

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

4-FORMİLBENZOİK ASİTİN METAL KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ VE
ÖZELLİKLERİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Mustafa SERTÇELİK

DANIŞMAN

Prof. Dr. Hacı NECEFOĞLU

HAZİRAN 2009

KARS

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

4-FORMİLBENZOİK ASİTİN METAL KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ VE
ÖZELLİKLERİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Mustafa SERTÇELİK

DANIŞMAN

Prof. Dr. Hacali NECEFOĞLU

HAZİRAN 2009

KARS

T.C. Kafkas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı Yüksek Lisans Öğrencisi Mustafa SERTÇELİK'in Prof. Dr. Hacali NECEFOĞLU'nun danışmanlığında yüksek lisans tezi olarak hazırladığı "4-Formilbenzoik Asitin Metal Komplekslerinin Sentezi ve Özellikleri" adlı bu çalışma yapılan tez savunması sınavı sonunda jüri tarafından Lisans Üstü Eğitim Öğretim Yönetmeliği uyarınca değerlendirilerek oyile kabul edilmiştir.

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

	Adı-Soyadı	İmza
Başkan	: Prof. Dr. Hacali NECEFOĞLU	
Üye	: Doç. Dr. Refik ABDULLAYEV	
Üye	: Yrd.Doç. Dr Ali ARSLANTAŞ	

Bu tezin kabulü, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun/...../200.. gün ve/..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Abdullah DOĞAN
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 Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölüm Başkanı ve tez danışmanım Sayın Prof. Dr. Hacali NECEFOĞLU'na

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

Tez çalışmamın çeşitli aşamalarında yardımlarını esirgemeyen sayın Arş. Gör. F. Elif ÖZBEK'e

Yüksek lisans yapmış olduğum sürede benden yardımlarını ve desteklerini esirgemeyen değerli hocam Yrd. Doç. Dr Bahattin ŞEKER'e, ve değerli arkadaşlarım Mesut EKER, Halil ÇALIŞKAN, Yusuf TUNCEL, Emre ÇİFTÇİ ve Huzeyfe OKUR'a

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 2009

Mustafa SERTÇELİK

İÇİNDEKİLER	Sayfa No
ÖZET	ii
ABSTRACT	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ	iv
ÇİZELGELER LİSTESİ	v
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
1. GİRİŞ	1
2. 4-FORMİLBENZOİK ASİTİN METAL KOMPLEKSLERİ	2
3. N,N'-DİETİLNİKOTİNAMİD	23
4. N,N'-DİETİLNİKOTİNAMİDİN METAL KOMPLEKSLERİ	24
5. MATERYAL VE METOD	37
5.1. Sentez	37
5.2. Metot	38
5.2.1. Elemental Analiz.....	38
5.2.2. Infrared Spektrum	38
5.2.3. Termik Analiz	38
5.2.4. X-Ray Yapı Analizi	40
6. BULGULAR	42
6.1. Elemental Analiz	42
6.2. Infrared Spektrum.....	42
6.3. Termik Analiz.....	42
6.4. X-Ray	42
7. SONUÇ VE TARTIŞMA	76
KAYNAKLAR	84
ÖZGEÇMİŞ	87

ÖZET

Kobalt(II), Nikel(II), Mangan(II), Çinko(II), Kadmiyum(II) ve Bakır(II) metallerinin 4-formilbenzoat ile N,N'-dietilnikotinamid'li komplekslerinden oluşan altı adet kompleks ilk defa sentezlenmiştir

$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	I
$[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	II
$[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	III
$[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	IV
$[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	V
$[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	VI

4-formilbenzoat komplekslerinde, metal : 4-formilbenzoik asit : N,N'-dietilnikotinamid : su oranının 1:2:2:2 oldukları bulunmuştur.

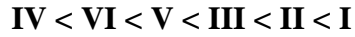
X-ışını kırınımı(X-Ray) yöntemi ile üç kompleksin yapısı aydınlatılmıştır.

20-1000 °C sıcaklık aralığında azot atmosferinde TG-DTG-DTA termik analiz metodu kullanılarak, sentezlenen komplekslerin termal özellikleri eş zamanlı incelendi. Sulu komplekslerin dayanıklılığı aşağıdaki sıraya göre değişmektedir.



Komplekslerin sularını tek basamakta kaybettikleri saptanmıştır.

Susuz komplekslerin termal kararlılıkları ise aşağıdaki sıraya göre değişmektedir.

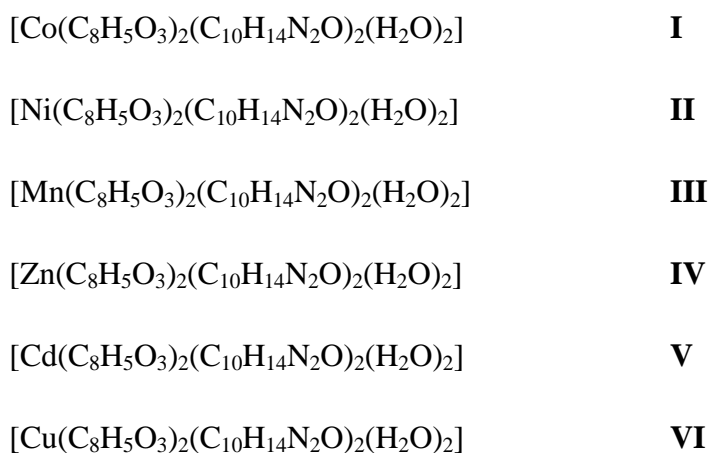


Parçalanma sonucunda parçalanma ürünü olarak komplekslerde; CoO (**I**), NiO (**II**), Mn₃O₄ (**III**), ZnO (**IV**), Cd (**V**) ve Cu(**VI**) olduğu gözlemlenmiştir.

ANAHTAR SÖZCÜKLER; 4-formilbenzoat, N,N'-dietilnikotinamid

ABSTRACT

The metals Co(II), Ni(II), Mn(II), Zn(II), Cd(II) and Cu(II) are made synthesis with six complexes and consisting of 4-formylbenzoate with *N,N'*-diethylnicotinamide for the first time



It is found in 4-formylbenzoate complexes the rate of metal : 4-formylbenzoic acid: *N,N'*-diethylnicotinamide: water is 1:2:2:2.

The structures of three complexes are enlightened with X-ray.

By using TG-DTG, DTA thermic analysis method in nitrogen atmosphere between 20-1000 °C heat, thermal features of complexes which are made syntethesis was spantenrausly studred. The stability of watery complexes is changing according to the following order below:



It is fixed that complexes lost their water on one degree.

As for the thermal stabilities of complexes without water change to the order below:



It is doserved that as a result of fragmation in complexes as a product of fragmation CoO (**I**), NiO (**II**), Mn₃O₄ (**III**), ZnO (**IV**), Cd (**V**) and Cu(**VI**) existed

Key Words: 4-formylbenzoate, *N,N'*-diethylnicotinamide

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

4-FBA	: 4-Formilbenzoik Asit
DENA	: N,N'-Dietilnikotinamid
Me	: Metal
DTA	: Diferansiyel Termik Analiz
TG	: Termogravimetri
a, b, c, α, β, γ	: Birim Hücre Parametreleri
h, k, l	: Miller İndisleri
D_x	: Kristalin X-ışını yoğunluğu
Å	: Angström
°	: Derece
K	: Kelvin
°C	: Santigrad Derece
K	: Skala Faktörü
Cm	: Santimetre
Mg	: Megagram
M	: Metre
MoK_{α}	: Molibden K-alfa (0.71069 Å)
l	: Dalga boyu
q	: (Bragg) gelme ve yansıma açısı
V	: Birim hücre hacmi
M_r	: Bileşiğin formül ağırlığı
Z	: Birim hücredeki asimetrik birim (molekül) sayısı
T_{mak}	: Maksimum geçirgenlik
T_{min}	: Minimum geçirgenlik
Q_{mak}	: Maksimum (Bragg) yansıma açısı
R_{int}	: Toplanan verilerin kalitesini gösteren istatistiksel bir indis

ÇİZELGELER LİSTESİ

	Sayfa No
Çizelge 6.1. Komplekslerin elemental analiz verileri.....	42
Çizelge 6.2. Komplekslerin IR spektrum verileri.....	49
Çizelge 6.3. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin termik analiz verileri.....	56
Çizelge 6.4. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin termik analiz verileri.....	56
Çizelge 6.5. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin termik analiz verileri.....	57
Çizelge 6.6. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin termik analiz verileri.....	57
Çizelge 6.7. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin termik analiz verileri.....	58
Çizelge 6.8. $[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin termik analiz verileri.....	58
Çizelge 6.9. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin kristalografik verileri	59
Çizelge 6.10. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kristaline ait atomik koordinatlar ve izotropik eşdeğer yer değiştirme parametreleri.....	60
Çizelge 6.11. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kristaline ait geometrik parametreler.....	61
Çizelge 6.12. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin kristalografik verileri	65
Çizelge 6.13. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kristaline ait atomik koordinatlar ve izotropik eşdeğer yer değiştirme parametreleri.....	66
Çizelge 6.14. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kristaline ait	

geometrik parametreler.....	67
Çizelge 6.15. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin kristalografik verileri	71
Çizelge 6.16. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kristaline ait atomik koordinatlar ve izotropik eşdeğer yer değiştirme parametreleri	72
Çizelge 6.17. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kristaline ait geometrik parametreler.....	73

ŞEKİLLER DİZİNİ

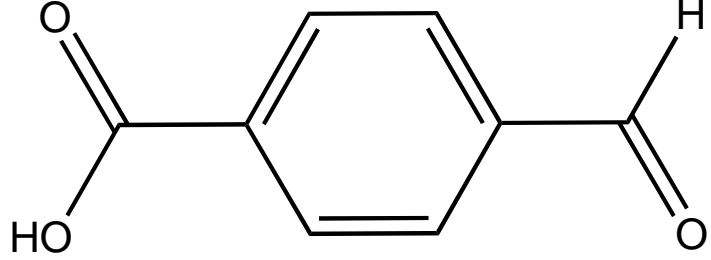
Sayfa No

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 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. $[\text{Co}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)_2 \cdot (\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2]$ kompleksinin molekül yapısı.....	20
Şekil 2.24. $\text{Cd}(\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{N}_4)[\text{CdCl}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 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 4.1. $\text{Cd}(\text{DENA})(\text{NSC})_2$ kompleksinin molekül yapısı.....	25
Şekil 4.2. $\text{Zn}(\text{DENA})_2(\text{NSC})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ kompleksinin molekül yapısı.....	26
Şekil 4.3. $\text{ZnCl}_2(\text{DENA})_2$ kompleksinin molekül yapısı.....	27
Şekil 4.4. $\text{ZnI}_2(\text{DENA})_2$ kompleksinin molekül yapısı.....	28
Şekil 4.5. $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})$ kompleksinin molekül yapısı.....	29
Şekil 4.6. $[\text{Cu}_2(\text{C}_6\text{H}_5\text{COO})_4(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2]$ kompleksinin xz düzleme Projeksiyonu.....	30
Şekil 4.7. $[\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_3)_4(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin xz düzleme Projeksiyonu.....	31
Şekil 4.8. Diaquabis (N,N' -dietilnikotinamid- N^1)bis-(2-hidroksibenzoat-O) kobalt (II) kompleksinin molekül yapısı.....	32
Şekil 4.9. $[\text{Cu}(\text{C}_7\text{H}_4\text{NO}_4)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin xz düzleme projeksiyonu.....	33
Şekil 4.10. $[\text{Mn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı.....	34
Şekil 4.11. $[\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı....	34
Şekil 4.12. $[\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{FO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı.....	35
Şekil 4.13. $[\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{BrO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı...	35
Şekil 4.14. $[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_7\text{O}_4)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı.....	36
Şekil 6.1. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin IR spektrumu.....	43
Şekil 6.2. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin IR spektrumu.....	44
Şekil 6.3. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin IR spektrumu.....	45
Şekil 6.4. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin IR spektrumu.....	46
Şekil 6.5. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin IR spektrumu.....	47
Şekil 6.6. $[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin IR spektrumu.....	48

Şekil 6.7. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri	50
Şekil 6.8. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri	51
Şekil 6.9. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri	52
Şekil 6.10. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri	53
Şekil 6.11. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri	54
Şekil 6.12. $[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri.....	55
Şekil 7.1. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin açık yapı formülü.....	81
Şekil 7.2. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin açık yapı formülü.....	81
Şekil 7.3. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin açık yapı formülü...82	
Şekil 7.4. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin muhtemel açık yapı formülü.....	82
Şekil 7.4. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin muhtemel açık yapı formülü.....	83
Şekil 7.4. $[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin muhtemel açık yapı formülü.....	83

1. GİRİŞ

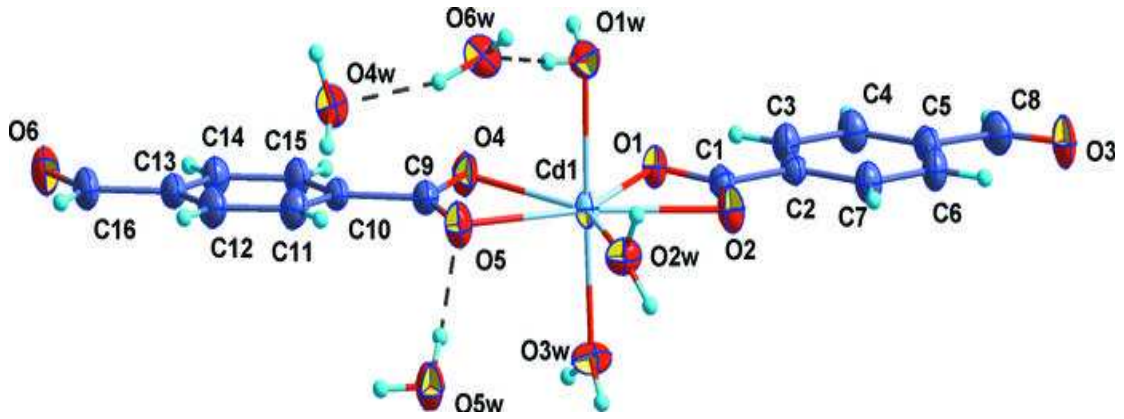


Yukarıda açık formülü verilen bileşiğin kapalı formülü $C_8H_6O_3$ olup molekül ağırlığı 150,03' tür. IUPAC ismi 4-formilbenzoik asit'tir, *4-karboksibenzaldehit* ve *benzaldehit-4-karboksilik asit* isimleriyle de bilinmektedir. Bileşiğin erime noktası $247^\circ C$ 'dir.

4-formilbenzoik asit terephthalic asidin üretiminde ana oksidasyon ürünü olarak kullanılmaktadır. 4-formilbenzoik asidin floresan özellikleri farklı polar ve asidik çözeltiler kullanılarak araştırılmıştır [1].

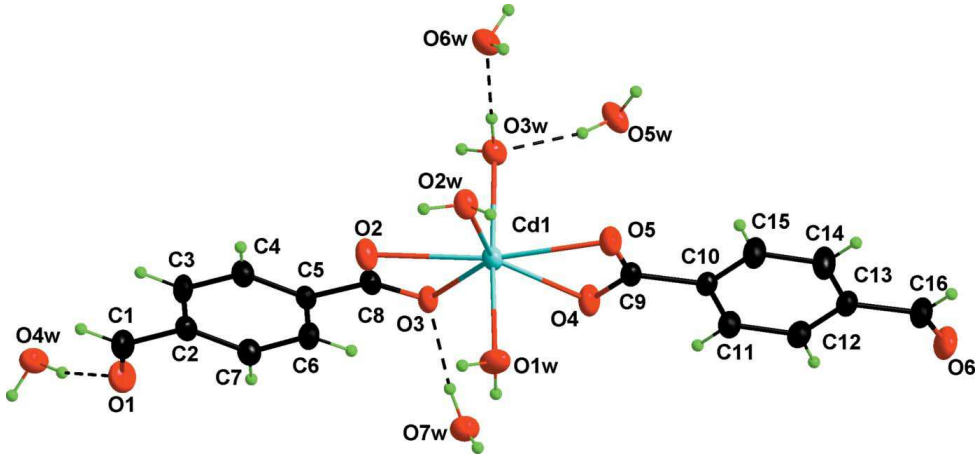
2. 4-FORMİLBENZOİK ASİTİN METAL KOMPLEKSLERİ

[Cd(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₃]·3H₂O 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(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₃·3H₂O tek çekirdekli nötr komplekste Cd atomu iki 4-formilbenzoat ligantıyla şelatlanmıştır ve üç su molekülüyle pentagonal-bipramit şeklinde koordine olmuştur (Şekil 2.1).



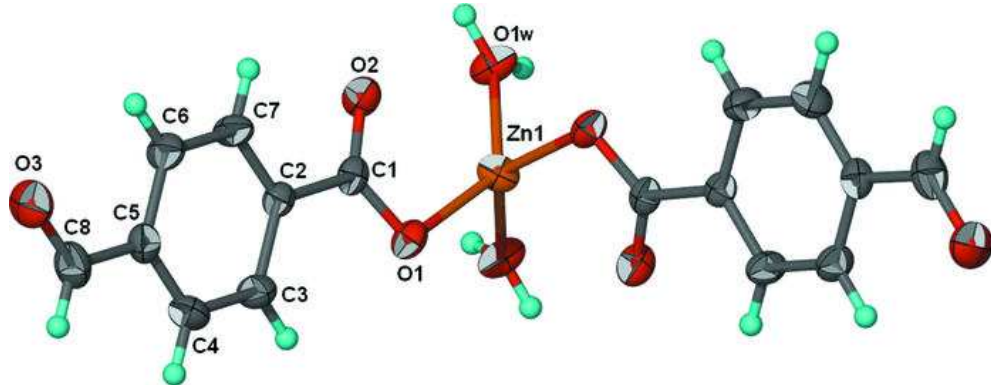
Şekil 2.1. [Cd(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₃]·3H₂O kompleksinin molekül yapısı [2]

[Cd(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₃]·3.5H₂O kompleksinin molekül yapısı Z-P Deng ve arkadaşları tarafından incelenmiştir [3]. [Cd(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₃]·3.5H₂O 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 ligantı ve koordinasyona katılmış üç su molekülü ile birlikte koordinasyona katılmayan üç buçuk su molekülüyle nötr tek çekirdekli [Cd(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₃]·3.5H₂O 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.



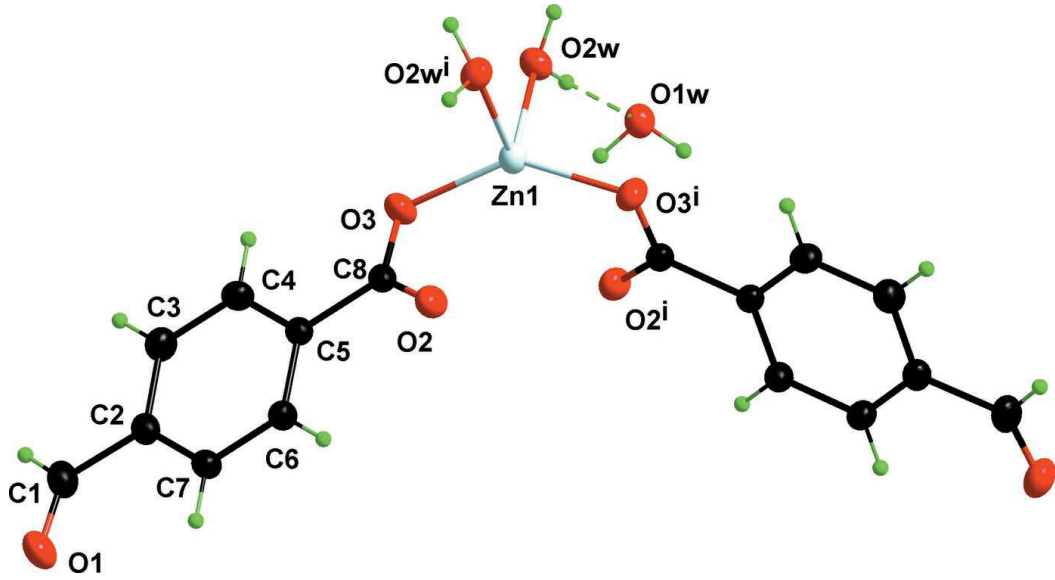
Şekil 2.2. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_3] \cdot 3.5\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı [3]

$[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ 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.



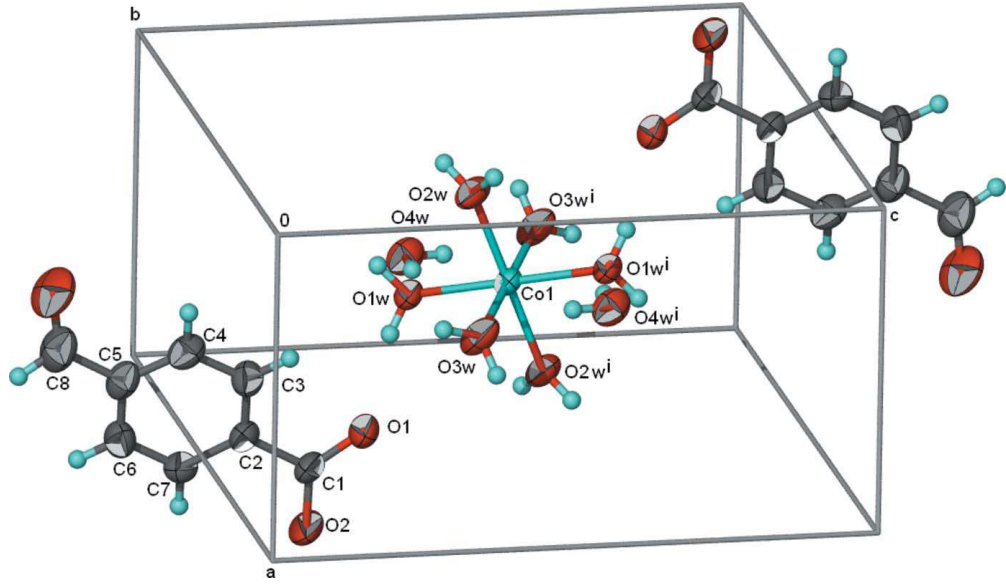
Şekil 2.3. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı [4]

[Zn(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₂].H₂O kompleksinin molekül yapısı Z-P Deng ve arkadaşları tarafından incelenmiştir [5]. [Zn(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₂].H₂O 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(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₂].H₂O 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).



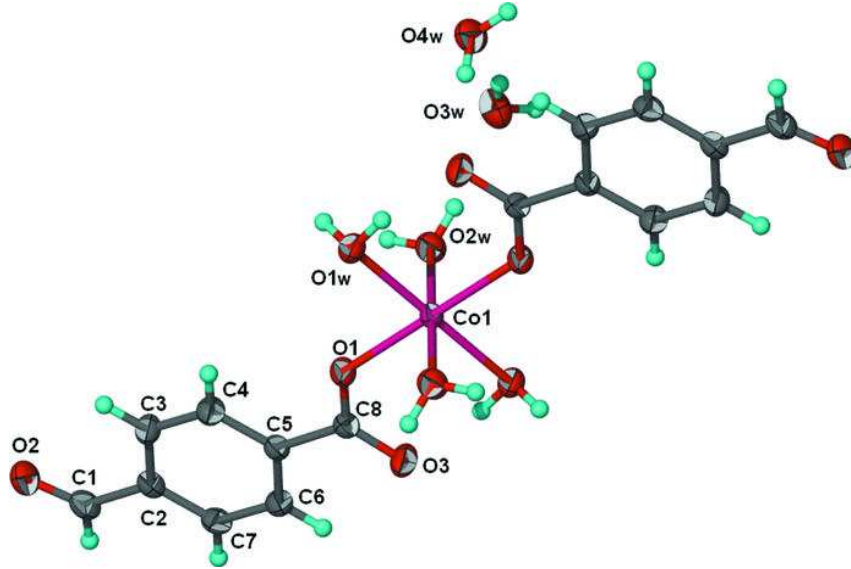
Şekil 2.4. [Zn(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₂].H₂O kompleksinin molekül yapısı [5]

[Co(H₂O)₆](C₈H₅O₃)₂.2H₂O 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(H₂O)₆](C₈H₅O₃)₂.2H₂O 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].



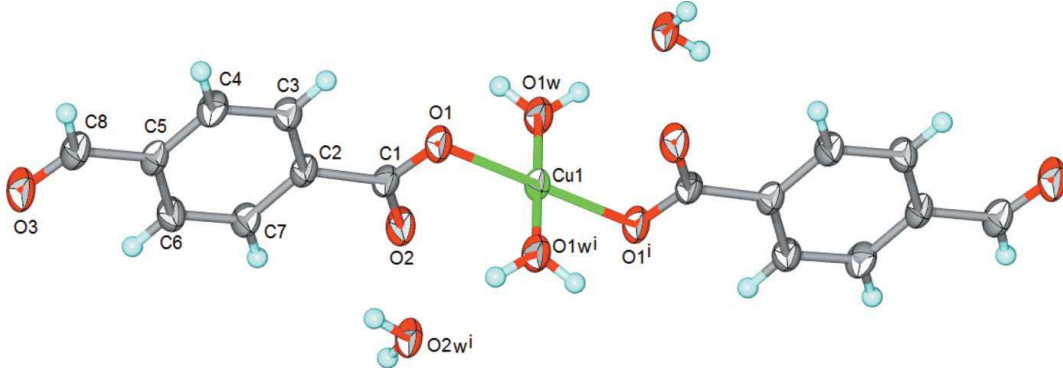
Şekil 2.5. $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı [6]

$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 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]. Triklirik sistemde kristallenen maddenin birim hücre parametreleri ise şöyledir. $a = 7.1472 (3) \text{ \AA}$, $b = 7.4759 (4) \text{ \AA}$, $c = 11.5720 (6) \text{ \AA}$, $\alpha = 77.114 (2)^\circ$, $\beta = 77.905 (2)^\circ$, $\gamma = 63.839 (1)^\circ$, $V = 536.61 (5) \text{ \AA}^3$, $Z = 1$



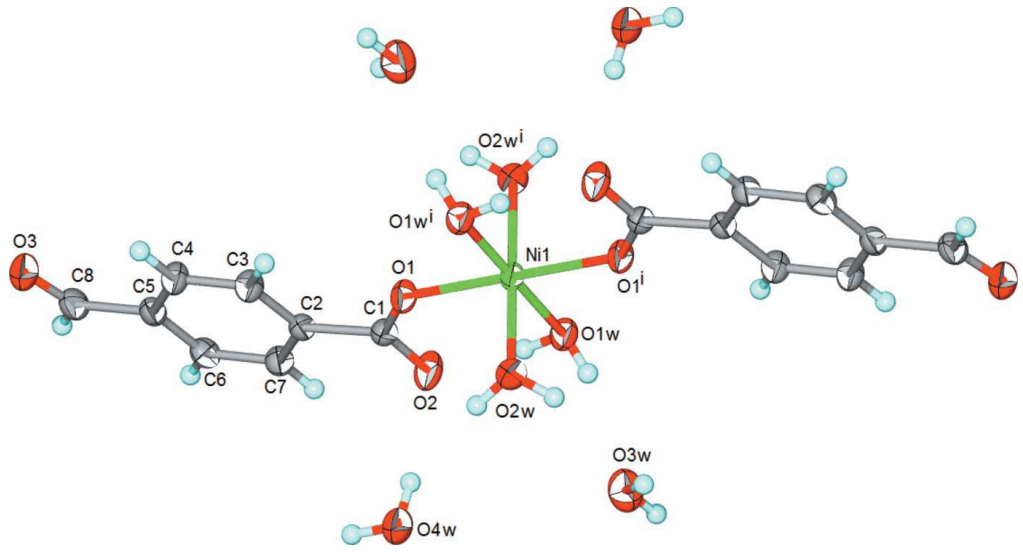
Şekil 2.6. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı [7]

[Cu(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₂]₂·2H₂O 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(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₂]₂·2H₂O 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].



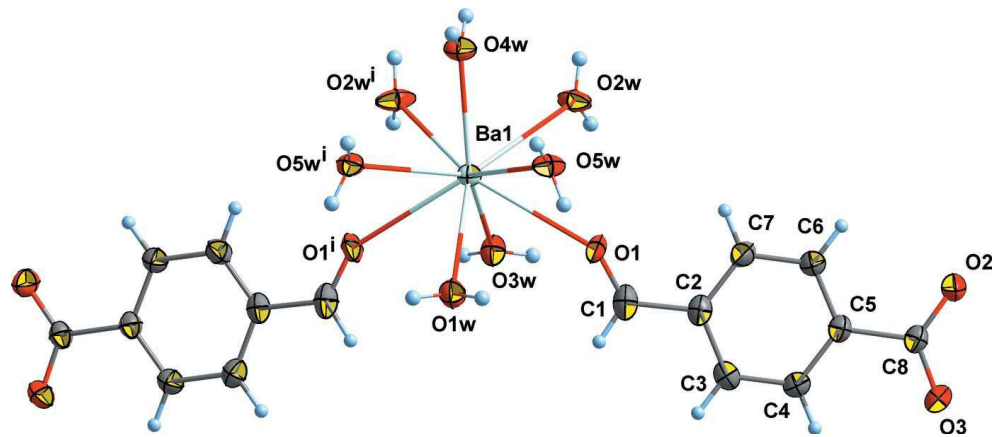
Şekil 2.7. [Cu(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₂]₂·2H₂O kompleksinin molekül yapısı [8]

[Ni(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₄]₂·4H₂O 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(C₈H₅O₃)₂(H₂O)₄]₂·4H₂O 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].



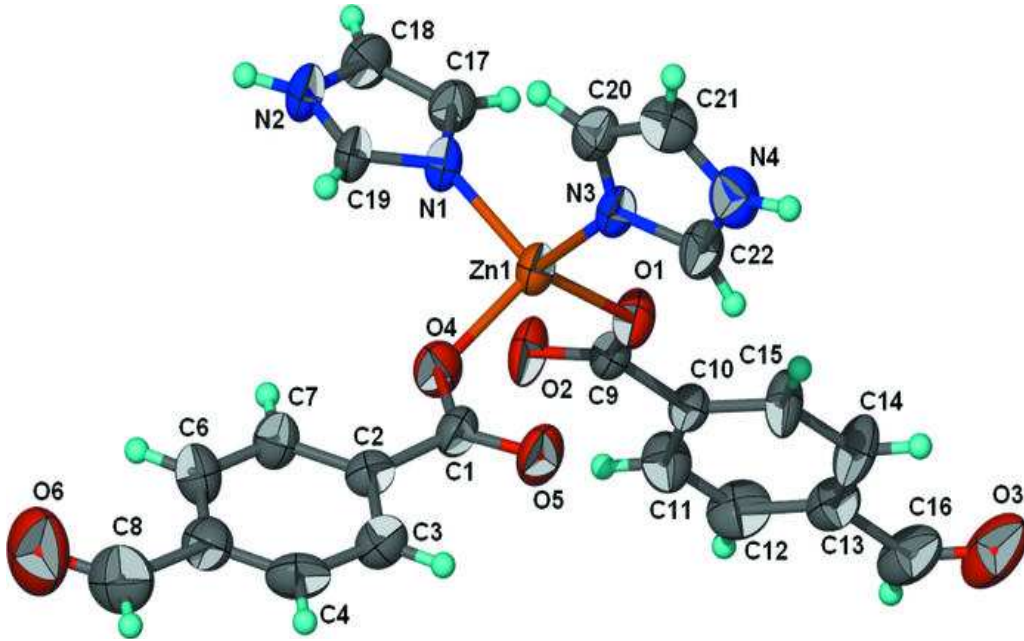
Şekil 2.8. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı [9]

$[\text{Ba}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_7]$ 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]

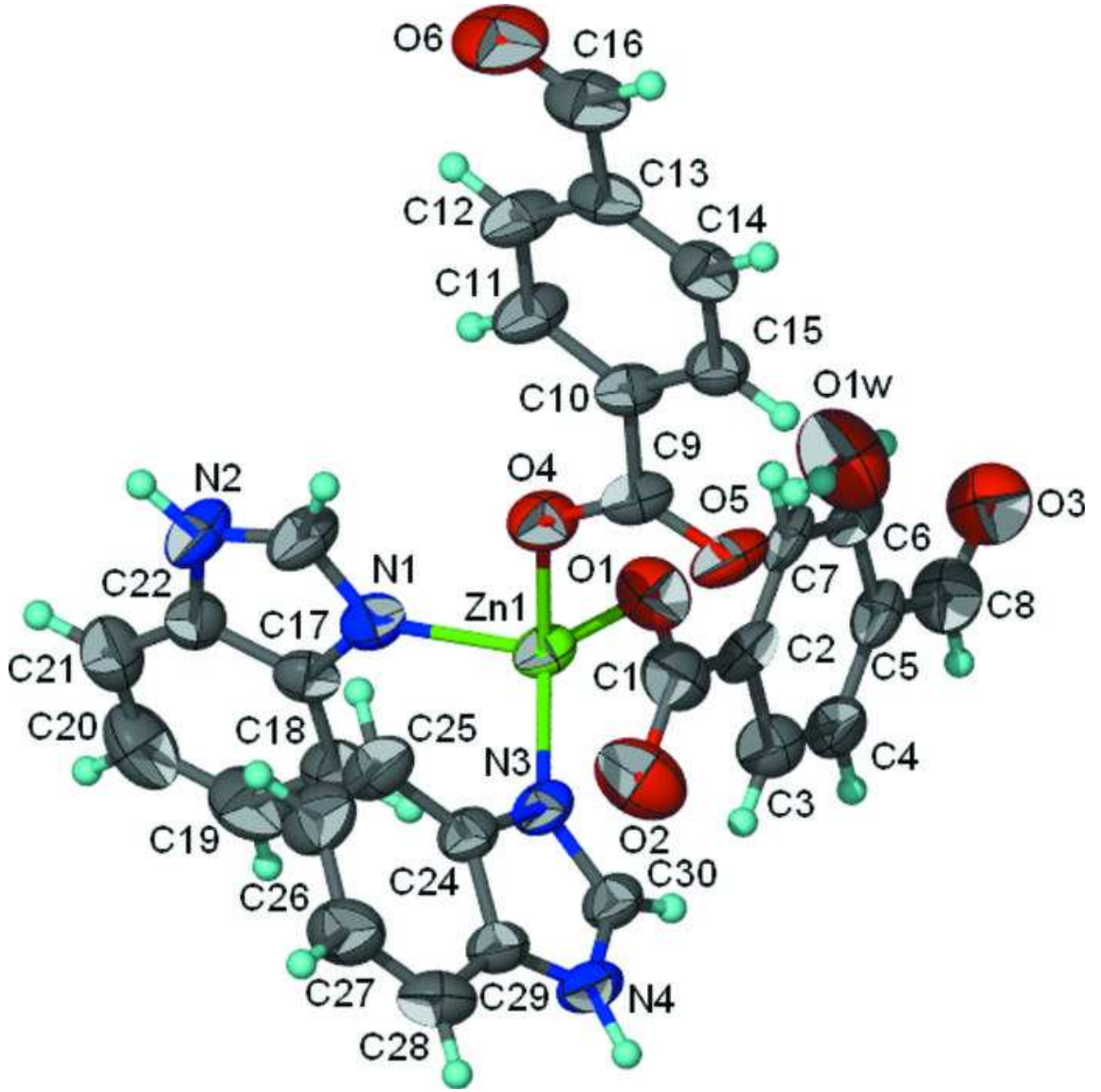
$[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2]$ kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri $a = 11.9413 (9) \text{ \AA}$, $b = 7.0455 (5) \text{ \AA}$, $c = 14.2092 (9) \text{ \AA}$, $\alpha = 109.904 (2)^\circ$, $V = 1124.1 (1) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2]$ kompleksi tetrahedral bir geometrik yapıya sahiptir (Şekil 2.10) ve komşu moleküllerle N-H \cdots O şeklinde hidrojen bağları oluştururlar [11].



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 [11]

$[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri : $a = 13.7968 (8) \text{ \AA}$, $b = 17.0524 (8) \text{ \AA}$, $c = 23.848 (1) \text{ \AA}$, $\alpha = 92.954 (1)^\circ$, $V = 5603.1 (5) \text{ \AA}^3$, $Z = 8$. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ 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 çarpıtılmıştır [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]

$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ kompleksleri eş yapılıdır (Şekil 2.12, 2.13, 2.14). Üç komplekste su molekülleri ve heterosiklik imidazoller koordine kovalent bağ oluştururken, tüm trans oktahedral geometrilere substitue olmuş benzoat gruplarına kovalent olarak bağlıdır. Cobalt, mangan ve nikel atomları simetri merkezine yerleşmiştir [13,14,15].

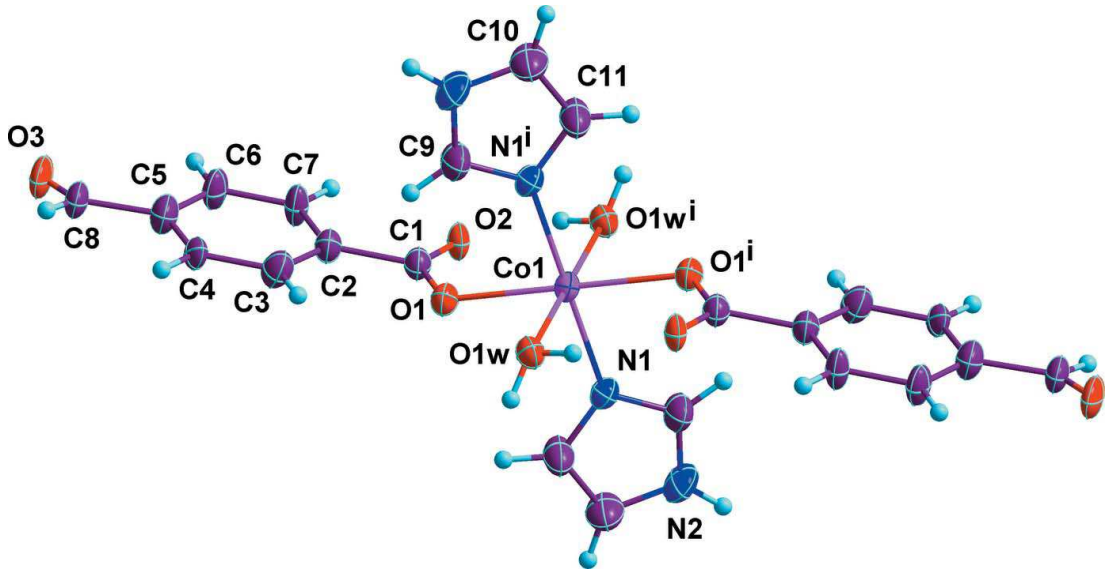
$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2]\cdot\text{H}_2\text{O}$ ve $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2]\cdot\text{H}_2\text{O}$ komplekslerinin üçü de triklinik sistemde kristallenmiştir [13,14,15].

Komplekslerin birim hücre parametreleri sırasıyla aşağıdaki gibidir :

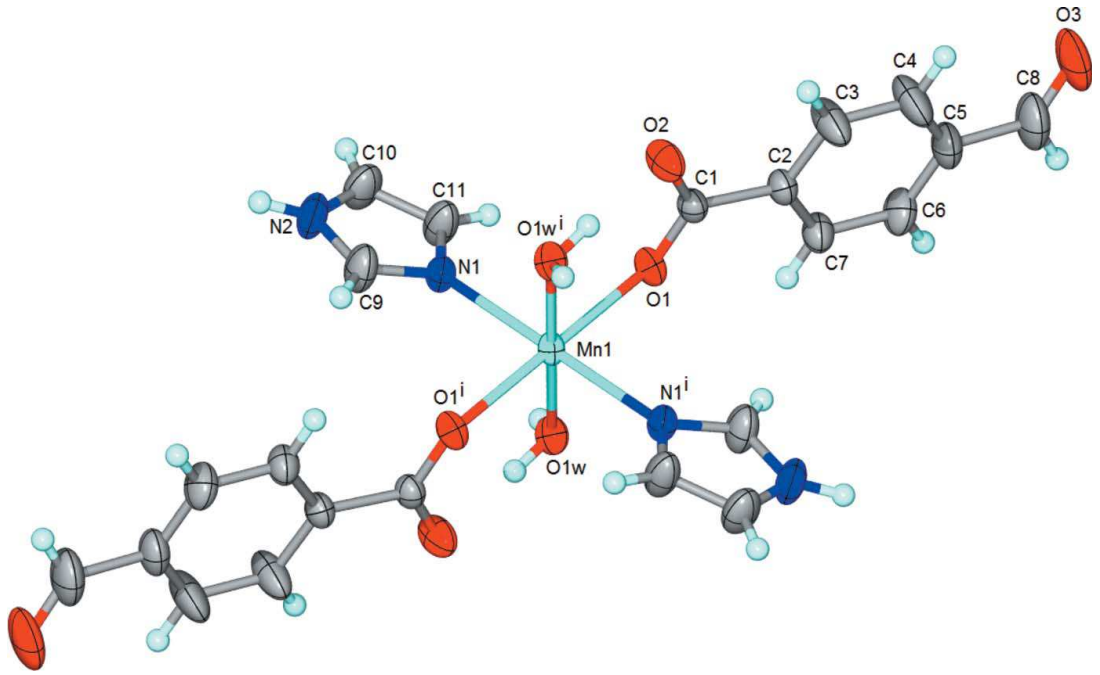
$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksi : $a = 5.6179 (11) \text{ \AA}$, $b = 8.0819 (16) \text{ \AA}$, $c = 12.871 (3) \text{ \AA}$, $\alpha = 74.56 (3)^\circ$, $\beta = 86.29 (3)^\circ$, $\gamma = 86.83 (3)^\circ$, $V = 561.7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

$[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2]\cdot\text{H}_2\text{O}$ kompleksi : $a = 5.644 (2) \text{ \AA}$, $b = 8.141 (4) \text{ \AA}$, $c = 12.940 (5) \text{ \AA}$, $\alpha = 75.626 (1)^\circ$, $\beta = 86.664 (1)^\circ$, $\gamma = 86.384 (1)^\circ$, $V = 574.3 (4) \text{ \AA}^3$, $Z = 1$, $D_x = 1.519 \text{ Mg m}^{-3}$.

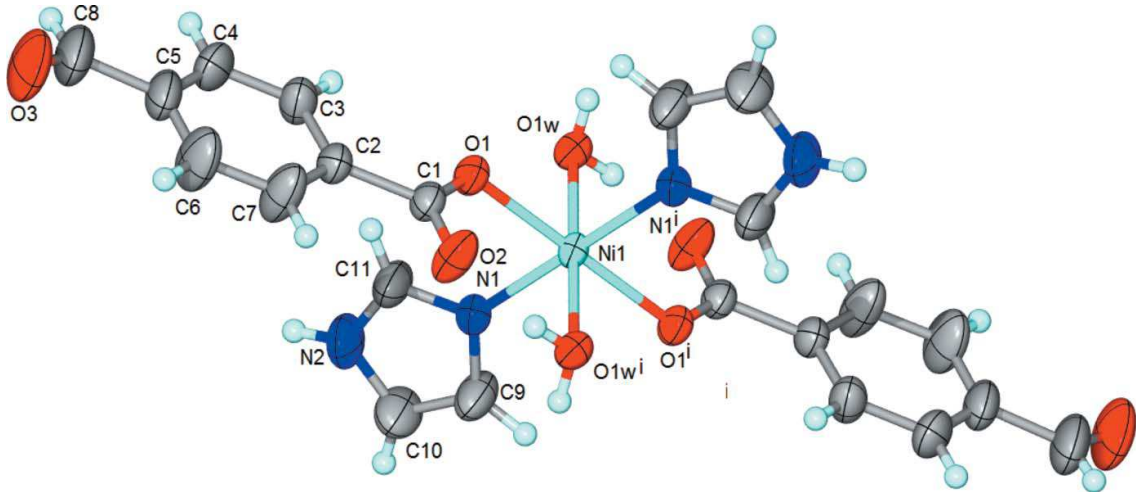
$[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2]\cdot\text{H}_2\text{O}$ kompleksi : $a = 5.6143 (2) \text{ \AA}$, $b = 8.0757 (4) \text{ \AA}$, $c = 12.8208 (5) \text{ \AA}$, $\alpha = 73.995 (1)^\circ$, $\beta = 86.114 (1)^\circ$, $\gamma = 87.038 (1)^\circ$, $V = 557.14 (4) \text{ \AA}^3$, $Z = 1$, $D_x = 1.577 \text{ Mg m}^{-3}$.



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]

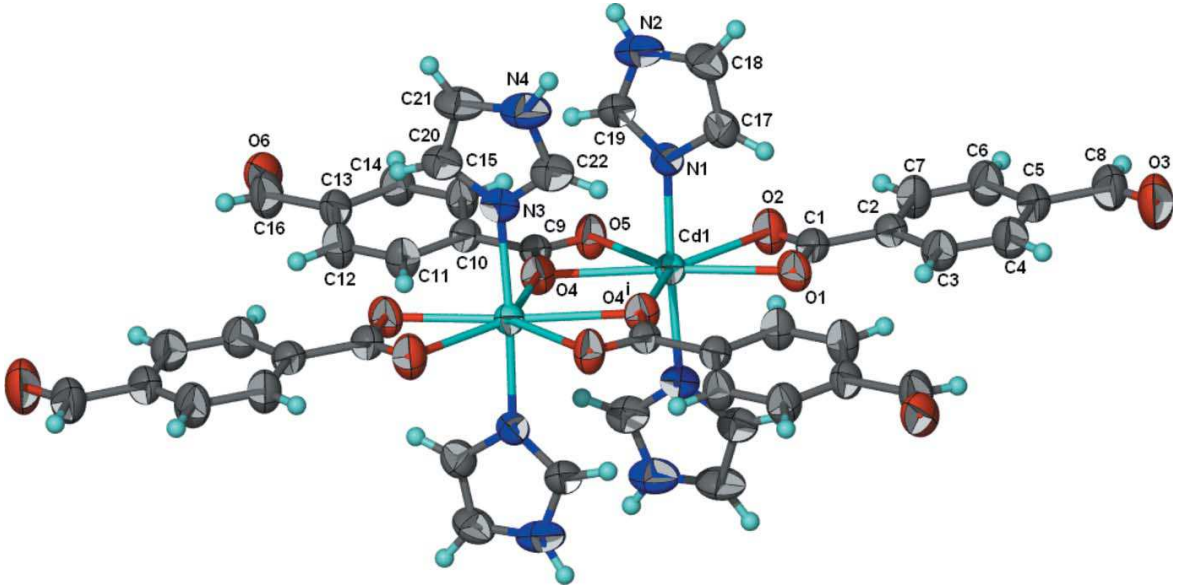


Şekil 2.13. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı [14]



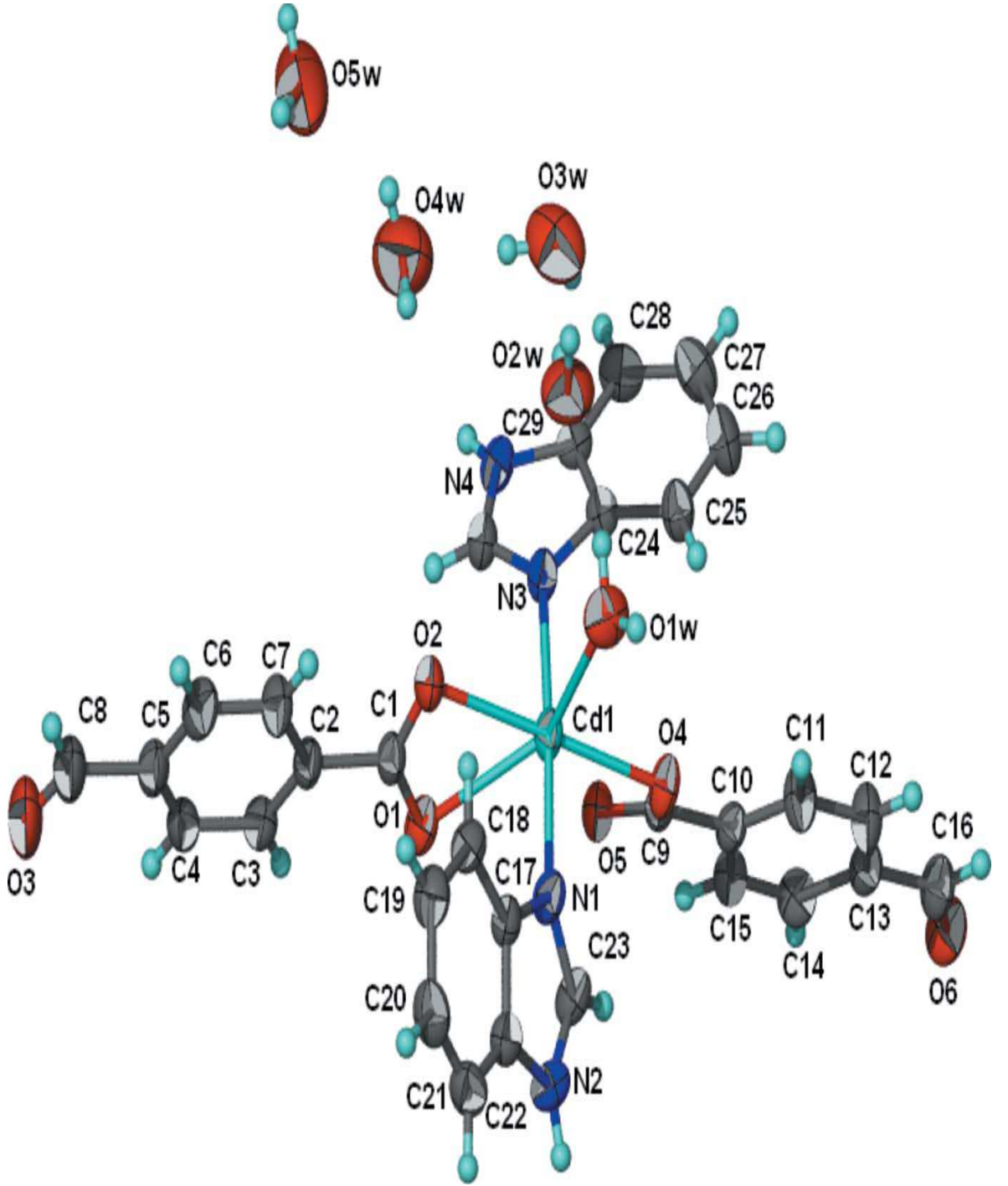
Şekil 2.14. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı [15]

$[\text{Cd}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_4(\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2)_4]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 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]

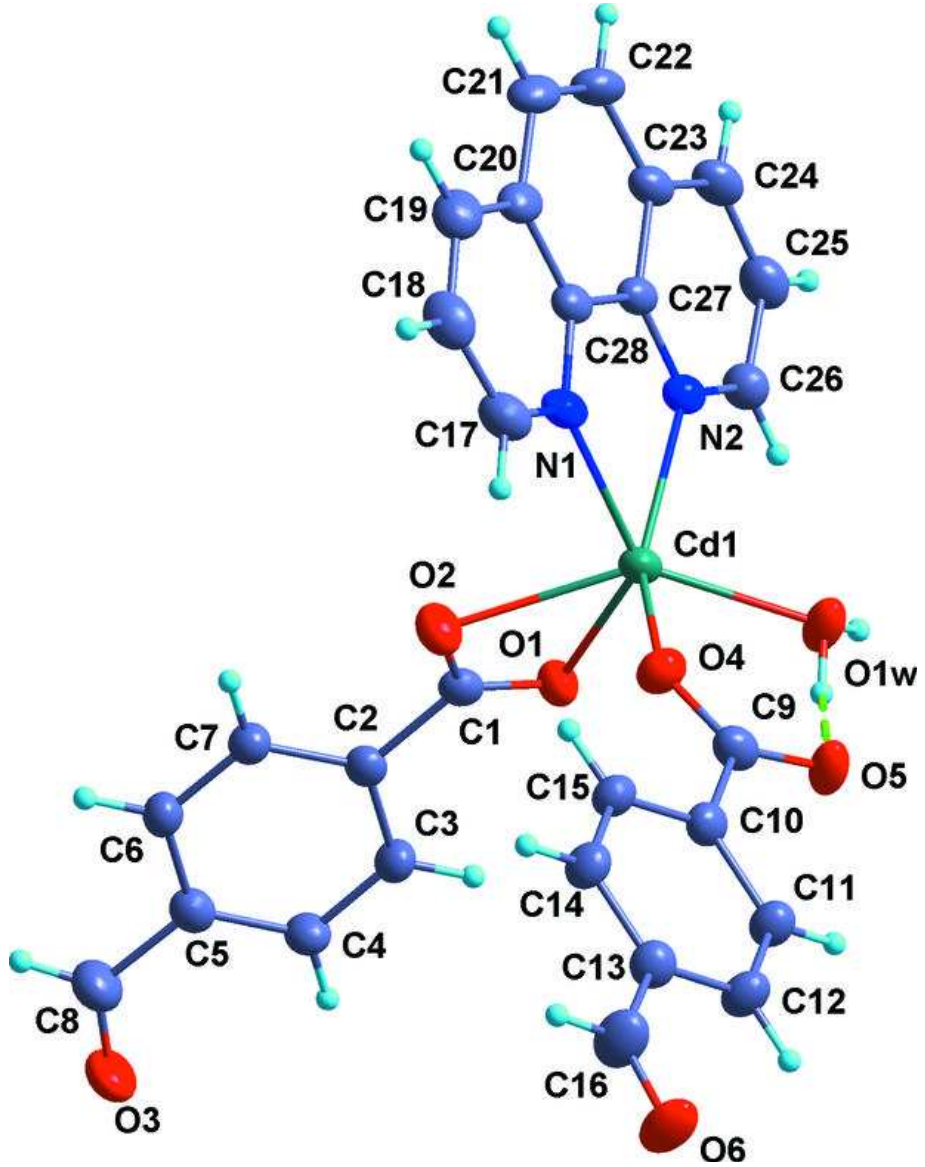
$[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})]\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ kompleksi triklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri : $a = 11.294 (2) \text{ \AA}$, $b = 12.656 (2) \text{ \AA}$, $c = 12.936 (3) \text{ \AA}$, $\alpha = 73.024 (3)^\circ$, $\beta = 69.403 (3)^\circ$, $\gamma = 70.883 (3)^\circ$, $V = 1602.4 (5) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $D_x = 1.528 \text{ Mg m}^{-3}$. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})]\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 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 pozisyonadadır. 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]

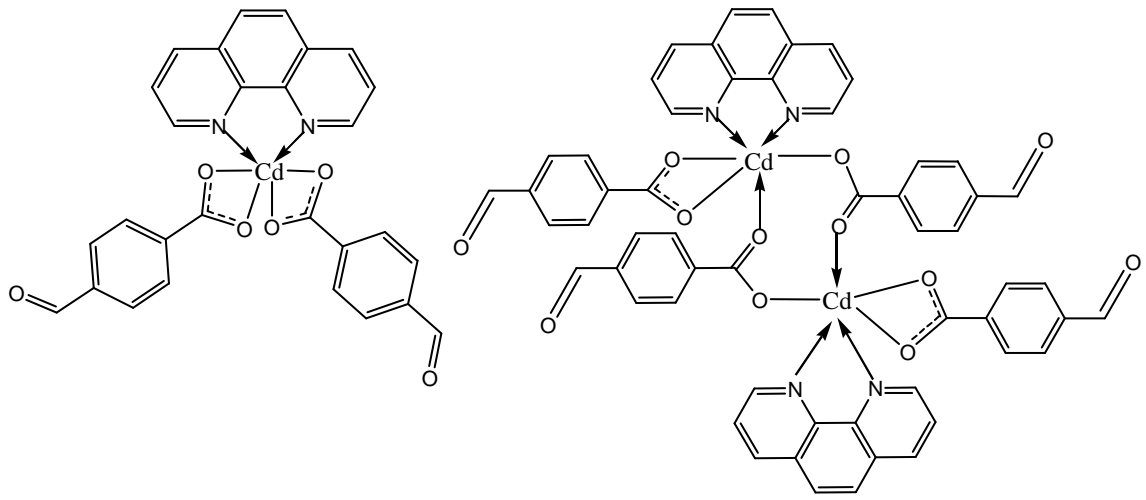
$[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$ kompleksi triklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri : $a = 6.357 (1) \text{ \AA}$, $b = 19.668 (4) \text{ \AA}$, $c = 9.766 (2) \text{ \AA}$, $\alpha = 90.11 (3)^\circ$,

$V = 1221.0 (4) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$ 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].



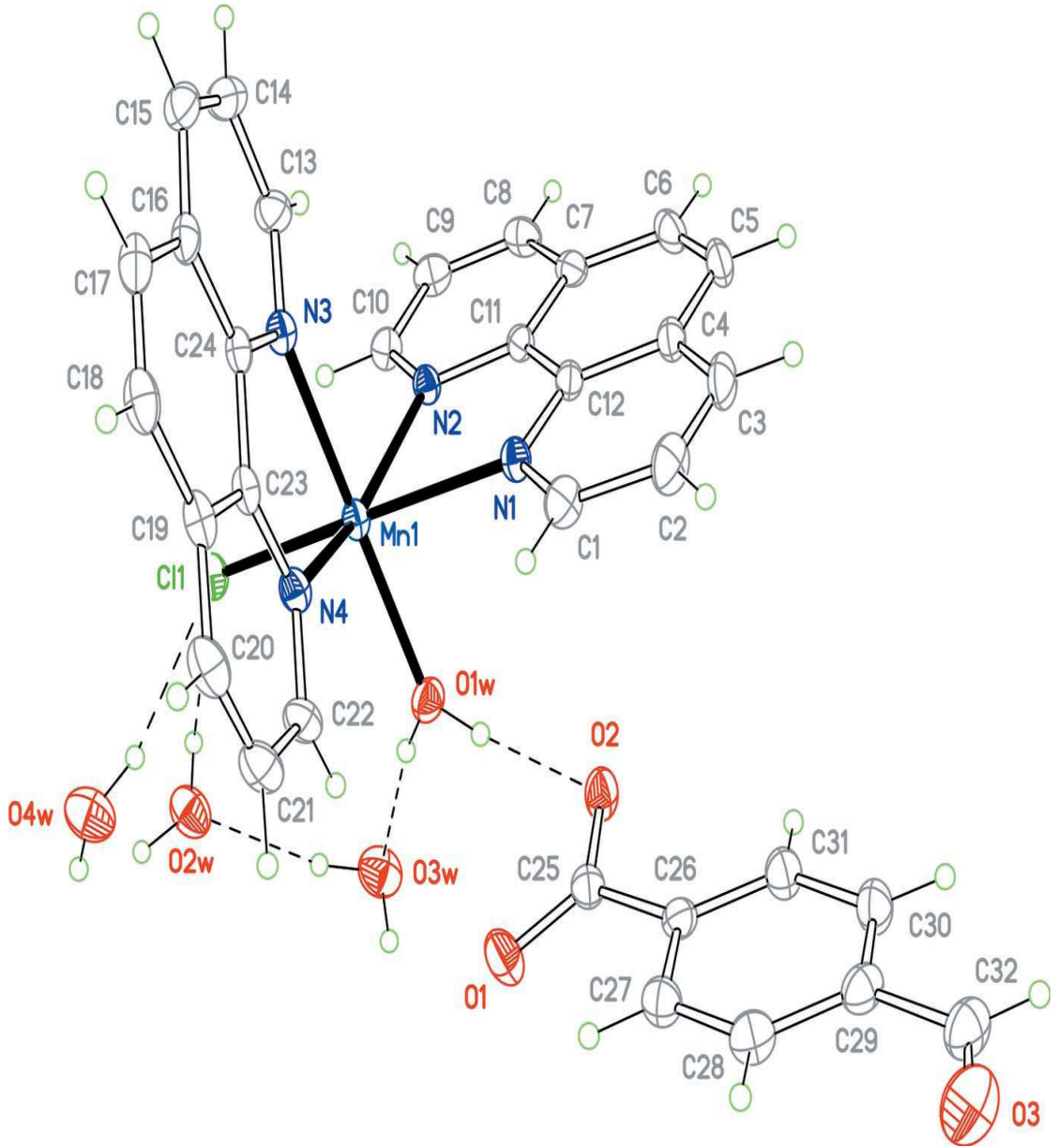
Şekil 2.17. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$ kompleksinin molekül yapısı [18]

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. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)]$ $[\text{Cd}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_4(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_2]$ kompleksinin molekül yapısı [19]

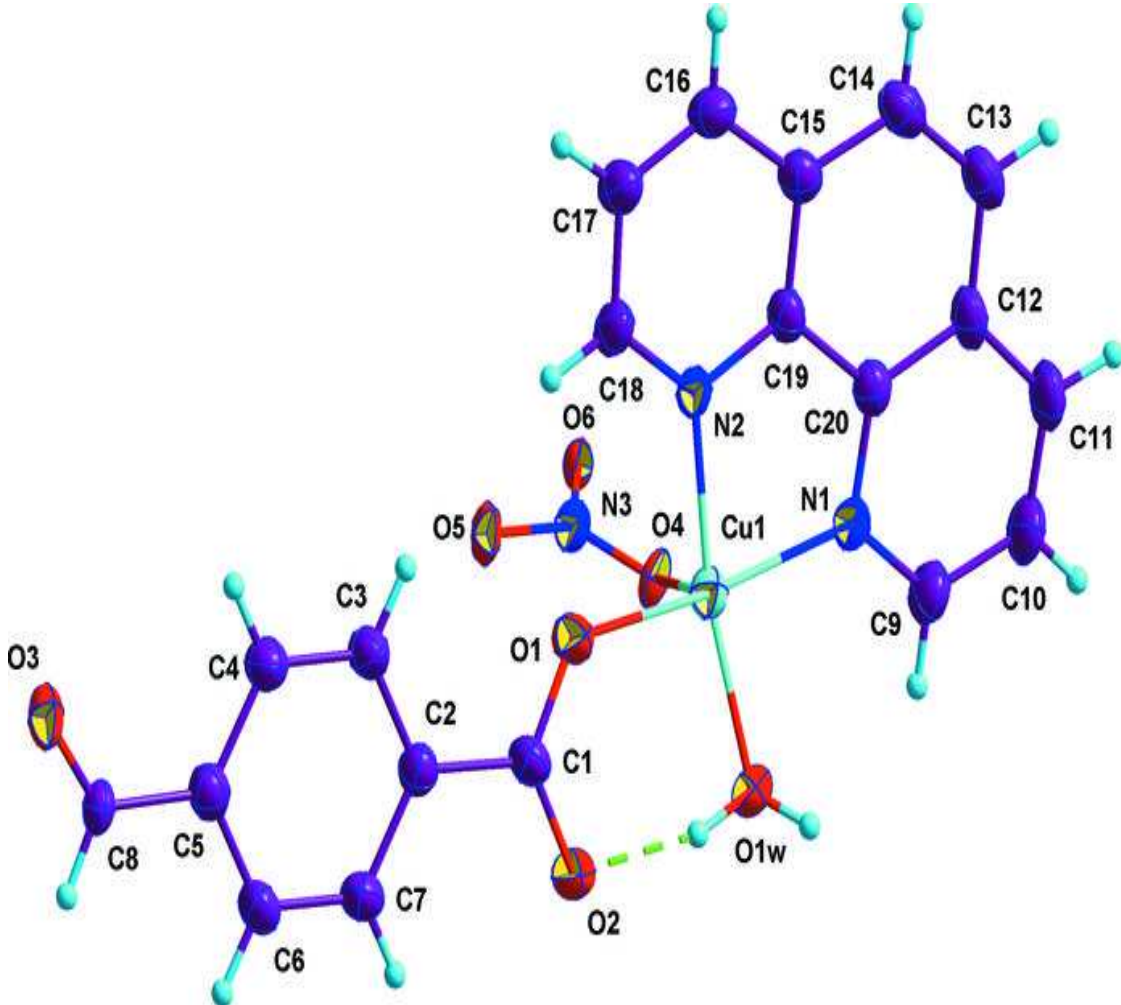
$[\text{MnCl}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ kompleksi 4-formilbenzoat cis- $[\text{Mn}(\text{phen})_2(\text{H}_2\text{O})\text{Cl}]^+$ kationların da Mn(II) atomu iki fenantrolin ligantının dört azot atomu, bir klor 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 $a = 7.6070 (15) \text{ \AA}$, $b = 9.0859 (18) \text{ \AA}$, $c = 14.147 (3) \text{ \AA}$, $\alpha = 88.88 (3)^\circ$, $\beta = 74.49 (3)^\circ$, $\gamma = 86.60 (3)^\circ$, $V = 940.5 (4) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$.



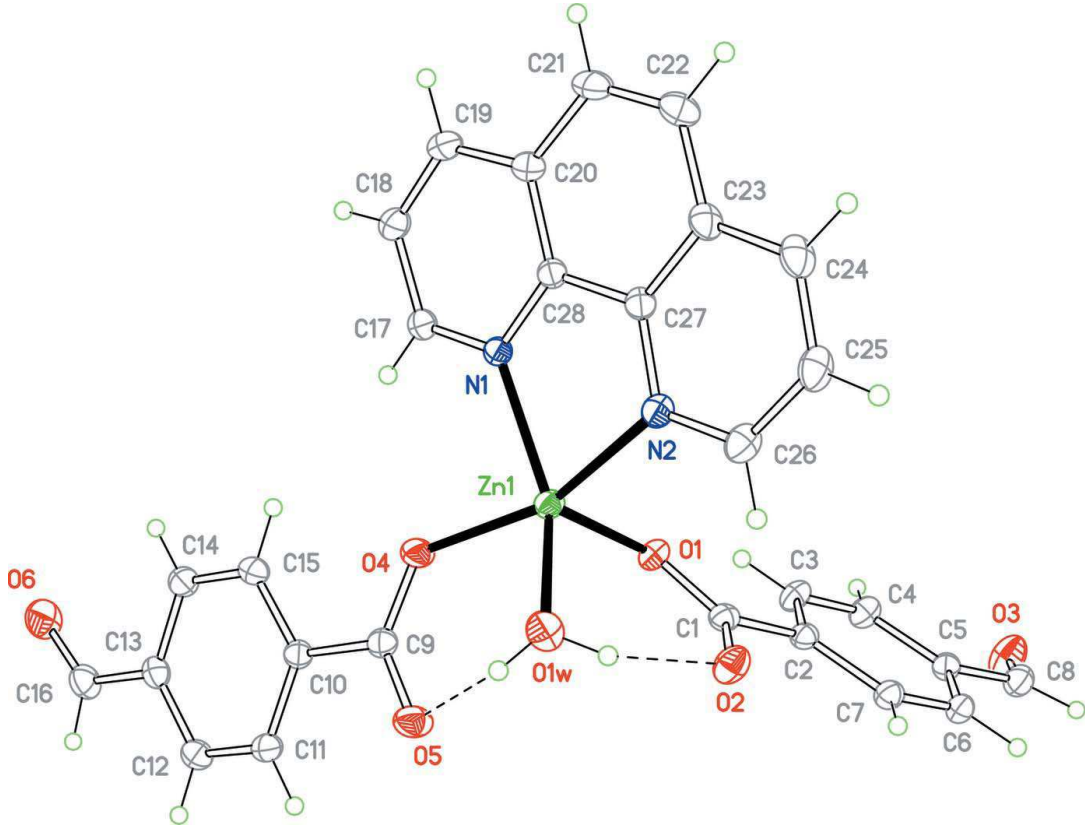
Şekil 2.20. $[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)(\text{NO}_3)(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)(\text{H}_2\text{O})]$ kompleksinin molekül yapısı [21]

İki biçimde kristallenen 4-formilbenzoik asit, metal karboksilat sentezinde kullanılır [27]. Fakat, 4-FBAH₂' nin kimyasal koordinasyonu günümüzde hala keşfedilmemiştir. Son zamanlarda tek boyutlu koordinasyon biçimleri gösteren 4-FBA⁻ 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(C₈H₅O₃)₂(C₁₂H₈N₂)(H₂O)] kompleksi triklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri $a = 7.7953 (16) \text{ \AA}$, $b = 10.517 (2) \text{ \AA}$, $c = 15.323 (3) \text{ \AA}$, $\alpha = 106.87 (3)^\circ$, $\beta = 93.24 (3)^\circ$, $\gamma = 95.32 (3)^\circ$, $V = 1192.4 (5) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $D_x = 1.565 \text{ Mg m}^{-3}$.

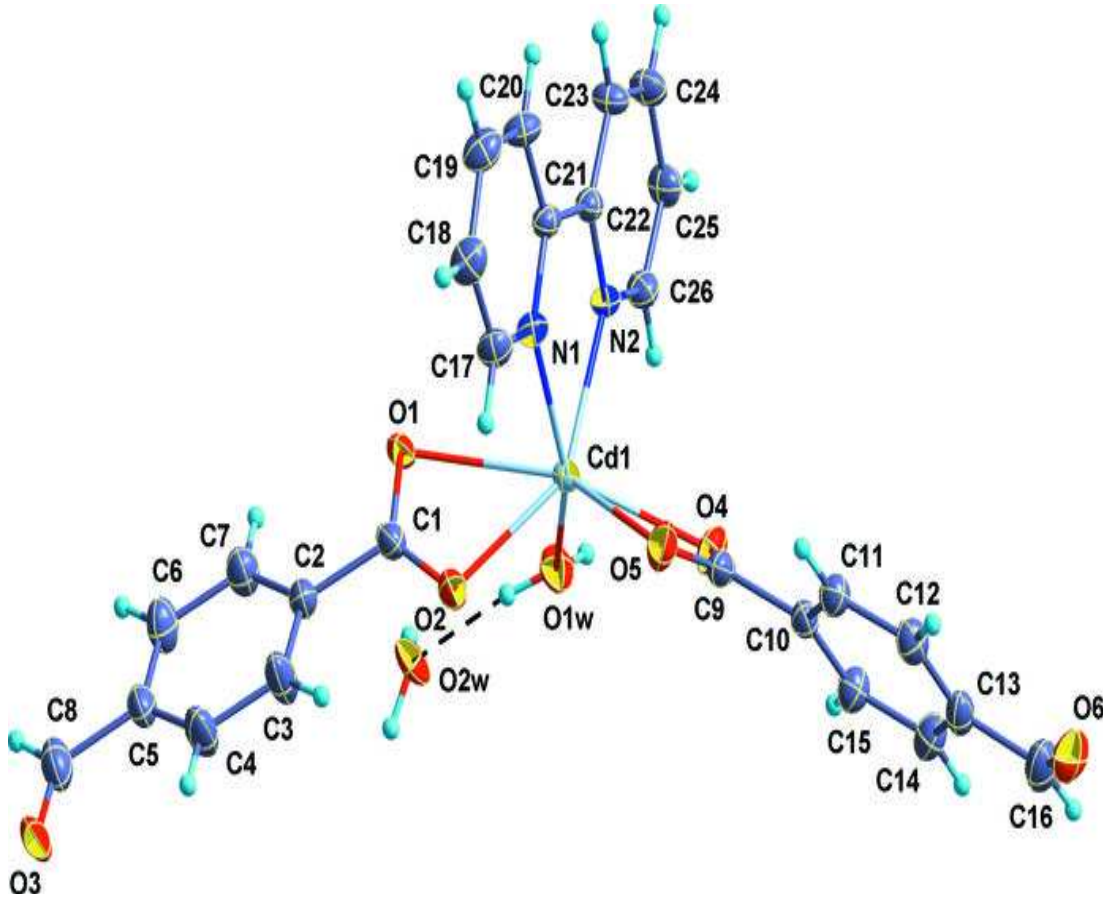
[Zn(C₈H₅O₃)₂(C₁₂H₈N₂).(H₂O)] kompleksinde Zn atomu bir su molekülü iki tane formilbenzoat grubunun birer oksijen atomu ve 1,10- fenantrolinin iki azot atomuyla koordine olmuştur. Komşu kompleks molekülleri π - π etkileşimleri vasıtasıyla tek boyutlu zincir yapısında bağlanmışlardır [22].

[Zn(C₈H₅O₃)₂(C₁₂H₈N₂)(H₂O)]'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(C₈H₅O₃)₂(C₁₂H₈N₂)(H₂O)] kompleksinin molekül yapısı [22]

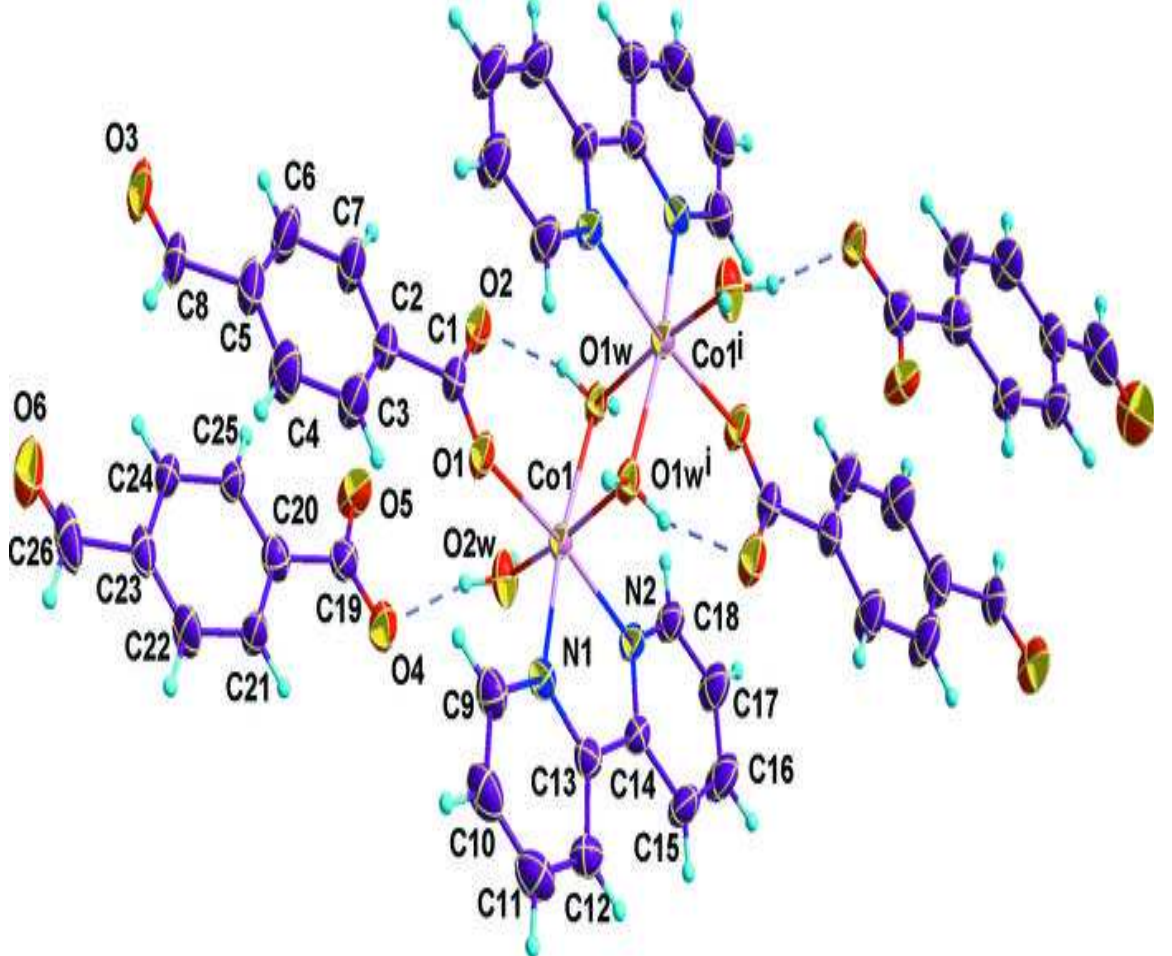
[Cd(C₈H₅O₃)₂(C₁₀H₈N₂)(H₂O)]·H₂O kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri : $a = 23.878 (5) \text{ \AA}$, $b = 6.3586 (13) \text{ \AA}$, $c = 17.048 (3) \text{ \AA}$, $\alpha = 106.10 (3)^\circ$, $V = 2486.8 (9) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. [Cd(C₈H₅O₃)₂(C₁₀H₈N₂)(H₂O)]·H₂O 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(C₈H₅O₃)₂(C₁₀H₈N₂)(H₂O)]·H₂O kompleksinin yapısı [23]

[Co₂(C₈H₅O₃)₂(C₁₀H₈N₂)₂(H₂O)₄](C₈H₅O₃)₂ 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⁻ 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^{II}-Co^{II} arasındaki mesafe 3,344 (4) Å'dur. Katyon ve anyonlar arasında hidrojen bağları oluşmaktadır [24].

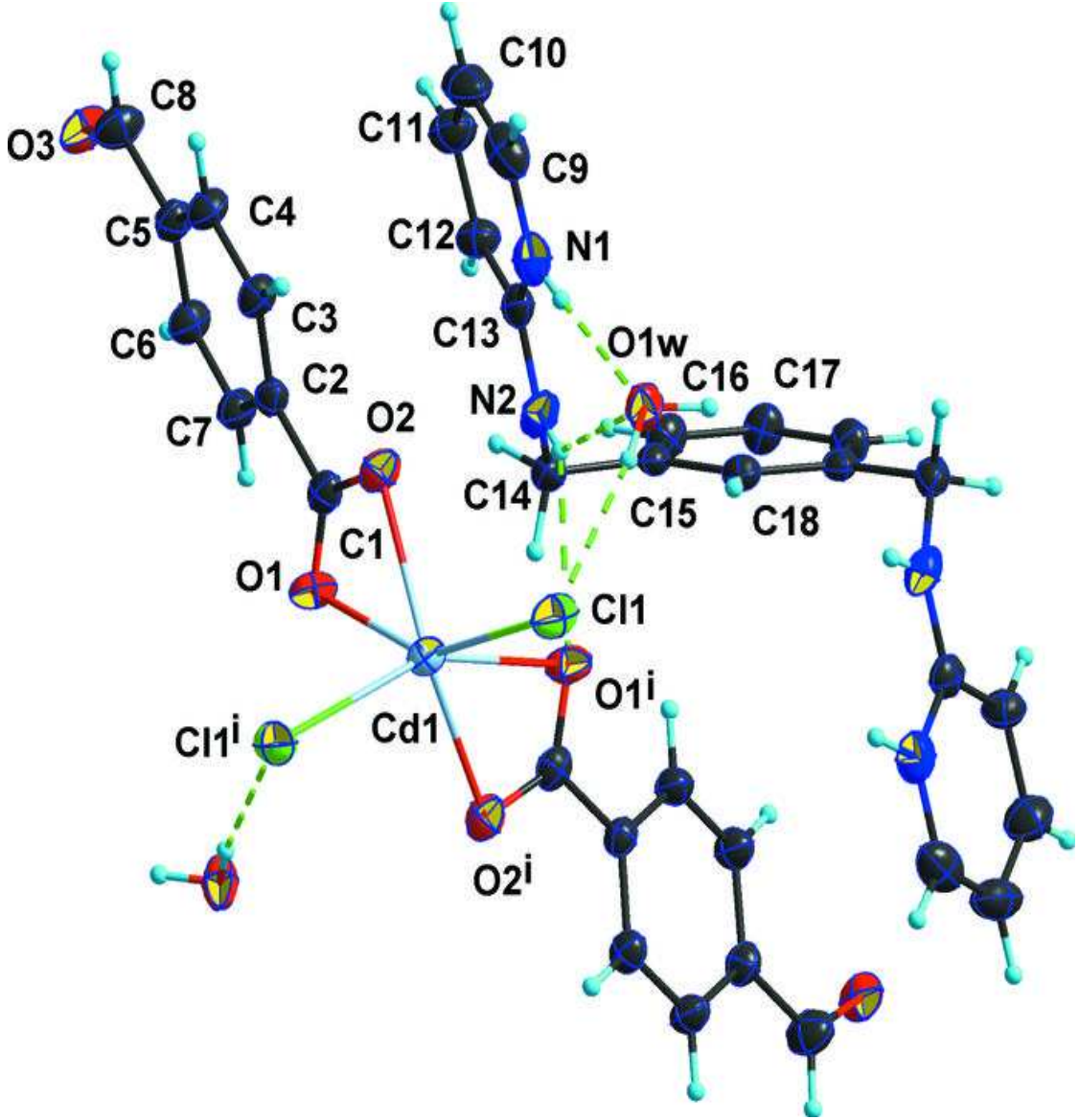


Şekil 2.23. $[\text{Co}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2$ kompleksinin molekül yapısı [24]

$\text{Cd}(\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{N}_4)[\text{CdCl}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri : $a = 7.7856(16)$ Å, $b = 11.956(2)$ Å, $c = 18.509(4)$ Å, $\alpha = 94.84(3)^\circ$, $V = 1716.8(6)$ Å³, $Z = 2$.

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

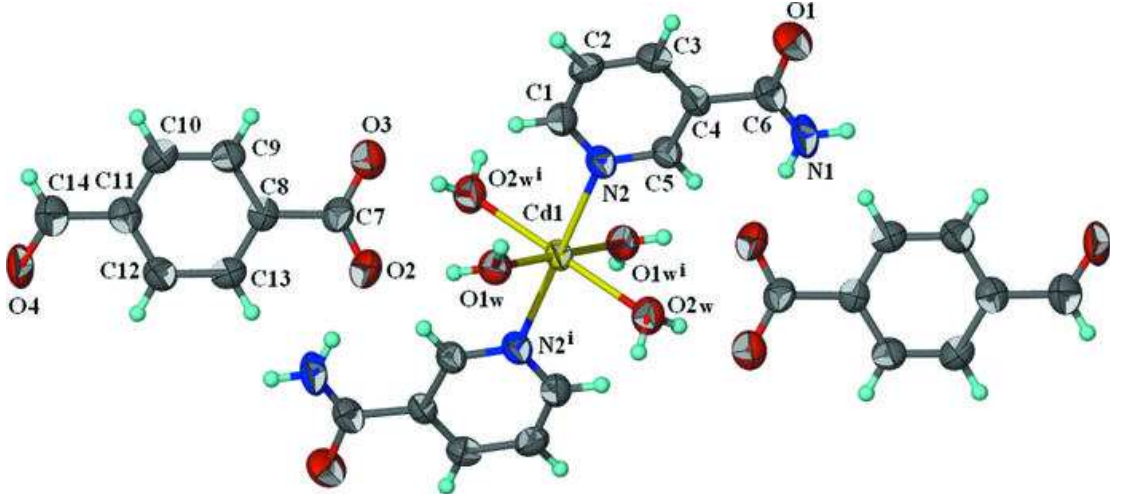
pozisyonundaki iki klor atomuyla oktahedral geometriyi oluşturmuştur (Şekil 2.24). Katyon ve anyonlar etkileşerek koordinasyon dışı su molekülleriyle hidrojen bağları oluşturmaktadırlar [25].



Şekil 2.24. $\text{Cd}(\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{N}_4)[\text{CdCl}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin molekül yapısı [25]

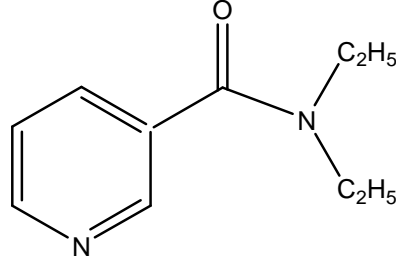
$[\text{Cd}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_4](\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2$ kompleksi monoklinik sistemde kristallenmiştir. Birim hücre parametreleri : $a = 14.922(1) \text{ \AA}$, $b = 7.0382(4) \text{ \AA}$, $c = 14.030(1) \text{ \AA}$, $\alpha = 98.634(2)^\circ$,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

3. *N,N'*-DİETİLNİKOTİNAMİD



Kimyasal formülü $C_{10}H_{14}N_2O$ olan DENA molekül ağırlığı 178,12 olup, IUPAC ismi 3-piridin dietilkarboksamid'dir. Genelde *N,N'*-dietilnikotinamid olarak adlandırılan bu bileşiğin kordiamin, niketamid gibi ticari adları da bilinmektedir. Sudaki çözünürlüğü iyi iken, yağlarda ve eterde çözünmez.

Yukarıdaki yapı formülüne sahip olan dietilnikotinamid renksiz, kendine has kokusu ve tadı olan kristalin bir maddedir. Dietilnikotinamid piridin halkasına sahip olduğundan dolayı piridin karakteristik reaksiyonlarını vermektedir.

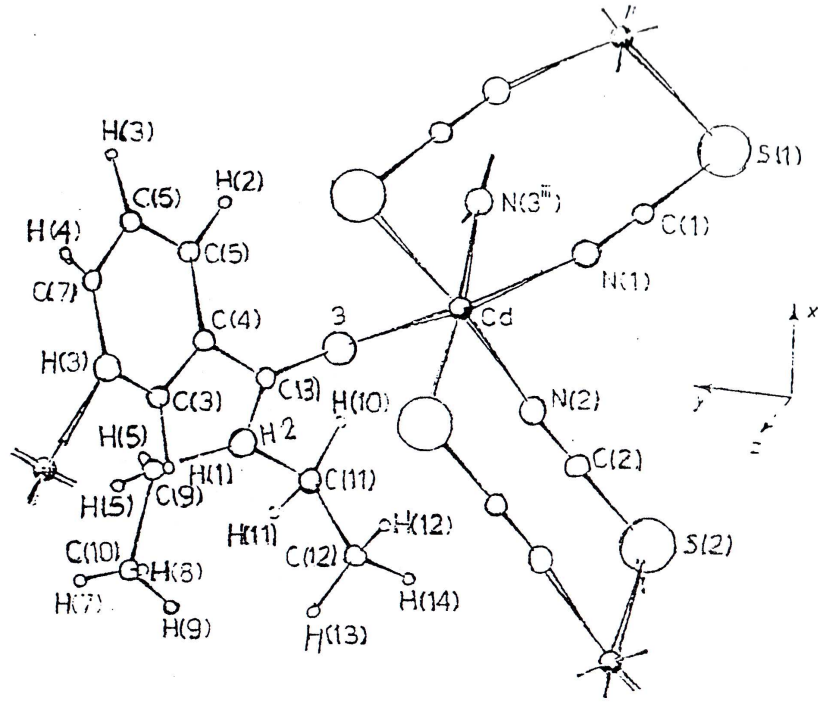
N,N'-dietilnikotinamid tıpta solunum sisteminde teneffüs stimülatörü olarak kullanılmaktadır [28].

4. *N,N'*-DİETİLNİKOTİNAMİDİN METAL KOMPLEKSLERİ

Nikotinik asidin bir türevi olan ve metabolizmada önemli bir solunum stimulantı gibi görev üstlenen *N,N'*-dietilnikotinamid'in de metal komplekslerinin sentezi ve incelenmesi günümüzde önem kazanmıştır. Bu ligand da literatürde anlatıldığı gibi yapısında bulunan piridin halkasındaki heteroazot atomu üzerinde komplekslerdeki metal ile bağ oluşturmaktadır.

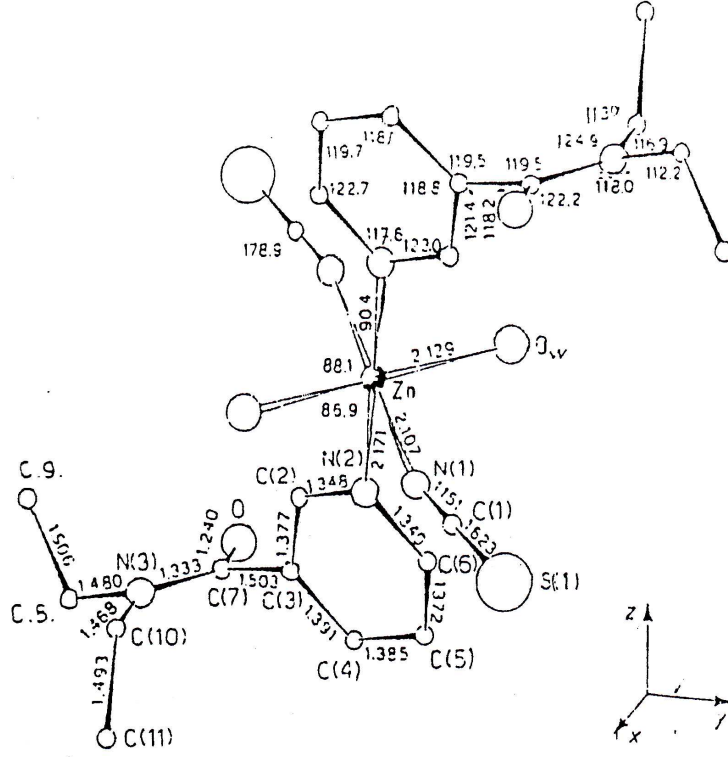
N,N'-dietilnikotinamid, metal komplekslerinde aromatik halkada (piridin halkası) bulunan azot atomu üzerinden monodental olarak koordinasyona dahil olduğu bilinmektedir [29, 30].

Cd(DENA)(NSC)₂ kompleksinin kristal yapısı Bigoli ve arkadaşları tarafından çözülmüştür(Şekil 4.1). Kristalin yapısı köprü tiyosiyanat anyonları ve DENA molekülleri vasıtasıyla birbirine bağlanan üç boyutlu oktahedronlar ağından ibarettir. Cd atomunun etrafındaki oktahedron kısmen deforme olunmuştur. Oktahedronun köşelerinde, iki NSC anyonunun iki azot, iki NSC anyonunun iki kükürt, organik ligandın bir azot (Py) ve bir oksijen (karbonil) atomları yerleşmişlerdir. İki Cd –NSC bağı birbiriyle eşittir (2,295(4) ve 2,92(6) Å). Ama Cd-N-C açıları farklılık gösterirler (164,3(4) ve 253,4(4)°). Farklılık Cd-NSC bağ uzunluklarında (2,705(5) ve 2,621(3) Å) ve uygun açılarda (Cd-S-C 95,6(2) ve 101,8(2)°) gözlemlenmektedir. Cd ve N_{py} arasındaki mesafe (Cd-N_{py} 2,355(4) Å) Cd-NSC bağlarından uzundur. Piridin halkasında C-C bağ uzunlukları 1,378:1,378:1,378:1,375 Å (ortalama C-C 1,377 Å). C-N bağ uzunlukları ise 1,325(5) ve 1,348(7) Å(ortalama C-N 1,333(4) Å). Altı atomlu halka tam düzlemsel değildir. Karşı uçlarında N_{py} ($\Delta = +0,021$ Å) ve C_{karbonil} ($\Delta = +0,012$ Å)'e bağlı atomlar bir düzlem üzerindedir. N_{amid}'e bağlı atomlarda ise düzlemden sapmalar vardır. N_{amid}'in ortalama düzlemi C_{karbonil} düzlemiyle 8,1° oluşturur. Piridin halkası ve amid grubu arasındaki karbon karbon bağı 1,486(5) Å. İki sp² karbon atomu arasındaki bağ uzunluklarına daha yakındır (1,50 Å). C karbonil grubundaki C=O bağ uzunluğu 1,237(5) Å. Amid azotunun oluşturduğu C-N bağ uzunlukları (N_{amid}-C_{karbonil} 1,341(6) Å, N_{amid}-C_{etil} 1,45886) Å ve 1,478(7) Å literatürdeki uygun değerlere uyum sağlamaktadırlar [31].



Şekil 4.1. Cd(DENA)(NSC)₂ kompleksinin molekül yapısı [31]

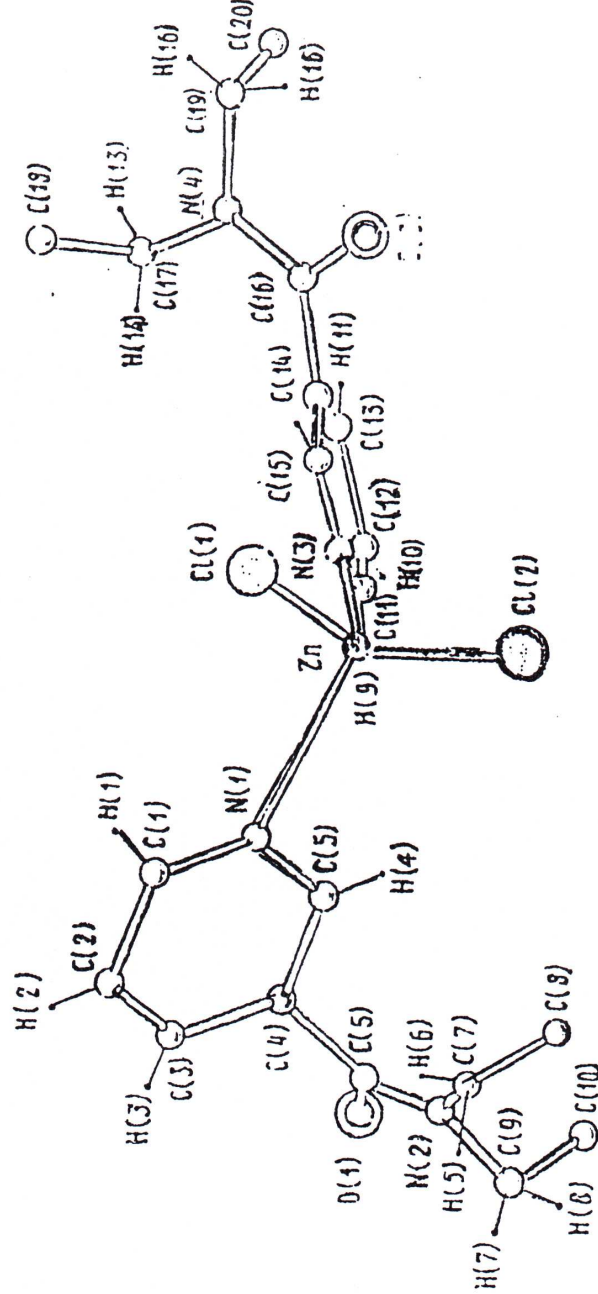
Zn(DENA)₂(NCS)₂(H₂O)₂ bileşiğinin kristal yapısı su moleküllerinin oluşturdukları hidrojen bağları vasıtasıyla birbirine bağlanan oktaedrik komplekslerden ibarettir (Şekil 4.2). Koordinasyon polihedronu simetri merkezine sahiptir. Köşelerinde trans pozisyonunda N_{py}, N_{SCN} ve O_{su} atom çiftleri yerleşmektedirler. Cd kompleksinden farklı olarak bu komplekste organik ligand yalnız bir donör atomuyla [N_{py}] çinko atomuna bağlanır. Karbonil grubunun oksijen atomu koordinasyon dışındadır. Zn-O bağı (2,129 Å) hekzaaquaçinko kationundaki (2,064–2,130 Å aralığında değişen) bağ uzunluklarıyla mukayese edilebilir. Burada bu bağı zayıf olduğu kanaatine varılır [32].



Şekil 4.2. $Zn(DENA)_2(NSC)_2(H_2O)_2$ kompleksinin molekül yapısı [32]

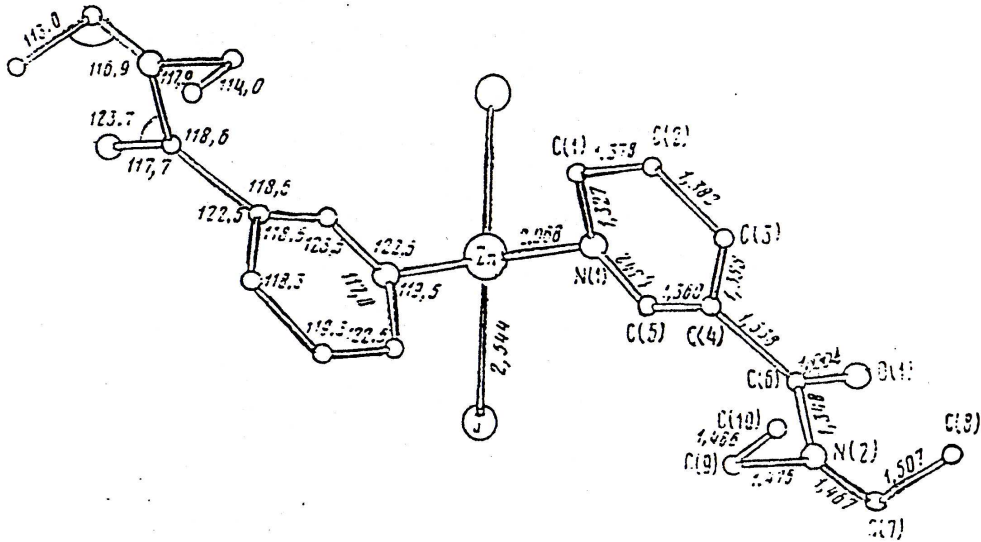
Khodashova ve arkadaşları $ZnCl_2(DENA)_2$ formüllü komplekslerin kristal yapısını çözmüşlerdir. $ZnCl_2(DENA)_2$ kristalleri moleküler yapıya sahiptirler(Şekil 4.3). Çinko atomunun deforme olmamış tetrahedrik çevresinde iki klor ve iki monodental DENA molekülünün hetero azot atomları bağ oluşturmuştur. İki Zn-Cl mesafesine eşit demek mümkündür. 2,211(2) ve 2,216(2) Å. Aynı şeyi iki Zn-N bağ uzunluğu (2,54(6) ve 2,055(6) Å) hakkında da söylenebilir. Cl-Zn-N ve N-Zn-N açıları tetrahedrik değerlere yakındırlar. 105,5–109,8°. Cl-Zn-Cl açısı ise bir o kadar büyümüştür (119,8). DENA moleküllerinin geometrilerinde fazla fark görülmemektedir. Her iki piridin halkası düzlemseldir. Ama atomları ortalama düzlemden yeterince sapmaktadırlar (0,1-0,2 Å). Piridin halkalarıyla C=O düzlemleri arasındaki açılar 49 ve 86°'dir. C_{karbonil} ve N_{amid} düzlemleri arasındaki dihedral açılar daha az farka sahiptir:1,5 ve 7,3°. N_{amid} atomları etrafında bağ koordinasyonları düzleme çok yakındırlar. Primal deformasyon demek oluyor ki yoktur. N_{amid} atomları etrafındaki bağ açıların toplamı uygun olarak 358,7° ve 359,7°. N-O bağ uzunlukları farklıdır. N- C_{karbonil} 1,34(1) Å, N-Cetil bağ uzunlukları

1,45-1,48 Å aralığındadır. Tüm bu geometrik özellikler N_{amid} atomundaki σ -bağlarının tam sp^3 hibritleşmesinin olmadığını ve N-C_{karbonil} bağıni kuvvetlendirilen π -karşılıklı etkileşmenin göstergesidir [33].



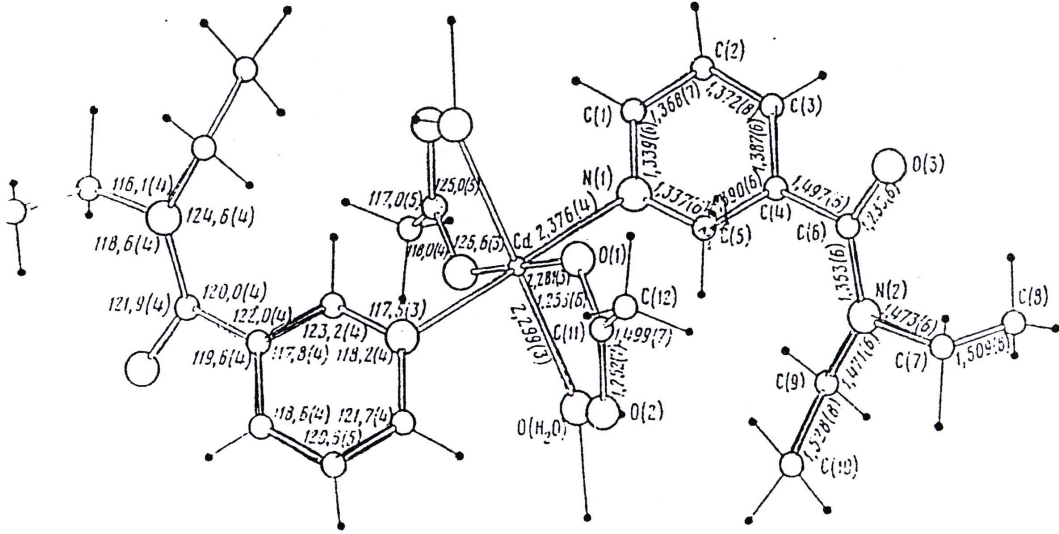
Şekil 4.3. ZnCl₂ (DENA)₂ kompleksinin molekül yapısı [33]

$ZnI_2(DENA)_2$ komplekslerinin kristal yapısı klor analogunun yapısına benzemektedir(Şekil 4.4). Kristal yapı birimleri kristalografik 2 eksenı üzerinde yerleşen monomerik kompleks molekülleridirler. Zn atomu deforme olunmuş tetrahedronun köşelerinde yerleşen iki iyot ve iki adet monodentant DENA molekülünün N_{piridin} atomuyla koordine olunmuştur. Zn-I 2,5444 (1) Å, Zn-N 2,068(7) Å uzunlukları diğer tetrahedrik Zn komplekslerindeki uygun değerlere uymaktadırlar. Bu yapıdaki tetrahedronun açı deformasyonları I-Zn-I açısının 120,89°'ye dek büyümesi ve N-Zn-N açısının 95,6°'ye dek küçülmesi molekül içi I··I itme kuvvetleriyle izah edilebilir. I··I mesafesi 4,426 Å iyodun iyon yarıçapının (4,40 Å) iki katına yakındır. DENA molekülünün geometrik parametreleri önceki komplekslerde bulunan değerlere yakındır. C_{karbonil} atomuna bağlı atomlar hakkında aynı şeyi söylemek mümkündür (bağ açıları toplamı $360^\circ - sp^2$ hibritleşme). Bu iki düzlemin $C_{\text{halka}}-C_{\text{karbonil}}$ bağı etrafında dönme açıları 57,2. N_{amid} atomuna bağlı atomlar da düzlemseldirler. Çok az primidal deformasyon vardır. Bu düzlemin komşu düzlemlerle $C_{\text{halka}}-N_{\text{amid}}$ bağı boyunca dönme açısı 4,2 (Cl analogunda 10,8 ve 7,5) [34].



Şekil 4.4. $ZnI_2(DENA)_2$ kompleksinin molekül yapısı [34]

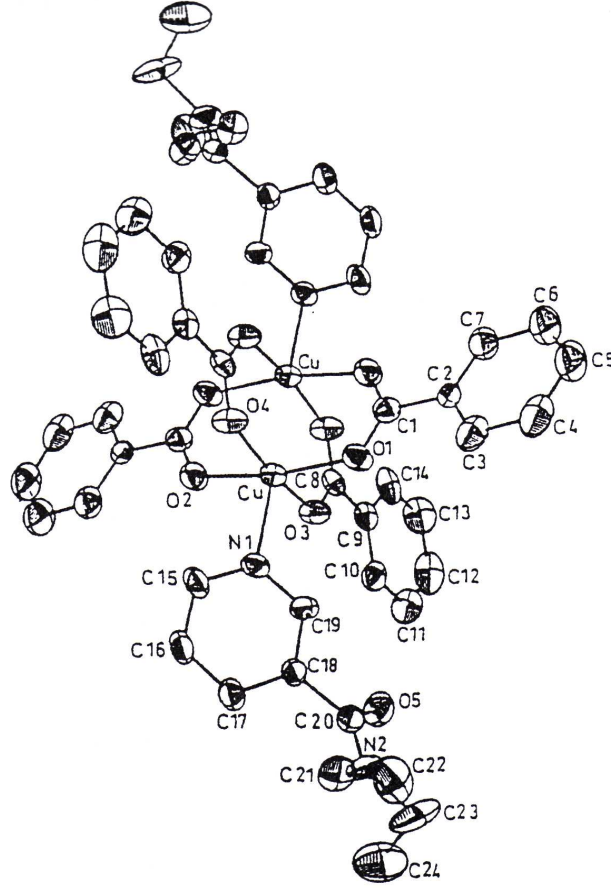
Sergenko ve arkadaşları kadmiyum asetatın DENA kompleksinin kristal yapısını çözmüşlerdir(Şekil 4.5). Kristalin yapısı monomerdir. Kompleksin simetri merkezi vardır ve metal-ligand mesafeleri de standart değerlerden pratik olarak pek farklı değildir. Piridin halkaları düzlemseldirler. C_{py} - $C_{karbonil}$ ve $C_{karbonil}$ - N_{amid} bağları etrafındaki açıları uygun olarak $54,19^\circ$ ve $7,42^\circ$ dirler. Yapıda ilgi çekici özellik koordine olunmuş H_2O molekülünün asetat grubunun oksijen atomlarından oluşturduğu molekül içi ve moleküller arası hidrojen bağlarıdır. $O...O$ bağ uzunluklarının yakın olmasına ($2,640$ ve $2,678 \text{ \AA}$) rağmen molekül içi bağ zayıftır ve eğilmiştir ($O...H$ $2,1 \text{ \AA}$ ve $O...H...O$ açısı 132°). Moleküller arası bağ ise doğrusal olup, yeterince serttir ($O...H$ $1,8 \text{ \AA}$ ve $O...H...O$ açısı 165°) [35].



Şekil 4.5. $Cd(CH_3COO)_2(DENA)_2(H_2O)$ kompleksinin molekül yapısı [35]

1. $[Cu_2(C_6H_5COO)_4(C_{10}H_{14}N_2O)_2]$ formüllü bileşik kristalografikal simetri merkezli iki çekredekli bir kompleks olup, dört adet benzoat ligandı ile köprü oluşturmuş iki adet bakır atomu ev iki adet dietilnikotinamid ligandı

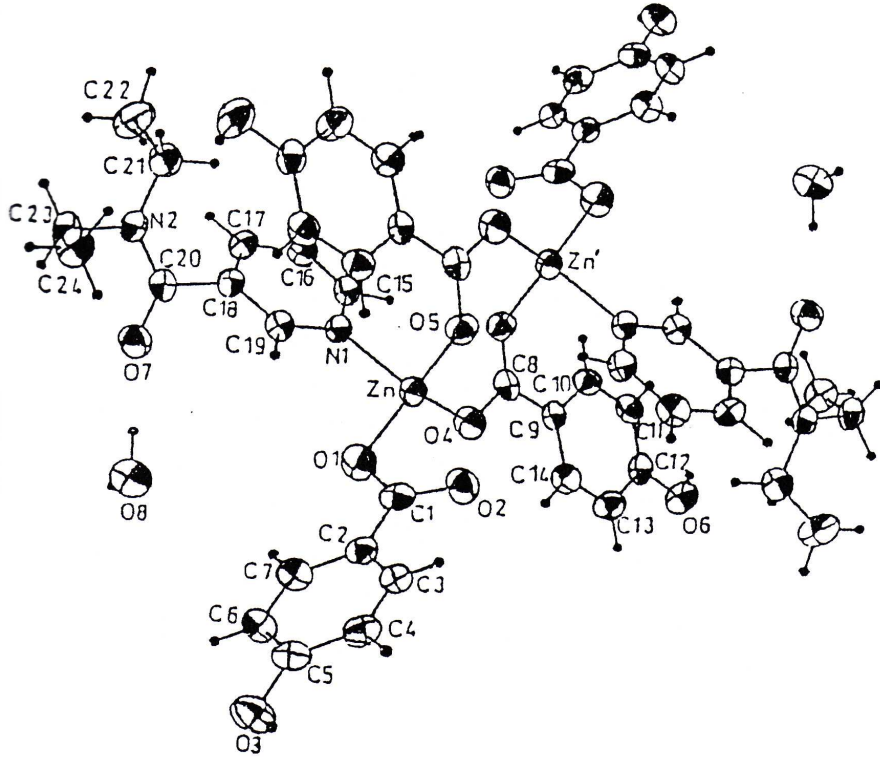
içermektedir(Şekil 4.6). Her bir bakır atomu etrafındaki en yakın dört oksijen atomu, DENA molekülünün piridin halkasındaki azot atomu tarafından kare-piramidal koordinasyona tamamlanmasıyla kare düzlem tertibinde biçimlenir [36].



Şekil 4.6. $[\text{Cu}_2(\text{C}_6\text{H}_5\text{COO})_4(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2]$ kompleksinin xz düzleme projeksiyonu [36]

$[\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_3)_4(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ formüllü iki çekirdekli simetri merkezli çinko kompleksi, dört p-hidroksibenzoat ligandı ve iki karboksil köprüsü ile birbirine bağlanmış ($\text{Zn} \cdots \text{Zn}'$ 6,685 Å) iki adet çinko atomu içermektedir(Şekil 4.7) [37].

Her bir çinko atomu hafif bozunmuş tetrahedral koordinasyon geometrisiyle DENA molekülünden gelen azot ve üç ayrı *p*-hidroksibenzoat anyonunun oksijen atomu tarafından koordine olmuştur [37].



Şekil 4.7. $[Zn(C_7H_5O_3)_4(C_{10}H_{14}N_2O)_2(H_2O)_2]$ kompleksinin *xz* düzlemine projeksiyonu [37]

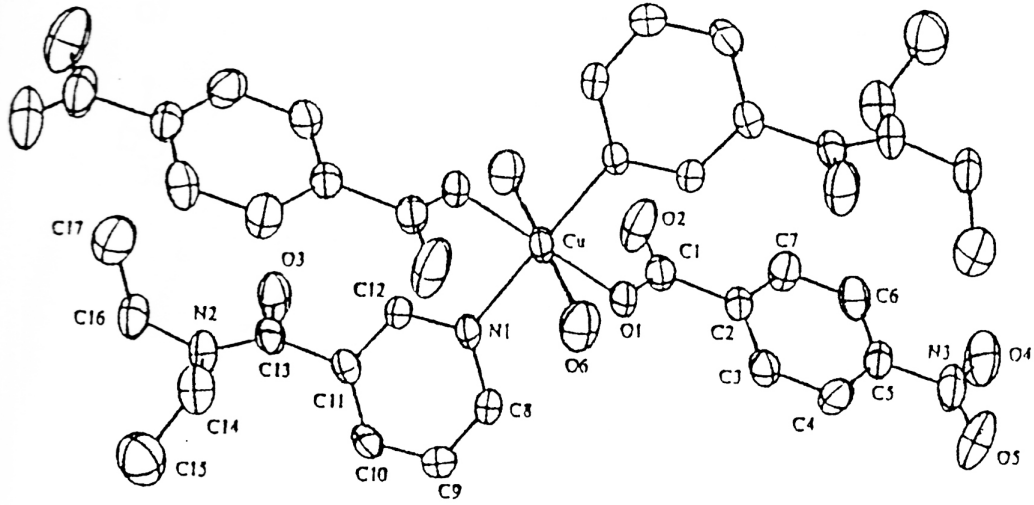
$[Co(C_7H_5O_3)_2(C_{10}H_{14}N_2O)_2(H_2O)_2]$ molekül formüllerine sahip olan arilkarboksilat kompleksinin yapısı incelendiğinde de ligand olarak komplekse giren DENA yapısındaki piridin halkasında bulunan heteroazot atomu üzerinden koordinasyona dahil olduğu anlaşılmıştır. Bu tipli komplekslerin de yapıları genel olarak birbirlerinin benzeridirler [38].



Şekil 4.8. Diaquabis (*N,N'*-dietyl nikotinamid- N^1)bis-(2-hidroksibenzoat-*O*)kobalt (II) kompleksinin molekül yapısı [38]

[$Cu(C_7H_4NO_4)_2(C_{10}H_{14}N_2O)_2(H_2O)_2$] formüllü trans-diaquabis (*N,N'*-dietyl nikotinamid-*N'*)bis(4-nitrobenzoat-*O*)bakır(II) molekülü kristalografik olarak simetri merkezli tek çekirdekli bir komplekstir [39].

Bileşik monodental ligandlar gibi rol oynayan ikişer adet 4-nitrobenzoat iyonu, su ve DENA molekülleri içermektedir. N ve O atomları Cu etrafında 2,485 Å uzaklığında tarafından hafif bozunmuş tetragonal yapının oktahedral koordinasyona tamamlanmasıyla kare düzlem tertibinde formlanır (Şekil 4.1). Su molekülleri karbonilin oksijen atomlarına (O...O 2,705 Å uzunluğunda) hidrojen bağlarıyla bağlanmışlardır [39].



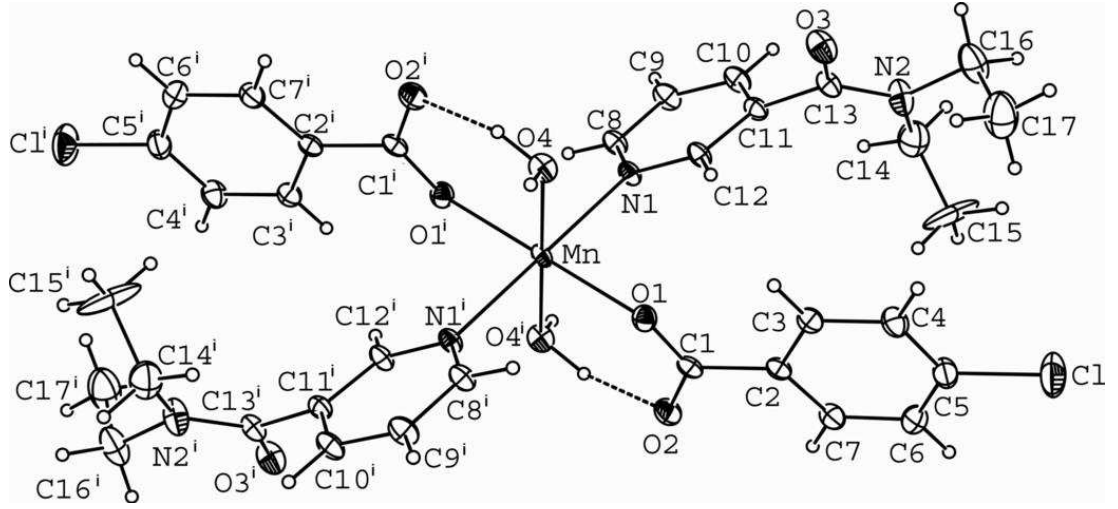
Şekil 4.9. $[\text{Cu}(\text{C}_7\text{H}_4\text{NO}_4)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin xz düzleme projeksiyonu [39]

$[\text{Mn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksi ve $[\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksi eş yapılıdır. Kompleksler tek çekirdekli olup mangan ve çinko atomları inversiyon merkezine yerleşmiştir. Komplekslerde iki tane 4-klorobenzoat, iki tane N,N' -dietilnikotinamid ve iki tane su molekülü merkez atomu monodentat olarak oktahedral bir geometri oluşmuştur. Kristal yapıda moleküller arası $\text{O}-\text{H}\cdots\text{O}$ hidrojen bağları oluşmaktadır [40, 41].

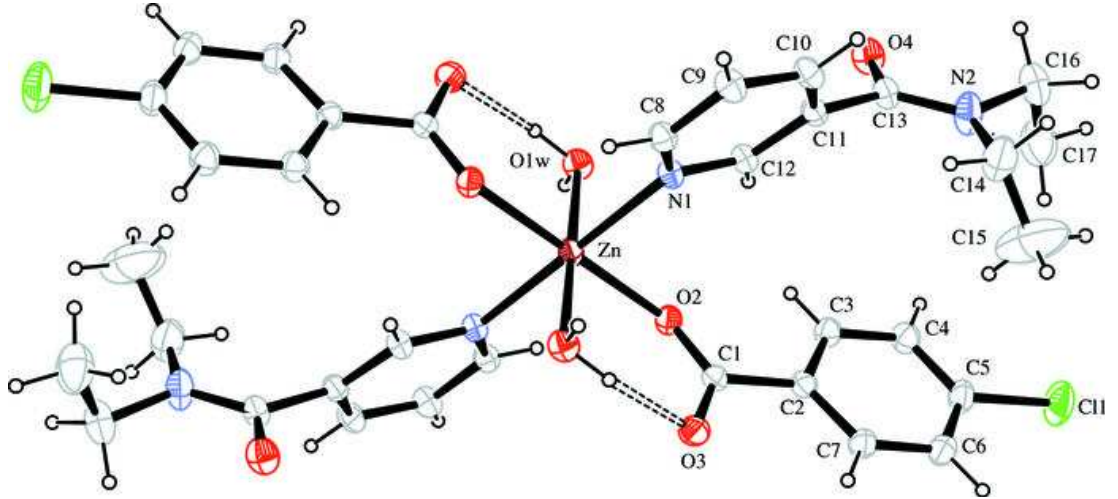
Komplekslerin her ikisinde triklinik sistemde kristallenmiştir birim hücre parametreleri aşağıdaki gibidir.

$[\text{Mn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksi : $a = 7.3552 (1) \text{ \AA}$, $b = 8.6465 (2) \text{ \AA}$, $c = 15.9847 (3) \text{ \AA}$, $\alpha = 84.500 (16)^\circ$, $\beta = 78.616 (17)^\circ$, $\gamma = 68.154 (17)^\circ$, $V = 924.73 (12) \text{ \AA}^3$, $Z = 1$ [40].

$[\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksi : $a = 7.3570 (2) \text{ \AA}$, $b = 8.6887 (10) \text{ \AA}$, $c = 15.9114 (10) \text{ \AA}$, $\alpha = 85.047 (5)^\circ$, $\beta = 78.476 (5)^\circ$, $\gamma = 67.321 (4)^\circ$, $V = 919.49 (13) \text{ \AA}^3$, $Z = 1$ [41].

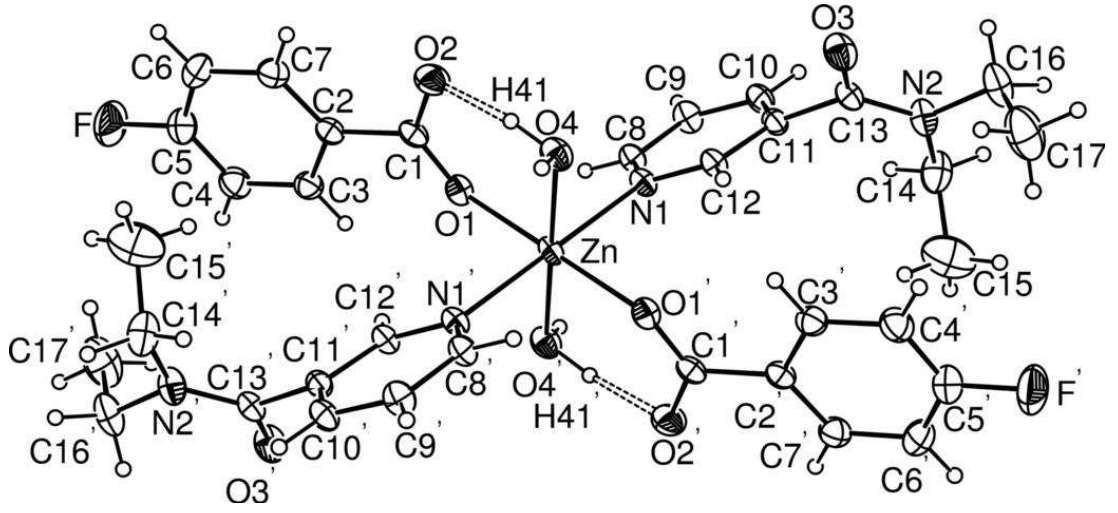


Şekil 4.10. $[\text{Mn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı [40]



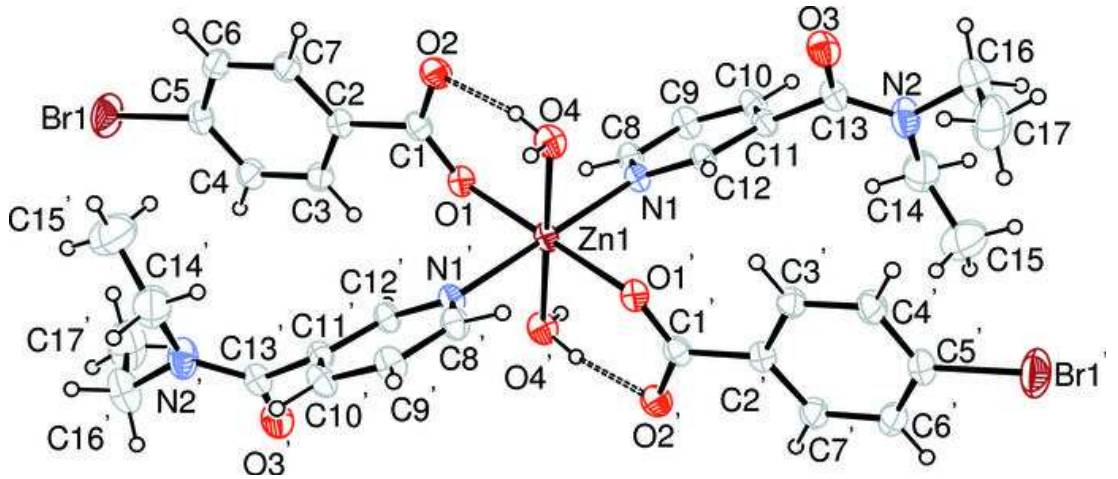
Şekil 4.11. $[\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı [41]

$[\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{FO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinde çinko atomu inversiyon merkezine yerleşmiştir. Komplekste iki tane 4-florobenzoat, iki tane *N,N'*-dietyl nikotinamid ve iki tane su molekülü ile monodental olarak oktahedral bir geometri oluşmuştur. Kristal yapıda moleküller arası $\text{O-H}\cdots\text{O}$ şeklinde hidrojen bağları oluşmaktadır. Kompleks triklinik sistemde kristallenmiştir [42].



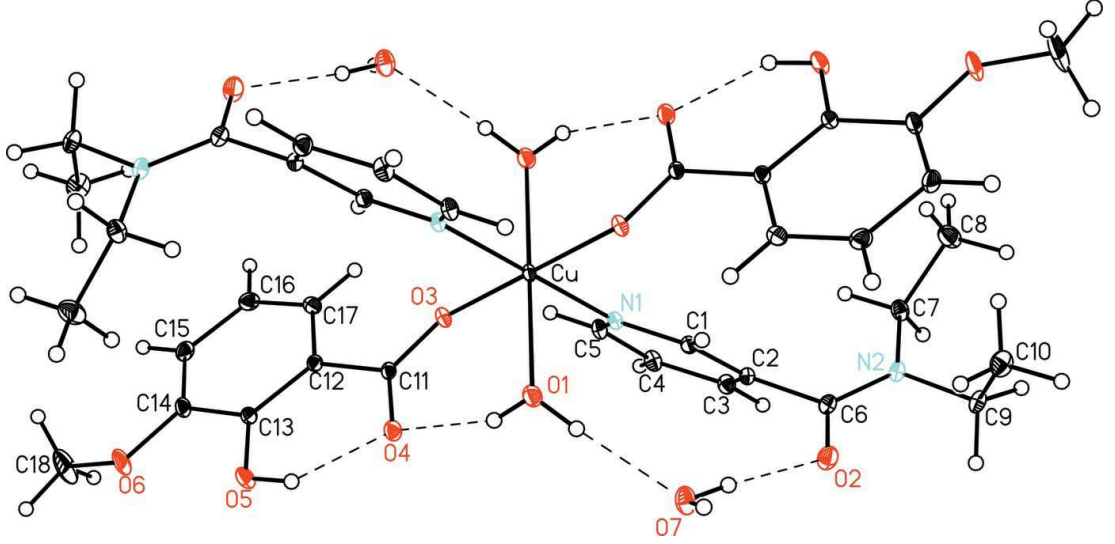
Şekil 4.12. $[\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{FO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı [42]

$[\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{BrO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinde çinko atomu inversiyon merkezine yerleşmiştir. Komplekste iki tane 4-bromobenzoat, iki tane *N,N'*-dietilnikotinamid ve iki tane su molekülü ile monodental olarak oktahedral bir geometri oluşmuştur. Kristal yapıda moleküller arası $\text{O}-\text{H}\cdots\text{O}$ şeklinde hidrojen bağları oluşmaktadır [43].



Şekil 4.13. $[\text{Zn}(\text{C}_7\text{H}_4\text{BrO}_2)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı [43]

[Cu(C₈H₇O₄)₂·(C₁₀H₁₄N₂O)₂(H₂O)₂]·2H₂O kompleksinde Cu⁺² kasyonu inversiyon merkezine yerleşmiştir. Komplekste iki tane 3-metoksisalisilat anyonunun oksijen atomu, iki tane su molekülü ve iki tane *N,N'*-dietilnikotinamid ligandının piridin halkasındaki azot atomuyla tetragonal-bipiramidal bir yapı oluşmuştur. Moleküller arasında O-H····O ve C-H····O şeklinde hidrojen bağları oluşur [44].



Şekil 4.14. [Cu(C₈H₇O₄)₂·(C₁₀H₁₄N₂O)₂(H₂O)₂]·2H₂O kompleksinin molekül yapısı [44]

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 ($\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), mangan(II) sülfat ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), çinko(II) sülfat ($\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), 4-formilbenzoik asit, sodyum bikarbonat, ve N,N'-dietilnikotinamid "Tafkhimfarmpreparate" Eczacılık Birliği'nin (Kazan, Tataristan) üretimi %25'lik DENA çözeltisi (Kordiamin) kapsüllerinden kullanılmıştır.

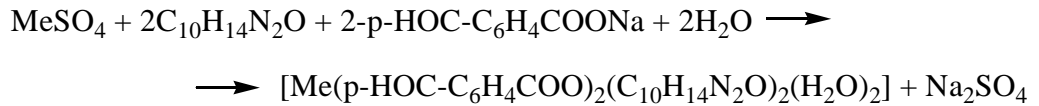
$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	I
$[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	II
$[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	III
$[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	IV
$[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	V
$[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	VI

kompleksleri aşağıdaki gibi sentezlenmiştir.

Sodyum 4-formilbenzoatların eldesi için 0,02 mol 4-formilbenzoik asit, 0,02 mol sodyum bikarbonatın sudaki çözeltisi ile reaksiyona sokuldu. Tepkime esnasında oluşan karbondioksit ortamdan tamamen uzaklaşmaya kadar karıştırıldı.



Daha sonra bir beherde 0,01 mol Me(II) sülfatın sudaki çözeltisi 0,02 mol N,N'-dietilnikotinamidin sudaki çözeltisi ile karıştırıldı. (Me = Co, Cu, Ni, Cd, Mn, 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 (Mn kompleksi) ve beyaz renkli (Zn kompleksi) kristaller oluştu. Kristaller süzülerek saf suyla yıkandı ve oda sıcaklığında kurutuldu.

Komplekslerin bileşimleri ve yapıları aşağıdaki metotlar kullanılarak incelendi.

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⁻¹ aralıđında kaydedildi.

5.2.3. Termik Analiz

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

Komplekslerin termik kararlılıklarında, uçan ve kalan parçalanma ürünlerinden gitmek vasıtasıyla stokiometrinin belirlenmesinde termogravimetri (TG) kullanılmaktadır. TG analizi bozunmalar sonucu oluşan katı ara ürünlerin termik kararlılıkları için 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 [45].

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 α -Al₂O₃,

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 incelenmesi 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 [46].

Kristaller, düzenli tekrar eden iç yapıları nedeni ile, X-ışınları incelemesine çok uygundurlar. 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 kristalografin bilgi ve tecrübesi kristal yapının çözümlenmesine ve yorumlanmasına temel teşkil eder [46].

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
[Co(C ₈ H ₅ O ₃) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂]	57,29-57,68	5,58-5,65	7,45-7,47
[Ni(C ₈ H ₅ O ₃) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂]	57,24-57,69	5,62-5,65	7,47-7,48
[Mn(C ₈ H ₅ O ₃) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂]	57,75-57,99	5,64-5,68	7,55-7,51
[Zn(C ₈ H ₅ O ₃) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂]	56,72-57,18	5,52-5,60	7,42-7,41
[Cd(C ₈ H ₅ O ₃) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂]	53,60-53,84	4,97-5,27	6,99-6,98
[Cu(C ₈ H ₅ O ₃) ₂ (C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O) ₂ (H ₂ O) ₂]	56,77-57,32	5,46-5,61	7,25-7,43

6.2. Infrared Spektrum

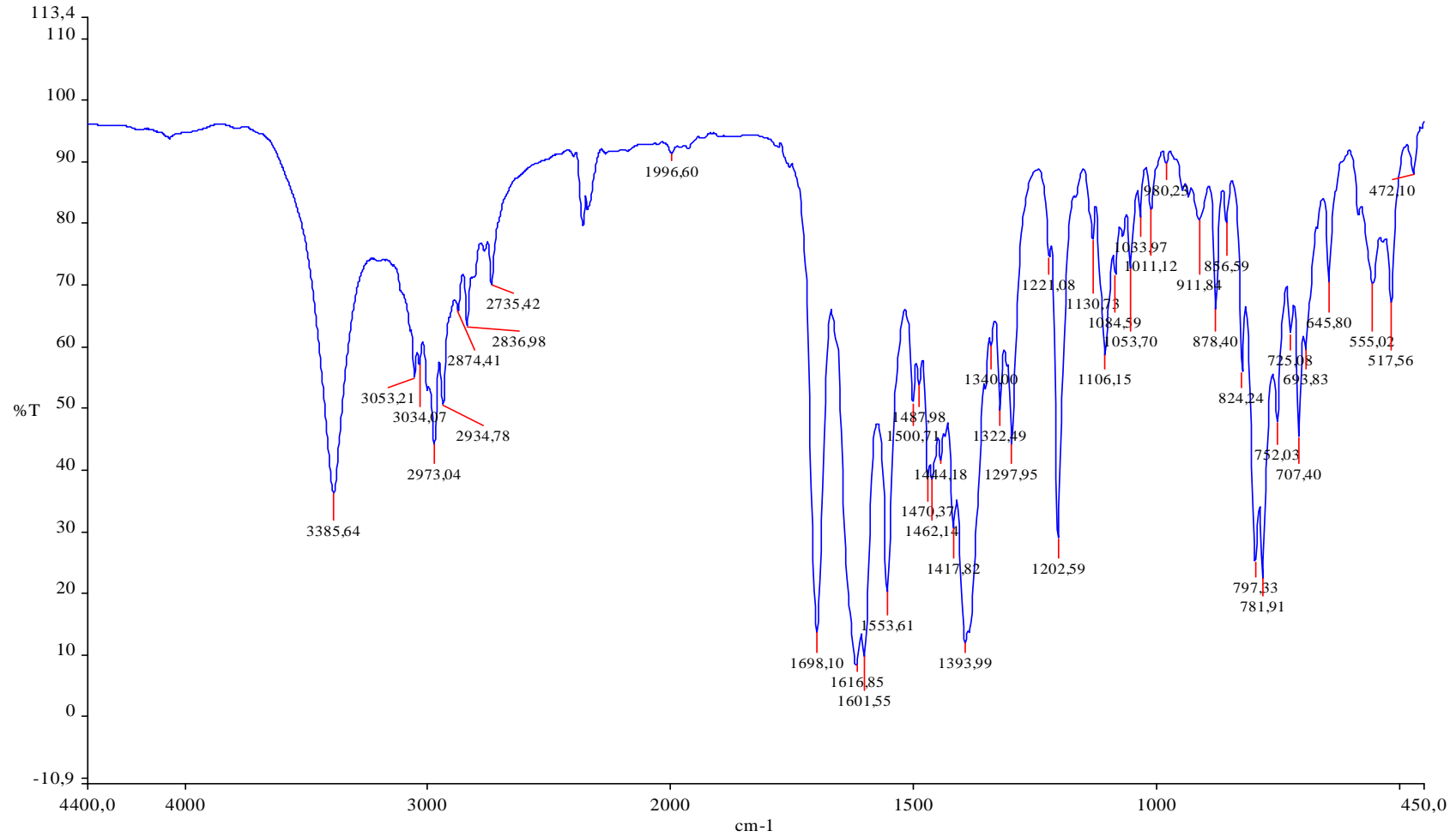
Sentezlenen komplekslerin infrared spektrumları Şekil 6.1-6.6’da verilirken, IR spektrum pikleride çizelge 6.2’de verilmiştir.

6.3. Termik Analiz

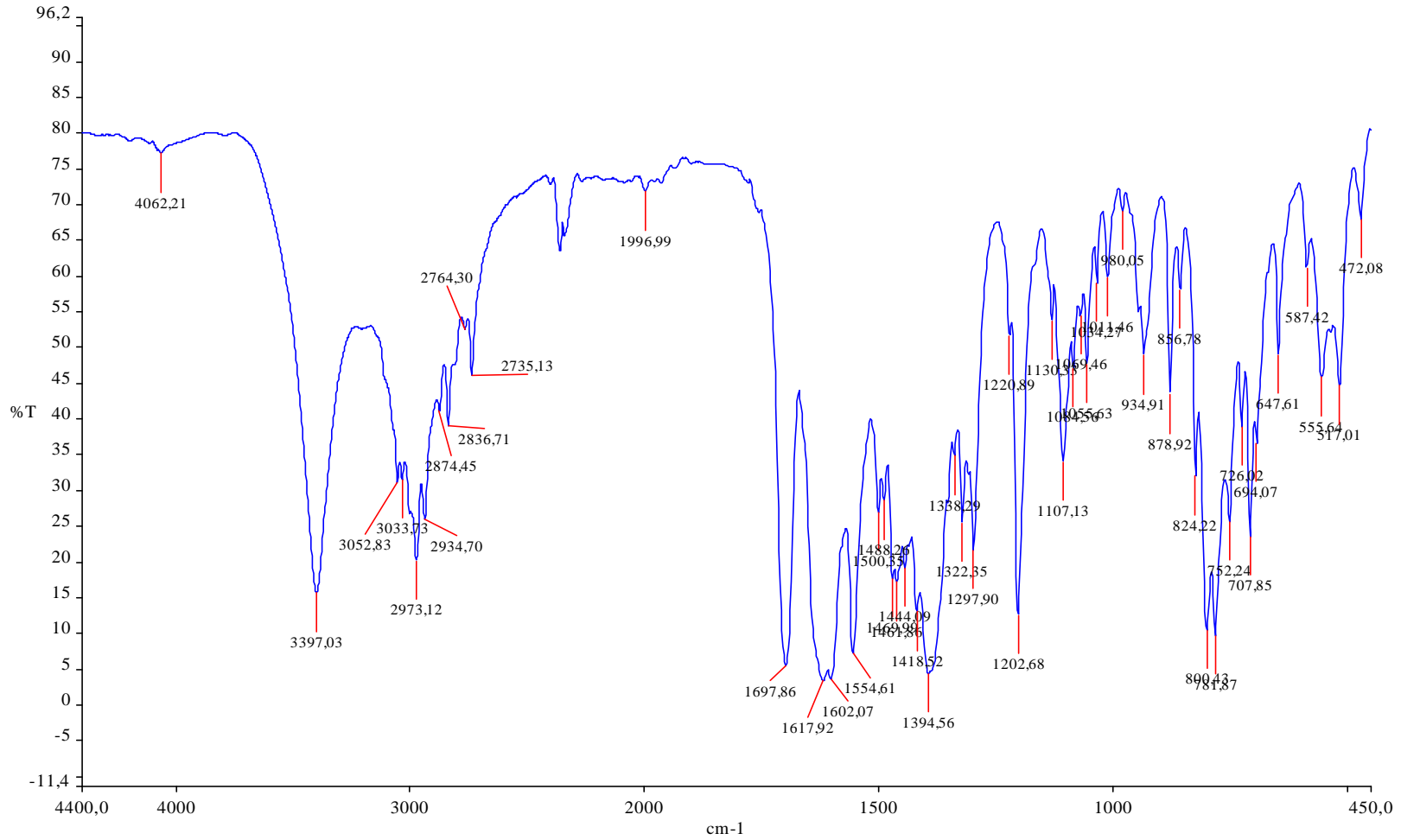
Komplekslerin termik analiz eğrileri Şekil 6.7-6.12’de verilirken, termik analiz verileri kısaca çizelge 6.3-6.8’de özetlenmiştir

6.4. X-Ray

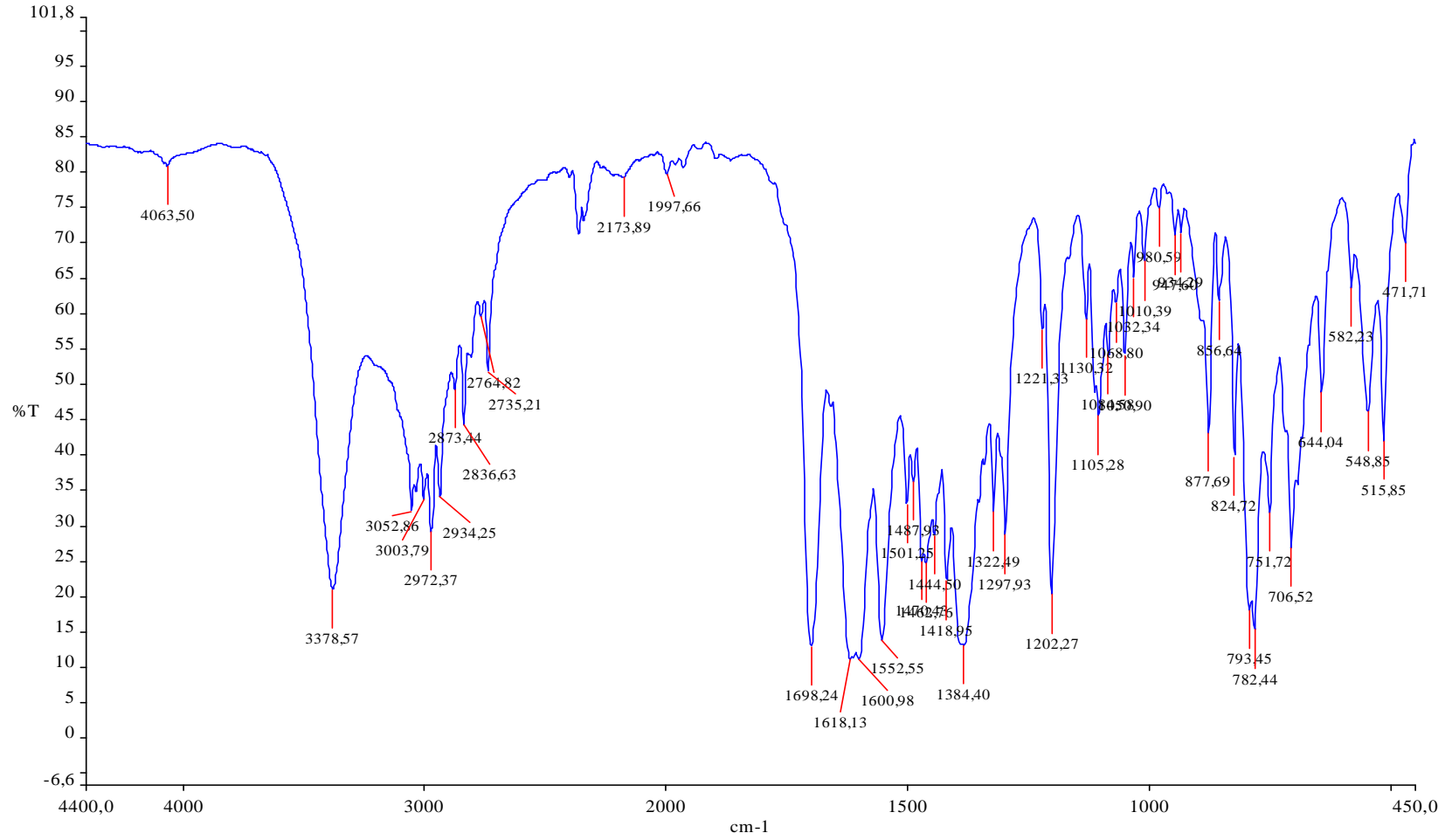
Sentezlenen komplekslerden üç tanesinin molekül yapısı X-ışını kırınımıyla aydınlatılmıştır ve makale olarak yayınlanmıştır. Komplekslerin parametreleri çizelge 6.9-6.17 de verilmiştir.



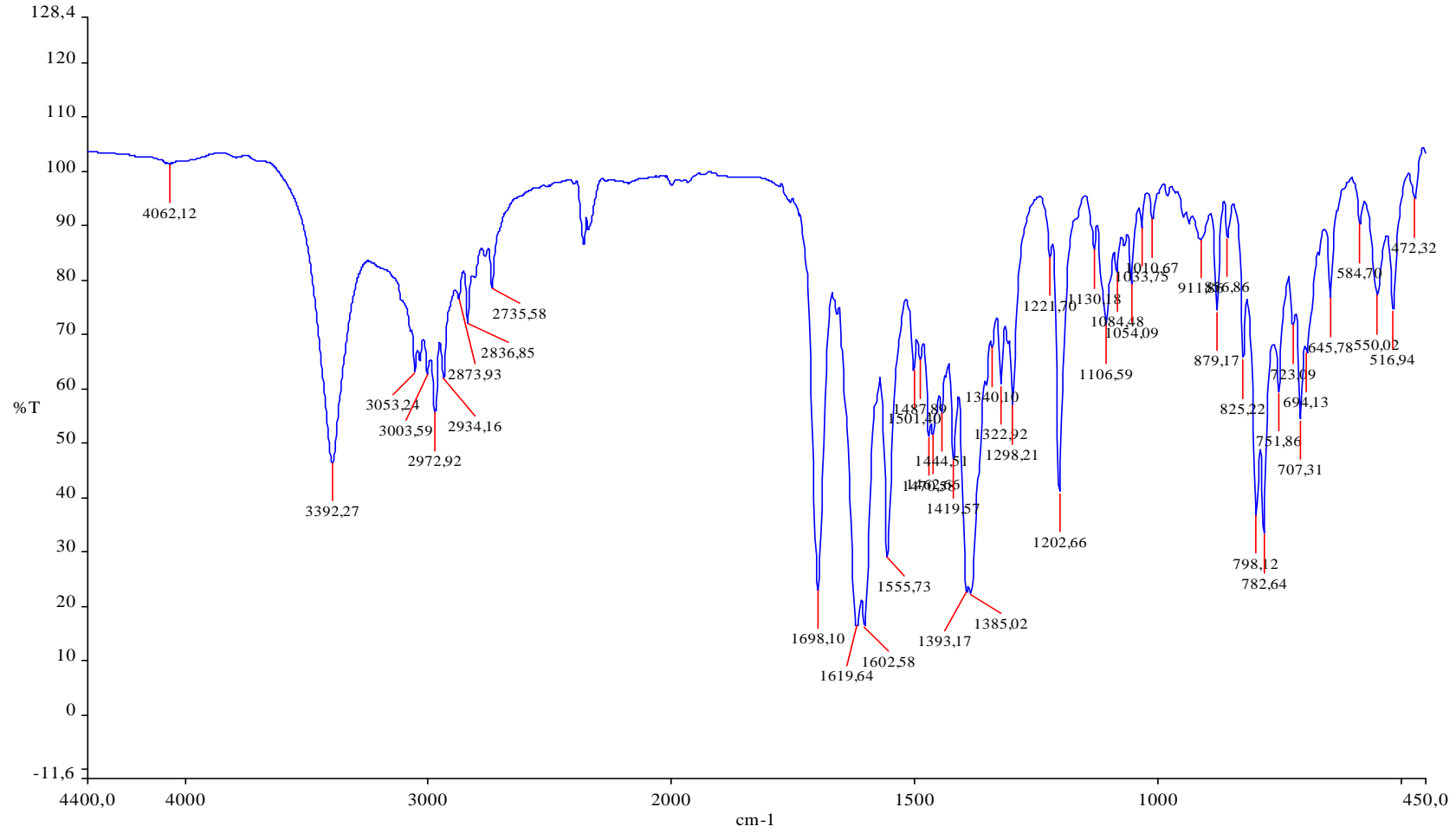
Şekil 6.1. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin IR spektrumu



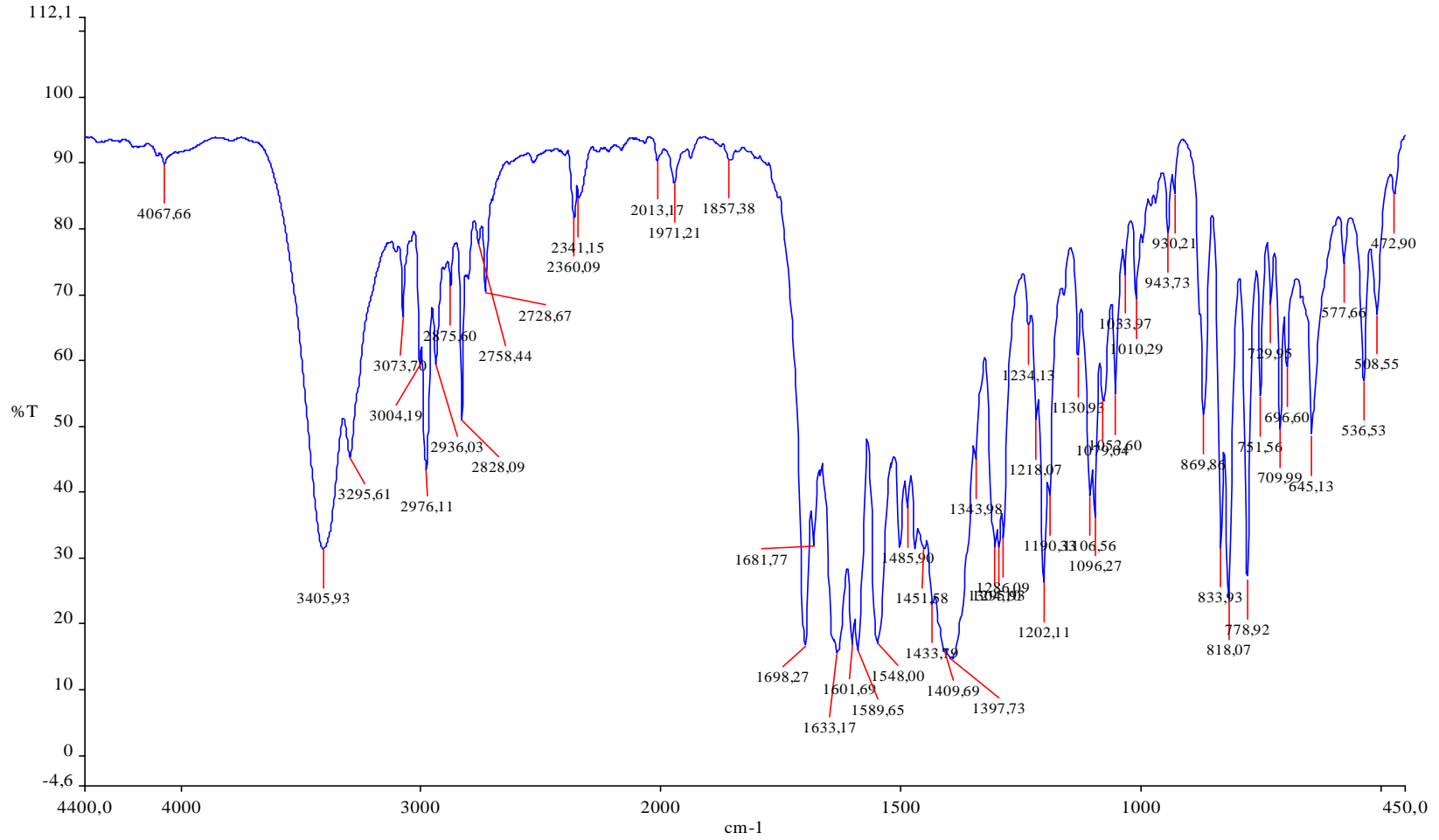
Şekil 6.2. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin IR spektrumu



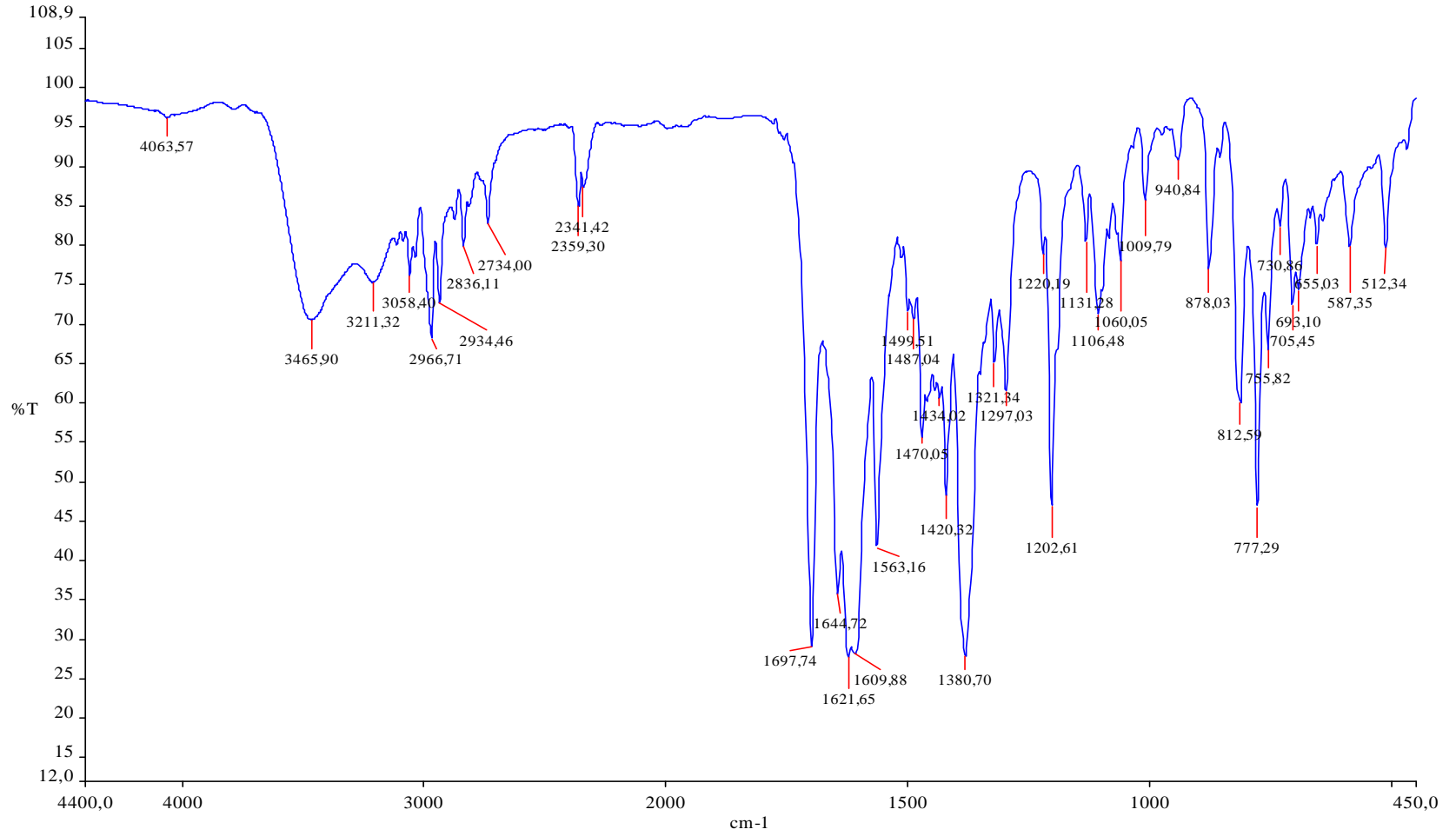
Şekil 6.3. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin IR spektrumu



Şekil6.4. $[Zn(C_8H_5O_3)_2(C_{10}H_{14}N_2O)_2(H_2O)_2]$ kompleksinin IR spektrumu



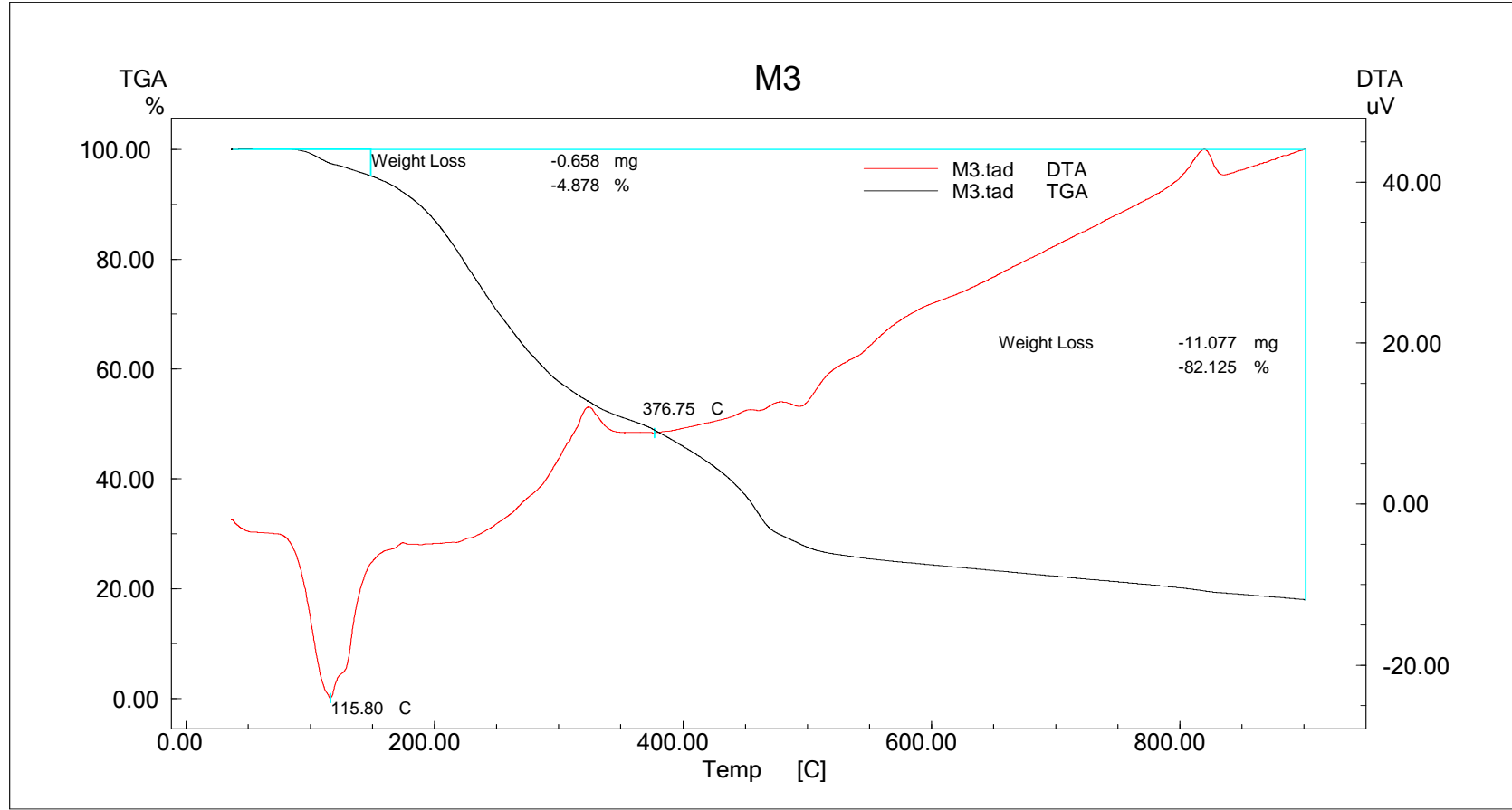
Şekil 6.5 $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin IR spektrumu



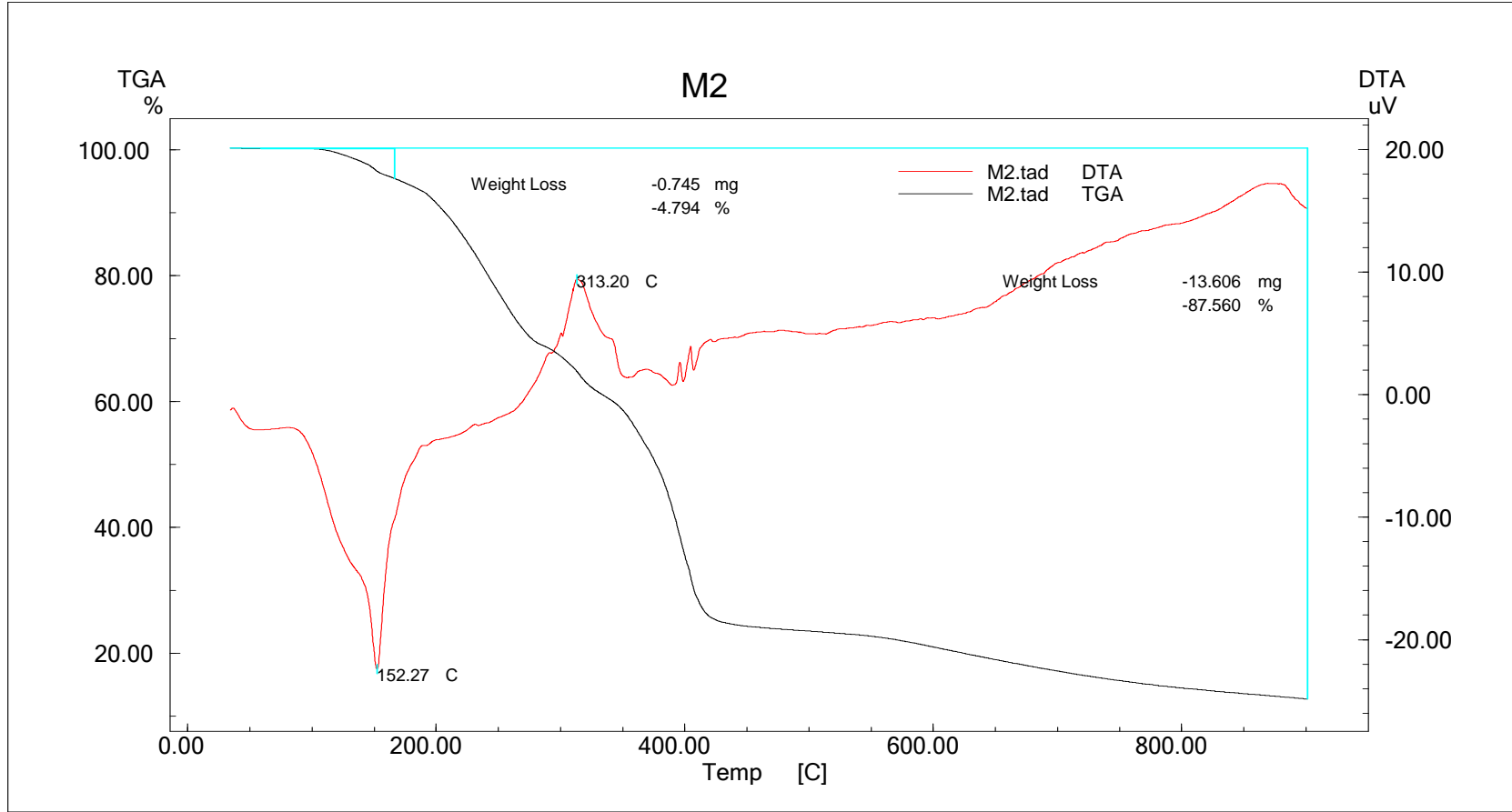
Şekil 6.6. $[\text{Cu}(\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin IR spektrumu

Çizelge 6.2 Komplekslerin IR spektrumları

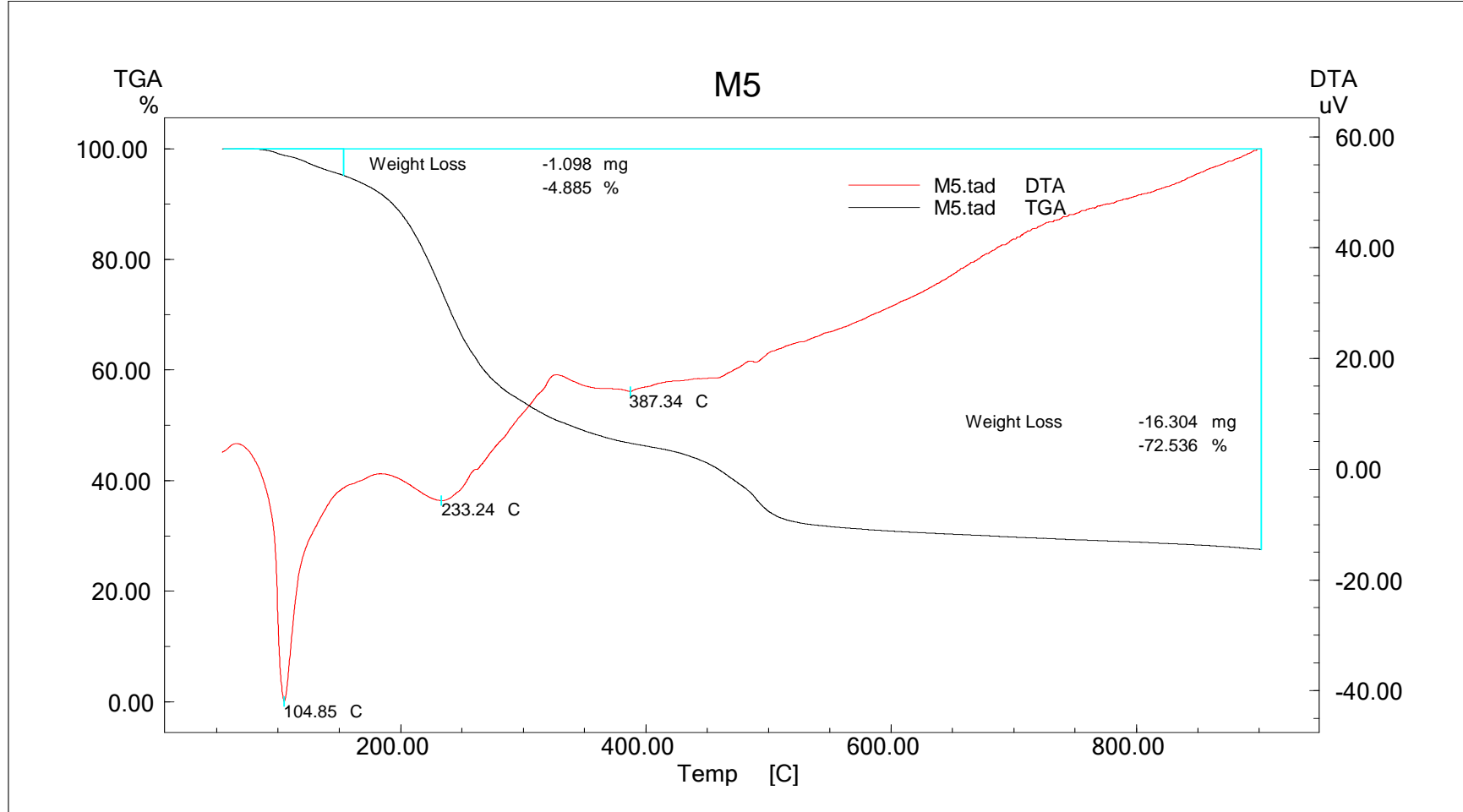
Gruplar	I	II	III	IV	V	VI
(C-H) Aromatik	3053,21	3052,83-3033,73	3052,86	3053,24	3295,61	3211,32
(C-H) Etil	2973,04-2934,78	2973,12-2934,70	2972,37-2934,25	2972,92-2934,16	2976,11-2936,03	2966,71-2934,46
(C-H) Aldehit	2836,98-2735,42	2836,71-2735,13	2873,44-2735,21	2836,85-2735,58	2758,44-2728,67	2836,11-2734,00
(C=O) Karbonil	1698,10	1697,86	1698,24	1698,10	1698,27	1697,74
(C=O) Amid	1616,85	1617,92	1618,13	1619,64	1633,17	1621,65
(COO ⁻)Asit	1393,99	1394,56	1384,40	1393,17-1385,02	1397,73	1380,70
(C=C)	1553,61	1554,61	1552,55	1555,73	1548,00	1563,16
(p-Disubstitebenzen)	878,40	878,43	877,69	879,17	869,86	878,03
(Me-O)	693,83	694,07	706,52	694,13	696,86	693,10
(Me-N)	781,91	781,87	782,44	782,64	778,92	777,29



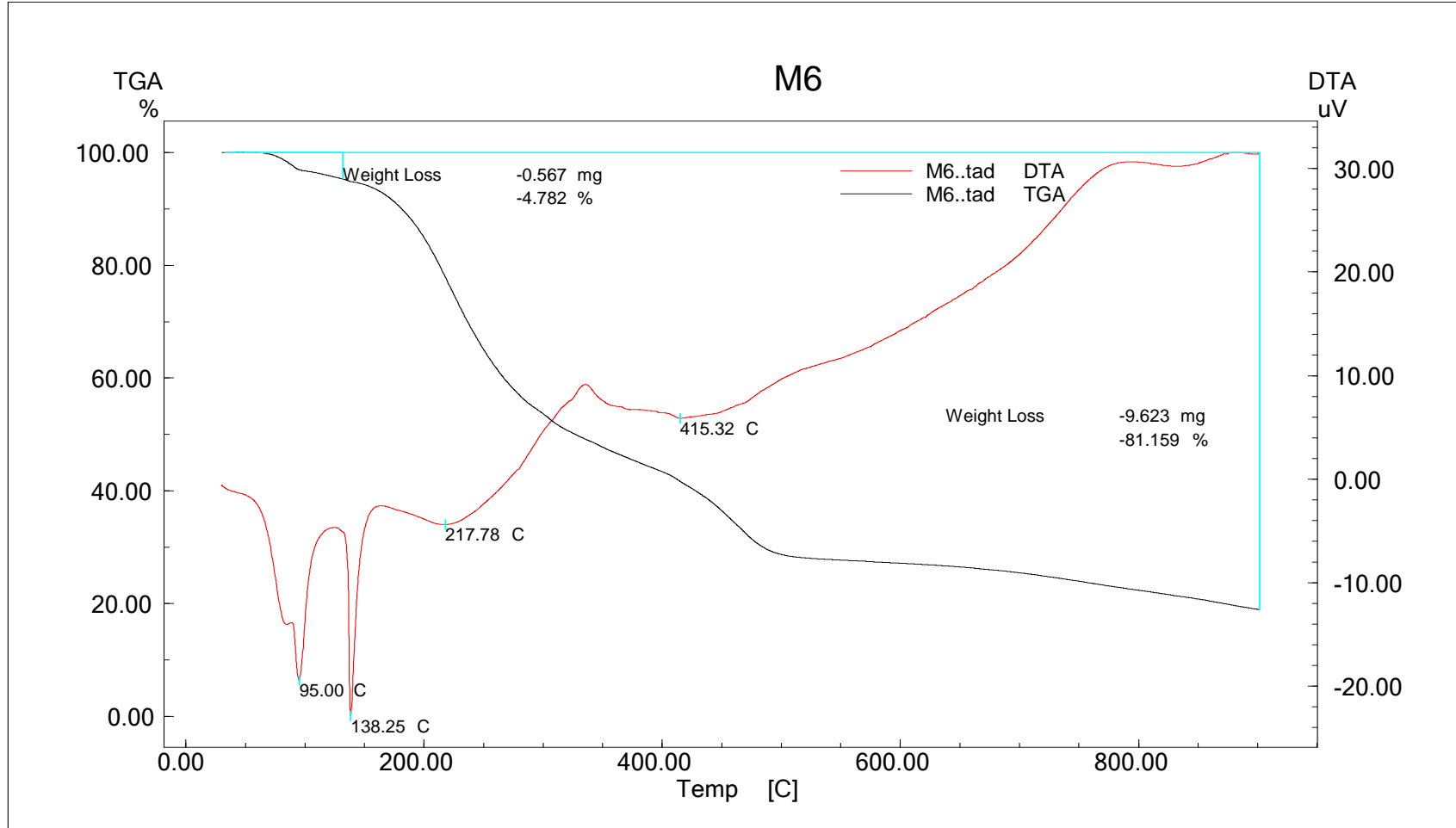
Şekil 6.7. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri



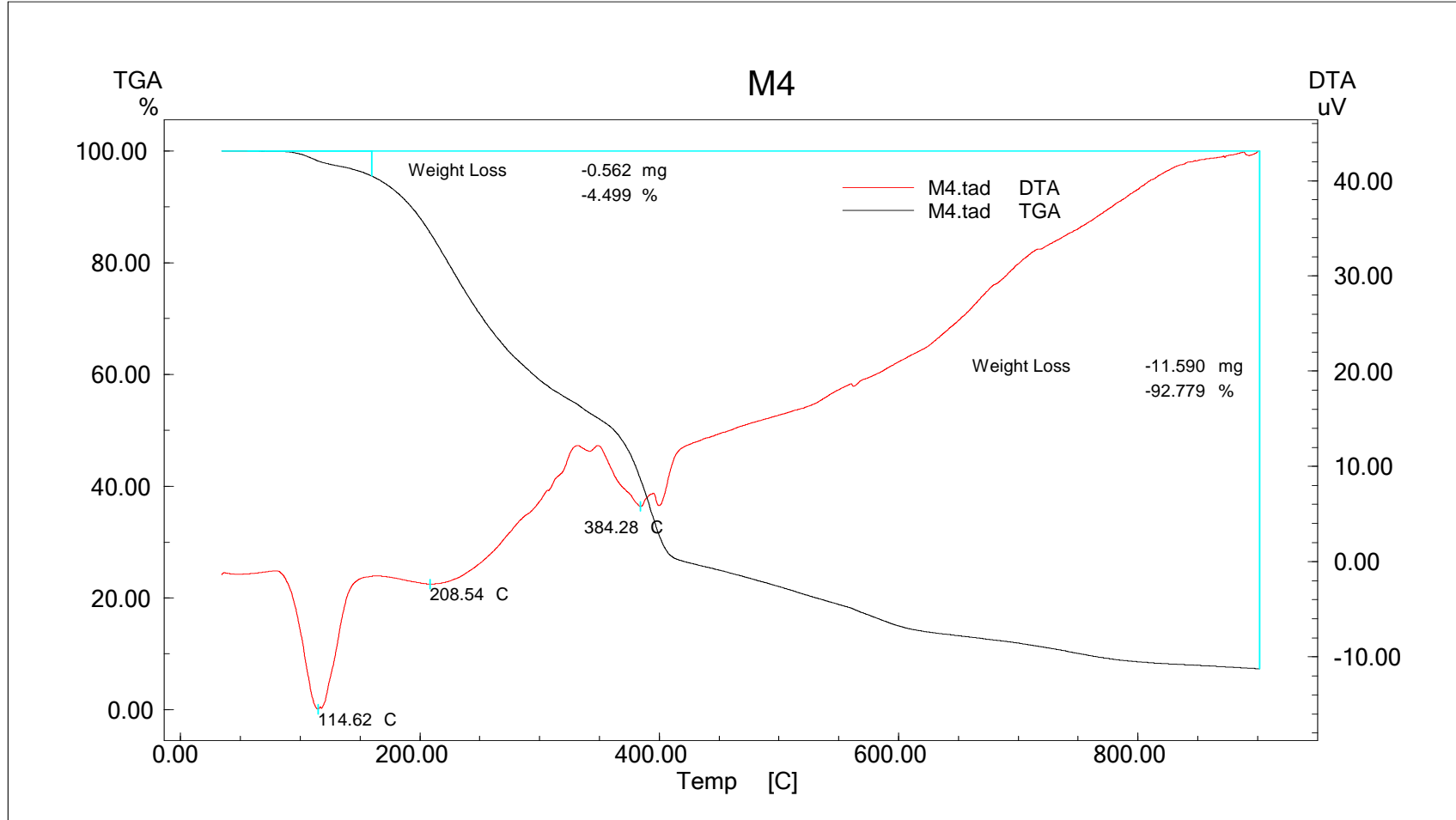
Şekil 6.8. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri



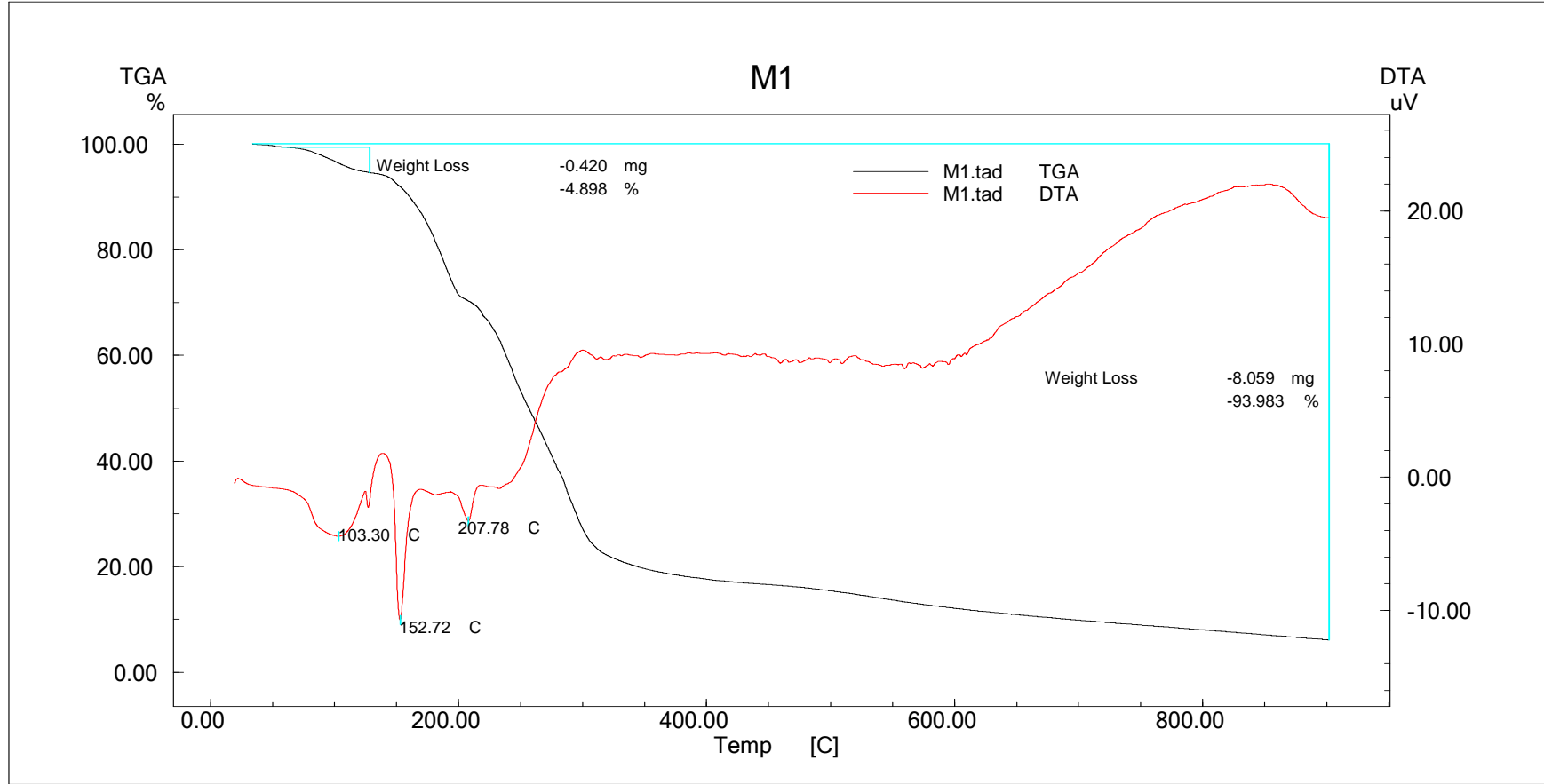
Şekil 6.9. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri



Şekil 6.10. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri



Şekil 6.11. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri



Şekil 6.12. $[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin TG-DTG-DTA eğrileri

Çizelge 6.3. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin termik analiz verileri

Bileşik	Sıcaklık Aralığı °C	Max. Boz. Sic. °C	Uzaklaşan Grup	Ağırlık Kaybı % Deneysel-Teorik	Top. Ağırlık Kaybı % Deneysel-Teorik	Katı Bozunma Ürünü
$\text{Co}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$	75-165	115,80	2H ₂ O	4,878-4,805		$\text{Co}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2$
$\text{Co}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2$	350-450	376,75	2(DENA)	44,19-42,72		$\text{Co}(\text{FBA})_2$
$\text{Co}(\text{FBA})_2$	450-900		Organik Ürünler	37,64	82,125-85.23	CoO

Çizelge 6.4. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin termik analiz verileri

Bileşik	Sıcaklık Aralığı °C	Max. Boz. Sic. °C	Uzaklaşan Grup	Ağırlık Kaybı % Deneysel-Teorik	Top. Ağırlık Kaybı % Deneysel-Teorik	Katı Bozunma Ürünü
$\text{Ni}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$	90-230	152.27	2H ₂ O	4,806-4,794		$\text{Ni}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2$
$\text{Ni}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2$	300-900	313.20	Organik ürünler		87.56-90.2	NiO

Çizelge 6.5. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin termik analiz verileri

Bileşik	Sıcaklık Aralığı °C	Max. Boz. Sic. °C	Uzaklaşan Grup	Ağırlık Kaybı % Deneysel-Teorik	Top. Ağırlık Kaybı % Deneysel-Teorik	Katı Bozunma Ürünü
$\text{Mn}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$	60-175	104,85	2H ₂ O	4,885-4,830		$\text{Mn}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2$
$\text{Mn}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2$	190-400	233,24	Organik Ürünler			
	250-900	317,84	Organik Ürünler		72,536-69,31	Mn ₃ O ₄

Çizelge 6.6. $[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin termik analiz verileri

Bileşik	Sıcaklık Aralığı °C	Max. Boz. Sic. °C	Uzaklaşan Grup	Ağırlık Kaybı % Deneysel-Teorik	Top. Ağırlık Kaybı % Deneysel-Teorik	Katı Bozunma Ürünü
$\text{Zn}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$	50-125	95	H ₂ O	4,782-4,764		$\text{Zn}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2$
$\text{Zn}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2$	130-175	138,25	Organik Ürünler			
	175-390	217,78	Organik Ürünler			
	390-900	415,32	Organik Ürünler		89,24-81,159	ZnO

Çizelge 6.7. $[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin 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
$\text{Cd}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$	75-150	114,62	H_2O	4,49-4,48		$\text{Cd}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2$
$\text{Cd}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2$	160-325	208,62	Organik Ürünler			
	360-900	384,28	Organik Ürünler		92,779-86,00	Cd

Çizelge 6.8. $[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin 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
$\text{Cu}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2(\text{H}_2\text{O})_2$	65-140	103,30	H_2O	4,89-4,76		$\text{Cu}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2$
$\text{Cu}(\text{FBA})_2(\text{DENA})_2$	140-175	152,72	Organik Ürünler			
$(\text{FBA})_2$	180-900	207,78	Organik Ürünler		93,849-91,574	Cu

Çizelge 6.9. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin kristalografik verileri

Kristal verileri

$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$

Mr = 749.67

Triklinik, P1

a = 7.2962 (2) Å

b = 8.6863 (3) Å

c = 15.9453 (5) Å

$\alpha = 85.433 (2)^\circ$

$\beta = 78.608 (3)^\circ$

$\gamma = 68.022 (2)^\circ$

Dx = 1.355 Mg m⁻³

Z = 1

F₀₀₀ = 393

Mo K_α radyasyonu

$\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$

Birim hücre parametreleri 4172
yansımadan bulunmuştur

$\theta = 2.5\text{--}26.4^\circ$

T = 294 K

$\mu = 0.53 \text{ mm}^{-1}$

Prizma, kırmızı

0.35 × 0.25 × 0.15 mm

Veri Toplama

Rigaku R-AXIS RAPID-S

difraktometresi

T = 294 K

ω taraması

Soğurma düzeltmesi: multi-scan
(Blessing, 1995)

T_{min} = 0.853, T_{max} = 0.926

19487 ölçülen yansıma

3755 bağımsız yansıma

3016 yansıma I > 2 σ (I)

R_{int} = 0.074

$\theta_{\text{max}} = 26.4^\circ$

$\theta_{\text{min}} = 2.5^\circ$

h = -9→9

k = -10→10

l = -19→19

Arıtım

F²

R[F² > 2 σ (F²)] = 0.069

wR(F²) = 0.195

S = 1.07

3755 yansıma

246 parametre

$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0999P)^2 + 0.5936P]$

$P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$

(Δ/σ)_{max} < 0.001

$\Delta\rho_{\text{max}} = 1.02 \text{ e \AA}^{-3}$

$\Delta\rho_{\text{min}} = -0.33 \text{ e \AA}^{-3}$

H atomları bağımsız ve sınırlanmış

arıtımın bir karışımına tabi tutulmuştur

Çizelge 6.10. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kristaline ait atomik koordinatlar ve izotropik eşdeğer yer değiştirme parametreleri (Å^2)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> _{iso} */ <i>U</i> _{eq}
Co1	0.5000	0.0000	0.0000	0.0386 (3)
O1	0.4778 (5)	-0.1144 (4)	-0.10591 (18)	0.0473 (7)
O2	0.7579 (5)	-0.1290 (4)	-0.1979 (2)	0.0555 (8)
O3	0.0578 (8)	-0.1907 (7)	-0.4559 (3)	0.0958 (15)
O4	-0.2309 (5)	0.3315 (4)	-0.1246 (2)	0.0585 (9)
O5	0.2256 (5)	-0.0208 (4)	0.0630 (2)	0.0506 (8)
H51	0.224 (10)	-0.126 (4)	0.080 (3)	0.09 (2)*
H52	0.214 (9)	0.033 (5)	0.113 (2)	0.075 (18)*
N1	0.3188 (5)	0.2363 (4)	-0.0485 (2)	0.0419 (8)
N2	-0.1116 (7)	0.4197 (6)	-0.2512 (3)	0.0609 (11)
C1	0.5813 (6)	-0.1268 (5)	-0.1802 (3)	0.0422 (9)
C2	0.4825 (6)	-0.1361 (5)	-0.2530 (3)	0.0418 (9)
C3	0.5824 (7)	-0.1374 (6)	-0.3370 (3)	0.0496 (11)
H3	0.7097	-0.1317	-0.3480	0.060*
C4	0.4938 (8)	-0.1471 (7)	-0.4037 (3)	0.0570 (12)
H4	0.5613	-0.1474	-0.4596	0.068*
C5	0.3035 (8)	-0.1566 (6)	-0.3882 (3)	0.0546 (11)
C6	0.2016 (7)	-0.1530 (6)	-0.3045 (3)	0.0510 (11)
H6	0.0741	-0.1583	-0.2934	0.061*
C7	0.2906 (7)	-0.1417 (6)	-0.2383 (3)	0.0463 (10)
H7	0.2213	-0.1377	-0.1824	0.056*
C8	0.2121 (10)	-0.1698 (9)	-0.4608 (4)	0.0750 (16)
H81	0.294 (9)	-0.169 (7)	-0.522 (4)	0.086 (19)*
C9	0.3415 (6)	0.3797 (5)	-0.0385 (3)	0.0439 (10)
H9	0.4366	0.3784	-0.0070	0.053*
C10	0.2310 (7)	0.5285 (6)	-0.0724 (3)	0.0494 (10)
H10	0.2502	0.6255	-0.0636	0.059*
C11	0.0905 (7)	0.5306 (5)	-0.1200 (3)	0.0478 (10)
H11	0.0157	0.6287	-0.1449	0.057*
C12	0.0637 (6)	0.3839 (5)	-0.1299 (3)	0.0426 (9)
C13	0.1798 (6)	0.2402 (5)	-0.0936 (3)	0.0419 (9)
H13	0.1613	0.1421	-0.1005	0.050*
C14	-0.1028 (7)	0.3743 (6)	-0.1700 (3)	0.0468 (10)
C15	0.0391 (10)	0.4689 (8)	-0.3107 (3)	0.0732 (16)
H15A	0.1301	0.4851	-0.2785	0.088*
H15B	-0.0288	0.5745	-0.3370	0.088*
C16	0.1577 (13)	0.3470 (13)	-0.3789 (6)	0.136 (4)
H16A	0.2601	0.3820	-0.4123	0.203*
H16B	0.0709	0.3392	-0.4151	0.203*
H16C	0.2193	0.2404	-0.3536	0.203*

C17	-0.2911 (10)	0.4212 (8)	-0.2844 (4)	0.0754 (16)
H17A	-0.4114	0.4706	-0.2420	0.090*

Çizelge 6.11. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin geometrik parametreler (\AA , $^\circ$)

Co1—O1	2.088 (3)	C7—C6	1.370 (6)
Co1—O1i	2.088 (3)	C7—H7	0.9300
Co1—O5	2.121 (3)	C8—H81	1.04 (6)
Co1—O5i	2.121 (3)	C9—H9	0.9300
Co1—N1	2.163 (3)	C10—C9	1.377 (6)
Co1—N1i	2.163 (3)	C10—C11	1.385 (6)
O1—C1	1.262 (5)	C10—H10	0.9300
O2—C1	1.257 (5)	C11—H11	0.9300
O3—C8	1.193 (7)	C12—C11	1.385 (6)
O4—C14	1.219 (5)	C12—C13	1.378 (6)
O5—H51	0.94 (4)	C13—H13	0.9300
O5—H52	0.92 (2)	C14—N2	1.330 (6)
N1—C9	1.341 (5)	C14—C12	1.511 (6)
N1—C13	1.343 (5)	C15—C16	1.476 (9)
N2—C15	1.473 (7)	C15—H15A	0.9700
N2—C17	1.501 (7)	C15—H15B	0.9700
C2—C1	1.504 (6)	C16—H16A	0.9600
C2—C3	1.391 (6)	C16—H16B	0.9600
C2—C7	1.392 (6)	C16—H16C	0.9600
C3—C4	1.371 (6)	C17—C18	1.463 (8)
C3—H3	0.9300	C17—H17A	0.9700
C4—C5	1.394 (7)	C17—H17B	0.9700
C4—H4	0.9300	C18—H18A	0.9600
C5—C6	1.391 (6)	C18—H18B	0.9600
C5—C8	1.477 (7)	C18—H18C	0.9600
C6—H6	0.9300		
O1i—Co1—O1	180.00 (17)	O3—C8—C5	126.1 (6)
O1i—Co1—O5i	88.16 (12)	O3—C8—H81	116 (3)
O1—Co1—O5i	91.84 (12)	C5—C8—H81	117 (3)
O1i—Co1—O5	91.84 (12)	N1—C9—C10	123.3 (4)
O1—Co1—O5	88.16 (12)	N1—C9—H9	118.3
O1i—Co1—N1	91.25 (12)	C10—C9—H9	118.3
O1—Co1—N1	88.75 (12)	C9—C10—C11	118.5 (4)
O1i—Co1—N1i	88.75 (12)	C9—C10—H10	120.7
O1—Co1—N1i	91.25 (12)	C11—C10—H10	120.7

O5i—Co1—O5	180.00 (18)	C10—C11—H11	120.6
O5i—Co1—N1	93.36 (12)	C12—C11—C10	118.8 (4)
O5—Co1—N1	86.64 (12)	C12—C11—H11	120.6
O5i—Co1—N1i	86.64 (12)	C11—C12—C14	123.6 (4)
O5—Co1—N1i	93.36 (12)	C13—C12—C11	119.1 (4)
N1—Co1—N1i	180.0 (2)	C13—C12—C14	116.9 (4)
C1—O1—Co1	127.5 (3)	N1—C13—C12	122.6 (4)
Co1—O5—H51	119 (4)	N1—C13—H13	118.7
Co1—O5—H52	97 (3)	C12—C13—H13	118.7
H52—O5—H51	105 (3)	O4—C14—N2	122.1 (4)
C9—N1—Co1	123.6 (3)	O4—C14—C12	117.9 (4)
C9—N1—C13	117.7 (4)	N2—C14—C12	120.0 (4)
C13—N1—Co1	118.6 (3)	N2—C15—C16	113.8 (6)
C14—N2—C15	125.4 (4)	N2—C15—H15A	108.8
C14—N2—C17	116.9 (4)	N2—C15—H15B	108.8
C15—N2—C17	117.6 (4)	C16—C15—H15A	108.8
O1—C1—C2	116.9 (4)	C16—C15—H15B	108.8
O2—C1—O1	125.1 (4)	H15A—C15—H15B	107.7
O2—C1—C2	118.0 (4)	C15—C16—H16A	109.5
C3—C2—C1	120.0 (4)	C15—C16—H16B	109.5
C3—C2—C7	118.7 (4)	C15—C16—H16C	109.5
C7—C2—C1	121.3 (4)	H16A—C16—H16B	109.5
C2—C3—H3	119.9	H16A—C16—H16C	109.5
C4—C3—C2	120.3 (4)	H16B—C16—H16C	109.5
C4—C3—H3	119.9	N2—C17—H17A	109.4
C3—C4—C5	120.5 (4)	N2—C17—H17B	109.4
C3—C4—H4	119.7	C18—C17—N2	111.3 (5)
C5—C4—H4	119.7	C18—C17—H17A	109.4
C4—C5—C8	119.7 (5)	C18—C17—H17B	109.4
C6—C5—C4	119.5 (4)	H17A—C17—H17B	108.0

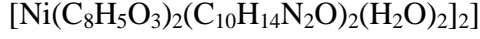
C6—C5—C8	120.7 (5)	C17—C18—H18A	109.5
C5—C6—H6	120.2	C17—C18—H18B	109.5
C7—C6—C5	119.5 (4)	C17—C18—H18C	109.5
C7—C6—H6	120.2	H18A—C18—H18B	109.5
C2—C7—H7	119.3	H18A—C18—H18C	109.5
C6—C7—C2	121.4 (4)	H18B—C18—H18C	109.5
C6—C7—H7	119.3		
O5i—Co1—O1—C1	-11.3 (4)	C1—C2—C3—C4	179.5 (4)
O5—Co1—O1—C1	168.7 (4)	C7—C2—C3—C4	-1.1 (7)
N1—Co1—O1—C1	82.0 (4)	C1—C2—C7—C6	-178.9 (4)
N1i—Co1—O1—C1	-98.0 (4)	C3—C2—C7—C6	1.8 (7)
O1i—Co1—N1—C9	33.5 (3)	C2—C3—C4—C5	-0.3 (7)
O1—Co1—N1—C9	-146.5 (3)	C3—C4—C5—C6	1.2 (8)
O1i—Co1—N1—C13	-148.7 (3)	C3—C4—C5—C8	-179.0 (5)
O1—Co1—N1—C13	31.3 (3)	C4—C5—C6—C7	-0.6 (8)
O5i—Co1—N1—C9	-54.7 (3)	C8—C5—C6—C7	179.6 (5)
O5—Co1—N1—C9	125.3 (3)	C4—C5—C8—O3	174.2 (7)
O5i—Co1—N1—C13	123.0 (3)	C6—C5—C8—O3	-6.0 (10)
O5—Co1—N1—C13	-57.0 (3)	C2—C7—C6—C5	-1.0 (7)
Co1—O1—C1—O2	27.6 (6)	C11—C10—C9—N1	-0.6 (7)
Co1—O1—C1—C2	-151.1 (3)	C9—C10—C11—C12	1.5 (7)
Co1—N1—C9—C10	177.3 (3)	C13—C12—C11—C10	-1.2 (6)
C13—N1—C9—C10	-0.5 (6)	C14—C12—C11—C10	171.5 (4)
Co1—N1—C13—C12	-177.2 (3)	C11—C12—C13—N1	0.1 (6)
C9—N1—C13—C12	0.7 (6)	C14—C12—C13—N1	-173.1 (4)
C14—N2—C15—C16	109.8 (7)	O4—C14—C12—C11	-114.3 (5)
C17—N2—C15—C16	-70.5 (8)	O4—C14—C12—C13	58.6 (6)

C14—N2—C17—C18	-77.7 (7)	N2—C14—C12—C11	62.5 (6)
C15—N2—C17—C18	102.6 (6)	N2—C14—C12—C13	-124.6 (5)
C3—C2—C1—O1	175.2 (4)	O4—C14—N2—C15	-178.4 (5)
C3—C2—C1—O2	-3.6 (6)	O4—C14—N2—C17	1.9 (7)
C7—C2—C1—O1	-4.1 (6)	C12—C14—N2—C15	5.0 (8)
C7—C2—C1—O2	177.1 (4)	C12—C14—N2—C17	-174.7 (4)

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

Çizelge 6.12 $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]_2$ kompleksinin kristalografik verileri

Kristal verileri



$M_r = 749.43$

Triclinic, $P1$

$a = 7.2909 (2) \text{ \AA}$

$b = 8.6883 (3) \text{ \AA}$

$c = 15.9037 (4) \text{ \AA}$

$\beta = 78.576 (4)^\circ$

$\alpha = 85.034 (5)^\circ$

$\gamma = 67.594 (3)^\circ$

$T = 294 \text{ K}$

$Z = 1$

$F_{000} = 394$

$D_x = 1.363 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo $K\alpha$ radyasyonu

$\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$

Birim hücre parametreleri 4227

yansımadan bulunmuştur

$\theta = 2.5\text{--}26.4^\circ$

$\mu = 0.59 \text{ mm}^{-1}$

Prizma, yeşil

$0.35 \times 0.20 \times 0.15 \text{ mm}$

Veri toplama

Rigaku R-AXIS RAPID-S

difraktometresi

$T = 294 \text{ K}$

ω taraması

Soğurma düzeltmesi: multi-scan

(Blessing, 1995)

$T_{\min} = 0.870$, $T_{\max} = 0.918$

19676 ölçülen yansıma

3740 bağımsız yansıma

2797 yansıma $I > 2\sigma(I)$

$R_{\text{int}} = 0.098$

$\theta_{\max} = 26.4^\circ$

$\theta_{\min} = 2.5^\circ$

$h = -9 \rightarrow 9$

$k = -10 \rightarrow 10$

$l = -19 \rightarrow 19$

Arıtım

F^2

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.062$

$wR(F^2) = 0.122$

$S = 1.04$

3740 yansıma

242 parametre

$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0235P)^2 + 0.8051P]$

$P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$

$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.001$

$\Delta\rho_{\max} = 0.50 \text{ e \AA}^{-3}$

$\Delta\rho_{\min} = -0.31 \text{ e \AA}^{-3}$

H atomları bağımsız ve sınırlanmış

arıtımın bir karışımına tabi tutulmuştur

Çizelge 6.13. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kristaline ait atomik koordinatlar ve izotropik eşdeğer yer değiştirme parametreleri (\AA^2)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> _{iso} */ <i>U</i> _{eq}
O5	-0.2711 (4)	-0.0197 (4)	0.06069 (16)	0.0494 (6)
H52	-0.284 (6)	0.028 (4)	0.1070 (13)	0.069 (14)*
H51	-0.260 (6)	-0.1180 (19)	0.074 (2)	0.072 (15)*
Ni1	0.0000	0.0000	0.0000	0.03948 (19)
O1	0.0244 (3)	0.1122 (3)	0.10462 (14)	0.0465 (6)
O2	-0.2567 (4)	0.1272 (3)	0.19683 (16)	0.0569 (7)
N1	0.1775 (4)	-0.2306 (3)	0.04762 (17)	0.0427 (7)
O4	0.7320 (4)	-0.3311 (3)	0.12366 (16)	0.0579 (7)
C1	-0.0812 (5)	0.1254 (4)	0.1788 (2)	0.0430 (8)
C12	0.4355 (5)	-0.3815 (4)	0.1297 (2)	0.0423 (8)
C13	0.3191 (5)	-0.2372 (4)	0.0918 (2)	0.0433 (8)
H13	0.3401	-0.1398	0.0974	0.052*
C7	0.2092 (5)	0.1420 (4)	0.2370 (2)	0.0467 (8)
H7	0.2787	0.1384	0.1810	0.056*
C9	0.1550 (5)	-0.3738 (4)	0.0380 (2)	0.0467 (8)
H9	0.0593	-0.3722	0.0067	0.056*
C2	0.0178 (5)	0.1355 (4)	0.2521 (2)	0.0420 (8)
N2	0.6115 (5)	-0.4182 (4)	0.2506 (2)	0.0617 (9)
C3	-0.0823 (5)	0.1368 (4)	0.3360 (2)	0.0502 (9)
H3	-0.2093	0.1304	0.3472	0.060*
C11	0.4075 (5)	-0.5277 (4)	0.1196 (2)	0.0477 (9)
H11	0.4824	-0.6269	0.1445	0.057*
O3	0.4414 (5)	0.1916 (5)	0.4558 (2)	0.0974 (11)
C14	0.6023 (5)	-0.3740 (4)	0.1690 (2)	0.0474 (9)
C4	0.0071 (6)	0.1476 (5)	0.4030 (2)	0.0559 (10)
H4	-0.0606	0.1483	0.4591	0.067*
C6	0.2976 (5)	0.1538 (5)	0.3041 (2)	0.0523 (9)
H6	0.4251	0.1592	0.2932	0.063*
C10	0.2674 (5)	-0.5233 (4)	0.0723 (2)	0.0505 (9)
H10	0.2483	-0.6202	0.0635	0.061*
C5	0.1956 (6)	0.1575 (5)	0.3878 (2)	0.0533 (9)
C17	0.7912 (7)	-0.4225 (6)	0.2841 (3)	0.0746 (13)
H17A	0.8047	-0.4912	0.3356	0.090*
H17B	0.9119	-0.4723	0.2417	0.090*
C15	0.4604 (7)	-0.4666 (6)	0.3106 (3)	0.0740 (13)
H15A	0.3689	-0.4823	0.2785	0.089*
H15B	0.5285	-0.5725	0.3373	0.089*
C16	0.3433 (9)	-0.3450 (9)	0.3777 (4)	0.137 (3)
H16A	0.2414	-0.3797	0.4119	0.206*

H16B	0.2804	-0.2383	0.3518	0.206*
H16C	0.4309	-0.3367	0.4134	0.206*
C8	0.2863 (7)	0.1717 (6)	0.4606 (3)	0.0767 (13)
H8	0.2159	0.1645	0.5154	0.092*
C18	0.7725 (8)	-0.2525 (6)	0.3038 (3)	0.0961 (17)
H18A	0.8938	-0.2582	0.3212	0.144*
H18B	0.6600	-0.2068	0.3494	0.144*
H18C	0.7518	-0.1827	0.2537	0.144*

Çizelge 6.14 $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kristaline ait geometrik parametreler (Å , $^\circ$)

O5—Ni1	2.084 (2)	N2—C17	1.496 (5)
O5—H52	0.85 (3)	C3—C4	1.380 (5)
O5—H51	0.84 (2)	C3—H3	0.93
Ni1—O1	2.069 (2)	C11—C10	1.371 (5)
Ni1—O1i	2.069 (2)	C11—H11	0.93
Ni1—O5i	2.084 (2)	O3—C8	1.194 (5)
Ni1—N1	2.100 (3)	C4—C5	1.382 (5)
Ni1—N1i	2.100 (3)	C4—H4	0.93
O1—C1	1.263 (4)	C6—C5	1.386 (5)
O2—C1	1.249 (4)	C6—H6	0.93
N1—C9	1.340 (4)	C10—H10	0.93
N1—C13	1.341 (4)	C5—C8	1.478 (5)
O4—C14	1.227 (4)	C17—C18	1.486 (6)
C1—C2	1.511 (4)	C17—H17A	0.97
C12—C13	1.384 (4)	C17—H17B	0.97
C12—C11	1.389 (5)	C15—C16	1.459 (6)
C12—C14	1.498 (4)	C15—H15A	0.97
C13—H13	0.93	C15—H15B	0.97
C7—C6	1.380 (4)	C16—H16A	0.96
C7—C2	1.391 (4)	C16—H16B	0.96
C7—H7	0.93	C16—H16C	0.96
C9—C10	1.379 (5)	C8—H8	0.93
C9—H9	0.93	C18—H18A	0.96
C2—C3	1.388 (5)	C18—H18B	0.96
N2—C14	1.328 (4)	C18—H18C	0.96
N2—C15	1.473 (5)		
Ni1—O5—H52	98 (3)	C10—C11—C12	118.8 (3)
Ni1—O5—H51	113 (3)	C10—C11—H11	120.6
H52—O5—H51	106 (2)	C12—C11—H11	120.6
O1—Ni1—O1i	180.00 (6)	O4—C14—N2	121.3 (3)

O1—Ni1—O5	92.91 (10)	O4—C14—C12	118.6 (3)
O1i—Ni1—O5	87.09 (10)	N2—C14—C12	120.1 (3)
O1—Ni1—O5i	87.09 (10)	C3—C4—C5	121.0 (3)
O1i—Ni1—O5i	92.91 (10)	C3—C4—H4	119.5
O5—Ni1—O5i	180.00 (19)	C5—C4—H4	119.5
O1—Ni1—N1	88.53 (10)	C7—C6—C5	119.8 (3)
O1i—Ni1—N1	91.47 (10)	C7—C6—H6	120.1
O5—Ni1—N1	93.76 (10)	C5—C6—H6	120.1
O5i—Ni1—N1	86.24 (10)	C11—C10—C9	119.3 (3)
O1—Ni1—N1i	91.47 (10)	C11—C10—H10	120.3
O1i—Ni1—N1i	88.53 (10)	C9—C10—H10	120.3
O5—Ni1—N1i	86.24 (10)	C4—C5—C6	119.4 (3)
O5i—Ni1—N1i	93.76 (10)	C4—C5—C8	119.8 (4)
N1—Ni1—N1i	180.0 (2)	C6—C5—C8	120.8 (4)
C1—O1—Ni1	126.8 (2)	C18—C17—N2	111.3 (4)
C9—N1—C13	117.2 (3)	C18—C17—H17A	109.4
C9—N1—Ni1	123.6 (2)	N2—C17—H17A	109.4
C13—N1—Ni1	119.3 (2)	C18—C17—H17B	109.4
O2—C1—O1	125.9 (3)	N2—C17—H17B	109.4
O2—C1—C2	117.7 (3)	H17A—C17—H17B	108.0
O1—C1—C2	116.3 (3)	C16—C15—N2	113.6 (4)
C13—C12—C11	118.2 (3)	C16—C15—H15A	108.8
C13—C12—C14	117.4 (3)	N2—C15—H15A	108.8
C11—C12—C14	123.8 (3)	C16—C15—H15B	108.8
N1—C13—C12	123.4 (3)	N2—C15—H15B	108.8
N1—C13—H13	118.3	H15A—C15—H15B	107.7
C12—C13—H13	118.3	C15—C16—H16A	109.5
C6—C7—C2	120.9 (3)	C15—C16—H16B	109.5
C6—C7—H7	119.6	H16A—C16—H16B	109.5
C2—C7—H7	119.6	C15—C16—H16C	109.5
N1—C9—C10	123.0 (3)	H16A—C16—H16C	109.5
N1—C9—H9	118.5	H16B—C16—H16C	109.5
C10—C9—H9	118.5	O3—C8—C5	126.2 (4)
C3—C2—C7	119.0 (3)	O3—C8—H8	116.9
C3—C2—C1	119.8 (3)	C5—C8—H8	116.9
C7—C2—C1	121.2 (3)	C17—C18—H18A	109.5
C14—N2—C15	125.2 (3)	C17—C18—H18B	109.5
C14—N2—C17	117.6 (3)	H18A—C18—H18B	109.5
C15—N2—C17	117.1 (3)	C17—C18—H18C	109.5
C4—C3—C2	119.9 (3)	H18A—C18—H18C	109.5
C4—C3—H3	120.1	H18B—C18—H18C	109.5
C2—C3—H3	120.1		
O5—Ni1—O1—C1	10.8 (3)	C7—C2—C3—C4	1.2 (5)

O5i—Ni1—O1—C1	-169.2 (3)	C1—C2—C3—C4	-179.4 (3)
N1—Ni1—O1—C1	-82.9 (3)	C13—C12—C11—C10	0.4 (5)
N1i—Ni1—O1—C1	97.1 (3)	C14—C12—C11—C10	-171.1 (3)
O1—Ni1—N1—C9	146.8 (3)	C15—N2—C14—O4	178.1 (4)
O1i—Ni1—N1—C9	-33.2 (3)	C17—N2—C14—O4	-3.2 (6)
O5—Ni1—N1—C9	54.0 (3)	C15—N2—C14—C12	-4.0 (6)
O5i—Ni1—N1—C9	-126.0 (3)	C17—N2—C14—C12	174.7 (3)
O1—Ni1—N1—C13	-31.7 (2)	C13—C12—C14—O4	-57.3 (5)
O1i—Ni1—N1—C13	148.3 (2)	C11—C12—C14—O4	114.3 (4)
O5—Ni1—N1—C13	-124.5 (3)	C13—C12—C14—N2	124.7 (4)
O5i—Ni1—N1—C13	55.5 (3)	C11—C12—C14—N2	-63.7 (5)
Ni1—O1—C1—O2	-26.2 (5)	C2—C3—C4—C5	0.1 (6)
Ni1—O1—C1—C2	152.2 (2)	C2—C7—C6—C5	0.7 (5)
C9—N1—C13—C12	-2.3 (5)	C12—C11—C10—C9	-1.6 (5)
Ni1—N1—C13—C12	176.3 (2)	N1—C9—C10—C11	0.8 (6)
C11—C12—C13—N1	1.6 (5)	C3—C4—C5—C6	-1.0 (6)
C14—C12—C13—N1	173.7 (3)	C3—C4—C5—C8	179.0 (4)
C13—N1—C9—C10	1.1 (5)	C7—C6—C5—C4	0.7 (6)
Ni1—N1—C9—C10	-177.5 (3)	C7—C6—C5—C8	-179.4 (4)
C6—C7—C2—C3	-1.6 (5)	C14—N2—C17—C18	78.7 (5)
C6—C7—C2—C1	179.0 (3)	C15—N2—C17—C18	-102.4 (5)
O2—C1—C2—C3	3.7 (5)	C14—N2—C15—C16	-110.3 (5)
O1—C1—C2—C3	-174.9 (3)	C17—N2—C15—C16	71.0 (6)
O2—C1—C2—C7	-177.0 (3)	C4—C5—C8—O3	-175.0 (5)
O1—C1—C2—C7	4.5 (5)	C6—C5—C8—O3	5.1 (7)
C7—C2—C1	121.2 (3)	C17—C18—H18A	109.5
C14—N2—C15	125.2 (3)	C17—C18—H18B	109.5
C14—N2—C17	117.6 (3)	H18A—C18—H18B	109.5
C15—N2—C17	117.1 (3)	C17—C18—H18C	109.5
C4—C3—C2	119.9 (3)	H18A—C18—H18C	109.5
C4—C3—H3	120.1	H18B—C18—H18C	109.5
C2—C3—H3	120.1		
O5—Ni1—O1—C1	10.8 (3)	C7—C2—C3—C4	1.2 (5)
O5i—Ni1—O1—C1	-169.2 (3)	C1—C2—C3—C4	-179.4 (3)
N1—Ni1—O1—C1	-82.9 (3)	C13—C12—C11—C10	0.4 (5)
N1i—Ni1—O1—C1	97.1 (3)	C14—C12—C11—C10	-171.1 (3)
O1—Ni1—N1—C9	146.8 (3)	C15—N2—C14—O4	178.1 (4)
O1i—Ni1—N1—C9	-33.2 (3)	C17—N2—C14—O4	-3.2 (6)
O5—Ni1—N1—C9	54.0 (3)	C15—N2—C14—C12	-4.0 (6)
O5i—Ni1—N1—C9	-126.0 (3)	C17—N2—C14—C12	174.7 (3)
O1—Ni1—N1—C13	-31.7 (2)	C13—C12—C14—O4	-57.3 (5)
O1i—Ni1—N1—C13	148.3 (2)	C11—C12—C14—O4	114.3 (4)
O5—Ni1—N1—C13	-124.5 (3)	C13—C12—C14—N2	124.7 (4)
O5i—Ni1—N1—C13	55.5 (3)	C11—C12—C14—N2	-63.7 (5)

Ni1—O1—C1—O2	-26.2 (5)	C2—C3—C4—C5	0.1 (6)
Ni1—O1—C1—C2	152.2 (2)	C2—C7—C6—C5	0.7 (5)
C9—N1—C13—C12	-2.3 (5)	C12—C11—C10—C9	-1.6 (5)
Ni1—N1—C13—C12	176.3 (2)	N1—C9—C10—C11	0.8 (6)
C11—C12—C13—N1	1.6 (5)	C3—C4—C5—C6	-1.0 (6)
C14—C12—C13—N1	173.7 (3)	C3—C4—C5—C8	179.0 (4)
C13—N1—C9—C10	1.1 (5)	C7—C6—C5—C4	0.7 (6)
Ni1—N1—C9—C10	-177.5 (3)	C7—C6—C5—C8	-179.4 (4)
C6—C7—C2—C3	-1.6 (5)	C14—N2—C17—C18	78.7 (5)
C6—C7—C2—C1	179.0 (3)	C15—N2—C17—C18	-102.4 (5)
O2—C1—C2—C3	3.7 (5)	C14—N2—C15—C16	-110.3 (5)
O1—C1—C2—C3	-174.9 (3)	C17—N2—C15—C16	71.0 (6)
O2—C1—C2—C7	-177.0 (3)	C4—C5—C8—O3	-175.0 (5)
O1—C1—C2—C7	4.5 (5)	C6—C5—C8—O3	5.1 (7)

Simetri kodları: (i) -x+1, -y, -z.

Çizelge 6.15. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin kristalografik verileri

Kristal verileri



$M_r = 745.68$

Triklinik, $P1$

$$a = 7.3266 (2) \text{ \AA}$$

$$b = 8.6618 (2) \text{ \AA}$$

$$c = 16.0687 (3) \text{ \AA}$$

$$\alpha = 86.381 (8)^\circ$$

$$\beta = 78.272 (7)^\circ$$

$$\gamma = 68.618 (6)^\circ$$

$$V = 929.67 (6) \text{ \AA}^3$$

$$D_x = 1.332 \text{ Mg m}^{-3}$$

$$Z = 1$$

$$F_{000} = 391$$

Mo K_α radyasyonu

$$\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$$

Birim hücre parametreleri 2942 yansıma bulunmuştur

$$\theta = 2.5\text{--}26.4^\circ$$

$$T = 294 \text{ K}$$

$$\mu = 0.42 \text{ mm}^{-1}$$

Blok, beyaz

$$0.35 \times 0.20 \times 0.15 \text{ mm}$$

Veri toplama

Rigaku R-AXIS RAPID-S

difraktometresi

ω scans

Soğurma düzeltmesi: multi-scan (ABSCOR; Higashi, 1995)

$$T_{\min} = 0.904, T_{\max} = 0.935$$

18356 ölçülen yansıma

3799 bağımsız yansıma

3317 yansıma $I > 2\sigma(I)$

$$R_{\text{int}} = 0.071$$

$$T = 294 \text{ K}$$

$$\theta_{\max} = 26.4^\circ$$

$$\theta_{\min} = 2.5^\circ$$

$$h = -9 \rightarrow 9$$

$$k = -10 \rightarrow 10$$

$$l = -20 \rightarrow 20$$

Arıtım

$$F^2$$

$$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.058$$

$$wR(F^2) = 0.157$$

$$S = 1.02$$

3799 yansıma

246 parametre

$$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0681P)^2 + 0.7177P]$$

$$P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$$

$$(\Delta/\sigma)_{\max} < 0.001$$

$$\Delta\rho_{\max} = 0.77 \text{ e \AA}^{-3}$$

$$\Delta\rho_{\min} = -0.32 \text{ e \AA}^{-3}$$

H atomları bağımsız ve sınırlanmış arıtımın bir karışımına tabi tutulmuştur

Çizelge 6.16. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kristaline ait atomik koordinatlar ve izotropik eşdeğer yer değiştirme parametreleri (\AA^2)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> _{iso} */ <i>U</i> _{eq}
Mn1	0.5000	0.5000	0.5000	0.04035 (19)
O1	0.5226 (3)	0.6203 (2)	0.60914 (12)	0.0488 (5)
O2	0.2455 (3)	0.6315 (3)	0.70146 (14)	0.0583 (5)
O3	0.9452 (5)	0.6893 (5)	0.95632 (19)	0.1013 (11)
O4	-0.2292 (3)	0.8295 (3)	0.37375 (14)	0.0615 (6)
O5	0.2143 (3)	0.4822 (3)	0.56750 (14)	0.0548 (5)
H51	0.209 (7)	0.378 (3)	0.579 (3)	0.089 (13)*
H52	0.202 (7)	0.529 (5)	0.6197 (17)	0.095 (14)*
N1	0.3151 (3)	0.7460 (3)	0.44777 (14)	0.0440 (5)
N2	-0.1135 (5)	0.9208 (4)	0.24863 (17)	0.0644 (7)
C1	0.4205 (4)	0.6295 (3)	0.68336 (17)	0.0439 (6)
C2	0.5205 (4)	0.6365 (3)	0.75573 (17)	0.0428 (6)
C3	0.7119 (4)	0.6417 (4)	0.74021 (17)	0.0473 (6)
H3	0.7806	0.6384	0.6845	0.057*
C4	0.8014 (5)	0.6518 (4)	0.80646 (19)	0.0532 (7)
H4	0.9292	0.6560	0.7954	0.064*
C5	0.6993 (5)	0.6556 (4)	0.88983 (19)	0.0551 (7)
C6	0.5098 (5)	0.6475 (4)	0.90521 (19)	0.0579 (8)
H6	0.4424	0.6482	0.9609	0.069*
C7	0.4202 (4)	0.6384 (4)	0.83915 (18)	0.0519 (7)
H7	0.2927	0.6336	0.8503	0.062*
C8	0.7904 (7)	0.6678 (6)	0.9615 (2)	0.0760 (11)
H8	0.712 (5)	0.658 (4)	1.0166 (14)	0.062 (10)*
C9	0.3345 (4)	0.8906 (3)	0.45861 (18)	0.0470 (6)
H9	0.4275	0.8922	0.4899	0.056*
C10	0.2234 (5)	1.0371 (4)	0.4256 (2)	0.0525 (7)
H10	0.2408	1.1354	0.4348	0.063*
C11	0.0859 (4)	1.0359 (3)	0.37870 (19)	0.0498 (7)
H11	0.0102	1.1330	0.3550	0.060*
C12	0.0623 (4)	0.8875 (3)	0.36748 (17)	0.0430 (6)
C13	0.1776 (4)	0.7474 (3)	0.40382 (17)	0.0446 (6)
H13	0.1590	0.6484	0.3976	0.054*
C14	-0.1018 (4)	0.8756 (4)	0.32858 (19)	0.0495 (7)
C15	0.0357 (6)	0.9707 (5)	0.1895 (2)	0.0743 (10)
H15A	-0.0323	1.0752	0.1641	0.089*
H15B	0.1251	0.9892	0.2214	0.089*
C16	0.1546 (9)	0.8495 (9)	0.1215 (4)	0.141 (3)

H16A	0.2588	0.8837	0.0896	0.212*
H16B	0.0702	0.8423	0.0845	0.212*
H16C	0.2126	0.7429	0.1459	0.212*
C17	-0.2907 (7)	0.9202 (5)	0.2173 (3)	0.0779 (11)
H17A	-0.4094	0.9678	0.2607	0.093*
H17B	-0.3065	0.9890	0.1673	0.093*
C18	-0.2717 (9)	0.7511 (6)	0.1959 (3)	0.1023 (16)
H18A	-0.3799	0.7568	0.1692	0.153*
H18B	-0.2757	0.6873	0.2468	0.153*
H18C	-0.1470	0.6992	0.1576	0.153*

Çizelge.6.17. $[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kristaline ait geometrik parametreler (Å, °)

Mn1—O1i	2.1596 (18)	C6—H6	0.9300
Mn1—O1	2.1596 (18)	C7—C6	1.377 (4)
Mn1—O5	2.207 (2)	C7—H7	0.9300
Mn1—O5i	2.207 (2)	C8—H8	0.971 (18)
Mn1—N1	2.283 (2)	C9—C10	1.375 (4)
Mn1—N1i	2.283 (2)	C9—H9 0.	9300
O1—C1	1.262 (3)	C10—H10	0.9300
O2—C1	1.249 (3)	C11—C10	1.379 (4)
O3—C8	1.201 (5)	C11—H11	0.9300
O4—C14	1.232 (4)	C12—C11	1.385 (4)
O5—H51	0.924 (19)	C12—C13	1.375 (4)
O5—H52	0.926 (19)	C12—C14	1.500 (4)
N1—C9	1.337 (3)	C13—H13	0.9300
N1—C13	1.339 (3)	C15—C16	1.465 (7)
N2—C14	1.330 (4)	C15—H15A	0.9700
N2—C15	1.468 (5)	C15—H15B	0.9700
N2—C17	1.487 (4)	C16—H16A	0.9600
C2—C1	1.510 (4)	C16—H16B	0.9600
C2—C3	1.391 (4)	C16—H16C	0.9600
C2—C7	1.389 (4)	C17—C18	1.477 (6)
C3—C4	1.381 (4)	C17—H17A	0.9700
C3—H3	0.9300	C17—H17B	0.9700
C4—H4	0.9300	C18—H18A	0.9600
C5—C4	1.391 (4)	C18—H18B	0.9600
C5—C6	1.386 (5)	C18—H18C	0.9600
C5—C8	1.470 (4)		
O1i—Mn1—O1	180.000 (1)	O3—C8—C5	126.0 (4)

O1i—Mn1—O5	89.23 (8)	O3—C8—H8	121 (2)
O1—Mn1—O5	90.77 (8)	C5—C8—H8	113 (2)
O1i—Mn1—O5i	90.77 (8)	N1—C9—C10	123.1 (3)
O1—Mn1—O5i	89.23 (8)	N1—C9—H9	118.4
O1i—Mn1—N1i	92.23 (8)	C10—C9—H9	118.4
O1—Mn1—N1	92.23 (8)	C9—C10—C11	118.9 (3)
O1—Mn1—N1i	87.77 (8)	C9—C10—H10	120.6
O1i—Mn1—N1	87.77 (8)	C11—C10—H10	120.6
O5—Mn1—O5i	180.000 (1)	C10—C11—C12	118.8 (3)
O5—Mn1—N1i	92.95 (8)	C10—C11—H11	120.6
O5i—Mn1—N1i	87.05 (8)	C12—C11—H11	120.6
O5—Mn1—N1	87.05 (8)	C11—C12—C14	123.3 (2)
O5i—Mn1—N1	92.95 (8)	C13—C12—C11	118.3 (3)
N1i—Mn1—N1	180.00 (10)	C13—C12—C14	117.8 (2)
Mn1—O5—H52	101 (3)	N1—C13—C12	123.5 (3)
Mn1—O5—H51	118 (3)	N1—C13—H13	118.3
H52—O5—H51	106 (4)	C12—C13—H13	118.3
C1—O1—Mn1	126.76 (18)	O4—C14—N2	121.2 (3)
C9—N1—C13	117.3 (2)	O4—C14—C12	118.1 (3)
C9—N1—Mn1	124.02 (18)	N2—C14—C12	120.6 (3)
C13—N1—Mn1	118.65 (17)	N2—C15—H15A	108.7
C14—N2—C15	124.7 (3)	N2—C15—H15B	108.7
C14—N2—C17	117.3 (3)	C16—C15—N2	114.1 (4)
C15—N2—C17	118.0 (3)	C16—C15—H15A	108.7
O1—C1—C2	116.8 (2)	C16—C15—H15B	108.7
O2—C1—C2	117.8 (2)	H15A—C15—H15B	107.6
O2—C1—O1	125.4 (3)	C15—C16—H16A	109.5
C3—C2—C1	120.9 (2)	C15—C16—H16B	109.5
C7—C2—C1	119.8 (3)	C15—C16—H16C	109.5
C7—C2—C3	119.3 (3)	H16A—C16—H16B	109.5
C2—C3—H3	119.6	H16A—C16—H16C	109.5
C4—C3—C2	120.9 (3)	H16B—C16—H16C	109.5
C4—C3—H3	119.6	N2—C17—H17A	109.2
C3—C4—C5	119.6 (3)	N2—C17—H17B	109.2
C3—C4—H4	120.2	C18—C17—N2	111.8 (4)
C5—C4—H4	120.2	C18—C17—H17A	109.2
C4—C5—C8	120.7 (3)	C18—C17—H17B	109.2
C6—C5—C4	119.5 (3)	H17A—C17—H17B	107.9
C6—C5—C8	119.9 (3)	C17—C18—H18A	109.5
C5—C6—H6	119.5	C17—C18—H18B	109.5

C7—C6—C5	120.9 (3)	C17—C18—H18C	109.5
C7—C6—H6	119.5	H18A—C18—H18B	109.5
C2—C7—H7	120.1	H18A—C18—H18C	109.5
C6—C7—C2	119.9 (3)	H18B—C18—H18C	109.5
C6—C7—H7	120.1		
O5—Mn1—O1—C1	13.3 (2)	C3—C2—C1—O1	3.4 (4)
O5i—Mn1—O1—C1	-166.7 (2)	C7—C2—C1—O1	-176.9 (2)
N1i—Mn1—O1—C1	-79.6 (2)	C3—C2—C1—O2	-177.3 (3)
N1—Mn1—O1—C1	100.4 (2)	C7—C2—C1—O2	2.5 (4)
O1i—Mn1—N1—C9	-148.3 (2)	C1—C2—C3—C4	178.6 (3)
O1—Mn1—N1—C9	31.7 (2)	C7—C2—C3—C4	-1.2 (4)
O1i—Mn1—N1—C13	32.1 (2)	C1—C2—C7—C6	-178.9 (3)
O1—Mn1—N1—C13	-147.9 (2)	C3—C2—C7—C6	0.8 (4)
O5—Mn1—N1—C9	122.4 (2)	C2—C3—C4—C5	0.4 (5)
O5i—Mn1—N1—C9	-57.6 (2)	C6—C5—C4—C3	0.7 (5)
O5—Mn1—N1—C13	-57.2 (2)	C8—C5—C4—C3	-179.5 (3)
O5i—Mn1—N1—C13	122.8 (2)	C4—C5—C6—C7	-1.1 (5)
Mn1—O1—C1—O2	-29.8 (4)	C8—C5—C6—C7	179.1 (4)
Mn1—O1—C1—C2	149.49 (18)	C4—C5—C8—O3	6.7 (7)
Mn1—N1—C9—C10	179.1 (2)	C6—C5—C8—O3	-173.4 (4)
C13—N1—C9—C10	-1.2 (4)	C2—C7—C6—C5	0.3 (5)
Mn1—N1—C13—C12	-178.0 (2)	N1—C9—C10—C11	-0.3 (5)
C9—N1—C13—C12	2.3 (4)	C12—C11—C10—C9	0.9 (5)
C15—N2—C14—O4	-177.4 (3)	C13—C12—C11—C10	0.0 (4)
C17—N2—C14—O4	2.5 (5)	C14—C12—C11—C10	171.0 (3)
C15—N2—C14—C12	5.6 (5)	C11—C12—C13—N1	-1.7 (4)
C17—N2—C14—C12	-174.4 (3)	C14—C12—C13—N1	-173.2 (3)
C14—N2—C15—C16	108.8 (5)	C11—C12—C14—O4	-114.4 (3)
C17—N2—C15—C16	-71.1 (5)	C11—C12—C14—N2	62.7 (4)
C14—N2—C17—C18	-78.2 (5)	C13—C12—C14—O4	56.7 (4)
C15—N2—C17—C18	101.7 (4)	C13—C12—C14—N2	-126.3 (3)

Simetri kodları: (i) $-x+1$, $-y+1$, $-z+1$.

7. SONUÇ VE TARTIŞMA

İlk kez sentezlenen komplekslerin yapılan elemental analizleri sonucu komplekslerde metal : 4-formilbenzoik asit : N,N'-dietilnikotinamid : su oranlarının 1:2:2:2 olduğunu göstermiştir. Yapılan elemental analiz sonuçlarına göre (Çizelge 1) komplekslerin formülleri aşağıdaki gibi oldukları belirtilmiştir.

$[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	I
$[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	II
$[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	III
$[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	IV
$[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	V
$[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	VI

Komplekslerin IR spektrumları Şekil 41-46 da görülmektedir. Komplekslerde aromatik (C-H) gerilme bantları; 3053,21 cm^{-1} (**I**), 3052,83 cm^{-1} -3033,73 cm^{-1} (**II**), 3052,86 cm^{-1} (**III**), 3053,24 cm^{-1} (**IV**), 3295,61 cm^{-1} (**V**), 3211,32 cm^{-1} (**VI**) titreşimlerini vermektedir.

Asitlerin karbonil grubu (C=O) için absorpsiyon bantları; 1698,10 cm^{-1} (**I**), 1697,86 cm^{-1} (**II**), 1698,24 cm^{-1} (**III**), 1698,10 cm^{-1} (**IV**), 1698,27 cm^{-1} (**V**), 1697,74 cm^{-1} (**VI**) alanlarına kaydığı görülmektedir. DENA molekülünün karbonil grubu ise ; 1616,85 cm^{-1} (**I**), 1617,92 cm^{-1} (**II**), 1618,13 cm^{-1} (**III**), 1619,64 cm^{-1} (**IV**), 1633,17 cm^{-1} (**V**), 1621,65 cm^{-1} (**VI**) titreşim frekanslarında ortaya çıkmaktadır. Bu sonuçlar bize amid grubundan koordinasyona katılma olmadığını göstermektedir.

Karboksil grubun (COO^-) absorpsiyon bantları; 1393,99 cm^{-1} (**I**), 1394,56 cm^{-1} (**II**), 1384,40 cm^{-1} (**III**), 1393,17 cm^{-1} -1385,02 cm^{-1} (**IV**), 1397,73 cm^{-1} (**V**), 1380,70 cm^{-1} (**VI**) titreşim frekanslarına denk gelmektedir.

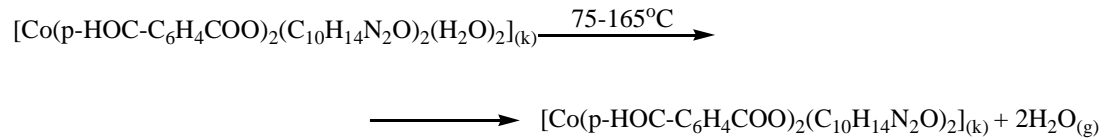
Asitlerin p-disubstituebenzen için absorpsiyon bantları; 878,40 cm⁻¹ (I), 878,43 cm⁻¹ (II), 877,69 cm⁻¹ (III), 879,17 cm⁻¹ (IV), 869,86 cm⁻¹ (V), 878,03 cm⁻¹ (VI) denk gelmektedir.

DENA molekülüne aitetil gruplarına karşılık gelen absorpsiyon bantları: 2973,04 cm⁻¹-2934,78 cm⁻¹ (I), 2973,12 cm⁻¹-2934,70 cm⁻¹ (II), 2972,37 cm⁻¹-2934,25 cm⁻¹ (III), 2972,92 cm⁻¹-2934,16 cm⁻¹ (IV), 2976,11 cm⁻¹ 2936,03 cm⁻¹ (V), 2966,71 cm⁻¹-2934,46 cm⁻¹ (VI) titreşimlerini vermektedir.

Komplekslerin temelini oluşturan Me-N ve Me-O bağlarına uygun gelen absorpsiyon bantlarında sırasıyla 781,91 cm⁻¹-693,83 cm⁻¹ (I), 781,87 cm⁻¹-694,07 cm⁻¹ (II), 782,44 cm⁻¹-706,52 cm⁻¹ (III), 782,64 cm⁻¹-694,13 cm⁻¹ (IV), 778,92 cm⁻¹ 696,86 cm⁻¹ (V), 777,29 cm⁻¹ -693,10 cm⁻¹ (VI) titreşimlerine denk gelmektedir.

[Co(C₈H₅O₃)₂(C₁₀H₁₄N₂O)₂(H₂O)₂] kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde 115,80 ve 376,75 °C maksimum sıcaklıklara karşılık gelen iki basamakta bozunma gösterdiği görülmektedir (Şekil-47).

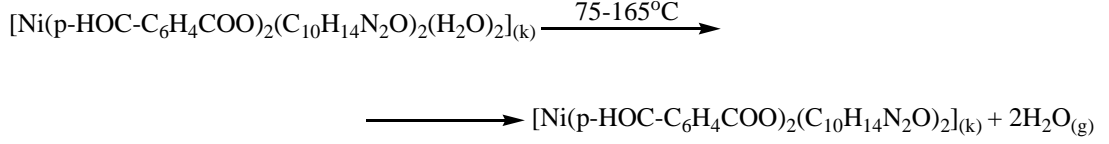
75-165 °C dereceler arasındaki ilk bozunma basamağı yapıdaki iki mol su molekülünün ayrıldığını göstermektedir.



Suyunu kaybeden kompleksin yapısındaki organik ligandların bozunması 165-900 °C arasında iki basamakta gerçekleşmektedir. Deneysel kütle kaybına bakıldığında termik parçalanmanın sonunda CoO olduğu tahmin edilmektedir.

[Ni(C₈H₅O₃)₂(C₁₀H₁₄N₂O)₂(H₂O)₂] kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde 152,27 ve 313,20 °C maksimum sıcaklıklara karşılık gelen iki basamakta bozunma gösterdiği görülmektedir (Şekil-48).

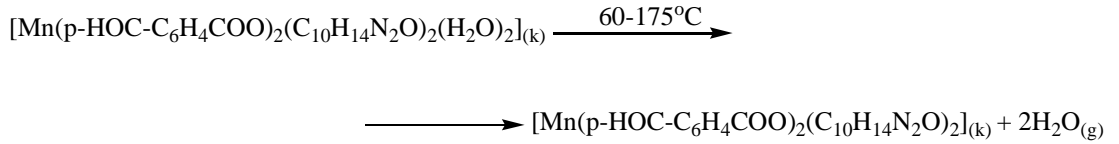
90-230 °C dereceler arasındaki ilk bozunma basamağı yapıdaki iki mol su molekülünün ayrıldığını göstermektedir.



Suyunu kaybeden kompleksin yapısındaki organik ligandların bozunması 300-900 °C arasında tek basamakta gerçekleşmektedir. Deneysel kütle kaybına bakıldığında termik parçalanmanın sonunda NiO olduğu tahmin edilmektedir

$[\text{Mn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde 104,85, 233,24 ve 317,84 °C maksimum sıcaklıklara karşılık gelen üç basamakta bozunma gösterdiği görülmektedir (Şekil-49).

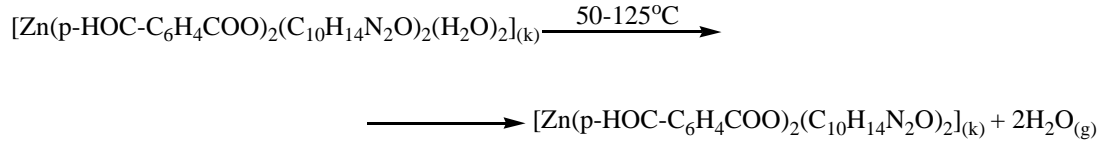
60-175 °C dereceler arasındaki ilk bozunma basamağı yapıdaki iki mol su molekülünün ayrıldığını göstermektedir.



Suyunu kaybeden kompleksin yapısındaki organik ligandların bozunması 190-900 °C arasında iki basamakta gerçekleşmektedir. Deneysel kütle kaybına bakıldığında termik parçalanmanın sonunda Mn_3O_4 olduğu tahmin edilmektedir.

$[\text{Zn}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde 95, 138,25, 217,78 ve 415,32 °C maksimum sıcaklıklara karşılık gelen dört basamakta bozunma gösterdiği görülmektedir (Şekil-50).

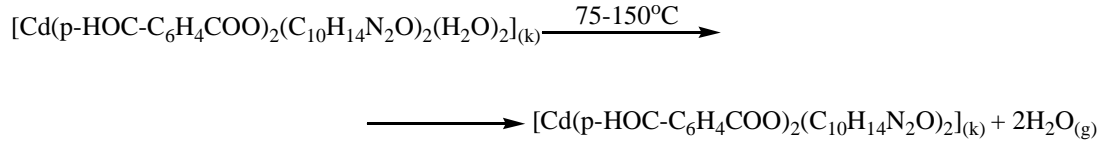
50-125 °C dereceler arasındaki ilk bozunma basamağı yapıdaki iki mol su molekülünün ayrıldığını göstermektedir.



Suyunu kaybeden kompleksin yapısındaki organik ligandların bozunması 130-900 °C arasında üç basamakta gerçekleşmektedir. Deneysel kütle kaybına bakıldığında termik parçalanmanın sonunda ZnO olduğu tahmin edilmektedir.

$[\text{Cd}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde 114,62, 208,28 ve 384,28 °C maksimum sıcaklıklara karşılık gelen dört basamakta bozunma gösterdiği görülmektedir (Şekil-51).

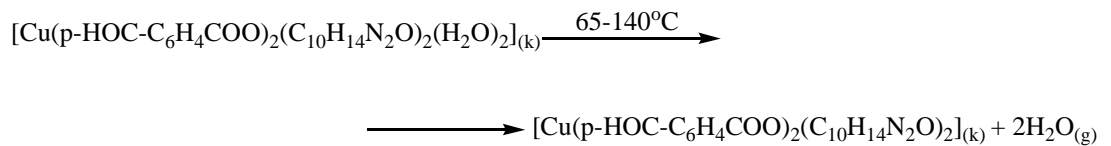
75-150 °C dereceler arasındaki ilk bozunma basamağı yapıdaki iki mol su molekülünün ayrıldığını göstermektedir.



Suyunu kaybeden kompleksin yapısındaki organik ligandların bozunması 160-900 °C arasında ik basamakta gerçekleşmektedir. Deneysel kütle kaybına bakıldığında termik parçalanmanın sonunda Cd olduğu tahmin edilmektedir.

$[\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin DTG eğrisi incelendiğinde 103,30, 152,72 ve 207,78 °C maksimum sıcaklıklara karşılık gelen dört basamakta bozunma gösterdiği görülmektedir (Şekil-52).

65-140 °C dereceler arasındaki ilk bozunma basamağı yapıdaki iki mol su molekülünün ayrıldığını göstermektedir.



Suyunu kaybeden kompleksin yapısındaki organik ligandların bozunması 140-900 °C arasında ik basamakta gerçekleşmektedir. Deneysel kütle kaybına bakıldığında termik parçalanmanın sonunda Cu olduğu tahmin edilmektedir.

Sulu komplekslerin dayanıklılığı aşağıdaki sıraya göre değişmektedir.



Komplekslerin sularını tek basamakta kaybettikleri saptanmıştır.

Susuz komplekslerin termal kararlılıkları ise aşağıdaki sıraya göre değişmektedir.



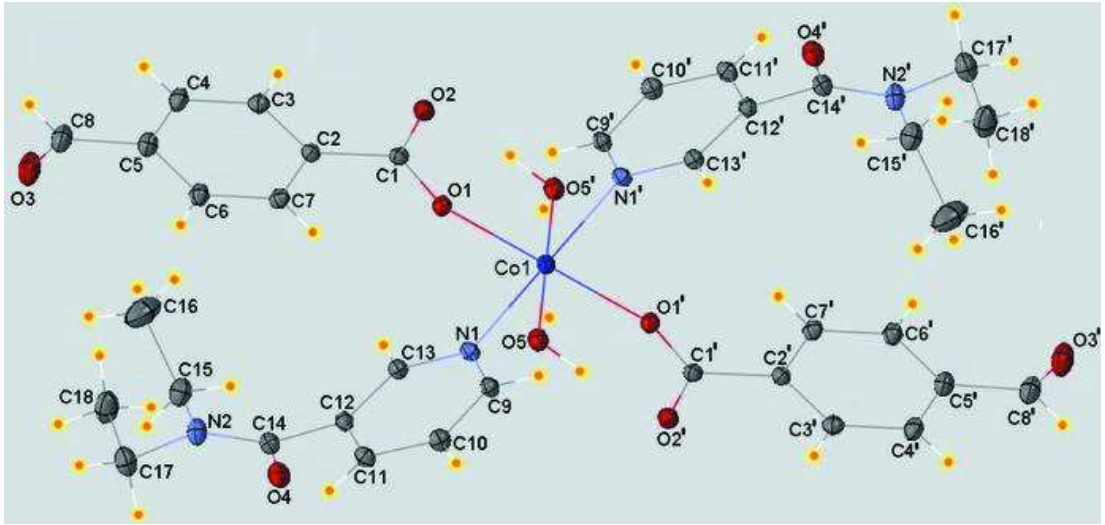
Parçalanma sonucunda parçalanma ürünü olarak komplekslerde; CoO (**I**), NiO (**II**), Mn₃O₄ (**III**), ZnO (**IV**), Cd (**V**) ve Cu(**VI**) olduğu gözlenmiştir.

Komplekslerden üçünün X-Ray analizleri yapılmış ve yapıları aydınlatılmıştır. Bunlar: **I**, **II** ve **III** nolu kompleksler olup kristal verileri, birim hücre parametreleri, geometrik parametreler ve atomik yerdeğiştirme parametreleri çizelge 6.9-6.17’de verilirken molekül yapıları şekil 7.1-7.3’ te verilmiştir.

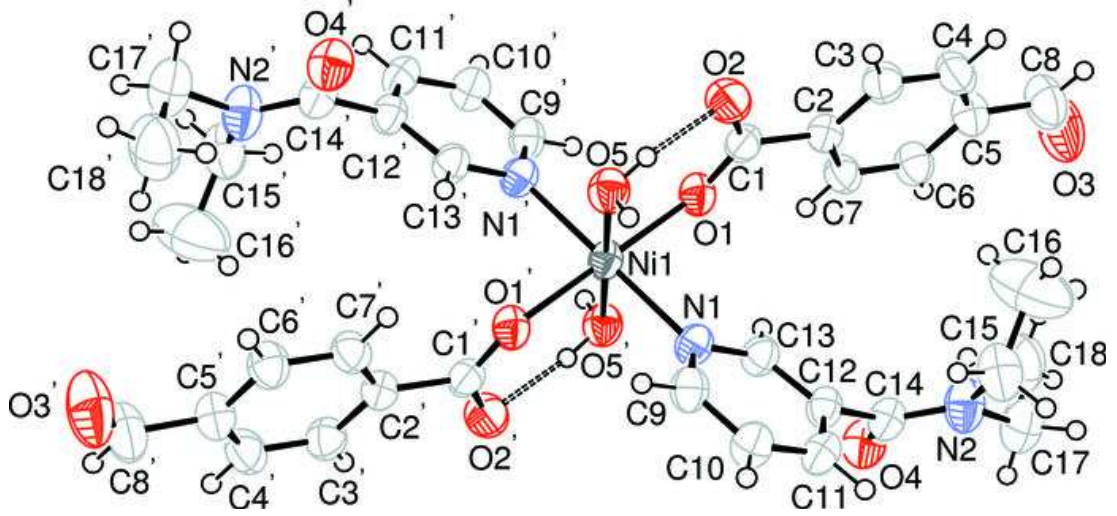
Her üç kompleks eş yapılı olup, metal atomları simetri merkezinde bulunmaktadır. p-formilbenzoat anyonlar ve DENA molekülleri monodentant özellik göstermektedirler. Metalin oktahedrik koordinasyon çevresi iki p-formilbenzoat anyonunun iki karboksil oksijen atomu, iki DENA molekülünün iki N_{py} atomu ve iki su molekülünden oluşmaktadır.

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

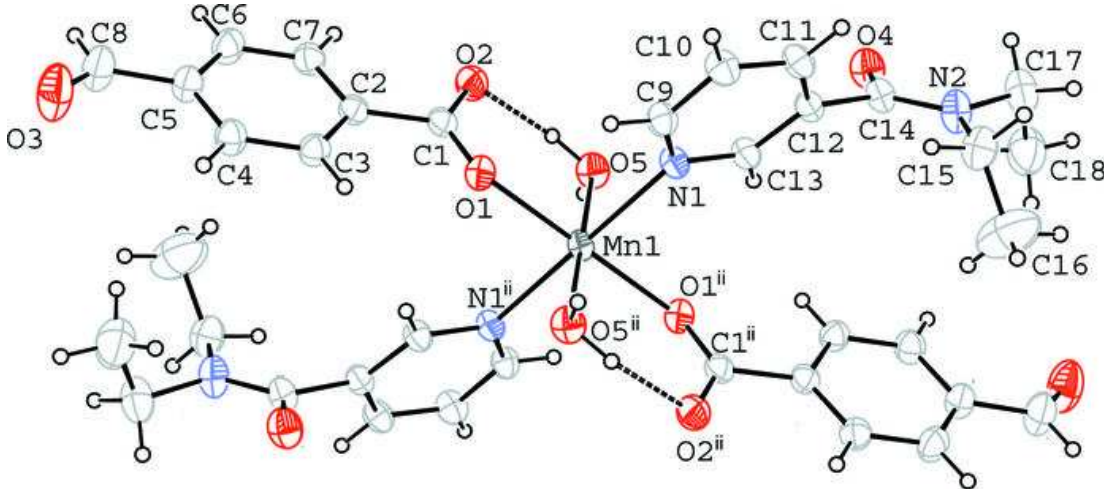
Yapılmış olan analizlerin sonuçlarına ve daha önce literatürde belirtilmiş olan benzer metal komplekslerin yapılarına dayanılarak sentezlediğimiz komplekslerin molekül yapılarında şekil 7.1-7.6’ da verildiği gibi olduğu düşünülmektedir..



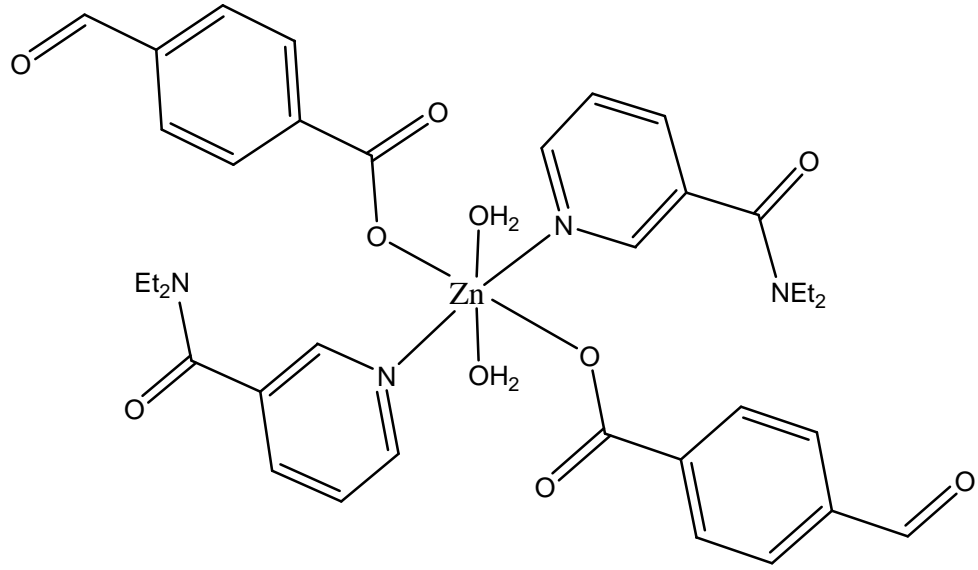
Şekil 7.1. $[\text{Co}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı



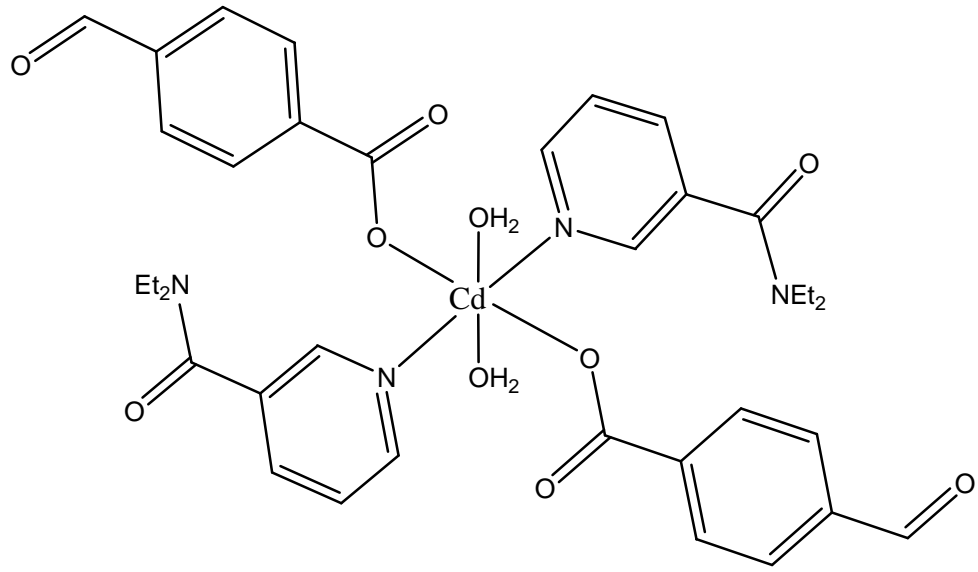
Şekil 7.2. $[\text{Ni}(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3)_2(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ kompleksinin molekül yapısı



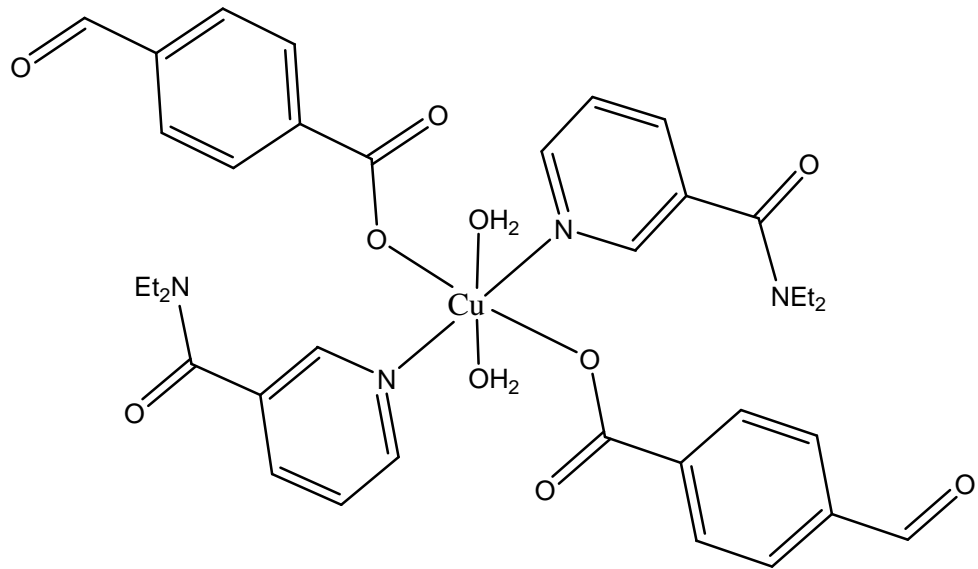
Şekil 7.3. $[Mn(C_8H_5O_3)_2(C_{10}H_{14}N_2O)_2(H_2O)_2]$ kompleksinin molekül yapısı



Şekil 7.4. $[Zn(C_8H_5O_3)_2(C_{10}H_{14}N_2O)_2(H_2O)_2]$ kompleksinin muhtemel
molekül yapısı



Şekil 7.5. $[Cd(C_8H_5O_3)_2(C_{10}H_{14}N_2O)_2(H_2O)_2]$ kompleksinin muhtemel
molekül yapısı



Şekil 7.6. $[Cu(C_8H_5O_3)_2(C_{10}H_{14}N_2O)_2(H_2O)_2]$ kompleksinin muhtemel
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- κ^2 O,O')-cadmium(II) trihydrate", Acta Cryst. E62, s3251-s3253 (2006)
3. Deng Z-P. et al, "Triaquabis(4-formylbenzoato- κ^2 O,O')cadmium(II) 3.5-hydrate", Acta Cryst. E62, s3362-s3364 (2006)
4. Deng Z-P. et al, "Diaquabis(4-formylbenzoato- κ O)zinc(II)" Acta Cryst. E64, s447 (2008).
5. Deng Z-P. et al, "Diaquabis(4-formylbenzoato- κ 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- κ O)-cobalt(II) tetrahydrate", Acta Cryst. E64, s446 (2008)
8. Deng Z-P. et al, "Diaquabis(4-formylbenzoato- κ O)-copper(II) dihydrate", Acta Cryst. E62, s2906-s2907 (2006)
9. Deng Z-P. et al, "Tetraaquabis(4-formylbenzoato- κ O)-nikel(II) tetrahydrate", Acta Cryst. E62, s2904-s2905 (2006)
10. Deng Z-P. et al, "Heptaaquabis(4-formylbenzoato- κ O) barium(II)", Acta Cryst. E62, s3230-s3232 (2006)
11. Deng Z-P. et al, "Bis(4-formylbenzoato- κ O) bis (1H-imidazol- κ N³) zinc(II)", Acta Cryst. E63, s3113 (2007)
12. Deng Z-P. et al, "Bis(benzimidazol- κ N) bis(4-formylbenzoato- κ O) zinc(II) monohydrate", Acta Cryst. E63, s1712 (2007)
13. Deng Z-P. et al, "Diaquabis(4-formylbenzoato- κ O) bis(1H-imidazol- κ N³) cobalt(II)", Acta Cryst. E63, s1116-s1117 (2007)
14. Deng Z-P. et al, "Diaquabis(4-formylbenzoato- κ O) bis(1H-imidazol- κ N³) manganese(II)", Acta Cryst. E62, s2106-s2107 (2007)
15. Deng Z-P. et al "Diaquabis(4-formylbenzoato- κ O) bis(1H-imidazol- κ N³) nickel(II)", Acta Cryst. E62, s2422-s2423 (2006)
16. Deng Z-P. et al, "Bis(4-formylbenzoato- κ^3 O,O':O'; κ^3 O,O':O'- bis [(4-formylbenzoato- κ^2 O,O') (imidazol- κ N) cadmium(II)] dihidrat", Acta Cryst. E62, s3249-s3250 (2006)

17. Deng Z-P. et al, "Aquabis (benzimidazole- π N) bis(4-formylbenzoato)- π O;O,O' cadmium(II) tetrahydrate", Acta Cryst. E62, s3251-s3253 (2006)
18. Deng Z-P. et al, "Aquabis (4-formylbenzoato)- π^2 O,O';O'; π O-(1-10-phennanthroline- π^2 N,N') cadmium(II)", Acta Cryst. E63, s2694 (2007)
19. Deng Z-P. et al, "Bis (4-formylbenzoato- π^2 O,O') (1-10-phennanthroline- π^2 N,N') cadmium(II)-bis(μ_2 4-formylbenzoato- π^2 O,O') bis[(4-formylbenzoato- π^2 O,O') (1-10-phennanthroline- π^2 N,N') cadmium(II)] (1/1)", Acta Cryst. E62, s3432-s3434 (2006)
20. Deng Z-P. et al, "cis-Aquachlorobis (1-10-phennanthroline- π^2 N,N') manganese(II) 4-formylbenzoate trihydrate", Acta Cryst. E62, s3388-s3389 (2006)
21. Deng Z-P. et al, "Aqua (4-formylbenzoato- π^2 O) (nitrate- π O)-(1-10-phennanthroline- π^2 N,N') copper(II)", Acta Cryst. E63, s2739 (2007)
22. Deng Z-P. et al, "Aquabis (4-formylbenzoato- π O) (1-10-phennanthroline- π^2 N,N') zinc(II)", Acta Cryst. E62, s3527-s3529 (2006)
23. Deng Z-P. et al, "Aqua (2,2'-bipyridine- π^2 N,N') bis formylbenzoato- π^2 O,O') cadmium (II) monohydrate", Acta Cryst. E63, s2799 (2007)
24. Deng Z-P. et al, "Di- μ -aqua-bis [aqua (2,2'-bipyridine- π^2 N,N') (formylbenzoato- π 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-formylbenzoato- π^2 O,O') (2,2'-bipyridine- π^2 N,N') bis formylbenzoato- π^2 O,O') cadmate(II) dihydrate", Acta Cryst. E63, s2834 (2007)
26. Deng Z-P. et al, "Tetraaquabis (nicotinamide- π N)-cadmium(II) bis(4-formylbenzoate)", Acta Cryst. E63, s2323 (2007)
27. Haisa, M. Et al, "Topochemical studies. VIII. The crystal and molecular structures of two polymorphs of 4-formylbenzoic acid", Acta Cryst. B32, s857-s860 (1976)
28. Barcalay J.A. and Kennard O.H., J.Chem.Soc., 12, s5224. (1961)
29. Kirijima R. and Ibamoto H., "The crystal structure of cupric formate tetrahydrate, Cu(HCO₂)₂.4H₂O", Acta Cryst., 7, s482. (1954)
30. Tarkhova T.N. and Ablov A.V., Kristallografiya, 13, 4, s611 (1968)
31. Bigoli, F et al, Acta Cryst., B28, s962-s966 (1972).
32. Bigoli, F et al, Acta Cryst., B29, s2344-s2348 (1973).
33. Khodashova, T.S et al, Koord. Khim, 4(11), s1753-s1759 (1978)

34. Sergienko, V.S et al, Koord. Khim., 4(11), s1760-s1764 (1978)
35. Sergienko V.S. et al, Koord. Khim., 6(10), s1606-s1609 (1980)
36. Hökelek T. vd., “Tetrakis(μ -benzoato-O:O')bis-(N,N'-diethylnicotinamide-N¹) dicopper(II)”, Acta Cryst. C51, s2020-s2023 (2007)
37. Hökelek T. ve Necefoğlu H., “Bis(μ -4-hydroxybenzoato-O:O')-bis[(N,N'-diethylnicotinamide-N¹)-(4-hydroxybenzoato-O)zinc(II)]dihidrate”, Acta Cryst. C52, s1128-s1131 (1996)
38. Hökelek T. ve Necefoğlu H. “Diaquabis[(4-hydroxybenzoato)(N,N'-diethylnicotinamide)] cobalt(II)”, Acta Cryst. C53, s187-s1189 (1997)
39. Hökelek T. et al, “Trans-diaquabis(N,N'-diethylnicotinamide-N¹)-bis (4-nitrobenzoato-O)copper(II)]”, Acta Cryst. C53, s1049 (1997)
40. Hökelek T.vd., “Diaquabis (4-chlorobenzoato- π^2 O) bis-(N,N'-diethylnicotinamide- π^1 N¹)-manganese(II)” Acta Cryst. E64, s505-s506 (2008)
41. Sarı M. vd., “Diaquabis (4-chlorobenzoato- π O) bis-(N,N'-diethylnicotinamide- π^1 N¹)- zinc(II)” Acta Cryst. E63, s2191 (2007)
42. Hökelek T. vd., “Diaquabis (N,N'-diethylnicotinamide- π N)-bis- (4-fluorobenzoato- π O) -zinc(II)” Acta Cryst. E63, s2561-s 2562 (2007)
43. Öztürk A. vd., “Diaquabis (4-bromobenzoato- π O) bis-(N,N'-diethylnicotinamide- π^1 N¹)-bis- -zinc(II)” Acta Cryst. E64, s1218-s1219 (2007)
44. Moncol, J. et al, “An enriched hydrogen-bond system in trans-diaquabis(N,N'-diethylnicotinamide- π N)-bis(3-metoxysalicylato- π O) copper(II) dihydrate Acta Cryst. E64, s 448-s450 (2006)
45. İçbudak H., “Bazı trietanolamin-metal komplekslerin sentezi spektroskopik termik özellikleri”, Doktora tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Samsun (1996)
46. 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 : Mustafa SERTÇELİK

Doğum Yeri : KIRŞEHİR

Doğum Tarihi :08.10.1982

Medeni Hali : Bekar

Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Fatih Sultan Mehmet Lisesi -2001

Lisans :Kafkas Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü-2007

Yüksek Lisans: Kafkas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı
Anorganik Kimya Bilim Dalı-2009

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl

Yayımları (SCI ve diğer)

1. Diaquabis(N,N-diethylnicotinamide \cdot N¹)bis(4-formylbenzoato- \cdot O)manganese(II), Acta Cryst. E65, s324-s325 (2009)
2. Diaquabis(N,N-diethylnicotinamide \cdot N¹)bis(4-formylbenzoato- \cdot O)nickel(II), Acta Cryst. E65, s326-s327 (2009)
3. Diaquabis(N,N-diethylnicotinamide \cdot N¹)bis(4-formylbenzoato- \cdot O)cobalt(II), Acta Cryst. E65, s389-s390 (2009)