NMR spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, standart: TMS, ppm): 14,19: (NH_{19}); 8,80: (H-C-N); 8,63: (OH_9); 7,69-6,59: (Aromatik H); 2,78: (H_{13}); 2,49: (CH_2); 2,21: (CH_3).
- X. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (X) ($C_{12}H_{11}NO_2S$), 1H -NMR spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, standart: TMS, ppm): 14,19: (NH_{17}); 8,35: (H-C-N); 7,28-6,74: (Aromatik H); 5,25: (OH_9); 4,97: (CH_2).

4.4. Sentezlenen Bileşiklerin ^{13}C -NMR Verileri

- I. (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (I) ($C_{19}H_{13}Cl_2NO_3$), ^{13}C -NMR Spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 162,98: (C_7); 155,56-118,20: (Aromatik C'lar); 76,98: (kloroform-d).
- II. (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (II) ($C_{13}H_{10}INO_2$), ^{13}C -NMR Spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 162,77: (C_7); 148,99-118,02: (Aromatik C'lar); 91,66: (C_{13}); 76,99: (kloroform-d).

- III.** (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (III) ($C_{14}H_{12}BrNO_2$), ^{13}C -NMR Spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 162,49: (C_7); 148,97-117,87: (aromatik C'lar); 27,55:(C_{18}).
- IV.** 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion (IV) ($C_{15}H_{10}N_2O_4$), ^{13}C -NMR Spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 164,17: (C_7); 159,96: (C_4); 147,21: (C_{18}); 145,85: (C_{17}); 134,95-117,51: (Aromatik C'lar); 77,63: (Kloroform-d).
- V.** (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (V) ($C_{38}H_{30}N_2O_6$), ^{13}C -NMR Spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 162,29: (C_7); 157,30-117,40: (Aromatik C'lar); 77,30: (Kloroform-d).
- VI.** (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (VI) ($C_{14}H_{13}NO_3$), ^{13}C -NMR Spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 159,77: (C_7); 128,07-110,00: (Aromatik C'lar); 76,98: (Kloroform-d); 55,98: (C_{19}).
- VII.** (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on (VII) ($C_{14}H_{12}ClNO_2$), ^{13}C -NMR Spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 162,49: (C_7); 148,99-117,87: (Aromatik C'lar); 76,66: (Kloroform-d); 19,64: (C_{17}).
- VIII.** (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on (VIII) ($C_{16}H_{17}NO_4$), ^{13}C -NMR Spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 164,79: (C_7); 154,25: (C_{17}); 148,78-111,16: (Aromatik C'lar); 76,98: (Kloroform-d); 60,16: (C_{22}); 55,95: (C_{20}).
- IX.** (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4 dien-1-on (IX) ($C_{14}H_{13}NO_3$), ^{13}C -NMR Spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 160,41: (C_7); 153,61-116,67: (Aromatik C'lar); 77,65: (Kloroform-d); 20,51: (C_{17}).
- X.** (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (X) ($C_{12}H_{11}NO_2S$), ^{13}C -NMR Spektrumu ($CDCl_3$, 400 MHz, Standart: TMS, ppm): 165,42: (C_7); 150,98-116,83: (Aromatik C'lar); 76,66: (Kloroform-d); 56,01: (C_{11}).

4.5.Sentezlenen bileşiklerin X ışını verileri

- I.** (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (I) ($C_{19}H_{13}Cl_2NO_3$), kristal sistemi triklinik, uzay grubu P1, birim hücre boyutları $a=8.747$ (3), $b=9.723$ (3), $c=10.927$ (4), $\alpha(^{\circ})=90.37$ (3), $\beta(^{\circ})=110.19$ (3), $\gamma(^{\circ})=100.35$ (3), $Z=2$, $R=0,043$.
- II.** (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (II) ($C_{13}H_{10}INO_2$), kristal sistemi triklinik, uzay grubu P1, birim hücre boyutları $a=6.047$ (3), $b=8.932$ (3), $c=12.312$ (5), $\alpha(^{\circ})=86.40$ (3), $\beta(^{\circ})=83.86$ (4), $\gamma(^{\circ})=68.88$ (3), $Z=2$, $R=0,039$.
- III.** (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (III) ($C_{14}H_{12}BrNO_2$), kristal sistemi triklinik, uzay grubu P1, birim hücre boyutları $a=7.168$ (4), $b=8.158$ (5), $c=11.908$ (7), $\alpha(^{\circ})=103.52$ (4), $\beta(^{\circ})=100.38$ (5), $\gamma(^{\circ})=94.50$ (5), $Z=2$, $R=0,222$.
- IV.** 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion (IV) ($C_{15}H_{10}N_2O_4$), kristal sistemi monoklinik, uzay grubu $P2_1/c$, birim hücre boyutları $a=20.564$ (4), $b=8.8161$ (11), $c=14.109$ (3), $\beta(^{\circ})=94.484$ (16), $Z=8$, $R=0,068$.
- V.** (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (V) ($C_{38}H_{30}N_2O_6$), kristal sistemi triklinik, uzay grubu P1, birim hücre boyutları $a=7.655$ (5), $b=8.982$ (5), $c=11.950$ (5), $\alpha(^{\circ})=86.57$ (4), $\beta(^{\circ})=75.22$ (4), $\gamma(^{\circ})=74.92$ (4), $Z=1$, $R=0,049$.
- VI.** (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (VI) ($C_{14}H_{13}NO_3$), kristal sistemi monoklinik, uzay grubu $P2_1/n$, birim hücre boyutları $a=7.551$ (2), $b=11.318$ (3), $c=13.490$ (4), $\beta=95.09$ (2) $^{\circ}$, $Z=4$, $R=0,033$..
- VII.** (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on (VII) ($C_{14}H_{12}ClNO_2$), kristal sistemi monoklinik, uzay grubu $P2_1/c$, birim hücre boyutları $a=14.035$ (6), $b=6.972$ (2), $c=13.964$ (7), $\beta(^{\circ})=116.37$ (4), $Z=4$, $R=0,052$.
- VIII.** (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on (VIII) ($C_{16}H_{17}NO_4$), kristal sistemi monoklinik, uzay grubu $P2_1/c$, birim hücre boyutları $a=12.9608$ (7), $b=16.1681$ (11), $c=6.9657$ (4), $\beta(^{\circ})=102.398$ (4), $Z=4$, $R=0,049$.

IX. (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (IX)(C₁₄H₁₃NO₃), kristal sistemi ortorombik, uzay grubu P2₁2₁2₁, birim hücre boyutları a=6.1415 (18), b=10.102 (3), c=19.449 (7), α(°)=β(°)=γ(°)=90, Z=4, R=0,063.

X. (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (X) (C₁₂H₁₁NO₂S), kristal sistemi monoklinik, uzay grubu P2₁/n, birim hücre boyutları a=11.8040 (15), b=5.9552 (5), c=15.6935 (19), β(°)= 98.343 (10), Z=4, R=0,053.

IR spektrumlarında azometin (>C=N-) grubunun soğurması 1689-1471 cm⁻¹ bölgeleri arasında gözlenmektedir. C=N gerilme titreşimi, değişken şiddette olmakla beraber, C=C gerilme titreşimlerinden daha şiddetlidir (Silverstein ve Bassler, 1962). *o*-hidroksi Schiff bazlarında keto yapısının delokalize π bağı taşıyan karbonil C=O grubundan kaynaklanan keskin soğurmaları 1600 cm⁻¹ den daha büyük değerlerde gözlenmektedir. 5-nitro-N-salisilidenetilamin üzerine yapılan çalışmalarda asetonitril içerisinde alınan spekturumda karbonil frekansının 1680 cm⁻¹ geldiği gösterilmiştir (Majerz vd, 2000). Bu da keto karakterin artmasıyla karbonil frekansının yükseldiğini göstermektedir.

IR spektrumlarında azometin grubu dışında moleküle bağlı diğer grupların titreşimlerini de gözlemek mümkündür. Nitro grubunun bağlı olması durumunda 1550-1500 cm⁻¹ ve 1360-1290 cm⁻¹ bölgesinde iki kuvvetli soğurma gösterir. Molekül içi hidrojen bağı sistemlerde 3200-2500 cm⁻¹ arasında zayıf ve yayvan bir pik meydana gelirken moleküller arası hidrojen bağı sistemlerde 3550-3450 cm⁻¹ arasında soğurma gözlenmektedir. Aromatik C-H gerilme titreşimleri 3100-3000 cm⁻¹ bölgesinde ortaya çıkarken aromatik C=C gerilme titreşimleri 1600-1585 cm⁻¹ ve 1500-1400 cm⁻¹ bölgesinde ve CH₂ için alifatik C-H asimetric gerilmesi 2926 cm⁻¹ ve simetric C-H gerilmesi 2853 cm⁻¹, CH₃ için asimetric C-H gerilmesi 2962 cm⁻¹ ve simetric C-H gerilmesi 2872 cm⁻¹ gözlenir. Aromatik halkaya klor bağlanmasıyla oluşan C-Cl bağı gerilme titreşimi 1096-1089cm⁻¹, florun varlığında C-F gerilme titreşimi 1250-1100 cm⁻¹, C-Br gerilme titreşimi 1090-1025 cm⁻¹ ve C-I gerilme titreşimi de 1080-1025 cm⁻¹ aralığında gelmektedir (George ve McIntyre, 1987; Köksal, 1996; Silverstein ve Bassler, 1962).

I, II, III ve IV numaralı bileşiklerin IR spektrumlarında, C=N gerilme titreşimi 1613-1635 cm⁻¹ değerlerinde, O-H gerilme titreşimi ise 3345-3506 cm⁻¹ değerlerinde

gözlemlendi. Moleküller arası hidrojen bağı bulunan bileşiklerin fenol-imin formunda oldukları anlaşılmaktadır.

V, VI, VII, VIII, IX ve X numaralı bileşiklerin IR spektrumlarında, C=O titreşimi 1617-1647 cm^{-1} değerlerinde gözlemlendi. Keto-amin formundaki bu bileşiklerde hem molekül içi hem de moleküller arası hidrojen bağları oluşturduğundan FT-IR spektrumunda O-H pikleri çok zayıftır.

Tüm bileşiklerin UV-vis spektrumlarında, imin grubuna ait $\pi \rightarrow \pi^*$ ve $n \rightarrow \pi^*$ geçişleri çözücü olarak etil alkol içerisinde belirlendi. Elde edilen azometin bileşiklerinin UV-vis spektrumunu incelendiğinde C=N gruplarına ait bantlar 240-300 nm'de ve 300-371 nm aralığında gözlemlenmiştir.

$^1\text{H-NMR}$ spektrumları incelendiğinde 2-hidroksi Schiff bazlarının $\delta=10-16$ ppm' de gözlenen ikili yada geniş tekli OH pikleri ile $\delta=8-9$ ppm' de gözlenen ikili H-C=N- piklerinin keto-amin formundan kaynaklandığı bulunmuştur. İkili pikin amin protonu (N-H) ile metin protonunun (=C-H) etkileşmesinden oluşan yarılmadan kaynaklandığı belirtilmiştir. Keto formundan dolayı NH ve =C-H protonları sırasıyla $\delta=15.64$ ve $\delta=9.56$ ppm'de ikili pik olarak gözlemlenmiştir. Naftil protonları $\delta=7.87-6.92$ ppm' de çoklu pik olarak bulunmuştur. Ar-CH₃ protonları $\delta=2.08$ ppm ve $\delta=2.01$ ppm' de tekli pik olarak gözlemlenmişlerdir (Ünver, 2010).

Sentezlenen bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ spektrumları incelendiğinde azometin protonuna ait (H-C=N) pik ve Schiff Bazının O-H'ye ait piktir. O-H'ye ait pikler 8,3-7,3 ppm arasında, -CH=NR- grubuna ait pikler 3,35-3,76 ppm arasında gözlemlendi. Bileşiklerin $^1\text{H-NMR}$ spektrumu incelendiğinde CH=NR piki 3,35-3,76 ppm değerinde singlet şeklinde görülmüştür.

Enol formunda olan (E)-3-(((3-klor-4-(4-klorfenoksi)fenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (I) (C₁₉H₁₃Cl₂NO₃), (E)-3-(((4-iyotfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (II) (C₁₃H₁₀INO₂), (E)-3-(((3-brom-4-metilfenil)imino)metil)benzen-1,2-diol (III) (C₁₄H₁₂BrNO₂), ve 2-((2,3-dihidroksibenzildien)amino)isoindolin-1,3-dion (IV) (C₁₅H₁₀N₂O₄) bileşiklerinin C=N pikleri FT-IR spektrumlarında 1613-1635 arasında görülmüştür. Enol formundaki bu bileşiklerde FT-IR spektrumlarında O-H pikleri 3345-3506 cm^{-1} aralığında gözlemlenmiştir.

Keto formunda olan (Z)-2-hidroksi-6-(((2-fenoksifenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on(V)(C₁₉H₁₆NO₃), (Z)-2-hidroksi-6-(((2-metoksifenil)amino)

metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (VI) ($C_{14}H_{13}NO_3$), (Z)-6-(((3-klor-4-metilfenil) amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on (VII) ($C_{14}H_{12}ClNO_2$), (Z)-6-(((3,4-dimetoksibenzil)amino)metilen)-2-hidroksisiklohekza-2,4-dien-1-on (VIII) ($C_{16}H_{17}NO_4$), (Z)-2-hidroksi-6-(((2-hidroksi-5-metilfenil)amino)metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (IX) ($C_{14}H_{13}NO_3$) ve (Z)-2-hidroksi-6-(((tiyofen-2-ilmetil)amino) metilen)siklohekza-2,4-dien-1-on (X) ($C_{12}H_{11}NO_2S$) bileşiklerinin C-N pikleri IR spektrumlarında 2803-2876 arasında görülmüştür. Keto formundaki bu bileşiklerde hem molekül içi hem de moleküller arası hidrojen bağları yapıldığından FT-IR spektrumunda O-H pikleri çok zayıftır.





5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Yapmış olduğum çalışmaların değerlendirilmesinden hazırlamayı hedeflediğim yeni Schiff bazı ligantlarının oluştuğu belirlenmiştir. Oluşan tüm yeni bileşikler tek kristal olup yapıları spektroskopik (FT-IR, UV-vis., ¹H-NMR, ¹³C-NMR ve X-ışınları kırınımı) yöntemleri ile aydınlatılmıştır.

Bileşiklerde çok güçlü molekül içi ve moleküller arası hidrojen bağı gözlenmiştir. Tüm spektroskopik ve kristalografik metotlardan elde edilen verilerin sonuçlarına göre bileşiklerin yapılarının verilen formüllere uygun olduğu söylenebilir. Schiff bazları ve kompleksleri temel bilimler alanında olduğu kadar endüstri alanındaki önemini de giderek artırmaktadır. Özellikle boya ve polimer teknolojisinde, ilaç sanayinde, tıp alanındaki biyolojik araştırmalarda ve tarım alanında bu bileşiklerden büyük ölçüde yararlanılmakta ve yeni sentezlerin yapılması yönündeki çalışmalar yoğun bir şekilde devam etmektedir. Schiff bazlarının floresans özellik göstermesi ve bu özelliğin kompleksleşme durumunda metal konsantrasyonuna bağlı olarak değişmesi, metallerin tanınması açısından analitik ve çevre kimyası için de önemlidir. Son zamanlarda sıvı kristal teknolojisinde kullanılabilir ve non-linear optik özellik gösteren birçok Schiff bazı sentezlenerek çalışılmıştır. Çalışmalarda elektron çekici grup içeren ligandların ve metal komplekslerinin biyolojik aktivitelerinin fazla olduğu, hepsinin bakır komplekslerinin antibakteriyel aktivite gösterdiği, özellikle hidroksi süstitüe Schiff bazı ve komplekslerinin daha fazla aktivite gösterdiği bulunmuştur. Nükleik asitlerle etkileşime girebilen yeni moleküllerin araştırılması ve tasarlanması, kemoterapide DNA'ya bağlanabilen yeni antikanser ilaçların geliştirilmesi günümüzde araştırmacıların üzerinde çok çalıştığı konulardan biridir. Schiff bazları, önemli antibakteriyel ve kemoterapötik potansiyelleriyle medikal kimyada önemli bir bileşik sınıfını temsil etmektedir.

Biyolojik özellikleri dikkate alındığında, hastalıklarla mücadelede yeni ilaçların geliştirilebilmesi için potansiyel ajanlar olmaları nedeniyle Schiff bazları ve komplekslerinin DNA ile etkileşimlerinin araştırılması oldukça önemlidir.

Verilen bu özellikler ve uygulamalar dikkate alınarak; Bundan sonraki çalışmalarımızda sentezlenen tüm Schiff bazı bileşikleri ile bazı komplekslerin biyolojik özellikleri ve DNA'ya etkileri de incelenebilecektir.

Bütün bu özelliklerinden dolayı seçilen ve tez kapsamında çalışılan bileşiklerin koordinasyon kimyasına, analitik kimyaya, biyokimyaya, organik kimyaya, spektroskopi ve kristallografiye, mikrobiyolojiye ve tıp bilimine katkılarının olabileceği düşünülmektedir.

- a) Bu çalışmada sentezlenen bileşiklerin bakteriler üzerindeki etkileri incelenebilir.
- b) Bu bileşiklerin metal kompleksleri hazırlanarak meydana gelen değişimler spektroskopik olarak çalışılabilir.
- c) Sentezlenen bileşiklerin polarografik özellikleri araştırılabilir.
- d) Fotokromizm ve termokromizm özellik gösterip göstermedikleri incelenebilir.
- e) Bileşiklere ait proton transfer mekanizmaları araştırılabilir.
- f) Bu bileşiklerin farklı türevleri ve metal kompleksleri hazırlanarak spektroskopik özellikleri ve kristal yapıları incelenerek meydana gelen değişimler ortaya konabilir.
- g) Parmak izleri ve avuç izleri suç mahallindeki en önemli deliller arasında yer alır. Schiff bazlarının parmak izi çözümlemedeki etkileri incelenebilir.
- h) Azometin bileşiklerinin termal özellikleri incelenerek faz geçişleri belirlenebilir.

KAYNAKLAR

- Aksu M. (2001). Çinko(II), kadmiyum(II) ve civa(II) iyonları ile Schiff bazları arasında mono-, di- ve tri- nükleer komplekslerin hazırlanması ve analitik amaçla kullanılabilirliklerinin araştırılması. Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, Fen bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Alexander, V. 1995. Design and synthesis of macrocyclic ligands and their complexes of lanthanides and actinides. *Chemical Reviews*, 95:2, 273-342.
- Altundas, A., Sarı, N., Colak, N. and Ögütçü, H. 2010. Synthesis and biological activity of new cycloalkylthiophene-Schiff bases and their Cr (III) and Zn (II) complexes. *Medicinal Chemistry Research*, 19:6, 576-588.
- 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 Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 120:82-89.
- Aydoğan, F., Oecal, N., Turgut, Z. and Yolacan, C. 2001. Transformations of aldimines derived from pyrrole-2-carboxaldehyde. Synthesis of thiazolidino-fused compounds. *Bull. Korean Chem. Soc*, 22:5, 476-480.
- Bal, M. (2010). Yeni azo-Schiff bazı türü ligand ve metal komplekslerinin sentezi, spektroskopik ve genotoksik özelliklerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş.
- Beraldo, H. and Gambino, D. 2004. The wide pharmacological versatility of semicarbazones, thiosemicarbazones and their metal complexes. *Mini Reviews in Medicinal Chemistry*, 4:1, 31-39.
- Beyer, H. and Walter, W. 1988. Lehrbuch der Organischen Chemie, 21. Aufl., S. 533: S. Hirzel Verlag, Stuttgart.
- Blower, P. J. 1997. Small coordination complexes as radiopharmaceuticals for cancer targeting. *Transition Metal Chemistry*, 23:1, 109.
- Brown, W. H., Poon, T. and Poon, T. 2014. *Introduction to Organic Chemistry*. John Wiley & Sons, Florida.
- Calligaris, M., Nardin, G. t. and Randaccio, L. 1972. Structural aspects of metal complexes with some tetradentate Schiff bases. *Coordination Chemistry Reviews*, 7:4, 385-403.
- Catanescu, O., Grigoras, M., Colotin, G., Dobreanu, A., Hurduc, N. and Simionescu, C. I. 2001. Synthesis and characterization of some aliphatic-aromatic poly (Schiff base) s. *European Polymer Journal*, 37:11, 2213-2216.
- Cerrada, P., Oriol, L., Pinol, M., Serrano, J., Alonso, P., Puertolas, J., Iribarren, I. and Munoz Guerra, S. 1999. Influence of hydroxy functionalization and metal cross-linking on fiber properties of liquid-crystalline Polyazomethines. *Macromolecules*, 32:11, 3565-3573.
- Ceylan, Ü., Tanak, H., Gümüş, S., Açar, E. 2016. Spectroscopic (FT-IR and UV-Vis) and theoretical (HF and DFT) investigation of 2-Ethyl-N-[(5-nitrothiophene-2-yl)methylidene]aniline. *Journal of Molecular Structure*, 1110:1-10

- Chukhadzhyan, G., Sarkisyan, E. and Elbakyan, T. 1972. Zhur. Org. Khim., 1972, 8, 1119. *Chem. Abs*, 77, 125828.
- Ciardelli, F., Carlini, C., Pertici, P. and Valentini, G. 1989. Polymer effect on catalysis by macromolecules/transition metal complexes. *Journal of Macromolecular Science—Chemistry*, 26:2-3, 327-347.
- Cozzi, P. G. 2004. Metal–Salen Schiff base complexes in catalysis: practical aspects. *Chemical Society Reviews*, 33:7, 410-421.
- Dede, B., Karipcin, F. and Cengiz, M. 2009. Novel homo-and hetero-nuclear copper (II) complexes of tetradentate Schiff bases: Synthesis, characterization, solvent-extraction and catalase-like activity studies. *Journal of Hazardous Materials*, 163:2-3, 1148-1156.
- Di Bella, S., Fragalà, I., Leonardi, N. and Sortino, S. 2004. Self-assembled monolayers of bis (salicylaldiminato) nickel (II) Schiff-base complexes: synthesis and structure. *Inorganica Chimica Acta*, 357:13, 3865-3870.
- Duman, H. 2007. 1, 10-fenantrolin türevi bir Schiff bazı ve geçiş metal komplekslerinin sentezi spektroskopik ve termal analizi. Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Eger, K., Grieb, G. and Spätling, S. 1990. Synthesis of pyrrolo [2, 3-d] pyrimidine ribosides and their potential in chemotherapeutics. *Journal of Heterocyclic Chemistry*, 27:7, 2069-2075.
- Elliott, M. C. and El Sayed, N. N. E. 2005. Stereodivergent radical cyclisation reactions of cyclohexa-1, 4-dienes. *Tetrahedron Letters*, 46:17, 2957-2959.
- Erdik, E. (2008). Organik kimyada spektroskopik yöntemler, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Gazi Kitabevi, Ankara.
- Erşahin, F. 2007. 3-metil salisilaldehitten elde edilen Schiff bazlarının sentezi ve spektroskopik özelliklerinin incelenmesi. Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Samsun.
- Farrugia, L. J. 1997. ORTEP 3 for Windows a version of ORTEP III with a Graphical User Interface (GUI). *Journal of Applied Crystallography*, 30:5-1, 565-565.
- Farrugia, L. J. 1999. WinGX suite for small molecule single crystal crystallography. *Journal of Applied Crystallography*, 32:4, 837-838.
- Fernández-G, J., del Rio-Portilla, F., Quiroz-García, B., Toscano, R. and Salcedo, R. 2001. The structures of some ortho-hydroxy Schiff base ligands. *Journal of Molecular Structure*, 561:1-3, 197-207.
- Fessenden, R., Logue, M. and Fessenden, J. 2001. Organik Kimya,(Çev. T. Uyar): Ankara.
- Filarowski, A., Głowiaka, T. and Koll, A. 1999. Strengthening of the intramolecular O... H... N hydrogen bonds in Schiff bases as a result of steric repulsion. *Journal of Molecular Structure*, 484:1, 75-89.
- Fishwick, B., Griffiths, J. and Hill, J. 1991. Coupling of diazonium ions to Schiff's bases. *Journal of Chemical Research. Synopses*:1, 24-25.

- Forman, S. E. 1964. Synthesis of Oximes 1. *The Journal of Organic Chemistry*, 29:11, 3323-3327.
- Freedman, H. H. 1961. Intramolecular H-bonds. I. A spectroscopic study of the hydrogen bond between hydroxyl and nitrogen. *Journal of the American Chemical Society*, 83:13, 2900-2905.
- Gaber, M., Issa, R., Aly, F. and Ayad, M. 1989. Studies of Ti (IV) and Zr (IV) chelates with N₂O₂; schiff bases of 2-hydroxy-1-naphthaldehyde with aromatic diamines. *Thermochimica Acta*, 155, 309-316.
- Gavranić, M., Kaitner, B. and Meštrović, E. 1996. Intramolecular N– H... O hydrogen bonding, quinoid effect, and partial π -electron delocalization in N-aryl Schiff bases of 2-hydroxy-1-naphthaldehyde: the crystal structures of planar N-(α -naphthyl)-and N-(β -naphthyl)-2-oxy-1-naphthalimine. *Journal of Chemical Crystallography*, 26:1, 23-28.
- George, W. O. and McIntyre, P. S. 1987. *Infrared spectroscopy*. John Wiley & Sons Inc, Chicago.
- Ghassemzadeh, M., Fallahnedjad, L., Heravi, M. M. and Neumüller, B. 2008. Synthesis, characterization and crystal structure of new silver (I) and palladium (II) complexes containing 1, 2, 4-triazole moieties. *Polyhedron*, 27:6, 1655-1664.
- Grabarić, Z., Koprivanac, N., Papić, S., Parac-Osterman, Đ. and Matanić, H. 1993. Synthesis, application and biodegradation of a chromium azomethine dye. *Dyes and Pigments*, 23:4, 255-265.
- Golcu, A., Tumer, M., Demirelli, H., Wheatley, A. R., 2005. Cd (II) and Cu(II) complexes of polydentane Schiff base ligands: Synthesis, characterization, properties and biological activity. *Inorganica Chimica Acta*, 358:1785-1797.
- Hanack, M., Deger, S. and Lange, A. 1988. Bisaxially coordinated macrocyclic transition metal complexes. *Coordination Chemistry Reviews*, 83:115-136.
- Higasio, Y. S. and Shoji, T. 2001. Heterocyclic compounds such as pyrroles, pyridines, pyrrolidins, piperdines, indoles, imidazol and pyrazins. *Applied Catalysis A. General*, 221:1-2, 197-207.
- İlkeler, G. K. and Cilt, M. U. 2002. I ve II; RH Petrucci, WS Harwood ve FG Herring, Çeviri Editörleri: T. Uyar ve S. Aksoy, Palme Yayıncılık, İstanbul.
- Ismail, K. Z., El-Dissouky, A. and Shehada, A. Z. 1997. Spectroscopic and magnetic studies on some copper (II) complexes of antipyrine Schiff base derivatives. *Polyhedron*, 16:17, 2909-2916.
- Jenkins, P. R. 1992. *Organometallic reagents in synthesis*. Oxford University Press, İngland.
- Johnson, D., Pippard, M., Murphy, T. and Rose, N. 1982a. An in vivo evaluation of iron-chelating drugs derived from pyridoxal and its analogs. *Journal of Pharmacology and Experimental Therapeutics*, 221:2, 399-403.
- Johnson, D. K., Murphy, T. B., Rose, N. J., Goodwin, W. H. and Pickart, L. 1982b. Cytotoxic chelators and chelates 1. Inhibition of DNA synthesis in cultured

- rodent and human cells by aroylhydrazones and by a copper (II) complex of salicylaldehyde benzoyl hydrazone. *Inorganica Chimica Acta*, 67:159-165.
- Juhász, L., Dinya, Z., Antus, S. and Gunda, T. E. 2000. A new approach for the synthesis of naturally occurring dihydrobenzo [b] furan-type neolignans of potential biological activity. *Tetrahedron Letters*, 41:14, 2491-2494.
- Karaer, H. 1997. Schiff Bazlarına Diazonyum Tuzlarının Kenetlenmesi ile Oluşan Bazı Azo-Azometin Boyarmaddelerinin Sentezi ve Yapılarının Spektroskopik Tekniklerle İncelenmesi. OMÜ. Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ondokuzmayıs Üniversitesi, Samsun
- Kittel, C., McEuen, P. and McEuen, P. 1996. *Introduction to Solid State Physics*. Wiley New York.
- Köksal, H. 1996. 'Geçiş metallерinin naftilsalisilaldiminlerle kompleks bileşiklerinin sentezi, yapı ve spektral özelliklerinin incelenmesi'. Yüksek Lisans Tezi, Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş.
- Krygowski, T. M., Woźniak, K., Anulewicz, R., Pawlak, D., Kolodziejski, W., Grech, E. and Szady, A. 1997. Through-resonance assisted ionic hydrogen bonding in 5-Nitro-N-salicylideneethylamine. *The Journal of Physical Chemistry A*, 101:49, 9399-9404.
- Kumar, K. N. and Ramesh, R. 2004. Synthesis, characterization, redox property and biological activity of Ru (II) carbonyl complexes containing O, N-donor ligands and heterocyclic bases. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 60:12, 2913-2918.
- Küçükgüzel, I., Küçükgüzel, S. G., Rollas, S. and Kiraz, M. 2001. Some 3-thioxo/alkylthio-1, 2, 4-triazoles with a substituted thiourea moiety as possible antimycobacterials. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 11:13, 1703-1707.
- Layer, R. W. 1963. The Chemistry of Imines. *Chemical Reviews*, 63:5, 489-510.
- Majerz, I., Pawlukojć, A., Sobczyk, L., Dziembowska, T., Grech, E. and Szady-Chełmieniecka, A. 2000. The infrared, Raman and inelastic neutron scattering studies on 5-nitro-N-salicylideneethylamine. *Journal of Molecular Structure*, 552:1-3, 243-247.
- March, J. 1992. *Advanced Organic Chemistry: Reactions, Mechanisms, and Structure*. John Wiley & Sons, Argentina.
- Noorizadeh, S. and Maihami, H. 2006. A theoretical study on the regioselectivity of Diels–Alder reactions using electrophilicity index. *Journal of Molecular Structure: THEOCHEM*, 763:1-3, 133-144.
- Nurşen, S., Arslan, S., Loğođlu, E. and Şakıyan, İ. 2003. Antibacterial activities of some new amino acid-Schiff bases. *Gazi University Journal of Science*, 16:2, 283-288.
- Offe, H. 1988. *Antituberculosis Drugs*. Springer, 1-30, Germany.
- Oyama, N., Ohsaka, T. and Nakanishi, M. 1987. Electrochemically polymerized N, N-dimethylaniline films containing tris-(bathophenanthroline disulfonato) iron (II/III) complexes. *Journal of Macromolecular Science—Chemistry*, 24:3-4, 375-388.

- Papić, S., Koprivanac, N., Grabarić, Z. and Parac-Osterman, Đ. 1994. Metal complex dyes of nickel with schiff bases. *Dyes and Pigments*, 25:3, 229-240.
- Park, S., Mathur, V. and Planalp, R. P. 1998. Syntheses, solubilities and oxygen absorption properties of new cobalt (II) Schiff-base complexes. *Polyhedron*, 17:2-3, 325-330.
- Patai, S. 1970. Chemistry of the carbon-nitrogen double bond, London.
- Pfeiffer, P., Breith, E., Lübbe, E. and Tsumaki, T. 1933. Tricyclische orthokondensierte nebenvalenzringe. *Justus Liebigs Annalen der Chemie*, 503:1, 84-130.
- Pickart, L., Goodwin, W. H., Burgua, W., Murphy, T. B. and Johnson, D. K. 1983. Inhibition of the growth of cultured cells and an implanted fibrosarcoma by aroylhydrazone analogs of the Gly-His-Lys-Cu (II) complex. *Biochemical Pharmacology*, 32:24, 3868-3871.
- Reichert, D. E., Lewis, J. S. and Anderson, C. J. 1999. Metal complexes as diagnostic tools. *Coordination Chemistry Reviews*, 184:1, 3-66.
- Roothaan, C. C. J. 1951. New developments in molecular orbital theory. *Reviews of Modern Physics*, 23:2, 69.
- Rylander, P. 2012. *Catalytic Hydrogenation Over Platinum Metals*. Elsevier, New Jersey.
- Salman, S., Farrant, R. and Lindon, J. 1991. Studies of tautomerism in 2-hydroxynaphthaldehyde Schiff bases by multinuclear magnetic resonance. *Spectroscopy Letters*, 24:9, 1071-1078.
- Schiff, H. 1869. Untersuchungen über salicinderivate. *Justus Liebigs Annalen der Chemie*, 150:2, 193-200.
- Scovill, J. P., Klayman, D. L. and Franchino, C. F. 1982. 2-Acetylpyridine thiosemicarbazones. 4. Complexes with transition metals as antimalarial and antileukemic agents. *Journal of Medicinal Chemistry*, 25:10, 1261-1264.
- Sharaby, C. M. 2007. Synthesis, spectroscopic, thermal and antimicrobial studies of some novel metal complexes of Schiff base derived from [N1-(4-methoxy-1, 2, 5-thiadiazol-3-yl) sulfanilamide] and 2-thiophene carboxaldehyde. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 66:4-5, 1271-1278.
- Sheldrick, G. 1997. SHELXL97, SHELXS97 and SHELX97-2. *University of Göttingen, Germany*.
- Shriver, D. F. and Atkins, P. W. 1999. *Inorganic Chemistry 3.0*. Oxford University Press, London.
- Silverstein, R. M. and Bassler, G. C. 1962. Spectrometric identification of organic compounds. *Journal of Chemical Education*, 39:11, 546.
- Soliman, A. A., Ali, S. A. and Orabi, A. 2006. Spectral and thermal studies of some chromium and molybdenum complexes with ONO donor Schiff bases. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 65:3-4, 841-845.

- Taylor, M. K., Reglinski, J. and Wallace, D. 2004. Coordination geometry of tetradentate Schiff's base nickel complexes: the effects of donors, backbone length and hydrogenation. *Polyhedron*, 23:18, 3201-3209.
- Temple, D., Yevich, J., Covington, R., Hanning, C., Seidehamel, R., Mackey, H. and Bartek, M. 1979. Synthesis of 3, 4-dihydro-4-oxothieno [2, 3-d] pyrimidine-2-carboxylates, a new series of orally active antiallergy agents. *Journal of Medicinal Chemistry*, 22:5, 505-510.
- Ünver, H., Hayvali, Z. 2010. Synthesis, spectroscopic studies and structures of square-planar nickel(II) and copper(II) complexes derived from 2-{(Z)-[furan-2-ylmethyl]imino}methyl}-6-methoxyphenol, *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 75:782-788.
- West, D. X., Padhye, S. B. and Sonawane, P. B. 1991. *Complex Chemistry*. Springer, 1-50, New York.
- Zvezdina, É., Zhdanova, M., Barchan, I., Simkina, Y. N. and Dorofeenko, G. 1980. Antimicrobial activity of some pyridinium salts and compounds of the pyrimidine series. *Pharmaceutical Chemistry Journal*, 14:2, 144-148.

ÖZGEÇMİŞ

Adı ve Soyadı : Mahmut Taşdoğan

Doğum Yeri : Gaziantep

Doğum Tarihi : 22.02.1973

Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu

Lise : Malatya Lisesi (1992)

Lisans : Çukurova Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi
Kimya Bölümü (1997)

Yüksek Lisans : Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı/Organik Kimya (02.2016-07.2019)

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl

TED Samsun Koleji Özel Lisesi (2009-2019)

Yayınlar

1. Uzun, S., Taşdoğan, M., Açar, E. (2017). Quantum mechanical calculations on a new Schiff base compound. Imcofe'17, Natural Sciences, Engineering and Architecture, Rome. (August 23-25. 2017).
2. Temel, E., Akkaya, A., Taşdoğan, M., Açar, E. (2017). Structural and spectroscopic analysis of (E)-2-((2,3-dihydroxybenzylidene)amino)-3a,7a-dihydro-1H-isindole-1,3(2H)-dione. Turcmos 2017, III. International Turkish Congress on Molecular Spectroscopy. Bodrum, Turkey. (August 26-29. 2017).