



T.C
KAFKAS ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI



**İKİ DEĞERLİKLİ METALLERİN HACİMLİ BENZOAT KOMPLEKSLERİ:
FİZİKSEL VE KİMYASAL ÖZELLİKLERİ**

**Safiye ÖZKAYA
DOKTORA TEZİ**

**DANIŞMAN
Prof. Dr. Hacali NECEFOĞLU**

**HAZİRAN-2018
KARS**

T.C.
KAFKAS ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Kimya Anabilim Dalı Doktora Programı çerçevesinde Safiye ÖZKAYA tarafından hazırlanmış olan “İki Değerlikli Metallerin Hacimli Benzoat Kompleksleri: Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri ” adlı bu çalışma, yapılan tez savunması sonucunda jüri üyeleri tarafından Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmenliği uyarınca değerlendirilerek **OY BİRLİĞİ** ile kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi: 01/06/2018

Adı Soyadı

Başkan: Prof. Dr. Hacali NECEFOĞLU

Üye : Prof. Dr. Ertan ŞAHİN

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Rövsen GÜLİYEV

Üye : Dr. Öğr. Üyesi F. Elif ÖZBEK

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Mustafa SERTÇELİK

İmza

.....
.....
.....
.....
.....

Bu tezin kabulü, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun .../.../.... gün ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Doç.Dr. Fikret AKDENİZ
Enstitü Müdürü

ETİK BEYAN

Kafkas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

›Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,

›Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,

›Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,

›Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,

›Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

İmza



Safiye ÖZKAYA

Tarih

ÖZET

(Doktora Tezi)

İKİ DEĞERLİKLİ METALLERİN HACİMLİ BENZOAT KOMPLEKSLERİ: FİZİKSEL VE KİMYASAL ÖZELLİKLERİ

Safiye ÖZKAYA

Kafkas Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Hacali NECEFOĞLU

Bu çalışmada hacimli benzoik asitler olan 2,4,6-trimetilbenzoik asit (TMBA) ve 4-tert-bütilbenzoik asidin (TBBA) iki değerlikli geçiş metaller ile kompleksleri ($[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Mn}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Mn}(\text{TBB})_2(\text{H}_2\text{O})]$, $[\text{Cu}(\text{TBB})_2(\text{H}_2\text{O})]$, $[\text{Cd}(\text{TBB})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$), metal(II) 2,4,6-trimetilbenzoatlar ve metal(II) ve 4-tert-bütilbenzoatların karışık ligand kompleksleri biyolojik öneme sahip nikotinamid ile ($[\text{Mn}(\text{TMB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$, $[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $\text{Cu}_2(\text{TMB})_4(\text{NA})_2$, $[\text{Zn}(\text{TMB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})]$, $[\text{Cd}(\text{TMB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})]$, $[\text{Mn}(\text{TBB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Cd}(\text{TBB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Co}(\text{TBB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Ni}(\text{TBB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Zn}(\text{TBB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Cd}(\text{TBB})_2(\text{NA})(\text{H}_2\text{O})]$), izonikotinamid ile ($[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{İNA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\text{İNA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Cu}(\text{TMB})_2(\text{İNA})_2]$, $[\text{Zn}(\text{TMB})_2(\text{İNA})_2]$, $[\text{Cd}(\text{TMB})_2(\text{İNA})_2]$, $[\text{Co}(\text{TBB})_2(\text{İNA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Ni}(\text{TBB})_2(\text{İNA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Zn}(\text{TBB})_2(\text{İNA})_2]$, $[\text{Cd}(\text{TBB})_2(\text{İNA})(\text{H}_2\text{O})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ve dietilnikotinamid ile ($[\text{Mn}(\text{TMB})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Cu}(\text{TMB})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$, $[\text{Co}(\text{TBB})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$) olmak üzere 29 yeni kompleks sentezlenmiştir. Sentezlenen komplekslerin yapıları elemental ve termik

analiz, IR, UV, ¹H-NMR spektroskopileri, toz ve tek kristal X-ışını diffraksiyonu analiz yöntemleri kullanılarak aydınlatılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Geçiş metaller, 2,4,6-trimetilbenzoik asit, 4-tert-bütilbenzoik asit, nikotinamid, izonikotinamid, dietilnikotinamid

2018, 295 Sayfa



ABSTRACT

(PhD Thesis)

BULKY BENZOATE COMPLEXES OF DIVALENT METALS: PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES

Safiye ÖZKAYA

Kafkas University

Graduate School of Applied and Natural Sciences

Department of Chemistry

Supervisor: Prof. Dr. Hacali NECEFOĞLU

In this work, complexes of bulky benzoic acids 2,4,6-trimethylbenzoic acid (TMBA) and 4-tert-butylbenzoic acid (TBBA) with divalent transition metals ($[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Mn}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Mn}(\text{TBB})_2(\text{H}_2\text{O})]$, $[\text{Cu}(\text{TBB})_2(\text{H}_2\text{O})]$, $[\text{Cd}(\text{TBB})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$), mixed ligand complexes of metal(II) 2,4,6-trimethylbenzoates and 4-tert-butylbenzoates with nicotinamide ($[\text{Mn}(\text{TMB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$, $[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $\text{Cu}_2(\text{TMB})_4(\text{NA})_2$, $[\text{Zn}(\text{TMB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})]$, $[\text{Cd}(\text{TMB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})]$, $[\text{Mn}(\text{TBB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Cd}(\text{TBB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Co}(\text{TBB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Ni}(\text{TBB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Zn}(\text{TBB})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Cd}(\text{TBB})_2(\text{NA})(\text{H}_2\text{O})]$), with isonicotinamide ($[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{INA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\text{INA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Cu}(\text{TMB})_2(\text{INA})_2]$, $[\text{Zn}(\text{TMB})_2(\text{INA})_2]$, $[\text{Cd}(\text{TMB})_2(\text{INA})_2]$, $[\text{Co}(\text{TBB})_2(\text{INA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Ni}(\text{TBB})_2(\text{INA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Zn}(\text{TBB})_2(\text{INA})_2]$, $[\text{Cd}(\text{TBB})_2(\text{INA})(\text{H}_2\text{O})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) and with diethylnicotinamide ($[\text{Mn}(\text{TMB})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Cu}(\text{TMB})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$, $[\text{Co}(\text{TBB})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$) that are biological active ligands, have been 29 new complexes synthesised. The structures of the synthesized complexes were elucidated by using elemental and thermal analyzes, IR,

UV, ¹H-NMR spectroscopy, powder and single crystal X-ray diffraction analysis methods.

Key words: Transition metals, 2,4,6-trimethylbenzoic acid, 4-tert-butylbenzoic acid, nicotinamide, isonicotinamide, diethylnicotinamide

2018, 295 pages



ÖNSÖZ

Tez çalışma konumun oluşturulmasından başlayarak, tezin hazırlanması sürecinde, her adımda ilgi ve desteğini esirgemeyen, engin bilgi ve tecrübeleriyle beni yönlendiren değerli Danışman Hocam Prof. Dr. Hacı NECEFOĞLU'na saygı ve sonsuz teşekkürlerimi sunmayı borç bilirim.

Sentezlenen komplekslerin yapılarının X-Ray analiziyle aydınlatılmasında yardımlarından dolayı Prof. Dr. Tuncer HÖKELEK'e, sentezlenen komplekslerin toz X-Ray, IR, TG, elemental analizlerinin yapılmasında yardımlarını esirgemeyen Prof. Dr. Dursun Ali KÖSE'ye çok teşekkür ederim.

Ege Üniversitesi'nde misafir öğrenci olarak bulunduğum süre boyunca bilgi ve birikiminden yararlandığım Prof. Dr. Bekir ÇETİNKAYA'ya minnettarlığımı sunarım. 9 Eylül Üniversitesi'nde misafir öğrenci olarak bulunduğum süre boyunca çalışmalarında laboratuvar imkanlarından faydalanmamı ve her türlü teknik donanımı ve desteği sağlayan Prof. Dr. Mehmet KARTAL'a, Prof. Dr. Suat UÇAR'a, Dr. Öğretim Üyesi Özge ÖZBAYRAK AZMAN'a ve tezimin tashihinde bana yardımcı olan Kafkas Üniversitesi Dr. Öğretim Üyesi F. Elif ÖZBEK'e çok teşekkür ederim.

Ayrıca bilim hayatım boyunca maddi ve manevi desteğini esirgemeyen sevgili eşim İbrahim ÖZKAYA'ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Safiye ÖZKAYA

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT	vi
ÖNSÖZ	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	xii
TABLolar DİZİNİ	xix
SEMBOLLER VE KISALTMALAR	xxii
1.GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR BİLGİLERİ	1
2.1. 2,4,6-Trimetilbenzoik Asit	2
2.1.1. 2,4,6-Trimetilbenzoik Asit ve Kompleksleri	4
2.2. 4-tert-Bütilbenzoik Asit	30
2.2.1. 4-tert-Bütilbenzoik Asitin Moleküler Kompleksleri.....	31
2.2.2 4-tert-Bütilbenzoik Asitin Metal Kompleksleri	33
2.3. Nikotinamid	40
2.3.1 Arilkarboksilatların Nikotinamid İzonikotinamid ve N,N'-Dietilnikotinamid Kompleksleri.....	42
3. MATERYAL VE YÖNTEM	49
3.1. Malzemeler.....	50
3.1.2. Materyal	50
3.2. Yöntem ve Elemental Analiz	52
3.2.1. Sodyum 2,4,6-trimetilbenzoat (NaTMB) Çözeltisinin Hazırlanması	52
3.2.2. Sodyum 4- <i>tert</i> -bütilbenzoat (NaTBB) Çözeltisinin Hazırlanması.....	52
3.2.4. [Mn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (H ₂ O) ₃].2H ₂ O (2) Kompleksinin Sentezi	53
3.2.5. [Mn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].H ₂ O (3) Kompleksinin Sentezi.....	53
3.2.6. [Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂] (4) Kompleksinin Sentezi.....	53
3.2.7. [Ni(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂] (5) Kompleksinin Sentezi	54
3.2.8. [Cu ₂ (C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₄ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂] (6) Kompleksinin Sentezi.....	54
3.2.9. [Zn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O)] (7) Kompleksinin Sentezi	54
3.2.10. [Cd(C ₁₀ H ₁₂ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O)] (8) Kompleksinin Sentezi	55

3.2.11. [Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].2H ₂ O (9) Kompleksinin Sentezi.....	55
3.2.12. [Ni(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].2H ₂ O (10) Kompleksinin Sentezi	55
3.2.13. [Cu(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂] (11) Kompleksinin Sentezi.....	56
3.2.14. [Zn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂] (12) Kompleksinin Sentezi	56
3.2.15. [Cd(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂] (13) Kompleksinin Sentezi.....	56
3.2.16. [Mn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂] (14) Kompleksinin Sentezi	57
3.2.17. [Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂] (15) Kompleksinin Sentezi	57
3.2.18. [Cu(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].H ₂ O (16) Kompleksinin Sentezi	57
3.2.19. [Mn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (H ₂ O)] (17) Kompleksinin Sentezi.....	58
3.2.20. [Cu(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (H ₂ O)] (18) Kompleksinin Sentezi	58
3.2.21. [Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (H ₂ O) ₂].H ₂ O (19) Kompleksinin Sentezi	59
3.2.22. [Mn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂)(C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].2H ₂ O (20) Kompleksinin Sentezi	59
3.2.23. [Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].2H ₂ O (21) Kompleksinin Sentezi	60
3.2.24. [Ni(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].2H ₂ O (22) Kompleksinin Sentezi	60
3.2.25. [Zn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂] (23) Kompleksinin Sentezi	60
3.2.26. [Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O)(H ₂ O)] (24) Kompleksinin Sentezi	61
3.2.27. [Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂] (25) Kompleksinin Sentezi.....	61
3.2.28. [Ni(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂] (26) Kompleksinin Sentezi	61
3.2.29. [Zn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O)] (27) Kompleksinin Sentezi	62
3.2.30. [Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O)(H ₂ O)].4H ₂ O (28) Kompleksinin Sentezi	62
3.2.31. Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂] (29) Kompleksinin Sentezi	62
4. BULGULAR	63
4.1. Infrared Spektrumları	63
4.2. Termik Analiz	68
4.3. NMR Spektroskopisi Tablosu	84
4.4. UV Görünür Bölge Spektrumu Tablosu	85
5. TARTIŞMA VE SONUÇ	87
5.1. Spektroskopik ve Termogravimetrik Sonuçlar	87
5.1.1. Co(II) ve Mn(II) 2,4,6-Trimetilbenzoat Kompleksleri	87
5.1.2. 2,4,6-Trimetilbenzoat / Nikotinamid Kompleksleri.....	89
5.1.3. 2,4,6-Trimetilbenzoat / İzonikotinamid Kompleksleri.....	92
5.1.4. 2,4,6-Trimetilbenzoat / Dietilnikotinamid Kompleksleri.....	96

5.1.5. 4- <i>tert</i> -Bütilbenzoat Kompleksleri	97
5.1.6. 4- <i>tert</i> -Bütilbenzoat / Nikotinamid Kompleksleri	99
5.1.7. 4- <i>tert</i> -Bütilbenzoat / İzonikotinamid Kompleksler	103
5.1.8. 4- <i>tert</i> -Bütilbenzoat/Dietilnikotinamid Komplekslerinin Spektrum Verilerinin Yorumu	106
5.1.9. X-Ray Analiz Sonuçları	107
5.1.9.1. <i>cetana</i> -Poli[[[diaquabis(2,4,6-trimetilbenzoato)kobalt(II)]- μ -aqua]dihidrat](1)	107
5.1.9.2. Tetrakis(μ -2,4,6-trimetilbenzoato)bis[(nikotinamid) Bakır(II)](6).....	110
5.1.9.3. Aquabis(nikotinamid)bis(2,4,6-trimetilbenzoato)çinko (7)	113
5.1.9.6. Aquabis(nikotinamid)bis(2,4,6-trimetilbenzoat)kadminyum(II) (8)	117
5.1.9.4. Diaquabis(isonikotinamid)bis(2,4,6-trimetilbenzoat)nikel(II)dihidrat (10).....	124
5.1.9.5. Bis(2,4,6-trimetilbenzoat)bis(isonikotinamid)çinko(II) (12)	128
5.2.8.9. Diaquabis(<i>N,N</i> -dietilnikotinamid)bis(2,4,6-trimetilbenzoato)kobalt(II) (15)..	134
5.1.9.8. Diaquabis(4- <i>tert</i> -bütilbenzoat)bis(nikotinamid)kobalt(II) dihidrat (21).....	137
5.2. Sonuç	140
6. KAYNAKLAR	141
7.EKLER	160
ÖZGEÇMİŞ	271

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. 2,4,6-trimetilbenzoikasitin molekül diyagramı	2
Şekil 2.2. 3,5-dimetilpirazol-2,4,6-trimetilbenzoik asitin hidrojen bağları	4
Şekil 2.3. 3,5-Dimetilpirazol ve TMBA Ko-Kristallerinin Tetramer Yapısı	4
Şekil 2.4. $[\text{Sn}(\text{C}_4\text{H}_9)_2(\text{TMB})_2]$ Bileşiğinin Molekül Yapısı	5
Şekil 2.5. Metal 2,4,6-Trimetilbenzoatların Muhtemel Yapıları	6
Şekil 2.6. $[\text{La}_2(\text{TMB})_6(\text{DMSO})_4]$ Kompleksinin Molekül Yapısı	8
Şekil 2.7. $[\text{Cd}(\text{Phen})(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})]_N$ Kristalini Bağımsız Birimi	9
Şekil 2.8. $[\text{Cd}(\text{Phen})(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})]_N$ Kompleksinin 1D Zincirli Yapısı	10
Şekil 2.9. $[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{Bpy})_2(\text{H}_2\text{O})_2](\text{TMBA})_2$ Kompleksinin Asimetrik Birimi	12
Şekil 2.10. $\{[\text{Ni}(\text{TMBA})_2(\text{Bpy})_2(\text{H}_2\text{O})_2](\text{Bpy})\}_N$ Kompleksinin Kristal Yapısı	12
Şekil 2.11. $[\text{Co}(\text{İmi})_2(\text{TMB})_2]$ Kompleksinin Molekül Yapısı	13
Şekil 2.12. $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_N$ Kompleksinin Polimer Zinciri	14
Şekil 2.13. $[\text{Cu}_2(\mu\text{-TMB})_4(\text{CH}_3\text{OH})_2]$ Kompleksinin Molekül Yapısı	14
Şekil 2.14. Çinko 2,4,6-Trimetilbenzoatın Yapı Diyagramı	15
Şekil 2.15. Çinko 2,4,6-Trimetilbenzoatın Yapısında 1D Polimer Zinciri	16
Şekil 2.16. $\text{W}_2(\text{Tmb})_4$ Nin Bir ORTEP Görünümü	16
Şekil 2.17. $[\text{N-Busn}(\text{O})\text{OC}(\text{O})(\text{TMB})]_6$ Kompleksinin Yapısı	17
Şekil 2.18. $[\text{N-Busn}(\text{O})\text{OC}(\text{O})(\text{Tmba})]_6$ Kompleksinde C – H \cdots O Hidrojen Bağları... 17	17
Şekil 2.19. $\text{Ph}_3\text{Sn}(\text{TMB})$ Kompleksinin Molekül Yapısı	18
Şekil 2.20. $\{[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_N$ Kompleksinin ORTEP Görünümü	19
Şekil 2.21. $[\text{Cu}(\mu\text{-TMB})_4(\text{CH}_3\text{OH})_2]$ Kompleksinin Yapısı	20
Şekil 2.22. $[\text{Cu}(\mu\text{-TMB})_4(\text{CH}_3\text{OH})_2]$ Kompleksinin Perspektif Görünümünün 1-D Hidrojen Bağ Zincirinin Gösterimi	20
Şekil 2.23. $[\text{Co}(\text{TMB})_2(4,4'\text{-Bpy})_2(\text{H}_2\text{O})_3](\text{TMBA})_2$ Kompleksinin Metal Koordinasyon Küresi	21
Şekil 2.24. $[\text{Co}(\text{TMB})_2(4,4'\text{-Bpy})_2(\text{H}_2\text{O})_3](\text{TMBA})_2$ Kompleksinin Hidrojen Bağlarıyla 2-D Görünümü	22
Şekil 2.25. $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\mu\text{-}4,4'\text{-Bpy})(\text{H}_2\text{O})_2](4,4'\text{-Bpy})\}_N$ Kompleksinin Koordinasyon Geometrisi	23

Şekil 2.26. $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\mu\text{-}4,4'\text{-Bpy})(\text{H}_2\text{O})_2](4,4'\text{-Bpy})\}_N$ Kompleksinde Polimerik Zincir	23
Şekil 2.27. $[\text{Cu}(\text{TMB})(\text{Dpa})(\text{Cl})]$ Kompleksinin Moleküler Yapısı	24
Şekil 2.28. $[\text{Cu}(\text{TMB})(\text{Dpa})(\text{Cl})]$ Kompleksinin 1-D Supramoleküler Zincir Dizisi	25
Şekil 2.29. $[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\text{İmi})_2]$ Moleküler Yapısı	26
Şekil 2.30. $[\text{Cd}(\text{TMB})(\text{Phen})_2(\text{NO}_3)] \cdot \text{CH}_3\text{OH}$ Kompleksinin Mononükleer Koordinasyon Biriminin Molekül Yapısı	27
Şekil 2.31. $[\text{Cu}(\text{TMB})(\text{Phen})_2]_2 \cdot (\text{TMB})_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ORTEP Görünümü	28
Şekil 2.32. 1D Helikal Komplekslerin Sentezi	29
Şekil 2.33. Mn(II) Ve Zn(II) 2,4,6-Trimetilbenzoatların 4,4-bipiridin Komplekslerinin Sentezi	29
Şekil 2.34. 4- <i>tert</i> -Bütilbenzoik Asitin Molekül Diyagramı	30
Şekil 2.35. $[\text{H}_2\text{M}](\text{TBB})_2 \cdot \text{CH}_3\text{CN} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinde Hidrojen Bağları	32
Şekil 2.36. $[\text{Cyclen} + 2\text{H}][\text{TBB}]_2$ Biriminde Karboksilik Asit Gruplarından Cyclen Azot Atomlarına Proton Transferinin Gösterilmesi	34
Şekil 2.37. $[\text{Pr}_2(\text{TBB})_6(\text{TBBA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ Kompleksinin Yapısı	34
Şekil 2.38. $[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{cal}(\text{Me})(\text{M-TBB})_2]$ Kompleksinin Molekül Diyagramı	35
Şekil 2.39. $[\text{Ag}_3(\text{TBB})_3(\text{NH}_3)_2]_N$ Kompleksinde Ag(I) İyonlarının Koordinasyon Çevreleri	35
Şekil 2.40. $\{\text{Pb}[\text{TBB}]_4\}_2$ Kompleksinin Asimetrik Birimi	36
Şekil 2.41. $[\text{Co}_{10}(\text{OH})_6(\text{MHP})_6(\text{TBB})_2(\text{HMHP})_2(\text{CH}_3\text{CN})_2]$ Kristalinin Yapısı	37
Şekil 2.42: <i>Trans</i> - $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})(\text{Cyclam})](\text{TBB})_2$	38
Şekil 2.43. $[\text{Nd}_2(\text{TBB})_6(\text{TBBA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ Kompleksinin Molekül Yapısı	39
Şekil 2.44. $[\text{Nd}_2(\text{TBB})_6(\text{TBB})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ Kompleksinin Hirojen Bağlı Zincir Yapısı	39
Şekil 2.45. Cu(II), Mn(II) Ve Zn(II) 4-Tert-Butilbenzoatların Fenantrolin Komplekslerinin Sentezi	40
Şekil 2.46. Nikotinamidin Molekül Şekli	40
Şekil 2.47. İzonikotinamidin Molekül Diyagramı	41
Şekil 2.48. <i>N,N</i> -Dietilnikotinamidin Molekül Diyagramı	42
Şekil 2.49. $\text{Co}(p\text{-O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{COO})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ Kompleksinin Kristal Yapısı	43

Şekil 2.50. Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn(II)'Li 3-Hidroksibenzoatların DENA Komplekslerinin Açık Yapı Formülleri	43
Şekil 2.51. Co(4-OHC-Bz) ₂ (DENA) ₂ (H ₂ O) ₂ Kompleksinin Molekül Yapısı	46
Şekil 5.1. 9 (D 45) ve 10 (D 52) No'lu Komplekslerin XRD (X-Işını Kırınım Yöntemi) Analiz Sonucu	95
Şekil 5.2. 20 (D11), 21 (D13), 22 (D8) No'lu Komplekslerin XRD (X-Işını Kırınım Yöntemi) Analiz Sonucu	101
Şekil 5.3. 25 (D38), 26 (D47), 27 (D40) No'lu Komplekslerin XRD (X-Işını Kırınım Yöntemi) Analiz Sonucu	105
Şekil 5.4. 1 Kompleksinin Molekül Yapısı	108
Şekil 5.5. 1 Kompleksinin Polimerik Zincirinin Kısmi Görünümü	108
Şekil 5.6. 1 Tek Boyutlu Polimerik 1 kompleksinin <i>b</i> eksenini boyu görünümü	110
Şekil 5.7. Moleküllü ve Moleküllerarası O–H...O Hidrojen Bağlarıyla S(6), R ₂ ² (8) ve R ₃ ³ (8) Halka Motifleri İçine Alan Şekiller Kesik Çizgilerle Gösterilmiştir	110
Şekil 5.8. 6 Kompleksinin Molekül Yapısı.....	111
Şekil 5.9. 6 Kompleksinde Sadece Moleküllerarası N–H...O Hidrojen Bağlarıyla R ₂ ² (8) ve R ₄ ⁴ (8) Halka Motiflerini İçine Alan Kısım	113
Şekil 5.10. 7 Kompleksinin Molekül Yapısı	114
Şekil 5.11. 7 Kristalindeki O – H _{koorsu} ...O _{NA} , N – H _{NA} ...O _{karboksilat} ve N–H _{NA} ...O _{NA} Hidrojen Bağları Kesikli Çizgilerle Gösterilmiştir	115
Şekil 5.12. 7 Kompleksinin Üç Boyutlu Hirshfeld Yüzeyinin Görünümü	116
Şekil 5.13. N–H...O ve O–H...O Hidrojen-Bağ Alıcıları ve Vericileri	116
Şekil 5.14. 7 Kompleksinin İki Boyutlu Parmak İzi Grafikleri, (A) Tüm Etkileşimleri ve (B) H...H, (C) H...C / C...H, (D) H...O / O...H, (E) H...N / N...H, (F) C...C, (G) O...C / C...O, (H) O...N / N...O ve (İ) O...O Etkileşimleri	117
Şekil 5.15. 8 Kompleksinin Kristal Yapısı	118
Şekil 5.16. 8 Kristal Yapının Bölümü	119
Şekil 5.17. 8 Kompleksinin Üç Boyutlu Hirshfeld Yüzeyinin Görünümü (0,6941 ile 1,6440 Å Arasında <i>d</i> _{norm} Üzerine Çizilmiştir).....	120
Şekil 5.18. 8 Kompleksinin Üç Boyutlu Hirshfeld Yüzeyinin Görünümü (0,1379 ile 0,1988 Å Arasında Elektrostatik Potansiyel Enerjisi Üzerinde Çizilmiştir)	121
Şekil 5.19. 8 Kompleksinin Hirshfeld Yüzeyi Şekil İndeksi	122

Şekil 5.20. 8 Kompleksi İçin Tam İki Boyutlu Parmak İzi Grafikleri, (A) Tüm Etkileşimleri Gösteren ve (B) H...H, (C) H...C / C...H, (D) H...O / O...H, (E) H...N / N...H, (F) C...C ve (G) O...C / C...O Etkileşimleri Gösterilmiştir	123
Şekil 5.21. <i>d</i> norm Fonksiyonuyla Hirshfeld Yüzey Gösterimleri: (A) H...H, (B) H...C / C...H, (C) H...O / O...H ve (D) H...N / N...H Etkileşimleri	123
Şekil 5.22. 10 Kompleksinin Molekül Yapısı	124
Şekil 5.23. 10 Kompleksinin Hidrojen Bağlarının Görünüşü	126
Şekil 5.24. 10 Kompleksinin Üç Boyutlu Hirshfeld Yüzeyinin Görünümü	126
Şekil 5.25. 10 Kompleksinin Hirshfeld Analizinden Elde Edilen İki Boyutlu Parmak İzi Çizimleri.....	127
Şekil 5.26. 10 Kompleksinde Kıvrımlara Dayanılarak Çizilen Hirshfeld Yüzeyi	127
Şekil 5.27. 12 Kompleksinin Molekül Yapısı	128
Şekil 5.28. 14 Kompleksinin Molekül Yapısı	130
Şekil 5.29. 14 Kompleksinin Kristal Yapısının Bir Kısmı.....	131
Şekil 5.30. 14 Kompleksinin Üç Boyutlu Hirshfeld Yüzeyinin Görünümü (-0,6741 İle 1,6440 a.u. Aralığında <i>d</i> norm Üzerine Çizilmiştir)	132
Şekil 5.31. 14 Kompleksinin Üç Boyutlu Hirshfeld Yüzeyinin Görünümü (- 0,1032 ile 0,1415 a.u. Aralığında Elektrostatik Potansiyel Enerjisi Üzerinden Çizilmiştir)	133
Şekil 5.32. 14 Kompleksinin Hirshfeld Yüzey Şekil İndeksi	133
Şekil 5.33. 14 Kompleksi İçin Tam İki Boyutlu Parmakizi Bölümleri	134
Şekil 5.34. 14 Kompleksteki <i>d</i> norm Fonksiyonu ile (a) H...H, (b) H...O / O...H ve (c) H...C / C...H Etkileşimleri İçin Çizilen Hirshfeld Yüzey Gösterimleri	134
Şekil 5.35. 15 Kompleksinin Molekül Yapısı	136
Şekil 5.36. 15 Kristalindeki Moleküllerarası ve Moleküliçi O–H...O Hidrojen Bağları	136
Şekil 5.37. 15 Kompleksinde Kristal Kümelerinin Kısmi Görünüşü	137
Şekil 5.38. 21 Kompleksinin Molekül Yapısı	138
Şekil 5.39. 21 Kompleksindeki Kristal Kümelerinin Görünüşü	139
Şekil 5.40. 21 Kristal Yapısındaki Katmanların Görüntüsü	139
Ek Şekil 1. TMBA'nin IR Spektrumu	161
Ek Şekil 2. TBBA'nin IR Spektrumu	162
Ek Şekil 3. 1 Kompleksinin IR Spektrumu	163

Ek Şekil 4. 2 Kompleksinin IR Spektrumu	164
Ek Şekil 5. 3 Kompleksinin IR Spektrumu	165
Ek Şekil 6. 4 Kompleksinin IR Spektrumu	166
Ek Şekil 7. 5 Kompleksinin IR Spektrumu	167
Ek Şekil 8. 6 Kompleksinin IR Spektrumu	168
Ek Şekil 9. 7 Kompleksinin IR Spektrumu	169
Ek Şekil 10. 8 Kompleksinin IR Spektrumu	170
Ek Şekil 11. 9 Kompleksinin IR Spektrumu	171
Ek Şekil 12. 10 Kompleksinin IR Spektrumu	172
Ek Şekil 13. 11 Kompleksinin IR Spektrumu	173
Ek Şekil 14. 12 Kompleksinin IR Spektrumu	174
Ek Şekil 15. 13 Kompleksinin IR Spektrumu	175
Ek Şekil 16. 14 Kompleksinin IR Spektrumu	176
Ek Şekil 17. 15 Kompleksinin IR Spektrumu	177
Ek Şekil 18. 16 Kompleksinin IR Spektrumu	178
Ek Şekil 19. 17 Kompleksinin IR Spektrumu	179
Ek Şekil 20. 18A Kompleksinin IR Spektrumu	180
Ek Şekil 21. 18B Kompleksinin IR Spektrumu	181
Ek Şekil 22. 18C Kompleksinin IR Spektrumu	182
Ek Şekil 23. 19 Kompleksinin IR Spektrumu	183
Ek Şekil 24. 20 Kompleksinin IR Spektrumu	184
Ek Şekil 25. 21 Kompleksinin IR Spektrumu	185
Ek Şekil 26. 22 Kompleksinin IR Spektrumu	186
Ek Şekil 27. 23 Kompleksinin IR Spektrumu	187
Ek Şekil 28. 24 Kompleksinin IR Spektrumu.....	188
Ek Şekil 29. 25 Kompleksinin IR Spektrumu	189
Ek Şekil 30. 26 Kompleksinin IR Spektrumu	190
Ek Şekil 31. 27 Kompleksinin IR Spektrumu	191
Ek Şekil 32. 28 Kompleksinin IR Spektrumu	192
Ek Şekil 33. 29 Kompleksinin IR Spektrumu	193
Ek Şekil 34. 1 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	194
Ek Şekil 35. 2 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	194

Ek Şekil 36. 3 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	195
Ek Şekil 37. 4 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	195
Ek Şekil 38. 5 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	196
Ek Şekil 39. 6 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	196
Ek Şekil 40. 7 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	197
Ek Şekil 41. 8 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	197
Ek Şekil 42. 9 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	198
Ek Şekil 43. 10 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	198
Ek Şekil 44. 11 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	199
Ek Şekil 45. 12 Kompleksinin TG-DTA Eğriler	199
Ek Şekil 46. 13 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	200
Ek Şekil 47. 14 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	200
Ek Şekil 48. 15 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	201
Ek Şekil 49. 16 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	201
Ek Şekil 50. 17 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	202
Ek Şekil 51. 18A Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	202
Ek Şekil 52. 18B Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	203
Ek Şekil 53. 18C Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	203
Ek Şekil 54. 19 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	204
Ek Şekil 55. 20 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	204
Ek Şekil 56. 21 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	205
Ek Şekil 57. 22 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	205
Ek Şekil 58. 23 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	206
Ek Şekil 59. 24 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	206
Ek Şekil 60. 25 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	207
Ek Şekil 61. 26 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	207
Ek Şekil 62. 27 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	208
Ek Şekil 63. 28 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	208
Ek Şekil 64. 29 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri	209
Ek Şekil 65. 7 Kompleksinin ¹ H-NMR (DMSO-D ₆) Spektrumu	209
Ek Şekil 66. 8 Kompleksinin ¹ H-NMR (DMSO-D ₆) Spektrumu	210
Ek Şekil 67. 12 Kompleksinin ¹ H-NMR (DMSO-D ₆) Spektrumu	210

Ek Şekil 68. 23 Kompleksinin ¹ H-NMR (DMSO-D ₆) Spektrumu	211
Ek Şekil 69. 24 Kompleksinin ¹ H-NMR (DMSO-D ₆) Spektrumu	211
Ek Şekil 70. 1 Kompleksinin UV Spektrumu	212
Ek Şekil 71. 2 Kompleksinin UV Spektrumu	212
Ek Şekil 72. 4 Kompleksinin UV Spektrumu	213
Ek Şekil 73. 5 Kompleksinin UV Spektrumu	213
Ek Şekil 74. 6 Kompleksinin UV Spektrumu	214
Ek Şekil 75. 7 Kompleksinin UV Spektrumu	214
Ek Şekil 76. 8 Kompleksinin UV Spektrumu	215
Ek Şekil 77. 9 Kompleksinin UV Spektrumu	215
Ek Şekil 78. 11 Kompleksinin UV Spektrumu	216
Ek Şekil 79. 13 Kompleksinin UV Spektrumu	216
Ek Şekil 80. 18A Kompleksinin UV Spektrumu	217
Ek Şekil 81. 18B Kompleksinin UV Spektrumu	217
Ek Şekil 82. 18C Kompleksinin UV Spektrumu	218
Ek Şekil 83. 19 Kompleksinin UV Spektrumu	218
Ek Şekil 84. 20 Kompleksinin UV Spektrumu	219
Ek Şekil 85. 21 Kompleksinin UV Spektrumu	219
Ek Şekil 86. 22 Kompleksinin UV Spektrumu	220
Ek Şekil 87. 23 Kompleksinin UV Spektrumu	220
Ek Şekil 88. 25 Kompleksinin UV Spektrumu	221
Ek Şekil 89. 26 Kompleksinin UV Spektrumu	221
Ek Şekil 90. 28 Kompleksinin UV Spektrumu.....	222
Ek Şekil 91. 29 Kompleksinin UV Spektrumu.....	222

TABLULAR DİZİNİ

Tablo 4.1. Co(II) ve Mn(II) 2,4,6-Trimetilbenzoatların (1 ve 2) IR Spektrum Verileri	63
Tablo 4.2. Metal(II) 2,4,6-Trimetilbenzoatların Nikotinamid Komplekslerinin IR Spektrum Verileri	64
Tablo 4.3. Metal(II) 2,4,6-Trimetilbenzoatların İzonikotinamid Komplekslerinin IR Spektrum Verileri	65
Tablo 4.4. Metal(II) 4-tert-Butilbenzoatlar ile Onların Nikotinamid Komplekslerinin IR Spektrum Verileri	66
Tablo 4.5. Metal(II) 4-tert-Butilbenzoatların İzonikotinamid ve Dietilnikotinamid Komplekslerinin IR Spektrum Verileri	67
Tablo 4.6. 1 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	68
Tablo 4.7. 2 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	68
Tablo 4.8. 3 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	69
Tablo 4.9. 4 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	69
Tablo 4.10. 5 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	70
Tablo 4.11. 6 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	70
Tablo 4.12. 7 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	71
Tablo 4.13. 8 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	71
Tablo 4.14. 9 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	72
Tablo 4.15. 10 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	72
Tablo 4.16. 11 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	73
Tablo 4.17. 12 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	73
Tablo 4.18. 13 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	74
Tablo 4.19. 14 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	74
Tablo 4.20. 15 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	75
Tablo 4.21. 16 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	75
Tablo 4.22. 17 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	76
Tablo 4.23. 18A Kompleksinin Termik Analiz Verileri	76
Tablo 4.24. 18B Kompleksinin Termik Analiz Verileri	77
Tablo 4.25. 18C Kompleksinin Termik Analiz Verileri	77

Tablo 4.26. 19 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	78
Tablo 4.27. 20 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	78
Tablo 4.28. 21 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	79
Tablo 4.29. 22 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	79
Tablo 4.30. 23 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	80
Tablo 4.31. 24 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	80
Tablo 4.32. 25 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	81
Tablo 4.33. 26 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	81
Tablo 4.34. 27 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	82
Tablo 4.35. 28 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	82
Tablo 4.36. 29 Kompleksinin Termik Analiz Verileri	83
Tablo 4.37. ¹ H-NMR Spektrum Verileri	84
Tablo 4.38. Sentezlenen komplekslerin UV-Görünür bölge değerleri	85
Tablo 4.38 (Devam). Sentezlenen Komplekslerin UV-Görünür Bölge Değerleri	86
Ek Tablo 1. 1 Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler	223
Ek Tablo 2. 1 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi	225
Ek Tablo 3. 6 Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler	226
Ek Tablo 4. 6 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi	236
Ek Tablo 5. 7 Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler	236
Ek Tablo 6. 7 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi	239
Ek Tablo 7. 8 Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler	239
Ek Tablo 8. 8 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi	244
Ek Tablo 9. 10 Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler	244
Ek Tablo 10. 10 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi	249
Ek Tablo 11. 12 Kristalinin Geometrik Parametreleri	249
Ek Tablo 12. 12 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi	254
Ek Tablo 13. 14 Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler	254
Ek Tablo 14. 14 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi	260
Ek Tablo 15. 15 Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler	260
Ek Tablo 16. 15 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi	265
Ek Tablo 17. 21 Kristalinin Geometrik Parametreleri	265
Ek Tablo 18. 21 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi	269

SEMBOLLER VE KISALTMALAR

Semboller

λ_{\max}	: Maksimum Dalga Boyu
δ	: Kimyasal Kayma
g	: Spektroskopik Yarımlama Faktörü
L	: Elektronun Yörünge Açısal Momentumu
S	: Elektronun Spin Açısal Momentumu
J	: Atomun Toplam Açısal Momentumu
H	: Hamiltoniyen

Kısaltmalar

TMBA	: 2,4,6-Trimetilbenzoik asit
TMB	: 2,4,6-Trimetilbenzoat
TBBA	: 4-tert-Bütilbenzoik asit
TBB	: 4-tert-Bütilbenzoat
NA	: Nikotinamid
İNA	: İzonikotinamid
DENA	: <i>N,N'</i> -Dietilnikotinamid
imi	: İmidazol
phen	: 1,10-Fenantrolin
4,4'-bipy	: 4,4'-bipiridin
dpa	: 2,2'-dibipiridilamin
TOA	: Trioktilamonyum
THF	: Tetrahidrofuran
cyclen	: 1,4,7,10-Tetraazosiklododekan
Bz	: Benzoik Asit
HOBz	: Hidroksibenzoat
4-H₂NBz	: 4-Aminobenzoat

4-OHC-Bz	: 4-Formilbenzoat
4-CH₃O-Bz	: 4-Metoksibenzoat
4-(CH₃)₂NBz	: 4-dimetilaminobenzoat
<i>ρ</i>-F-Bz	: <i>ρ</i> -Florobenzoat
<i>ρ</i>-Cl-Bz	: <i>ρ</i> -Klorobenzoat
<i>ρ</i>-Br-Bz	: <i>ρ</i> -Bromobenzoat
<i>ρ</i>-I-Bz	: <i>ρ</i> -Iyodobenzoat
MABA	: <i>ρ</i> -Metilaminobenzoik Asit
DMABA	: <i>ρ</i> -Dietilaminobenzoik Asit
DEABA	: <i>ρ</i> -Dietilaminobenzoik Asit
MAB	: <i>ρ</i> -Metilaminobenzoat
DMAB	: <i>ρ</i> -Dietilaminobenzoat
DEAB	: <i>ρ</i> -Dietilaminobenzoat
C₇H₄FO	: 2-Florobenzoat
C₇H₄ClO	: 2-Klorobenzoat
C₇H₄BrO	: 2-Bromobenzoat
4-CH₃Bz	: <i>ρ</i> -Metilbenzoat

1.GİRİŞ

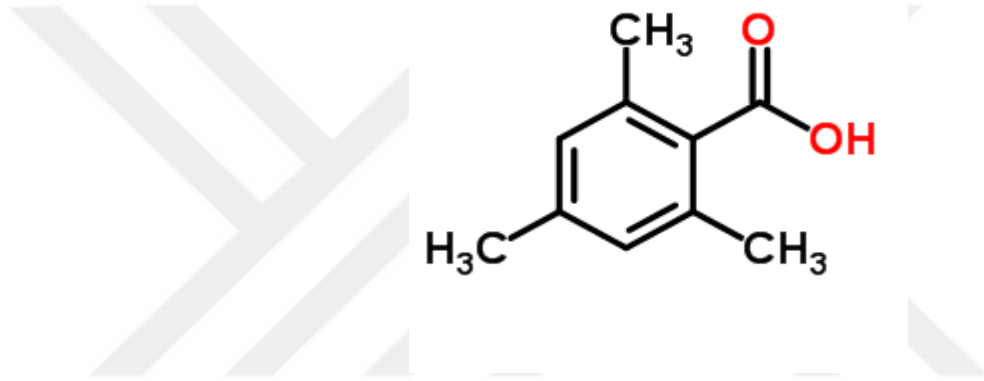
Koordinasyon bileşikleri 19. yüzyılda tanınmaya kadar anorganik kimyacılar için sorun teşkil etmekteydi. Bu bileşikler o zamanki alışılmış kurallara karşı meydan okumaları nedeniyle onlara kompleksler adı da verilir. Koordinasyon bileşikler bizim yaşamımızda önemli rol oynar. Geçiş metallerinin hafif ve sert donör gruplu ligantlarla kompleks bileşikleri, koordinasyon ve organometalik kimyada geniş olarak kullanılmaktadır [1].

Aromatik karboksilik asitler, iltihabı önleyen, ağrı kesici, anti-enflamatuar ilaçları olarak tıpta geniş olarak kullanılır. Üstelik basit aromatik karboksilik asitlerin bazılarının (benzoik asit ve sinamik asit) antibakteriyel ve antifungal [2]özellikleri bilinmektedir. Ayrıca aromatik karboksilik asitler, kozmetikte, deodorantlarda ve diş macunlarında da bulunur. Yaygın olarak benzoik asit ve tuzları yiyecekleri mikroorganizmalardan korumak için kullanılır. Meşrubatlarda, meyve ürünleri, mayalanmış pişmiş yiyeceklerde, baharatlarda hatta içecek endüstrisinde (E-210-213 koduyla) bulunmaktadır [1,3].

2. LİTERATÜR BİLGİLERİ

2.1. 2,4,6-Trimetilbenzoik Asit

2,4,6-trimetilbenzoik asit, diğer adı Mesitilen-2-karboksilik asittir. Kapalı formülü $C_{10}H_{12}O_2$; kimyasal formülü $2,4,6-(CH_3)_3 C_6H_2COOH$; molekül ağırlığı 164,21 g/mol ; 20 °C’de suda çok az çözünür; etanol, eter ve asetonda çözünür; katı bir kristal olup, erime noktası 151-154 °C’dir (Şekil 2.1) [4,5].



Şekil 2.1: 2,4,6-Trimetilbenzoik Asitin Molekül Diyagramı

TMBA hammadde olarak pestisitlerde, tıpta kullanılmaktadır. Geniş kullanım alanına sahip TMBA’dan çeşitli polimerlerin sentezinde de istifade edilmektedir [6, 7].

Xing ve arkadaşları [7] mesitilen ve karbondioksit kullanarak tek basamaklı bir yöntemle % 97 verimle ve % 97 saflıkta TMBA sentezlemişlerdir [8].

Florence ve Smith tarafından TMBA kristal yapısı Patterson ve Fourier yöntemleri kullanılarak aydınlatılmıştır. TMBA kristalleri monoklinik singonide kristallenir ve $C2/c$ uzay grubuna sahiptir ($a = 15,21$ (1), $b = 7,02$ (1), $c = 17,54$ (1), $\beta = 90,12^\circ$, $Dm = 1,16$ g.cm⁻³, $Dz = 1,156$ g.cm⁻³, $Z = 8$). Yapı biriminde sekiz TMBA molekülü bulunmaktadır. Benzen halkası düzlemsel olup C – C ortalama bağ uzunluğu 1,391 Å’ dur. Karboksil grubunun benzen halkası düzlemi ile oluşturduğu açı 48,08° dir [9].

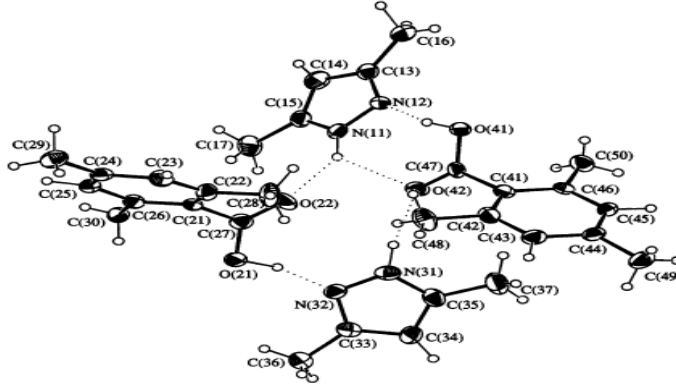
Ward ve arkadaşları polar olmayan çözücülerde 2,4,6-trimetilbenzoik asitin dimerizasyonunu araştırdılar. 2,4,6-trimetilbenzoik asitin sikloheksan, karbon tetraklorür ve benzendeki seyreltilmiş çözeltilerinde 25, 35, 45 °C'de hidrojen bağı oluşumu için denge sabitlerini infrared spektroskopisi kullanarak saptadılar. Bütün çalışılan konsantrasyonlarda birincil süreç, halkalı dimerler oluşturmak için kendi kendine birleşmektedir. Dimerizasyonun entalpileri ve entropileri çözücülerin benzen < karbon tetraklorür < sikloheksan sırasında değiştiği bildirilmiştir. Çözücü bağımlılığı asitin monomerik biçiminin çözünmesinin veya etkileşiminin bir ölçüsü olduğu bildirilmiştir [10].

Nükleozid trifosfatların ve TMBA'nın karışık anhidritlerinin çözünebilir mitokondriyel adenzin trifosfatazı (ATPaz) inhibe ettiğini fakat sub-fetokondriyal parçacıkların ATPazını inhibe etmedikleri belirlenmiştir. Çözünebilir mitokondriyel ATPazın epsilon ATP ve TMBA karışık anhidritleri ile inhibasyonu bir nükleotid kalıntısının protein molekülü ile kovalent bağ oluşturmasına sebep olur. Bu kovalent bağın oluşmasının mitokondriyel ATPazın katalitik bölgesinde vuku bulduğu tahmin edilmekteydi [11].

Drutsa ve arkadaşlarının çalışmasına göre [³H] ATP ve TMBA'nın karışık anhidritleri ile çözünebilir mitokondriyel adenzin trifosfatazın reaksiyonu neticesinde inhibitörün bir molekülünün fermet molekülü ile kovalent bağ oluşturduğu ve dolayısıyla adenzin trifosfatazın aktifliği % 90'dan fazla inhibe ettiği görülmüştür [12].

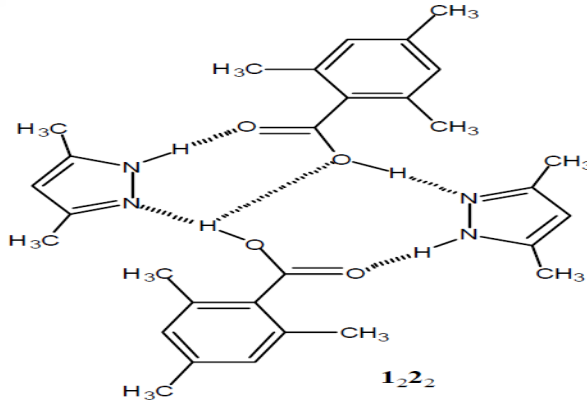
β-subparçalarda lokalize olunmuş F₁ aktif merkezlerinin etkileşimi ile ilgili ATP ve TMBA karışık anhidritleri ile yapılan deneyler adenzin trifosfatazın aktif bölgesinin alfa-sub birimlerle korunduğunu göstermektedir [13].

TMBA ve pirazolün karışık kristallerinin: 3,5-dimetilpirazol-2,4,6-trimetilbenzoik asit kokristallerinin moleküler yapısını Foces-Foces ve arkadaşları aydınlatmışlardır [14]. Bileşik 2,4,6-trimetilbenzoik asit ve 3,5-dimetilpirazolün eşit mollar karışımını yavaş yavaş buharlaştırarak hazırlanmıştır. İki pirazol ve iki benzoik asit N – H...O ve O – H...N hidrojen bağları üzerinden tetramer birim oluşturmaktadır (Şekil 2.2) [14].



Şekil.2.2: 3,5-Dimetilpirazol-2,4,6-Trimetilbenzoik Asitin Hidrojen Bağları [14]

Claramunt ve arkadaşları [15] mekanik olarak ezerek veya eşit molları buharlaştırarak 3,5-dimetilpirazol ve TMBA ko-kristallerini elde ederek yapılarını ^{13}C ve ^{15}N , CPMAS, NMR yöntemleriyle aydınlatmışlardır. Karışımın spektrumunun karışımı oluşturan maddelerin spektrumlarından farklı olması nedeniyle donör-akseptör hidrojen bağları üzerinden ko-kristallerin oluştuğu sonucuna varılmıştır (Şekil 2.3) [15]

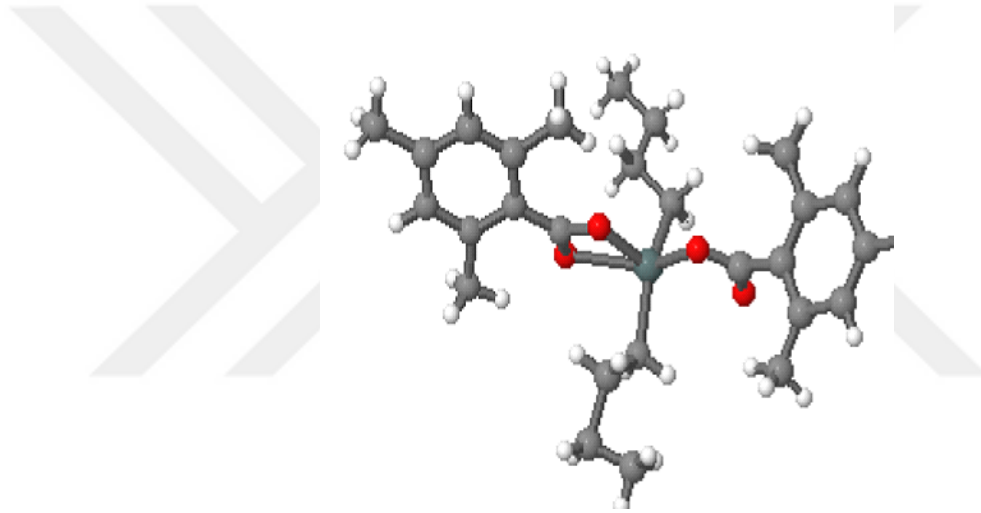


Şekil 2.3: 3,5-Dimetilpirazol ve TMBA Ko-Kristallerinin Tetramer Yapısı [15]

2.1.1. 2,4,6-Trimetilbenzoik Asit ve Kompleksleri

Garbaskas ve arkadaşları [16] dibütanidobis(2,4,6-trimetilbenzoato) kalay'ın yapısını aydınlatmışlardır. Bileşiğin formülü $[\text{Sn}(\text{C}_4\text{H}_9)_2(\text{TMB})_2]$, $M(r) = 559,3$, monokliniktir, $P2(1)/n$, $a = 12,07 (2)$, $b = 9,976 (10)$, $c = 22,76 (4) \text{ \AA}$, $\beta = 91,60 (10)^\circ$, $V = 2739,5 \text{ \AA}^3$,

$Z = 4$, $D_x = 1,356 \text{ g.cm}^{-3}$, Mo K_{α} , $\lambda = 0,71069 \text{ \AA}$, $\mu = 9,63 \text{ cm}^{-1}$, $F(000) = 1160$, erime noktası = 203 K, 2286 benzersiz yansımalar için $R = 0,0699$. Bileşik monomerik olup, Sn atomu bozulmuş oktahedral koordinasyon çevresine sahiptir. Karboksilat gruplarının dört oksijen atomu ve merkezi Sn atomu aynı düzlemedir, merkezi atom SnO_4 düzlem dışına en çok $0,007 \text{ \AA}$ sapmaktadır. Karboksilat ligandları $2,116 (9)$ ve $2,088 (9) \text{ \AA}$ Sn – O kısa bağ uzunlukları ve uzun $2,451$ ve $2,651 \text{ \AA}$ Sn – O bağ uzunlukları ile eşit olmayan anizobidentat modundadırlar. Bütil gruplarının kalay atomuyla oluşturdukları bağ açısı Bu – Sn – Bu $145,4 (5)^{\circ}$ olduğundan bu grupların durumu aşağı yukarı *trans* olarak değerlendirilmiştir (Şekil 2.4) [16].

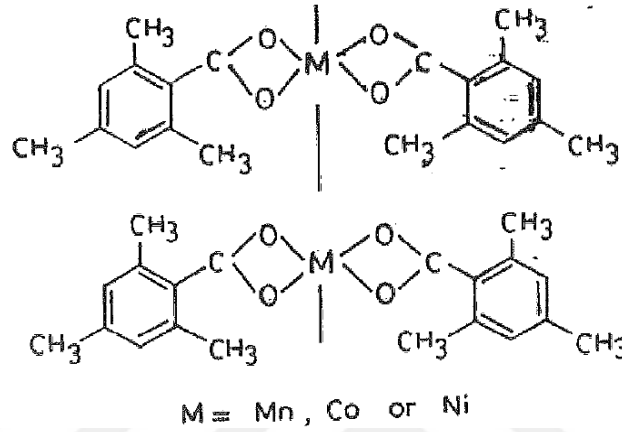


Şekil 2.4: $[\text{Sn}(\text{C}_4\text{H}_9)_2(\text{TMB})_2]$ Bileşiğinin Molekül Yapısı [16]

Odunala ve arkadaşları [17] Mn(II), Ni(II) ve Co(II) metallerinin TMBA komplekslerini elde ederek mikroanaliz, iletkenlik, oda sıcaklığında manyetik duyarlılık, infrared ve yansıma spektroskopik yöntemlerle karakterize etmişlerdir. IR spektral verileri karboksilat anyonlarının metal atomlarına bidentat modunda koordine olunduğu görülmektedir (Şekil 2.5). Elektronik spektrumlar ise Co(II) ve Ni(II) kompleksleri oktahedralken, Mn(II) komplekslerinin tetrahedral veya oktahedral olduğuna işaret etmektedir. Manyetik ölçümler bazı metal–metal etkileşimlerin varlığını ortaya koymaktadır. Kompleksler elektrolit değildir [17].

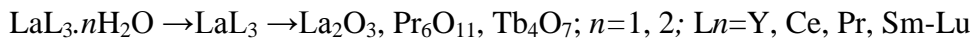
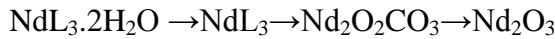
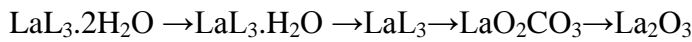
Odunala [18], Zn(II), Cd(II) ve Hg(II) metallerinin de TMB komplekslerini elde ederek elementel analiz, infrared, iletkenlik ve manyetik duyarlılık ölçümleri kullanarak

yapılarını aydınlatmaya çalışmıştır. Komplekslerde metalin liganda stokiyometrisinin 1:2 oranında olduğunu bildirmiştir. IR spektrumları esasında Zn(II) ve Cd(II) komplekslerindeki karboksilat gruplarının metal atomlarına bidentat veya köprü modunda, Hg(II) kompleksinde ise monodent olarak koordine olundukları tahmin edilmiştir. İletkenlik ölçümlerinde de bu komplekslerin elektrolit olmadığı görülmüştür [18].



Şekil.2.5: Metal 2,4,6-Trimetilbenzoatların Muhtemel Yapıları [17].

Brzyska [19], nadir toprak elementlerinin $\text{Ln}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ genel formüllü ($\text{Ln}=\text{Y}$, La – Nd için $n=2$ ve $\text{Ln}=\text{Sm} - \text{Lu}$ için $n=1$) TMBA komplekslerini katı halde sentezleyerek onların IR spektrumlarını, sudaki çözünürlüklerini ve havada termal bozunmalarını incelemiştir. Y(III)'ün ve La'dan Lu'ya kadar lantanit(III)'lerin 2,4,6-trimetilbenzoatları, Ln(III) iyonları için karakteristik renge sahip olup, organik ligand : metal oranı 1:3 tür. Y ve La – Nd'nin kompleksleri dihidratken, Sm – Lu komplekslerinin monohidrat olduğunu bildirmiştir. Komplekslerdeki karboksilat gruplarının büyük olasılıkla mono ve bidentat olarak hareket ettikleri düşünülmektedir. Isıtma boyunca hidratlı kompleksler kristalleşme su moleküllerini bir (Y, Ce – Lu) ya da iki (La) adımda kaybetmişlerdir. Susuz kompleksler ya doğrudan doğruya oksitlere (Y, Ce, Pr, Sm – Lu) ya da ara oluşumu oksokarbonatlara [$\text{Ln}_2\text{O}_2\text{CO}_3(\text{La}, \text{Nd})$] ayrışır. Sulu komplekslerin termal bozunmaları aşağıdaki gibidir [19]:



Li ve arkadaşları [20] susuz kobalt perklorat, TMBA ve 4,4'-bipiridin (4,4'-bipy) kullanarak tek boyutlu zincir biçiminde kobalt(II) koordinasyon polimerini $[\text{Co}(4,4'\text{-bipy})(\text{TMB})_2(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH})_2]_n$ sentezleyerek, su ve alkol karışımından oluşan çözeltide karakterize etmişlerdir. Monoklinik bu kompleks için kristal verileri: uzay grubu $C2/c$, $a = 2,3805$ (8), $b = 1,1464$ (4), $c = 1,5807$ (5) nm, $\gamma = 128,435(5)^\circ$, $V = 3,3791$ (18) nm³, $D_c = 1,246$ g/cm³, $Z = 4$, $F(000) = 1340$, $R = 0,0504$ ve $wR = 0,1287$. Yapısal analize göre bozulmuş oktahedral koordinasyon geometrisine sahip kobalt atomu bir 4,4'-bipiridin molekülünün iki azot atomuyla ve iki TMBA molekülünün dört oksijen atomu ve iki etil alkol molekülü ile koordine olunmuştur. TG analiz sonuçları kompleksin 200 °C'ye kadar kararlı olduğunu göstermektedir [20].

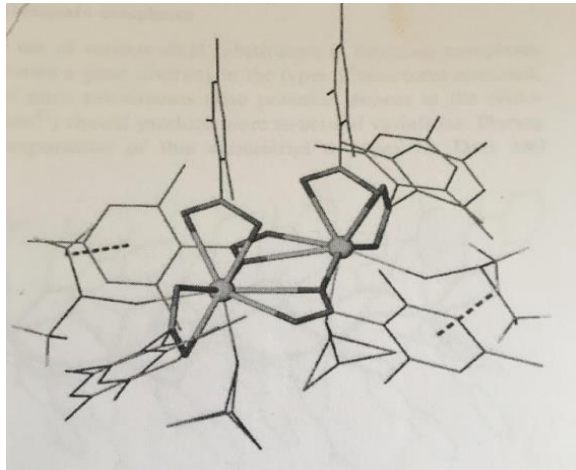
Yang ve arkadaşları [21] susuz kobalt perklorat, TMBA ve 1,10-fenantrolini (phen) etkileştirerek tek boyutlu zincir biçiminde kobalt(II) koordinasyon polimerini $[\text{Co}(\text{phen})(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})]$ sentezlemiş ve yapısını aydınlatmışlardır. Tetragonal kompleksin kristal verileri: uzay grubu $D_c = I4^l$, $a = 2,0356$ (2), $c = 1,3779$ (3) nm, $V = 5,7096$ (15) nm³, $M_r = 581,51$, $\mu(\text{MoK}\alpha) = 0,644$, $\rho = 1,353$ g/cm³, $Z = 8$, $F(000) = 2424$, $R = 0,0404$ ve $wR = 0,0865$. Kristal yapıya göre, kobalt iyonu bir 1,10-fenantrolin molekülünün iki azot atomuyla, üç TMBA molekülünden üç oksijen atomu, bir su molekülüyle bağlanarak bozulmuş oktahedral geometri oluşturmuştur. TG analiz sonuçları kompleksin 200 °C'de kadar kararlı olduğunu göstermiştir [21].

Li ve arkadaşları [22] TMBA ve 1,10-fenantrolinin binükleer terbiyum(III) kompleksini $[\text{Tb}_2(\text{TMB})_6(\text{Phen})]$ sentezlemiş ve IR, elemental analiz ve X-ray diffraksiyon metoduyla yapısını aydınlatmışlardır. Monoklinik bu kompleks için kristal veri: uzay grubu $C27/c$, $a = 2,154$ 7(7) nm, $b = 1,1319$ (2) nm, $c = 1,6557$ (8) nm, $\beta = 129,66$ (3)° , $V = 3,1087$ (19) nm (3), $D_c = 1,370$ g.cm⁻¹, $Z = 4$, $F(000) = 1360$, $R^1 = 0,034$ 4, $wR_2 = 0,078$ 7. İki terbiyum iyonuna bağlı TMB'nin dört karboksilat grubu köprüsü vardır. Ayrıca her bir terbiyum iyonu uygun olarak TMB molekülünün iki oksijen atomu ve phen molekülünün iki azot atomu ile şelatlanarak sekiz koordinasyonlu bozulmuş kare prizma oluşturmaktadır. İki Tb(III) iyonlarının Tb – O ve Tb – N ortalama bağ uzunlukları uygun olarak eşittirler. Bu da her iki terbiyum iyonunun aynı kimyasal

çevreye sahip olduklarını göstermektedir. Kompleksler ultraviyole ışık altında yoğun yeşil floresans yaydığı belirlenmiştir [22].

Buþkamp ve arkadaşları [23] nadir toprak benzoat komplekslerindeki yapısal değişimleri incelemişlerdir. Bu araştırmada ilkin lantanyumun benzoat komplekslerinin bir serisini hazırlamış ve DMF ya da DMSO çözücülerini kullanarak yapısı karakterize edilmiştir. Bu komplekslerin yapıları, ligandların sterik hacminin ve çözünme derecesinin bir fonksiyonu olarak önemli ölçüde değişmiştir. Sadece bir lantan benzoat komplekslerinin strüktüründeki sterik olarak hacimli yapıların rolünü incelemek için Chambrige Yapısal Veri tabanında (CSD) bildirilen verilerle karşılaştırılmıştır. Araştırmacıların sentezleyerek yapılarını araştırdıkları farklı benzoik asit türevlerinin lantanla oluşturdukları on beş kompleksten biri TMBA kompleksi olup $[La_2(TMB)_6(DMSO)_4]$, dimer olan bu komplekste lantan atomunun koordinasyon sayısı dokuzdur (Şekil 2.6) [23].

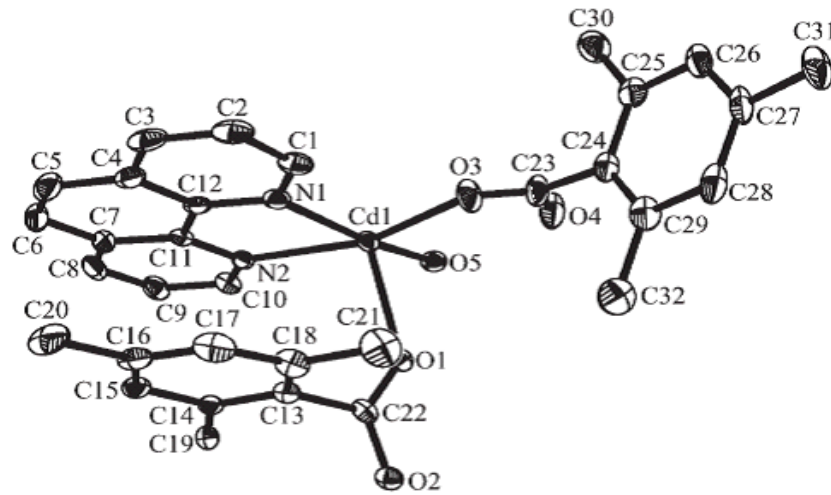
Fischbach ve arkadaşları [24] nadir toprak metal benzoat komplekslerinde $\{Ln(O_2CAR^R)_3\}_x$ ($Ln = Y, La$) süstitüentinin tipine bağlı olarak organoalüminyum bileşikleri AIR'3 ($R' = Me, Et$) ile alkilleşme reaksiyonlarını incelemişler. İncelenen kompleksler arasında $[La_2(TMB)_6(DMSO)_4]$ bileşiği de bulunmaktadır [24].



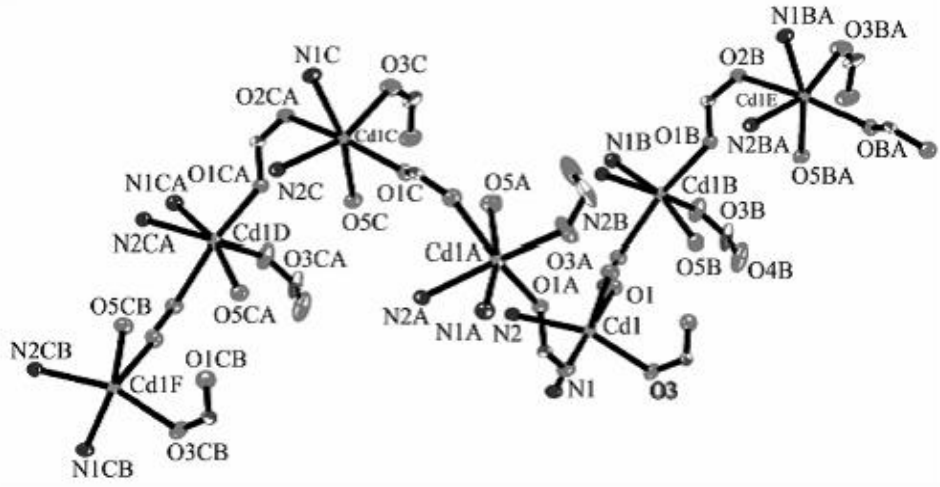
Şekil 2.6: $[La_2(TMB)_6(DMSO)_4]$ Kompleksinin Molekül Yapısı [23].

Yang ve arkadaşları [25] susuz nikel perklorat, TMBA ve 4,4'-bipiridin (4,4'-bipy) kullanarak tek boyutlu zincir biçiminde nikel(II) koordinasyon polimerini $[\text{Ni}(4,4'\text{-bipy})(\text{TMBA})_2(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH})_2]_n$ sentezleyerek, su ve alkol karışımından oluşan çözeltide karakterize etmişlerdir. Monoklinik olan bu kompleks için kristal verileri: uzay grubu $C2/c$, $a = 2,1547(7)$ nm, $b = 1,1319(2)$ nm, $c = 1,6557(8)$ nm, $\beta = 129,66(3)^\circ$, $V = 3,1087(19)$ nm³, $D_c = 1,370$ g.cm⁻³, $Z = 4$, $F(000) = 1360$, $R^{-1} = 0,0344$, $wR_2 = 0,0787$. Kristal yapıdaki nikel iyonu, iki 4,4'-bipiridin moleküllerinin iki azot atomuyla ve iki TMBA molekülünden iki oksijen atomuyla ve iki su molekülüyle sırasıyla koordine olarak bozulmuş bir oktahedral koordinasyon geometrisi oluşturmaktadır [25].

Li ve arkadaşları [26] susuz kadmiyum perklorat, TMBA ve phen kullanarak su-metanol karışımı çözeltisinde tek boyutlu koordinasyon polimer zincirine sahip kadmiyum(II) kompleksini $[\text{Cd}(\text{phen})(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})]_n$ sentezlemiş ve yapısını aydınlatmışlardır. Tetragonal singonide kristalleşen bu kompleks için kristal verileri: uzay grubu $I4_1a$, $a = 2,0425(7)$ nm, $c = 0,13952(5)$ nm, $V = 5,820(3)$ nm³, $D_c = 1,454$ g.cm⁻³, $Z = 8$, $F(000) = 2,608$, $Goof = 1,064$, $R_1 = 0,0348$, $wR_2 = 0,0704$. Kristal yapıdaki bozulmuş oktahedral koordinasyon geometrisine sahip kadmiyum iyonu, bir phen molekülünün iki azot atomu, iki TMB anyonlarından üç karboksilat oksijen atomu ve bir su molekülüyle koordine olmuştur (Şekil 2.7 ve Şekil 2.8). TG sonuçlarından kompleksin 240 °C'nin altında kararlı olduğu görülmüştür [26].



Şekil.2.7: $[\text{Cd}(\text{phen})(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})]_n$ Kristalini Bağımsız Birimi [26].



Şekil 2.8: $[Cd(phen)(TMB)_2(H_2O)]_n$ Kompleksinin 1D Zincirli Yapısı [26].

Yang ve arkadaşları [27] susuz mangan(II) perklorat, TMBA ve phen kullanarak tek boyutlu koordinasyon polimer zincirine sahip mangan(II) kompleksini $[Mn(phen)(TMB)_2(H_2O)]_n$ sentezlemiş ve yapısını aydınlatmışlardır. Tetragonal singoniye sahip bu kompleks için kristal veriler: uzay grubu $I4_1$, $a = 2,05643$ (16), $b = 2,05643$ (16), $c = 1,3939$ (2) nm, $V = 5,8946$ (11) nm³, $Mr = 579,54$, $Z = 8$, $D_c = 1,306$ g/cm³, $\mu(MoK\alpha) = 0,490$ nm⁻¹, $F(000) = 2424$, $S = 0,985$, ve $wR = 0,0950$. $[Mn(phen)(TMB)_2(H_2O)]_n$ koordinasyon polimerinin kristal yapısında iki komşu mangan(II) iyonları TMB anyonunun karboksil grubunun oluşturduğu bir şelat köprüsüyle bağlanarak tek boyutlu bir polimer zinciri oluşturmaktadır. Mangan(II) iyonu, bir phen molekülünün iki azot atomu, üç TMB'tan üç oksijen atomu ve bir su oksijen atomu ile koordine olunarak, bozulmuş oktahedral yapı vermiştir [27].

Huang [28], $[Mn(4,4'-bipy)_{1.5}(H_2O)_3](ClO_4).(4,4'-bipy)(TMB).H_2O$ formüllü bileşiği sentezlemiş ve kristal yapısını X-ray diffraksiyonuyla aydınlatmıştır. Triklirik singonide kristalleşen bu kompleks için kristalografik veriler: uzay grubu $\bar{P}1$, $a = 2,929$ 9 (6) nm, $b = 1,036$ 4 (2) nm, $c = 8,222$ 0 (1) nm, $\alpha = 105,300$ (2)^o, $\beta = 97,495$ (2)^o, $\gamma = 91,118$ (2)^o, $V = 1,884$ 0(4) nm³, $Z = 2$, $Mr = 780,10$, $D_c = 1,375$ g.cm⁻³, $\mu = 0,483$ mm⁻¹, $F(000) = 812$, $R = 0,055$ 4, $wR = 0,135$ 2. Mn atomları üç 4,4'-bipiridin ligandlarının üç azot atomu üzerinden ve suyun üç oksijen atomu üzerinden oktahedral olarak koordine

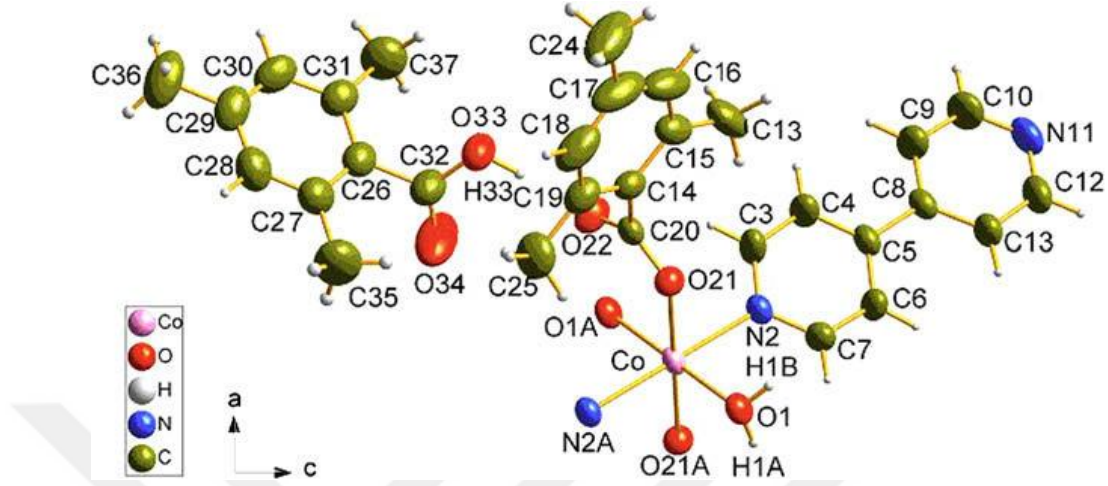
olunmuştur. Kompleks köprü rolünü oynayan 4,4'-bipiridin ve su molekülleri vasıtasıyla tek boyutlu zincir yapı oluşturmuştur [28].

Chen ve arkadaşları [29] $[\text{Mn}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3]_n \cdot 2n\text{H}_2\text{O}$ formüllü bileşiği hidrotermal yöntemle sentezlemiş ve X-Ray diffraksiyon analizi yöntemiyle kristal yapısını aydınlatmışlardır. Monoklinik singoniye sahip kristal için veriler: uzay grubu $C2/c$ $a = 2,929\ 9$ (6) nm, $b = 1,036\ 4$ (2) nm, $c = 8,222\ 04$ (17) nm, $V = 2,494\ 7$ (9) nm³, $Z = 4$, $M = 471,40$, $D_c = 1,255$ g.cm⁻³, $\mu = 0,571$ mm⁻¹, $F(000) = 996$, $R_{int} = 0,029\ 4$, $R = 0,037\ 6$ ve $wR = 0,094\ 9$. Mn atomları, iki ligandın oksijen atomu ve suyun dört oksijen atomu üzerinden oktahedral olarak koordine olduğu bildirilmiştir. Koordine olan su moleküllerinden birinin oksijen atomu köprü modunda koordine olurken, diğer iki su molekülü ve karboksil grupları monodentat modunda Mn²⁺ iyonuna koordine olmuştur. Kompleks, su molekülleri ile köprülenmiş tek boyutlu zincirli yapı oluşturmuştur [29].

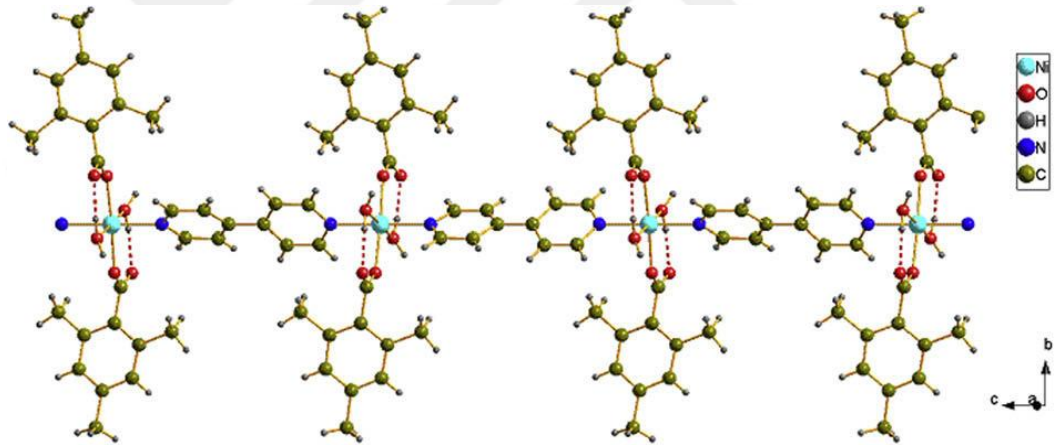
Indrani ve arkadaşları [30] uygun metal asetat, TMBA ve 4,4'-bipiridin hidrotermal ortamdaki reaksiyonu ile sentezlenen $[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{bpy})_2(\text{H}_2\text{O})_2](\text{TMBA})_2$ ve $\{[\text{Ni}(\text{TMBA})_2(\text{bpy})_2(\text{H}_2\text{O})_2](\text{bpy})\}_n$ formüllü supramoleküler komplekslerin yapısını aydınlatmışlardır. $[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{bpy})_2(\text{H}_2\text{O})_2](\text{TMBA})_2$ kompleksi tek çekirdekli olup merkez metal iyonu 4,4'-bipiridin ligandı ve karboksilat anyonu ve su molekülü ile koordine olunmuştur (Şekil 2.9). Komplekste bulunan serbest TMBA hidrojen bağları ile supramoleküler yapı oluşturmuştur. $\{[\text{Ni}(\text{TMBA})_2(\text{bpy})_2(\text{H}_2\text{O})_2](\text{bpy})\}_n$ kompleksin kristal yapısında Ni(II) iyonları 4,4'-bipiridin köprüleri ile bağlanarak bir 1D zincir koordinasyon polimerini oluşturmaktadır (Şekil 2.10). Her iki kompleksin de antimikrobiyel aktivite gösterdiği bildirilmiştir [30].

Li ve arkadaşları [31] susuz manganez perklorat, TMBA, 4,4'-bipiridin reaksiyonu sonucu tek boyutlu mangan(II) koordinasyon polimer zincirinden oluşan kompleksi sentezleyerek elementel analiz ve IR spektroskopisi ile karakterize etmiş ve kristal yapısını aydınlatmışlardır. Ortorombik singonili kompleksin kristal verileri: uzay grubu $Ccca$, $a = 1,302\ 84$ (15) nm, $b = 2,601\ 1$ (3) nm, $c = 2,332\ 2$ (3) nm; $V = 7,903\ 5$ (15) nm³, $D_c = 1,227$ g.cm⁻³, $Z = 8$, $F(000) = 3,064$, $R^1 = 0,068\ 4$, $wR_2 = 0,210\ 9$. Kristal yapıda mangan²⁺ iyonu bir 4,4'-bipiridin molekülünün iki azot atomu ve iki TMB

anyonunun dört oksijen atomu ve iki su molekülüyle koordine olunarak bozulmuş oktahedral koordinasyon geometrisine sahip olmuştur [31].



Şekil 2.9: $[\text{Co}(\text{TMBA})_2(\text{bpy})_2(\text{H}_2\text{O})_2](\text{TMBA})_2$ Kompleksinin Asimetrik Birimi [30].

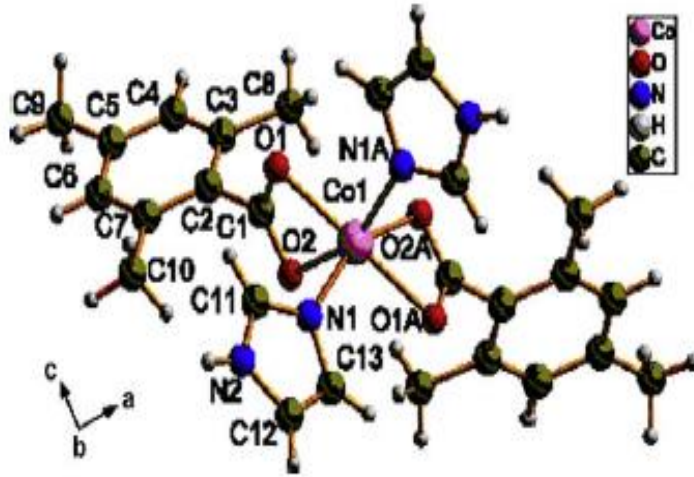


Şekil 2.10: $\{[\text{Ni}(\text{TMBA})_2(\text{bpy})_2(\text{H}_2\text{O})_2](\text{bpy})\}_n$ Kompleksinin Kristal Yapısı [30].

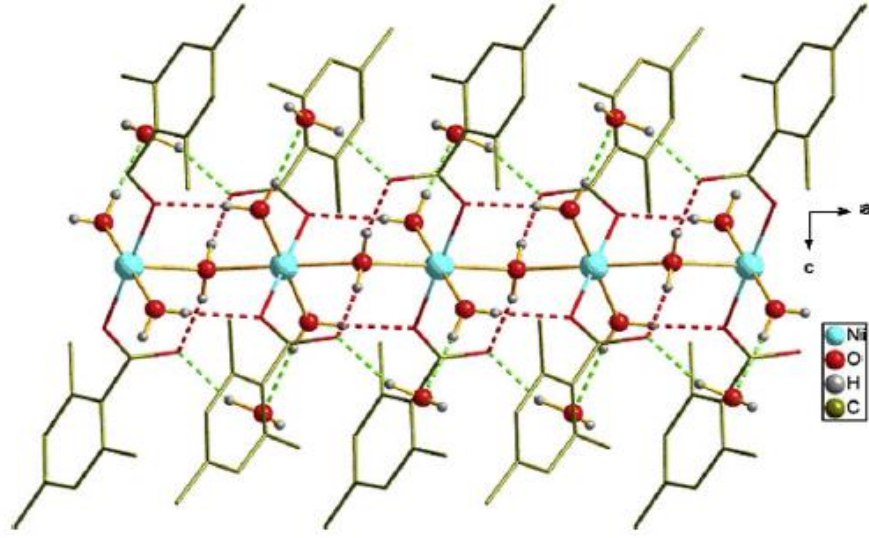
TMBA, 1,10-fenantrolin ve bakır(II) perklorat reaksiyonuyla tek boyutlu koordinasyon polimer zincirli $[\text{Cu}(\text{phen})(\text{TMBA})_2(\text{H}_2\text{O})](n)$ kompleksi Li ve arkadaşları [32] tarafından sentezlenmiş ve yapısı karakterize edilmiştir. Tetragonal singonide kristallenen kompleksin kristal verileri: uzay grubu $I4_1$, $a = 2,0293(3)$, $b = 2,0293(3)$, $c = 1,3758(2)$ nm, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, $V = 5,6657(13)$ nm³, $D_c = 1,379$ g/cm³, $Z = 8$, $\mu(\text{MoK}\alpha) = 0,815$ mm⁻¹, $M_r = 588,14$, $F(000) = 2456$, $S = 1,047$, $R = 0,0459$ ve $wR = 0,1053$. Kristal yapıda iki komşu Cu(II) iyonu, bir TMBA ayonu ile şelat köprüleri tarafından bağlanarak, tek boyutlu zincir şeklinde yapı oluşturmaktadır. Her bir Cu(II)

iyonu bir 1,10-fenantrolin molekülünden iki azot atomu, üç TMB anyonundan üç oksijen atomu ve bir su molekülünden bir oksijen atomuyla koordine olunarak, altı koordineli bozulmuş oktahedral koordinasyon geometrisi elde edilmiştir [32].

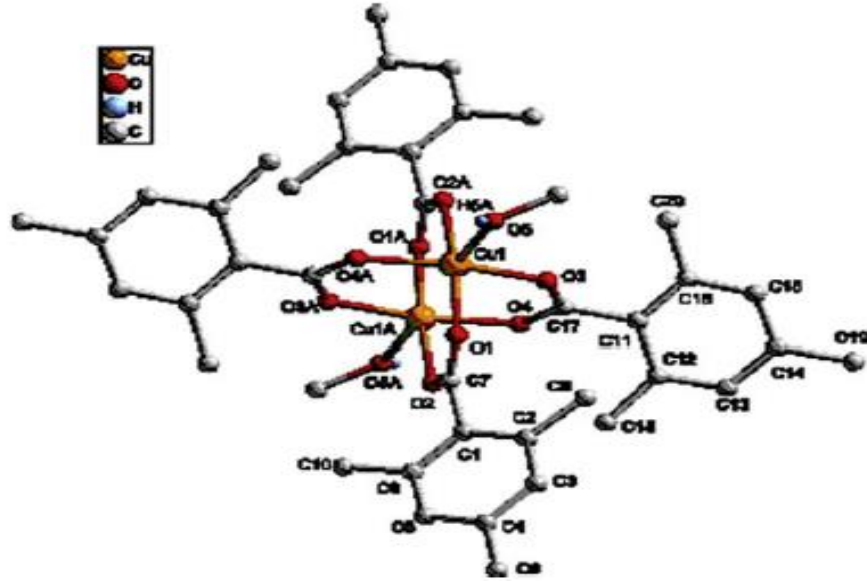
İdrani ve arkadaşları [33] metal asetatlar, TMBA, imidazol (imi) ve metanol kullanarak hidrotermal yöntemle üç yeni koordinasyon kompleksini, yani $[\text{Co}(\text{imi})_2(\text{TMB})_2]$, $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ ve $[\text{Cu}_2(\mu\text{-TMB})_4(\text{CH}_3\text{OH})_2]$ sentezlemişlerdir. Ayrıca $[\text{Co}(\text{imi})_2(\text{TMB})_2]$ kompleksinin Ni eşdeğeri, $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ kompleksinin Co eşdeğeri de elde edilmiştir [33]. Bileşiklerin X-ray yapı analizi $[\text{Co}(\text{imi})_2(\text{TMB})_2]$ kompleksinin tek çekirdekli olduğunu göstermektedir (Şekil 2.11). $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ kompleksinin kristal yapısında Ni atomları köprü su molekülleri vasıtasıyla 1D zincirli koordinasyon polimeri oluşturmaktadır (Şekil 2.12). $[\text{Cu}_2(\mu\text{-TMB})_4(\text{CH}_3\text{OH})_2]$ kristalleri ise iki çekirdekli moleküle sahiptir (Şekil 2.13).



Şekil 2.11: $[\text{Co}(\text{imi})_2(\text{TMB})_2]$ Kompleksinin Molekül Yapısı [33]



Şekil 2.12: $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ Kompleksinin Polimer Zinciri [33].

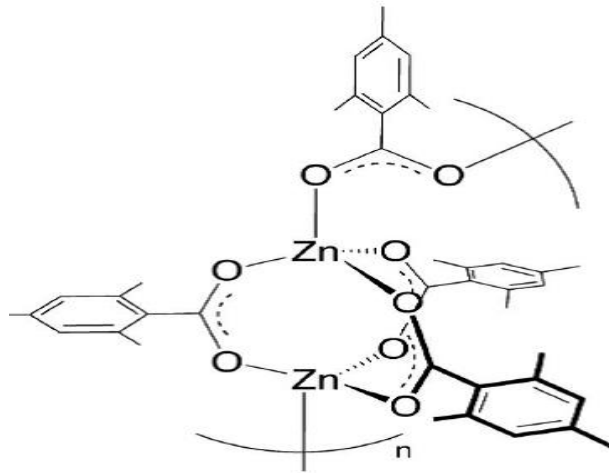


Şekil 2.13: $[\text{Cu}_2(\mu\text{-TMB})_4(\text{CH}_3\text{OH})_2]$ Kompleksinin Molekül Yapısı [33].

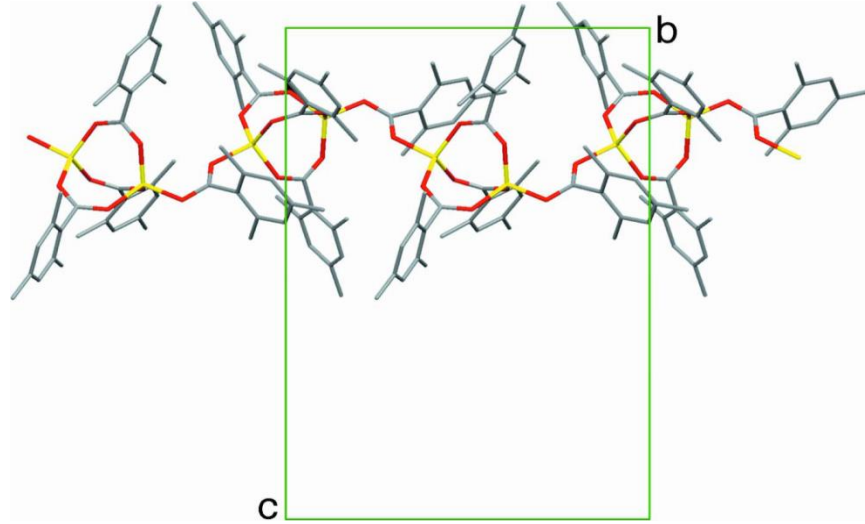
Jiang ve arkadaşları [34] n-Bu₂SnO'nin TMBA ile reaksiyonuyla {[n-Bu₂Sn(TMB)]₂O}₂ formüllü bir organooksokalay kompleksini sentezleyerek IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve elementel analiz yöntemleriyle karakterize etmişler. X-ışını diffraksiyonuyla kristal yapısı saptanan kompleksin monoklinik kristalinin

kristalografik verileri: uzay grubu $P\bar{1}$ $a = 1,272\ 56\ (2)\ \text{nm}$, $b = 1,322\ 73\ (2)\ \text{nm}$, $c = 1,437\ 25\ (2)\ \text{nm}$, $\alpha = 111,197\ 0\ (10)^\circ$, $\beta = 99,691\ 0\ (10)^\circ$, $\gamma = 111,790\ 0\ (10)^\circ$, $Z = 1$, $V = 1,962\ 35\ (6)\ \text{nm}^3$, $D_c = 1,368\ \text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ $\mu(\text{Mo K } \alpha) = 1,308\ \text{mm}^{-1}$, $F(000) = 828$, $R = 0,037\ 2$, $wR = 0,096\ 1$. Sentrosimetrik modlu yapıya sahip bu kompleksin dört üyeli merkezi endosiklik Sn_2O_2 ünitesinde köprü oksijen atomları üç koordinasyonludur. Her bir oksijen atomu bir eksosiklik kalay atomuyla da bağ oluşturmaktadır. Endosiklik ve eksosiklik kalay atomlarının hepsi bozulmuş beş koordinasyonlu trigonal bipiramidal geometridedirler [34].

Yamamura ve arkadaşları [35] $[\text{Zn}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_4]_n$ 'in yapısını aydınlatmışlardır. Kristal verileri: $M_r = 783,49$, monoklinik, $P2_1/c$, $a = 12,0578\ (12)\ \text{Å}$, $b = 14,5824\ (15)\ \text{Å}$, $c = 22,275\ (2)\ \text{Å}$, $\beta = 102,360\ (1)^\circ$, $V = 3825,9\ (7)\ \text{Å}^3$, $Z = 4$, $T = 120\ \text{K}$. Bu kompleks tek boyutlu polimerik bir yapıya sahiptir. İki çinko atomu içeren asimetrik ünitesi, üç TMBA anyonları tarafından birbirine bağlanmaktadır (Şekil 2.14). İki çekirdekli $[\text{Zn}_2(\text{C}_9\text{H}_{11}\text{O}_2)_3]$ klaster birimleri moleküller arası bidentat köprü TMBA anyonu vasıtasıyla kristalografik b ekseninde tek boyutlu polimer oluşturmaktadır (Şekil 2.15). Zn atomları tetrahedral geometriye sahiptir [35].

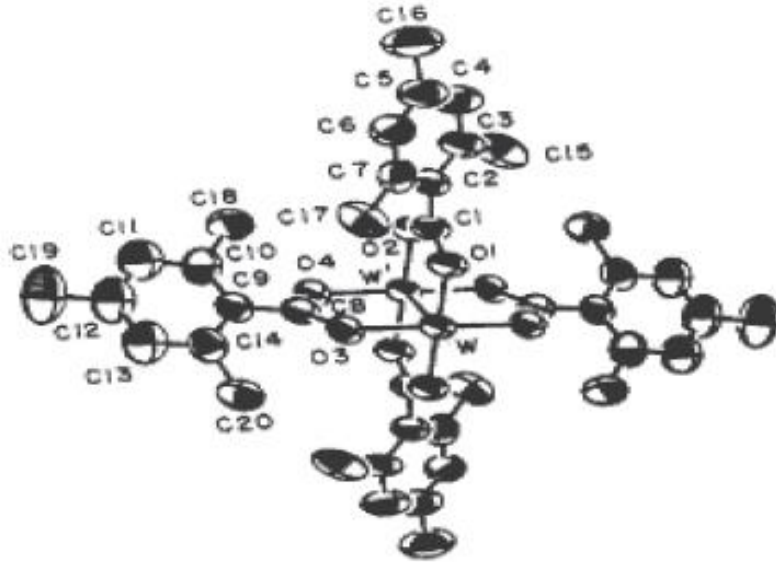


Şekil 2.14: Çinko 2,4,6-Trimetilbenzoatın Yapı Diyagramı [35].



Şekil 2.15: Çinko 2,4,6-Trimetilbenzoatın Yapısında 1D Polimer Zinciri [35].

Cotton ve Wang tarafından Tetrakis(karboksilat)ditungsten(II) bileşiklerinin eldesi, yapısı ve spektroskopik çalışmaları sırasında W – W dörtlü bağlar içeren $W_2(TMB)_4 \cdot 2CH_3C_6H_5$ bileşiği de sentez edilerek, yapısı aydınlatılmıştır [36]. Bu dimer bileşikte W – W bağ uzunluğu 2,176 (1) Å olup aksial pozisyon koordinasyon açısından boştur. Toluen molekülleri aksial yönde bulunsa bile tungsten atomlarından 3,2 Å uzakta yerleşmektedir. Toluen molekülleri koordinasyona dahil olmayıp ditungsten birimleri arasındaki boşlukları doldurmaktadır.

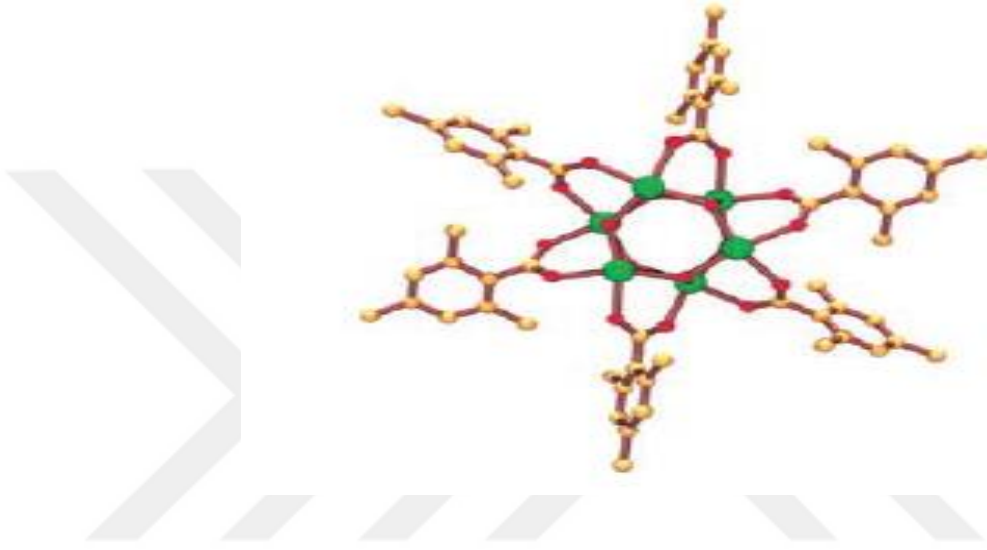


Şekil 2.16: $W_2(tmb)_4$ 'nin Bir ORTEP Görünümü [36].

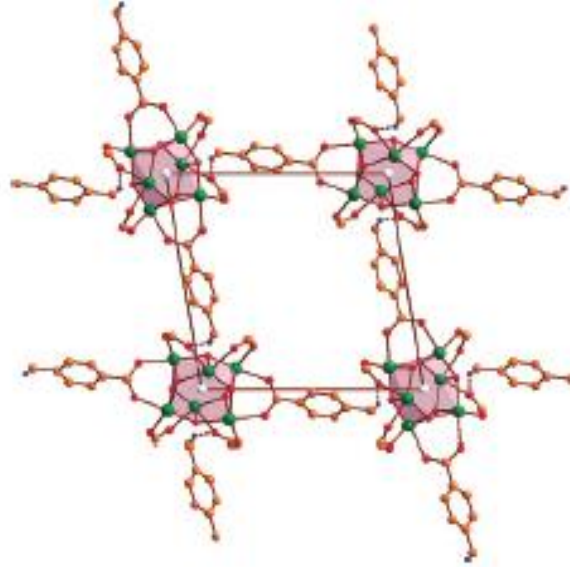
Chandrasekhar ve arkadaşları [37] tarafından n-BuSn(O)OH bileşiğinin TMBA ile reaksiyonu sonucu hegzamer $[n-BuSn(O)C(O)(TMB)]_6$ elde edilmiştir (Şekil 2.17). Bu

bileşik p-CH₃ grubunun C – H ve karboksilat oksijeni arasındaki molekül içi C – H \cdots O bağları sayesinde supramoleküler 2-D ızgara benzeri yapı oluşturmaktadır [35].

Bu yapıda, altı stannoksan molekülleri merkezi hegzamerik stannoksanı yüksek derecede simetrik bir biçimde çevrelemektedir, ancak C – H \cdots O bağları dört molekülü birbirine bağlamaktadır (Şekil 2.18).

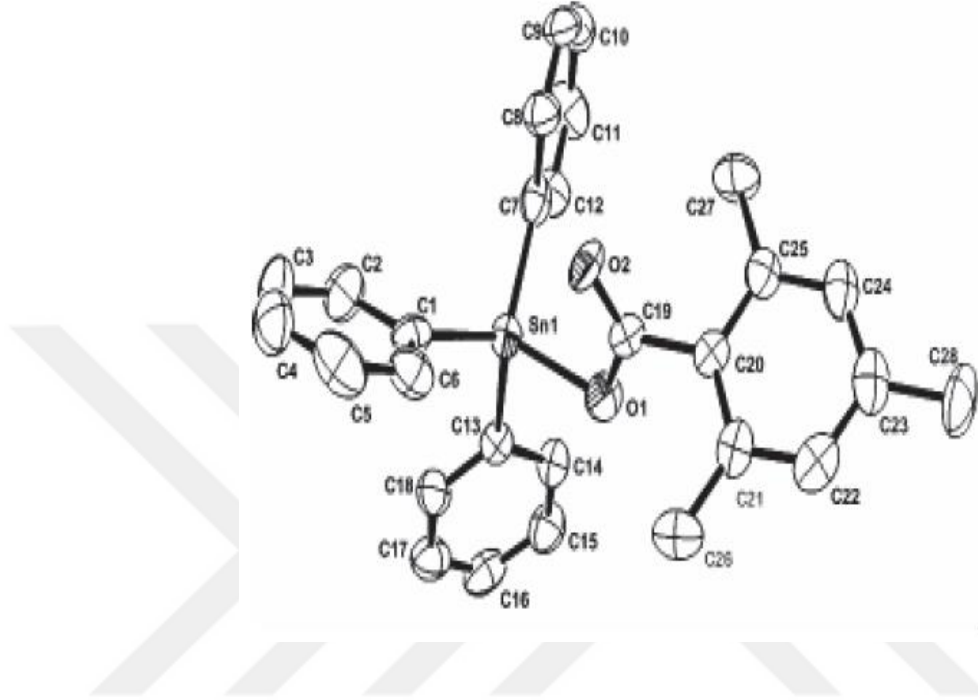


Şekil 2.17: [n-BuSn(O)OC(O)(TMB)]₆ Kompleksinin Yapısı [37].



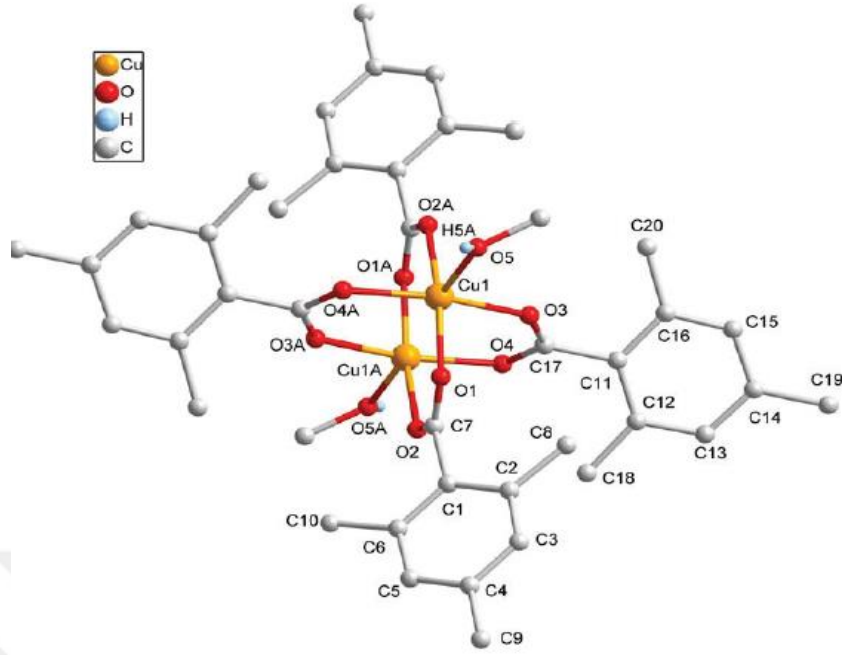
Şekil 2.18: [n-BuSn(O)OC(O)(tmba)]₆ Kompleksinde C – H \cdots O Hidrojen Bağları [37].

Yine Chandrasekhar ve arkadaşları [38] triorganokalay temelli $\text{Ph}_3\text{Sn}(\text{TMB})$ formüllü bileşiği sentezleyerek yapısını tek kristal X-ışını diffraksiyonu metoduyla belirlemişlerdir (şekil 2.19) [38].



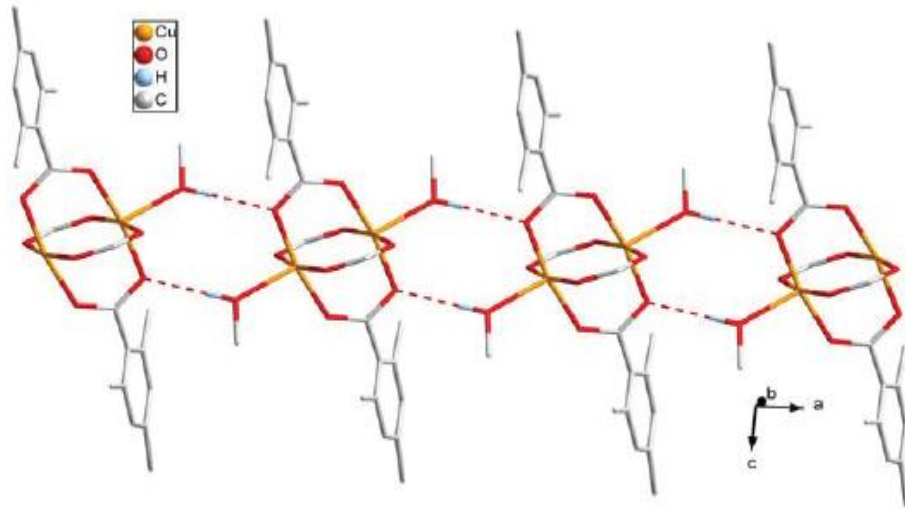
Şekil 2.19: $\text{Ph}_3\text{Sn}(\text{TMB})$ Kompleksinin Molekül Yapısı [38]

Indrani [39] $[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksini, $\text{Co}(\text{Oac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, TMBA ve su karışımından hidrotermal olarak hazırlamıştır. % 80 verimle pembe renkli kristaller elde edilmiş ve kristallerin yapısı IR spektroskopisi, X-ışını analizi yapılarak aydınlatılmıştır. Triklirik kompleksin kristal verileri: uzay grubu $P\bar{1}$, $a = 8,036(3) \text{ \AA}$, $b = 9,962(3) \text{ \AA}$, $c = 15,302(4) \text{ \AA}$, $\alpha = 106,091(16)^\circ$, $\beta = 90,928(18)^\circ$, $\gamma = 90,379(13)^\circ$, $V = 1176,8(6) \text{ \AA}^3$, $D_c = 1.342 \text{ mg.cm}^{-3}$, $Z = 2$, $F(000) = 502$, $R^1 = 0,084$, $wR_2 = 0,121$. Nikel kompleksle [26] eş yapılıdır. Co^{2+} iyonunun koordinasyon çevresindeki altı oksijen atomu, TMBA'nın karboksilat grubuna ait iki oksijen atomu ve su moleküllerinden dört oksijen atomu içermektedir. Her bir $\text{Co}(\text{II})$ metal iyonu kristaldeki polimerik zincirin her iki köşesindeki su molekülleri üzerinden komşu kobalt(II) iyonlarına bağlanmaktadır. İki su molekülü kristalde koordine olmadan kalır. $\text{Co}(\text{II})$ iyonlarının koordinasyon geometrisi bozulmuş oktahedral biçimindedir (Şekil 2.20).



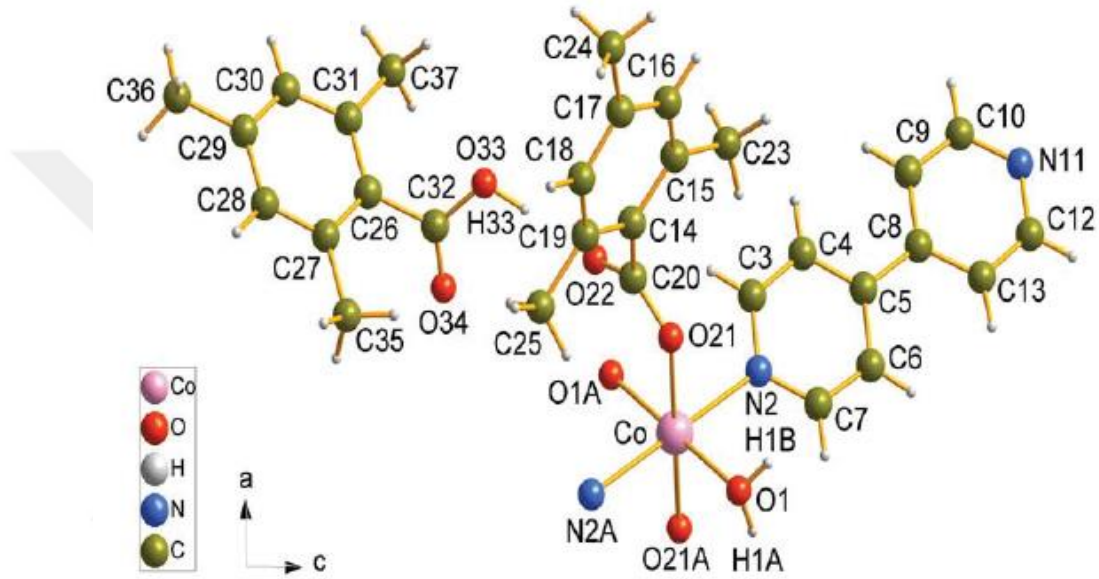
Şekil 2.21: $[\text{Cu}(\mu\text{-TMB})_4(\text{CH}_3\text{OH})_2]$ Kompleksinin Yapısı [39].

Komşu $[\text{Cu}_2(\mu\text{-TMB})_4(\text{CH}_3\text{OH})_2]$ birimleri eksen pozisyonundaki metanol molekülleri ile komşu karboksil oksijen atomu arasındaki $\text{O} - \text{H} \cdots \text{O}_{\text{COO}}$ moleküllerarası hidrojen bağları vasıtasıyla birleşerek a eksenini yönünde şerit oluşturmaktadır (Şekil 2.22).



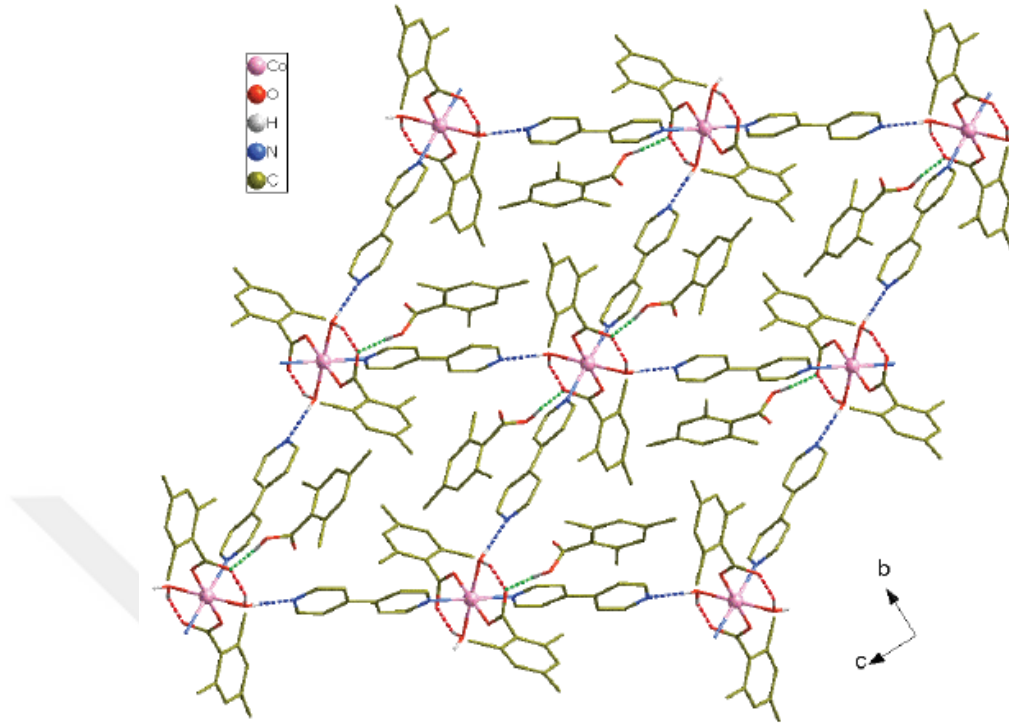
Şekil 2.22: $[\text{Cu}(\mu\text{-TMB})_4(\text{CH}_3\text{OH})_2]$ Kompleksinin Perspektif Görünümünün 1-D Hidrojen Bağ Zincirinin Gösterimi [39].

Co(ac)₂.4H₂O, TMBA, 4,4'-bpy ve su karışımını hidrotermal koşullarda etkileşmesi ile [Co(TMBA)₂(4,4'-bpy)₂(H₂O)₃](TMBA)₂ kompleksin pembe kristalleri sentezlenmiş, IR spektroskopisi, TG ve X-ray analizleri ile kompleksin yapısı aydınlatılmıştır. Monoklinik olan kompleksin kristal verileri: uzay grubu $P2_1/n$, $a = 10,4363$ (8) Å , $b = 13,0223$ (9), $c = 20,6992$ (12) Å, $\beta = 91,307$ (6)°, $V = 2812,0$ (3) Å³, $D_c = 1,254$ mg.cm⁻³, $Z = 2$, $F(000) = 1122$, $R^I = 0,0828$, $wR_2 = 0,1340$.



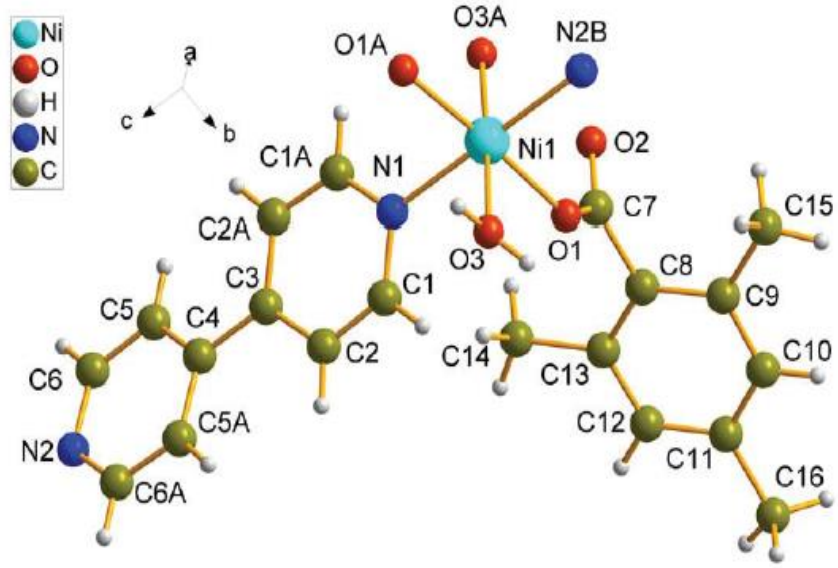
Şekil 2.23: [Co(TMBA)₂(4,4'-bpy)₂(H₂O)₃](TMBA)₂Kompleksinin Metal Koordinasyon Küresi [39]

[Co(TMBA)₂(4,4'-bpy)₂(H₂O)₃](TMBA)₂ kompleksinde, kobalt simetri merkezindedir ve oktahedral bir geometride 4,4'-bpy'den iki azot atomu TMBA'dan iki oksijen atomu ve bir çift su molekülünden iki oksijen atomu koordine olmuştur (Şekil 2.23). Koordinasyondaki su molekülleri molekül içi O – H[⋯]O_{COO} ve moleküller arası O – H[⋯]N_{bpy} hidrojen bağlarına katılmaktadır. Sonsuz hidrojen bağları sayesinde iki boyutlu bir tabaka oluşmaktadır (Şekil 2.24). İki TMBA anyonlarının paralel düzlemlerde yerleşen fenil halkaları arasındaki mesafe 1,914 Å'dur.

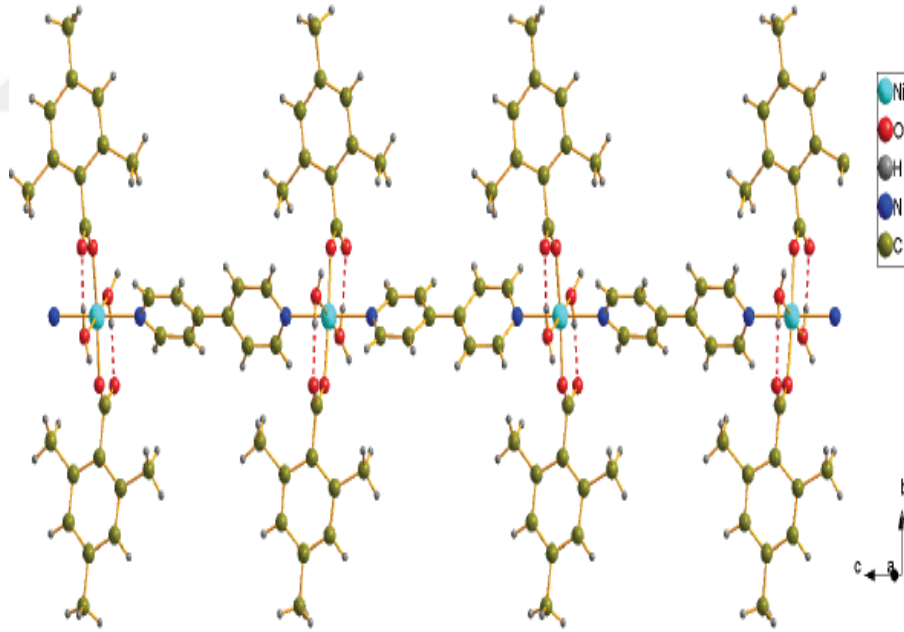


Şekil 2.24: $[\text{Co}(\text{TMB})_2(4,4'\text{-bpy})_2(\text{H}_2\text{O})_3](\text{TMBA})_2$ Kompleksinin Hidrojen Bağlarıyla 2-D Görünümü [39]

$\text{Ni}(\text{ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, TMBA, 4,4'-bpy ve su karışımını hidrotermal koşullar altında etkileşmesi ile $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\mu\text{-}4,4'\text{-bpy})(\text{H}_2\text{O})_2](4,4'\text{-bipy})\}_n$ kristalleri sentezlenmiş, IR spektroskopisi, TG, elektronik spektrum ve X-ışını analizleri ile kompleksin yapısı aydınlatılmıştır [32]. Ortorombik olan kompleksin kristal verileri: uzay grubu $Ccca$, $a = 12,992(2) \text{ \AA}$, $b = 26,101(4)$, $c = 22,618(4) \text{ \AA}$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 90^\circ$, $\gamma = 90^\circ$, $V = 7670(2) \text{ \AA}^3$, $D_c = 1,270 \text{ mg.cm}^{-3}$, $Z = 8$, $F(000) = 3088$, $R^1 = 0,0629$, $wR_2 = 0,1016$. Oktahedrik koordinasyon çevresine sahip Ni atomu aksial pozisyonda yerleşen iki 4,4'-bpy molekülleri, iki eşdeğer monodentat TMB anyonunun iki oksijen atomu ve iki eşdeğer su molekülleri ile koordine olunmuştur (Şekil 2.25). Komşu Ni oktahedronları köprü 4,4'-bpy molekülleri vasıtasıyla birleşerek c eksenini yönünde $-\text{Ni}-\text{bpy}-\text{Ni}-\text{bpy}-\text{Ni}-\text{bpy}-$ polimer zinciri oluşturmaktadır (Şekil 2.26). Kristalde koordinasyona dahil olmayan 4,4'-bpy molekülleri ile $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\mu\text{-}4,4'\text{-bipy})(\text{H}_2\text{O})_2]$ birimleri arasında oluşan hidrojen bağları sonucu supramoleküler yapı oluşturmaktadır.



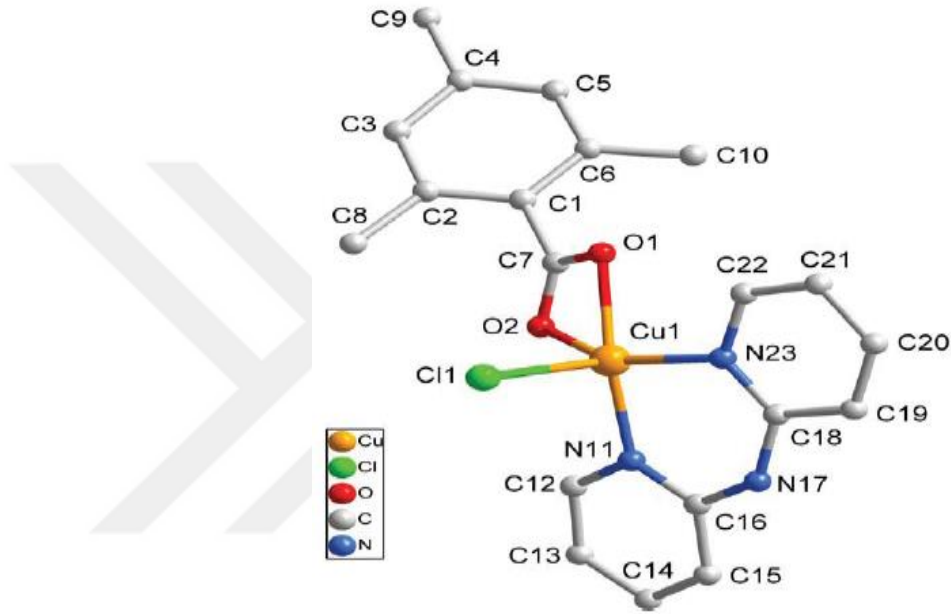
Şekil 2.25: $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\mu\text{-}4,4'\text{-bpy})(\text{H}_2\text{O})_2](4,4'\text{-bpy})\}_n$ Kompleksinin Koordinasyon Geometrisi [39]



Şekil 2.26: $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\mu\text{-}4,4'\text{-bpy})(\text{H}_2\text{O})_2](4,4'\text{-bpy})\}_n$ Kompleksinde Polimerik Zincir [39]

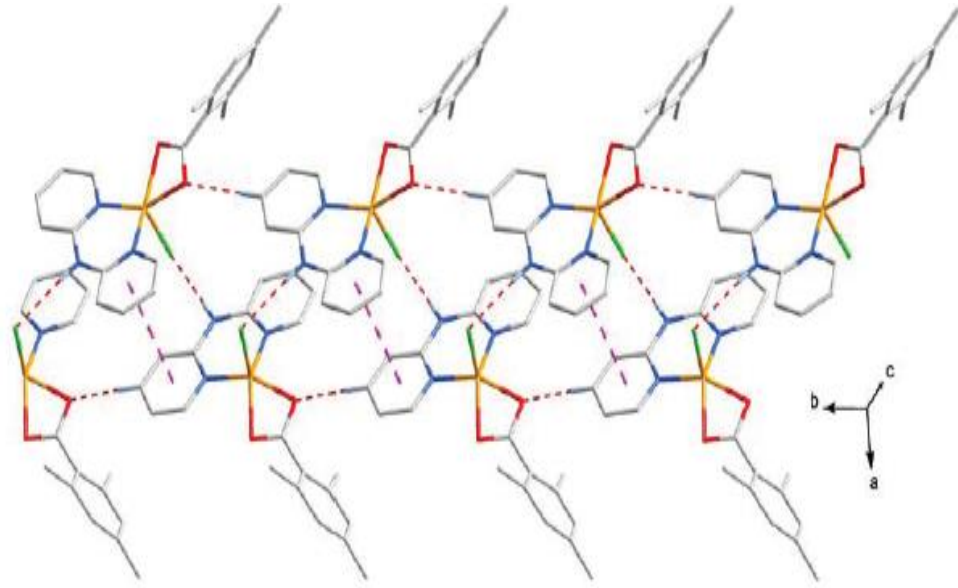
$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, TMBA, 2,2'-dipiridilamin ve metanol içeren karışımdan solvotermal yöntem uygulanarak $[\text{Cu}(\text{TMB})(\text{dpa})(\text{Cl})]$ formüllü kompleksin yeşil kristalleri

sentezlenmiş, IR spekturmu ve X-ray analizi kullanılarak kristal yapı aydınlatılmıştır [32]. Monoklinik kompleksin kristal verileri: uzay grubu $P2_1/c$, $a = 12,0588 (11) \text{ \AA}$, $b = 9,7621 (9)$, $c = 17,1306 (15) \text{ \AA}$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 99,599 (2)^\circ$, $\gamma = 90^\circ$, $V = 1988,4 (3) \text{ \AA}^3$, $D_c = 1,448 \text{ mg.cm}^{-3}$, $Z = 4$, $F(000) = 3088$, $R^1 = 0,0442$, $wR_2 = 0,0847$. Koordinasyon sayısı beş olan merkezi Cu(II) iyonu, şelatlanan bir TMB anyonu, bir bidentat dpa molekülü ve bir klor atomu ile koordine olunmuştur (Şekil 2.27).



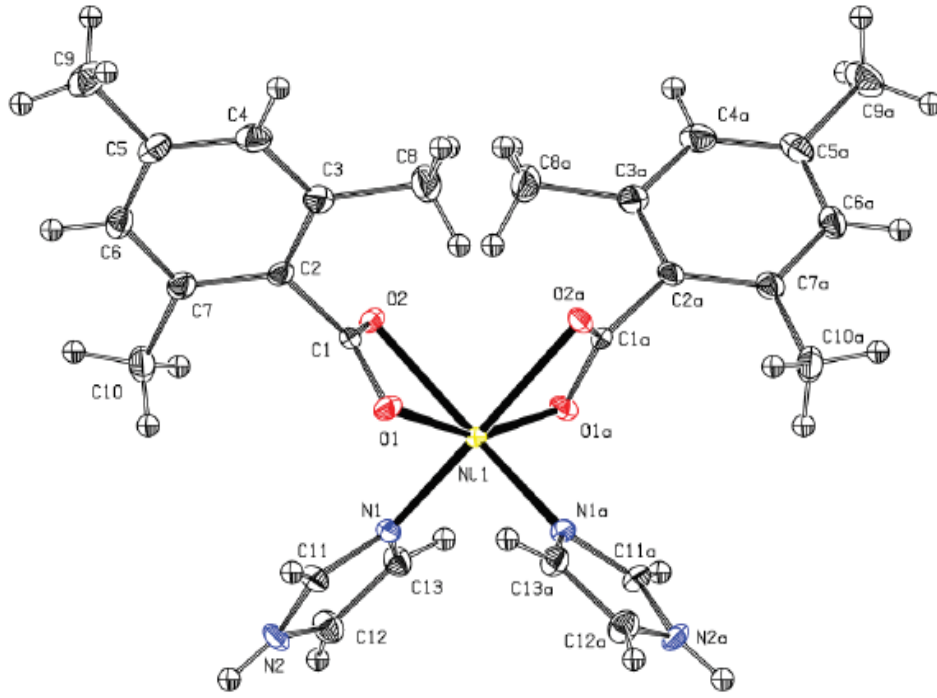
Şekil 2.27: [Cu(TMB)(dpa)(Cl)] Kompleksinin Moleküler Yapısı [39]

İki komşu molekülün dpa halkaları arasındaki karşılıklı olarak $\pi-\pi$ 3,722 Å etkileşim ve dpa ligandının koordine olan N atomu ile komşu molekülün koordine olunan klor atomu arasında hidrojen bağları etkileşimi sonucu üç boyutlu supramoleküler yapı oluşmuş ve farklı ünitelere bağlanan klor atomları üzerinden şekillenmiştir. Moleküller arası N – H \cdots Cl, C – H \cdots Cl ve C – H \cdots O hidrojen bağları yapının kararlılığında önemli rol oynar (Şekil 2.28).



Şekil 2.28: [Cu(TMB)(dpa)(Cl)] Kompleksinin 1-D Supramoleküler Zincir Dizisi [39]

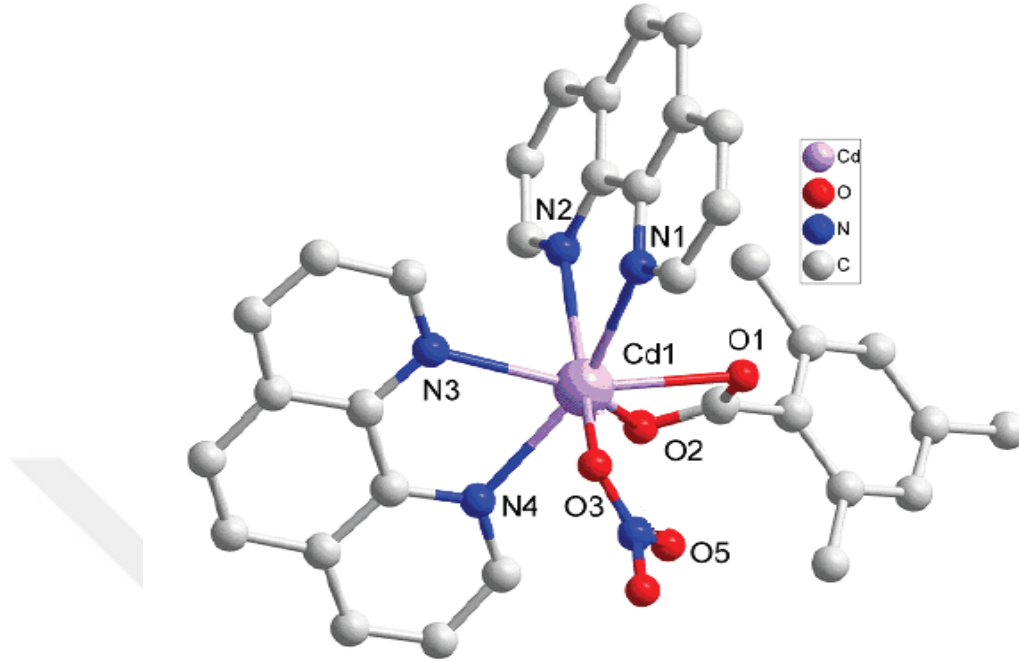
Ni(Ac)₂.4H₂O₂, TMBA, imidazol ve su içeren karışımı hidrotermal koşullar altında etkileşiminden [Ni(TMB)₂(imi)₂] kompleksinin yeşil renkli kristallerini sentezleyerek, IR spektrumu, TG, X-ray analizleri sonucu kristalin yapısı aydınlatılmıştır. Ortorombik kompleksin kristal verileri: uzay grubu *Pbcn*, $a = 12,1888 (14) \text{ \AA}$, $b = 13,0080 (15)$, $c = 16,8167 (16) \text{ \AA}$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 90^\circ$, $\gamma = 90^\circ$, $V = 2666,3 (5) \text{ \AA}^3$, $D_c = 1,299 \text{ mg.cm}^{-3}$, $Z = 4$, $F(000) = 1096$, $R^I = 0,0752$, $wR_2 = 0,0805$. Ni(II) atomu simetri merkezinde yerleşmektedir. Asimetrik birim bir nikel, iki TMB anyonu ve iki imidazol molekülü içerir. [Ni(TMB)₂(imi)₂] monomer molekülü, nikel merkezi atomuna iki imidazol molekülünden iki azot ve iki karboksilat grubundan dört oksijen atomlarının bozulmuş oktahedral koordinasyon geometrisinde koordine olmuştur (Şekil 2.29). Her bir [Ni(TMB)₂(imi)₂] kompleks molekülünün N – H...O hidrojen bağı sayesinde dört komşu molekül ile etkileşmesi iki boyutlu bir ağı oluşturması ile sonuçlanmıştır.



Şekil 2.29: [Ni(TMB)₂(imi)₂] Moleküler Yapısı [39]

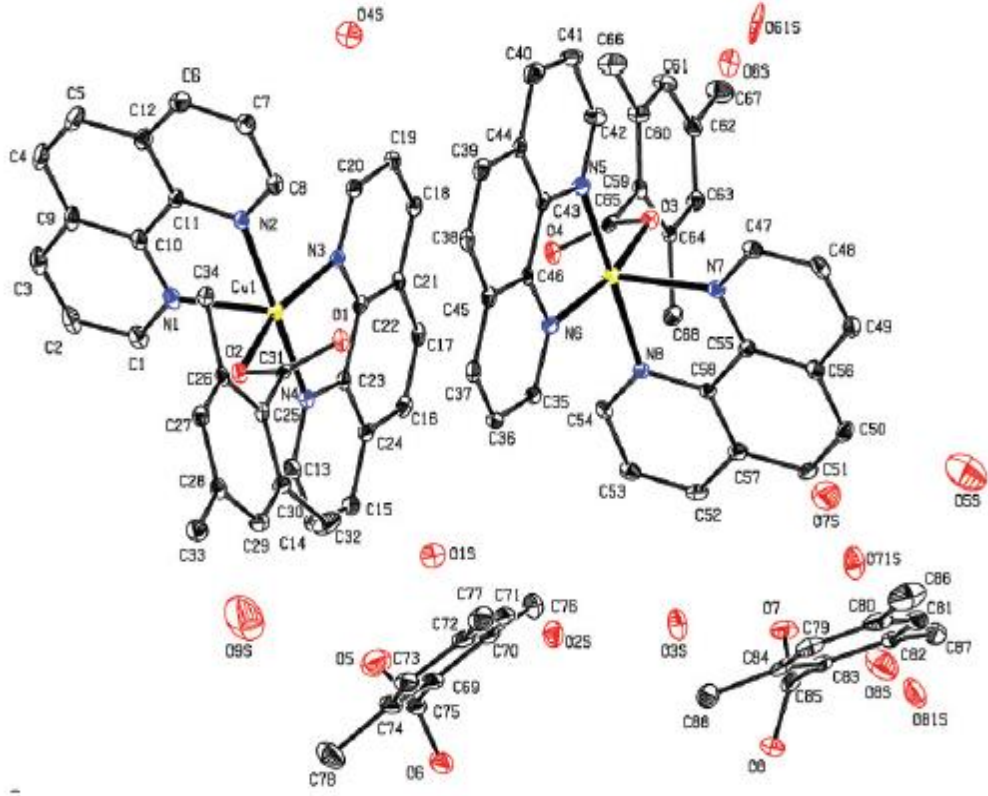
Cd(NO₃)₂.4H₂O, phen, TMBA ve metanol kullanılarak hidrotermal ortamda [Cd(TMB)(phen)₂(NO₃)].CH₃OH kompleksi sentezlenmiş, IR spekturmu ve X-ray yapı analizleri vasıtasıyla kompleksin yapısı aydınlatılmıştır. Monoklinik kompleksin kristal verileri: uzay grubu $P2_1/n$, $a = 11,2737 (5) \text{ \AA}$, $b = 23,1954 (12)$, $c = 12,3259 (6) \text{ \AA}$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 99,5300 (10)^\circ$, $\gamma = 90^\circ$, $V = 3178,7 (3) \text{ \AA}^3$, $D_c = 1,525 \text{ mg.cm}^{-3}$, $Z = 4$, $F(000) = 1488$, $R^1 = 0,0331$, $wR_2 = 0,0724$.

Monomer yapıya sahip [Cd(TMB)(phen)₂(NO₃)].CH₃OH kompleksinin asimetrik birimi bir Cd²⁺ iyonu, bir nitrat ve bir şelat oluşturan TMB anyonları ve iki bidentat phen molekülü içeriyor. Koordinasyon sayısı yedi olan kadmiyum atomunun koordinasyon geometrisi bozulmuş pentagonal bipiramittir. Koordinasyona dahil olmayan metanol molekülleri, monomer [Cd(TMB)(phen)₂(NO₃)] molekülleri arasındaki boşluklara yerleşmişlerdir (Şekil 2.30) [39].



Şekil 2.30: $[\text{Cd}(\text{TMB})(\text{phen})_2(\text{NO}_3)].\text{CH}_3\text{OH}$ Kompleksinin Mononükleer Koordinasyon Biriminin Molekül Yapısı [39]

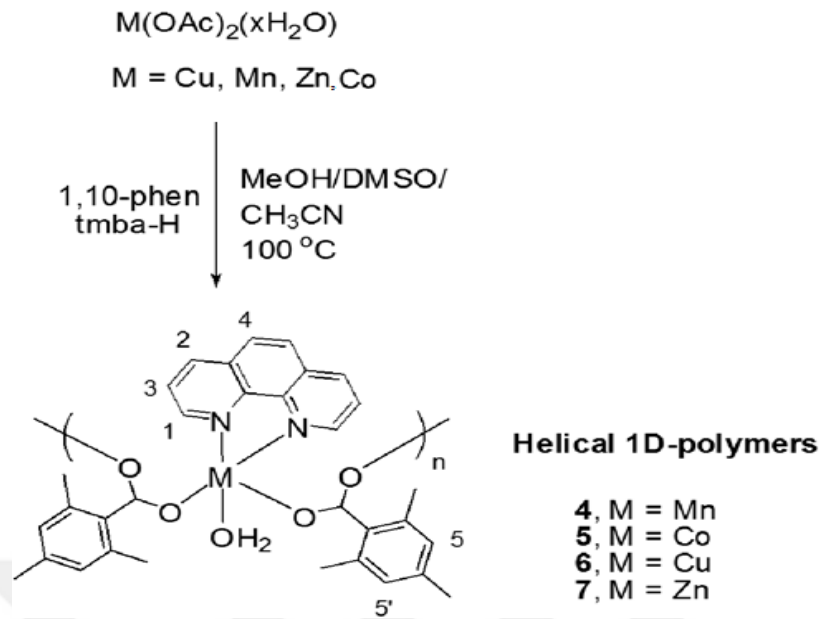
$\text{Cu}(\text{Ac})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, phen, TMBA ve su karışımı hidrotermal koşullar uygulanarak $[\text{Cu}(\text{TMB})(\text{phen})_2]_2 \cdot (\text{TMB})_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ kompleks, sentezlenmiş, sentezlenen kompleksin IR elektronik spektroskopi, TG, X-ışını analizler uygulanarak yapısı aydınlatılmıştır. Monoklinik kompleksin kristal verileri: uzay grubu $P2_1/c$, $a = 15,6150 (13) \text{ \AA}$, $b = 27,795 (3)$, $c = 19,308 (2) \text{ \AA}$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 106,568 (5)^\circ$, $\gamma = 90^\circ$, $V = 8032,1(14) \text{ \AA}^3$, $D_c = 1,525 \text{ mg.cm}^{-3}$, $Z = 8$, $F(000) = 3488$, $R^1 = 0,1058$, $wR_2 = 0,1267$. $[\text{Cu}(\text{TMB})(\text{phen})_2]_2 \cdot (\text{TMB})_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin asimetric birimi iki $[\text{Cu}(\text{TMB})(\text{phen})_2]^+$ katyonu, koordinasyona dahil olmayan iki TMB anyonu ve dokuz kafes su moleküllerini içermektedir. $[\text{Cu}(\text{TMB})(\text{phen})_2]_2 \cdot (\text{TMB})_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin yapısında Cu(II) atomu tmb anyonunun karboksilat grubundan bir oksijen atomu ve iki phen ligandlarından dört azot atomunun koordine olunmasıyla kare-piramidal koordinasyon geometrisine sahiptir (Şekil 2.31).



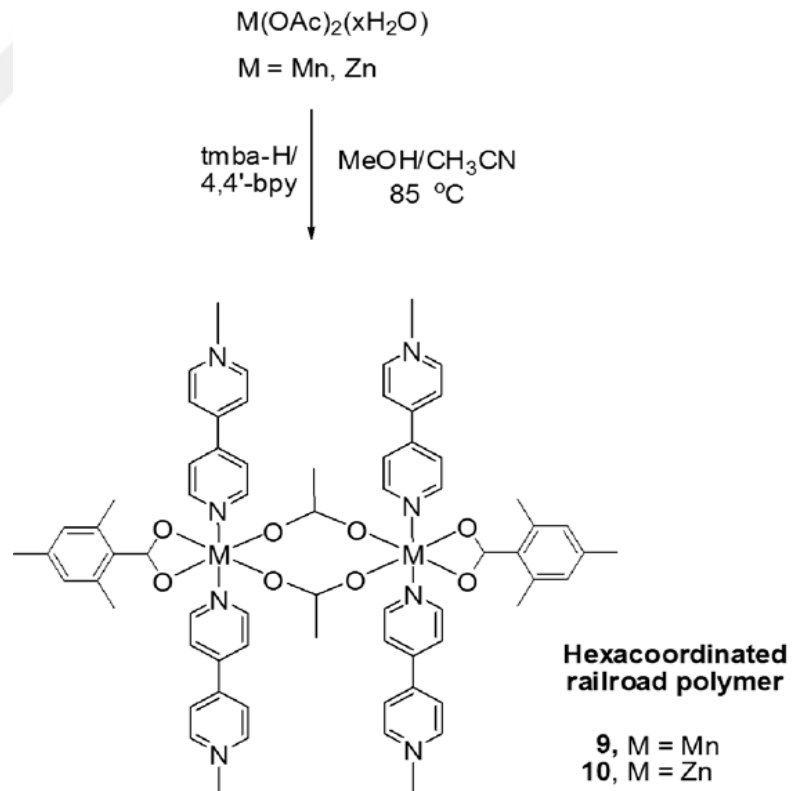
Şekil 2.31: $[\text{Cu}(\text{TMB})(\text{phen})_2]_2 \cdot (\text{TMB})_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ Kompleksinin ORTEP Görünümü [39]

İdrani tezinde [39] $[\text{Co}(\text{TMB})_2(4,4'\text{-bpy})_2(\text{H}_2\text{O})_3](\text{TMBA})_2$, $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\mu\text{-}4,4'\text{-bpy})(\text{H}_2\text{O})_2](4,4'\text{-bipy})\}_n$, $[\text{Cu}(\text{TMB})(\text{dpa})(\text{Cl})]$, $[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{imi})_2]$, $[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\text{imi})_2]$, $\{[\text{Ni}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_n$, $\{[\text{Co}(\text{TMB})_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_n$, $[\text{Cu}_2(\mu\text{-TMB})_4(\text{CH}_3\text{OH})_2]$ $[\text{Cd}(\text{TMB})(\text{phen})_2(\text{NO}_3)] \cdot \text{CH}_3\text{OH}$, $[\text{Cu}(\text{TMB})(\text{phen})_2]_2 \cdot (\text{TMB})_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ kristallerini sentezlemiş ve bahsetmiştir. Bu komplekslerin yapılarını XRD, IR, UV-Vis, TGA, C, H, N analiz, magnetik hassaslık ölçümleri v.b. ile aydınlatmıştır. Ayrıca sentezlenen komplekslerin antimikrobiyal aktivitesini ve DNA bölünme yeteneğini araştırmıştır.

Banerjee ve arkadaşları [40] Mn(II), Co(II), Cu(II) ve Zn(II) asetatlar kullanarak 2,4,6-trimetilbenzoatların fenantrolin (Şekil 2.31) ve 4,4'-bipiridin (Mn, Zn) (Şekil 2.31) karışık komplekslerini sentezleyerek yapılarını aydınlatmışlardır.



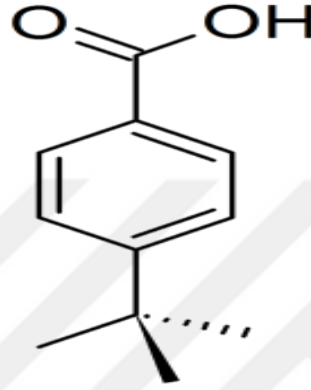
Şekil 2.32: 1D Helikal Komplekslerin Sentezi [40]



Şekil 2.33: Mn(II) ve Zn(II) 2,4,6-Trimetilbenzoatların 4,4'-Bipiridin Komplekslerinin Sentezi [40]

2.2. 4-tert-Bütilbenzoik Asit

4-tert-bütilbenzoik asit (TBBA), benzoik asitin bir türevidir (Şekil 2.32). Kapalı formülü: $C_{11}H_{14}O_2$; kimyasal formülü: $(CH_3)_3CC_6H_4CO_2H$; molekül ağırlığı: 178,23 g/mol, erime noktası 162-165 °C, kayma noktası 280 °C, yoğunluğu 0,6 g/cm³ tür [41, 42].



Şekil 2.34: 4-*tert*-Bütilbenzoik Asitin Molekül Diyagramı

Susandea ve arkadaşları [43] TBBA dahil beş 4-substituebenzoik asitin 303,15 – 473,15 K aralığında sıcaklığa bağlı sudaki çözünürlüklerini incelemişlerdir.

Aniya ve arkadaşları [44] statik denge yöntemi kullanarak atmosfer basıncında 293,15 – 333,15 K sıcaklık aralığında TBBA'nın metanol, etanol, asetik asit, propan-2-ol, hekzan, toluol, 1-oktanol v.s. çözeltilerde katı sıvı dengesini deneysel olarak belirlemişlerdir. TBBA'nın çözünürlüğünün saf çözücüler için sıcaklıkla arttığını tespit etmişlerdir [44].

Kumari ve arkadaşları [45] asetik asit+su (293,15 – 333,15 K), metanol+su (293,15 – 328,15 K) ve asetik asit+para-*tert*-bütiltoluenli (293.15- 323.15 K) ikili çözücülerde TBBA'nın çözünürlüğü sıcaklığa bağlı (5 K sıcaklık aralıklarıyla) olarak inceleyip, sıcaklığın artmasıyla ikili sistemlerde çözünürlüğün de arttığını belirlemişlerdir.

Popiolek ve Biernasiuk [46] 3-metoksibenzoik asit ile TBBA'nın yirmi sekiz adet hidrazid–hidrazonunu sentezleyerek etalon bakteri ve mantara karşı etkili şampuanlarda

etkilerini *in vitro* olarak taranmıştır. Sentezlenen bileşiklerden beşinin gram–pozitif bakterilere karşı yüksek bakteriyostatik ve bakterisidal etkiye sahip olduğunu tespit etmişlerdir.

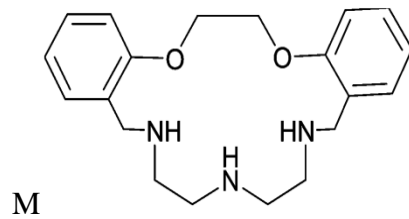
McCune ve arkadaşları [47] TBBA'nın 48 saat aç bırakılan farelerden elde edilen hepatosidlerin glüköz sentezini, emzirilen farelerden elde edilen hepatosidlerin ise yağ asidi sentezini inhibe ettiğini belirlemişlerdir.

TBBA'nın metal tuzları Avrupa Birliği ülkelerinde PVC'de termal stabilizatörlerin üretiminde kullanılmaktadır. TBBA'nın AB'de diğer önemli kullanım şekli ise alkid ve poliester katranlar elde etmek için polimer sanayisinde süreç tanzimleyicisi (zincir durdurucu ajan) olarak istifade edilmesidir [48].

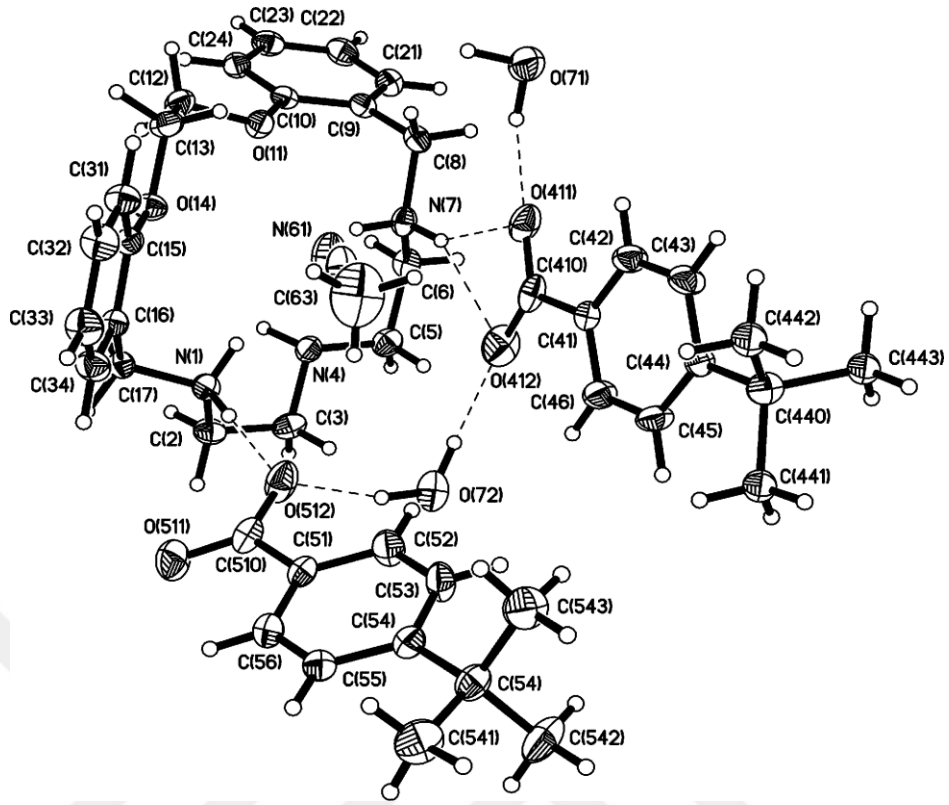
TBBA'nın termodinamik parametreleri ($\Delta_f H^\circ_{\text{solid}} = - 502.9 \pm 1.7$ kJ/mol; $\Delta_c H^\circ_{\text{solid}} = - 5826.57 \pm 0.90$ kJ/mol) Colomina ve arkadaşları tarafından [49] belirlenmiştir. TBBA'nın fareler üzerinde oral zehir etkisi Hunter ve arkadaşları tarafından [50] incelenmiştir.

2.2.1. 4-tert-Bütilbenzoik Asitin Moleküler Kompleksleri

Byriel ve arkadaşları [51] N_3O_2 -donör makrosiklik



bileşiği ile TBBA'nın moleküler kompleksini $[H_2M](TBB)_2 \cdot CH_3CN \cdot 2H_2O$ asetonitril çözeltisinden kristallendirerek yapısını X-ışını analiz yöntemiyle aydınlatmışlardır. Kristalde TBB anyonlarının karboksilat oksijen atomları benzilamonyum gruplarının azot atomları ve kristallenen su moleküllerinin oksijen atomları ile hidrojen bağları oluşturmaktadır (Şekil 2.35).



Şekil 2.35: $[H_2M](TBB)_2 \cdot CH_3CN \cdot 2H_2O$ Kompleksinde Hidrojen Bağları [51].

Rontoyıanni ve arkadaşları [52] TBBA'lı (β -siklodextrin)siklomaltoheptozun katılma kompleksini sentezlemişlerdir. TBBA'lı siklomaltoheptoz (β -silkodekstrin, β CD) kompleksinin kristali triklinikdir. Bu kompleksin kristal verileri: uzay grubu $P1$, $a = 18,244 (3) \text{ \AA}$, $b = 15,467 (3) \text{ \AA}$, $c = 35,417 (2) \text{ \AA}$, $\alpha = 102,94 (1)^\circ$, $\beta = 113,08(1)^\circ$, $\gamma = 99,69 (2)^\circ$, $V = 3740(1) \text{ \AA}^3$ ve $Z = 2$. İki bağımsız PCD molekülü hidrojen bağları aracılığıyla dimer oluşturmaktadır. Konuk moleküller olan TBBA farklı yoğunluklu β CD boşlukları arasına yerleşmektedir [52].

Armstrong ve arkadaşları [53]TBBA'nın propan 1,2-diamin ve propan-1,3-diamin ile kokristallerini izole ederek, elde ettikleri $[H_3NCH_2CH(CH_3)NH_3 \cdot (TBB)_2]$, $[H_3N(CH_2)_3NH_3 \cdot (TBB)_2]$ ve $[H_3N(CH_2)_3NH_3 \cdot (TBB)_2 \cdot H_2O]$ moleküler komplekslerin kristal yapılarını çözmüşlerdir. Her üç kompleks iyonik katmanlı yapıya sahip olup, hidrojen bağları vasıtasıyla üç boyutlu şebeke oluşturmaktadır.

Kaisy ve arkadaşları [61] TBBA ile trioktilamonyum (TOA) esaslı düşük viskoziteli protik iyonik sıvı [TOA][TBB] sentezlemiş ve NMR, elemental analiz, dörtlü infrared spektroskopisi kullanarak karakterize etmişlerdir.

2.2.2 4-tert-Bütilbenzoik Asitin Metal Kompleksleri

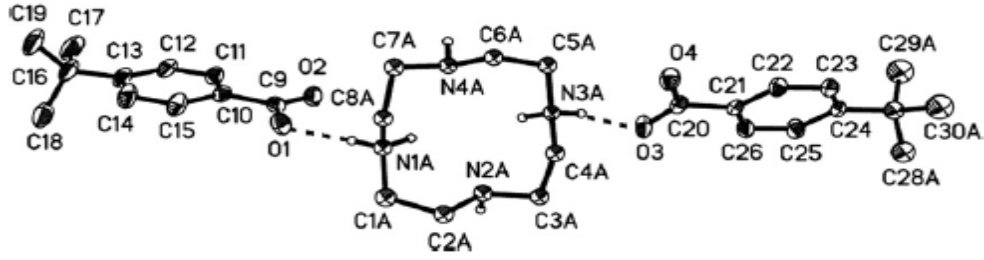
Nishizawa ve arkadaşları [54] Çinko(II) 4-tert-butylbenzoatın, 2-metil-2-büten ilavesinde etanolün glikopiranozilklorür yardımıyla glikozilleşmesini hızlandırdığını ve sonuçta beta-seçiciliği yüksek verimde olan beta-glikozid elde edildiğini belirlemişlerdir.

Barral ve arkadaşları [55] TBBA ve $Ru_2Cl(\mu-O_2CCH_3)_4$ bileşiklerinin su/metanol karışımında (1:1) tepkimesi sonucu tetra(μ -TBB)dirutenyum(II,III) içeren rutenyumun kompleksini sentezlemişlerdir. $Ru_2Cl(\mu-TBB)_4$ ile $AgBF_4$ 'ün susuz veya sulu tetrahidrofuran (THF)'da reaksiyonları sonucu, uygun olarak $[Ru_2(\mu-TBB)_4(thf)_2]BF_4$ ve $Ru_2Cl(\mu-TBB)_4(thf)_2]OH$ kompleksleri elde edilmiştir. Bu bileşikleri elemental analiz, magnetik ölçümler ve spektroskopik tekniklerle karakterize edilmiştir. $Ru_2Cl(\mu-TBB)_4(thf)_2]OH$ kompleksinin kristal yapısı X-ray analiz yöntemi kullanılarak tespit edilmiştir. Bileşik 2,260 (1) Å Ru – Ru mesafesiyle dört TBBA ligand köprülerine sahiptir; her bir rutenyum atomunun koordinasyonu Ru_2^{+5} biriminde aksial pozisyonlara THF ligandlarının yerleşmesiyle tamamlanmıştır [55].

Lu ve arkadaşları [56] $[Ln_8Ti_{10}(\mu_3-O)_{14}(TBB)_{34}(Ac)_2(H_2O)_4(TFH)_2].2TBBA$ [$Ln = Eu$ (1), Sm (2) ve Gd (3)] formüllü üç lantanit-titanyum okso klasterlerini sentezlemiş ve fotoelektrokimyasal aktivitesini araştırmışlardır. Kararlı olan bu bileşikler fotoelektrokimyasal su oksidasyonunda verimli katalizörlerdir. Bu üç bileşiğin fotoelektrokimyasal aktivitesi arasındaki farklar onların band boşluklarındaki farklarla ilgili olabildiği kaydedilmiştir.

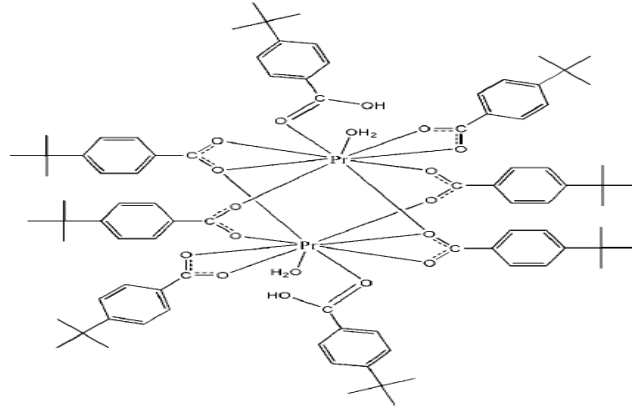
Gasperov ve arkadaşları [57] tetra-aminmakrosiklik 1,4,7,10-tetraazasiklododekan (cyclen) ile TBBA arasında oluşan 1:2 host-guest molekül kompleksini $[Cyclen+2H][TBB]_2 \cdot TBBA \cdot 5H_2O$ sentezlediler ve X-ray tek kristal diffraksiyonu ile

karakteristik özelliklerini tespit ettiler. Kompleksin asimetrik birimi bir makrohalka, iki TBB anyonu, bir TBBA molekülü ve beş su molekülü içermektedir. Cyclen'in iki trans amino gruplarına TBBA moleküllerinden proton transferi yapıldıktan sonra oluşan TBB anyonları halka ile hidrojen bağları üzerinden bağlanmaktadır (Şekil 2.36).



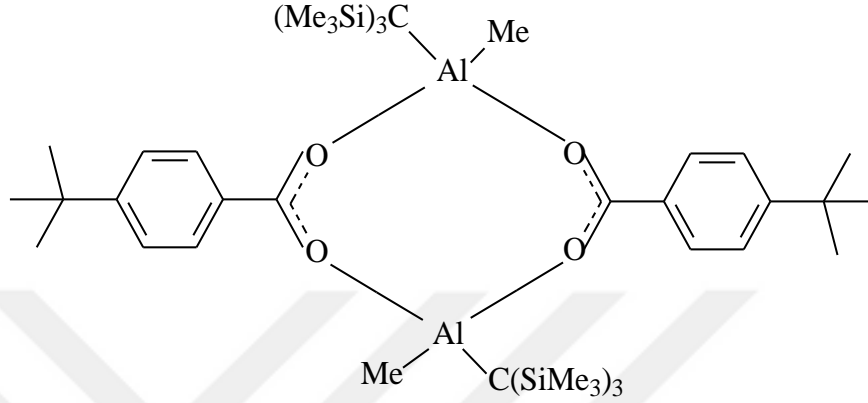
Şekil 2.36: [Cyclen+2H][TBB]₂ Biriminde Karboksilik Asit Gruplarından Cyclen Azot Atomlarına Proton Transferinin Gösterilmesi [57]

Dai ve arkadaşları [58] praseodim nitrat ile TBBA reaksiyonuyla çift çekirdekli bir [Pr₂(TBB)₆(TBBA)₂(H₂O)₂] kompleksi sentezlediler. Monoklinik olan bu kompleksin kristal verileri: uzay grubu *P*2₁/*c*, *a* = 35,194 (6) Å, *b* = 9,3857 (18) Å, *c* = 27,956 (5) Å, β = 107,073 (4)°, *V* = 8827 M_r = 1737,58, (3) Å, *Z* = 4. İki Pr³⁺ iyonları, iki köprü TBB ve iki şelat köprü TBB ligandları, Pr ... Pr₄,0817 (9) Å arasındaki mesafededir. Her bir Pr³⁺ iyonu, bozulmuş üç başlı trigonal–prizmatik çevrede, bir TBB şelat iyonu, bir monodentat TBBA ligandı ve bir su molekülüyle dokuzlu koordine olmaktadır (Şekil 2.37). Kompleks molekülleri moleküllerarası O – H...O hidrojen bağları ile *c* ekseninde boyunca sonsuz zincirlerle bağlanmaktadır.



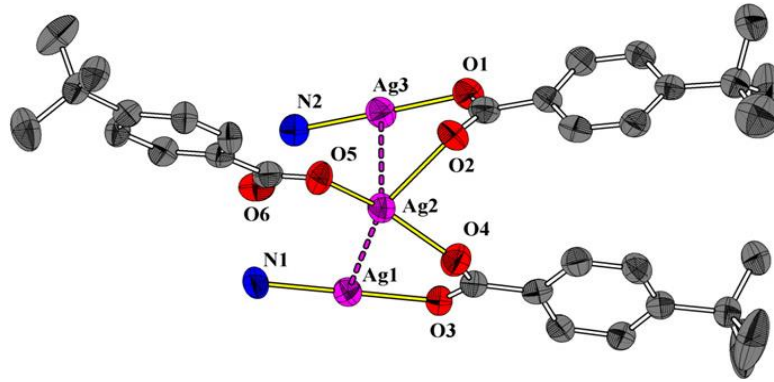
Şekil 2.37: [Pr₂(TBB)₆(TBBA)₂(H₂O)₂] Kompleksinin Yapısı [58].

Kalita ve arkadaşları [59] hacimli tris(trimetilsilil)metil grubu içeren alüminyum trialkil $[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{CAI}(\text{Me})_2\cdot\text{THF}]$ ile TBBA'nın eşmoleküler oranda toluen ortamında $50\text{ }^\circ\text{C}$ 'de reaksiyonu sonucu halkalı dimerik alüminyum karboksilat $[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{CAI}(\text{Me})(\mu\text{-TBBA})]_2$ kompleksi elde etmişlerdir (Şekil 2.36).



Şekil 2.38: $[(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{CAI}(\text{Me})(\mu\text{-TBBA})]_2$ Kompleksinin Molekül Diyagramı [59].

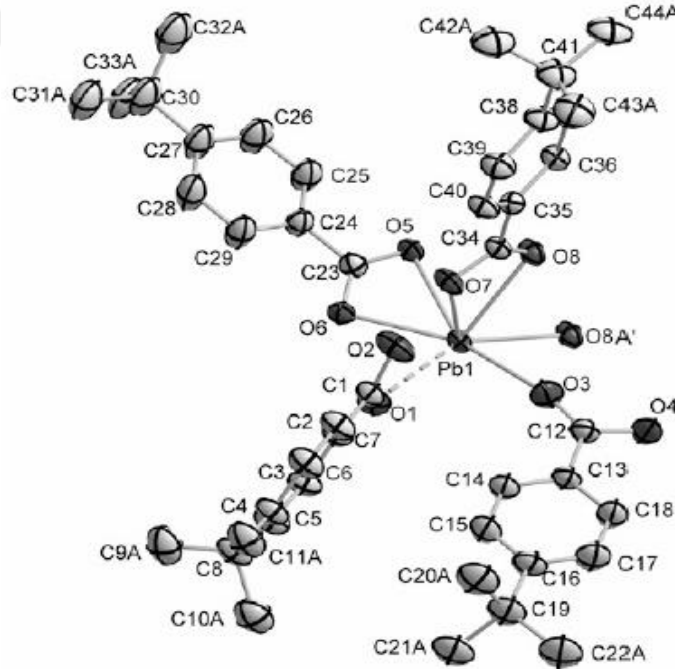
Liu ve arkadaşları [60] amonyak katılımıyla metanol/etanol karışımı çözeltilisinde ultrasonik ortamda AgNO_3 ve TBBA reaksiyonu sonucu $[\text{Ag}_3(\text{TBB})_3(\text{NH}_3)_2]_n$ formüllü sonsuz $\text{Ag} \dots \text{Ag} \dots \text{Ag} \dots$ bağı içeren kompleks sentezleyerek yapısını aydınlatmışlardır. $[\text{Ag}_3(\text{TBB})_3(\text{NH}_3)_2]_n$ kompleksinde üç TBBA ligandlarını üç $\text{Ag}(\text{I})$ iyonlarına bağlayarak üç çekirdekli bir subünite oluşturmaktadır (Şekil 2.39). Bu subuniteler, ligand desteksiz $\text{Ag} \dots \text{Ag}$ etkileşimi üzerinden sonsuz 1D zigzag $\text{Ag}(\text{I})$ teli şeklinde uzanmaktadır.



Şekil 2.39: $[\text{Ag}_3(\text{TBB})_3(\text{NH}_3)_2]_n$ Kompleksinde $\text{Ag}(\text{I})$ İyonlarının Koordinasyon Çevreleri [60].

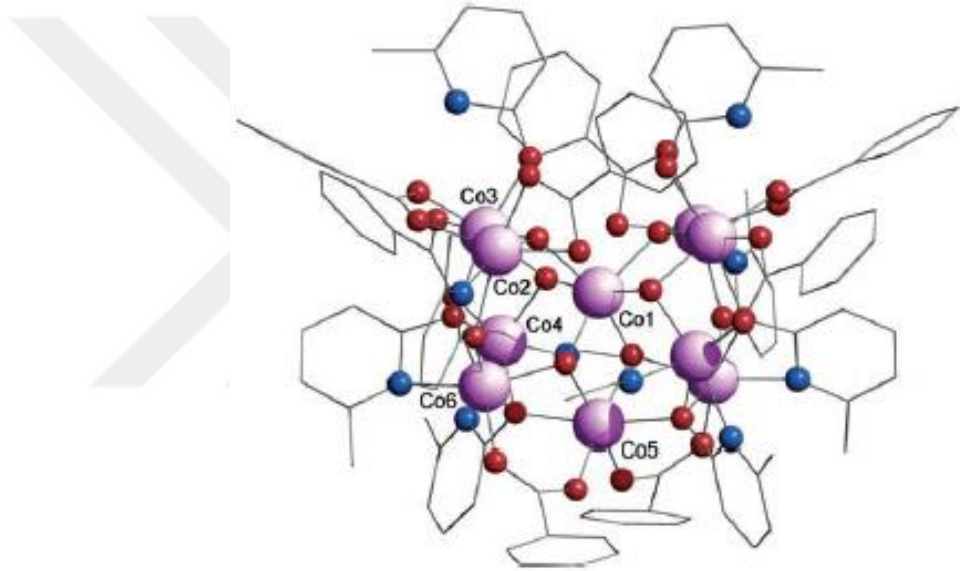
Liu ve arkadaşları [61] 1-(4-piridilmetil)-2-metilimidazol (pmmid) ile TBBA'nın kadmiyum(II) koordinasyon polimerini $[Cd_{1.5}(pmmid)(TBB)_3]_n$ sentezleyerek, elemental analiz, IR spektroskopisi, toz X-ışını diffraksiyonu ve X-ray analiz yöntemleri kullanarak yapısını aydınlatmışlar. Bu kompleksin katı halde oda sıcaklığında lüminesans özelliğe sahip olduğu belirlenmiştir.

Li ve arkadaşları [62] kurşun(II) asetat, TBBA, melamin ve su kullanarak hidrotermal ortamda kurşun(IV) 4-tert-butilbenzoat $\{Pb[TBB]_4\}_2$ kompleksini elde etmişlerdir. Triklirik olan bu kompleksin kristal verileri: uzay grubu $P\bar{1}$, $a = 8,2175 (8) \text{ \AA}$, $b = 14,922 (1) \text{ \AA}$, $c = 18,164 (2) \text{ \AA}$, $\alpha = 100,643 (1)^\circ$, $\beta = 94,822 (1)^\circ$, $\gamma = 98,780 (1)^\circ$, $V = 2148,9 \text{ \AA}^3$ $Z = 2$. Dimer yapıya sahip olan komplekste her bir Pb atomu hepta koordinasyonlu ve bozulmuş bipiramidal çevreye sahiptir. Kurşun atomları iki organik ligandan dört karboksilat O atomu ile şelat oluşturur ve diğer TBBA ligandından bir karboksilat O atomu vasıtasıyla köprülenmektedir (Şekil 2.38).



Şekil 2.40: $\{Pb[TBB]_4\}_2$ Kompleksinin Asimetrik Birim [62].

Cadio ve arkadaşları [63] TBBA ve 2-metil-6-piridonat ligandları içeren on çekirdekli kobalt(II) kompleksini $[\text{Co}_{10}(\text{OH})_6(\text{MHP})_6(\text{TBB})_2(\text{HMHP})_2(\text{CH}_3\text{CN})_2]$ (MHP = 2-metil-6-piridonat, HMHP = 2-metil-6-hidroksipiridin) sentezlemiştir. $[\text{Co}_{10}(\text{OH})_6(\text{MHP})_6(\text{TBB})_2(\text{HMHP})_2(\text{CH}_3\text{CN})_2]$ kompleksinin metal çekirdeği beş metal iyonunu kaybederek tetraikosahedron merkezde yerleşmektedir. Kristal kümeleri ortorombik yapıya sahiptir: uzay grubu $Ccca$, $a = 32,75$ (2), $b = 34,68$ (2), $c = 29,352$ (19), $F(000) = 13104$, $RI = 0,0841$, $wR_2 = 0,2358$, $Z = 8$. $[\text{Co}_{10}(\text{OH})_6(\text{MHP})_6(\text{TBB})_2(\text{HMHP})_2(\text{CH}_3\text{CN})_2]$ kompleksinin şematik yapısı şekil 2.41'de gösterilmektedir.



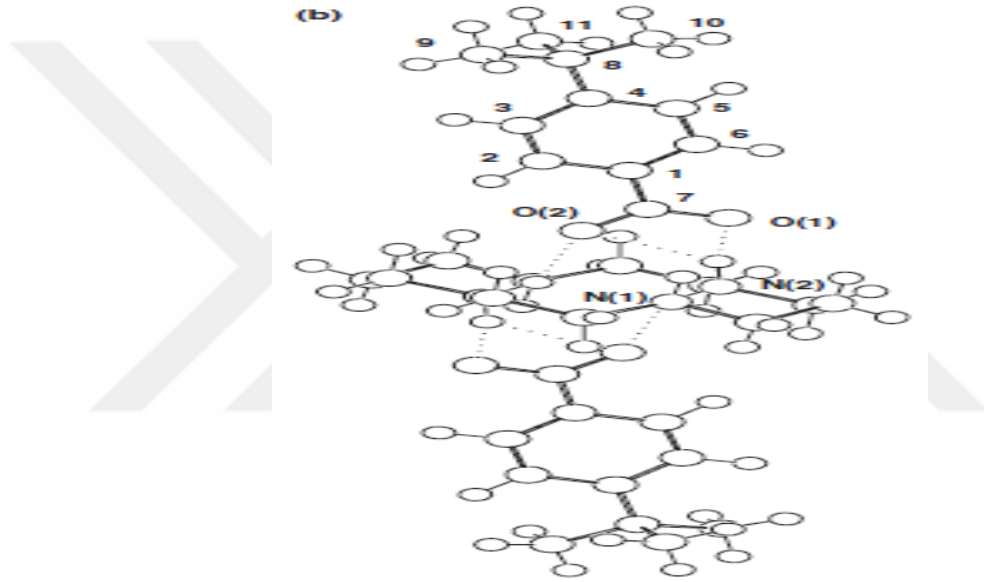
Şekil 2.41: $[\text{Co}_{10}(\text{OH})_6(\text{MHP})_6(\text{TBB})_2(\text{HMHP})_2(\text{CH}_3\text{CN})_2]$ Kristalinin Yapısı [63]

Lindoy ve arkadaşları [64] Cu(II) 4-tert-butylbenzoatın 1,4,8,11-tetraazasiklotetradekan (siklam) kompleksini $\text{trans-}[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})(\text{cyclam})](\text{TBB})_2$ sentezlemiştir. Şekil 2.42'de görüldüğü gibi TBB anyonları bakır(II) atomunun koordinasyon çevresi dışındadır.

Lin ve arkadaşları [65] ikili europyum(III) kompleksini $\text{Eu}(\text{TBB})_3$ sentezleyerek IR, UV ve Floresans spektroskopisi yöntemleriyle karakterize etmişler.

Yang ve Dai [66] $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, TBBA, melamin ve su kullanarak hidrotermal ortamda iki çekirdekli neodim(II) kompleksini $[\text{Nd}_2(\text{TBB})_6(\text{TBBA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$

sentezlemişlerdir. Monoklinik olan bu kompleksin kristal verileri: uzay grubu $P2_1/c$, $a = 35,261 (2) \text{ \AA}$, $b = 9,3563 (6) \text{ \AA}$, $c = 27,9406 (18) \text{ \AA}$, $\beta = 107,303 (1)^\circ$, $M_r = 1744,24$, $R = 0,061$, $wR = 0,150$, $Z = 4$. İki Nd^{3+} iyonları iki köprü TBB ligandları ve iki köprü şelat TBB ligandları vasıtasıyla bağlanmaktadır ($\text{Nd} \dots \text{Nd} \text{ } 4,0624 (5) \text{ \AA}$). Her bir Nd^{3+} iyonunun koordinasyon sayısı bir şelat TBB iyonu ve bir monodentat TBBA ligandı ve bir su molekülü ile dokuza tamamlanmaktadır (Şekil 2.43). Moleküller, moleküllerarası $\text{O} - \text{H} \cdots \text{O}$ hidrojen bağları ile c eksenini boyunca sonsuz zincirlerle bağlanmaktadır (Şekil 2.44).

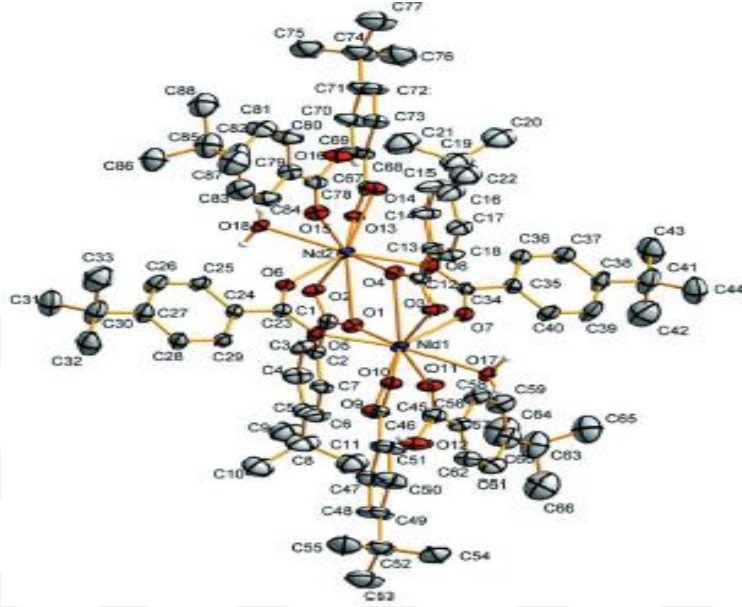


Şekil 2.42: *trans*-[Cu(H₂O)(cyclam)](TBB)₂ [64]

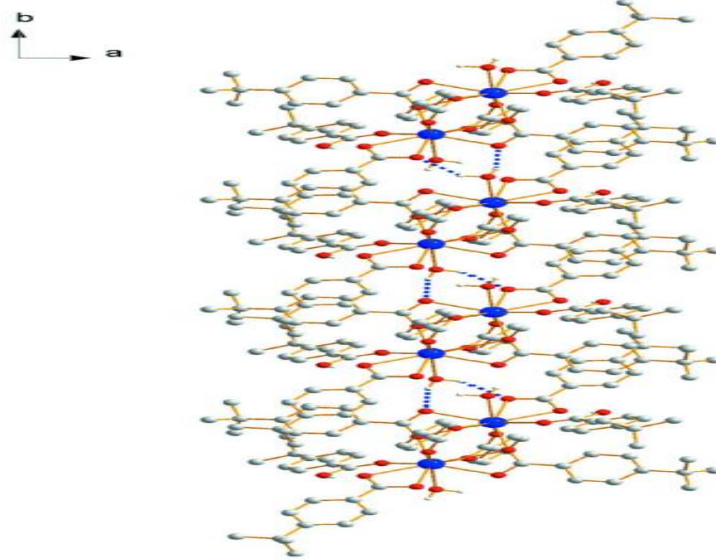
Yan ve arkadaşları [66] TBBA'nın praseodim kompleksini $\text{Pr}(\text{TBB})_3(\text{H}_2\text{O})_2$ sentezleyip, ultraviyole, fosforesans ve floresans spektrumu yöntemlerini kullanarak karakterize etmişler.

Hilder ve arkadaşları [67] TBBA'nın europyum(III) $\text{Eu}(\text{TBB})_3$ ve terbiyum(III) $\text{Tb}(\text{TBB})_3$ komplekslerini sulu metatez reaksiyonu ile sentezleyip, bu bileşiklerin terkiplerini mikroanaliz, DTA, EDTA volumetrik metotlar ile aydınlatmışlardır. Yapısal sonuçlar toz X-ışını diffraksiyonu ve IR spektrumu ile aydınlatılmış, her iki kompleksin eş yapılı olduğu belirlenmiştir.

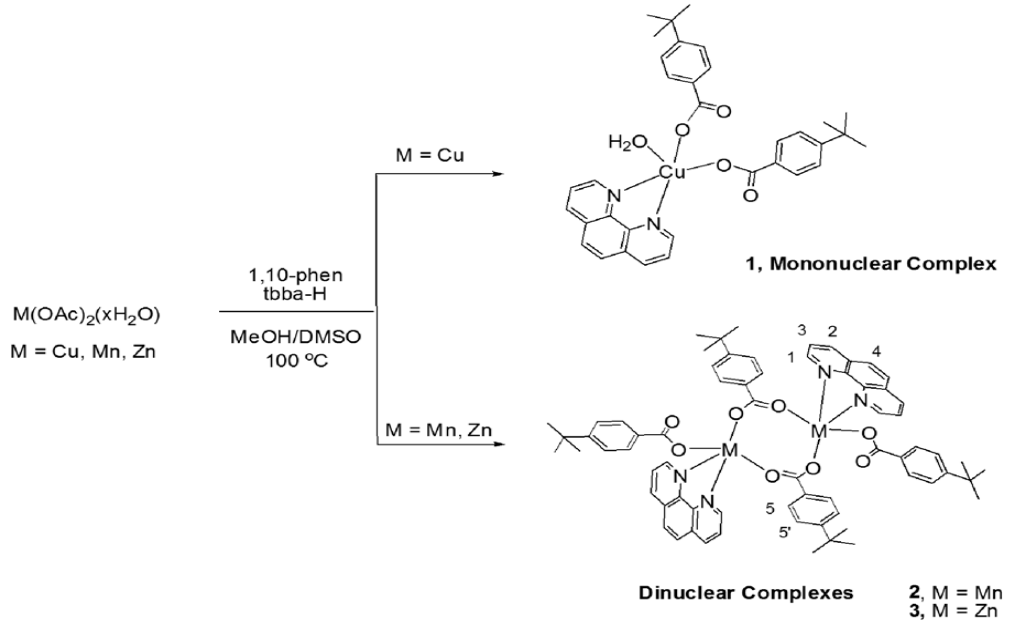
Banerjee ve arkadaşları [40] Cu(II), Mn(II) ve Zn(II) asetatlar kullanarak 4-tert-butilbenzoatların fenantrolin karışık komplekslerini sentezleyerek yapılarını aydınlatmışlar. Şekil 2.45'te görüldüğü gibi bakır kompleksi monomer, mangan ve çinko kompleksleri ise dimerik yapıya sahiptirler.



Şekil 2.43: $[\text{Nd}_2(\text{TBB})_6(\text{TBBA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ Kompleksinin Molekül Yapısı [66].



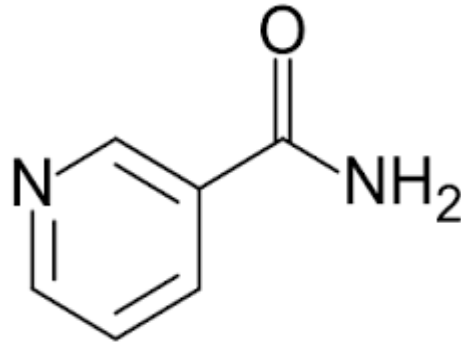
Şekil 2.44: $[\text{Nd}_2(\text{TBB})_6(\text{TBB})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ Kompleksinin Hidrojen Bağlı Zincir Yapısı [66]



Şekil 2.45: Cu(II), Mn(II) ve Zn(II) 4-tert-Butilbenzoatların Fenantrolin Komplekslerinin Sentezi [40].

2.3. Nikotinamid

Nikotinamid (NA), 3-piridin karboksamid olarak da bilinir [68, 69]. Molekül formülü $C_6H_6N_2O$; molekül ağırlığı: 122,12 g/mol'dür. Erime noktası: 128 °C'dir. Suda çözünür (Şekil 2.44) [70].

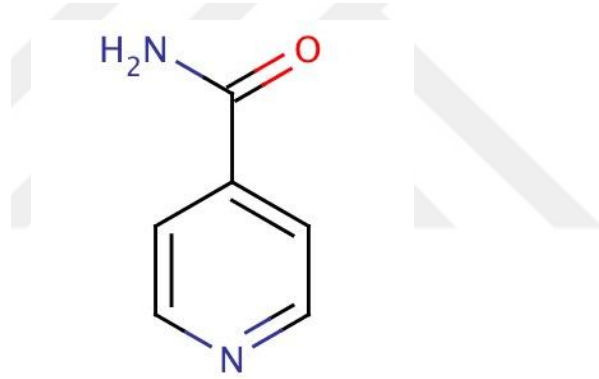


Şekil 2.46: Nikotinamidin Molekül Şekli [70].

Nikotinamid (NA) niyasinin bir biçimidir. Bu vitaminin eksikliği vücuttan bakırın kaybına neden olur ki, bu pellagra hastalığı olarak bilinir. Pellagra hastalarında nadiren

serum ve idrarda bakır seviyeleri yüksek olur [71]. NA'nın kristal yapısı ilk olarak 1954'te belirlenmiştir [72]. Nikotinamid biyolojik olarak önemli B₃ vitamini gibi multivitaminlerin başlıca bileşenidir [68].NA halkası birçok biyolojik oksidasyon-redüksiyon reaksiyonlarında major elektron taşıyan nikotinamid adenin dinükleotid (NAD) ve onun fosfatının (NADP) reaktif bölümüdür. Nötral bir ligand olarak NA redoks reaksiyonlarında rol alan piridin nükleotidlerin parçasıdır [73]. Nikotinamid yaşayan hücrelerin metabolizmasında ve onun bazı metal kompleksleri antibakteriyel veya insülin-taklit eden ajanlar olarak önemli rol oynar [74].

İzonikotinamid (İNA), izonikotik asidin amidi olup, IUPAC ismi 4-piridinkarboksilamittir. Ayrıca 4-karbamoilpiridin, piridin-4-karboksamid, piridin-4-karboksilik olarak adlandırılır. Molekül ağırlığı: 122.12 g/mol ve molekül formülü: C₆H₆N₂O'dur (Şekil 2.47) [75].

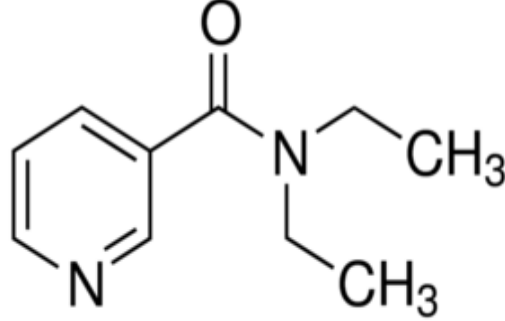


Şekil 2.47: İzonikotinamidin Molekül Diyagramı

Erime noktası 155-157 °C, kaynama noktası ~334.4 °C, yoğunluğu ~1.2 g/cm³ tür. Dioksan, metanol, etanol ve DMSO'da çözülebilir [75,76]. Doğada birçok bileşikteki piridin halkasının varlığı bilimsel olarak ilgi çekicidir. Nikotinamid ve izonikotinamid kimyasal ve biyolojik uygulamalardaki geniş alanlı iki piridin ligand tipidir. İzonikotinamid güçlü antitüberküler, ateş düşürücü, fibrinolitik ve antibakteriyel özelliklere sahiptir [77].

N,N'-dietilnikotinamid (DENA) nikotik asitin türevidir ve önemli bir solunum uyarıcısıdır[78]. Moleküler formülü: C₁₀H₁₄N₂O ; moleküler ağırlığı: 178,23 g/mol ;

erime noktası: 23 °C ; kaynama noktası: 296-300 °C ; yoğunluğu 1,06 g/ml'dir ; suda çözünür (Şekil 2.48) [79].

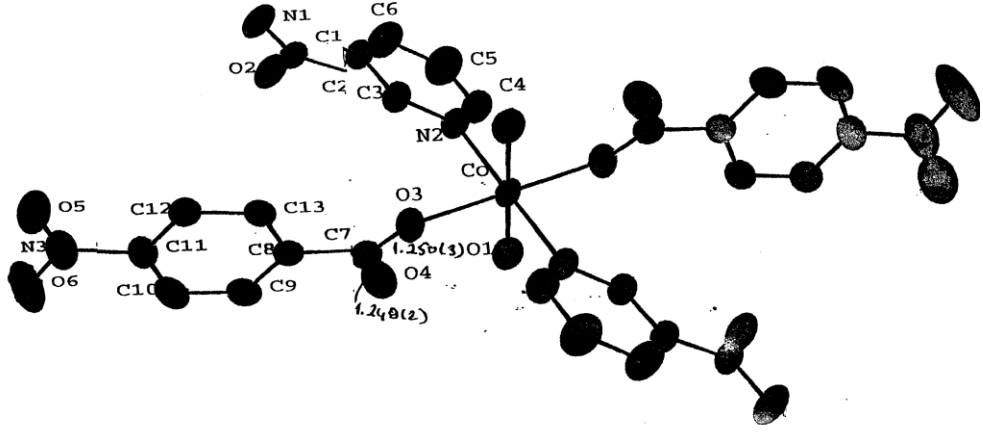


Şekil 2.48: *N,N'*-Dietilnikotinamidin Molekül Diyagramı

2.3.1 Arilkarboksilatların Nikotinamid İzonikotinamid ve *N,N'*-Dietilnikotinamid Kompleksleri

Benzoik asit ve türevlerinin metal tuzlarının; nikotinamid, izonikotinamid ve *N,N'*-dietilnikotinamid ile karışık kompleksleri birçok dikkat çekici çalışmaya konu olmuştur.

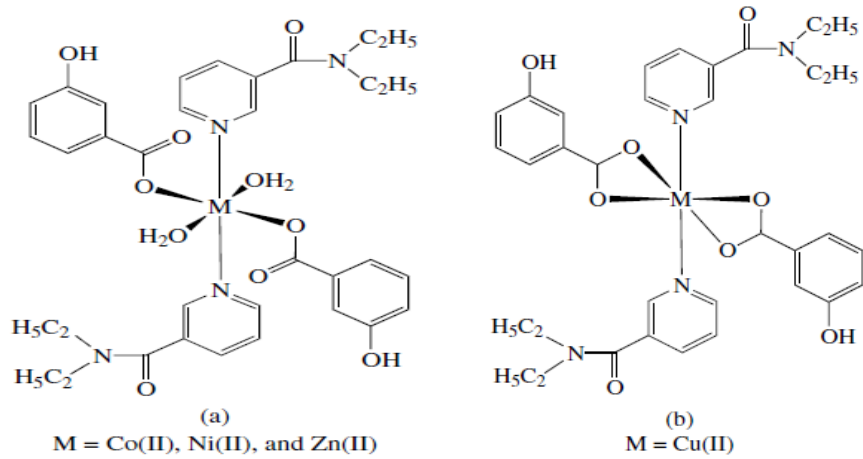
Karapehlivan, kobalt(II) arilkarboksilatların nikotinamid ile yedi kompleksi elde etmiştir: $\text{Co}(\text{Bz})_2(\text{NA})_2$, $\text{Co}(\text{Bz})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$, $\text{Co}(4\text{-HOBz})_2(\text{NA})_2$, $\text{Co}(4\text{-HOBz})_2(\text{NA})_2 8\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(4\text{-HOz})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$, $\text{Co}(4\text{-H}_2\text{NBz})_2(\text{NA})_2.4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(4\text{-O}_2\text{NBz})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$. Sentezlenen bu yedi kompleks IR spektroskopik, DTA ve X-ray toz analizi yöntemiyle incelemiştir. Tüm ligandlar monodentanttır. Su ve benzoat gruplarının dört oksijen atomu kobalt çevresinde kare-düzlem üzerinde yerleşir [80]. Bunlardan $\text{Co}(4\text{-O}_2\text{NBz})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ kompleksinin kristal yapısı Şekil 2.49'da verilmiştir [81].



Şekil 2.49: $\text{Co}(p\text{-O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{COO})_2(\text{NA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ Kompleksinin Kristal Yapısı [81].

Köse [82], bakır(II), nikel(II), kobalt(II) ve çinko(II) asetilsalisilatlarının (ACP) NA ve DENA komplekslerini sentezlemiş, termik özelliklerini ve yapılarını incelemiştir [82, 83].

Kaya [84], Köse ve arkadaşları [85] bakır (II), nikel(II), kobalt(II) ve çinko(II) 3-hidroksibenzoatların nikotinamid ve dietilnikotinamid komplekslerini sentezlemiş ve yapılarını incelemiştir (Şekil 2.50).



Şekil 2.50: Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn(II)'li 3-Hidroksibenzoatların DENA komplekslerinin açık yapı formülleri [84,85].

Kanbay [86], bakır(II) arilkarboksilatlarının dokuz adet izonikotinamid kompleksi sentezlemiştir:

[Cu(3-HOBz)₂(İNA)] (I), [Cu(2-HOBz)₂(İNA)₂(H₂O)₂] (II), [Cu(3-HOBz)₂(İNA)₂(H₂O)] (III), [Cu(4-HOBz)₂(İNA)₂(H₂O)₂] H₂O (IV), [Cu(3-H₂NBz)₂(İNA)(H₂O)] (V), [Cu(4-H₂NBz)₂(İNA)(H₂O)] (VI), [Cu(4-O₂NBz)₂(İNA)₂(H₂O)₂] (VII), [Cu(4-CH₃OBz)₂(İNA)(H₂O)] (VIII), [Cu(4-ClBz)₂(İNA)₂(H₂O)₂] (IX).

[Cu(3-HOBz)₂(İNA)], [Cu(3-H₂NBz)₂(İNA)(H₂O)], [Cu(4-H₂NBz)₂(İNA)(H₂O)], [Cu(4-CH₃OBz)₂(İNA)(H₂O)], [Cu(4-ClBz)₂(İNA)₂(H₂O)₂] kompleksleri için metal: asit : izonikotinamid oranlarının 1: 2: 1 olduğu saptanarak, komplekslerin kare piramit yapıya sahip olduğu tahmin edilmektedir. [Cu(2-HOBz)₂(İNA)₂(H₂O)₂] (II), [Cu(3-HOBz)₂(İNA)₂(H₂O)], [Cu(4-HOBz)₂(İNA)₂(H₂O)₂] H₂O (IV), [Cu(4-O₂NBz)₂(İNA)₂(H₂O)₂] (VII), kompleksleri için metal: asit : izonikotinamid oranlarının 1: 2: 2 olduğu saptanmıştır. Bunlarında oktahedral yapıya sahip olduğu düşünülmektedir. Komplekslerin termik dayanıklılıkları aşağıdaki sırayla artmaktadır:

[Cu(4-H₂NBz)₂(İNA)(H₂O)] < [Cu(4-O₂NBz)₂(İNA)₂(H₂O)₂] < [Cu(4-ClBz)₂(İNA)₂(H₂O)₂] < [Cu(3-H₂NBz)₂(İNA)(H₂O)] < [Cu(3-HOBz)₂(İNA)₂(H₂O)] < [Cu(4-HOBz)₂(İNA)₂(H₂O)₂]H₂O < [Cu(2-HOBz)₂(İNA)₂(H₂O)₂] < [Cu(4-CH₃OBz)₂(İNA)(H₂O)] < [Cu(3-HOBz)₂(İNA)]. Termik parçalanma sonucu parçalanma ürünü olarak tüm komplekslerde siyah renkli CuO oluştuğu görülmüştür [86].

Aybirdi [87], bakır(II), nikel(II) ve mangan(II)'nin 4-dimetilaminobenzoatların [4-(CH₃)₂NBz] ile bu bileşiklerin nikotinamid ile komplekslerinden oluşan dört tane kompleksini defa sentezlemiştir: Cu(4-(CH₃)₂NBz)₂(NA)₂, Co(4-(CH₃)₂NBz)₂(NA).4H₂O, Ni(4-(CH₃)₂NBz)₂(NA)₂.5H₂O (III), Mn(4-(CH₃)₂NBz)₂(NA)₂.4H₂O. Bu bileşiklerde metal: 4-dimetilaminobenzoik asit : nikotinamid oranları Co(4-(CH₃)₂NBz)₂(NA).4H₂O kompleksinde 1:2:1 iken, diğerlerinde ise 1:2:2 olduğu bulunmuştur [87, 88, 89, 90].

Öztürkkan [91], kobalt (II) *p*-halojenobenzoatların nikotinamid ve dietilnikotinamid ile aşağıda formülleri verilen kompleksleri sentezlemiştir:

$\text{Co}(p\text{-F-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(p\text{-Cl-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(p\text{-Br-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(p\text{-F-Bz})_2(\text{DENA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(p\text{-Cl-Bz})_2(\text{DENA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(p\text{-Br-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(p\text{-I-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Komplekslerin kobalt: *p*-halojenobenzoat: NA/DENA oranlarının 1:2:2 oldukları bulunmuştur. Kompleksler oktahedral koordinasyon geometrisine sahiptirler. 20-900 °C sıcaklık aralığında azot atmosferinde TG-DTG, DTA termik analiz metodu kullanılarak, sentezlenen komplekslerin termal özellikleri eş zamanlı olarak incelenmiştir.

$\text{Co}(p\text{-F-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksi 138 °C, $\text{Co}(p\text{-Cl-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksi 136 °C, $\text{Co}(p\text{-Br-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 140 °C, $\text{Co}(p\text{-F-Bz})_2(\text{DENA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 93 °C, $\text{Co}(p\text{-Cl-Bz})_2(\text{DENA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 100 °C, $\text{Co}(p\text{-Br-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 105 °C, $\text{Co}(p\text{-I-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 113 °C'da olmak üzere kompleksler sularını tek basamakta kaybederler [91, 92, 93].

Edebalı [94], çinko *p*-florobenzoat nikotinamid, izonikotinamid ve N,N'-dietilnikotinamid, çinko *p*-bromobenzoat N,N'-dietilnikotinamid olmak üzere dört kompleks sentezlemiştir: $\text{Zn}(p\text{-F-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Zn}(p\text{-F-Bz})_2(\text{DENA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Zn}(p\text{-F-Bz})_2(\text{INA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Zn}(p\text{-Br-Bz})_2(\text{DENA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Komplekslerde çinko: *p*-florobenzoat: nikotinamid/izonikotinamid/N,N'-dietilnikotinamid; çinko: *p*-bromobenzoat: N,N'-dietilnikotinamid oranlarının 1:2:2 olduğu saptanmıştır. Kompleksler oktahedral geometriye sahiptir.

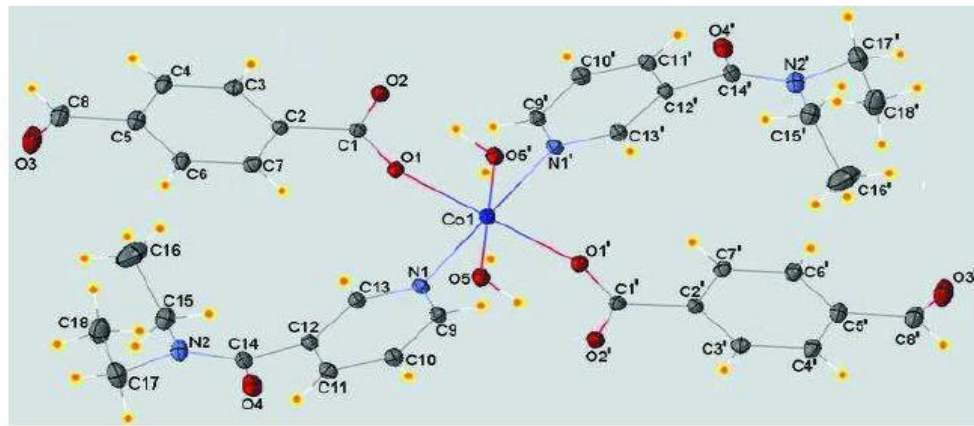
Zn(II) *p*-florobenzoat nikotinamid/izonikotinamid/N,N'-dietilnikotinamid içeren kompleksler için susuzlaşma sıcaklıkları $\text{Zn}(p\text{-F-Bz})_2(\text{DENA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} < \text{Zn}(p\text{-F-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} < \text{Zn}(p\text{-F-Bz})_2(\text{INA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ şeklindedir. Zn(II) *p*-florobenzoat N,N'-dietilnikotinamid ve Zn(II) *p*-bromobenzoat N,N'-dietilnikotinamid kompleksleri için susuzlaşma sıcaklıkları ise $\text{Zn}(p\text{-F-Bz})_2(\text{DENA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} < \text{Zn}(p\text{-Br-Bz})_2(\text{DENA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ olarak belirlenmiştir. Komplekslerin kararlılık sıralaması ise Zn(II) *p*-florobenzoat nikotinamid/izonikotinamid/N,N'-dietilnikotinamid içeren kompleksler için $\text{Zn}(p\text{-F-Bz})_2(\text{DENA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} < \text{Zn}(p\text{-F-Bz})_2(\text{NA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} < \text{Zn}(p\text{-F-Bz})_2(\text{INA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ şeklindedir. Zn(II) *p*-bromobenzoat N,N'-Dietilnikotinamid kompleksleri için kararlılık sıralaması

ise $\text{Zn}(p\text{-F-Bz})_2(\text{DENA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} < \text{Zn}(p\text{-Br-Bz})_2(\text{DENA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ olarak belirlenmiştir [94].

Sertçelik [95], kobalt(II), nikel(II), mangan(II), çinko(II), kadmiyum(II) ve bakır(II) 4-formilbenzoatların DENA karışık komplekslerini sentezlemiştir:

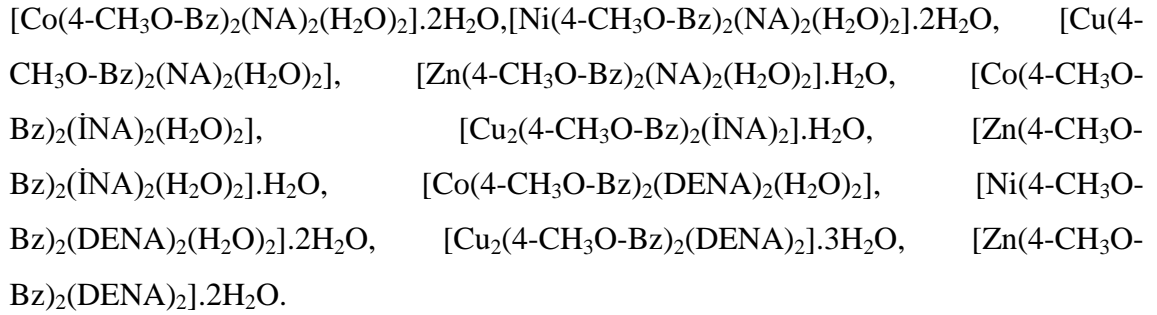
$\text{Co}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$, $\text{Ni}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$, $\text{Mn}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$, $\text{Zn}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$, $\text{Cd}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$, $\text{Cu}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$,

4-formilbenzoat komplekslerinde, metal : 4-OHC-Bz : DENA : su oranı 1:2:2:2 oldukları bulunmuştur. X-ışını kırınımı yöntemi ile üç kompleksin kristal yapıları [96, 97, 98] aydınlatılarak her üç kompleksin eşyapılı (Şekil 2.51) olduğu saptanmıştır. Sentezlenen komplekslerin termal özellikleri incelenerek sulu komplekslerin dayanıklılığının, $\text{Zn}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2 < \text{Cu}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2 < \text{Mn}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2 < \text{Cd}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2 < \text{Co}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2 < \text{Ni}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ şeklinde değiştiği gözlenmiştir. Kompleksler içerdikleri suları tek basamakta kaybetmektedir. Susuz komplekslerin termal kararlılıkları ise $\text{Zn}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2 < \text{Cu}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2 < \text{Cd}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2 < \text{Mn}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2 < \text{Ni}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2 < \text{Co}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ şeklinde değişmektedir [95].



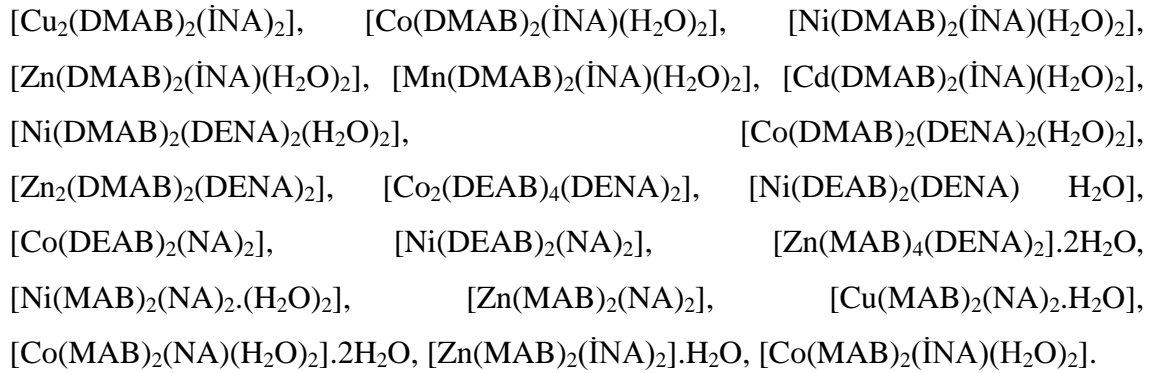
Şekil 2.51: $\text{Co}(4\text{-OHC-Bz})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ Kompleksinin Molekül Yapısı [96].

Tenlik [99], Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn(II) 4-metoksibenzoatların (4-CH₃O-Bz), NA, İNA ve DENA ile karışık komplekslerini sentezlenmiştir:



Komplekslerin yapıları elementel analiz, IR spektroskopisi ve termik analiz verileriyle karakterize edilmiştir. X ışını kırınımı yöntemiyle (X-Ray) [Co(4-CH₃O-Bz)₂(NA)₂(H₂O)₂].2H₂O, [Ni(4-CH₃O-Bz)₂(NA)₂(H₂O)₂].2H₂O, [Cu(4-CH₃O-Bz)₂(NA)₂(H₂O)₂], [Zn(4-CH₃O-Bz)₂(NA)₂(H₂O)₂].H₂O, [Co(4-CH₃O-Bz)₂(İNA)₂(H₂O)₂], komplekslerinin yapısı aydınlatılmıştır [99-105].

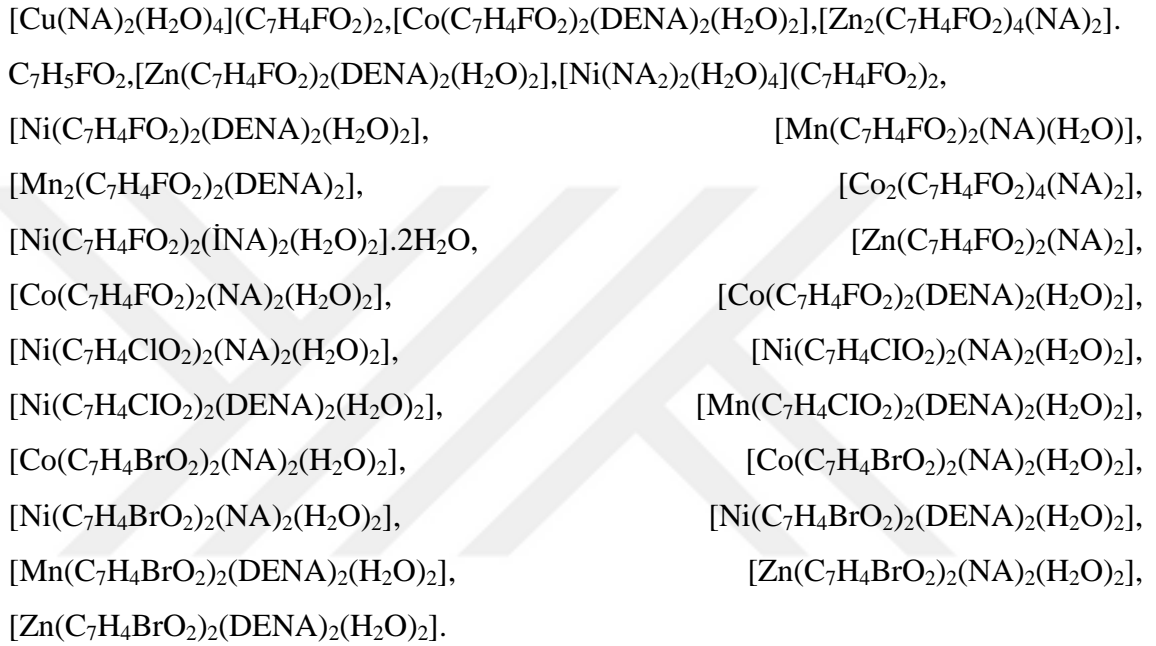
Aybirdi [106], Cu(II), Co(II), Ni(II), Mn(II), Zn(II) ve Cd(II) metallerinin *p*-metilamino benzoik asit (MABA), *p*-dimetilaminobenzoik asit (DMABA), *p*-dietilaminobenzoik asit (DEABA) ve biyolojik öneme sahip NA, İNA, DENA'nın karışık ligand komplekslerini sentezledi:



Komplekslerin yapıları elemental analiz, kütle spektrometrisi, IR, UV, ¹H-NMR, ¹³C NMR ve ESR spektroskopisi verileri ile karakterize edilmiştir. X-Ray analizi ile 20 kompleksin kristal ve moleküler yapısı aydınlatılmıştır. Sonuç olarak [Cu₂(DMAB)₂(İNA)₂], [Zn₂(DMAB)₂(DENA)₂], [Zn₂(MAB)₄(DENA)₂].2H₂O

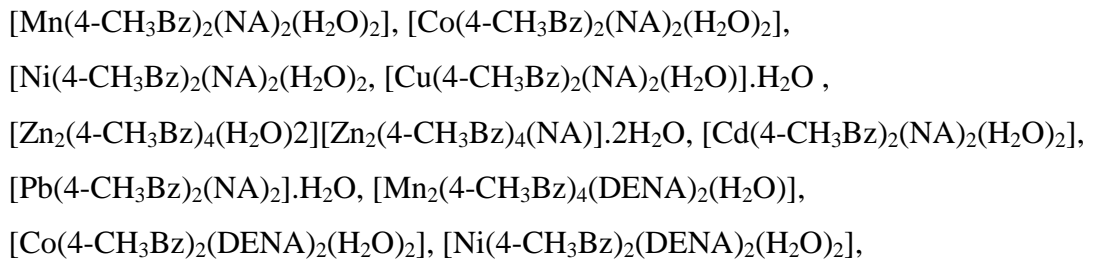
komplekslerin kare piramidal, $[\text{Co}_2(\text{DEAB})_4(\text{DNA})_2]$, $[\text{Zn}(\text{MAB})_2(\text{NA})_2]$ komplekslerin ise oktahedral geometriye sahip oldukları saptanmıştır [106-121].

Öztürkkan [122], Co(II), Ni(II), Mn(II) ve Zn(II) 2-halojenbenzoatlarının NA, İNA ve DNA karışık komplekslerini sentezlemiş, yapılarını elemental analiz, UV-Vis Spektroskopisi ve manyetik duyarlılık gibi çeşitli spektroskopik yöntemler kullanılarak aydınlatmıştır:



Komplekslerin termik bozunma özellikleri de incelenmiştir. Komplekslerden on ikisinin tek kristal X-ışını diffraksiyonu ile belirlenmiştir. Sonuçta $[\text{Mn}_2(\text{C}_7\text{H}_4\text{FO}_2)_2(\text{DNA})_2]$ ve $[\text{Co}_2(\text{C}_7\text{H}_4\text{FO}_2)_4(\text{NA})_2]$ komplekslerin kare piramidal, diğer komplekslerin ise oktahedral geometriye sahip olduğu belirlenmiştir [122-133].

Çimen [134], Mn(II), Cd(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn(II) ve Pb(II) 4-metilbenzoatların(4-CH₃Bz) NA, DNA, İNA komplekslerini sentezlemiştir.



[Cu(4-CH₃Bz)₂(DENA)₂(H₂O)].H₂O, [Zn₂(4-CH₃Bz)₄(DENA)₂],
[Co(4-CH₃Bz)₂(NA)₂], [Ni(4-CH₃Bz)₂(NA)₂(H₂O)₂].H₂O,
[Cu(4-CH₃Bz)₂(NA)₂].2H₂O, [Cu₂(4-CH₃Bz)₄(İNA)₂],
[Cd(4-CH₃Bz)₂(İNA)₂(H₂O)].H₂O.

Komplekslerin yapıları elementel analiz, kütle spektrometresi, ¹H-NMR, ¹³C-NMR, IR, UV, termik analiz ve toz X-ışını diffraksiyonu ile karakterize edilmiştir. On adet kompleksin yapıları tek kristal X-ışını diffraksiyonu ile belirlenmiştir. [Pb(4-CH₃Bz)₂(NA)₂].H₂O kompleksinin merkezi atomu altı koordinasyonlu, [Cu(4-CH₃Bz)₂(NA)₂(H₂O)].H₂O ve [Cu(4-CH₃Bz)₂(NA)₂].2H₂O komplekslerinin kare düzlemsel, [Cu(4-CH₃Bz)₂(DENA)₂(H₂O)].H₂O, [Zn₂(4-CH₃Bz)₄(DENA)₂]ve, [Cu₂(4-CH₃Bz)₄(İNA)₂] komplekslerinin kare piramidal, [Zn₂(4-CH₃Bz)₄(H₂O)₂][Zn₂(4-CH₃Bz)₄(NA)].2H₂O kompleksinin trigonal bipiramidal ve tetrahedral, diğer komplekslerin ise oktahedral geometriye sahip olduğu belirlenmiştir [134-143].

Çeşitli araştırma gruplarınca metal arilkarboksilatların NA, İNA, DENA kompleksleri sentezlenerek kristal yapıları yayınlanmıştır [144-160].

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Malzemeler

Kimyasal sentezler Kafkas Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Anorganik Kimya Araştırma Laboratuvarı ve Dokuz Eylül Üniversitesi Eğitim Fakültesi Kimya Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Çalışmada kullanılan kimyasallar Merck, Sigma-Aldrich ve Alfa Aesar firmalarından sağlanmıştır. Komplekslerin sentezinde, sodyum bikarbonat (NaHCO_3), kobalt(II)sülfat heptahidrat ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), nikel(II) sülfat (NiSO_4), mangan(II)sülfat monohidrat ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), bakır(II)sülfat (CuSO_4), çinko(II)sülfat heptahidrat ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), trikadminyum(II)sülfat oktahidrat ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) metal tuzları kullanılmıştır. Ligand olarak 2,4,6-trimetilbenzoik asit, 4-*tert*-bütilbenzoik asit, nikotinamid, izonikotinamid, *N,N'*-Dietilnikotinamid'den istifade edilmiştir.

3.1.2. Materyal

Komplekslerin elemental analizleri ODTÜ MerLab Laboratuvarında LECO, CHNS-932 cihazı ile yapıldı.

İnfrared çalışmaları Hacettepe Üniversitesi Kimya Bölümünde Perkin Elmer Spektrum One B Spektrometresiyle gerçekleştirilmiştir. Komplekslerin IR spektrumları KBr ile disk hazırlanarak $4000\text{-}200\text{ cm}^{-1}$ aralığında kaydedilmiştir .

Komplekslerin termik analizleri Hacettepe Kimya Bölümünde yapıldı. Termik analiz çalışmalarında ShimadzuDTG-60H termik analizörlü TAS100 model termik analiz cihazı kullanıldı. TG, DTG ve DTA eğrileri aşağıda belirtilen şartlarda eşzamanlı olarak kaydedildi. Termik analiz eğrilerinin alındığı şartlar: Referans: Sinterleşmiş $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$; Isıtma Hızı: $10\text{ }^\circ\text{C/dak}$; Kroze: Platin, Atmosfer: Azot Atmosferi; Gaz Akış Hızı: 180 mL/dak ; Numune Miktarı: $5\text{-}10\text{ mg}$; Sıcaklık Aralığı: $25\text{-}1000\text{ }^\circ\text{C}$.

Komplekslerin X-ışını Toz Kırınım metreleri Hacettepe Üniversitesi Fizik Mühendisliğinde SNTG laboratuvarında bulunan X-ışını Toz Kırınım metresi (Rigaku D Max-B) $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1.5405 \text{ \AA}$) ile kullanılarak elde edilmiştir

Komplekslerin UV-Vis Spektrofotometreleri Dokuz Eylül Üniversitesi İzmir Meslek Yüksek Okulunda JASCO V-530 cihazı kullanılarak elde edilmiştir.

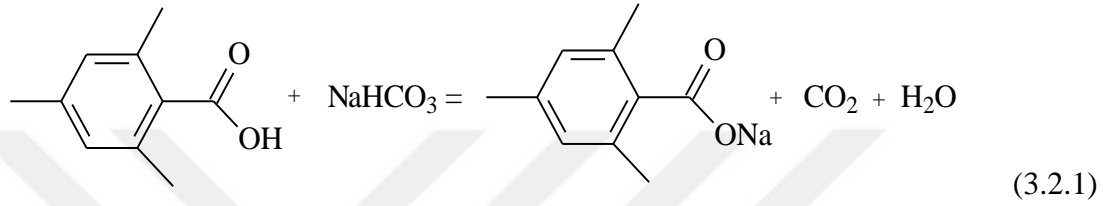
Komplekslerin X-Ray Tek Kristal analizleri Aksaray Üniversitesi, Bilimsel ve Teknolojik Uygulama ve Araştırma Merkezinde yapıldı. X-Ray Tek Kristal analizlerinde Bruker SMART BREEZE CCD Difraktometre cihazı kullanılmıştır



3.2. Yöntem ve Elemental Analiz

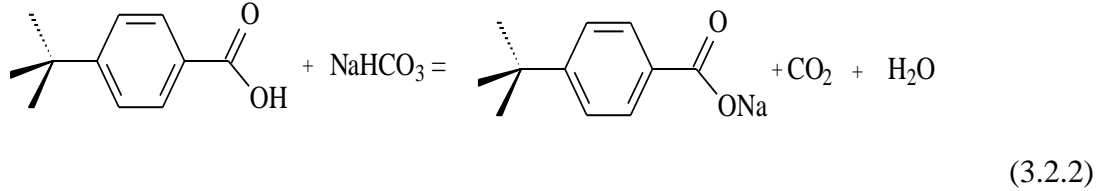
3.2.1. Sodyum 2,4,6-trimetilbenzoat (NaTMB) Çözeltisinin Hazırlanması

0,005 mol (0,42005g) NaHCO₃ 150 ml suda çözüldü ve ısıtıldı. Karıştırma ve ısıtma işlemi devam ederken üzerine azar azar 0,005 mol (0,821 g) 2,4,6-trimetilbenzoik asit ilave edildi. Karbondioksit gazı çıkması bitene kadar ısıtma ve karıştırma işlemi devam edildi.



3.2.2. Sodyum 4-*tert*-bütilbenzoat (NaTBB) Çözeltisinin Hazırlanması

0,005 mol (0,4200 g) NaHCO₃, 200 ml suda çözüp ısıtarak üzerine 0,005 mol (0,8911 g) TBBA eklendi. CO₂ gazı çıkana kadar ısıtıp karıştırıldı.



3.2.3. [Co(C₁₀H₁₁O₂)₂(H₂O)₃].2(H₂O) (1) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,70275g) kobalt(II) sülfat heptahidrat (CoSO₄·7H₂O) 50 ml suda çözülerek üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi ilave edildi. Hiçbir değişiklik gözlenmedi. Oda sıcaklığında kristaller oluşuncaya kadar bekletildi. 8 hafta sonra açık pembe kristaller oluşmuştu. Saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz : [Co(C₁₀H₁₁O₂)₂(H₂O)₃].2(H₂O) (475,38) için

Hesaplanan : C: 50,53 H: 6,78

Bulunan : C: 50,58 H: 6,31

3.2.4. $[\text{Mn}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (2) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,4225 g) mangan(II) sülfat monohidrat ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) isonikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi eklendi. Dokuz hafta sonunda beyaz kristaller süzülerek ayrıldıktan sonra saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Mn}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (471,38) için
Hesaplanan	: C: 50,95 H: 6,84
Bulunan	: C: 53,83 H: 5,77

3.2.5. $[\text{Mn}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ (3) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,4222 g) mangan(II) sülfat monohidrat ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi eklendi. On hafta sonunda oluşan beyaz kristaller süzülerek ayrıldıktan sonra saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Mn}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ (679,57) için
Hesaplanan	: C: 56,55 H: 5,93 N: 8,24
Bulunan	: C: 54,97 H: 5,55 N: 8,24

3.2.6. $[\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (4) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,70275 g) kobalt(II) sülfat heptahidrat ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi eklendi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi ilave edildi. Sekiz hafta sonunda açık pembe kristaller oluşmuştu. Oluşan kristaller saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (665,55) için
Hesaplanan	: C: 57,74 H: 5,75 N: 8,41

Bulunan : C: 55,17 H: 5,93 N: 8,09

3.2.7. $[\text{Ni}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (5) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol 0,0025 mol (0,3869 g) nikel(II) sülfat (NiSO_4) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi eklendi. Altı hafta sonunda oluşan mavi kristaller saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz : $[\text{Ni}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (665,33) için

Hesaplanan : C: 57,76 H: 5,76 N: 8,41

Bulunan : C: 56,91 H: 5,43 N: 8,31

3.2.8. $[\text{Cu}_2(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_4(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2]$ (6) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,3990 g) bakır(II) sülfat (CuSO_4) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi eklendi. Üç hafta sonunda yeşil tek kristaller süzülerek ayrıldıktan sonra saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz : $[\text{Cu}_2(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_4(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2]$ (1024,04) için

Hesaplanan : C: 60,98 H: 5,51 N: 5,46

Bulunan : C: 60,84 H: 5,67 N: 8,77

3.2.9. $[\text{Zn}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})]$ (7) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,7189 g) çinko(II) sülfat heptahidrat ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi eklendi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi ilave edildi. On hafta sonunda oluşan renksiz kristaller saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz : $[\text{Zn}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})]$ (653,97) için

Hesaplanan : C: 58,76 H: 5,54 N: 8,5

Bulunan : C: 46,84 H: 6,13 N: 7,08

3.2.10. $[\text{Cd}(\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})]$ (8) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,641275 g) trikadminyum(II) sülfat oktahidrat ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi eklendi. Altı hafta sonunda beyaz kristaller süzülerek ayrıldıktan sonra saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Cd}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})]$ (702,72) için
Hesaplanan	: C: 54,82 H: 5,17 N: 7,98
Bulunan	: C: 54,01 H: 5,67 N: 7,92

3.2.11. $[\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (9) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,7027 g) kobalt(II) sülfat heptahidrat ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) isonikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi eklendi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi ilave edildi. Dokuz hafta sonunda oluşan koyu pembe kristaller saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (701,58) için
Hesaplanan	: C: 54,77 H: 6,03 N: 7,98
Bulunan	: C: 54,96 H: 6,22 N: 8,37

3.2.12. $[\text{Ni}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (10) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,3869 g) nikel(II) sülfat (NiSO_4) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) isonikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi eklendi. Dokuz hafta sonra oluşan mavi kristaller süzülerek ayrıldıktan sonra saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Ni}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (699,35) için
Hesaplanan	: C: 54,9 H: 5,76 N: 8,00
Bulunan	: C: 54,70 H: 6,24 N: 8,13

3.2.13. [Cu(C₁₀H₁₁O₂)₂(C₆H₆N₂O)₂] (11) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,3990 g) bakır(II) sülfat (CuSO₄) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) izonikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi eklendi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi ilave edildi. Birkaç gün sonra koyu mor renkli kristaller oluşmuştu. Kristaller saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: [Cu(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂] (634,13) için
Hesaplanan	: C: 60,60 H: 5,04 N: 8,83
Bulunan	: C: 54,70 H: 6,24 N: 8,13

3.2.14. [Zn(C₁₀H₁₁O₂)₂(C₆H₆N₂O)₂] (12) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol 0,0025 mol (0,7189 g) çinko(II) sülfat heptahidrat (ZnSO₄·7H₂O) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) izonikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi eklendi. Sekiz hafta sonunda oluşan renksiz kristaller saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: [Zn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂] (635,96)
Hesaplanan	: C: 60,43 H: 5,38 N: 8,80
Bulunan	: C: 56,87 H: 5,25 N: 8,20

3.2.15. [Cd(C₁₀H₁₁O₂)₂(C₆H₆N₂O)₂] (13) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,641275 g) trikadminyum(II) sülfat oktahidrat (3CdSO₄·8H₂O) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) izonikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi eklendi. İki hafta sonra oluşan beyaz kristaller oluşmuştu. Bu kristaller saf suyla yıkanarak oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: [Cd(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂] (682,99) için
Hesaplanan	: C: 56,27 H: 5,01 N: 8,19
Bulunan	: C: 56,87 H: 5,25 N: 8,20

3.2.16. $[\text{Mn}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (14) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,4222 g) mangan(II) sülfat monohidrat ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,89115 g) DENA'nın 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi eklendi. Üç hafta sonunda kirli beyaz kristaller saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Mn}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (773,76) için
Hesaplanan	: C: 60,49 H: 6,77 N:4,70
Bulunan	: C: 61,13 H: 6,74 N: 7,32

3.2.17. $[\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (15) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,7027 g) kobalt(II) sülfat (CoSO_4) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,89115 g) DENA'nın 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi eklendi. Üç hafta sonra pembe kristaller oluşmuştu. Kristaller süzülerek ayrıldıktan sonra saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (777,76) için
Hesaplanan	: C: 61,76 H: 6,99 N:7,20

3.2.18. $[\text{Cu}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ (16) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,3990 g) bakır(II)sülfat (CuSO_4) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,89115 g) DENA'nın 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 150 ml 0,005 mol NaTMB çözeltisi eklendi. Birkaç gün sonra oluşan eflatun renkli kristaller süzülerek ayrıldı ve saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Cu}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ (800,38) için
Hesaplanan	: C: 60,02 H: 7,05 N: 6,99
Bulunan	: C: 60,38 H: 6,33 N: 7,22

3.2.19 [Mn(C₁₁H₁₃O₂)₂(H₂O)] (17) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,4225 g) mangan(II) sülfat monohidrat (MnSO₄·H₂O) 100 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) izonikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. Bir hafta sonunda parlak beyaz kristaller süzülerek ayrıldıktan sonra saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: [Mn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (H ₂ O)] (437,35) için	
Hesaplanan	: C: 60,40	H: 6,45
Bulunan	: C: 56,59	H: 6,62

3.2.20. [Cu(C₁₁H₁₃O₂)₂(H₂O)] (18) Kompleksinin Sentezi

3.2.20.A [Cu(C₁₁H₁₃O₂)₂(H₂O)] 18A Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,3990 g) bakır(II) sülfat (CuSO₄) 100 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. Birkaç gün sonra oluşan gök mavi kristaller süzüldü. Saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: [Cu(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (H ₂ O)] (435,98) için	
Hesaplanan	: C: 60,60	H: 6,47
Bulunan	: C: 61,04	H: 6,17

3.2.20.B [Cu(C₁₁H₁₃O₂)₂(H₂O)] 18B Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,3990 g) bakır(II) sülfat (CuSO₄) 100ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) izonikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. Birkaç gün sonra oluşan gök mavi kristaller süzülerek ayrıldıktan sonra saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: [Cu(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (H ₂ O)] (435,98) için	
Hesaplanan	: C: 60,60	H: 6,47

Bulunan : C: 60,73 H: 6,85

3.2.20.C [Cu(C₁₁H₁₃O₂)₂(H₂O)] 18C Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,3990 g) bakır(II) sülfat (CuSO₄) 100 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,89115 g) DENA'nın 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. Birkaç gün sonra oluşan gök mavi kristaller süzülerek, saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz : [Cu(C₁₁H₁₃O₂)₂(H₂O)] (435,98) için

Hesaplanan : C: 60,60 H: 6,47

Bulunan : C: 59,94 H: 6,51

3.2.21. [Cd(C₁₁H₁₃O₂)₂(H₂O)₂].H₂O(19) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,641275 g) trikadminyum(II) sülfat oktahidrat (3CdSO₄.8H₂O) 50 ml suda çözümlenerek üzerine 150 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi ilave edildi. Hiçbir değişiklik gözlenmedi. Oda sıcaklığında kristaller oluşuncaya kadar bekletildi. İki hafta sonra oluşan parlak beyaz kristaller süzüldü. Saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz : [Cd(C₁₁H₁₃O₂)₂(H₂O)₂].H₂O (502,87) için

Hesaplanan : C: 52,54 H: 6,01

Bulunan : C: 51,08 H: 6,49

3.2.22. [Mn(C₁₁H₁₃O₂) (C₆H₆N₂O)₂(H₂O)₂].2H₂O (20) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol(0,4222 g) mangan(II) sülfat monohidrat(MnSO₄.H₂O) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi Bir hafta sonra oluşan parlak beyaz kristaller süzüldü. Saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz : [Mn(C₁₁H₁₃O₂)(C₆H₆N₂O)₂(H₂O)₂].2H₂O (725,63) için

Hesaplanan : C: 56,27 H: 6,38 N: 7,17

Bulunan : C: 56,39 H: 6,11 N: 7,77

3.2.23. $[\text{Co}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (21) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,70275g) kobalt(II) sülfat heptahidrat ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. Bir hafta sonra oluşan pembe kristaller süzülerek, saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Co}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (729,63) için
Hesaplanan	: C: 55,96 H: 6,35 N: 7,67
Bulunan	: C: 55,99 H: 6,29 N: 8,11

3.2.24. $[\text{Ni}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (22) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol(0,3869 g) nikel(II) sülfat (NiSO_4) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. Birkaç gün sonra oluşan parlak mavi kristaller süzüldü. Saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Ni}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$ (729,41) için
Hesaplanan	: C: 55,98 H: 6,35 N: 7,67
Bulunan	: C: 56,31 H: 5,77 N: 8,20

3.2.25. $[\text{Zn}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (23) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,7189 g) çinko(II) sülfat heptahidrat ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. Birkaç gün sonra oluşan mavi kristaller süzülerek ayrıldıktan sonra saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Zn}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (700,04) için
Hesaplanan	: C: 58,3 H: 6,04 N: 7,99
Bulunan	: C: 56,07 H: 6,52 N: 7,45

3.2.26. [Cd(C₁₁H₁₃O₂)₂(C₆H₆N₂O)(H₂O)] (24) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,64127 g) trikadminyum(II) sülfat oktahidrat (3CdSO₄·8H₂O) 50 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. Birkaç gün sonra oluşan parlak beyaz kristaller süzülde. Saf suyla yıkayıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: [Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O)(H ₂ O)] (606,95) için
Hesaplanan	: C: 55,40 H: 5,64 N: 4,61
Bulunan	: C: 55,28 H: 5,82 N: 4,91

3.2.27. [Co(C₁₁H₁₃O₂)₂(C₆H₆N₂O)₂(H₂O)₂] (25) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,70275 g) kobalt(II) sülfat heptahidrat (CoSO₄·7H₂O) 75 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) izonikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. İki hafta sonra oluşan pembe kristaller süzülerek ayrıldıktan sonra saf suyla yıkayıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: [Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂] (693,60) için
Hesaplanan	: C: 58,87 H: 6,10 N: 8,08
Bulunan	: C: 59,48 H: 5,21 N: 8,35

3.2.28. [Ni(C₁₁H₁₃O₂)₂(C₆H₆N₂O)₂(H₂O)₂] (26) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol(0,3869 g) nikel(II) sülfat (NiSO₄) 75 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) izonikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. İki hafta sonra oluşan açık mavi kristaller süzülerek, saf suyla yıkayıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: [Ni(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂] (693,38) için
Hesaplanan	: C: 58,89 H: 6,10 N: 8,07
Bulunan	: C: 60,24 H: 5,51 N: 8,27

3.2.29. $[\text{Zn}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})]$ (27) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,7189 g) çinko(II) sülfat heptahidrat ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 75 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) nikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. Bir hafta sonra oluşan beyaz kristaller süzülerek, saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Zn}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})]$ (541,90) için
Hesaplanan	: C: 62,05 H: 5,95 N: 5,16
Bulunan	: C: 61,59 H: 5,82 N: 5,26

3.2.30. $[\text{Cd}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (28) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,64127 g) trikadmiyum(II) sülfat oktahidrat ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) 75 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,6106 g) izonikotinamidin 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. Bir hafta sonra oluşan beyaz kristaller süzülüp, saf suyla yıkandı, oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Cd}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (689.01) için
Hesaplanan	: C: 48,80 H: 6,14 N: 4,06
Bulunan	: C: 49,39 H: 5,61 N: 4,27

3.2.31. $\text{Co}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (29) Kompleksinin Sentezi

0,0025 mol (0,70275 g) kobalt(II) sülfat heptahidrat ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 75 ml suda çözüldü. Üzerine 0,005 mol (0,89115 g) DENA'nın 25 ml sudaki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen karışım üzerine 200 ml 0,005 mol NaTBB çözeltisi eklendi. Birkaç gün sonra oluşan pembe kristaller süzülerek ayrıldıktan sonra saf suyla yıkanıp oda sıcaklığında kurutuldu.

Elemental Analiz	: $[\text{Co}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (805,814) için
Hesaplanan	: C: 62,59 H: 7,25 N: 6,95
Bulunan	: C: 62,93 H: 7,42 N: 7,12

4. BULGULAR

4.1. Infrared Spektrumları

Sentezlenen komplekslerin spektrum verileri Tablo 4.1-5'te, komplekslerin IR spektrumları ise Ek Şekil 3-29'da verilmiştir.

Tablo 4.1: Co(II) ve Mn(II) 2,4,6-Trimetilbenzoatların (1 ve 2) IR Spektrum Verileri

GRUPLAR	1	2
$\nu(\text{OH})$	3629	3634
$\nu(\text{C}=\text{C})_{\text{halka}}$	1612	1604
$\nu(\text{COO}^-)_{\text{as}}$	1534	1530
$\nu(\text{COO}^-)_{\text{s}}$	1400	1401
$\Delta \nu$	134	129
$\nu(\text{C-H})_{\text{aromatik halka}}$	3209	3189
$\nu(\text{C}=\text{O})$	1698	1700
$\nu(\text{C-H})$	2850 2950	2895 2940
$\nu(\text{M}=\text{O})$	615	608

Tablo 4.2: Metal(II) 2,4,6-Trimetilbenzoatların Nikotinamid Komplekslerinin IR Spek.Verileri

GRUPLAR	3	4	5	6	7	8
$\nu(\text{OH})$	3340	3628	3420	-	3396	3390
$\nu(\text{C}=\text{C})_{\text{halka}}$	1612	1620	1607	1605	1621	1618
$\nu(\text{COO}^-)_{\text{as}}$	1543	1520	1560	1437	1584	1539
$\nu(\text{COO}^-)_{\text{s}}$	1400	1381	1380	1388	1396	1399
$\Delta \nu$	143	139	180	49	188	140
$\nu(\text{NH})$	3156	3178	3305	3308	3111	3270
$\nu(\text{C-H})_{\text{aro.halka}}$	2940	3097	3093	3185	2952	3122
$\nu(\text{C-N})_{\text{py}}$	1031	1034	1035	1035	1033	1038
$\nu(\text{C-N})_{\text{amid}}$	1111	1112	1112	1190	1113	1113
$\nu(\text{C}=\text{O})$	1676	1700	1673	1663	1664	1669
$\nu(\text{C-H})$	2890 2920	2850 2917	2880 2999	2820 2922	2880 2919	2880 2920
$\nu(\text{M}=\text{O})$	605	605	649	620	647	641
$\nu(\text{M-N})$	437	437	434	448	459	450

Tablo 4.3: Metal(II) 2,4,6-Trimetilbenzoatların İzonikotinamid Komplekslerinin IR Spektrum Verileri.

GRUPLAR	9	10	11	12	13
$\nu(\text{OH})$	3380	3353	-	-	-
$\nu(\text{C}=\text{C})_{\text{halka}}$	1610	1633	1612	1619	1606
$\nu(\text{COO}^-)_{\text{as}}$	1550	1556	1567	1570	1550
$\nu(\text{COO}^-)_s$	1400	1415	1380	1421	1394
$\Delta \nu$	150	141	187	149	156
$\nu(\text{NH})$	3200	3196	3187	3148	3167
$\nu(\text{C-H})_{\text{aro. halka}}$	2960	2970	2950	2947	2952
$\nu(\text{C-N})_{\text{py}}$	1020	1016	1029	1027	1016
$\nu(\text{C-N})_{\text{amid}}$	1100	1115	1181	1111	1112
$\nu(\text{C}=\text{O})$	1700	1697	1697	1704	1674
$\nu(\text{C-H})$	2840 2915	2850 2940	2860 2919	2850 2917	2855 2917
$\nu(\text{M}=\text{O})$	620	614	621	639	610
$\nu(\text{M-N})$	450	443	435	450	438

Tablo 4.4: Metal(II) 4-*tert*-Butilbenzoatlar ile Onların Nikotinamid Komplekslerinin IR Spektrum Verileri.

GRUPLAR	14	15	16	17	18A	18B	18C	19
$\nu(\text{OH})$	3416	3399	3490	3624	3380	3392	3392	3388
$\nu(\text{C}=\text{C})_{\text{halka}}$	1620	1614	1624	1596	1609	1604	1608	1597
$\nu(\text{COO}^-)_{\text{as}}$	1480	1438	1433	1528	1556	1556	1556	1528
$\nu(\text{COO}^-)_{\text{s}}$	1304	1385	1304	1417	1394	1363	1397	1404
$\Delta \nu$	76	47	129	111	162	187	159	114
$\nu(\text{NH})$	-	-	-	-	-	-	-	-
$\nu(\text{C-H})_{\text{aro.halka}}$	3010	3070	3078	3054	3180	3069	3069	3067
$\nu(\text{C-N})_{\text{py}}$	1040	1051	1062	-	-	-	-	-
$\nu(\text{C-N})_{\text{amid}}$	1105	1110	1107	-	-	-	-	-
$\nu(\text{C}=\text{O})$	-	-	-	1673	1710	1705	1710	1672
$\nu(\text{C-H})$	2890 2921	2935 2981	2929 2982	2866 2963	2868 2963	2868	2868 2963	2865 2961
$\nu(\text{M}=\text{O})$	598	602	588	624	599	599	599	639
$\nu(\text{M-N})$	486	450	450	462	493	493	493	457

Tablo 4.5: Metal(II) 4-*tert*-Butilbenzoatların İzonikotinamid ve Dietilnikotinamid Komplekslerinin IR Spektrum Verileri.

GRUPLAR	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
$\nu(\text{OH})$	3508	3503	3502	3399	3473	3380	3373	-	3418	3411
$\nu(\text{C}=\text{C})_{\text{halka}}$	1598	1624	1610	1601	1604	1620	1615	1608	1610	1635
$\nu(\text{COO}^-)_{\text{as}}$	1527	1516	1525	1550	1530	1520	1557	1540	1524	1533
$\nu(\text{COO}^-)_s$	1386	1363	1397	1392	1401	1390	1397	1392	1401	1392
$\Delta \nu$	139	153	128	158	129	130	160	148	113	141
$\nu(\text{NH})$	3365	3358	3354	3220	3235	3310	3315	3362	3200	-
$\nu(\text{C-H})_{\text{halka}}$	3180	3180	3175	3050	2963	3090	3180	3178	3110	3100
$\nu(\text{C-N})_{\text{py}}$	1017	1016	1023	1020	1018	1020	1014	1016	1015	1014
$\nu(\text{C-N})_{\text{amid}}$	1148	1149	1139	1146	1148	1150	1147	1153	1146	1104
$\nu(\text{C}=\text{O})$	1687	1689	1683	1677	1676	1680	1696	1698	1678	1690
$\nu(\text{C-H})$	2869 2962	2870 2962	2860 2961	2867 2961	2865 2963	2870 2950	2867 2959	2870 2961	2867 2963	2869 2904
$\nu(\text{M}=\text{O})$	581	582	584	606	588	620	634	544	626	638
$\nu(\text{M-N})$	451	454	450	468	464	440	457	446	456	462

4.2. Termik Analiz

Tablo 4.6. (1) Kompleksinin Termik Analiz Verileri

<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i> <i>DTA Max.</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i> <i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i> <i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Katı Bozunma</i> <i>Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Co(C ₁₀ H ₁₂ O ₂) ₂ (H ₂ O) ₃].2H ₂ O							Açık Pembe
M.A. = 475,386							
1	60-150	136 (-)	5H ₂ O	18,34-18,93	Co(C ₁₀ H ₁₂ O ₂) ₂		
2	150-390	390 (-)		68,58-69,07			
3	390-492	431 (-)		86,92-84,42		CoO+kömür	Siyah

Tablo 4.7. (2) Kompleksinin Termik Analiz Verileri

<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i> <i>DTA Max.</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i> <i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i> <i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Katı Bozunma</i> <i>Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Mn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (H ₂ O) ₃].2H ₂ O							Beyaz
M.A. = 471,38							
1	65-150	101(-)					
2	150-250	221(-)	5H ₂ O	16,46-17,81	Mn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂		
3	250-325	311(-)	C ₁₀ H ₁₁ O ₂	23,22-34,83	Mn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂)		
4	325-500	466(-)	C ₁₀ H ₁₁ O ₂	40,22-34,83			
				18,18-18,44		MnO	Siyah
					81,82-81,56		

Tablo 4.8. (3) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma</i>	<i>Renk</i>
		<i>DTA Max.</i>		<i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Ürünü</i>	
[Mn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].H ₂ O							Beyaz
M.A. = 475,386							
1	60-175	105 (-)	3H ₂ O	6,96-7,94		Mn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
2	175-275	287 (-)		14,69-17,97		Mn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O)	
3	275-525	378 (-)		64,31-66,29			
4	525-800	767(-)		10,00-11,61		Mn ₂ O ₃ (+ kömür)	Siyah
				90,00-88,39			
Tablo 4.9. (4) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma</i>	<i>Renk</i>
		<i>DTA Max.</i>		<i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Ürünü</i>	
Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂							Pembe
M.A. = 665,5							
1	50-130	115(-)	H ₂ O	4,17-5,45		Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O)	
2	130-250	156(-)	H ₂ O	5,03-5,45		Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
3	250-325	295(-)	C ₆ H ₆ N ₂ O	25,83-16,84		Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O)	
4	325-475	488(-)	C ₁₀ H ₁₁ O ₂	24,67- 21,93		Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂)(C ₆ H ₆ N ₂ O)	
5	500-800	779(-)	(C ₁₀ H ₁₁ O ₂)+(C ₆ H ₆ N ₂ O)	23,10-41,51			
				14,81-12,46		CoO+kömür	Siyah
					84,87- 87,06		

Tablo 4.10.(5) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma</i>	<i>Renk</i>
	<i>DTA Max.</i>			<i>Deneyssel – Teorik</i>	<i>Deneyssel –Teorik</i>	<i>Ürünü</i>	
Ni(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂							Mavi
M.A. = 665,33							
1	120-240	198(-)	2H ₂ O	5,86-5,41		Ni(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
2	240-370	326 (-)	2 C ₆ H ₆ N ₂ O	32,93-36,70		Ni(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂	
3			2 C ₁₀ H ₁₁ O ₂	43,60-49,35			
				13,89-11,22		NiO+kömür	Siyah
					86,11-88,78		
Tablo 4.11.(6) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma</i>	<i>Renk</i>
	<i>DTA Max.</i>			<i>Deneyssel – Teorik</i>	<i>Deneyssel –Teorik</i>	<i>Ürünü</i>	
[Cu ₂ (C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₄ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂]							Yeşil
M.A. = 1024,04							
1	250-440	279(-)	(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₄ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	80,09-86,02			
2	440-770	628(-)					
				17,87-15,54		CuO	Siyah
					82,13-84,57		

Tablo 4.12. (7) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i> <i>DTA Max.</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i> <i>Deneyssel – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i> <i>Deneyssel –Teorik</i>	<i>Katı Bozunma</i> <i>Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Zn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O)] M.A. = 653,97							Renksiz
1	60-120	92 (-)					
2	120-275	269(-)	H ₂ O	3,80-2,76		Zn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
3	275-350	299(-)					
4	350-390	365(-)	2C ₆ H ₆ N ₂ O	38,05-37,34			
5	450-550	438(-)	2C ₁₀ H ₁₁ O ₂	44,36-49,91			
6	550-850	830 (-)		13,49-12,44		ZnO	Beyaz
					86,51-87,56		
Tablo 4.13. (8) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i> <i>DTA Max.</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i> <i>Deneyssel – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i> <i>Deneyssel –Teorik</i>	<i>Katı Bozunma</i> <i>Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Cd(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O)] M.A. = 702,72							Beyaz
1	60-225	196(-)	H ₂ O	4,11-2,56		Cd(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
2	225-330	297(-)					
3	330-450	375(-)	2C ₆ H ₆ N ₂ O	36,92-34,76			
4	450-660	585(-)	2 C ₁₀ H ₁₁ O ₂	52,72-46,45			
				4,67-15,99		CdO	Beyaz
					95,33-84,01		

Tablo 4.14. (9) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma</i>	<i>Renk</i>
	<i>DTA Max.</i>			<i>Deneysel – Teorik</i>	<i>Deneysel –Teorik</i>	<i>Ürünü</i>	
[Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].2H ₂ O							Pembe
M.A. = 701,58							
1	75-150	114(-)	4H ₂ O	10,20-10,26		Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
2	150-300	287(-)					
3	300-450	378(-)	2C ₆ H ₆ N ₂ O	35,87-34,81		Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂	
4	450-650	422(-)	2C ₁₀ H ₁₁ O ₂	38,57-46,80			
				2,78-10,68		CoO	Siyah
					87,22-90,32		
Tablo 4.15. (10) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma</i>	<i>Renk</i>
	<i>DTA Max.</i>			<i>Deneysel – Teorik</i>	<i>Deneysel –Teorik</i>	<i>Ürünü</i>	
[Ni(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].2H ₂ O							Mavi
M.A. = 699,35							
1	100-275	128(-)	4H ₂ O	10,32-10,29		Ni(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
2	275-375	340(-)	2C ₆ H ₆ N ₂ O	38,28-34,92		Ni(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂	
3	380-550	398(-)	2C ₁₀ H ₁₁ O ₂	38,64-46,95			
				9,69-10,67		NiO	Siyah
					91,31-89,33		

Tablo 4.16. (11) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma</i>	<i>Renk</i>
		<i>DTA Max.</i>		<i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Ürünü</i>	
[Cu(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂] M.A. = 634,13							Mor
1	200-800	261(-)	(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	81,79-90,29 9,69-10,67	91,33-89,03	Cu	Siyah
Tablo 4.17. (12) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma</i>	<i>Renk</i>
		<i>DTA Max.</i>		<i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Ürünü</i>	
[Zn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂] M.A. =635,96							Renksiz
1	200-290	261(-)					
2	290-400	300(-)	C ₁₀ H ₁₁ O ₂	34,48-25,81	Zn(C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂		
3	400-550	419(-)		40,41-38,40			
4	550-850	819(-)		13,08- 16,10	ZnO	Siyah	
					86,92- 83,9		

Tablo 4.18. (13) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma Ürünü</i>	<i>Renk</i>
		<i>DTA Max.</i>		<i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>DeneySEL – Teorik</i>		
[Cd(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂]							Beyaz
M.A. = 699,35							
	100-200	109(-)					
1	200-350	312 (-)	C ₁₀ H ₁₁ O ₂	21,97-24,04		Cd(C ₁₀ H ₁₁ O ₂)(C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
2	350-550	382(-)	C ₁₀ H ₁₁ O ₂ + 2C ₆ H ₆ N ₂ O	48,13-35,76			
3	550-800	656(-)			91,11-76,25	CdO	Beyaz
Tablo 4.19. (14) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma Ürünü</i>	<i>Renk</i>
		<i>DTA Max.</i>		<i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>DeneySEL – Teorik</i>		
[Mn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂]							Beyaz
M.A. =773,76							
1	80-150	118(-)					
2	150-200	160(-)	2H ₂ O	5,45-4,65		Mn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂	
3	200-290	206(-)	C ₁₀ H ₁₁ O ₂	21,49-21,22		Mn(C ₁₀ H ₁₁ O ₂)(C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂	
		274(-)					
4	290-700	396(-)					
		461(-)					
		653(-)	C ₁₀ H ₁₁ O ₂ +2C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O	38,78-67,28			
				5,39- 7,09		MnO	Siyah
					94,61-90,82		

Tablo 4.20.(15) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Stc. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma</i>	<i>Renk</i>
		<i>DTA Max.</i>		<i>Deneysel – Teorik</i>	<i>Deneysel –Teorik</i>	<i>Ürünü</i>	
[Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂]							Pembe
M.A. = 777,76							
1	100-150	102(-)					
		138(-)	2H ₂ O	5,07-4,62		Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂	
3	200-250	246(-)	C ₁₀ H ₁₁ O ₂	25,96-21,11		Co(C ₁₀ H ₁₁ O ₂)(C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂	
4	250-450	433(-)					
				14,59-7,57		CoO+kömür	Siyah
					85,41-92,43		
Tablo 4.21.(16) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Stc. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma</i>	<i>Renk</i>
		<i>DTA Max.</i>		<i>Deneysel – Teorik</i>	<i>Deneysel –Teorik</i>	<i>Ürünü</i>	
[Cu(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].H ₂ O							Eflatun
M.A. = 800,38							
1	60-130	126(-)	2H ₂ O	2,43-2,24		Cu(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂	
2	130-200	142(-)	2H ₂ O	4,32-4,50		Cu(C ₁₀ H ₁₁ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂	
3	200-450	277(-)		81,46-85,56			
				9,64-9,94		CuO	Siyah
					90,36-90,06		

Tablo 4.22. (17) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i> <i>DTA Max.</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i> <i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i> <i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Katı Bozunma</i> <i>Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Mn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (H ₂ O)]							Beyaz
M.A. = 437,35							
1	80-150	116(-)	H ₂ O	3,56-4,11		[Mn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
2	150-190	167(-)					
3	190-430	257(-)					
4	430-600	487(-)	2C ₁₁ H ₁₃ O ₂	80,10-83,04	83,67- 82,41	MnO	Siyah
Tablo 4.23. (18A) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i> <i>DTA Max.</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i> <i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i> <i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Katı Bozunma</i> <i>Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Cu(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (H ₂ O)]							Gök Mavi
M.A. = 435,98							
1	90-120	99(-)					
2	120-220	151(-)	H ₂ O	3,52-4,12		Cu(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
3	220-330	307(-)					
4	330-550		2C ₁₁ H ₁₃ O ₂	79,95-81,30 16,52-18,05	83,48-81,95	CuO	Siyah

Tablo 4.24. (18B) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma Ürünü</i>	<i>Renk</i>
		<i>DTA Max.</i>		<i>Deneysel – Teorik</i>	<i>Deneysel –Teorik</i>		
[Cu(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (H ₂ O)]							Gök Mavi
M.A. = 435,98							
1	90-130	97(-)					
2	130-200	154 (-)	H ₂ O	4,28-4,12		Cu(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
3	200-360	329(-)					
4	330-570	404 (-)	2C ₁₁ H ₁₃ O ₂	77,02-81,75			
				17,02-18,05		CuO	Siyah
					82,98-81,95		
Tablo 4.25. (18C) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma Ürünü</i>	<i>Renk</i>
		<i>DTA Max.</i>		<i>Deneysel – Teorik</i>	<i>Deneysel –Teorik</i>		
[Cu(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (H ₂ O)]							Gök Mavi
M.A. = 435,98							
1	60-100	99(-)					
2	100-170	151(-)	H ₂ O	3,93-4,12		Cu(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
3	170-300	307(-)					
4	300-550	330(-)	2C ₁₁ H ₁₃ O ₂	76,66-81,73			
				17,32-18,05		CuO	Siyah
					82,68-81,95		

Tablo 4.26. (19) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i> <i>DTA Max.</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i> <i>Deneyssel – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i> <i>Deneyssel –Teorik</i>	<i>Katı Bozunma</i> <i>Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (H ₂ O) ₂].H ₂ O							Beyaz
M.A. = 502,86							
1	75-140	94(-)	2H ₂ O	11,15-10,15		Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
2	140-530	349(-)					
		391(-)					
		415(-)	2C ₁₁ H ₁₃ O ₂	60,90-70,88			
					89,89- 90,17	Cd	Beyaz
Tablo 4.27. (20) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i> <i>DTA Max.</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i> <i>Deneyssel – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i> <i>Deneyssel –Teorik</i>	<i>Katı Bozunma</i> <i>Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Mn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].2H ₂ O							Beyaz
M.A. =725,63							
1	75-140	134(-)					
2	150-200	149(-)	4H ₂ O	10,06-9,93		Mn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
3	200-350	260(-)					
4	350-450	312(-)	2C ₆ H ₆ N ₂ O	34,38-33,65		Mn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
5	450-500	468(-)	2C ₁₁ H ₁₃ O ₂	45,07-48,85			
		486(-)					
				10,51-9,80		MnO	Siyah
					89,49-90,20		

Tablo 4.28. (21) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C DTA Max.</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı % DeneySEL – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı % DeneySEL – Teorik</i>	<i>Katı Bozunma Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].2H ₂ O M.A. =729,63							Pembe
1	70-150	121(-)	2H ₂ O	4,45-4,94	88,18-89,85	Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂ Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
2	150-180	134(-)	2H ₂ O	5,55-4,94			
3	200-300	268(-) 285(-)					
4	300-400	304(-)	2C ₆ H ₆ N ₂ O	36,47-33,47		Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
5	400-470	449(-) 559(-)	2C ₁₁ H ₁₃ O ₂	35,34-48,85 11,82-11,37		CoO	Siyah
Tablo 4.29. (22) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C DTA Max.</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı % DeneySEL – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı % DeneySEL – Teorik</i>	<i>Katı Bozunma Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Ni(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂].2H ₂ O M.A. =729,41							Mavi
1	60-130	110(-)	2H ₂ O	4,80-4,94	92,45-91,95	Ni(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂ Ni(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
2	130-250	149(-)	2H ₂ O	4,91-4,94			
3	250-330	322(-)					
4	330-375	342(-)	2C ₆ H ₆ N ₂ O	36,78-33,48		Ni(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
5	375-550	412(-)	2C ₁₁ H ₁₃ O ₂	48,47-48,59 7,55-8,05		NiO+kömür	Siyah

Tablo 4.30. (23) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C DTA Max.</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı % Deneyssel – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı % Deneyssel – Teorik</i>	<i>Katı Bozunma Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Zn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂] M.A. =700,04							Mavi
1	60-150	118(-)					
2	150-250	153(-) 198(-)	2H ₂ O	5,68-5,14		Zn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
3	250-400	268(-)	C ₆ H ₆ N ₂ O	23,65-17,45		Zn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O)	
4	400-600	424(-) 466(-) 500(-) 725(-)	2C ₁₁ H ₁₃ O ₂ +C ₆ H ₆ N ₂ O	55,05- 50,91			
					95,81-82,82	Zn	Beyaz
Tablo 4.31. (24) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C DTA Max.</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı % Deneyssel – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı % Deneyssel – Teorik</i>	<i>Katı Bozunma Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O)(H ₂ O)] M.A. =606,95							Beyaz
1	100-170	144(-)	H ₂ O	2,99-4,93		Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O)	
2	170-280	269(-)					
3	280-350	331(-)	C ₆ H ₆ N ₂ O	19,89-20,12		Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
4	350-450	410(-) 776(-)	2C ₁₁ H ₁₃ O ₂	56,45-58,72			
				16,98-18,52		Cd	Gri
					83,02-81,48		

Tablo 4.32. (25) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma Ürünü</i>	<i>Renk</i>
		<i>DTA Max.</i>		<i>Deneysel – Teorik</i>	<i>Deneysel – Teorik</i>		
[Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂]							Pembe
M.A. = 693,60							
1	100-200	174(-)	2H ₂ O	5,25-5,20		Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
2	200-260	237(-)					
3	260-335	296(-)	2C ₆ H ₆ N ₂ O	35,44-35,21		Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
4	335-650	439(-)	2C ₁₁ H ₁₃ O ₂	55,71-51,10			
		771(-)			12,07-11,96	Co ₂ O ₃	Gri
					87,93-88,04		
Tablo 4.33. (26) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sıc. °C</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i>	<i>Katı Bozunma Ürünü</i>	<i>Renk</i>
		<i>DTA Max.</i>		<i>Deneysel – Teorik</i>	<i>Deneysel – Teorik</i>		
[Ni(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂]							Açık Mavi
M.A. = 693,38							
1	175-250	209(-)	2H ₂ O	5,63-5,20		Ni(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O) ₂	
2	250-350	268(-)					
3		327(-)	2C ₆ H ₆ N ₂ O	37,66-35,22		Ni(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
4	350-480	440(-)	2C ₁₁ H ₁₃ O ₂	55,91-51,40			
				11,50-10,77		NiO	Siyah
					88,50-89,23		

Tablo 4.34. (27) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i> <i>DTA Max.</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i> <i>Deneyssel – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i> <i>Deneyssel –Teorik</i>	<i>Katı Bozunma</i> <i>Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Zn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O)] M.A. = 541,90							Beyaz
1	220-325	291(-)	C ₆ H ₆ N ₂ O	22,29-22,54		Zn(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
2	325-570	414(-)	C ₁₁ H ₁₃ O ₂	57,25-65,40			
3	570-800	726(-)		9,20-12,06		Zn	Beyaz
					91,80-87,94		
Tablo 4.35. (28) Kompleksinin Termik Analiz Verileri							
<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i> <i>DTA Max.</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i> <i>Deneyssel – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i> <i>Deneyssel –Teorik</i>	<i>Katı Bozunma</i> <i>Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O)(H ₂ O)].4H ₂ O M.A. = 689,01							Beyaz
1	50-145	100(-)	5H ₂ O	13,51-13,08		Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₆ H ₆ N ₂ O)	
2	145-215	199(-)					
3	250-360	261(-)					
4	360-445	313(-)	C ₆ H ₆ N ₂ O	21,52-17,72		Cd(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂	
5	430-700	395(-) 420(-) 560(-)	2C ₁₁ H ₁₃ O ₂	43,27-51,44			
				16,46-16,31		Cd	Gri
					83,54-83,69		

Tablo 4.36. (29) Kompleksinin Termik Analiz Verileri

<i>Bileşik</i>	<i>Sıcaklık Aralığı °C</i>	<i>Max. Boz. Sic. °C</i> <i>DTA Max.</i>	<i>Uzaklaşan Grup</i>	<i>Ağırlık Kaybı %</i> <i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Top. Ağırlık Kaybı %</i> <i>DeneySEL – Teorik</i>	<i>Katı Bozunma</i> <i>Ürünü</i>	<i>Renk</i>
[Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂] M.A. = 805,81							Pembe
1	70-130	99(-)	2H ₂ O	3,87-4,47		Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂	
2	120-265	250(-)	C ₁₁ H ₁₃ O ₂	21,06- 21,99		Co(C ₁₁ H ₁₃ O ₂)(C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂	
3	265-370	342(-)	C ₁₁ H ₁₃ O ₂	21,97-21,99		Co(C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂	
4	370-550	454(-)	2C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O	42,27-44,23			
				7,71-7,31		Co	Siyah
					92,29-92,69		

4.3. NMR Spektroskopisi Tablosu

Bazı komplekslerin ^1H -NMR Spektrum Verileri (400 Mhz, DMSO- d_6 , δ /ppm) Tablo 4.37 'da verilmiştir.

Tablo 4.37: ^1H -NMR Spektrum Verileri

Bileşik No	CH ₃ (etil)	H ₂ O	NH ₂	Aromatik H	Piridin H
7	2,19 (m,9H)	2,43-3,34 (s,2H)	8,12(d,2H) 7,55(d,2H)	6,73(s,2H)	7,48(m,2H) 8,20(d,2H) 8,69(d,H) 9,02(s,H)
8	2,19 (m,9H)	2,50-3,33 (s,2H)	8,12(d,H) 7,53(s,H)	6,73(s,2H)	7,46(dt,2H) 8,16(dd,2H) 8,71(d,H) 9,02(d,H)
12	2,19(m,9H)	2,46-3,34 (s,2H)	8,20(s,H) 7,67(s,H)	6,70(s,2H)	7,76(dd,3H) 8,69(s,2H) 8,20(s,H)
23	1,26(m,18H)	2,46-3,33 (s,2H)	8,12(m,H) 7,52(s,H)	7,87(m,4H) 7,38 (m,4H)	9,00(s,2H) 8,69(d,H) 8,20(d,2H) 7,46(m,H)
24	1,23(m,18H)	2,46-3,34 (s,2H)	8,08(s,H) 7,55(s,H)	7,87(m,4H) 7,38(m,4H)	8,99(s,1H) 8,66(d,1H) 8,14(d,2H) 7,48(m,2H)

4.4. UV Görünür Bölge Spektrumu Tablosu

Bazı komplekslerin UV-görünür bölge değerleri Tablo 4.38'de verilmiştir.

Tablo 4.38: Sentezlenen Komplekslerin UV-Görünür Bölge Değerleri

Kompleksler	λ_{\max} (nm)
Metal(II) 2,4,6-trimetilbenzoat	
$[\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (1)	398,520,730
$[\text{Mn}(\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (2)	297,395,730
Metal(II) 2,4,6-trimetilbenzoat-nikotinamid	
$[\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (4)	293,399, 518
$[\text{Ni}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (5)	293,399, 730
$[\text{Cu}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_4(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2]$ (6)	303, 730
$[\text{Zn}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})]$ (7)	292, 398, 730
$[\text{Cd}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})]$ (8)	293, 399, 731
Metal(II) 2,4,6-trimetilbenzoat-izonikotinamid	
$[\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (9)	290,295,730
$[\text{Cu}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2]$ (11)	302,730
$[\text{Cd}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2]$ (13)	293, 398, 730

Tablo 4.38 (Devam): Sentezlenen Komplekslerin UV-Görünür Bölge Değerleri

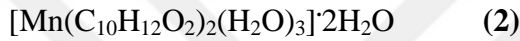
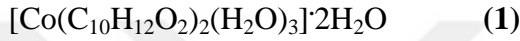
Metal(II) 4-tert-bütilbenzoat		
$[\text{Cu}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{H}_2\text{O})]$	(18A)	295, 730
$[\text{Cu}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{H}_2\text{O})]$	(18B)	295, 730
$[\text{Cu}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{H}_2\text{O})]$	(18C)	295, 730
$[\text{Cd}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	(19)	295, 398, 730
$[\text{Mn}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2]$	(20)	293, 399, 730
$[\text{Co}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2].2 \text{H}_2\text{O}$	(21)	293,399,520, 730
$[\text{Ni}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2 (\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2].2 \text{H}_2\text{O}$	(22)	294,396, 730
$[\text{Zn}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2 (\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	(23)	298, 397,730
Metal(II) 4-tert-bütilbenzoat-izonikotinamid		
$[\text{Co}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	(25)	293, 399,730
$[\text{Ni}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2 (\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	(26)	298, 398,730
$[\text{Zn}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2 (\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})]$	(27)	293, 399,730
$[\text{Cd}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})].4 \text{H}_2\text{O}$	(28)	293, 399,730
Metal(II) 4-tert-bütilbenzoat-dietilnikotinamid		
$[\text{Co}(\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{O}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	(29)	296, 396, 730

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

5.1. Spektroskopik ve Termogravimetrik Sonuçlar

5.1.1. Co(II) ve Mn(II) 2,4,6-Trimetilbenzoat Kompleksleri

Sentezlenen iki adet TMB kompleksinden **1** ve **2** no'lu kompleks farklı bir yöntemlerle başka araştırmacı(lar) tarafından da sentezlenmiştir [39]. **1** ve **2** komplekslerindeki metal(II)-2,4,6-trimetilbenzoat oranı 1:2 şeklinde olduğu belirlenmiştir. Yapılan elemental analiz sonuçlarına göre komplekslerin formülleri şöyledir:



Bu komplekslerin IR spektrum pik değerleri Tablo 4.1'de verilmiştir. Bu iki kompleksin IR spektrumları ise Ek Şekil 3 ve 4'de görülmektedir.

2,4,6-Trimetilbenzoik asidin karbonil grubu için soğurma bantları 1686 cm^{-1} iken (ek Şekil.1) **1** ve **2** komplekslerinde asimetric ve simetric COO^- için titreşimleri 1534 cm^{-1} ve 1400 cm^{-1} (**1**), 1530 cm^{-1} ve 1401 cm^{-1} (**2**) de görülmüştür. Asidin asimetric ve simetric COO^- titreşimi arasındaki fark 52 cm^{-1} iken bu fark **1** no'lu komplekste 134 cm^{-1} , **2** no'lu komplekste 129 cm^{-1} olarak görülmüştür. Bu sonuçlar TMB anyonlarının metallere monodentat şeklinde bağlandığını göstermektedir [161].

Ayrıca 600 cm^{-1} altında M-O ve M-N bağlanmaları görülür. $3500 - 3100 \text{ cm}^{-1}$ aralığında kompleksteki suyun OH grubundan dolayı soğurma pikleri görülür ve yine bu bölgedeki bant genişlemesi O-H gruplarının hidrojen bağı etkileşimlerini göstermektedir.

Moleküllerin varlığından dolayı UV görünür bölgedeki ışınlar absorblanır ve bu elektronik uyarılmaya sebep olur. Bu uyarılma sonucu elektronlar buldukları enerji seviyesinden bir üst enerji seviyesine geçerler. Geniş UV bantları da bu UV absorpsiyonu sonucu görülür. Geçiş metalleri ve komplekslerinin elektronik geçişleri UV görünür bölge spektroskopisiyle incelenebilir. Sentezlenen bu kompleksler için

çözücü olarak metil alkol kullanılmıştır. Komplekslerin UV spektrumları incelendiğinde (Ek Şekil.71 ve 72) **1** no'lu Co(II) kompleksinde 398, 520, 730 nm üç bant görülürken ve **2** no'lu Mn(II) kompleksinde 297, 395, 730 nm'de üç bant görülmektedir (Tablo 4.38). Bu absorsiyon bantları literatüre göre de metal atomunun d orbitalindeki *d-d* geçişinden kaynaklandığını göstermektedir [162].

1 kompleksinin DTG eğrisinde (Ek Şekil 34) 136, 390, 431, 725 °C (endotermik) maksimum sıcaklığa denk gelen üç bozunma basamağı görülmektedir. İlk basamakta kompleks beş mol suyunu kaybetmiştir (deneysel 18,34-teorik 19,10). Susuz kompleks 150-380 °C aralığında dayanıklı olup, bundan sonra organik kısmını kaybetmeğe başladığı görülmüştür (390 ve 492 °C'da iki maksimum pik) (deneysel %68,58-teorik %69,07). Kompleksten geriye kömür kaldığı düşünülmektedir (Tablo 4.6) .

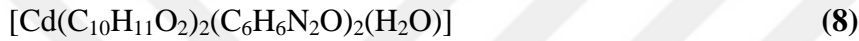
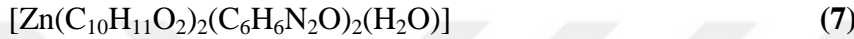
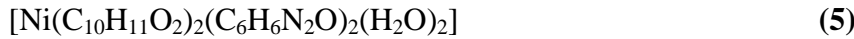
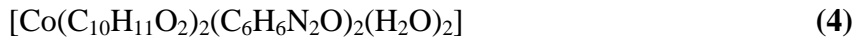
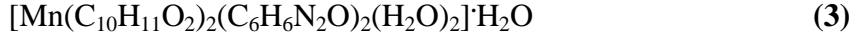
2 kompleksinin DTG eğrisinde (Ek Şekil.35) 101, 221, 311, 466 °C (endotermik) maksimum sıcaklığa denk gelen dört bozunma basamağı görülmektedir. İlk adımda kompleks üç mol suyunu (deneysel 8,94-teorik 10,18), ikinci adımda kalan iki mol suyunu kaybetmiştir (deneysel 7,52-teorik 7,63). Susuz Co(II) kompleksinden farklı olarak susuz Mn(II) kompleksi dayanıksız olup 250 °C'dan itibaren bozulmaya başlamıştır. 250-325 °C aralığında kompleks bir mol TMB (deneysel %23,22-teorik %34,83) ve 375-500 °C aralığında kalan bir mol TMB'yı (deneysel 40,22-teorik 34,83) kaybetmiştir. Kompleksten geriye MnO kaldığı hesaplanmıştır (deneysel %18,18-teorik %18,44) (Tablo 4.7).

Termal analiz sonuçlarına bakılarak komplekslerde ilk olarak yapıdan önce su moleküllerinin uzaklaştığı ve bozunmadan sonra kalan ürünler uygun metaller ve metal oksitleri olduğu belirlenmiştir. Komplekslerde **1** no'lu kompleks suyunu tek adımda **2** no'lu kompleks suyunu iki adımda kaybetmiştir. Gerek sulu, gerekse de susuz komplekslerin dayanıklıları aşağıdaki sıraya göre değişmektedir: **1** > **2**.

5.1.2. 2,4,6-Trimetilbenzoat / Nikotinamid Kompleksleri

İlk kez sentezlenen altı adet TMB / NA komplekslerinden **3**, **4**, **5**, **7**, **8** no'lu komplekslerin metal(II) : 2,4,6-Trimetilbenzoat : nikotinamid oranı 1 : 2 : 2 şeklindeyken, **6** no'lu komplekste ise bu oranın 1 : 2 : 1 şeklinde olduğu tespit edilmiştir.

Yapılan elemental analiz sonuçlarına göre komplekslerin formülleri aşağıdaki gibidir:



Bu komplekslerin IR spektrum pik değerleri Tablo 4.2'de, IR spektrumları ise Ek Şekil 5-10'de verilmiştir.

Yukarıda anıldığı gibi 2,4,6-Trimetilbenzoik asidin karbonil grubunun soğurma bandı 1686 cm^{-1} 'de görülürken (Ek Şekil 1), bu komplekslerde asimetrik ve simetrik COO^- titreşimleri 1543 cm^{-1} ve 1400 cm^{-1} (**3**), 1520 cm^{-1} ve 1381 cm^{-1} (**4**), 1560 cm^{-1} ve 1380 cm^{-1} (**5**), 1437 cm^{-1} ve 1388 cm^{-1} (**6**), 1584 cm^{-1} ve 1396 cm^{-1} (**7**), 1539 cm^{-1} ve 1399 cm^{-1} (**8**)'de görülüyor. Asimetrik ve simetrik COO^- titreşimi arasındaki fark komplekslerde 143 cm^{-1} (**3**), 139 cm^{-1} (**4**), 180 cm^{-1} (**5**), 49 cm^{-1} (**6**), 188 cm^{-1} (**7**), 140 cm^{-1} (**8**) olarak görülmüştür. Bu sonuçlara göre **6** no'lu komplekste TMB anyonu metale bidentat bağlanırken, **3**, **4**, **5**, **7**, **8** no'lu komplekslerde ise TMB anyonlarının monodentat rol oynadıkları düşünülmektedir [161].

Nikotinamidin karbonil grubunun titreşimi 1681 cm^{-1} de iken, komplekslerde 1676 cm^{-1} (**3**), 1700 cm^{-1} (**4**), 1673 cm^{-1} (**5**), 1663 cm^{-1} (**6**), 1664 cm^{-1} (**7**), 1669 cm^{-1} (**8**) alanlarında kuvvetli valans titreşimleri gözlemlenmektedir. Literatüre göre bu sonuçlara uygun olarak nikotinamid ligandının amid grubundan koordinasyona bir katılma olmadığı görülür [161]. Nikotinamidde piridin halkasının C-N bağının absorpsiyon bantları 1030 cm^{-1} iken, komplekslerde 1031 cm^{-1} (**3**), 1034 cm^{-1} (**4**), 1035 cm^{-1} (**5**), 1035 cm^{-1} (**6**), 1033 cm^{-1} (**7**), 1038 cm^{-1} (**8**) alanlarında pikler görülüyor ki, bu da

piridin halkasındaki azot atomunun koordinasyona katıldığını gösterir. Nikotinamidin NH₂ grubunun N-H gerilme piki 3367 cm⁻¹ de iken, komplekslerde bu değer 3156 cm⁻¹ (**3**), 3178 cm⁻¹ (**4**), 3305 cm⁻¹ (**5**), 3308 cm⁻¹ (**6**), 3111 cm⁻¹ (**7**), 3270 cm⁻¹ (**8**) titreşim frekanslarında görülmektedir. 600 cm⁻¹ altında M-O ve M-N bağlarına ait pikler görülür. 3500 – 3100 cm⁻¹ aralığında komplekslerdeki suyun OH grubundan dolayı soğurma pikleri görülmektedir. Yine bu bölgedeki bant genişlemesi O-H ve N-H gruplarının hidrojen bağı etkileşimlerinden ileri gelmektedir.

Komplekslerin UV spektrumları incelendiğinde (Ek Şekil 72,73,74,75,76) **4** no'lu Co(II) kompleksinde 293, 399, 518 nm'de üç bant, **5**, **7** ve **8** komplekslerinde ise yaklaşık olarak 293, 399 ve 731nm'de üç bant görülmektedir. **6** no'lu Cu(II) kompleksinde ise 303, 730 nm'de iki bant görülmüştür (Tablo 4.38). Bu absorpsiyon bantları literatüre göre de metal atomunun d orbitalindeki *d-d* geçişinden kaynaklanmaktadır [162].

Bu kısımda sentezlenen komplekslerin ¹H-NMR spektrumları DMSO-d₆'da alınmıştır. Elde edilen pikler ve piklerin kayma değerleri yeni yapıların aydınlatılmasını yardımcı olmuştur. Elde edilen pik değerleri tablo halinde özetlenmiştir.

7 no'lu kompleks δ2,19 ppm civarında asit grubuna bağlı metil grupları protonları, δ2,43-3,34 ppm civarında H₂O protonları, δ6,73 ppm civarında aromatik hidrojen protonları analiz edilmiştir (Ek Şekil 65) (Tablo 4.37).

8 no'lu kompleks δ2,19 ppm civarında asit grubuna bağlı metil grupları protonları, δ6,73 ppm civarında aromatik hidrojen protonları bulunduğu tespit edilmiştir (Ek Şekil 66) (Tablo 4.37).

3 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 36) 105, 249, 287, 378, 455, 767 °C (endotermik) maksimum sıcaklığa denk gelen beş bozulma basamağı görülmektedir. 105 °C'da görülen endotermik pik kompleksten üç mol suyun ayrılmasına uygun gelmektedir (deneysel %6,96-teorik %7,94). 125-175 °C sıcaklık aralığında susuz kompleks dayanıklı olup, 175-275 °C aralığında bir mol NA'yı kaybetmiştir (deneysel

%14,69-teorik %17,97). Son adımda 275-525 °C aralığında bir mol NA ile birlikte iki mol de TMB yapıdan uzaklaşmıştır (deneysel 64,31-teorik 66,29). Kompleksten geriye Mn_2O_3 (ve kömür kaldığı) düşünülmektedir (deneysel %10,00-teorik %11,61) (Tablo 4.8).

4 kompleksinin DTG eğrisinde (Ek Şekil 37) 115, 156, 295, 379, 420, 441, 779 °C (endotermik) maksimum sıcaklıklara denk gelen bozunma basamakları görülmektedir. İlk aralıkta kompleks iki mol suyunu kaybetmiştir (deneysel %4,17-teorik %5,45). 130-325 °C aralığında kompleks bir mol NA ile birlikte bir mol TMB'yı (deneysel %47,76-teorik %41,51) kaybetmiştir (156 ve 295 °C'da maksimum endo efekt). Geri kalan NA ve TMB'yı 325-475 °C aralığında (488-779 °C'da maksimum termik pik) kaybetmiş (deneysel %26,66-teorik %41,51). Kompleksten geriye CoO ve kömür kaldığı düşünülmektedir (deneysel %14,81-teorik %12,46) (Tablo 4.9).

5 kompleksinin DTG eğrisinde (Ek Şekil 38) 198, 249, 326 °C sıcaklığa denk gelen üç endotermik pik görülmektedir. İlk aşamada kompleks iki mol koordinat suyunu kaybetmiştir (deneysel %5,86-teorik %5,41). İkinci aşamada iki mol NA'yı kaybetmiştir (deneysel %32,93-teorik %36,70). Son adımda iki mol TMB'yi kaybetmiş (deneysel %43,60-teorik %49,35) ve kompleksten geriye NiO ve kömür kaldığı düşünülmektedir (deneysel %13,89-teorik %11,22) (Tablo 4.10).

6 kompleksinin DTG eğrisinde (Ek Şekil 39) 251, 279 °C sıcaklığa denk gelen iki endotermik pik görülmektedir. Komplekste su olmadığından organik ligandlar 279-628 °C birlikte bozunmuştur (deneysel 80,09-teorik 86,02). Kompleksten geriye CuO kalmıştır (deneysel 17,87-teorik %15,54) (Tablo 4.11).

7 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 40) 92, 154, 269, 299, 365, 438, 830 °C (endotermik) maksimum sıcaklığa denk gelen altı bozulma basamağı görülmektedir. İlk adımda kompleks bir mol suyunu kaybetmiştir (deneysel %3,80-teorik %2,76). 200-390 °C aralığında (269, 299 ve 365 °C sıcaklıklarda endo efektler) kompleks iki mol NA'yı kaybetmiştir (deneysel %38,35-teorik %37,34). 390-850 °C aralığında iki mol TMB (deneysel %44,36-teorik %49,91) ayrılmıştır. Çinkonun erime

noktasına (419 °C) yakın 438 °C'da gözlemlenen endo efekt termoliz sürecinde ZnO kalmıştır (deneysel %13,49-teorik %12,44) (Tablo 4.12).

8 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 41) 196, 297,311, 375, 585 °C (endotermik) maksimum sıcaklığa denk gelen dört bozunma basamağı görülmektedir. İlk aşamada kompleks bir mol koordinasyon suyunu kaybetmiştir (deneysel %4,11-teorik %2,56). İkinci aşamada 225-330 °C aralığında (297, 311 ve 375 °C'da üç endo efekt) toplamda iki mol NA'yı (deneysel %36,92-teorik %34,76) kaybetmiştir. 330-660 °C aralığında iki mol TMB kompleksten ayrılmıştır (deneysel %52,72-teorik %46,45). Kompleksten geriye CdO (deneysel 4,67-teorik 15,99) kaldığı düşünülmektedir (Tablo 4.13).

Termal analiz sonuçlarına bakılarak komplekslerde ilk olarak yapıdan önce su moleküllerinin uzaklaştığı ve bozunmadan sonra kalan ürünler uygun metaller ve metal oksitleri olduğu belirlenmiştir.

Sulu komplekslerin dayanıklılığı aşağıdaki sıraya göre değişmektedir:

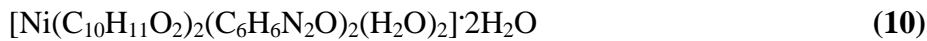
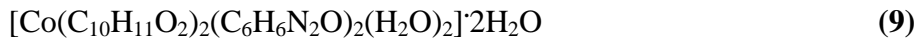
8 > 7 > 5 > 4 > 3

Sulu kompleksler sularını tek adımda kaybetmiştir.

Susuz komplekslerin termal dayanıklılığı ise, **6 > 5 > 8 > 7 > 3 > 4** şeklinde değişmektedir.

5.1.3. 2,4,6-Trimetilbenzoat / İzonikotinamid Kompleksleri

İlk kez sentezlenen beş adet TMB / İNA komplekslerindeki metal(II) : TMB : İNA oranı 1 : 2 : 2 olduğu belirlenmiştir. Yapılan elemental analiz sonuçlarına göre (Tablo 4.1) komplekslerin formüllerinin aşağıdaki olduğu belirlenmiştir:



Sentezlenen altı adet TMB komplekslerindeki IR spektrum pik değerleri Tablo 4.3'te ve bu beş kompleksin IR spektrumları ise Ek Şekil 11-15'te verilmiştir.

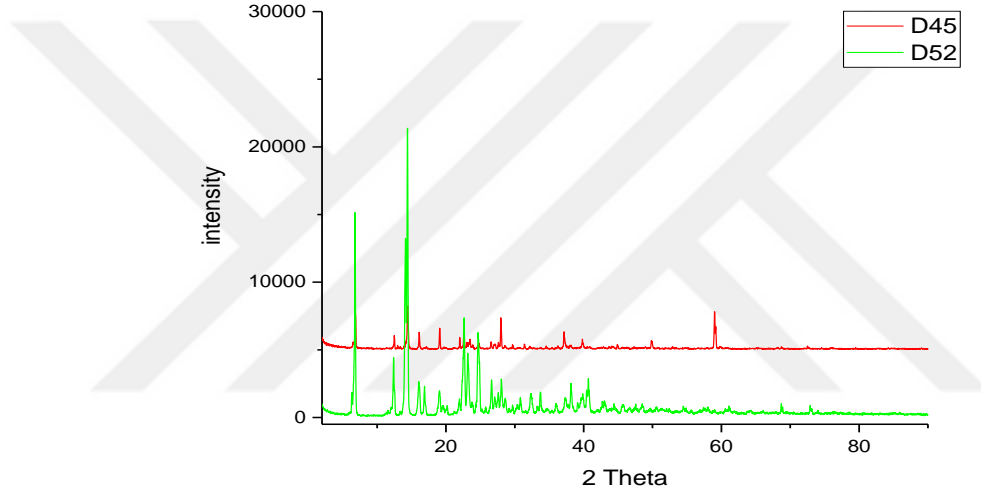
TMBA'nın IR spektrumunda karbonil grubu için soğurma bantları 1686 cm^{-1} iken (Ek Şekil 1) **9**, **10**, **11**, **12**, **13** komplekslerinde asimetrik ve simetrik COO^- titreşimleri 1550 cm^{-1} ve 1400 cm^{-1} (**9**), 1556 cm^{-1} ve 1415 cm^{-1} (**10**), 1567 cm^{-1} ve 1380 cm^{-1} (**11**), 1421 cm^{-1} ve 1400 cm^{-1} (**12**), 1550 cm^{-1} ve 1394 cm^{-1} (**13**) de görülmektedir. Komplekslerde asimetrik ve simetrik COO^- titreşimi arasındaki fark 150 cm^{-1} (**9**), 141 cm^{-1} (**10**), 187 cm^{-1} (**11**), 21 cm^{-1} (**12**), 156 cm^{-1} (**13**) olarak görülmüştür. Bu da komplekslerde karboksilat grubunun metallere monodentat şeklinde bağlandığını göstermektedir [161].

İzonikotinamidin karbonil grubunun titreşimi 1681 cm^{-1} de iken komplekslerde anılan gruba 1700 cm^{-1} (**9**), 1697 cm^{-1} (**10**), 1697 cm^{-1} (**11**), 1704 cm^{-1} (**12**), 1674 cm^{-1} (**13**) alanlarında kuvvetli valans titreşimlerinin denk geldiği görülmektedir. Literatüre göre bu sonuçlara uygun olarak izonikotinamid ligandının amid grubundan koordinasyona bir katılma olmadığı düşünülmektedir [161]. İzonikotinamid molekülünde piridin halkasının C-N grubunun absorpsiyon bandı 1030 cm^{-1} de bulunurken komplekslerde 1020 cm^{-1} (**9**), 1016 cm^{-1} (**10**), 1029 cm^{-1} (**11**), 1027 cm^{-1} (**12**), 1016 cm^{-1} (**13**) alanlarında görülen pikler piridin halkasındaki azot atomunun koordinasyona katıldığını işaret eder. İzonikotinamidin NH_2 grubunun N-H gerilme piki 3367 cm^{-1} de iken komplekslerde bu değer 3200 cm^{-1} (**9**), 3196 cm^{-1} (**10**), 3187 cm^{-1} (**11**), 3148 cm^{-1} (**12**), 3167 cm^{-1} (**13**) titreşim frekanslarında görülmektedir. 600 ve 450 cm^{-1} altında M-O ve M-N bağlarına ait pikler gözlemlenmektedir. $3500 - 3100\text{ cm}^{-1}$ aralığında kompleksteki suyun OH grubundan dolayı soğurma pikleri görülürken, bu bölgedeki bant genişlemesi O-H ve N-H gruplarının hidrojen bağı etkileşimlerinden ileri gelmektedir.

Komplekslerin UV spektrumları incelendiğinde Cu(II) içeren (**11**) no'lu komplekste $302,730\text{ nm}$ 'de geniş iki bant görülürken (Ek Şekil 78). (**9**) (Ek Şekil 77) ve (**13**) (Ek Şekil 79) no'lu komplekslerde ise yaklaşık olarak $290, 390, 730\text{ nm}$ 'de üç bant görülmektedir (Tablo 4.38). Bu değerlerin komplekslerdeki *d-d* geçişlerine ait olduğu düşünülmektedir [162].

Bu çalışma kapsamında sentezlenen komplekslerin $^1\text{H-NMR}$ spektrumları DMSO-d_6 'da alınmıştır. Elde edilen pikler ve piklerin kayma değerleri yeni yapıların aydınlatılmasını yardımcı olmuştur. **12** no'lu kompleksin $^1\text{H-NMR}$ spektrumundaki pikleri incelendiğinde $\delta 2,19$ ppm civarında asit grubuna bağlı metil grupları protonları, $\delta 6,70$ ppm civarında aromatik hidrojen protonları bulunduğu tespit edilmiştir (Ek Şekil 67) (Tablo 4.37).

9 ve **10** no'lu komplekslerinin toz X-ışını diffraksiyon verileri mukayese edildiğinde eş yapıli kompleksler oldukları düşünölmektedir (Şekil 5.1) [163].



Şekil 5.1: **9** (D 45) ve **10** (D 52) No'lu Komplekslerin XRD (X-Işını Kırınım Yöntemi) Analiz Sonucu.

9 kompleksinin DTG eğrisinde (Ek Şekil 42) 114, 287, 378, 422 °C (endotermik) maksimum sıcaklığa denk gelen dört bozunma basamağı görölmektedir. Birinci aşamada 75-150 °C sıcaklık aralığında (114 °C'da endo efekt) kompleks dört mol suyunu kaybetmiştir (deneysel %10,20-teorik %10,26). 150-225 °C sıcaklık aralığında susuz kompleks dayanıklı olup, 225 °C'dan itibaren bozulmaya başlamıştır. 300-378 °C aralığında kompleks 2 mol İNA'yı kaybetmiştir (deneysel %35,87-teorik %34,81). Son adım kompleksten iki mol TMB'nin ayrılmasına uygun gelmektedir (deneysel %41,15-teorik %46,80). Kompleksten geriye CoO ve kömür kaldığı düşünölmektedir (deneysel %12,78-teorik %10,68) (Tablo 4.14).

DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 43) **10** kompleksinin 100 °C'dan başlayarak suyunu kaybetmeye başladığını müşahade ediyoruz (128 °C'da maksimum endo. efekt). Dört molekül suyun ayrılmasından (deneysel 10,32-teorik 10,29) sonra oluşan susuz kompleks 200-275 °C aralığında dayanıklıdır. İkinci aşamada da 275-375 °C aralığında kompleksten 2 mol İNA ayrılmakta olduğu ve TMB'nin de parçalanmaya başladığı düşünülmektedir (deneysel %38,28-teorik %34,92). Son adımda yaklaşık 2 mol TMB yapıdan ayrılmıştır (deneysel %41,71-teorik %46,66). Termik bozulma sonucu kompleksten geriye NiO kaldığı düşünülmektedir (deneysel 9,69-teorik %10,67) (Tablo 4.15).

11 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 44) 225-900 °C sıcaklık aralığında (261 °C'da maksimum endo efekt) organik ligandları tek aşamada kaybetmektedir (deneysel %91,53-teorik %89,98). Kompleksten geriye bakır metali kaldığı düşünülmektedir (deneysel %8,47-teorik %10,02) (Tablo 4.16).

12 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 45) 261, 300, 419, 819 °C (endotermik) maksimum sıcaklığa denk gelen dört bozunma basamağı görülmektedir. 200-325 °C aralığında (261 ve 300 °C'da iki endo efekt) kompleks TMB ve bir miktarda İNA (deneysel 34,48-teorik 25,81) kaybetmiştir. 325-500 °C aralığında kompleksten iki mol İNA ve kalan organik kısmı (deneysel %40,41-teorik %38,40) bozularak ayrılırken çinkoyu metala kadar indirgemektedir. 419 °C'da gözlemlenen endo efekt metalik çinkonun erimesine uygun gelmektedir. Çinkonun kaynama noktası 907 °C olduğundan termolizin sonunda kompleksten geriye kömür kalmıştır (Tablo 4.17).

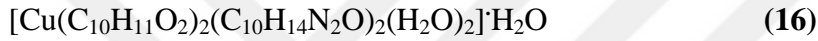
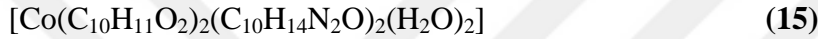
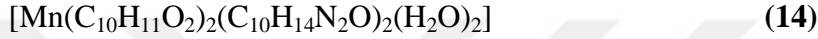
13 kompleksinin DTG eğrisinde (Ek Şekil 46) 109 °C'da gözlemlenen endo efekt kompleksin faz değişimini veya eridiğini göstermektedir. İlk aşamada 275-350 °C sıcaklık aralığında kompleks bir mol TMB'yı kaybetmiştir (deneysel %21,97-teorik %24,04). İkinci aşamada kompleks iki mol İNA ve bir miktarda TMB'yı kaybetmiştir (deneysel %48,13-teorik %35,76). Kompleksten geriye CdO kaldığı düşünülmektedir (Tablo 4.18).

Sulu komplekslerin dayanıklılığı karşılaştırıldığında **10** > **9** olduğu görülmektedir. Bu komplekslerin hepsi sularını tek adımda kaybetmiştir.

Susuz komplekslerin termal dayanıklılığı ise, **10** > **13** > **9** > **11** > **12** şeklinde değişmektedir.

5.1.4. 2,4,6-Trimetilbenzoat / Dietilnikotinamid Kompleksleri

İlk kez sentezlenen üç adet TMB / DENA komplekslerinde metal(II) : TMB : DENA oranı 1 : 2 : 2 olduğu belirlenmiştir. Yapılan elemental analiz sonuçlarına göre komplekslerin formüllerinin aşağıdaki şekilde olduğu tespit edilmiştir:



Sentezlenen üç adet TMB komplekslerindeki IR spektrum pik değerleri Tablo 4.4'te özetlenmiştir. Bu üç kompleksin IR spektrumları ise Ek Şekil 16-18'de verilmiştir.

TMBA'da karbonil grubu için soğurma bantları 1686 cm^{-1} iken (Ek Şekil 1) **14**, **15**, **16** no'lu komplekslerin asimetrik ve simetrik COO^- titreşimleri 1480 cm^{-1} ve 1304 cm^{-1} (**14**), 1438 cm^{-1} ve 1385 cm^{-1} (**15**), 1624 cm^{-1} ve 1304 cm^{-1} (**16**)'de gözlemlenmektedir. Asimetrik ve simetrik COO^- titreşimler arasındaki farklar komplekslerde 316 cm^{-1} (**14**), 229 cm^{-1} (**15**), 320 cm^{-1} (**16**) olduğundan komplekslerde TMB anyonlarının metallere monodentat olarak koordine olundukları düşünülmektedir [161].

DENA molekülünde piridin halkasının C-N grubunun absorpsiyon bantları 1027 cm^{-1} iken komplekslerde 1040 cm^{-1} (**14**), 1051 cm^{-1} (**15**), 1062 cm^{-1} (**16**), alanında pik gözlemlenmektedir ki, bu da piridin halkasındaki azot atomunun koordinasyona katıldığını göstermektedir. 600 ve 450 cm^{-1} altında M-O ve M-N bağlarına ait pikler görülür. $3500 - 2800 \text{ cm}^{-1}$ aralığında kompleksteki suyun OH grubundan dolayı soğurma pikleri görülmektedir.

14 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 47) ilk aşamada kompleksin iki mol koordinasyon suyunu kaybettiği görülmektedir (deneysel %5,45-teorik %4,65).

200-290 °C aralığında (206 ve 274 °C'da maksimum endotermik pikler) kompleks bir mol TMB'yi kaybetmiştir (deneysel %21,49-teorik %21,22). 290-700 °C aralığında kalan organik ligandlar birlikte bozulurken (396, 461 ve 653 °C'da üç maksimum endotermik pik) mangan indirgenmiş ve kompleksten geriye MnO kaldığı düşünülmektedir (deneysel %5,39-teorik %7,09) (Tablo 4.19).

15 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 48) 100-150 °C sıcaklık aralığında (102 ve 138 °C'da iki endotermik pik) kompleks iki mol koordinat suyunu kaybetmiştir (deneysel %5,07-teorik %4,64). Sonraki aşamada (246 °C'da endotermik pik) kompleks bir mol TMB'yi kaybetmiştir (deneysel %25,96-teorik %21,11). 433 °C'da gözlemlenen ekzotermik pik kalan organik kısmının yanarak ayrıldığını gösterirken kompleksten geriye CoO ve kömür kaldığı (deneysel %14,59-teorik 7,57) düşünülmektedir (Tablo 4.20).

16 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 49) 126, 142, 277 °C (endotermik) maksimum sıcaklığa denk gelen üç bozunma basamağı görülmektedir. İlk aşamada kompleks bir mol koordinat suyunu kaybetmiştir (deneysel %2,43-teorik %2,25). İkinci aşamada kalan iki mol su (deneysel %4,32- teorik %4,50) ayrılmıştır. En son aşamada 200 °C'den itibaren (277 °C'da endotermik pik) susuz kompleksteki organik ligandlar tek aşamada ayrılmıştır (deneysel 81,46- teorik 85,56). Kompleksten geriye CuO kaldığı düşünülmektedir (deneysel %9,64- teorik %9,94) (Tablo 4.21).

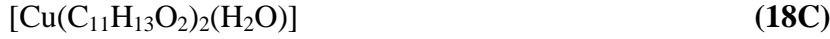
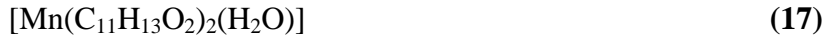
Sulu komplekslerin dayanıklılığı karşılaştırıldığında **16** > **14** > **15** sıraya göre değiştiği görülmektedir. Bu komplekslerden **15** ve **14** no'lu kompleksler sularını tek adımda, **16** no'lu kompleks ise suyunu iki adımda kaybetmiştir.

Susuz komplekslerin termal dayanıklılığı ise, **16** > **14** > **15** şeklinde değişmektedir.

5.1.5. 4-tert-Bütilbenzoat Kompleksleri

İlk kez sentezlenen beş adet TBBA komplekslerindeki metal(II) : TBB oranı 1 : 2'dir. Bunlardan üçünün (**18A**, **18B** ve **18C**) TBBA ile birlikte farklı ligandlar kullanılsa da

aynı oldukları görüldü. Yapılan elemental analiz sonuçlarına göre komplekslerin formüllerinin aşağıdaki gibi olduğu belirlenmiştir:



Bu çalışmada sentezlenen komplekslerin IR spektrum pik değerleri Tablo 4.4'te verilmiştir. Bu ilk kez sentezlenen bu komplekslerin IR spektrumları ise Ek Şekil 19-23'te görülmektedir.

TBBA'da karbonil grubu için soğurma bantları 1693 cm^{-1} iken (Ek Şekil 2) 4-*tert*-bütılbenzoik asidin anılan komplekslerinde asimetrik ve simetrik COO^- titreşimleri 1528 ve 1417 cm^{-1} (**17**), 1556 ve 1394 cm^{-1} (**18A**), 1556 ve 1363 cm^{-1} (**18B**), 1556 ve 1397 cm^{-1} (**18C**), 1528 ve 1404 cm^{-1} (**19**)'da gözlemlenmektedirler. Asidin asimetrik ve simetrik COO^- titreşimi arasındaki fark 123 cm^{-1} iken komplekslerde 111 cm^{-1} (**17**), 162 cm^{-1} (**18A**), 187 cm^{-1} (**18B**), 159 cm^{-1} (**18C**), 114 cm^{-1} (**19**), olarak görülmüştür. Bu sonuçlara göre komplekslerden **19** ve **17** no'lu komplekslerde TBB anyonlarının metallere bidentat bağlandığı, **18A**, **18B**, **18C** no'lu komplekslerde ise bu anyonların bakır atomu ile monodentat şekilde bağlandığı belirlenmiştir [161].

Komplekslerin UV spektrumları incelendiğinde (Ek Şekil 80, 81, 82) **18A**, **18B** ve **18C** no'lu Cu(II) komplekslerinde 295 , 730 nm civarlarında iki bant görülürken, (**19**) (Ek Şekil 83) kompleksinde 295 , 398 , 730 'da üç bant gözlemlenmiştir (Tablo 4.38). Bu değerler komplekslerdeki *d-d* geçişlerine aittir [162].

17 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 50) 116 , 167 , 257 , $487 \text{ }^\circ\text{C}$ (endotermik) maksimum sıcaklığa denk gelen dört bozunma basamağı görülmektedir. $80 \text{ }^\circ\text{C}$ 'dan başlayarak ($116 \text{ }^\circ\text{C}$ 'da endo efekt) kompleks bir mol suyunu kaybetmiştir (deneysel %3,57-teorik 4,12). $167 \text{ }^\circ\text{C}$ 'da susuz kompleksin eridiği veya faz değiştirdiği gözlemlenmektedir. $190 \text{ }^\circ\text{C}$ 'dan başlayarak susuz kompleks bozulmuş ve $600 \text{ }^\circ\text{C}$ 'da TBB

anyonlarını kaybetmiştir (deneysel %80,10-teorik %83,04). Kompleksten geriye MnO kaldığı düşünülmektedir (deneysel %16,33-teorik %17,59) (Tablo 4.22).

18A kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 51) 75-175 °C sıcaklık aralığında (99 ve 151 °C’da maksimum endotermik pikler) bir mol koordinasyon suyunu kaybettiği görülmektedir (deneysel %3,53-teorik %4,12). 300 °C’a kadar dayanıklı olan susuz kompleks bu sıcaklıktan itibaren organik kısmını kaybetmeğe başlamıştır. 550 °C’da iki mol TBB (deneysel %79,95-teorik %81,30) ayrılmıştır. Kompleksten geriye CuO kaldığı düşünülmektedir (deneysel %16,52-teorik %16,41) (Tablo 4.23).

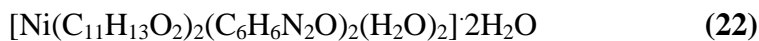
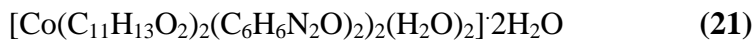
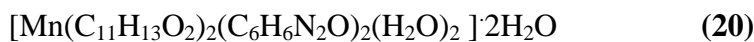
18B ve **18C** komplekslerinin DTG eğrileri incelendiğinde (Ek Şekil 52, 53; Tablo 4.24, 4.25) 18A kompleksinin DTG eğrilerinin çok yakın olmaları aynı madde olmalarının göstergesidir. **19** kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 54) 75-140 °C sıcaklık aralığında (94 °C’da maksimum endotermik pik) kompleks üç mol suyunu kaybetmiştir (deneysel %11,15-teorik %10,75). 140-310 °C sıcaklık aralığında dayanıklı olan susuz kompleks 310 °C’dan itibaren bozulmaya başlamıştır (349, 391 ve 415 °C’da maksimum endotermik pikler). Kompleksin organik kısmının bozulmasıyla kadmiyumun metale indirgendiği tahmin edilmektedir (Tablo 4.26) .

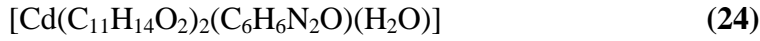
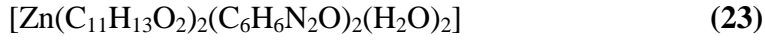
Sulu komplekslerin termal dayanıklılıkları **17** > **18A** > **19** sırasında azalıyor. Bu kompleksler hepsi sularını tek adımda kaybetmiştir.

Susuz komplekslerin termal dayanıklılığı ise **19** > **18A** > **17** şeklinde değişmektedir.

5.1.6. 4-tert-Bütilbenzoat / Nikotinamid Kompleksleri

İlk kez sentezlenen beş adet TBB / NA komplekslerindeki metal(II) : TBB : NA oranı 1 : 2 : 2 şeklinde olduğu belirlenmiştir. Yapılan elemental analiz sonuçlarına göre komplekslerin formülleri aşağıdaki gibidir:





Bu çalışmada sentezlenen komplekslerin IR spektrum pik değerleri Tablo 4.5'te verilirken, IR spektrumları ise Ek Şekil 24-28'de görülmektedir

TBBA'da karbonil grubu için soğurma bantları 1693 cm^{-1} iken (Ek Şekil 1) **20**, **21**, **22**, **23**, **24** komplekslerinde asimetrik ve simetrik COO^- titreşimleri 1527 cm^{-1} ve 1386 cm^{-1} (**20**), 1516 cm^{-1} ve 1363 cm^{-1} (**21**), 1525 cm^{-1} ve 1397 cm^{-1} (**22**), 1550 cm^{-1} ve 1392 cm^{-1} (**23**), 1530 cm^{-1} ve 1401 cm^{-1} (**24**) de görülmektedir. Asimetrik ve simetrik COO^- titreşimi arasındaki fark komplekslerde 139 cm^{-1} (**20**), 153 cm^{-1} (**21**), 128 cm^{-1} (**22**), 158 cm^{-1} (**23**), 129 cm^{-1} (**24**) olarak görülmüştür. Buna göre bu komplekslerdeki TBB anyonunun metallere monodentat şekilde bağlandığını söyleyebiliriz [161].

Nikotinamid molekülünde karbonil grubunun titreşimi 1681 cm^{-1} de iken, komplekslerde 1687 cm^{-1} (**20**), 1689 cm^{-1} (**21**), 1683 cm^{-1} (**22**), 1677 cm^{-1} (**23**), 1676 cm^{-1} (**24**) alanlarında kuvvetli valans titreşimlerine denk geldiği görülmektedir. Literatüre göre bu sonuçlara uygun olarak nikotinamid ligandının amid grubundan koordinasyona bir katılma olmadığı görülür [161]. Piridin halkasının C-N grubunun absorpsiyon bantları 1030 cm^{-1} iken komplekslerde 1017 cm^{-1} (**20**), 1016 cm^{-1} (**21**), 1023 cm^{-1} (**22**), 1020 cm^{-1} (**23**), 1018 cm^{-1} (**24**) alanlarında pikler vermiş ki, bu da nikotinamidin piridin halkasındaki azot atomunun koordinasyona katıldığını gösterir. Nikotinamidin NH_2 grubunun N-H gerilme piki 3367 cm^{-1} de iken, komplekslerde bu değer 3365 cm^{-1} (**20**), 3358 cm^{-1} (**21**), 3354 cm^{-1} (**22**), 3220 cm^{-1} (**23**), 3235 cm^{-1} (**24**) titreşim frekanslarında görülmektedir. 600 cm^{-1} altında M-O ve M-N bağlarına ait pikler görülür. Komplekslerdeki suyun OH grubundan dolayı $3500-3100 \text{ cm}^{-1}$ aralığında soğurma pikleri görülür ve ayrıca bu bölgedeki bant genişlemesi O-H ve N-H gruplarının hidrojen bağı etkileşimlerini göstermektedir.

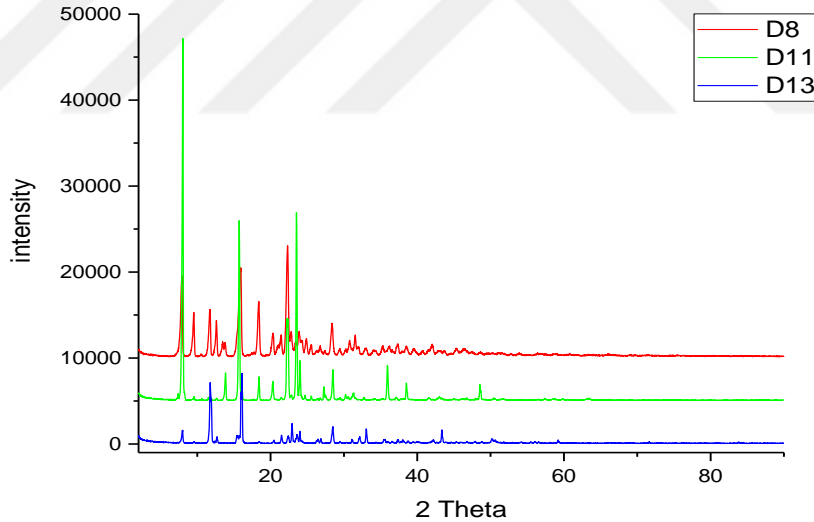
Komplekslerin UV spektrumları incelendiğinde **20** (Ek Şekil 84) ve **22** (Ek Şekil 86) kompleksinde 293, 399, 730 nm'de üç bant görülürken, **23** (Ek Şekil 87) kompleksinde 298, 397, 730 nm'de üç bant elde edilmiştir. **21** kompleksinde (Ek Şekil 85) ise 293, 399, 520, 730 nm'de dört bant elde edilmiştir. Bu absorpsiyon bantları

literatüre göre de metal atomunun d orbitalindeki *d-d* geçişinden kaynaklanmaktadır (Tablo 4.38) [162].

23 no'lu kompleks δ 1,26 ppm civarında asit grubuna bağlı metil grupları protonları, δ 2,24-3,33 ppm civarında H₂O protonları, δ 7,87- 7,38 ppm civarında aromatik hidrojen protonları bulunduğu tespit edilmiştir (Ek Şekil 68) (Tablo 4.37).

24 no'lu kompleks δ 1,23 ppm civarında asit grubuna bağlı metil grupları protonları, δ 2,24-3,34 ppm civarında H₂O protonları, δ 7,87- 7,38 ppm civarında aromatik hidrojen protonları bulunduğu tespit edilmiştir (Ek Şekil 69) (Tablo 4.37).

20, **21** ve **22** no'lu komplekslerinin toz X-ışını diffraksiyonu verileri mukayese edildiğinde benzer yapıları oldukları düşünülmektedir (Şekil 5.2) [163].



Şekil 5.2: **20** (D11), **21** (D13), **22** (D8) No'lu Komplekslerin XRD (X-Işını Kırınım Yöntemi) Analiz Sonucu.

20 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 55) 134, 149, 260, 312,379, 468, 486 °C endotermik sıcaklığa denk gelen beş bozunma basamağı görülmektedir. 100-200 °C sıcaklık aralığında (134 ve 149 °C'da iki endo efekt) kompleks toplam dört mol koordinasyon ve hidrat sularını kaybetmiştir (deneysel %10,06-teorik %9,93). 200-350

°C aralığında (260 ve 312°C'da iki endo efekt) kompleks iki mol NA'yı kaybetmiştir (deneysel %34,38-teorik %33,65). Son adımda 2 mol TBB'yi kaybetmiş (deneysel %45,07-teorik %48,85). Kompleksten geriye MnO kaldığı (deneysel %10,51-teorik %9,80) düşünülmektedir (Tablo 4.27).

21 kompleksinin DTG eğrisinden (Ek Şekil 56) ilk aşamada (121 °C'da endo efekt) kompleksden iki mol hidrat suyunun ayrıldığı görülmektedir (deneysel %4,45-teorik %4,94). İkinci aşamada (134 °C'da endo efekt) kompleks kalan iki mol koordinasyon suyunu da kaybetmiştir (deneysel %5,55-teorik %4,94). Oluşan susuz kompleks 150-250 °C sıcaklık aralığında dayanıklıdır. 150-250 °C aralığında (268, 285 ve 304 °C'da üç endo efekt) iki mol NA kaybetmiştir (deneysel %36,48-teorik %33,47). Son aralıkta TBB'yi kaybetmiştir (deneysel %35,34-teorik %48,57). Kompleksten geriye CoO düşünülmektedir (deneysel %11,82-teorik %11,37) (Tablo 4.28).

22 kompleksinin DTG eğrisinden (Ek Şekil 57) görüldüğü gibi bu kompleks de ilk aşamada (110 °C'da endo efekt) iki mol hidrat suyunu kaybetmiştir (deneysel %4,80-teorik %4,94). Sonraki aşamada (149 °C'da endo efekt) kalan iki mol koordinasyon suyunu kaybetmiştir (deneysel %4,91-teorik %4,94). Oluşan susuz kompleks 175-250 °C'da dayanıklı olup, 250 °C'dan itibaren 375 °C'da kadar (322 ve 342 °C'da iki endo efekt) iki mol NA kaybetmiştir (deneysel %36,78-teorik %33,48). En son aşamada kompleks TBB'yi kaybetmiştir (deneysel %48,47-teorik %48,59) ve kompleksten geriye Ni ve kömür kaldığı düşünülmektedir (deneysel %7,55-teorik %8,05) (Tablo 4.29).

23 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 58) 100-175 °C sıcaklık aralığında (118 ve 153 °C'da iki maksimum endotermik pik) kompleks iki mol koordinasyon suyunu kaybetmiştir (deneysel %5,68-teorik %5,14). Sonraki aşamada (198 ve 268 °C'da iki endo efekt) kompleks bir mol NA ve bir miktarda TBB birlikte kaybetmiştir (deneysel %23,65-teorik %17,45). En son aşamada (424, 466, 500 ve 725 °C'da dört endo efekt) iki mol TBB ve kalan NA bozularak ayrılmıştır (deneysel 55,05-teorik 50,91). Kompleksin organik kısmının bozulması sırasında çinkonun metale kadar

indirgendiği (425 °C’da gözlemlenen endo efekt çinkonun erime noktası 419,5 °C’da yakındır) düşünülmektedir (Tablo 4.30).

24 kompleksinin DTG eğrisinden görüldüğü gibi (Ek Şekil 59) 100-170 °C aralığında (144 °C’da endo efekt) kompleks bir mol koordinasyon suyunu kaybetmiştir (deneysel 2,99-teorik %2,97). 170-225 °C aralığında dayanıklı olan susuz kompleks 225-350 °C aralığında (269 ve 331 °C’da iki endo efekt) kompleks bir mol NA’yı kaybetmiştir (deneysel %19,89–teorik %20,12). Son aşamada iki mol TBB’yi (deneysel %56,45–teorik %58,72) kaybetmiştir (deneysel %15,702–teorik %20,12). Kompleksin organik kısmının bozulması sürecinde indirgenme sonucu oluşan metalik kadminyum (deneysel %16,98-teorik %18,52) kaynama noktası olan 766,8 °C’dan itibaren buharlanmaya başladığından TG eğrisinde ağırlık kaybı gözlenmektedir (Tablo 4.31).

Sulu komplekslerin dayanıklılığı aşağıdaki sıraya göre değişmiştir:

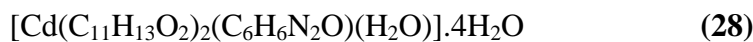
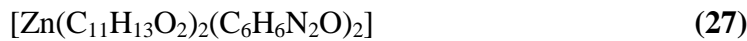
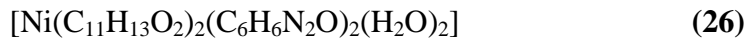
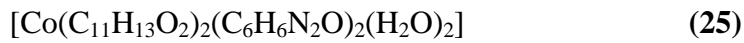
24 > 20 > 21 > 23 > 22

Bu komplekslerden **24** no’lu kompleks suyunu tek adımda, **20**, **21**, **22**, **23** no’lu kompleksler ise sularını iki adımda kaybetmiştir.

Susuz komplekslerin termal dayanıklılığı ise, **22 > 21 > 24 > 20 > 23** şeklinde değişmektedir.

5.1.7. 4-tert-Bütilbenzoat / İzonikotinamid Kompleksler

İlk kez sentezlenen dört adet TBB / İNA komplekslerinden **25**, **26**, **27** komplekslerinin metal(II) : TBB : İNA oranı 1 : 2 : 2 iken, **28** kompleksinin metal(II) : TBB : İNA oranı 1 : 2 : 1 şeklinde olduğu belirlenmiştir. Yapılan elemental analiz sonuçlarına göre komplekslerin formülleri aşağıdaki gibi olduğu belirlenmiştir:



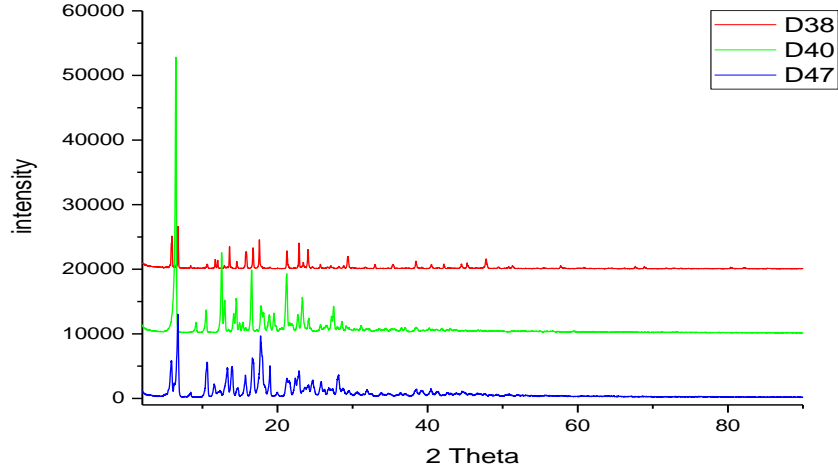
Bu çalışmada sentezlenen komplekslerin IR spektrum pik değerleri Tablo 4.5’te verilmiştir. IR spektrumları ise Ek Şekil 29-32’de görülmektedir.

TBBA'da karbonil grubu için soğurma bantları 1693 cm^{-1} iken (Ek Şekil 1) **25**, **26**, **27**, **28**, komplekslerinde asimetrik ve simetrik COO^- titreşimleri 1520 cm^{-1} ve 1390 cm^{-1} (**25**), 1557 cm^{-1} ve 1397 cm^{-1} (**26**), 1540 cm^{-1} ve 1392 cm^{-1} (**27**), 1524 cm^{-1} ve 1401 cm^{-1} (**28**)'da gözlemlenmektedirler. Asimetrik ve simetrik COO^- titreşimi arasındaki fark komplekslerde 130 cm^{-1} (**25**), 160 cm^{-1} (**26**), 148 cm^{-1} (**27**), 113 cm^{-1} (**28**) olduğundan komplekslerin monodentat şeklinde bağlandığı düşünülmektedir [161].

İzonikotinamid molekülünün karbonil grubunun titreşimi 1681 cm^{-1} de iken, komplekslerde anılan gruba ait 1680 cm^{-1} (**25**), 1696 cm^{-1} (**26**), 1698 cm^{-1} (**27**), 1678 cm^{-1} (**28**), alanlarında kuvvetli valans titreşimleri gözlemlenmektedir. Literatüre göre bu sonuçlara uygun olarak izonikotinamid ligandının amid grubundan koordinasyona bir katılma olmadığı görülür [161]. Piridin halkasının C-N grubunun absorpsiyon bantları 1030 cm^{-1} iken, komplekslerde 1018 cm^{-1} (**25**), 1014 cm^{-1} (**26**), 1016 cm^{-1} (**27**), 1015 cm^{-1} (**28**) alanlarında pikler vermiş ki, bu da piridin halkasındaki azot atomunun koordinasyona katıldığını gösterir. İzonikotinamidin NH_2 grubunun N-H gerilme piki 3367 cm^{-1} 'de iken, komplekslerde bu değer 3069 cm^{-1} (**25**), 3315 cm^{-1} (**26**), 3362 cm^{-1} (**27**), 3200 cm^{-1} (**28**) titreşim frekanslarında görülmektedir. 600 ve 450 cm^{-1} altında M-O ve M-N bağlanmaları görülür. $3500 - 3100\text{ cm}^{-1}$ aralığında kompleksteki suyun OH grubundan dolayı soğurma pikleri görülür ve ayrıca bu bölgedeki bant genişlemesi O-H ve N-H gruplarının hidrojen bağı etkileşimlerini göstermektedir.

Komplekslerin UV spektrumları incelendiğinde (Ek Şekil 88, 89, 90) **25**, **26**, **28** komplekslerinde yaklaşık olarak 293 , 399 , 730 nm 'de üç bant elde edilmiştir. Bu absorpsiyon bantları literatüre göre metal atomunun d orbitalindeki *d-d* geçişinden kaynaklanmaktadır [162].

25, **26** ve **27** no'lu komplekslerinin toz X-ışını difraksiyonu verileri mukayese edildiğinde benzer yapıda oldukları düşünülmektedir (Şekil 5.3) [163].



Şekil 5.3: 25 (D38), 26 (D47), 27 (D40) No'lu Komplekslerin XRD (X-Işını Kırınım Yöntemi) Analiz Sonucu.

25 kompleksinin DTG eğrisinde de görüldüğü gibi (Ek Şekil 60) 125-200 °C sıcaklık aralığında (174 °C'da endo efekt) kompleks iki mol koordinasyon suyunu kaybetmiştir (deneysel %5,25-teorik %5,20). 200-335 °C sıcaklık aralığında (237 ve 296 °C'da iki endo efekt) aralığında kompleks iki mol İNA'yı (deneysel %35,44-teorik %35,21) kaybetmiştir. Son adımda 2 mol TBB'yi kaybetmiştir (deneysel %55,71-teorik %51,10). Kompleksten geriye Co_2O_3 kaldığı düşünülmektedir (deneysel %12,07-teorik %11,96) (Tablo 4.32).

26 kompleksinin DTG eğrisinden (Ek Şekil 61) 175-250 °C sıcaklık aralığında (209 ve 230 °C'da iki endo efekt) kompleks koordinasyon suyunu kaybettiği görülmektedir (deneysel %5,63-teorik %5,20). 250-350 °C sıcaklık aralığında (268 ve 327 °C'da iki endo efekt) kompleks iki mol İNA ve bir miktarda TBBA'yı kaybetmiştir (deneysel %37,66-teorik %35,22). Son aşamada iki mol TBB'yi kaybetmiştir (deneysel %55,91-teorik %51,40). Kompleksten geriye NiO kalmıştır (deneysel %11,50-teorik %10,77) (Tablo 4.33).

27 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 62) 220-325 °C sıcaklık aralığında (291 °C'da endo efekt) kompleks bir mol İNA'yı kaybetmiştir (deneysel %22,29-teorik %22,54). 325-800 °C sıcaklık aralığında (414 ve 726 °C'da iki endo efekt) kompleks iki mol TBB'yi kaybetmiştir (deneysel %57,25-teorik %65,40).

Termoliz sonucu metalik çinko oluştuğu (deneysel %9,20-teorik %12,06) düşünülmektedir (Tablo 4.34).

28 kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde (Ek Şekil 63) 50-145 °C sıcaklık aralığında (100 °C’da endo efekt) kompleks beş mol suyunu kaybetmiştir (deneysel %13,51-teorik %13,08). 199 °C’a uygun gelen endo efekt susuz kompleksin eridiğini veya faz değişikliğine uğradığını gösteriyor. 215-360 °C sıcaklık aralığında (261, 313 °C’da iki endo efekt) kompleks bir mol İNA ve bir miktar da TBB’yi kaybetmiştir (deneysel %21,52-teorik %17,72). 360-445 °C sıcaklık aralığında (395 ve 420 °C’da iki endo efekt) kalan yaklaşık iki mol TBB’yi (deneysel %43,27-teorik %51,44) kaybetmiştir. Termoliz neticesinde son ürün olarak metalik kadmiyum oluştuğu (deneysel %16,46-teorik %16,31) düşünülmektedir (Tablo 4.35).

Sulu komplekslerin dayanıklılığı karşılaştırıldığında **27** hariç, **26 > 25 > 28** sıraya göre değiştiği görülmektedir. Komplekslerin hepsi suyunu tek adımda kaybetmiştir.

Susuz komplekslerin termal dayanıklılığı ise, **27 > 26 > 28 > 25** sırasında azalmaktadır.

5.1.8. 4-tert-Bütilbenzoat/Dietilnikotinamid Komplekslerinin Spektrum Verilerinin Yorumu

İlk kez sentezlenen on beş adet TBB komplekslerinden en sonuncusu **29** kompleksidir. Bu komplekste Co : TBB : DENA oranı 1 : 2 : 2 şeklinde olduğu belirlenmiştir. Yapılan elemental analiz sonuçlarına göre kompleksin formülü $[\text{Co}(\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{O}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (**29**) şeklindedir.

(**29**) kompleksin IR spektrum pik değerleri Tablo 4.5’te verilirken, IR spektrumu ise Ek Şekil 33’de görülmektedir.

N,N'-dietilnikotinamid molekülünde karbonil grubunun titreşimi 1670 cm^{-1} de iken, anılan grubun **29** kompleksinde 1690 cm^{-1} alanında kuvvetli valans titreşim verdiği görülmektedir. DENA molekülü piridin halkasının C-N grubunun absorpsiyon bantları 1027 cm^{-1} iken, **29** kompleksinde 1014 cm^{-1} alanında pik vermiş ki, bu da piridin

halkasındaki azot atomunun koordinasyona katıldığını gösterir. 600 ve 450 cm^{-1} altında M-O ve M-N bağlanmaları görülür. 3500 – 3100 cm^{-1} aralığında kompleksteki suyun OH grubundan dolayı soğurma pikleri görülür ve ayrıca bu bölgedeki bant genişlemesi O-H ve N-H gruplarının hidrojen bağı etkileşimlerini göstermektedir.

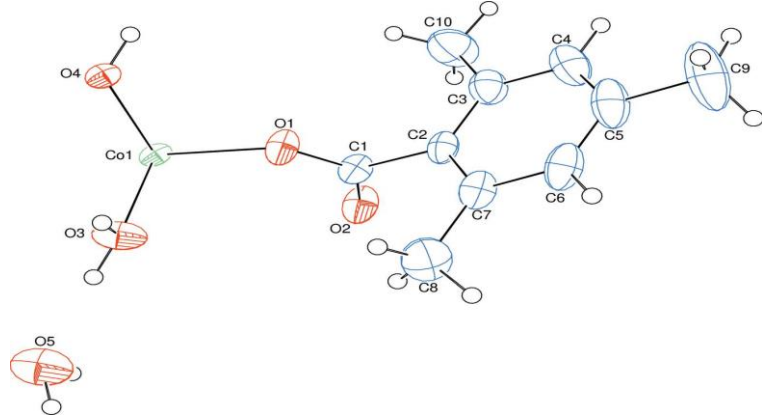
29 kompleksinin UV spekturmunda (Ek Şekil 91) 296, 396, 730nm’de üç bant müşahade edilmiştir. Bu absorpsiyon bantları literatüre göre metal atomunun d orbitalindeki *d-d* geçişinden kaynaklandığını göstermektedir [162].

29 kompleksin DTG eğrisine bakıldığında (Ek Şekil 64) 70-130 °C aralığında (99 °C’da endo efekt) kompleksin iki mol koordinasyon suyunu kaybettiği görülmektedir (deneysel %3,87-teorik %4,47). 130-265 °C aralığında (250 °C’da endo efekt) kompleksten bir mol TBB (deneysel %21,06-teorik %21,99) ayrıldığı gözlemlenmektedir. 265-370 °C aralığında (342 °C’da endo efekt) ise kalan bir mol TBB kaybetmiştir (deneysel %21,97-teorik %21,99). 370-550 °C aralığında (454 °C’da endo efekt) iki mol DENA’yı kaybetmiş (deneysel %42,27-teorik %44,23). Kompleksten geriye metalik kobalt kaldığı düşünülmektedir (deneysel %7,71-teorik %7,31) (Tablo 4.36).

5.1.9. X-Ray Analiz Sonuçları

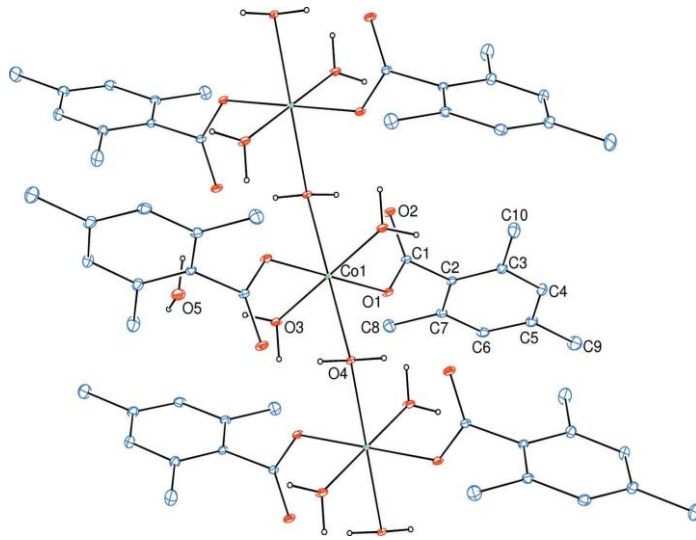
5.1.9.1. *cetana*-Poli[[[diaquabis(2,4,6-trimetibenzoato)kobalt(II)]- μ -aqua]dihidrat](1)

1 kompleksinin kristal verileri: $M_A = 475,39$ g/mol, kristal sistemi monoklinik, kristal rengi pembe, uzay grubu *C2/c*, birim hücre parametreleri $a = 29,5261$ (5) Å, $b = 10,1413$ (2) Å, $c = 8,0906$ (2) Å, $\beta = 2421,27$ (9)°, $V = 2421,27$ (9) Å³, $Z = 4$, Mo $K\alpha$ radyasyonu, $\mu = 0,75$ mm^{-1} , $T = 296$ K ve molekül formülü $\{[\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ olarak belirlenmiştir [164].



Şekil 5.4:1 Kompleksinin Molekül Yapısı [164].

Tek boyutlu koordinasyon polimeri olan **1** kompleksinin asimetric birimi bir TMB anyonu, bir buçuk su molekölü (su moleküllerinden koordinasyon dışındadır) simetri merkezinde yerleşen Co^{II} katyonundan oluşmaktadır. TMB anyonu monodentat ligand gibi davranır (Şekil.5.4). Eksen yönünde Co^{II} atomları köprü su molekölüyle bağlanırken, temel düzlemdeki Co^{II} atomu iki su molekölü ve iki TMB anyonları üzerinden koordine olmaktadır. Her bir Co^{+2} katyonu etrafında hafif bozulmuş oktahedral koordine çevresi ve [001] boyunca uzanan polimerik zincirler (Şekil.5.5 ve Şekil.5.6) oluşurmaktadır.

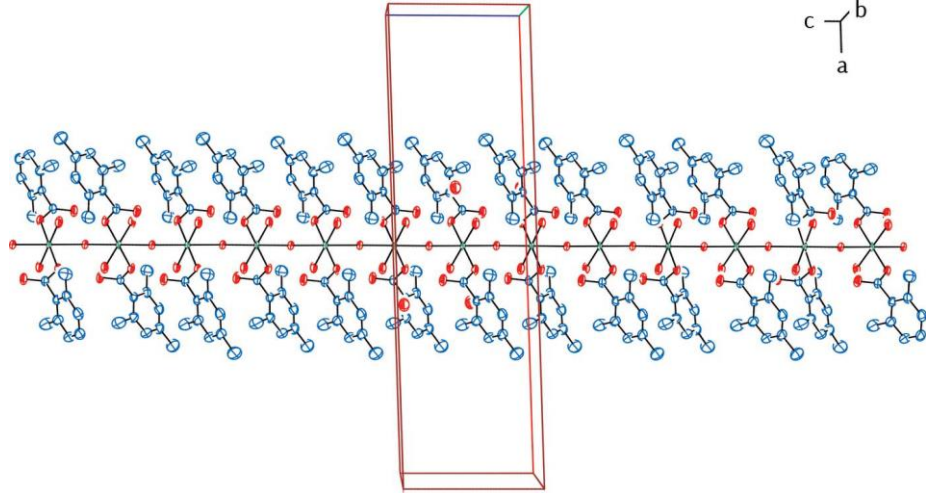


Şekil 5.5:1 Kompleksinin Polimerik Zincirinin Kısmi Görünümü [164].

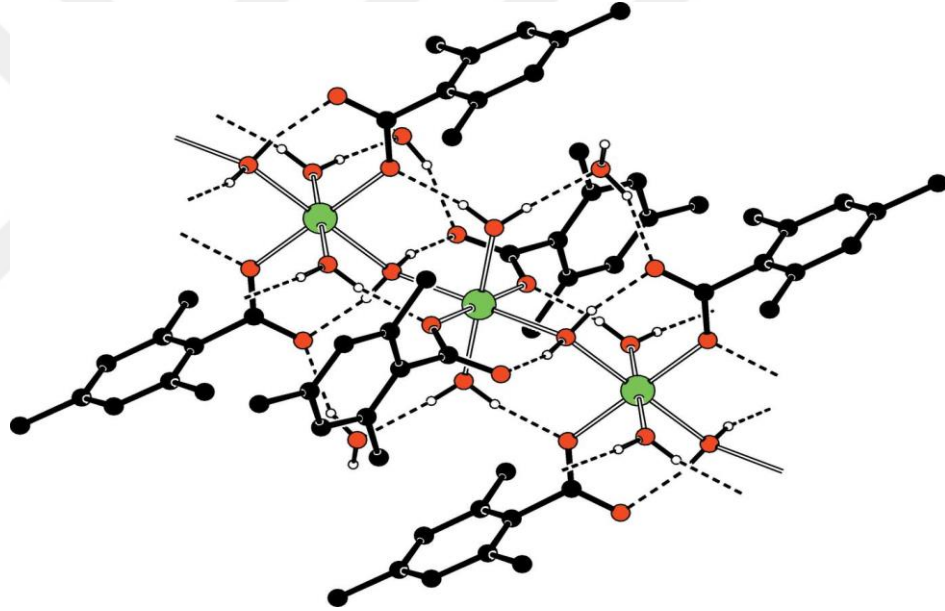
Co^{II} katyonu etrafındaki simetri bağımlı iki su O atomları (O3 ve O3ⁱ) ve iki TMB anyonunun simetri bağımlı iki karboksilat O atomları (O1 ve O1ⁱ) bozulmuş kare-düzlemsel çevre oluşturmaktadır (ortalama Co1 – O bağ uzunluğu 2,058 (2) Å). Hafif bozulmuş oktahedral koordinasyon, bağ uzunluğuna sahip simetri ile bağlantılı O atomları (O4 ve O4ⁱ) köprüleri ile tamamlanmaktadır (Co1 – O4 2,2060 (11) Å) (Şekil.5.5.) [simetri kodu: (i) 1 - x, 1 - y, 1 - z]. Co – O bağ uzunlukları, 2,041 (2) – 2,2060 (11) Å aralığındadır. Co – O koordinasyonları arasında Co1 – O3 bağı [2,041 (2) Å] en kısa, Co1-O4 bağı [2.2060 (11) Å] en uzun olup, muhtemelen bu 132,95 (13)° çok geniş Co1-O4-Co1ⁱⁱ bağ açısı ile O4'ün bidentat köprü koordinasyonunun bir sonucudur [simetri kodu: (ii) 1 - x, y, $\frac{1}{2} - z$]. Co1 atomu, karboksilat (O1/O2/C1) grubu 0,2077 (1) Å üzerinde yer alır ve karboksilat grubu komşu benzen (C2 – C7) halkasıyla 84,9 (2)° dihedral açı yapar (Ek Tablo 1).

Komşu Co^{II} atomları köprü su molekülleriyle bağlanmakla beraber monodenta karboksilat grupları ile de koordine olur. Karboksilat gruplarının koordine olmayan oksijen atomları su molekülleriyle kısa hidrojen bağları üzerinden bağlanarak etkileşirler (Ek Tablo 2, Şekil 5.4). Su moleküllerinin protonlarının karboksilat gruplarının oksijen atomlarına doğru çekerek su moleküllerinin Lewis bazlığını artırmaktadırlar. Moleküliçi O – H_{köprüsu} . . . O_{karboksilat} ve moleküllerarası O – H_{koordinesu} . . . O_{karboksilat} hidrojen bağları, köprü ve koordine su moleküllerini karboksilat oksijen atomlarıyla bağlayarak S(6) halka motifleri oluşturmaktadır.

Supramoleküler yapıdaki kristal moleküller O–H_{koordinesu} . . . O_{karboksilat} ve O–H_{koordinesu} . . . O_{nonkoordinesu}, O–H_{nonkoordinesu} . . . O_{karboksilat}, O – H_{köprüsu} . . . O_{karboksilat} hidrojen bağları, S(6), R₂²(8) ve R₃³(8) halka motifleri oluşturmaktadır (Şekil 5.7). Kristal yapı zayıf C–H...O ve C–H...π etkileşimiyle dengelenmektedir (Ek Tablo 2) [164].



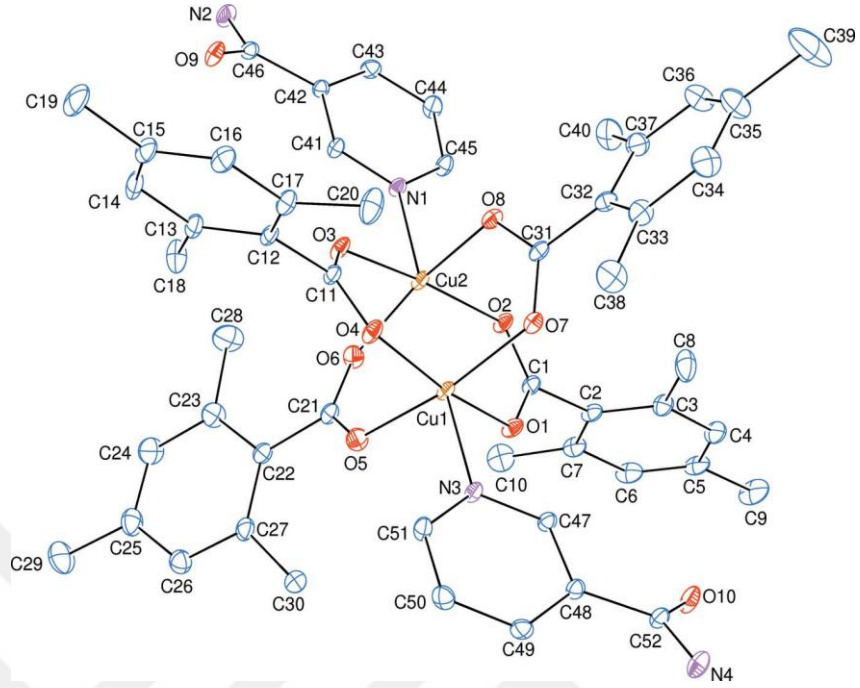
Şekil 5.6: Tek Boyutlu Polimerik 1 Kompleksinin *b* Eksenine Boyu Görünümü [164].



Şekil 5.7: Moleküle ve Moleküllerarası O-H...O Hidrojen Bağlarıyla S(6), $R_2^2(8)$ ve $R_3^3(8)$ Halka Motifleri İçine Alan Şekiller Kesik Çizgilerle Gösterilmiştir [164].

5.1.9.2. Tetrakis(μ -2,4,6-trimetilbenzoato)bis[(nikotinamid) Bakır(II)] (6)

6 kompleksinin kristal verileri: molekül formülü $[\text{Cu}_2(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_4(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2]$, $M_A = 1024,11$ g/mol, kristal sistemi monoklinik, kristal rengi yeşil, uzay grubu C_2 , birim hücre parametreleri $a = 27,9186$ (7) Å, $b = 17,2843$ (5) Å, $c = 10,7570$ (3) Å, $\beta = 98,204$ (2)°, $V = 5137,7$ (2) Å³, $Z = 4$, Mo $K\alpha$ radyasyonu, $\mu = 0,89$ mm⁻¹, $T = 296$ K olarak belirlenmiştir [165].



Şekil 5.8: 6 Kompleksinin Molekül Yapısı [165].

İki çekirdekli **6** kompleksi iki Cu^{II} atomu, dört TMB ve iki NA ligandları tarafından çevrilmiştir (Şekil.5.8). Her bir Cu^{II} kationu etrafında en yakın dört oksijen atomu bozulmuş kare-düzlemsel çevre oluşturmaktadır. Merkez atomun bozulmuş piramidal koordinasyonu sırasıyla 2,164 (2) ve 2,165 (2) Å mesafesinde nikotinamid moleküllerinin piridin N atomları üzerinden tamamlanmaktadır. Cu^{II} kationları en yakın dört O atomuyları düzlemlerinden -0.2045 (3) Å ve 0.2029 (3) Å kadar sapmaktadır. Piridin halkaları arasındaki dihedral açı 11,28 (10)^o olurken, moleküldeki komşu karboksilat grupları ve benzen halkaları arasındaki dihedral açılar 80,6 (2), 51,4 (2), 24,4 (2) ve 32,5 (2)^o dir.

TMB grupları, bidentat köprü ligandı gibi davranırlar. $\text{Cu1} \dots \text{Cu2}$ [2.5990 (5) Å] mesafesi $[\text{Cu}_2(\text{C}_6\text{H}_5\text{COO})_4(\text{DENA})_2]$ [2,613 (1) Å] [166], $[\text{Cu}_2(\text{C}_6\text{H}_5\text{COO})_4(\text{py})_2]$ [2,681 (1) Å] [167], $[\text{Cu}_2(\text{CH}_3\text{COO})_4(\text{H}_2\text{O})_2]$ [2,64 (1) Å] [168], mesafelerinden daha kısadır. Metalik bakırdaki Cu–Cu bağı uzunluğu 2,55 Å dur [169]. Metalik bakırdan sonra kompleksteki Cu. . .Cu en küçük mesafeye sahiptir. Bu yüzden iki Cu atomu arasında zayıf orbital etkileşimi olabilir.

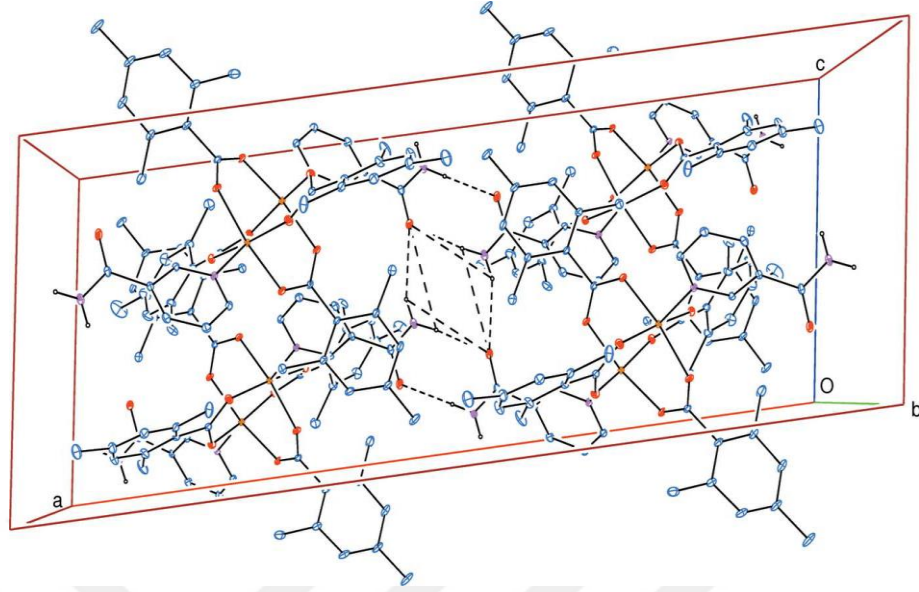
Ortalama Cu–O mesafesi 1,972 (10) Å (Ek Tablo 3) olup ve her bir bakır atomu (Cu1 ve Cu2) etrafında bağlanan TMB ligandlarının (O1/O4/O5/O7 ve O2/O3/O6/O7) dört oksijen atomu bozulmuş kare-düzlemsel çevre oluşturmaktadır.

Ortalama O–Cu–O bağ açısı, her iki Cu atomu için aynıdır (89,4°). Her bir bakır atomu (Cu1 ve Cu2) etrafındaki bozulmuş kare-piramidal koordinasyonu, NA ligandlarının (N3 ve N1) N atomları ile tamamlanır (Ek Tablo 3). N–Cu...Cu açıları 176,46 (6)° ve 174,66 (7)° dir ve Cu1, O1, O2, C1, Cu2, O3, O4 ve C11 atomları ve Cu1, O5, O6, C21, Cu2, O7, O8 ve C31 atomlarının düzlemleri arasındaki dihedral açı 87,88 (3)° dir.

Karboksilat gruplarındaki C-O bağlarının yakın değerleri (Ek Tablo 3) lokalize olan tekli ve çiftli bağlardan ziyade, delokalize bağlanma düzenlemelerini göstermektedir. Bağ uzunlukları ve açıları diğer bakır kompleksleri için bildirilen değerlerle uyum içindedir: [Cu(CH₃COO)₂(py)₂] [170], [Cu(CH₂CICOO)₂(2-Me-py)₂] [171], [Cu(CH₃COO)₂(pİrazine)] [172], [Cu(C₆H₅COO)₂(py)]₂ [173].

Düzlemsel karboksilat grupları O1/O2/C1, O3/O4/C11, O5/O6/C21 ve O7/O8/C31 ve komşu benzen halkaları A (C2–C7), B (C12–C17), C (C22–C27) ve D (C32–C37) arasında dihedral açıları 80,6 (2), 51,4 (2), 24,4 (2) ve 32,5 (2)° iken, A, B, C, D, E (N1/C41-C45) ve F (N3/C47-C51) A/B = 11,68 (12), A/C = 83,97 (12), A/D = 69,30 (11), A/E = 79,41 (11), A/F = 74,72 (10), B/C = 84,41 (12), B/D = 73,91 (13), B/E = 70,46 (11), B/F = 67,39 (10), C/D = 34,92 (13), C/E = 51,82 (11), C/F = 43,92 (12), D/E = 69,74 (11), D/F = 58,56 (10) ve E/F = 11,28 (10)° dir.

Kristaldeki supramoleküler özellikleri incelendiğinde, iki kola ayrılmış N–H...O_{NA} ve C–H_{piridin}... O_{karboksilat} hidrojen bağları (Ek Tablo 4) R₂²(8) ve R₄⁴(8) halka motifleri ile [174] molekülleri üç boyutlu ağa bağlamaktadır (Şekil 5.9).



Şekil 5.9: 6 Kompleksinde Sadece Moleküllerarası N–H...O Hidrojen Bağlarıyla $R_2^2(8)$ ve $R_4^4(8)$ Halka Motiflerini İçine Alan Kısım [165].

5.1.9.3. Aquabis(nikotinamid)bis(2,4,6-trimetilbenzoato)çinko (7)

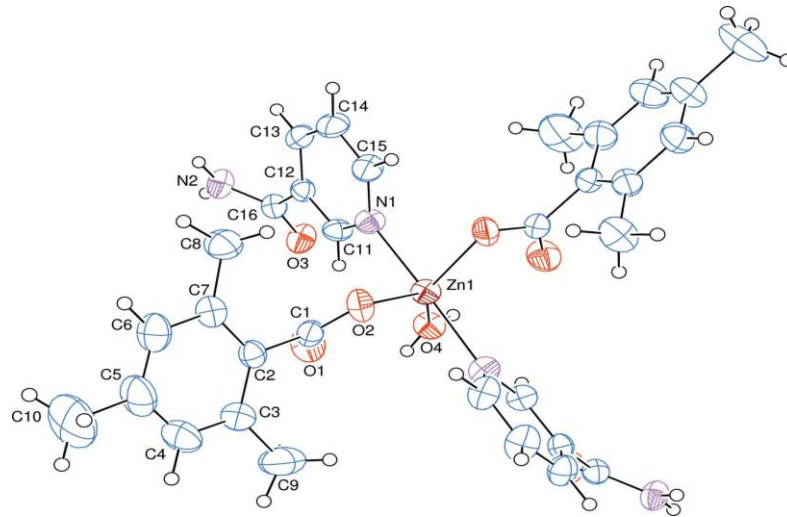
$[Zn(C_{10}H_{11}O_2)_2(C_6H_6N_2O)_2(H_2O)]$ (7) kompleksinin kristal verileri: $M_A = 654,02$ g/mol, kristal sistemi ortorombik, renksiz, uzay grubu $Pbcn$, birim hücre parametreleri $a = 23,4004$ (5) Å, $b = 15,1685$ (4) Å, $c = 9,2353$ (3) Å, $V = 3278,06$ (15) Å³, $Z = 4$, Mo $K\alpha$ radyasyonu, $\mu = 0.80$ mm⁻¹, $T = 296$ K olarak belirlenmiştir [175].

Tek çekirdekli kompleksin molekülü, bir Zn^{2+} katyonu, iki TMB anyonu ve iki NA bir su molekülünden oluşmaktadır. Bağlanan bütün ligandlar monodenta bir şekilde koordine olmaktadır (Şekil 5.10). Zn ve O_{su} atomları ikili simetri eksenindedirler. Zn^{2+} katyonu, NA'nın iki azot atomu ve TMB anyonlarının iki oksijen atomu ve su molekülünün bir oksijen atomu üzerinden beşli-koordine olmaktadır. İki simetri bağımlı monodentat TMB anyonlarının iki karboksilat O atomu [$O2$ ve $O2^i$; simetri kodu: (i) $1 - x, y, \frac{1}{2} - z$] ve koordine olan su O atomu ($O4$), Zn1 atomu etrafında sırasıyla $2,0311$ (16) ve $2,076$ (2) Å mesafelerde bulunarak ve hafif bozulmuş üçgen düzlemsel bir diziliş göstermektedirler. Zn^{2+} katyonu etrafındaki temel düzlemdeki $O2-Zn1-O2^i$ [$95,38$ (9°)], $O2-Zn1-O4$ [$132,31$ (5°)] ve $O2-Zn1-O4^i$ [$132,31$ (5°)] bağ açılarının toplamı 360° dir.

Az bozulmuş trigonal-bipirimidil koordinasyon küresi, eksen pozisyonlarında 2,2066 (19) Å mesafedeki iki simetri bağımlı monodentat NA ligandının iki piridin N atomuyla (N1 ve N1ⁱ) tamamlanmaktadır.

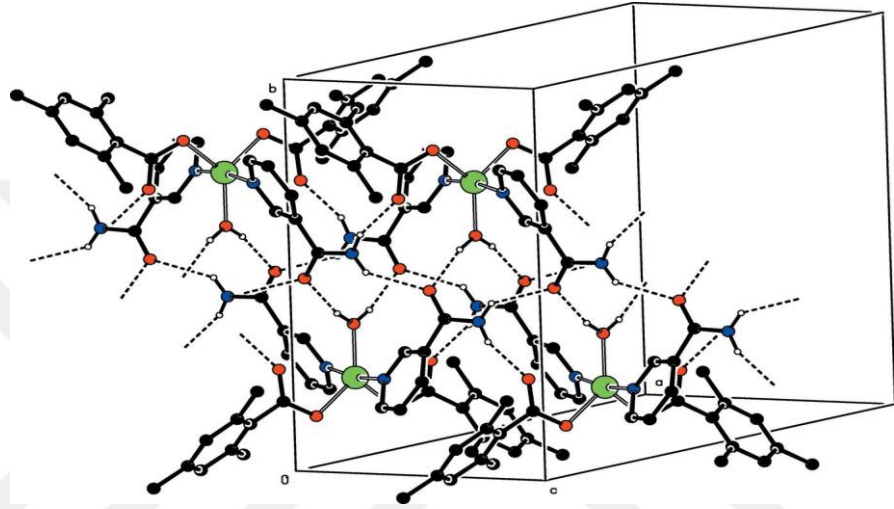
Trigonalite indeksi $\tau[\tau = (\beta - \alpha) / 60]$, burada β ve α [176] en büyük iki koordinasyon açısıdır] N1 – Zn1 – N1ⁱ β [171,42 (8)^o] ve O2 – Zn1 – O4^ü α [132,31 (5)^o] olarak alındığında 0,65 gibi hesaplandı. Genellikle $\tau = 0$ için önerilen bir kare piramidal iken $\tau = 1$ için ideali trigonal-piramidal geometridir. Bu durumda, elde edilen τ değeri trigonal-piramidal geometriye daha yakındır.

Karboksilat gruplarındaki C1 – O1 [1,240 (3) Å] ve C1 – O2 [1,259 (3) Å] bağlarının yakın uzunlukları lokalize tek ve çift bağlardan ziyade delokalize olmuş bağlanmayı göstermektedir. O2 – C1 – O1 bağ açısının [121,8 (2)^o], serbest asitte mevcut olandan [122,2^o] biraz daha düşük olduğu görülmektedir. Zn1 düzlemsel (O1 / O2 / C1) karboksilat grubu düzleminin 0,0817 (1) Å üzerinde konumlanır. TMB anyonundaki karboksilat grubu, benzen halkası ve piridin N1 / C11-C15 halkası 81,90 (8)^o lik bir dihedral açıda yönelirken, karboksilat grubu bitişik olan benzen C2 – C7 halkası ile 61,32 (14)^o dihedral açı oluşturmaktadır (Ek Tablo 5).



Şekil 5.10: 7 Kompleksinin Molekül Yapısı [175].

Supramoleküler kristaldeki NH_2 grubu koordine olmayan karboksilat ve NA oksijen atomları moleküller arası $\text{N} - \text{H} \dots \text{O}$ hidrojen bağları vasıtasıyla ve su molekülü NA oksijen atomlarına moleküller arası $\text{O} - \text{H} \dots \text{O}$ hidrojen bağlarıyla bağlanır (Ek Tablo 6). Bu hidrojen bağları $R_2^2(8)$, $R_3^3(10)$ ve $R_3^3(16)$ halka motifleri, molekülleri c ekseninde ilerleyen iki sütunlu bir yapıdan oluşan bir ağa bağlar (Şekil 5.11). Önemli bir $\pi - \pi$, $\text{C} - \text{H} \dots \pi$ veya $\text{C} - \text{H} \dots \text{O}$ etkileşimi gözlemlenmemiştir.

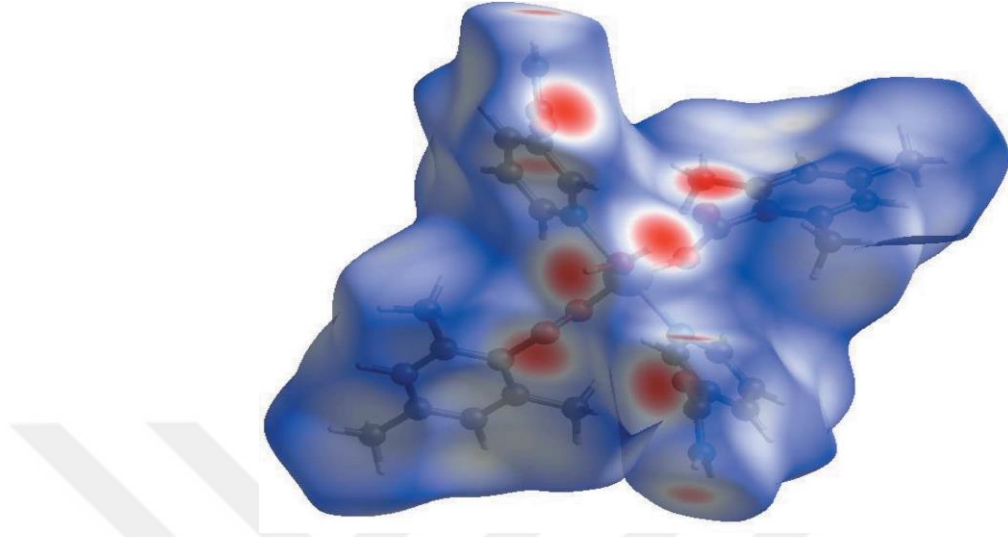


Şekil 5.11: 7 Kristalindeki $\text{O} - \text{H}_{\text{koorsu}} \dots \text{O}_{\text{NA}}$, $\text{N} - \text{H}_{\text{NA}} \dots \text{O}_{\text{karboksilat}}$ ve $\text{N} - \text{H}_{\text{NA}} \dots \text{O}_{\text{NA}}$ Hidrojen Bağları [175].

7 Kompleksinin Hirshfeld yüzeyi analizinde [177, 178] kristaldeki moleküller arası etkileşimler görselleştirmek için *Crystal Explorer 17.5* [179] kullanıldı. d_{norm} üzerine çizilen Hirshfeld yüzeyi analizinde (Şekil 5.12) beyaz yüzey, van der Waals yarıçapının toplamına eşit mesafelere sahip bağlantıları gösterir, kırmızı ve mavi renkler van der Waals yarıçapından [180] daha kısa (yakın temas) veya daha uzun (uzak temas) mesafeleri gösterir.

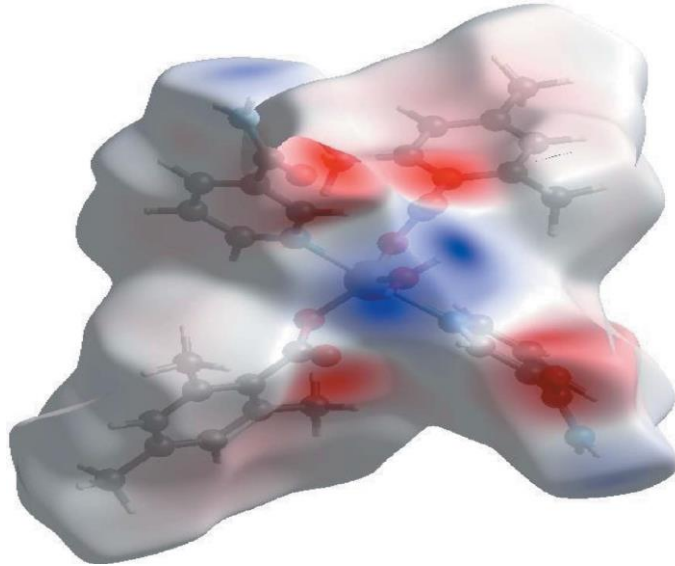
O1, O3, H21, H22 ve H41 atomlarının yakınında bulunan parlak-kırmızı lekeler, onların baskın $\text{O} - \text{H} \dots \text{O}$ ve $\text{N} - \text{H} \dots \text{O}$ hidrojen bağlarındaki vericiler ve alıcılar olarak rollerini gösterir. Bu O ve H atomları, sırasıyla Şekil 5.13'te gösterildiği gibi, Hirshfeld yüzeyi elektrostatik potansiyel üzerinde pozitif ve negatif potansiyellere karşılık gelen [181, 182] mavi ve kırmızı bölgeler olarak görünürler. Kırmızı bölgeler negatif elektrostatik

potansiyeli (hidrojen bağı alıcıları) gösterirken, mavi bölgeler, pozitif elektrostatik potansiyeli (hidrojen bağı vericileri) göstermektedir.



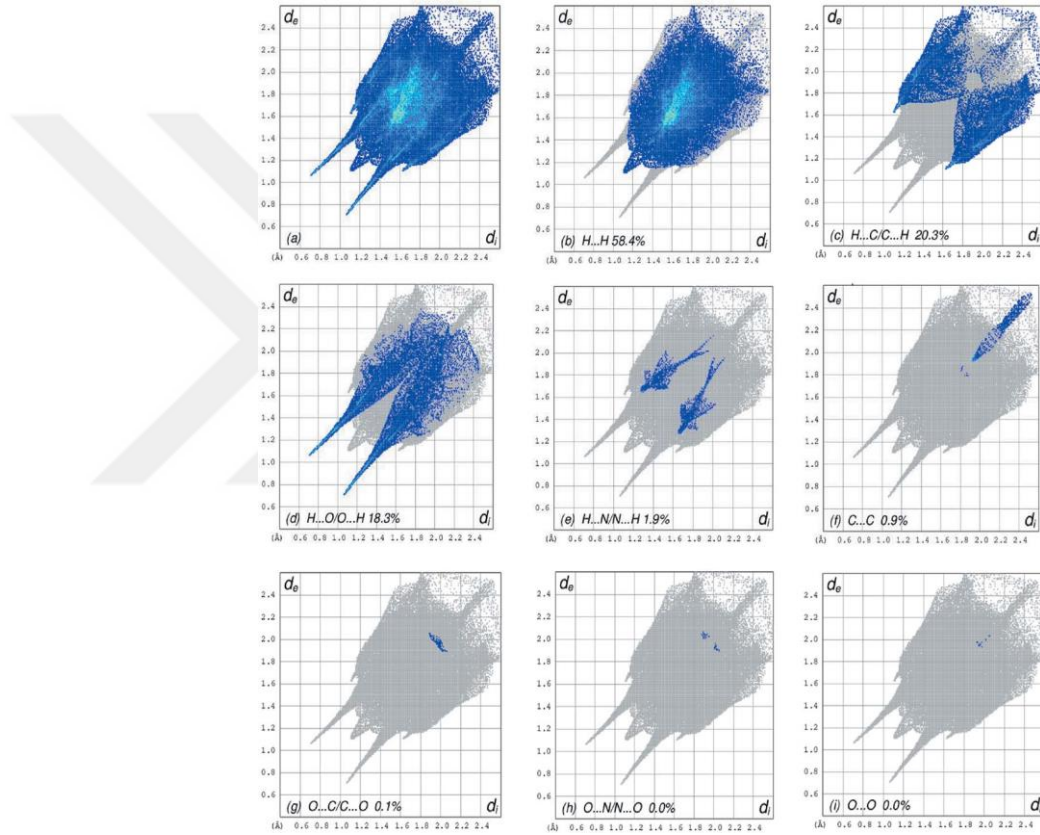
Şekil 5.12: 7 Kompleksinin Üç Boyutlu Hirshfeld Yüzeyinin Görünümü [175].

Toplam iki boyutlu parmak izi çizimi ve bunların H...H, H...C/C...H, H...O/O...H, H...N/N...H, C...C, O...C/ C...O, O...N/N...O ve O...O bağlantıları [183] sırasıyla Şekil 5.14a-i'de Hirshfeld yüzeyine katkıları ile birlikte gösterilmektedir.



Şekil 5.13: N-H...O ve O-H...O Hidrojen-Bağ Alıcıları ve Vericileri [175].

En önemli etkileşim, H...H'nin % 58.4'lük katkıda bulunduğu genel kristal küme Şekil 5.14b'de yaygın şekilde yansıtılır. Bu şekilde molekülün büyük hidrojen içeriği nedeniyle yüksek yoğunlukta dağılmış noktalar görülmektedir. Şekil 5.14c'de kristaldeki C–H... π etkileşimleri yokluğunda H...C/C...H temaslarında Hirshfeld yüzeyine % 20.3 katkısı bulunan parmak izi çiziminde karakteristik kanat çiftleri ve $d_e + d_i$ 2.9 Å'de kısa atomlararası H...C/C...H temasları sonucu ince kenar çifti tasvir olunmaktadır (Şekil 5.14) [175].



Şekil 5.14: 7 Kompleksinin İki Boyutlu Parmak İzi Grafikleri, (a) Tüm Etkileşimleri ve (b) H...H, (c) H...C/C...H, (d) H...O/O...H, (e) H...N/N...H, (f) C...C, (g) O...C/C...O, (h) O...N/N...O ve (i) O...O Etkileşimleri [175].

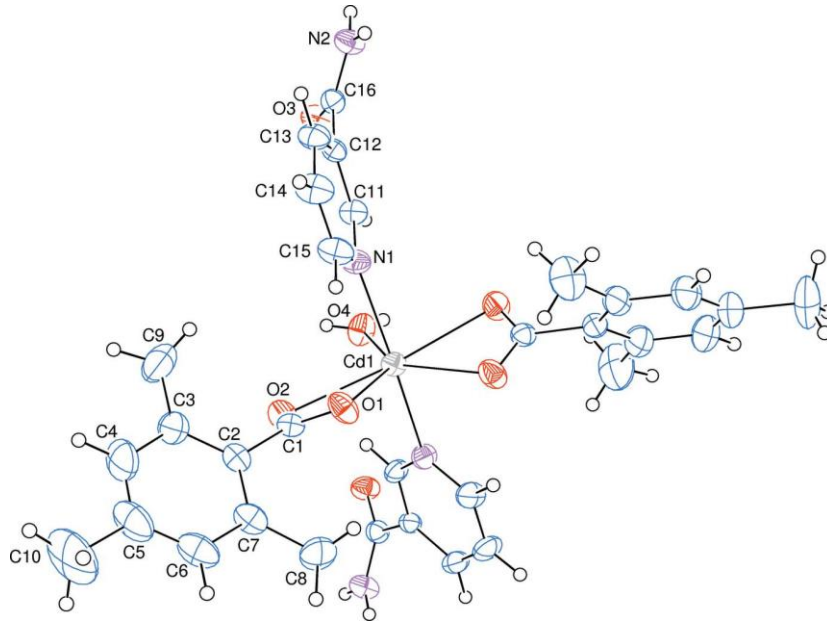
5.1.9.6. Aquabis(nikotinamid)bis(2,4,6-trimetilbenzoat)kadminyum(II) (8)

Kristal sistemi ortorombik olan $[\text{Cd}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (8) kompleksinin kristal verileri: $M_A = 701,05$ g/mol, kristalin rengi = renksiz, uzay grubu $Pbcn$, birim hücre parametreleri $a = 23,6876$ (5) Å, $b = 15,6711$ (4) Å, $c = 9,0682$ (2) Å, $V =$

3366,21 (13) Å³, Z = 4, Mo Kα radyasyonu, μ= 0,70 mm⁻¹, T = 296 K olarak belirlenmiştir [184].

Tek çekirdekli maddenin kristal yapısının asimetric birimi, bir Cd²⁺ katyonunun yarısı, bir su molekülünün yarısı (Cd ve O_{su} atomları ikili simetri eksenini üzerinde yerleşmektedirler), bir TMB anyonu ve bir NA molekülünü içerir, TMB ve NA sırasıyla bidentat ve monodentat şekilde koordine olmaktadır (Şekil 5.15).

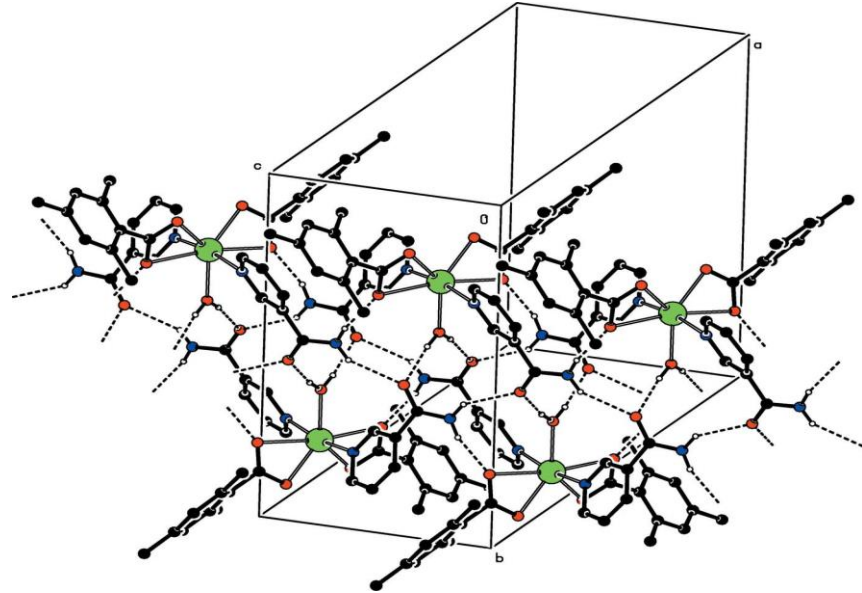
Cd²⁺katyonu iki simetriyle bağımlı bidentat TMB anyonlarının karboksilat O atomlarını (O1, O2, O1ⁱ ve O2ⁱ) ve su O atomunu (O4), 2,297 (2), 2,527 (2) ve 2,306 (3) Å mesafeye koordine ederek bozuk pentagonal bir çevre oluşturmaktadır. Cd²⁺katyonu etrafındaki temel düzlemdeki bağ açılarının toplamı, O1–Cd1–O1ⁱ [87,57 (11)°], O1–Cd1–O2 [53,63 (7)°], O1ⁱ–Cd1–O2ⁱ [53,63 (7)°], O2–Cd1–O4 [84,47 (5)°] ve O2ⁱ–Cd1–O4 [84,47 (5)°], 363,77°'dir [simetri kodu: (i) 1 – x, y, $\frac{1}{2}$ – z]. Bu Cd²⁺ katyonunun küçük bir sapma ile esas düzlemdeki varlığını doğrulamaktadır. Bozulmuş pentagonal-bipiramidal koordinasyon küresi eksen pozisyonlarında 2,371 (3) Å mesafedeki iki simetri ile bağımlı monodentat nikotinamid ligandının iki piridin N atomuyla (N1 ve N1ⁱ) tamamlanmaktadır (Şekil 5.15).



Şekil 5.15: 8 Kompleksinin Kristal Yapısı [184].

Karboksil gruplarındaki C1–O1 [1,249 (4) Å] ve C1–O2 [1,253 (3) Å] bağlarının yakın değerleri, bu bağların delokalize bağlanma olduklarını göstermektedir. O2–C1–O1 bağ açısı [121,7 (3) Å], serbest asite [122,2°] göre biraz küçüktür. Cd1 atomu düzlemsel (O1/O2/C1) karboksilat grubunun 0,0192 (1) Å üstünde bulunur. O1–Cd1–O2 açısı 53,63 (7)°'dir. TMB anyonunun benzen A (C2 – C7) halkası ve piridin halkası [piridin = B (N1/C11–C15)] arasındaki dihedral açı 60,94 (18)° iken, bu benzen halkasının bağlı olduğu karboksilat grubu düzlemi ile oluşturduğu dihedral açı 50,32 (11)°'dir. Dörtlü halka D (Cd1/O1/O2/C1) yaklaşık 0,0029 (30) Å'luk bir sapmayla (C1 için) neredeyse düzlemsel ve A ve B halkalarına göre, 60,98 (11)° ve 81,91 (7)° dihedral açılarıyla yönelmektedir (Ek Tablo 7).

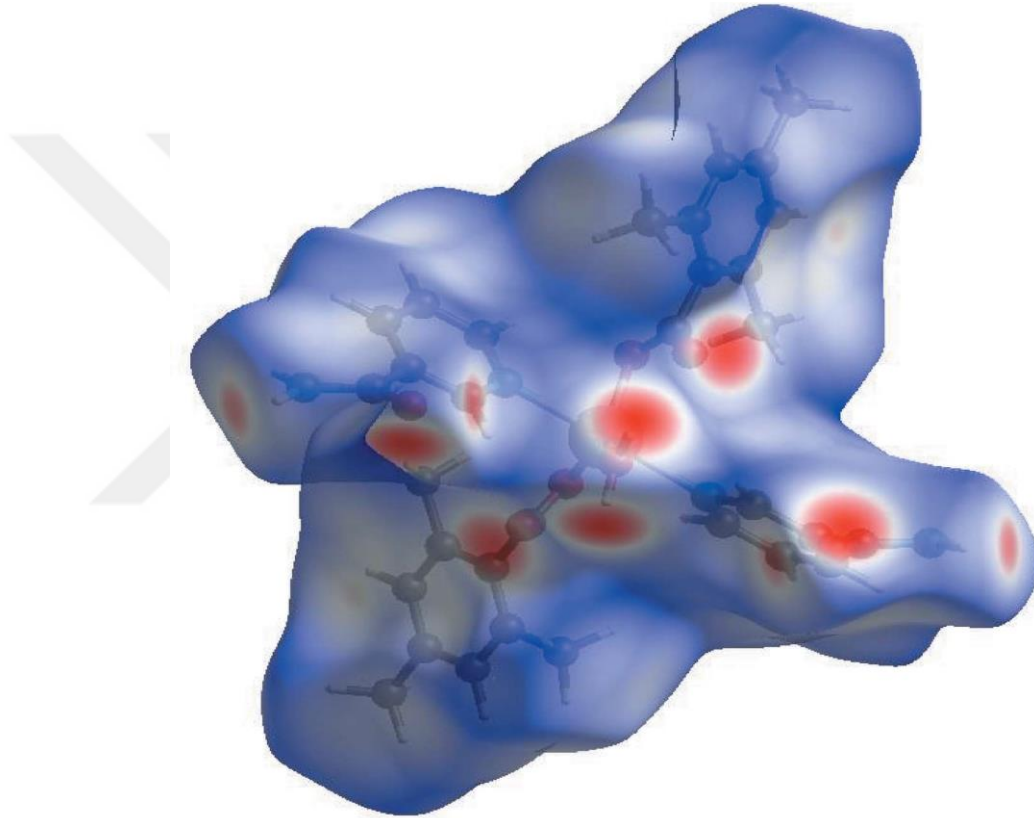
Kristalde, moleküller arası N–H_{NA}...O_{NA}, N–H_{NA}...O_{karboksilat}, O–H_{SU}...O_{NA} ve C–H_{TMB}...O_{karboksilat} hidrojen bağları vasıtasıyla bağlanarak $R_2^2(12)$, $R_3^3(8)$, $R_3^3(14)$, $R_3^3(16)$, $R_3^3(20)$, $R_3^3(22)$, $R_4^4(22)$, $R_5^5(16)$, $R_6^6(16)$ ve $R_6^6(18)$ halka motifleri ile üç boyutlu yapı oluşturmaktadır (Ek Tablo 8, Şekil 5.16). Hidrojen bağları ve van der Waals bağlanmaları, kristaldeki kümelerde görülen baskın etkileşimlerdir. Önemli $\pi - \pi$ veya C – H... π etkileşimi gözlenmemiştir (Ek Tablo 8).



Şekil 5.16: 8 Kristal Yapının Bölümü [184].

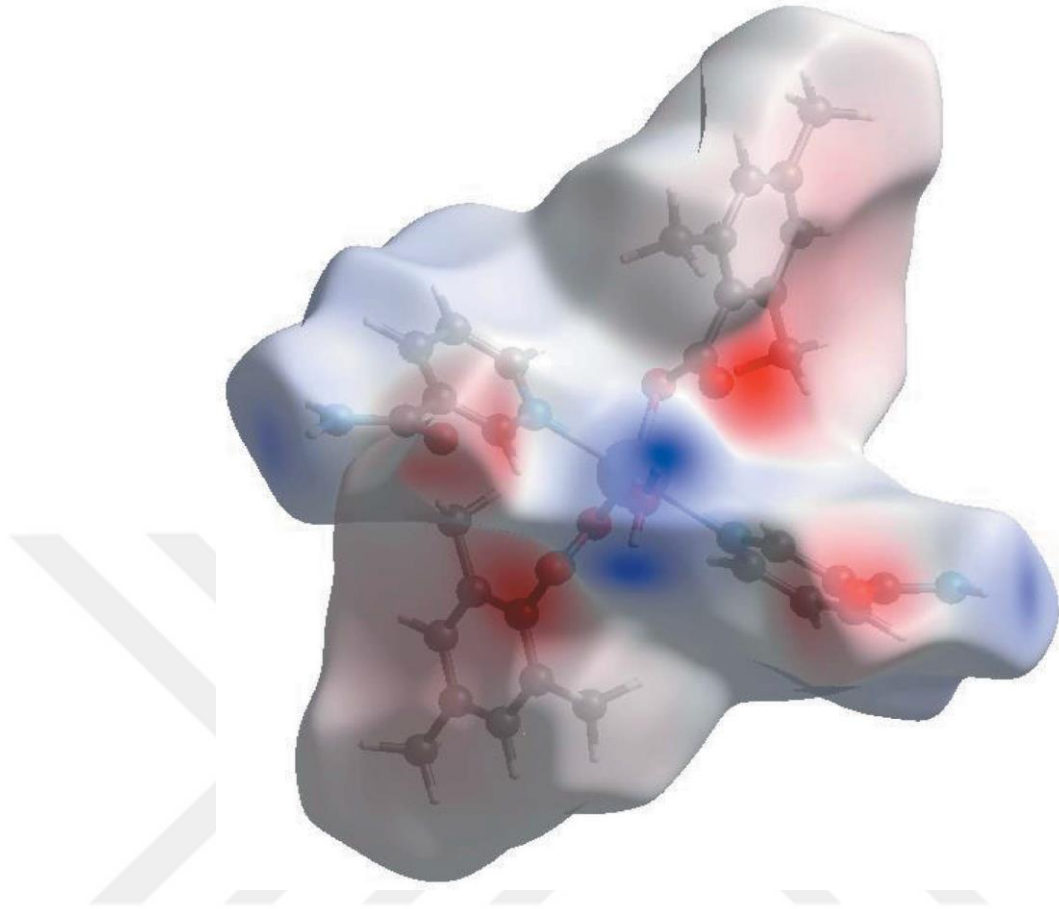
8 kompleksinin Hirshfeld yüzeyi analizinde [177, 178] kristaldeki atomun yerlerini araştırmak için *Crystal Explorer 17.5* [179] kullanılmıştır.

Hirshfeld yüzeyinde d_{norm} üzerinden çizilen beyaz yüzey, van der Waals yarıçapının toplamına eşit mesafelere sahip temasları gösterir ve kırmızı ve mavi renkler, van der Waals yarıçaplarına göre sırasıyla mesafelerin daha kısa (net teması) veya daha uzun (farklı teması) olduğunu ifade etmektedir [180] (Şekil 5.17).



Şekil 5.17: **8** Kompleksinin Üç Boyutlu Hirshfeld Yüzeyinin Görünümü (0,6941 ile 1,6440 Å Arasında d_{norm} Üzerine Çizilmiştir) [184].

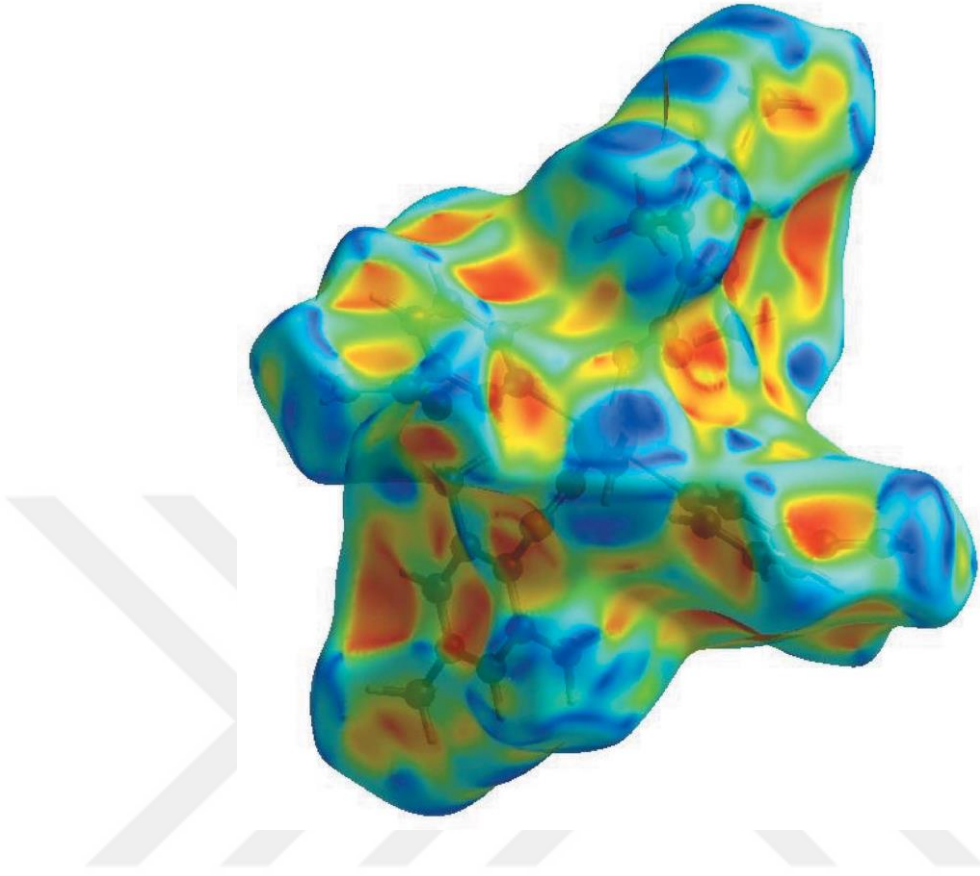
NA-O3, TMB-O1 ve O2 ve hidrojen atomları H2A, H2B, H41 ve H8C'nin yakınında bulunan parlak-kırmızı lekeler, dominant O–H...O, N–H...O ve C–H...O hidrojen bağlarındaki ilgili vericiler ve alıcıların rollerini gösterirken aynı zamanda elektrostatik potansiyel üzerine çizilmiş Hirshfeld yüzeyinde pozitif ve negatif potansiyellere karşılık gelen mavi ve kırmızı bölgeler olarak görünürler [181, 182] (Şekil 5.18).



Şekil 5.18: 8 Kompleksinin Üç Boyutlu Hirshfeld Yüzeyinin Görünümü (0,1379 ile 0,1988 Å Arasında Elektrostatik Potansiyel Enerjisi Üzerinde Çizilmiştir) [184].

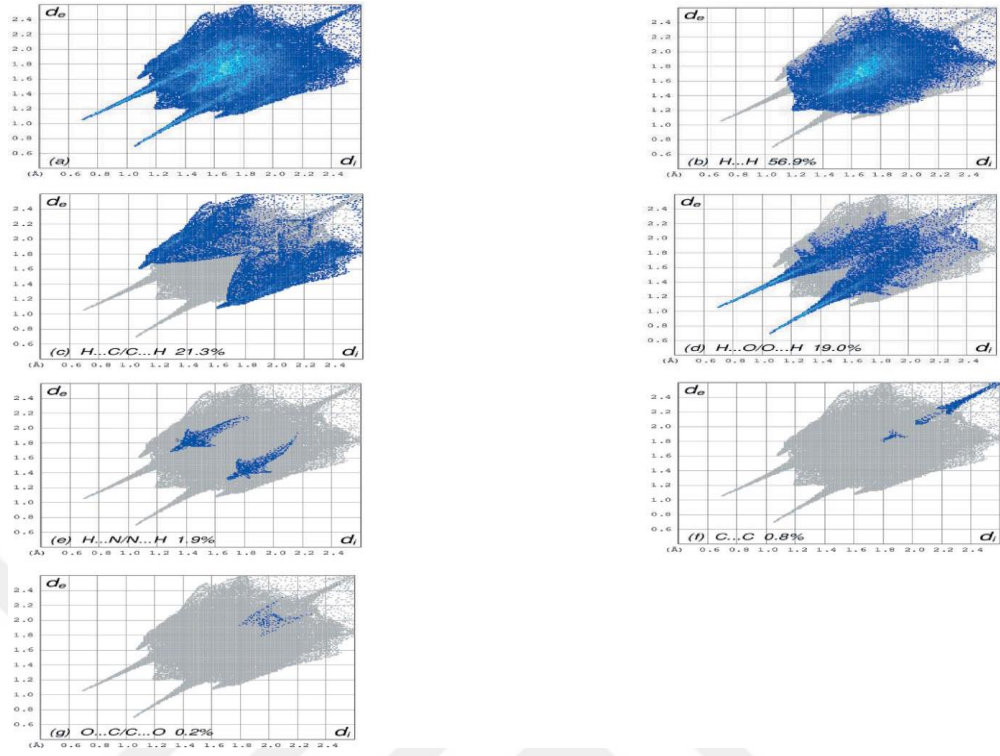
Kırmızı bölgeler negatif elektrostatik potansiyeli gösterirken (hidrojen bağı alıcılarını), mavi bölgeler, pozitif elektrostatik potansiyeli (hidrojen bağı vericilerini) göstermektedir. Hirshfeld yüzeyinin şekil indeksi, bitişik kırmızı ve mavi üçgenlerin varlığı ile π - π kümelenmesini görselleştirmek için kullanılan bir araçtır, eğer orada bitişik kırmızı ve/veya mavi üçgen yoksa, π - π etkileşimi yoktur diyebiliriz. Şekil 5.19 açıkça π - π etkileşimlerinin olmadığını göstermektedir.

Şekil 5.20a ve H...H, H...C/C...H, H...O/O...H, H...N/N...H, C...C ve O...C/C...O temaslarında [183] Hirshfeld yüzeyine yaptıkları katkılarla birlikte çizilmiş toplam iki boyutlu parmak izi grafiği sırasıyla Şekil 5.20b-g'de gösterilmiştir.

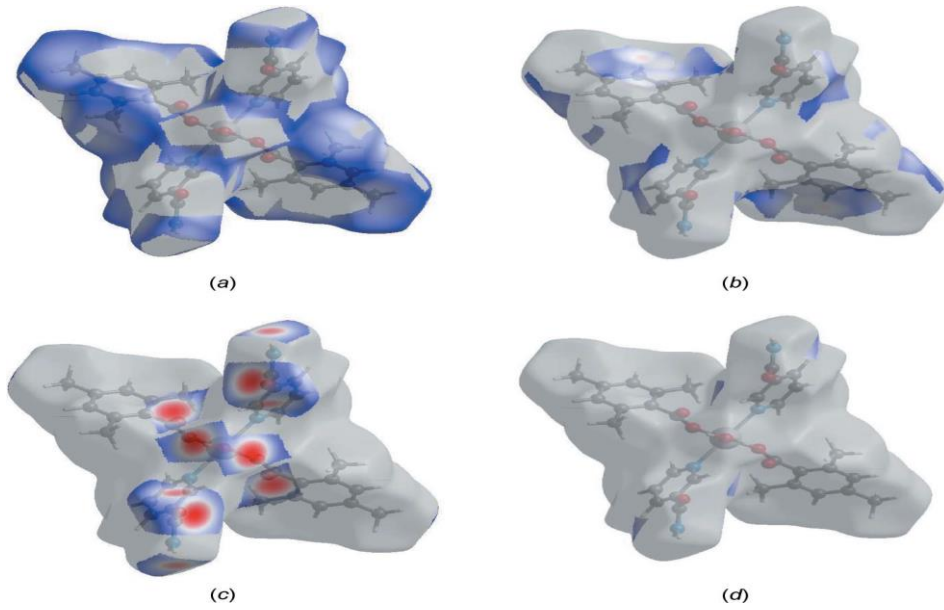


Şekil 5.19: 8 Kompleksinin Hirshfeld Yüzeyi Biçim İndeksi [184].

Yüzey üzerine çizilen d_{norm} fonksiyonuyla birlikte Hirshfeld yüzey gösterimleri sırasıyla Şekil 5.21 a-d'deki H...H, H...C/C...H, H...O/O...H ve H...N/N...H etkileşimleri için gösterilmiştir. Hirshfeld yüzey analizi, kristal yapının oluşmasında H atom temaslarının önemini gösterir. Çok sayıda H...H, H...C/C...H ve H...O/O...H etkileşimleri, van der Waals etkileşimlerinin ve hidrojen bağlarının yapılanmasında önemli rol oynadığını ortaya koymaktadır [185].



Şekil 5.20: 8 Kompleksi İçin Tam İki Boyutlu Parmak İzi Grafikleri, (a) Tüm Etkileşimleri Gösteren ve (b) H...H, (c) H...C/C...H, (d) H...O/O...H, (e) H...N/N...H, (f) C...C ve (g) O...C/C...O Etkileşimleri Gösterilmiştir [184].

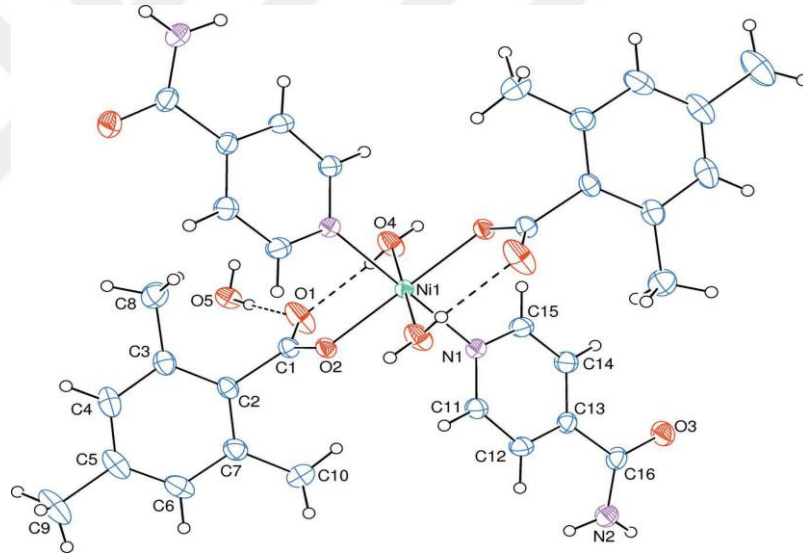


Şekil 5.21: d_{norm} Fonksiyonuyla Hirshfeld Yüzey Gösterimleri: (a) H...H, (b) H...C/C...H, (c) H...O/O...H ve (d) H...N/N...H Etkileşimleri [184].

5.1.9.4. Diaquabis(izonikotinamid)bis(2,4,6-trimetilbenzoat)nikel(II)dihidrat (10)

Kristal sistemi monoklinik olan $[\text{Ni}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (10) kompleksinin kristal verileri: $M_A = 701,41$ g/mol, kristal rengi yeşil, uzay grubu $P2_1/c$, birim hücre parametreleri $a = 14,0222$ (3) Å, $b = 9,8275$ (4) Å, $c = 13,0229$ (3) Å, $\beta = 105,645$ (3)°, $V = 1728,11$ (6) Å³, $Z = 2$, Mo $K\alpha$ radyasyonu, $\mu = 0.62$ mm⁻¹, $T = 296$ K olarak belirlenmiştir [186].

Tek çekirdekli 10 kompleksinin asimetrik ünitesi, simetri merkezinde bulunan bir Ni^{+2} katyonu, bir TMB anyonu, bir İNA anyonu ile birlikte koordine olan bir su ve koordine olmayan bir su molekülü içerir. TMB ve İNA ligandları monodentat şekilde koordine olunmuştur (Şekil 5.22).



Şekil 5.22: 10 Kompleksinin Molekül Yapısı [186].

Komplekste Ni1 atomu biraz bozulmuş oktahedral bir çevrededir ve Ni1 atomu monodentat TMB anyonlarının iki karboksilat O atomuyla (O2 ve O2ⁱ), koordine olan iki su O atomuyla (O4 ve O4ⁱ) ve monodentat İNA ligandlarının iki piridin N atomuyla (N1 ve N1ⁱ) sırasıyla 2,0438 (12), 2,0346 (14) ve 2,1506 (15) Å mesafede koordine olmaktadır [simetri kodu: (i) 1 - x, - y, 1 - z] (Şekil 5.22). Karboksilat gruplarının koordine olmayan oksijen atomları, hidrojen bağları üzerinden koordine olan ve koordine olmayan su molekülleri ile etkileşime girer. Moleküliçi O-H_{koord.}...O_{karboksilat}

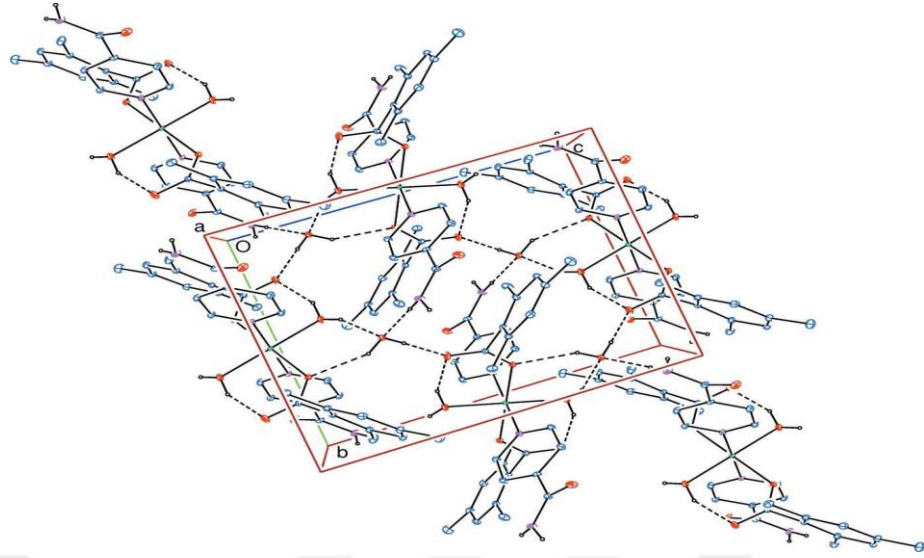
hidrojen bağları koordine olan su moleküllerinin H atomlarını koordine olmayan karboksilat oksijen atomlarına bağlamaktadır ve $S(6)$ halka motifleri içermektedir.

Karboksilat gruplarındaki C1–O1 [1,242 (2) Å] ve C1–O2 [1,260 (2) Å] bağlarının yakın değerleri lokalize olan tek ve çift bağlardan ziyade lokalize olmayan bağlanma biçimlerini göstermektedir. O2–C1–O1 bağ açısı 124,52 (17)° dir. Benzoat anyonları metal atomlarına monodentat olarak bağlanmaktadır. Ni1 atomu düzlemsel (O1/O2/C1) karboksilat grubunun 0,3523 (1) Å altındadır. TMB anyonunun benzen halkası ile piridin, *B* (N1/C11–C15), piridin halkaları 24,33 (6)° lik bir dihedral açı oluştururken, karboksilat grubu, bağlı olduğu benzen, *A* (C2–C7) den 78,80 (14)° halkayla bükülür (Ek Tablo 9).

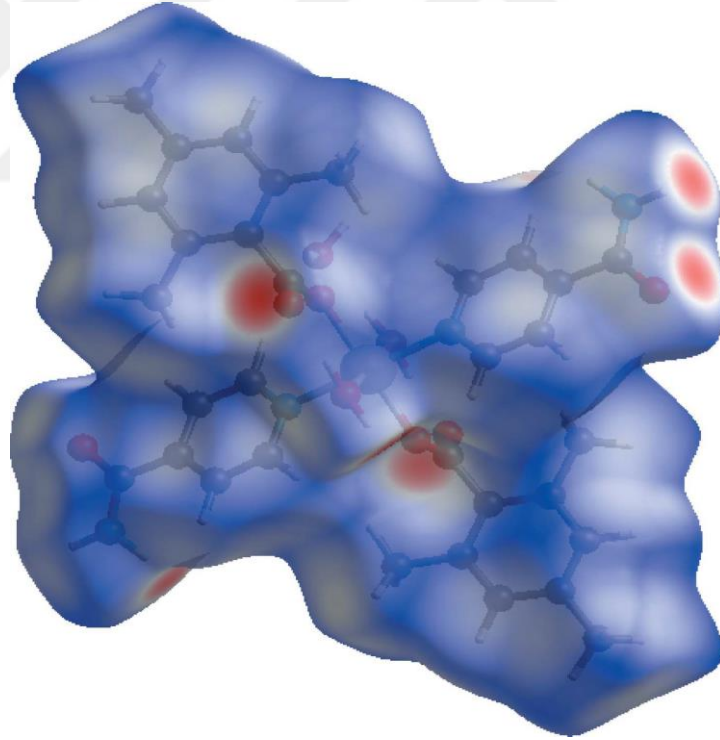
Kristaldeki supramoleküler özellikler incelendiğinde, O–H_{koor.su} ...O_{nonkoordinesu}, O–H_{koordinesu} ...O_{karboksilat}, N–H_{INA} ...O_{nonkoordinesu} ve N–H_{INA} ...O_{INA} (Ek Tablo 10) hidrojen bağları, (6), (19), (26), (28), (32),(28) ve (32) halka motiflerini içeren molekülleri [011]'e paralel ağlara bağlar. Ayrıca kristal yapısı, zayıf bir C–H_{INA}...O_{nonkoordineu} etkileşimiyle dengelenmektedir (Ek Tablo 10) (Şekil 5.23).

10 kompleksinin Hirshfeld yüzey analizi [177,178] hidrojen bağı oluşturmak için bu potansiyele sahip atomların yerlerini ve bu etkileşimlerin kantitatif oranlarını araştırmak amacıyla gerçekleştirildi. Hirshfeld yüzeyinin grafik gösterimiyle (Şekil 5.24) birlikte konvansiyonel d_{norm} haritası (Şekil 5.23), atomların yakınında parlak kırmızı noktalar olarak Şekil 5.23'de temsil edilen molekülerarası temaslarında alıcılarının ve vericilerinin konumlarını önermektedir.

Analiz sonuçlarına göre, en önemli etkileşim toplam kristal kütleye % 59,8 katkıda bulunan H...H'dir. Sonraki en önemli etkileşimler sırasıyla % 20,2 ve % 13,7 katkıda bulunan O...H/H...O ve C...H/H...C etkileşimleridir. Yapının birleşmesine katkıda bulunan en zayıf molekülerarası kontaklar C...C, N...H/H...N, C...O/O...C ve C...N/N...C sırasıyla yalnızca 3,0 ; 2,3 ; 0,6 ve 0,4 % katkıda bulunmuşlardır.



Şekil 5.23: 10 Kompleksinin Hidrojen Bağlarının Görünüşü [186].

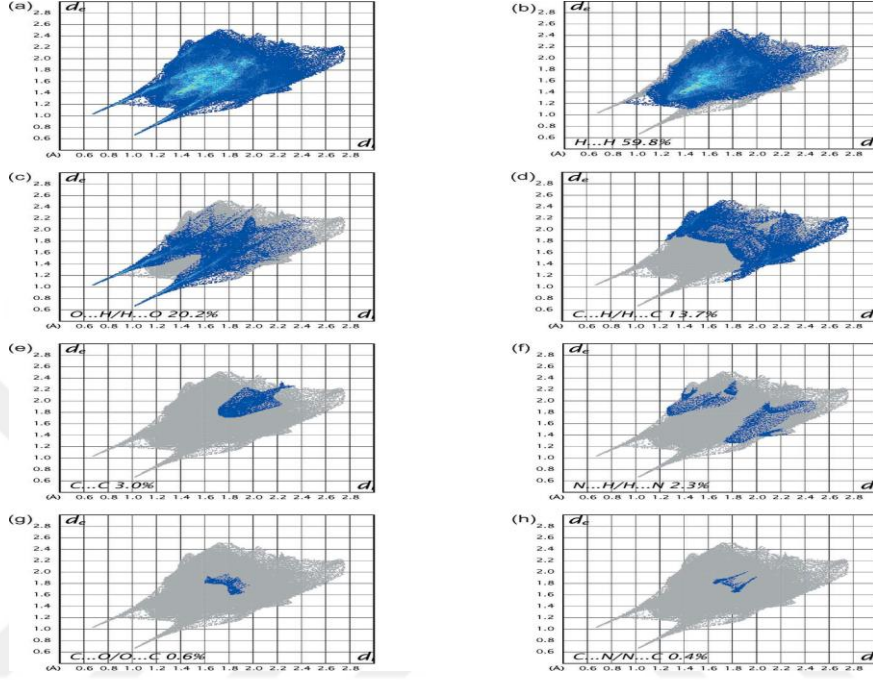


Şekil 5.24: 10 Kompleksinin Üç Boyutlu Hirshfeld Yüzeyinin Görünümü [184].

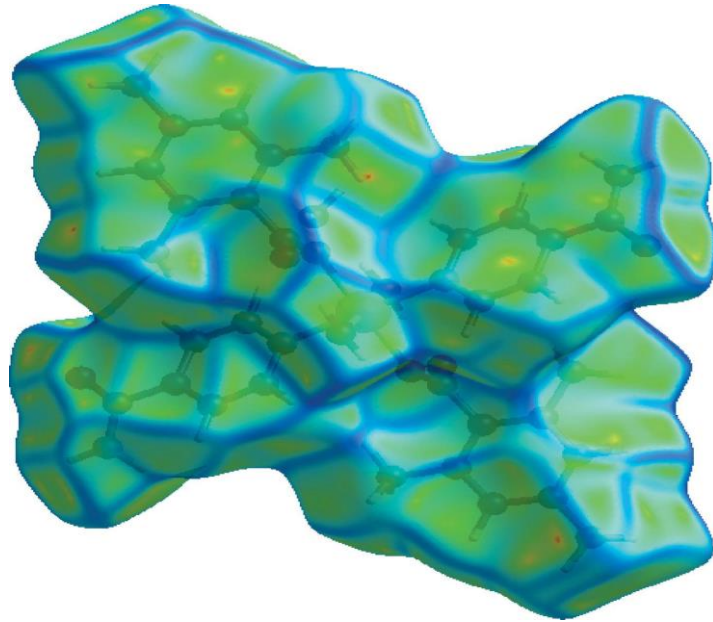
Toplam iki boyutlu parmak izi grafiği, Şekil 5.25a ve bunların H...H, O...H/H...O, C...H/H...C, C...C, N...H/H...N, C...O/O...C ve C...N/N...C temaslarında [183] tasviri Şekil 5.25b-h'de gösterilmektedir. Burada önemli O...H/H...O etkileşimleri

bulunduđu iki boyutlu parmak izi grafiđinde $d_e + d_i - 1.0 \text{ \AA}$ 'da belirgin uzun bir sivrilik bulunmaktadır (Şekil 5.25c).

Bu etkileşimlerin varlığı, eğriliđin bir fonksiyonu olarak çizilen Hirshfeld yüzeyiyle de gösterilebilir (Şekil 5.26).



Şekil 5.25: 10 Kompleksinin Hirshfeld Analizinden Elde Edilen İki Boyutlu Parmak İzi Çizimleri [186].

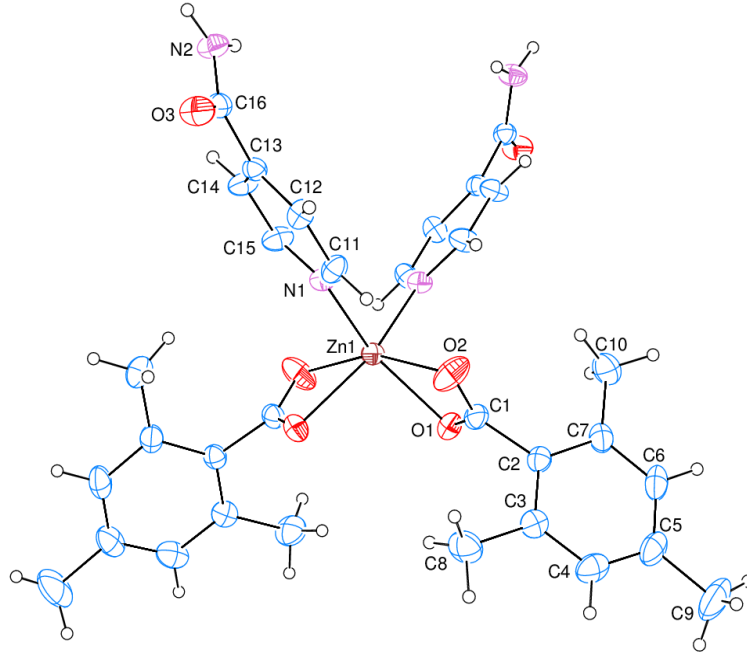


Şekil 5.26: 10 Kompleksinde Kıvrımlara Dayanılarak Çizilen Hirshfeld Yüzeyi [186].

5.1.9.5. Bis(2,4,6-trimetilbenzat)bis(izonikotinamid)çinko(II) (**12**)

Kristal sistemi monoklinik olan renksiz $[\text{Zn}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2]$ (**12**) kompleksinin kristal verileri: $M_A = 636,00$ g/mol, uzay grubu $C2$, birim hücre parametreleri $a = 18,4837$ (5) Å, $b = 7,7614$ (2) Å, $c = 13,1258$ (3) Å, $\beta = 123,394$ (2)°, $V = 1572,14$ (7) Å³, $Z = 2$, Mo $K\alpha$ radyasyonu, $\mu = 0,83$ mm⁻¹, $T = 296$ K olarak belirlenmiştir [187].

Tek çekirdekli **12** kompleksi çinko(II) katyonu, iki TMB anyonu ve iki İNA molekülü içerir. İki İNA molekülü monodentat ligandlar gibi davranırken, iki TMB anyonları ise bidentat ligantlar gibi davranmaktadırlar (Şekil 5.27).



Şekil 5.27: **12** Kompleksinin Molekül Yapısı [187].

12 tek çekirdekli kompleksinde, Zn^{II} atomu iki TMB anyonu ve iki İNA ligandı ile çevrilidir. İNA ligandları sadece piridin N atomları vasıtasıyla Zn^{II} iyonu ile koordine edilirler. Zn^{2+} katyonu, İNA'nın iki azotu (N1 ve N1^i) ile büyük ölçüde bozulmuş ZnO_2N_2 tetrahedrondaki TMB anyonlarının iki oksijeni [(O1 ve O2) veya (O1^i ve O2^i)] tarafından koordine edilir (Ek Tablo 11) [simetri kodu:(i) $1 - x, y, 1 - z$]. Ortalama $\text{Zn}-\text{N}$ bağ uzunluğu $2,0933$ (14) Å iken, $\text{Zn}-\text{O}$ bağ uzunluğu $2,1737$ (17) Å'dır (Ek Tablo 12). İdeal tetrahedralden ($109,5^\circ$) en sapma açısı, $\text{N1}-\text{Zn1}-\text{O1}^i$ [$151,012$ (6)°], $\text{O2}-$

Zn1–O2ⁱ [160,08 (11)°], O1–Zn1–O1ⁱ [95,28 (8)°] ve N1–Zn1–N1ⁱ [94,62 (8)°] dir. Kalan O– Zn–N bağ açısı 91,80 (6)° ile 101,72 (7)° arasında değişir. Zn1 atomu düzlemsel (O1/ O2/C1) karboksilat grubunun 0,0214 (1) Å altında konumlanır.

Karboksilat gruplarındaki C1–O1 [1,253 (2) Å] ve C1–O2 [1,233 (2) Å] bağ uzunluklarının yakınlığı lokalize olan tekli ve çiftli bağlardan ziyade, delokalize bağlanma düzenlerini göstermektedir. O1 – Zn1 – O2 açısı 59,32 (5)° 'dir.

BenzenA(C2 – C7) ve piridin B (N1/C11–C15) halkaları A/B = 75,14 (7)°'lik dihedral açıda yönelirken, düzlemsel karboksilat grubu (O1/O2/C1) ile komşu benzen halkası A arasındaki dihedral açı 82,80 (15)°'dir.

Kristalde, 2,4,6-trimetilbenzoat (TMB) ve izonikotinamid (INA) oksijenlerini, izonikotinamid (İNA) ligandlarına bağlayan N–H_{INA} . . . O_{karboksilat} ve N–H_{INA} . . . O_{INA} hidrojen bağları (Ek Tablo 10), paralel bir katman oluşturarak R₂²(18) ve R₃³(15) halka motiflerini içine alır. Ayrıca zayıf C–H . . . π etkileşimi kristal yapıyı stabilize edebilir.

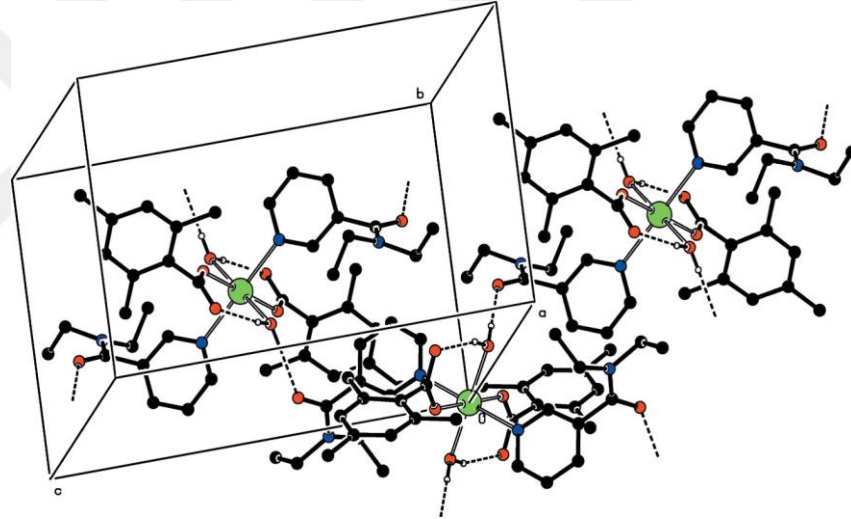
5.2.8.8. Diaquabis(*N,N'*-dietilnikotinamid)bis(2,4,6-trimetilbenzoato) manganez(II) (14)

[Mn(C₁₀H₁₁O₂)₂(C₁₀H₁₄N₂O)₂(H₂O)₂] (**14**) kompleksinin kristal verileri: M_A = 773,83 g/mol, kristal sistemi monoklinik, renksiz, uzay grubu *P2₁/c*, birim hücre parametreleri *a* = 13,1040 (4) Å, *b* = 10,8828 (3) Å, *c* = 15,7167 (4) Å, β = 111,570 (2)°, V = 2084,37 (10) Å³, Z = 2, Mo Kα radyasyonu, μ = 0.37 mm⁻¹, T = 296 K olarak belirlenmiştir [188].

Tek çekirdekli **14** kompleksin asimetric birimi, simetri merkezinde yerleşen bir Mn²⁺ kasyonu ile birlikte bir 2,4,6-trimetilbenzoat (TMB) anyonu ve bir *N,N'*-dietilnikotinamid (DENA) molekülü ve bir su molekülü içermektedir ve tüm ligandlar Mn²⁺ kationuna monodentat olarak koordine olmaktadırlar (Şekil 5.28) [188].

değerlerden biraz sapma gösterir. Benzen A ve piridin B (N1 / C11 – C15) halkaları A / B = 43,03 (8)^o lik dihedral açıda yönlendirilirken, dihedral açıyla düzlemsel karboksilat grubu (O1 / O2 / C1) ve komşu benzen A (C2 – C7) halkası arasındaki açı 87,73 (16)^o dir (Ek Tablo 13).

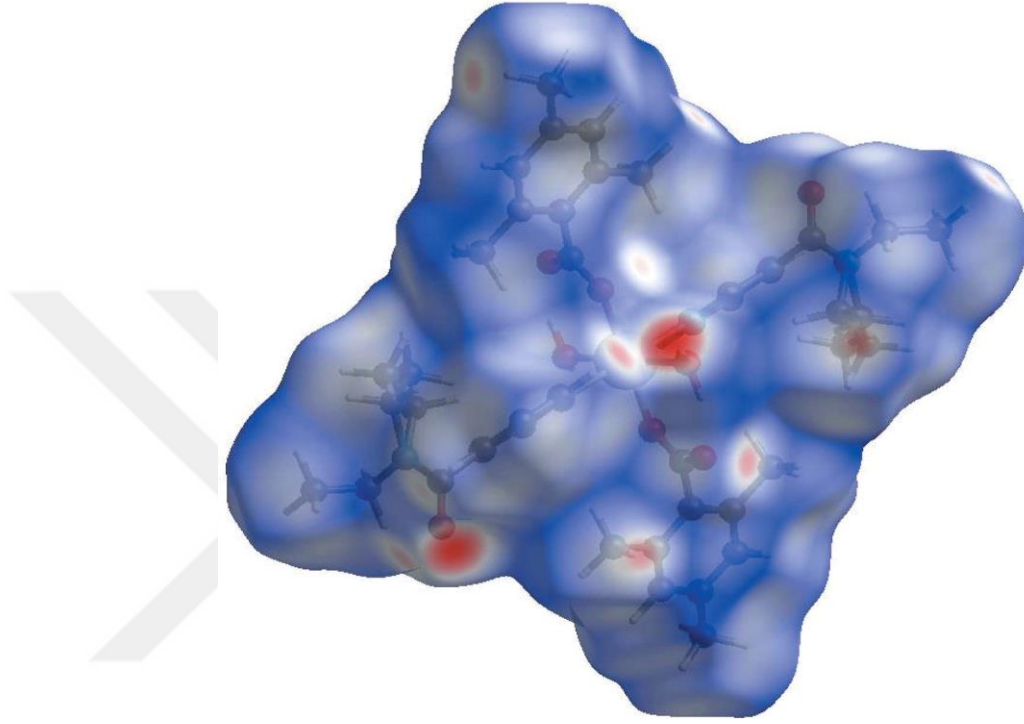
Moleküliçi O – H_{su} ⋯ O_{nonkoor.karboksilat} hidrojen bağlarıyla iki su ligandını TMB anyonlarına bağlayarak S(6) halka motifi oluştururlar (Ek Tablo 14). Diğer su H atomu moleküller arası O – H_{su} ⋯ O_{DENA} hidrojen bağlarına katılarak (Ek Tablo14), (100) düzlemine paralel katmanların oluşmasına neden olur (Şekil 5.29). Bu katmanlar ayrıca zayıf C – H_{TMB} ⋯ O_{nonkoor.karboksilat} ve C – H_{DENA} ⋯ O_{DENA} hidrojen bağları yoluyla üç boyutlu bir ağ yapısı oluşturmaktadır.



Şekil 5.29: 14 Kompleksinin Kristal Yapısının Bir Kısımı [188].

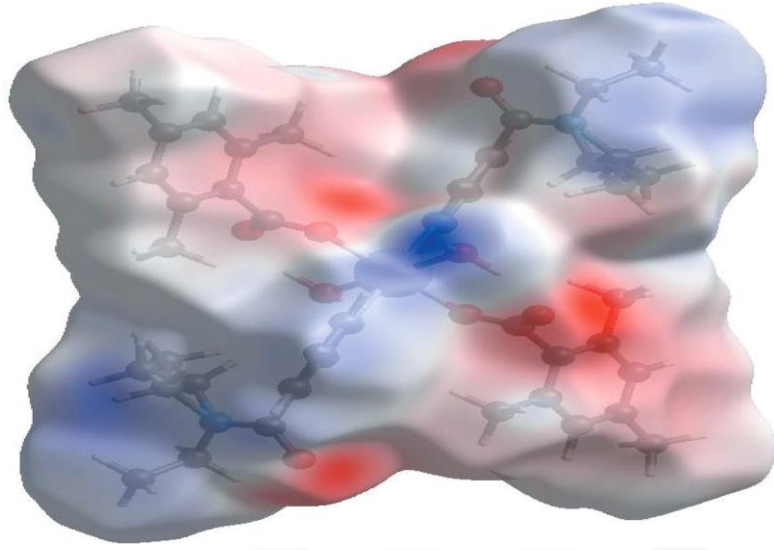
14 kompleksinin kristal yapısındaki moleküllerarası yakın temasların görselleştirilmesi ve araştırılması çok önemlidir. Böylece, bir Hirshfeld yüzeyi (HS) analizi, hidrojen bağı oluşturmak için potansiyelli atom-atom kısa temaslarının yerlerini ve bu etkileşimlerin nicel oranlarını ve π -istiflenme etkileşimlerinin kantitatif oranlarını araştırmak için Crystal-Explorer/7.5 kullanılarak gerçekleştirildi [177,178,179]. *dnorm* üzerinden çizilen HS'de beyaz yüzey, van der Waals yarıçapının toplamına eşit mesafelere sahip kontakları gösterir ve kırmızı ve mavi renkler, van der Waals yarıçaplarına göre mesafelerin daha kısa (yakın temas içinde) veya daha uzun (farklı temasta) olduğunu

gösterir (Şekil 5.30) [180]. DENA-O3, karboksilat-O2 ve hidrojen atomları H41, H42, H9C ve H11'in yakınında bulunan parlak-kırmızı lekeler, HS şekli elektrostatik potansiyel üzerinde pozitif ve negatif potansiyellere karşılık gelen baskın OH kırmızı bölgelerindeki ilgili alıcılar ve vericiler olarak rollerini gösterir (Şekil 5.31) [181,182].



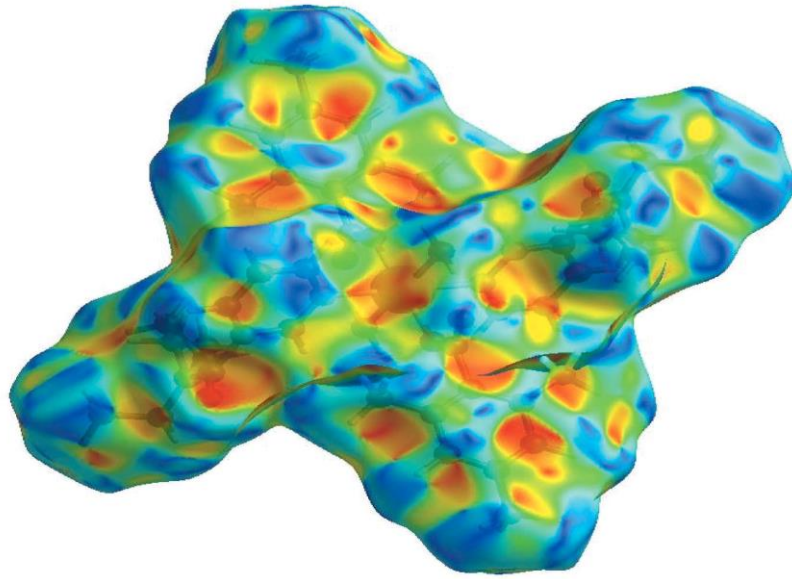
Şekil 5.30: 14 Kompleksinin Üç Boyutlu Hirshfeld Yüzeyinin Görünümü (-0,6741 İle 1,6440 a.u. Aralığında d_{norm} Üzerinden Çizilmiştir) [188].

Kırmızı bölgeler negatif elektrostatik potansiyeli (hidrojen bağı alıcısı) gösterirken, mavi bölgeler pozitif elektrostatik potansiyeli (hidrojen bağı vericilerini) göstermektedir. HS'nin şekil indeksi, komşu kırmızı ve mavi üçgenlerin varlığı ile π - π istifinin etkileşimlerini görselleştirmek için kullanılan bir araçtır; bitişik kırmızı ve / veya mavi üçgen yoksa, orada π - π etkileşimi yoktur. Şekil 5.32'de açıkça, herhangi bir π - π etkileşiminin olmadığını önermektedir.



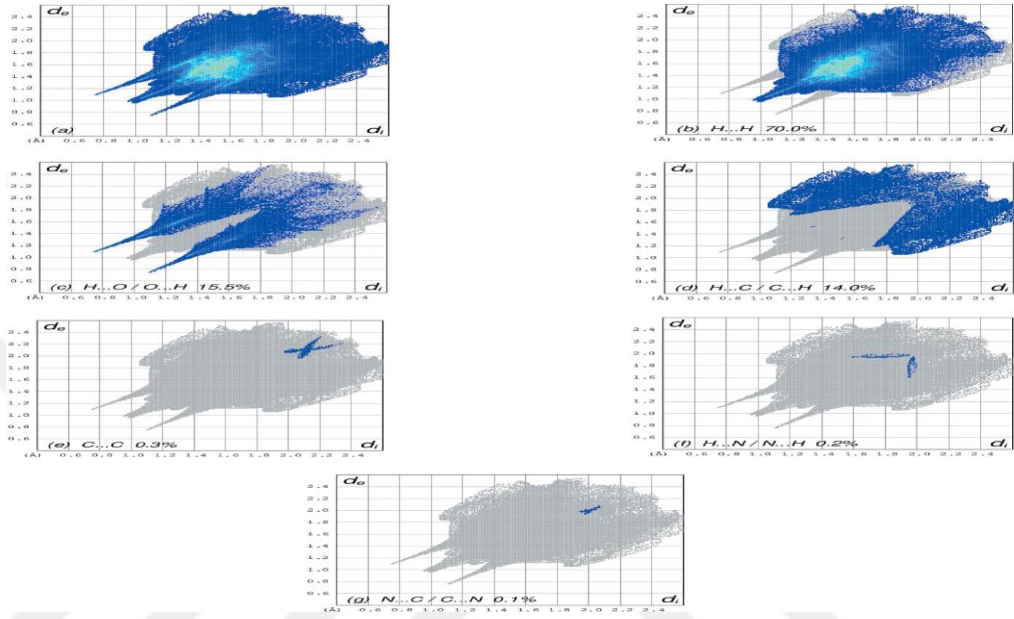
Şekil 5.31: 14 Kompleksinin Üç Boyutlu Hirshfeld Yüzeyinin Görünümü (- 0,1032 ile 0,1415 a.u. Aralığında Elektrostatik Potansiyel Enerjisi Üzerinden Çizilmiştir) [188].

İki boyutlu parmak izi grafiği, Şekil 5.33a ve $H\cdots H$, $H\cdots O / O\cdots H$, $H\cdots C / C\cdots H$, $C\cdots C$, $H\cdots N / N\cdots H$ ve $N\cdots C / C\cdots N$ temaslarında çizilen çizgiler Şekil 5.33b-g’de sırasıyla Hirshfeld yüzeyine karşılaştırmalı katkıları ile gösterilmektedir. Ek tablo 15 atomlararası mesafeler gösterilmiştir. Şekil 5.34a-c’deki sırasıyla $H\cdots H$, $H\cdots O / O\cdots H$ ve $H\cdots C / C\cdots H$ etkileşimleri için d_{norm} fonksiyon ile çizilen Hirshfeld yüzey tasarımları sırasıyla gösterilmektedir.

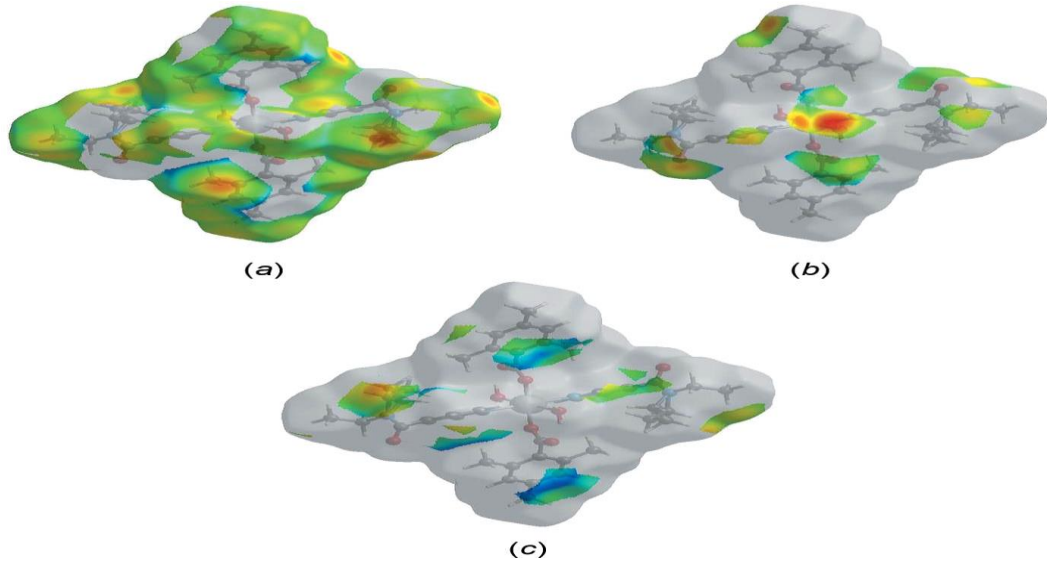


Şekil 5.32: 14 Kompleksinin Hirshfeld Yüzey Şekil İndeksi [188]

Hirshfeld yüzey analizi, kümelenenin kurulmasında H atom kontaklarının önemini doğrulamaktadır. Çok sayıda $H\cdots H$, $H\cdots O / O\cdots H$ ve $H\cdots C / C\cdots H$ etkileşimi, van der Waals etkileşimlerinin ve hidrojen bağının kristal kümelenesinde esas rol oynadığı önerilmektedir [187].



Şekil 5.33: 14 Kompleksi İçin Tam İki Boyutlu Parmak İzi Bölümleri [188]



Şekil 5.34: 14 Komplesteki d_{norm} Fonksiyonu ile (a) $H\cdots H$, (b) $H\cdots O / O\cdots H$ ve (c) $H\cdots C / C\cdots H$ Etkileşimleri İçin Çizilen Hirshfeld Yüzey Gösterimleri [188].

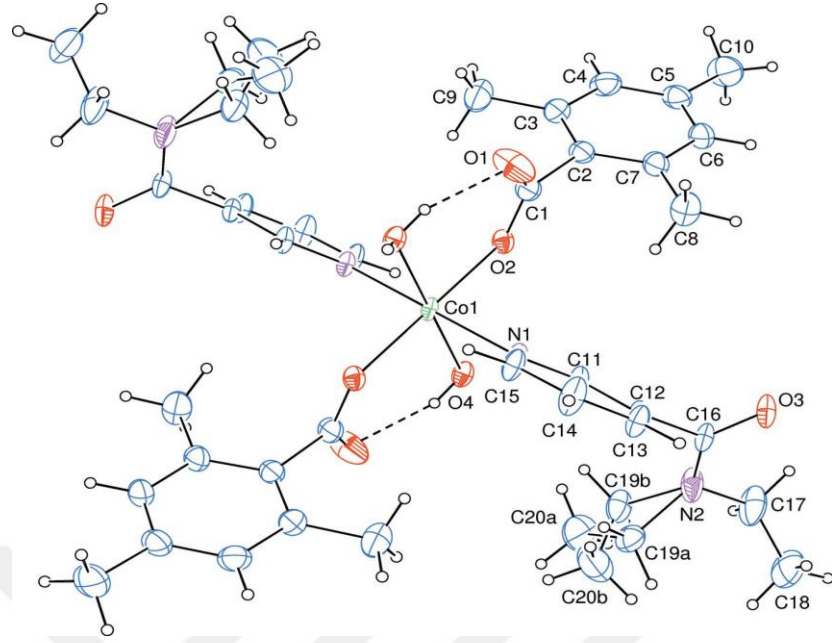
5.2.8.9. Diaquabis(*N,N*-dietilnikotinamid)bis(2,4,6-trimetilbenzoato)kobalt(II) (15)

Kristal sistemi monoklinik olan pembe renkli $[\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (15) kompleksin kristal verileri: $M_A = 777,80$ g/mol, uzay grubu $P2_1/c$, birim hücre parametreleri $a = 12,9646$ (4) Å, $b = 10,8636$ (3) Å, $c = 15,6297$ (5) Å, $\beta = 111,596$ (3)°, $V = 2046,79$ (12) Å³, $Z = 2$, Mo $K\alpha$ radyasyonu, $\mu = 0,47$ mm⁻¹, $T = 100$ K olarak belirlenmiştir [189].

Tek çekirdekli 15 kompleksinin asimetric ünitesi, simetri merkezinde yerleşen bir Co^{2+} katyonu, bir TMB ligandı, bir DENA ligandı ve bir su molekülü içermektedir. Metal iyona bağlanan bütün ligandlar monodentat biçimdedirler (Şekil 5.35).

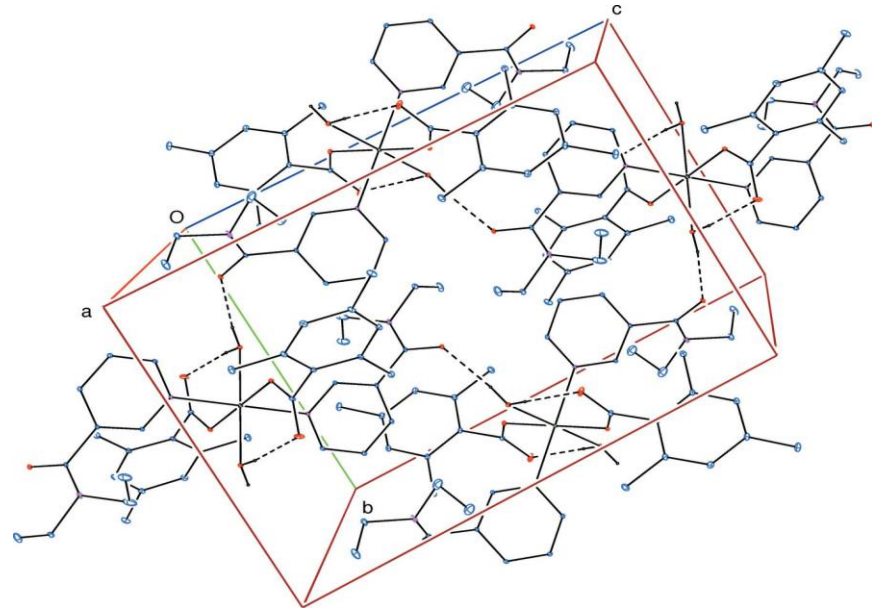
Simetri ile bağımlı iki TMB anyonlarının iki karboksilat O atomu (O2 ve O2ⁱ) ve simetri ile bağımlı su O atomları (O4 ve O4ⁱ), Co1 atomu etrafında biçimi hafif bozulmuş kare-düzlemsel çevre oluşturmaktadır. Merkez atomun hafif bozulmuş oktahedral koordinasyon küresi, iki simetri ile bağımlı DENA ligantlarının eksen konumundaki [simetri kodu: (i)) $1 - x, 1 - y, - z$] iki piridin N atomuyla (N1 ve N1ⁱ) tamamlanır (Şekil 5.35). Su oksijen atomları için Co–O bağ uzunlukları, benzoat oksijen atomlarını içerenlerden yaklaşık 0,1 Å daha uzundur. Co–N bağ uzunluğu, CoO_4N_2 oktahedronda en uzundur (Ek Tablo 15). O–Co–O ve O–Co–N bağ açılarının ideal değerlerden sapması, önemsizdir [*cis* açılar için 87,66 (7) ile 92,34 (7)° arasındadır; simetri nedeniyle tüm *trans* açıları 180°dir].

Karboksilat grubundaki C1–O1 [1,245 (4) Å] ve C1–O2 [1,254 (4) Å] bağlarının uzunlukları yakın olduklarından bu bağların delokalize olduğunu söyleyebiliriz. Düzlemsel karboksilat grubu (O1/O2/C1) ile komşu benzen halkası A (C2–C7) arasındaki dihedral açısı 84,2 (4)° iken benzen (A) ve piridin (B) halkaları (N1/C11 – C15) 38,87 (10)° lik dihedral açı oluşturmaktadır.



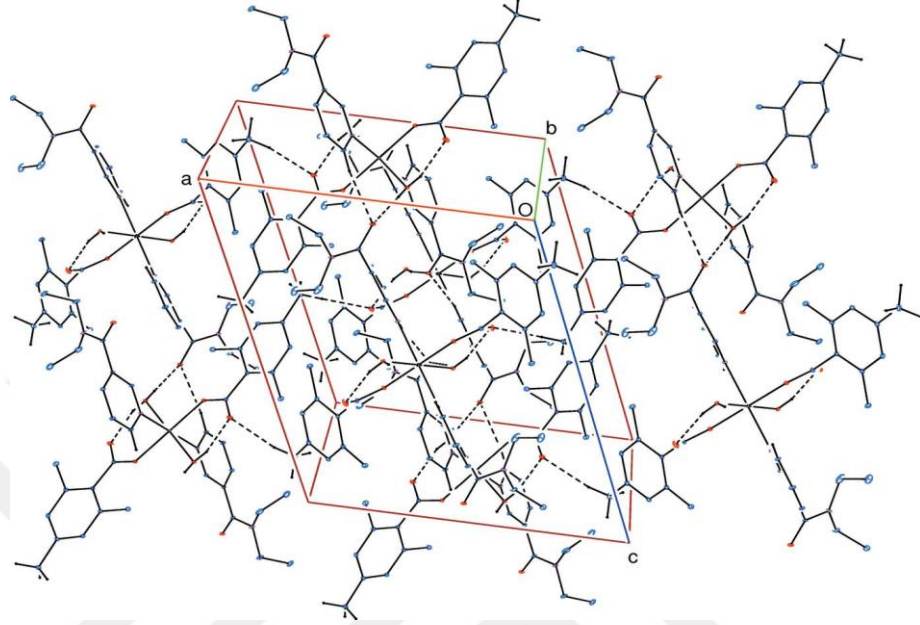
Şekil 5.35: 15 Kompleksinin Molekül Yapısı [189].

Moleküliçi $O-H_{su} \dots O_{karboksilat}$ hidrojen bağları, su ligandlarını TMB anyonlarına bağlar (Şekil.5.36). Diğer su H atomu moleküllerarası $O-H_{su} \dots O_{DENA}$ hidrojen bağlarıyla (Ek Tablo 15), $R_4^4(32)$ halka motifli (100) düzlemine paralel katmanların oluşumuna yol açmaktadır (Şekil 5.36).



Şekil 5.36: 15 Kristalindeki Moleküllerarası ve Moleküliçi $O-H \dots O$ Hidrojen Bağları [189].

Katmanlar ayrıca, (7) halka motiflerini (Şekil 5.37) içine alan zayıf C–H_{TMB}...O_{karboksilat} ve C–H_{DENA}...O_{DENA} hidrojen bağları (Ek Tablo 15) vasıtasıyla üç boyutlu ağ yapısına bağlanmaktadır.

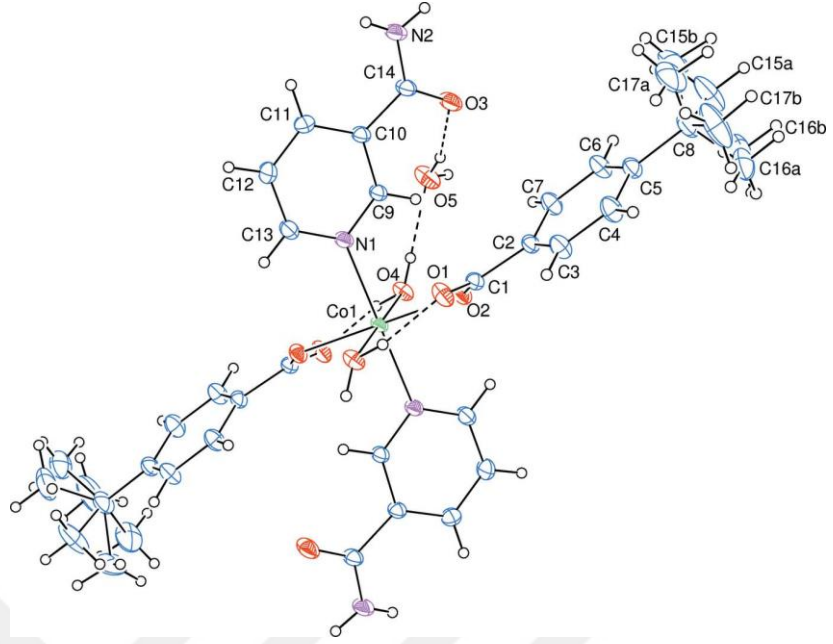


Şekil 5.37: 15 Kompleksinde Kristal Kümelerinin Kısmi Görünüşü [189].

5.1.9.8. Diaquabis(4-*tert*-bütilbenzoat)bis(nikotinamid)kobalt(II) dihidrat (21)

Kristal sistemi triklinik olan $[\text{Co}(\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (**21**) kompleksin kristal verileri: $M_A = 777,80$ g/mol, kristalin rengi = pembe, uzay grubu $\bar{P}1$, birim hücre parametreleri $a = 7,9608$ (5) Å, $b = 10,0679$ (6) Å, $c = 12,3007$ (7) Å, $\alpha = 72,087$ (2)°, $\beta = 74,841$ (3)°, $\gamma = 78,660$ (3)°, $V = 898,17$ (9) Å³, $Z = 1$, Mo $K\alpha$ radyasyonu, $\mu = 0,54$ mm⁻¹, $T = 296$ K olarak belirlenmiştir [190].

Tek çekirdekli asimetrik biriminin kristal yapısında, simetri merkezinde yerleşen Co^{2+} atomu ile bir TBB, bir NA ligandı ile birlikte bir koordine olan ve bir koordine olmayan su molekülü bulunmaktadır. Tüm ligandlar monodentat rolündedir (Şekil 5.38).



Şekil 5.38: 21 Kompleksinin Molekül Yapısı [190].

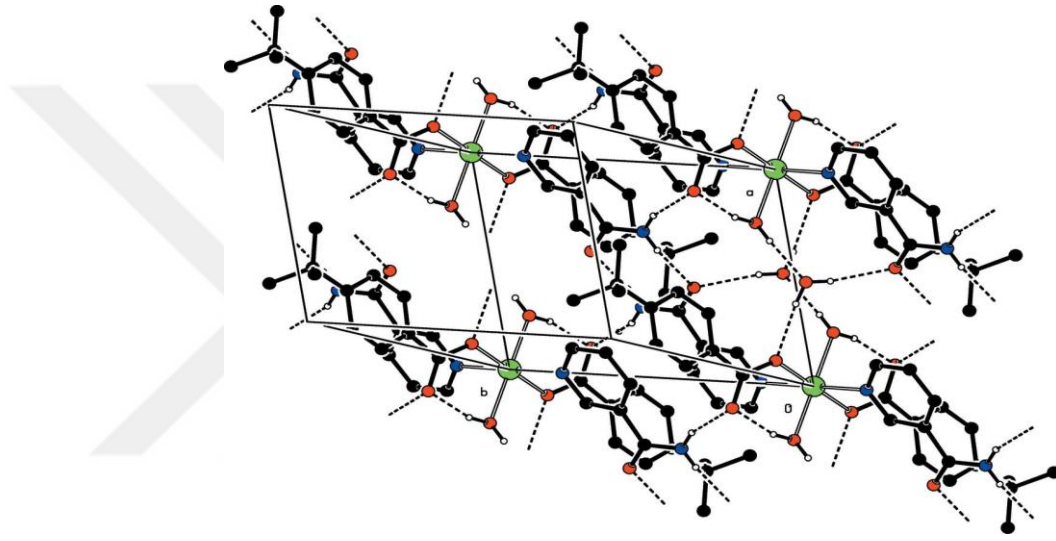
21 Kompleksinde hafif bozulmuş oktahedral koordinasyon küresi, eksen konumlarında [simetri kodu: (i) - x, - y, - z] iki simetri ile ilgili monodentat NA ligandının iki piridin N atomuyla (N1 ve N1ⁱ) tamamlanırken, iki simetri ile bağımlı monodentat TBB anyonunun iki karboksilat O atomu (O2 ve O2ⁱ) ve Co1 atomu etrafındaki iki simetri ile ilişkili koordine olmuş su O atomuyla (O4 ve O4ⁱ) biraz bozulmuş kare-düzlemsel yapı oluşturur (Şekil 5.38).

Karboksilat gruplarındaki C1–O1 [1,2526 (17) Å] ve C1–O2 [1,2702 (16) Å] bağlarının yakın değerleri bu bağların delocalize olduklarına işaret etmektedir. Co–O bağ uzunlukları 2,1104 (11) Å (su oksijenleri için) ve 2,1252 (9) Å (benzoat oksijenleri için) ile Co–N bağ uzunluğu 2,1638 (11) Å ile standart değerlere yakındır. Co1–O2–C1–C2 bükülme açısı [163,00 (9)^o] ligandın hafifçe aşağıya eğilmesine neden olur.

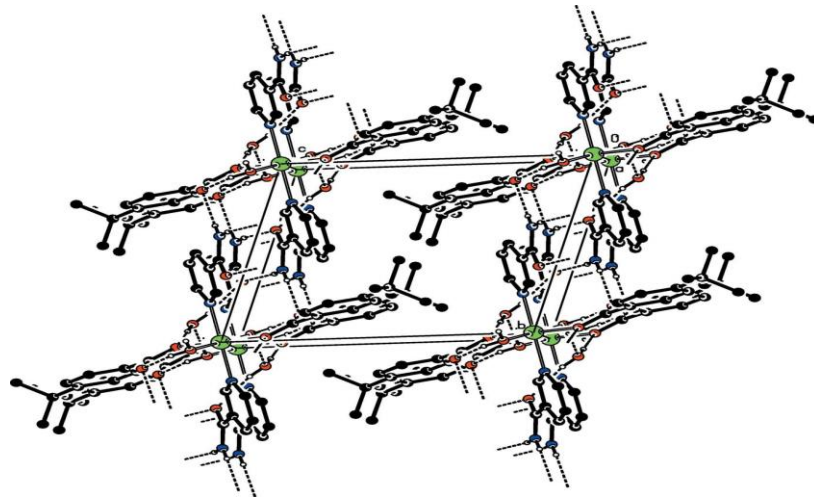
Benzen ve piridin halkaları (N1/C9–C13) 88,53 (4)^o dihedral açı oluştururken, düzlemsel karboksilat grubuyla (O1/O2/C1) ona bitişik benzen (C2–C7) halkası arasındaki dihedral açı 29,09 (10)^o dir (Ek Tablo 16).

Moleküliçi $O-H_{su}...O_{su}$ ve $O-H_{su}...O_{NA}$ hidrojen bağları, koordine olmayan su moleküllerinin ikisini koordine eden su moleküllerine ve NA anyonlarına bağlarken, molekülerarası $O-H_{su}...O_{karboksilat}$ hidrojen bağları koordinatlanan su moleküllerini TBB anyonlarına bağlar ve $S(6)$ hidrojen bağlanma motiflerini içine alırlar (Şekil 5.39).

Kristaldeki, $O-H_{su}...O_{karboksilat}$, $N-H_{NA}...O_{karboksilat}$ ve $N-H_{NA}...O_{NA}$ hidrojen bağları (Ek Tablo 21) (Şekil.5.29), molekülleri birbirine bağlayarak (001) düzlemine paralel $R_2^2(8)$, $R_2^2(10)$ ve $R_4^4(12)$ halka motifleri içeren katmanlar oluştururlar (Şekil 5.40).



Şekil 5.39: 21 Kompleksindeki Kristal Kümelerinin Görünüşü [190].



Şekil 5.40: 21 Kristal Yapısındaki Katmanların Görüntüsü [190].

5.2. Sonuç

Bu çalışmada iki değerlikli geçiş metalleri (Co(II), Ni(II), Mn(II), Zn(II), Cd(II), Cu(II)), hacimli benzoatlar (2,4,6-trimetilbenzoik asit, 4-*tert*-bütilbenzoik asit) ve biyolojik yönden önemli nikotinamid ve türevleri (izonikotinamid ve dietilnikotinamid) kullanılarak 29 adet karışık ligand kompleksleri sentezlenmiştir. Bu karışık ligandlardan 27 tanesi ilk kez sentezlenmiştir.

Tartışma bölümünde komplekslerin yapıları elemental analiz, termik analiz, IR, NMR, UV spektroskopik veriler kullanılarak aydınlatılmaya çalışılmıştır. Önerilen yapıları elde edilen bulgular desteklemiştir. Toz X-ışını diffraksiyonu kullanılarak karşılaştırma yapılan komplekslerin eş yapılı olduğu görülmüştür. X-ray analiziyle on iki kompleksin kristal ve moleküler yapısı aydınlatılmıştır. IR spektrumlarındaki benzoatlara ait –COOH'a ait olan pikin yerine $\nu(\text{COO}^-)_{\text{as}}$, $\nu(\text{COO}^-)_{\text{s}}$ piklerinin olması karboksil grubundaki protonun yerine metalin bağlandığını ispatlar. Nikotinamid ve türevlerinden oluşan kristallerde amid karbonil grubunun frekanslarını değişikliğe uğratmaması, amid grubundan koordinasyona katılım olmadığını gösterir. 3500-3100 cm^{-1} aralığında suyun OH grubundan dolayı pikler görülür. UV spektrumları ait görünür bölge sonuçlarına göre Cu(II) iki bant, Co(II), Cd(II), Zn(II), Ni(II) ise üç bant vermiştir. $^1\text{H-NMR}$ spektrumlarındaki karakteristik gruplara ait pikler uygun alanlarda görülmüştür. Asit grubuna ait metil grubu protonları $\delta 1,23-2,19$ ppm civarında, aromatik hidrojen protonları $\delta 6,73-7,87$ ppm ve $\delta 2,24-3,34$ ppm civarında su protonları gözlemlenmiştir. Termik analiz sonuçlarına göre de kompleksteki ligandların miktarı, analiz sonuçlarına göre ayrılan ve geriye kalan ürünler tespit edilmiştir. Termik analiz sırasında kompleksin yapısında varsa önce su ayrılmıştır. Daha sonra NA ve türevleri ayrılırken en son hacimli benzoat türevleri bozunmuş, kompleksten geriye metal veya metal(II) oksit kaldığı belirlenmiştir.

6. KAYNAKLAR

1. Arunachalam T., Bhakayaraj R. and Sasi A. K., (2009). Synthesis, characterization and biological activity of Mn^{+2} , Co^{+2} , Ni^{+2} and Cu^{+2} complexes of, benzoic acid ligand. E-Journal of Chemistry, 6(3), 743-746.
2. Kim J. H., Campbell B. C., Mahoney N., Chan K. L., Molyneux R. J., Balajee A., (2010). Augmenting the activity of antifungal agents against aspergilli using structural analogues of benzoic acid as chemosensitizing agents. Fungal Biology, 114, 817-824.
3. Zelenak V., Sabo M., Massa W., Llewellyn P., (2004). Preparation, characterisation and crystal structure of two zinc(II) benzoate complexes with pyridine-based ligands nicotinamide and methyl-3-pyridylcarbamate. Inorganica Chimica Acta, 357, 2049-2059.
4. Beilstens. (1926). Handbuch der organischen Chemie. Berlin: Bd IX, Springer.
5. <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/t74802?lang=en®ion=TR> (30.07.2017).
6. Lui C., and Hong J., (2002). The synthesis and application of 2,4,6-trimethylbenzenic acid. Chemical Bonding., 4, 176-179.
7. Xu G., Xu J., Liao L., Zhou Y. And Zang Y., (2007). Synthesis of 2,4,6-trimethylbenzenic acid. Chem. Ind. Eng. Progr., 26, 430-432.
8. Xing J., Zhang Y. and Liu L., (2011). Synthesis and posttreatment research of 2,4,6-Trimethylbenzoic acid. Petroleum Science and Technology., 29(11) 1270-1273
9. Florencio F. By. And Smith P., (1969). The Crystal Structure of 2,4,6-Trimethylbenzoic Acid. Acta Cryst., B26, 659.
10. Ward T. R., Hanrahan E. S., (1970). Dimerization of 2,4,6-trimethylbenzoic acid in non-polar solvents. Spectrochimica Acta Part A: Molecular Spectroscopy, 26(7), 1423-1426.
11. Kozlov I. A., Shalamberidze M. V., Novikova I. YU., Sokolova N. I. and Shabarova N. I., (1979). Mixed Anhydrides of nucleotides and mesitylenecarboxylic acid as new specific inhibitors of mitochondrial adenosine triphosphatase. Biochem. J., 178, 339-343.
12. Drutsa V. L., Kozlov I. A., Milgrom Y. M., Shabarova Z. A. and Sokolova N. I., (1979). An Active-Site-Directed Adenosine Triphosphate Analogue Binds to the β –

Subunits of Factor F₁ Mitochondrial Adenosine Triphosphatase with its Triphosphate Moiety. *Biochem. J.*, 182, 617-619.

13. Kozlov I. A., Milgrom Y.M. and Tsybovski I. S., (1980). Isolation of α -subunits of factor F₁ from submitochondrial particles and the reconstitution of active ATPase from isolated α -subunits and β -subunits bound to the mitochondrial membrane. *Biochem. J.*, 192, 483-488.

14. Foces-Foces C., Infantes L., Aguilar-Parilla F., Golubev S. N., Limbach H-H. and Elguero J., (1996). Mixed crystals of pyrazoles and benzoic acid. Part 1. The molecular structure of 3,5-dimethylpyrazole-2,4,6-trimethylbenzoic acid co-crystals. *J.Chem. Soc., Perkin Trans.2*, 3, 349-353.

15. Claramunt R.M., Garcia M.A., Lopez C. and Elguero J., (2005). The structure of 3,5-dimethylpyrazole/carboxylic acids co-crystals. *Arkivoc*, vii, 91-101

16. Garbaskas M. F., Wengrovius J. H., (1991). Structure of dibutanidobis(2,4,6-TMBA)tin. *Acta Crystallographica Section C-Crystal Structure Communications*, 47(9), 1969-1971.

17. Odunala A. O., Woods J. A. O. and Patel K. S., (1992). Synthesis and Physicochemical Studies of Some Mn(II), Co(II) and Ni(II) Substituted Benzoates. *Synth. React. Inorg. Met.-Org. Chem.*, 22(7), 941-953.

18. Odunala A. O., (1993). Spectroscopic and magnetic properties of Zn(II), Cd(II) and Hg(II) carboxylates, *Synth. React. Inorg. Met.-Org. Chem.*, 23(8), 1241-1249.

19. Brzyska W., (2000). Spectral and thermal studies of rare earth complexes with 2,4,6-trimethylbenzoic acid, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 59, 799-806.

20. Li W., Li C. H., Yang Y. Q., Chen Z. M., Kuang D. Z., Zhang C. H., Kang Y. F., (2006). Synthesis, crystal structure and thermal stability of a one-dimensional chain cobalt coordination polymer {[Co(4,4'-bipy)(2,4,6-TMBA)₂(CH₃CH₂OH)₂](n)}. *Chin. Jour. of Struc. Chem.*, 25(7), 878-882.

21. Yang Y. Q., Li C. H., Li W., Zhang C. H., Guo D.C., Kang Y. F., (2006). Structure and thermal stability of a one-dimensional chain cobalt coordination polymer [Co(phen)(2,4,6-TMBA)₂(H₂O)]. *Chin. Jour. of Struc. Chem.*, 25(6), 752-756.

22. Li D. P., Feng Y. L., Chen Z. M., Kuang D. Z., Zhang C. H., Yang Y. Q., (2006). Synthesis, crystal structure of a binuclear terbium complex with 2,4,6-

trimethylbenzoic acid and 1,10-phenanthroline. Chinese Journal of Inorganic Chemistry, 22(11), 2097-2100.

23. Bußkamp H., Deacon G. B., Hilder M., Junk P. C., Kynast U. H., Lee W. W., Turner R. D., (2007). Structural variations in rare earth benzoate complexes Part I. Lanthanum. Cryst. Eng. Comm., 9, 394 -441.

24. Fischbach A., Perdih F., Herdtweck E. and Anwender R., (2006). Structure-Reactivity Relationships in Rare-Earth Metal Carboxylate-Based Binary Ziegler-Type Catalysts. Organometallics, 25(7), 1626-1642.

25. Yang Y.Q., Li C. H., Li W., Kang Y. F., (2007). Synthesis, crystal structure and electrochemical properties of a one-dimensional chain coordination polymer $[\text{Ni}(4,4'\text{-bipy})(2,4,6\text{-TMBA})_2(\text{H}_2\text{O})_2]_n \cdot (\text{CH}_3\text{OH})_n$. Chin. Jour. of Inor. Chem., 23(10), 1815-1818.

26. Li W., Li C. H., Yang Y. Q., Li D. P., Peng Y. L., (2007). Hydrothermal synthesis, structure and thermal stability of a one-dimensional chain cadmium coordination polymer $[\text{Cd}(\text{phen})(2,4,6\text{-TMBA})_2(\text{H}_2\text{O})]_n$. Chin. Jour. of Inorg. Chem., 23(12), 2013-2017.

27. Yang Y. Q., Li C. H., Li W., Kuang Y. F., (2007). Synthesis, crystal structure and electrochemical properties of a one-dimensional chain coordination polymer $[\text{Mn}(\text{phen})(2,4,6\text{-TMBA})_2(\text{H}_2\text{O})]_n$. Chin. Jour. of Struc. Chem., 26(9), 1076-1080.

28. Huang M. L., (2007). Hydrothermal synthesis and crystal structure of coordination polymer $[\text{Mn}(4,4'\text{-bpy})_{1.5}(\text{H}_2\text{O})_3](\text{ClO}_4)_n \cdot (4,4'\text{-bpy})_n \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Chin. Jour. of Inorg. Chem., 23(6), 1059-1062.

29. Chen M. S., Hu J. R., Deng Y. F., Kuang D. Z., Zhang C. H., Feng Y. L., Peng Y. L., (2007). Hydrothermal synthesis and crystal structure of coordination polymer $[\text{Mn}(\text{phen})(2,4,6\text{-TMBA})_2(\text{H}_2\text{O})_3]_n \cdot 2n\text{H}_2\text{O}$. Chin. Jour. of Inorg. Chem., 23(1), 145-148.

30. Indrani M., Ramasubramanian R., Kumaresan S., Kang K. S., Chen M., Du M., (2008). Hydrothermal synthesis, crystal structures and properties of Co^{II} and Ni^{II} supramolecular complexes with 2,4,6-trimethyl benzoate and 4,4'-bipyridyl. Polyhedron, 27, 3593-3600.

31. Li W., Li C. H., Yang Y. Q., Kuang Y. F., (2008). Synthesis, crystal structure and electrochemical properties of a one-dimensional chain manganese(II) coordination

polymer {[Mn(4,4'-bipy)(2,4,6-TMBA)₂(H₂O)₂]center dot(H₂O)(2) center dot(4,4'-bipy)}(n). Chin. Jour. of Inor. Chem., 24(9), 1510-1513.

32. Li W., LI C.H., Yang Y.Q., Kuang Y.F., (2008). Synthesis, crystal structure and electrochemical properties of a one-dimensional chain coordination polymer [Cu(phen)(2,4,6-TMBA)₂(H₂O)](n). Chin. Jour. of Inor. Chem., 27(2), 210-214.

33. Indrani M., Ramasubramanian R., Fronczek F. R., Vasanthacharya N. Y., (2009). Self-assembly of three new coordination complexes: Formation of 2-D square grid, 1-D chain and tape structures. Journal of Molecular Structure 931, 35-44.

34. Jiang W. J., Kuang D.Z., Yu J. X., Feng Y. L., Zhang F. X., Wang J. Q., (2012). Synthesis, Crystal Structure, Quantum Chemistry and Thermal Stability of the Bis-Oxygen-Bridged Tetranuclear Dibutyltin (2,4,6-trimethyl)benzoate. Chin. Jour. of Inor. Chem., 28(11), 2363-2368.

35. Yamamura M., Nabeshima T., (2015). Crystal of the one-dimensional metal-organic polymer catena-poly[[tris-(μ -2,4,6-trimethylbenzoato- κ^2 O:O')-dizinc]- μ -2,4,6-trimethylbenzoato- κ^2 O:O']. Acta. Cryst., E71, 14-15.

36. Cotton F. A., Wang W., (1984). Preparative, structural and spectroscopic studies of tetrakis(carboxylato)ditungsten(II) compounds with W-W quadruple bonds. Inorganic Chemistry, 23(11), 1604-1610.

37. Chandrasekhar V., Nagendran S., Bansal S., Cordes A. W., Vij A., (2002). Rangoli with tin drums: C – H ...O bond-assisted supramolecular grids involving organostannoxane clusters. Organometallics, 21(15), 3297-3300.

38. Chandrasekhar V., Baskar V., Boomishankar R., Gopal K., Zacchini S., Bickley J. F., Steiner A., (2003). Solventless reactions for the synthesis of organotin clusters and cages. Organometallics, 22(18), 3710-3716.

39. Indrani M., (2009). Hydro(solvo) thermal syntheses and structural characterization of coordination complexes of Mg (II), Co (II), Ni (II), Cu (II) and Zn (II) with 1-oxopyridinium-2-thioacetato-, 1-oxopyridinium-2-thiopropionato-, 2,4,6-trimethylbenzoato-, and a few other organic amine ligands, Doctor of philosophy in chemistry. Department of Chemistry Manonmaniam Sundaranar University Trunelveli – 627 012.

40. Banerjee S., Rajakannu P., Butcherband R. J. and Murugavel R., (2014). Auxiliary ligand-aided tuning of aggregation of transition metal benzoates: isolation of four different types of coordination polymers. *Cryst.Eng. Comm.*, 36(16), 8429-8441.
41. <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/150355?lang=en®ion=TR> (31.07.2017).
42. Maki T., Takeda K., (2005). Benzoic Acid and Derivatives. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Weinheim : Wiley-VCH, doi: 10.1002/14356007.a03_555.
43. Sunsandee N., Surena S., Leepipatpiboon N., Hronec M., Pancharoena U., (2013). Determination and modeling of aqueous solubility of 4-position substituted benzoic acid compounds in a high-temperature solution. *Fluid Phase Equilibria*, 338, 217– 223.
44. Aniya V., De D., Mohammed A. M., Thella P. K., Satyavathi B., (2017). Measurement and Modelling of Solubility of para-tert-Butylbenzoic Acid in Pure and Mixed Organic Solvents at Different Temperatures. *Journal of Chemical and Engineering Data*, 62(4), 1411-1421.
45. Kumari A., Kadakanchi, S., Tangirala R., Thella P. K., Satyavathi B., (2017). Measurement and Modelling of Solid-Liquid Equilibrium of para-tert-butylbenzoic Acid in Acetic Acid/Methanol plus Water and Acetic Acid plus para-tert-Butyltoluene Binary Systems at Various Temperatures. *Journal of Chemical and Engineering Data*, 62(1), 87-95.
46. Poiolek L., Biernasiu A., (2016). Hydrazide-hydrazones of 3-methoxybenzoic acid and 4-tert-butylbenzoic acid with promising antibacterial activity against *Bacillus* spp. *J. Enzyme Inhib. Med. Chem.*, 31(S1), 62-69.
47. McCune S. A., Durant P. J., Flanders L. E., Harris R. A., (1982). Inhibition of hepatic gluconeogenesis and lipogenesis by benzoic acid, *p-tert.*-butylbenzoic acid, and a structurally related hypolipidemic agent SC-33459. *Archives of Biochemistry and Biophysics*, 214(1), 124-133.
48. EU RAR (2009). Existing-Chemicals, Risk Assessment Report, 4-tert-butylbenzoic acid, CAS No 98-73-7, EINECS No 202-696-3; final approved version of July 2009.

49. Colomina M., Jimenez R., Perez-Ossorio R. and Turrion C., (1979). Thermodynamical properties of benzoic acid derivatives, Part VIII. Enthalpies of combustion and formation of *o*-, *m*- and *p*-tert. Butylbenzoic acids. *J. Chem. Thermodynamics*, 11, 1179 – 1184.
50. Hunter C. G., Chambers PL and Stevenson D. E., (1965). Studies on the oral toxicity of *p*-tert-butyl benzoic acid in rats. *Fd. Cosmet. Toxicol.*, 3, 289-298.
51. Byriel K. A., Gasperov V., Gloe K., Kennard C. H. L., Leong A. J., Lindoy L. F., Mahinay M. S., Pham H. T., Tasker P. A., Thorp D. and Turner P., (2003). Host-guest assembly of ligand systems for metal ion complexation; synergistic solvent extraction of copper(II) ions by N₃O₂-donor macrocycles and carboxylic or phosphinic acids. *Dalton Trans.*, 3034-3040.
52. Rontoyianni A., Mavridis I. M., Hadjoudis E., Duisenberg A. J. M., (1994). The Crystal-Structure of The Inclusion Complex of Cyclomaltoheptaose (β -cyclodextrin) with 4-tert-butylbenzoic acid. *Carbohydrate Research*, 252, 19-32.
53. Armstrong R. S., Atkinson I. M., Carter E., Mahinay M. S., Skelton B. W., Turner P., Wei G., White A. H., and Lindoy L. F., (2002). Self-assembly directed by NH₂O hydrogen bonding : New layered molecular arrays derived from 4-tertbutylbenzoic acid and aliphatic diamines. *PNAS*, 99(8), 4987-4992.
54. Nishizawa M., Garcia D. M., Shin T., Yamada H., (1993). Zinc *p*-Tert-butylbenzoate Catalyzed Glycosylation with Glycopyranosyl Chloride. *Chemical & Pharmaceutical Bulletin*, 41(4), 784-785.
55. Barral M.C., Jimenezaparcio R., Priego J. L., Royer E. C., Gutierrezpubla E., Valero C. R., (1992). Synthesis and Structure of A New Complex of Ruthenium Containing the Tetra(μ -tertbutylbenzoate)diruthenium(II,III) Unit. *Polyhedron*, 11(7), 2209-2215.
56. Lu D. F., Kong X. J., Lu T. B., Long L. S. And Zheng L. S., (2017). Heterometallic Lanthanide-Titanium Oxo Clusters : A New Family of Water Oxidation Catalysts. *Inorg. Chem.*, 56(3), 1057-1060.
57. Gasperov V., Lindoy L. F., Parkin A., Turner P., (2006). Structure of host-guest assemblies involving interaction of cyclen with diphenylphosphinic and 4-tert-butylbenzoic acid. *J. of Mol. Struc.*, 839, 132-136.

58. Dai J., Pan R. K. and Yang J., (2011). Tetrakis(μ -4-tert-butylbenzoato)- $\kappa^3 O:O,O'$; $\kappa^3 O,O': O'; \kappa^3 O:O'$ - bis[aqua-bis(4-tert-butylbenzoato- $\kappa^2 O,O'$)-(4-tert-butylbenzoic acid- κO)-praseodymium (III)]. *Acta Cryst.*, E67, 1160-1161.
59. Kalita L., Pothiraja R., Saraf V., Walawalkar M., Butcher R. J., Murugavel R., (2011). Reactions of [(Me₃Si)₃CalMe₂] with substituted benzoic acids. Isolation of a rare organoalumoxane carboxylate. *Journal of Organometallic Chemistry*, 696, 3155-3161.
60. Liu F. J., Di S., Hao H. J., Huang R. B., Zheng L. S., (2012). A novel photoluminescent silver(I) wire supported by 4-tert-butylbenzoate and ligand-unsupported Ag⁺Ag interactions. *Inorganic Chemistry Communications* 15, 136-139.
61. Liu F. J., Hao H. J., Sun C. J., Lin X. H., Chen H. P., Huang R. B., Zheng L. S., (2012). Synthesis, Structures and Photoluminescences of Four Cd(II) Coordination Architectures Based on 1-(4-Pyridylmethyl)-2-methylimidazole and Aromatic Carboxylates : From One-Dimensional Chain to Three-Dimensional Coordination Architecture. *Crystal Growth & Design*, 12(4), 2004-2012.
62. Li J. T., Yang J. and Dai J., (2009). Crystal Structure of bis[(4-tert-butylbenzoato- $\kappa^2 O,O'$)-(4-tert-butylbenzoato- κO)] lead(IV), Pb[CH₃]₃CC₆H₄COO]₄. *Z. Kristallogr. NCS*, 224, 582-584.
63. Cadiou C., Helliwell M., Winpenny R. E. P., (2003). Synthesis and structural study of two decanuclear cobalt(II) cages incorporating pyridonates and benzoate-based carboxylates. *C. R. Chimie*, 6, 241-247.
64. Lindoy L. F., Mahinay M. S., Skelton B. W. & White A. H., (2003). Ligand assembly and metal ion complexation: syntheses and X-ray structures of Ni(II) and Cu(II) benzoate and 4-tert-butylbenzoate complexes of cyclam. *J. Coord. Chem.*, 6(14), 1203-1213.
65. Lin M., Wang X., Tang Q., Ling Q., (2013). Luminescence properties of polymers containing europium complexes with 4-tert-butylbenzoic acid. *Journal of Rare Earths*, 31(10), 950-956.
66. Yang J. and Dai j., (2011). Tetrakis(μ -4-tert-butylbenzoato)- $\kappa^4 O:O'$; $\kappa^3 O,O':O'; \kappa^3 O: O,O'$ - bis[aqua(4-tert-butylbenzoato- $\kappa^2 O,O'$) (4-tert-butylbenzoic acid- κO)-neodymium (III)]. *Acta Cryst.*, E67, 666-667.

67. Hilder M., Junk P. J., Kynast U. H., Lezhnina M. M., (2009). Spectroscopic properties of lanthanoid benzene carboxylates in the solid state: Part 1. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 202, 10-20.
68. Pal, T., Narayanan, V. A., Stokes, D. L. and Vo-Dinh, T., (1998). Surfaceenhanced Raman detection of nicotinamide in vitamin tablets. *Anal. Chim. Acta*, 368, 21-28.
69. Moncol J., Kuchtanin V., Kuchtanin V., Polakovicova P., Mrozinski J., Kalinska B., Koman M., Padelkova Z., Segla P., Melnik M., (2012). Study of copper (II) thiphenecarboxylate complexes with nicotinamide. *Polyhedron*, 45, 94-102.
70. <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/72340?lang=en®ion=TR> (07.08.2017).
71. Krishnamachari K. A. V. R., (1974). A Some aspects of copper metabolism in pellagra. *Am. J. Clin. Nutr.*, 27, 108-111.
72. Wright W. B. and King G. S. D., (1954). The crystal structure of nicotinamide. *Acta Cryst.*, 7, 283-288.
73. You K.-S., Arnold L. J. Jr, Allison W. S., & Kaplan N. O., (1978). Enzyme stereospecificities for nicotinamide nucleotide. *Trends Biochem. Sci.*, 3, 265-268.
74. Miwa Y., Mizuno T., Tsuchiya K.,Taga T., Iwata Y., (1999). Synthesis and Characterization of bis (Nicotinamide) μ -Hydroxybenzoate Complexes of Co(II), Ni(II), Cu(II), and Zn(II). *Acta Crystallogr. B*55, 75.
75. <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/i17451?lang=en®ion=TR> (09.08.2017)
76. Kalaycıoğlu L., Serpek B.,Nizamlioğlu M., Başpınar N., Tiftik A. M.,(Ocak,1998). *Biyokimya*. ISBN: 9786051334509, Nobel Akademik Yayıncılık, Ankara.
77. Gholivand K., Oroujzadeh N., Afshar F., (2010). New organotin (IV) complexes of nicotinamide, isonicotinamide and some of their novel phosphoric triamide derivatives: Syntheses, spectroscopic study and crystal structures. *Journal of Organometallic Chemistry*, 695, 1383-1391.
78. Bigoli F., Braibanti A., Pellinghelli M. A. and Tiripicchio A., (1972). The crystal and molecular structure of mono-(*N,N*-diethylnicotinamide)cadmium dithiocyanate. *Acta Cryst.*, B28, 962-966.

79. <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/d98807?lang=en®ion=TR> (15.08.2017).
80. Şendil K., (1998). Kobalt(II) Arilkarboksilatlarının Nikotinamid ile Komplekslerinin Sentezi ve Yapılarının İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
81. Hökelek T., Budak K., Şendil K. and Necefoğlu H., (1998). Trans - Diaquabis(4-hydroxybenzoato-O)bis(nicotinamide-N)copper(II). *Acta Crystallographica*, C54, 347.
82. Köse D. A., (2000). Bakır(II), Nikel(II), Kobalt(II) ve Çinko(II) Asetilsalisilatlarının Nikotinamid ve Dietilnikotinamid Komplekslerinin Sentezi ve Yapılarının İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
83. H. Necefoğlu, İçbudak H., Köse D. A. and Uyanık A., (2001). Thermal Behaviour of the Nicotinamide Adducts of Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II) Arylcarboxylates. *Callanges for Coordination Chemistry in the New Century*. Slovak Technical University Press, Bratislava, 427-432.
84. Kaya A., (2004). Bakır (II), Nikel(II), Kobalt(II) ve Çinko(II) 3-Hidroksibenzoatların Nikotinamid ve Dietilnikotinamid Komplekslerinin Sentezi ve Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi.Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
85. Köse D. A., Kaya A., Necefoğlu H., (2007). Synthesis and Characterization of Bis(*N,N'*-Diethylnicotinamide) *m*-Hydroxybenzoate Complexes of Co(II), Ni(II), Cu(II), and Zn(II). *Russian Journal of Coordination Chemistry*, 33(6), 422.
86. Kanbay B., (2004). Bakır(II) Arilkarboksilatların İzonikotinamid Kompleksleri. Yüksek Lisans Tezi. Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
87. Aybirdi Ö., (2005). Bakır(II), Kobalt(II), Nikel(II), Mangan(II) 4-Dimetilaminobenzoatlar ve Nikotinamid Komplekslerinin Sentezi ve Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi.Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars,
88. Hökelek, T., Dal, H., Aybirdi, Ö., Necefoğlu, H., (2009). Diaquabis(4-methylaminobenzoato-κO)bis(nicotinamide-κN1)nickel(II). *Acta Cryst. E65*: 605–606.
89. Necefoğlu H., Aybirdi Ö., Tercan B., Ermiş E., Hökelek T., (2010). Diaquabis(4-methylaminobenzoato-κO)bis(nicotinamide-κN1)cobalt(II). *Acta Cryst. E66*: 448–449.

90. Necefođlu H., Aybirdi Ö., Tercan B., Ermiş E., Hökelek T., (2010). Tetraaquabis(4-methylaminobenzoato-κO)bis(nicotinamide-κN1)nickel(II). Acta Cryst. E66: 585-586.
91. Öztürkkan F. E., (2006). Kobalt *p*-Halojenobenzoatların Nikotinamid ve N,N'-Dietilnikotinamid Komplekslerinin Sentezi ve Özellikleri.Yüksek Lisans Tezi.Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
92. Şahin O., Büyükgüngör O., Köse, D. A., Öztürkkan F. E.,Necefođlu H., (2007). Diaquabis(4-Fluorobenzoato-κO)-Bis(Nicofinamide-κN)Cobalt(II). Acta Cryst., 63, 243.
93. Öztürkkan F. E., Köse D. A., Necefođlu H., Uzun İ., (2007). Synthesis and Characterization of Bis(N,N-Diethylnicotinamide)*p*-Halogenbenzoate Complexes of Co(II). Asian Journal of Chemistry, 19(6), 4880.
94. Edebalı S., (2007). Çinko *p*-Floro- ve *p*-Bromobenzoatların Nikotinamid, İzoinikotinamid ve N,N'-Dietilnikotinamid Komplekslerinin Sentezi ve Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi.Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
95. Sertçelik M., (2009). 4-Formilbenzoik Asitin Metal Komplekslerinin Sentezi ve Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi. Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
96. Sertçelik M., Tercan B., Şahin E.,Necefođlu H. and Hökelek T.,(2009). Diaquabis(N,N-diethylnicotinamide N1)bis(4-formylbenzoato-O)manganes(II). Acta Cryst. E65, 324-325.
97. Sertçelik M., Tercan B., Şahin E., Necefođlu H. and Hökelek T., (2009). Diaquabis(N,N dietylnicotinamide-κN¹) bis(4-formylbenzoato-κO)nickel (II). Acta Cryst., E65, 326-327.
98. Sertçelik M., Tercan B., Şahin E., Necefođlu H. and Hökelek T., (2009). Diaquabis(N,N-diethylnicotinamide N1)bis(4-formylbenzoato- O)cobalt(II). Acta Cryst. E65, 389-390.
99. Tenlik E., (2011). *p*-Metoksibenzoatların Nikotinamid, İzoinikotinamid ve Dietilnikotinamid Komplekslerinin Sentezi ve Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi.Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars,
100. Hökelek T., Dal H.,Tercan B., Tenlik E., and Necefođlu H., (2010). Diaquabis(4-methoxybenzoato-O1)bis(nicotinamide-N1)cobalt(II) dihydrate. Acta Cryst., E66, 910-911.

101. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Tenlik E., and Necefoğlu H., (2010). Diaquabis(4-methoxybenzoato-*O*)bis(nicotinamide-*N1*)nickel(II) dihydrate. *Acta Cryst.*, E66, 891-892.
102. Hökelek T., Süzen Y., Tercan B., Tenlik E., and Necefoğlu H., (2010). Di--nicotinamide-2*O*:*N1*;2*N1*:*O*-bis[aquabis(4-methoxybenzoato-*O*)copper(II)]. *Acta Cryst.*, E66, 807-808.
103. Hökelek T., Saka G., Tercan B., Tenlik E., and Necefoğlu H., (2010). Bis(4-methoxybenzoato)-2*O*,*O'*:*O*-bis(nicotinamide-*N1*)zinc(II). *Acta Cryst.*, E66, 1135-1136.
104. Hökelek T., Süzen Y., Tercan B., Tenlik E., and Necefoğlu H., (2010). Diaqua(isonicotinamide-*N1*)(4-methoxybenzoato-2*O*,*O'*)(4-methoxybenzoato-*O*)cobalt(II). *Acta Cryst.* E66, 784-785.
105. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). cetane-Poly[[Diaquabis(4-methoxybenzoato- κ O)manganese (II)]- μ -aqua] dihydrate]. *Acta Cryst.*, E65,747-748.
106. Aybirdi Ö., (2010). p-Aminobenzoik Asit Türevlerinin Komplekslerinin Sentezi ve Özellikleri. Doktora Tezi.Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
107. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). Diaquabis[4(dimethylamino)benzoato]- κ 2*O*,*O*; κ *O*-(isonicotinamide- κ *N1*)cobalt(II), *Acta Cryst.* E65, 627–628.
108. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). Diaquabis[4(dimethylamino)benzoato](isonicotinamide)zinc(II). *Acta Cryst.* E65, 651–652.
109. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). Diaquabis[4(dimethylamino)benzoato- κ *O*](isonicotinamide- κ *N1*)manganese(II). *Acta Cryst.* E65: 1037-1038.
110. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). Diaquabis(*N,N*diethylnicotinamide- κ *N1*)bis[4-(dimethylamino)benzoato- κ *O*]cobalt(II). *Acta Cryst.* E65: 1051–1052.
111. Hökelek T., Süzen Y., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). Diaquabis(*N,N*diethylnicotinamide- κ *N1*)bis[4-(dimethylamino)benzoato- κ *O*] nickel(II). *Acta Cryst.*, E65: 1015-1016.

112. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). Tetrakis[4(dimethylamino)benzoato][(*N,N*-diethylnicotinamide)zinc(II)]. Acta Cryst., E65:1582–1583.
113. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). Catena-Poly[[[diaquabis[4-(diethylamino)benzoato- κO]manganese(II)]- μ -aqua]dihydrate]. Acta Cryst., E65: 747–748.
114. Hökelek T., Yılmaz F., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). Tetrakis[μ -4-(diethylamino)benzoato- $\kappa 2O:O'$]bis[(*N,N*-diethylnicotinamide- $\kappa N1$)zinc(II)]. Acta Cryst., E65: 955-956.
115. Hökelek T., Yılmaz F., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). Tetrakis[μ -4-(methylamino)benzoato- $\kappa 2O:O'$]bis[(*N,N*-diethylnicotinamide- $\kappa N1$)zinc(II)]dihydrate. Acta Cryst., E65: 1328-1329.
116. Tercan B., Hökelek T., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). Bis[4-(methylamino)benzoato κO]bis(nicotinamide- κN)zinc(II). Acta Cryst., E65: 109–110.
117. Hökelek T., Dal H., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). Diaquabis(4-methylaminobenzoato- κO)bis(nicotinamide- $\kappa N1$)nickel(II). Acta Cryst., E65: 605–606.
118. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., (2009). Bis(isonicotinamide- $\kappa N1$)bis[4-(methylamino)benzoato]zinc(II) monohydrate. Acta Cryst., E65: 1365-1366.
119. Necefoğlu H., Aybirdi Ö., Tercan B., Ermiş E., Hökelek T., (2010). Diaquabis(4-methylaminobenzoato- κO)bis(nicotinamide- $\kappa N1$)cobalt(II). Acta Cryst., E66: 448–449.
120. Necefoğlu H., Aybirdi Ö., Tercan B., Ermiş E., Hökelek T., (2010). Tetraaquabis(4-methylaminobenzoato- κO)bis(nicotinamide- $\kappa N1$)nickel(II). Acta Cryst., E66: 585-586.
121. Aybirdi Ö., Köse D. A., Necefoğlu H., (2008). Synthesis of the 4-*N,N*-dimethylaminobenzoic Acid Complexes of Mn(II), Co(II), Ni(II), and Cu(II). Spectroscopic and Thermal Characterization, Hacettepe J. Biol.& Chem., 36 (1): 31-32.
122. Özbek E. F., (2011). 2-Halojenbenzoat Komplekslerinin Sentezi ve Özellikleri. Doktora Tezi. Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.

123. Özbek F. E, Tercan B, Şahin E, Necefoglu H., Hökelek T., (2009). Tetraaquabis(nicotinamide-kappa-N-1)cobalt(II) bis(2-fluorobenzoate). *Acta Crystallographica Section E-Structure Reports Online*, 65(3), 341-342.
124. Hökelek T., Yılmaz F., Tercan B., Özbek F. E., Necefoğlu H., (2009). Bis(2-fluorobenzoato-1:2-O:O)-(2-fluorobenzoato-O,O)(2-fluorobenzoato-O)dinicotinamide-N1-di-zinc(II)-fluorobenzoicacid (1/1). *Acta Crystallographica Section E-Structure Reports Online*, E65,1608-1609.
125. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Özbek F. E., Necefoğlu H., (2009). Tetraaquabis(nicotinamide-kappa N-1) bis(2-fluorobenzoate)Nickel(II). *Acta Crystallographica Section E-Structure ReportsOnline*, E65, 1330-1331.
126. Hökelek T., Dal H., Tercan B, Özbek F. E., Necefoğlu H., (2009). Diaquabis(2-chlorobenzoato-O)bis(nicotinamide-N)Nickel(II). *Crystallographica Section E-Structure Reports Online*, E65, 466-467,
127. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Özbek F. E., Necefoğlu H., (2009). Diaquabis(2-chlorobenzoatokappaO)bis-(N,N-diethylnicotinamide-kappaN1)manganese(II). *Acta Crystallographica SectionE-Structure Reports Online*, 65(5), M513-U497.
128. Hökelek T., Yılmaz F., Tercan B., Öztürkkan F. E., Necefoğlu H., (2010). Diaquabis(2-bromobenzoato-O)bis-(N,N-diethylnicotinamide-N)cobalt(II). *Acta Crystallographica Section E-Structure Reports Online*, E66, 1132–1133.
129. Hökelek T., Yılmaz F., Tercan B., Özbek F. E, Necefoğlu H., (2009). Diaquabis(2-bromobenzoatokappaO)bis(nicotinamide-kappa N-1)nickel(II). *Acta Crystallographica Section E Structure Reports Online*, 65(7) , M768-U749.
130. Hökelek T., Yılmaz F., Tercan B., Özbek F. E., Necefoğlu H., (2009). Diaquabis(2-bromobenzoatokappaO)bis(N,N-diethylnicotinamide-kappa N-1)nickel(II). *Acta CrystallographicaSection E-Structure Reports Online*, 65(7), M766-U739.
131. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Özbek F. E., Necefoğlu H., (2009). Diaquabis(2-chlorobenzoatokappaO)bis(N,N-diethylnicotinamide-kappa N-1)nickel(II). *Acta Crystallographica SectionE-Structure Reports Online*, 65(5), M545-U750.
132. Öztürk A., Hökelek T., Özbek F. E. and Necefoğlu H., (2008). Diaquabis(4-bromobenzoato-O)bis(N,N-Diethylnicotinamide- N)Zinc(II), *Crystallographica Section E-Structure ReportsOnline*, E64, 1218-1219.

133. Çimen E., (2011). *p*-Metilbenzoik Asidin Metal Komplekslerinin Sentezi ve Özellikleri. Doktora Tezi. Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars.
134. Necefoğlu, H., Çimen, E., Tercan, B., Dal H., Hökelek T., (2010). Tetrakis(μ -4-methylbenzoato-2O,O')bis[(isonicotinamide-N1)copper(II)]. Acta Cryst. E66, 334-335.
135. Necefoğlu, H., Çimen E., Tercan B., Ermiş E., Hökelek T., (2010). Diaquabis(4-methylbenzoato-O)bis-(nicotinamide-N1)nickel(II). Acta Cryst., E66, 361-362.
136. Necefoğlu H., Çimen E., Tercan B., Süzen, Y., Hökelek, T., (2010). Aquabis(isonicotinamide-N1)bis(4-methylbenzoato)-O;2O,O'-cadmium(II) Monohydrate. Acta Cryst., E66, 392-393.
137. Necefoğlu H., Çimen E., Tercan B., Dal H., Hökelek T., (2010) . Tetrakis(μ -4-methylbenzoato-2O,O')bis[(N,N-diethylnicotinamide-N1)zinc(II)]. Acta Cryst., E66, 485-486.
138. Necefoğlu H., Çimen E., Tercan B., Dal H., Hökelek T., (2010). Diaquabis(4-methylbenzoato-O)bis(nicotinamide-N1)manganese(II). Acta Cryst. E66, 490-491.
139. Necefoğlu H., Çimen E., Tercan B., Ermiş E., Hökelek T., (2010). Diaquabis (N,Ndiethylnicotinamide-N1)bis(4-methylbenzoato-O)cobalt(II). Acta Cryst., E66, 556-557.
140. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Çimen E., Necefoğlu, H., (2010). Catena-Poly[[[(4-methylbenzoato-O)manganese(II)]- μ -aqua-bis(μ -4-methylbenzoato-2O,O')][(4-methylbenzoato-O)manganese(II)]-bis(μ -N,N-diethylnicotinamide)-2N3:O;O:N3]. Acta Cryst., E66, 734-735.
141. Hökelek T., Ermiş E., Tercan B., Çimen E., Necefoğlu H., (2010). Bis(μ -4-methylbenzoato-2O,O')bis[aqua(4-methylbenzoato-2O,O')zinc(II)]-bis(μ -4-methylbenzoato-2O,O')bis[4-methylbenzoato-O)-(nicotinamide)-N]zinc(II)]-water (1/1/2). Acta Cryst., E66, 841-842.
142. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Çimen E., Necefoğlu H., (2010). Catena-Poly[[bis(4-methylbenzoato-2O,O')lead(II)]- μ -nicotinamide)-2N1:O]. Acta Cryst., E66, 953-954.
143. Hökelek T., Güner S., Tercan B., Çimen E., Necefoğlu H., (2010). Bis(isonicotinamide-N1)bis(4-methylbenzoato-O)copper(II) dihydrate. Acta Cryst., E66, 955-956.

144. İçbudak H., Heren Z., Köse D. A. And Necefoğlu H., (2004) . Bis(Nicotinamide) and bis(N,N-Diethylnicotinamide) p-Hydroxybenzoate Complexes of Ni(II), Cu(II) and Zn(II) Spectrothermal Studies. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 76, 837-851.
145. Köse D. A., Zümreoğlu K. B., Ünaleroğlu C., Şahin O., Büyükgüngör O., (2006). Synthesis and characterization of transition metal-vitamin B13 complexes mixed with a co-vitamin. *Jour. of Coord. Chem.*, 59(18), 2125-2133.
146. Hökelek T., Çaylak N. and Necefoğlu H., (2008). Diaquabis(4-chlorobenzoato- κ O)bis-(N,N-diethylnicotinamide- κ N¹)-manganese(II). *Acta Cryst.*, E64, 505-506.
147. Zhang K. L., Xie Q. L., Weng N. S., (2009). Trans,trans,trans-Diaquabis(nicotinamid κ N)bis(2-nitrobenzoat- κ O)-copper(II). *Acta Cryst.*, E65, 427-428.
148. Köse D. A., Gökçe G., Gökçe S., Uzun İ., (2009). Bis(N,N-diethylnicotinamide) p-chlorobenzoate Complexes of Ni(II), Zn(II) and Cd(II) Synthesis and characterization. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 95, 247-251.
149. Lin J.G., Qui L., Cheng W., Luo S.N., Wang K., Meng Q. J., (2010). A novel cobalt (II) complex based on nicotinamide and 2-nitrobenzoate mixed ligands: Synthesis, characterization and biological activity. *Inor. Chem. Com.*, 13, 855-858.
150. Tuncer H., Süzen Y., Tercan B., Aybirdi Ö. and Necefoğlu H., (2010). Bis[μ -4(dimetilamino)benzoat]- κ^3 O,O':O; κ^3 O:O,O'-bis{ aqua[4-dimetilamino)benzoat- κ^2 O,O']nikotinamid- κ N¹}kadminyum(II)}. *Acta Cryst.*, E66, 782-783.
151. Necefoğlu H., Maracı A., Özbek E. F., Tercan B. and Hökelek T., (2011). Diaquabis(N,N diethylnicotinamide- κ N¹) bis(4-ethylbenzoato- κ O)cobalt(II). *Acta Cryst.*, E67, 619-620.
152. Necefoğlu H., Özbek E. F., Öztürk V., Tercan B. and Hökelek T., (2011). Diaquabis(4-bromobenzoato- κ O)bis(nicotinamide- κ N¹) copper(II). *Acta Cryst.*, E67, 900-901.
153. Necefoğlu H., Özbek F. E., Öztürk V., Adıgüzel V. And Hökelek T., (2011). Di- μ -nicotinamide- κ^2 N¹:O; κ^2 O:N¹-bis[aquabis(4-bromobenzoato)- κ O; κ^2 O,O'-manganese(II)]. *Acta Cryst.*, E67, 1128-1129.
154. Köse D.A., Necefoğlu D. A., Şahin O., Büyükgüngör O., (2012). Synthesis, structural, spectral, spectroscopic characterization and structural comparison of 3-

- hidroxybenzoae and nicotinamide/N,N-diethylnicotinamide mixed ligand complexes with Zn (II). *Jour. of. Thermal Analysis and Calorimetry*, 110(3), 1233-1241.
155. Aydın Ö., Delibaş Ç. N., Necefoğlu H. and Hökelek T., (2012). Diaquabis(2-iyodobenzoato- κ O)bis(nicotinamide- κ N¹)copper(II). *Acta Cryst.*, E68, 1162-1163.
156. Al-Saif F. A., Refat S. M., (2012). Ten metal complexes of vitamin B₃/niacin: Spectroscopic, thermal, antibacterial, antifungal, cytotoxicity and antitumor studies of Mn(II), Fe(III), Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn(II), Pd(II), Pt(IV) ve Au(III) complexes. *Journal of Molecular structure*, 1021, 40-52.
157. Bozkurt N., Dilek N., Delibaş N. Ç., Necefoğlu H. and Hökelek T., (2013). Diaquabis(3-chlorobenzoato- κ O)bis(nicotinamide- κ N¹)cobalt(II). *Acta Cryst.*, E69, 349-350.
158. Dinçel Ö., Tercan B., Öztürkkan F. E., Necefoğlu H. and Hökelek T., (2013). Diaquabis(2-chlorobenzoato- κ O)bis(nicotinamide- κ N¹)cobalt(II). *Acta Cryst.*, E69, 173-174.
159. Bozkurt N., Dilek N., Delibaş Ç. N., Necefoğlu H. and Hökelek T., (2013). Bis(3-chlorobenzoato- κ^2 O,O')bis(nicotinamide- κ N)copper(II). *Acta Cryst.*, E69, 356-357.
160. Halaska J., Pevac A., Strauch P., Kozlevcar B., Koman M., Moncol J., (2013). Supramolecular hydrogen-bonding networks constructed from copper (II) chlorobenzoates with nicotinamide: Structure and EPR. *Polyhedron*, 61, 20-26 .
161. Nakamoto K.,(1997). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*. John Wiley and Sons, Toronto, 5th edn., part B, Chap.3.
162. Tanabe Y., Sugano S., On the absorption spectra of complex ions (1954). I. *Jour. Of Phys. Soc. of Japan*, 9(5), 753-766.
163. <http://merlab.metu.edu.tr/x-isini-difraktometresi> (11.01.2018).
164. Hökelek T., Akduran N., Özkaya S. and Necefoğlu H., (2017). Crystal structure of catena-poly[[[diaquabis(2,4,6-trimethylbenzoato- κ O)cobalt(II)]- μ -aqua- κ^2 O:O]dihydrate]. *Acta Cryst.*, E73, 708-712.
165. Aşkın G. Ş., Necefoğlu H., Özkaya S., Dilek N. and Hökelek T. (2015). Crystal Structure of tetrakis(μ -2,4,6-trimetylbenzoato- κ^2 O:O')bis[(nicotinamide- κ N')copper(II)]. *Acta Cryst.* E71, 989-992.

166. Hökelek T., Necefoğlu H. and Balcı M., (1995). Tetrakis(μ -benzoato-O:O')bis(N,N-diethylnicotinamide-N')dicopper(II). *Acta Cryst.*, C51, 2020-2023.
167. Necefoğlu H., Çimen, E., Tercan B., Dal H., Hökelek T., (2010). Tetrakis(μ -4-methylbenzoato- κ 2O,O')bis[(isonicotinamide- κ N1)copper(II)]. *Acta Cryst.*, E66, m334-m335.
168. Usubaliev B. T., Movsumov E. M., Musaev F. N., Nadzhafov G. N., Amiraslanov, I. R., Mamedov Kh. S. (1980). Crystal and molecular structure of copper(II) benzoate monopryridinate.- *Koordinatsionnaya Khimiya* 6(7), 1091-6 (CODEN: KOKHDC; ISSN: 0132-344X. Russian).
169. van Niekerk J. N. and Schoening F. R. L. (1953). A new Type of Copper as found in the Crystal Structure of Cupric Acetate, $\text{Cu}_2(\text{CH}_3\text{COO})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. *Acta Cryst.*, 6, 227-232.
170. Barclay G. A., Kennard C. H. L. (1961). The crystal structure of anhydrous copper(II) formate. *J. Chem. Soc.*, 0, 3289-3294.
171. Davey G. and Stephens F. S. (1970). Crystal and molecular structure of mono- α -picolinecopper(II) chloroacetate. *J. Chem. Soc. A.*, 0, 2803-2805.
172. Morosin, B., Hughes, R. C. and Soos, Z. G. (1975). Structural and e.p.r. search for exchange striction in pyrazine copper acetate. *Acta Cryst.*, B31, 762-770.
173. Speier G. and Fulop V. (1989). Oxidative addition of dibenzoyl peroxide on metallic copper. The crystal structure of $[\{\text{Cu}(\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2)_2(\text{py})\}]_2$. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 0, 2331-2333.
174. Bernstein J., Davis R.E., Shimoni L. and Chang N-L. (1995). Patterns in Hydrogen bonding: Functionality and Graphset analysis in crystals. *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, Vol. 34, pp.1555-1573.
175. Hökelek T., Aşkın Ş. G., Özkaya S. and Necefoğlu H. (2017). Crystal structure and Hirshfeld surface analysis of aquabis(nicotinamide- κ N¹)bis(2,4,6-trimethylbenzoato- κ O)zinc. *Acta Cryst.*, E73, 1348–1352.
176. Addison, A.W., Rao, T. N., Reedijk, J., van Rijn, J. & Verschoor, G. C. (1984). Synthesis, structure, and spectroscopic properties of copper(II) compounds containing nitrogen–sulphur donor ligands; the crystal and molecular structure of aqua[1,7-bis(N-methylbenzimidazol-2'-yl)-2,6-dithiaheptane]copper(II) perchlorate. *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, pp. 1349–1356.

177. Hirshfeld F. L. (1977). Bonded-atom fragments for describing molecular charge densities. *Theor. Chim. Acta*, Volume 44, Issue 2, pp 129–138.
178. Spackman M. A. and Jayatilaka D. (2009). Hirshfeld surface analysis. *Cryst. Eng. Comm.*, 11, 19–32.
179. Turner M. J., McKinnon J. J., Wolff S. K., Grimwood D. J., Spackman, P. R., Jayatilaka D. and Spackman, M. A. (2017). *CrystalExplorer17*. The University of Western Australia.
180. Venkatesan P., Thamocharan S., Ilangoan A., Liang H. and Sundius T. (2016). Crystal structure, Hirshfeld surfaces and DFT computation of NLO active (2E)-2-(ethoxycarbonyl)-3-[(1-methoxy-1-oxo-3-phenylpropan-2-yl)amino] prop-2-enoic acid. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 153, 625-636.
181. Spackman, M. A., McKinnon, J. J. & Jayatilaka, D. (2008). Electrostatic potentials mapped on Hirshfeld surfaces provide direct insight into intermolecular interactions in crystals. *Cryst. Eng. Comm.*, 10, 377–388.
182. Jayatilaka D., Grimwood D. J., Lee A., Lemay A., Russel A. J., Taylor C., Wolff S. K., Cassam-Chenai P. and Whitton, A. (2005). TONTO - A System for Computational Chemistry. Available at: <http://hirshfeldsurface.net>
183. McKinnon J. J., Jayatilaka D. and Spackman M. A. (2007). Towards quantitative analysis of intermolecular interactions with Hirshfeld surfaces. *Chem. Commun.*, pp. 3814–3816.
184. Hökelek T., Özkaya S. and Necefoğlu H. (2018). Crystal structure and Hirshfeld surface analysis of aquabis(nicotinamide- κN^1)bis(2,4,6-trimethylbenzoato- $\kappa^2 O, O'$) cadmium(II). *Acta Cryst.*, E74, 246–251.
185. Hathwar V. R., Sist M., Jørgensen M. R. V., Mamakhel A. H., Wang X., Hoffmann C. M., Sugimoto K., Overgaard J. and Iversen Bo B. (2015). Quantitative analysis of intermolecular interactions in orthorhombic rubrene. *IUCrJ*, 2, 563–574.
186. Hökelek T., Sertkaya G., Ay E., Özkaya S. and Necefoğlu H. (2017). Crystal structure and Hirshfeld surface analysis of diaquabis(isonicotinamide- κN)bis(2,4,6-trimethylbenzoato- $\kappa O1$)nickel(II) dihydrate. *Acta Cryst.*, E73, 1137–1141.
187. Hökelek T., Akduran N., Özkaya S. and Necefoğlu H. (2017). Sink(II) 2,4,6-trimetilbenzoatın izonikokinamid kompleksinin sentezi ve kristal kuruluşu. *Müasir*

Tebiet Elmlerinin Aktual Problemleri Beynelxalq Konfransı. Gence, Azərbaycan. Bildiri Kitabı I, s. 216-218.

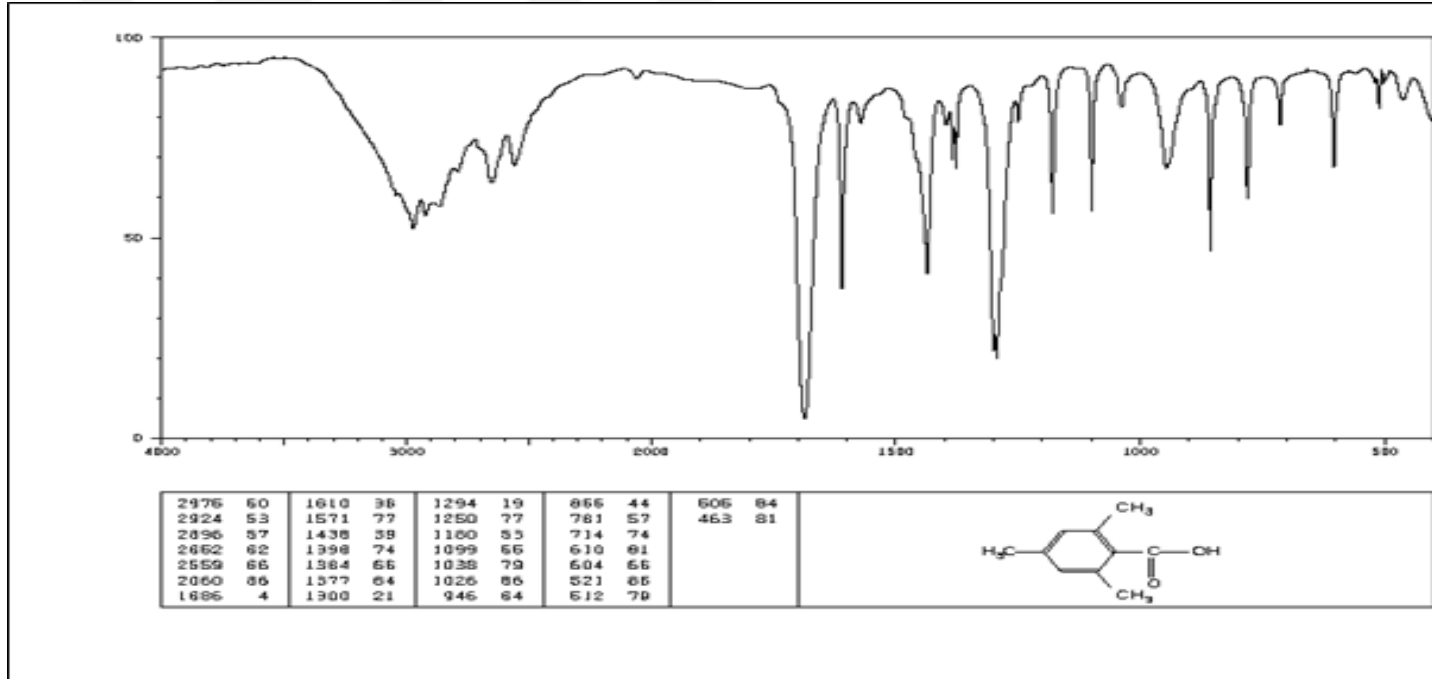
188. Hökelek T., Özkaya S. and Necefoğlu H. (2018). Crystal structure and Hirshfeld surface analysis of aquabis(nicotinamide- κN^1)bis(2,4,6-trimethylbenzoato- $\kappa^2 O, O'$) cadmium(II). *Acta Cryst.*, E74, 246–251.

189. Aşkın G. Ş., Necefoğlu H., Özkaya S., Çelik R. Ç. and Hökelek T. (2016). Crystal structure of diaquabis(*N,N*-diethylnicotinamide- κN^1)bis(2,4,6-trimethylbenzoato- κO^1) cobalt(II). *Acta Cryst.*, E72, 498–501.

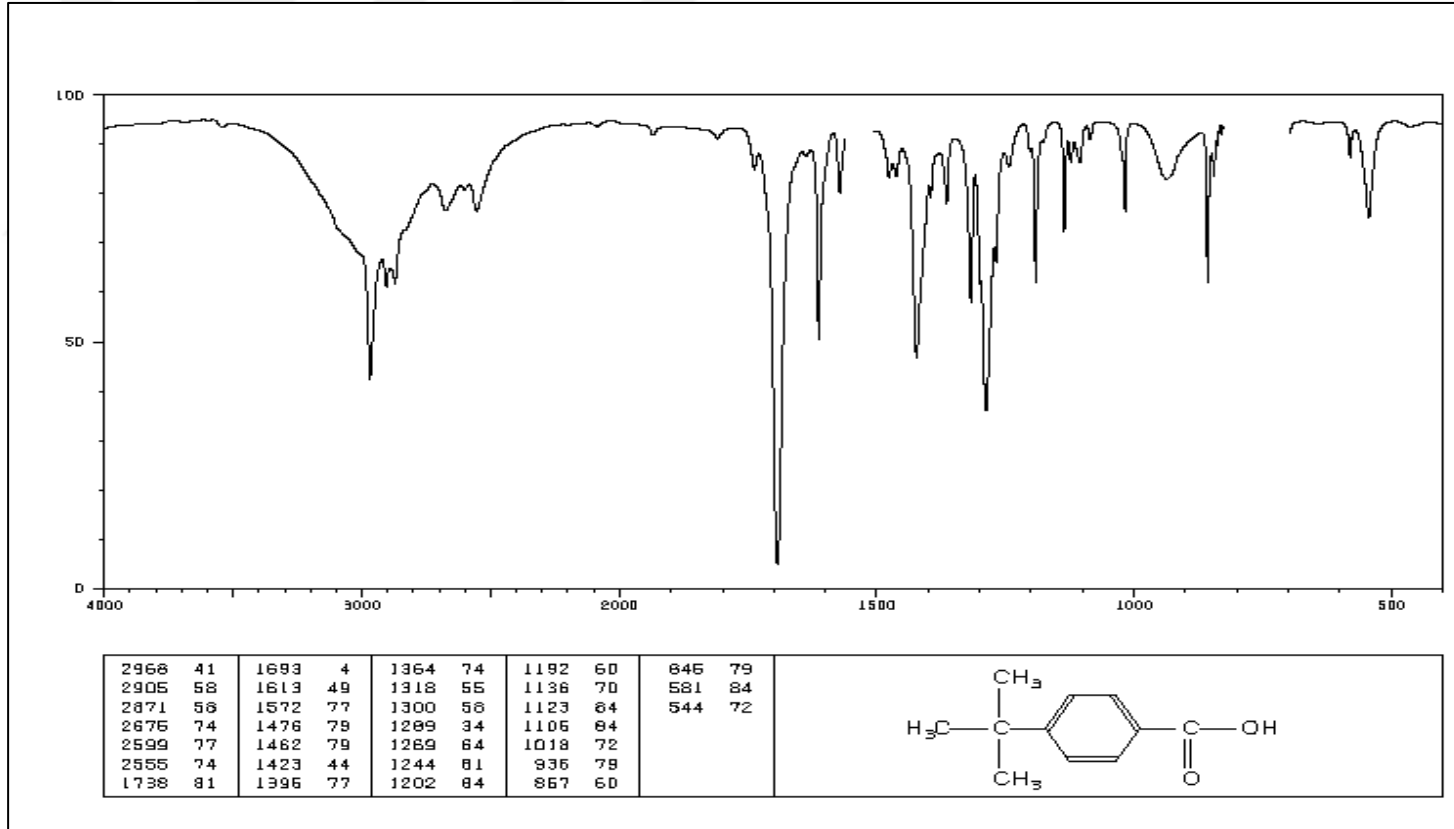
190. Aşkın G. Ş., Necefoğlu H., Özkaya S., Çelik R. Ç. and Hökelek T. (2016). Crystal structure of diaquabis(4-tert-butylbenzoato- κO) bis(nicotinamide- κN^1)cobalt(II) dihydrate. *Acta Cryst.*, E72, 888–891.



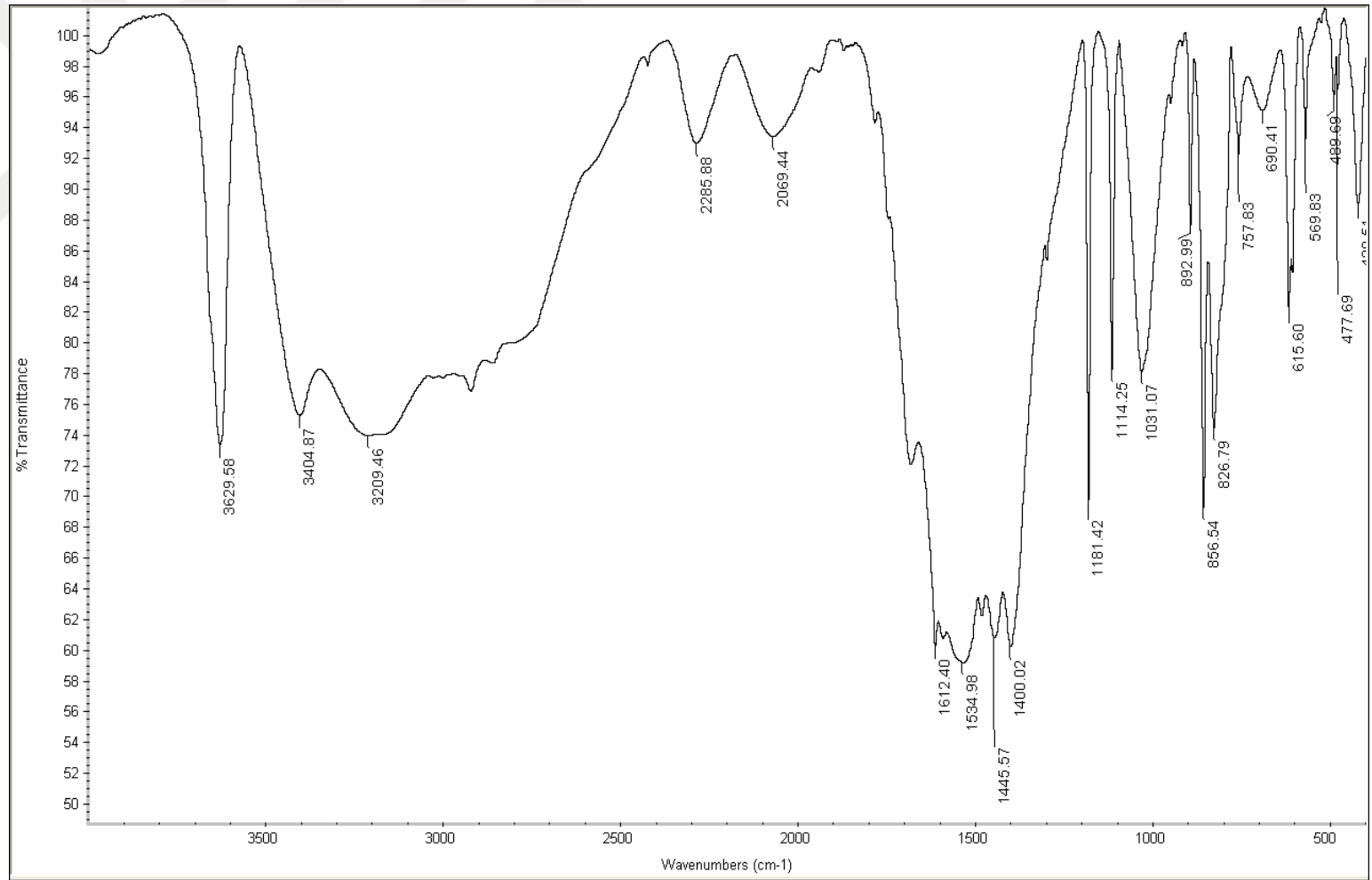
7. EKLER



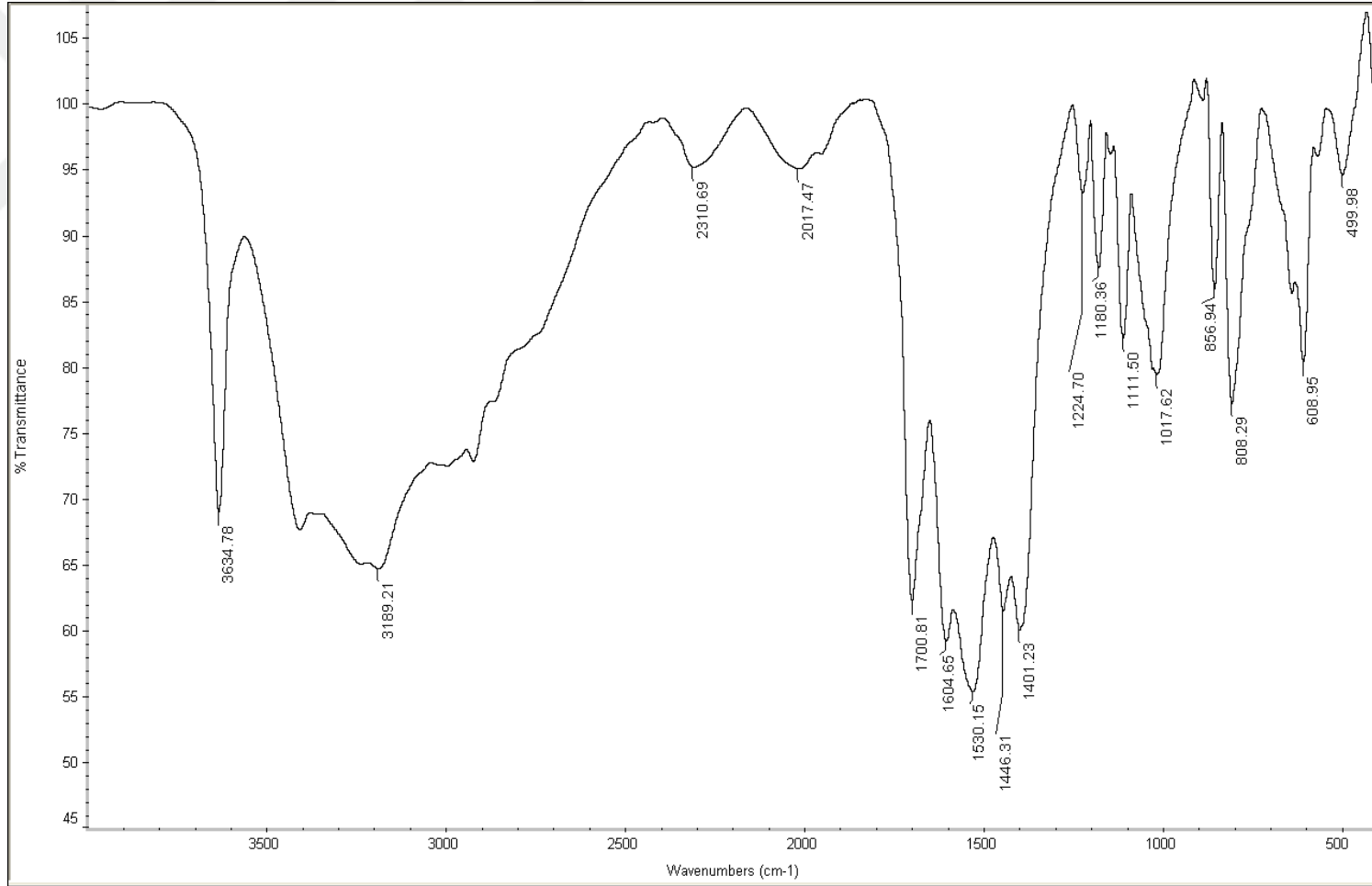
Ek Şekil 1. TMBA'nin IR Spektrumu



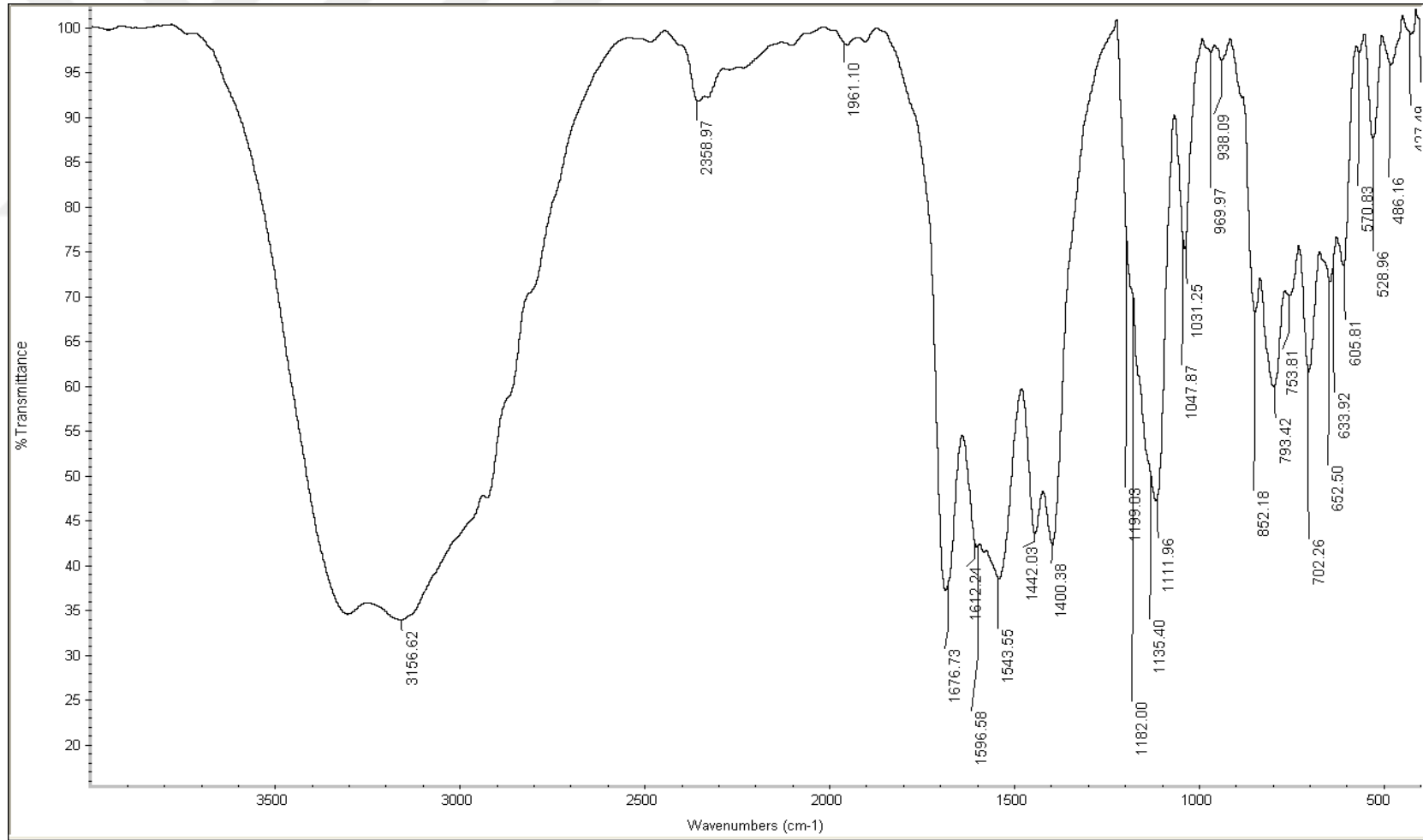
Ek Şekil 2. TBBA'nin IR Spektrumu



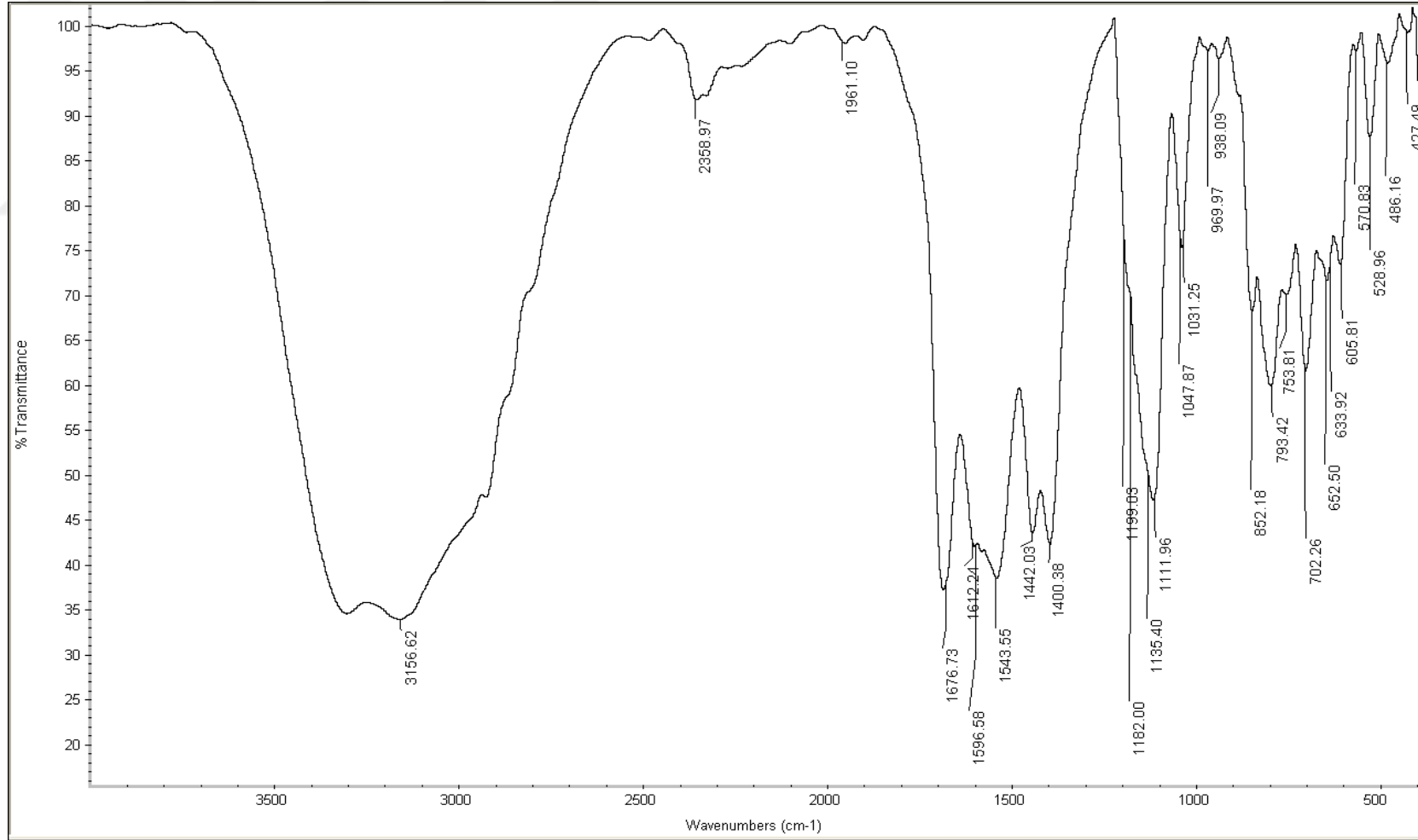
Ek Şekil 3. 1 Kompleksinin IR Spektrumu



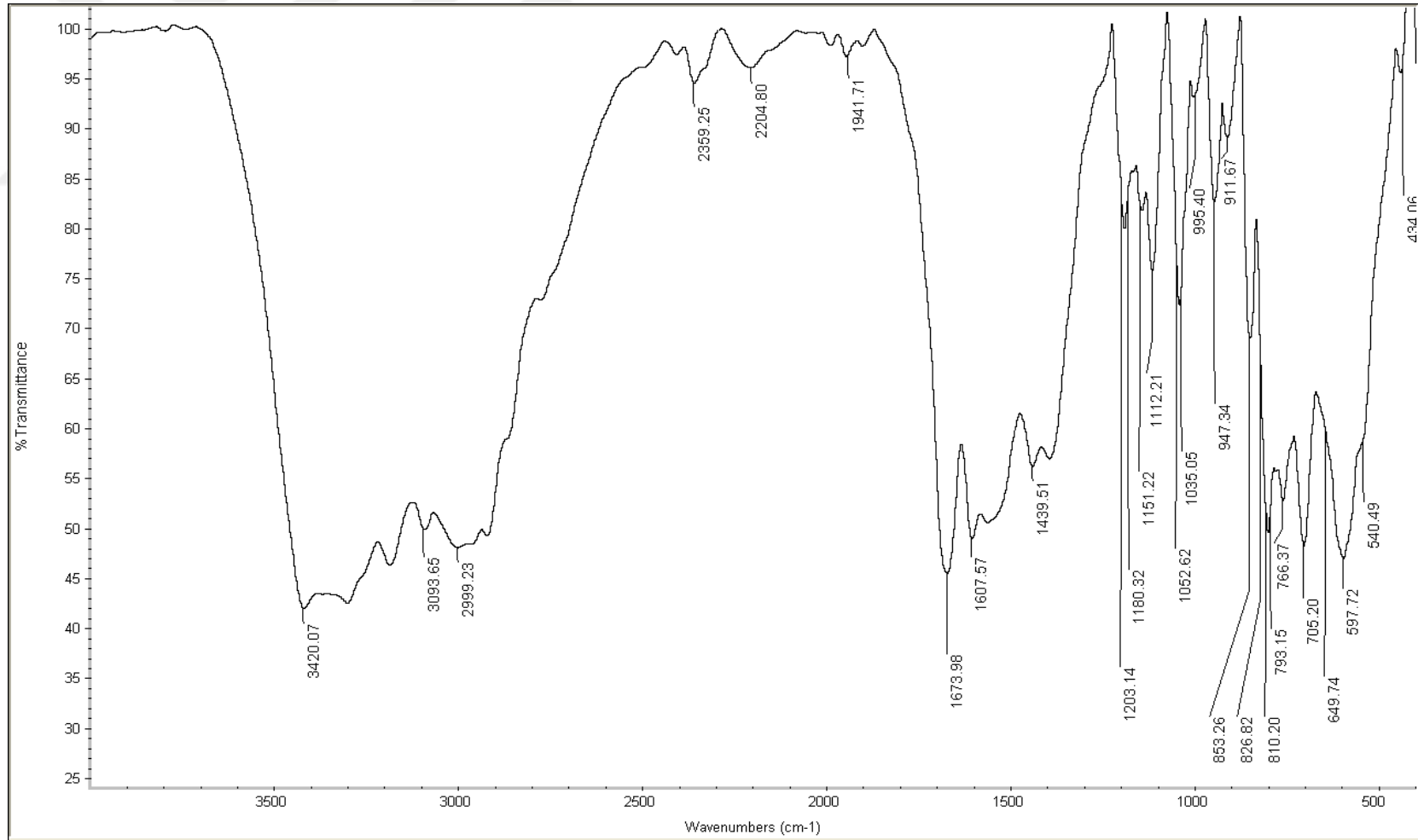
Ek Şekil 4. 2 Kompleksinin IR Spektrumu



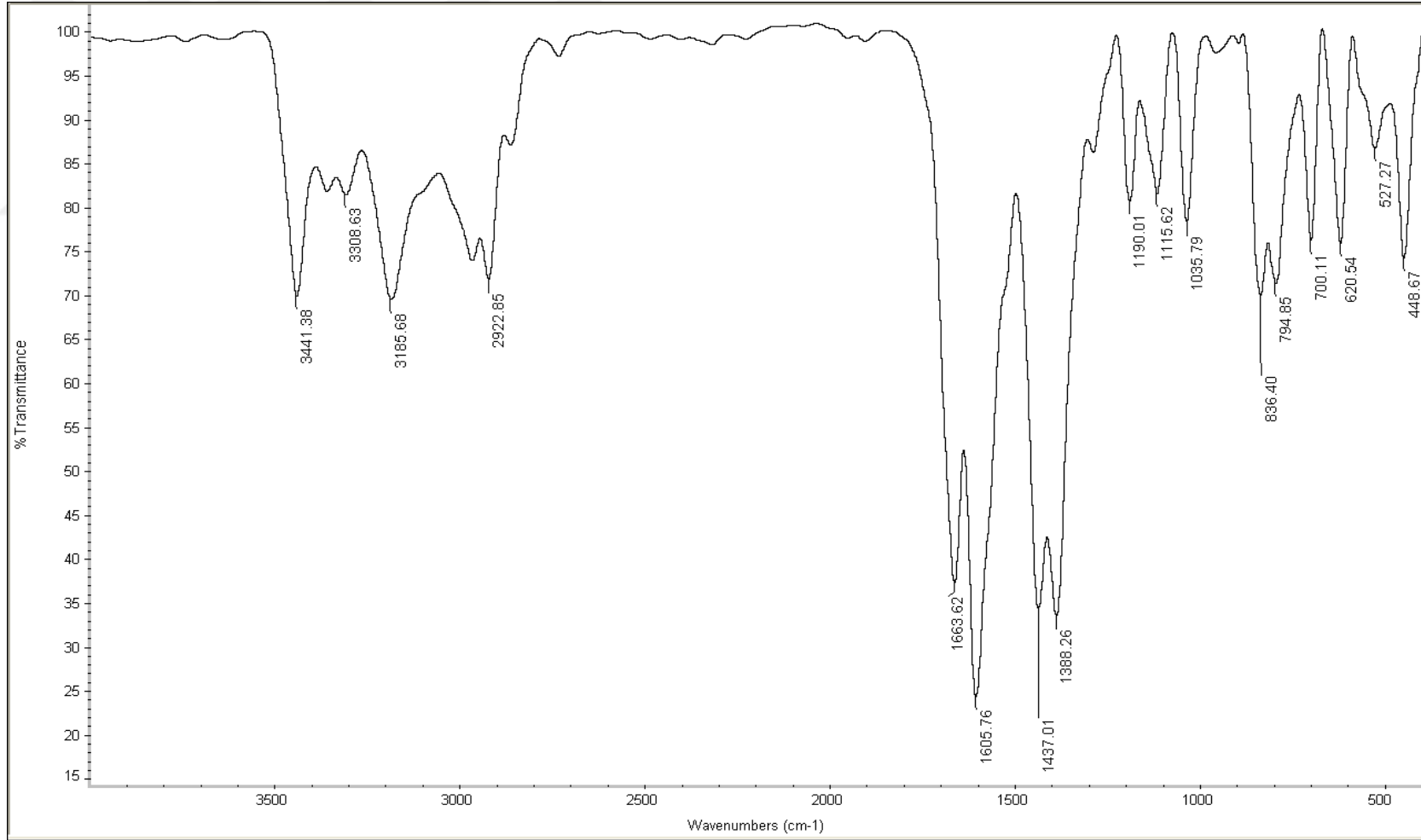
Ek Şekil 5. 3 Kompleksinin IR Spektrumu



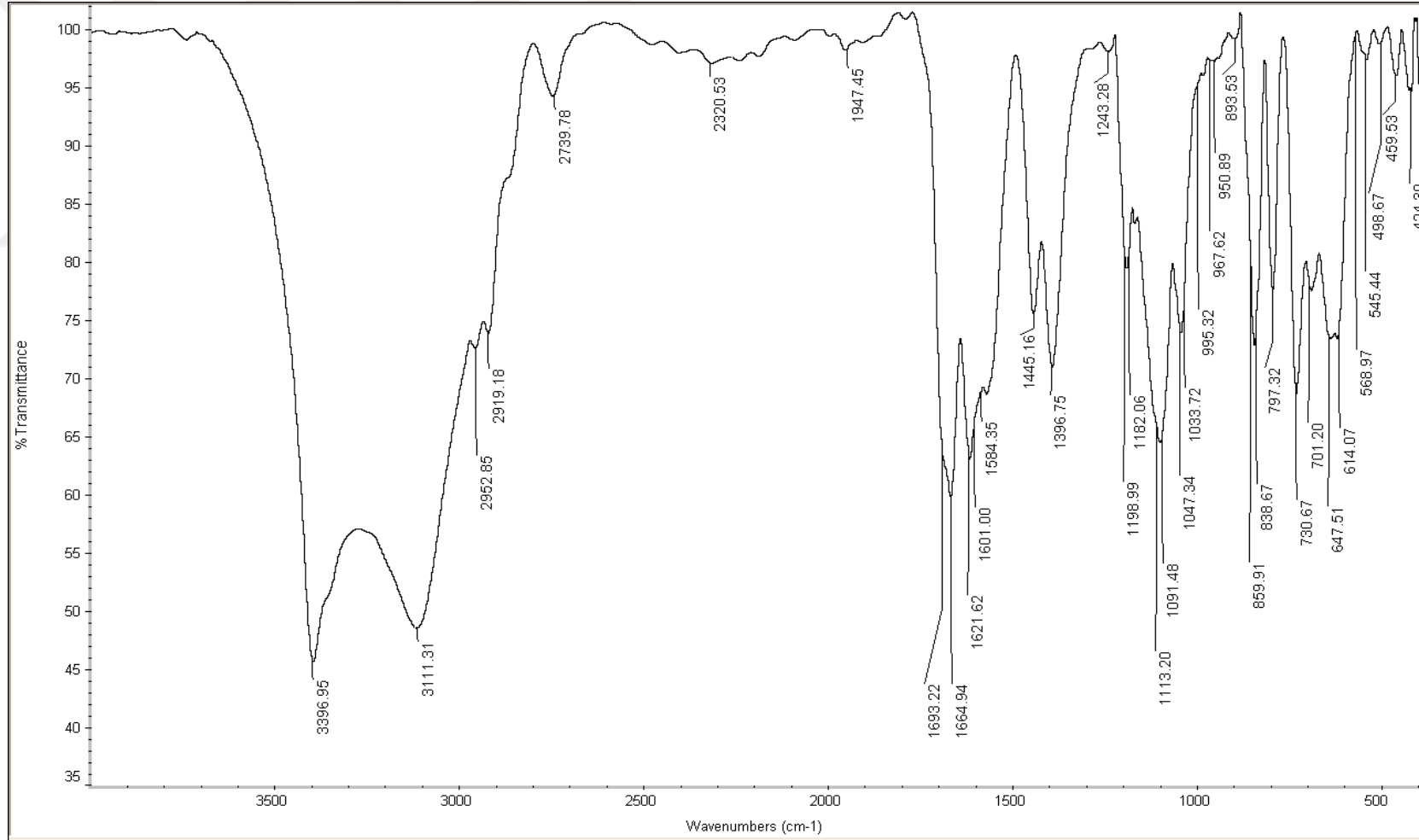
Ek Şekil 6. 4 Kompleksinin IR Spektrumu



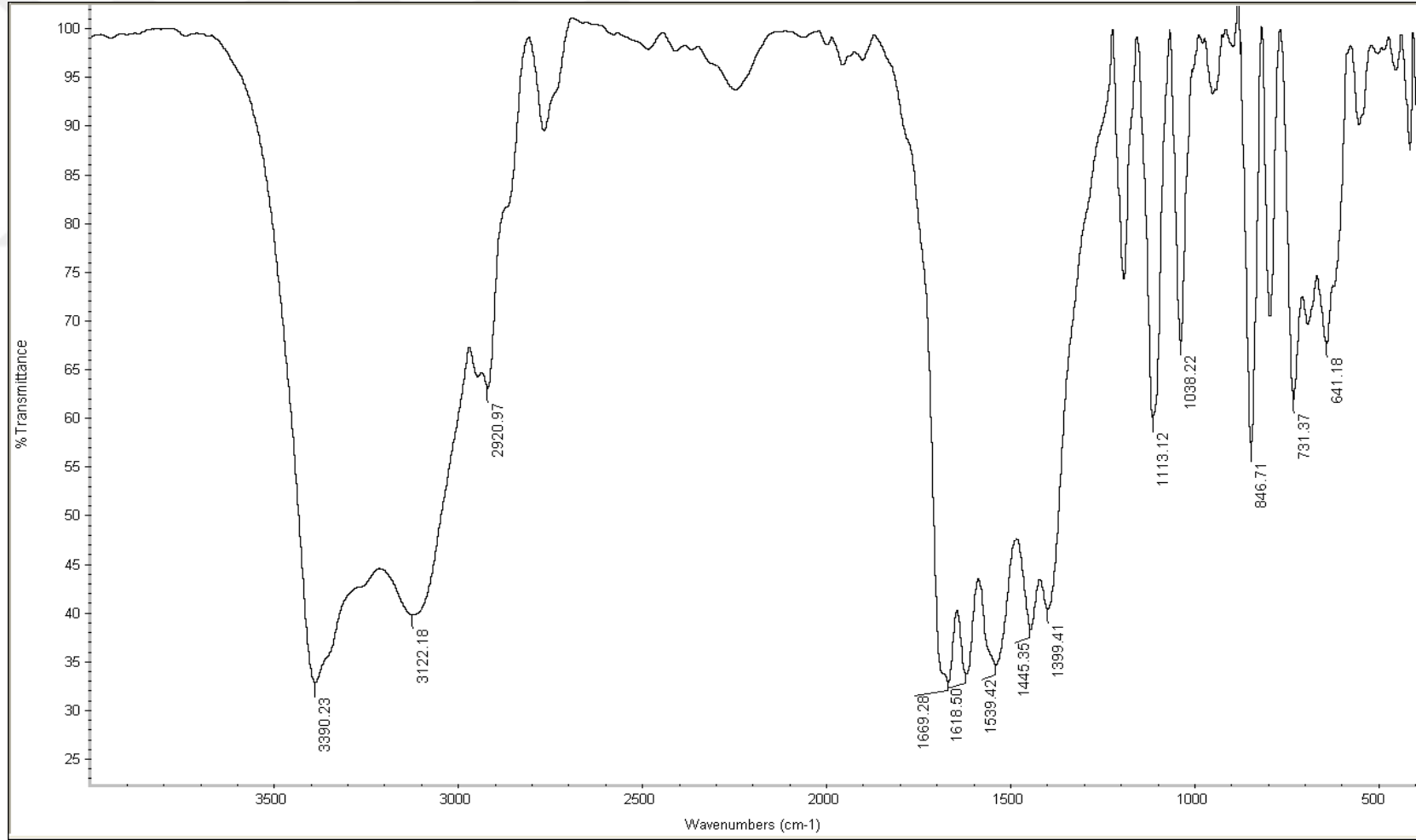
Ek Şekil 7. 5 Kompleksinin IR Spektrumu



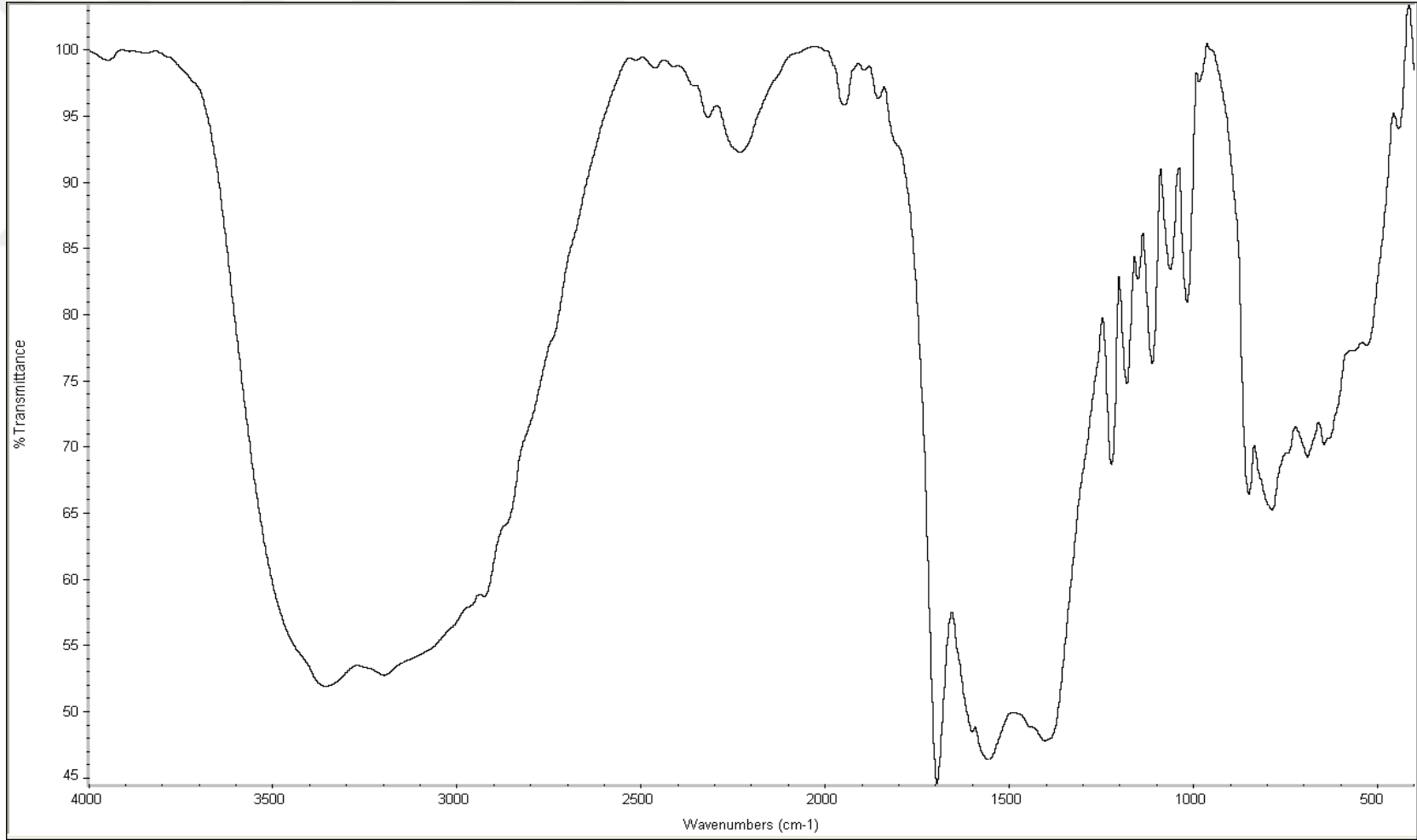
Ek Şekil 8. 6 Kompleksinin IR Spektrumu



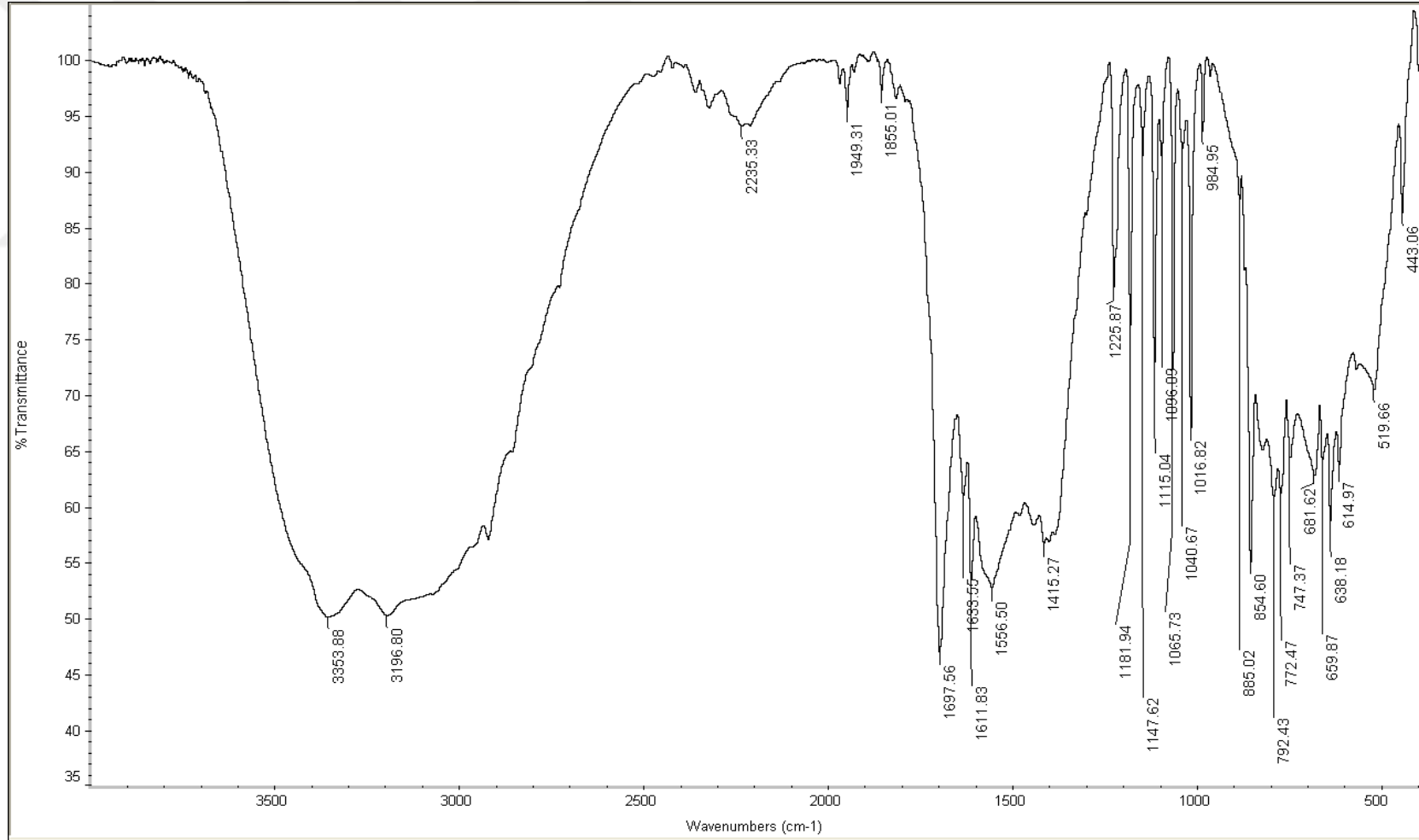
Ek Şekil 9. 7 Kompleksinin IR Spektrumu



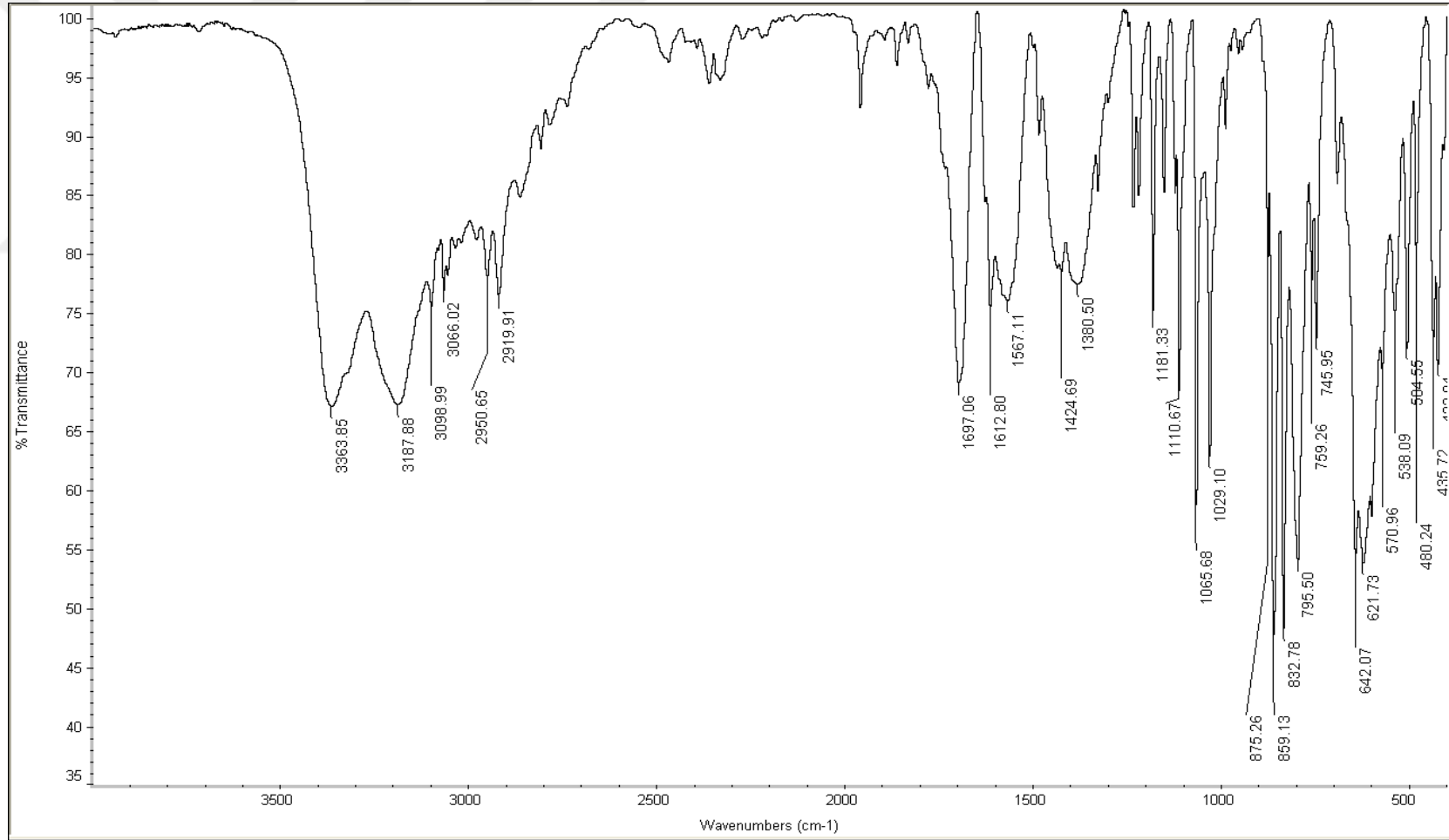
Ek Şekil 10. 8 Kompleksinin IR Spektrumu



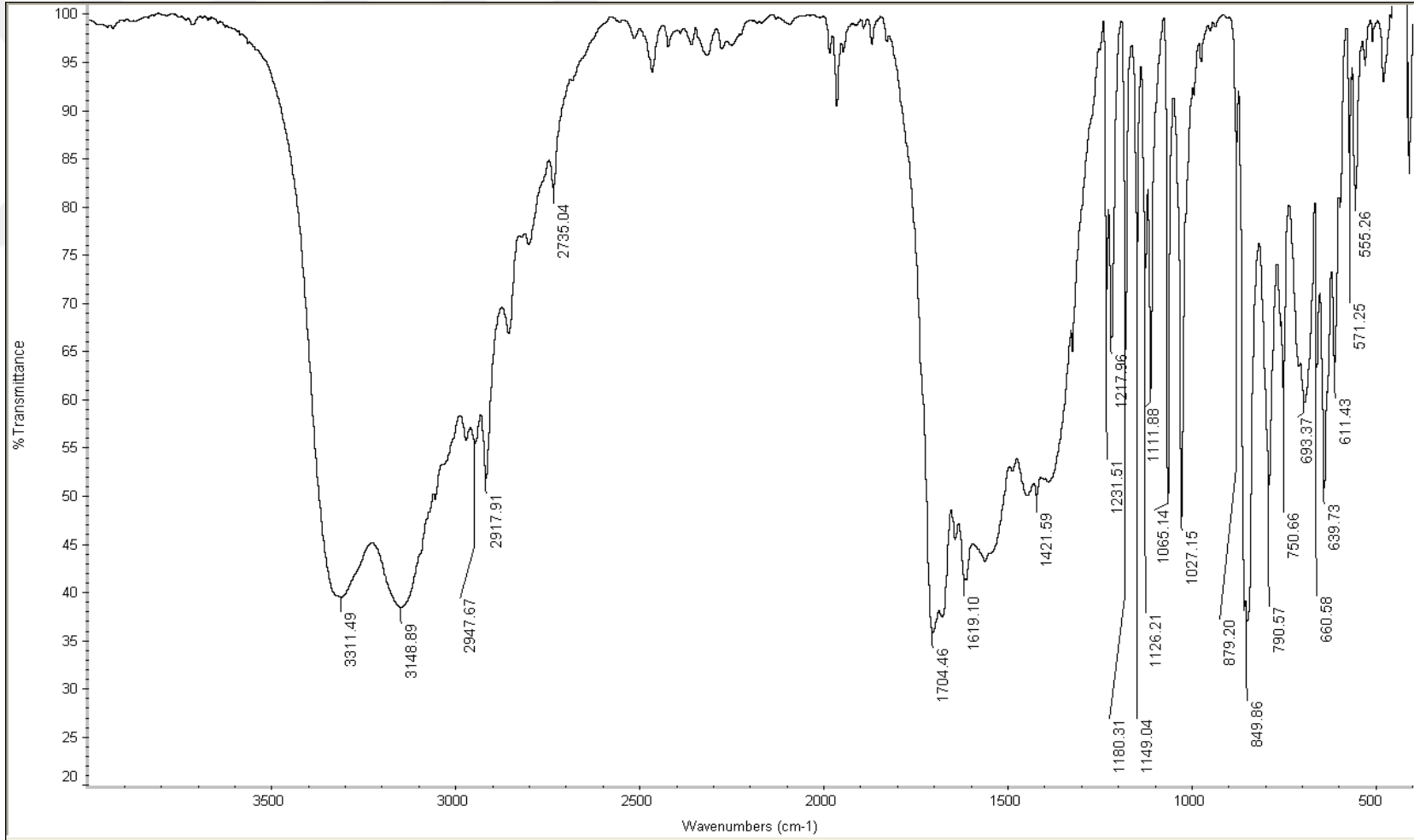
Ek Şekil 11. 9 Kompleksinin IR Spektrumu



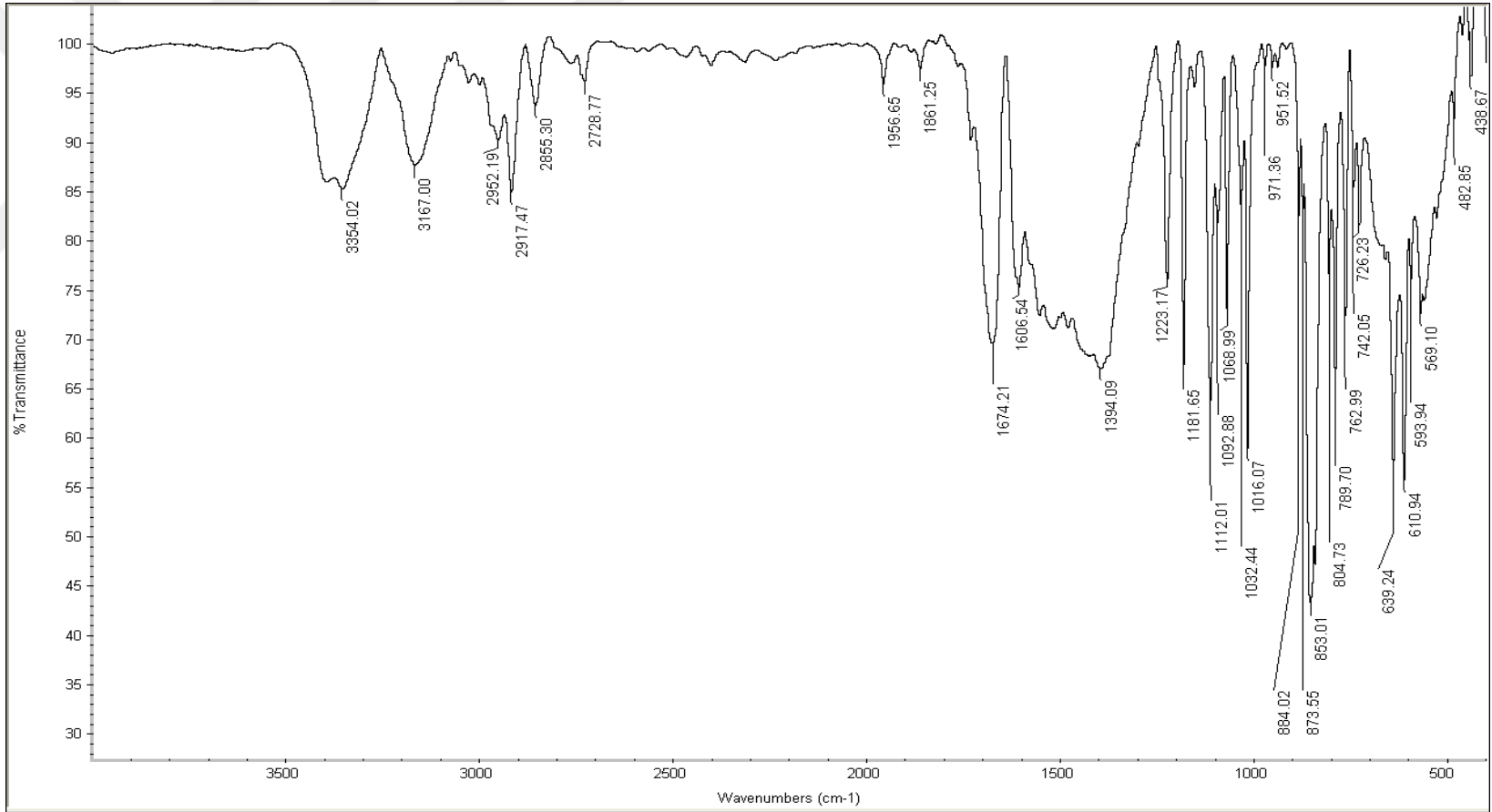
Ek Şekil 12. 10 Kompleksinin IR Spektrumu



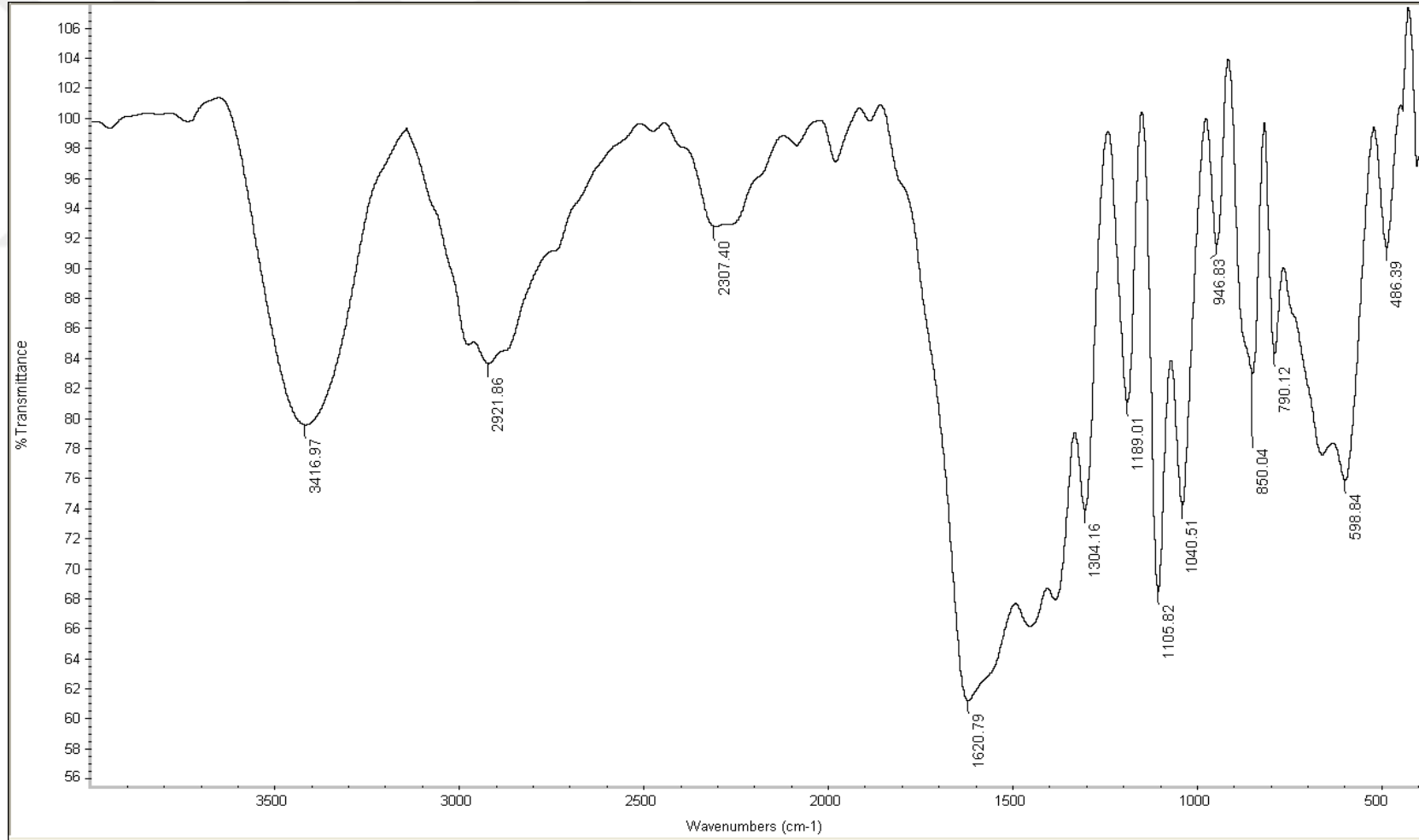
Ek Şekil 13. 11 Kompleksinin IR Spektrumu



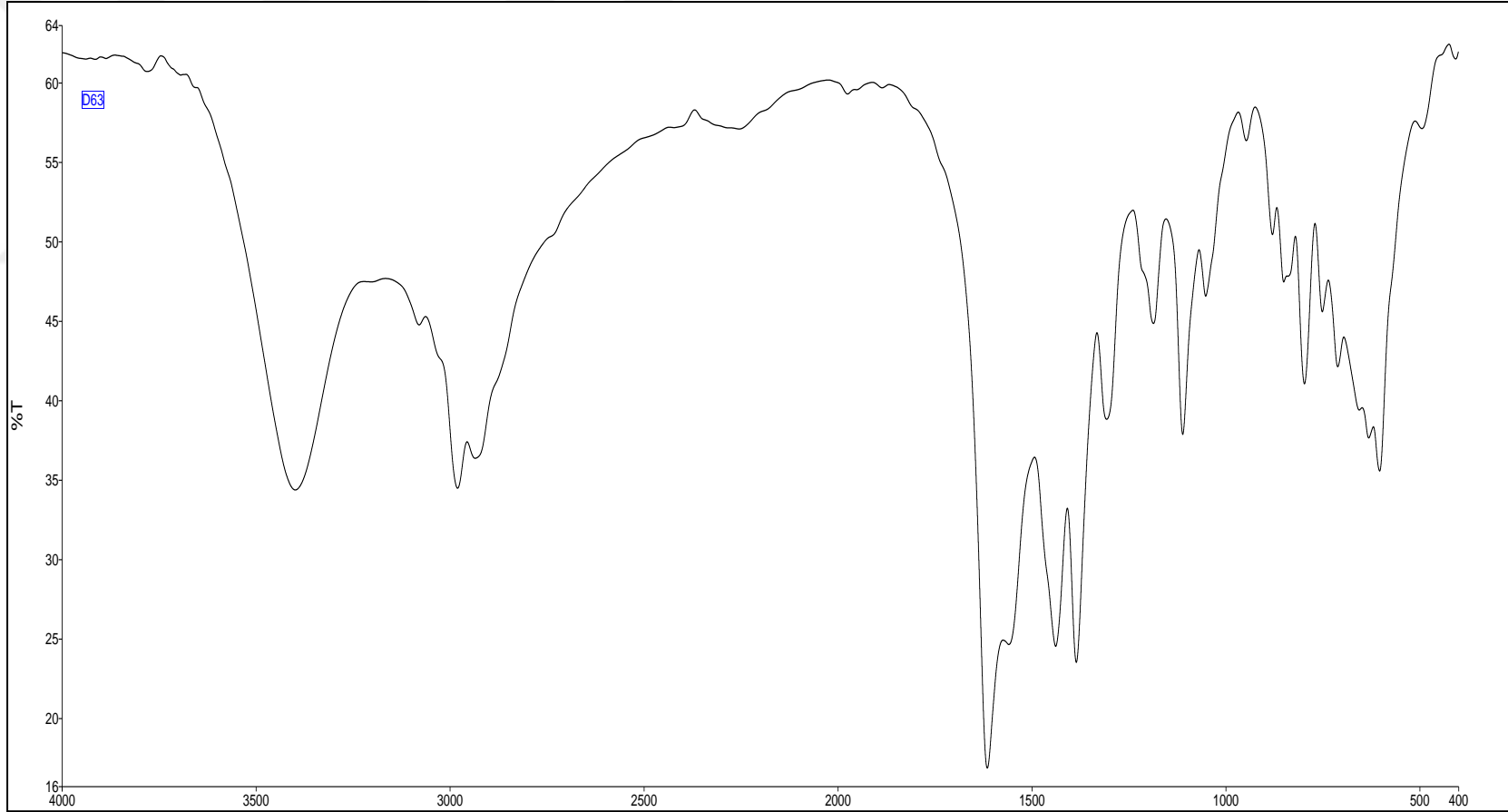
Ek Şekil 14. 12 Kompleksinin IR Spektrumu



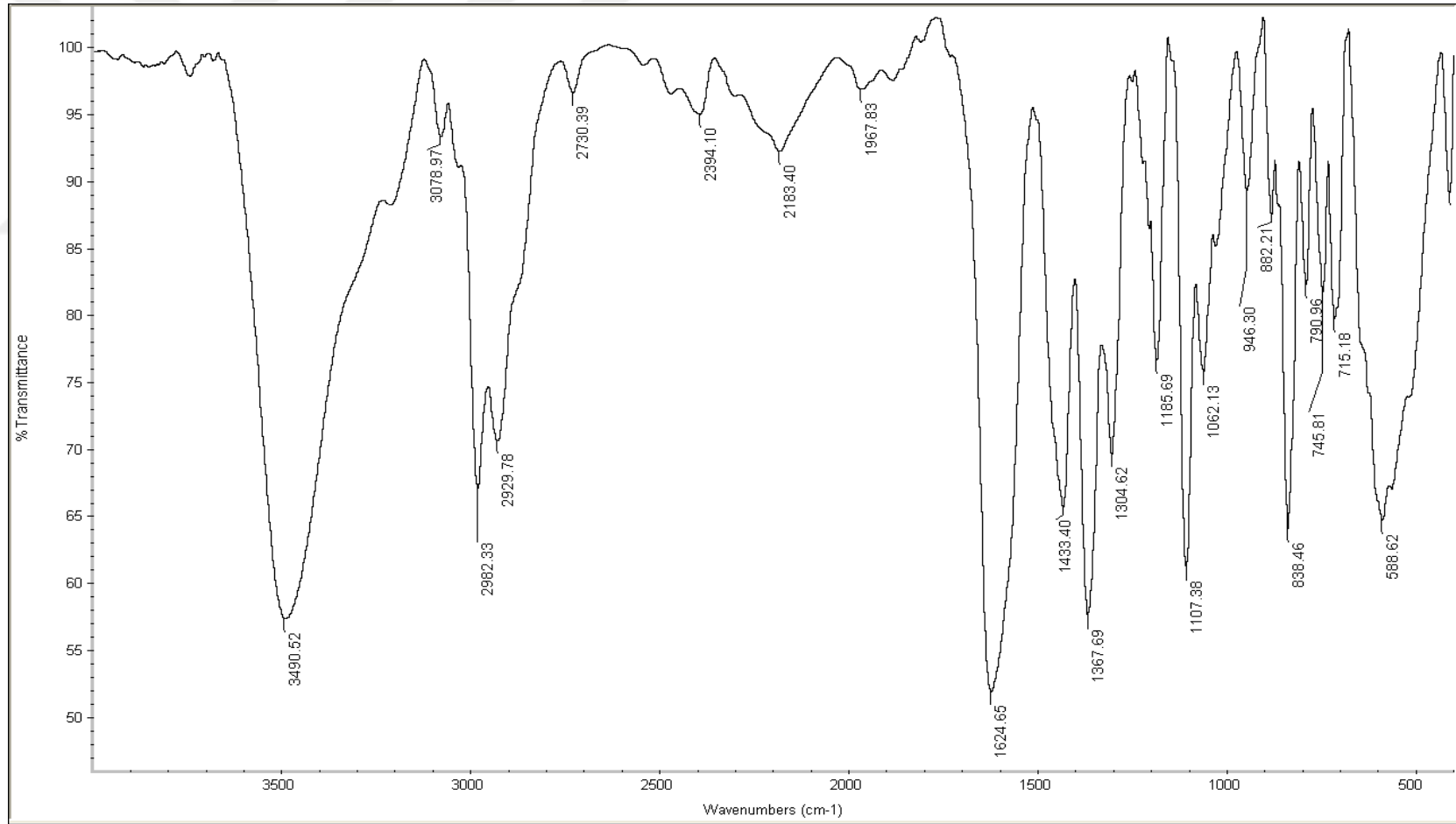
Ek Şekil 15. 13 Kompleksinin IR Spektrumu



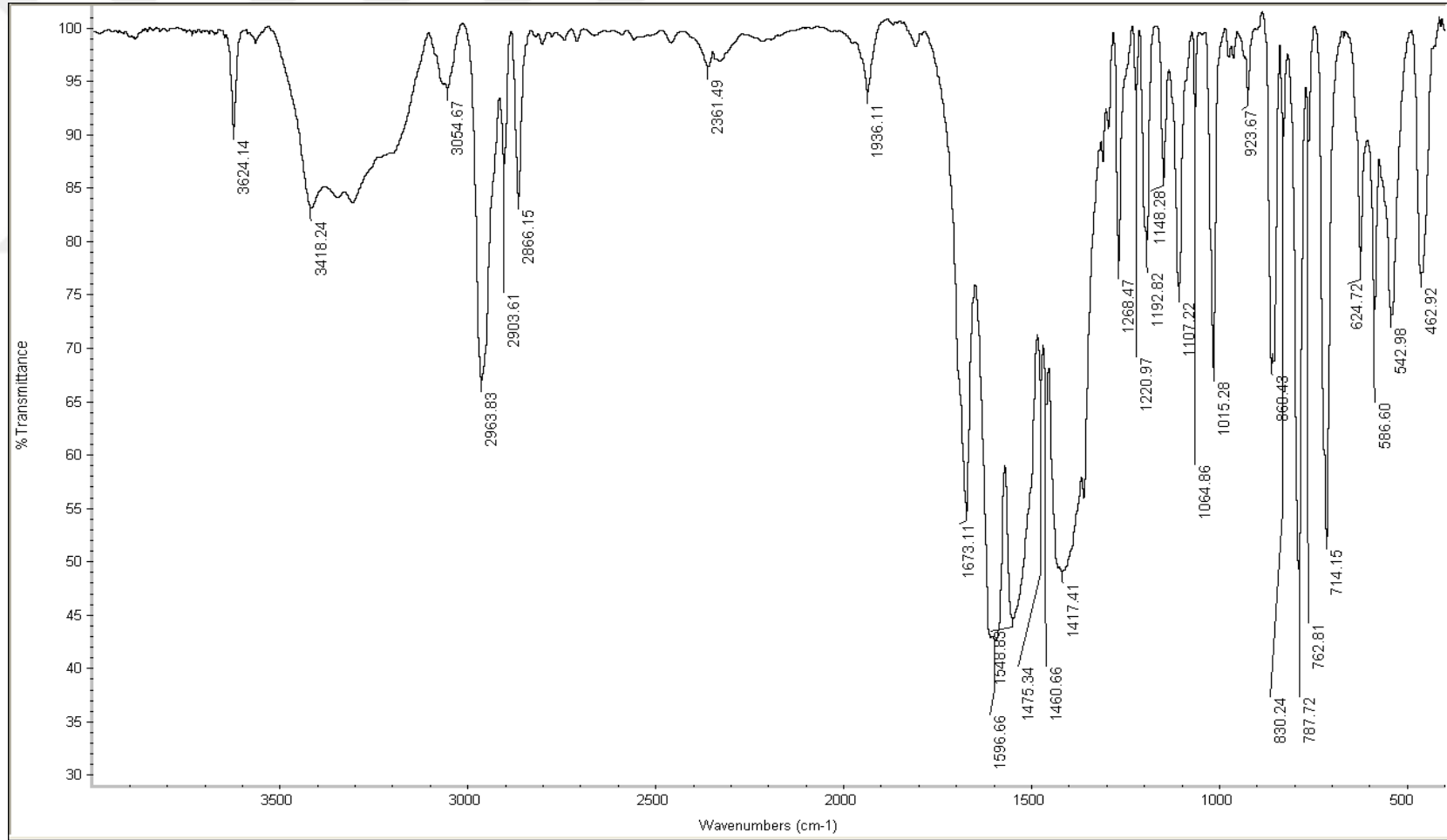
Ek Şekil 16. **14** Kompleksinin IR Spektrumu



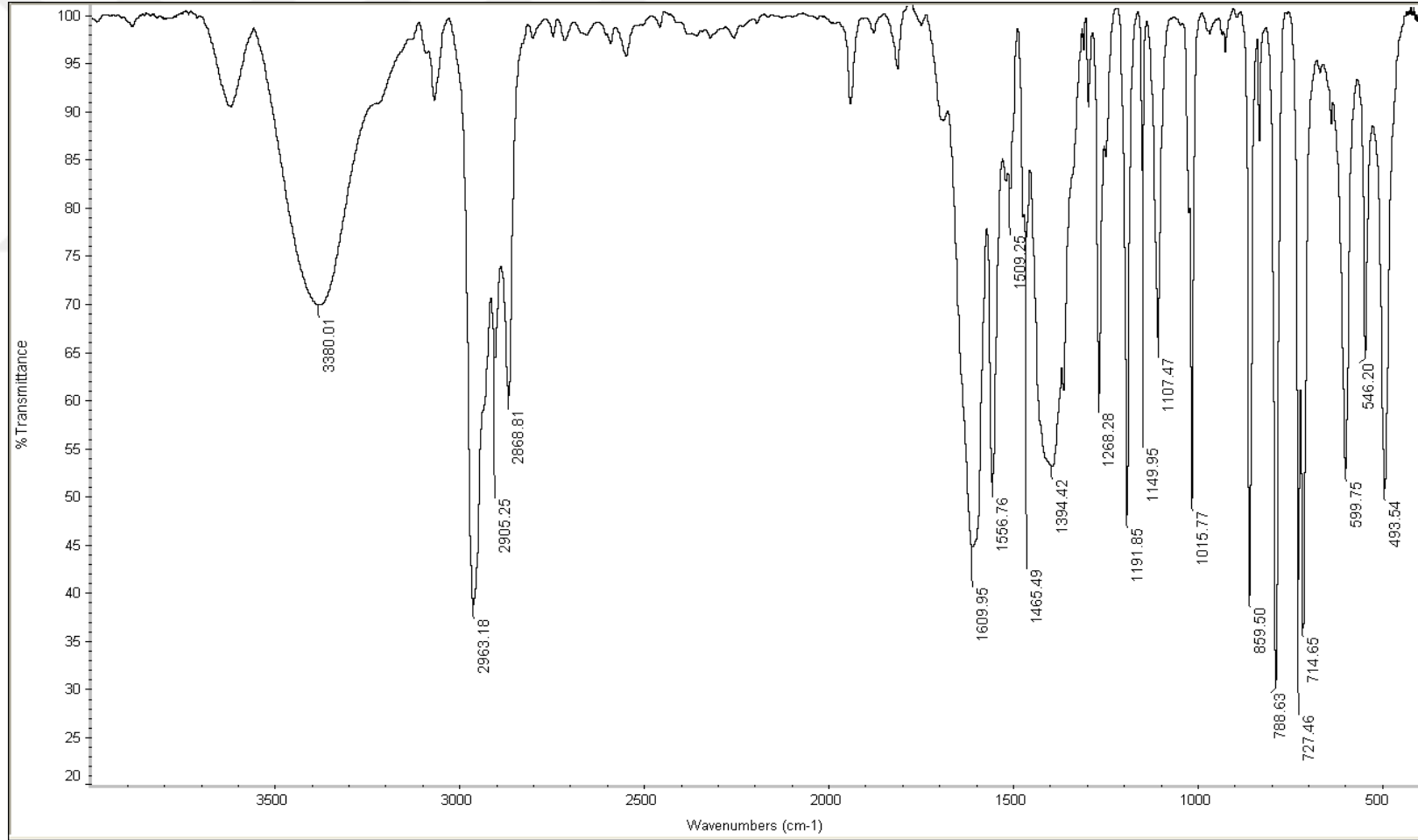
Ek Şekil 17. 15 Kompleksinin IR Spektrumu



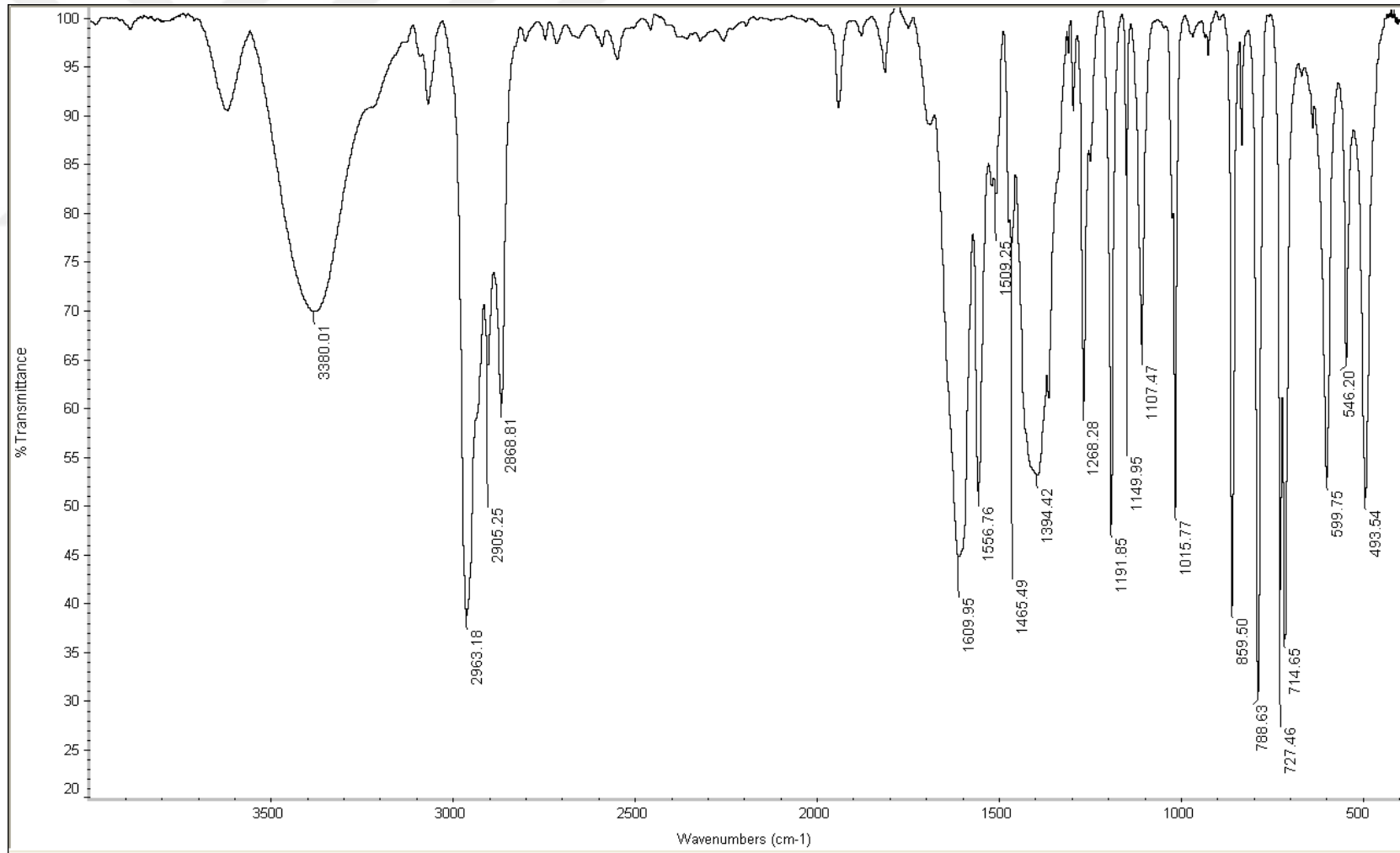
Ek Şekil 18. **16** Kompleksinin IR Spektrumu



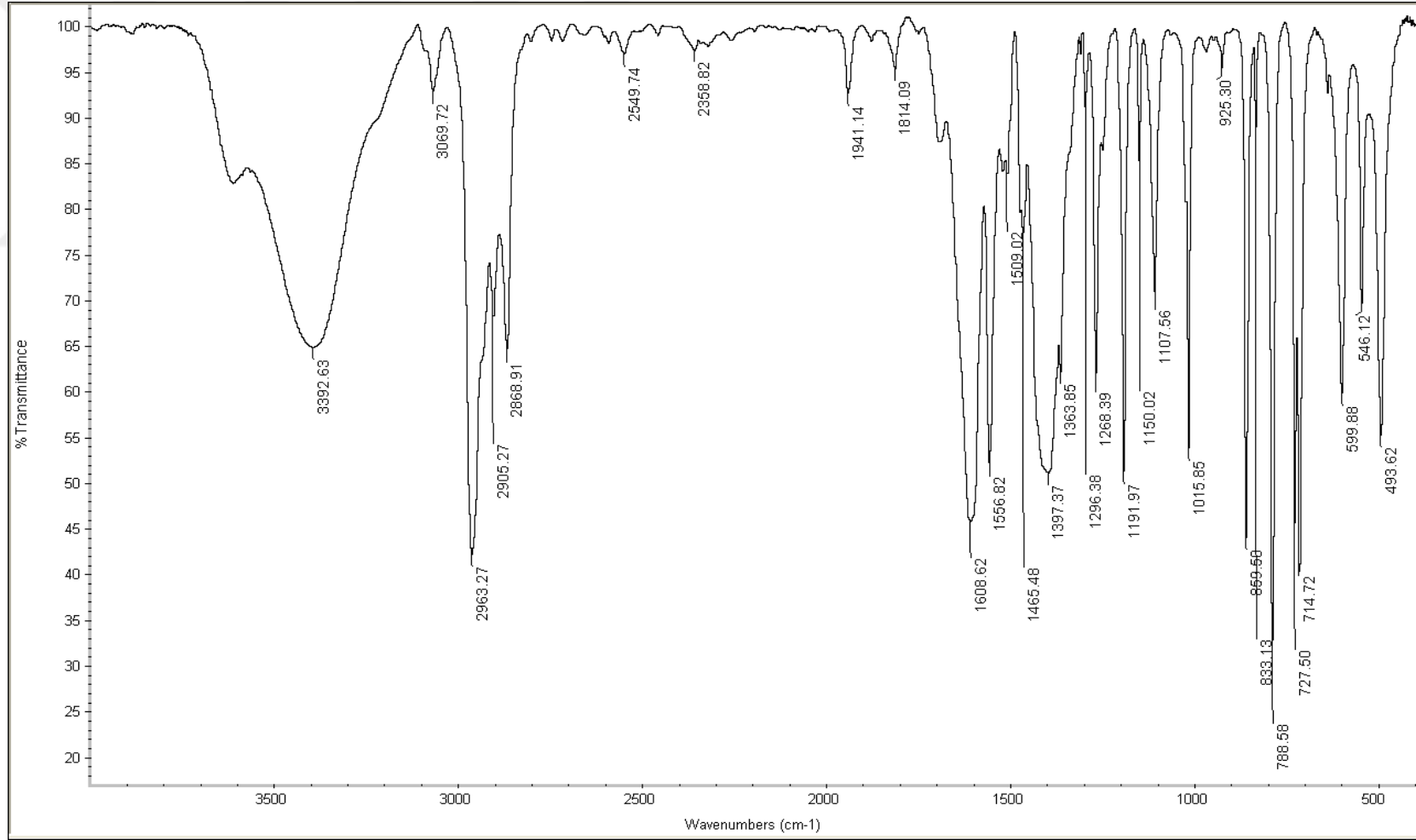
Ek Şekil 19. 17 Kompleksinin IR Spektrumu



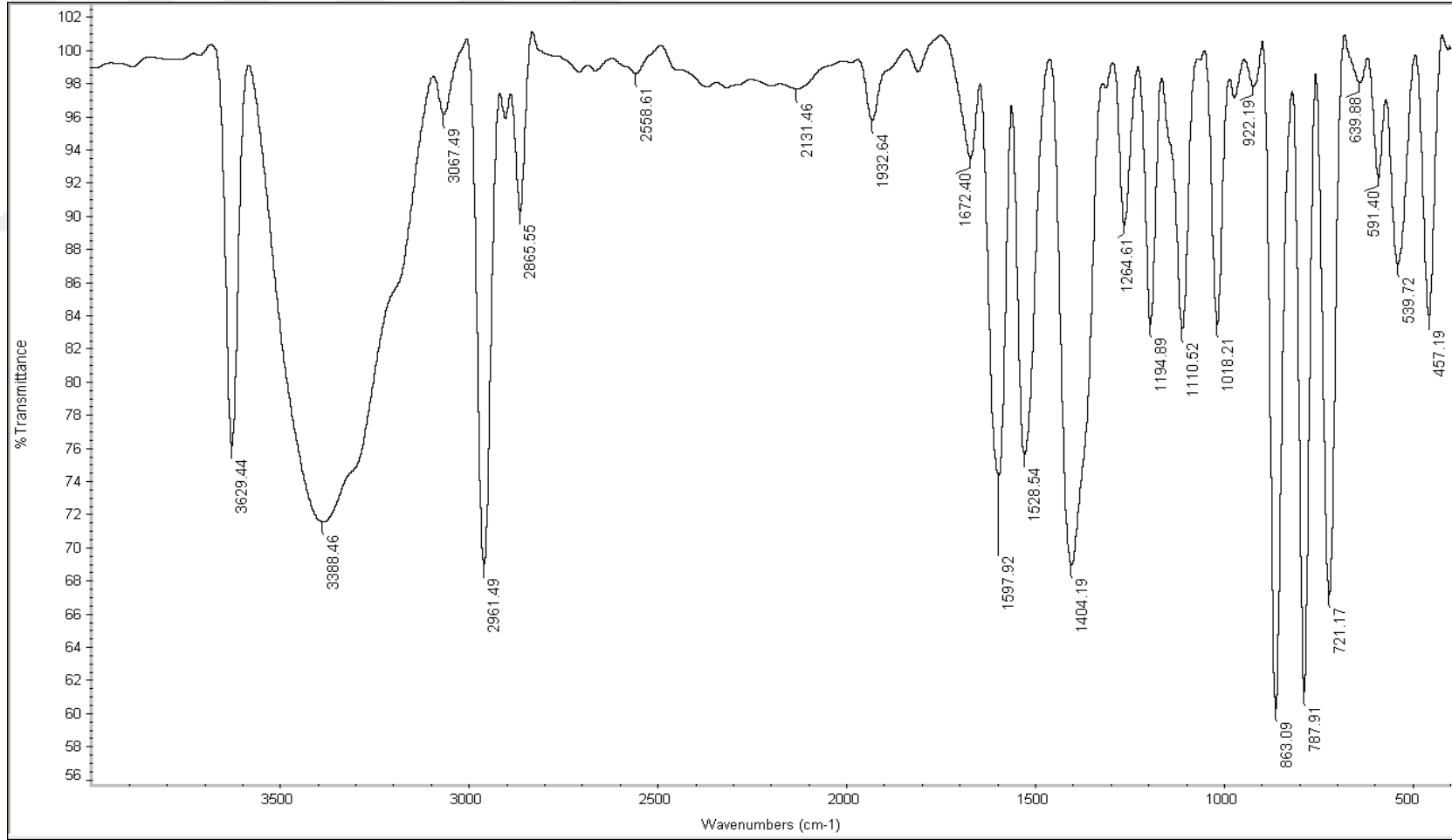
Ek Şekil 20. **18A** Kompleksinin IR Spektrumu



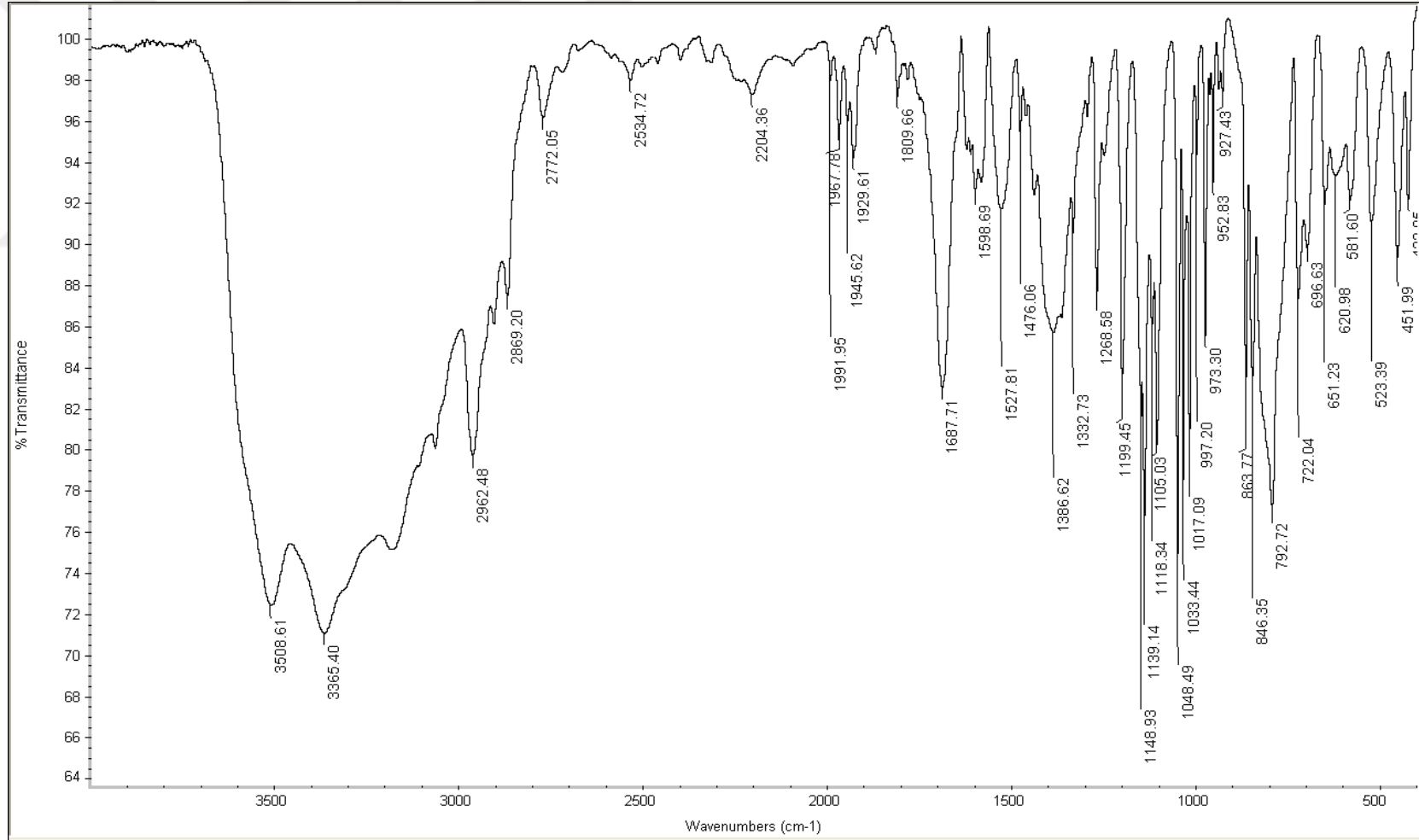
Ek Şekil 21. **18B** Kompleksinin IR Spektrumu



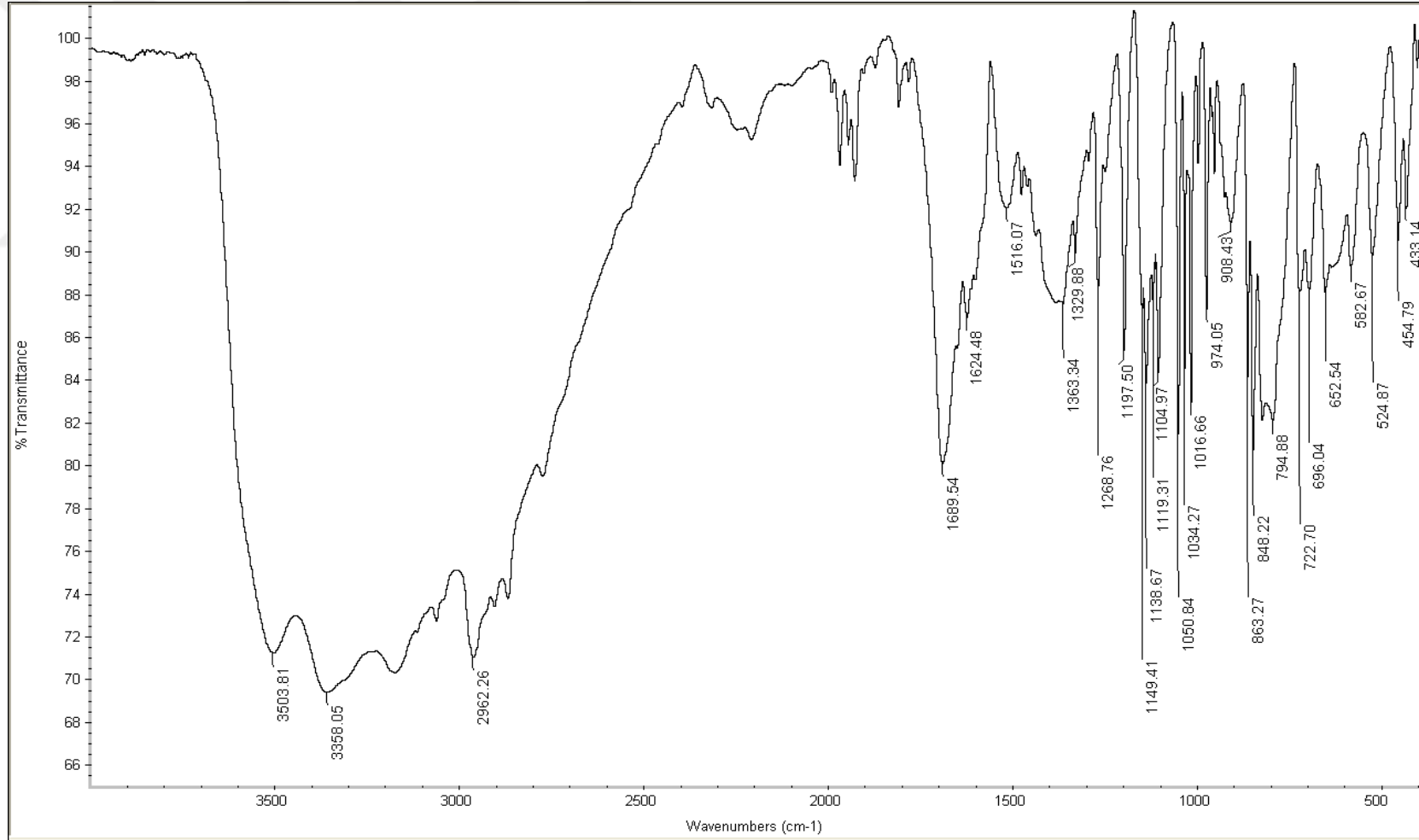
Ek Şekil 22. 18C Kompleksinin IR Spektrumu



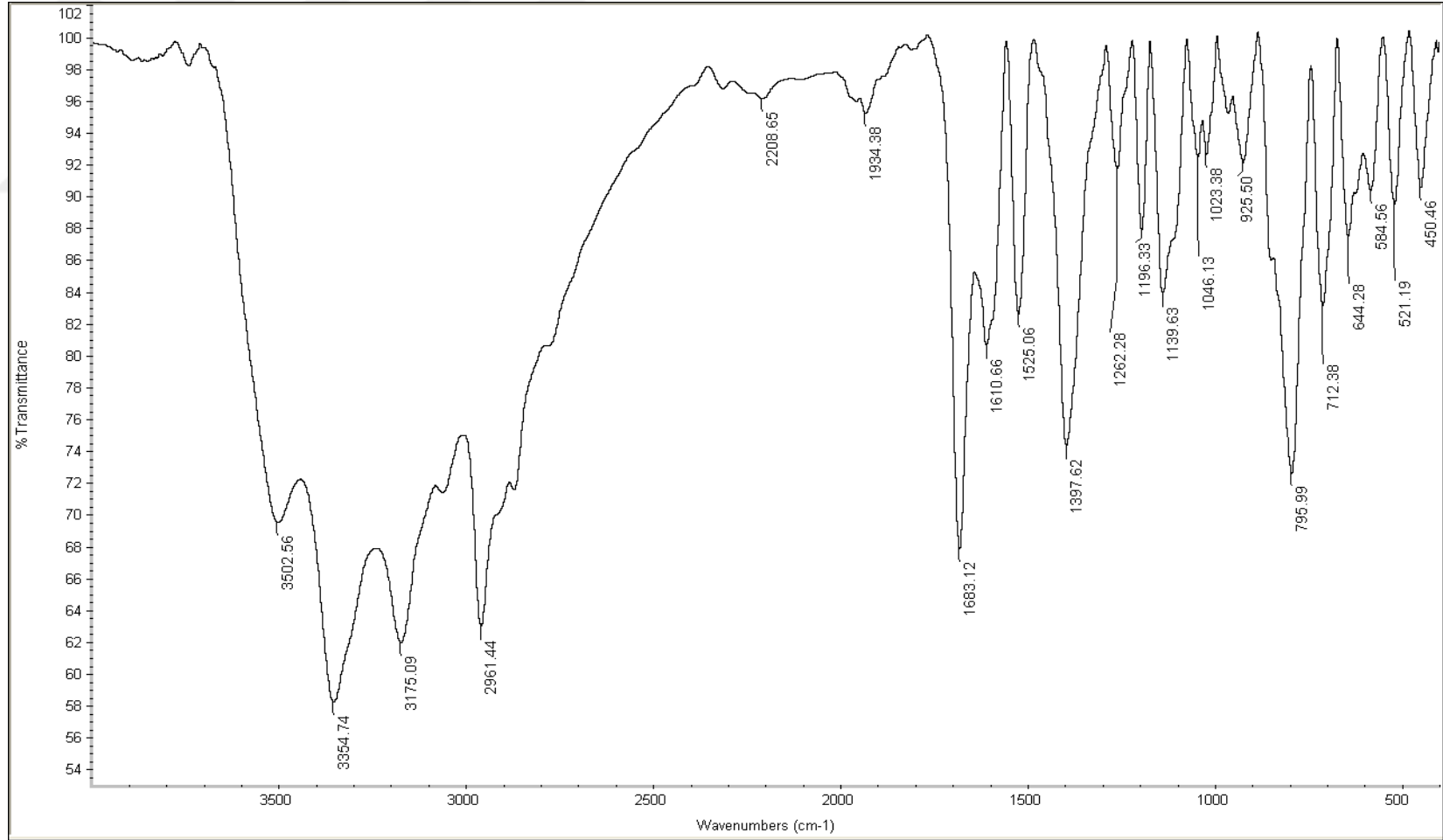
Ek Şekil 23. 19 Kompleksinin IR Spektrumu



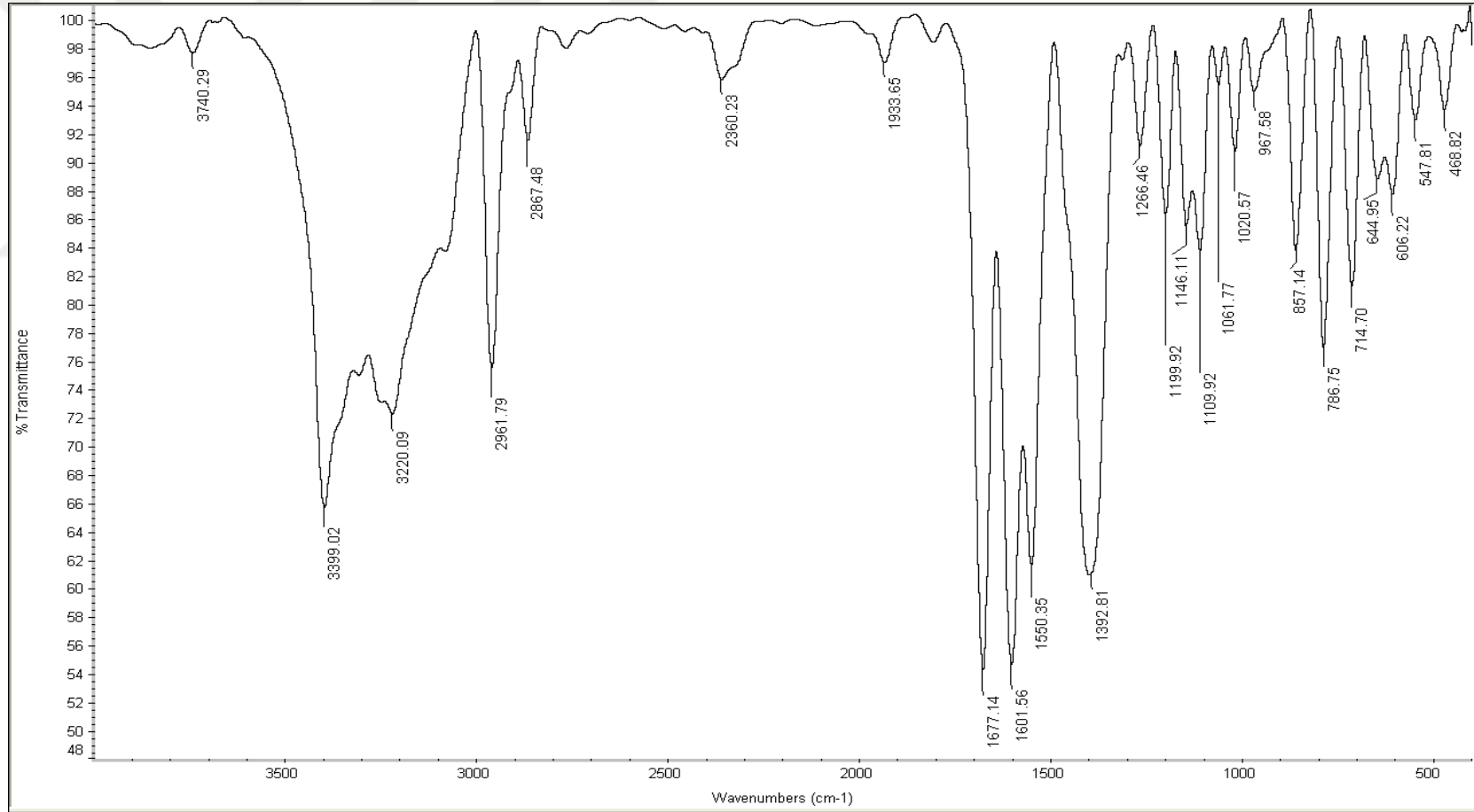
Ek Şekil 24. 20 Kompleksinin IR Spektrumu



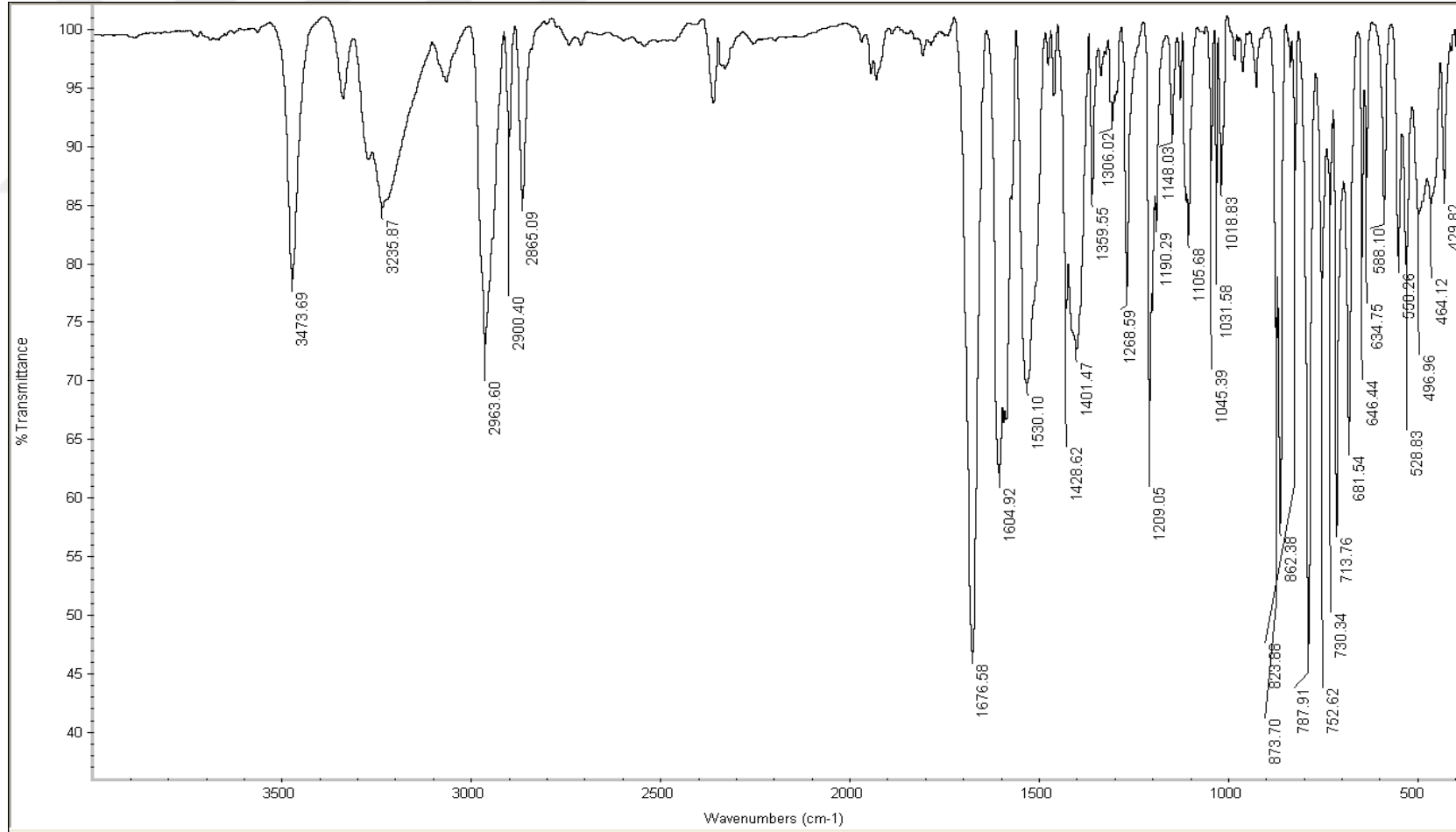
Ek Şekil 25. 21 Kompleksinin IR Spektrumu



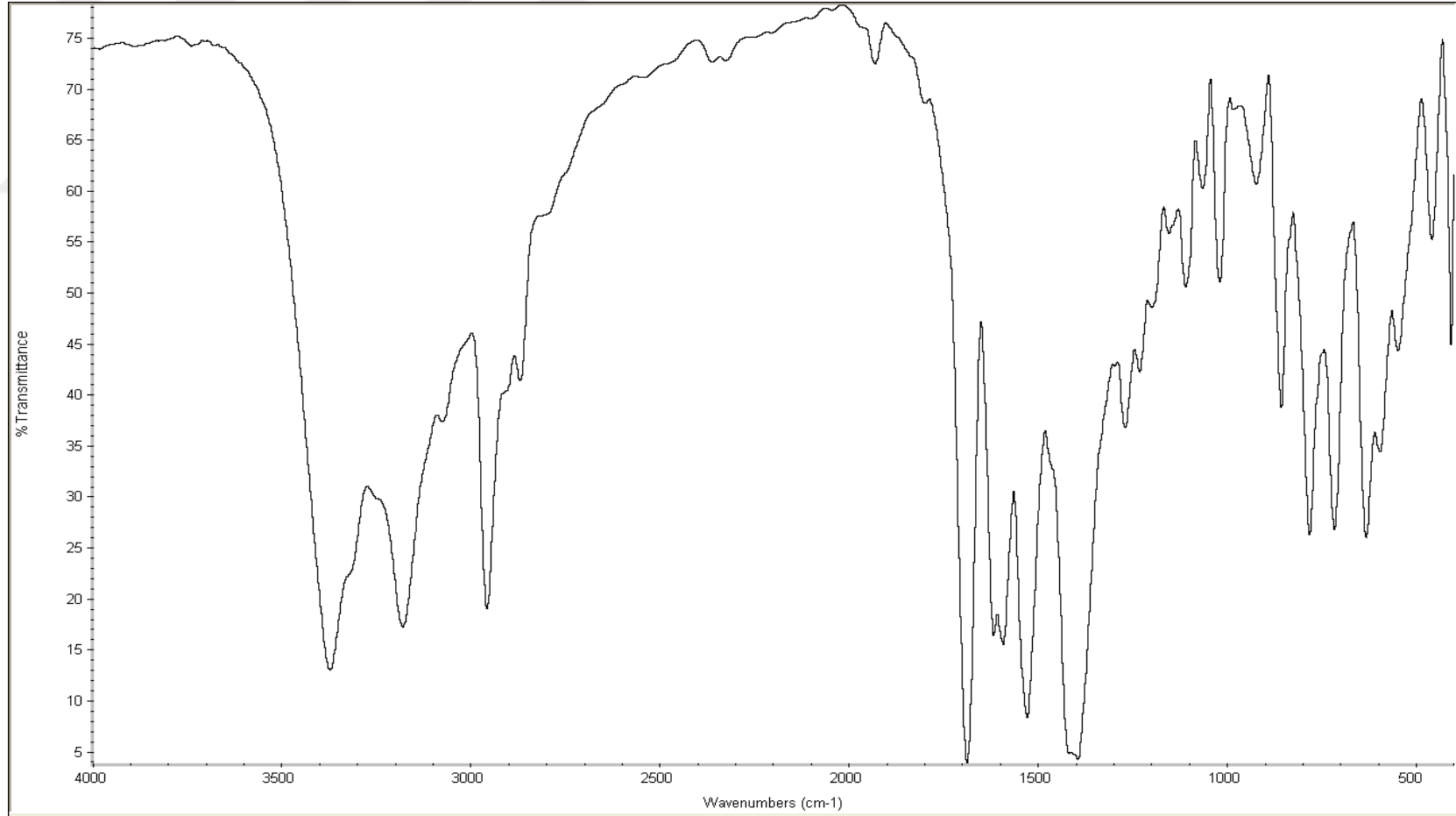
Ek Şekil 26. **22** Kompleksinin IR Spektrumu



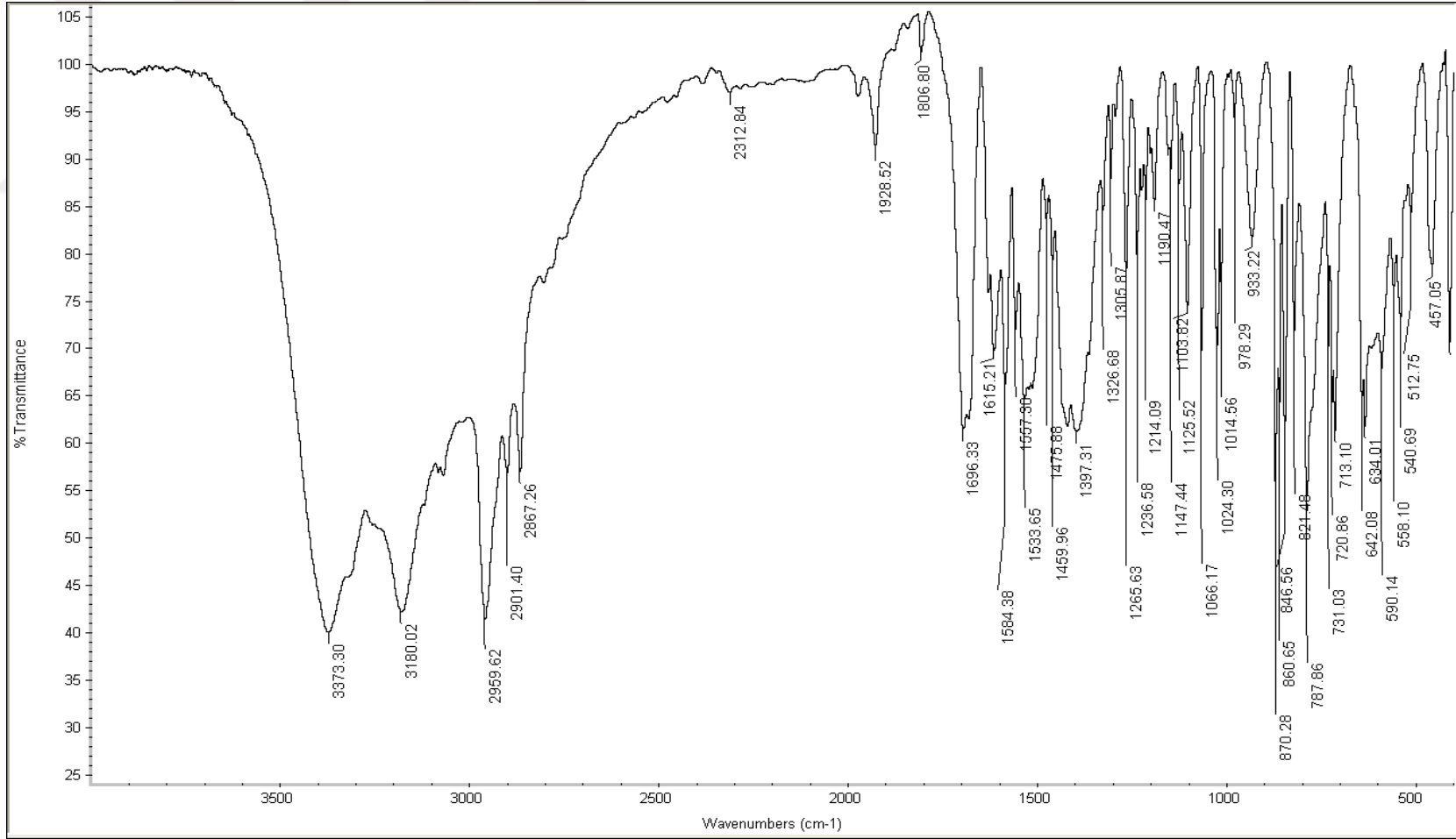
Ek Şekil 27. 23 Kompleksinin IR Spektrumu



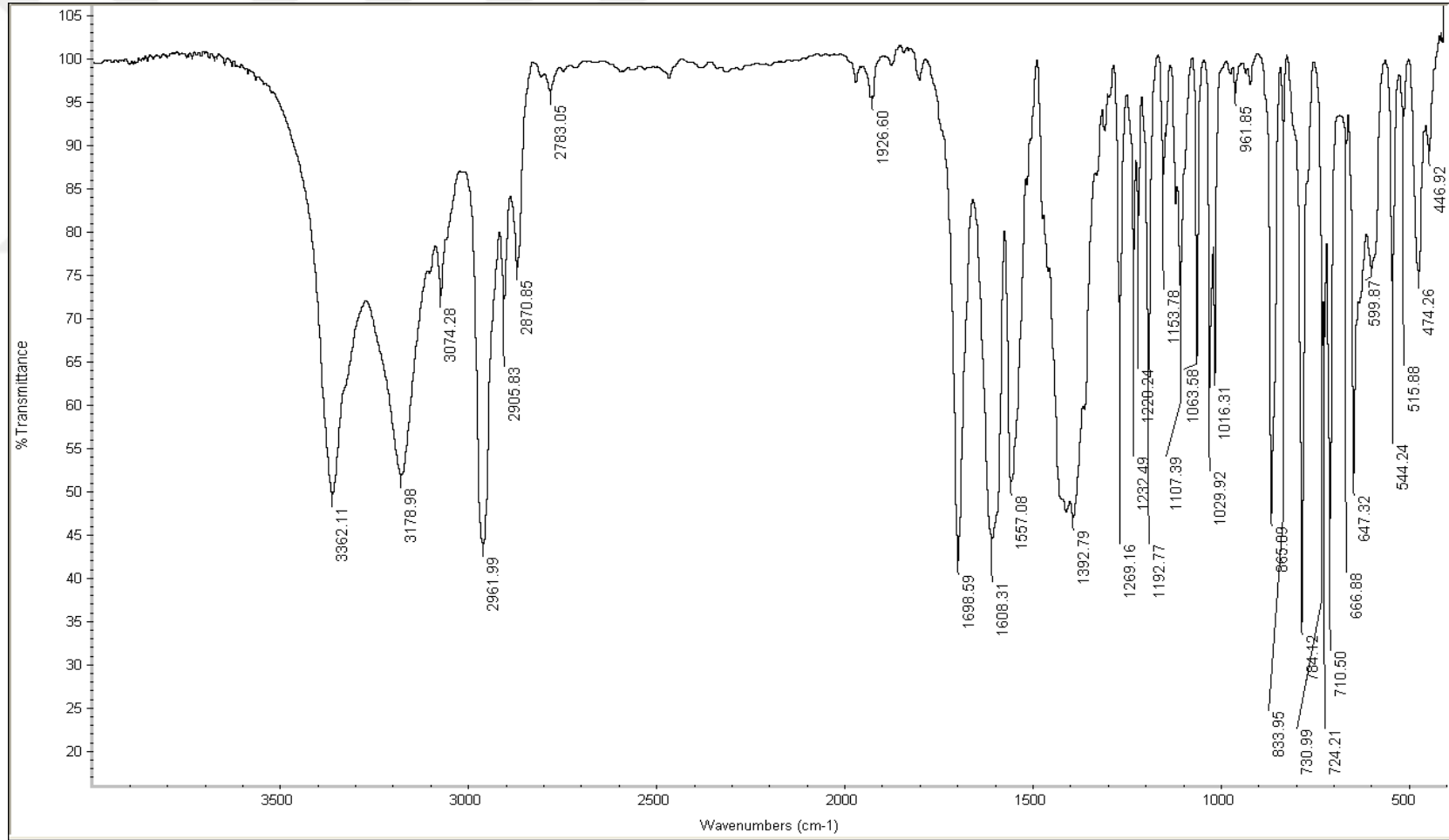
Ek Şekil 28. **24** Kompleksinin IR Spektrumu



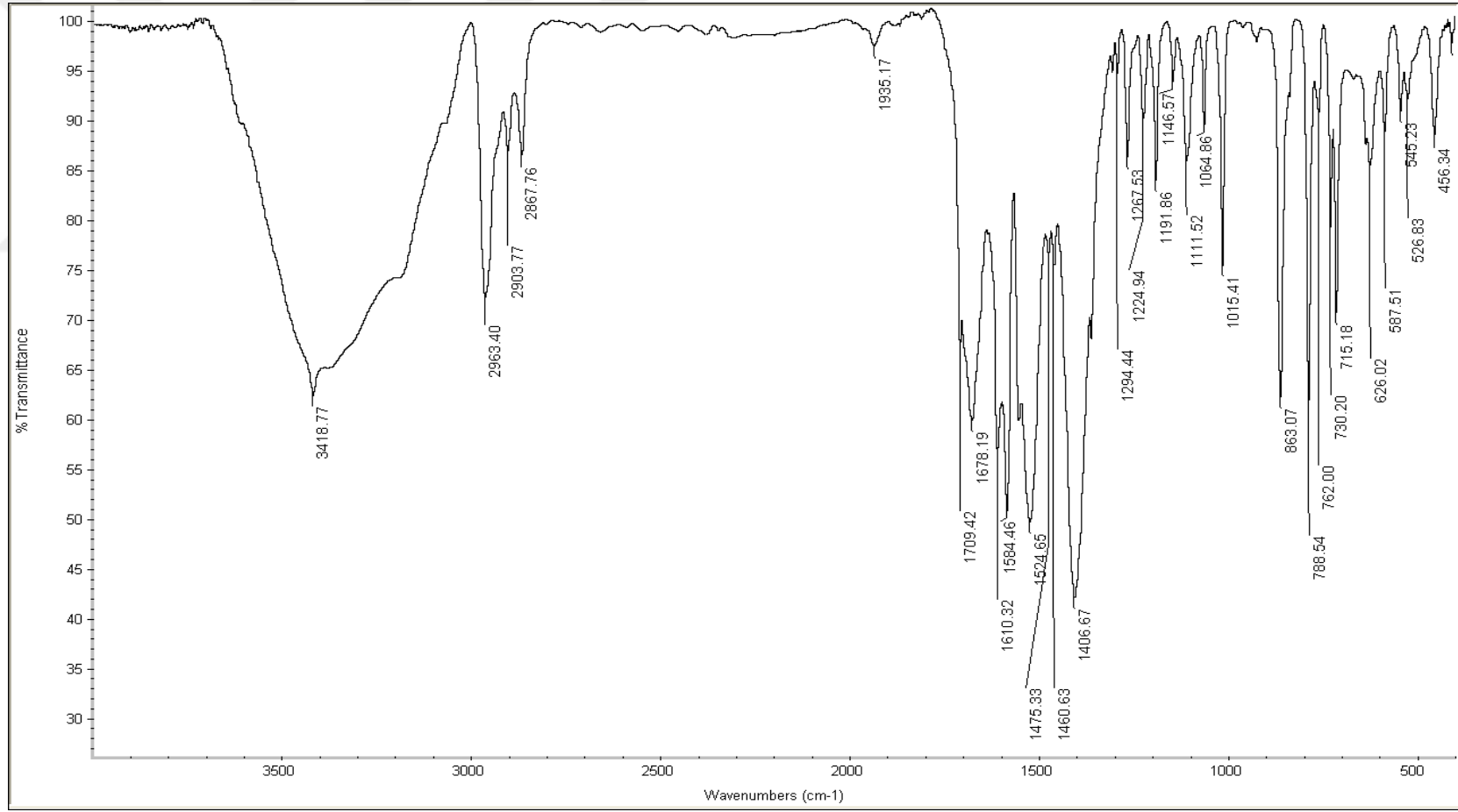
Ek Şekil 29. 25 Kompleksinin IR Spektrumu



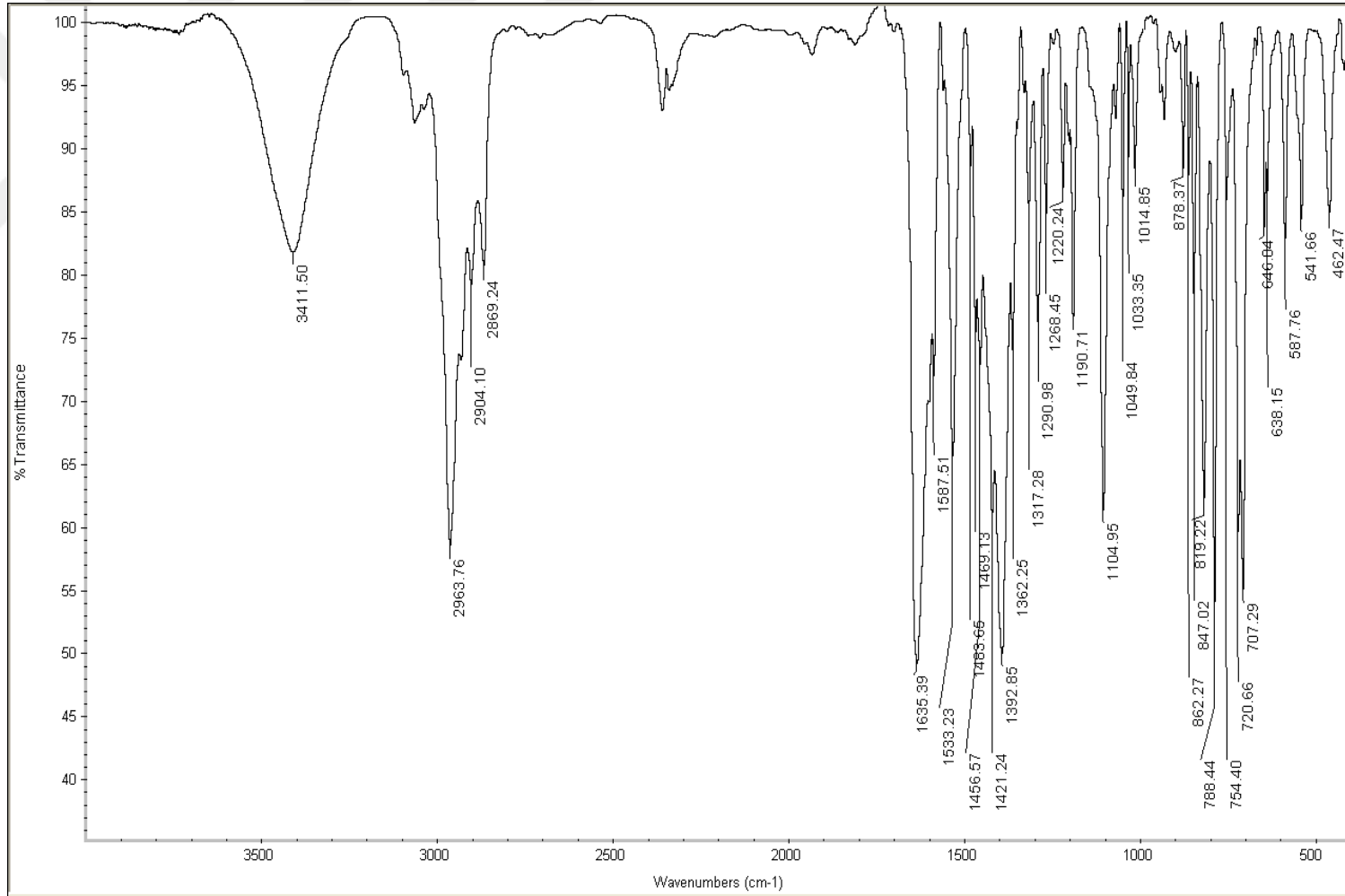
Ek Şekil 30. 26 Kompleksinin IR Spektrumu



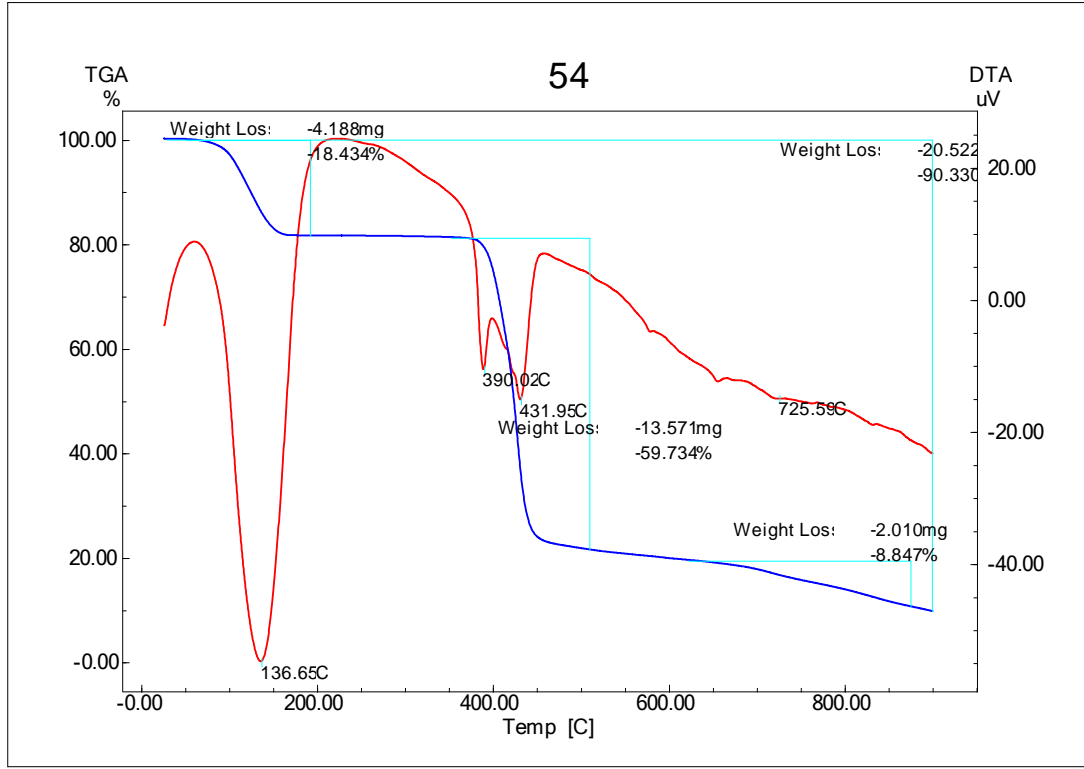
Ek Şekil 31. 27 Kompleksinin IR Spektrumu



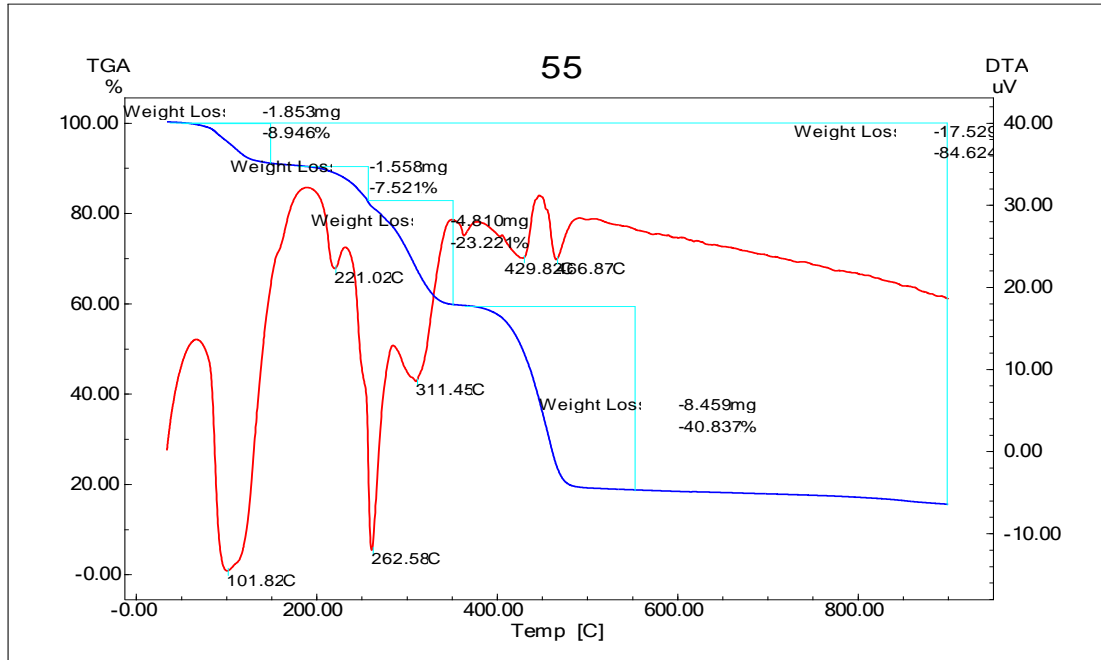
Ek Şekil 32. 28 Kompleksinin IR Spektrumu



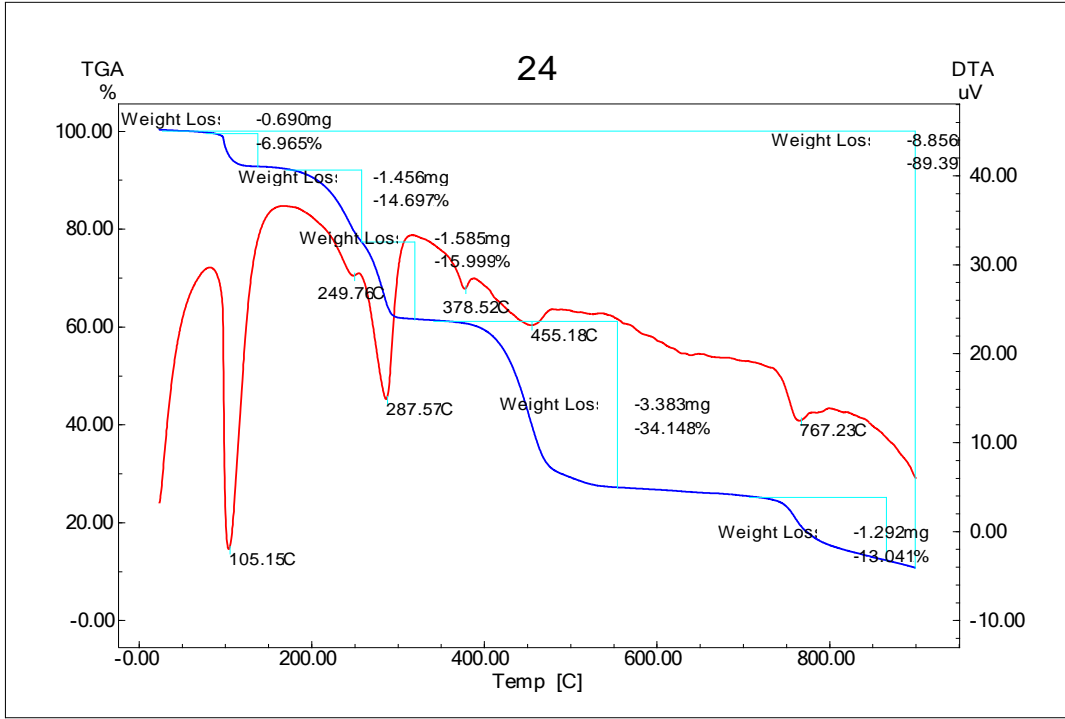
Ek Şekil 33. 29 Kompleksinin IR Spektrumu



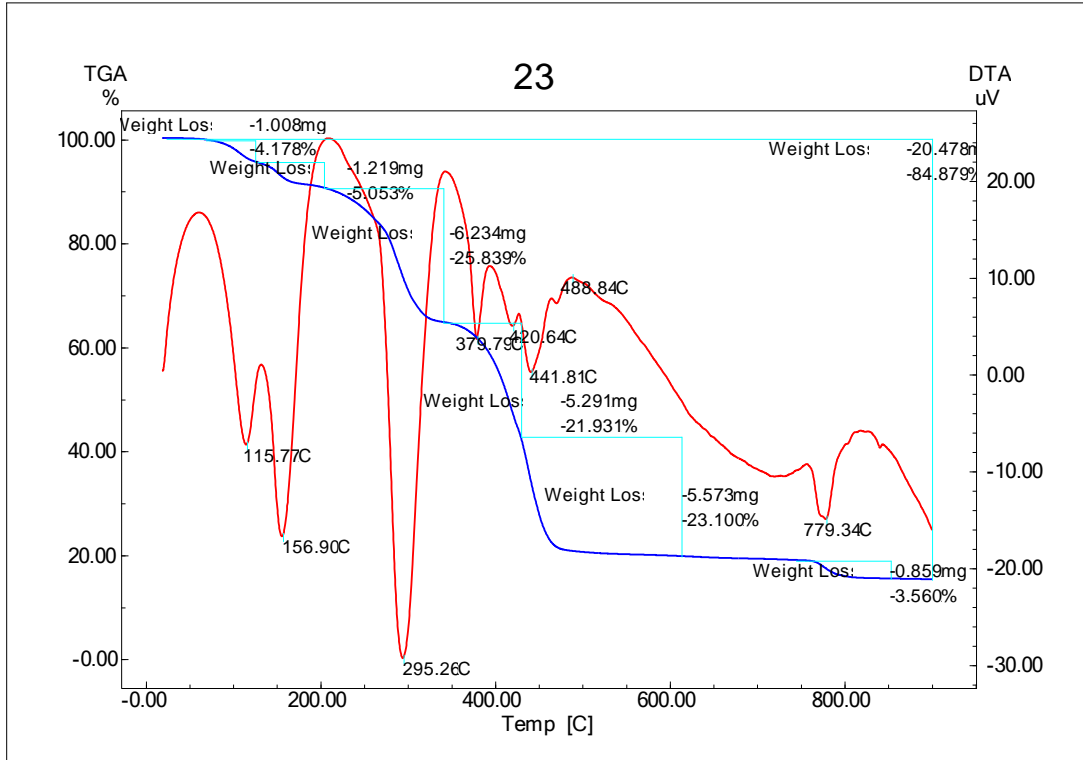
Ek Şekil 34. 1 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



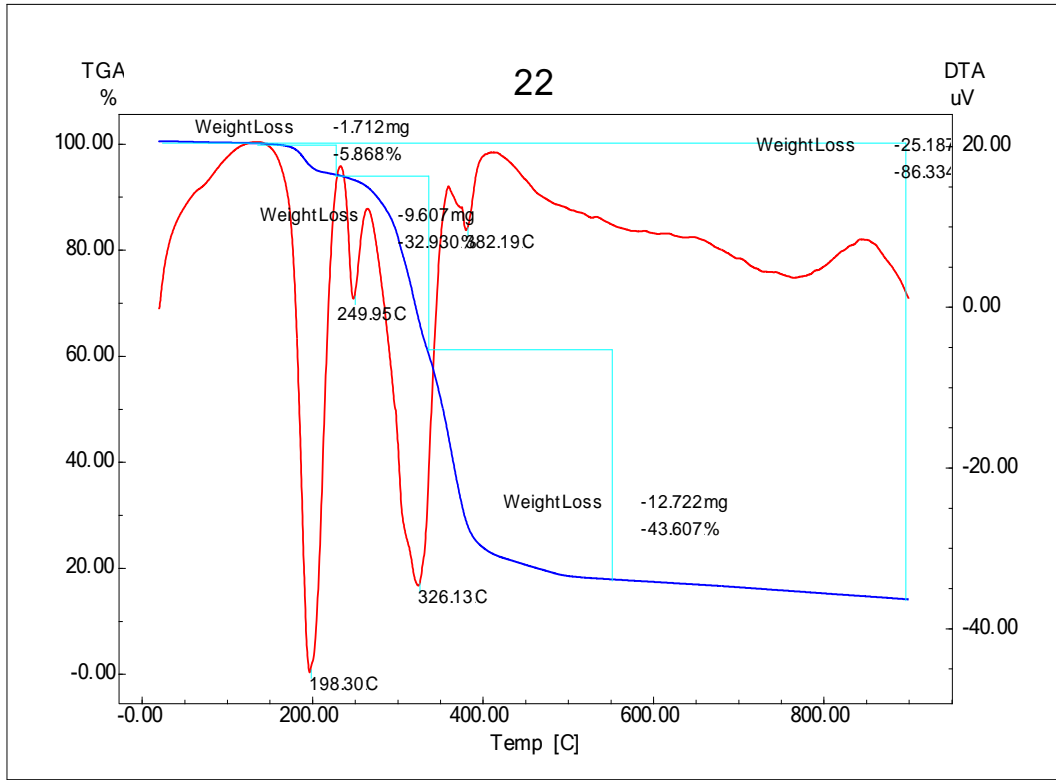
Ek Şekil 35. 2 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



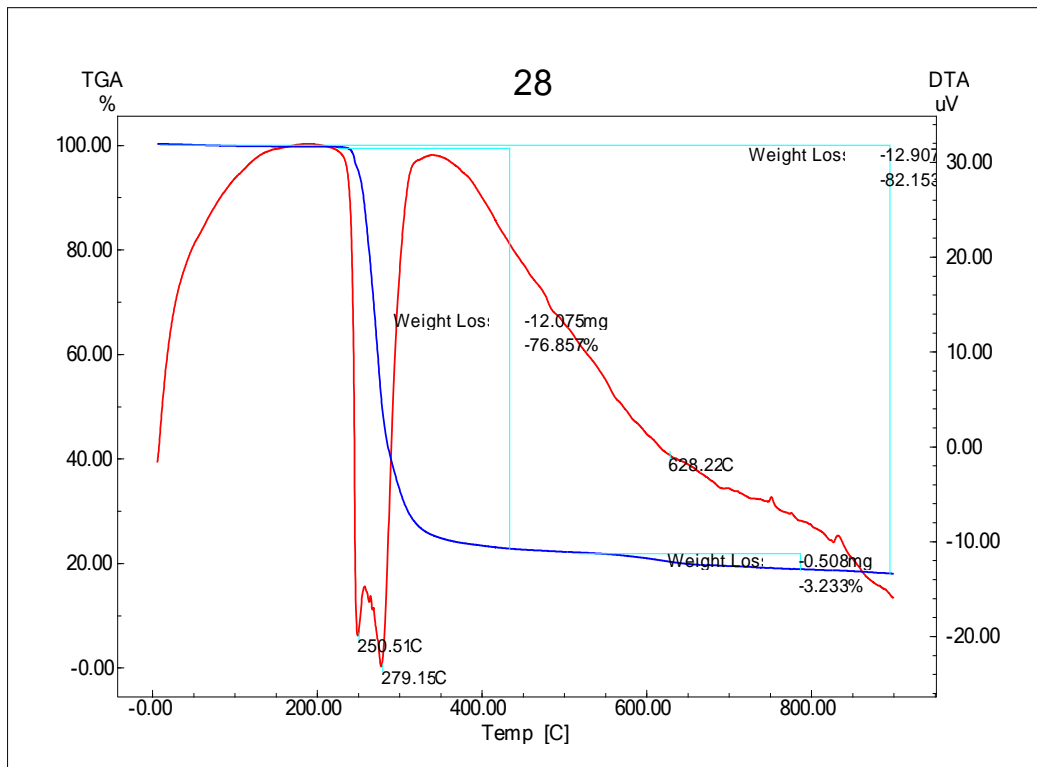
Ek Şekil 36. 3 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



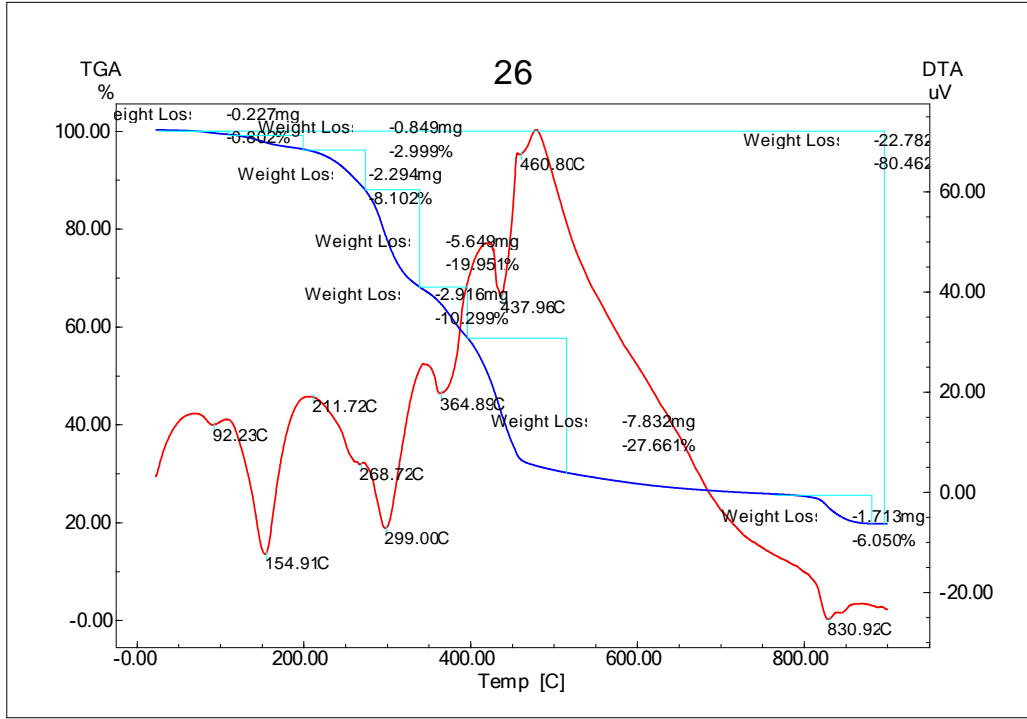
Ek Şekil 37. 4 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



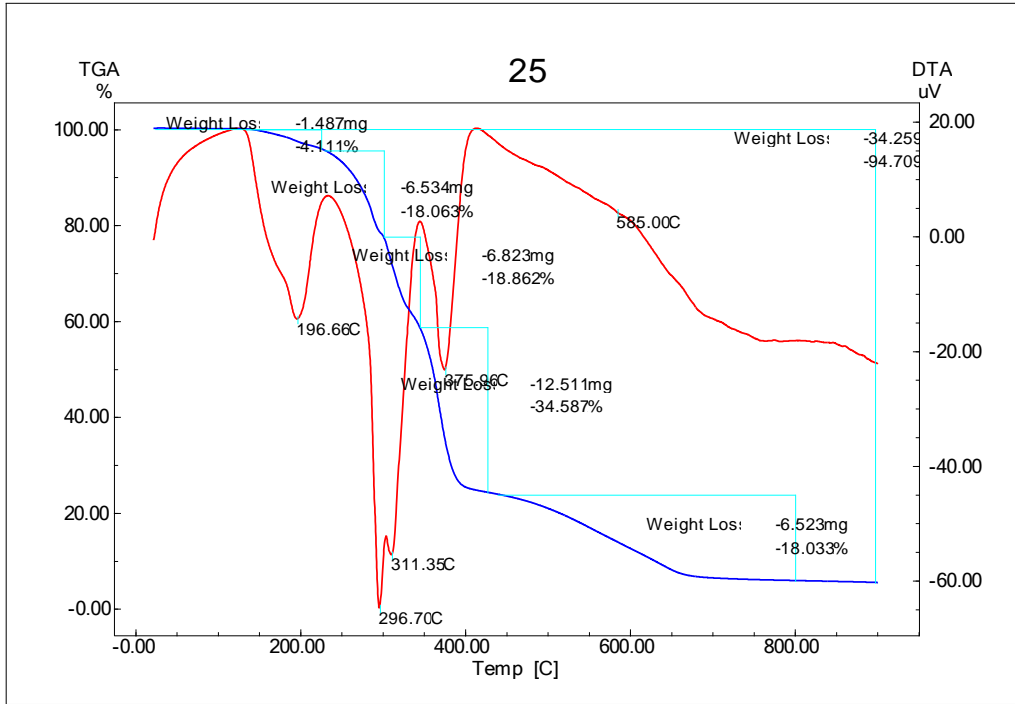
Ek Şekil 38. 5 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



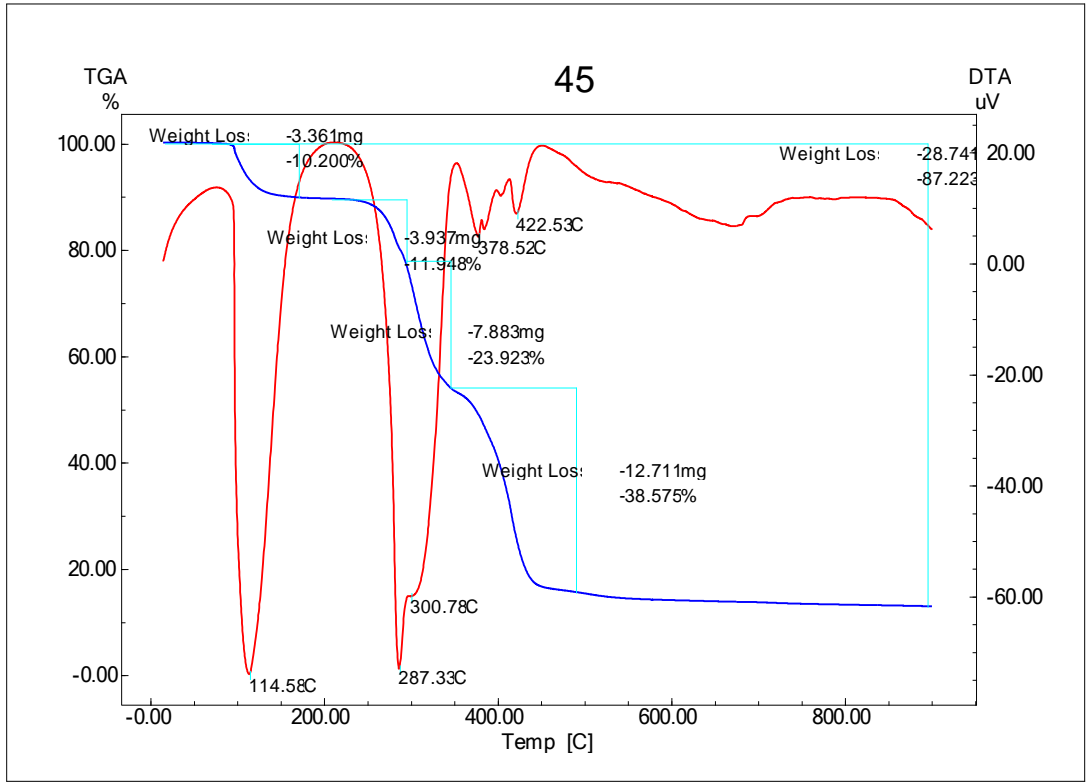
Ek Şekil 39. 6 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



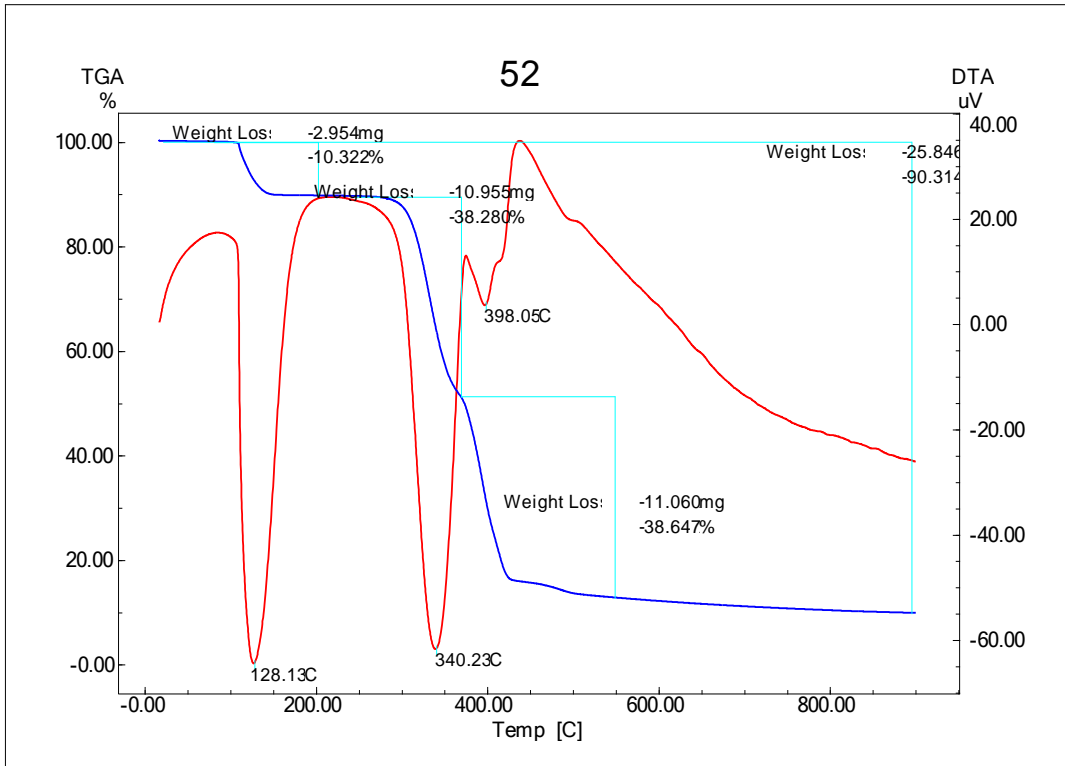
Ek Şekil 40. 7 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



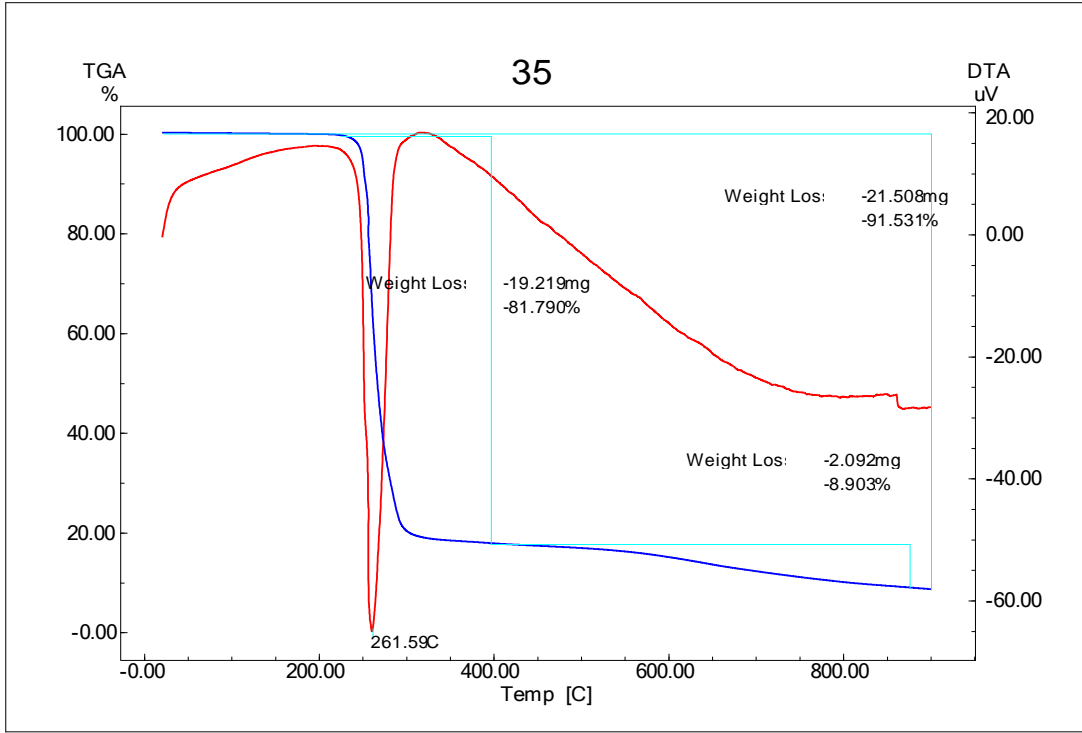
Ek Şekil 41. 8 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



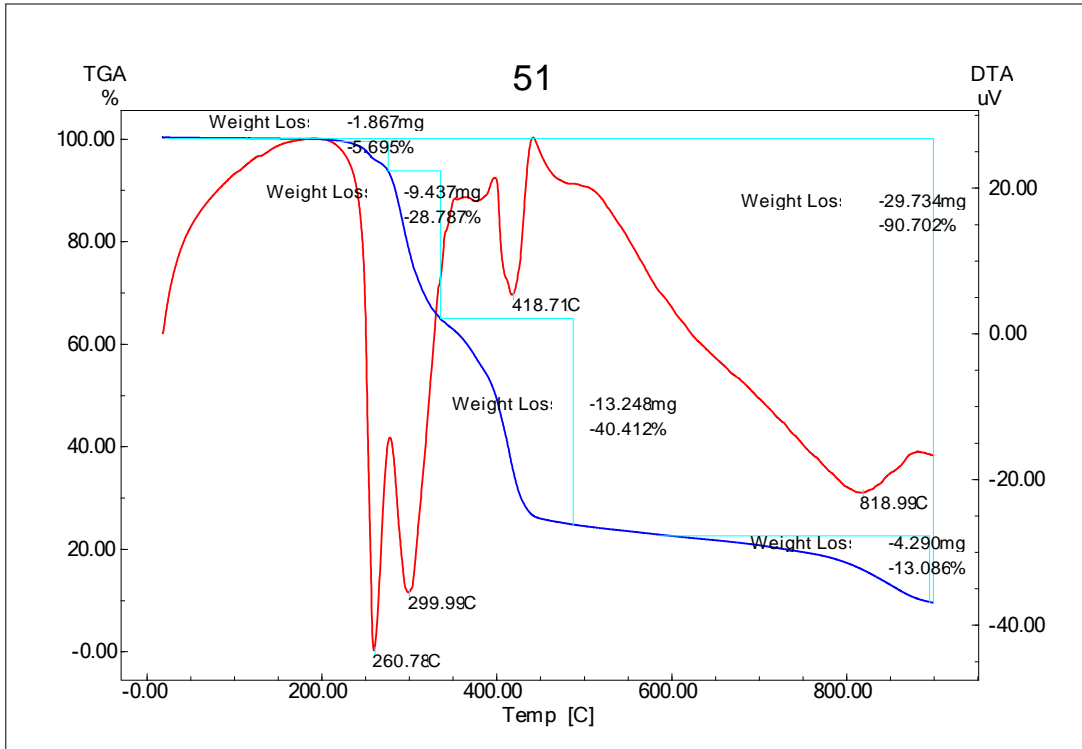
Ek Şekil 42. **9** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



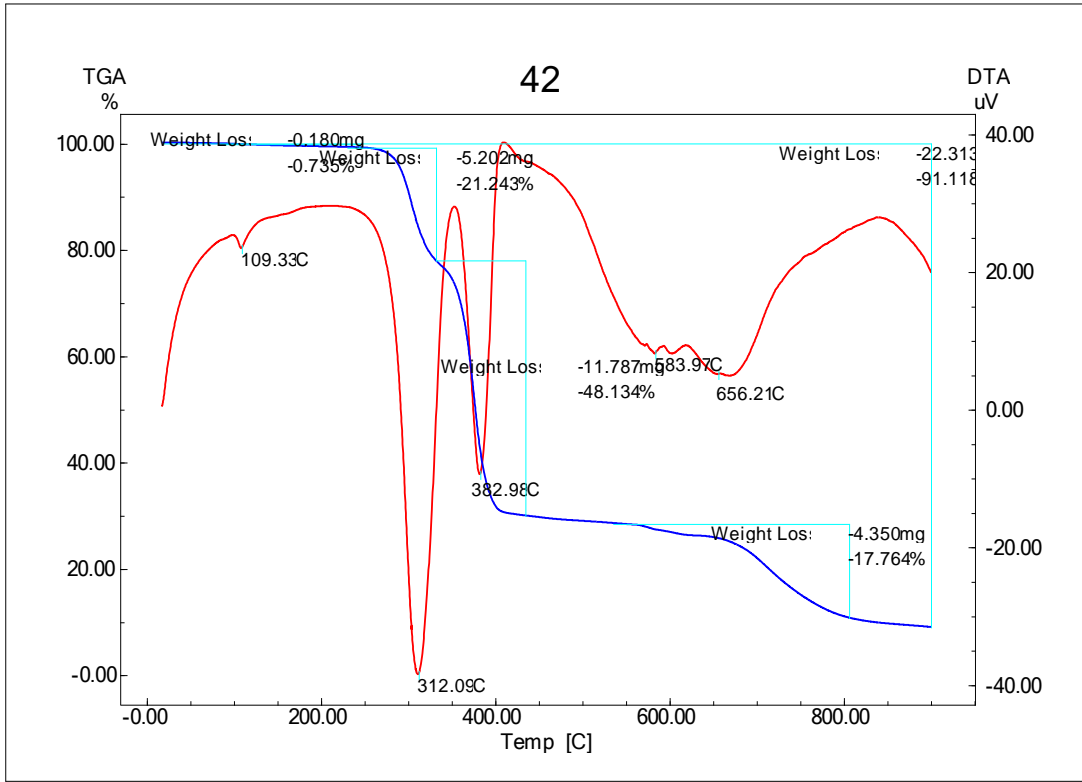
Ek Şekil 43. **10** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



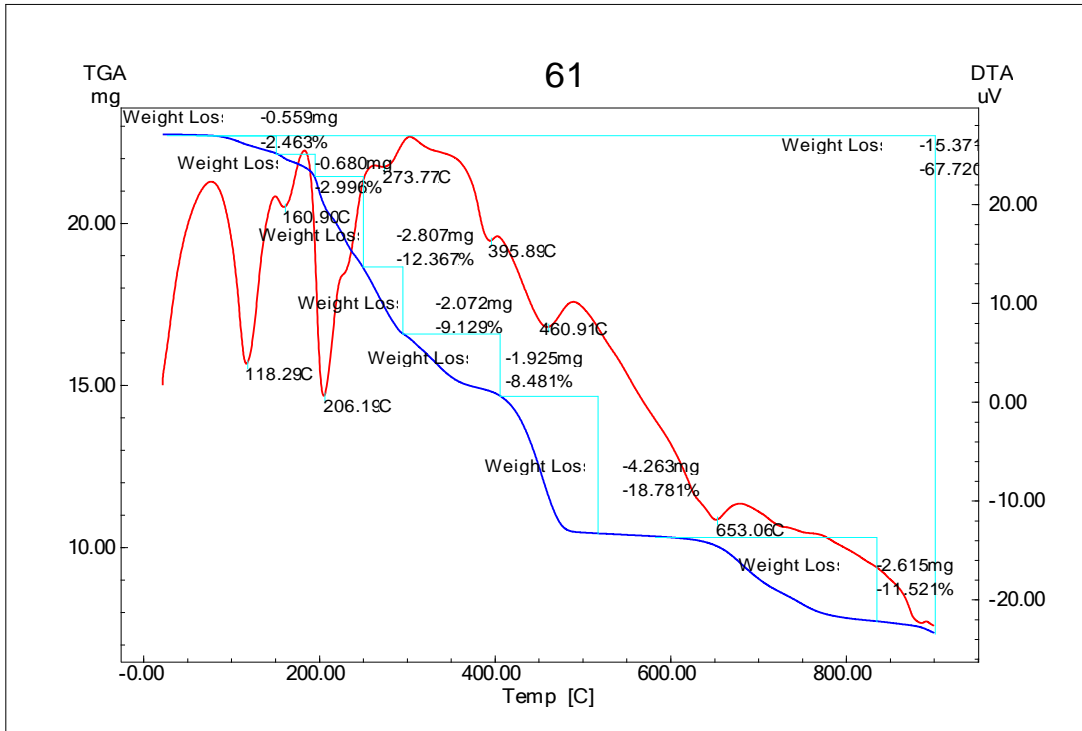
Ek Şekil 44. **11** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



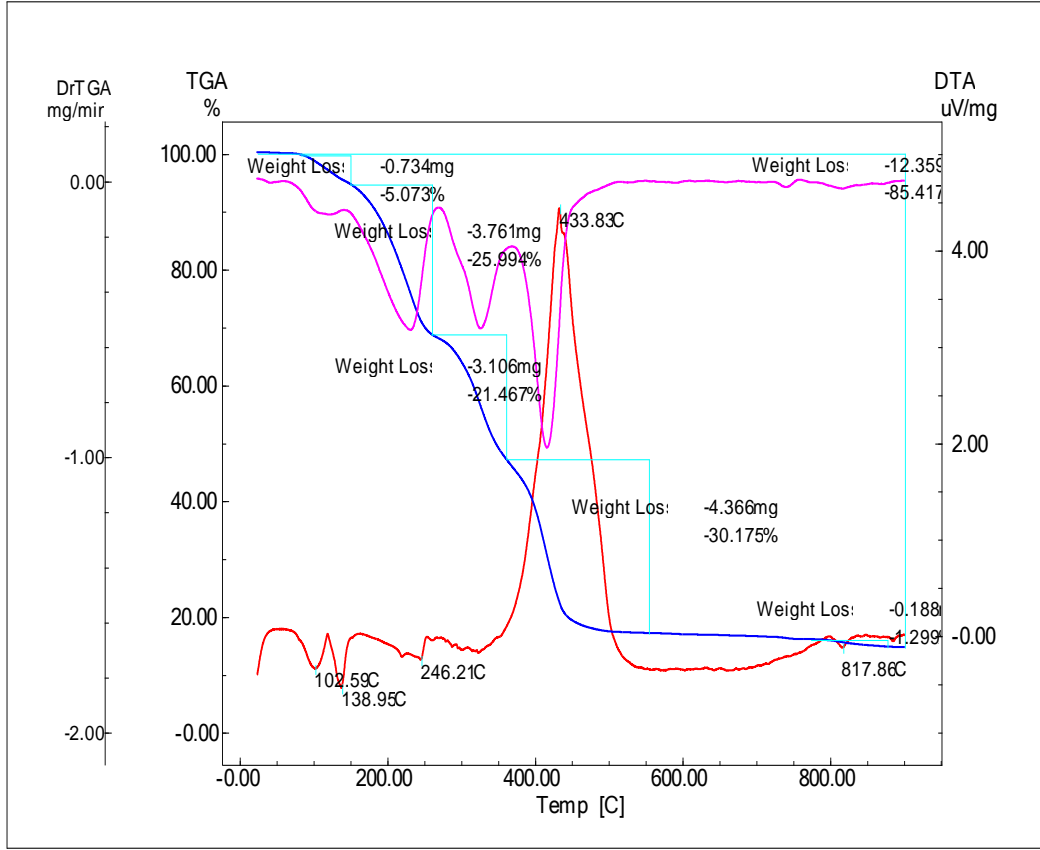
Ek Şekil 45. **12** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



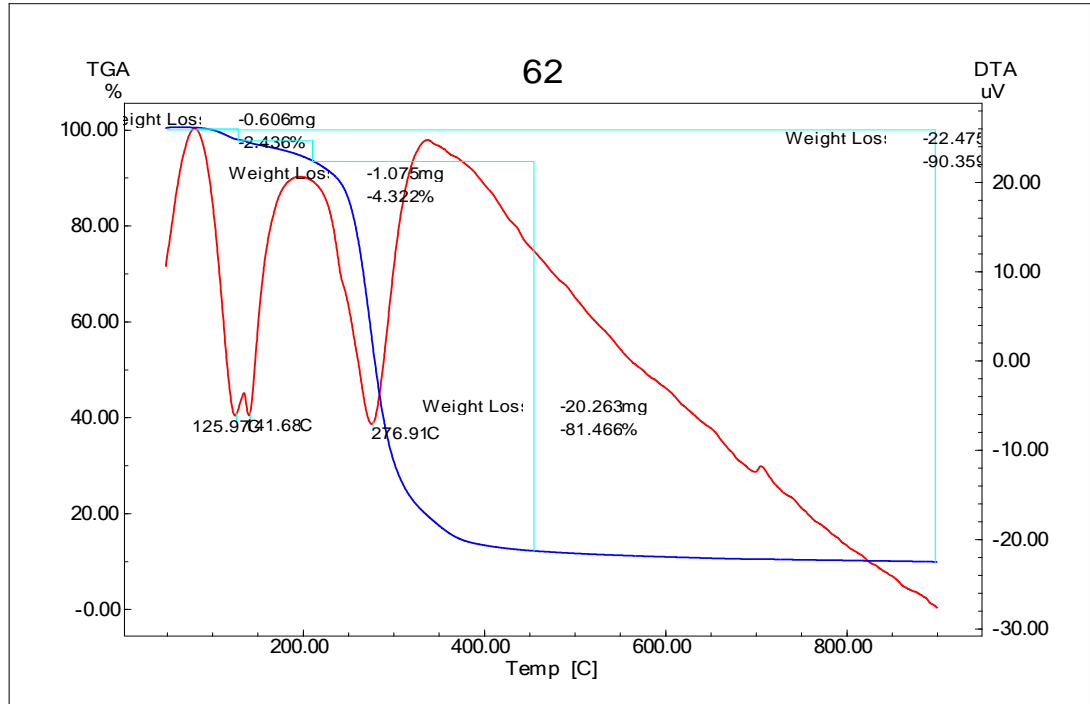
Ek Şekil 46. **13** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



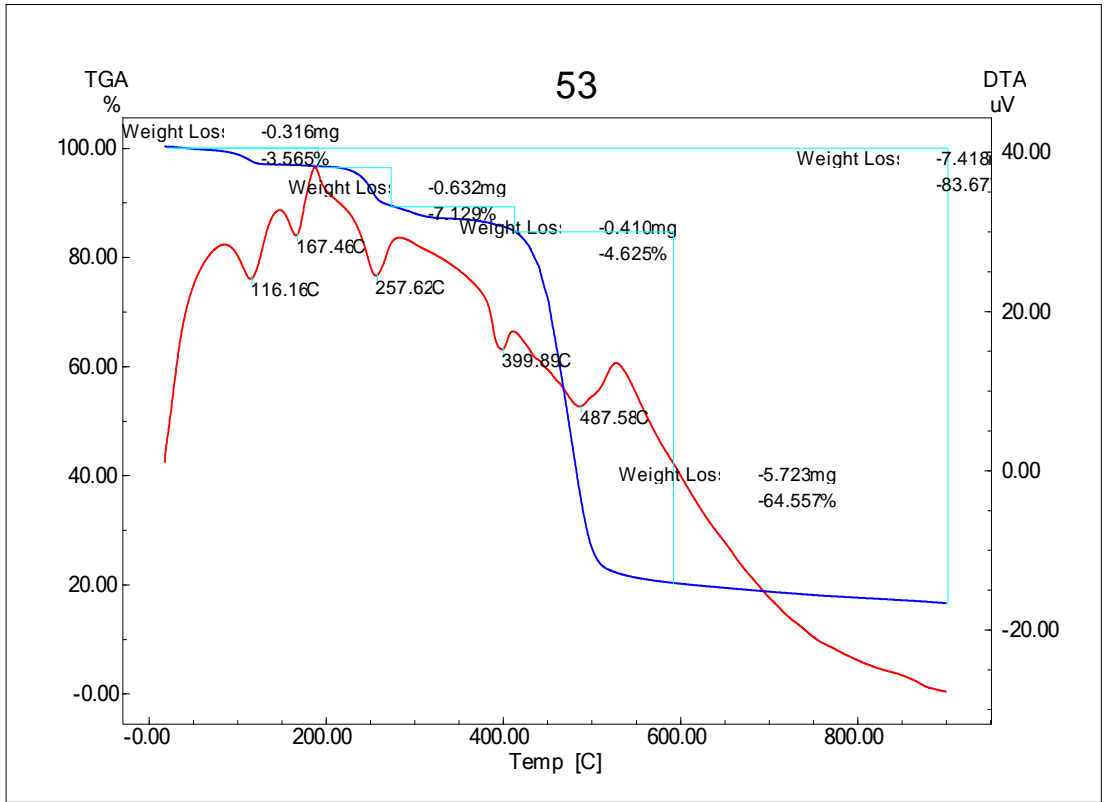
Ek Şekil 47. **14** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



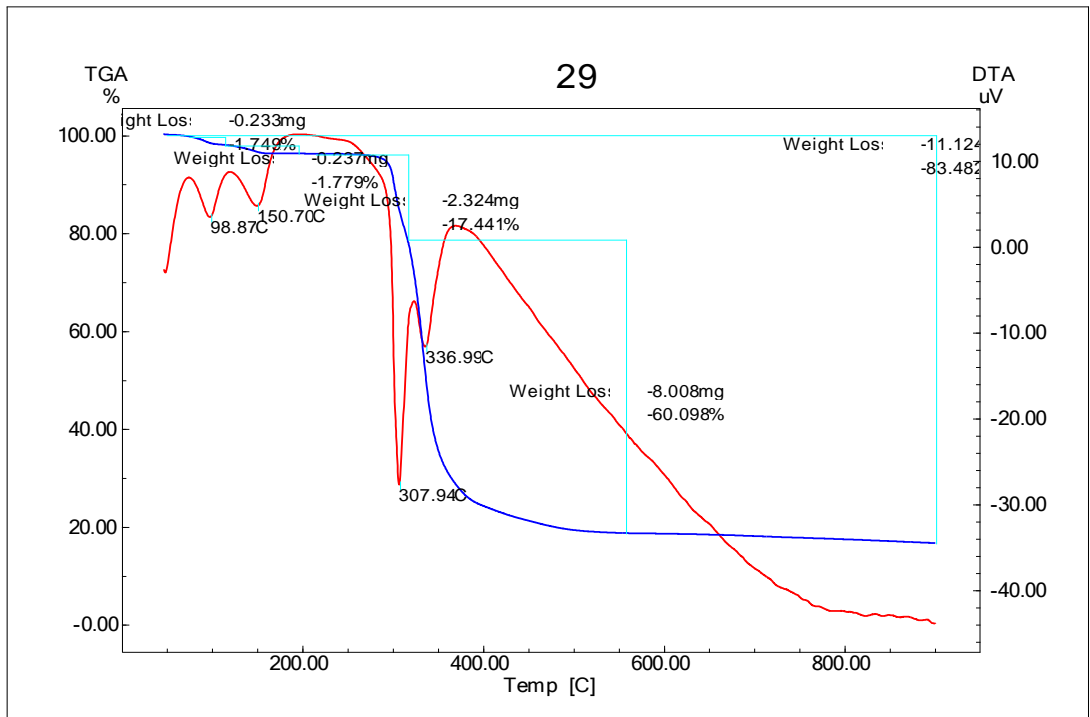
Ek Şekil 48. 15 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



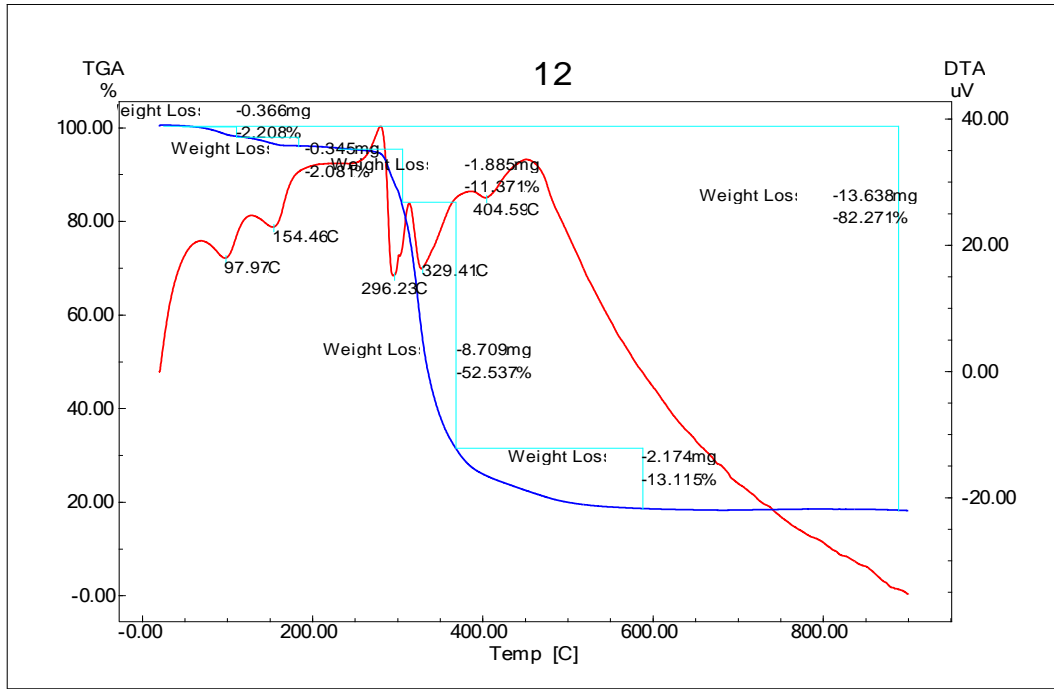
Ek Şekil 49. 16 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



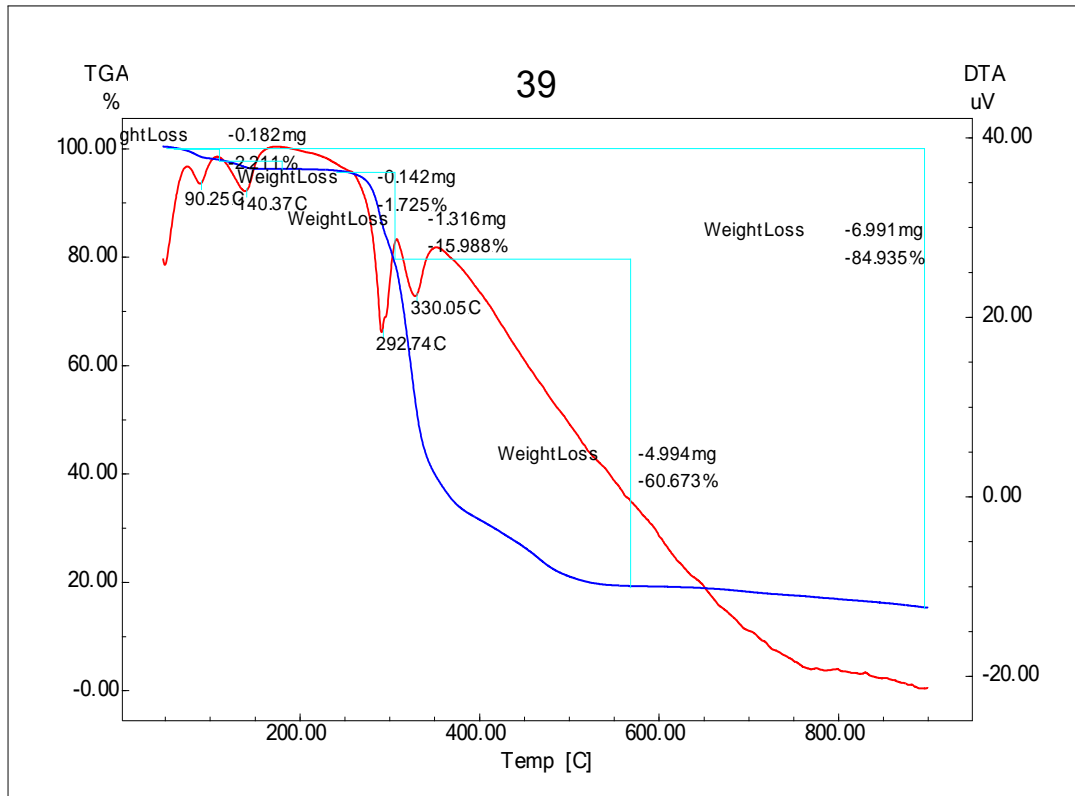
Ek Şekil 50. **17** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



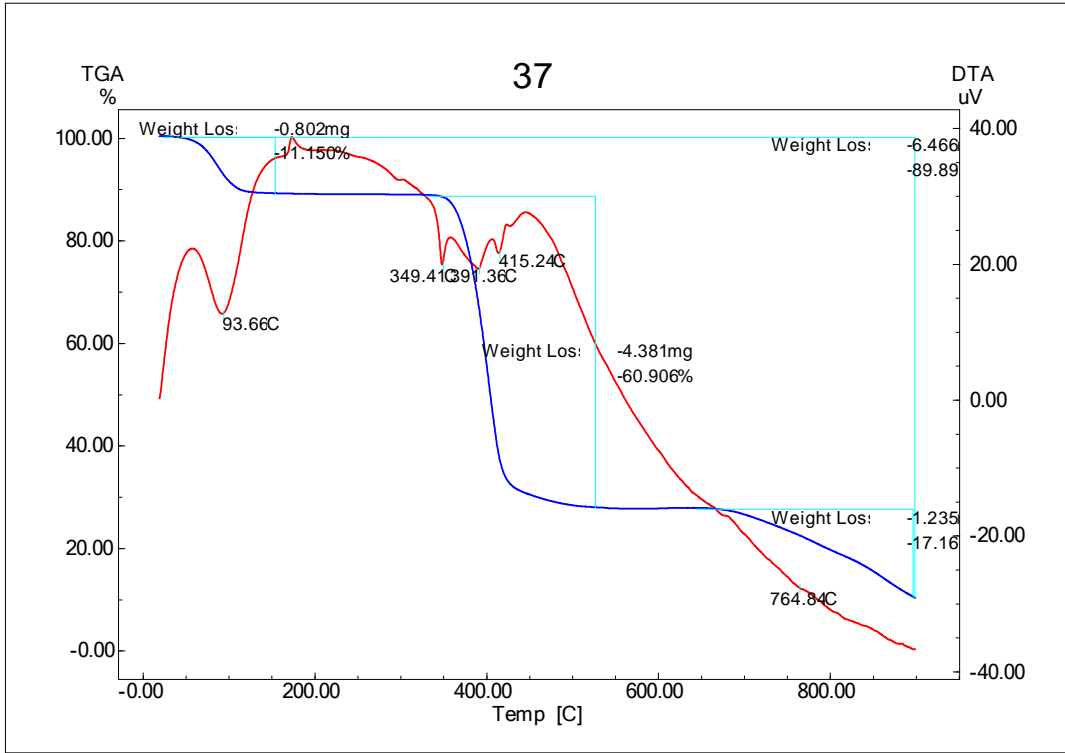
Ek Şekil 51. **18A** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



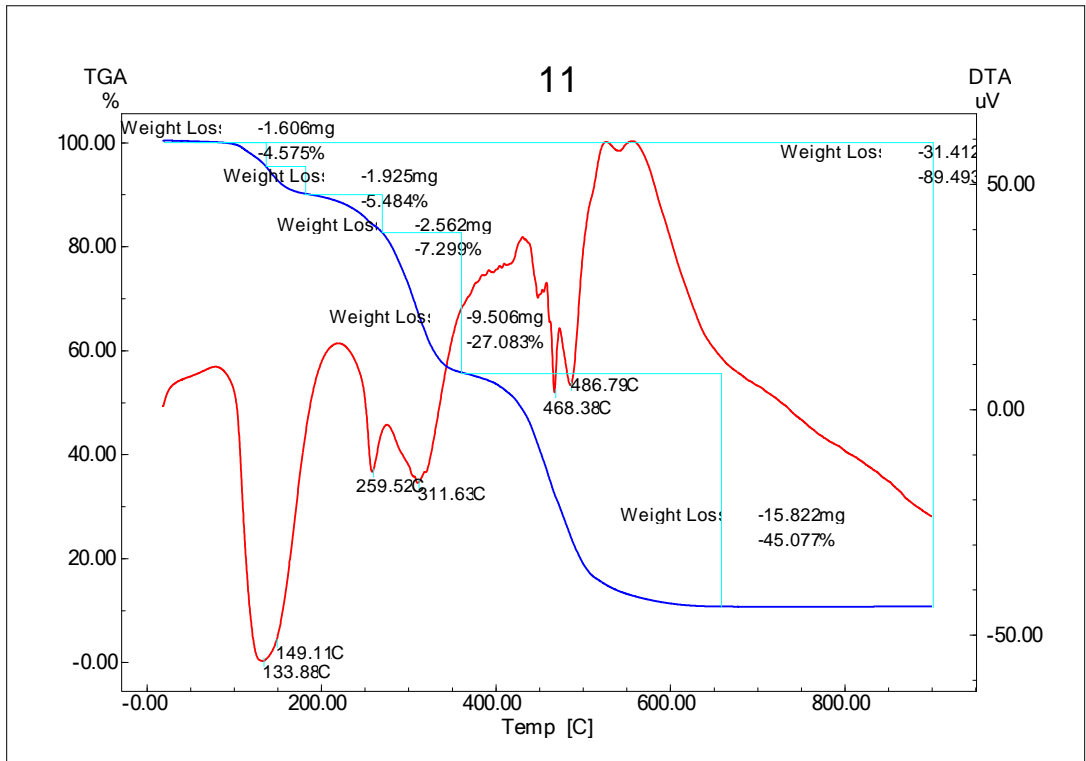
Ek Şekil 52. **18B** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



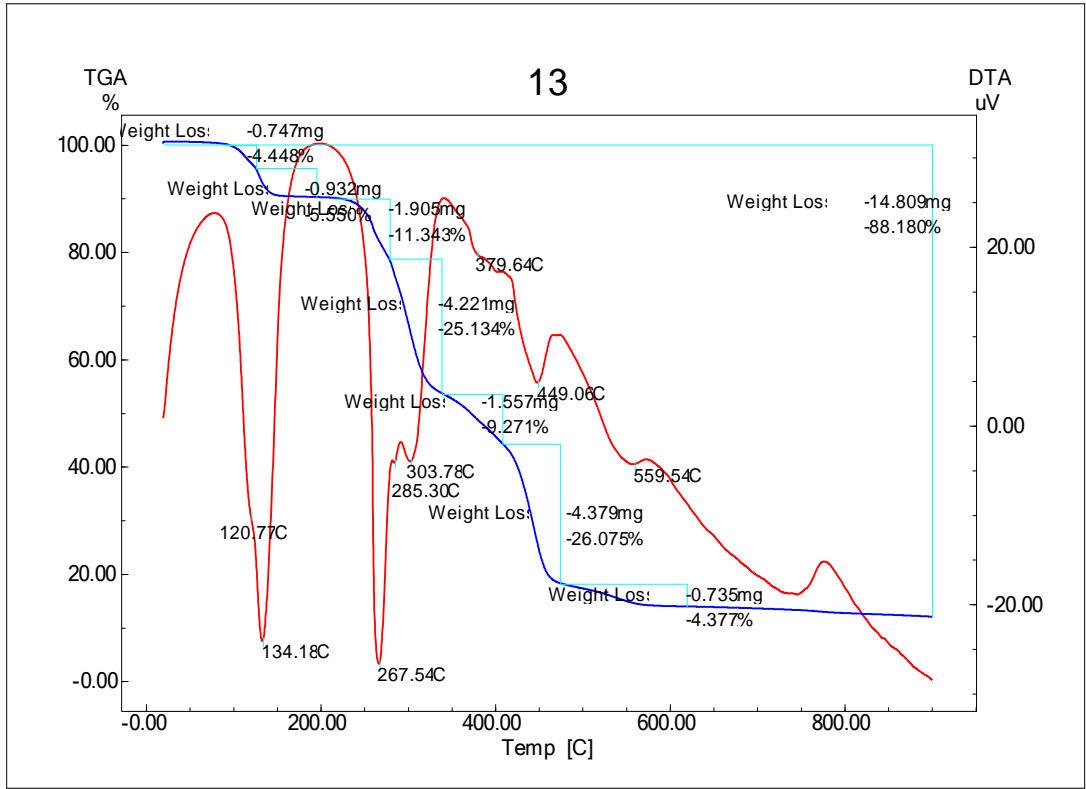
Ek Şekil 53. **18C** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



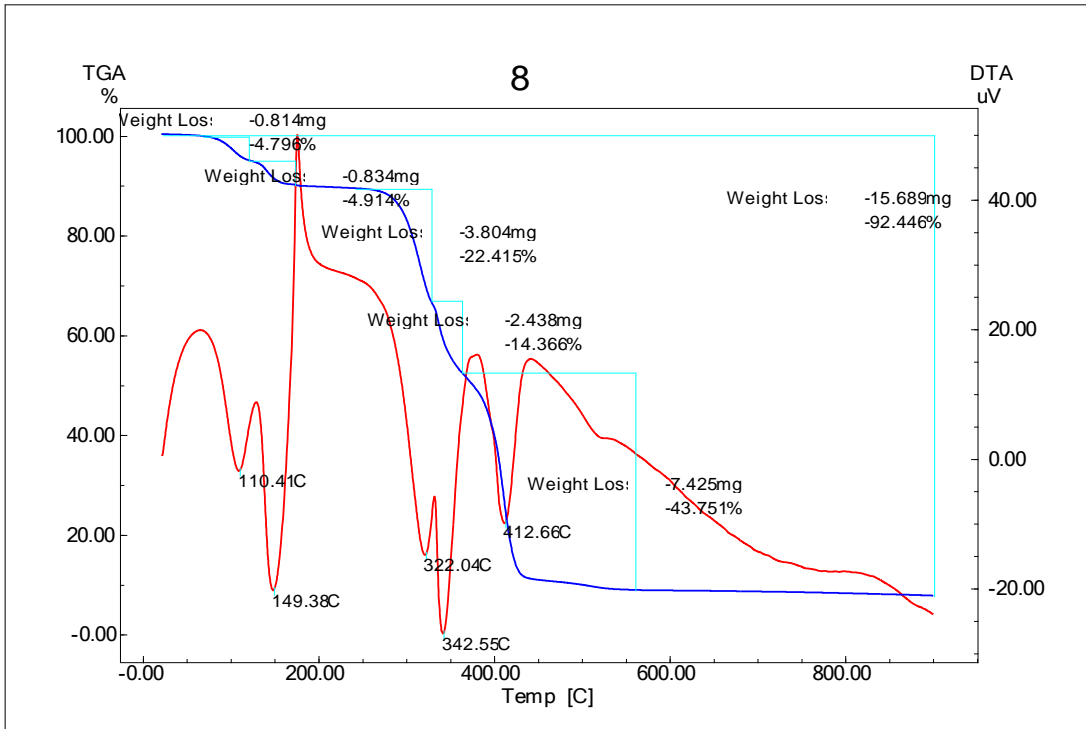
Ek Şekil 54. **19** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



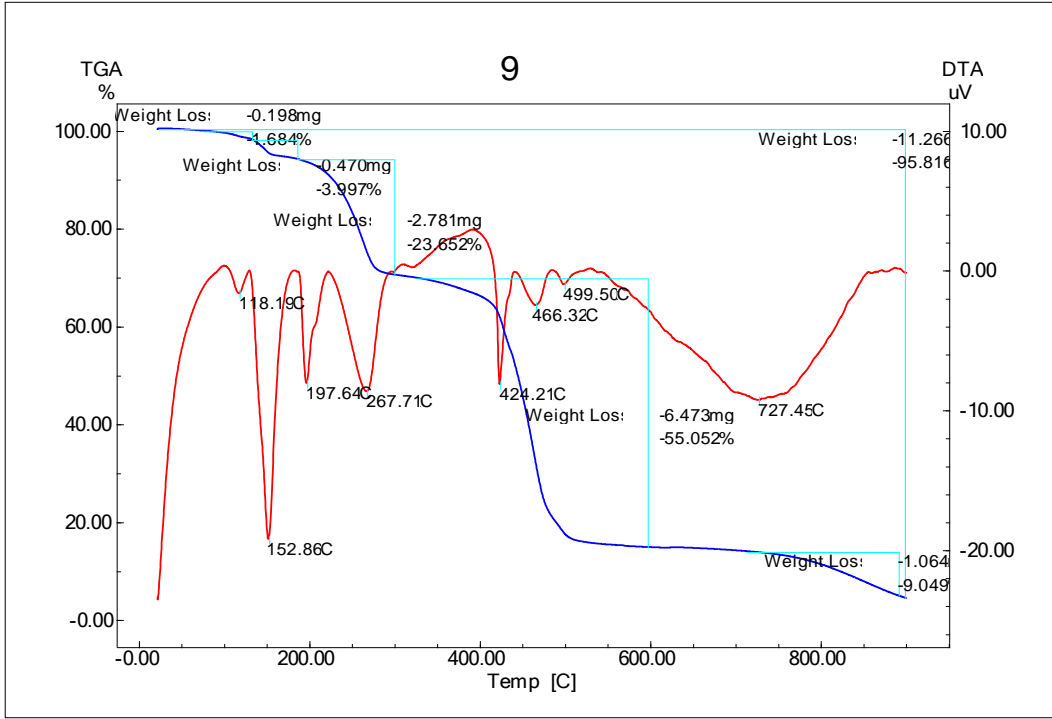
Ek Şekil 55. **20** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



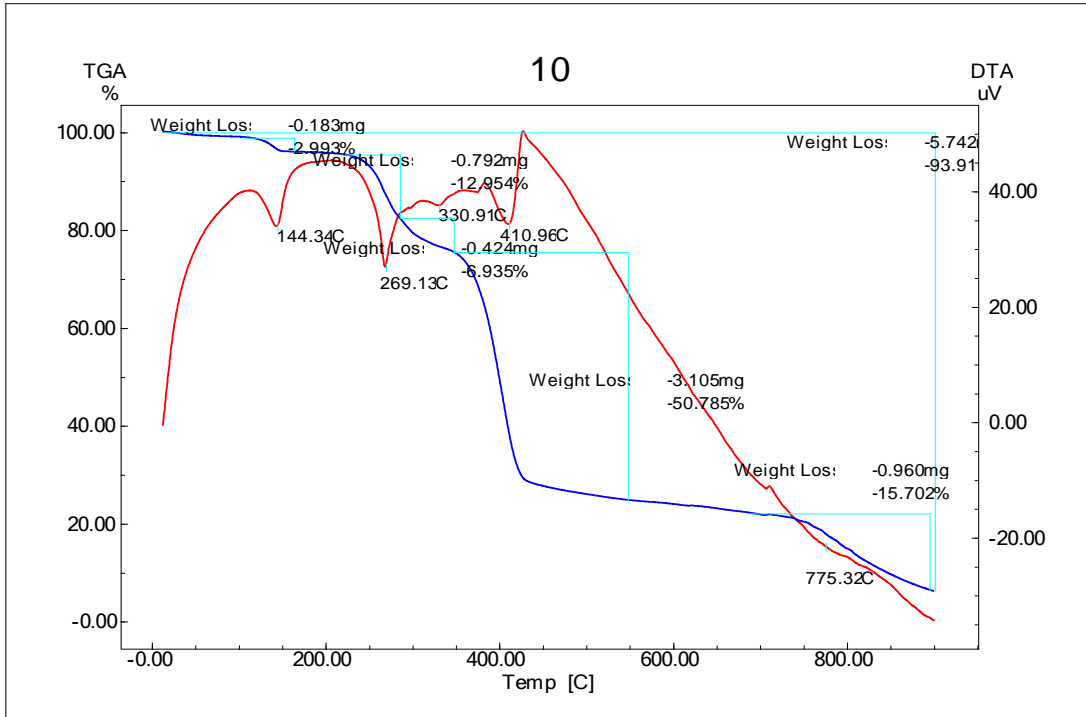
Ek Şekil 56. 21 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



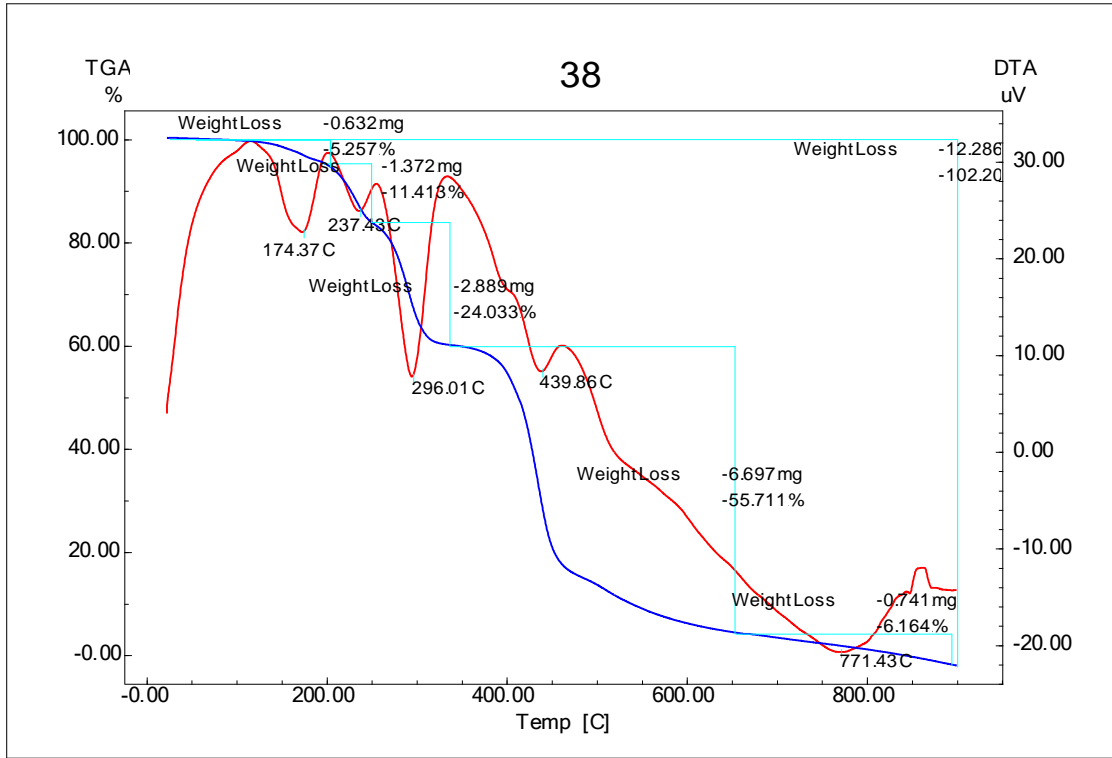
Ek Şekil 57. 22 Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



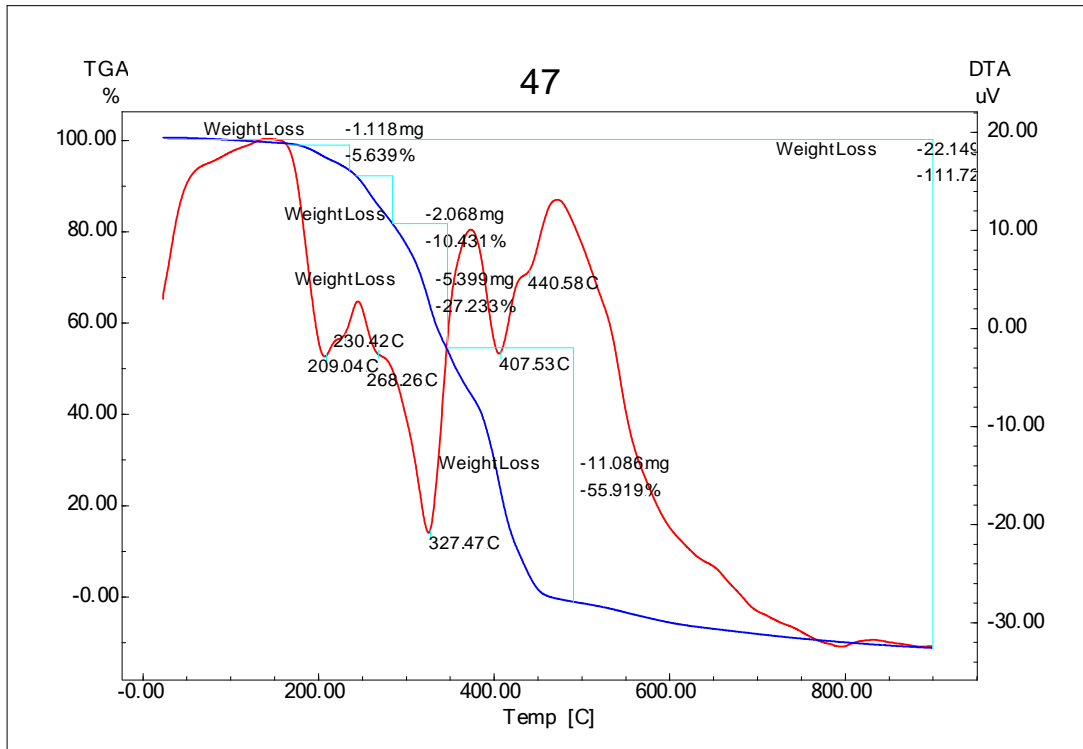
Ek Şekil 58. **23** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



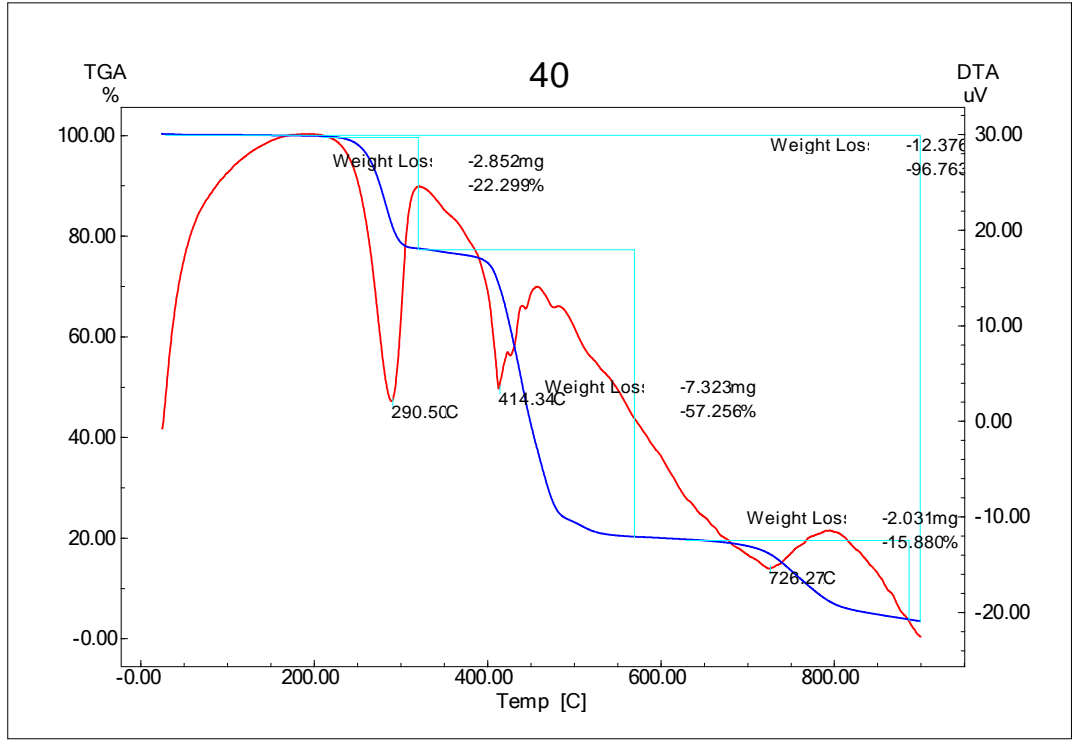
Ek Şekil 59. **24** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



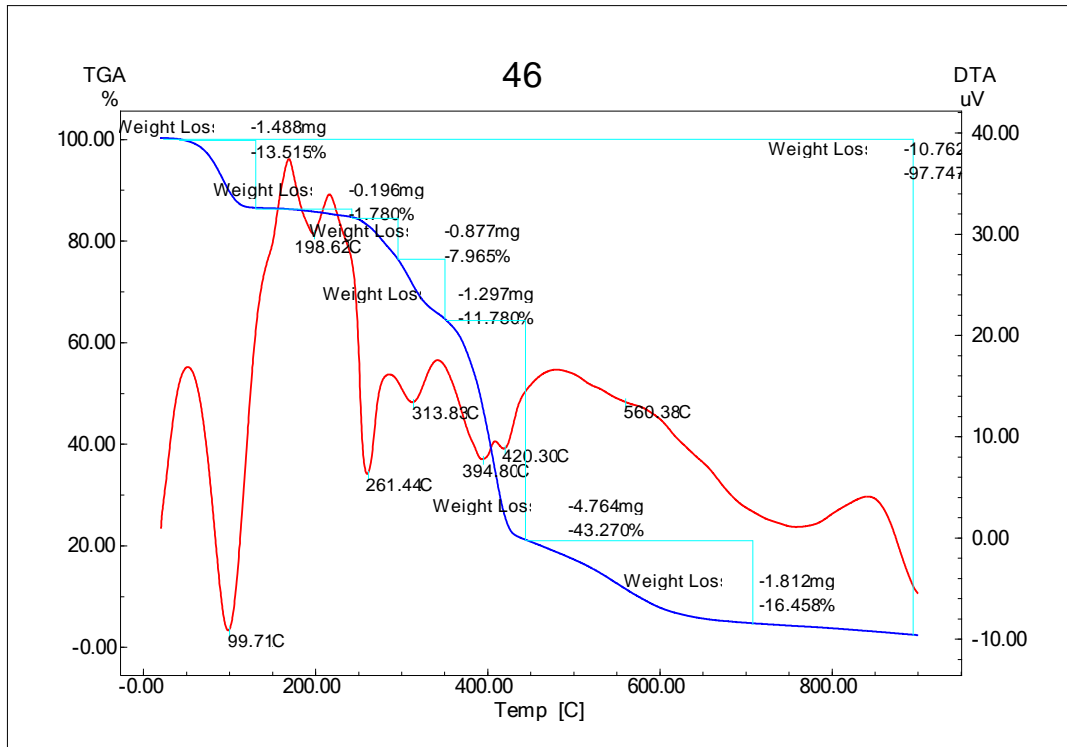
Ek Şekil 60. **25** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



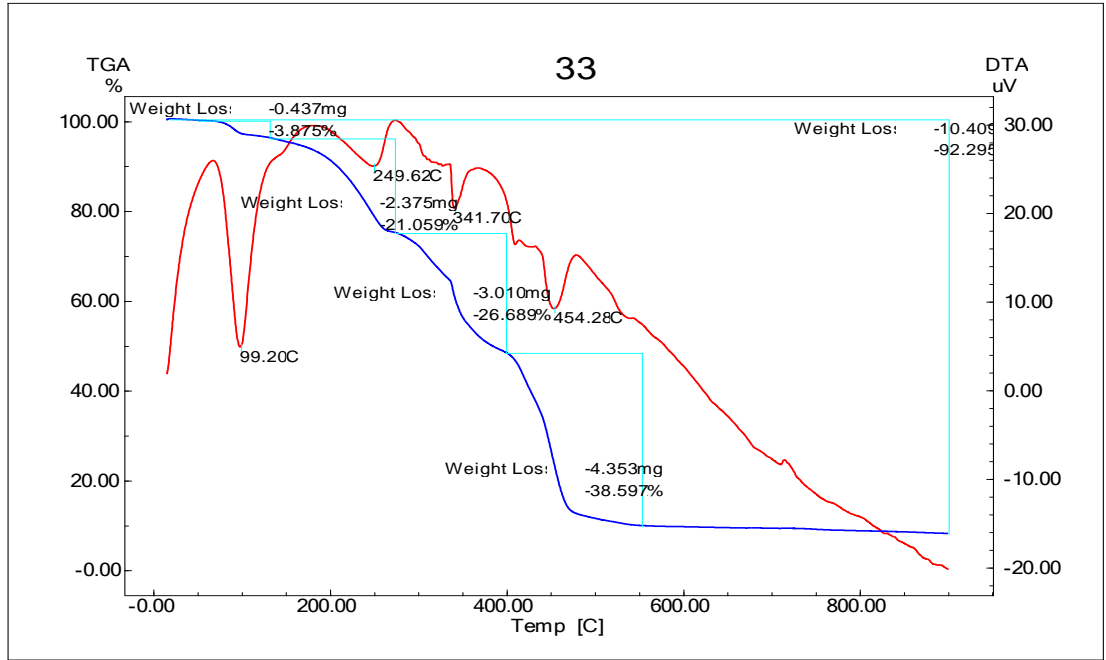
Ek Şekil 61. **26** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



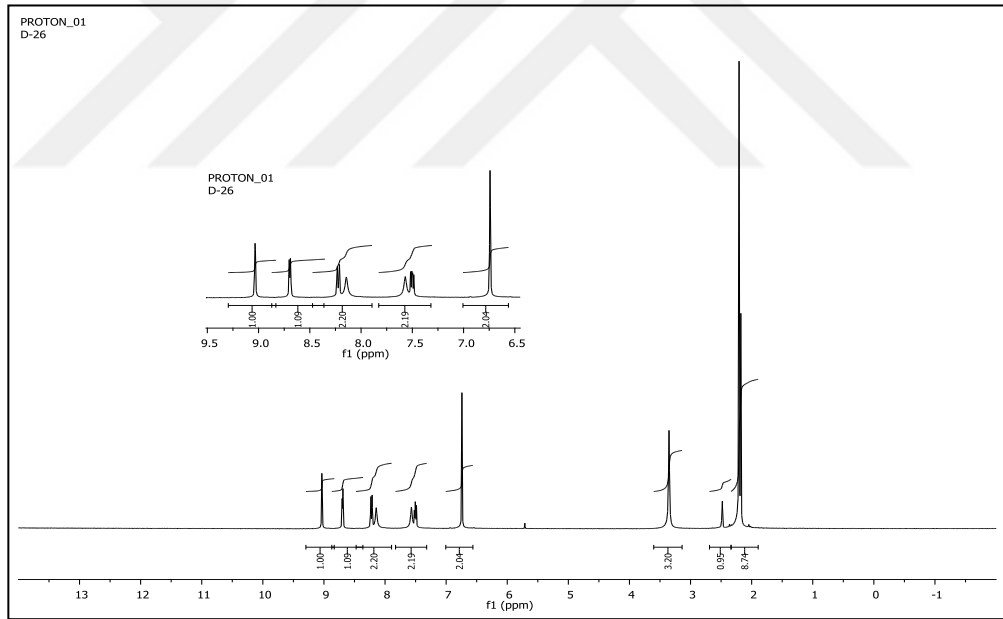
Ek Şekil 62. **27** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



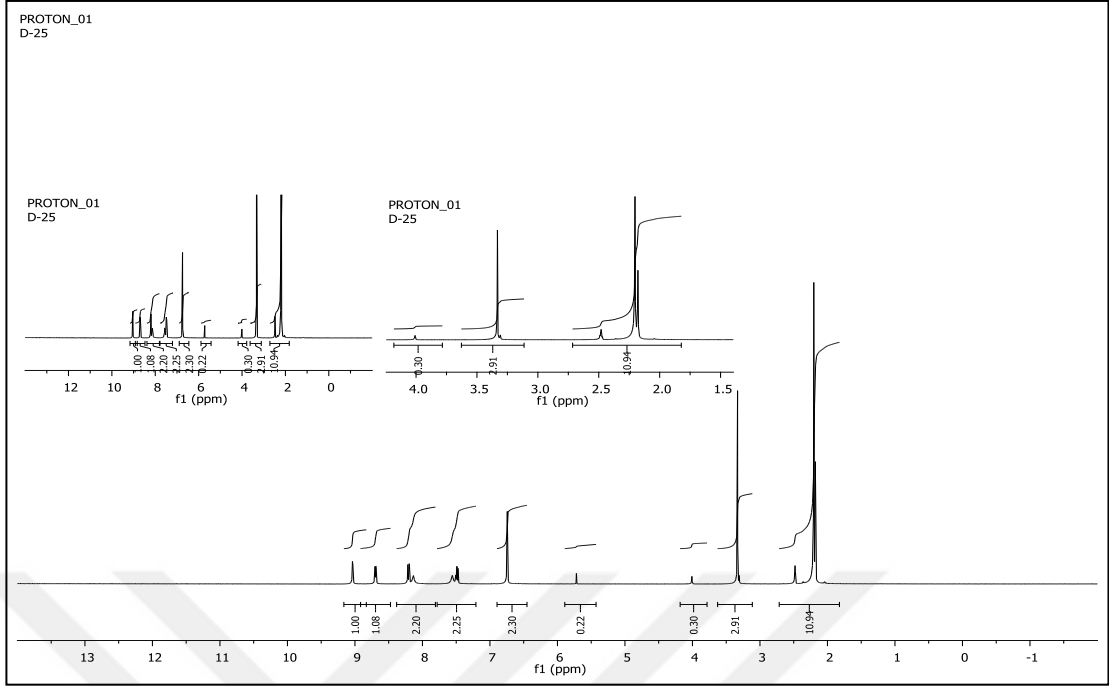
Ek Şekil 63. **28** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



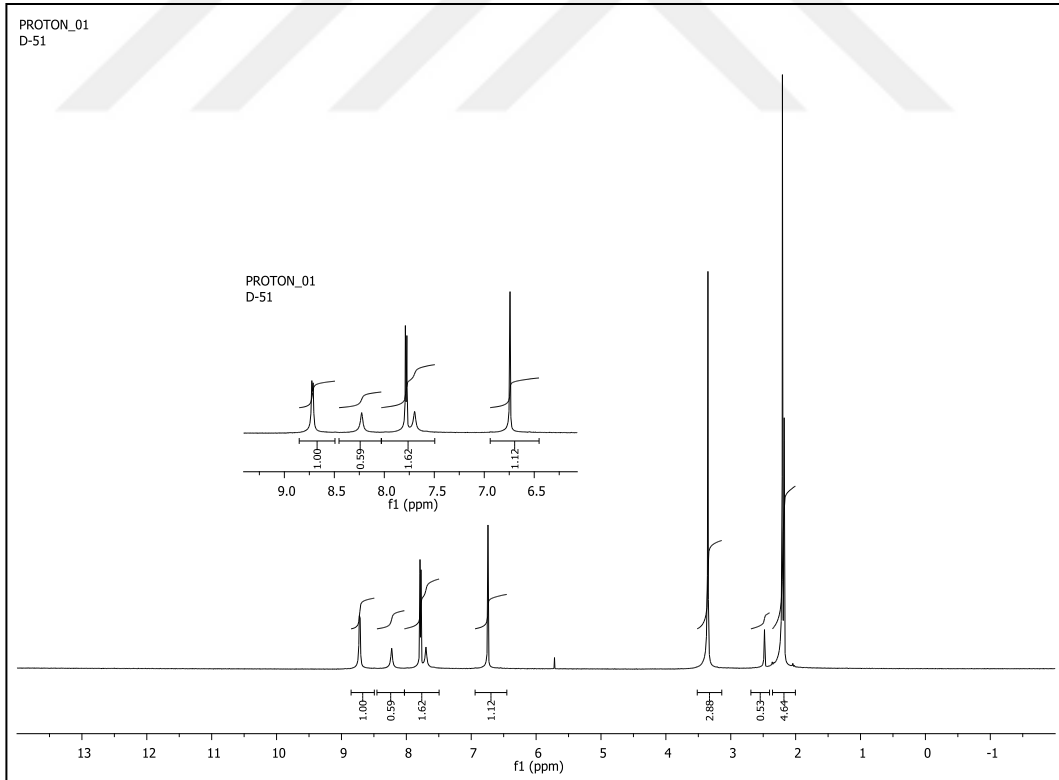
Ek Şekil 64. **29** Kompleksinin TG-DTA Eğrileri



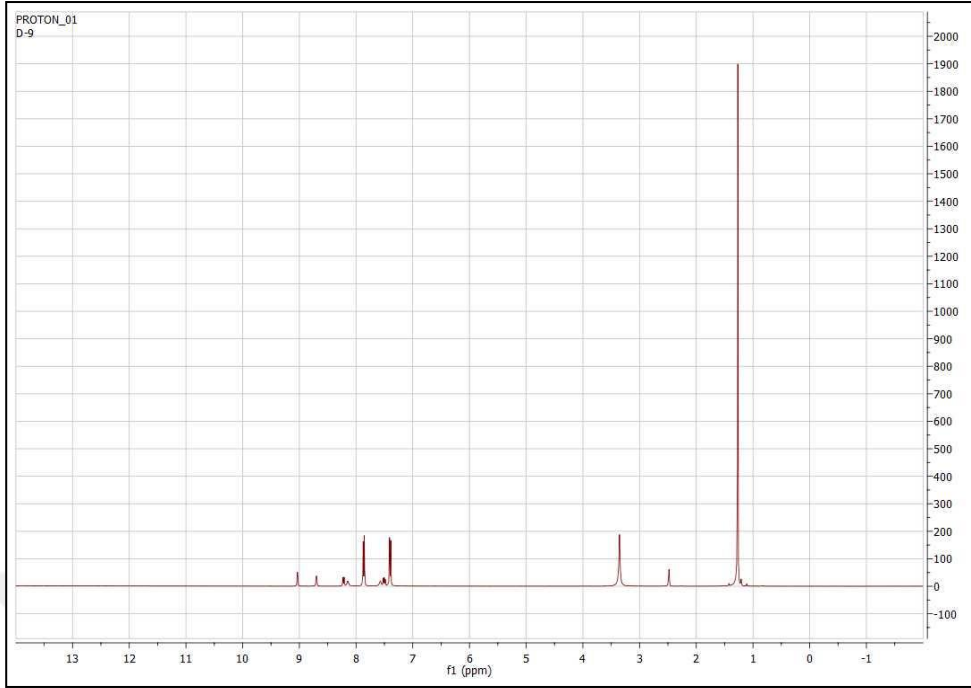
Ek Şekil 65. **7** Kompleksinin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d_6) Spektrumu



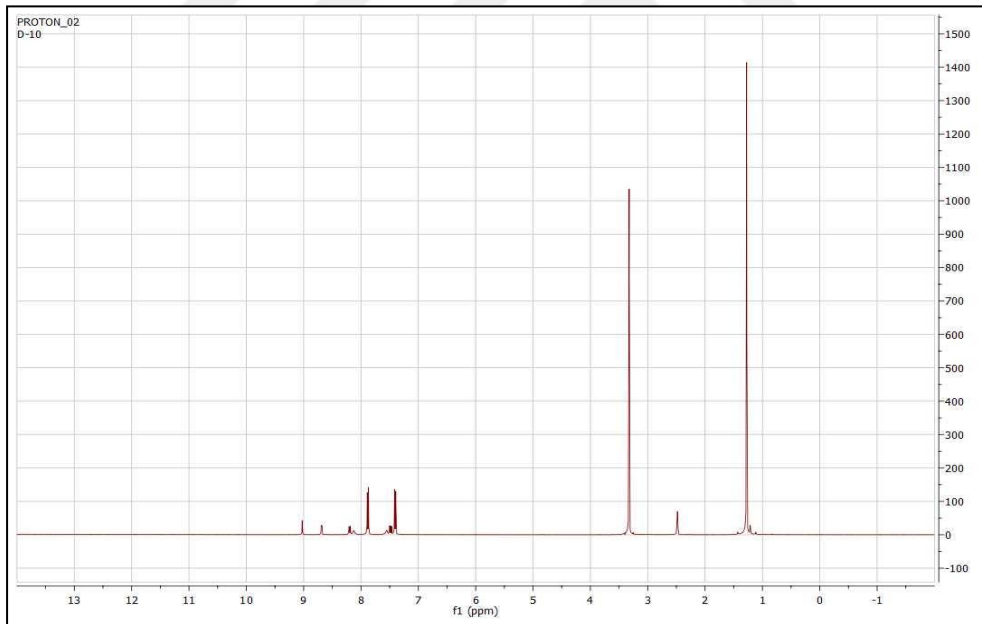
Ek Şekil 66. **8** Kompleksinin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d_6) Spektrumu



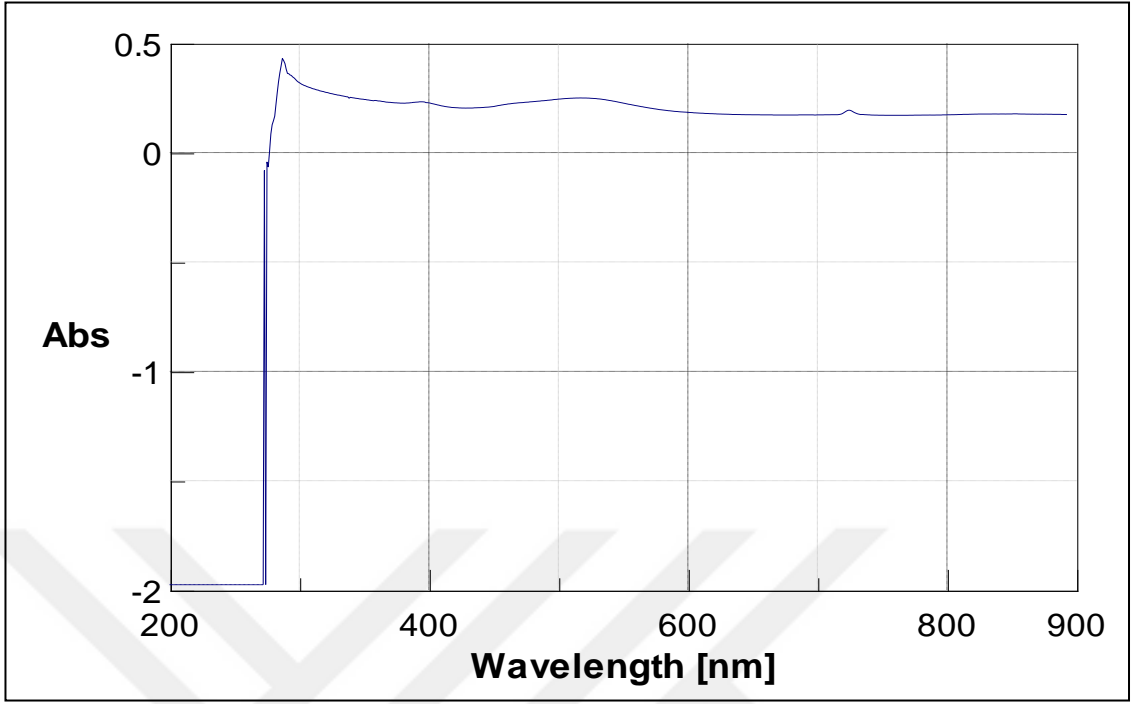
Ek Şekil 67. **12** Kompleksinin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d_6) Spektrumu



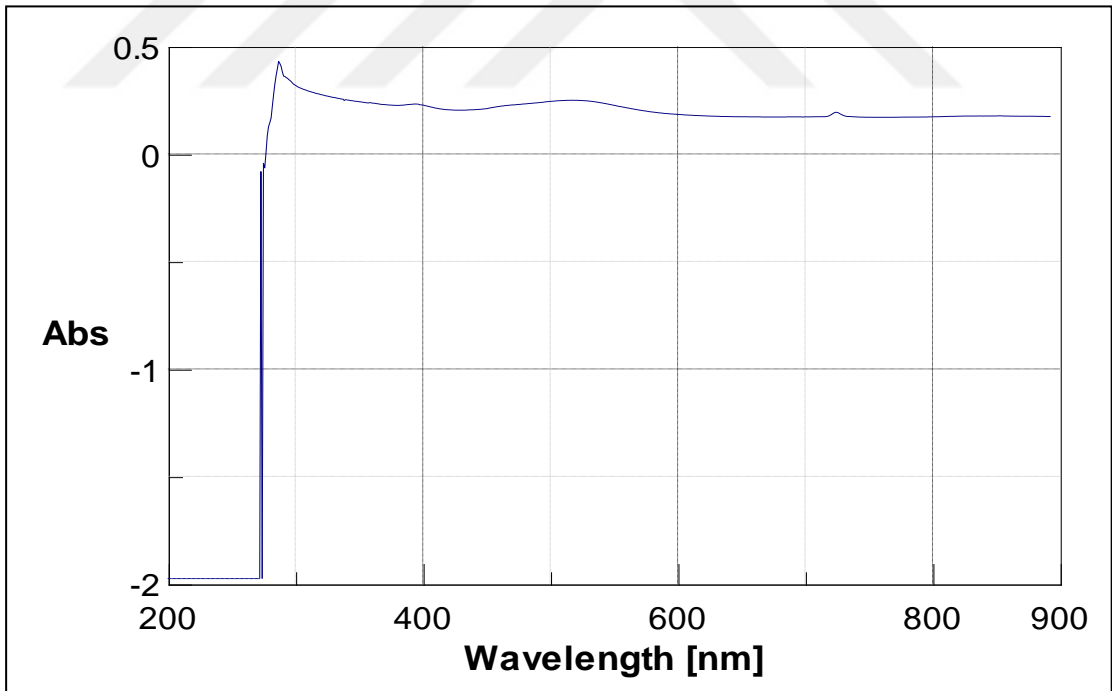
Ek Şekil 68. **23** Kompleksinin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d_6) Spektrumu



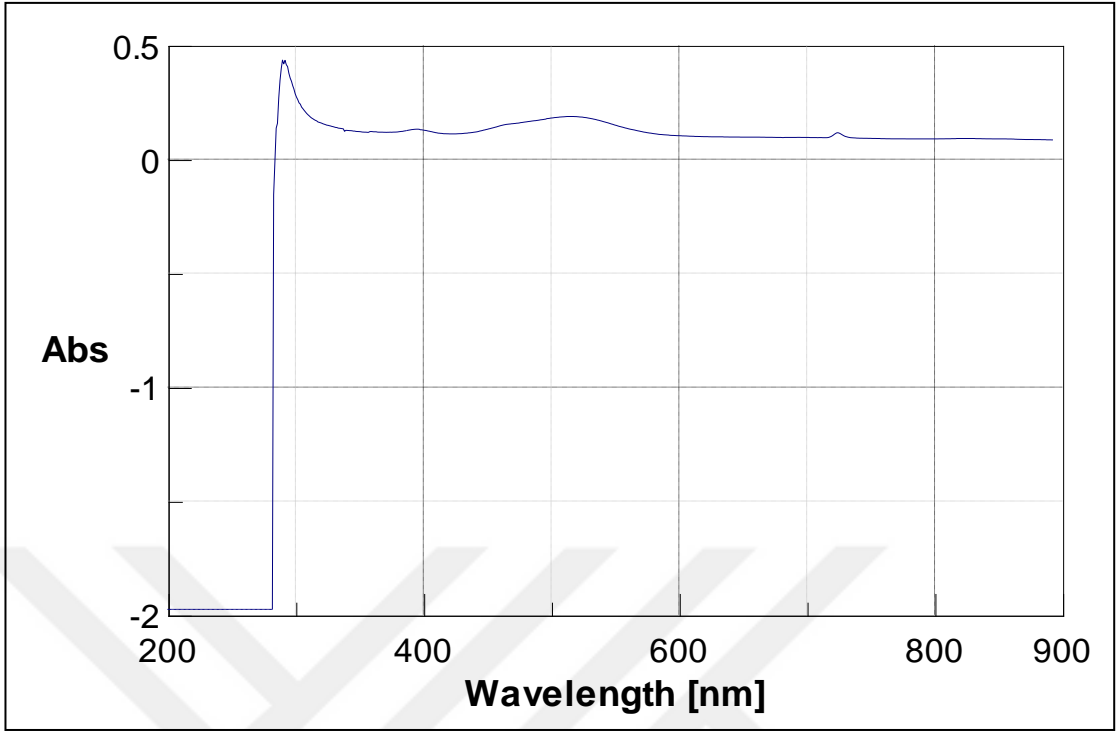
Ek Şekil 69. **24** Kompleksinin $^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d_6) Spektrumu



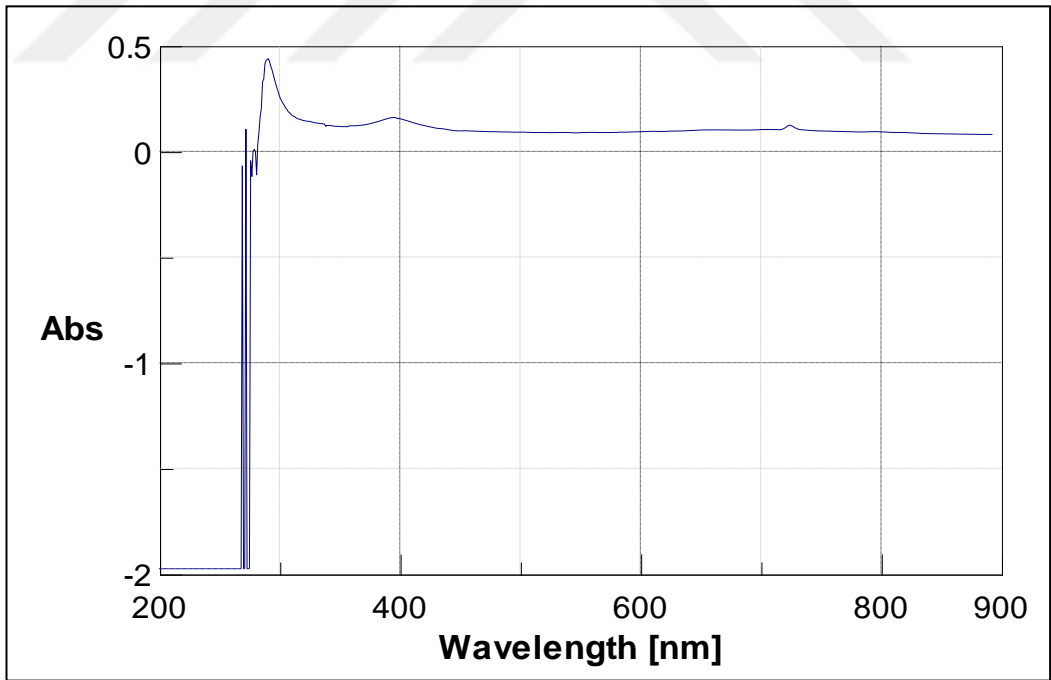
Ek Şekil 70. 1 Kompleksinin UV Spektrumu



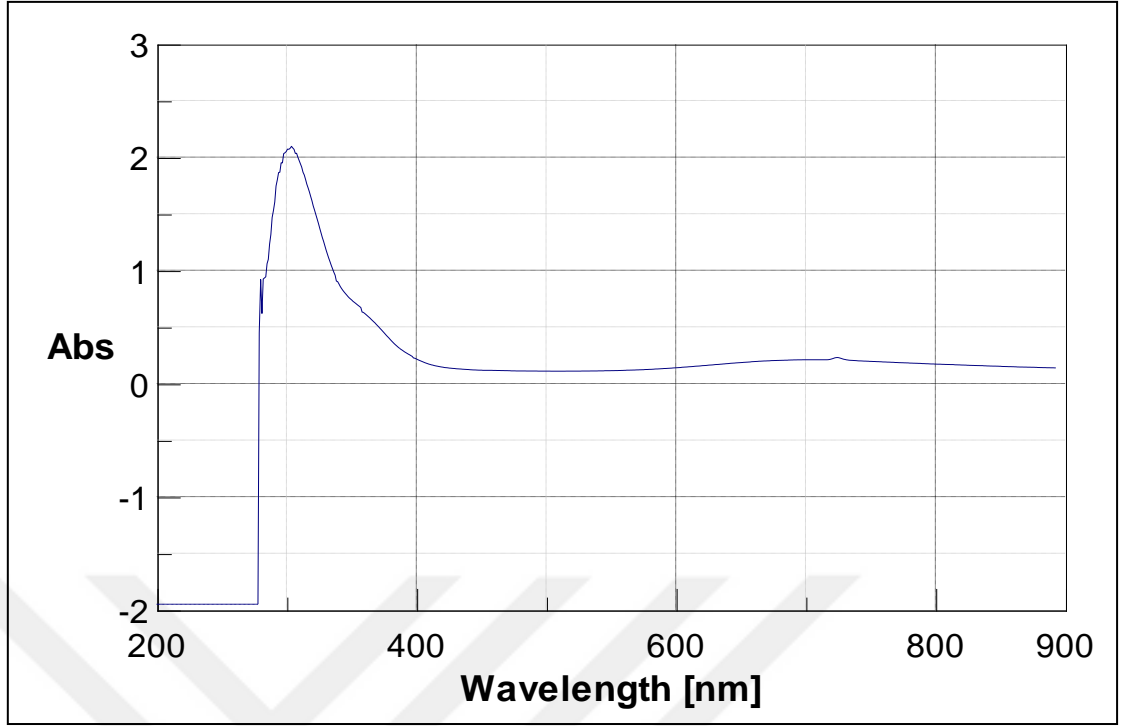
Ek Şekil 71. 2 Kompleksinin UV Spektrumu



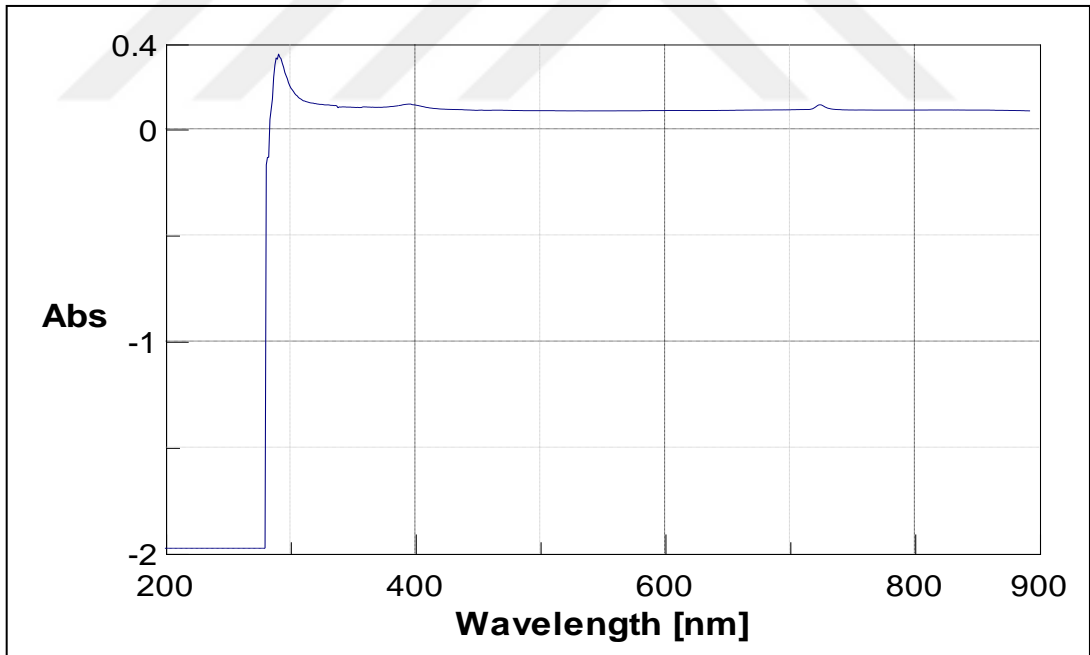
Ek Şekil 72. 4 Kompleksinin UV Spektrumu



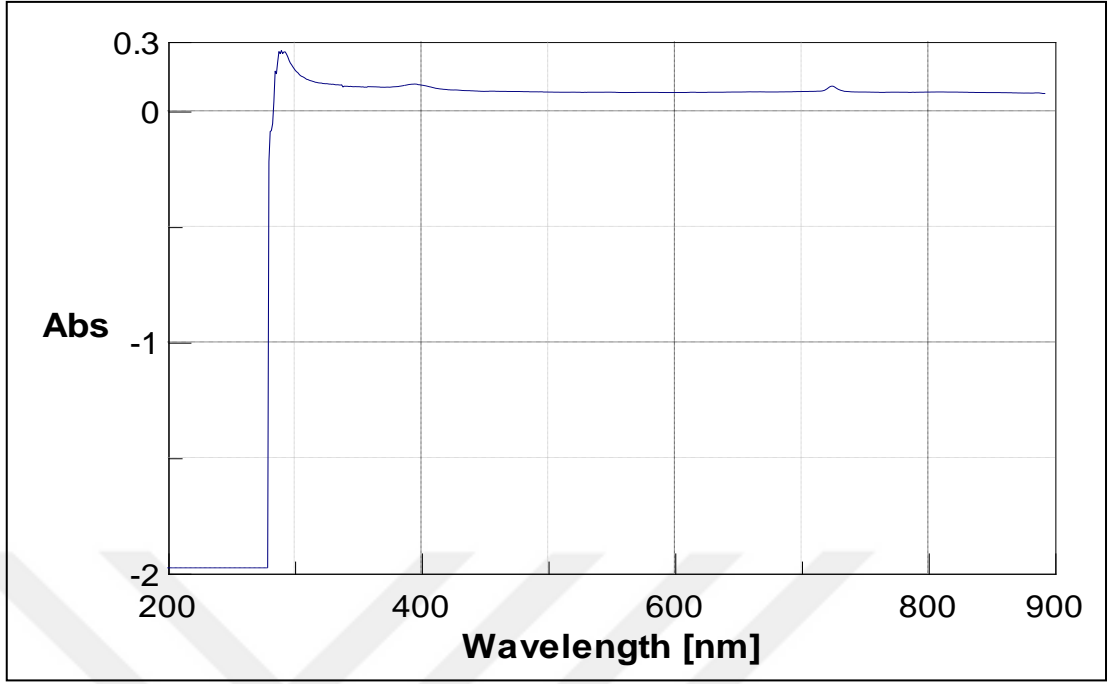
Ek Şekil 73. 5 Kompleksinin UV Spektrumu



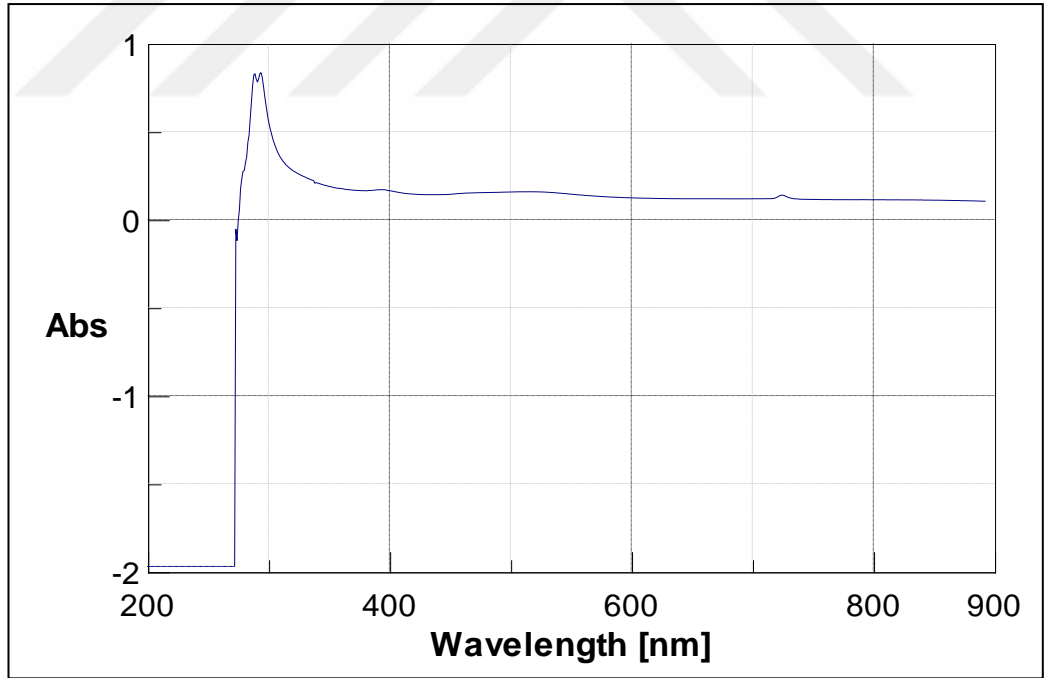
Ek Şekil 74. 6 Kompleksinin UV Spektrumu



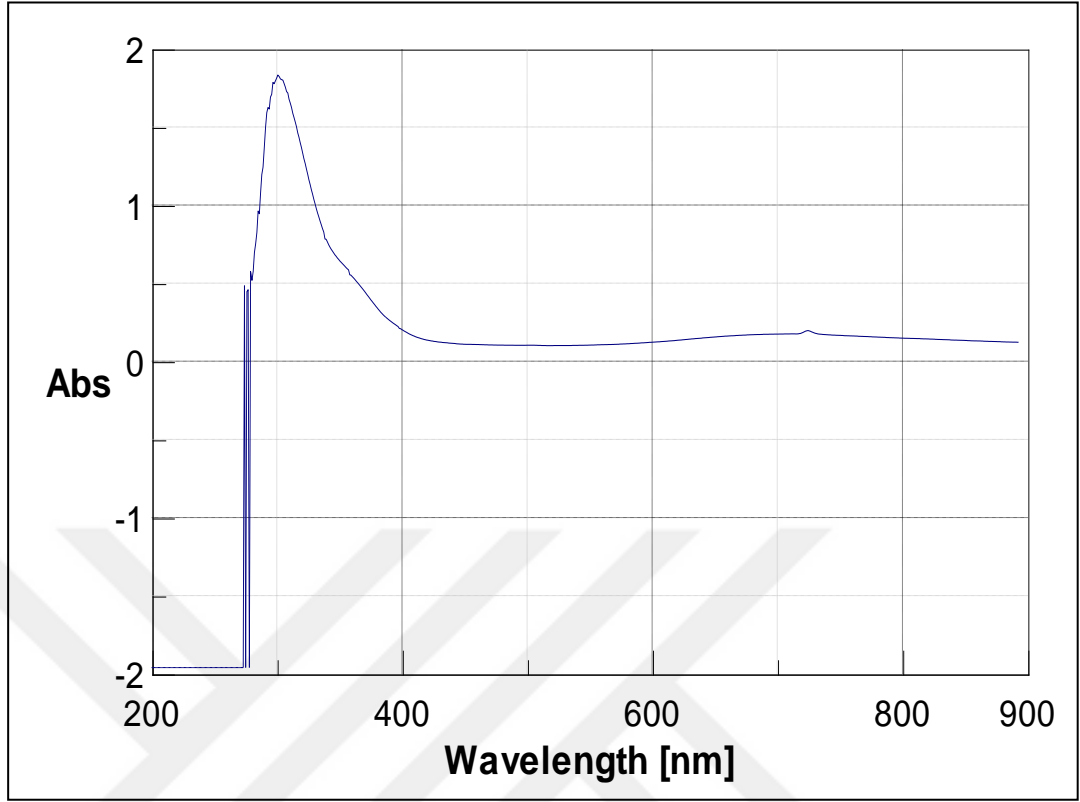
Ek Şekil 75. 7 Kompleksinin UV Spektrumu



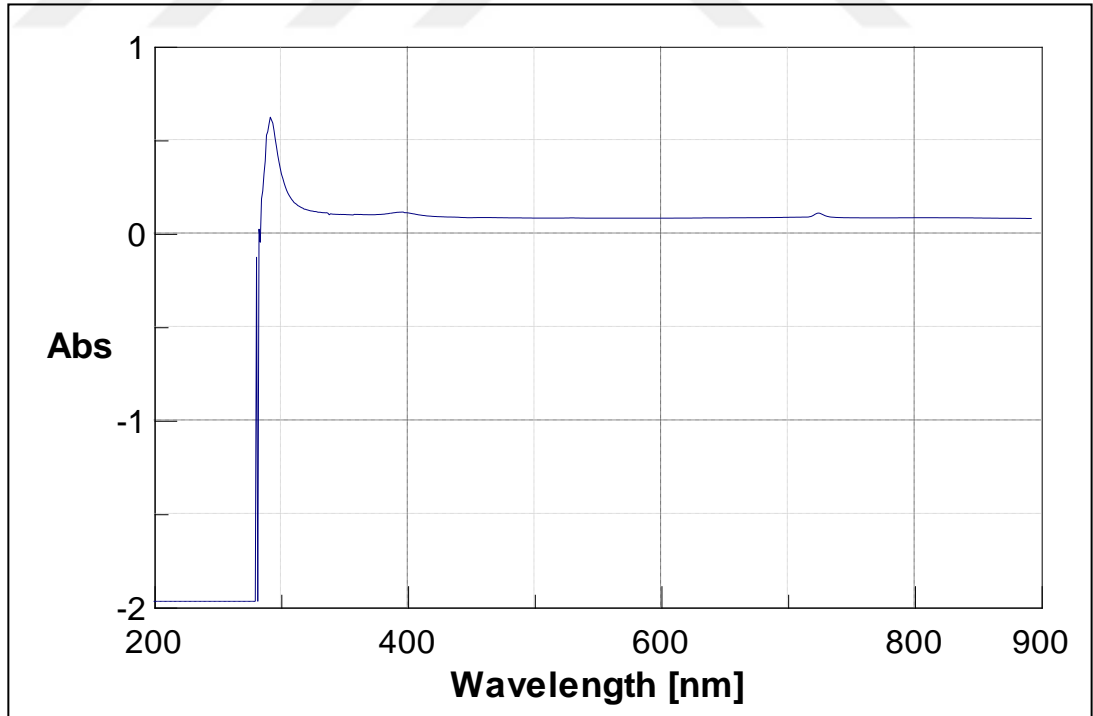
Ek Şekil 76. 8 Kompleksinin UV Spektrumu



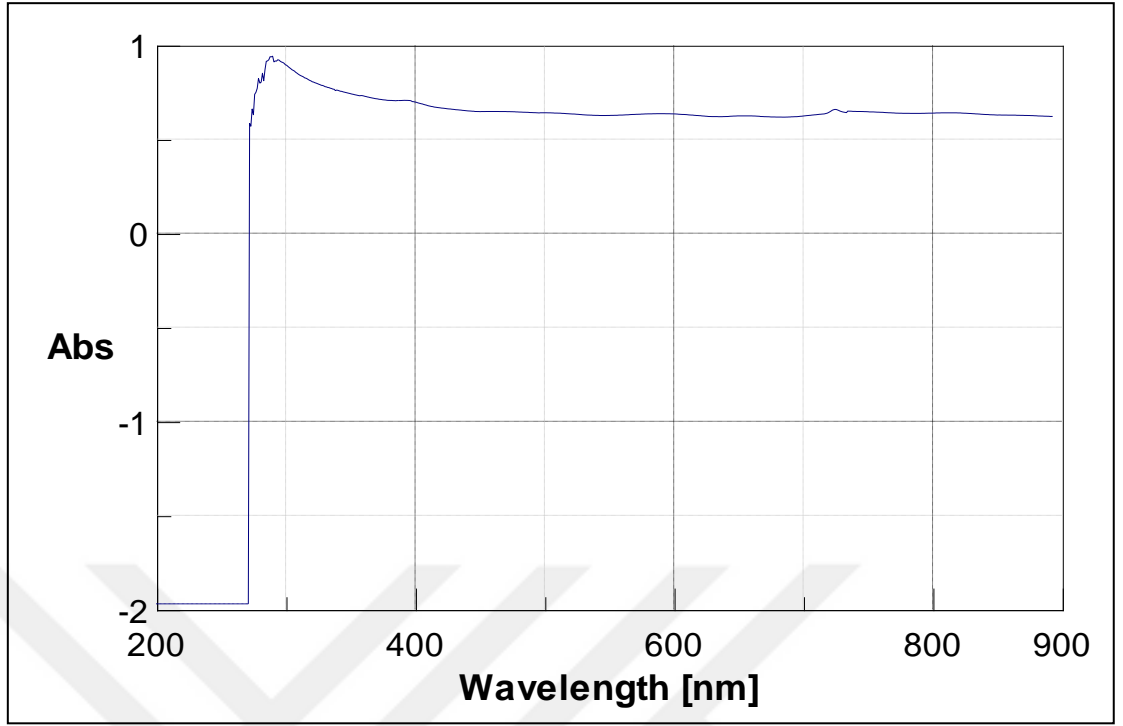
Ek Şekil 77. 9 Kompleksinin UV Spektrumu



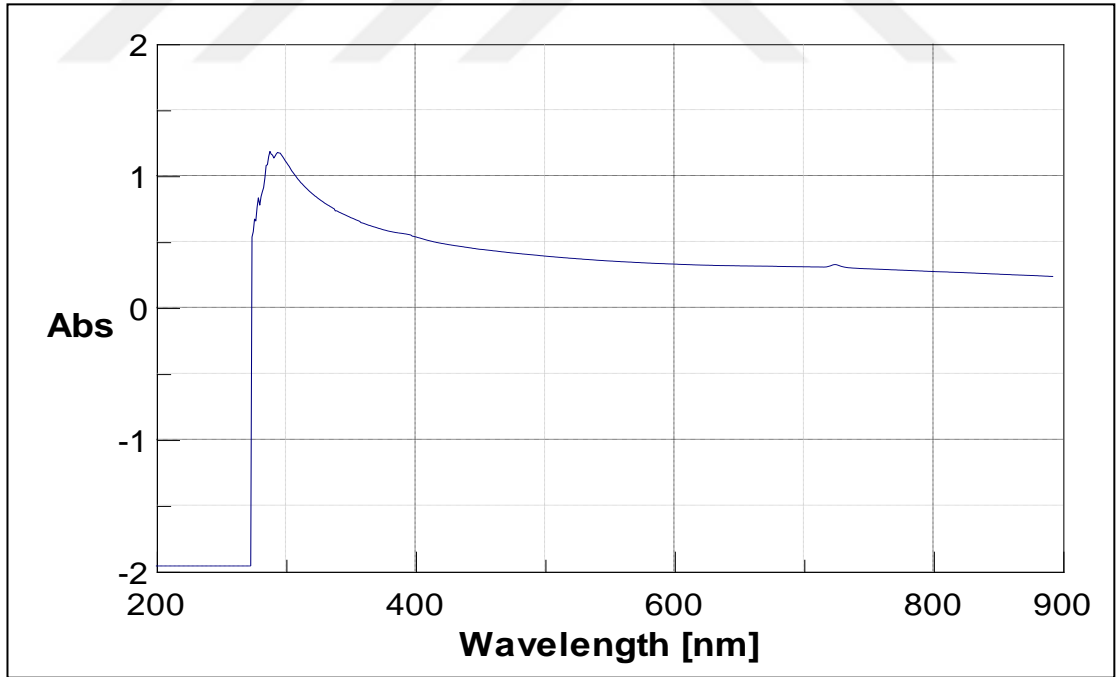
Ek Şekil 78. **11** Kompleksinin UV Spektrumu



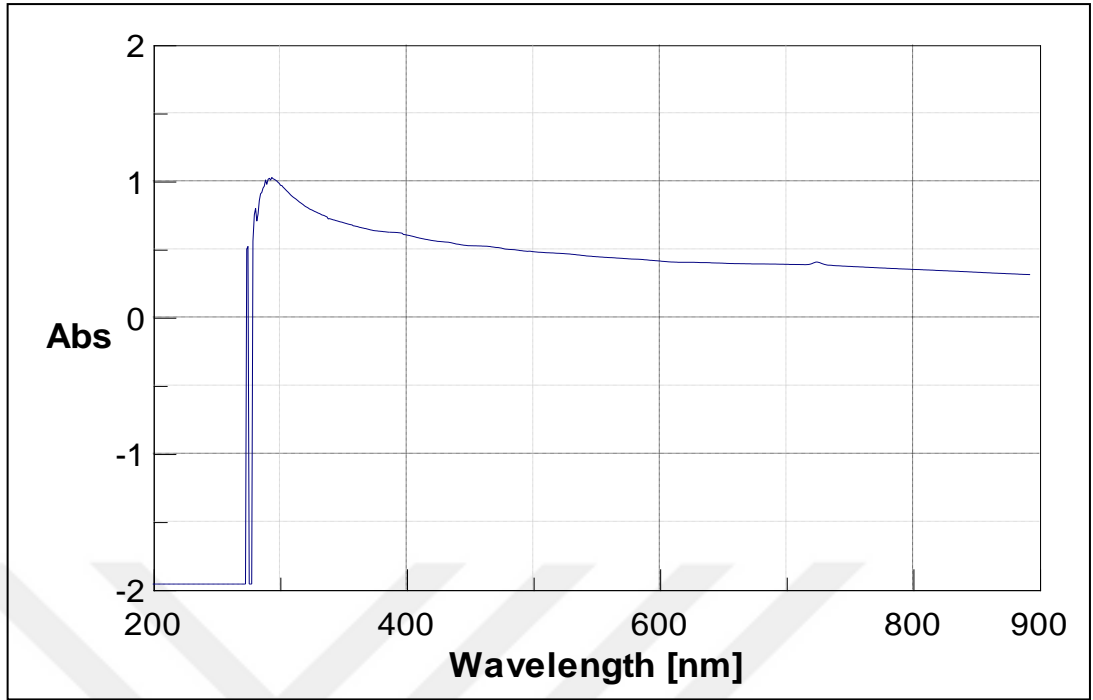
Ek Şekil 79. **13** Kompleksinin UV Spektrumu



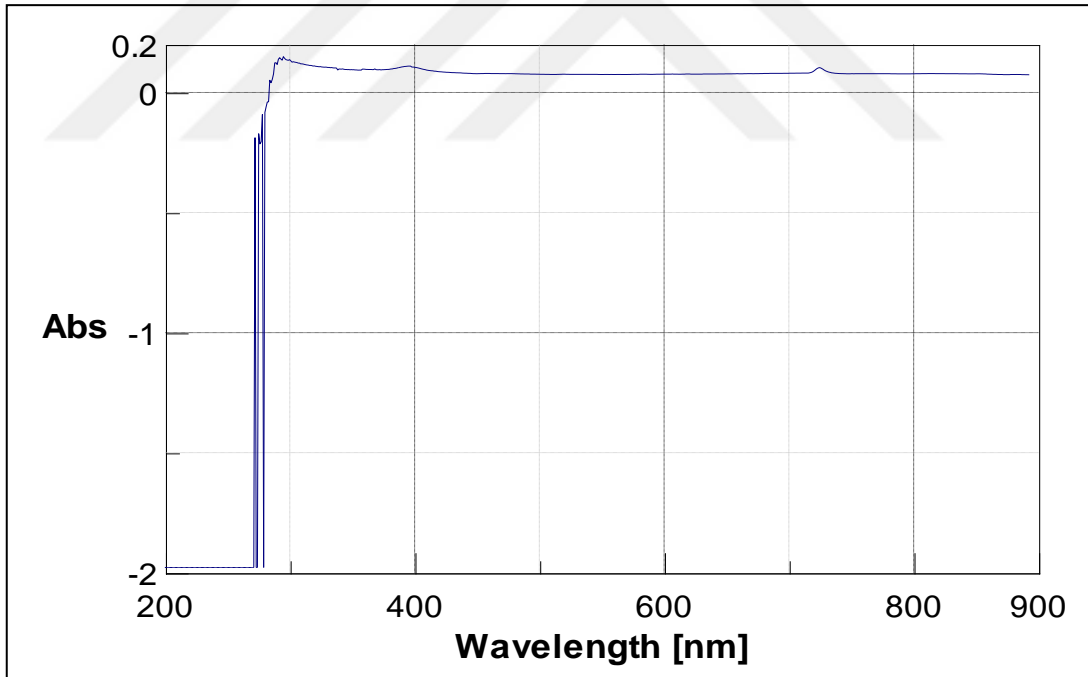
Ek Şekil 80. **18A** Kompleksinin UV Spektrumu



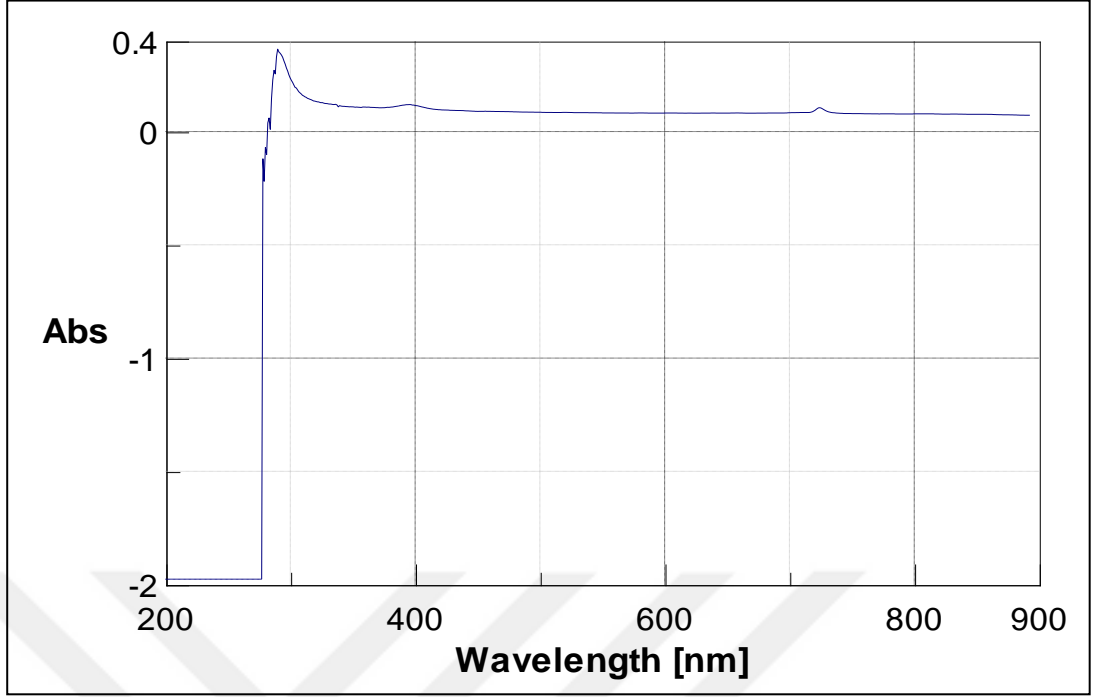
Ek Şekil 81. **18B** Kompleksinin UV Spektrumu



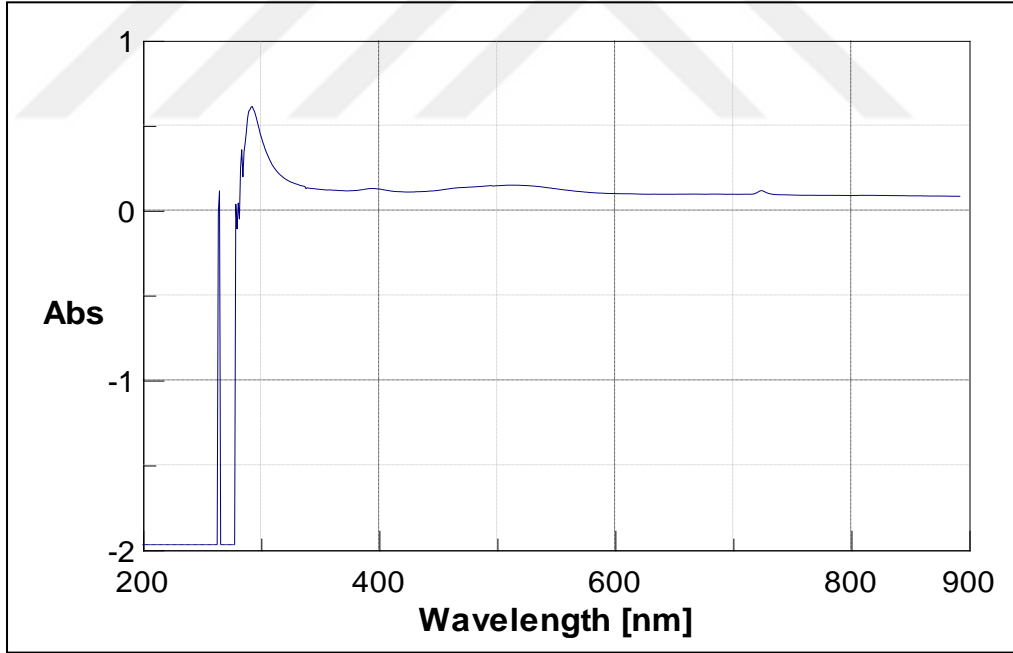
Ek Şekil 82. **18C** Kompleksinin UV Spektrumu



Ek Şekil 83. **19** Kompleksinin UV Spektrumu

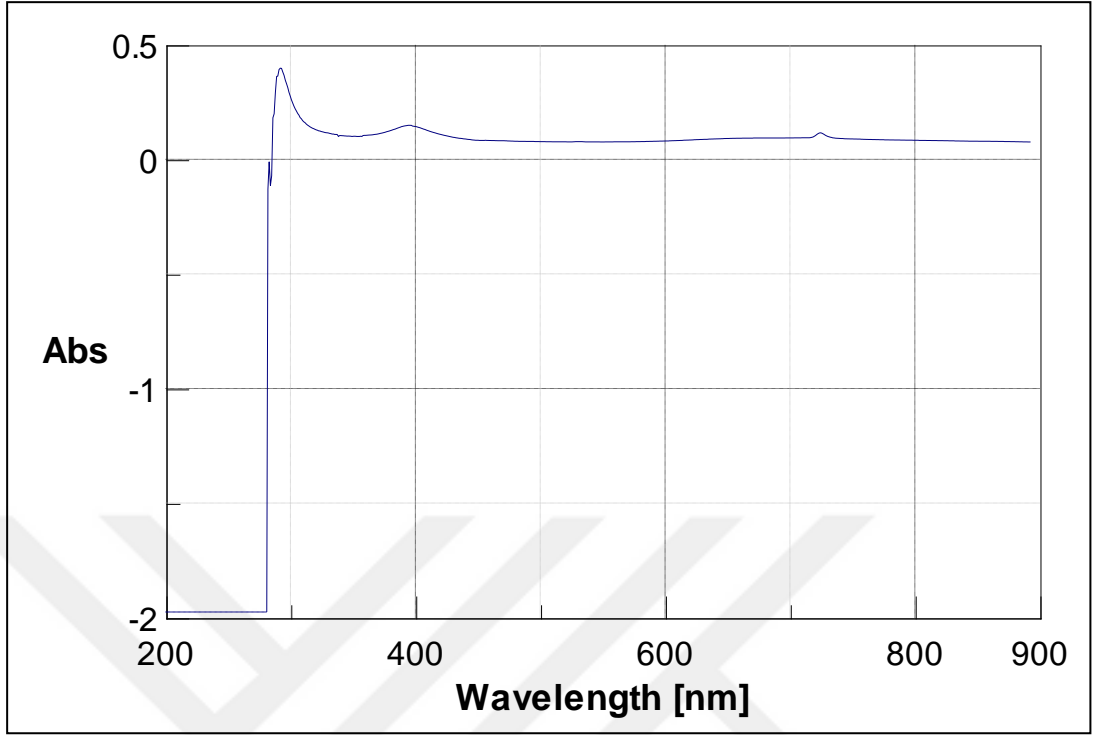


Ek Şekil 84. **20** Kompleksinin UV Spektrumu

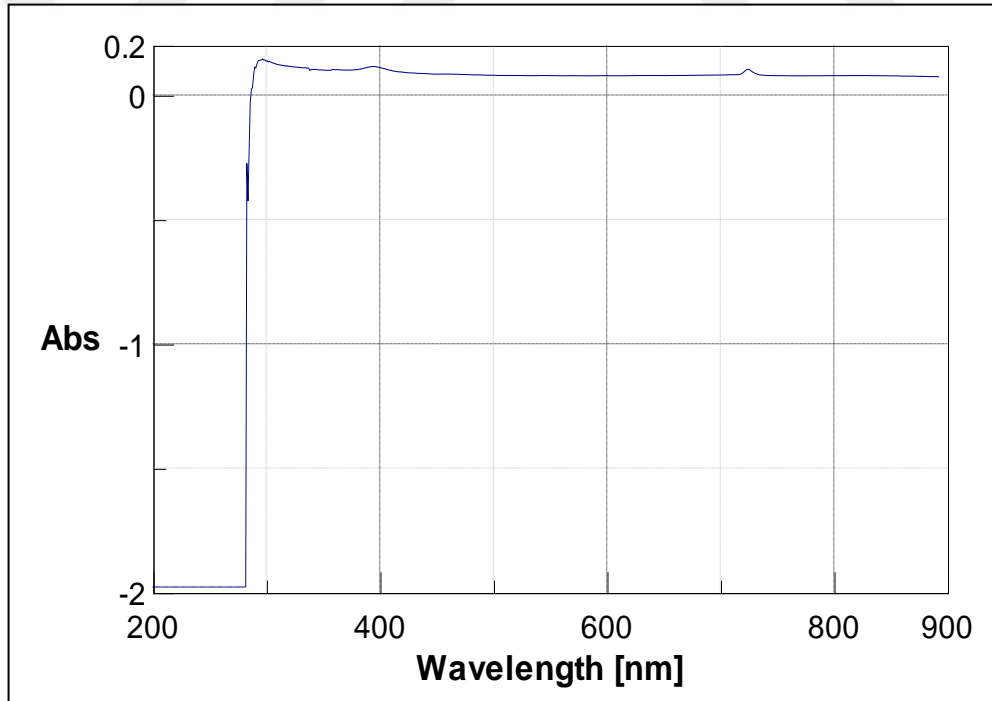


Şekil 85. **21** Kompleksinin UV Spektrumu

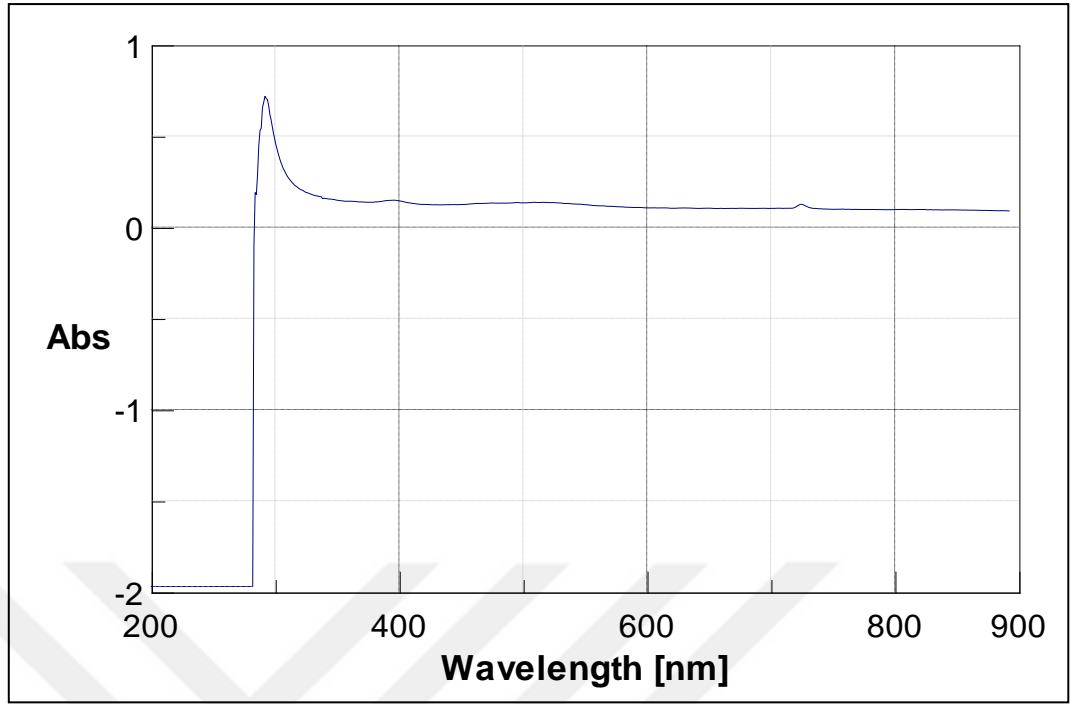
Ek



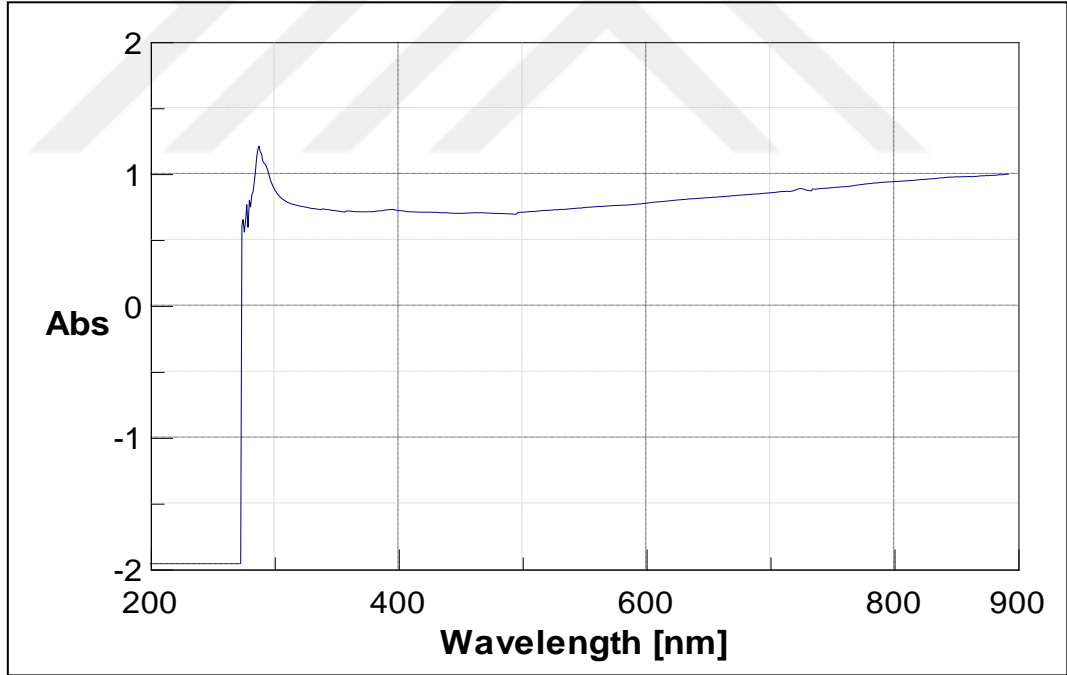
Ek Şekil 86. **22** Kompleksinin UV Spektrumu



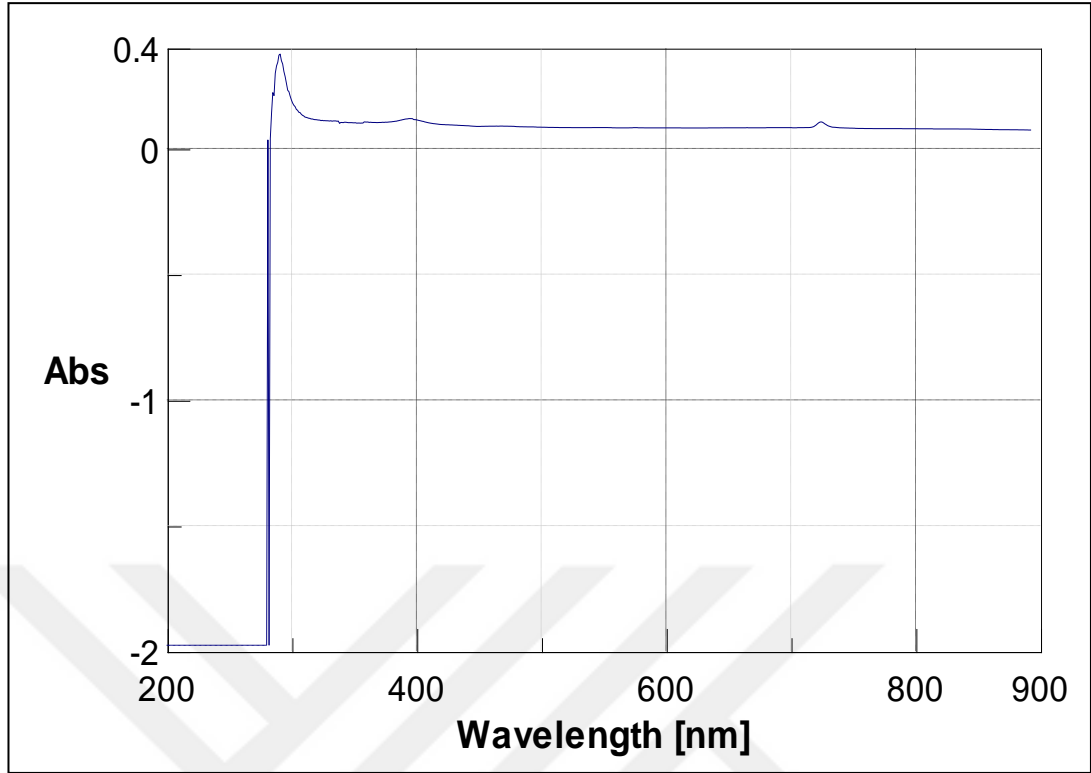
Ek Şekil 87. **23** Kompleksinin UV Spektrumu



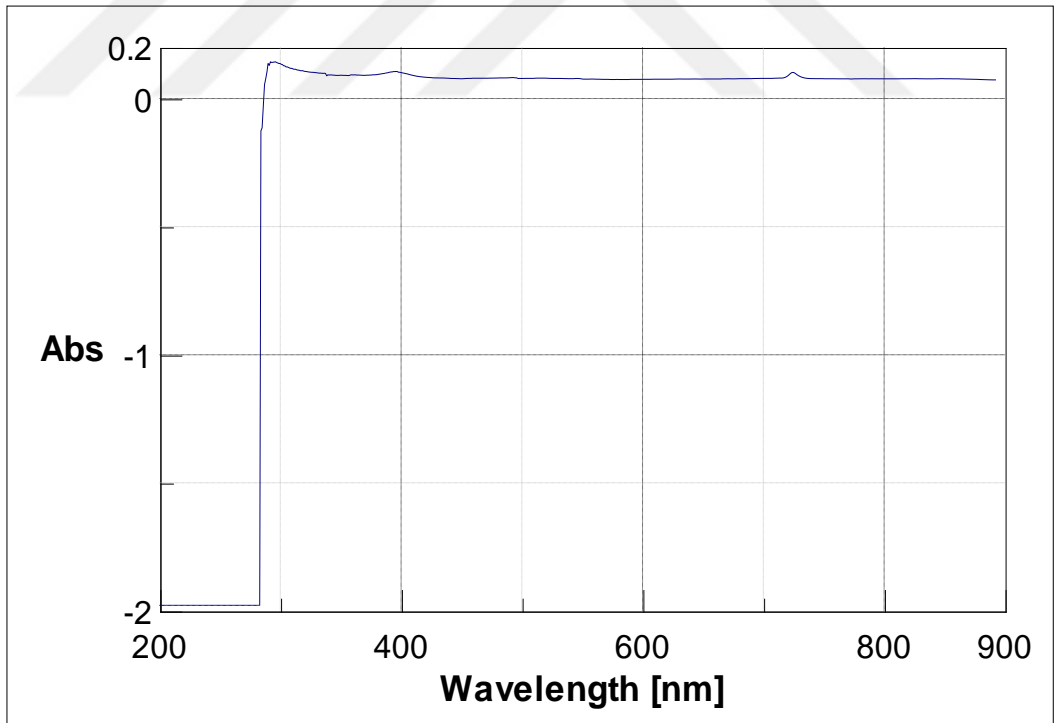
Ek Şekil 88. 25 Kompleksinin UV Spektrumu



Ek Şekil 89. 26 Kompleksinin UV Spektrumu



Ek Şekil 90. **28** Kompleksinin UV Spektrumu



Ek Şekil 91. **29** Kompleksinin UV Spektrumu

Ek Tablo 1. 1 Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler [$\text{\AA},^\circ$]

	x	y	z	Uiso*/Ueq
Co1	0.5000	0.5000	0.5000	0.02399 (18)
O1	0.55057 (8)	0.6264 (2)	0.4251 (3)	0.0409 (6)
O2	0.57111 (9)	0.7216 (3)	0.6626 (3)	0.0503 (7)
O3	0.45248 (10)	0.6292 (3)	0.4084 (3)	0.0492 (7)
H31	0.4484 (17)	0.625 (6)	0.310 (2)	0.086 (17)*
H32	0.4289 (10)	0.656 (4)	0.446 (5)	0.057 (13)*
O4	0.5000	0.4132 (3)	0.2500	0.0274 (6)
H41	0.5249 (8)	0.378 (4)	0.237 (5)	0.048 (10)*
O5	0.37711 (14)	0.7250 (4)	0.5521 (4)	0.0768 (10)
H51	0.3607 (18)	0.785 (4)	0.522 (7)	0.103 (15)*
H52	0.385 (2)	0.740 (6)	0.649 (3)	0.100 (15)*
C1	0.57564 (11)	0.7012 (3)	0.5121 (4)	0.0348 (6)
C2	0.61375 (11)	0.7694 (3)	0.4254 (4)	0.0366 (7)
C3	0.65665 (13)	0.7129 (4)	0.4284 (5)	0.0509 (9)
C4	0.69080 (15)	0.7756 (5)	0.3429 (6)	0.0625 (11)
H4	0.7196	0.7386	0.3439	0.075*
C5	0.68271 (16)	0.8917 (5)	0.2564 (5)	0.0647 (12)
C6	0.64030 (15)	0.9461 (4)	0.2567 (5)	0.0567 (11)
H6	0.6349	1.0245	0.1997	0.068*
C7	0.60467 (13)	0.8874 (4)	0.3403 (4)	0.0450 (8)
C8	0.55866 (16)	0.9483 (5)	0.3372 (7)	0.0689 (12)
H8A	0.5409	0.9133	0.2458	0.103*
H8B	0.5614	1.0421	0.3252	0.103*
H8C	0.5441	0.9286	0.4387	0.103*
C9	0.7209 (2)	0.9563 (8)	0.1634 (8)	0.109 (2)
H9A	0.7152	0.9467	0.0465	0.164*
H9B	0.7491	0.9145	0.1941	0.164*
H9C	0.7225	1.0482	0.1911	0.164*
C10	0.66644 (18)	0.5874 (5)	0.5233 (7)	0.0777 (15)
H10A	0.6629	0.6028	0.6391	0.117*
H10B	0.6970	0.5597	0.5049	0.117*
H10C	0.6457	0.5198	0.4860	0.117*
Co1—O1		2.074 (2)	C3—C10	1.509 (6)
Co1—O1i		2.074 (2)	C4—C5	1.387 (7)
Co1—O3		2.041 (2)	C4—H4	0.9300
Co1—O3i		2.041 (2)	C5—C9	1.524 (6)

Co1—O4	2.2060 (11)	C6—C5	1.368 (7)
Co1—O4i	2.2060 (11)	C6—H6	0.9300
O1—C1	1.259 (4)	C7—C6	1.402 (5)
O2—C1	1.246 (4)	C7—C8	1.492 (6)
O3—H31	0.806 (19)	C8—H8A	0.9600
O3—H32	0.818 (18)	C8—H8B	0.9600
O4—Co1ii	2.2060 (11)	C8—H8C	0.9600
O4—H41	0.827 (18)	C9—H9A	0.9600
O5—H51	0.812 (10)	C9—H9B	0.9600
O5—H52	0.820 (10)	C9—H9C	0.9600
C2—C1	1.513 (4)	C10—H10A	0.9600
C2—C3	1.390 (5)	C10—H10B	0.9600
C2—C7	1.401 (5)	C10—H10C	0.9600
C3—C4	1.395 (5)		
O1—Co1—O1i	180.00 (9)	C4—C3—C10	120.5 (4)
O1—Co1—O4	87.53 (7)	C3—C4—H4	119.3
O1i—Co1—O4	92.47 (7)	C5—C4—C3	121.5 (4)
O1—Co1—O4i	92.47 (7)	C5—C4—H4	119.3
O1i—Co1—O4i	87.53 (7)	C4—C5—C9	119.7 (5)
O3—Co1—O1	89.44 (11)	C6—C5—C4	118.9 (4)
O3i—Co1—O1	90.56 (11)	C6—C5—C9	121.4 (5)
O3—Co1—O1i	90.56 (11)	C5—C6—C7	122.1 (4)
O3i—Co1—O1i	89.44 (11)	C5—C6—H6	119.0
O3i—Co1—O3	180.00 (12)	C7—C6—H6	119.0
O3—Co1—O4	86.80 (8)	C2—C7—C6	117.7 (4)
O3i—Co1—O4	93.20 (8)	C2—C7—C8	121.4 (3)
O3—Co1—O4i	93.20 (8)	C6—C7—C8	120.9 (4)
O3i—Co1—O4i	86.80 (8)	C7—C8—H8A	109.5
O4i—Co1—O4	180.0	C7—C8—H8B	109.5
C1—O1—Co1	128.67 (19)	C7—C8—H8C	109.5
Co1—O3—H32	131 (3)	H8A—C8—H8B	109.5
Co1—O3—H31	114 (4)	H8A—C8—H8C	109.5
H32—O3—H31	107 (4)	H8B—C8—H8C	109.5
Co1—O4—Co1ii	132.95 (13)	C5—C9—H9A	109.5
Co1—O4—H41	108 (3)	C5—C9—H9B	109.5
Co1ii—O4—H41	92 (3)	C5—C9—H9C	109.5
H51—O5—H52	107 (4)	H9A—C9—H9B	109.5
O1—C1—C2	116.7 (3)	H9A—C9—H9C	109.5

O2—C1—O1	124.5 (3)	H9B—C9—H9C	109.5
O2—C1—C2	118.9 (3)	C3—C10—H10A	109.5
C3—C2—C1	119.7 (3)	C3—C10—H10B	109.5
C3—C2—C7	121.3 (3)	C3—C10—H10C	109.5
C7—C2—C1	119.0 (3)	H10A—C10—H10B	109.5
C2—C3—C4	118.5 (4)	H10A—C10—H10C	109.5
C2—C3—C10	121.1 (4)	H10B—C10—H10C	109.5
O3—Co1—O1—C1	105.4 (3)	C1—C2—C3—C10	-2.7 (6)
O3i—Co1—O1—C1	-74.6 (3)	C7—C2—C3—C4	-0.7 (6)
O4—Co1—O1—C1	-167.8 (3)	C7—C2—C3—C10	178.7 (4)
O4i—Co1—O1—C1	12.2 (3)	C1—C2—C7—C6	-178.0 (3)
O1—Co1—O4—Co1ii	-46.09 (7)	C1—C2—C7—C8	1.5 (5)
O1i—Co1—O4—Co1ii	133.91 (7)	C3—C2—C7—C6	0.6 (5)
O3—Co1—O4—Co1ii	43.49 (9)	C3—C2—C7—C8	-179.9 (4)
O3i—Co1—O4—Co1ii	-136.51 (9)	C2—C3—C4—C5	0.1 (7)
Co1—O1—C1—O2	-7.3 (5)	C10—C3—C4—C5	-179.3 (5)
Co1—O1—C1—C2	172.4 (2)	C3—C4—C5—C6	0.6 (7)
C3—C2—C1—O1	-94.3 (4)	C3—C4—C5—C9	-179.5 (5)
C3—C2—C1—O2	85.4 (4)	C7—C6—C5—C4	-0.7 (7)
C7—C2—C1—O1	84.4 (4)	C7—C6—C5—C9	179.4 (5)
C7—C2—C1—O2	-95.9 (4)	C2—C7—C6—C5	0.1 (6)
C1—C2—C3—C4	177.9 (3)	C8—C7—C6—C5	-179.4 (4)

Ek Tablo 2. 1 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi [\AA , $^\circ$]

$D-H\cdots A$	$D-H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D-H\cdots A$
O3—H31 \cdots O1ii	0.80	1.90 (2)	2.697	170 (5)
O3—H32 \cdots O5	0.82 (3)	1.91 (3)	2.724 (5)	174 (3)
O4—H41 \cdots O2iii	0.83 (3)	1.82 (3)	2.622 (3)	164 (4)
O5—H52 \cdots O2iv	0.82 (3)	1.98 (4)	2.726 (4)	151 (6)
C10—H10C \cdots O5i	0.96	2.59	3.466 (7)	152
C6—H6 \cdots Cg1v	0.93	3.28	4.063 (4)	143
C9—H9A \cdots Cg1v	0.96	3.40	3.961 (7)	120

Simetri Kodu:(i) $-x+1, -y+1, -z+1$; (ii) $-x+1, y, -z+1/2$; (iii) $x, -y+1, z-1/2$; (iv) $-x+1, y, -z+3/2$; (v) $-x+1/2, y+3/2, -z-1/2$.

Ek Tablo 3. 6 Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler [$\text{\AA},^\circ$]

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> _{iso} */ <i>U</i> _{eq}
Cu1	0.239902 (12)	0.411564 (19)	0.30231 (3)	0.03970 (9)
Cu2	0.280625 (12)	0.30456 (2)	0.18371 (3)	0.04180 (10)
O1	0.20128 (7)	0.42725 (13)	0.13420 (18)	0.0509 (6)
O2	0.22783 (7)	0.32167 (13)	0.04546 (18)	0.0515 (6)
O3	0.32599 (7)	0.29941 (16)	0.34120 (17)	0.0535 (5)
O4	0.28428 (8)	0.37737 (14)	0.45109 (19)	0.0527 (6)
O5	0.29283 (9)	0.47641 (15)	0.2605 (2)	0.0615 (6)
O6	0.31786 (9)	0.39256 (15)	0.1280 (2)	0.0596 (7)
O7	0.19297 (7)	0.33013 (14)	0.3270 (2)	0.0507 (6)
O8	0.23743 (8)	0.23502 (14)	0.2633 (2)	0.0541 (6)
O9	0.44557 (8)	0.12811 (17)	0.2878 (2)	0.0652 (6)
O10	0.06281 (8)	0.55162 (17)	0.2345 (3)	0.0716 (7)
N1	0.31634 (9)	0.21015 (16)	0.1016 (2)	0.0443 (6)
N2	0.46313 (10)	0.06819 (19)	0.1157 (3)	0.0676 (8)
H2A	0.4920	0.0571	0.1503	0.081*
H2B	0.4534	0.0542	0.0396	0.081*
N3	0.20298 (9)	0.50200 (15)	0.3904 (2)	0.0426 (6)
N4	0.04618 (10)	0.60685 (19)	0.4118 (3)	0.0677 (8)
H4A	0.0161	0.6123	0.3820	0.081*
H4B	0.0567	0.6223	0.4867	0.081*
C1	0.19966 (11)	0.3779 (2)	0.0476 (3)	0.0458 (7)
C2	0.16007 (13)	0.38795 (19)	-0.0621 (3)	0.0527 (8)
C3	0.11368 (14)	0.3644 (2)	-0.0520 (4)	0.0672 (10)
C4	0.07795 (15)	0.3761 (2)	-0.1561 (4)	0.0807 (12)
H4	0.0465	0.3600	-0.1515	0.097*
C5	0.08796 (16)	0.4107 (3)	-0.2648 (3)	0.0781 (12)
C6	0.13336 (17)	0.4347 (2)	-0.2702 (3)	0.0790 (13)
H6	0.1399	0.4598	-0.3424	0.095*
C7	0.17125 (14)	0.4234 (2)	-0.1717 (3)	0.0624 (9)
C8	0.10128 (15)	0.3257 (3)	0.0654 (4)	0.1026 (17)
H8A	0.0669	0.3274	0.0652	0.154*
H8B	0.1172	0.3525	0.1381	0.154*
H8C	0.1119	0.2729	0.0675	0.154*

C9	0.04713 (19)	0.4217 (3)	-0.3750 (4)	0.121 (2)
H9A	0.0186	0.3952	-0.3574	0.181*
H9B	0.0570	0.4010	-0.4502	0.181*
H9C	0.0402	0.4759	-0.3863	0.181*
C10	0.22098 (18)	0.4523 (4)	-0.1810 (4)	0.0955 (15)
H10A	0.2278	0.4454	-0.2652	0.143*
H10B	0.2441	0.4240	-0.1239	0.143*
H10C	0.2230	0.5063	-0.1597	0.143*
C11	0.31862 (10)	0.33173 (18)	0.4411 (3)	0.0429 (7)
C12	0.35379 (10)	0.3143 (2)	0.5561 (2)	0.0437 (7)
C13	0.40357 (10)	0.3205 (2)	0.5505 (3)	0.0553 (8)
C14	0.43536 (11)	0.3010 (3)	0.6573 (3)	0.0687 (10)
H14	0.4684	0.3058	0.6553	0.082*
C15	0.42023 (13)	0.2751 (2)	0.7651 (3)	0.0631 (10)
C16	0.37164 (14)	0.2692 (2)	0.7671 (3)	0.0649 (10)
H16	0.3609	0.2514	0.8399	0.078*
C17	0.33741 (11)	0.2886 (2)	0.6652 (3)	0.0553 (9)
C18	0.42314 (14)	0.3460 (3)	0.4338 (4)	0.0879 (14)
H18A	0.4014	0.3828	0.3890	0.132*
H18B	0.4262	0.3020	0.3812	0.132*
H18C	0.4543	0.3696	0.4567	0.132*
C19	0.45624 (16)	0.2522 (3)	0.8763 (4)	0.0939 (15)
H19A	0.4399	0.2452	0.9482	0.141*
H19B	0.4802	0.2920	0.8935	0.141*
H19C	0.4716	0.2046	0.8583	0.141*
C20	0.28484 (13)	0.2766 (3)	0.6738 (4)	0.0895 (17)
H20A	0.2816	0.2466	0.7473	0.134*
H20B	0.2698	0.2496	0.6005	0.134*
H20C	0.2694	0.3259	0.6793	0.134*
C21	0.32081 (11)	0.4560 (2)	0.1842 (3)	0.0495 (8)
C22	0.36131 (12)	0.5106 (2)	0.1680 (3)	0.0508 (8)
C23	0.40471 (15)	0.4835 (3)	0.1295 (4)	0.0757 (11)
C24	0.44281 (16)	0.5350 (3)	0.1284 (5)	0.0941 (15)
H24	0.4713	0.5166	0.1036	0.113*
C25	0.44094 (15)	0.6109 (3)	0.1614 (4)	0.0848 (13)
C26	0.39781 (15)	0.6374 (3)	0.1929 (4)	0.0729 (11)
H26	0.3949	0.6896	0.2117	0.087*
C27	0.35870 (12)	0.5894 (2)	0.1974 (3)	0.0606 (9)

C28	0.41129 (19)	0.4012 (3)	0.0869 (6)	0.117 (2)
H28A	0.4060	0.3660	0.1526	0.176*
H28B	0.4436	0.3947	0.0676	0.176*
H28C	0.3885	0.3906	0.0133	0.176*
C29	0.48412 (19)	0.6644 (4)	0.1659 (6)	0.125 (2)
H29A	0.4937	0.6818	0.2505	0.188*
H29B	0.4756	0.7082	0.1124	0.188*
H29C	0.5105	0.6371	0.1375	0.188*
C30	0.31381 (15)	0.6275 (3)	0.2358 (6)	0.1002 (17)
H30A	0.2854	0.6049	0.1891	0.150*
H30B	0.3144	0.6819	0.2185	0.150*
H30C	0.3134	0.6196	0.3240	0.150*
C31	0.20049 (11)	0.2598 (2)	0.3071 (3)	0.0449 (8)
C32	0.16422 (12)	0.2020 (2)	0.3347 (3)	0.0522 (8)
C33	0.13735 (14)	0.2143 (2)	0.4338 (4)	0.0671 (10)
C34	0.10455 (18)	0.1582 (3)	0.4569 (4)	0.0922 (14)
H34	0.0868	0.1662	0.5228	0.111*
C35	0.0967 (2)	0.0922 (3)	0.3890 (6)	0.1039 (17)
C36	0.12263 (19)	0.0821 (3)	0.2899 (5)	0.0980 (16)
H36	0.1173	0.0377	0.2410	0.118*
C37	0.15580 (15)	0.1348 (2)	0.2611 (4)	0.0687 (10)
C38	0.14293 (17)	0.2838 (3)	0.5166 (4)	0.0919 (14)
H38A	0.1767	0.2925	0.5453	0.138*
H38B	0.1262	0.2756	0.5875	0.138*
H38C	0.1295	0.3281	0.4702	0.138*
C39	0.0593 (3)	0.0313 (4)	0.4179 (8)	0.193 (4)
H39A	0.0600	-0.0122	0.3627	0.290*
H39B	0.0275	0.0538	0.4055	0.290*
H39C	0.0670	0.0145	0.5034	0.290*
C40	0.18033 (17)	0.1189 (3)	0.1461 (4)	0.0982 (15)
H40A	0.1788	0.1644	0.0946	0.147*
H40B	0.1641	0.0771	0.0988	0.147*
H40C	0.2135	0.1051	0.1723	0.147*
C41	0.36040 (10)	0.18707 (19)	0.1549 (3)	0.0455 (7)
H41	0.3755	0.2140	0.2246	0.055*
C42	0.38439 (10)	0.12515 (18)	0.1110 (3)	0.0427 (7)
C43	0.36146 (12)	0.0844 (2)	0.0096 (3)	0.0565 (8)
H43	0.3766	0.0423	-0.0218	0.068*

C44	0.31598 (13)	0.1064 (2)	-0.0448 (3)	0.0620 (9)
H44	0.2998	0.0792	-0.1126	0.074*
C45	0.29488 (11)	0.1698 (2)	0.0032 (3)	0.0515 (8)
H45	0.2643	0.1852	-0.0347	0.062*
C46	0.43379 (11)	0.10668 (19)	0.1795 (3)	0.0501 (8)
C47	0.15598 (10)	0.51250 (18)	0.3511 (3)	0.0418 (7)
H47	0.1412	0.4809	0.2868	0.050*
C48	0.12797 (10)	0.56738 (19)	0.3998 (3)	0.0446 (7)
C49	0.15054 (12)	0.61396 (19)	0.4959 (3)	0.0533 (8)
H49	0.1332	0.6520	0.5313	0.064*
C50	0.19866 (13)	0.6030 (2)	0.5376 (3)	0.0578 (9)
H50	0.2144	0.6331	0.6025	0.069*
C51	0.22351 (11)	0.5469 (2)	0.4825 (3)	0.0504 (8)
H51	0.2563	0.5402	0.5113	0.060*
C52	0.07610 (11)	0.5748 (2)	0.3426 (3)	0.0523 (8)
Cu1—Cu2	2.5990 (4)	C19—H19C	0.9600	
Cu1—O1	1.9874 (18)	C20—H20A	0.9600	
Cu1—O4	1.970 (2)	C20—H20B	0.9600	
Cu1—O5	1.958 (2)	C20—H20C	0.9600	
Cu1—O7	1.967 (2)	C21—C22	1.502 (5)	
Cu1—N3	2.164 (2)	C22—C23	1.415 (5)	
Cu2—O2	1.9611 (18)	C22—C27	1.403 (5)	
Cu2—O3	1.9671 (18)	C24—C25	1.362 (7)	
Cu2—O6	1.983 (3)	C24—C23	1.388 (6)	
Cu2—O8	1.981 (2)	C24—H24	0.9300	
Cu2—N1	2.165 (2)	C25—C29	1.514 (6)	
O1—C1	1.258 (4)	C26—C25	1.375 (6)	
O2—C1	1.253 (4)	C26—C27	1.377 (6)	
O3—C11	1.254 (3)	C26—H26	0.9300	
O4—C11	1.258 (3)	C27—C30	1.523 (6)	
O5—C21	1.262 (4)	C28—C23	1.515 (6)	
O6—C21	1.248 (4)	C28—H28A	0.9600	
O7—C31	1.258 (4)	C28—H28B	0.9600	
O8—C31	1.268 (4)	C28—H28C	0.9600	
O9—C46	1.222 (4)	C29—H29A	0.9600	
O10—C52	1.236 (4)	C29—H29B	0.9600	
N1—C41	1.342 (4)	C29—H29C	0.9600	
N1—C45	1.336 (4)	C30—H30A	0.9600	

N2—H2A	0.8600	C30—H30B	0.9600
N2—H2B	0.8600	C30—H30C	0.9600
N3—C47	1.333 (4)	C31—C32	1.482 (5)
N3—C51	1.323 (4)	C32—C33	1.404 (5)
N4—H4A	0.8600	C32—C37	1.406 (5)
N4—H4B	0.8600	C34—C33	1.380 (6)
C1—C2	1.508 (4)	C34—C35	1.356 (7)
C2—C3	1.377 (5)	C34—H34	0.9300
C2—C7	1.402 (5)	C35—C36	1.382 (7)
C3—C4	1.404 (5)	C35—C39	1.547 (7)
C3—C8	1.512 (6)	C36—H36	0.9300
C4—H4	0.9300	C37—C36	1.366 (6)
C5—C4	1.377 (6)	C37—C40	1.522 (5)
C5—C6	1.343 (6)	C38—C33	1.491 (6)
C5—C9	1.535 (5)	C38—H38A	0.9600
C6—H6	0.9300	C38—H38B	0.9600
C7—C6	1.400 (5)	C38—H38C	0.9600
C7—C10	1.493 (6)	C39—H39A	0.9600
C8—H8A	0.9600	C39—H39B	0.9600
C8—H8B	0.9600	C39—H39C	0.9600
C8—H8C	0.9600	C40—H40A	0.9600
C9—H9A	0.9600	C40—H40B	0.9600
C9—H9B	0.9600	C40—H40C	0.9600
C9—H9C	0.9600	C41—C42	1.381 (4)
C10—H10A	0.9600	C41—H41	0.9300
C10—H10B	0.9600	C42—C43	1.377 (5)
C10—H10C	0.9600	C42—C46	1.502 (4)
C12—C11	1.496 (4)	C43—C44	1.374 (5)
C12—C13	1.404 (4)	C43—H43	0.9300
C12—C17	1.392 (4)	C44—H44	0.9300
C13—C14	1.390 (4)	C45—C44	1.379 (5)
C13—C18	1.505 (5)	C45—H45	0.9300
C14—H14	0.9300	C46—N2	1.321 (4)
C15—C14	1.364 (5)	C47—H47	0.9300
C15—C16	1.364 (5)	C48—C52	1.496 (4)
C15—C19	1.502 (5)	C48—C47	1.379 (4)
C16—H16	0.9300	C48—C49	1.389 (5)
C17—C16	1.388 (4)	C49—C50	1.368 (5)

C17—C20	1.498 (5)	C49—H49	0.9300
C18—H18A	0.9600	C50—C51	1.374 (5)
C18—H18B	0.9600	C50—H50	0.9300
C18—H18C	0.9600	C51—H51	0.9300
C19—H19A	0.9600	C52—N4	1.317 (4)
C19—H19B	0.9600		
O1—Cu1—Cu2	82.47 (6)	H19B—C19—H19C	109.5
O4—Cu1—Cu2	85.23 (6)	C17—C20—H20A	109.5
O5—Cu1—Cu2	84.10 (7)	C17—C20—H20B	109.5
O7—Cu1—Cu2	84.47 (7)	C17—C20—H20C	109.5
N3—Cu1—Cu2	176.46 (6)	H20A—C20—H20B	109.5
O4—Cu1—O1	167.66 (9)	H20A—C20—H20C	109.5
O5—Cu1—O1	92.42 (10)	H20B—C20—H20C	109.5
O7—Cu1—O1	86.28 (9)	O5—C21—C22	116.5 (3)
O5—Cu1—O4	87.16 (10)	O6—C21—O5	123.8 (3)
O7—Cu1—O4	91.69 (10)	O6—C21—C22	119.6 (3)
O5—Cu1—O7	168.56 (10)	C23—C22—C21	121.1 (3)
O1—Cu1—N3	93.99 (9)	C27—C22—C21	121.3 (3)
O4—Cu1—N3	98.31 (9)	C27—C22—C23	117.5 (3)
O5—Cu1—N3	96.28 (10)	C22—C23—C28	123.0 (4)
O7—Cu1—N3	95.14 (9)	C24—C23—C22	118.7 (4)
O2—Cu2—Cu1	86.03 (6)	C24—C23—C28	118.3 (4)
O3—Cu2—Cu1	83.25 (7)	C23—C24—H24	118.1
O6—Cu2—Cu1	83.53 (7)	C25—C24—C23	123.8 (4)
O8—Cu2—Cu1	83.33 (7)	C25—C24—H24	118.1
N1—Cu2—Cu1	174.66 (7)	C24—C25—C26	116.9 (4)
O2—Cu2—O3	169.03 (9)	C24—C25—C29	122.4 (4)
O2—Cu2—O6	91.44 (10)	C26—C25—C29	120.7 (5)
O3—Cu2—O6	89.65 (11)	C25—C26—C27	122.3 (4)
O8—Cu2—O6	166.79 (10)	C25—C26—H26	118.8
O2—Cu2—O8	88.92 (9)	C27—C26—H26	118.8
O3—Cu2—O8	87.55 (10)	C26—C27—C22	120.7 (4)
O2—Cu2—N1	98.31 (9)	C26—C27—C30	115.9 (4)
O3—Cu2—N1	92.28 (9)	C22—C27—C30	123.4 (4)
O6—Cu2—N1	99.40 (9)	C23—C28—H28A	109.5
O8—Cu2—N1	93.61 (10)	C23—C28—H28B	109.5
C1—O1—Cu1	122.58 (19)	C23—C28—H28C	109.5
C1—O2—Cu2	120.58 (19)	H28A—C28—H28B	109.5

C11—O3—Cu2	123.63 (18)	H28A—C28—H28C	109.5
C11—O4—Cu1	121.18 (18)	H28B—C28—H28C	109.5
C21—O5—Cu1	123.2 (2)	C25—C29—H29A	109.5
C21—O6—Cu2	121.9 (2)	C25—C29—H29B	109.5
C31—O7—Cu1	122.6 (2)	C25—C29—H29C	109.5
C31—O8—Cu2	122.2 (2)	H29A—C29—H29B	109.5
C41—N1—Cu2	119.8 (2)	H29A—C29—H29C	109.5
C45—N1—Cu2	122.4 (2)	H29B—C29—H29C	109.5
C45—N1—C41	117.6 (3)	C27—C30—H30A	109.5
C46—N2—H2A	120.0	C27—C30—H30B	109.5
C46—N2—H2B	120.0	C27—C30—H30C	109.5
H2A—N2—H2B	120.0	H30A—C30—H30B	109.5
C47—N3—Cu1	117.9 (2)	H30A—C30—H30C	109.5
C51—N3—Cu1	124.7 (2)	H30B—C30—H30C	109.5
C51—N3—C47	117.4 (3)	O7—C31—O8	123.6 (3)
C52—N4—H4A	120.0	O7—C31—C32	118.8 (3)
C52—N4—H4B	120.0	O8—C31—C32	117.5 (3)
H4A—N4—H4B	120.0	C33—C32—C31	120.3 (3)
O1—C1—C2	116.5 (3)	C33—C32—C37	119.2 (3)
O2—C1—O1	125.7 (3)	C37—C32—C31	120.5 (3)
O2—C1—C2	117.8 (3)	C32—C33—C38	123.6 (4)
C3—C2—C1	119.8 (3)	C34—C33—C32	118.1 (4)
C3—C2—C7	121.3 (3)	C34—C33—C38	118.3 (4)
C7—C2—C1	118.8 (3)	C33—C34—H34	118.2
C2—C3—C4	117.6 (4)	C35—C34—C33	123.6 (4)
C2—C3—C8	121.8 (3)	C35—C34—H34	118.2
C4—C3—C8	120.6 (4)	C34—C35—C36	117.4 (4)
C3—C4—H4	118.9	C34—C35—C39	121.7 (5)
C5—C4—C3	122.2 (4)	C36—C35—C39	120.8 (6)
C5—C4—H4	118.9	C35—C36—H36	118.8
C4—C5—C9	119.4 (5)	C37—C36—C35	122.5 (5)
C6—C5—C4	118.6 (3)	C37—C36—H36	118.8
C6—C5—C9	122.0 (4)	C32—C37—C40	123.3 (4)
C5—C6—C7	122.7 (4)	C36—C37—C32	119.2 (4)
C5—C6—H6	118.7	C36—C37—C40	117.5 (4)
C7—C6—H6	118.7	C33—C38—H38A	109.5
C2—C7—C10	121.6 (3)	C33—C38—H38B	109.5
C6—C7—C2	117.6 (4)	C33—C38—H38C	109.5

C6—C7—C10	120.8 (4)	H38A—C38—H38B	109.5
C3—C8—H8A	109.5	H38A—C38—H38C	109.5
C3—C8—H8B	109.5	H38B—C38—H38C	109.5
C3—C8—H8C	109.5	C35—C39—H39A	109.5
H8A—C8—H8B	109.5	C35—C39—H39B	109.5
H8A—C8—H8C	109.5	C35—C39—H39C	109.5
H8B—C8—H8C	109.5	H39A—C39—H39B	109.5
C5—C9—H9A	109.5	H39A—C39—H39C	109.5
C5—C9—H9B	109.5	H39B—C39—H39C	109.5
C5—C9—H9C	109.5	C37—C40—H40A	109.5
H9A—C9—H9B	109.5	C37—C40—H40B	109.5
H9A—C9—H9C	109.5	C37—C40—H40C	109.5
H9B—C9—H9C	109.5	H40A—C40—H40B	109.5
C7—C10—H10A	109.5	H40A—C40—H40C	109.5
C7—C10—H10B	109.5	H40B—C40—H40C	109.5
C7—C10—H10C	109.5	N1—C41—C42	123.0 (3)
H10A—C10—H10B	109.5	N1—C41—H41	118.5
H10A—C10—H10C	109.5	C42—C41—H41	118.5
H10B—C10—H10C	109.5	C41—C42—C46	116.9 (3)
O3—C11—O4	124.9 (3)	C43—C42—C41	118.3 (3)
O3—C11—C12	116.8 (2)	C43—C42—C46	124.8 (3)
O4—C11—C12	118.3 (3)	C42—C43—H43	120.2
C13—C12—C11	119.1 (3)	C44—C43—C42	119.5 (3)
C17—C12—C11	120.4 (2)	C44—C43—H43	120.2
C17—C12—C13	120.4 (3)	C43—C44—C45	118.6 (3)
C12—C13—C18	122.5 (3)	C43—C44—H44	120.7
C14—C13—C12	117.8 (3)	C45—C44—H44	120.7
C14—C13—C18	119.7 (3)	N1—C45—C44	123.0 (3)
C13—C14—H14	118.5	N1—C45—H45	118.5
C15—C14—C13	122.9 (3)	C44—C45—H45	118.5
C15—C14—H14	118.5	O9—C46—N2	123.0 (3)
C14—C15—C19	120.6 (4)	O9—C46—C42	120.4 (3)
C16—C15—C14	117.9 (3)	N2—C46—C42	116.5 (3)
C16—C15—C19	121.5 (4)	N3—C47—C48	124.0 (3)
C15—C16—C17	122.9 (3)	N3—C47—H47	118.0
C15—C16—H16	118.5	C48—C47—H47	118.0
C17—C16—H16	118.5	C47—C48—C49	117.4 (3)
C12—C17—C20	122.6 (3)	C47—C48—C52	118.1 (3)

C16—C17—C12	118.1 (3)	C49—C48—C52	124.5 (3)
C16—C17—C20	119.2 (3)	C48—C49—H49	120.5
C13—C18—H18A	109.5	C50—C49—C48	118.9 (3)
C13—C18—H18B	109.5	C50—C49—H49	120.5
C13—C18—H18C	109.5	C49—C50—C51	119.3 (3)
H18A—C18—H18B	109.5	C49—C50—H50	120.4
H18A—C18—H18C	109.5	C51—C50—H50	120.4
H18B—C18—H18C	109.5	N3—C51—C50	123.0 (3)
C15—C19—H19A	109.5	N3—C51—H51	118.5
C15—C19—H19B	109.5	C50—C51—H51	118.5
C15—C19—H19C	109.5	O10—C52—N4	122.6 (3)
H19A—C19—H19B	109.5	O10—C52—C48	120.1 (3)
H19A—C19—H19C	109.5	N4—C52—C48	117.3 (3)
O1—Cu1—Cu2—O2	-10.92 (9)	C1—C2—C3—C4	179.0 (3)
O1—Cu1—Cu2—O3	171.40 (11)	C1—C2—C3—C8	-2.2 (6)
O1—Cu1—Cu2—O6	80.98 (10)	C7—C2—C3—C4	0.9 (6)
O1—Cu1—Cu2—O8	-100.30 (10)	C7—C2—C3—C8	179.7 (4)
O4—Cu1—Cu2—O2	168.21 (10)	C1—C2—C7—C6	-177.6 (3)
O4—Cu1—Cu2—O3	-9.47 (11)	C1—C2—C7—C10	-1.0 (5)
O4—Cu1—Cu2—O6	-99.89 (10)	C3—C2—C7—C6	0.6 (5)
O4—Cu1—Cu2—O8	78.84 (10)	C3—C2—C7—C10	177.1 (4)
O5—Cu1—Cu2—O2	-104.16 (10)	C2—C3—C4—C5	-0.8 (6)
O5—Cu1—Cu2—O3	78.16 (11)	C8—C3—C4—C5	-179.6 (4)
O5—Cu1—Cu2—O6	-12.25 (11)	C6—C5—C4—C3	-0.8 (6)
O5—Cu1—Cu2—O8	166.47 (10)	C9—C5—C4—C3	-180.0 (4)
O7—Cu1—Cu2—O2	76.04 (10)	C4—C5—C6—C7	2.4 (7)
O7—Cu1—Cu2—O3	-101.64 (10)	C9—C5—C6—C7	-178.5 (4)
O7—Cu1—Cu2—O6	167.94 (10)	C2—C7—C6—C5	-2.3 (6)
O7—Cu1—Cu2—O8	-13.33 (9)	C10—C7—C6—C5	-178.9 (4)
Cu2—Cu1—O1—C1	16.1 (2)	C13—C12—C11—O3	49.5 (4)
O4—Cu1—O1—C1	12.1 (6)	C13—C12—C11—O4	-130.2 (3)
O5—Cu1—O1—C1	99.8 (2)	C17—C12—C11—O3	-127.3 (3)
O7—Cu1—O1—C1	-68.8 (2)	C17—C12—C11—O4	53.0 (5)
N3—Cu1—O1—C1	-163.7 (2)	C11—C12—C13—C14	-177.5 (3)
Cu2—Cu1—O4—C11	10.9 (2)	C11—C12—C13—C18	1.6 (6)
O1—Cu1—O4—C11	15.0 (6)	C17—C12—C13—C14	-0.7 (5)
O5—Cu1—O4—C11	-73.4 (2)	C17—C12—C13—C18	178.4 (4)

O7—Cu1—O4—C11	95.2 (2)	C11—C12—C17—C16	176.5 (3)
N3—Cu1—O4—C11	-169.3 (2)	C11—C12—C17—C20	0.4 (6)
Cu2—Cu1—O5—C21	11.1 (3)	C13—C12—C17—C16	-0.2 (5)
O1—Cu1—O5—C21	-71.1 (3)	C13—C12—C17—C20	-176.4 (4)
O4—Cu1—O5—C21	96.6 (3)	C12—C13—C14—C15	1.2 (6)
O7—Cu1—O5—C21	12.1 (7)	C18—C13—C14—C15	-177.9 (4)
N3—Cu1—O5—C21	-165.4 (3)	C16—C15—C14—C13	-0.7 (6)
Cu2—Cu1—O7—C31	13.6 (2)	C19—C15—C14—C13	177.8 (4)
O1—Cu1—O7—C31	96.4 (2)	C14—C15—C16—C17	-0.3 (6)
O5—Cu1—O7—C31	12.6 (7)	C19—C15—C16—C17	-178.9 (4)
O4—Cu1—O7—C31	-71.4 (2)	C12—C17—C16—C15	0.8 (6)
N3—Cu1—O7—C31	-169.9 (2)	C20—C17—C16—C15	177.0 (4)
O1—Cu1—N3—C47	35.0 (2)	O6—C21—O5—Cu1	-0.3 (5)
O1—Cu1—N3—C51	-146.3 (3)	C22—C21—O5—Cu1	-176.7 (2)
O4—Cu1—N3—C47	-144.1 (2)	O5—C21—C22—C23	153.9 (3)
O4—Cu1—N3—C51	34.6 (3)	O5—C21—C22—C27	-22.3 (5)
O5—Cu1—N3—C47	127.9 (2)	O6—C21—C22—C23	-22.6 (5)
O5—Cu1—N3—C51	-53.4 (3)	O6—C21—C22—C27	161.2 (3)
O7—Cu1—N3—C47	-51.6 (2)	C21—C22—C23—C24	-173.5 (4)
O7—Cu1—N3—C51	127.1 (3)	C21—C22—C23—C28	7.8 (6)
Cu1—Cu2—O2—C1	9.9 (2)	C27—C22—C23—C24	2.8 (6)
O3—Cu2—O2—C1	22.1 (7)	C27—C22—C23—C28	-175.9 (4)
O6—Cu2—O2—C1	-73.5 (2)	C21—C22—C27—C26	174.1 (3)
O8—Cu2—O2—C1	93.3 (2)	C21—C22—C27—C30	-5.8 (6)
N1—Cu2—O2—C1	-173.2 (2)	C23—C22—C27—C26	-2.2 (5)
Cu1—Cu2—O3—C11	11.8 (3)	C23—C22—C27—C30	177.8 (4)
O2—Cu2—O3—C11	-0.4 (8)	C25—C24—C23—C22	-0.5 (8)
O6—Cu2—O3—C11	95.4 (3)	C25—C24—C23—C28	178.3 (5)
O8—Cu2—O3—C11	-71.7 (3)	C23—C24—C25—C26	-2.5 (8)
N1—Cu2—O3—C11	-165.3 (3)	C23—C24—C25—C29	176.6 (5)
Cu1—Cu2—O6—C21	18.6 (3)	C27—C26—C25—C24	3.2 (7)
O2—Cu2—O6—C21	104.4 (3)	C27—C26—C25—C29	-175.9 (4)
O3—Cu2—O6—C21	-64.6 (3)	C25—C26—C27—C22	-0.9 (6)
O8—Cu2—O6—C21	13.0 (6)	C25—C26—C27—C30	179.1 (4)
N1—Cu2—O6—C21	-156.9 (3)	O7—C31—C32—C33	-32.4 (4)
Cu1—Cu2—O8—C31	18.5 (2)	O7—C31—C32—C37	146.7 (3)
O2—Cu2—O8—C31	-67.6 (2)	O8—C31—C32—C33	148.2 (3)
O3—Cu2—O8—C31	102.0 (2)	O8—C31—C32—C37	-32.6 (4)

Cu2—O3—C11—O4	-7.4 (5)	C32—C37—C36—C35	0.1 (8)
Cu2—O3—C11—C12	172.9 (2)	C40—C37—C36—C35	-177.3 (5)
Cu1—O4—C11—O3	-5.7 (4)	N1—C41—C42—C43	-1.5 (5)
Cu1—O4—C11—C12	174.0 (2)	N1—C41—C42—C46	179.3 (3)
Cu2—O6—C21—O5	-16.6 (5)	C41—C42—C43—C44	0.3 (5)
Cu2—O6—C21—C22	159.6 (2)	C46—C42—C43—C44	179.5 (3)
Cu1—O7—C31—O8	-3.9 (4)	C41—C42—C46—O9	22.0 (4)
Cu1—O7—C31—C32	176.79 (19)	C41—C42—C46—N2	-156.7 (3)
Cu2—O8—C31—O7	-14.5 (4)	C43—C42—C46—O9	-157.2 (3)
Cu2—O8—C31—C32	164.9 (2)	C43—C42—C46—N2	24.1 (5)
Cu2—N1—C41—C42	177.1 (2)	C42—C43—C44—C45	0.9 (6)
C45—N1—C41—C42	1.3 (5)	N1—C45—C44—C43	-1.1 (6)
Cu2—N1—C45—C44	-175.6 (3)	C49—C48—C47—N3	-0.2 (5)
C41—N1—C45—C44	0.0 (5)	C52—C48—C47—N3	177.5 (3)
Cu1—N3—C47—C48	179.3 (2)	C47—C48—C49—C50	-0.4 (5)
C51—N3—C47—C48	0.5 (5)	C52—C48—C49—C50	-178.0 (3)
Cu1—N3—C51—C50	-178.9 (3)	C47—C48—C52—O10	-22.2 (5)
C47—N3—C51—C50	-0.2 (5)	C47—C48—C52—N4	158.1 (3)
O1—C1—C2—C3	-79.3 (4)	C49—C48—C52—O10	155.3 (3)
O1—C1—C2—C7	98.9 (4)	C49—C48—C52—N4	-24.4 (5)
O2—C1—C2—C3	100.5 (4)	C48—C49—C50—C51	0.8 (5)

Ek Tablo 4. 6 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi [$\text{\AA},^\circ$]

$D-H\cdots A$	$D-H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D-H\cdots A$
N2—H2A \cdots O10i	0.86	2.06	2.906 (4)	170
N4—H4A \cdots O9ii	0.86	2.10	2.955 (4)	173
N4—H4B \cdots O9iii	0.86	2.44	3.228 (4)	153
C50—H50 \cdots O8iii	0.93	2.54	3.448 (4)	166

Simetri Kodu: (i) $x+1/2, y-1/2, z$; (ii) $x-1/2, y+1/2, z$; (iii) $-x+1/2, y+1/2, -z+1$.

Ek Tablo 5. 7 Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler [$\text{\AA},^\circ$]

	x	y	z	U_{iso}^*/U_{eq}
Zn1	0.5000	0.74469 (2)	0.2500	0.04143 (13)
O1	0.41787 (9)	0.77620 (12)	0.4394 (2)	0.0656 (5)
O2	0.44479 (7)	0.65455 (11)	0.33298 (16)	0.0544 (4)
O3	0.57370 (8)	0.99041 (10)	0.66283 (17)	0.0589 (4)
O4	0.5000	0.88159 (15)	0.2500	0.0502 (5)
H41	0.5262 (12)	0.9122 (18)	0.222 (3)	0.057 (8)*

N1	0.55509 (9)	0.75557 (11)	0.4431 (2)	0.0449 (4)
N2	0.58656 (10)	0.91889 (14)	0.8743 (2)	0.0522 (5)
H21	0.5893 (13)	0.867 (2)	0.924 (3)	0.078*
H22	0.5842 (13)	0.969 (2)	0.920 (3)	0.078*
C1	0.41195 (9)	0.69614 (15)	0.4166 (2)	0.0436 (5)
C2	0.36403 (9)	0.64607 (14)	0.4853 (2)	0.0433 (5)
C3	0.30732 (11)	0.6708 (2)	0.4566 (3)	0.0657 (7)
C4	0.26398 (12)	0.6235 (3)	0.5224 (4)	0.0879 (10)
H4	0.2263	0.6396	0.5041	0.106*
C5	0.27421 (13)	0.5537 (3)	0.6139 (4)	0.0834 (10)
C6	0.33025 (13)	0.53126 (19)	0.6414 (3)	0.0664 (7)
H6	0.3379	0.4846	0.7038	0.080*
C7	0.37565 (10)	0.57607 (14)	0.5789 (2)	0.0481 (5)
C8	0.43568 (12)	0.5514 (2)	0.6170 (3)	0.0692 (7)
H8A	0.4354	0.5117	0.6980	0.104*
H8B	0.4568	0.6035	0.6420	0.104*
H8C	0.4534	0.5231	0.5356	0.104*
C9	0.29388 (16)	0.7462 (3)	0.3543 (5)	0.1093 (15)
H9A	0.2533	0.7555	0.3514	0.164*
H9B	0.3074	0.7319	0.2589	0.164*
H9C	0.3124	0.7988	0.3877	0.164*
C10	0.22443 (18)	0.5042 (4)	0.6832 (6)	0.144 (2)
H10A	0.1901	0.5384	0.6732	0.217*
H10B	0.2323	0.4949	0.7840	0.217*
H10C	0.2196	0.4484	0.6358	0.217*
C11	0.55380 (9)	0.82679 (13)	0.5282 (2)	0.0431 (5)
H11	0.5294	0.8726	0.5026	0.052*
C12	0.58642 (9)	0.83658 (13)	0.6518 (2)	0.0396 (4)
C13	0.62260 (11)	0.76826 (16)	0.6900 (3)	0.0521 (5)
H13	0.6449	0.7718	0.7732	0.063*
C14	0.62482 (12)	0.69502 (16)	0.6023 (3)	0.0605 (7)
H14	0.6492	0.6485	0.6248	0.073*
C15	0.59098 (11)	0.69098 (15)	0.4816 (2)	0.0524 (6)
H15	0.5930	0.6410	0.4235	0.063*
C16	0.58181 (9)	0.92186 (14)	0.7316 (2)	0.0427 (5)
Zn1—O2i		2.0311 (16)	C6—C5	1.379 (5)
Zn1—O2		2.0311 (16)	C6—H6	0.9300

Zn1—O4	2.076 (2)	C7—C6	1.387 (3)
Zn1—N1	2.2066 (19)	C7—C8	1.496 (4)
Zn1—N1i	2.2066 (19)	C8—H8A	0.9600
O1—C1	1.240 (3)	C8—H8B	0.9600
O2—C1	1.259 (3)	C8—H8C	0.9600
O3—C16	1.233 (3)	C9—H9A	0.9600
O4—H41	0.81 (3)	C9—H9B	0.9600
N1—C11	1.336 (3)	C9—H9C	0.9600
N1—C15	1.338 (3)	C10—H10A	0.9600
N2—C16	1.324 (3)	C10—H10B	0.9600
N2—H21	0.91 (3)	C10—H10C	0.9600
N2—H22	0.87 (3)	C11—H11	0.9300
C2—C1	1.496 (3)	C12—C11	1.382 (3)
C2—C3	1.404 (3)	C12—C13	1.384 (3)
C2—C7	1.396 (3)	C12—C16	1.493 (3)
C3—C4	1.383 (4)	C13—C14	1.376 (3)
C3—C9	1.516 (4)	C13—H13	0.9300
C4—H4	0.9300	C14—H14	0.9300
C5—C4	1.375 (5)	C15—C14	1.369 (3)
C5—C10	1.526 (4)	C15—H15	0.9300
O2i—Zn1—O2	95.38 (9)	C6—C7—C8	119.9 (2)
O2—Zn1—O4	132.31 (5)	C7—C8—H8A	109.5
O2i—Zn1—O4	132.31 (5)	C7—C8—H8B	109.5
O2—Zn1—N1	96.72 (7)	C7—C8—H8C	109.5
O2i—Zn1—N1	89.07 (7)	H8A—C8—H8B	109.5
O2—Zn1—N1i	89.07 (7)	H8A—C8—H8C	109.5
O2i—Zn1—N1i	96.72 (7)	H8B—C8—H8C	109.5
O4—Zn1—N1	85.71 (4)	C3—C9—H9A	109.5
O4—Zn1—N1i	85.71 (4)	C3—C9—H9B	109.5
N1—Zn1—N1i	171.42 (8)	C3—C9—H9C	109.5
C1—O2—Zn1	106.41 (14)	H9A—C9—H9B	109.5
Zn1—O4—H41	125 (2)	H9A—C9—H9C	109.5
C11—N1—Zn1	121.50 (14)	H9B—C9—H9C	109.5
C11—N1—C15	116.7 (2)	C5—C10—H10A	109.5
C15—N1—Zn1	121.76 (15)	C5—C10—H10B	109.5
C16—N2—H21	122.6 (19)	C5—C10—H10C	109.5
C16—N2—H22	117 (2)	H10A—C10—H10B	109.5
H21—N2—H22	121 (3)	H10A—C10—H10C	109.5

O1—C1—O2	121.8 (2)	H10B—C10—H10C	109.5
O1—C1—C2	120.6 (2)	N1—C11—C12	124.08 (19)
O2—C1—C2	117.6 (2)	N1—C11—H11	118.0
C3—C2—C1	119.5 (2)	C12—C11—H11	118.0
C7—C2—C1	120.20 (19)	C11—C12—C13	117.9 (2)
C7—C2—C3	120.3 (2)	C11—C12—C16	117.47 (18)
C2—C3—C9	121.0 (3)	C13—C12—C16	124.6 (2)
C4—C3—C2	118.1 (3)	C12—C13—H13	120.7
C4—C3—C9	120.9 (3)	C14—C13—C12	118.5 (2)
C3—C4—H4	118.6	C14—C13—H13	120.7
C5—C4—C3	122.8 (3)	C13—C14—H14	120.2
C5—C4—H4	118.6	C15—C14—C13	119.6 (2)
C4—C5—C6	118.0 (3)	C15—C14—H14	120.2
C4—C5—C10	120.2 (4)	N1—C15—C14	123.1 (2)
C6—C5—C10	121.8 (4)	N1—C15—H15	118.4
C5—C6—C7	122.0 (3)	C14—C15—H15	118.4
C5—C6—H6	119.0	O3—C16—N2	123.7 (2)
C7—C6—H6	119.0	O3—C16—C12	119.17 (18)
C2—C7—C8	121.3 (2)	N2—C16—C12	117.14 (19)
C6—C7—C2	118.8 (2)		
O2i—Zn1—O2—C1	O4— 166.98 (17)	C7—C2—C3—C9	C1— -179.5 (3)
Zn1—O2—C1	-13.02 (17)	C2—C7—C6	179.7 (2)
N1—Zn1—O2—C1	77.29 (14)	C1—C2—C7—C8	2.2 (3)
N1i—Zn1—O2—C1	O2— -96.36 (14)	C3—C2—C7—C6	0.6 (3)
Zn1—N1—C11	-106.95 (18)	C3—C2—C7—C8	C2— -176.9 (2)
O2i—Zn1—N1—C11	157.75 (18)	C3—C4—C5	-0.2 (5)
O2—Zn1—N1—C15	72.40 (19)	C9—C3—C4—C5	178.8 (4)
O2i—Zn1—N1—C15	-22.91 (19)	C6—C5—C4—C3	0.7 (6)

Ek Tablo 6. 7 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi [$\text{\AA},^\circ$]

$D-H\cdots A$	$D-H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D-H\cdots A$
N2—H21 \cdots O1ii	0.91 (3)	1.88 (3)	2.7(3)	165 (3)
N2—H22 \cdots O3iii	0.87 (3)	2.34 (3)	3.013 (2)	134 (2)
O4—H41 \cdots O3iv	0.81 (3)	1.93 (3)	2.719 (2)	165 (3)

Simetri Kodu: (ii) $-x+1, y, -z+3/2$; (iii) $x, -y+2, z+1/2$; (iv) $x, -y+2, z-1/2$

Ek Tablo 7. 8 Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler [$\text{\AA},^\circ$]

x	y	z	$Uiso*/Ueq$
-----	-----	-----	-------------

C8	0.43251 (18)	0.5435 (3)	-0.1127 (5)	0.0715 (13)
H8A	0.4488	0.5186	-0.0259	0.107*
H8B	0.4546	0.5919	-0.1425	0.107*
H8C	0.4320	0.5021	-0.1907	0.107*
C9	0.2941 (2)	0.7424 (4)	0.1375 (7)	0.099 (2)
H9A	0.3084	0.7301	0.2343	0.149*
H9B	0.2540	0.7509	0.1424	0.149*
H9C	0.3118	0.7932	0.1004	0.149*
C10	0.2234 (3)	0.5105 (5)	-0.1995 (8)	0.143 (3)
H10	0.2204	0.4535	-0.1614	0.214*
A				
H10	0.2295	0.5083	-0.3041	0.214*
B				
H10	0.1892	0.5411	-0.1792	0.214*
C				
C11	0.44160 (12)	0.82871 (18)	0.5440 (3)	0.0361 (6)
Cd1—O1	2.297 (2)	C4—H4	0.9300	
Cd1—O1i	2.297 (2)	C5—C10	1.536 (6)	
Cd1—O2	2.527 (2)	C6—C5	1.371 (7)	
Cd1—O2i	2.527 (2)	C6—H6	0.9300	
Cd1—O4	2.306 (3)	C7—C6	1.392 (5)	
Cd1—N1	2.371 (3)	C7—C8	1.503 (5)	
Cd1—N1i	2.371 (3)	C8—H8A	0.9600	
Cd1—C1	2.759 (3)	C8—H8B	0.9600	
Cd1—C1i	2.759 (3)	C8—H8C	0.9600	
O1—C1	1.249 (4)	C11—H11	0.9300	
O2—C1	1.253 (3)	C12—C11	1.380 (4)	
O3—C16	1.236 (4)	C12—C13	1.382 (4)	
O4—H41	0.80 (3)	C12—C16	1.499 (4)	
N1—C11	1.331 (4)	C13—C14	1.382 (5)	
N1—C15	1.344 (4)	C13—H13	0.9300	
N2—C16	1.321 (4)	C14—H14	0.9300	
N2—H2A	0.90 (4)	C15—C14	1.371 (5)	
N2—H2B	0.81 (4)	C15—H15	0.9300	
C1—C2	1.499 (4)	C9—H9A	0.9600	
C2—C3	1.388 (5)	C9—H9B	0.9600	
C2—C7	1.394 (5)	C9—H9C	0.9600	
C3—C4	1.397 (6)	C10—H10A	0.9600	

C3—C9	1.512 (6)	C10—H10B	0.9600
C4—C5	1.370 (7)	C10—H10C	0.9600
O1…H8Cii	2.55	N2…H13	2.75
O2…H2Biii	2.03 (3)	C6…H14iii	2.80
O3…H4liv	1.92 (3)	C16…H4liv	2.85 (3)
O3…H2Av	2.26 (4)	H8A…H8Avi	2.54
O1—Cd1—O1i	87.57 (11)	C7—C2—C1	118.9 (3)
O1—Cd1—O2	53.63 (7)	C2—C3—C4	117.9 (4)
O1i—Cd1—O2	137.06 (8)	C2—C3—C9	121.5 (4)
O1—Cd1—O2i	137.06 (8)	C4—C3—C9	120.6 (4)
O1i—Cd1—O2i	53.63 (7)	C3—C4—H4	118.8
O1—Cd1—O4	136.22 (6)	C5—C4—C3	122.3 (4)
O1i—Cd1—O4	136.22 (6)	C5—C4—H4	118.8
O1—Cd1—N1	85.85 (9)	C4—C5—C6	118.6 (4)
O1i—Cd1—N1	101.67 (9)	C4—C5—C10	119.7 (5)
O1—Cd1—N1i	101.67 (9)	C6—C5—C10	121.8 (5)
O1i—Cd1—N1i	85.85 (9)	C5—C6—C7	121.8 (4)
O1—Cd1—C1	26.66 (8)	C5—C6—H6	119.1
O1i—Cd1—C1	112.62 (9)	C7—C6—H6	119.1
O1—Cd1—C1i	112.62 (9)	C2—C7—C8	121.7 (3)
O1i—Cd1—C1i	26.66 (8)	C6—C7—C2	118.5 (4)
O2—Cd1—O2i	168.94	C6—C7—C8	119.7 (4)
	(10)		
O2—Cd1—C1	26.97 (7)	C7—C8—H8A	109.5
O2i—Cd1—C1	163.57 (8)	C7—C8—H8B	109.5
O2—Cd1—C1i	163.57 (8)	C7—C8—H8C	109.5
O2i—Cd1—C1i	26.97 (7)	H8A—C8—H8B	109.5
O4—Cd1—O2	84.47 (5)	H8A—C8—H8C	109.5
O4—Cd1—O2i	84.47 (5)	H8B—C8—H8C	109.5
O4—Cd1—N1	84.84 (6)	C3—C9—H9A	109.5
O4—Cd1—N1i	84.84 (6)	C3—C9—H9B	109.5
O4—Cd1—C1	110.64 (6)	C3—C9—H9C	109.5
O4—Cd1—C1i	110.64 (6)	H9A—C9—H9B	109.5
N1—Cd1—O2	93.81 (9)	H9A—C9—H9C	109.5
N1i—Cd1—O2	85.20 (9)	H9B—C9—H9C	109.5
N1—Cd1—O2i	85.20 (9)	C5—C10—H10A	109.5
N1i—Cd1—O2i	93.81 (9)	C5—C10—H10B	109.5
N1—Cd1—N1i	169.68	C5—C10—H10C	109.5

	(12)		
N1—Cd1—C1	89.67 (9)	H10A—C10— H10B	109.5
N1i—Cd1—C1	93.97 (9)	H10A—C10— H10C	109.5
N1—Cd1—C1i	93.97 (9)	H10B—C10— H10C	109.5
N1i—Cd1—C1i	89.67 (9)	N1—C11—C12	123.5 (3)
C1—Cd1—C1i	138.71	N1—C11—H11	118.3
	(12)		
C1—O1—Cd1	97.78 (18)	C12—C11—H11	118.3
C1—O2—Cd1	86.90 (18)	C11—C12—C13	118.6 (3)
Cd1—O4—H41	127 (2)	C11—C12—C16	118.3 (3)
C11—N1—Cd1	121.6 (2)	C13—C12—C16	123.1 (3)
C11—N1—C15	117.5 (3)	C12—C13—C14	118.3 (3)
C15—N1—Cd1	120.9 (2)	C12—C13—H13	120.8
C16—N2—H2A	121 (2)	C14—C13—H13	120.8
C16—N2—H2B	120 (3)	C13—C14—H14	120.3
H2A—N2—H2B	119 (4)	C15—C14—C13	119.5 (3)
O1—C1—Cd1	55.57 (15)	C15—C14—H14	120.3
O1—C1—O2	121.7 (3)	N1—C15—C14	122.6 (3)
O1—C1—C2	117.6 (3)	N1—C15—H15	118.7
O2—C1—Cd1	66.13 (17)	C14—C15—H15	118.7
O2—C1—C2	120.7 (3)	O3—C16—N2	124.0 (3)
C2—C1—Cd1	173.1 (2)	O3—C16—C12	119.1 (3)
C3—C2—C1	120.2 (3)	N2—C16—C12	116.9 (3)
C3—C2—C7	121.0 (3)		
O1i—Cd1—O1— C1	-160.5 (2)	N1i—Cd1—C1— O2	-71.26 (19)
O2—Cd1—O1— C1	-0.25 (18)	C1i—Cd1—C1— O1	14.27 (18)
O2i—Cd1—O1— C1	175.96 (17)	C1i—Cd1—C1— O2	-165.28 (19)
O4—Cd1—O1— C1	19.5 (2)	Cd1—O1—C1— O2	0.5 (3)
N1—Cd1—O1— C1	97.6 (2)	Cd1—O1—C1— C2	-178.5 (2)
N1i—Cd1—O1—	-75.3 (2)	Cd1—O2—C1—	-0.4 (3)

C1		O1	
C1i—Cd1—O1—	-169.85	Cd1—O2—C1—	178.6 (3)
C1	(13)	C2	
O1—Cd1—O2—	0.25 (17)	Cd1—N1—	-177.2 (2)
C1		C11—C12	
O1i—Cd1—O2—	29.9 (2)	C15—N1—	2.4 (5)
C1		C11—C12	
O2i—Cd1—O2—	-166.18	Cd1—N1—	177.8 (3)
C1	(18)	C15—C14	
O4—Cd1—O2—	-166.18	C11—N1—	-1.8 (5)
C1	(18)	C15—C14	
N1—Cd1—O2—	-81.75	O1—C1—C2—	118.2 (4)
C1	(19)	C3	
N1i—Cd1—O2—	108.55	O1—C1—C2—	-60.7 (4)
C1	(19)	C7	
C1i—Cd1—O2—	36.3 (5)	O2—C1—C2—	-60.9 (4)
C1		C3	
O1—Cd1—N1—	-162.7 (3)	O2—C1—C2—	120.2 (3)
C11		C7	
O1i—Cd1—N1—	110.6 (2)	C1—C2—C3—	-178.2 (4)
C11		C4	
O1—Cd1—N1—	17.7 (3)	C1—C2—C3—	0.1 (6)
C15		C9	
O1i—Cd1—N1—	-68.9 (3)	C7—C2—C3—	0.7 (6)
C15		C4	
O2—Cd1—N1—	-109.6 (2)	C7—C2—C3—	179.0 (4)
C11		C9	
O2i—Cd1—N1—	59.3 (2)	C3—C2—C7—	-0.3 (5)
C11		C6	
O2—Cd1—N1—	70.8 (3)	C1—C2—C7—	178.6 (3)
C15		C6	
O2i—Cd1—N1—C15	-120.2 (3)	C3—C2—C7—C8	176.8 (4)
O4—Cd1—N1—C11	-25.6 (2)	C1—C2—C7—C8	-4.3 (5)
O4—Cd1—N1—C15	154.9 (3)	C2—C3—C4—C5	-0.5 (7)
N1i—Cd1—N1—C11	-25.6 (2)	C9—C3—C4—C5	-178.8 (5)
N1i—Cd1—N1—C15	154.9 (3)	C3—C4—C5—C6	-0.2 (8)
C1—Cd1—N1—C11	-136.3 (2)	C3—C4—C5—C10	-180.0 (5)
C1i—Cd1—N1—C11	84.8 (3)	C7—C6—C5—C4	0.6 (7)

C1—Cd1—N1—C15	44.1 (3)	C7—C6—C5—C10	-179.6 (5)
C1i—Cd1—N1—C15	-94.7 (3)	C2—C7—C6—C5	-0.4 (6)
O1i—Cd1—C1—O1	21.1 (3)	C8—C7—C6—C5	-177.6 (4)
O1—Cd1—C1—O2	-179.6 (3)	C13—C12—C11—N1	-1.1 (5)
O1i—Cd1—C1—O2	-158.40 (18)	C16—C12—C11—N1	-179.1 (3)
O2—Cd1—C1—O1	179.6 (3)	C11—C12—C13—C14	-0.8 (5)
O2i—Cd1—C1—O1	-9.8 (4)	C16—C12—C13—C14	177.1 (3)
O2i—Cd1—C1—O2	170.68 (14)	C11—C12—C16—O3	36.2 (4)
O4—Cd1—C1—O1	-165.73 (18)	C11—C12—C16—N2	-143.9 (3)
O4—Cd1—C1—O2	14.72 (19)	C13—C12—C16—O3	-141.7 (3)
N1—Cd1—C1—O1	-81.4 (2)	C13—C12—C16—N2	38.2 (4)
N1i—Cd1—C1—O1	108.3 (2)	C12—C13—C14—C15	1.3 (6)
N1—Cd1—C1—O2	99.07 (19)	N1—C15—C14—C13	0.0 (6)

Ek Tablo 8. **8** Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi [\AA , $^\circ$]

$D-H\cdots A$	$D-H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D-H\cdots A$
N2—H2A \cdots O3vii	0.89 (3)	2.26 (4)	3.047 (4)	147 (3)
N2—H2B \cdots O2viii	0.81 (3)	2.03 (3)	2.830 (4)	168 (4)
O4—H41 \cdots O3iv	0.80 (3)	1.92 (3)	2.714 (3)	170 (3)
C8—H8C \cdots O1ix	0.96	2.55	3.468 (5)	161

Simetri Kodu: (iv) $-x+1, -y+2, -z+1$; (vii) $x, -y+2, z+1/2$; (viii) $x, y, z+1$; (ix) $x, -y+1, z-1/2$.

Ek Tablo 9. **10** Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler [\AA , $^\circ$]

	x	y	z	$Uiso^*/Ueq$
Ni1	0.5000	0.0000	0.5000	0.02665 (10)
O1	0.40085 (14)	0.2668 (2)	0.58794 (12)	0.0658 (5)
O2	0.40320 (9)	0.15459 (13)	0.44114 (9)	0.0320 (3)
O3	0.95561 (10)	0.34236 (17)	0.54825 (15)	0.0584 (4)
O4	0.51379 (13)	0.0578 (2)	0.65335 (12)	0.0498 (4)

H41	0.557 (2)	0.035 (3)	0.701 (2)	0.054 (8)*
H42	0.490 (2)	0.133 (3)	0.653 (2)	0.073 (10)*
O5	0.32828 (12)	0.41847 (15)	0.71977 (12)	0.0435 (3)
H51	0.337 (2)	0.371 (3)	0.772 (2)	0.062 (8)*
H52	0.349 (2)	0.371 (3)	0.676 (2)	0.066 (8)*
N1	0.62368 (11)	0.12585 (16)	0.49343 (12)	0.0332 (3)
N2	0.86640 (15)	0.4682 (2)	0.41092 (17)	0.0486 (4)
H21	0.810 (2)	0.497 (2)	0.378 (2)	0.043 (7)*
H22	0.915 (2)	0.520 (3)	0.420 (2)	0.054 (7)*
C1	0.36860 (13)	0.24339 (18)	0.49098 (14)	0.0323 (4)
C2	0.28216 (13)	0.32228 (18)	0.42324 (14)	0.0335 (4)
C3	0.18589 (14)	0.2849 (2)	0.42355 (17)	0.0411 (4)
C4	0.10724 (16)	0.3481 (2)	0.3512 (2)	0.0538 (6)
H4	0.0429	0.3240	0.3504	0.065*
C5	0.12132 (18)	0.4452 (3)	0.2806 (2)	0.0576 (6)
C6	0.2168 (2)	0.4839 (2)	0.28483 (19)	0.0534 (6)

H6	0.2268	0.5519	0.2392	0.064*
C7	0.29841 (15)	0.4242 (2)	0.35545 (16)	0.0422 (4)
C8	0.16723 (18)	0.1801 (3)	0.5003 (2)	0.0594 (6)
H8A	0.2090	0.1984	0.5705	0.089*
H8B	0.1817	0.0912	0.4780	0.089*
H8C	0.0991	0.1841	0.5013	0.089*
C9	0.0339 (3)	0.5094 (4)	0.2002 (3)	0.0906 (12)
H9A	0.0563	0.5862	0.1675	0.136*
H9B	-0.0142	0.5388	0.2358	0.136*
H9C	0.0044	0.4438	0.1464	0.136*
C10	0.4011 (2)	0.4727 (3)	0.3593 (2)	0.0700 (8)
H10A	0.4484	0.4047	0.3928	0.105*
H10B	0.4146	0.5557	0.3996	0.105*
H10C	0.4057	0.4887	0.2881	0.105*
C11	0.62245 (14)	0.2010 (2)	0.40774 (16)	0.0406 (4)

Ni1—N1i	2.1506 (15)	C7—C10	1.504 (3)
O1—C1	1.242 (2)	C8—H8A	0.9600
O2—C1	1.260 (2)	C8—H8B	0.9600
O3—C16	1.224 (2)	C8—H8C	0.9600
O4—H41	0.78 (3)	C9—H9A	0.9600
O4—H42	0.81 (3)	C9—H9B	0.9600
O5—H51	0.81 (3)	C9—H9C	0.9600
O5—H52	0.84 (3)	C10—H10A	0.9600
N1—C11	1.334 (2)	C10—H10B	0.9600
N1—C15	1.339 (2)	C10—H10C	0.9600
N2—C16	1.333 (3)	C11—C12	1.381 (3)
N2—H21	0.84 (3)	C11—H11	0.9300
N2—H22	0.84 (3)	C12—H12	0.9300
C1—C2	1.507 (2)	C13—C12	1.384 (3)
C2—C3	1.400 (3)	C13—C14	1.382 (3)
C2—C7	1.394 (3)	C13—C16	1.517 (2)
C3—C4	1.389 (3)	C14—H14	0.9300
C3—C8	1.506 (3)	C15—C14	1.377 (3)
C4—C5	1.375 (4)	C15—H15	0.9300
O2i—Ni1—O2	180.0	C5—C6—H6	119.1
O2—Ni1—N1	91.07 (5)	C7—C6—H6	119.1
O2i—Ni1—N1	88.93 (5)	C2—C7—C10	121.65 (19)
O2—Ni1—N1i	88.93 (5)	C6—C7—C2	118.4 (2)
O2i—Ni1—N1i	91.07 (5)	C6—C7—C10	119.9 (2)
O4—Ni1—O2	92.21 (6)	C3—C8—H8A	109.5
O4i—Ni1—O2	87.79 (6)	C3—C8—H8B	109.5
O4—Ni1—O2i	87.79 (6)	C3—C8—H8C	109.5
O4i—Ni1—O2i	92.21 (6)	H8A—C8—H8B	109.5
O4—Ni1—O4i	180.0	H8A—C8—H8C	109.5
O4—Ni1—N1	90.82 (7)	H8B—C8—H8C	109.5
O4i—Ni1—N1	89.18 (7)	C5—C9—H9A	109.5
O4—Ni1—N1i	89.18 (7)	C5—C9—H9B	109.5
O4i—Ni1—N1i	90.82 (7)	C5—C9—H9C	109.5
N1—Ni1—N1i	180.0	H9A—C9—H9B	109.5
C1—O2—Ni1	129.09 (11)	H9A—C9—H9C	109.5
Ni1—O4—H41	123 (2)	H9B—C9—H9C	109.5
Ni1—O4—H42	109 (2)	C7—C10—H10A	109.5
H41—O4—H42	120 (3)	C7—C10—H10B	109.5

H52—O5—H51	104 (3)	C7—C10—H10C	109.5
C11—N1—Ni1	121.52 (12)	H10A—C10—H10B	109.5
C11—N1—C15	116.82 (16)	H10A—C10—H10C	109.5
C15—N1—Ni1	121.66 (12)	H10B—C10—H10C	109.5
C16—N2—H21	121.3 (17)	N1—C11—C12	123.34 (18)
C16—N2—H22	114.1 (19)	N1—C11—H11	118.3
H21—N2—H22	119 (2)	C12—C11—H11	118.3
O1—C1—C2	120.95 (16)	C11—C12—H12	120.2
O2—C1—C2	114.53 (15)	C13—C12—H12	120.2
C3—C2—C1	119.14 (17)	C12—C13—C16	124.47 (18)
C7—C2—C1	119.82 (17)	C14—C13—C12	117.11 (17)
C7—C2—C3	120.86 (17)	C14—C13—C16	118.41 (17)
C2—C3—C8	121.44 (18)	C13—C14—H14	120.1
C4—C3—C2	118.0 (2)	C15—C14—C13	119.83 (18)
C4—C3—C8	120.5 (2)	C15—C14—H14	120.1
C3—C4—H4	118.9	N1—C15—C14	123.28 (18)
C5—C4—C3	122.2 (2)	N1—C15—H15	118.4
C5—C4—H4	118.9	C14—C15—H15	118.4
C4—C5—C6	118.6 (2)	O3—C16—N2	123.77 (19)
C4—C5—C9	121.0 (3)	O3—C16—C13	118.98 (18)
C6—C5—C9	120.5 (3)	N2—C16—C13	117.23 (18)
C5—C6—C7	121.8 (2)		
O4—Ni1—O2—C1	-1.87 (16)	C7—C2—C3—C4	2.7 (3)
O4i—Ni1—O2—C1	178.13 (16)	C7—C2—C3—C8	-176.8 (2)
N1—Ni1—O2—C1	-92.74 (15)	C1—C2—C7—C6	172.41 (18)
N1i—Ni1—O2—C1	87.26 (15)	C1—C2—C7—C10	-9.2 (3)
O2—Ni1—N1—C11	-45.97 (15)	C3—C2—C7—C6	-2.7 (3)
O2i—Ni1—N1—C11	134.03 (15)	C3—C2—C7—C10	175.6 (2)
O2—Ni1—N1—C15	134.61 (16)	C2—C3—C4—C5	-0.2 (3)
O2i—Ni1—N1—C15	-45.39 (16)	C8—C3—C4—C5	179.3 (2)
O4—Ni1—N1—C11	-138.19 (16)	C3—C4—C5—C6	-2.3 (4)
O4i—Ni1—N1—C11	41.81 (16)	C3—C4—C5—C9	178.1 (3)
O4—Ni1—N1—C15	42.39 (16)	C4—C5—C6—C7	2.3 (4)
O4i—Ni1—N1—C15	-137.61 (16)	C9—C5—C6—C7	-178.1 (3)
Ni1—O2—C1—O1	12.8 (3)	C2—C7—C6—C5	0.2 (3)
Ni1—O2—C1—C2	-167.00 (12)	C10—C7—C6—C5	-178.2 (2)
Ni1—N1—C11—C12	-178.99 (16)	N1—C11—C12—	-0.4 (3)
C15—N1—C11—C12	0.5 (3)	C13	0.3 (3)

			C14—C13—C12—	
			C11	
Ni1—N1—C15—C14	C11—N1—	179.01 (17)	C16—C13—C12—	179.13 (19)
C15—C14	O1—C1—C2—C3	-0.4 (3)	C11 C12—C13—	-0.3 (3)
O1—C1—C2—C7		-81.0 (3)	C14—C15 C16—	-179.2 (2)
		103.8 (2)	C13—C14—C15	-161.4 (2)
			C12—C13—C16—	
			O3	
O2—C1—C2—C3		98.9 (2)	C12—C13—C16—	17.2 (3)
			N2	
O2—C1—C2—C7	C1—C2—	-76.3 (2)	C14—C13—C16—	17.4 (3)
C3—C4	C1—C2—C3—C8	-172.43 (18)	O3 C14—C13—	-164.0 (2)
		8.1 (3)	C16—N2 N1—	0.4 (4)
			C15—C14—C13	

Ek Tablo 10. **10** Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi

$D-H\cdots A$	$D-H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D-H\cdots A$
N2—H21 \cdots O5ii	0.84 (3)	2.18 (3)	3.014 (3)	174 (2)
N2—H22 \cdots O3iii	0.83 (3)	2.21 (3)	3.043 (3)	177 (2)
O4—H41 \cdots O5iv	0.77 (3)	2.02 (3)	2.745 (2)	157 (3)
O4—H42 \cdots O1	0.81 (3)	1.85 (3)	2.593 (3)	151 (3)
O5—H51 \cdots O2v	0.81 (3)	2.16 (3)	2.8804 (19)	148 (3)
O5—H52 \cdots O1	0.85 (3)	1.83 (3)	2.673 (2)	176 (2)
C12—H12 \cdots O5ii	0.93	2.56	3.307 (2)	137

Simetri Kodu: (ii) $-x+1, -y+1, -z+1$; (iii) $-x+2, -y+1, -z+1$; (iv) $-x+1, y-1/2, -z+3/2$; (v) $x, -y+1/2, z+1/2$.

Ek Tablo 11. **12** Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler [$\text{\AA},^\circ$]

	x	y	z	U_{iso}^*/U_{eq}
Zn1	0.5000	0.432869 (10)	0.5000	0.03699 (8)
O1	0.49096 (9)	0.2488 (2)	0.37411 (12)	0.0501 (3)
O2	0.61224 (11)	0.3832 (3)	0.48444 (15)	0.0728 (5)
O3	0.77464 (9)	0.9928 (2)	0.99088 (12)	0.0547 (3)
N1	0.57009 (9)	0.61574 (19)	0.63770 (12)	0.0384 (3)
N2	0.66026 (10)	1.1675 (2)	0.87334 (14)	0.0468 (3)
H21	0.6155 (10)	1.180 (3)	0.8043 (14)	0.029 (4)*
H22	0.6851 (16)	1.247 (3)	0.9305 (19)	0.059 (7)*

C1	0.56739 (12)	0.2754 (3)	0.40522 (14)	0.0437 (4)
C2	0.60045 (10)	0.1712 (2)	0.34212 (14)	0.0391 (3)
C3	0.64536 (11)	0.0187 (3)	0.39404 (17)	0.0465 (4)
C4	0.66322 (12)	-0.0881 (4)	0.3257 (2)	0.0597 (5)
H4	0.6933	-0.1901	0.3601	0.072*
C5	0.63750 (13)	-0.0469 (4)	0.2083 (2)	0.0617 (6)
C6	0.59687 (14)	0.1096 (4)	0.16126 (18)	0.0575 (5)
H6	0.5821	0.1413	0.0837	0.069*
C7	0.57738 (12)	0.2208 (3)	0.22521 (15)	0.0470 (4)
C8	0.67388 (18)	-0.0308 (4)	0.5231 (2)	0.0688 (7)
H8A	0.7178	0.0477	0.5800	0.103*
H8B	0.6967	-0.1458	0.5401	0.103*
H8C	0.6251	-0.0254	0.5305	0.103*
C9	0.6551 (3)	-0.1695 (6)	0.1346 (4)	0.1067 (13)
H9A	0.7160	-0.1707	0.1672	0.160*
H9B	0.6238	-0.1322	0.0511	0.160*
H9C	0.6365	-0.2833	0.1388	0.160*
C10	0.5337 (2)	0.3911 (3)	0.1721 (2)	0.0701 (7)
H10A	0.5570	0.4764	0.2355	0.105*
H10B	0.4725	0.3798	0.1364	0.105*
H10C	0.5436	0.4257	0.1105	0.105*
C11	0.65561 (11)	0.6368 (3)	0.69556 (14)	0.0430 (4)
H11	0.6865	0.5637	0.6767	0.052*
C12	0.69997 (10)	0.7633 (3)	0.78255 (14)	0.0428 (3)
H12	0.7598	0.7730	0.8227	0.051*
C13	0.65451 (10)	0.8756 (2)	0.80933 (13)	0.0354 (3)
C14	0.56622 (11)	0.8514 (2)	0.75186 (18)	0.0455 (4)
H14	0.5339	0.9220	0.7698	0.055*
C15	0.52698 (11)	0.7203 (3)	0.66721 (18)	0.0476 (4)
H15	0.4676	0.7040	0.6289	0.057*
C16	0.70218 (11)	1.0187 (2)	0.89998 (14)	0.0388 (3)

Zn1—O1	2.1202 (14)	C5—C6	1.382 (4)
Zn1—O1i	2.1202 (14)	C5—C9	1.513 (4)
Zn1—O2	2.2272 (19)	C6—H6	0.9300
Zn1—O2i	2.2272 (19)	C7—C6	1.383 (3)
Zn1—N1	2.0933 (14)	C7—C10	1.505 (3)
Zn1—N1i	2.0933 (14)	C8—H8A	0.9600

Zn1—C1	2.5097 (18)	C8—H8B	0.9600
Zn1—C1i	2.5097 (18)	C8—H8C	0.9600
O1—C1	1.253 (2)	C9—H9A	0.9600
O2—C1	1.233 (2)	C9—H9B	0.9600
O3—C16	1.224 (2)	C9—H9C	0.9600
N1—C11	1.334 (2)	C10—H10A	0.9600
N1—C15	1.335 (2)	C10—H10B	0.9600
N2—C16	1.326 (2)	C10—H10C	0.9600
N2—H21	0.830 (14)	C11—H11	0.9300
N2—H22	0.881 (17)	C12—C11	1.382 (3)
C2—C1	1.507 (2)	C12—H12	0.9300
C2—C3	1.390 (3)	C13—C14	1.383 (2)
C2—C7	1.402 (2)	C13—C12	1.383 (2)
C3—C4	1.388 (3)	C13—C16	1.507 (2)
C3—C8	1.520 (3)	C14—H14	0.9300
C4—H4	0.9300	C15—C14	1.382 (3)
C5—C4	1.377 (3)	C15—H15	0.9300
O1—Zn1—O1i	95.28 (8)	C3—C4—H4	119.1
O1—Zn1—O2	59.32 (5)	C5—C4—C3	121.8 (3)
O1i—Zn1—O2	106.08 (7)	C5—C4—H4	119.1
O1—Zn1—O2i	106.08 (7)	C4—C5—C6	118.1 (2)
O1i—Zn1—O2i	59.32 (5)	C4—C5—C9	120.4 (3)
O1—Zn1—C1	29.92 (6)	C6—C5—C9	121.5 (3)
O1i—Zn1—C1	102.15 (6)	C5—C6—C7	122.5 (2)
O1—Zn1—C1i	102.15 (6)	C5—C6—H6	118.8
O1i—Zn1—C1i	29.92 (6)	C7—C6—H6	118.8
O2—Zn1—O2i	160.08 (11)	C2—C7—C10	120.73 (18)
O2—Zn1—C1	29.40 (6)	C6—C7—C2	118.0 (2)
O2i—Zn1—C1	134.65 (7)	C6—C7—C10	121.31 (19)
O2—Zn1—C1i	134.65 (7)	C3—C8—H8A	109.5
O2i—Zn1—C1i	29.40 (6)	C3—C8—H8B	109.5
N1—Zn1—O1	151.12 (6)	C3—C8—H8C	109.5
N1i—Zn1—O1	92.18 (6)	H8A—C8—H8B	109.5
N1—Zn1—O1i	92.18 (6)	H8A—C8—H8C	109.5
N1i—Zn1—O1i	151.12 (6)	H8B—C8—H8C	109.5
N1—Zn1—O2	91.80 (6)	C5—C9—H9A	109.5

N1i—Zn1—O2	101.72 (7)	C5—C9—H9B	109.5
N1—Zn1—O2i	101.72 (7)	C5—C9—H9C	109.5
N1i—Zn1—O2i	91.80 (6)	H9A—C9—H9B	109.5
N1—Zn1—N1i	94.62 (8)	H9A—C9—H9C	109.5
N1—Zn1—C1	121.20 (6)	H9B—C9—H9C	109.5
N1i—Zn1—C1	98.18 (5)	C7—C10—H10A	109.5
N1—Zn1—C1i	98.18 (5)	C7—C10—H10B	109.5
N1i—Zn1—C1i	121.20 (6)	C7—C10—H10C	109.5
C1i—Zn1—C1	121.72 (9)	H10A—C10—H10B	109.5
C1—O1—Zn1	92.52 (11)	H10A—C10—H10C	109.5
C1—O2—Zn1	88.11 (13)	H10B—C10—H10C	109.5
C11—N1—Zn1	123.41 (12)	N1—C11—C12	122.37 (16)
C11—N1—C15	118.02 (15)	N1—C11—H11	118.8
C15—N1—Zn1	118.55 (11)	C12—C11—H11	118.8
C16—N2—H21	118.3 (15)	C11—C12—C13	119.36 (15)
C16—N2—H22	115.5 (18)	C11—C12—H12	120.3
H21—N2—H22	126 (2)	C13—C12—H12	120.3
O1—C1—Zn1	57.56 (9)	C12—C13—C16	119.45 (15)
O1—C1—C2	117.26 (15)	C14—C13—C12	118.41 (15)
O2—C1—Zn1	62.49 (12)	C14—C13—C16	122.14 (15)
O2—C1—O1	120.05 (18)	C13—C14—H14	120.7
O2—C1—C2	122.69 (18)	C15—C14—C13	118.55 (16)
C2—C1—Zn1	174.80 (14)	C15—C14—H14	120.7
C3—C2—C1	120.06 (15)	N1—C15—C14	123.22 (15)
C3—C2—C7	120.72 (17)	N1—C15—H15	118.4
C7—C2—C1	118.88 (17)	C14—C15—H15	118.4
C2—C3—C8	120.60 (19)	O3—C16—N2	124.53 (17)
C4—C3—C2	118.80 (19)	O3—C16—C13	119.94 (17)
C4—C3—C8	120.6 (2)	N2—C16—C13	115.52 (14)
O1i—Zn1—O1—C1	-105.26 (12)	Zn1—O1—C1—O2	-0.6 (2)
O2—Zn1—O1—C1	0.32 (11)	Zn1—O1—C1—C2	179.43 (14)
O2i—Zn1—O1—C1	-164.83 (11)	Zn1—O2—C1—O1	0.55 (19)

N1—Zn1—O1—C1	N1i—	-0.99 (18)	Zn1—O2—C1—C2	-179.46 (16)
Zn1—O1—C1		102.67	Zn1—N1—C11—	177.16 (13)
C1i—Zn1—O1—C1		(11)	C12	-0.9 (3)
		-134.75	C15—N1—C11—	
		(11)	C12	
O1—Zn1—O2—C1		-0.33 (12)	Zn1—N1—C15—	-176.32 (16)
O1i—Zn1—O2—C1		86.25 (13)	C14	1.9 (3)
			C11—N1—C15—	
			C14	
O2i—Zn1—O2—C1		45.95 (12)	C3—C2—C1—O1	-93.9 (2)
N1—Zn1—O2—C1		179.04	C3—C2—C1—O2	86.1 (3)
		(13)		
N1i—Zn1—O2—C1		-85.86	C7—C2—C1—O1	79.5 (2)
C1i—Zn1—O2—C1		(13)	C7—C2—C1—O2	-100.5 (2)
		75.68 (17)		
O1—Zn1—N1—C11		-11.1 (2)	C1—C2—C3—C4	170.05 (18)
O1i—Zn1—N1—C11		93.95 (15)	C1—C2—C3—C8	-9.5 (3)
O1—Zn1—N1—C15		166.99	C7—C2—C3—C4	-3.2 (3)
O1i—Zn1—N1—C15		(14)	C7—C2—C3—C8	177.20 (19)
		-87.96		
		(15)		
O2—Zn1—N1—C11		-12.22	C1—C2—C7—C6	-170.20 (17)
O2i—Zn1—N1—C11		(15)	C1—C2—C7—C10	10.5 (3)
		153.05		
		(14)		
O2—Zn1—N1—C15	O2i—	165.86	C3—C2—C7—C6	3.1 (3)
Zn1—N1—C15	N1i—	(15)	C3—C2—C7—C10	-176.17 (19)
Zn1—N1—C11		-28.86	C2—C3—C4—C5	-0.1 (3)
N1i—Zn1—N1—C15		(15)	C8—C3—C4—	179.5 (2)
C1—Zn1—N1—C11		-11.67	C6—C5—C4—C3	3.4 (3)
C1i—Zn1—N1—C11		(17)	C9—C5—C4—C3	-177.7 (3)
		123.40		
		(15)		
C1—Zn1—N1—C15		166.41	C4—C5—C6—C7	-3.4 (3)
C1i—Zn1—N1—C15		(13)	C9—C5—C6—C7	177.6 (3)
		-58.51		
		(15)		

O1i—Zn1—C1—O1	79.31 (13)	C2—C7—C6—C5	0.2 (3)
O1—Zn1—C1—O2	179.4 (2)	C10—C7—C6—C5	179.5 (2)
O1i—Zn1—C1—O2	-101.25	C13—C12—C11—	-1.5 (3)
	(14)	N1	
O2—Zn1—C1—O1	O2i— -179.4 (2)	C14—C13—C12—	3.1 (3)
Zn1—C1—O1	20.70 (14)	C11 C16—C13—	-177.24 (16)
O2i—Zn1—C1—O2	-159.86	C12—C11	-2.2 (3)
	(12)	C12—C13—C14—	
		C15	
N1—Zn1—C1—O1	179.44	C16—C13—C14—	178.12 (17)
N1i—Zn1—C1—O1	(10)	C15	-38.2 (3)
	-80.06	C12—C13—C16—	
	(12)	O3	
N1—Zn1—C1—O2	-1.12 (16)	C12—C13—C16—	141.86 (17)
		N2	
N1i—Zn1—C1—O2	99.38 (14)	C14—C13—C16—	141.42 (19)

Ek Tablo 12. 12 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi [\AA , $^\circ$]

$D-H\cdots A$	$D-H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D-H\cdots A$
N2—H21 \cdots O1ii	0.83	2.14 (2)	2.961	171 (2)
	(2)		(2)	
N2—H22 \cdots O3iii	0.88	2.10 (2)	2.940	159 (2)
	(2)		(2)	
C14—H14 \cdots Cg1ii	0.93	2.79	3.652	154
			(2)	

Simetri Kodu: (ii) $-x+1, y+1, -z+1$; (iii) $-x+3/2, y+1/2, -z+2$.

Ek Tablo 13. 14 Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler [\AA , $^\circ$]

	x	y	z	$U_{iso}*/U_{eq}$
Mn1	0.0000	0.0000	0.0000	0.04559 (14)
O1	-0.14717 (12)	0.04378 (15)	-0.10765 (9)	0.0615 (4)
O2	-0.25400 (18)	-0.1155 (2)	-0.11016 (17)	0.1263 (10)
O3	-0.02706 (15)	0.12536 (14)	0.39218 (9)	0.0699 (4)
O4	0.08409 (16)	0.14917 (14)	-0.04553 (11)	0.0590 (4)
H41	0.058 (2)	0.220 (3)	-0.0636 (19)	0.077 (8)*
H42	0.143 (2)	0.153 (2)	-0.005 (2)	0.075 (9)*
N1	-0.04496 (14)	0.13195 (15)	0.09755 (10)	0.0534 (4)
N2	-0.1788 (2)	0.0256 (3)	0.30478 (15)	0.0975 (8)

C1	-0.23618 (19)	-0.0138 (2)	-0.13796 (16)	0.0667 (6)
C2	-0.32465 (17)	0.0468 (2)	-0.21779 (15)	0.0633 (5)
C3	-0.3318 (2)	0.0191 (2)	-0.30595 (17)	0.0696 (6)
C4	-0.4057 (2)	0.0847 (3)	-0.37831 (17)	0.0805 (7)
H4	-0.4101	0.0677	-0.4375	0.097*
C5	-0.4726 (2)	0.1739 (3)	-0.36515 (19)	0.0837 (8)
C6	-0.4672 (2)	0.1957 (3)	-0.2775 (2)	0.0871 (8)
H6	-0.5142	0.2536	-0.2680	0.104*
C7	-0.3934 (2)	0.1337 (3)	-0.20238 (17)	0.0763 (6)
C8	-0.2595 (3)	-0.0781 (3)	-0.3224 (2)	0.0988 (9)
H8A	-0.2585	-0.0688	-0.3828	0.148*
H8B	-0.2875	-0.1579	-0.3166	0.148*
H8C	-0.1862	-0.0697	-0.2781	0.148*
C9	-0.5484 (3)	0.2479 (4)	-0.4452 (3)	0.1240 (14)
H9A	-0.5621	0.2031	-0.5009	0.186*
H9B	-0.5145	0.3251	-0.4483	0.186*
H9C	-0.6165	0.2623	-0.4370	0.186*
C10	-0.3879 (3)	0.1594 (4)	-0.1064 (2)	0.1176 (12)
H10A	-0.4327	0.2295	-0.1070	0.176*
H10B	-0.3134	0.1760	-0.0676	0.176*
H10C	-0.4143	0.0892	-0.0836	0.176*
C11	-0.0577 (2)	0.2526 (2)	0.08377 (14)	0.0671 (6)
H11	-0.0501	0.2856	0.0319	0.081*
C12	-0.0817 (3)	0.3307 (2)	0.14275 (16)	0.0805 (8)
H12	-0.0887	0.4147	0.1311	0.097*
C13	-0.0952 (2)	0.2834 (2)	0.21932 (14)	0.0661 (6)
H13	-0.1108	0.3345	0.2604	0.079*
C14	-0.08498 (16)	0.15840 (18)	0.23330 (11)	0.0508 (4)
C15	-0.05883 (18)	0.08718 (18)	0.17157 (12)	0.0532 (4)
H15	-0.0504	0.0030	0.1822	0.064*
C16	-0.09574 (19)	0.10153 (18)	0.31679 (12)	0.0580 (5)
C17A	-0.2372 (10)	-0.0494 (10)	0.2202 (6)	0.085 (4)
H17A	-0.2608	-0.1285	0.2348	0.102*
H17B	-0.1926	-0.0612	0.1835	0.102*
C17B	-0.2820 (5)	0.0332 (6)	0.2173 (4)	0.0939 (18)
H17C	-0.3462	0.0479	0.2326	0.113*
H17D	-0.2752	0.1001	0.1790	0.113*
C18A	-0.3339 (15)	0.036 (2)	0.1740 (14)	0.155 (8)

H18A	-0.3582	0.0269	0.1089	0.233*
H18B	-0.3114	0.1199	0.1902	0.233*
H18C	-0.3929	0.0165	0.1940	0.233*
C18B	-0.2932 (6)	-0.0862 (6)	0.1678 (5)	0.142 (3)
H18D	-0.3531	-0.0811	0.1100	0.213*
H18E	-0.3071	-0.1507	0.2038	0.213*
H18F	-0.2266	-0.1034	0.1579	0.213*
C19	-0.1838 (4)	-0.0419 (4)	0.3858 (2)	0.1213 (14)
H19A	-0.2042	-0.1267	0.3691	0.146*
H19B	-0.1118	-0.0415	0.4342	0.146*
C20	-0.2624 (5)	0.0130 (5)	0.4194 (3)	0.171 (3)
H20A	-0.2656	-0.0343	0.4699	0.257*
H20B	-0.3335	0.0141	0.3713	0.257*
Mn1—O1	2.0999 (14)	C9—H9C	0.9600	
Mn1—O1i	2.0999 (14)	C10—H10A	0.9600	
Mn1—O4	2.2230 (15)	C10—H10B	0.9600	
Mn1—O4i	2.2230 (15)	C10—H10C	0.9600	
Mn1—N1	2.3289 (15)	C11—C12	1.377 (3)	
Mn1—N1i	2.3289 (15)	C11—H11	0.9300	
O1—C1	1.254 (3)	C12—H12	0.9300	
O2—C1	1.243 (3)	C13—C12	1.379 (3)	
O3—C16	1.224 (3)	C13—H13	0.9300	
O4—H41	0.85 (3)	C14—C13	1.376 (3)	
O4—H42	0.80 (3)	C14—C15	1.380 (2)	
N1—C11	1.331 (3)	C14—C16	1.504 (2)	
N1—C15	1.334 (2)	C15—H15	0.9300	
N2—C17A	1.506 (9)	C16—N2	1.324 (3)	
N2—C17B	1.536 (7)	C17A—C18A	1.526 (17)	
N2—C19	1.493 (3)	C17A—H17A	0.9700	
C2—C1	1.511 (3)	C17A—H17B	0.9700	
C2—C3	1.387 (3)	C17B—C18B	1.493 (8)	
C2—C7	1.388 (4)	C17B—H17C	0.9700	
C3—C8	1.505 (4)	C17B—H17D	0.9700	
C4—C3	1.390 (3)	C18A—H18A	0.9600	
C4—C5	1.373 (4)	C18A—H18B	0.9600	
C4—H4	0.9300	C18A—H18C	0.9600	
C5—C6	1.373 (4)	C18B—H18D	0.9600	
C5—C9	1.516 (4)	C18B—H18E	0.9600	

C6—H6	0.9300	C18B—H18F	0.9600
C7—C6	1.395 (4)	C19—C20	1.447 (6)
C7—C10	1.510 (4)	C19—H19A	0.9700
C8—H8A	0.9600	C19—H19B	0.9700
C8—H8B	0.9600	C20—H20A	0.9600
C8—H8C	0.9600	C20—H20B	0.9600
C9—H9A	0.9600	C20—H20C	0.9600
C9—H9B	0.9600		
O1…H10B	2.87	C16…H18B	2.80
O1…H13ii	2.65	C16…H41v	2.93 (3)
O1…H8C	2.82	C17A…H15	2.78
O2…H42i	1.90 (3)	C17B…H20B	2.75
O2…H9Ciii	2.48	C18A…H9Bv	2.87
O3…H12iv	2.85	C18B…H8Bvi	2.79
O3…H11v	2.52	C18B…H19A	2.97
O3…H41v	2.00 (3)	C19…H18E	2.97
O3…H19B	2.35	C20…H17C	2.76
O4…H15i	2.62	H4…H8A	2.37
O4…H11	2.89	H4…H9A	2.38
C1…H10C	2.98	H6…H10A	2.37
C1…H42i	2.61 (3)	H6…H9C	2.50
C1…H8C	2.59	H8A…H20Avii	2.31
C1…H10B	2.71	H8B…H17Aviii	2.44
C5…H18Bii	2.98	H8B…H18Eviii	2.14
C13…H17D	2.97	H11…H41	2.52
C14…H17D	2.40	H15…H18F	2.48
C14…H17B	2.74	H15…H17B	2.00
C14…H18B	2.82	H17A…H19A	1.96
C15…H17D	2.88	H17C…H20B	2.16
C15…H17B	2.44	H18A…H9Bv	2.50
C15…H18F	2.97	H18E…H19A	2.46
O1i—Mn1—O1	180.00 (7)	H9A—C9—H9B	109.5
O1—Mn1—O4	89.54 (6)	H9A—C9—H9C	109.5
O1i—Mn1—O4	90.46 (6)	H9B—C9—H9C	109.5
O1—Mn1—O4i	90.46 (6)	C7—C10—H10A	109.5
O1i—Mn1—O4i	89.54 (6)	C7—C10—H10B	109.5
O1—Mn1—N1	90.62 (6)	C7—C10—H10C	109.5
O1i—Mn1—N1	89.38 (6)	H10A—C10—H10B	109.5

O1—Mn1—N1i	89.38 (6)	H10A—C10—H10C	109.5
O1i—Mn1—N1i	90.62 (6)	H10B—C10—H10C	109.5
O4i—Mn1—O4	180.00 (9)	N1—C11—C12	123.08 (18)
O4—Mn1—N1	92.12 (6)	N1—C11—H11	118.5
O4i—Mn1—N1	87.88 (6)	C12—C11—H11	118.5
O4—Mn1—N1i	87.88 (6)	C11—C12—C13	119.4 (2)
O4i—Mn1—N1i	92.12 (6)	C11—C12—H12	120.3
N1—Mn1—N1i	180.00 (7)	C13—C12—H12	120.3
Mn1—O4—H41	126.1 (18)	C12—C13—H13	120.9
Mn1—O4—H42	103 (2)	C14—C13—C12	118.18 (18)
H41—O4—H42	111 (3)	C14—C13—H13	120.9
C1—O1—Mn1	130.03 (14)	C13—C14—C15	118.53 (17)
C11—N1—Mn1	123.24 (12)	C13—C14—C16	120.74 (16)
C11—N1—C15	116.92 (16)	C15—C14—C16	120.64 (17)
C15—N1—Mn1	119.84 (12)	N1—C15—C14	123.83 (18)
C16—N2—C17A	126.0 (4)	N1—C15—H15	118.1
C16—N2—C17B	120.1 (3)	C14—C15—H15	118.1
C16—N2—C19	118.5 (2)	O3—C16—N2	122.95 (19)
C19—N2—C17A	108.6 (4)	O3—C16—C14	119.10 (19)
C19—N2—C17B	119.3 (3)	N2—C16—C14	117.94 (18)
O1—C1—C2	114.81 (19)	N2—C17A—C18A	98.7 (12)
O2—C1—O1	125.5 (2)	N2—C17A—H17A	112.0
O2—C1—C2	119.7 (2)	N2—C17A—H17B	112.0
C3—C2—C1	118.9 (2)	C18A—C17A—H17A	112.0
C3—C2—C7	120.9 (2)	C18A—C17A—H17B	112.0
C7—C2—C1	120.1 (2)	H17A—C17A—H17B	109.7
C2—C3—C4	118.4 (2)	N2—C17B—H17C	110.1
C2—C3—C8	120.6 (2)	N2—C17B—H17D	110.1
C4—C3—C8	121.0 (2)	C18B—C17B—N2	107.8 (6)
C3—C4—H4	118.9	C18B—C17B—H17C	110.1
C5—C4—C3	122.1 (3)	C18B—C17B—H17D	110.1
C5—C4—H4	118.9	H17C—C17B—H17D	108.5
C4—C5—C6	118.2 (2)	C17B—C18B—H18D	109.5
C4—C5—C9	120.7 (3)	C17B—C18B—H18E	109.5
C6—C5—C9	121.1 (3)	C17B—C18B—H18F	109.5
C5—C6—C7	122.0 (3)	H18D—C18B—H18E	109.5
C5—C6—H6	119.0	H18D—C18B—H18F	109.5
C7—C6—H6	119.0	H18E—C18B—H18F	109.5

C2—C7—C6	118.3 (2)	N2—C19—H19A	109.3
C2—C7—C10	120.4 (3)	N2—C19—H19B	109.3
C6—C7—C10	121.3 (3)	C20—C19—N2	111.6 (4)
C3—C8—H8A	109.5	C20—C19—H19A	109.3
C3—C8—H8B	109.5	C20—C19—H19B	109.3
C3—C8—H8C	109.5	H19A—C19—H19B	108.0
H8A—C8—H8B	109.5	C19—C20—H20A	109.5
H8A—C8—H8C	109.5	C19—C20—H20B	109.5
H8B—C8—H8C	109.5	C19—C20—H20C	109.5
C5—C9—H9A	109.5	H20A—C20—H20B	109.5
C5—C9—H9B	109.5	H20A—C20—H20C	109.5
C5—C9—H9C	109.5	H20B—C20—H20C	109.5
O4—Mn1—O1—C1	168.4 (2)	C1—C2—C3—C8	5.5 (4)
O4i—Mn1—O1—C1	-11.6 (2)	C7—C2—C3—C4	3.1 (4)
N1—Mn1—O1—C1	-99.5 (2)	C7—C2—C3—C8	-178.0 (2)
N1i—Mn1—O1—C1	80.5 (2)	C1—C2—C7—C6	174.2 (2)
O1—Mn1—N1—C11	-62.66 (19)	C1—C2—C7—C10	-6.0 (4)
O1i—Mn1—N1—C11	117.34 (19)	C3—C2—C7—C6	-2.3 (4)
O1—Mn1—N1—C15	117.53 (16)	C3—C2—C7—C10	177.6 (3)
O1i—Mn1—N1—C15	-62.47 (16)	C5—C4—C3—C2	-1.1 (4)
O4—Mn1—N1—C11	26.91 (19)	C5—C4—C3—C8	-179.9 (3)
O4i—Mn1—N1—C11	-153.09 (19)	C3—C4—C5—C6	-1.7 (4)
O4—Mn1—N1—C15	-152.91 (16)	C3—C4—C5—C9	177.1 (3)
O4i—Mn1—N1—C15	27.09 (16)	C4—C5—C6—C7	2.6 (4)
Mn1—O1—C1—O2	-2.5 (4)	C9—C5—C6—C7	-176.2 (3)
Mn1—O1—C1—C2	-179.51 (14)	C2—C7—C6—C5	-0.6 (4)
Mn1—N1—C11—C12	-178.4 (2)	C10—C7—C6—C5	179.5 (3)
C15—N1—C11—C12	1.4 (4)	N1—C11—C12—C13	-1.1 (4)
Mn1—N1—C15—C14	179.68 (16)	C14—C13—C12—C11	-0.6 (4)
C11—N1—C15—C14	-0.1 (3)	C15—C14—C13—C12	1.7 (4)
C16—N2—C17A—C18A	-96.6 (11)	C16—C14—C13—C12	178.3 (2)
C17B—N2—C17A—C18A	-0.4 (10)	C13—C14—C15—N1	-1.5 (3)
C19—N2—C17A—C18A	113.2 (10)	C16—C14—C15—N1	-178.04 (19)
C16—N2—C17B—C18B	117.7 (4)	C13—C14—C16—O3	-65.7 (3)
C17A—N2—C17B—C18B	6.0 (7)	C13—C14—C16—N2	115.6 (3)
C19—N2—C17B—C18B	-78.9 (5)	C15—C14—C16—O3	110.9 (2)
C16—N2—C19—C20	102.2 (4)	C15—C14—C16—N2	-67.9 (3)
C17A—N2—C19—C20	-105.0 (7)	O3—C16—N2—C17A	-152.8 (7)

C17B—N2—C19—C20	-61.5 (5)	O3—C16—N2—C17B	158.4 (3)
C3—C2—C1—O1	89.8 (3)	O3—C16—N2—C19	-5.2 (4)
C3—C2—C1—O2	-87.4 (3)	C14—C16—N2—C17A	26.0 (8)
C7—C2—C1—O1	-86.7 (3)	C14—C16—N2—C17B	-22.9 (4)
C7—C2—C1—O2	96.0 (3)	C14—C16—N2—C19	173.5 (3)

Ek Tablo 14. **14** Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi [\AA , $^{\circ}$]

$D-H\cdots A$	$D-H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D-H\cdots A$
O4—H41 \cdots O3ii	0.85 (3)	2.00 (3)	2.838 (2)	171 (3)
O4—H42 \cdots O2i	0.80 (3)	1.90 (3)	2.660 (3)	157 (3)
C9—H9C \cdots O2ix	0.96	2.48	3.366 (5)	154
C11—H11 \cdots O3ii	0.93	2.52	3.447 (3)	179

Simetri Kodu: (i) $-x, -y, -z$; (ii) $x, -y+1/2, z-1/2$; (ix) $-x-1, y+1/2, -z-1/2$.

Ek tablo 15. **15** Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler [\AA , $^{\circ}$]

	x	y	z	U_{iso}^*/U_{eq}
Co1	0.5000	0.5000	0.0000	0.03723 (16)
O1	0.7500 (2)	0.6149 (3)	0.1133 (2)	0.1140 (12)
O2	0.64234 (15)	0.45260 (17)	0.10503 (11)	0.0476 (4)
O3	0.47496 (19)	0.62630 (18)	0.39053 (11)	0.0613 (5)
O4	0.41728 (17)	0.35512 (17)	0.04417 (13)	0.0495 (5)
H1W	0.358 (6)	0.358 (7)	0.004 (5)	0.201*
H2W	0.440 (6)	0.290 (6)	0.057 (5)	0.201*
N1	0.45672 (18)	0.62382 (18)	0.09231 (13)	0.0434 (5)
N2	0.3331 (3)	0.5092 (3)	0.30486 (19)	0.0929 (12)
C1	0.7318 (3)	0.5109 (3)	0.1382 (2)	0.0589 (8)
C2	0.8208 (2)	0.4486 (3)	0.21743 (19)	0.0546 (7)
C3	0.8883 (3)	0.3599 (3)	0.2011 (2)	0.0684 (9)
C4	0.9635 (3)	0.2965 (4)	0.2757 (3)	0.0784 (10)
H4	1.0091	0.2369	0.2654	0.094*
C5	0.9713 (3)	0.3208 (4)	0.3649 (2)	0.0761 (10)
C6	0.9055 (3)	0.4105 (4)	0.3785 (2)	0.0713 (9)
H6	0.9109	0.4279	0.4383	0.086*
C7	0.8310 (3)	0.4766 (3)	0.3068 (2)	0.0621 (8)
C8	0.7606 (4)	0.5758 (4)	0.3247 (3)	0.0895 (12)
H8A	0.7634	0.5690	0.3867	0.134*
H8B	0.6853	0.5668	0.2827	0.134*

H8C	0.7882	0.6550	0.3161	0.134*	
C9	0.8814 (4)	0.3334 (5)	0.1040 (3)	0.1066 (15)	
H9A	0.9321	0.2684	0.1052	0.160*	
H9B	0.9005	0.4062	0.0783	0.160*	
H9C	0.8072	0.3087	0.0670	0.160*	
C10	1.0488 (4)	0.2448 (5)	0.4441 (3)	0.1131 (16)	
H10A	1.1133	0.2225	0.4313	0.170*	
H10B	1.0112	0.1717	0.4513	0.170*	
H10C	1.0709	0.2923	0.4998	0.170*	
C11	0.4479 (2)	0.5794 (2)	0.16908 (15)	0.0457 (6)	
H11	0.4627	0.4964	0.1823	0.055*	
C12	0.4181 (2)	0.6499 (2)	0.22983 (15)	0.0425 (6)	
C13	0.4001 (3)	0.7736 (3)	0.21270 (19)	0.0602 (8)	
H13	0.3822	0.8244	0.2531	0.072*	
C14	0.4095 (3)	0.8204 (3)	0.1337 (2)	0.0735 (10)	
H14	0.3980	0.9038	0.1201	0.088*	
C15	0.4357 (3)	0.7430 (3)	0.07530 (18)	0.0574 (7)	
H15	0.4390	0.7755	0.0213	0.069*	
C16	0.4100 (3)	0.5942 (2)	0.31519 (16)	0.0501 (7)	
C17	0.3272 (4)	0.4478 (4)	0.3879 (3)	0.1070 (16)	
H17A	0.3127	0.3608	0.3753	0.128*	
H17B	0.3983	0.4558	0.4381	0.128*	
C18	0.2407 (5)	0.5002 (6)	0.4159 (4)	0.154 (3)	
H18A	0.2431	0.4618	0.4719	0.231*	
H18B	0.1695	0.4862	0.3685	0.231*	
H18C	0.2528	0.5871	0.4258	0.231*	
C19A	0.2227 (8)	0.5259 (10)	0.2181 (7)	0.080 (3)	0.490 (13)
H19A	0.1601	0.5419	0.2364	0.096*	0.490 (13)
H19B	0.2294	0.5928	0.1794	0.096*	0.490 (13)
C19B	0.2696 (8)	0.4402 (8)	0.2180 (5)	0.077 (3)	0.510 (13)
H19C	0.2477	0.3595	0.2318	0.093*	0.510 (13)
H19D	0.3135	0.4307	0.1798	0.093*	0.510 (13)
C20A	0.2102 (12)	0.4038 (11)	0.1694 (9)	0.128 (5)	0.490 (13)
H20A	0.1443	0.4049	0.1148	0.192*	0.490 (13)
H20B	0.2047	0.3392	0.2094	0.192*	0.490 (13)
H20C	0.2736	0.3896	0.1529	0.192*	0.490 (13)
C20B	0.1696 (11)	0.5203 (13)	0.1714 (9)	0.134 (5)	0.510 (13)

H20D	0.1236	0.4828	0.1146	0.201*	0.510 (13)
H20E	0.1933	0.5999	0.1592	0.201*	0.510 (13)
H20F	0.1281	0.5292	0.2109	0.201*	0.510 (13)
Co1—O2		2.0336 (18)		C9—H9C	0.9600
Co1—O2i		2.0336 (18)		C10—H10A	0.9600
Co1—O4		2.1561 (18)		C10—H10B	0.9600
Co1—O4i		2.1561 (19)		C10—H10C	0.9600
Co1—N1		2.1913 (19)		C11—H11	0.9300
Co1—Ni		2.1913 (19)		C12—C11	1.381 (3)
O2—C1		1.254 (4)		C12—C16	1.503 (3)
O4—H1W		0.80 (7)		C13—C12	1.374 (4)
O4—H2W		0.76 (7)		C13—C14	1.382 (4)
N1—C11		1.336 (3)		C13—H13	0.9300
N1—C15		1.330 (3)		C14—C15	1.372 (4)
N2—C17		1.486 (4)		C14—H14	0.9300
N2—C19A		1.579 (11)		C15—H15	0.9300
N2—C19B		1.503 (8)		C16—N2	1.325 (4)
C1—O1		1.245 (4)		C17—H17A	0.9700
C1—C2		1.508 (4)		C17—H17B	0.9700
C2—C7		1.387 (4)		C18—C17	1.462 (7)
C3—C2		1.387 (5)		C18—H18A	0.9600
C3—C4		1.396 (5)		C18—H18B	0.9600
C3—C9		1.514 (5)		C18—H18C	0.9600
C4—H4		0.9300		C19A—C20A	1.508 (13)
C5—C4		1.385 (5)		C19A—H19A	0.9700
C5—C10		1.519 (5)		C19A—H19B	0.9700
C6—C5		1.363 (5)		C19B—C20B	1.508 (14)
C6—H6		0.9300		C19B—H19C	0.9700
C7—C6		1.381 (4)		C19B—H19D	0.9700
C7—C8		1.504 (5)		C20A—H20A	0.9600
C8—H8A		0.9600		C20A—H20B	0.9600
C8—H8B		0.9600		C20A—H20C	0.9600
C8—H8C		0.9600		C20B—H20D	0.9600
C9—H9A		0.9600		C20B—H20E	0.9600
O2i—Co1—O2		180.00 (13)		C5—C10—H10A	109.5
O2—Co1—O4		88.12 (7)		C5—C10—H10B	109.5
O2i—Co1—O4		91.88 (7)		C5—C10—H10C	109.5
O2—Co1—O4i		91.88 (7)		H10A—C10—H10B	109.5

O2i—Co1—O4i	88.12 (7)	H10A—C10—H10C	109.5
O2—Co1—N1	90.01 (8)	H10B—C10—H10C	109.5
O2i—Co1—N1	89.99 (8)	N1—C11—C12	123.7 (2)
O2—Co1—N1i	89.99 (8)	N1—C11—H11	118.1
O2i—Co1—N1i	90.01 (8)	C12—C11—H11	118.1
O4—Co1—O4i	180.00 (9)	C11—C12—C16	121.1 (2)
O4—Co1—N1	87.66 (7)	C13—C12—C11	118.6 (2)
O4i—Co1—N1	92.34 (7)	C13—C12—C16	120.3 (2)
O4—Co1—N1i	92.34 (7)	C12—C13—C14	118.0 (2)
O4i—Co1—N1i	87.66 (7)	C12—C13—H13	121.0
N1—Co1—N1i	180.00 (7)	C13—C14—H14	120.2
C1—O2—Co1	129.21 (18)	C14—C13—H13	121.0
Co1—O4—H1W	99 (5)	C15—C14—C13	119.6 (3)
Co1—O4—H2W	125 (5)	C15—C14—H14	120.2
H1W—O4—H2W	115 (6)	N1—C15—C14	123.1 (2)
C11—N1—Co1	119.79 (16)	N1—C15—H15	118.5
C15—N1—Co1	123.32 (16)	C14—C15—H15	118.5
C15—N1—C11	116.9 (2)	O3—C16—N2	122.6 (2)
C16—N2—C17	119.0 (3)	O3—C16—C12	119.6 (2)
C16—N2—C19A	115.4 (4)	N2—C16—C12	117.9 (2)
C16—N2—C19B	126.5 (3)	N2—C17—H17A	109.1
C17—N2—C19A	118.7 (4)	N2—C17—H17B	109.1
C17—N2—C19B	112.2 (4)	C18—C17—N2	112.3 (5)
O1—C1—O2	125.6 (3)	C18—C17—H17A	109.1
O1—C1—C2	119.2 (3)	C18—C17—H17B	109.1
O2—C1—C2	115.1 (2)	H17A—C17—H17B	107.9
C3—C2—C1	120.3 (3)	C17—C18—H18A	109.5
C3—C2—C7	120.4 (3)	C17—C18—H18B	109.5
C7—C2—C1	119.3 (3)	C17—C18—H18C	109.5
C2—C3—C4	118.8 (3)	H18A—C18—H18B	109.5
C2—C3—C9	120.6 (3)	H18A—C18—H18C	109.5
C4—C3—C9	120.6 (4)	H18B—C18—H18C	109.5
C3—C4—H4	119.4	N2—C19A—H19A	111.1
C5—C4—C3	121.1 (3)	N2—C19A—H19B	111.1
C5—C4—H4	119.4	C20A—C19A—N2	103.1 (10)
C4—C5—C10	119.9 (4)	C20A—C19A—H19A	111.1
C6—C5—C4	118.4 (3)	C20A—C19A—H19B	111.1
C6—C5—C10	121.7 (4)	H19A—C19A—H19B	109.1

C5—C6—C7	122.4 (3)	N2—C19B—C20B	103.7 (9)
C5—C6—H6	118.8	N2—C19B—H19C	111.0
C7—C6—H6	118.8	N2—C19B—H19D	111.0
C2—C7—C8	120.4 (3)	C20B—C19B—H19C	111.0
C6—C7—C2	118.8 (3)	C20B—C19B—H19D	111.0
C6—C7—C8	120.8 (3)	H19C—C19B—H19D	109.0
C7—C8—H8A	109.5	C19A—C20A—H20A	109.5
C7—C8—H8B	109.5	C19A—C20A—H20B	109.5
C7—C8—H8C	109.5	C19A—C20A—H20C	109.5
H8A—C8—H8B	109.5	H20A—C20A—H20B	109.5
H8A—C8—H8C	109.5	H20A—C20A—H20C	109.5
H8B—C8—H8C	109.5	H20B—C20A—H20C	109.5
C3—C9—H9A	109.5	C19B—C20B—H20D	109.5
C3—C9—H9B	109.5	C19B—C20B—H20E	109.5
C3—C9—H9C	109.5	C19B—C20B—H20F	109.5
H9A—C9—H9B	109.5	H20D—C20B—H20E	109.5
H9A—C9—H9C	109.5	H20D—C20B—H20F	109.5
H9B—C9—H9C	109.5	H20E—C20B—H20F	109.5
O4—Co1—O2—C1	-165.8 (2)	C1—C2—C7—C8	-5.2 (5)
O4i—Co1—O2—C1	14.2 (2)	C3—C2—C7—C6	-3.2 (5)
N1—Co1—O2—C1	-78.1 (2)	C3—C2—C7—C8	177.8 (3)
N1i—Co1—O2—C1	101.9 (2)	C4—C3—C2—C1	-174.6 (3)
O2—Co1—N1—C11	-57.7 (2)	C4—C3—C2—C7	2.4 (5)
O2i—Co1—N1—C11	122.3 (2)	C9—C3—C2—C1	6.1 (5)
O2—Co1—N1—C15	123.9 (2)	C9—C3—C2—C7	-177.0 (3)
O2i—Co1—N1—C15	-56.1 (2)	C2—C3—C4—C5	0.0 (5)
O4—Co1—N1—C11	30.5 (2)	C9—C3—C4—C5	179.4 (4)
O4i—Co1—N1—C11	-149.5 (2)	C6—C5—C4—C3	-1.5 (6)
O4—Co1—N1—C15	-148.0 (2)	C10—C5—C4—C3	176.2 (4)
O4i—Co1—N1—C15	32.0 (2)	C7—C6—C5—C4	0.7 (5)
Co1—O2—C1—O1	2.1 (5)	C7—C6—C5—C10	-177.0 (4)
Co1—O2—C1—C2	179.24 (18)	C2—C7—C6—C5	1.6 (5)
Co1—N1—C11—C12	-178.2 (2)	C8—C7—C6—C5	-179.4 (3)
C15—N1—C11—C12	0.4 (4)	C13—C12—C11—N1	-2.4 (4)
Co1—N1—C15—C14	-179.5 (3)	C16—C12—C11—N1	-179.8 (3)
C11—N1—C15—C14	2.0 (5)	C11—C12—C16—O3	113.7 (3)
C16—N2—C17—C18	99.5 (5)	C11—C12—C16—N2	-64.8 (4)
C19A—N2—C17—C18	-49.9 (7)	C13—C12—C16—O3	-63.7 (4)

C19B—N2—C17—C18	-96.4 (6)	C13—C12—C16—N2	117.9 (4)
C16—N2—C19A—C20A	125.7 (6)	C14—C13—C12—C11	2.0 (5)
C17—N2—C19A—C20A	-83.8 (7)	C14—C13—C12—C16	179.5 (3)
C19B—N2—C19A—C20A	8.4 (7)	C12—C13—C14—C15	0.2 (5)
C16—N2—C19B—C20B	-89.3 (8)	C13—C14—C15—N1	-2.3 (6)
C17—N2—C19B—C20B	108.1 (8)	O3—C16—N2—C17	-1.6 (6)
C19A—N2—C19B—C20B	-0.6 (9)	O3—C16—N2—C19A	148.8 (5)
O1—C1—C2—C3	-99.3 (4)	O3—C16—N2—C19B	-163.2 (6)
O1—C1—C2—C7	83.8 (4)	C12—C16—N2—C17	176.8 (3)
O2—C1—C2—C3	83.4 (4)	C12—C16—N2—C19A	-32.8 (5)

Ek Tablo 16. **15** Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi [\AA , $^{\circ}$]

$D-H\cdots A$	$D-H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D-H\cdots A$
O4—H1W \cdots O1i	0.80 (6)	1.87 (6)	2.634 (3)	160 (7)
O4—H2W \cdots O3ii	0.76 (7)	2.10 (7)	2.850 (3)	170 (7)
C10—H10A \cdots O1iii	0.96	2.43	3.365 (6)	165
C15—H15 \cdots O3iv	0.93	2.50	3.420 (4)	172

Simetri Kodu: (i) $-x+1, -y+1, -z$; (ii) $-x+1, y-1/2, -z+1/2$; (iii) $-x+2, y-1/2, -z+1/2$; (iv) $x, -y+3/2, z-1/2$.

Ek Tablo 17. **21** Kristalinde Atom Koordinatları ve Geometrik Parametreler [\AA , $^{\circ}$]

	x	y	z	U_{iso}^*/U_{eq}
Co1	0.0000	0.0000	0.0000	0.02676 (9)
O1	-0.15897 (14)	0.14320 (12)	0.21665 (11)	0.0417 (3)
O2	0.08538 (13)	0.01768 (10)	0.14429 (9)	0.0325 (2)
O3	0.43372 (17)	0.35986 (12)	-0.03048 (13)	0.0529 (3)
O4	0.26754 (14)	-0.04949 (12)	-0.07344 (10)	0.0366 (2)
H41	0.256 (4)	-0.078 (3)	-0.131 (2)	0.074 (8)*
H42	0.350 (3)	-0.001 (2)	-0.0935 (19)	0.054 (6)*
O5	0.54025 (18)	0.12406 (16)	-0.13794 (15)	0.0559 (3)
H51	0.523 (4)	0.181 (3)	-0.100 (2)	0.071 (8)*
H52	0.645 (4)	0.079 (3)	-0.140 (2)	0.072 (7)*
N1	0.01589 (15)	0.22272 (12)	-0.07666 (10)	0.0299 (2)
N2	0.3410 (2)	0.58855 (14)	-0.10004 (14)	0.0436 (3)
H21	0.269 (3)	0.651 (2)	-0.1300 (18)	0.045 (5)*
H22	0.419 (3)	0.607 (2)	-0.0731 (18)	0.050 (5)*
C1	-0.00106 (18)	0.09283 (13)	0.21156 (12)	0.0303 (3)
C2	0.09212 (18)	0.12971 (14)	0.28796 (12)	0.0303 (3)
C3	-0.0038 (2)	0.16117 (19)	0.39080 (14)	0.0413 (3)

H3	-0.1233	0.1536	0.4137	0.050*	
C4	0.0758 (2)	0.2035 (2)	0.45931 (14)	0.0440 (4)	
H4	0.0090	0.2227	0.5283	0.053*	
C5	0.2529 (2)	0.21823 (16)	0.42790 (13)	0.0354 (3)	
C6	0.3480 (2)	0.18731 (19)	0.32456 (14)	0.0420 (3)	
H6	0.4670	0.1966	0.3010	0.050*	
C7	0.2693 (2)	0.14291 (18)	0.25570 (14)	0.0388 (3)	
H7	0.3362	0.1219	0.1874	0.047*	
C8	0.3378 (3)	0.2695 (2)	0.50365 (16)	0.0508 (4)	
C9	0.14714 (17)	0.27411 (13)	-0.06047 (12)	0.0293 (3)	
H9	0.2224	0.2129	-0.0154	0.035*	
C10	0.17772 (17)	0.41344 (13)	-0.10698 (12)	0.0295 (3)	
C11	0.0657 (2)	0.50459 (15)	-0.17403 (14)	0.0401 (3)	
H11	0.0817	0.5989	-0.2066	0.048*	
C12	-0.0706 (2)	0.45268 (17)	-0.19165 (16)	0.0450 (4)	
H12	-0.1478	0.5117	-0.2363	0.054*	
C13	-0.09077 (19)	0.31202 (16)	-0.14208 (14)	0.0369 (3)	
H13	-0.1824	0.2780	-0.1548	0.044*	
C14	0.32848 (19)	0.45316 (15)	-0.07695 (13)	0.0340 (3)	
C15A	0.5284 (5)	0.2569 (7)	0.4716 (4)	0.0837 (17)	0.631 (5)
H15A	0.5709	0.2910	0.5229	0.126*	0.631 (5)
H15B	0.5752	0.1600	0.4785	0.126*	0.631 (5)
H15C	0.5648	0.3115	0.3924	0.126*	0.631 (5)
C16A	0.2846 (6)	0.1834 (5)	0.6339 (3)	0.0748 (12)	0.631 (5)
H16A	0.1591	0.1899	0.6574	0.112*	0.631 (5)
H16B	0.3333	0.0867	0.6420	0.112*	0.631 (5)
H16C	0.3288	0.2208	0.6825	0.112*	0.631 (5)
C17A	0.2534 (7)	0.4241 (4)	0.5014 (5)	0.0908 (16)	0.631 (5)
H17A	0.1279	0.4279	0.5229	0.136*	0.631 (5)
H17B	0.2935	0.4546	0.5558	0.136*	0.631 (5)
H17C	0.2869	0.4845	0.4240	0.136*	0.631 (5)
C15B	0.4753 (14)	0.3681 (10)	0.4200 (7)	0.091 (3)	0.369 (5)
H15D	0.5405	0.3276	0.3578	0.137*	0.369 (5)
H15E	0.4156	0.4587	0.3877	0.137*	0.369 (5)
H15F	0.5542	0.3784	0.4632	0.137*	0.369 (5)
C16B	0.4717 (11)	0.1305 (9)	0.5576 (7)	0.082 (2)	0.369 (5)
H16D	0.5515	0.0987	0.4946	0.122*	0.369 (5)
H16E	0.5368	0.1557	0.6023	0.122*	0.369 (5)

H16F	0.4044	0.0564	0.6073	0.122*	0.369 (5)
C17B	0.2288 (10)	0.3074 (12)	0.5999 (7)	0.090 (3)	0.369 (5)
H17D	0.2967	0.3374	0.6399	0.135*	0.369 (5)
H17E	0.1412	0.3830	0.5747	0.135*	0.369 (5)
H17F	0.1729	0.2281	0.6518	0.135*	0.369 (5)
Co1—O2		2.1252 (9)	C8—C15B		1.566 (8)
Co1—O2i		2.1252 (9)	C8—C16B		1.658 (8)
Co1—O4		2.1104 (11)	C8—C17B		1.382 (7)
Co1—O4i		2.1103 (11)	C9—H9		0.9300
Co1—N1		2.1638 (11)	C10—C9		1.3863 (18)
Co1—N1i		2.1638 (11)	C10—C11		1.384 (2)
O1—C1		1.2526 (17)	C10—C14		1.4994 (18)
O2—C1		1.2702 (16)	C14—N2		1.3224 (18)
O3—C14		1.2335 (19)	C11—C12		1.383 (2)
O4—H41		0.87 (3)	C11—H11		0.9300
O4—H42		0.84 (2)	C12—H12		0.9300
O5—H51		0.81 (3)	C13—C12		1.382 (2)
O5—H52		0.86 (3)	C13—H13		0.9300
N1—C9		1.3357 (16)	C15A—H15A		0.9600
N1—C13		1.3375 (18)	C15A—H15B		0.9600
N2—H21		0.83 (2)	C15A—H15C		0.9600
N2—H22		0.85 (2)	C16A—H16A		0.9600
C1—C2		1.5028 (17)	C16A—H16B		0.9600
C2—C3		1.389 (2)	C16A—H16C		0.9600
C2—C7		1.383 (2)	C17A—H17A		0.9600
C3—C4		1.379 (2)	C17A—H17B		0.9600
C3—H3		0.9300	C17A—H17C		0.9600
C4—H4		0.9300	C15B—H15D		0.9600
C5—C4		1.386 (2)	C15B—H15E		0.9600
C5—C6		1.390 (2)	C15B—H15F		0.9600
C5—C8		1.534 (2)	C16B—H16D		0.9600
C6—C7		1.389 (2)	C16B—H16E		0.9600
C6—H6		0.9300	C16B—H16F		0.9600
C7—H7		0.9300	C17B—H17D		0.9600
C8—C15A		1.455 (4)	C17B—H17E		0.9600
C8—C16A		1.560 (4)	C17B—H17F		0.9600
C8—C17A		1.564 (4)			
O2i—Co1—O2		180.0	C17B—C8—C15B		119.4 (6)

O2—Co1—N1	87.77 (4)	C17B—C8—C16B	105.4 (5)
O2i—Co1—N1	92.23 (4)	N1—C9—C10	123.81 (12)
O2—Co1—N1i	92.23 (4)	N1—C9—H9	118.1
O2i—Co1—N1i	87.77 (4)	C10—C9—H9	118.1
O4—Co1—O2	86.55 (4)	C9—C10—C14	116.42 (12)
O4i—Co1—O2	93.45 (4)	C11—C10—C9	118.10 (12)
O4—Co1—O2i	93.45 (4)	C11—C10—C14	125.46 (12)
O4i—Co1—O2i	86.55 (4)	C10—C11—H11	120.7
O4i—Co1—O4	180.0	C12—C11—C10	118.68 (13)
O4—Co1—N1	91.29 (4)	C12—C11—H11	120.7
O4i—Co1—N1	88.71 (4)	C11—C12—H12	120.4
O4—Co1—N1i	88.71 (4)	C13—C12—C11	119.21 (14)
O4i—Co1—N1i	91.29 (4)	C13—C12—H12	120.4
N1i—Co1—N1	180.0	N1—C13—C12	122.83 (13)
C1—O2—Co1	123.73 (8)	N1—C13—H13	118.6
Co1—O4—H41	99.1 (18)	C12—C13—H13	118.6
Co1—O4—H42	129.8 (16)	O3—C14—N2	122.61 (14)
H42—O4—H41	112 (2)	O3—C14—C10	119.44 (12)
H51—O5—H52	111 (3)	N2—C14—C10	117.94 (13)
C9—N1—Co1	117.05 (9)	C8—C15A—H15A	109.5
C9—N1—C13	117.36 (12)	C8—C15A—H15B	109.5
C13—N1—Co1	125.54 (9)	C8—C15A—H15C	109.5
C14—N2—H21	122.6 (14)	H15A—C15A— H15B	109.5
C14—N2—H22	115.3 (15)	H15A—C15A— H15C	109.5
H21—N2—H22	122 (2)	H15B—C15A— H15C	109.5
O1—C1—O2	124.68 (12)	C8—C16A—H16A	109.5
O1—C1—C2	116.71 (12)	C8—C16A—H16B	109.5
O2—C1—C2	118.57 (12)	C8—C16A—H16C	109.5
C3—C2—C1	119.37 (13)	H16A—C16A— H16B	109.5
C7—C2—C1	122.20 (13)	H16A—C16A— H16C	109.5
C7—C2—C3	118.28 (12)	H16B—C16A— H16C	109.5
C2—C3—H3	119.6	C8—C17A—H17A	109.5

C4—C3—C2	120.84 (14)	C8—C17A—H17B	109.5
C4—C3—H3	119.6	C8—C17A—H17C	109.5
C3—C4—C5	121.64 (14)	H17A—C17A— H17B	109.5
C3—C4—H4	119.2	H17A—C17A— H17C	109.5
C5—C4—H4	119.2	H17B—C17A— H17C	109.5
C4—C5—C6	117.23 (13)	C8—C15B—H15D	109.5
C4—C5—C8	120.78 (14)	C8—C15B—H15E	109.5
C6—C5—C8	121.97 (14)	C8—C15B—H15F	109.5
C5—C6—H6	119.2	H15D—C15B— H15E	109.5
C7—C6—C5	121.52 (14)	H15D—C15B— H15F	109.5
C7—C6—H6	119.2	H15E—C15B— H15F	109.5
C2—C7—C6	120.48 (13)	C8—C16B—H16D	109.5
C2—C7—H7	119.8	C8—C16B—H16E	109.5
C6—C7—H7	119.8	C8—C16B—H16F	109.5
C5—C8—C16A	109.22 (19)	H16D—C16B— H16E	109.5
C5—C8—C17A	107.8 (2)	H16D—C16B— H16F	109.5
C5—C8—C15B	108.0 (3)	H16E—C16B— H16F	109.5
C5—C8—C16B	104.1 (3) 114.7 (2)	C8—C17B—H17D	109.5
C15A—C8—C5		C8—C17B—H17E	109.5
C15A—C8—C16A	107.7 (3)	C8—C17B—H17F	109.5
C15A—C8—C17A	112.0 (3)	H17D—C17B— H17E	109.5

Ek Tablo 18. 21 Kristalinin Hidrojen Bağı Geometrisi [\AA , $^\circ$]

$D-H\cdots A$	$D-H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D-H\cdots A$
N2—H21 \cdots O1ii	0.82 (2)	2.15 (2)	2.935 (2)	159 (2)
N2—H22 \cdots O3iii	0.85 (2)	2.07 (2)	2.907 (2)	166 (2)
O4—H41 \cdots O1i	0.87 (3)	1.79 (3)	2.6230 (17)	160 (3)
O4—H42 \cdots O5	0.84 (2)	2.01 (2)	2.852 (2)	176.4 (19)

O5—H51···O3	0.82 (3)	2.14 (3)	2.942 (2)	164 (3)
O5—H52···O2iv	0.87 (3)	2.17 (3)	3.0331 (19)	175 (3)

Simetri Kodu: (i) $-x, -y, -z$; (ii) $-x, -y+1, -z$; (iii) $-x+1, -y+1, -z$; (iv) $-x+1, -y, -z$.



ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Safiye ÖZKAYA
Doğum Yeri : Kars
Doğum Tarihi : 14.11.1976
Medeni Durumu : Evli
Yabancı Dili : İngilizce
İletişim : demetsafiye@hotmail.com

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Alparslan Lisesi-1994
Lisans : Kafkas Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü-1998
Yüksek Lisans :Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Anorganik Kimya Bölümü-2004
Tezsiz Yüksek Lisans: Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Öğretmenliği- 2006

*Kafkas Üniversitesi'nde başlayan doktora eğitimi sürecinde, eşinin İzmir'de iş hayatına devam etmesi nedeniyle doktora eğitimine misafir öğrenci olarak Ege Üniversitesi ve 9 Eylül Üniversitesi'nde devam etmiştir.

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl

İzmir Cumhuriyet İlköğretim Okulu (2017)
İzmir Albaş Prestij Okulları (2014-2016)
İzmir Kavram Dershaneleri (2012-2013)
Kars Birey Dershaneleri (2009-2010)
Kars Sarıkamış 29 Eylül İlköğretim Okulu (2002-2003)
Kars Sarıkamış İmam Hatip Lisesi (2002-2003)

Yayımları (SCI ve diğer)

Ulusal:

Safiye ÖZKAYA, M.Salih AĞIRTAŞ, Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi/ Journal of The Institute of Natural & Applied Sciences 16 (2):40-44, Synthesis of New Metallophthalocyanines Substituted with Dissimilar Groups (2011)

Uluslar Arası:

1. Aşkın G. Ş., Necefoğlu H., Özkaya S., Dilek N. and Hökelek T. Crystal Structure of tetrakis(μ -2,4,6-trimethylbenzoato- κ^2 O:O')bis[(nicotinamide- κ N')copper(II)]. Acta Cryst. E71, 989-992.(2015).
2. Aşkın G. Ş., Necefoğlu H., Özkaya S., Çelik R. Ç. and Hökelek T. Crystal structure of diaquabis(*N,N*-diethylnicotinamide- κ N¹)bis(2,4,6-trimethylbenzoato- κ O¹)cobalt(II). Acta Cryst., E72, 498–501.(2016).
3. Aşkın G. Ş., Necefoğlu H., Özkaya S., Çelik R. Ç. and Hökelek T. Crystal structure of diaquabis(4-tert-butylbenzoato- κ O) bis(nicotinamide- κ N¹)cobalt(II) dihydrate. Acta Cryst., E72, 888–891. (2016).
4. Hökelek T., Sertkaya G., Ay E., Özkaya S. and Necefoğlu H. Crystal structure and Hirshfeld surface analysis of diaquabis(isonicotinamide- κ N)bis(2,4,6-trimethylbenzoato- κ O1)nickel(II) dihydrate. Acta Cryst., E73, 1137–1141.(2017).
5. Hökelek T., Aşkın Ş. G., Özkaya S. and Necefoğlu H. Crystal structure and Hirshfeld surface analysis of aquabis(nicotinamide- κ N¹)bis(2,4,6 trimethylbenzoato- κ O)zinc. Acta Cryst., E73, 1348–1352. (2017).
6. Hökelek T., Akduran N., Özkaya S. and Necefoğlu H. Crystal structure of catena-poly[[[diaquabis(2,4,6-trimethylbenzoato- κ O)cobalt(II)]- μ -aqua- κ^2 O:O]dihydrate]. Acta Cryst., E73, 708-712. (2017).
7. Hökelek T., Özkaya S. and Necefoğlu H. Crystal structure and Hirshfeld surface analysis of aquabis(nicotinamide- κ N¹)bis(2,4,6-trimethylbenzoato- κ^2 O,O') cadmium(II). Acta Cryst., E74, 246–251. (2018).

Bildiriler:

1. Necefođlu H., Özbek F. E., Sertçelik M., Özkaya S. Nicotinamide Complexes of Ni(II), Mn(II) and Zn(II) p-tert-Butylbenzoates. 3rd. İnter. Turkic World Con. On Chem. Sci. and Tech. Bakü/Azerbaijan (2017).
2. Hökelek T., Akduran N., Özkaya S. and Necefođlu H. Sink(II) 2,4,6-trimetilbenzoatın izonikokinamid kompleksinin sintezi ve kristal quruluđu. Müasir Tebiet Elmlerinin Aktual Problemleri Beynelxalq Konfransı. Gence, Azərbaycan. Bildiri Kitabı I, s. 216-218(2017).

Editörlük:

Prof. Dr. Hacali Necefođlu'na Armađan, Editörler: Safiye ÖZKAYA, İbrahim ÖZKAYA. ISBN 978-975-98136-2-8 (2016)