

**T.C.**  
**KAFKAS ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**  
**KİMYA ANABİLİM DALI**

**METAL 4-FORMİLBENZOATLARIN İZONİKOTİNAMİD**  
**KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ VE YAPILARININ İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Ferdi GÜRGEN**

**DANIŞMAN**

**Yrd. Doç. Dr. Ali ARSLANTAŞ**

**HAZİRAN 2011**

**KARS**

T.C.  
KAFKAS ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI

METAL 4-FORMİLBENZOATLARIN İZONİKOTİNAMİD  
KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ VE YAPILARININ İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ferdi GÜRGEN

DANIŞMAN

Yrd. Doç. Dr. Ali ARSLANTAŞ

HAZİRAN 2011

KARS

T.C. Kafkas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı Yüksek Lisans Öğrencisi Ferdi GÜRGEN'in Yrd. Doç. Dr. Ali ARSLANTAŞ'nın danışmanlığında yüksek lisans tezi olarak hazırladığı "Metal 4-formilbenzoatların izonikotinamid Komplekslerinin Sentezi ve Yapılarının İncelenmesi" adlı bu çalışma yapılan tez savunması sınavı sonunda jüri tarafından Lisans Üstü Eğitim Öğretim Yönetmeliği uyarınca değerlendirilerek oy .....ile kabul edilmiştir.

...../...../.....

	Adı-Soyadı	İmza
Başkan	:	
Üye	:	
Üye	:	

Bu tezin kabulü, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun ...../...../2011 gün ve ...../..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Doç.Dr. Muzaffer ALKAN

Enstitü Müdürü

## ÖNSÖZ

Bu yüksek lisans tezi Kafkas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Anorganik Kimya Bilim Dalı yüksek lisans programında yapılmıştır.

Kafkas Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nde yüksek lisans tezimin araştırmalarını yapabilmem için gerekli imkanları sağlayan ve çalışmalarımın bütün aşamalarında bana yol gösteren tez danışmanım sayın Yrd. Doç. Dr. Ali ARSLANTAŞ'a Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölüm Başkanı sayın Prof. Dr. Hacali NECEFOĞLU'na

Tez çalışmamın tüm aşamalarında yardımlarını esirgemeyen doktora öğrencisi sayın Mustafa SERTÇELİK'e

X Ray yapı analizlerinin aydınlatılmasında yardımlarını esirgemeyen sayın Prof. Dr. Tuncer HÖKELEK'e

Tez çalışmamda bazı analizlerde benden yardımlarını esirgemeyen değerli dostlarım Murat GEÇER ve Halil ÇALIŞKAN'a

Yüksek lisans yapmış olduğum sürede benden yardımlarını ve desteklerini esirgemeyen değerli eşim Sultan GÜRGEN'e

Hayatım boyunca bana her konuda güvenen ve her konuda bana destek olup bu günlere gelmemi sağlayan değerli anneme ve babama teşekkürü bir borç bilirim.

Haziran 2011

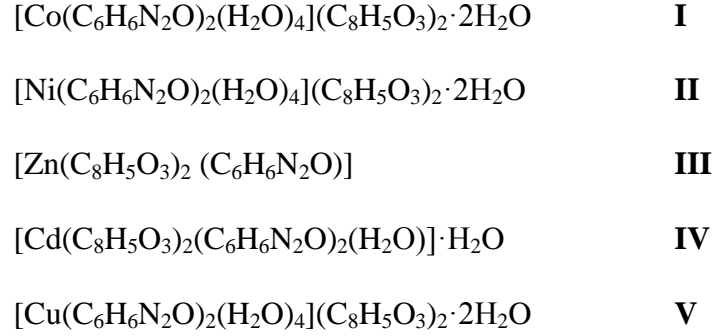
Ferdi GÜRGEN

## İÇİNDEKİLER

	Sayfa No
ABSTRACT.....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ .....	iv
<b>1. GİRİŞ.....</b>	<b>1</b>
<b>2. METAL 4-FORMİLBENZOATLARIN KOMPLEKSLERİ.....</b>	<b>2</b>
<b>3. İZONİKOTİNAMİD .....</b>	<b>25</b>
<b>4. İZONİKOTİNAMİD METAL KOMPLEKSLERİ .....</b>	<b>26</b>
<b>5. MATERYAL VE METOD .....</b>	<b>36</b>
5.1. Sentez.....	36
5.2. Metot.....	37
5.2.1. Elemental Analiz.....	37
5.2.2. Infrared Spektrum.....	37
5.2.3. Termik Analiz.....	37
5.2.4. X-Ray Yapı Analizi .....	39
<b>6. BULGULAR .....</b>	<b>40</b>
6.1. Elemental Analiz.....	40
6.2. Infrared Spektrum .....	40
6.3. Termik Analiz .....	40
6.4. X-Ray .....	40
<b>7. SONUÇ VE TARTIŞMA.....</b>	<b>67</b>
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>76</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>83</b>

## ÖZET

Bu tez çalışmasında Kobalt(II), Nikel(II), Çinko(II), Kadmiyum(II) ve Bakır(II) metallerinin 4-formilbenzoat ile biyolojik öneme sahip izonikotinamidin beş adet kompleksi sentezlenmiş ve çeşitli spektroskopik yöntemler ile yapıları aydınlatılmıştır.



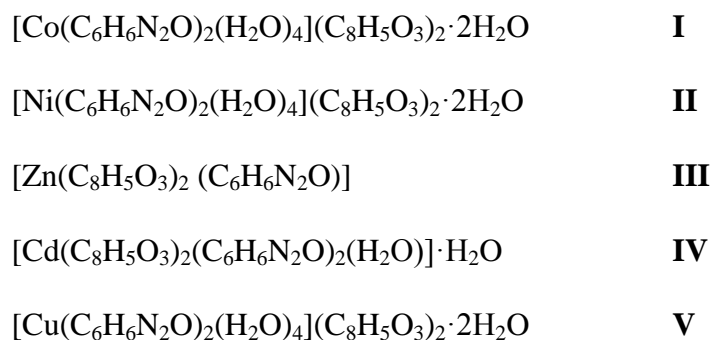
Komplekslerin yapıları elemental analiz ve Infrared Spektroskopisi (IR) gibi spektroskopik yöntemler ile yapısı aydınlatılmıştır. Komplekslerin termik bozunma özellikleri TG/DTA ile belirlenmiştir. 4 adet kompleksin yapısı tek kristal x ışını difraksiyonu ile belirlenmiştir.

Parçalanma sonucunda parçalanma ürünü olarak komplekslerde; CoO (I), NiO (II), Zn(III), CdO(IV) ve CuO(V) oluştuğu gözlenmiştir.

**ANAHTAR SÖZCÜKLER;** 4-formilbenzoat, izonikotinamid

## ABSTRACT

In this study, 5 new mixed complexes of Co(II), Ni(II), Zn(II), Cd(II) and Cu(II) with 4-formylbenzoate and with biologically active compound such as isonicotinamide were synthesized:



The structural and spectroscopic properties of the complexes were investigated by elemental analysis, single crystal X-ray diffraction, IR technique. Thermal behaviours of the complexes were determined by simultaneous thermal analysis techniques (TG,DTG and DTA). Crystal and molecular structures of four complexes were determined by single crystal x-ray diffraction .

It is doserved that as a result of fragmation in complexes as a product of fragmation CoO (I), NiO (II), Zn(III), CdO(IV) and CuO(V) existed.

**Key Words:** 4-formylbenzoate, isonicotinamide.

## SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

<b>4-FB</b>	: 4-Formilbenzoat
<b>İNA</b>	: İzonikotinamid
<b>DENA</b>	: <i>N,N'</i> -Dietilnikotinamid
<b>Me</b>	: Metal
<b>DTA</b>	: Diferansiyel Termik Analiz
<b>TG</b>	: Termogravimetri
<b>a, b, c, <math>\alpha</math>, <math>\beta</math>, <math>\gamma</math></b>	: Birim Hücre Parametreleri
<b>h, k, l</b>	: Miller İndisleri
<b>D<sub>x</sub></b>	: Kristalin X-ışını yoğunluğu
<b>Å</b>	: Angström
<b>°</b>	: Derece
<b>K</b>	: Kelvin
<b>°C</b>	: Santigrad Derece
<b>K</b>	: Skala Faktörü
<b>Cm</b>	: Santimetre
<b>Mg</b>	: Megagram
<b>M</b>	: Metre
<b>MoK<sub><math>\alpha</math></sub></b>	: Molibden K-alfa (0.71069 Å)
<b>l</b>	: Dalga boyu
<b>q</b>	: (Bragg) gelme ve yansıma açısı
<b>V</b>	: Birim hücre hacmi
<b>M<sub>r</sub></b>	: Bileşiğin formül ağırlığı
<b>Z</b>	: Birim hücredeki asimetrik birim (molekül) sayısı
<b>T<sub>mak</sub></b>	: Maksimum geçirgenlik
<b>T<sub>min</sub></b>	: Minimum geçirgenlik
<b>q<sub>mak</sub></b>	: Maksimum (Bragg) yansıma açısı
<b>R<sub>int</sub></b>	: Toplanan verilerin kalitesini gösteren istatistiksel bir indis



## ÇİZELGELER LİSTESİ

	<b>Sayfa No</b>
Çizelge 6.1. Komplekslerin elemental analiz verileri	40
Çizelge 6.2 Komplekslerin IR spektrumları	46
Çizelge 6.3. $[\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin termik analiz verileri	52
Çizelge 6.4 $[\text{Ni}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin termik analiz verileri	52
Çizelge 6.5 $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})]$ kompleksinin termik analiz verileri	53
Çizelge 6.6. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksinin termik analiz verileri	53
Çizelge 6.7. $[\text{Cu}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin termik analiz verileri	53
Çizelge 6.8. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksinin kristalografik verileri	54
Çizelge 6.9. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kristaline ait atomik koordinatlar ve izotropik eşdeğer yer değiştirme parametreleri	55
Çizelge 6.10. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksinin geometrik parametreler	57
Çizelge 6.11. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksinin kristalografik verileri	62
Çizelge 6.12. $[\text{Ni}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kristaline ait atomik koordinatlar ve izotropik eşdeğer yer değiştirme parametreleri	63
Çizelge 6.13. $[\text{Ni}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin geometrik parametreler	64

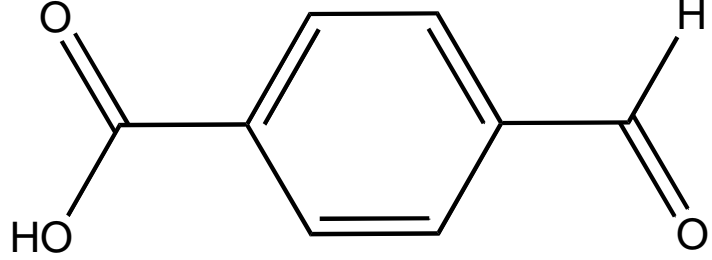
## ŞEKİLLER DİZİNİ

	<b>Sayfa No</b>
Şekil 2.1. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı	2
Şekil 2.2. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 3.5\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı	3
Şekil 2.3. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı	3
Şekil 2.4. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı	4
Şekil 2.5. $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı	5
Şekil 2.6. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı	5
Şekil 2.7. $[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı	6
Şekil 2.8. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı	7
Şekil 2.9. $[\text{Ba}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_7]$ kompleksinin molekül yapısı	7
Şekil 2.10. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2]$ kompleksinin molekül yapısı	8
Şekil 2.11. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksinin yapısı	9
Şekil 2.12. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı	10
Şekil 2.13. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı	11
Şekil 2.14. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı	11
Şekil 2.15. $[\text{Cd}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_4(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_4] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı	12
Şekil 2.16. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin yapısı	13
Şekil 2.17. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$ kompleksinin molekül yapısı	14
Şekil 2.18. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)][\text{Cd}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_4(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_2]$ kompleksinin molekül yapısı	15
Şekil 2.19. $[\text{MnCl}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot (\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı	16
Şekil 2.20. $[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)(\text{NO}_3)(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$ kompleksinin molekül yapısı	17
Şekil 2.21. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$ kompleksinin molekül yapısı	18

Şekil 2.22. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksinin yapısı	19
Şekil 2.23. $[\text{Co}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2$ kompleksinin molekül yapısı	20
Şekil 2.23. $[\text{Co}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2$ kompleksinin molekül yapısı	21
Şekil 2.25. $[\text{Cd}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2$ kompleksinin molekül yapısı	22
Şekil 2.26. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı	23
Şekil 2.27. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı	24
Şekil 2.28. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı	24
Şekil 4.1. $[\text{Ni}(\text{INA})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{sac})_2, (\text{NINS})$ kompleksinin yapısı	30
Şekil 4.2. $(\text{Zn}(\text{IZO})_2\text{Br}_2 \text{ and } \text{Mn}(\text{IZO})_2\text{Cl}_2)$ komplekslerinin genel moleküler yapısı	31
Şekil 4.3. $[\text{Cu}_2(\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_4)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_4] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ genel formüllü kompleksin yapısı	31
Şekil 4.4. 3,5-dinitrobenzoik asit, izonikotinamid ve <i>p</i> -DMABA üçlü kokristalinin molekül yapısı	32
Şekil 4.5. $[\text{Co}(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{NO}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin kristal yapısı	33
Şekil 4.6. $[\text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{NO}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin kristal yapısı	34
Şekil 4.7. $[\text{Mn}(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{NO}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin kristal yapısı	35
Şekil 6.1. $[\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin IR spektrumu	41
Şekil 6.2. $[\text{Ni}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin IR spektrumu	42
Şekil 6.3. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})]$ kompleksinin IR spektrumu	43
Şekil 6.4. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksinin IR spektrumu	44
Şekil 6.5. $[\text{Cu}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin IR spektrumu	45
Şekil 6.6. $[\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin TG-DTG-DTA	47
Şekil 6.7. $[\text{Ni}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin TG-DTG-DTA	48
Şekil 6.8. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})]$ kompleksinin TG-DTG-DTA	49

Şekil 6.9. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksinin TG-DTG-DTA	50
Şekil 6.10. $[\text{Cu}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin TG-DTG-DTA	51
Şekil 7.1. <b>(I)</b> kompleksinin molekül yapısı	71
Şekil 7.2. <b>(II)</b> kompleksinin molekül yapısı	72
Şekil 7.3. <b>(III)</b> kompleksinin molekül yapısı	73
Şekil 7.4. <b>(III)</b> kompleksinin molekül yapısı	73
Şekil 7.5. <b>(IV)</b> kompleksinin molekül yapısı	74
Şekil 7.6. <b>(V)</b> kompleksinin molekül yapısı	75

## 1. GİRİŞ

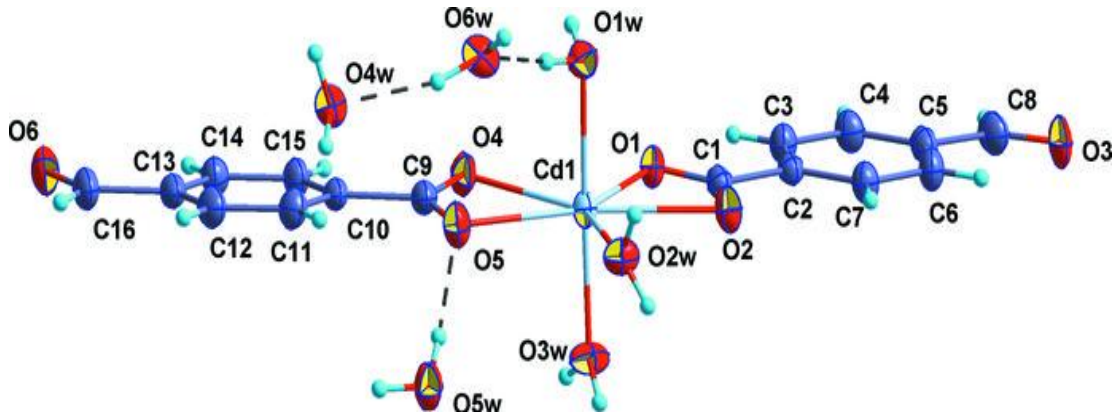


Yukarıda açık formülü verilen bileşğin molekül ağırlığı 150,03 olup kapalı formülü  $C_8H_6O_3$ 'tür. IUPAC ismi 4-formilbenzoik asit'tir, *4-karboksibenzaldehyt* ve *benzaldehyt-4-karboksilik asit* isimleriyle de bilinmektedir. Bileşğin erime noktası  $247^\circ C$ 'dir.

4-karboksibenzaldehyt terephtalic asitin üretiminde ana oksidasyon ürünü olarak kullanılmaktadır. 4-karboksibenzaldehyt floresan özellikleri farklı polar ve asidik çözeltiler kullanılarak araştırılmıştır [1].

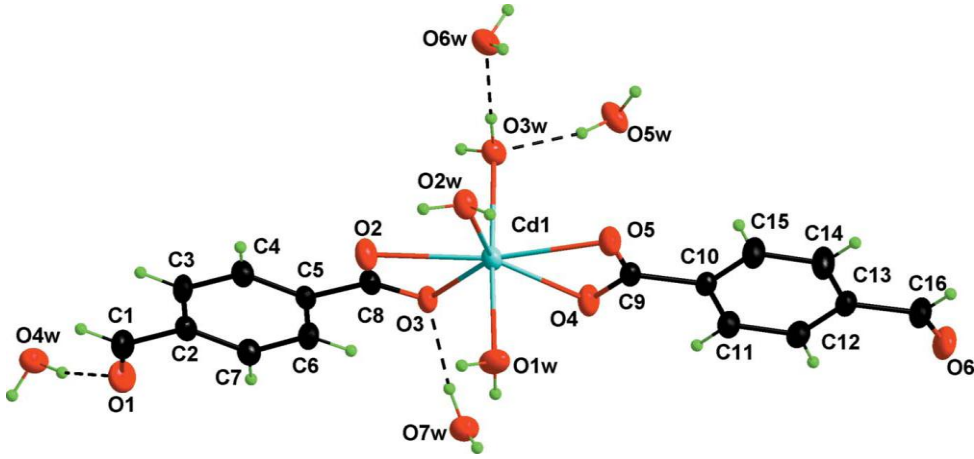
## 2. METAL 4-FORMILBENZOATLARIN KOMPLEKSLERİ

[Cd(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>]·3H<sub>2</sub>O kompleksinin molekül yapısı Zhao-Peng Deng, Shan Gao, Li-Hua Huo ve Hui Zhao tarafından incelenmiştir [2]. Moleküller monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 7.4463 (15) \text{ \AA}$ ,  $b = 8.8000 (18) \text{ \AA}$ ,  $c = 30.843 (6) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 90.01 (3)^\circ$ ,  $V = 2021.1 (7) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 4$ ,  $F_{(000)} = 1048$ ,  $M_A = 518.74$ ,  $D_x = 1.705 \text{ Mg m}^{-3}$ ,  $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$ . Cd(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>]·3H<sub>2</sub>O tek çekirdekli nötr komplekste Cd atomu iki 4-formilbenzoat ligandıyla şelatlanmıştır ve üç su molekülüyle pentagonal-bipramit şeklinde koordine olmuştur (Şekil 2.1).



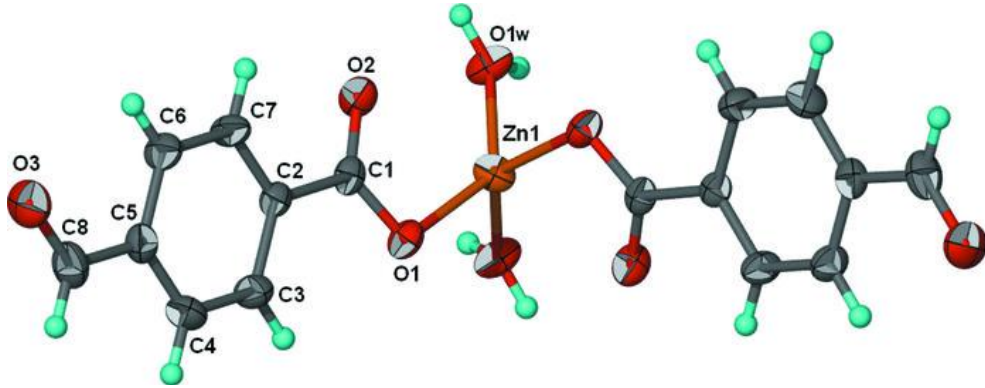
Şekil 2.1. [Cd(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>]·3H<sub>2</sub>O kompleksinin molekül yapısı [2].

[Cd(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>]·3.5H<sub>2</sub>O kompleksinin molekül yapısı Z-P Deng ve arkadaşları tarafından incelenmiştir [3]. [Cd(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>]·3.5H<sub>2</sub>O kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 32.746 (7) \text{ \AA}$ ,  $b = 5.9269 (12) \text{ \AA}$ ,  $c = 22.238 (4) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 95.10 (3)^\circ$ ,  $V = 4298.9 (15) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 8$ ,  $M_A = 527.75$ ,  $D_x = 1.631 \text{ Mg m}^{-3}$ . Cd atomu, iki tane 4-formilbenzoik asit ligandı ve koordinasyona katılmış üç su molekülü ile birlikte koordinasyona katılmayan üç buçuk su molekülüyle nötr tek çekirdekli [Cd(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>]·3.5H<sub>2</sub>O kompleksini oluşturmuştur. Cd atomu iki farklı 4-formilbenzoat grubunun dört tane karboksilat oksijen atomuyla ve üç tane su molekülüyle pentagonal bipramidal bir yapı oluşturmuştur (Şekil 2.2). Üç boyutlu ağda moleküller arası hidrojen bağları oluşmaktadır.



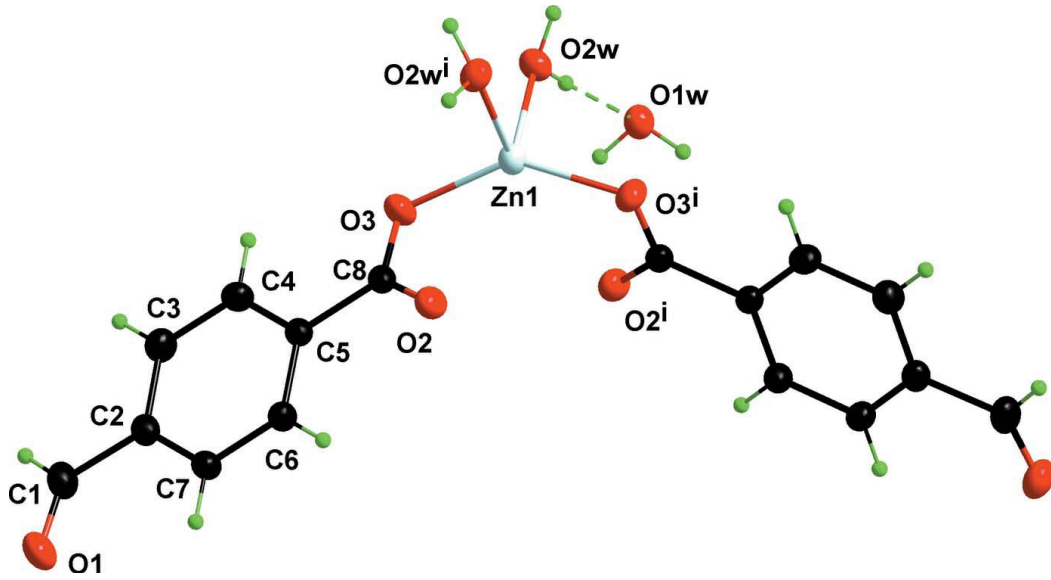
Şekil 2.2.  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 3.5\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin molekül yapısı [3].

$[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinin molekül yapısı Z-P Deng ve arkadaşları tarafından incelenmiştir [4].  $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir ve birim hücre parametreleri :  $a = 27.537 (1) \text{ \AA}$ ,  $b = 5.0039 (2) \text{ \AA}$ ,  $c = 12.0930 (6) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 110.039 (2)^\circ$ ,  $V = 1565.4 (1) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 4$ ,  $F_{(000)} = 816$ ,  $M_A = 399.64$ ,  $D_x = 1.696 \text{ Mg m}^{-3}$ ,  $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$ .  $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinde Zn atomu dönme ekseninin merkezine yerleşmiştir. Kompleks iki monodental karboksilat grubu ve iki su molekülü ile tetrahedral geometriyi oluşturmaktadır (Şekil 2.3).  $\text{Zn} \cdots \text{O}_{\text{karbonil}}$  atomları arasındaki mesafe  $2.512(2) \text{ \AA}$ 'dur. Üç boyutlu yapı üzerinde moleküller arası hidrojen bağları oluşmaktadır.



Şekil 2.3.  $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinin molekül yapısı [4].

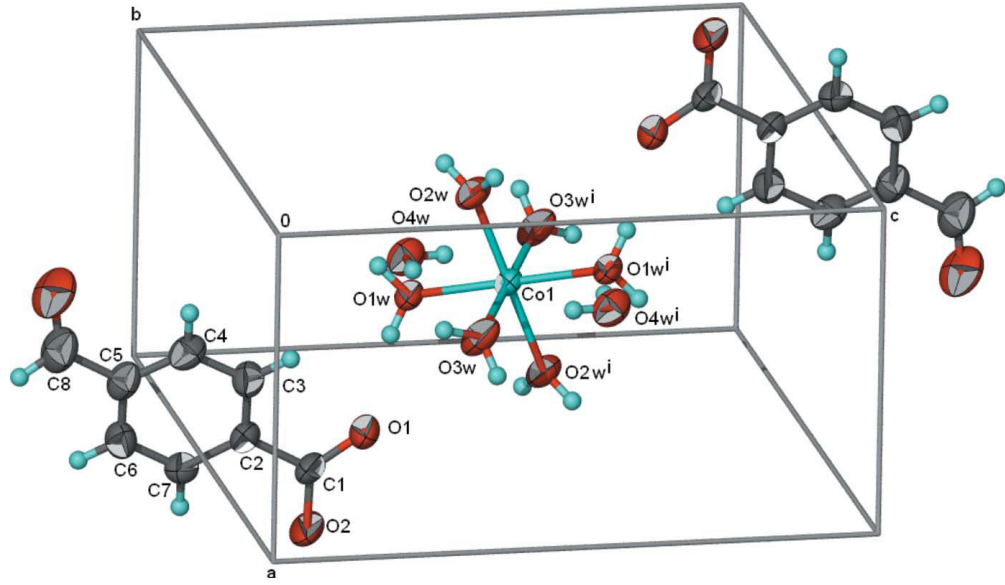
[Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>].H<sub>2</sub>O kompleksinin molekül yapısı Z-P Deng ve arkadaşları tarafından incelenmiştir [5]. [Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>].H<sub>2</sub>O kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 7.9390 (16) \text{ \AA}$ ,  $b = 5.7474 (11) \text{ \AA}$ ,  $c = 18.736 (4) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 94.69 (3)^\circ$ ,  $V = 852.0 (3) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ ,  $M_A = 417.66$ ,  $D_x = 1.628 \text{ Mg m}^{-3}$  [5]. [Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>].H<sub>2</sub>O kompleksinde Zn atomu iki tane karboksilat grubunun oksijen atomu ve iki tane su molekülü tarafından çarpıtılmış tetrahedral yapı oluşturur. Koordinatlanmış ve koordinatlanmamış su molekülleri üç boyutlu bir ağda O-H...O hidrojen bağı oluşumuna katılırlar (Şekil 2.4).



Şekil 2.4. [Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>].H<sub>2</sub>O kompleksinin molekül yapısı [5].

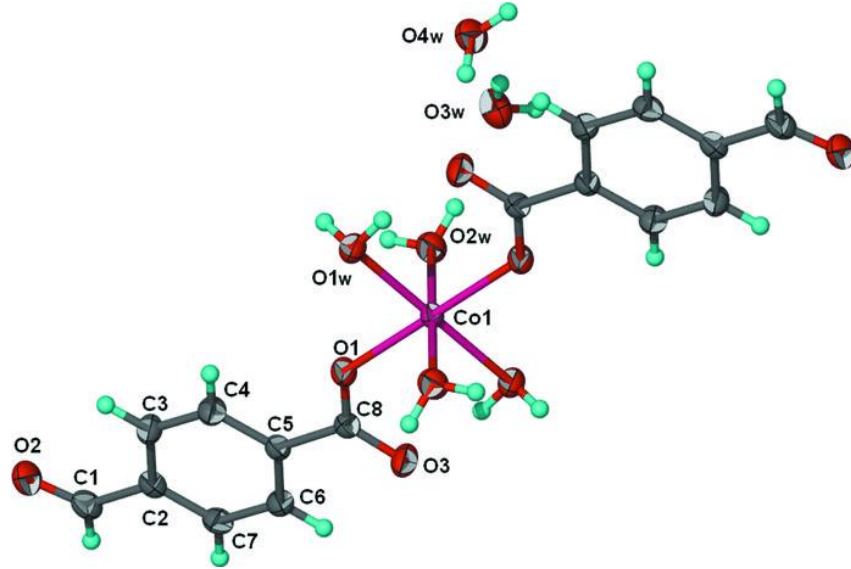
[Co(H<sub>2</sub>O)<sub>6</sub>](C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O kompleksi triklinik sistemde kristallenmiştir birim hücre parametreleri :  $a = 6.3470 (3) \text{ \AA}$ ,  $b = 7.4194 (4) \text{ \AA}$ ,  $c = 12.5041 (7) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 92.353 (2)^\circ$ ,  $\beta = 90.029 (3)^\circ$ ,  $\gamma = 113.801 (6)^\circ$ ,  $V = 538.20 (5) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 1$ ,  $M_A = 501.30$ ,  $D_x = 1.547 \text{ Mg m}^{-3}$ . [Co(H<sub>2</sub>O)<sub>6</sub>](C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O kompleksinin kristal yapısı hidrojen bağıyla sıkıca tutunarak oluşan koordinatlanmamış su molekülleri ve anyonlarla etkileşen oktahedral Co(II) kompleks katyonlarından ibarettir (Şekil 2.5). Co(II) kompleks katyonu simetri bölgesine yerleşmiştir [6].





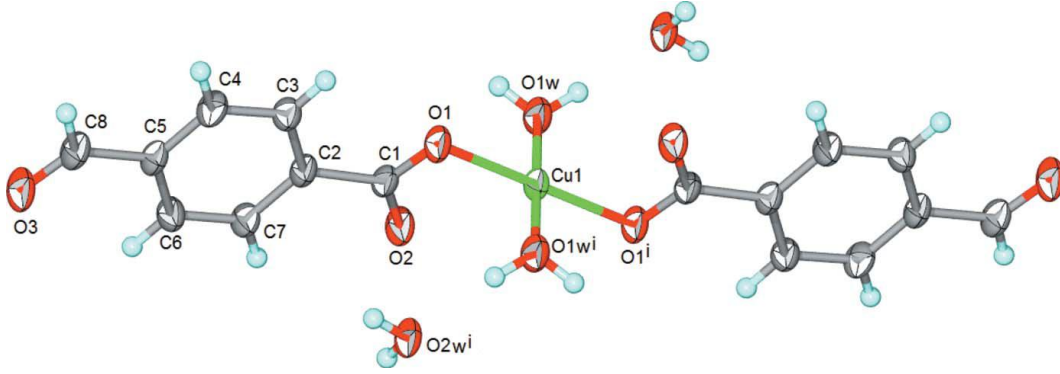
Şekil 2.5.  $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin molekül yapısı [6].

$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin merkezinde Co atomu bulunmaktadır ve kompleks oktahedral bir geometrik yapıya sahiptir (Şekil 2.6). Koordinasyona katılan ve katılmayan su molekülleriyle hidrojen bağları oluşmaktadır [7]. Triklilik sistemde kristallenen maddenin birim hücre parametreleri ise şöyledir.  $a = 7.1472 (3) \text{ \AA}$ ,  $b = 7.4759 (4) \text{ \AA}$ ,  $c = 11.5720 (6) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 77.114 (2)^\circ$ ,  $\beta = 77.905 (2)^\circ$ ,  $\gamma = 63.839 (1)^\circ$ ,  $V = 536.61 (5) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 1$



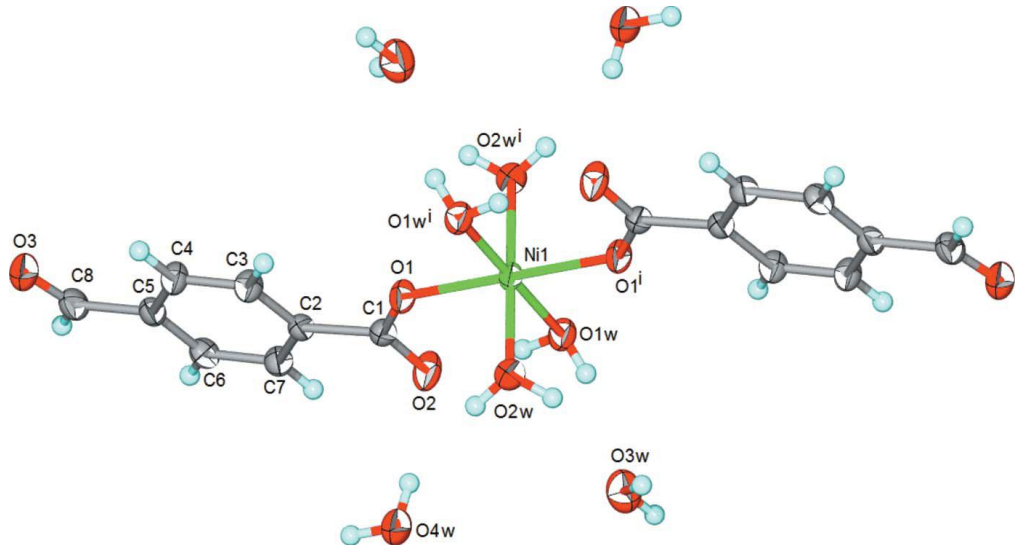
Şekil 2.6.  $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin molekül yapısı [7].

[Cu(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O kompleksi triklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 7.308 (5) \text{ \AA}$ ,  $b = 7.344 (5) \text{ \AA}$ ,  $c = 9.973 (9) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 68.69 (6)^\circ$ ,  $\beta = 83.64 (6)^\circ$ ,  $\gamma = 62.63 (9)^\circ$ ,  $V = 441.8 (7) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 1$ ,  $D_x = 1.630 \text{ Mg m}^{-3}$ . [Cu(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O kompleksinde Cu atomu, iki tane karboksilat grubunun oksijen atomuyla ve iki tane su molekülüyle kare düzlemsel geometri oluşturmuştur (Şekil 2.7). Kompleks koordinat dışı su molekülleriyle de hidrojen bağları ile üç boyutlu bir ağ oluşturmuştur [8].



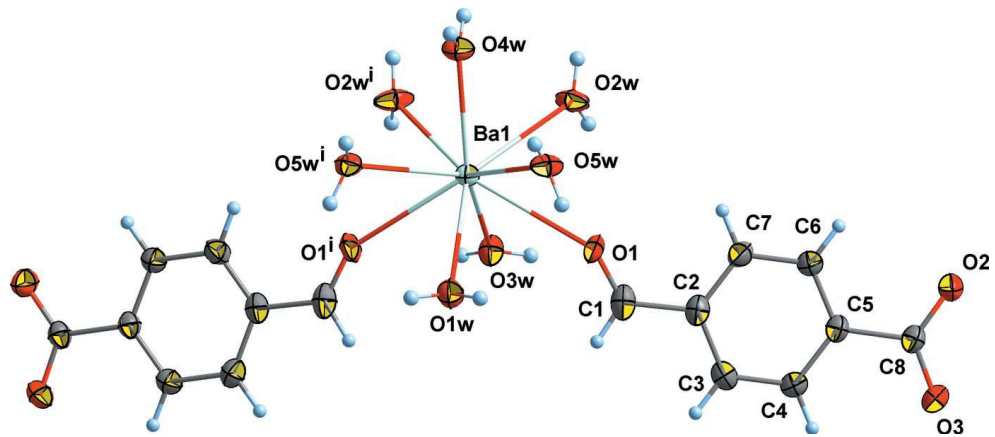
Şekil 2.7. [Cu(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O kompleksinin molekül yapısı [8].

[Ni(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>]<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O kompleksi triklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 7.124 (4) \text{ \AA}$ ,  $b = 7.470 (4) \text{ \AA}$ ,  $c = 11.488 (8) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 77.10 (3)^\circ$ ,  $\beta = 78.60 (3)^\circ$ ,  $\gamma = 64.03 (2)^\circ$ ,  $V = 532.3 (6) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 1$ ,  $D_x = 1.563 \text{ Mg m}^{-3}$ . [Ni(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>]<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O kompleksinde Ni atomu iki tane karboksilat grubunun oksijen atomuyla ve dört tane su molekülüyle koordine olarak oktahedral geometri oluşturmuştur (Şekil 2.8). Koordinatlaşmış ve koordinatlaşmamış su molekülleri üç boyutlu ağda hidrojen bağları oluştururlar [9].



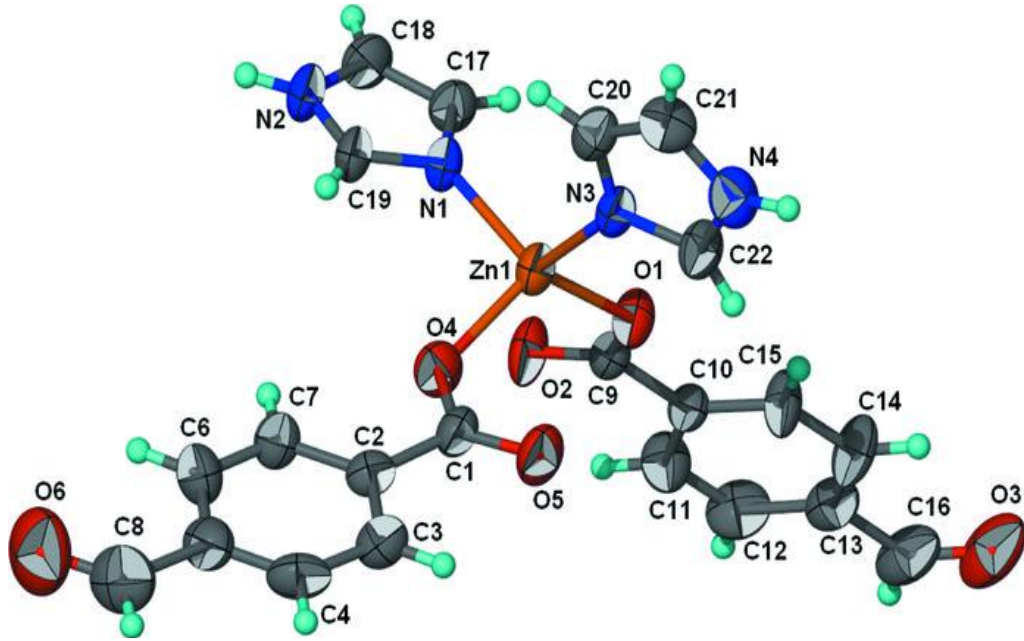
Şekil 2.8.  $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin molekül yapısı [9].

$[\text{Ba}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_7]$  kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 6.4213 (13) \text{ \AA}$ ,  $b = 23.000 (5) \text{ \AA}$ ,  $c = 7.4070 (15) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 96.11 (3)^\circ$ ,  $V = 1087.7 (4) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.715 \text{ Mg m}^{-3}$ .  $[\text{Ba}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_7]$  kompleksinde Ba atomu, yedisi su molekülü ve ikisi formilbenzoat grubundan 9 oksijen atomu ile koordine olmuştur (Şekil 2.9). Bir ayna düzleminde düzlem boyunca uzanan üç su oksijen atomu ve baryumla molekül iki eşit parçaya bölünmüştür. O-H $\cdots$ O hidrojen bağları üç boyutlu bir ağda molekülleri bağlar [10].



Şekil 2.9.  $[\text{Ba}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_7]$  kompleksinin molekül yapısı [10].

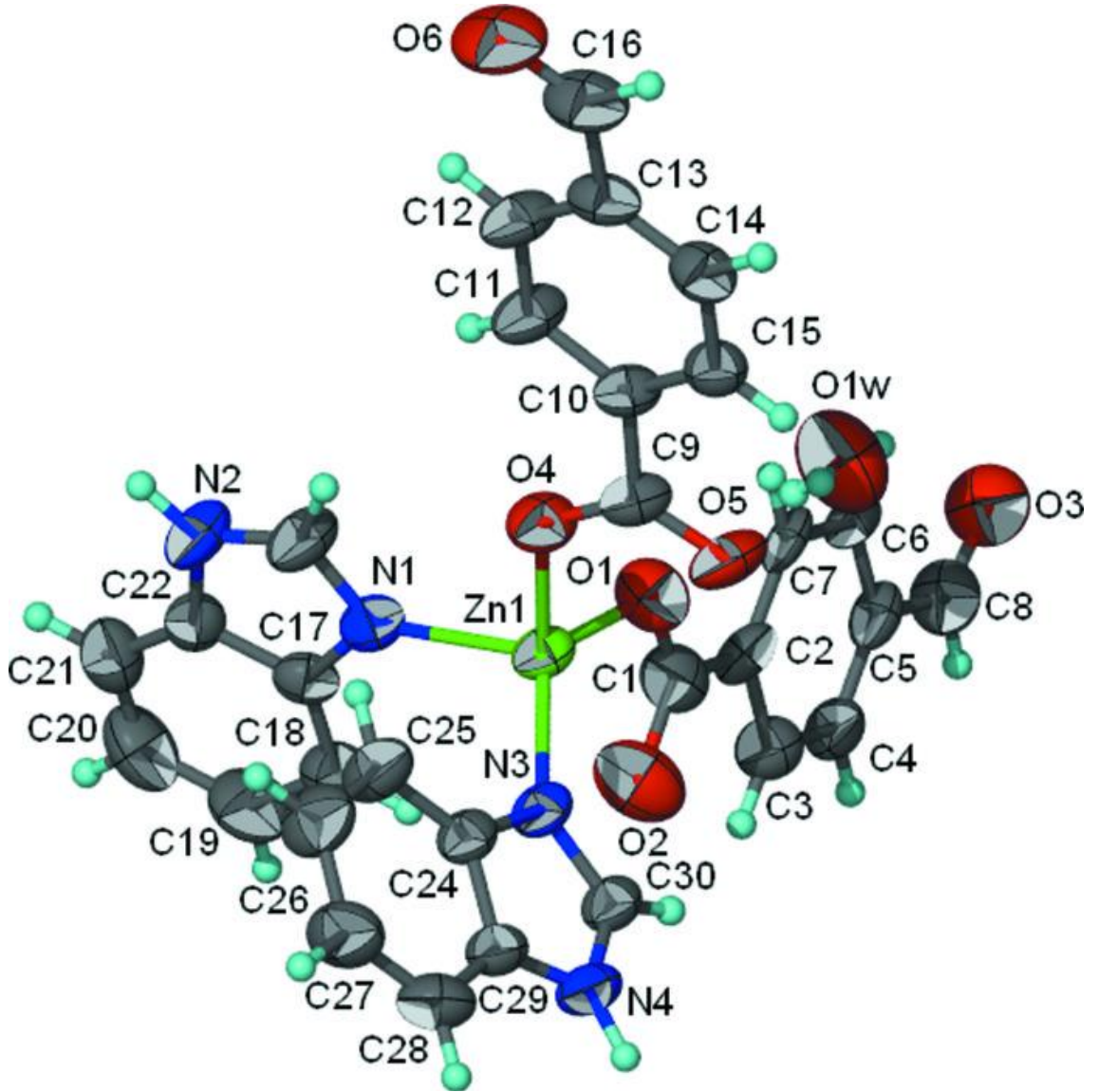
[Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>3</sub>H<sub>4</sub>N<sub>2</sub>)<sub>2</sub>] kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri  $a = 11.9413 (9) \text{ \AA}$ ,  $b = 7.0455 (5) \text{ \AA}$ ,  $c = 14.2092 (9) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 109.904 (2)^\circ$ ,  $V = 1124.1 (1) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ . [Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>3</sub>H<sub>4</sub>N<sub>2</sub>)<sub>2</sub>] kompleksi tetrahedral bir geometrik yapıya sahiptir (Şekil 2.10) ve komşu moleküllerle N-H $\cdots$ O şeklinde hidrojen bağları oluştururlar [11].



Şekil 2.10. [Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>3</sub>H<sub>4</sub>N<sub>2</sub>)<sub>2</sub>] kompleksinin molekül yapısı [11].

[Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>)<sub>2</sub>]·H<sub>2</sub>O kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 13.7968 (8) \text{ \AA}$ ,  $b = 17.0524 (8) \text{ \AA}$ ,  $c = 23.848 (1) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 92.954 (1)^\circ$ ,  $V = 5603.1 (5) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 8$ . [Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>)<sub>2</sub>]·H<sub>2</sub>O kompleksinde Zn merkezli tetrahedral yapı oluşmuştur (Şekil 2.11).

Moleküller N-H $\cdots$ O ve O-H $\cdots$ O şeklinde hidrojen bağlarıyla bağlanırlar. İki formilbenzoat atomundan biri yaklaşık olarak eşit ölçüde çarpılmıştır [12].



Şekil 2.11.  $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$  kompleksinin yapısı [12].

$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ ,  $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  ve  $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksleri eş yapılıdır (Şekil 2.12, 2.13, 2.14). Üç komplekste su molekülleri ve heterosiklik imidazoller koordine kovalent bağ oluştururken, tüm trans oktahedral geometrilerde substitue olmuş benzoat gruplarına kovalent olarak bağlıdır. Cobalt, mangan ve nikel atomları simetri merkezine yerleşmiştir [13,14,15].

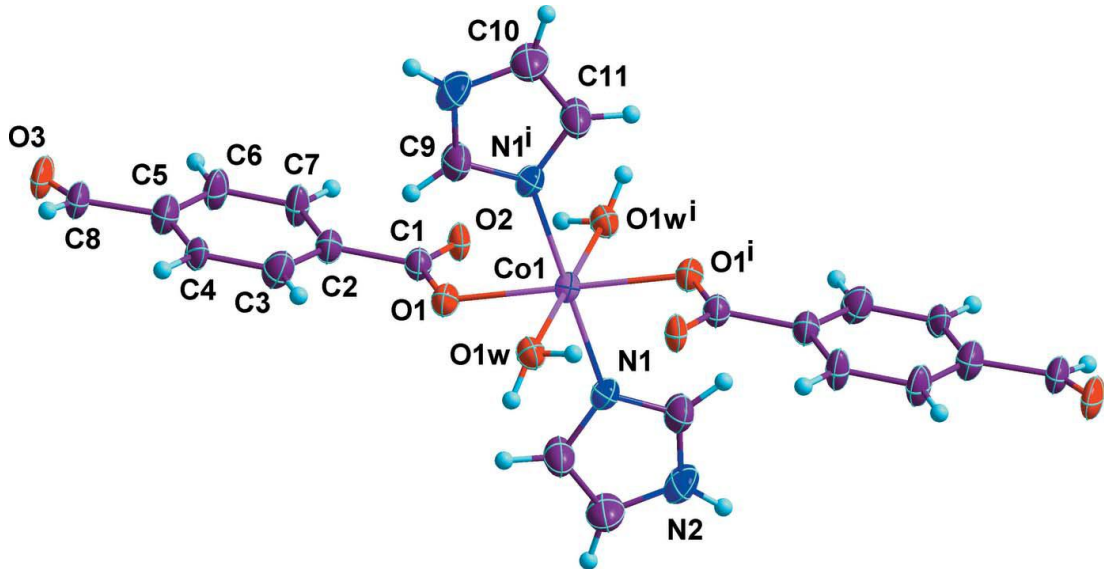
$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ ,  $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  ve  $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  komplekslerinin üçü de triklirik sistemde kristallenmiştir [13,14,15].

Komplekslerin birim hücre parametreleri sırasıyla aşağıdaki gibidir :

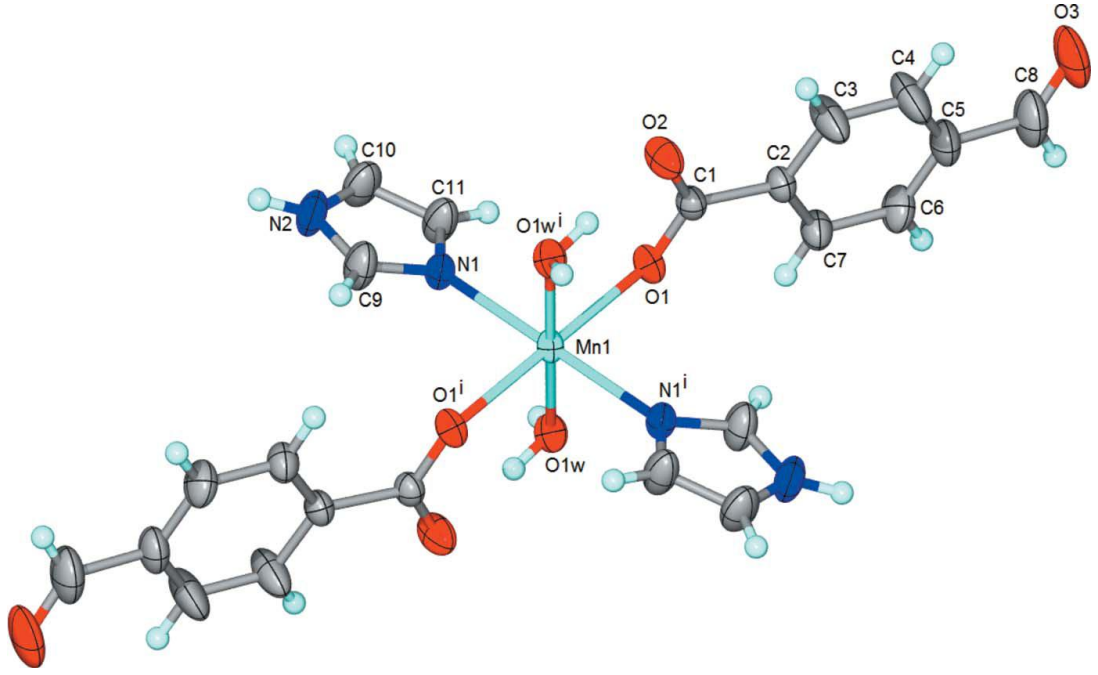
$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksi :  $a = 5.6179$  (11) Å,  $b = 8.0819$  (16) Å,  $c = 12.871$  (3) Å,  $\alpha = 74.56$  (3)°,  $\beta = 86.29$  (3)°,  $\gamma = 86.83$  (3)°,  $V = 561.7$  (2) Å<sup>3</sup>,  $Z = 1$ .

$[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksi :  $a = 5.644$  (2) Å,  $b = 8.141$  (4) Å,  $c = 12.940$  (5) Å,  $\alpha = 75.626$  (1)°,  $\beta = 86.664$  (1)°,  $\gamma = 86.384$  (1)°,  $V = 574.3$  (4) Å<sup>3</sup>,  $Z = 1$ ,  $D_x = 1.519$  Mg m<sup>-3</sup>.

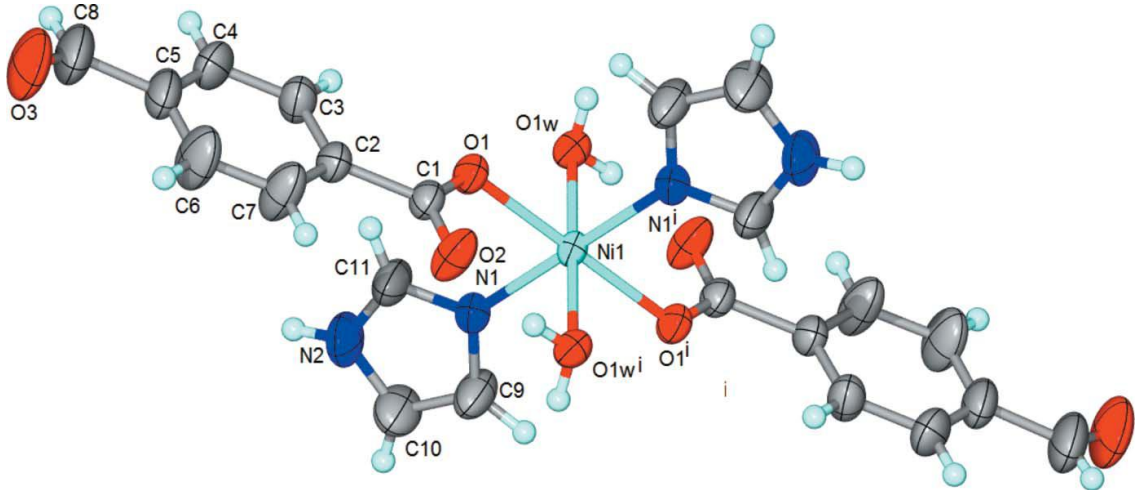
$[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksi :  $a = 5.6143$  (2) Å,  $b = 8.0757$  (4) Å,  $c = 12.8208$  (5) Å,  $\alpha = 73.995$  (1)°,  $\beta = 86.114$  (1)°,  $\gamma = 87.038$  (1)°,  $V = 557.14$  (4) Å<sup>3</sup>,  $Z = 1$ ,  $D_x = 1.577$  Mg m<sup>-3</sup>.



Şekil 2.12.  $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinin molekül yapısı [13].

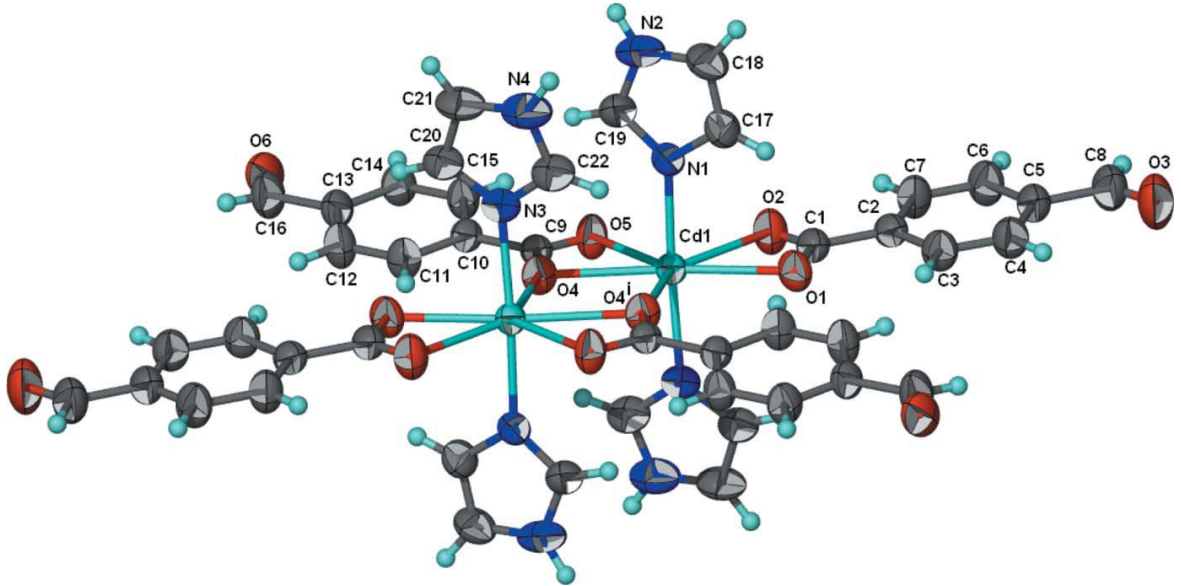


Şekil 2.13.  $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinin molekül yapısı [14].



Şekil 2.14.  $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinin molekül yapısı [15].

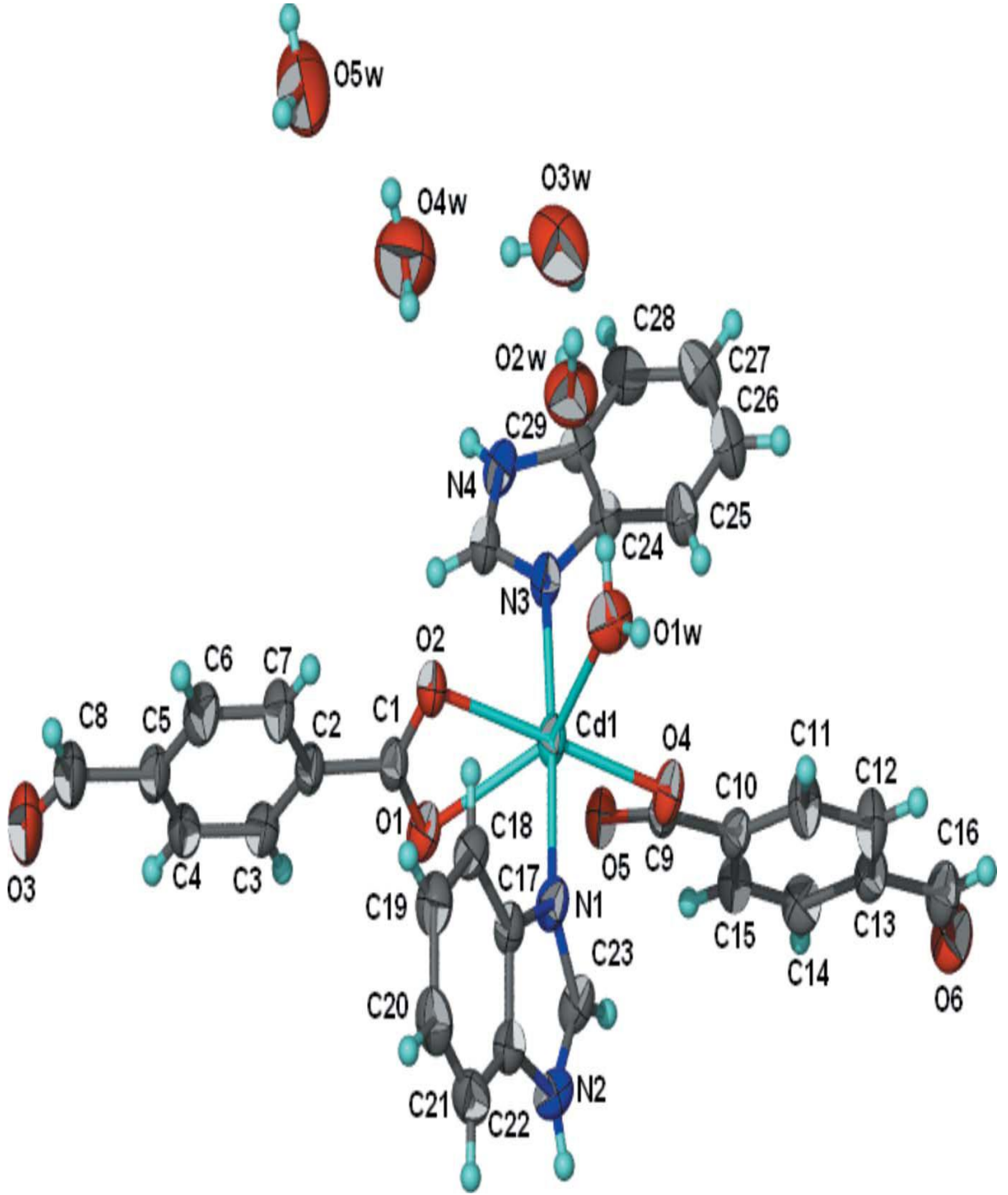
$[\text{Cd}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_4(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_4]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinde iki karboksilat grubu Cd atomuyla şelatlanmıştır. Ek olarak karboksil grubunun biri köprü ligand gibi işlev görerek simetri merkezli iki çekirdekli kompleks oluşturuyor. Cd atomu yedi koordinasyonlu pentagonal bipiramidal çevre oluşturuyor (Şekil 2.15). Donor ligandları N atomları aksial pozisyonları tutmaktadır. Komplekste iki kristal suyu vardır. Kristalde moleküller arası hidrojen bağları vasıtasıyla katmanlı yapı oluşur. Kompleks monoklinik sistemde kristallenmiştir [16].



Şekil 2.15.  $[\text{Cd}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_4(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_4]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin molekül yapısı [16].

$[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})]\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  kompleksi triklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 11.294 (2) \text{ \AA}$ ,  $b = 12.656 (2) \text{ \AA}$ ,  $c = 12.936 (3) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 73.024 (3)^\circ$ ,  $\beta = 69.403 (3)^\circ$ ,  $\gamma = 70.883 (3)^\circ$ ,  $V = 1602.4 (5) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.528 \text{ Mg m}^{-3}$ .  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})]\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  kompleksinde Cd atomu ikisi karboksilat grubundan, biri tekdişli karboksilat grubundan ve biri de su molekülünden olmak üzere dört O atomu ve iki N-heterosiklik N atomları ile oktahedral yapıyı oluşturur (Şekil 2.16). N atomları birbirine trans pozisyonundadır. Kristal yapıda moleküller, moleküller arası hidrojen bağlarıyla üç boyutlu yapıya bağlanırlar [17].

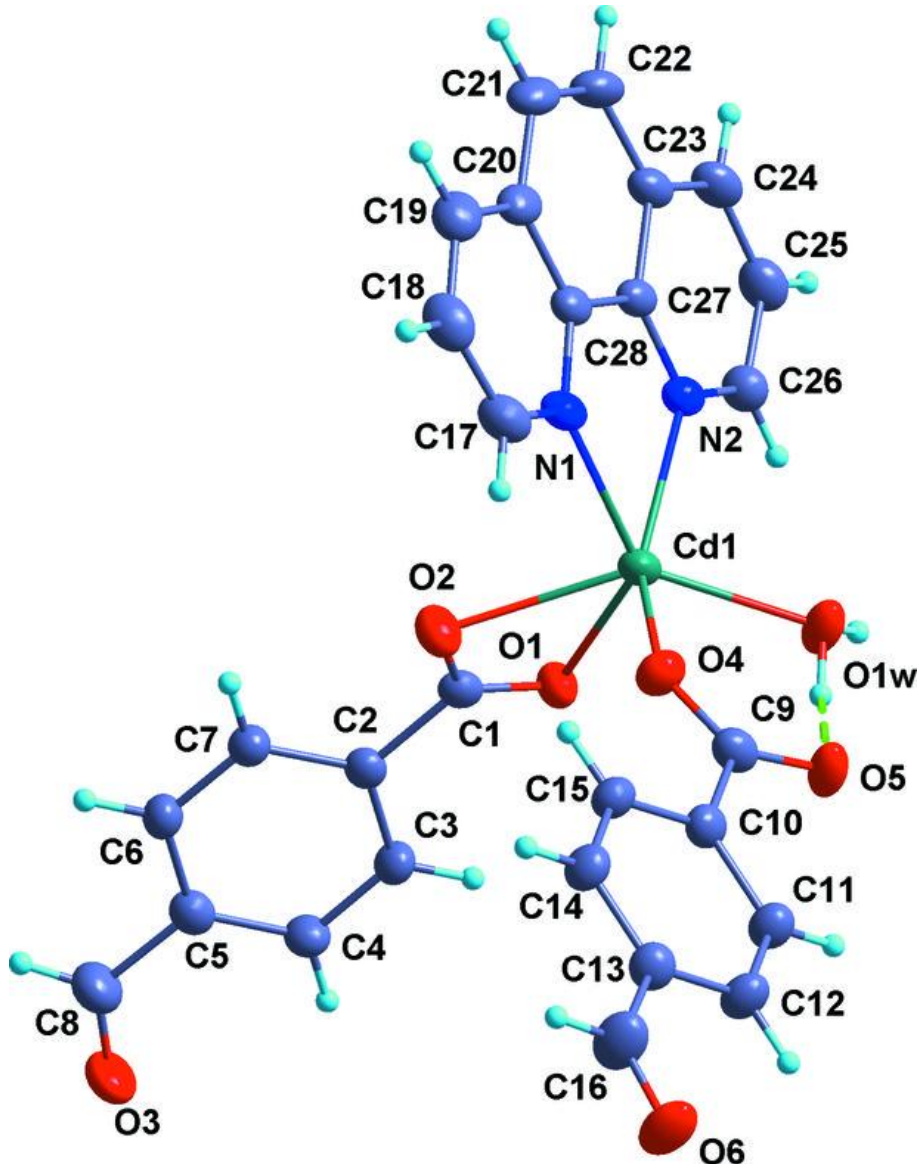




Şekil 2.16.  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin yapısı [17].

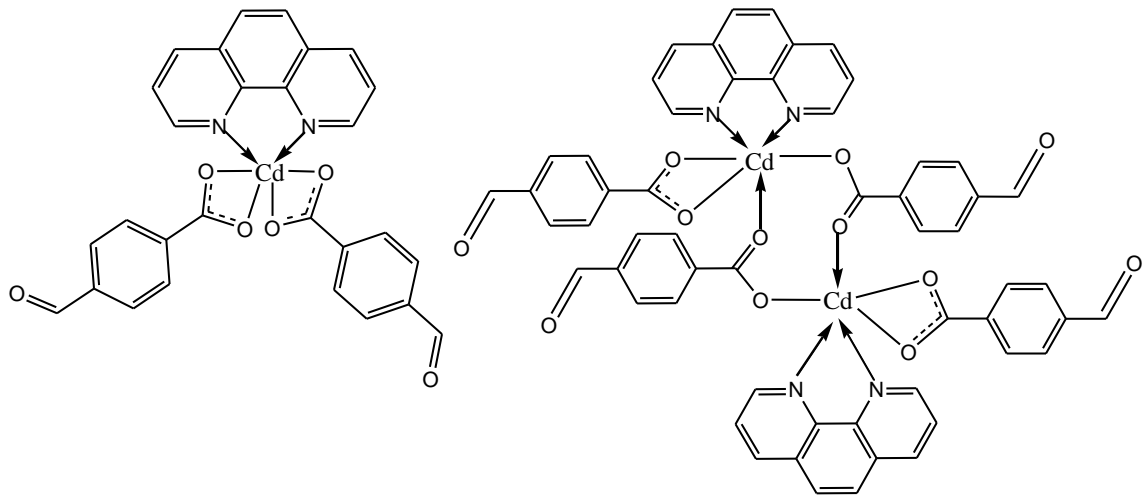
$[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$  kompleksi triklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 6.357 (1) \text{ \AA}$ ,  $b = 19.668 (4) \text{ \AA}$ ,  $c = 9.766 (2) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 90.11 (3)^\circ$ ,

$V = 1221.0 (4) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ .  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$  kompleksinde Cd atomu iki tane formilbenzoat ligantının üç oksijen atomuyla, 1-10 fenantrolinin iki azot atomuyla ve bir su molekülüyle koordine olmuştur (Şekil 2.17). Kompleks trigonal-prizmatik koordinasyon geometrisine sahiptir. Komşu molekül hidrojen bağı etkileşimleriyle iki boyutlu tabakalı bir yapıyla bağlanmıştır [18].



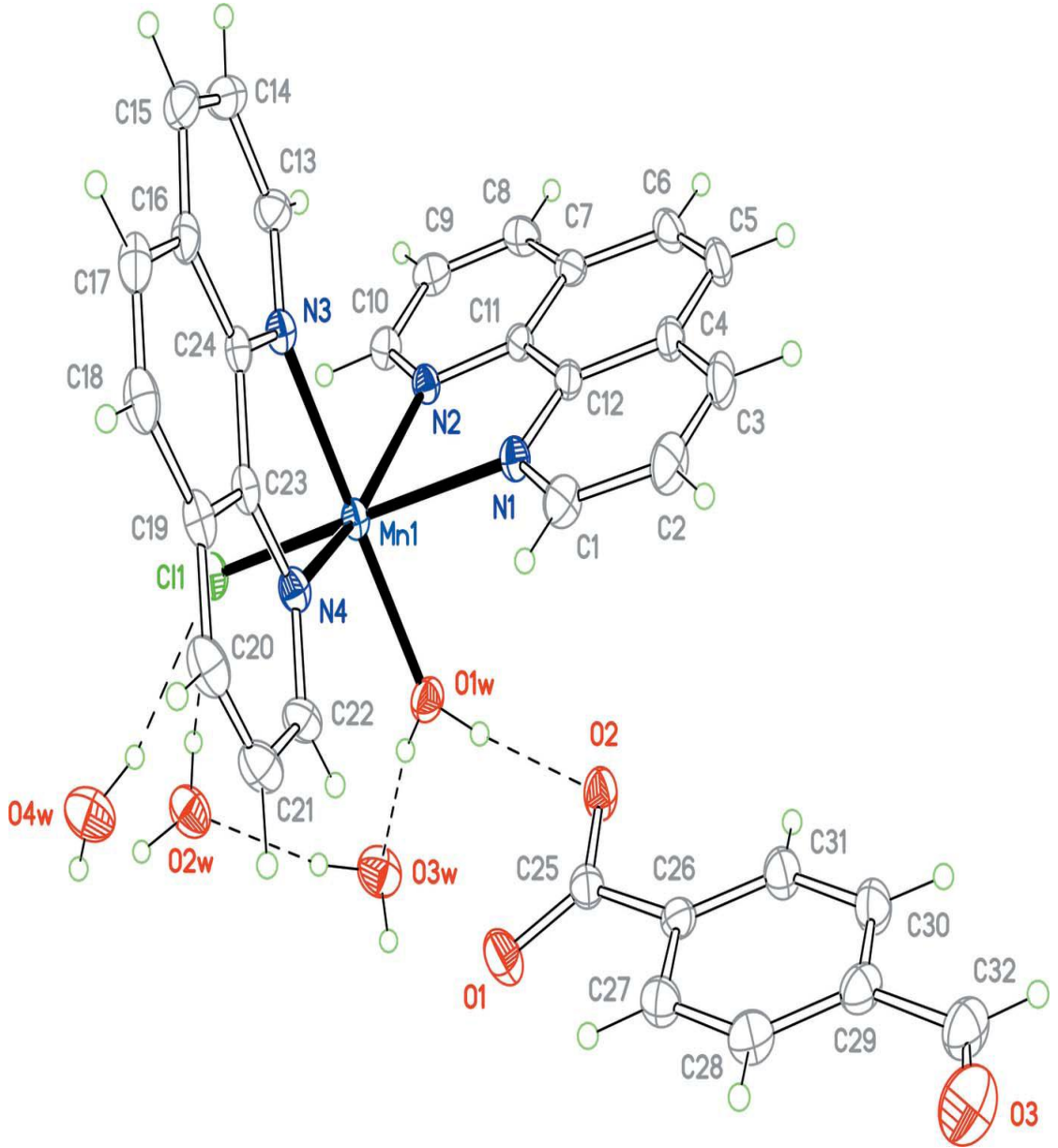
Şekil 2.17.  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$  kompleksinin molekül yapısı [18].

Empirik formülü bis(4-formilbenzoato)(1,10-fenantrolin)kadmiyum(II) olan  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)]$  kompleksi, tek çekirdekli ve çift çekirdekli birimlerden ibarettir (Şekil 2.18). Monomerik molekülde kadmiyum bir cis-oktahedral geometrideki her iki karboksilat birimleri kadar iyi heterosiklik N atomları ile şelatlaşmıştır [19].



Şekil 2.18.  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)]$  kompleksinin molekül yapısı [19].

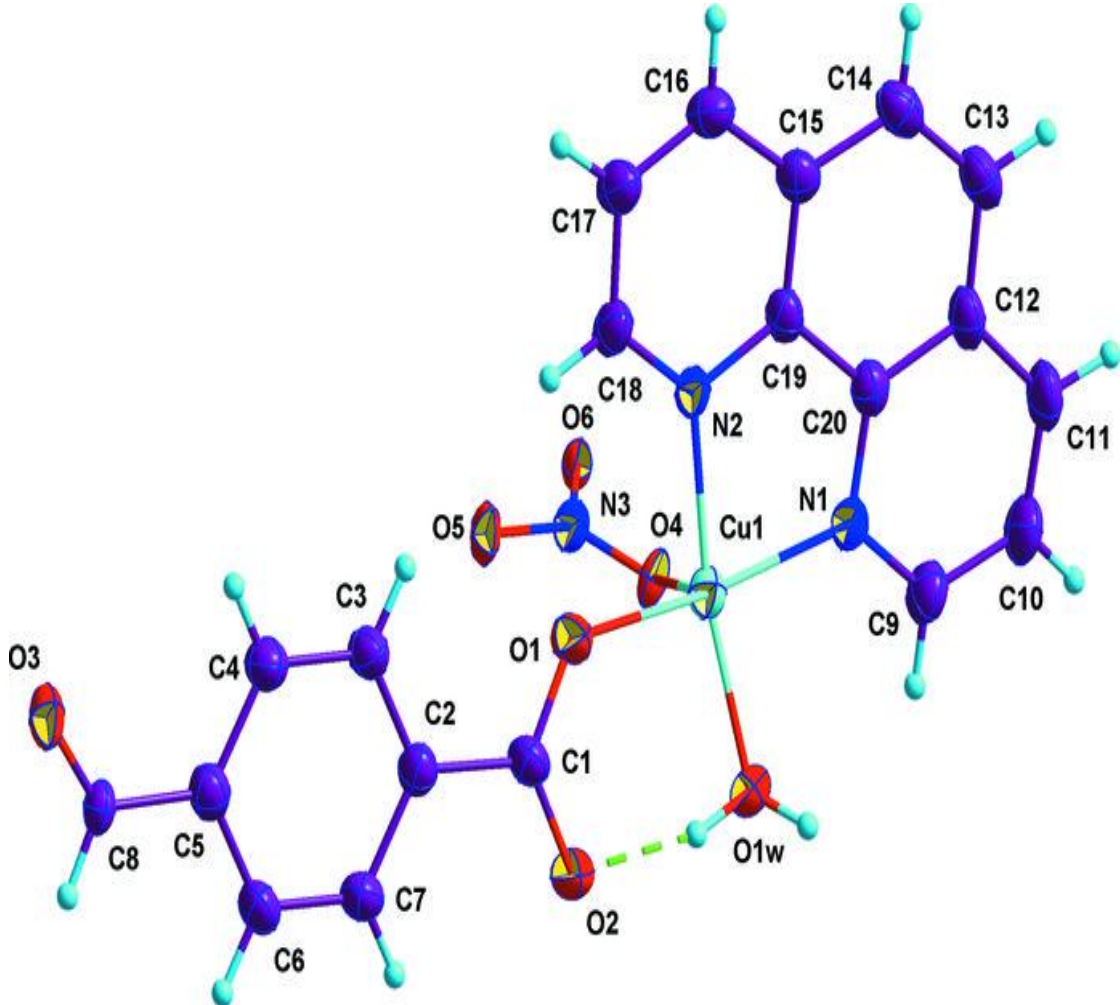
$[\text{MnCl}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  kompleksi 4-formilbenzoat cis- $[\text{Mn}(\text{phen})_2(\text{H}_2\text{O})\text{Cl}]^+$  kationların da Mn(II) atomu iki fenantrolin ligantının dört azot atomu, bir klor atomu ve bir su ligantıyla koordine olmuştur (Şekil 2.19). 4-formilbenzoat burada ters anyon gibi davranır. Çarpıtılmış bir oktahedral geometri söz konusudur. Mn(II) atomu çarpıtılmış bir oktahedral yapıya sahiptir ve altı koordinelidir. Kation anyon ve su molekülleri tabakalı bir yapı içinde bileşenleri bağlayan çok fazla moleküller arası hidrojen bağı oluşturur [20].



Şekil 2.19.  $[\text{MnCl}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot (\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin molekül yapısı [20].

$[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)(\text{NO}_3)(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$  kompleksinde Cu atomu piramidin en üst noktasında meydana gelen nitrat grubunun bir oksijen atomuyla çarpıtılmış kare piramit koordinasyon geometrisine sahiptir (Şekil 2.20). Kompleks moleküllerin nitro anyonu ve su molekülü Hidrojen bağı aracılığıyla bir eksen boyunca şeritler halinde bağlanır [21].  $[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)(\text{NO}_3)(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$  kompleksi triklinik sistemde kristallenmiştir.

Birim hücre parametreleri  $a = 7.6070 (15) \text{ \AA}$ ,  $b = 9.0859 (18) \text{ \AA}$ ,  $c = 14.147 (3) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 88.88 (3)^\circ$ ,  $\beta = 74.49 (3)^\circ$ ,  $\gamma = 86.60 (3)^\circ$ ,  $V = 940.5 (4) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ .



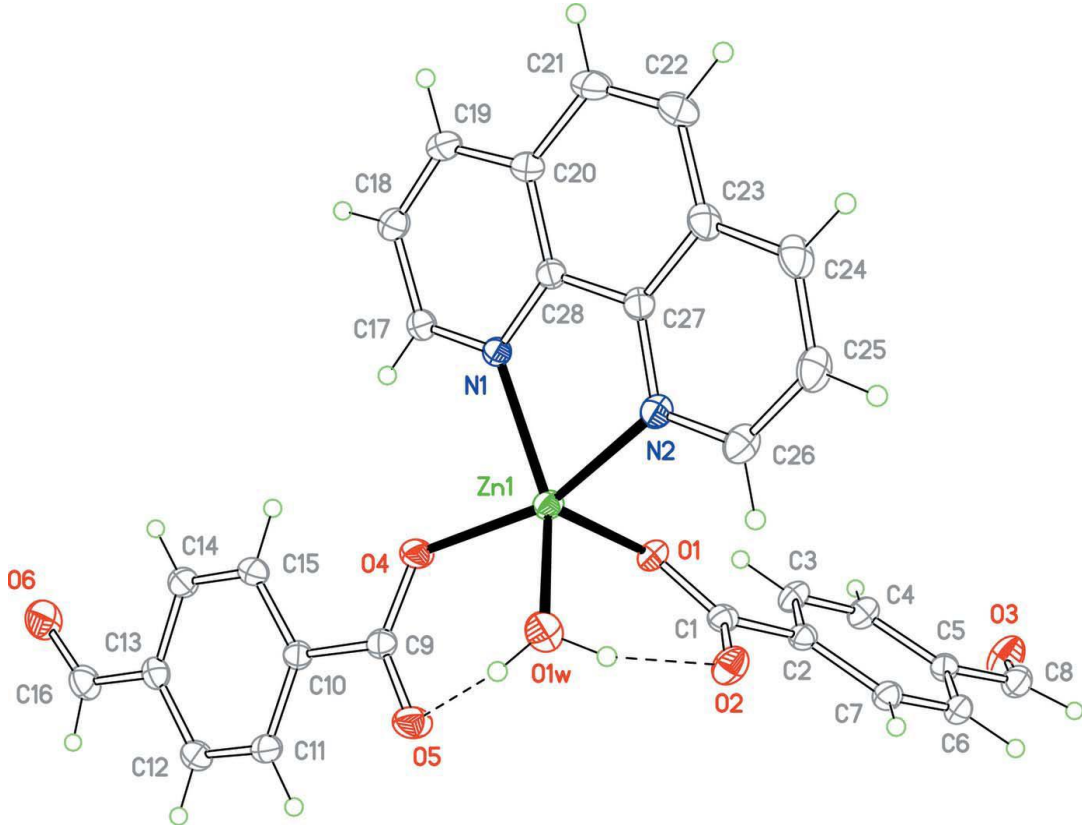
Şekil 2.20.  $[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)(\text{NO}_3)(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$  kompleksinin molekül yapısı [21].

İki biçimde kristallenen 4-formilbenzoik asit, metal karboksilat sentezinde kullanılır. Fakat, 4-FBAH<sub>2</sub>' nin kimyasal koordinasyonu günümüzde hala keşfedilmemiştir. Son zamanlarda tek boyutlu koordinasyon biçimleri gösteren 4-FBA<sup>-</sup> liganti içeren bazı yapılar açıklanmıştır. Burada sulu etanol çözeltisinde 1,10-fenantrolin, çinko diasetatdihidrat ve 4-formilbenzoik asitin reaksiyonuyla elde edilen Zn kompleksinin kristal yapısını açıklanmaktadır [22].

[Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)(H<sub>2</sub>O)] kompleksi triklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri  $a = 7.7953 (16) \text{ \AA}$ ,  $b = 10.517 (2) \text{ \AA}$ ,  $c = 15.323 (3) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 106.87 (3)^\circ$ ,  $\beta = 93.24 (3)^\circ$ ,  $\gamma = 95.32 (3)^\circ$ ,  $V = 1192.4 (5) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.565 \text{ Mg m}^{-3}$ .

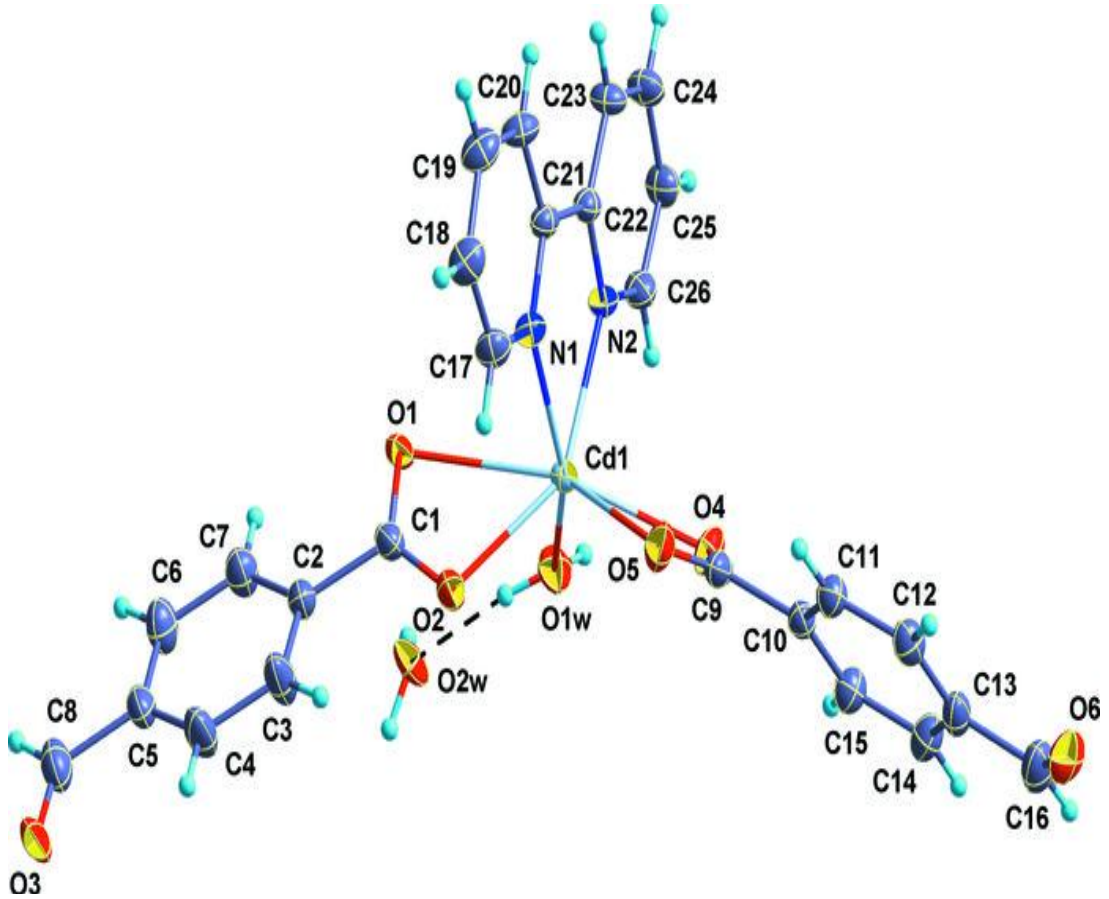
[Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>).(H<sub>2</sub>O)] kompleksinde Zn atomu bir su molekülü iki tane formilbenzoat grubunun birer oksijen atomu ve 1,10- fenantrolinin iki azot atomuyla koordine olmuştur. Komşu kompleks molekülleri  $\pi$ - $\pi$  etkileşimleri vasıtasıyla tek boyutlu zincir yapısında bağlanmışlardır [22].

[Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)(H<sub>2</sub>O)]'nin molekül yapısı şekil-2.21'de verilmiştir. Su molekülü 4-FBA ligantının O atomlarıyla birlikte moleküller arası hidrojen bağları oluşturur. Temel Zn-O ve Zn-N mesafesinden çok az daha kısa olan apikal Zn-O1 mesafesinde bir su molekülü iki tane N atomu ve iki tane O atomu içeren Zn atomu kare piramidal koordinasyon geometrisi gösterir [22].



Şekil 2.21. [Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)(H<sub>2</sub>O)] kompleksinin molekül yapısı [22].

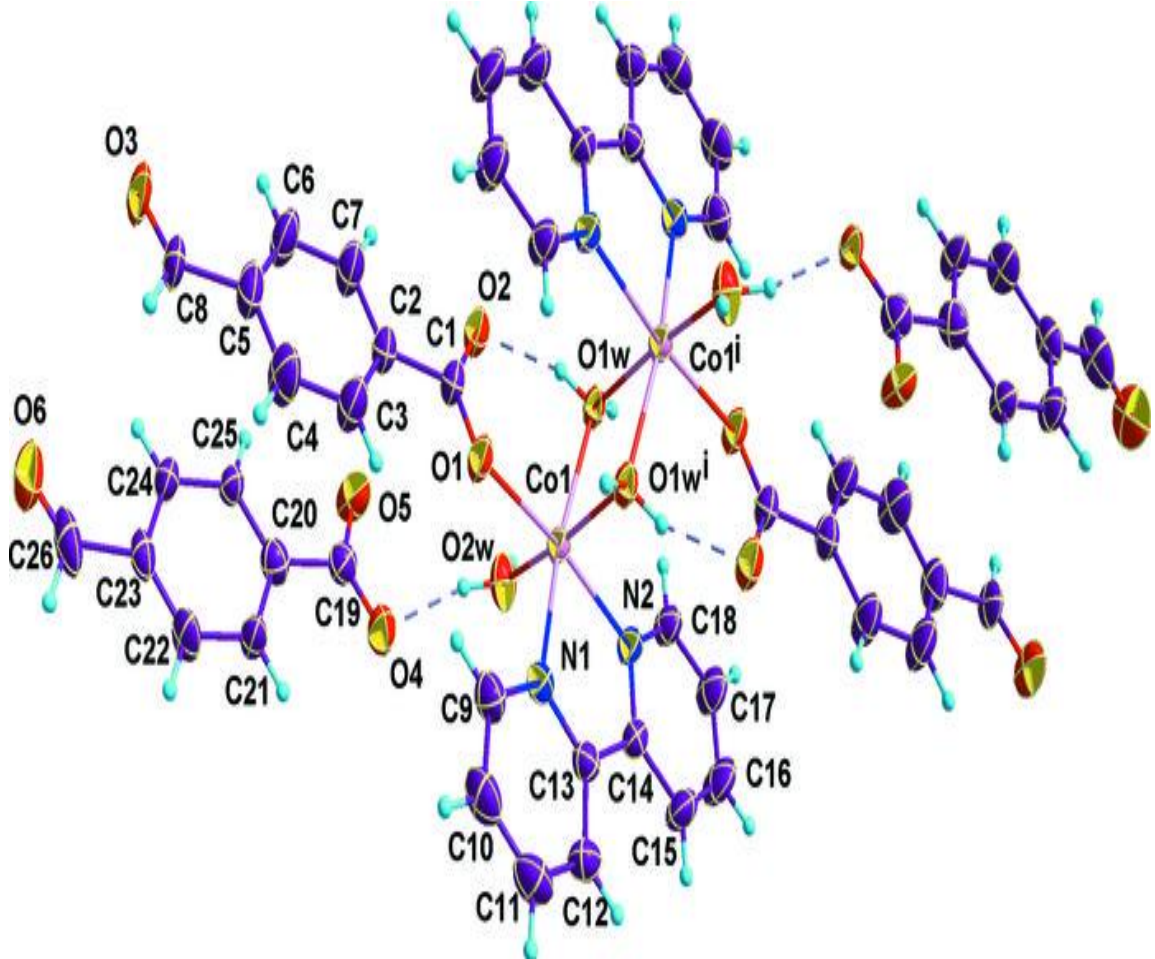
[Cd(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)(H<sub>2</sub>O)]·H<sub>2</sub>O kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 23.878 (5) \text{ \AA}$ ,  $b = 6.3586 (13) \text{ \AA}$ ,  $c = 17.048 (3) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 106.10 (3)^\circ$ ,  $V = 2486.8 (9) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 4$ . [Cd(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)(H<sub>2</sub>O)]·H<sub>2</sub>O tek çekirdekli komplekste Cd atomları iki 4-formilbenzoat monoanyonu ile O,O'-şelatlanmış, 2,2'-bipridinle *N,N'*-şelatlanmıştır. Ayrıca bir su molekülüyle de koordine olmuştur (Şekil 2.22). Koordinasyon ve hidrat su molekülleri ve monoanyonların O atomu monoklinik birim hücrenin *b* eksenine boyunca uzanan bir zincirin sonucu olarak hidrojen bağlarıyla bir arada tutulur [23].



Şekil 2.22. [Cd(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)(H<sub>2</sub>O)]·H<sub>2</sub>O kompleksinin yapısı [23].

[Co<sub>2</sub>(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>](C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub> kompleksi triklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 7.3813 (15) \text{ \AA}$ ,  $b = 10.654 (2) \text{ \AA}$ ,  $c = 16.385 (3) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 98.77 (3)^\circ$ ,  $\beta = 101.17 (3)^\circ$ ,  $\gamma = 104.11 (3)^\circ$ ,  $V = 1198.7 (5) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 1$ .

Çift çekirdekli  $[\text{Co}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2$  kompleksinin simetri merkezine Co atomu yerleşmiştir. Co atomu bir 4-FBA<sup>-</sup> ligandı, bir 2,2'-bipridin ligandı ve üç su molekülüyle altı koordineli oktaedral geometriyi oluşturmuştur (Şekil 2.23). Co atomları arasında iki su molekülü köprü görevi görmektedir. Co<sup>III</sup>-Co arasındaki mesafe 3,344 (4) Å'dur. Katyon ve anyonlar arasında hidrojen bağları oluşmaktadır [24].



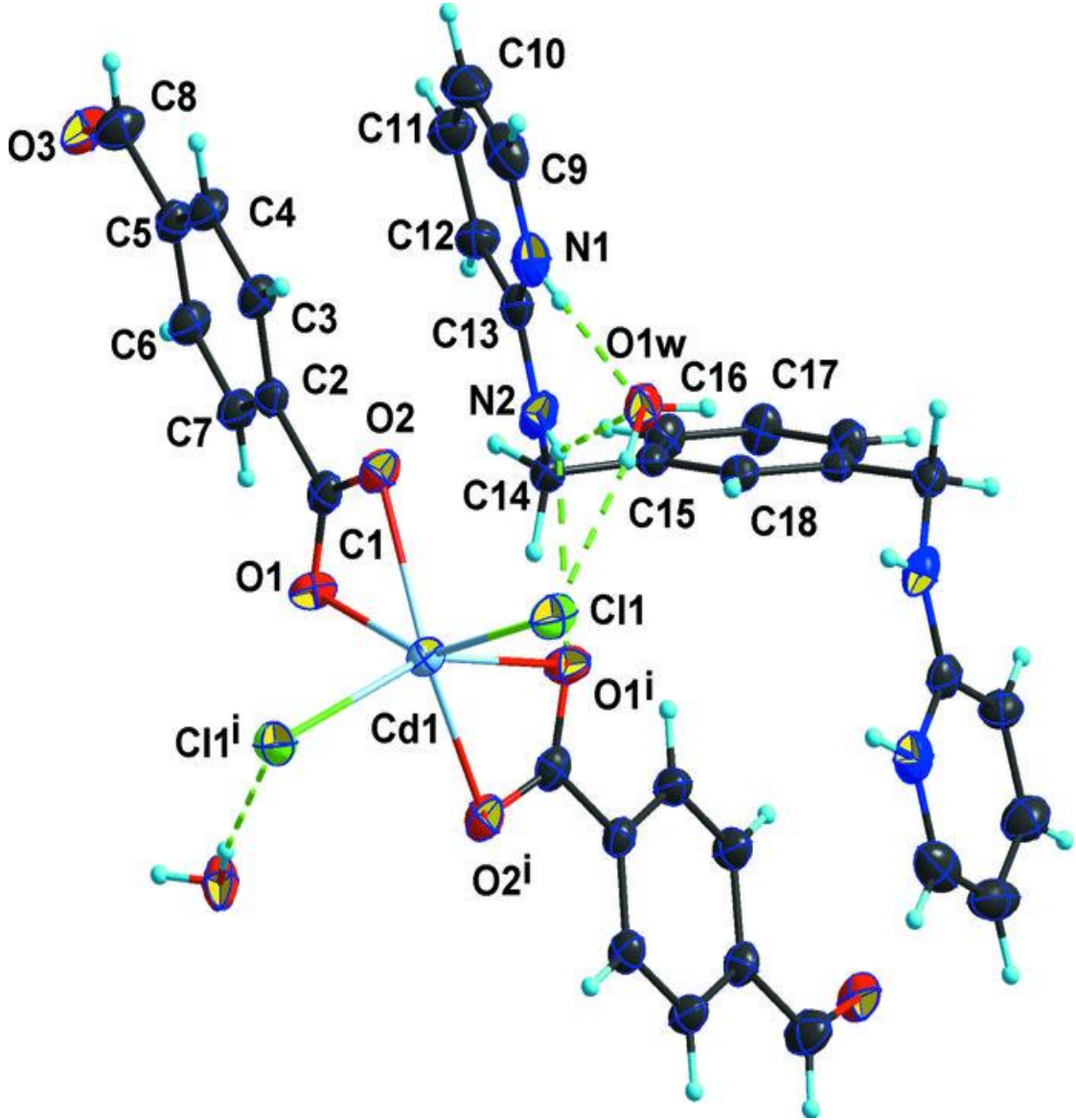
Şekil 2.23.  $[\text{Co}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2$  kompleksinin molekül yapısı [24].

$\text{Cd}(\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{N}_4)[\text{CdCl}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 7.7856 (16) \text{ \AA}$ ,  $b = 11.956 (2) \text{ \AA}$ ,  $c = 18.509 (4) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 94.84 (3)^\circ$ ,  $V = 1716.8 (6) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ .

$\text{Cd}(\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{N}_4)[\text{CdCl}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinde Cd atomu dönme eksenine yerleşmiştir. Cd atomu iki tane karboksilat grubunun şelatlanmasıyla ve cis



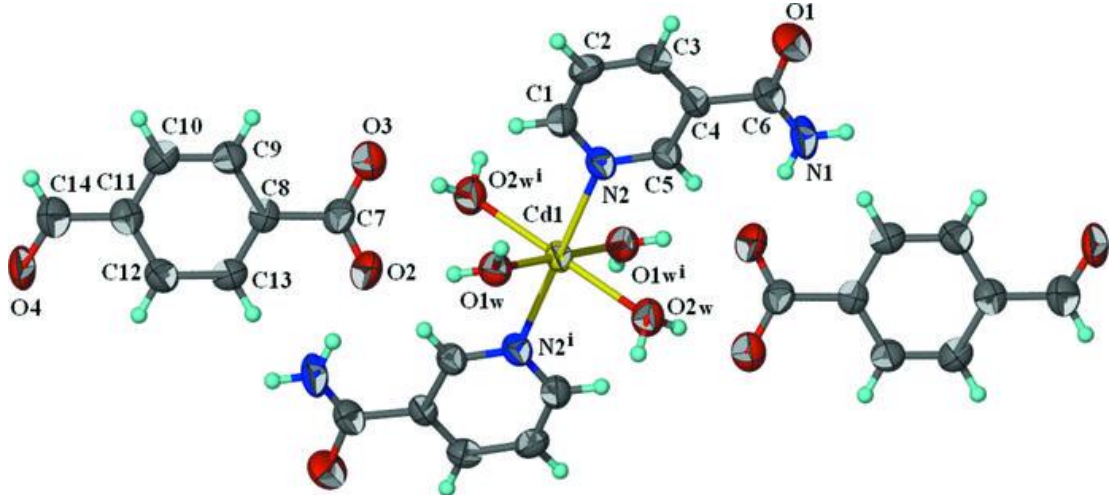
pozisyonundaki iki klor atomuyla oktahedral geometriyi oluşturmuştur (Şekil 2.24). Katyon ve anyonlar etkileşerek koordinasyon dışı su molekülleriyle hidrojen bağları oluşturmaktadırlar [25].



Şekil 2.23.  $[\text{Co}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)_2\text{-(H}_2\text{O)}_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2$  kompleksinin molekül yapısı [25].

$[\text{Cd}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2$  kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri :  $a = 14.922 (1) \text{ \AA}$ ,  $b = 7.0382 (4) \text{ \AA}$ ,  $c = 14.030 (1) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 98.634 (2)^\circ$ ,  $V = 1456.8 (2) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ .  $[\text{Cd}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2$  kompleksinde

$\text{Cd}^{+2}$  iyonu simetri merkezine yerleşerek kısmen çarpıtılmış oktahedral yapıyı oluşturur (Şekil 2.25). Kristal yapıda kationlar ve anyonlar etkileşerek hidrojen bağlarıyla üç boyutlu ağı oluştururlar [26].



Şekil 2.25.  $[\text{Cd}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2$  kompleksinin molekül yapısı [26].

$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ ,  $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  ve  $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  her üç kompleks eş yapılı olup, metal atomları simetri merkezinde bulunmaktadır. p-formilbenzoat anyonlar ve DENA molekülleri monodentant özellik göstermektedirler. Metalin oktahedrik koordinasyon çevresi iki p-formilbenzoat anyonunun iki karboksil oksijen atomu, iki DENA molekülünün iki  $\text{N}_{py}$  atomu ve iki su molekülünden oluşmaktadır [27, 28, 29].

Karboksil grubunun metalle bağ oluşturmayan oksijen atomları koordinasyonda olan su molekülleri ile molekül dahili hidrojen bağları oluşturmaktadırlar.

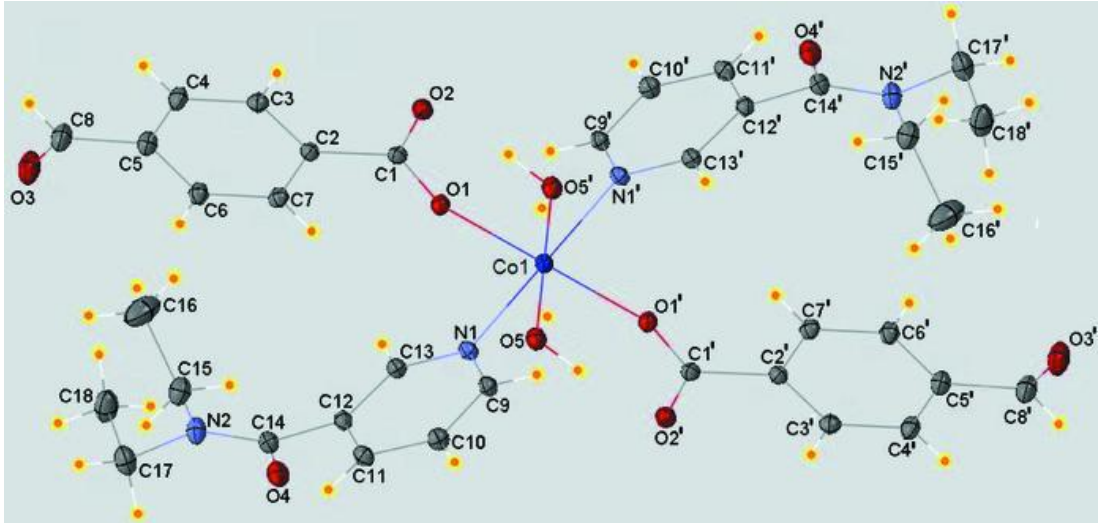
$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ ,  $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  ve  $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  komplekslerinin üçüde triklinik sistemde kristallenmiştir.

Komplekslerin birim hücre parametreleri sırasıyla aşağıdaki gibidir [27, 28, 29]:

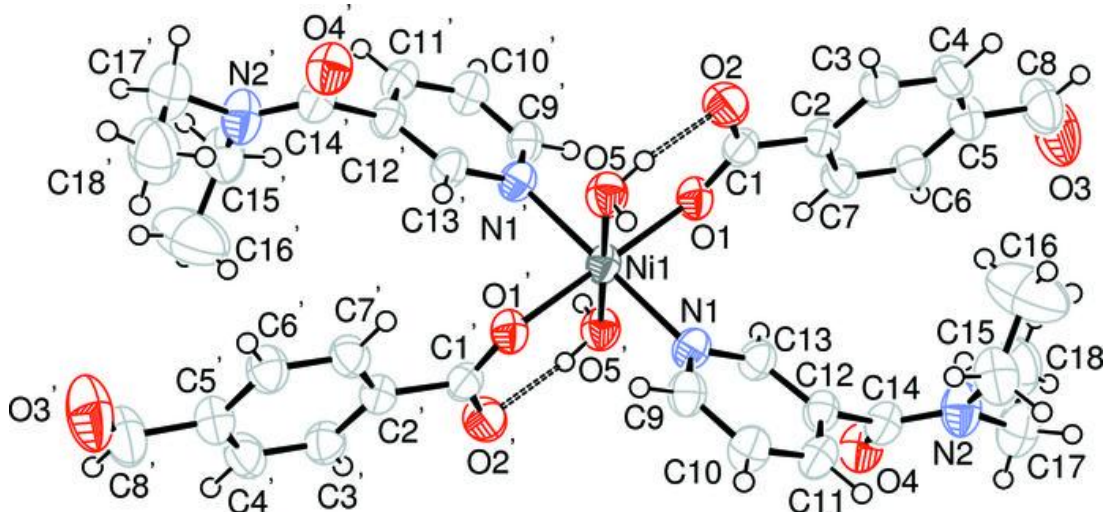
[Co(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>] kompleksi:  $a = 7.2962$  (2) Å,  $b = 8.6863$  (3) Å,  $c = 15.9453$  (5) Å,  $\alpha = 85.433$  (2)°,  $\beta = 78.608$  (3)°,  $\gamma = 68.022$  (2)°

[Ni(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>] kompleksi:  $a = 7.2909$  (2) Å,  $b = 8.6883$  (3) Å,  $c = 15.9037$  (4) Å,  $\beta = 78.576$  (4)°,  $\alpha = 85.034$  (5)°,  $\gamma = 67.594$  (3)°

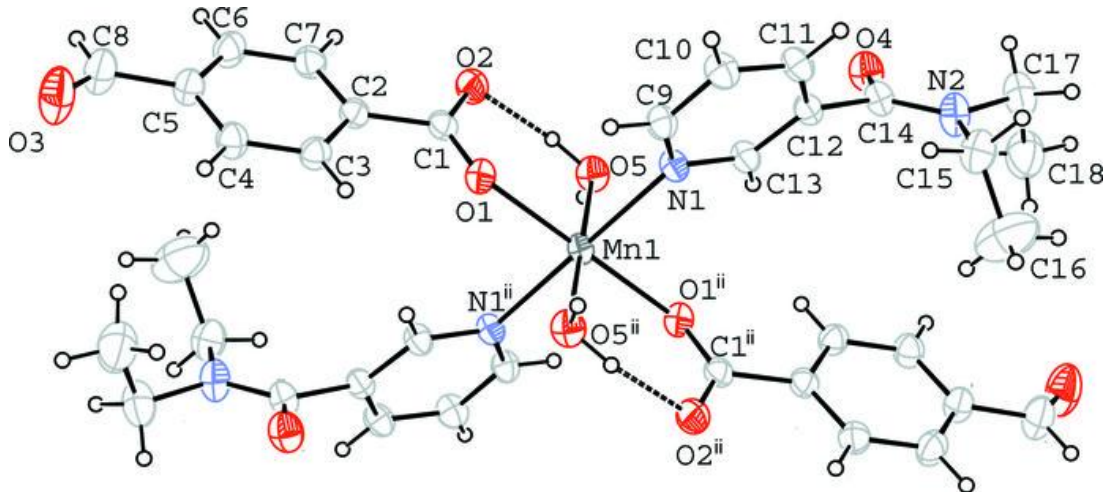
[Mn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>] kompleksi:  $a = 7.3266$  (2) Å,  $b = 8.6618$  (2) Å,  $c = 16.0687$  (3) Å,  $\alpha = 86.381$  (8)°,  $\beta = 78.272$  (7)°,  $\gamma = 68.618$  (6)°



Şekil 2.26. [Co(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>] kompleksinin molekül yapısı [27].



Şekil 2.27.  $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinin molekül yapısı [28].



Şekil 2.28.  $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinin molekül yapısı [29].

### 3. İZONİKOTİNAMİD

İzonikotinamid, izonikotininik asidin amidi olup, IUPAC ismi 4-piridinkarboksilamittir [30]. Kimyasal formülü  $C_6H_6N_2O$ , molekül ağırlığı 122,12 g/mol'dür.

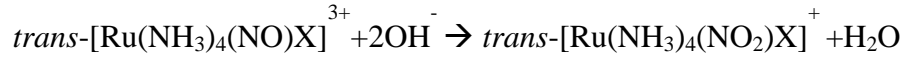
Bu madde, canlı doğada yaygın olarak istifade edilen, biyokimyasal özelliklere sahip olan, çeşitli fizyolojik işlevlere katılan vitamin olarak tıpta kullanılan nikotinamid'in izomerlerinden biridir [31]. İzonikotinamid  $\gamma$  pozisyonunda amid grubu (-CONH<sub>2</sub>) içeren bir piridin türevidir. Antitüberküloz, antibakteriyel ve ateş düşürücü özellikleri vardır. İzonikotinamid tuzlarının ilaç endüstrisinde geniş kullanım alanları vardır. Metal kompleksler biyolojik açıdan serbest ligandlarda göre daha etkilidirler [32].

#### 4. İZONİKOTİNAMİD METAL KOMPLEKSLERİ

Rutenyumun izonikotinamid ve imidazolle iki karışık kompleksi sentezlenmiştir. *trans*-[L(Im)(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>Ru<sup>III</sup>] (Im=imidazol ve L=izonikotinamid(İNA), piridin(py), Im, NH<sub>3</sub>, Cl<sup>-</sup> ve SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) [33] ve *trans*-[(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>Ru(imidazol)(izonikotinamid)](CF<sub>3</sub>COO)<sub>3</sub><sup>2-</sup> propanol [34]. Her iki kompleksin molekül ve elektronik yapıları spektroskopik olarak incelenmiştir.

N-piridil bağlı (NH<sub>4</sub>)[Ru(NH<sub>3</sub>)<sub>5</sub>(İNA)](PF<sub>6</sub>)<sub>3</sub> kompleksinin kristal yapısı Chou M.H. ve arkadaşları tarafından incelenmiştir [35].

*trans*-[Ru(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>(NO)X]<sup>n+</sup> (X= izonikotinamid, pirazin veya sülfat) ve *cis*-[Ru(NH<sub>3</sub>)(NO)(NO<sub>2</sub>)]<sup>2+</sup> komplekslerinin hazırlanması için sentetik yöntem geliştirilmiştir [36]. Kompleksler elemental analiz, UV-vis, infrared, H<sup>1</sup> NMR ve ESR spektroskopisi, molar iletkenlik ölçümleri ve yöntemleriyle karakterize edilmiştir.



reaksiyonunun K denge sabitinin izonikotin kompleksi için  $2,5 \times 10^8 \text{ dm}^3 \cdot \text{mol}^{-2}$  olduğu belirlenmiştir.

*trans*-[Ru<sup>II</sup>(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>SO<sub>3</sub>(H<sub>2</sub>O)] kompleksinde izonikotinamid, imidazol gibi N-heterohalkaların yer değiştirme reaksiyonlarının kinetiği incelenmiştir [37]. Yerdeğişme reaksiyonunun hızının rutenyum kompleksinin yüküne bağlı olduğu saptanmıştır.

[Ru(NH<sub>3</sub>)<sub>5</sub>(İNA)]<sup>2+</sup> (İNA=izonikotinamid) kompleksinin HOCl'nin fazlasıyla reaksiyonunun 25<sup>o</sup> C da UV-vis spektroskopisi ile incelenmesi bu reaksiyonun iki aşamada yürüdüğünü göstermiştir [38].

[Ru<sup>III</sup>(edta)(H<sub>2</sub>O)]<sup>-</sup> (edta=etilendiamin-N,N,N',N'-tetraasetat) kompleks iyonunun izonikotinamidle reaksiyonu çeşitli pH'larda (6-10), izonikotinamid konsantrasyonlarında ve iyon kuvvetlerinde spektrofotometrik yöntemlerle incelenmiştir [39].

Neto B.S.L. ve arkadaşları [40]  $trans-[Ru-(NH_3)_4\{P(OEt)_3\}(H_2O)]^{2+}$  kompleksinin (L=imidazol, izonikotinamid ve pirazin) kompleks oluşum reaksiyonu sulu çözeltide (I=0.10 mol.dm<sup>-3</sup> CF<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>Na) incelediklerinde aktifleşme verileri hacmine esaslanarak disosiyatif değişim mekanizmasını tahmin etmişlerdir.

$[Ru_3\mu-O)(\mu-CH_3CO_2)_6(OH_2)_3]^+$  formüllü trirutenyum karboksilat kompleksinde suyun izonikotinamidle yer değiştirme reaksiyonu O<sup>17</sup> NMR ve UV-vis spektrofotometri yöntemiyle bir klorat çözeltisinde (I=1.0M) incelemiştir [41].

Sulu çözeltide  $trans-[Ru^{IV} L(O)(H_2O)]_2$  kompleksinin  $cis-[Ru^{II} (NH_3)_4(INA)_2]^{2+}$  vasıtasıyla  $trans-[Ru^{III} L(OH)(H_2O)]^{2+}$  (L=6,7,8,9,10,11,17,18-oktahidroksi-6,10-dimetil-5H-dibenzo[e,n] [1,4,8,12]dioksadiazasiklo-pentadesin) kompleksine ve  $trans-[Ru^{III} L(OH)(H_2O)]^{2+}$  nin  $[Ru^{II} (NH_3)_4(bipy)]^{2+}$  vasıtasıyla  $trans-[Ru^{II} L(H_2O)_2]^{2+}$  ye (bipy=2,2-bipiridin) indirgenmesi Lick C. H. E. ve arkadaşları [42] tarafından incelenmiştir.

Therien M.J. ve arkadaşları [43]  $Ru(NH_3)_4L(His39)$  türevlerinde (L= NH<sub>3</sub>, piridin ve izonikotinamid) elektron transfer kinetiğini incelemiştir.

$[Ru(NH_3)_5L](PF_6)_3$  (L=4-aminopiridin veya 4-metilaminopiridin) Ru(III) kompleksleri ve  $[Ru(NH_3)_5L](PF_6)_2$  (L= izonikotinamid veya pirazin) formüllü Ru(II) kompleksleri sentezlenmiştir. Ru(III) kompleksi için LMCT bandı mavi kayma, Ru(II) kompleksi için de MLCT bandında kırmızı kayma olduğu gözlenmiştir. Tüm kompleksler için Ru(III)/Ru(II) redoks potansiyelinin negatif istikamete kaydığı görülmüştür [44].

$cis-Ru^{II} (NH_3)_4(L)_2$  (L=piridin, 4-pikolin, izonikotinamid veya 4-asetilpiridin) ve  $cis-Ru^{II} (NH_3)(INA)(L)$  (L= piridin, 4-pikolin, pirazin veya 4-asetilpiridin) kompleksleri 313, 365, 405, 436, 480 ve 519 nm'de asidik sulu ortamda (pH=3,5-4,0) ve tahminen 10<sup>-3</sup> M konsantrasyonunda Ru kompleksinin UV spektrumları incelenmiştir [45].

Üç çekirdekli  $[Ru_3O(CH_3COO)_6(INA)_3]$  kompleksinin spektroeletrokimyasal özellikleri Toma H.E. ve arkadaşları [46] tarafından incelenmiştir.

$trans$ -[Ru(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>P(OME)<sub>3</sub>(H<sub>2</sub>O)]<sup>2+</sup>,  $trans$ -[Ru(NH<sub>3</sub>)<sub>6</sub>P(OPR)<sub>3</sub>(H<sub>2</sub>O)]<sup>2+</sup>,  $trans$ -[Ru(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>P(OIPR)<sub>3</sub>(H<sub>2</sub>O)]<sup>2+</sup>,  $trans$ -[Ru(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>P(OBU)<sub>3</sub>(H<sub>2</sub>O)]<sup>2+</sup> komplekslerinde izonikotinamid ligandının koordinasyona katıldığı spektrokimyasal analizler ile doğrulamıştır. [47].

[Ru(NH<sub>3</sub>)<sub>5</sub>L](PF<sub>6</sub>)<sub>n</sub> (izonikotinamid ve pirazin için n=2; L=4-aminopiridin ve 4-metilaminopiridin için n=3) kompleksinin 18-crown-6 eter(<sup>18</sup>C<sub>6</sub>) ile oluşumu spektrofotometrik ve elektrokimyasal yöntemlerle susuz ortamda incelenmiştir [48]. [Ru(NH<sub>3</sub>)<sub>5</sub>L](PF<sub>6</sub>)<sub>2</sub> için MLCT bandının kırmızı kayma verdiği gözlenmiştir.

DNA ile koordine olan  $trans$ -[(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>LRu<sup>III</sup>] (L=piridin, 4-piridinkarboksialdehit ve izonikotinamid) kompleksinin disproporsiyon hızı tayin edilmiştir [49].

[(eta(6)-aren)Ru(X)(Y)(Z)] (aren=benzen veya benzen türevleri; X, Y, Z = halojenür, asetonitril veya izonikotinamid veya X, Y = etilendiamin(en) veya N-etilendiamin) tipli Ru(II) organometalik kompleksinin insan yumurtalığının kanserli hücrelerinin büyümesini durdurduğu incelenmiştir [50]. Bu çalışmada [(eta(6)-p-cymene)Ru(en)Cl]PF<sub>6</sub>, [(eta(6)-p-cymene)RuCl<sub>2</sub> (izonikotinamid)], [(eta(6)-bifenil)Ru(en)Cl]PF<sub>6</sub> kompleksinin X-ray diffraktometresi ile kristal yapıları tayin edilmiştir.

Qin Z. ve arkadaşları [51] piridin ligandlarında substituent gibi birli veya ikili gruplar içeren ligandların paladyum(II) ile nötral veya katyonik komplekslerinin kendiliğinden oluşan supromoleküler yapılarını incelenmişler.  $trans$ -[PdCl<sub>2</sub>(PhCN)<sub>2</sub>] kompleksinde PhCN'nin L ile (L=N-metilnikotinamid (MNA), izonikotinamid veya nikotinamid) uygun olarak yer değiştirmesi ile  $trans$ -[PdCl<sub>2</sub>L<sub>2</sub>] kompleksleri elde edilmiştir.  $trans$ -[PdCl<sub>2</sub>(MNA)<sub>2</sub>]H<sub>2</sub>O kompleksinin amid-amid hidrojen bağları ve Cl... H<sub>2</sub>O hidrojen bağları vasıtasıyla iki boyutlu ağ oluşturduğu gözlenmiştir.

Pentasiyano L-osmiyat(II) serisi için K<sub>3</sub>[Os(CN)<sub>5</sub>(NH<sub>3</sub>)]·2H<sub>2</sub>O formüllü yeni kompleks hazırlanarak, UV-vis ve IR spektroskopisi ile karakterize edilmiştir. Zayıf asidik ortamda hidratlaşmanın kontrol edilmesiyle [Os(CN)<sub>5</sub>H<sub>2</sub>O]<sup>3-</sup> iyonu elde edilmiştir. [Os(CN)<sub>5</sub>L]<sup>n-</sup> iyonlarının (L = piridin, pirazin, N-metilpirazin oluşumunun ve disosasyon reaksiyonunun kinetiği incelenmiştir [52].



N-(2-nitrooksietil)izonikotinamid, izonikotinilklorürün 2-nitroksietilaminle etkileşmesi neticesinde sentezlenmiş ve bu bileşiğin PdCl<sub>2</sub> ve PtCl<sub>2</sub> ile reaksiyonu sonucu yeni kompleksler hazırlanmıştır. Paladyum(II) *trans*-[(2-nitrooksietil)izonikotinamid-N]dikloro ve Platin(II) *cis*-bis[(2-nitrooksietil)izonikotinamid-N]dikloro ligandının ve elde edilen yeni komplekslerin yapıları X-ray analiz yöntemiyle belirlenmiştir [53].

Çoklu hidrojen bağları oluşturabilen ligandlar (izonikotinamid) içeren iki yeni katyonik metal kompleks ([Et<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Pt(İNA)<sub>2</sub>](NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> ve [(C<sub>5</sub>Me<sub>5</sub>)Rh(İNA)<sub>3</sub>](OTf)<sub>2</sub>), Kuehl C.J. ve arkadaşları tarafından [54] sentezlenerek X-ray analiz yöntemiyle kristal yapıları incelenmiştir.

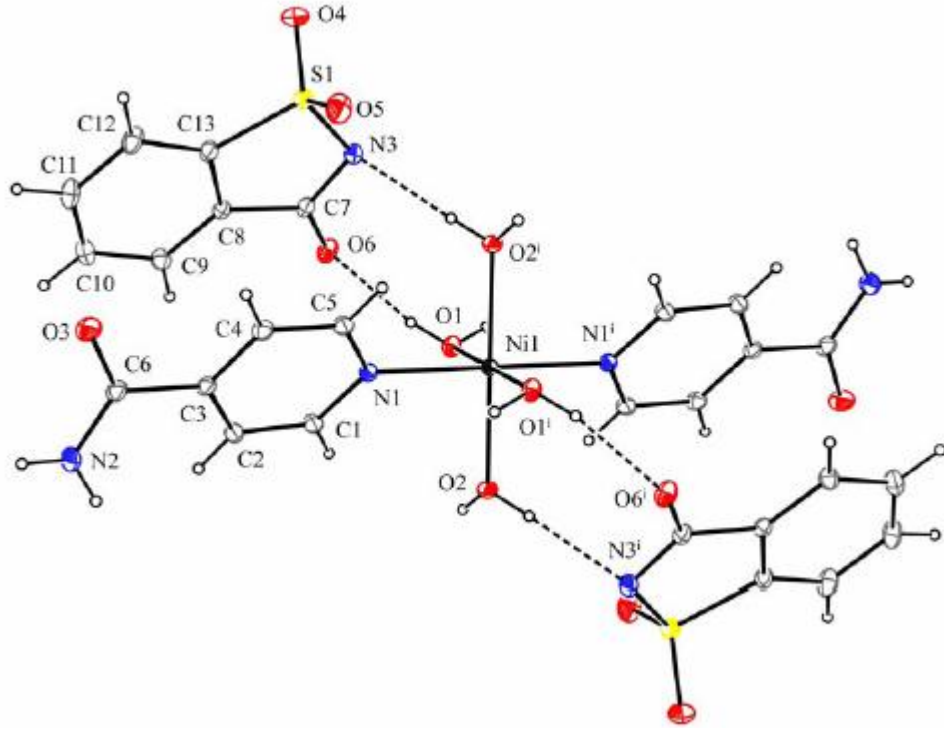
İzonikotinic asit türevlerinin kalsiyumla oluşturduğu kompleksler Cole L.B. ve Holt E.M. tarafından incelenmiş [kalsiyumtetraaquabis(izonikotinamid)] diklorür [Ca(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>(İNA)<sub>2</sub>]Cl<sub>2</sub> ve kalsiyumtetraaquabis(izonikotinat) Ca(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>(İNAc)<sub>2</sub> (İNAc=izonikotinic asid) kompleksleri sentezlenmiştir [55].

İzonikotinamidin AgBF<sub>4</sub> ve AgClO<sub>4</sub> ile eş yapıli kopleksleri sentezlenmiştir. Bunlardan ilki (gümüş(I)tris(izonikotinamid) tetrafloroborat [Ag(İNA)<sub>3</sub>]BF<sub>4</sub> ve ikincisi gümüş(I)tris(izonikotinamid) perklorat [Ag(İNA)<sub>3</sub>]ClO<sub>4</sub>] dır. Bu bileşiklerde Ag(I) atomunun koordinasyon sayısının üç olduğu ve N-H...O hidrojen bağları vasıtasıyla üç boyutlu ağ oluşturduğu belirlenmiştir [56].

2-Metiltiyonikotinatin(2-MeSNic), Cu(2-MeSNic)<sub>2</sub>(MeNia)<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O (MeNia=N-metilnikotinamid), Cu(2-MeSNic)<sub>2</sub>(Nia)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O (Nia=nikotinamid) ve Cu(2-MeSNic)<sub>2</sub>L-2 (L=izonikotinamid veya etilnikotinat) bileşimli yeni bakır(II) komplekslerinin biyolojik özellikleri incelenmiştir [57].

Uçar İ. ve arkadaşları [58] [Ni(İNA)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>](sac)<sub>2</sub>(NINS) komplekslerini hazırlamış; yapısını, spektroskopik ve termal özelliklerini belirlemişlerdir. Kompleks; monoklinik sistemde P2<sub>1</sub>/c, z=2 uzay grubunda kristallenmiştir. Oktahedral Ni(II) iyonu simetri merkezinde olup, iki tek dişli ina ligandı ve dört su ligandı ile çevrenmiştir. Böylece [Ni(İNA)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>] birimleri oluşmuştur. Bu birimin altında ve üstünde olmak üzere iki sakkarinat iyonu moleküller arası hidrojen bağı ile bağlanmıştır.

Kompleksin yapısı aşağıda görülmektedir.

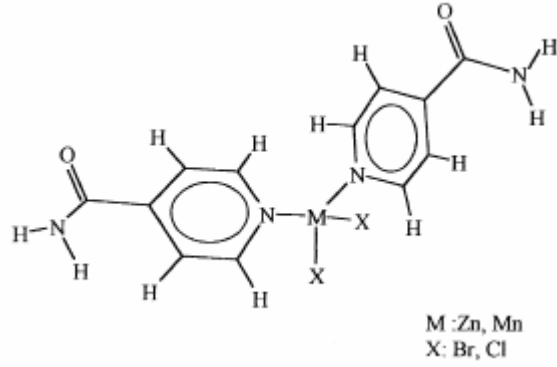


Şekil 4.1.  $[\text{Ni}(\text{INA})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{sac})_2,(\text{NINS})$  kompleksinin yapısı [58].

Yurdakul Ş. ve arkadaşları tarafından [59]  $\text{M}(\text{iso})_2\text{X}_2$  ( $\text{M}=\text{Co}, \text{Mn}, \text{Zn}; \text{X}=\text{Cl}, \text{Br}$ ; iso=isonikotinamid ve  $\text{M}(\text{İZO})\text{X}_2$  ( $\text{M}=\text{Zn}, \text{Cu}; \text{X}=\text{I}; \text{M}=\text{Hg}, \text{X}=\text{Br}$ ) sitokiyometrisindeki izonikotinamidin metal(II) halojenür komplekslerinin infrared spektrumları incelenmiştir.

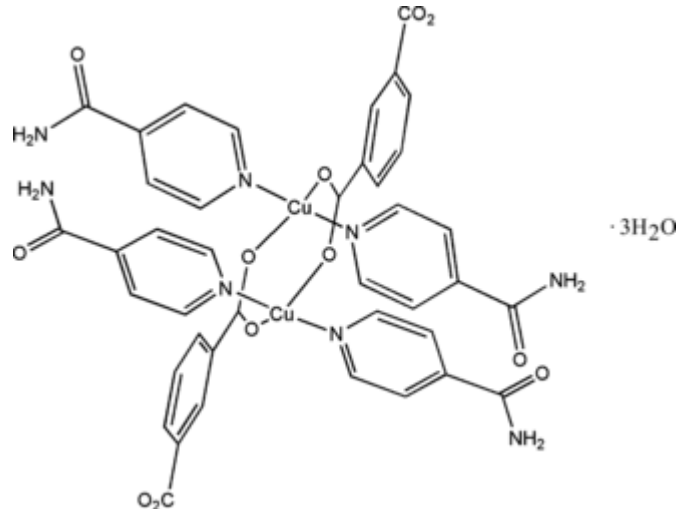
Kompleksler spektroskopik özelliklerine göre sınıflara ayrılmıştır.  $\text{M}(\text{İZO})_2\text{Cl}_2$  ( $\text{M}=\text{Mn}, \text{Co}$ ) kompleksleri polimerik oktahedral konfigürasyona sahiptir. Çünkü polimerik oktahedral kompleks olan  $\text{M}(\text{iso})_2\text{Br}_2$  ( $\text{M}=\text{Mn}, \text{Co}$ ) kompleksleri ile benzerlik göstermektedir.  $\text{Zn}(\text{İZO})_2\text{X}_2$  ( $\text{X}=\text{Cl}, \text{Br}$ ) kompleksleri tetrahedraldır.

İzonikotinamid molekülünde üç donör yer alır. Bunlardan ilki piridin halkasındaki azot, ikincisi amino grubunun azotu ve üçüncüsü karbonil oksijenidir. Bu üç donör tek dişli ligand gibi bağlanmıştır. Titreşim analizlerinden yola çıkılarak çinko kloro komplekslerinde çinko atomunun tetrahedral çevreye sahip olduğu görülmüştür. Komplekslerin yapısı aşağıda verilmiştir.



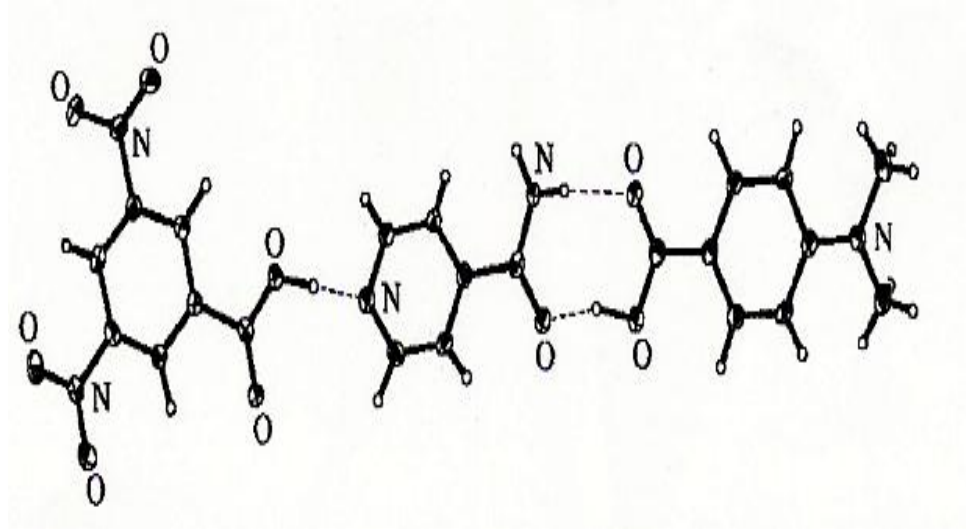
Şekil 4.2.  $(\text{Zn}(\text{İZO})_2\text{Br}_2$  and  $\text{Mn}(\text{İZO})_2\text{Cl}_2$ ) komplekslerinin genel moleküler yapısı [59].

Li C.B. ve arkadaşları [60]  $[\text{Cu}_2(\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_4)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_4] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  genel formüllü kompleksi sentezlemişlerdir. Aşağıda yapısı verilen komplekste Cu(II) atomları bozulmuş trigonal bipiramid geometri göstermektedir ve üç izoftalatın üç oksijen atomu ve iki izonikotinamidin iki azot atomu ile koordine olmuştur.



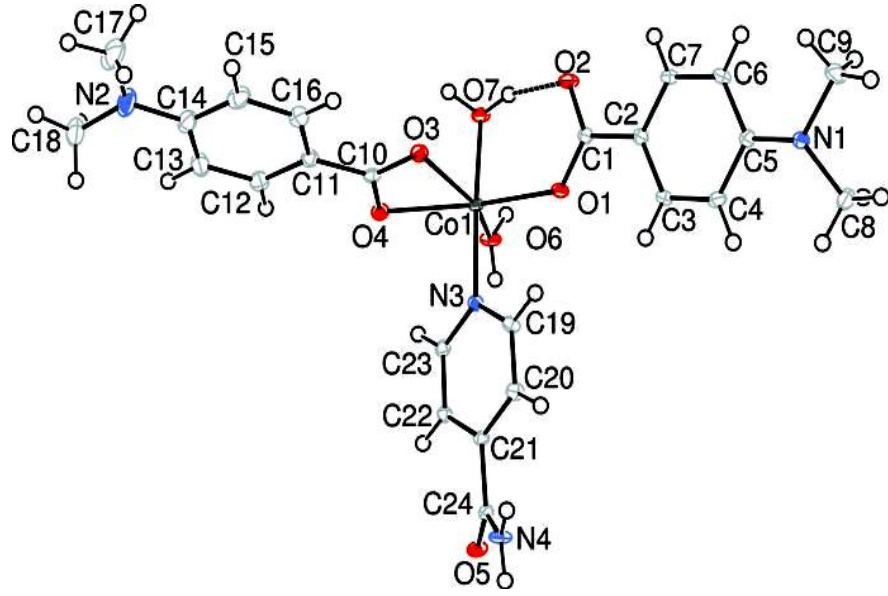
Şekil 4.3.  $[\text{Cu}_2(\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_4)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_4] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  genel formüllü kompleksin yapısı [60].

Aakeröy ve arkadaşları tarafından [61] 3,5-dinitrobenzoik asit, izonikotinamid ve 4-DMABA (1:1:1) den oluşan üçlü kokristal supramolekülü sentezlenerek yapısı aydınlatılmıştır (Şekil 4.4).



Şekil 4.4. 3,5-dinitrobenzoik asit, izonikotinamid ve *p*-DMABA üçlü kokristalinin molekül yapısı [61].

[Co(C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>NO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O)(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>] kompleksi iki 4-dimetilaminobenzoat anyonu, bir izonikotinamid ligandı ve iki koordine su molekülü içermektedir (Şekil 4.5). *p*-dimetilaminobenzoat anyonunun biri bidentat diğeri ise monodentat bağlıdır. Co atomu etrafında ekvator düzlemindeki büyük ölçüde deforme olmuş kare düzlem düzeninde dört oksijen atomu, izonikotinamid ligandının bir azot atomu ile eksen pozisyonunda iki su molekülünün oksijen atomuyla bozulmuş oktahedral koordinasyon geometrisi tamamlanıyor. Monodentat bağlı karboksil grubu ile bir su molekülü arasındaki molekül içi O—H...O hidrojen bağı zarf biçiminde altılı bir halka oluşturmaktadır. Karboksil grubu ve bitişik benzen halkası arasındaki dihedral açılar monodentat ligand için 4.29 (10)°, bidentat ligand için 2.31 (13)° iken iki benzen halkasındaki dihedral açı 65.02 (5)° dir. Piridin ve benzen halkaları arasındaki dihedral açı monodentat ligand için 11.21 (5)° iken bidentat ligand için 74.60 (5)° dir. Kristal yapıda intermoleküler O—H...O, O—H...N ve N—H...O hidrojen bağlarıyla moleküller supramoleküler bir yapıda birbirine bağlıdır[62].

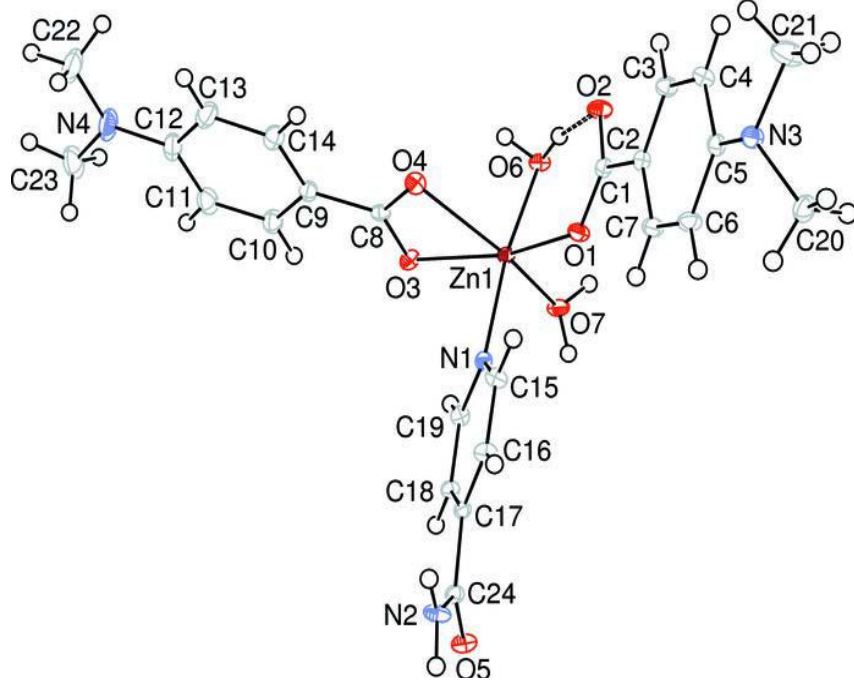


Şekil 4.5.  $[\text{Co}(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{NO}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinin kristal yapısı [62].

$[\text{Co}(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{NO}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinin kristal verileri:  $M_A = 545,45$  g/mol, kristal sistemi triklinik, kristal rengi pembe, uzay grubu  $P1$  olan bileşiğin birim hücre parametreleri  $a = 6,85550$  (10) Å,  $b = 8,1028$  (2) Å,  $c = 22,4642$  (3) Å,  $\alpha = 90,9180$  (10)°,  $\beta = 92,965$  (2)°,  $\gamma = 93,230$  (2)°,  $V = 1243,98$  (4) Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ , Mo K $\alpha$  radyasyonu,  $\mu = 0,74$  mm<sup>-1</sup>,  $T = 100$  K [62].

$[\text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{NO}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksi, iki *p*-dimetilaminobenzoat ligandı, bir izonikotinamid ligandı ve iki su molekülü içermektedir. Dimetilaminobenzoat anyonunun biri bidentat diğeri ise monodentat ligandır. Zn atomu etrafında ekvator düzlemindeki dört oksijen atomu büyük ölçüde deforme olmuş kare düzlem düzenindeyken, izonikotinamid ligandının bir azot atomu ile eksen pozisyonunda iki su molekülünün oksijen atomuyla bozulmuş oktahedral koordinasyon geometrisi tamamlanmaktadır (Şekil 4.6). Monodentat bağlı karboksil grubu ile bir su molekülü arasındaki intramoleküler O—H...O hidrojen bağı zarf biçiminde altılı bir halka oluşturuyor. Karboksil grubu ile bitişik benzen halkası arasındaki dihedral açı 4,87 (16)° ve 2,2 (2)° iken iki benzen halkasında dihedral açı 65,13 (8)°'ye yönelmiştir. Benzen halkası ve piridin arasındaki dihedral açı sırasıyla 11,47 (7)° ve 74,83 (8)° dir. Kristal yapıda intermoleküler O—H...O, O—H...N ve N—H...O hidrojen bağlarıyla moleküller supramoleküler bir yapıda birbirine bağlıdır. Hem benzen halkaları arasında hem de

benzen ve piridin halkaları arasındaki  $\pi-\pi$  etkileşimleri yapıyı daha da sağlamlaştırmaktadır. Kristal yapıda zayıf C—H $\cdots$  $\pi$  etkileşimleri de bulunmaktadır.

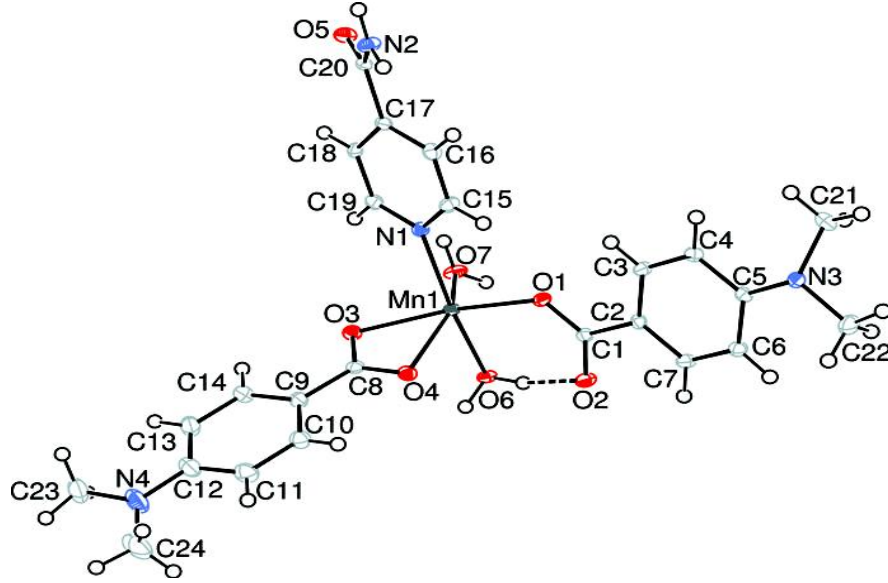


Şekil 4.6.  $[\text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{NO}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinin kristal yapısı [63].

$[\text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{NO}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinin kristal verileri:  $M_A = 551,91$ , kristal sistemi triklinik, renksiz, uzay grubu  $P1$  olan bileşiğin birim hücre parametreleri  $a = 6,8616 (2) \text{ \AA}$ ,  $b = 8,0947 (3) \text{ \AA}$ ,  $c = 22,4953 (4) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 90,683 (2)^\circ$ ,  $\beta = 92,838 (2)^\circ$ ,  $\gamma = 93,313 (3)^\circ$ ,  $V = 1245,69 (6) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ , Mo  $K\alpha$  radyasyonu,  $\mu = 1,04 \text{ mm}^{-1}$ ,  $T = 100 \text{ K}$  [63].

$[\text{Mn}(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{NO}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksi, iki *p*-dimetilaminobenzoat ligandı, bir izonikotinamid ligandı ve iki su molekülü içermektedir. *p*-Dimetilaminobenzoat anyonunun biri bidentat diğeri ise monodentat bağlıdır. Mn atomu etrafında ekvator düzlemindeki dört oksijen atomu büyük ölçüde deforme olmuş kare düzlem düzenindeyken, izonikotinamid ligandının bir azot atomu ile eksen konumundaki ikinci su molekülünün O atomuyla bozulmuş oktahedral koordinasyon geometrisi tamamlanmaktadır. Kristal yapıda moleküller arası O—H $\cdots$ O, O—H $\cdots$ N ve N—H $\cdots$ O

hidrojen bağlarıyla moleküller paralel iki boyutlu ağ biçiminde birbirine bağlıdır. Kristal yapıda iki zayıf C—H $\cdots$  $\pi$  etkileşimleri de bulunmaktadır (Şekil 4.7).



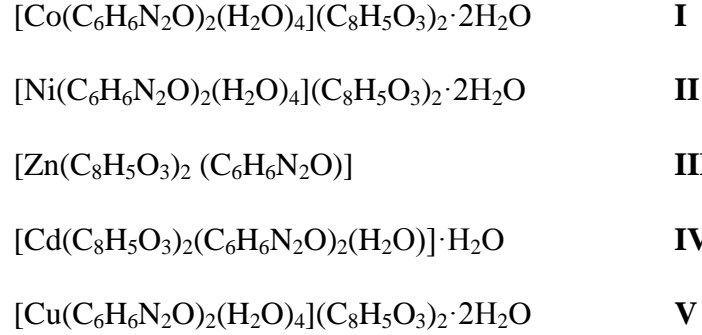
Şekil 4.7.  $[\text{Mn}(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{NO}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})_2]$  kompleksinin kristal yapısı [64].

Kristal verileri: molekül formülü  $[\text{Mn}(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{NO}_2)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})(\text{H}_2\text{O})_2]$ , renksiz,  $M_A = 541,46$  g/mol, kristal sistemi monoklinik, uzay grubu  $P2_1/n$ , birim hücre parametreleri  $a = 6,9120$  (2) Å,  $b = 45,1365$  (5) Å,  $c = 8,1506$  (2) Å,  $\theta = 2.6\text{--}28.4^\circ$ ,  $\mu = 0,57$  mm,  $T = 100$  K,  $\beta = 93,889$  (1)°,  $V = 2537$  (1) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ , Mo  $K\alpha$  radyasyonu,  $\mu = 0,57$  mm<sup>-1</sup>,  $T = 100$  K [64].

## 5. MATERYAL VE METOD

### 5.1. Sentez

Komplekslerin sentezinde, Merck kobalt(II) sülfat ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), bakır(II) sülfat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) nikel(II) sülfat ( $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), kadmiyum(II) sülfat ( $\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ), çinko(II) sülfat ( $\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), 4-formilbenzoik asit, sodyum bikarbonat, ve izonikotinamid kullanılmıştır.

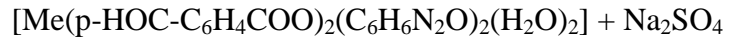


kompleksleri aşağıdaki gibi sentezlenmiştir.

Sodyum 4-formilbenzoatların eldesi için 0,02 mol 4-formilbenzoik asit, 0,02 mol sodyum bikarbonatla 50 ml saf su içerisinde reaksiyona sokuldu. Tepkime esnasında oluşan karbondioksit ortamdan tamamen uzaklaşmaya kadar karıştırıldı.



Daha sonra bir beherde 0,01 mol Me(II) sülfatın 25 ml suda çözeltisi hazırlandı ve ayrı bir beherde 0,02 mol izonikotinamid 40 ml suda tamamen çözüldükten sonra Me(II) sülfat çözeltisi üzerine ilave edildi. ( Me = Co, Cu, Ni, Cd, Zn ) Oluşan karışımın üzerine de daha önceden hazırlanan 0,02 mol sodyum 4-formilbenzoat çözeltisi ilave edildi.



Elde edilen çözeltiler oda sıcaklığında kristallenene kadar bekletildi. İki üç gün sonunda pembe renkli (Co kompleksi), koyu mavi renkli (Cu kompleksi), yeşil renkli (Ni kompleksi), beyaz renkli (Cd kompleksi), açık sarı renkli ve beyaz renkli (Zn kompleksi) single kristaller oluştu. Kristaller süzülerek saf suyla yıkandı ve oda sıcaklığında kurutuldu.



## **5.2. Metot**

### **5.2.1. Elemental Analiz**

Elemental analiz çalıřmalarıyla komplekslerin ierdiđi elementlerin miktarları hakkında kesin bir veri elde edilebilir. Bu elde edilen deneysel verilerle teorik verilerin karřılařtırılması suretiyle komplekslerin yapısında hangi ligandan ne oranda bulunduđu hakkında, kesin olmasa da, bir fikir yrtebilmemize yardımcı olur.

Elemental analizler (C, H, ve N analizi) İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknoloji Merkez Arařtırma Laboratuvarında yaptırıldı.

### **5.2.2. Infrared Spektrum**

Komplekslerin bünyesinde bulunan fonksiyonel gruplar, bađlanan atomlar ve bu atomların bađlanma pozisyonları IR spektroskopisi ile belirlenebilir. Bunun yanında bu fonksiyonel grup ve atomların oluřturduđu titreřim frekanslarından da faydalanmak suretiyle komplekslerin geometrik řekilleri ve de yapıda bulunan bađların türleri hakkında da fikirler yrtlebilir.

Infrared çalıřmaları, MATTSON 1000 FTIR Model IR spektrometresiyle yapıldı. Sentezlenen katı komplekslerin IR spektrumları KBr ile disk yapılarak 4000500 cm<sup>-1</sup> aralıđında kaydedildi.

### **5.2.3. Termik Analiz**

Günümüzde termik analiz çalıřmaları, koordinasyon kimyasında ok yođun ve yaygın olarak kullanılmaktadır. Metal kompleksleri genel bir zellik olarak basamaklı bir bozunma gsterirler. Bu řekilde bozunma da eřitli termik analiz metodları kullanılarak sistematik arařtırmalarda nemli rol oynar.

Komplekslerin termik kararlılıklarında, uan ve kalan paralanma rnlerinden gitmek vasıtasıyla stokiyometrinin belirlenmesinde termogravimetri (TG) kullanılmaktadır. TG analizi bozunmalar sonucu oluřan katı ara rnlerin termik kararlılıkları iin de

kullanılır. Bozunma ürünlerinin tespit edilmesiyle komplekslerin bozunma mekanizmaları tahmin edilebilir. TG sonuçları ve bunlara karşılık gelen DTG eğrileri komplekslerin bozunma kinetiklerinin belirlenmesinde önemli derecede rol oynar.

Diferansiyel Termik Analiz (DTA), komplekslerin bozunma sıcaklık aralıklarının, erime noktalarının ve bozunma olaylarının aydınlatılmasında sıkça kullanılmaktadır. DTA, erime entalpileri, süblimasyon entalpilerinin bulunmasında ve kısmen de metal-ligand bağ enerjisinin belirlenmesinde kullanılmaktadır.

Termik analiz metodlarının birlikte kullanılmasıyla yapılan termik analiz çalışmaları metal kompleksler için çok önemlidir. Isı sonucu meydana gelen bozunmayı anlamamızda TG ve DTA eğrileri kullanılmaktadır. Bu eğrilerde erime olayı keskin bir DTA piki ile anlaşılır. Oluşan bu pike karşılık gelen TG eğrisinde bir ağırlık kaybı yoktur. Bozunma olayı olduğunda ise DTA piki geniş ve endotermik olup buna karşılık gelen TG eğrisinde ise ağırlık kaybı gözlenir. Elde edilme şartları aynı olan bir numunenin TG ve DTA sonuçları dikkate alınarak ağırlık azalmaları ve bozunma sıcaklıkları arasında bir bağıntı kurulabilir. TG ve MS (kütle spektroskopisi) eğrilerinin birleştirilmesi sonucu ortamdan uçan bozunma ürünlerinin nitelikleri belirlenebilir [65].

Termik analiz çalışmalarında, Rigaku marka TG 8110 termik analizörlü TAS 100 Model Termik Analiz cihazı kullanıldı. TG, DTG ve DTA eğrileri aşağıda belirtilen şartlarda eşzamanlı olarak kaydedildi.

Termik analiz eğrilerinin alındığı şartlar:

Referans: Sinterleşmiş  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,

Isıtma hızı: 10 °C/dak.

Kroze: Platin

Atmosfer: Azot atmosferi,

Gaz akış hızı: 100 ml/dak,

Numune miktarı: 3-10 mg,

Sıcaklık aralığı: 20-1000 °C

Komplekslerin bozunmasıyla uçucu ürünlerin uzaklaşması sonucu meydana gelen ağırlık azalması TG eğrilerinden hesaplandı. Ağırlık azalması ve kalan son bozunma ürünlerinden metal-ligand oranları bulundu.

#### **5.2.4. X-Ray Yapı Analizi**

X-ışını (veya nötron) difraksiyonu ile kristal yapı analizinin temel amacı, incelenen kristalin içeriğinin ayrıntılı bir resmini atomik seviyede elde etmektir. Bu resme dayanarak yapıdaki tüm atomların konumları bilindikten sonra, atomlar arası mesafe (bağ uzunlukları), bağ açıları, belirli atomların oluşturduğu düzlemler (düzlem denklemleri), düzlemler arası açılar, bağlar etrafındaki torsiyon açıları gibi ilgilenilen moleküler geometriye ait diğer özellikler de hesaplanabilir. Bir moleküle ait özelliklerin incelenebilmesi için moleküle ait tüm bilgilerin elde edilmesi gerekir. Molekülün “kimliği” tespit edildikten sonra, molekül, örneğin canlı dokular üzerindeki etkileri araştırılarak, ilaç hammaddesi olarak kullanılabilir veya ortaya koyduğu elektriksel, optik, termal v.b. özelliklerden faydalanılarak yeni teknolojik malzemelerin yapımında kullanılabilir [66].

Kristaller, düzenli tekrar eden iç yapıları nedeni ile, X-ışınları incelemesine çok uygundur. Kristaller üç boyutta periyodik aralıklarda aynı yönelimde dizilmiş olan atom gruplarından oluşuyorlar. Atomik boyutlar, kullanılan X-ışınlarının dalga boyları ile uyumlu olduğu için kristaller X-ışınları için doğal bir kırınım ağı gibi davranarak, üzerlerine gelen radyasyonu saçarlar. Saçılan bu radyasyon da belirli kristalografik yönlerde (Bragg açısında) birbirlerini kuvvetlendirerek maksimumlar ve bazı yönlerde de söndürerek minimumlar yani bir kırınım deseni oluşturur (Bir kristalin X-ışınları ile elde edilmiş kırınım deseni, kristalin ters örgü uzayındaki görüntüsünden başka bir şey değildir). Bu kırınım deseninden faydalanılarak, kristal yapı uzun ve karmaşık işlemlerin sonucunda çözülür. Günümüzde hızlı bilgisayarların gelişmesi sonucu, karmaşık kristal yapıları çözmek oldukça kolaylaşmıştır. Bununla beraber kristalografik bilgi ve tecrübesi kristal yapının çözülmesine ve yorumlanmasına temel teşkil eder [66].

## 6. BULGULAR

### 6.1. Elemental Analiz

İlk kez sentezlenen komplekslerin elemental analiz sonuçları çizelge 6.1’de verilmiştir.

Çizelge 6.1. Komplekslerin elemental analiz verileri.

KOMPLEKSLER	%C	%H	%N
	Denel-Teorik	Denel-Teorik	Denel-Teorik
I	46,98-54.29	4,729-3.91	7,663-9.04
II	46,86-54.31	4,715-3.91	7,650-9.05
III	53,69-53.73	3,381-3.86	5,621-8.95
IV	48,04-49.34	3,764-4.14	7,807-7.94
V	55,11-53.89	3,648-3.88	8,942-8.98

### 6.2. Infrared Spektrum

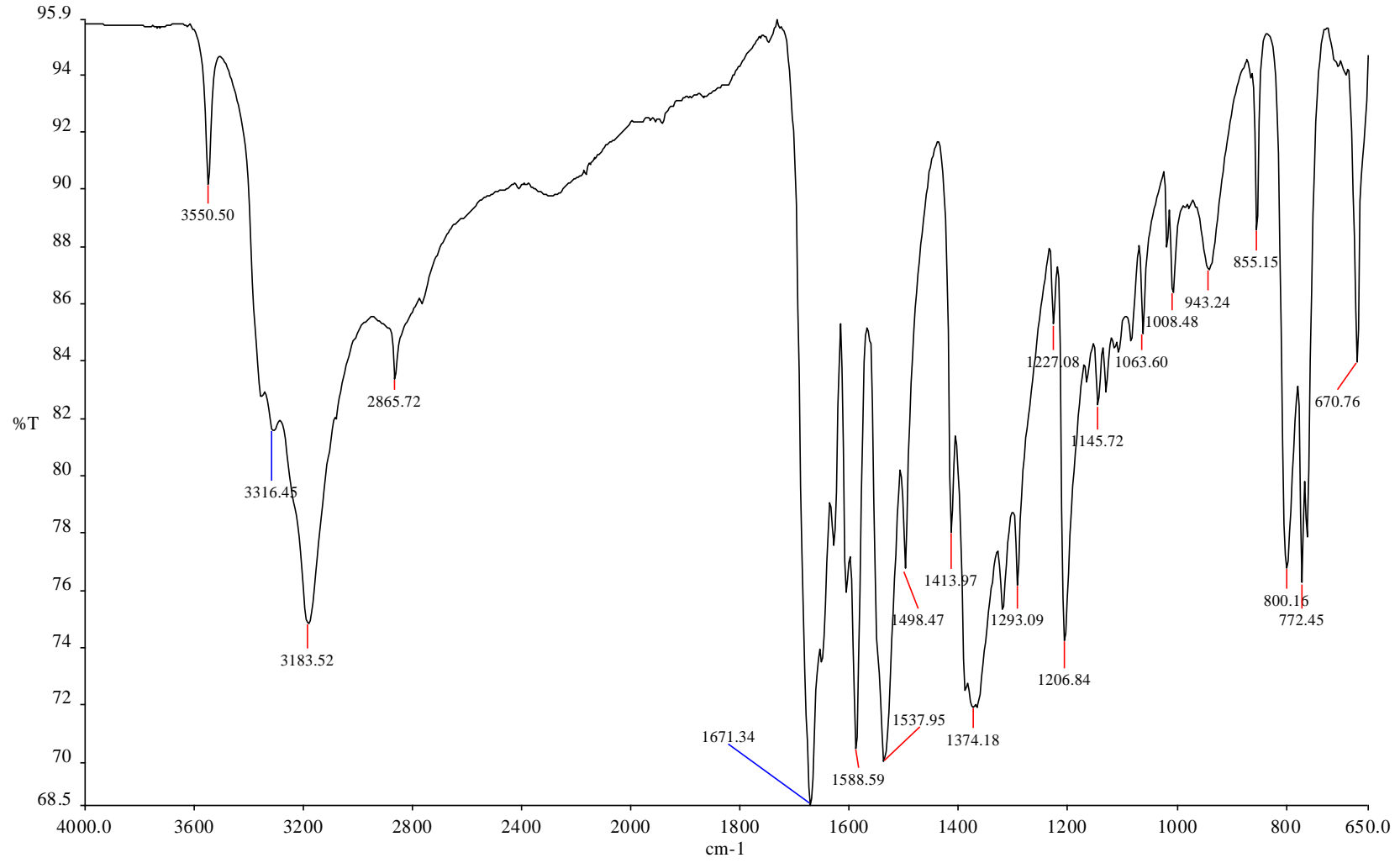
Sentezlenen komplekslerin infrared spektrumları Şekil 6.1-6.5’de verilirken, IR spektrum pikleride çizelge 6.2’de verilmiştir.

### 6.3. Termik Analiz

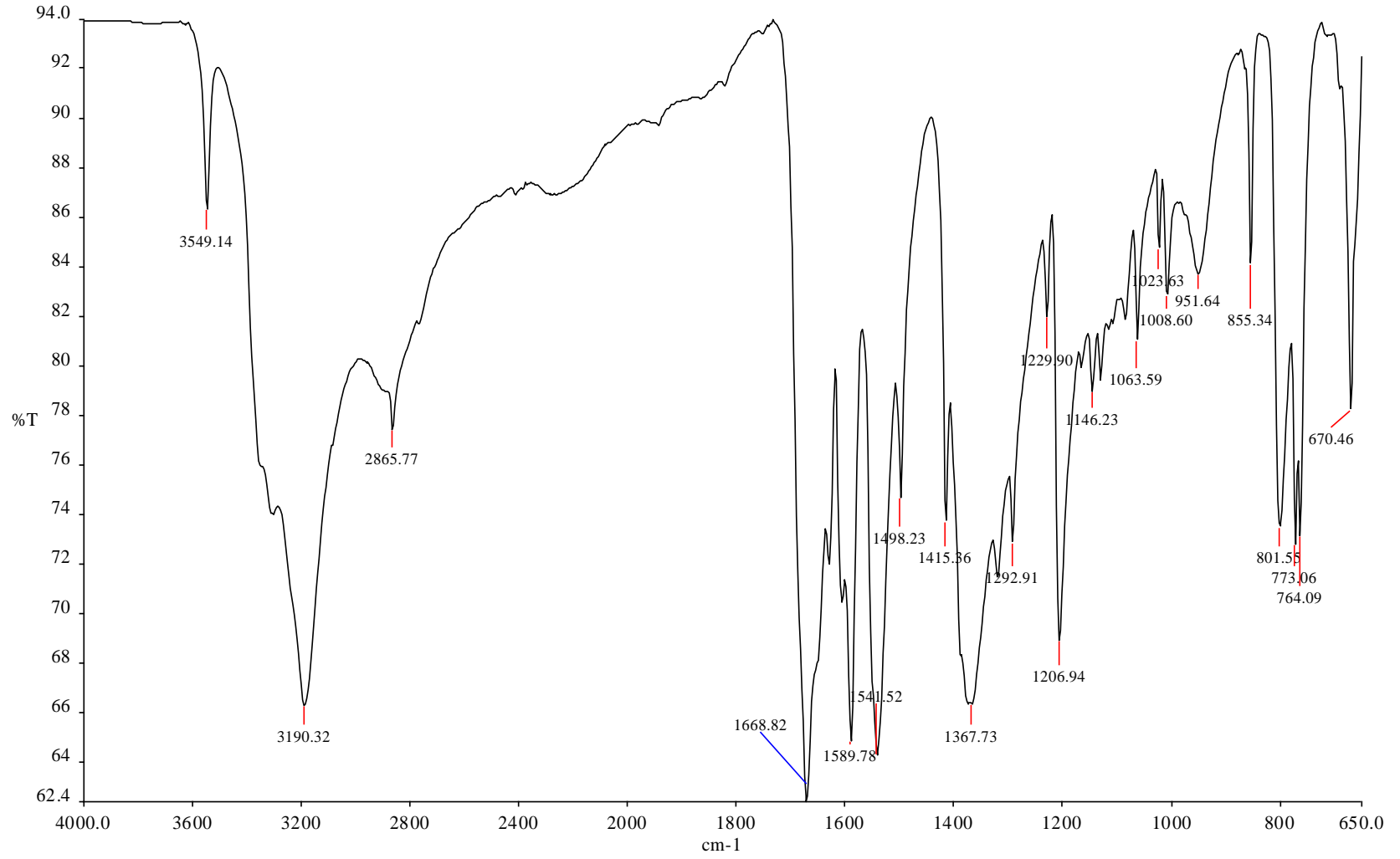
Komplekslerin termik analiz eğrileri Şekil 6.6-6.10’de verilirken, termik analiz verileri kısaca çizelge 6.3-6.7’de özetlenmiştir

### 6.4. X-Ray

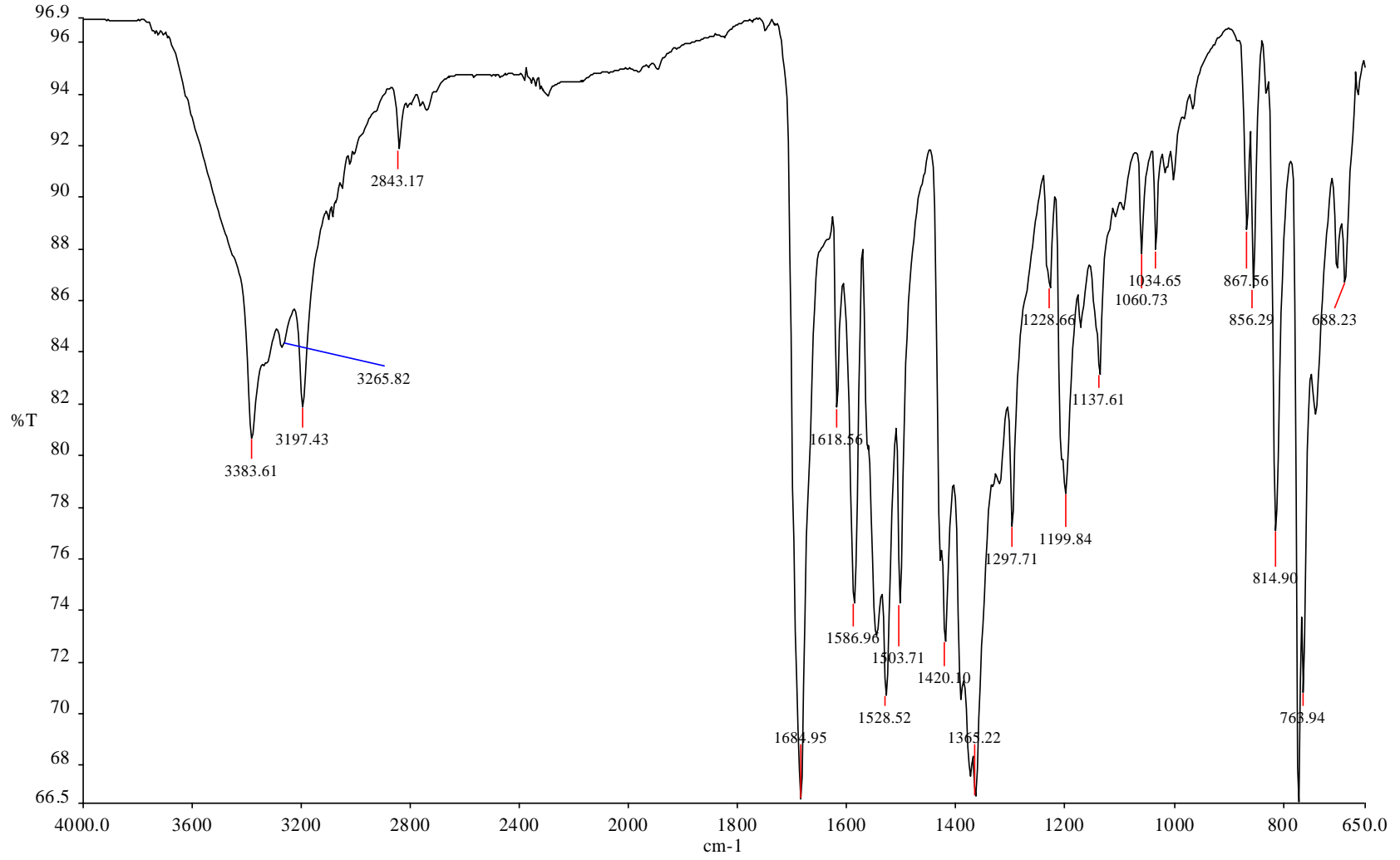
Sentezlenen komplekslerden iki tanesinin molekül yapısı X-ışını kırınımıyla aydınlatılmıştır ve makale olarak yayınlanmıştır. Komplekslerin parametreleri çizelge 6.8-6.13 de verilmiştir.



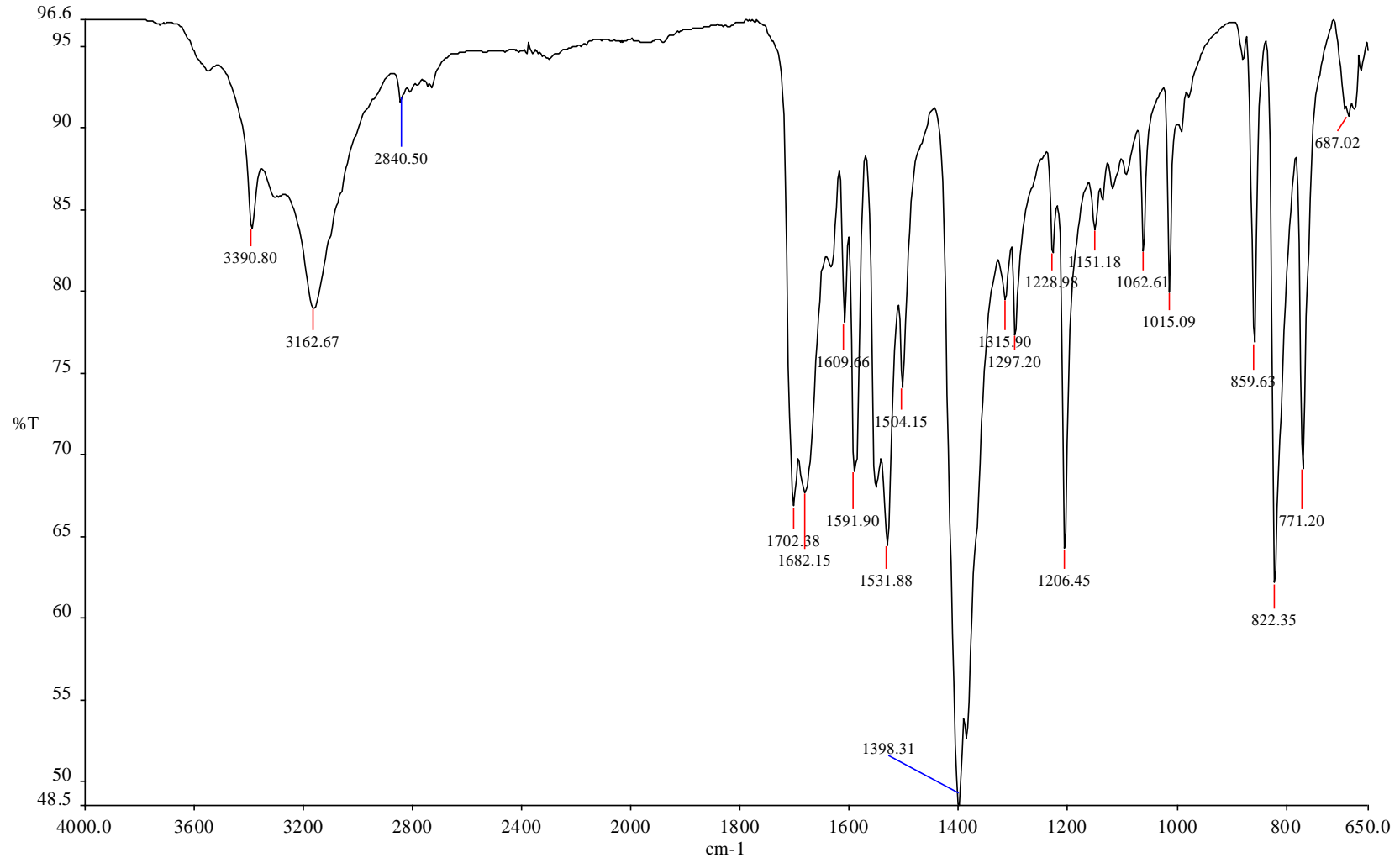
Şekil 6.1.  $[\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin IR spektrumu



Şekil 6.2.  $[\text{Ni}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin IR spektrumu

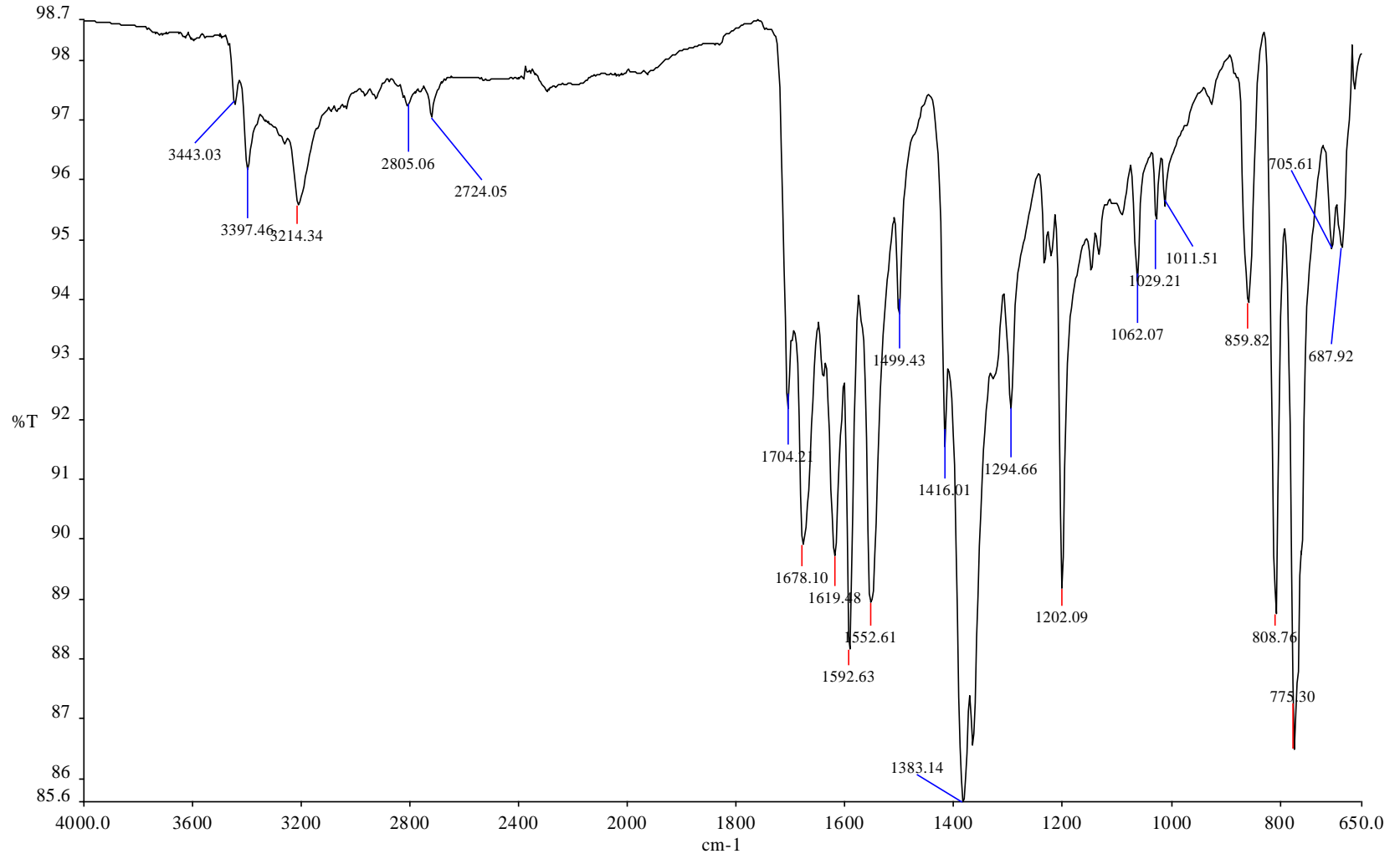


Şekil 6.3. [Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O)] kompleksinin IR spektrumu



Şekil 6.4.  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$  kompleksinin IR spektrumu





Şekil 6.5  $[\text{Cu}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin IR spektrumu

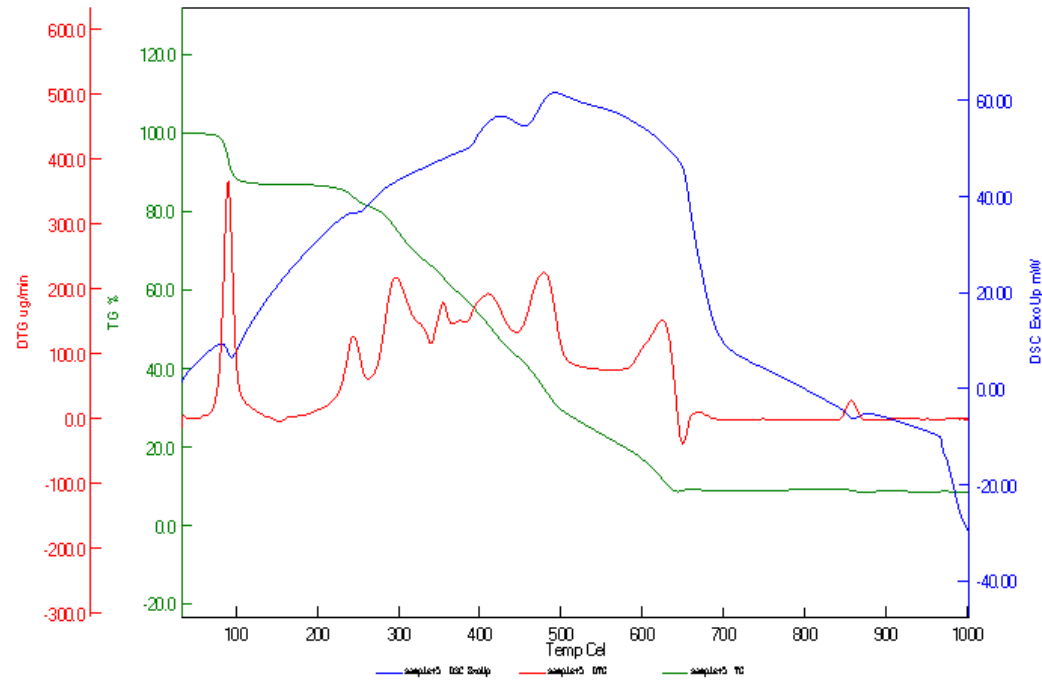
Çizelge 6.2 Komplekslerin IR spektrumları

<b>Gruplar</b>	<b>I</b>	<b>II</b>	<b>III</b>	<b>IV</b>	<b>V</b>
(C-H) <sub>Aromatik</sub>	3316,45	3190,32	3197,43	3162,67	3214,34
(C-H) <sub>Aldehit</sub>	2865,72	2865,77	2843,17	2840,50	2805,06
(C=O) <sub>Karbonil</sub>	1671,34	1668,82	1684,95	1682,15	1678,10
(COO <sup>-</sup> ) <sub>Asit</sub>	1374,18	1367,73	1365,22	1398,31	1383,14
(C=C)	1537,95	1541,52	1528,52	1531,88	1552,61
(p-Disubstitebenzen)	855,15	855,34	856,28	859,63	859,82
(Me-O)	670,76	670,46	788,23	687,02	687,92
(Me-N)	772,45	764,09	763,94	771,20	775,30

Module: TG/DTA  
Data Name: sample+5  
Measurement Date: 5/11/2011  
Sample Name: sample+2  
Sample Weight: 1.258 mg  
Reference Name:  
Reference Weight: 0.000 mg

Temperature Program:  
Cel Cel Cel/min min s  
1\* 20 1000 50 10 0.5

Comment:  
Operator: murat

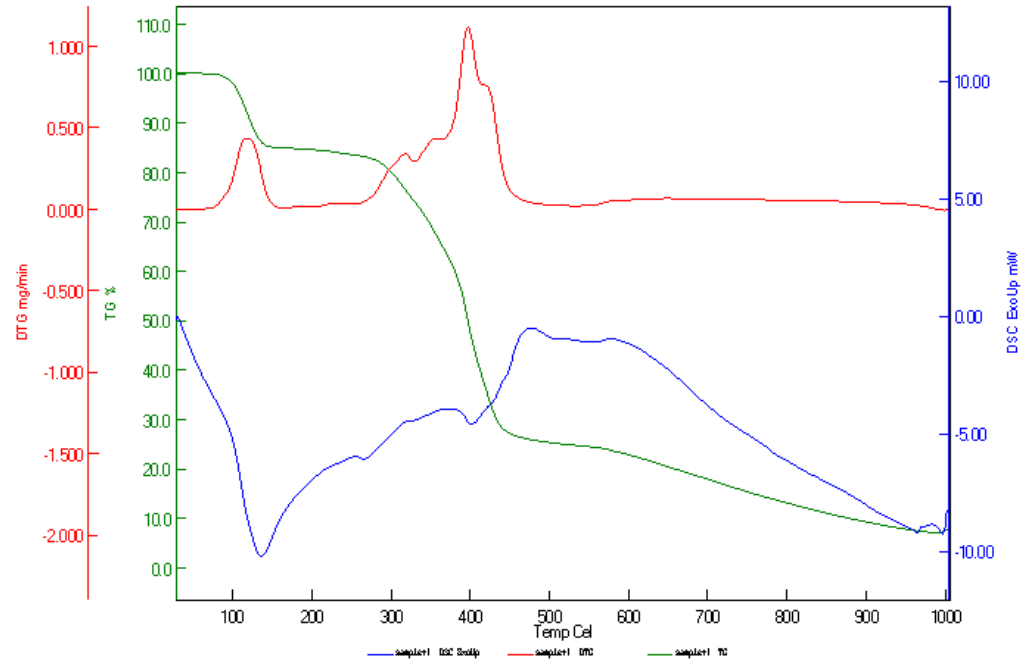


Şekil 6.6.  $[\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri

Module: TG/DTA  
Data Name: sample4  
Measurement Date: 5/11/2011  
Sample Name: sample2  
Sample Weight: 2.523 mg  
Reference Name:  
Reference Weight: 0.000 mg

Temperature Program:  
Cel Cel Cel/min min s  
1\* 20 1000 50 10 0.5

Comment:  
Operator: murat

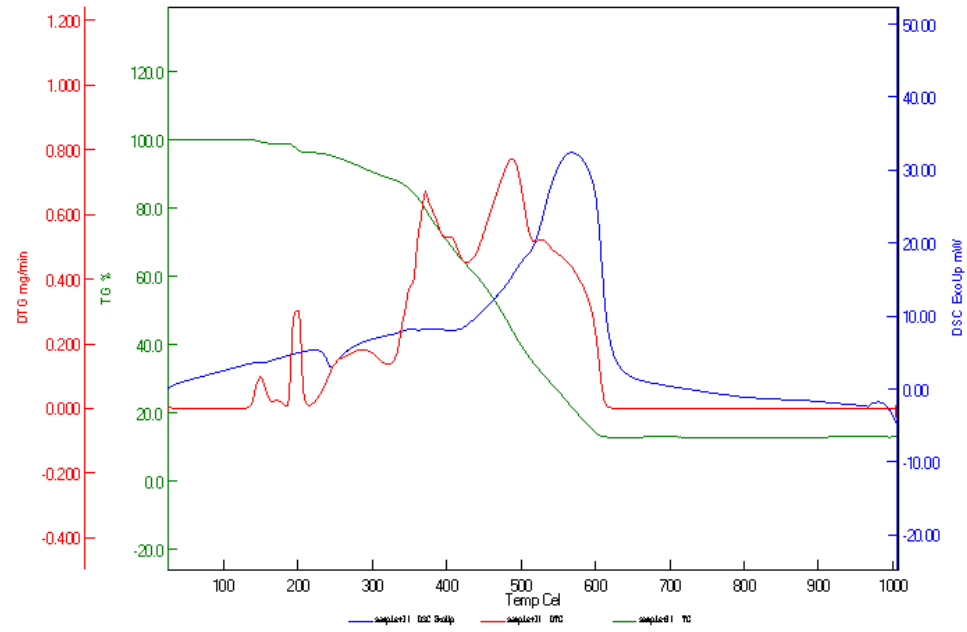


Şekil 6.7  $[\text{Ni}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri

Module: TG/DTA  
Data Name: sample+11  
Measurement Date: 5/11/2011  
Sample Name: sample+2  
Sample Weight: 3.158 mg  
Reference Name:  
Reference Weight: 0.000 mg

Temperature Program:  
Cel Cel Cel/min min s  
1\* 20 1000 50 10 0.5

Comment:  
Operator: murat

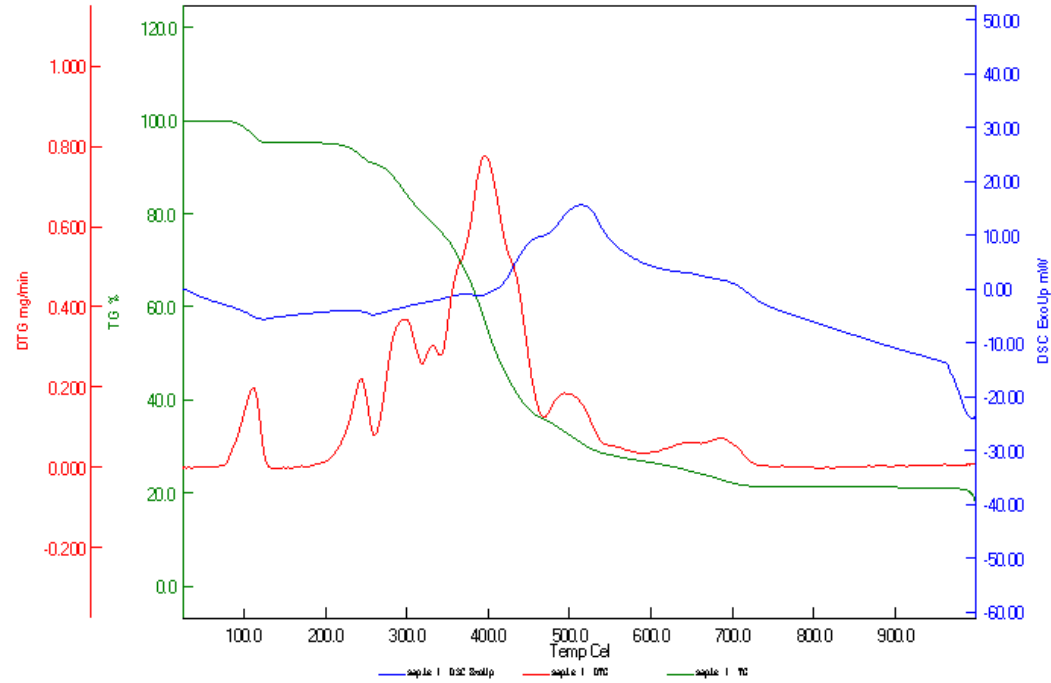


Şekil 6.8.  $[Zn(C_8H_5O_3)_2 (C_6H_6N_2O)]$  kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri

Module: TG/DTA  
 Data Name: sample 1  
 Measurement Date: 5/15/2011  
 Sample Name: sample 1  
 Sample Weight: 2.576 mg  
 Reference Name:  
 Reference Weight: 0.000 mg

Temperature Program:  
 1\* Cel Cel Cel/min min s  
 20 1000 50 10 0.5

Comment:  
 Operator: murat

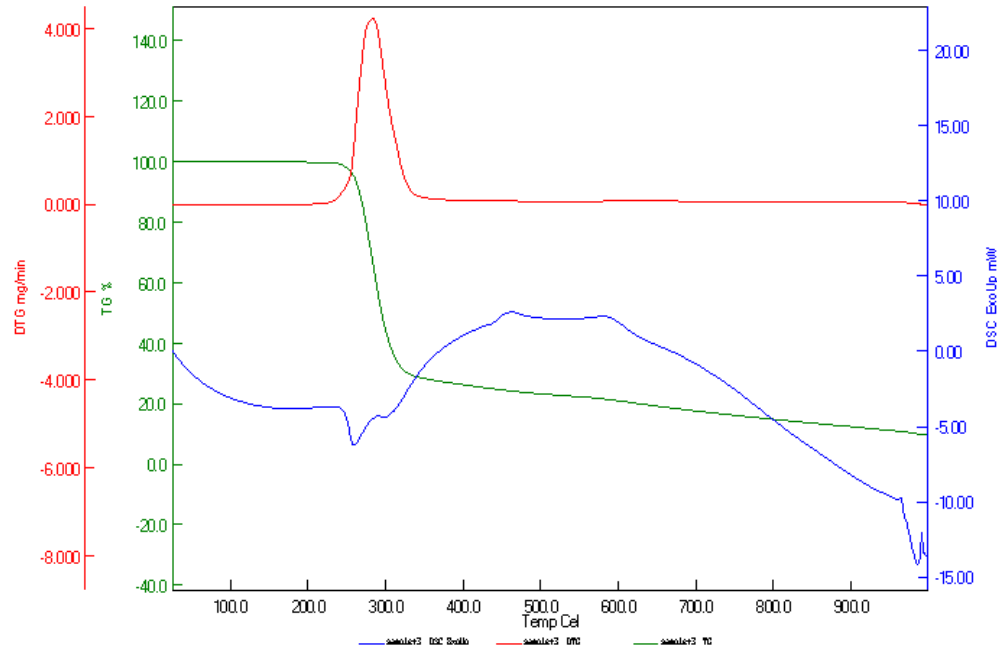


Şekil 6.9.  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$  kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri

Module: TG/DTA  
Data Name: sample3  
Measurement Date: 5/11/2011  
Sample Name: sample2  
Sample Weight: 4.475 mg  
Reference Name:  
Reference Weight: 0.000 mg

Temperature Program:  
Cel Cel Cel/min min s  
1\* 20 1000 50 10 0.5

Comment:  
Operator: murat



Şekil 6.10.  $[\text{Cu}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri

Çizelge 6.3.  $[\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin termik analiz verileri

Bileşik	Sıcaklık Aralığı °C	Max. Boz. Sıc. °C	Uzaklaşan Grup	Ağırlık Kaybı %	Top. Ağırlık Kaybı %	Katı Bozunma Ürünü
$[\text{Co}(\text{INA})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{FBA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	85-120	100	4H <sub>2</sub> O	10,97		$\text{Co}(\text{FBA})_2(\text{INA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
$\text{Co}(\text{FBA})_2(\text{INA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	240-640	490	Organik Ürünler	76.03	87	CoO

Çizelge 6.4  $[\text{Ni}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin termik analiz verileri

Bileşik	Sıcaklık Aralığı °C	Max. Boz. Sıc. °C	Uzaklaşan Grup	Ağırlık Kaybı %	Top. Ağırlık Kaybı %	Katı Bozunma Ürünü
$\text{Ni}(\text{INA})_2(\text{H}_2\text{O})_4(\text{FBA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	100-150	120	6H <sub>2</sub> O	13,6		$\text{Ni}(\text{FBA})_2(\text{INA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
$\text{Ni}(\text{FBA})_2(\text{INA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	290-950	400	Organik ürünler		83,7	NiO



Çizelge 6.5  $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})]$  kompleksinin termik analiz verileri

Bileşik	Sıcaklık Aralığı °C	Max. Boz. Sıc. °C	Uzaklaşan Grup	Ağırlık Kaybı %	Top. Ağırlık Kaybı %	Katı Bozunma Ürünü
$[\text{Zn}(\text{INA})(\text{FBA})_2]$	160-620	495	Organik Ürünler	86	86	Zn

Çizelge 6.6.  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$  kompleksinin termik analiz verileri

Bileşik	Sıcaklık Aralığı °C	Max. Boz. Sıc. °C	Uzaklaşan Grup	Ağırlık Kaybı %	Top. Ağırlık Kaybı %	Katı Bozunma Ürünü
$[\text{Cd}(\text{INA})_2(\text{FBA})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$	100-150	125	2H <sub>2</sub> O	5,1		$[\text{Cd}(\text{INA})_2(\text{FBA})_2]$
$[\text{Cd}(\text{INA})_2(\text{FBA})_2]$	230-720	400	Organik Ürünler		77,3	CdO

Çizelge 6.7.  $[\text{Cu}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin termik analiz verileri

Bileşik	Sıcaklık Aralığı °C	Max. Boz. Sıc. °C	Uzaklaşan Grup	Ağırlık Kaybı % Deneysel-Teorik	Top. Ağırlık Kaybı % Deneysel-Teorik	Katı Bozunma Ürünü
$[\text{Cu}(\text{INA})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{FBA})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	250-800	300	Organik Ürünler		89	CuO

Çizelge 6.8.  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2)(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$  kompleksinin kristalografik verileri

Kristal verileri	$\beta = 93.203 (1)^\circ$
$[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2)(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$	$V = 2907.55 (16) \text{ \AA}^3$
Mr = 690.93	Z = 4
Monoclinic, P2 <sub>1</sub> /c	Mo K $\alpha$ radyasyon
	$\mu = 0.82 \text{ mm}^{-1}$
$a = 9.3357 (3) \text{ \AA}$	T = 100 K
$b = 19.0501 (6) \text{ \AA}$	0.27 x 0.11 x 0.10 mm
$c = 16.3743 (5) \text{ \AA}$	

#### Veri Toplama

Bruker Kappa APEXII CCD	26549 ölçülen yansıma
difaktometresi	7151 bağımsız yansıma
Soğurma düzeltmesi: multi-scan	5904 yansıma I > 2 $\sigma$ (I)
(SADABS; Bruker, 2005)	R <sub>int</sub> = 0.043
T <sub>min</sub> = 0.896, T <sub>max</sub> = 0.920	

#### Arıtım

R[F <sup>2</sup> > 2 $\sigma$ (F <sup>2</sup> )] = 0.028
wR(F <sup>2</sup> ) = 0.075
S = 1.03
H atomları bağımsız ve sınırlanmış
arıtımın bir karışımına tabi tutulmuştur
$\Delta\rho_{\text{max}} = 1.16 \text{ e \AA}^{-3}$
$\Delta\rho_{\text{min}} = -0.63 \text{ e \AA}^{-3}$
7151 yansıma
431 parametere

Çizelge 6.9.  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})]\cdot\text{H}_2\text{O}$  kristaline ait atomik koordinatlar ve izotropik eşdeğer yer değiştirme parametreleri ( $\text{\AA}^2$ )

	X	Y	Z	Uiso*/Ueq	Occ. (<1)
Cd1	0.254193(11)	0.604747 (6)	-0.000741 (7)	0.01128 (5)	
N1	0.16048 (16)	0.59088 (8)	-0.13399 (10)	0.0149 (3)	
N2	0.1001 (2)	0.56817 (10)	-0.44328 (10)	0.0292 (4)	
H2A	0.0791	0.5559	-0.4930	0.035*	
H2B	0.1589	0.6022	-0.4330	0.035*	
N3	0.34349 (16)	0.58841 (8)	0.13406 (9)	0.0147 (3)	
N4	0.4990 (3)	0.46566 (12)	0.39673 (14)	0.0269 (6)	0.759 (3)
H4A	0.5191	0.4518	0.4460	0.032*	0.759 (3)
H4B	0.5033	0.4366	0.3567	0.032*	0.759 (3)
N4B	0.3548 (7)	0.5230 (4)	0.4293 (4)	0.0264 (19)	0.241 (3)
H4B1	0.3709	0.5103	0.4794	0.032*	0.241 (3)
H4B2	0.2682	0.5300	0.4103	0.032*	0.241 (3)
O1	-0.00985 (14)	0.59254 (7)	0.04111 (9)	0.0179 (3)	
O2	0.10880 (13)	0.69266 (7)	0.04495 (8)	0.0184 (3)	
O3	0.39326 (13)	0.69982 (7)	-0.03952 (8)	0.0182 (3)	
O4	0.51129 (14)	0.59950 (7)	-0.03809 (9)	0.0171 (3)	
O5	-0.48043 (16)	0.85486 (9)	0.22050 (10)	0.0368 (4)	
O6	1.08430 (17)	0.78213 (9)	-0.20603 (11)	0.0406 (4)	
O7	-0.04317 (19)	0.48524 (9)	-0.39285 (9)	0.0374 (4)	
O8	0.4524 (2)	0.57695 (10)	0.43632 (11)	0.0255 (5)	0.759 (3)
O8B	0.5920 (5)	0.5229 (3)	0.4041 (3)	0.0222 (15)	0.241 (3)
O9	0.25468 (13)	0.48260 (8)	-0.00288 (8)	0.0204 (3)	
H91	0.327 (2)	0.4540 (11)	0.0103 (16)	0.037 (7)*	
H92	0.179 (2)	0.4560 (12)	-0.0130 (17)	0.042 (8)*	
O10	0.28361 (18)	0.80970 (9)	0.06005 (11)	0.0374 (4)	
H101	0.336 (3)	0.8070 (17)	0.0170 (15)	0.075 (11)*	
H102	0.226 (3)	0.7741 (15)	0.058 (2)	0.100 (14)*	
C1	-0.00109 (18)	0.65688 (10)	0.05789 (11)	0.0152 (4)	
C2	-0.12241 (18)	0.69296 (10)	0.09768 (11)	0.0167 (4)	
C3	-0.22577 (19)	0.65346 (11)	0.13505 (12)	0.0215 (4)	
H3	-0.2209	0.6047	0.1349	0.026*	

C4	-0.3363 (2)	0.68729 (12)	0.17261 (13)	0.0262 (5)
H4	-0.4053	0.6611	0.1979	0.031*
C5	-0.3441 (2)	0.75969 (12)	0.17262 (13)	0.0255 (5)
C6	-0.2407 (2)	0.79938 (12)	0.13549 (13)	0.0258 (5)
H6	-0.2464	0.8481	0.1354	0.031*
C7	-0.1293 (2)	0.76589 (11)	0.09865 (13)	0.0222 (4)
H7	-0.0591	0.7922	0.0746	0.027*
C8	-0.4633 (2)	0.79273 (13)	0.21423 (15)	0.0323 (5)
H8	-0.539 (3)	0.7581 (15)	0.2423 (17)	0.053 (8)*
C9	0.50454 (18)	0.66490 (10)	-0.05055 (11)	0.0142 (3)
C10	0.63231 (18)	0.70288 (10)	-0.08114 (11)	0.0158 (4)
C11	0.6381 (2)	0.77562 (10)	-0.07766 (13)	0.0216 (4)
H11	0.5634	0.8007	-0.0563	0.026*
C12	0.7556 (2)	0.81089 (11)	-0.10619 (13)	0.0257 (4)
H12	0.7610	0.8595	-0.1025	0.031*
C13	0.8650 (2)	0.77348 (11)	-0.14008 (13)	0.0228 (4)
C14	0.85761 (19)	0.70082 (11)	-0.14571 (13)	0.0215 (4)
H14	0.9300	0.6759	-0.1697	0.026*
C15	0.74230 (19)	0.66558 (10)	-0.11555 (12)	0.0186 (4)
H15	0.7382	0.6169	-0.1182	0.022*
C16	0.9887 (2)	0.81047 (13)	-0.17276 (16)	0.0330 (5)
H16	0.999 (3)	0.8554 (15)	-0.1612 (17)	0.049 (8)*
C17	0.05844 (19)	0.54301 (10)	-0.15291 (12)	0.0179 (4)
H17	0.0135	0.5210	-0.1106	0.021*
C18	0.0173 (2)	0.52511 (10)	-0.23229 (12)	0.0200 (4)
H18	-0.0532	0.4914	-0.2431	0.024*
C19	0.0830 (2)	0.55820 (10)	-0.29624 (11)	0.0180 (4)
C20	0.1849 (2)	0.60930 (10)	-0.27711 (12)	0.0190 (4)
H20	0.2289	0.6334	-0.3183	0.023*
C21	0.22006 (19)	0.62389 (10)	-0.19570 (11)	0.0168 (4)
H21	0.2885	0.6583	-0.1833	0.020*
C22	0.0421 (2)	0.53467 (11)	-0.38244 (12)	0.0250 (4)
C23	0.44196 (19)	0.53843 (10)	0.15065 (11)	0.0168 (4)
H23	0.4839	0.5165	0.1072	0.020*
C24	0.4839 (2)	0.51813 (10)	0.22937 (12)	0.0188 (4)
H24	0.5516	0.4828	0.2385 *	0.023
C25	0.42334 (19)	0.55129 (10)	0.29467 (11)	0.0162 (4)
C26	0.3257 (2)	0.60491 (10)	0.27811 (12)	0.0179 (4)

H26	0.2861	0.6293	0.3205	0.021*
C27	0.28801 (19)	0.62164 (10)	0.19738 (11)	0.0165 (4)
H27	0.2216	0.6573	0.1866	0.020*
C28	0.4613 (2)	0.53171 (10)	0.38237 (11)	0.0196 (4)

Çizelge 6.10.  $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2)(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$  kompleksinin geometrik parametreler ( $\text{Å}$ ,  $^\circ$ )

Cd1—O1	2.6055 (13)	C5—C6	1.392 (3)
Cd1—O2	2.3066 (13)	C5—C8	1.478 (3)
Cd1—O3	2.3368 (13)	C6—C7	1.387 (3)
Cd1—O4	2.5117 (13)	C6—H6	0.9300
Cd1—O9	2.3271 (15)	C7—H7	0.9300
Cd1—N1	2.3200 (16)	C8—H8	1.08 (3)
Cd1—N3	2.3362 (16)	C9—C10	1.505 (2)
N1—C17	1.342 (2)	C10—C11	1.388 (3)
N1—C21	1.337 (2)	C10—C15	1.393 (2)
N2—C22	1.324 (3)	C11—C12	1.390 (3)
N2—H2A	0.8600	C11—H11	0.9300
N2—H2B	0.8600	C12—C13	1.386 (3)
N3—C23	1.341 (2)	C12—H12	0.9300
N3—C27	1.343 (2)	C13—C14	1.389 (3)
N4—H4A	0.8600	C13—C16	1.479 (3)
N4—H4B	0.8600	C14—C15	1.383 (2)
N4B—C28	1.301 (7)	C14—H14	0.9300
N4B—H4B1	0.8600	C15—H15	0.9300
N4B—H4B2	0.8600	C16—H16	0.88 (3)
O1—C1	1.258 (2)	C17—C18	1.378 (3)
O2—C1	1.259 (2)	C17—H17	0.9300
O3—C9	1.255 (2)	C18—C19	1.393 (3)
O4—C9	1.263 (2)	C18—H18	0.9300
O5—C8	1.200 (3)	C19—C20	1.385 (3)
O6—C16	1.199 (3)	C19—C22	1.509 (3)
O7—C22	1.239 (3)	C20—C21	1.383 (3)
O8B—C28	1.263 (5)	C20—H20	0.9300
O9—H91	0.884 (15)	C21—H21	0.9300
O9—H92	0.875 (16)	C23—C24	1.381 (3)

O10—H101	0.880 (16)	C23—H23	0.9300
O10—H102	0.864 (18)	C24—C25	1.389 (3)
C1—C2	1.504 (2)	C24—H24	0.9300
C2—C7	1.391 (3)	C25—C26	1.386 (3)
C2—C3	1.392 (3)	C25—C28	1.507 (3)
C3—C4	1.389 (3)	C26—C27	1.386 (3)
C3—H3	0.9300	C26—H26	0.9300
C4—C5	1.381 (3)	C27—H27	0.9300
C4—H4	0.9300		
O2—Cd1—N1	100.95 (5)	O5—C8—C5	124.6 (2)
O2—Cd1—O9	137.10 (4)	O5—C8—H8	118.1 (15)
N1—Cd1—O9	82.70 (5)	C5—C8—H8	117.3 (15)
O2—Cd1—N3	88.61 (5)	O3—C9—O4	122.24 (16)
N1—Cd1—N3	165.76 (6)	O3—C9—C10	118.10 (16)
O9—Cd1—N3	83.11 (5)	O4—C9—C10	119.65 (15)
O2—Cd1—O3	82.61 (5)	C11—C10—C15	119.88 (17)
N1—Cd1—O3	91.08 (5)	C11—C10—C9	119.74 (16)
O9—Cd1—O3	140.29 (4)	C15—C10—C9	120.34 (16)
N3—Cd1—O3	100.70 (5)	C10—C11—C12	119.89 (18)
O2—Cd1—O4	134.07 (4)	C10—C11—H11	120.1
N1—Cd1—O4	94.69 (5)	C12—C11—H11	120.1
O9—Cd1—O4	87.35 (4)	C13—C12—C11	119.94 (19)
N3—Cd1—O4	85.95 (5)	C13—C12—H12	120.0
O3—Cd1—O4	53.96 (4)	C11—C12—H12	120.0
O2—Cd1—O1	52.91 (4)	C12—C13—C14	120.29 (18)
N1—Cd1—O1	85.68 (5)	C12—C13—C16	120.5 (2)
O9—Cd1—O1	85.26 (4)	C14—C13—C16	119.19 (19)
N3—Cd1—O1	91.86 (5)	C15—C14—C13	119.78 (18)
O3—Cd1—O1	133.54 (4)	C15—C14—H14	120.1
O4—Cd1—O1	172.50 (4)	C13—C14—H14	120.1
C21—N1—C17	117.70 (16)	C14—C15—C10	120.18 (18)
C21—N1—Cd1	120.40 (12)	C14—C15—H15	119.9
C17—N1—Cd1	121.32 (12)	C10—C15—H15	119.9
C22—N2—H2A	120.0	O6—C16—C13	124.5 (2)
C22—N2—H2B	120.0	O6—C16—H16	117.5 (18)
H2A—N2—H2B	120.0	C13—C16—H16	117.5 (18)
C23—N3—C27	117.90 (16)	N1—C17—C18	122.86 (17)
C23—N3—Cd1	119.37 (12)	N1—C17—H17	118.6

C27—N3—Cd1	122.27 (12)	C18—C17—H17	118.6
H4A—N4—H4B	120.0	C17—C18—C19	119.09 (17)
C28—N4B—H4B1	120.0	C17—C18—H18	120.5
C28—N4B—H4B2	120.0	C19—C18—H18	120.5
H4B1—N4B—H4B2	120.0	C20—C19—C18	118.26 (17)
C1—O1—Cd1	85.39 (10)	C20—C19—C22	123.69 (17)
C1—O2—Cd1	99.28 (11)	C18—C19—C22	118.01 (17)
C9—O3—Cd1	96.04 (11)	C21—C20—C19	118.83 (17)
C9—O4—Cd1	87.73 (10)	C21—C20—H20	120.6
Cd1—O9—H91	128.0 (16)	C19—C20—H20	120.6
Cd1—O9—H92	125.4 (16)	N1—C21—C20	123.19 (17)
H91—O9—H92	106 (2)	N1—C21—H21	118.4
H101—O10—H102	106 (3)	C20—C21—H21	118.4
O1—C1—O2	122.29 (16)	O7—C22—N2	123.34 (19)
O1—C1—C2	119.91 (16)	O7—C22—C19	118.77 (18)
O2—C1—C2	117.76 (16)	N2—C22—C19	117.89 (18)
C7—C2—C3	120.09 (17)	N3—C23—C24	122.90 (17)
C7—C2—C1	119.85 (17)	N3—C23—H23	118.5
C3—C2—C1	120.04 (17)	C24—C23—H23	118.5
C4—C3—C2	119.61 (19)	C23—C24—C25	119.00 (17)
C4—C3—H3	120.2	C23—C24—H24	120.5
C2—C3—H3	120.2	C25—C24—H24	120.5
C5—C4—C3	120.26 (19)	C26—C25—C24	118.43 (17)
C7—C6—C5	119.7 (2)	N3—C27—C26	122.65 (17)
C7—C6—H6	120.2	N3—C27—H27	118.7
C5—C6—H6	120.2	C26—C27—H27	118.7
C6—C7—C2	120.04 (19)	O8B—C28—N4B	125.1 (4)
C6—C7—H7	120.0	O8B—C28—C25	118.3 (3)
C2—C7—H7	120.0	N4B—C28—C25	116.6 (3)
O2—Cd1—N1—C21	95.74 (14)	C3—C4—C5—C6	-0.5 (3)
O9—Cd1—N1—C21	-127.58 (14)	C3—C4—C5—C8	-179.42 (19)
N3—Cd1—N1—C21	-132.88 (19)	C4—C5—C6—C7	-0.2 (3)
O3—Cd1—N1—C21	13.06 (14)	C8—C5—C6—C7	178.7 (2)
O4—Cd1—N1—C21	-40.86 (14)	C5—C6—C7—C2	1.1 (3)
O1—Cd1—N1—C21	146.65 (14)	C3—C2—C7—C6	-1.3 (3)
O2—Cd1—N1—C17	-93.18 (14)	C1—C2—C7—C6	-179.81 (18)
O9—Cd1—N1—C17	43.49 (14)	C4—C5—C8—O5	178.0 (2)
N3—Cd1—N1—C17	38.2 (3)	C6—C5—C8—O5	-0.9 (4)

O3—Cd1—N1—C17	-175.86 (14)	Cd1—O3—C9—O4	-1.43 (19)
O4—Cd1—N1—C17	130.21 (14)	Cd1—O3—C9—C10	177.44 (14)
O1—Cd1—N1—C17	-42.27 (14)	Cd1—O4—C9—O3	1.33 (18)
O2—Cd1—N3—C23	179.10 (14)	Cd1—O4—C9—C10	-177.53 (15)
N1—Cd1—N3—C23	46.6 (2)	O3—C9—C10—C11	15.4 (3)
O9—Cd1—N3—C23	41.28 (13)	O4—C9—C10—C11	-165.66 (18)
O3—Cd1—N3—C23	-98.69 (13)	O3—C9—C10—C15	-162.27 (18)
O4—Cd1—N3—C23	-46.53 (13)	O4—C9—C10—C15	16.6 (3)
O1—Cd1—N3—C23	126.28 (13)	C15—C10—C11—C12	-2.0 (3)
O2—Cd1—N3—C27	7.06 (14)	C9—C10—C11—C12	-179.72 (18)
N1—Cd1—N3—C27	-125.5 (2)	C10—C11—C12—C13	1.8 (3)
O9—Cd1—N3—C27	-130.76 (14)	C11—C12—C13—C14	0.0 (3)
O3—Cd1—N3—C27	89.27 (14)	C11—C12—C13—C16	178.3 (2)
O4—Cd1—N3—C27	141.42 (14)	C12—C13—C14—C15	-1.6 (3)
O1—Cd1—N3—C27	-45.76 (14)	C16—C13—C14—C15	-179.9 (2)
O2—Cd1—O1—C1	-1.99 (10)	C13—C14—C15—C10	1.3 (3)
N1—Cd1—O1—C1	-109.20 (11)	C11—C10—C15—C14	0.5 (3)
O9—Cd1—O1—C1	167.79 (11)	C9—C10—C15—C14	178.16 (18)
N3—Cd1—O1—C1	84.86 (11)	C12—C13—C16—O6	-176.7 (2)
O3—Cd1—O1—C1	-21.82 (13)	C14—C13—C16—O6	16 (4)
N1—Cd1—O2—C1	77.97 (12)	C21—N1—C17—C18	2.4 (3)
O9—Cd1—O2—C1	-13.06 (14)	Cd1—N1—C17—C18	-168.89 (15)
N3—Cd1—O2—C1	-91.39 (11)	N1—C17—C18—C19	-0.5 (3)
O3—Cd1—O2—C1	167.64 (12)	C17—C18—C19—C20	-1.6 (3)
O1—Cd1—O2—C1	2.00 (10)	C18—C19—C20—C21	1.8 (3)
O2—Cd1—O3—C9	164.84 (12)	C22—C19—C20—C21	-176.23 (19)
N3—Cd1—O3—C9	77.67 (11)	C19—C20—C21—N1	0.1 (3)
O4—Cd1—O3—C9	0.75 (10)	C20—C19—C22—O7	175.1 (2)
O1—Cd1—O3—C9	-179.32 (10)	C18—C19—C22—O7	-2.9 (3)
O2—Cd1—O4—C9	-22.99 (13)	C20—C19—C22—N2	-4.7 (3)
N1—Cd1—O4—C9	87.17 (11)	C18—C19—C22—N2	177.2 (2)
O9—Cd1—O4—C9	169.62 (11)	C27—N3—C23—C24	2.6 (3)
N3—Cd1—O4—C9	-107.10 (11)	Cd1—N3—C23—C24	-169.79 (14)
O3—Cd1—O4—C9	-0.74 (10)	N3—C23—C24—C25	-0.9 (3)
Cd1—O1—C1—O2	3.43 (17)	C23—C24—C25—C26	-1.7 (3)
Cd1—O1—C1—C2	-174.23 (16)	C23—C24—C25—C28	179.10 (17)
Cd1—O2—C1—O1	-3.9 (2)	C24—C25—C26—C27	2.4 (3)
Cd1—O2—C1—C2	173.79 (13)	C28—C25—C26—C27	-178.32 (17)

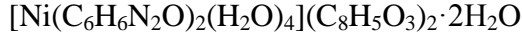


O1—C1—C2—C7	-164.72 (18)	C23—N3—C27—C26	-1.8 (3)
O2—C1—C2—C7	17.5 (3)	Cd1—N3—C27—C26	170.37 (14)
O1—C1—C2—C3	16.7 (3)	C25—C26—C27—N3	-0.7 (3)
O2—C1—C2—C3	-161.05 (18)	C26—C25—C28—O8B	-134.3 (4)
C7—C2—C3—C4	0.6 (3)	C24—C25—C28—O8B	44.9 (4)
C1—C2—C3—C4	179.12 (18)	C26—C25—C28—N4B	47.9 (5)
C2—C3—C4—C5	0.3 (3)	C24—C25—C28—N4B	-132.9 (4)

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

Çizelge 6.11.  $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2)(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$  kompleksinin kristalografik verileri

Kristal verileri



Mr = 709.28

Triklinik, P1

$$a = 6.4338 (1) \text{ \AA}$$

$$b = 6.9059 (2) \text{ \AA}$$

$$c = 18.1649 (3) \text{ \AA}$$

$$\alpha = 81.658 (2)^\circ$$

$$\beta = 85.160 (3)^\circ$$

$$\gamma = 71.816 (1)^\circ$$

$$Z = 1$$

$$F_{000} = 370$$

$$D_x = 1.554 \text{ Mg m}^{-3}$$

Mo K $\alpha$  radiation,  $I = 0.71073 \text{ A}$

Birim hücre parametreleri 5282 yansımadan bulunmuştur.

$$\theta = 4.1\text{-}28.3^\circ$$

$$\mu = 0.72 \text{ mm}^{-1}$$

$$T = 100 \text{ K}$$

Prizma, mavi

0.35 x 0.15 x 0.1 mm Birim hücre parametreleri 4172 yansımadan bulunmuştur

Veri Toplama

Bruker Kappa APEXII CCD diffractometresi

Soğurma düzeltilmesi: multi-scan (SADABS; Bruker, 2005)

$$T_{\min} = 0.876, T_{\max} = 0.928$$

14080 ölçülen yansıma

3837 bağımsız yansıma

3259 yansıma  $I > 2\sigma(I)$

$$R_{\text{int}} = 0.067$$

$$\theta_{\max} = 28.5^\circ$$

$$\theta_{\max} = 2.3^\circ$$

$$h = -8 \rightarrow 8$$

$$k = -9 \rightarrow 9$$

$$l = -24 \rightarrow 2$$

Aritım

$$F^2$$

$$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.033$$

$$wR(F^2) = 0.080$$

$$S = 1.01$$

3837 yansıma

250 parametre

Çizelge 6.12.  $[\text{Ni}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kristaline ait atomik koordinatlar ve izotropik eşdeğer yer değiştirme parametreleri ( $\text{\AA}^2$ )

	X	y	z	Uiso*/Ueq
Ni1	0.0000	0.0000	0.0000	0.00952 (9)
O1	-0.32770 (17)	0.69399 (18)	-0.08791 (6)	0.0156 (2)
O2	0.02696 (17)	0.55211 (17)	-0.11784 (6)	0.0147 (2)
O3	-0.5543 (2)	0.7444 (2)	-0.46465 (6)	0.0248 (3)
O4	0.62907 (18)	-0.23630 (19)	0.31701 (6)	0.0187 (3)
O5	0.18852 (18)	0.19178 (18)	-0.02699 (6)	0.0121 (2)
H51	0.228 (4)	0.229 (4)	0.0063 (13)	0.050 (8)*
H52	0.124 (3)	0.303 (3)	-0.0585 (10)	0.027 (5)*
O6	0.23596 (19)	-0.24606 (18)	-0.04216 (6)	0.0143 (2)
H61	0.370 (4)	-0.265 (4)	-0.0591 (12)	0.048 (7)*
H62	0.181 (4)	-0.320 (4)	-0.0624 (12)	0.040 (7)*
O7	0.8514 (2)	-0.1254 (2)	0.41718 (7)	0.0214 (3)
H71	0.771 (4)	-0.021 (4)	0.4322 (13)	0.055 (9)*
H72	0.775 (3)	-0.155 (3)	0.3879 (12)	0.037 (6)*
N1	0.1326 (2)	-0.0939 (2)	0.10564 (7)	0.0112 (3)
N2	0.3028 (2)	-0.1740 (2)	0.37981 (7)	0.0153 (3)
H21	0.166 (3)	-0.153 (3)	0.3816 (10)	0.024 (5)*
H22	0.369 (3)	-0.199 (3)	0.4221 (10)	0.021 (5)*
C1	-0.1722 (2)	0.6250 (2)	-0.13329 (8)	0.0129 (3)
C2	-0.2270 (2)	0.6334 (2)	-0.21321 (8)	0.0120 (3)
C3	-0.4455 (2)	0.6912 (2)	-0.23337 (8)	0.0130 (3)
H3	-0.5580	0.7218	-0.1972	0.016*
C4	-0.4939 (3)	0.7027 (3)	-0.30658 (8)	0.0149 (3)
H4	-0.6391	0.7411	-0.3198	0.018*
C5	-0.3256 (3)	0.6570 (3)	-0.36097 (8)	0.0142 (3)
C6	-0.1081 (3)	0.5964 (3)	-0.34101 (8)	0.0159 (3)
H6	0.0043	0.5631	-0.3771	0.019*
C7	-0.0597 (3)	0.5859 (3)	-0.26751 (8)	0.0144 (3)
H7	0.0855	0.5468	-0.2543	0.017*
C8	0.0066 (2)	-0.0685 (2)	0.16870 (8)	0.0119 (3)
H8	-0.1447	-0.0268	0.1651	0.014*
C9	0.0914 (2)	-0.1014 (2)	0.23847 (8)	0.0126 (3)
H9	-0.0017	-0.0812	0.2806	0.015*
C10	0.3172 (2)	-0.1649 (2)	0.24511 (8)	0.0109 (3)
C11	0.4476 (2)	-0.1990 (3)	0.18050 (8)	0.0133 (3)
H11	0.5993	-0.2465	0.1828	0.016*
C12	0.3506 (2)	-0.1620 (3)	0.11290 (8)	0.0139 (3)
H12	0.4406	-0.1854	0.0702	0.017*
C13	0.4277 (3)	-0.1948 (2)	0.31741 (8)	0.0130 (3)
C14	-0.3734 (3)	0.6682 (3)	-0.43942 (9)	0.0197 (4)
H14	-0.245 (3)	0.614 (3)	-0.4731 (10)	0.021 (5)*

Çizelge 6.13.  $[\text{Ni}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kompleksinin geometrik

parametreler ( $\text{Å}$ ,  $^\circ$ )

Ni1—O5	2.0444 (11)	C2—C7	1.391 (2)
Ni1—O5 <sup>i</sup>	2.0444 (11)	C3—C2	1.401 (2)
Ni1—O6	2.0857 (11)	C3—C4	1.377 (2)
Ni1—O6 <sup>i</sup>	2.0857 (11)	C3—H3	0.9300
Ni1—N1	2.0978 (12)	C4—H4	0.9300
Ni1—N1 <sup>i</sup>	2.0978 (12)	C5—C4	1.395 (2)
O1—C1	1.2587 (18)	C5—C6	1.393 (2)
O2—C1	1.2616 (18)	C5—C14	1.469 (2)
O3—C14	1.216 (2)	C6—C7	1.383 (2)
O4—C13	1.2359 (18)	C6—H6	0.9300
O5—H51	0.78 (2)	C7—H7	0.9300
O5—H52	0.90 (2)	C8—H8	0.9300
O6—H61	0.86 (2)	C9—C8	1.382 (2)
O6—H62	0.84 (2)	C9—C10	1.391 (2)
O7—H71	0.82 (3)	C9—H9	0.9300
O7—H72	0.84 (2)	C10—C11	1.388 (2)
N1—C8	1.3465 (18)	C10—C13	1.503 (2)
N1—C12	1.3444 (19)	C11—C12	1.379 (2)
N2—C13	1.3316 (19)	C11—H11	0.9300
N2—H21	0.84 (2)	C12—H12	0.9300
N2—H22	0.879 (19)	C14—H14	0.991 (18)
C2—C1	1.511 (2)	C4—C3—C2	120.18 (14)
O5 <sup>i</sup> —Ni1—O5	180.00 (6)	C4—C3—H3	119.9
O5—Ni1—O6	92.91 (5)	C3—C4—C5	120.09 (14)
O5 <sup>i</sup> —Ni1—O6	87.09 (5)	C3—C4—H4	120.0
O5—Ni1—O6 <sup>i</sup>	87.09 (5)	C5—C4—H4	120.0
O5 <sup>i</sup> —Ni1—O6 <sup>i</sup>	92.91 (5)	C4—C5—C6	119.94 (14)
O5—Ni1—N1	91.09 (5)	C4—C5—C14	121.06 (14)
O5 <sup>i</sup> —Ni1—N1	88.91 (5)	C6—C5—C14	119.00 (14)
O5—Ni1—N1 <sup>i</sup>	88.91 (5)	C5—C6—H6	120.1
O5 <sup>i</sup> —Ni1—N1 <sup>i</sup>	91.09 (5)	C7—C6—C5	119.89 (14)
O6—Ni1—O6 <sup>i</sup>	180.00 (8)	C7—C6—H6	120.1
O6—Ni1—N1	90.55 (5)	C2—C7—H7	119.8
O6 <sup>i</sup> —Ni1—N1	89.45 (5)	C6—C7—C2	120.35 (14)
O6—Ni1—N1 <sup>i</sup>	89.45 (5)	C6—C7—H7	119.8

O6i—Ni1—N11	90.55 (5)	N1—C8—C9	123.15 (14)
N1—Ni1—N11	180.00 (3)	N1—C8—H8	118.4
Ni1—O5—H51	116.0 (17)	C9—C8—H8	118.4
Ni1—O5—H52	112.8 (12)	C8—C9—C10	119.38 (13)
H52—O5—H51	108 (2)	C8—C9—H9	120.3
Ni1—O6—H61	133.3 (16)	C10—C9—H9	120.3
Ni1—O6—H62	112.7 (15)	C9—C10—C13	124.09 (13)
H61—O6—H62	109 (2)	C11—C10—C9	117.58 (13)
H71—O7—H72	104 (2)	C11—C10—C13	118.32 (13)
C8—N1—Ni1	121.97 (10)	C10—C11—H11	120.2
C12—N1—Ni1	120.69 (9)	C12—C11—C10	119.56 (14)
C12—N1—C8	116.97 (13)	C12—C11—H11	120.2
C13—N2—H21	124.0 (12)		
H21—N2—H22	118.0 (17)	N1—C12—H12	118.4
O1—C1—O2	125.32 (14)	C11—C12—H12	118.4
O1—C1—C2	117.63 (14)	O4—C13—N2	122.48 (14)
O2—C1—C2	117.04 (13)	O4—C13—C10	119.41 (13)
C3—C2—C1	120.57 (13)	N2—C13—C10	118.11 (13)
C7—C2—C1	119.88 (14)	O3—C14—C5	124.44 (15)
C7—C2—C3	119.54 (14)	O3—C14—H14	119.8 (10)
C2—C3—H3	119.9	C5—C14—H14	115.7 (10)
O5—Ni1—N1—C8	120.80 (12)	C4—C3—C2—C7	-0.6 (2)
O5i—Ni1—N1—C8	-59.20 (12)	C2—C3—C4—C5	0.0 (2)
O5—Ni1—N1—C12	-51.98 (12)	C6—C5—C4—C3	1.0 (2)
O5i—Ni1—N1—C12	128.02 (12)	C14—C5—C4—C3	179.97 (15)
O6—Ni1—N1—C8	-146.28 (12)	C4—C5—C6—C7	-1.3 (2)
O6i—Ni1—N1—C8	33.72 (12)	C14—C5—C6—C7	179.69 (15)
O6—Ni1—N1—C12	40.95 (12)	C4—C5—C14—O3	11.3 (3)
O6i—Ni1—N1—C12	-139.05 (12)	C6—C5—C14—O3	-169.77 (17)
Ni1—N1—C8—C9	-170.46 (12)	C5—C6—C7—C2	0.7 (2)
C12—N1—C8—C9	2.6 (2)	C10—C9—C8—N1	-0.4 (2)
Ni1—N1—C12—C11	170.82 (12)	C8—C9—C10—C11	-2.1 (2)
C8—N1—C12—C11	-2.3 (2)	C8—C9—C10—C13	176.67 (14)
C3—C2—C1—O1	-8.1 (2)	C9—C10—C11—C12	2.4 (2)
C3—C2—C1—O2	173.07 (14)	C13—C10—C11—C12	-176.49 (14)
C7—C2—C1—O1	171.16 (14)	C9—C10—C13—O4	-174.45 (15)
C7—C2—C1—O2	-7.7 (2)	C9—C10—C13—N2	5.2 (2)
C1—C2—C7—C6	-178.93 (14)	C11—C10—C13—O4	4.3 (2)

C3—C2—C7—C6	0.3 (2)	C11—C10—C13—N2	-176.04 (15)
C4—C3—C2—C1	178.61 (14)	C10—C11—C12—N1	-0.2 (2)

Simetri kodları: (i) -x, -y, -z.

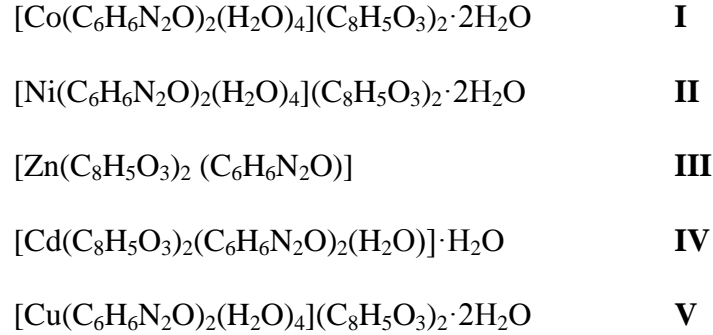
## 7. SONUÇ VE TARTIŞMA

İlk kez sentezlenen komplekslerin metal : 4-formilbenzoik asit : izonikotinamid : su oranlarının 1:2:2:2 olmasını beklemekteydik fakat yapılan elemental analizleri sonucu ve X-ray yapılarının aydınlatılması sonucu elde edilen verilerden komplekslerin oranları aşağıdaki şekilde biçimlenmiştir.

(I), (II), (V) komplekslerinde metal: 4-formilbenzoik asit: izonikotinamid: su oranlarının 1:2:2:6 olduğu,

(III) nolu komplekste metal: 4-formilbenzoik asit: izonikotinamid oranlarının 1:2:1 şeklinde olduğu ve 4-formilbenzoik asit moleküllerinden bir tanesinin koordinasyona girmediği gözlenirken,

(IV) nolu komplekste ise; metal : 4-formilbenzoik asit : izonikotinamid : su oranlarının 1:2:2:2 olduğu gözlenmiştir. Yapılan elemental analiz sonuçlarına göre (Çizelge 1) komplekslerin formülleri aşağıdaki gibi oldukları belirtilmiştir.



Komplekslerin IR spektrumları Şekil 6.1-6.5’de görülmektedir. Komplekslerde aromatik (C-H) gerilme bantları; 3316,45  $\text{cm}^{-1}$  (**I**), 3190,32  $\text{cm}^{-1}$  (**II**), 3197,43  $\text{cm}^{-1}$  (**III**), 3162,67  $\text{cm}^{-1}$  (**IV**), 3214,34  $\text{cm}^{-1}$  (**V**), titreşimlerini vermektedir.

Asitlerin karbonil grubu (C=O) için absorpsiyon bantlarının; 1671,34  $\text{cm}^{-1}$  (**I**), 1668,82  $\text{cm}^{-1}$  (**II**), 1684,95  $\text{cm}^{-1}$  (**III**), 1682,15  $\text{cm}^{-1}$  (**IV**), 1678,10  $\text{cm}^{-1}$  (**V**) alanlarına kaydığı görülmektedir.

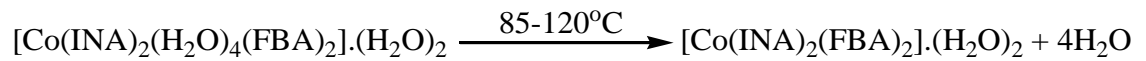
Karboksil grubun (COO<sup>-</sup>) absorpsiyon bantları; 1374,18 cm<sup>-1</sup> (I), 1367,73 cm<sup>-1</sup> (II), 1365,22 cm<sup>-1</sup> (III), 1398,31 cm<sup>-1</sup> (IV), 1383,14 cm<sup>-1</sup> (V) titreşim frekanslarına denk gelmektedir.

Asitlerin p-disubstituebenzen için absorpsiyon bantları; 855,15 cm<sup>-1</sup> (I), 855,34 cm<sup>-1</sup> (II), 856,28 cm<sup>-1</sup> (III), 859,63 cm<sup>-1</sup> (IV), 859,82 cm<sup>-1</sup> (V) denk gelmektedir.

Komplekslerin temelini oluşturan Me-N ve Me-O bağlarına uygun gelen absorpsiyon bantlarında sırasıyla 772,45 cm<sup>-1</sup>-670,76 cm<sup>-1</sup> (I), 764,09 cm<sup>-1</sup>-670,46 cm<sup>-1</sup> (II), 763,94 cm<sup>-1</sup>-788,23 cm<sup>-1</sup> (III), 771,20 cm<sup>-1</sup>-687,02 cm<sup>-1</sup> (IV), 775,30 cm<sup>-1</sup>-687,92 cm<sup>-1</sup> (V) titreşimlerine denk gelmektedir.

[Co(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>](C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde 100 ve 490 °C maksimum sıcaklıklara karşılık gelen iki basamakta bozunma gösterdiği görülmektedir (Şekil-6.6).

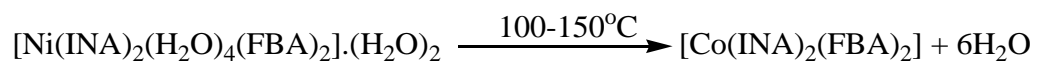
85-120 °C dereceler arasındaki ilk bozunma basamağı yapıdaki dört mol su molekülünün ayrıldığını göstermektedir.



Suyunu kaybeden kompleksin yapısındaki organik ligandların bozunması 240-640°C arasında iki basamakta gerçekleşmektedir. Deneysel kütle kaybına bakıldığında termik parçalanmanın sonunda CoO olduğu tahmin edilmektedir.

[Ni(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>](C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde 120 ve 490 °C maksimum sıcaklıklara karşılık gelen iki basamakta bozunma gösterdiği görülmektedir (Şekil-6.7).

100-150 °C arasındaki ilk bozunma basamağı yapıdaki iki mol su molekülünün ayrıldığını göstermektedir.





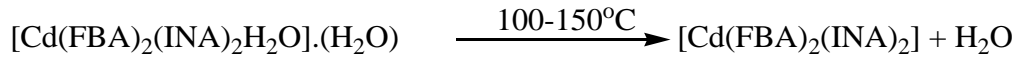
Suyunu kaybeden kompleksin yapısındaki organik ligandların bozunması 290-950 °C arasında tek basamakta gerçekleşmektedir. Deneysel kütle kaybına bakıldığında termik parçalanmanın sonunda NiO olduğu tahmin edilmektedir

[Zn(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O)] kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde 495 °C maksimum sıcaklığa karşılık gelen tek basamakta bozunma gösterdiği görülmektedir (Şekil6.8).

Kompleksin yapısındaki organik ligandların bozunması 160-620 °C arasında tek basamakta gerçekleşmektedir. Deneysel kütle kaybına bakıldığında termik parçalanmanın sonunda Zn metali olduğu tahmin edilmektedir.

[Cd(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)]·H<sub>2</sub>O kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde 125 ve 400 °C maksimum sıcaklıklara karşılık gelen iki basamakta bozunma gösterdiği görülmektedir (Şekil-6.9).

100-150 °C dereceler arasındaki ilk bozunma basamağı yapıdaki iki mol su molekülünün ayrıldığını göstermektedir.

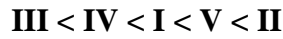


Suyunu kaybeden kompleksin yapısındaki organik ligandların bozunması 230-720 °C arasında üç basamakta gerçekleşmektedir. Deneysel kütle kaybına bakıldığında termik parçalanmanın sonunda CdO olduğu tahmin edilmektedir.

[Cu(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>](C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde 300 °C maksimum sıcaklığına karşılık gelen tek basamakta bozunma gösterdiği görülmektedir (Şekil-6.10).

Kompleksin yapısındaki organik ligandların bozunması 250-800 °C arasında ilk basamakta gerçekleşmektedir. Deneysel kütle kaybına bakıldığında termik parçalanmanın sonunda CuO olduğu tahmin edilmektedir.

Susuz komplekslerin termal kararlılıkları ise aşağıdaki sıraya göre değişmektedir.



Parçalanma sonucunda parçalanma ürünü olarak komplekslerde; CoO(I), NiO(II), Zn(III), CdO(IV) ve CuO(V) olduğu gözlenmiştir.

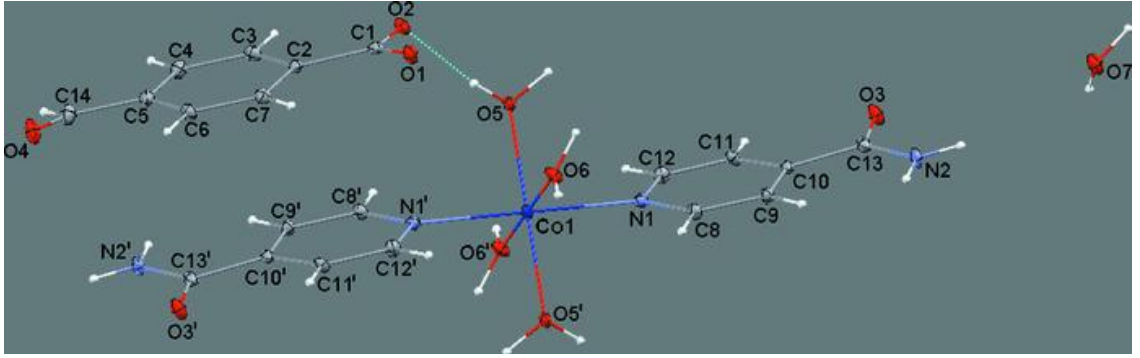
Komplekslerin X-Ray analizleri yapılmış bazılarının yapıları aydınlatılmıştır. Yapıları aydınlatılan kompleksin kristal verileri, birim hücre parametreleri, geometrik parametreler ve atomik yer değiştirme parametreleri çizelge 6.8-6.13'de verilirken, kompleksin molekül yapıları ve tahmini molekül yapıları şekil 7.1-7.6' de verilmiştir..

Kompleks I ve II'in kristal yapısı metal atomu simetri merkezinde bulunan  $[\text{Me}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4]^{+2}$  kompleks katyonu, iki 4-formilbenzoat anyonu ve iki molekül sudan oluşmaktadır. Me(II) etrafındaki ekvatorial düzlemde dört oksijen atomu kare-düzlemsel çevre oluşturmaktadır (Me – O ortalama bağ uzunluğu 2,086 Å). İki izonikotinamid molekülünün iki N atomu vasıtasıyla merkez atomun oktahedral koordinasyonunu tamamlıyor (C – N 2,1603 Å ) Kristal yapıda O – H  $\cdots$  O, O – H  $\cdots$  N ve C – H  $\cdots$  O hidrojen bağları vasıtasıyla üç boyutlu ağ oluşturmaktadır.

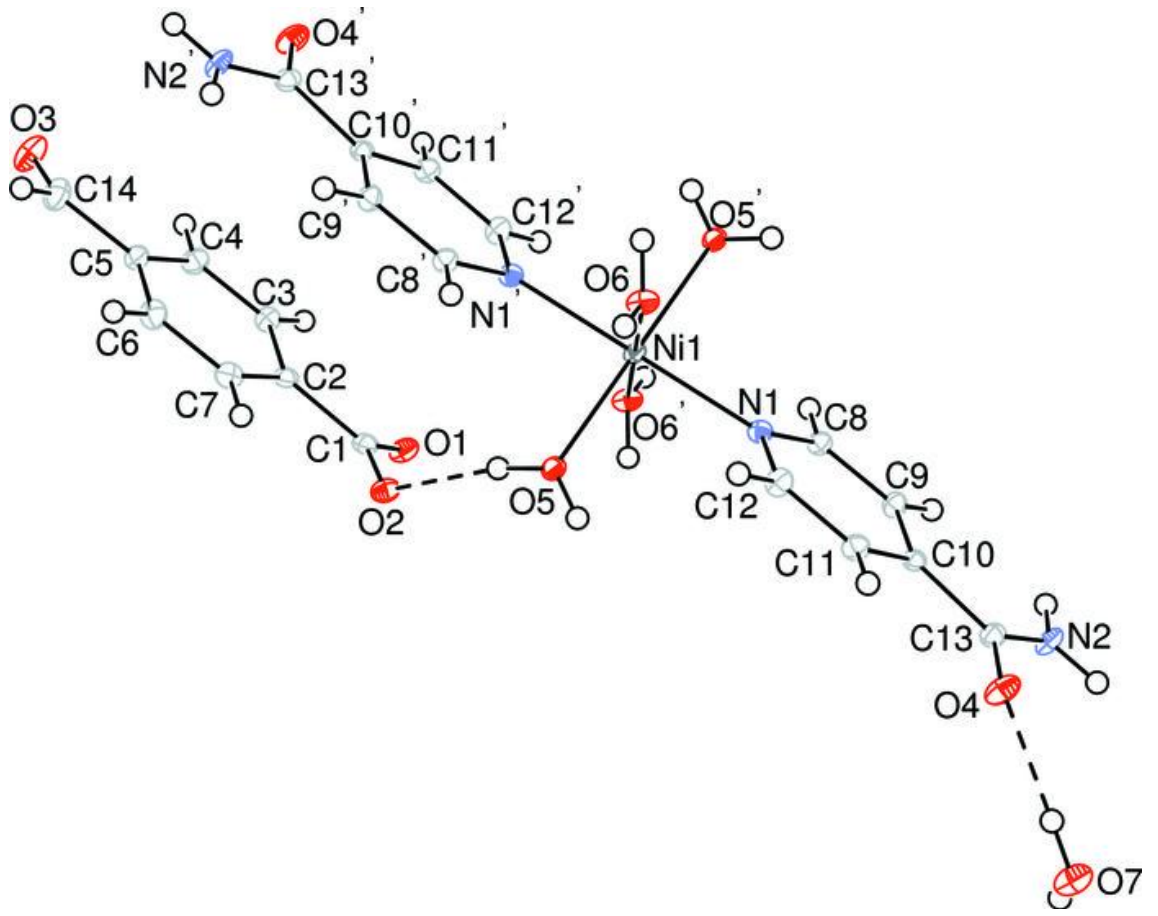
Kompleks III'de Zn(II) iyonu iki 4-formilbenzoat anyonu ve bir izonikotinamid molekülü ile tetrahedrik olarak koordine edilmektedir. 4-Formilbenzoat anyonlarından biri bidentat köprü rolü oynayarak komşu Zn(II) iyonlarının *b* eksenine yönünde polimerik zincir oluşturuyor. Polimer zincirler arasında N – H  $\cdots$  O ve C – H  $\cdots$  O hidrojen bağları gözlemlenmektedir.

Kompleks IV’de metal atomu simetri merkezine yerleşmiştir. Cd(II) atomunun koordinasyon sayısı yedi’dir. Kompleks İki İNA molekülü, iki 4-FBA atomu, bir koordine olmamış su molekülü ve biri koordine olmuş su moleküllerini içerir. 4-FBA atomunun iki oksijen atomu bidentant olarak koordinasyona girerken, iki İNA molekülü iki N atomu vasıtasıyla koordinasyona girmiştir.

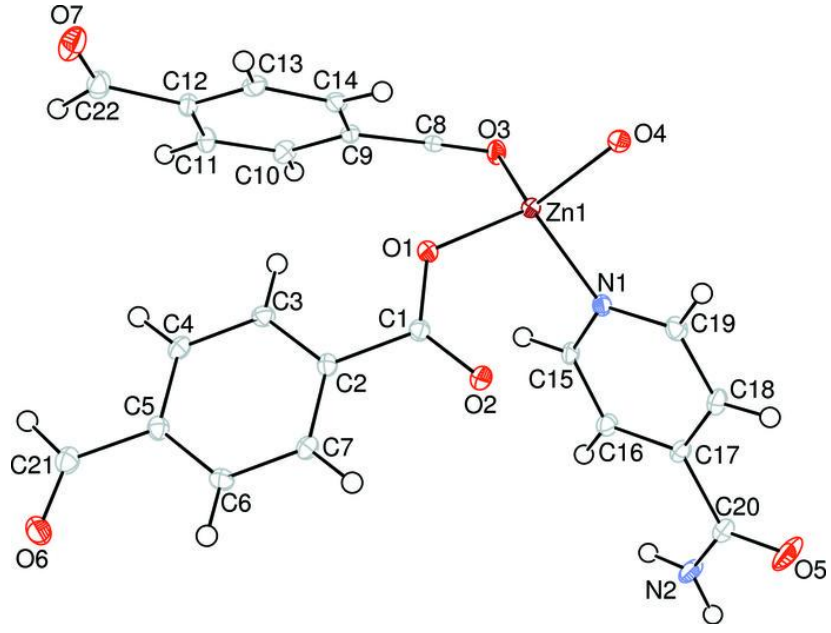
Yapılmış olan analizlerin sonuçlarına ve daha önce literatürde belirtilmiş olan benzer metal komplekslerin yapılarına dayanılarak sentezlediğimiz V nolu kompleksinde molekül yapısı şekil 7.5’ de verildiği gibi olduğu düşünülmektedir.



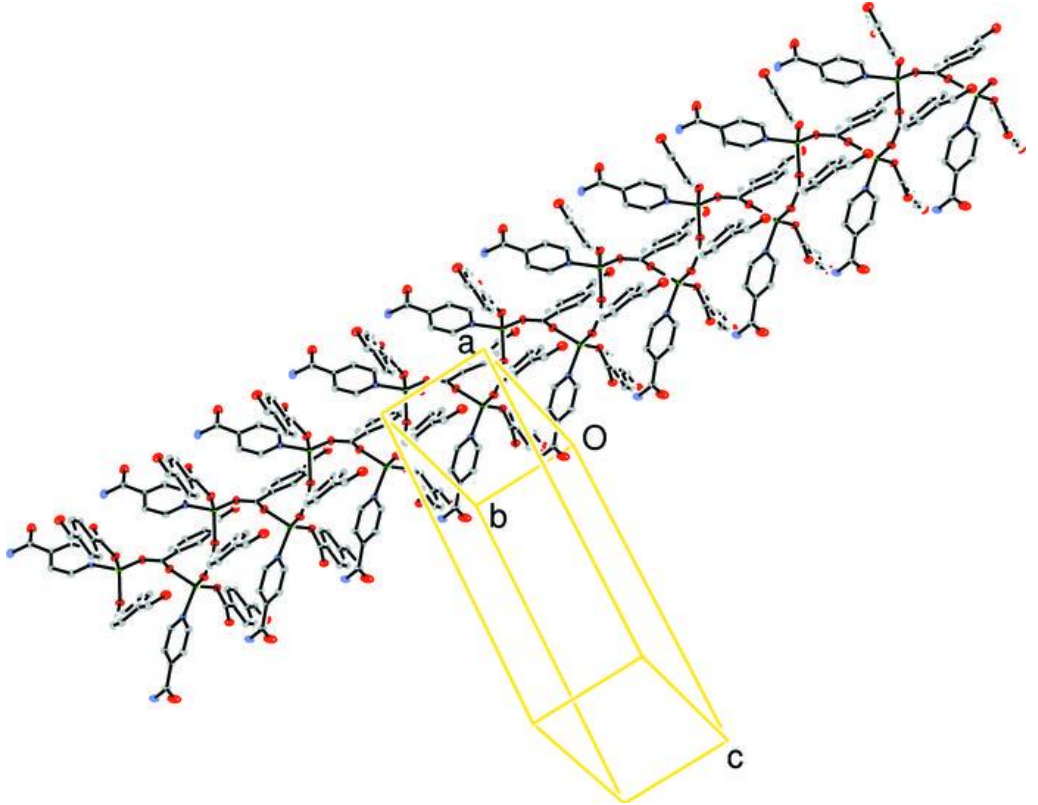
Şekil 7.1. (I) kompleksinin molekül yapısı



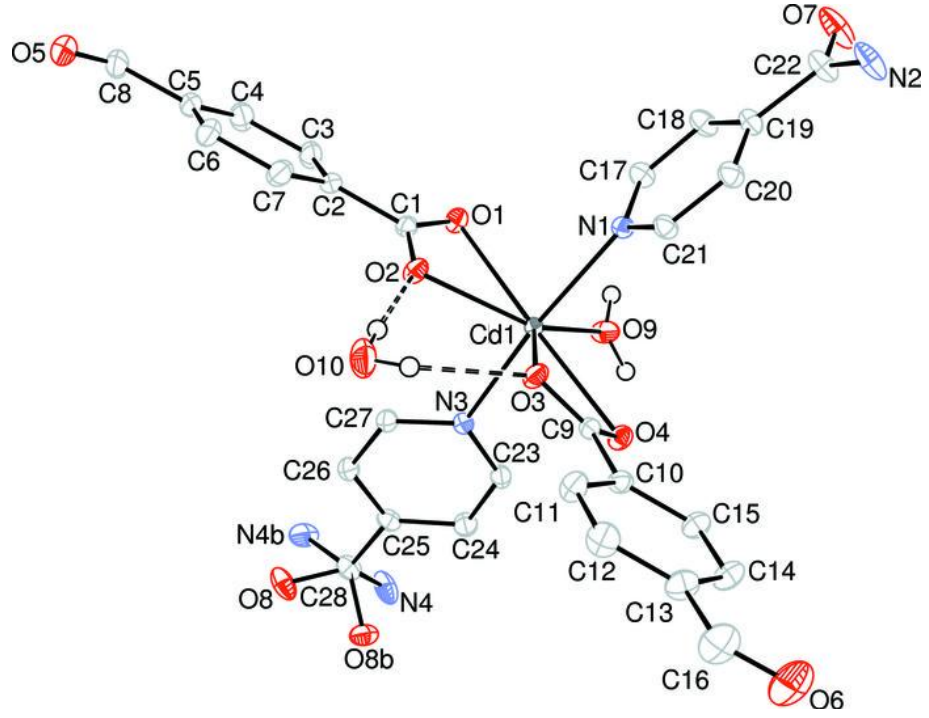
Şekil 7.2. (II) kompleksinin molekül yapısı



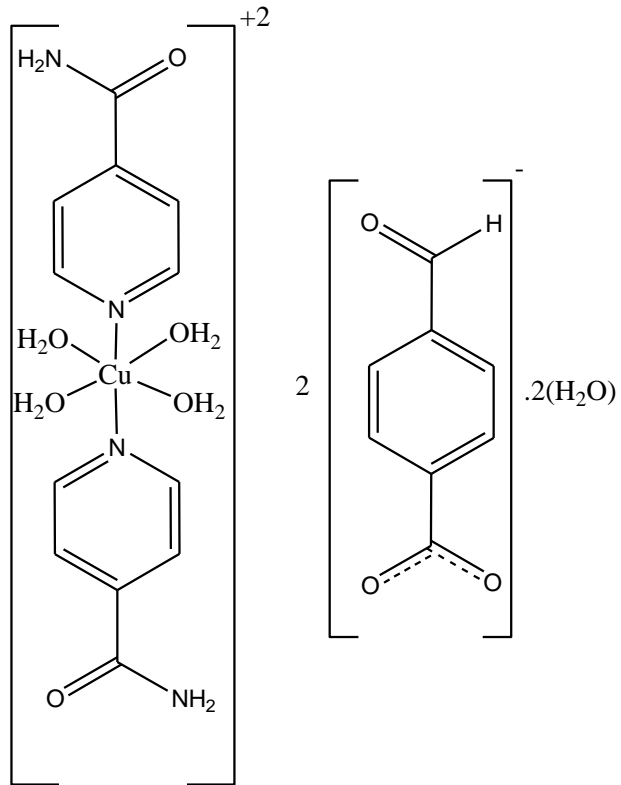
Şekil 7.3. (III) kompleksinin molekül yapısı



Şekil 7.4. (III) kompleksinin molekül yapısı



Şekil 7.5. (IV) kompleksinin molekül yapısı



Şekil 7.6. (V) kompleksinin molekül yapısı

## KAYNAKLAR

1. Daniels J. Et al, "Fluorescence characterisation and analysis of 4-carboxybenzaldehyde, a colour precursor to the manufacture of terephthalic acid", polymer degradation and stability 65(3): s347-s353 (1999)
2. Deng Z-P. et al, "Triaquabis(4-formylbenzoato- $\kappa^2$ O,O')-cadmium(II) trihydrate", Acta Cryst. E62, s3251-s3253 (2006)
3. Deng Z-P. et al, "Triaquabis(4-formylbenzoato- $\kappa^2$ O,O')cadmium(II) 3.5-hydrate", Acta Cryst. E62, s3362-s3364 (2006)
4. Deng Z-P. et al, "Diaquabis(4-formylbenzoato- $\kappa$ O)zinc(II)" Acta Cryst. E64, s447 (2008).
5. Deng Z-P. et al, "Diaquabis(4-formylbenzoato- $\kappa$ O)zinc(II) monohydrate", Acta Cryst. E62, s3524-s3526 (2006)
6. Deng Z-P. et al, "Hexaaquacobalt(II) bis(4-formylbenzoate) dihydrate", Acta Cryst. E62, s3423-s3424 (2006)
7. Deng Z-P. et al, "Tetraaquabis(4-formylbenzoato- $\kappa$ O)-cobalt(II) tetrahydrate", Acta Cryst. E64, s446 (2008)
8. Deng Z-P. et al, "Diaquabis(4-formylbenzoato- $\kappa$ O)-copper(II) dihydrate", Acta Cryst. E62, s2906-s2907 (2006)
9. Deng Z-P. et al, "Tetraaquabis(4-formylbenzoato- $\kappa$ O)-nikkel(II) tetrahydrate", Acta Cryst. E62, s2904-s2905 (2006)
10. Deng Z-P. et al, "Heptaaquabis(4-formylbenzoato- $\kappa$ O) barium(II)", Acta Cryst. E62, s3230-s3232 (2006)
11. Deng Z-P. et al, "Bis(4-formylbenzoato- $\kappa$ O) bis (1H-imidazol- $\kappa$ N<sup>3</sup>) zinc(II)", Acta Cryst. E63, s3113 (2007)



12. Deng Z-P. et al, “Bis(benzimidazol- $\kappa$ N) bis(4-formylbenzoato- $\kappa$ O) zinc(II) monohydrate”, Acta Cryst. E63, s1712 (2007)
13. Deng Z-P. et al, “Diaquabis(4-formylbenzoato- $\kappa$ O) bis(1H-imidazol- $\kappa$ N<sup>3</sup>) cobalt(II)”, Acta Cryst. E63, s1116-s1117 (2007)
14. Deng Z-P. et al, “Diaquabis(4-formylbenzoato- $\kappa$ O) bis(1H-imidazol- $\kappa$ N<sup>3</sup>) manganese(II)”, Acta Cryst. E62, s2106-s2107 (2007)
15. Deng Z-P. et al “Diaquabis(4-formylbenzoato- $\kappa$ O) bis(1H-imidazol- $\kappa$ N<sup>3</sup>) nickel(II)”, Acta Cryst. E62, s2422-s2423 (2006)
16. Deng Z-P. et al, “Bis(4-formylbenzoato)-  $\kappa^3$ O,O':O';  $\kappa^3$ O,O':O'- bis [(4-formylbenzoato- $\kappa^2$ O,O') (imidazol- $\kappa$ N) cadmium(II)] dihidrat”, Acta Cryst. E62, s3249-s3250 (2006)
17. Deng Z-P. et al, “Aquabis (benzimidazole- $\kappa$ N) bis(4-formylbenzoato)- $\kappa$ O;O,O' cadmium(II) tetrahydrate”, Acta Cryst. E62, s3251-s3253 (2006)
18. Deng Z-P. et al, “Aquabis (4-formylbenzoato)- $\kappa^2$ O,O';O';  $\kappa$ O-(1-10-phennanthroline- $\kappa^2$ N,N') cadmium(II)”, Acta Cryst. E63, s2694 (2007)
19. Deng Z-P. et al, “Bis (4-formylbenzoato- $\kappa^2$ O,O') (1-10-phennanthroline- $\kappa^2$ N,N') cadmium(II)–bis( $\mu_2$  4-formylbenzoato- $\kappa^2$ O,O') bis[(4-formylbenzoato- $\kappa^2$ O,O') (1-10-phennanthroline- $\kappa^2$ N,N') cadmium(II)] (1/1)”, Acta Cryst. E62, s3432-s3434 (2006)
20. Deng Z-P. et al, “cis-Aquachlorobis (1-10-phennanthroline- $\kappa^2$ N,N') manganese(II) 4-forymylbenzoate trihydrate”, Acta Cryst. E62, s3388-s3389 (2006)
21. Deng Z-P. et al, “Aqua (4-formylbenzoato- $\kappa^2$ O) (nitrato- $\kappa$ O)-(1-10-phennanthroline- $\kappa^2$ N,N') copper(II)”, Acta Cryst. E63, s2739 (2007)
22. Deng Z-P. et al, “Aquabis (4-formylbenzoato- $\kappa$ O) (1-10-phennanthroline- $\kappa^2$ N,N') zinc(II)”, Acta Cryst. E62, s3527-s3529 (2006)

23. Deng Z-P. et al, "Aqua (2,2'-bipyridine- $\kappa^2$ N,N') bis formylbenzoato- $\kappa^2$ O,O') cadmium (II) monohydrate", *Acta Cryst.* E63, s2799 (2007)
24. Deng Z-P. et al, "Di- $\mu$ -aqua-bis [aqua (2,2'-bipyridine- $\kappa^2$ N,N') (formylbenzoato- $\kappa$ O) cobalt (II)] bis (4-formylbenzoate)", *Acta Cryst.* E63, s3124-s3125 (2007)
25. Deng Z-P. et al, "2,2'-[m-Phenylenebis (methyleneimino)]-dipyridinium dichloridobis(4-formyl-benzoato- $\kappa^2$ O,O') (2,2'-bipyridine- $\kappa^2$ N,N') bis formylbenzoato- $\kappa^2$ O,O') cadmate(II) dihydrate", *Acta Cryst.* E63, s2834 (2007)
26. Deng Z-P. et al, "Tetraaquabis (nicotinamide- $\kappa$ N)-cadmium(II) bis(4-formylbenzoate)", *Acta Cryst.* E63, s2323 (2007)
27. Sertçelik M, Tercan B, Şahin E, Necefoğlu H, ve Hökelek T, *Acta Cryst.*, **E65**, s324-s325, 2009
28. Sertçelik M, Tercan B, Şahin E, Necefoğlu H, ve Hökelek T, *Acta Cryst.*, **E65**, 2009, s326-s327, 2009
29. Sertçelik M, Tercan B, Şahin E, Necefoğlu H, ve Hökelek T, *Acta Cryst.*, **E65**, 2009, s389-s390, 2009
30. Elvehjem, C.A.et al., 1937, Relation of nicotinic acid and nicotinic acid amid to canine black tangle.*J.Amer.chem.Soc.*59, p. 1767
31. Goldberger, J., Wheeler, GA. et al., 1928, *Publ. Health Rep.Wash.* 43, p. 1385
32. Ahuja I., Prasat I., .1976, *Inorg. Nucl. Chem. Lett*, 12, 777.
33. Lachancegalang K.J., Doan P.E., Clarke M.J., Rao U., Yamano A., Hoffman B.M., Epr and nmr-spectra as probes of spin-density distrubition in heterocyclic ligands coordinated in trans-[L (Im)(NH<sub>3</sub>)(4) Ru-III]-implications for long-range electron-transfer-crystal-structure of trans-[(Im) (2) (NH<sub>3</sub>) (4)Ru] Cl-3-center-dot-H<sub>2</sub>O, 1995, *Journal Of The American Chemical Society*, 117(12), p. 3529-3538

34. Wishart J.F., Zhang X.H., Isied S.S., Potenza J.A., Schugar H.J., 1992, *Inorganic Chemistry*, 31, Iss (31), p. 3179-3181
35. Chou M.H., Szalda D.J., Creutz C., Sutin N., 1994 *Inorganic Chemistry*, 33(8), p. 1674-1684
36. Gomes M.G., Davanzo C.U., Silva S.C., Lopes L.G.F., Santos P.S., Franco D.W., Cis-and trans-nitrosyl tetraammine ruthenium (II). Spectral and electrochemical properties and reactivity, 1988, *Journal Of The Chemical Society-Dalton Transactions*, Iss 4, p. 601-607
37. Luo J., Isied S.S., 1988, *Langmuir*, 14(13), p. 3602-3606
38. Saha B., Stanbury D.M., Oxidation of  $[\text{Ru}(\text{NH}_3)_3(\text{isn})] (\text{BF}_4)_2$  by hypochlorous acid and chlorine in aqueous acidic media, 2001, *Inorganic Chemistry*, 40(20), p. 5139-5149
39. Chatterjee D., Bajaj H.C., Pyridyl to amido and amido to pyridyl isomerization in an isonicotinamide complex of ruthenium (III), 1995, *Journal Of The Chemical Society-Dalton Transactions*, Iss 20, p. 3415-3417
40. Neto B.S.L., Franco D.W., Vaneldik R., Substitution-reactions of trans- $[\text{Ru}(\text{NH}_3)_4(\text{P}(\text{OET})_3(\text{H}_2\text{O}))_2]^{2+}$  revisited-mechanistic elucidation from a volume-profile analysis, 1995, *Journal Of The Chemical Society-Dalton Transactions*, Iss 3, p. 463-466
41. Powell G., Richens D.T., Powell A.K., Terminal water ligand-exchange and substitution by isonicotinamide on the oxo-centered triruthenium (III) complex  $[\text{Ru}_3(\text{MU}_{(3)}-\text{O})(\text{MU}-\text{CH}_3\text{CO}_2)_{(3)}(\text{OH})_2]_{(3)}^{+}$  -crystal-structure of  $[\text{Ru}_3(\text{MU}_{(3)}-\text{O})(\text{MU}-\text{CH}_3\text{CO}_2)_{(3)}(\text{OH})_2] \text{ClO}_4 \cdot \text{HClO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , 1993, *Inorganica Chimica Acta*, 213(1-2), p. 147-155

42. Lick, C.H.E. C.M., Tong W.F., Lai T.F., . Mechanism of the 2-electron reduction of trans-oxo-aquaruthenium (IV) to trans-diaquaruthenium (II), 1992, Journal Of The Chemical Society-Dalton Transactions, Iss 5, p. 813-816
43. Therien M.J., Bowler B.E., Selman M.A., Gray H.B., Change I.J., 1991, Advances In Chemistry series Iss 228, p. 191-199
44. Ando I., Fujimoto H., Nakayama K., Ujimoto K., Kurihara H., 1991 Polyhedron, 10(10), p. 1139-1141
45. Pavanin L.A., Darocha Z.N., Giesbrecht E., Tfouni E., 1991, Inorganic Chemistry, 30(9), p. 2185-2190
46. Toma H.E., DA Chunha C.L., 1989, Canadian Journal Of Chemistry-Revue Canadienne De Chimie, 67(10), p. 1632-1635
47. Donascimento J.C., Franco D.W., 1986 Inorganica Chimica Acta, Vol 113, Iss p. 1, 55-60
48. Ando I., Ishimura D., Mitsumi M., Ujimoto K., Kurihara H., . The effect of 2Nd-sphere coordination 2 adduct formation between  $[\text{Ru}(\text{NH}_3)_5\text{L}](\text{PF}_6)_\text{N}$  (N= 2 and 3) and 18-crown-6 ether in solution and the effect on redox behavior, 1992, Polyhedron, 11(18), p. 2335-2340
49. Frei C.A., LaChance-Galang K.J., Determination of the disproportion rates of trans- $[(\text{NH}_3)_4\text{LR}_\text{U}(\text{III})]$  coordinated to DNA, where L; Pyridine, 4-Pyridine carboxaldehyde and isonicotinamide, 1999, Abstracts Of Papers Of The American Chemical Society, 217, p 617
50. Morris R.E., Aird R.E., Murdoch P.D., Chen H.M., Cummings J., Hughes N.D.; Parsons S., Parkin A., Boyd G., Jodrell D.I., Sadler P.J., Inhibition of cancer cell growth by ruthenium (II) arene, 2001 Journal Of Medicinal Chemistry, 44(22), p. 3616-3621

51. Qin Z., Jennings M.C., Puddephatt R.J., Self assembly of polymer and sheet structures from Palladium (II) complexes by hydrogen bonding between Carboxamide substituents, 2001, *Inorganic Chemistry*, 40(24), p. 6220-6228
52. Slep L.D., Albores P., Baraldo L.M., Olabe J.A., . Kinetics and mechanism of ligand interchange in pentacyano-L-osmate (II) complexes, 2002, *Inorganic Chemistry*, 41, p. 114-120
53. Fedorov B.S., Golovina N.I., Fadeev M.A., Strukov G.V., Kedrov V.V., Shilov G.V., Boiko G.N., Atovmyan L.O., Synthesis and the crystal structures of N-(2-nitroxyethyl) isonicotinamide and its complexes with PdCl<sub>2</sub> and PtCl<sub>2</sub> as potential antitumor medicines 2001, *Russian Chemical Bulletin*, 50(3), p. 520-524
54. Kuehl C.J., Tabellion F.M., Arif A.M., Stang P.J., Single and double stranded chains assembled via concomitant metal coordination and hydrogen bonding, 2001, *Organometallics*, 20(10), p. 1956-1959
55. Cole L.B., Holt E.M., 1989, *Inorganica Chimica Acta*, 162(2), p. 291-295
56. Aakeroy C.B., Beatty A.M., Helfrich B.A., 1988 , *Journal Of The Chemistry Society-Dalton Transactions*, Iss 12, p. 1943-1945
57. Aakeroy C.B., Beatty A.M., 1988, *Materials Research Bulletin*, p. 39-49
58. Uçar İ., Karabulut B., et. all. , X-ray crystal structure and Cu<sub>2</sub>C doped EPR studies of tetraaquabis (isonicotinamide)zinc(II) and -cobalt(II) disaccharinate 1.5 hydrate single crystals, 2006, *Journal of Molecular Structure*, 787, 38–44.
59. Yurdakul Ş. , Atac A. Synthesis, spectroscopic and structural studies on metal halide complexes of isonicotinamide, 2003, *Vibrational Spectroscopy*, 31, 41–49.

60. Li C.B., Liu B., Gao G.-G, Che G. –B, Hydrogen bonding and  $\Pi$ - $\Pi$  stacking in di- $\mu$ -isophthalato-bis[bis(nicotinamide)copper(II)] trihydrate, 2005, Acta Crystallographica, E61, m1705-m1707.
61. Aakeröy C. B., Beatty A. M., Helfrich B. A., “Total Synthesis” Supramolecular Style: Design and Hydrogen-Bond-Directed Assembly of Ternary Supermolecules, Angewandte Chemie, International Edition, 40 (17): 3240-3242 (2001).
62. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., Diaquabis[4-(dimethylamino)benzoato]- $\kappa^2 O, O'$ ;  $\kappa O$ -(isonicotinamide- $\kappa N^1$ )cobalt(II), Acta Cryst. E65: 627–628 (2009).
63. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., Diaquabis[4-(dimethylamino)benzoato](isonicotinamide)zinc(II), Acta Cryst. E65: 651–652 (2009).
64. Hökelek T., Dal H., Tercan B., Aybirdi Ö., Necefoğlu H., Diaquabis[4-(dimethylamino)benzoato- $\kappa O$ ](isonicotinamide- $\kappa N^1$ )manganese(II). Acta Cryst. E65: 1037-1038 (2009).
65. İçbudak H., “Bazı trietanolamin-metal komplekslerin sentezi spektroskopik termik özellikleri”, Doktora tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Samsun (1996)
66. Tercan M.B., “X-ışını kırınımı yöntemiyle kripta-fosfazen türevlerinin kristal yapı analizi” Doktora tezi, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara (2006)

## ÖZGEÇMİŞ

**Adı Soyadı :** Ferdi GÜRGEN

**Doğum Yeri :** Bolu

**Doğum Tarihi :** 18.09.1985

**Medeni Hali :** Evli

**Yabancı Dili :** İngilizce

### **Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)**

**Lise :** Avcılar Lisesi 2002

**Lisans :** Çanakkale 18 Mart Üniversitesi FEF Kimya Bölümü 2007

**Yüksek Lisans:** Kafkas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı  
Anorganik Kimya Bilim Dalı-2011

### **Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl**

### **Yayımları (SCI ve diğer)**

1. Aquabis(4-formylbenzoato- $\kappa^2O^1, O^1$ )bis(isonicotinamide- $\kappa N^1$ )cadmium(II) monohydrate, Acta Cryst. . E65, m1416-m1417 (2009)
2. Tetraaquabis(isonicotinamide- $\kappa N^1$ )nickel(II) bis(4-formylbenzoate) dihydrate, Acta Cryst. E65, m1101-m1102 (2009)