

**T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**N,O TİPİ SCHIFF BAZI LİGANDININ SENTEZİ KARAKTERİZASYONU VE
BAZI GEÇİŞ METAL KOMPLEKSLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEKLİSANS TEZİ

Ayşe AĞLAMIŞ

Anabilim Dalı: Kimya

Programı: Anorganik Kimya

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Mehmet KAYA

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih: 18 Ocak 2010

Ocak-2010

**T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**N,O TİPİ SCHIFF BAZI LİGANDININ SENTEZİ KARAKTERİZASYONU VE
BAZI GEÇİŞ METAL KOMPLEKSLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEKLİSANS TEZİ

Ayşe AĞLAMİŞ

Anabilim Dalı: Kimya

Programı: Anorganik Kimya

Tez Danışmanı

Prof. Dr. Mehmet KAYA

OCAK-2010

**T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**N,O TİPİ SCHIFF BAZI LİGANDININ SENTEZİ KARAKTERİZASYONU VE
BAZI GEÇİŞ METAL KOMPLEKSLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEKLİSANS TEZİ

Ayşe AĞLAMİŞ

Enstitü No: 95117103

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih: 18 Ocak 2010

Tezin savunulduğu Tarih :05 Şubat 2010

Tez Danışmanı:	Prof. Dr. Mehmet KAYA (F.Ü)
Diğer Jüri Üyeleri:	Doç. Dr. Ayşegül YAZICI
	Doç. Dr. Erdal CANPOLAT

OCAK-2010

ÖNSÖZ

Bu çalışmanın planlanmasında, yürütülmesinde ve sonuçlandırılmasında yardım, hoşgörü ve desteklerini benden esirgemeyen, tezim boyunca bilgi ve birikimlerini benimle paylaşan sayın hocam Prof. Dr. Mehmet KAYA'ya en içten teşekkürlerimi sunuyorum. Ayrıca deneylerimin başladığı ilk günden itibaren bilgi, destek ve deneyimlerini benden esirgemeyen sayın hocam Doç. Dr. Erdal CANPOLAT'a teşekkürü bir borç biliyorum.

Bu çalışma Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (FÜBAP) tarafından 1834 nolu proje ile desteklenmiştir.

Ayşe AĞLAMIŞ

ELAZIĞ-2010

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖNSÖZ.....	II
İÇİNDEKİLER.....	III
ÖZET.....	V
SUMMARY.....	VI
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	VII
TABLolar LİSTESİ.....	VIII
KISALTMALAR LİSTESİ.....	IX
SİMGELER LİSTESİ.....	X
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Genel Bilgiler.....	2
1.1.1. Schiff Bazları (iminler).....	2
1.1.2. Schiff bazlarının Sentezi.....	3
1.1.3. Schiff Bazlarının Fiziksel Özellikleri.....	5
1.1.4. Schiff Bazlarının Kimyasal Özellikleri.....	6
1.1.4.1. Tuz Oluşumu.....	6
1.1.4.2. Hidroliz.....	6
1.1.4.3. Aminlerin katılması.....	6
1.1.4.4. Hidrojen Siyanür (HCN) katılması.....	7
1.1.4.5. Aktif hidrojen bileşiklerin katılması.....	7
1.1.4.6. Alkilizasyon ve Açilizasyon.....	7
1.1.4.7. İndirgenme.....	8
1.1.4.8. Yükseltgenme.....	8
1.2. Schiff Bazlarının Metallerle Verdiği Kompleksler.....	8
1.2.1. Schiff Bazı-Metal Komplekslerinin Sentezi.....	9
1.2.2. Schiff Bazı Metal Komplekslerinin Stereokimyası.....	9
1.2.3. Schiff Bazlarının Zn^{+2} Kompleksleri.....	10
1.2.4. Schiff Bazlarının Co^{+2} Kompleksleri.....	10
1.2.5. Schiff Bazlarının Cu^{+2} Kompleksleri.....	11
1.2.6. Schiff Bazlarının Ni^{+2} Kompleksleri.....	11

1.3.	Schiff Bazlarının Kullanım Alanları.....	12
1.4.	Uygulanan Yöntemler.....	12
1.4.1.	Elementel analiz.....	12
1.4.2.	Magnetik Susseptibilite Ölçümleri.....	13
1.4.3.	Termogravimetrik Analiz (TGA).....	13
1.4.4.	Nükleer Magnetik Rezonans Spektroskopisi (NMR).....	14
1.4.5.	İnfrared Spektroskopisi (IR).....	14
1.5.	Literatür Araştırması.....	17
1.6.	Çalışmanın Amacı ve Önemi.....	18
2.	MATERYAL VE METOD.....	18
2.1.	Kullanılan Araç ve Gereçler.....	18
2.2.	Kullanılan Kimyasal Maddeler.....	19
2.3.	Deneysel Kısım.....	19
2.3.1.	p-Aminoasetofenon Oksim'in Sentezi.....	19
2.3.2.	5-Brom-3-metoksisalisiliden-p-aminoasetofenonoksim (LH)'in Sentezi.....	19
2.3.3.	Bis(p-aminoasetofenonoksim-5-brom-3-metoksisalisilaldiminato) kobalt(II) [Co(L) ₂]'nin Sentezi.....	19
2.3.4.	Bis(p-aminoasetofenonoksim-5-brom-3-metoksisalisilaldiminato) nikel(II) [Ni(L) ₂]'nin Sentezi.....	20
2.3.5.	Bis(p-aminoasetofenonoksim-5-brom-3-metoksisalisilaldiminato) bakır(II) [Cu(L) ₂]'nin Sentezi.....	20
2.3.6.	Bis(p-aminoasetofenonoksim-5-brom-3-metoksisalisilaldiminato) çinko(II) [Zn(L) ₂]'nin Sentezi.....	21
3.	BULGULAR.....	22
3.1.	5-brom3-metoksisalisiliden-p-Aminoasetofenon Oksim Ligandı ve Komplekslerinin Karakterizasyonu.....	22
4.	SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	27
	KAYNAKLAR.....	31
	ÖZGEÇMİŞ	

ÖZET

Bu çalışmada, *p*-aminoasetofenonoksim bileşiği literatürde belirtildiği şekilde sentezlenmiştir [10]. Bu bileşiğin 5-brom-3-metoksisalisilaldehit ile reaksiyonundan 5-brom-3-metoksisalisiliden-*p*-iminoasetofenon oksim (LH) ligandı hazırlandı. Bu Schiff bazı ligandı ile Co^{+2} , Ni^{+2} , Cu^{+2} ve Zn^{+2} asetatları reaksiyona sokularak $\text{Co}(\text{L})_2$, $\text{Ni}(\text{L})_2$, $\text{Cu}(\text{L})_2$ ve $\text{Zn}(\text{L})_2$ kompleksleri elde edildi. Schiff bazı ve komplekslerinin yapıları, elementel analiz, IR, ^1H -NMR, ^{13}C -NMR, manyetik süsseptibilite ve termogravimetrik analiz ile aydınlatıldı. Bütün komplekslerde Schiff bazlarının metal iyonuna imin azotu ve fenolik oksijeninden bağlanarak iki dişli şelat olarak davrandığı ve yine bütün komplekslerde M:L oranının 1:2 olduğu görüldü. Co^{+2} , Ni^{+2} ve Zn^{+2} komplekslerinin tetrahedral ve Cu^{+2} kompleksinin ise dört koordinasyonlu yapıya sahip olduğu belirlendi.

Anahtar Kelimeler: Schiff bazları, geçiş metal kompleksleri.

SUMMARY

Synthesis and Characterization of N,O Type Schiff Base Ligand and Investigation of their Transition Metal Complexes

In this study, *p*-aminoacetophenoneoxime has been described previously [10]. The ligand of 5-bromo-3-methoxysalicyliden-*p*-iminoacetophenone oxime (LH) was prepared by the reaction of 5-bromo-3-methoxysalicylaldehyde with this compound containing oxime. The complexes were prepared by the reaction of these Schiff base ligand with Co^{+2} , Ni^{+2} , Cu^{+2} and Zn^{+2} acetate. Schiff base obtained have been characterized by their elemental analyses, IR, ^1H -NMR, ^{13}C -NMR, magnetic susceptibility and thermogravimetric analyses (TGA). Schiff base was found to be bidentate ligand involving the imino nitrogen and phenolic oxygen atoms in the complexes. Metal to ligand ratio were found to be 1:2 for all of the complexes. Co^{+2} , Ni^{+2} and Zn^{+2} complexes have been found tetrahedral geometry and Cu^{+2} complex has been found four coordinated geometry.

Keywords: Schiff base, transition metal complexes.

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 1.1.	Schiff bazlarının genel oluşum mekanizması.....	4
Şekil 3.1.	Ligandın IR spektrumu.....	24
Şekil 3.2.	Ligandın ¹ H-NMR spektrumu.....	24
Şekil 3.3.	Ligandın ¹³ C-NMR spektrumu.....	24
Şekil 3.4.	Komplekslerin IR spektrumları.....	25
Şekil 3.5.	Zn(L) ₂ kompleksinin ¹ H-NMR spektrumu.....	25
Şekil 3.6.	Zn(L) ₂ kompleksinin ¹³ C-NMR spektrumu.....	25
Şekil 3.7.	Komplekslerin TGA termogramları.....	26

TABLÖLAR LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 3.1.	Ligand ve komplekslerin analitik ve fiziksel verileri.....	23
Tablo 3.2.	Ligand ve komplekslerin karakteristik IR spektrum verileri.....	23
Tablo 3.3.	(LH) ligandı ve Zn^{+2} kompleksinin 1H -NMR spektrum verileri.....	23
Tablo 3.4.	Ligand ve Zn^{+2} kompleksinin ^{13}C -NMR spektrum verileri.....	23

KISALTMALAR LİSTESİ

DMF	: Dimetil Formamit
DMSO	: Dimetil Sülfoksit
DMSO-d₆	: Dötero Dimetil Sülfoksit
CDCl₃	: Dötero Kloroform
Arom	: Aromatik
Et₂O	: Dietil Eter
AcO	: Asetat
EtOH	: Etil Alkol
MeOH	: Metil Alkol
CHCl₃	: Kloroform
THF	: Tetrahidrofuran
Et₂AcO	: Etilasetat
EDTA	: Etilendiamin Tetra Asetikasit
IR	: İnfrared Spektroskopisi
¹³C-NMR	: Karbon-13 Nükleer Magnetik Rezonans Spektroskopisi
¹H-NMR	: Proton nükleer magnetik rezonans spektroskopisi
UV-Vis	: Ultraviöle Görünür Bölge Spektroskopisi
TGA	: Termogravimetrik analiz
DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetri
XRD	: X-Işınları Difraksiyonu
BM	: Bohr Magneton
L	: Ligand
M	: Metal
MA	: Molekül Ağırlığı
Vic	: Visinal
PVC	: Polivinil klorür
DNA	: Deksiribo nükleik asit
KBr	: Potasyum Bromür

SİMGELER LİSTESİ

cm	: Santimetre
g	: Gram
µm	: Mikrometre
ppm	: (parts per million) Milyonda Bir
pH	: (power of hydrogen) Hidrojenin Gücü
mmol	: Milimol
ml	: Mililitre
mg	: Miligram
nm	: Nanometre
µ_{eff}	: Manyetik Moment
Br	: Brom
R	: Alkil
s	: Singlet
m	: Multiplet
σ	: Sigma
π	: Pi
δ	: Delta
ν	: Frekans
°C	: Derece santigrad
λ	: Dalga boyu
α	: Alfa
β	: Beta
o	: Orto
p	: Para
m	: Meta
Co	: Kobalt
Ni	: Nikel
Cu	: Bakır
Zn	: Çinko
Cd	: Kadmiyum
Cr	: Krom
Mn	: Mangan
Fe	: Demir
Zr	: Zirkonyum
U	: Uranyum
Sn	: Kalay
Pd	: Palladyum

1. GİRİŞ

Metal atom veya iyonların, bir ya da birden çok ligandla oluşturduğu bileşiklere koordinasyon bileşikleri adı verilir. Koordinasyon bileşiklerini inceleyen bilim dalına ise koordinasyon kimyası adı verilir. Koordinasyon bileşiklerinin geniş kullanım alanlarının olması nedeniyle; koordinasyon kimyası anorganik kimyanın en hızlı gelişen bilim dalıdır.

Koordinasyon bileşiklerinin boya ve tekstil endüstrisinde, polimer teknolojisinde, gıda maddelerinde, ilaç sanayinde, tıpta, tarım alanında suların sertliğinin giderilmesinde, antioksidan, dezenfektan ve stabilizatör maddelerin hazırlanması gibi çok değişik alanlarda kullanılması bu alana olan ilgiyi arttırmıştır [1].

Koordinasyon kimyasında yapılan çalışmalarda Schiff-bazlarının oluşturdukları kompleksler de önemli bir yer tutmaktadır. Schiff bazları genellikle aldehit ve ketonların primer aminlerle kondenzasyonu sonucu oluşur ve oluşan bu schiff bazları kompleks hazırlamada oldukça önemli gruplardır [2]. Günümüzde alifatik ve aromatik aminlerin salisilaldehit ve türevleri ile oluşturduğu Schiff bazlarının metal kompleksleri üzerine yapılmış çok sayıda çalışma mevcuttur. Bu çalışmalar daha çok kolay reaksiyona girmeleri nedeni ile geçiş metalleri ile altılı halka sistemlerini oluşturan alifatik ve aromatik aminler ile yapılmıştır [3].

Son yıllarda sıvı kristal teknolojisinde kullanılabilecek bir çok Schiff bazı bulunmuştur [4]. Özellikle son on yılda N_2O_2 dört dişli Schiff bazlarının metal şelatlarına olan ilgisi bu komplekslerin değişik uygulama alanları bulmalarından dolayı artmıştır [5]. Bunun sebebi Schiff bazı metal şelatlarının molekül yapılarıdır. Bundan başka elektron çekici grup içeren ligandların metal komplekslerinin biyolojik aktivitelerinin fazla olduğu, bütün bakır komplekslerinin antibakteriyel aktivite gösterdiği, özellikle hidroksi süstitüe Schiff bazı ve komplekslerinin daha fazla aktivite gösterdiği bulunmuştur [6]. Ayrıca bir kısım Schiff bazı kompleksleri değişik uygulama alanları bulmaktadır. Örneğin, platin komplekslerinin anti timör aktivite göstermesi [7], kobalt komplekslerinin oksijen ayrılması, taşınması reaksiyonları için oksijen taşıyıcı model olarak kullanılması [8], Mn ve Ru komplekslerinin suyun fotolizini katalizlediği [9] demir komplekslerinin katodik oksijen indirgenmesinde katalizör olarak kullanıldığı bilinmektedir [5].

Bu çalışmada, öncelikle *p*-aminoasetofenon oksim literatürde belirtildiği şekilde sentezlenmiştir [10]. Daha sonra bu oksim bileşiğinin 5-brom-3-metoksisalisilaldehit ile reaksiyonundan yeni bir ligand ve bu ligandın Co^{+2} , Ni^{+2} , Cu^{+2} ve Zn^{+2} metalleri ile de 4 tane kompleksi olmak üzere toplam 5 tane yeni Schiff bazı bileşiği elde edilmiştir. Sentezlenen ligand ve komplekslerin yapıları elementel analiz, IR, ^1H -NMR, ^{13}C -NMR, manyetik süsseptibilite ve termogravimetrik analiz ile aydınlatılmıştır.

1.1. Genel Bilgiler

1.1.1. Schiff Bazları (İminler)

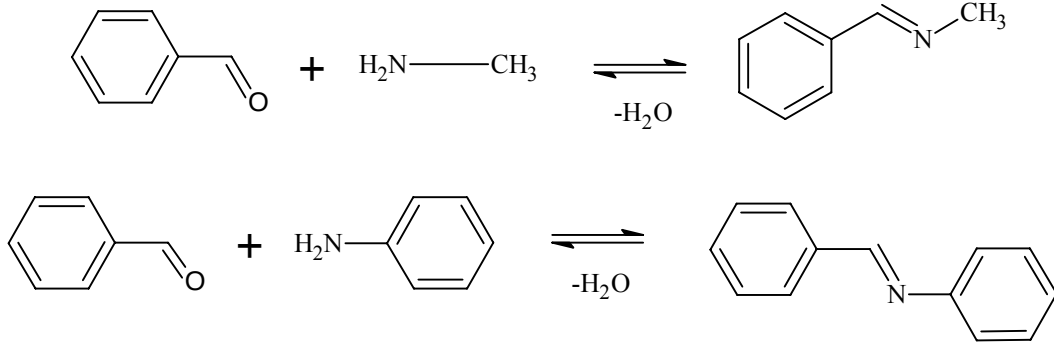
Schiff bazları, aldehit veya ketonların primer aminlerle genellikle alkollü çözeltide ve nötral ortamda reaksiyona girmesi ile oluşan, kondensasyon reaksiyonu sonucu yapısında azometin veya imin grubu olarak adlandırılan karbon-azot ($\text{C}=\text{N}$) çifte bağı bulunduran bileşiklerdir. İlk defa 1860 yılında Alman kimyacı H. Schiff tarafından sentezlenmiş, ligand olarak ise 1930'larda Pfeiffer tarafından kullanılmaya başlanmıştır.

Schiff bazları koordinasyon kimyasında ligand olarak kullanılır ve bir çok enzimatik reaksiyonda ana ürün olarak meydana gelirler. Yapılarında bulunan dönor atomlarının sayısına bağlı olarak çok dişli ligand olarak davranabilirler. Ligandın yapısında azometin bağına komşu orto pozisyonunda OH, SH gibi gruplar üzerinden metale koordine olarak dayanıklı kompleksler oluştururlar [11]. Karbonil bileşiklerinin primer aminlerle kondensasyon tepkimesi vermesi sonucu oluşan karbon azot çiftli bağıyla (imin bağıyla) oluşan maddeler schiff bazı olarak tanımlanır. Schiff bazları, tepkimeye giren karbonil bileşiğinin aldehit veya keton olmasına bağlı olarak aldimin veya ketimin olarak isimlendirilebilir. Tepkime sonucu bir mol su oluşmaktadır ve tepkime ortamında su bulunması tepkimeyi sola kaydırır. Bu nedenle ortamın susuz olması gerekmektedir.

Aldehitler çok kolay bir şekilde primer aminlerle tepkime verip schiff bazlarını oluştururken bu işlem ketonlarda o kadar kolay değildir ve çok sayıda faktöre bağlıdır. Ketonlardan schiff bazı elde etmek için; katalizör seçimi, uygun pH aralığı, tepkimede oluşacak su ile azeotrop karışım verecek bir çözücünün seçilmesi ve uygun tepkime sıcaklığı gibi bir çok faktörün göz önüne alınması gerekmektedir. Aromatik aminlerle aldehitlerden oluşan schiff bazları alifatik bileşiklerden oluşan ürünlerden daha stabildir ve hidrolize karşı daha dirençlidirler.

1.1.2. Schiff Bazlarının Sentezi

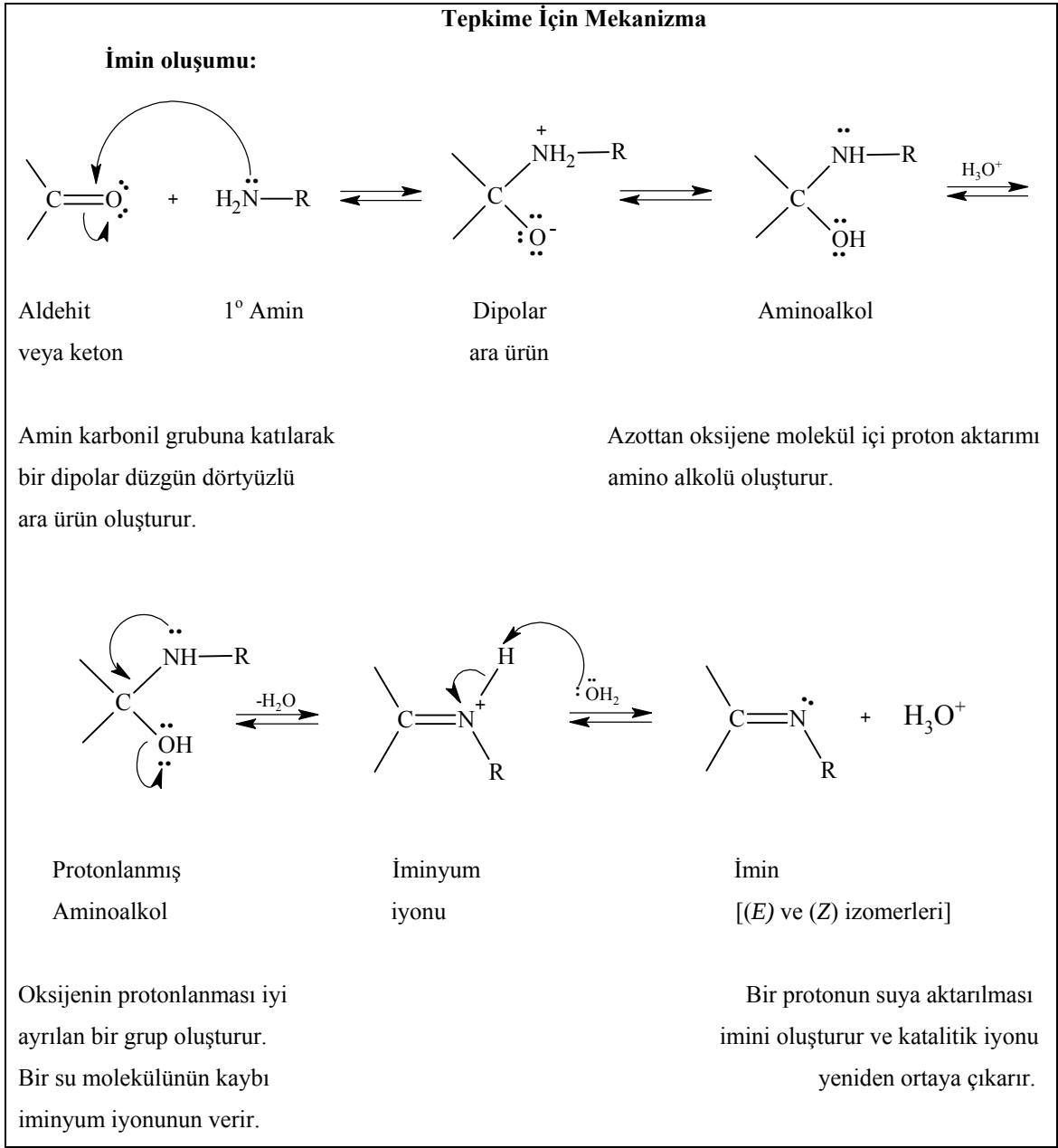
Schiff bazları primer amin grubu içeren bileşiklere aromatik veya alifatik aldehit bileşiklerinin katılarak su ayrılması sonucu elde edilebilir. Örneğin aminotioller, α -amino asitler, o-aminofenoller, ve amino alkollere asetilaseton veya salisilaldehit ve benzerlerinin katılması ile elde edilebilir.



Karbonil bileşikleriyle primer aminlerin reaksiyonundan elde edilen Schiff bazlarının oluşumunun mekanizması iki basamaklıdır. Birinci basamakta, primer aminle karbonil grubunun kondensasyonundan bir karbinolamin ara bileşiği meydana gelir. İkinci basamakta ise bu karbinolamin ara bileşiğinin dehidratasyonu sonucunda schiff bazı oluşur (Şekil. 1).

Amonyak ile elde edilen Schiff bazları dayanıklı değildir ve bekletildiğinde polimerleşebilir. Ancak amonyak yerine primer aminler kullanıldığında daha dayanıklı bileşikler elde edilebilir. Amonyak, aminler ve diğer benzer bileşikler azot atomunda ortaklanmamış elektron içerirler ve karbonil karbonuna karşı nükleofil olarak davranırlar. Reaksiyonda ilk oluşan dörtyüzlü katılma ürünü bir yarı asetale benzer, ancak oksijenlerden birisinin yerine NH geçmiştir. İminler oksijen yerine -NR grubunun geçtiği karbonil bileşiklerine benzerler. Bunlar bazı biyokimyasal tepkimelerde, özellikle pek çok enzimde bulunan amino grubuna karbonil bileşiklerinin bağlanmasında önemli ara ürünleridirler [12].

Karbonil bileşikleri ile primer aminlerin kondenzasyonundan oluşan N-alkil veya aril süstitüe imin yapısındaki Schiff bazlarının kondenzasyonunda reaksiyon dengesi sulu ve kısmen sulu çözeltilerde büyük ölçüde hidrolize kaymaya yatkındır. Kondenzasyonlar genellikle suyun azeotrop teşkili ile destilasyon yoluyla ortamdan uzaklaştırılabildiği çözücülerde yapılır. α -pozisyonunda bir süstitüent taşımayan



Şekil 1.1. Schiff bazlarının genel oluşum mekanizması

aldehitler çoğu zaman aminlerle başarılı kondenzasyon yapamazlar. Çünkü bu durumlarda başlangıçta teşekkül etmiş olan iminler daha sonra dimerizasyon veya polimerizasyon reaksiyonlarına dönüşebilirler. Tersiyer alkil gruplarına sahip aminlerle alifatik aldehitler başarılı kondensasyona uğrarlar. α -pozisyonunda dallanmış bulunan alifatik aldehitler aminlerle iyi bir verimle kondense olurlar. Tersiyer alifatik aldehitler oda sıcaklığında hemen hemen kantitatif miktarlarda imin verirler. Aromatik aldehitler, reaksiyonla teşekkül eden suyun çoğu kez uzaklaştırılması gerekmeksizin kondensasyon yapabilirler. İmin

vermek hususunda ketonlar aldehitlerden daha az reaktiftirler. Asit katalizi kullanarak yüksek reaksiyon sıcaklığında ve çok uzun reaksiyon süresinde teşekkül eden suyun uzaklaştırılmasıyla, iyi verimle Schiff bazları elde edilebilir. Ketonların daha az reaktif oluşları, aldehitlere nazaran sterik bakımdan engelli bir yapıda olmasıyla açıklanabilir. İminlerin hidroliz ve kondensasyon hızlarına asitin etkisinde mekanizma hakkında çok sayıda ipucu çıkarılmıştır. Genel olarak kondenzasyon, hidroliz ve aldol kondenzasyonundan sakınmak için orta bazik çözeltilerde (katalizsiz) pH'dan bağımsız bir reaksiyon gösterir. Nötral ve asidik çözeltilerde ise asit katalizli bir reaksiyon gösterir. Orta derecede asidik çözeltilerde hem hidroliz hem de kondenzasyon hızı asiditenin artmasıyla artar. İminlerin teşekkülünde kuvvetli asitlerden kaçınılmalıdır. Çünkü zayıf asitlerle iyi sonuçlar alınabilmektedir. Aromatik aminlerin para pozisyonunda elektron çekici süstitüentler taşıması aromatik aldehitlerle reaksiyon hızını düşürür. Aynı şey aromatik aldehitlerle olursa reaksiyon hızı yükselir. Aromatik aldehitler ve ketonlar oldukça kararlı azometin bağı teşkil edebilirler. Azometinler anti izomerleri halinde teşekkül ederler. Ancak bu izomerler arasındaki enerji farklarının çok düşük olması, bunların izolasyonunu hemen hemen imkânsız kılar [13].

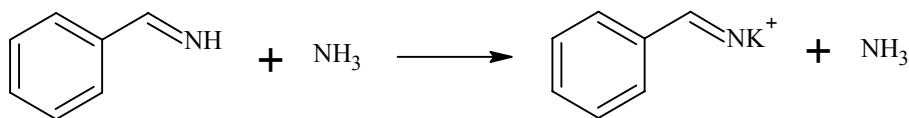
1.1.3. Schiff Bazlarının Fiziksel Özellikleri

Azot atomunda substituenti bulunmayan küçük molekül ağırlıklı alifatik iminler kolaylıkla polimerleşirler ve bu yüzden bu iminler hakkında literatürlerde çok az bilgi verilmektedir. Kaynaklarda formaldiminle ($\text{CH}_2=\text{NH}$), ilgili hiçbir bilgiye rastlanmazken, formaldimin elde etmek için kullanılan tüm reaksiyonlar siklik hekzametilentetramin ($(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$) bileşiğini meydana getirmişlerdir. Acetaldimin ($\text{CH}_3\text{CH}=\text{NH}$) sıvı olarak elde edilmiştir fakat yüksek sıcaklıklarda katı trimer'e dönüştüğünden kaynama noktası ölçülemedi. Benzaldimin ($\text{PhCH}=\text{NH}$) kararsız bir yağ iken, benzofenon imin ($\text{Ph}_2\text{C}=\text{NH}$) kararlı bir yapıya sahiptir. Azot atomunun substitüasyonu iminlerin kararlılığını fark edilir miktarda arttırır. İminler, karşılıkları olan aminlerden daha az baziktirler. $\text{C}=\text{N}$ sistemi ultraviole alanda absorpsiyon gösteren zayıf bir kromofordur. Fenil gruplarıyla konjugasyon absorpsiyonu görünür bölgeye kaydırır. Aromatik aldehit ve ketonların anilleri genellikle sarıdır. $\text{C}=\text{N}$ sisteminin IR gerilme bandları genellikle $1610\text{--}1635\text{ cm}^{-1}$ de ve $\text{C}=\text{N}^+$ 'nın ise $1665\text{--}1690\text{ cm}^{-1}$ de görülmektedir [14].

1.1.4. Schiff Bazlarının Kimyasal Özellikleri

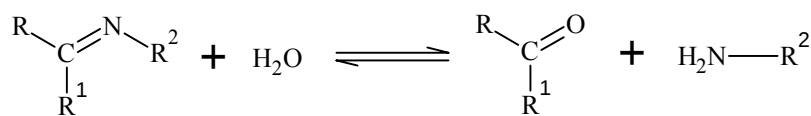
1.1.4.1. Tuz Oluşumu

Schiff bazları mineral asitlerle birlikte tuz oluşturabilirler fakat bu tuzların hazırlanması veya su çözeltisi içinde tutulması zordur. Azot atomunda substituenti bulunmayan iminler bazlarla da tuz oluşturabilirler. İminlerin magnezyum ve lityum tuzları, organometalik reaktiflerin nitrillerle reaksiyonu sonucu oluştuğundan iyi bilinmektedir. Ayrıca benzaldimin (PhCH=NH) potasyum amid (KNH_2) ile reaksiyona sokulduğunda potasyum tuzu meydana gelmektedir [7].



1.1.4.2. Hidroliz

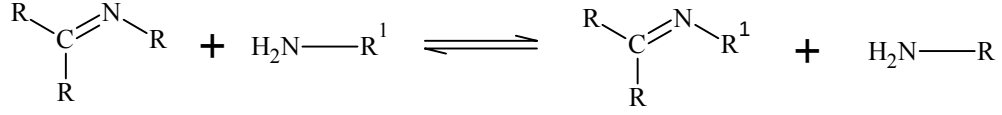
Schiff bazı sentezindeki metotlardan biri olan karbonil bileşikleri ve aminlerin reaksiyonun da tüm basamakların tersinir olduğu bilinmektedir. Sonuçta Schiff bazlarının hidroliziyle başlangıç maddelerinin elde etmek mümkündür. Hidroliz gerçekleşirken ilk basamakta ara ürün olan karbinolamin oluşur ve ikinci basamakta karbinolamin parçalanarak reaksiyon ürünleri olan aldehit veya keton ile amini meydana getirir. Hidroliz reaksiyonun hızı $[\text{H}^+]$ ilk kuvvetine bağlıdır ve hidroliz reaksiyonlarının genellikle asit katalizörlüğünde gerçekleştiği söylenebilir [7].



1.1.4.3. Aminlerin Katılması

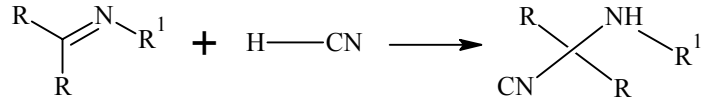
Primer aminlerin Schiff bazları ile reaksiyonu genellikle yer değiştirme, transalkilidenasyon, ile sonuç verir ve ortamdan bir amin distilasyon ile uzaklaştırılmadığı sürece denge reaksiyonu halinde yürür. Sekonder aminler Schiff bazları ile reaksiyon vermezler. Reaksiyona giren primer aminin bazikliği arttıkça, yer değiştirme reaksiyonun

hızı linear bir biçimde artar. Primer aminlerin Schiff bazları ile reaksiyonlarında asitlerin katalizörlüğüne ihtiyaç yoktur [7].



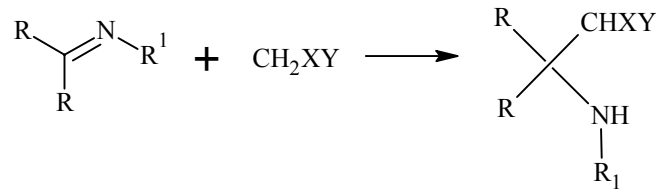
1.1.4.4. Hidrojen Siyanür (HCN) katılması

Schiff bazlarına hidrojen siyanür (HCN) katılması reaksiyonu hızlı gerçekleşen bir reaksiyondur ve α -amino nitrillerin oluşmasını sağlar. Bu reaksiyon Strecker α -amino asit sentezinin temelini oluşturmaktadır [7].



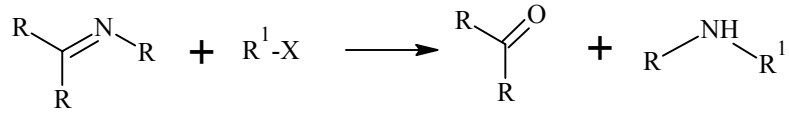
1.1.4.5. Aktif hidrojen bileşiklerinin katılması

Azot atomunu substitue olan Schiff bazlarına aktif hidrojen bileşiklerinin katılması mekanizması, karbonil bileşiklerine aktif hidrojen bileşiklerinin katılma mekanizmasına benzer, reaksiyon sonucu ürün olarak amin elde edilir [7].



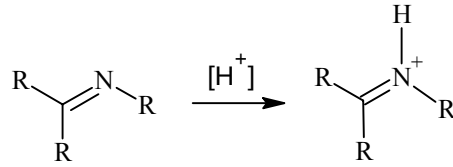
1.1.4.6. Alkilizasyon ve Açilizasyon

Schiff bazları imin tuzları oluşturmak üzere genel alkilizasyon reaktifleri ile reaksiyon verebilirler, fakat bu reaksiyonların hızı iminlerin bazikliğinin zayıf olmasından dolayı yavaştır. Schiff bazlarının açilleşmesine fazla önem verilmemekle birlikte, basit açilizasyonun azot atomun substitue olmayan Schiff bazlarında gerçekleştiği bilinmektedir. Bu durumun istisnası ise N-alkil iminlerden N-açil imin tuzlarının oluşumudur [7].



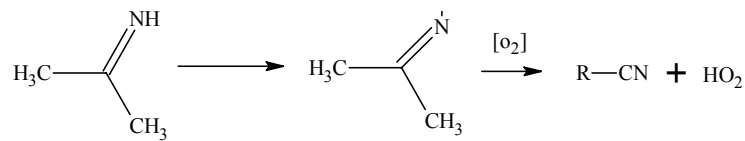
1.1.4.7. İndirgenme

Schiff bazlarının indirgenmesi genellikle sekonder aminlerin oluşumu ile sonuç verir ve bu reaksiyon organik kimyada önemli bir hazırlayıcı reaksiyondur. Bu reaksiyon, katalitik hidrojenasyon, sodyum ve alkol, elektroliz, alüminyum amalgam, merkaptanlar, magnezyum ve magnezyum iyodür, sodyum borohidrid, lityum alüminyum hidrit, formik asit gibi yöntemler ve reaktifler kullanarak gerçekleştirilebilir [7].



1.1.4.8. Yükseltgenme

Aldiminler kolaylıkla yükseltgenebilirler fakat aldiminler hidrolize yatkın bileşikler olduklarından yükseltgenme reaksiyonlarını susuz ortamda gerçekleştirmek gerekir. Benzaldimin sıvı amonyak ortamında iyodür ile kolaylıkla yükseltgenebilir ve ürün olarak benzamidin ve trimerik benzonitril oluşur. Aldiminler genel olarak oksijen ile serbest zincirleme radikal reaksiyonu ile nitrillere yükseltgenebilirler [7].



1.2. Schiff Bazlarının Metallerle Verdiği Kompleksler

1.2.1. Schiff Bazı-Metal Komplekslerinin Sentezi

MNO₂ veya MN₄ koordinasyon küresini içeren metal-şelat komplekslerinin sentezinde üç yöntem kullanılmaktadır. Bunlar:

- Metal tuzu ile Schiff bazının direkt etkileşmesi
- Aldehit, amin ve metal tuzunun template kondensasyonu

c) Aldehidato komplekslerinin aminlerle reaksiyonu, şeklinde açıklanabilir.

Ayrıca elektrokimyasal yöntemlerle de metallerin susuz ortamda anodik yükseltgenmesiyle komplekslerin sentezi mümkündür. Metal asetatlar, alkolde çözünebildiklerinden ve orta kuvvette zayıf asit tuzu olduklarından dolayı en uygun reaktantlardır. Bunların yerine metal nitrat ve klorürlerin kullanımı da mümkündür. Schiff bazlarının sentezinde çözücü olarak mutlak alkol, aseton, asetonitril, eterler, tetrahidrofuran ve bu çözücülerin karışımları kullanılabilir [7].

1.2.2. Schiff Bazı Metal Komplekslerinin Stereokimyası

Dörtlü koordine Schiff bazı metal şelatları karedüzlem veya tetrahedral yapı oluştururlar ve cis-trans olmak üzere iki tip geometrik izomerleri vardır. Yapının hangi geometride olduğunu büyük ölçüde azota bağlı olan R grubu belirler. Eğer R grubu geniş hacimli ise düzlemsel geometrinin kararlılığı azalır. Schiff bazı komplekslerinin tetrahedral yapı oluşturma dereceleri, aynı sterik çevreye sahip ligandlarda merkez atomuna da bağlıdır. Özellikle Ni^{+2} ve Co^{+2} gibi bazı geçiş metali komplekslerinin çözeltide düzlemsel $\leftrightarrow$ tetrahedral dengesi mevcutken katı halde bozuk düzlemsel veya yalancı tetrahedral yapı mevcuttur [7].

Kuantum mekanik hesaplamalarda, düzlemsel yapı ile tetrahedral yapı arasındaki enerji farkı, elektronegativitesi yüksek donör atomlardan hazırlanan komplekslerde azalmaktadır [16]. Ayrıca literatürde altı koordinasyon sayılı oktahedral komplekslere de rastlanmaktadır.

1.2.3. Schiff Bazlarının Zn^{+2} Kompleksleri

Schiff bazlarının Zn^{+2} kompleksleri antibakteriyel aktivite gösterdiklerinden dolayı bu kompleksler hakkındaki araştırmalar artmaktadır. Zn^{+2} iyonu bir çok biyolojik proseste çok önemli roller oynar. Zn^{+2} içeren bilinen yaklaşık yirmi enzimin büyük bir kısmı hidroliz reaksiyonlarında yer alırlar. Bu sistemlerde Zn^{+2} iyonları donör atomlarla (N ve O gibi) dörtlü koordine olurken koordinasyon geometrileri yalancı tetrahedral (pseudo tetrahedral) yapıdadır [16].

Zn^{+2} iyonları d^{10} sistemindedir ve sp^3 hibitleşmesi yaparak tetrahedral yapıda, sp^3d^2 hibitleşmesi yaparak oktahedral yapıda kompleksler oluşturabilir.

1.2.4. Schiff Bazlarının Co^{+2} Kompleksleri

1933 yılında Pfeiffer hazırlamış olduğu bazı Schiff bazı Co^{+2} komplekslerinin açık havada bekletilmesi ile renginin kırmızıdan siyaha kaydığını ifade etti. 1938 yılında Pfeiffer ile aynı laboratuarda çalışan Tsumaki, bu bileşiklerin renk değiştirme nedeninin maddenin oksijen absorblamasına bağlı olduğunu ve maddenin CO_2 buharında ısıtılması ile oksijenin uzaklaştığını açıkladı. Bu tarihten sonra Schiffbazlarının Co^{+2} kompleksleri en çok çalışılan potansiyel oksijen ayırıcı ve taşıyıcı maddeler olarak büyük ilgi çekmeye başladı [7].

Komplekslerin oksijen taşıma kapasitesi, fiziksel durumlarına ve yapılarına bağlıdır. Bazı kompleksler hiç oksijen taşımazken bazıları μ -peroksi bileşikleri oluşturarak iki Co atomu bir O_2 molekülü bağlayabilmektedir. Basıncın artması ve sıcaklığın düşürülmesi ile bağlanmada artış olmaktadır. Ayrıca moleküler oksijen bağlanması CHCl_3 , toluen, aseton ve THF gibi çözücülerde azalmakta veya kaybolmaktadır [7].

1.2.5. Schiff Bazlarının Cu^{+2} Kompleksleri

Schiff bazlarının Cu^{+2} kompleksleri ile ilgili çalışmalar 1930'lu yıllarda başlamıştır. Bu komplekslerinin antibakteriyel aktivite göstermelerinden dolayı bu alandaki çalışmalar artan şekilde devam etmektedir.

Cu^{+2} , kare düzlem veya tetrahedral yapıda kompleksler verebilir. Koordinasyon sayısı dört olan metal komplekslerinde, kare düzlem veya tetrahedral yapının olup olmadığı magnetik süsseptibilite ölçümlerinden büyük ölçüde anlaşılır. Ancak Cu^{+2} d^9 sisteminde olduğundan, kompleks her iki halde de paramagnetiktir. Bundan dolayı magnetik süsseptibilite ölçümleri ile geometri kesin olarak belirlenemez. Literatürde Cu^{+2} komplekslerinin genelde kare düzlem trans N_2O_2 tipinde olduğu ve çözeltide tetrahedral komplekslerin olduğu ifade edilmiştir [16]. Literatürde Cu^{+2} 'nin yapmış olduğu oktahedral kompleksler de bulunmaktadır [17].

Ayrıca Cu^{+2} kompleksleri, elektrokimyasal yolla da sentezlenebilmektedir. Elektrokimyasal yöntemin avantajı ML_2 tipi komplekslerin hazırlanabilmesidir. Diğer yöntemlerde ML_2 tipinin yanında MLA ($\text{A}=\text{Çözücü}$) tipi kompleksler de oluşabilmektedir [16].

1.2.6. Schiff Bazlarının Ni^{+2} Kompleksleri

Schiff bazlarının Ni^{+2} kompleksleri antibakteriel aktivite göstermektedir. Ni^{+2} , tetrahedral, karedüzlem veya oktahedral yapıda kompleksler verebilir. Koordinasyon sayısı dört olan metal komplekslerinde, tetrahedral, karedüzlem veya oktahedral yapının olup olmadığı magnetik süsseptibilite ölçümlerinden anlaşılır. Ni^{+2} d^8 sisteminde olduğundan, karedüzlem komplekslerde diamagnetik, tetrahedral ve oktahedral komplekslerde ise 2 elektrona eşdeğer ve paramagnetiktir.

Ni^{+2} iyonları d^8 sisteminde olduğu için sp^3 hibritleşmesi yaparak tetrahedral, dsp^2 hibritleşmesi yaparak karedüzlem ve sp^3d^2 hibritleşmesi yaparak oktahedral yapıda kompleksler verirler. Hibritleşme türü ve kristal alan yarılmaları aşağıda verilmiştir [16].

1.3. Schiff Bazlarının Kullanım Alanları

Schiff bazları ilaç, sentetik patlayıcı olan siklonik'in hazırlanmasında, lastiğin vulkanizasyonunda hızlandırıcı ve ayrıca antioksidan olarak kullanılır.

Genelde renksiz, saydam katılar olmasına rağmen bazıları renklidir. Bu özelliklerinden yararlanılarak boya endüstrisinde kullanılabilmektedir (fenilin mavisi ve naftol mavisi gibi..) Ayrıca parfüm ve ilaç endüstrisinde de oldukça fazla kullanılmaktadır. Bunun yanında özellikle biyokimya ve analitik kimya açısından da gittikçe önem kazanmaktadır. Bu bileşiklerin sentetik oksijen taşıyıcı, enzimatik reaksiyonlarda ara ürün oluşturucu gibi özelliklerinin yanında bazı metal iyonlarına karşı seçici ve spesifik reaksiyon vererek spektrofotometrik reaktif olarak analitik kimyada kullanımları da önem taşımaktadır. Oluşan Schiff bazları keskin erime noktalarına sahip oldukları için karbonil bileşiklerinin tanınmasında ve metallerle kompleks verebilme özelliklerine sahip olmaları nedeniyle de metal miktarlarının tayininde de kullanılmaktadırlar. Ayrıca Schiff bazları fungusid ve böcek öldürücü ilaçların bileşiminde de bulunabilmektedir [7].

Salisilaldehitin etilendiamin ve propilendiamin gibi alkilerin diaminlerle kondensasyonu sonucu meydana gelen Schiff bazları gaz yağı içersinde metal deaktivatör olarak kullanılır Polysikloksan ve PVC'nin stabilizasyonu için disalisitidenpropilendiamin kullanılmaktadır. Aynı zamanda bu Schiff bazın nikel şelatinin termoplastik reçineler için ışık stabilizatörü olarak kullanılmasının uygun olduğu rapor edilmiştir. Formaldehit, amonyakla halkalı yapıda bir bileşik olan hekzametilentetramin oluşturur. NH_3 'ün formaldehide katılması ile başlayan ve bunu izleyerek H_2O eliminasyonu

reaksiyonunda ele geçen hekzametilentetramin, Urotropin adı altında tıpta üriner sistem antiseptiği olarak değer taşır. İminler yada schiff bazlarının en ilgi çekici biyolojik aktivitelerinden biri aminoasit biyo-sentezinde oynadıkları roldür [7].

Schiff bazları α -aminoasitlerin, $RCH(NH_2)COOH$, biyosentezinde önemli ara bileşiklerdir, a-aminoasitler organizmada proteinlerin sentezinde kullanılır. Yiyeceklerin yeterli miktarda alınması zorunlu aminoasit içermemesi sonucu organizma bazı durumlarda ihtiyaç fazlası bir aminoasidi transaminasyon tepkimesiyle gereksinim duyduğu aminoasite dönüştürür. Bu işlemde, ihtiyaç fazlası aminoasidin amino grubu, bir keto-aside taşınır [7].

Aminoasitlerden oluşan Schiff bazları, nikel, krom, kobalt, kalay, çinko, rutenyum, kadmiyum ve demir gibi metal iyonları ile kompleks oluşturucu özelliğe sahip maddelerdir. Bu kompleksler, çeşitli endüstri dallarında kullanılırlar ve kimya biliminin birçok bölümlerini ilgilendiren önemli bir sınıftır.

Salisil aldiminler ve kompleksleri çok ilginç reversible oksijen bağlama yetenekleri, katalitik aktivite, olefinlerin hidrojenasyonu, amino gruplarının transferi, fotokromik özellikleri ve toksik metallerle aşırıkompleksleşme ilgileri nedeni antidot olarak, sentezlenmiş ve incelenmişlerdir. Ayrıca salisilaldehit grubu taşıyan Schiff bazları, hemoglobin ve sitokrom gibi oksijen taşıyan metaloenzimler gibi görev yapma kabiliyeti olan model bileşik olarak, biyolojik amaçla araştırılmıştır [18].

1.4. Uygulanan Yöntemler

1.4.1. Elementel Analiz

Bütün kimyasal bileşikler elementlerden oluşmuştur. Bu nedenle bir örneğin nicel ve nitel elementel analizi, bileşimini ve yapısını aydınlatmak için yaygın olarak kullanılır. Ligand ve komplekslerin incelenmesinde, sentez ve karakterizasyonda da bu analizlerden yararlanılır. Bu amaçla değişik analiz yöntem ve teknikleri geliştirilmiştir. Element ve örneğinin özelliklerine göre uygun yöntem tercih edilir.

1.4.2. Magnetik Susseptibilite Ölçümleri

Magnetik suseptibilite maddelerin manyetik alanda polarlaşması olarak tanımlanabilir. Manyetik alanda maddeler paramanyetizma ve diyamanyetizma diye iki

türlü özellik gösterirler. Yarı dolu orbiollerdeki elektronların spinleri çiftleştğinde diamanyetizma aksi halde paramanyetizma oluşur [19].

Magnetik susseptibilibite ölçmek için çeşitli yöntemler vardır. Gouy metodu yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu metod;homojen olmayan manyetik alanın, numuneye uyguladığı kuvvetin tartım tekniği ile ölçülmesi temeline dayanmaktadır. Manyetik alanda paramanyetik maddelerin ağırlığı artarken, diamanyetik maddelerin ağırlığı değişmez veya azalır [7].

Komplekslerin magnetik susseptibilibite ölçümünde Gouy metodundan yararlanıldı. Ölçümler oda sıcaklığında ve $[\text{Hg}(\text{Co}(\text{SCN})_4)]$ kalibrant olarak kullanılarak gerçekleştirildi. Analiz edilecek kompleksle havanda toz haline getiriler tanecik büyüklüğünde homojenlik sağlandı ve cam tüplere 1.5 cm boyunda boşluk kalmayacak şekilde yerleştirilerek magnetik susseptibilibite ölçüldü.

1.4.3. Termogravimetrik Analiz (TGA)

Kontrollü şartlarda sıcaklığa bağılı olarak kütledeki değişimin ölçümüne termogravimetri denir. Bir TGA deneyinde ölçülen değişkenler; ağırlık, zaman ve sıcaklıktır. Ligand ve komplekslerin termal kararlılığının ölçülmesinde genellikle termogravimetrik analiz tekniği kullanılır. TGA ile bir numunenin % 50 ağırlık kaybının meydana geldiği sıcaklık (yarı ömür sıcaklığı) kolaylıkla belirlenebilir. Ayrıca uygun değerlendirme tekniklerinden yararlanarak ligand ve komplekslerin termal bozunma tepkimesinin derecesi ve aktifleşme enerjisi gibi büyüklükler de hesaplanabilir [7].

1.4.4. Nükleer Magnetik Rezonans Spektroskopisi (NMR)

Çeşitli kimyasal bileşiklerin yapılarının aydınlatılmasında etkili olan NMR tekniği hidrojen, karbon gibi atomların çekirdekler üzerine kurulmuştur. Bu çekirdekler birçok inorganik ve koordinasyon bileşiklerinin de yapısında bulunur.

Bu metotla bir molekülde hidrojen ihtiva eden grupların sayıları yanında buna komşu olan gruplar da tespit edilmektedir. Az da olsa kantitatif amaçlar için de kullanılmaktadır. Kantitatif amaçlarda az kullanılmasının nedeni çok pahalı ve ancak yüzde 5-10'luk numunelere uygulanabilir olmasıdır. Metodun dezavantajı katı, çözünürlüğü akıcılığı az olan numunelere uygulanamamasıdır [7].

1.4.5. İnfrared Spektroskopisi (IR)

İnfrared spektroskopisi, maddenin infrared ışınlarını absorplaması üzerine kurulmuş olan bir spektroskopi yöntemidir. Homonükleer (N_2 , O_2 , Cl_2 vb.) ve dipol momenti olmayan moleküller hariç bütün moleküller infrared ışınlarını absorplar ve infrared spektrumu verir [7].

İnfrared spektroskopisi daha çok yapı analizinde kullanılır ve çoğu kez elektronik ve NMR spektroskopileriyle birlikte uygulanır. Her maddenin kendine özgü bir infrared spektrumu vardır. Bir maddenin infrared spektrumu, ultraviole spektrumuna göre karışıktır. Bunun nedeni moleküllerde birçok titreşim merkezlerinin olması ve her titreşimi uyaran infrared ışınlarının farklı dalga boylarında absorplanmasıdır. Molekül içindeki atomların titreşimleri sırasında atomlar arasındaki uzaklık devamlı büyüyüp küçüldüğünde, iki atom arasında titreşim halinde bir elektriksel alan meydana gelir. Bu titreşim infrared ışının elektriksel alanının titreşimine uyunca ışın absorplanır ve ışını absorplayan molekülün elektriksel yük dağılımı daha da asimetrik olur ve dipol momenti büyür, buna karşılık N_2 , O_2 , Cl_2 gibi moleküller de dipol momenti değişmesi olmadığından bunlar infrared ışınlarını absorplamazlar [7].

1.5. Literatür Araştırması

İlk kez 1864'te H. Schiff tarafından primer aminlerle karbonil bileşiklerinin kondenzasyonundan elde edilen ve o zamandan beri Schiff bazları (iminler) adı ile bilinen azometin bileşiklerinin sentezleri ve yapılarının aydınlatılması ile ilgili çalışmalar 1940'lı yıllarda başlanmıştır. Burada sadece son yıllarda yapılan çalışmalara yer verilmiştir.

PARR, J., (2000): 2-(Difenilfosfin)anilin ile aldehit [5-klorosalisilaldehit, 5-nitrosalisilaldehit, 5-bromsalisilaldehit, 5-metoksisalisilaldehit ve 3-metoksisalisilaldehit] kullanarak elde ettikleri Schiff bazı ligandlarının Ni^{+2} ve Pd^{+2} komplekslerini sentezlemişlerdir. Sentezledikleri bileşiklerin karakterizasyonu için spektroskopik, mikroanalitik ve kristalografik metodları kullanmışlardır. Kristalografik çalışmalar sonucunda metal iyonlarının salisilaldehitin O ve N atomlarından ve difenilfosfinin P atomu üzerinden (tridentat PNO tipi) kompleks oluşturduğunu söylemişlerdir [20].

CHOHAN, Z.H., (2001): 2-Furankarboksialdehit, 2-tiyofenkarboksialdehit ile benzoyilhidrazin, nikotinoyilhidrazin ve salisiloyilhidrazin den türetilen ONO ve SNO tipi Schiff bazlarının Co^{+2} , Cu^{+2} , Ni^{+2} ve Zn^{+2} metalleri ile komplekslerini sentezlemiş ve

bileşiklerin yapılarını UV, IR, ^1H -NMR ve ^{13}C -NMR ile aydınlatmıştır. Ayrıca ligand ve komplekslerin *Escherichia coli*, *Staphylococcus* ve *Pseudomonas aeruginosa* bakterilerine karşı biyolojik aktivite özelliklerini incelemiştir [21].

KASUMOV, V.T., (2002): 3,5-di-*t*-bütil-1,2-benzokuinon-1-monoksim ligandını sentezledikten sonra bu ligandın Cu^{+2} metali ile Bis(3,5-di-*t*-bütil-1,2-benzokuinon-1-oksimato)bakır(II) kompleksini sentezlemişlerdir. Bu kompleks ile çeşitli N ve O donör grupları içeren ikinci tip ligandların [8-hidroksikuinolinato (L^1), N-fenilsalisilaldimin (L^2), N-fenil-3,5-di-*t*-bütil salisilaldiminato (L^3) ve N-(2-hidroksifenil)-3,5-di-*t*-bütil salisilaldiminato (L^4)] reaksiyonundan karışık ligandlı Cu^{+2} komplekslerini sentezlemişlerdir. Komplekslerin yapısını, analitik ve spektroskopik (IR, UV-Vis, ESR) teknikler kullanılarak ve manyetik süsseptibilite ile aydınlatmışlardır [22].

EMREGÜL, K.C., (2003): Salisilaldehit ile 2-aminofenol, *o*-toluidin, 2-metoksianilin ve 2-nitroanilin kullanılarak elde ettikleri Schiff bazlarının, elektro kimyasal teknikleri kullanarak korozyonu önleyici özelliklerini incelemişlerdir. Sonuçta, N-(2-hidroksifenil)salisilaldimin, N-(2-metilfenil)salisilaldimin, N-(2-metoksifenil)salisilaldimin, ligandlarının çok iyi anodik inhibitör olarak kullanılabileceklerini gözlemlemişlerdir. N-(2-nitrofenil)salisilaldimin.HCl hariç diğerlerinin N-(2-metoksifenil)salisilaldimin > N-(2-hidroksifenil)salisilaldimin > N-(2-metoksifenil)salisilaldimin sırasına göre korozyon önleyici etki gösterdiklerini söylemişlerdir [23].

GÜL, M., (2004): 2-[4 (florofenil) imino metilen] fenolün (FPIMP), NaOCl ve hava oksijeni ile bazik ortamda 60-90 °C arasında gerçekleşen oksidatif polikondenzasyon reaksiyonunun koşulları incelenmiş ve oligo-2-[4 (florofenil) imino metilen] fenol sentezlenmiştir. Ürün ^1H -NMR, FT-IR, UVVis, Boyut Eleme Kromatografisi (SEC) ve elemental analiz yöntemleri ile karakterize edilmiştir. OFPIMP 'ün uygun reaksiyon şartlarında hava oksijeni ile %62, NaOCl ile % 97.7 verimde sentezlendiği belirtilmiştir. TG ve TG-DTA analizleri ile OFPIMP ve oligomer metal komplekslerinin monomerden, termooksidatif bozunmaya karşı daha dirençli oldukları saptanmıştır [24].

MIRKHAN, V., (2005): Sülfidlerin oksidasyonunda Mn(III)-salophen komplekslerinin katalizör etkinliğini araştırmışlardır. NaIO_4 varlığında sülfidlerin sülfoksit ve sülfonlara kısa bir süre içerisinde dönüştüğünü ve kullandıkları katalizörün toksik olmadığını belirtmişlerdir [25].

ÖZBÜLBÜL, A., (2006): Salisilaldehit ve etilendiamin ile sentezlenen Schiff bazı monomerinin 75-95 °C arasında NaOCl oksitlendiricinin etkisi ile oksidatif polikondensasyon reaksiyonunu gerçekleştirmişler. Monomer ve polimer IR, UVVis, ¹H NMR, ¹³C NMR ve elemental analiz ile karakterize edilmiştir [26].

GOLUBEV, N.S., (2007): 3-karboksi-5-metil-salisilidenanilin bileşiminin ne tür molekül içi hidrojen bağı (O-H...N), (O-...H-N+) yaptığını ve dötero-kloroformda hangi tautomerik formun baskın olduğunu belirlemek için ¹H ve ¹⁵N-NMR tekniklerini kullanmışlardır [27].

CANPOLAT, E., (2007): 4-Hidroksisalisiliden-p-aminoasetofenonoksim ligandını sentezledikten sonra bu ligandın Co⁺², Ni⁺², Cu⁺² ve Zn⁺² metalleri ile komplekslerini sentezlemişlerdir. Ligand ve Komplekslerin yapılarını, elementel analiz, IR, ¹H-NMR, ¹³C-NMR, UV-Vis, manyetik süsseptibilite ve termogravimetrik analiz yöntemleri ile aydınlatmışlardır. Bütün komplekslerde Schiff bazlarının metal iyonuna imin azotu ve karbonil oksijeninden bağlanarak iki dişli şelat olarak davrandığını ve yine bütün komplekslerde M:L oranının 1:2 olduğunu görmüşlerdir. Co⁺², Ni⁺², Cu⁺² ve Zn⁺² komplekslerinin dört koordinasyonlu tetrahedral yapıya sahip olduğunu belirlemişlerdir [28].

OSOWOLE, A.A., (2008): Etilendiamin, 2-hidroksinaftaldehit ve 2,4-pentadion karışımından elde ettikleri Schiff bazı ligandları ile Ni⁺², Cu⁺² ve Zn⁺² asetat tuzlarını kullanarak kompleks oluşturmuşlar, daha sonra bu kompleksleri alkol ortamında çözerek yine alkolde çözdükleri 2,2-bipiridin ve 1,10-fenantrolin bileşiklerini ayrı ayrı karıştırıp yeni kompleksler elde etmişlerdir. Ligand ve komplekslerin yapılarını IR, UV-Vis, manyetik süsseptibilite ve kondüktometri yöntemleri ile aydınlatmışlardır. Ayrıca bileşiklerin antimikrobiyal aktivitelerine bakmışlardır. Komplekslerinin dört koordinasyonlu karedüzlem yapıya sahip olduğunu belirlemişlerdir [29].

SÖNMEZ, M., (2009): {1-[(2-hidroksi-naftalen-1-ylmetilene)-amino]-4-fenil-2-thioxo-1,2-dihidro-pirimidin-5-yl}-fenil-metanone, bileşiğini sentezlemişler ve bu ligandın Cu(II), Co(II), Ni(II), Zn(II), ve Cd(II) asetat tuzları ile komplekslerini hazırlamışlar. Ligand ve Komplekslerin yapılarını, elementel analiz, IR, ¹H-NMR, ¹³C-NMR, API-ES, UV-Vis, manyetik süsseptibilite ve termogravimetrik analiz yöntemleri ile aydınlatmışlardır. Elementel analiz ve manyetik süsseptibilite ölçümleri sonucunda metal komplekslerinin oktahedral ve karedüzlem yapıda olduklarını bulmuşlardır [30].

1.6. Çalışmanın Amacı ve Önemi

Schiff bazları ve kompleksleri, tarım alanında, ilaç sanayinde, boya sanayinde, plastik sanayinde, sıvı kristal teknolojisinde, polimer teknolojisinde. antitümör, antibakteriyel, biyolojik ve endüstriyel uygulamalar gibi pek çok alanda kullanılmaktadır. Bunun yanında özellikle biyokimya ve analitik kimya açısından da gittikçe artan öneme sahiptir [31].

Ligand olarak kullanılan Schiff bazlarıyla elde edilen çeşitli metal kompleksleri koordinasyon kimyasının gelişmesinde önemli rol oynamaktadır. Schiff bazları ile ilgili çalışmaların bilim çevrelerinde gördüğü ilgi günden güne artmakta ve yeni uygulama alanlarının açılmasını sağlamaktadır. Schiff bazlarının metal kompleksleri ile ilgili çalışmalar oldukça fazladır [32].

Bu çalışmada, *p*-aminoasetofenon oksim bileşiğinin, 5-brom-3-metoksisalisilaldehit ile reaksiyonundan yeni Schiff bazı ligandının elde edilmesi ve bu ligandın Co^{+2} , Ni^{+2} , Cu^{+2} ve Zn^{+2} metalleri ile kompleksleri amaçlanmıştır.

Sonuç olarak literatürde kaydına rastlanmayan yeni bir ligand ve bu ligandın 4 kompleksi izole edildi. Sentezlenen Schiff bazı ligandı ve komplekslerinin yapılarının aydınlatılmasında; elementel analiz, IR, ^1H -NMR, ^{13}C -NMR, manyetik süsseptibilite, ve termogravimetrik analiz yöntemleri kullanıldı.

2. MATERYAL VE METOD

2.1. Kullanılan Araç ve Gereçler

1. IR spektrumları bölümümüzdeki Mattson 1000 FTIR spektrofotometresi ile 4000-400 cm^{-1} aralığında alındı.
2. Element analizleri bölümümüzdeki LECO-932 CHNSO model element analizi cihazı ile yapıldı.
3. ^1H -NMR ve ^{13}C -NMR spektrumları Bruker DPX-400, 400 MHz yüksek performanslı dijital FT-NMR spektrometresi ile TÜBİTAK'da yapıldı.
4. Magnetik süsseptibilite ölçümleri bölümümüzdeki Sherwood Scientific MK1 model magnetik süsseptibilite cihazı ile oda şartlarında yapıldı.
5. TGA spektrumları bölümümüzdeki Shimadzu TGA-50 model termal analiz cihazı kullanılarak yapıldı.
6. Cam malzemeler; evaporatör, etüv, elektronik terazi, manyetik karıştırıcı ve vakumlu sinterli süzgeç

2.2. Kullanılan Kimyasal Maddeler

1. Hidroksilamin hidroklorür: *p*-aminoasetofenon oksimin sentezinde kullanılmıştır. Merck firmasından temin edilmiştir.
2. Sodyum asetat: *p*-aminoasetofenon oksimin sentezinde kullanılmıştır. Merck firmasından temin edilmiştir.
3. 5-brom-3-metoksisalisilaldehit (LH): Schiff bazının sentezinde kullanılmıştır. Merck firmasından temin edilmiştir.
4. Kobalt(II) asetat tetrahidrat $[\text{Co}(\text{AcO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, Nikel(II) asetat tetrahidrat $[\text{Ni}(\text{AcO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, Bakır(II) asetat monohidrat $[\text{Cu}(\text{AcO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ ve Çinko(II) asetat dihidrat $[\text{Zn}(\text{AcO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ Ligandın mononükleer komplekslerinin sentezinde kullanılmıştır. Merck firmasından temin edilmiştir.
5. Etanol, dietil eter ve su: Komplekslerin ve ligandın sentezinde çözücü olarak kullanılmıştır.

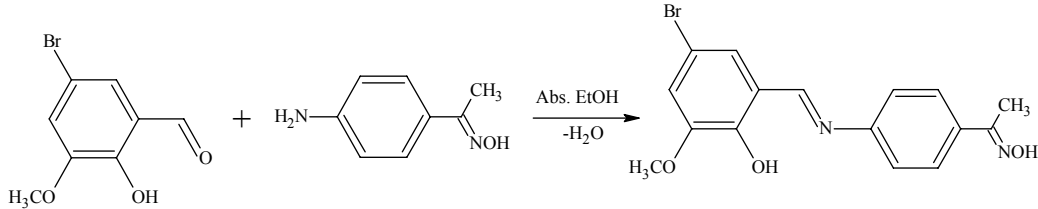
2.3. Deneysel Kısım

2.3.1 *p*-Aminoasetofenon Oksim'in Sentezi

Literatürde belirtilen yöntemle göre sentezlenmiştir [10].

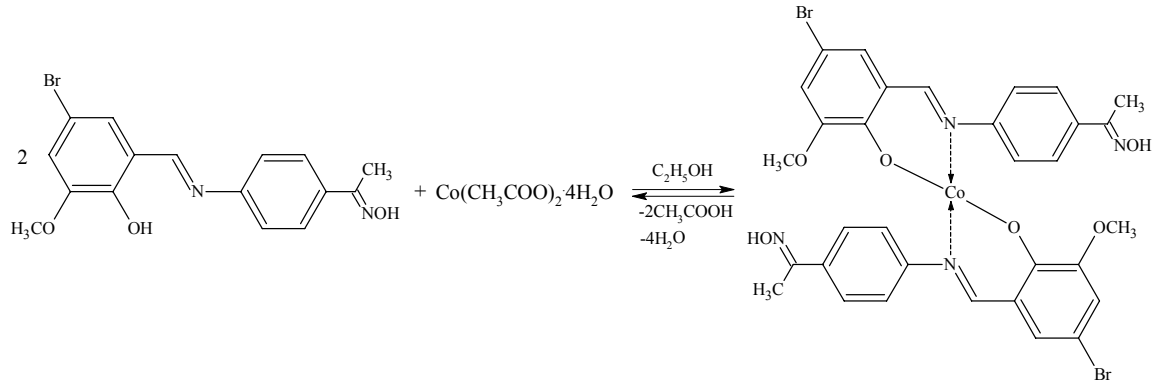
2.3.2 5-Brom-3-metoksisalisiliden-*p*-aminoasetofenonoksim (LH)'in Sentezi

p-Aminoasetofenonoksim (1.50 g, 10 mmol) 15 ml mutlak etil alkolde çözüldü. Bu çözelti üzerine 5-brom-3-metoksisalisilaldehit (2.31 g, 10 mmol) ve (0.01 mg) *p*-toluen sülfonik asit'in 35 ml mutlak etil alkoldeki çözeltisi ilave edilerek karıştırıldı. Karıştırma işlemine geri soğutucu altında 60 °C de 3 saat devam edildi. IR ile aldehit'in karbonil piki takip edildi. Oluşan ürün oda sıcaklığında bir gece dinlendirildi ve süzöldü. Aseton-su karışımında tekrar kristallendirildi. Elde edilen açık sarı renkli kristaller soğuk etil alkol ve dietil eter ile yıkandı ve vakum uygulanarak 60 °C'de kurutuldu. C₁₆H₁₅BrN₂O₃ (M.A.= 363.21 g/mol), verim = % 80 (2.91 g).



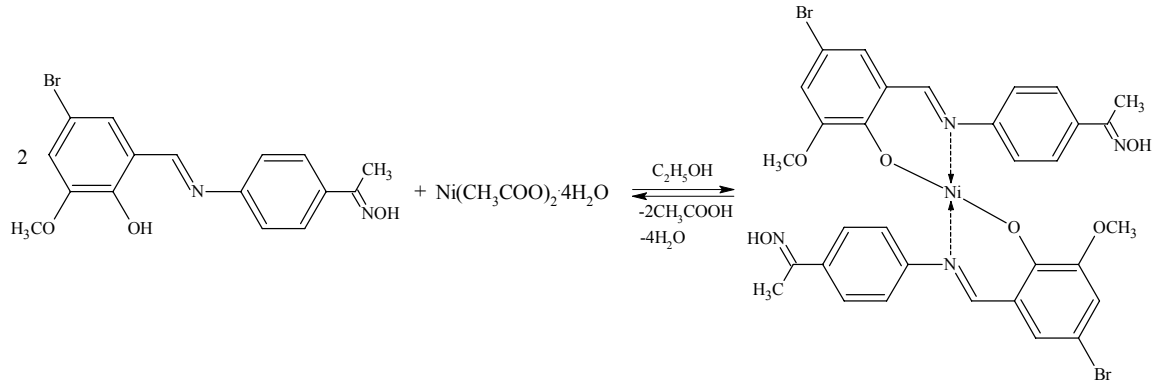
2.3.3. Bis(*p*-aminoasetofenonoksim-5-brom-3-metoksisalisilaldiminato)kobalt(II) [Co(L)₂]'nin Sentezi

5-brom-3-metoksisalisiliden-*p*-aminoasetofenonoksim (0.36 g, 1.00 mmol) 30 ml mutlak etil alkolde ısıtılarak çözüldü. Bu çözeltiye (0.13 g, 0.50 mmol) kobalt(II)asetattetrahidrat'ın 15 ml sıcak etil alkoldeki çözeltisi argon atmosferinde damla damla ilave edilerek karıştırıldı. Karıştırma işlemine geri soğutucu altında 50 °C de 14 saat devam edildi. Oluşan ürün oda sıcaklığında bir gece dinlendirildi ve sinterli süzgeç ile süzöldü. Su, soğuk etil alkol ve soğuk dietil eter ile yıkandı. CoC₃₂H₂₈Br₂N₄O₆ (M.A.= 783.33 g/mol), verim = % 55 (0.22 g).



2.3.4. Bis(*p*-aminoasetofenonoksim-5-brom-3-metoksisalisilaldiminato)nikel(II) [Ni(L)₂]'nin Sentezi

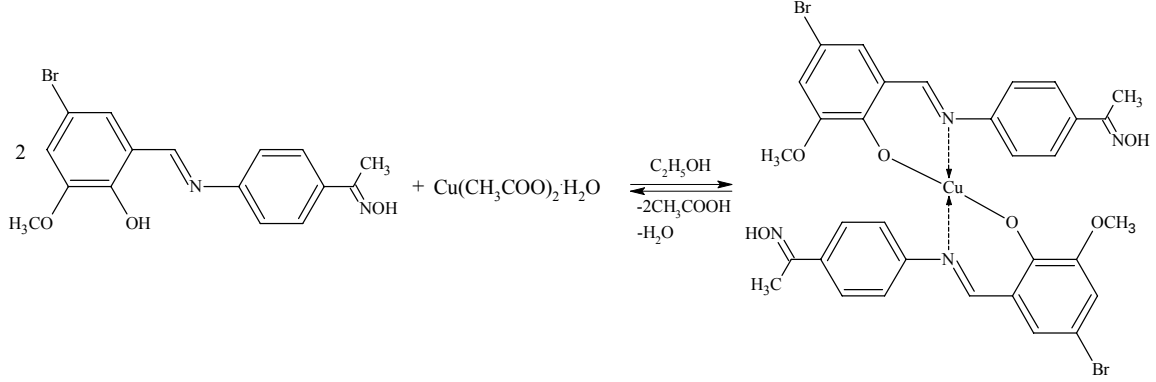
5-brom-3-metoksisalisiliden-*p*-aminoasetofenonoksim (0.36 g, 1.00 mmol) 25 ml mutlak etil alkolde ısıtılarak çözüldü. Bu çözeltiye (0.12 g, 0.50 mmol) nikel(II)asetattetrahidrat'ın 15 ml sıcak etil alkoldeki çözeltisi damla damla ilave edilerek karıştırıldı. Karıştırma işlemine geri soğutucu altında 50 °C de 10 saat devam edildi. Oluşan ürün oda sıcaklığında bir gece dinlendirildi ve sinterli süzgeç ile süzöldü. Su, soğuk etil alkol ve soğuk dietil eter ile yıkandı. NiC₃₂H₂₈Br₂N₄O₆ (M.A.= 783.09 g/mol), verim = % 59 (0.23 g).



2.3.5. Bis(*p*-aminoasetofenonoksim-5-brom-3-metoksisalisilaldiminato)bakır(II) [Cu(L)₂]'nin Sentezi

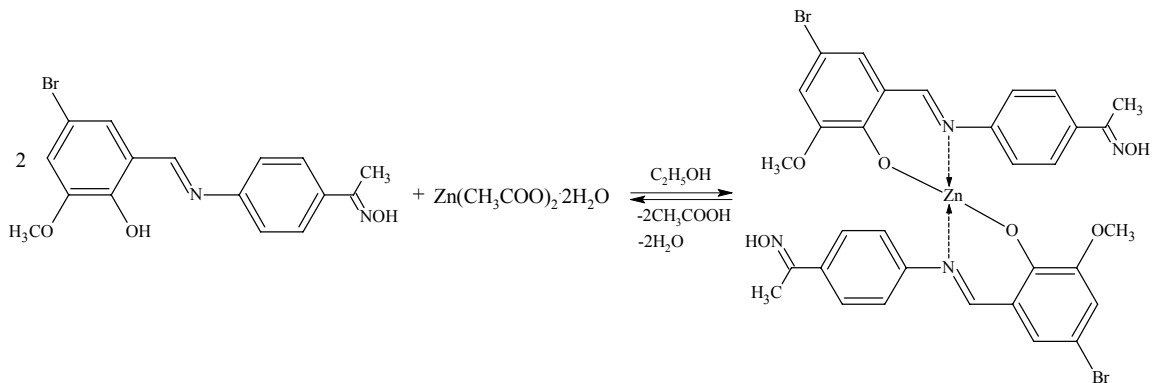
5-brom-3-metoksisalisiliden-*p*-aminoasetofenonoksim (0.36 g, 1.00 mmol) 20 ml mutlak etil alkolde ısıtılarak çözüldü. Bu çözeltiye (0.13 g, 0.50 mmol) bakır(II)asetatmonohidrat'ın 15 ml sıcak etil alkoldeki çözeltisi damla damla ilave edilerek

karıştırıldı. Karıştırma işlemine geri soğutucu altında 50 °C de 15 saat devam edildi. Oluşan ürün oda sıcaklığında bir gece dinlendirildi ve sinterli süzgeç ile süzüldü. Su, soğuk etil alkol ve soğuk dietil eter ile yıkandı. $\text{CuC}_{30}\text{H}_{24}\text{Br}_2\text{N}_4\text{O}_4$ (M.A.= 787.94 g/mol), verim = % 51 (0.20 g).



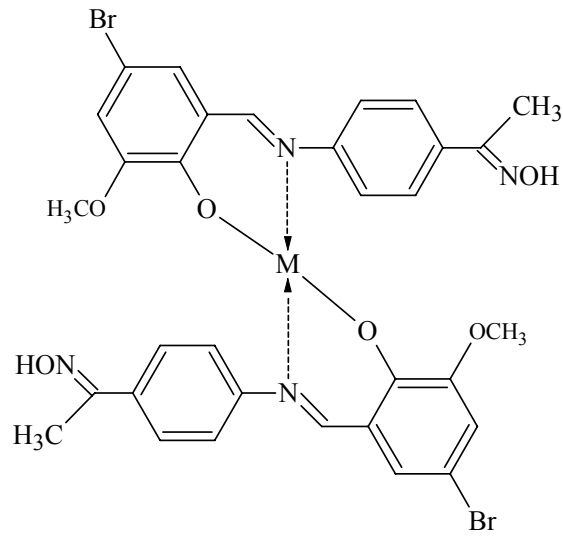
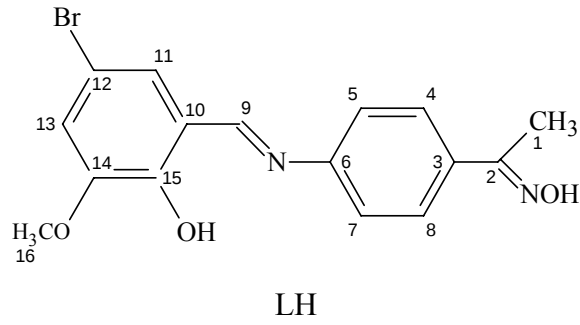
2.3.6. Bis(*p*-aminoasetofenonoksim-5-brom-3-metoksisalisilaldiminato)çinko(II) $[\text{Zn}(\text{L})_2]$ 'nin Sentezi

5-brom-3-metoksisalisiliden-*p*-aminoasetofenonoksim (0.363 g, 1.00 mmol) 20 ml mutlak etil alkolde ısıtılarak çözüldü. Bu çözeltiye (0.13 g, 0.50 mmol) çinko(II)asetatdihidrat'ın 10 ml sıcak etil alkoldeki çözeltisi damla damla ilave edilerek karıştırıldı. Karıştırma işlemine geri soğutucu altında 50 °C de 16 saat devam edildi. Oluşan ürün oda sıcaklığında bir gece dinlendirildi ve sinterli süzgeç ile süzüldü. Su, soğuk etil alkol ve soğuk dietil eter ile yıkandı. $\text{ZnC}_{30}\text{H}_{24}\text{Br}_2\text{N}_4\text{O}_4$ (M.A.= 789.80 g/mol), verim = % 63 (0.25 g).



3. BULGULAR

3.1. 5-brom3-metoksisalisiliden-p-Aminoasetofenon Oksim Ligandı ve Komplekslerinin Karakterizasyonu



Tablo 3.1. Ligand ve komplekslerin analitik ve fiziksel verileri

Bileşik	Formül	M.A. (g/mol)	Renk	μ_{eff} (B.M.)	Verim (%)	Element Analizi, % Hesaplanan (Bulunan)		
						C	H	N
LH	$\text{C}_{16}\text{H}_{15}\text{BrN}_2\text{O}_3$	363.21	Sarı	—	80	52.91 (53.30)	4.16 (3.79)	7.71 (8.08)
Co(L)_2	$\text{CoC}_{32}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{N}_4\text{O}_6$	783.33	Kahve	4.15	55	49.07 (48.71)	3.60 (3.33)	7.15 (6.85)
Ni(L)_2	$\text{NiC}_{32}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{N}_4\text{O}_6$	783.09	Yeşil	2.91	59	49.08 (48.77)	3.60 (3.36)	7.15 (6.80)
Cu(L)_2	$\text{CuC}_{32}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{N}_4\text{O}_6$	787.94	Hardal sarısı	1.83	51	48.78 (49.16)	3.60 (3.20)	7.15 (6.76)
Zn(L)_2	$\text{ZnC}_{32}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{N}_4\text{O}_6$	789.80	Turuncu	Dia	63	48.66 (49.01)	3.57 (3.97)	7.09 (6.74)

Tablo 3.2. Ligand ve komplekslerin karakteristik IR spektrum verileri

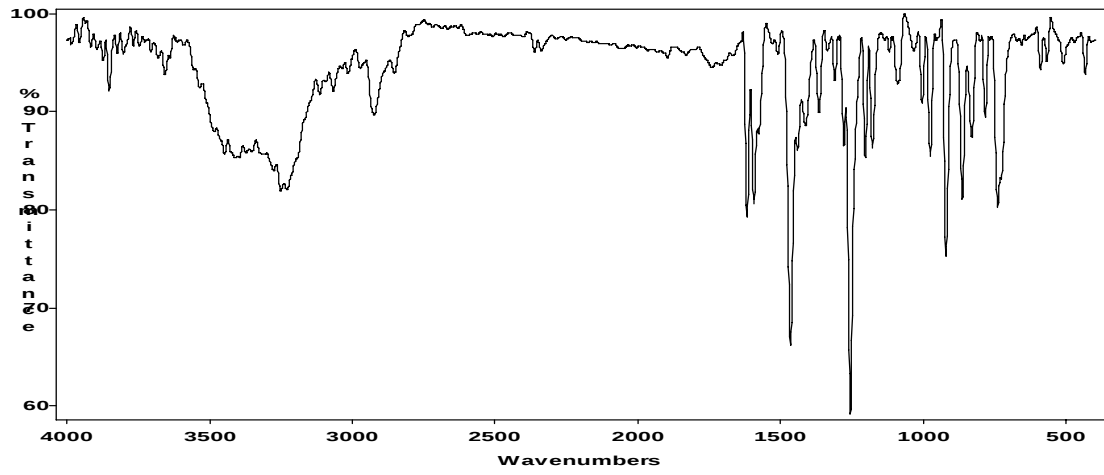
Bileşik	$\nu(\text{O-H})_{\text{oksim}}$	$\nu(\text{O-H})_{\text{fenolik}}$	$\nu(\text{C=N})_{\text{imin}}$	$\nu(\text{C=N})_{\text{oksim}}$	$\nu(\text{C-O})$	$\nu(\text{N-O})$
LH	3400	3240	1625	1600	1270	1005
Co(L)_2	3300	—	1610	1599	1290	1006
Ni(L)_2	3310	—	1615	1600	1300	1006
Cu(L)_2	3290	—	1610	1600	1310	1006
Zn(L)_2	3325	—	1605	1599	1295	1006

Tablo 3.3. (LH) ligandı ve Zn^{+2} kompleksinin $^1\text{H-NMR}$ spektrum verileri

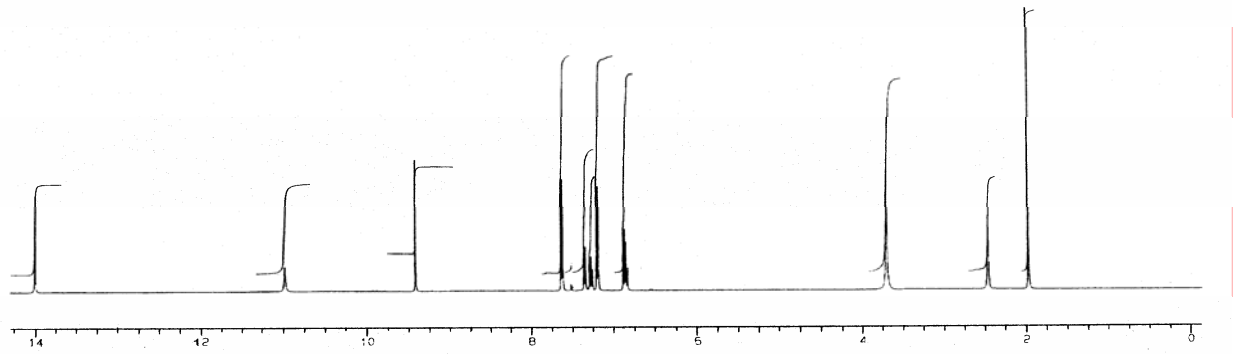
Bileşik	$\delta(\text{-OH})_{\text{fenolik}}$	$\delta(\text{N-OH})_{\text{oksim}}$	$\delta(\text{CH=N})_{\text{imin}}$	$\delta(\text{Arom-H})$	$\delta(\text{OCH}_3)$	$\delta(\text{CH}_3)$
LH	14.00 (s, 1H)	11.00 (s, 1H)	9.39 (s, 1H)	7.68-6.82 (m, 6H)	3.74 (s, 3H)	1.90 (s, 3H)
Zn(L)_2	—	10.99 (s, 2H)	9.13 (s, 2H)	7.70-6.80 (m, 12H)	3.74 (s, 6H)	1.90 (s, 6H)

Tablo 3.4. (LH) ligandı ve Zn^{+2} kompleksinin $^{13}\text{C-NMR}$ spektrum verileri

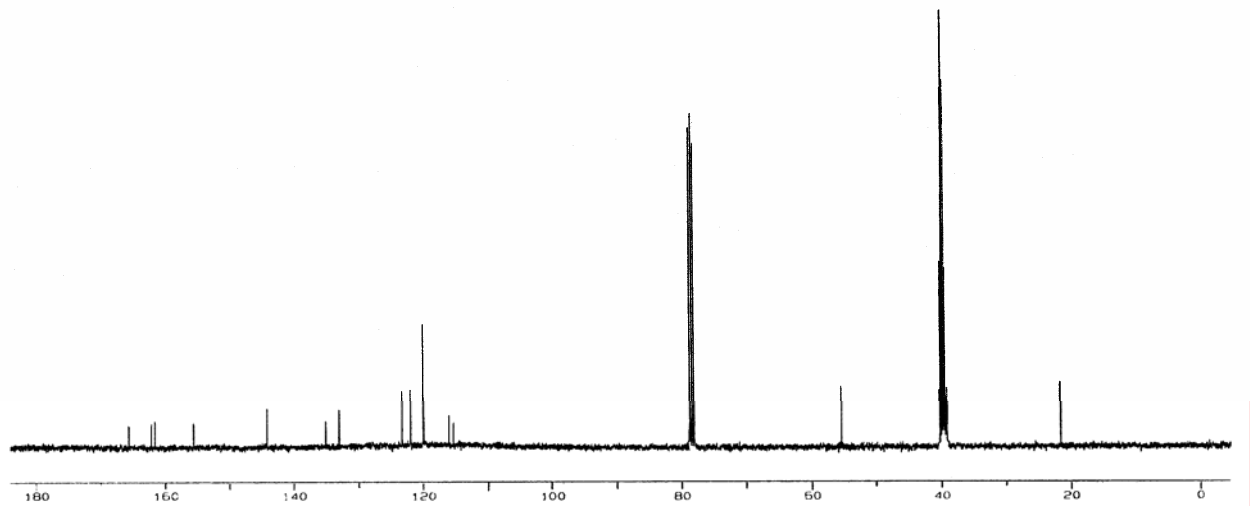
Bileşik	$\delta(\text{C=NOH})_{\text{oksim}}$	$\delta(\text{C-OH})_{\text{fenolik}}$	$\delta(\text{CH=N})_{\text{imin}}$	$\delta(\text{Arom-C})$	$\delta(\text{OCH}_3)$	$\delta(\text{CH}_3)$
LH	164.58	162.40	163.69	116.80-156.12	56.30	21.81
Zn(L)_2	164.59	165.63	165.95	116.80-156.10	56.30	21.82



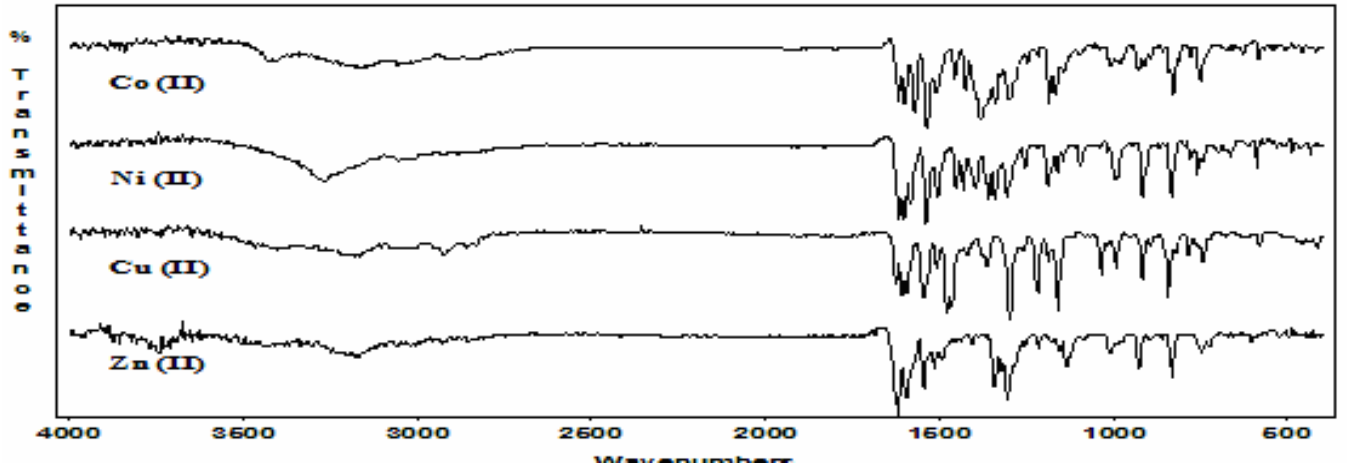
Şekil 3.1. Ligandın IR spektrumu



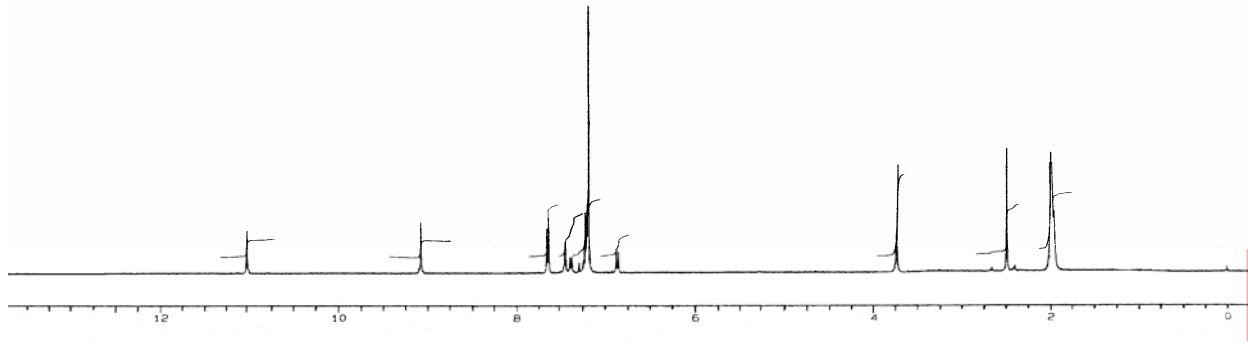
Şekil 3.2. Ligandın ¹H-NMR spektrumu



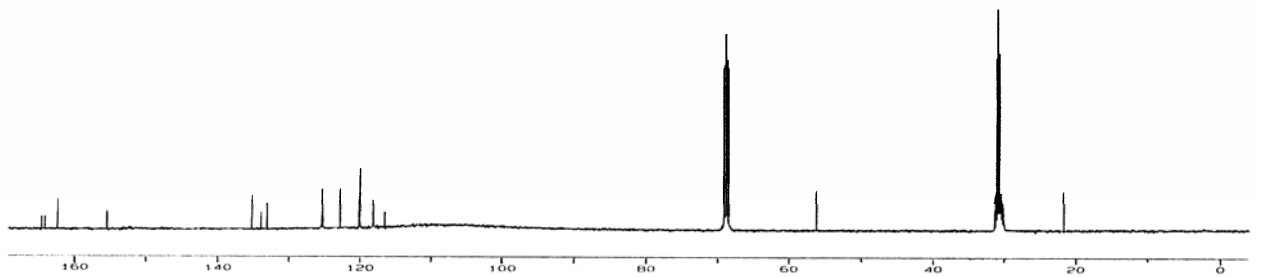
Şekil 3.3. Ligandının ¹³C-NMR spektrumu



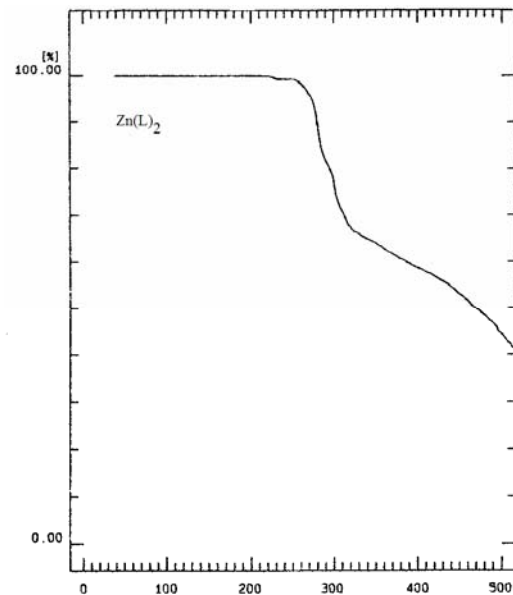
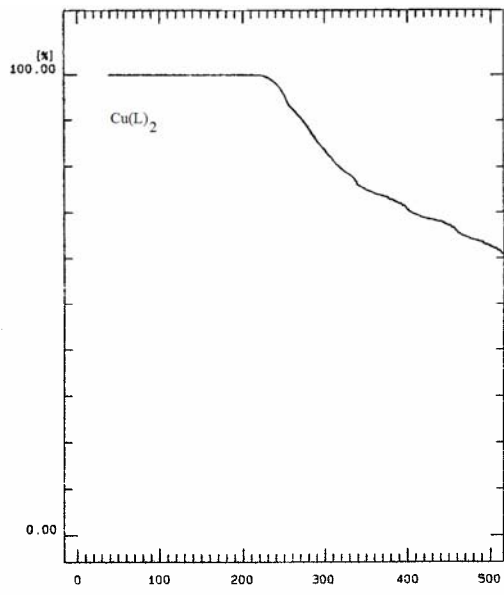
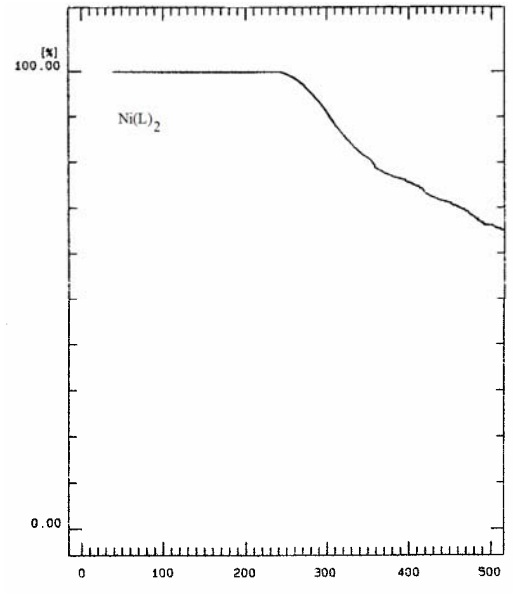
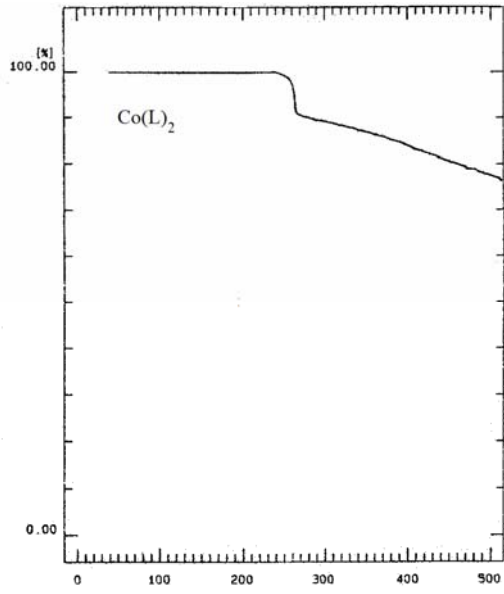
Şekil 3.4. Komplekslerinin IR spektrumları



Şekil 3.5. Zn(L)₂ kompleksinin ¹H-NMR spektrumu



Şekil 3.6. Zn(L)₂ kompleksinin ¹³C-NMR spektrumu



Şekil 3.7. Komplekslerin TGA termogramları

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Deneysel çalışmaya *p*-aminoasetofenon'un hidroksilamin hidroklorür ve sodyum asetat trihidrat ile reaksiyonu sonucu, *p*-Aminoasetofenonoksim'in sentezlenmesi ile baslandı [10]. Sentezlenen *p*-Aminoasetofenonoksim, *p*-toluen sülfonik asit katalizörlüğünde 5-brom-3-metoksisalisilaldehit ile reflüks edilerek % 80 verimle 5-brom-3-metoksisalisiliden-*p*-iminoasetofenon oksim (LH) olarak adlandırılan sarı renkte Schiff bazı ligandı elde edilmistir. Elda edilen ligand ile Co^{+2} , Ni^{+2} , Cu^{+2} ve Zn^{+2} metallerinin tepkimesinden Bis(*p*-aminoasetofenonoksim-5-brom-3-metoksisalisilaldiminato) kobalt(II) [$\text{Co}(\text{L})_2$], Bis(*p*-aminoasetofenonoksim-5-brom-3-metoksisalisilaldiminato) nikel(II) [$\text{Ni}(\text{L})_2$], Bis(*p*-aminoasetofenonoksim-5-brom-3-metoksisalisilaldiminato) bakır(II) [$\text{Cu}(\text{L})_2$] ve Bis(*p*-aminoasetofenonoksim-5-brom-3-metoksisalisilaldiminato) çinko(II) [$\text{Zn}(\text{L})_2$] kompleksleri edildi.

Ligandın ve komplekslerin yapıları elementel analiz, IR, ^1H -NMR, ^{13}C -NMR, manyetik süsseptibilite ve termogravimetrik analiz ile aydınlatılmıştır. Sentezlenen maddelerin analitik ve fiziksel değerleri ile IR, ^1H -NMR ve ^{13}C -NMR verileri tablolar halinde ve spektrumları da şekiller halinde verilmiştir.

Sentezlenen Schiff bazı ligandının KBr'de alınan karakteristik IR pikleri, $\nu(\text{C}=\text{N})$ ve $\nu(\text{O}-\text{H})$ gerilme titreşimlerine ait piklerdir [33,34]. Ligandın IR spektrumlarında fenolik $\nu(\text{O}-\text{H})$ grubuna ait gerilme titreşimi 3240 cm^{-1} 'de, azometin grubuna ait $\nu(\text{C}=\text{N})$ gerilme titreşim piki 1625 cm^{-1} 'de keskin bir pik halinde görülmektedir [35]. Ligandın fenolik $\nu(\text{C}-\text{O})$ gerilme titreşimi 1270 cm^{-1} 'de görülmektedir. Bu bandlar Schiff bazı (imin) oluşum reaksiyonunun tamamlandığını desteklemektedir [36]. Schiff bazı ligandının IR spektrumunda azometin grubuna nazaran daha düşük frekans (1600 cm^{-1})'da ortaya çıkan zayıf pik oksim grubunun $\nu(\text{C}=\text{N})$ gerilme titreşimini, 3400 cm^{-1} 'de gözlenen geniş absorpsiyon bandı oksim grubuna ait karakteristik $\nu(\text{O}-\text{H})$ gerilme titreşimini ve 1005 cm^{-1} 'de ki $\nu(\text{N}-\text{O})$ grubuna ait pik de oksim varlığını desteklemektedir [37-44].

Schiff bazı ligandının CDCl_3 ve $\text{DMSO}-d_6$ karışımında alınan ^1H -NMR spektrumunda 14.00 ppm 'de bir protonluk singlet gözlenmiştir. Bu literatürde de belirtilen fenolik $\delta(\text{-OH})$ grubu protonuna aittir [45]. ^1H -NMR spektrumlarında 9.39 ppm 'de bir protonluk singlet olarak gözlenen kimyasal kayma yapıda bulunan azometin $\delta(\text{CH}=\text{N})$

protonuna aittir. [47]. $\delta(\text{CH}_3)$ protonuna ait tekli pik 1.90 ppm'de ve aromatik halkaya ait $\delta(\text{Arom-H})$ protonlar ise multiplet olarak 7.68-6.82 ppm'de gözlenmiştir. İntegral oranları yapıdaki proton sayıları ile uyum halindedir. Ligandın $^1\text{H-NMR}$ spektrumunda oksim grubu $\delta(\text{N-OH})$ protonuna ait kimyasal kayma 11.00 ppm'de singlet olarak gözlenmiştir [38-43].

Schiff bazı ligandının CDCl_3 ve DMSO-d_6 karışımında alınan $^{13}\text{C-NMR}$ spektrum değerleri ligandın yapısı hakkında daha detaylı bilgi vermektedir. $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumlarında 163.69 ppm'de gözlenen rezonans azometin $\delta(\text{CH=N})$ grubu karbonuna aittir [48]. $\delta(\text{CH}_3)$ ve $\delta(\text{C=NOH})$ karbonlarına ait kimyasal kaymalar sırasıyla, 21.81 ve 164.58 ppm'de ortaya çıkmıştır [48,49].

Bütün kompleksler için çözünürlük testleri yapılmıştır. Kompleksler polaritesi fazla DMSO ve DMF 'de yüksek çözünürlüğe sahip iken, polaritesi zayıf Et_2O , Et_2AcO , MeOH , THF ve CHCl_3 'da kısmi çözünürlük göstermişlerdir. Kompleksler apolar organik çözücülerde (n-hekzan, benzen) ve H_2O 'da çözünmemektedir.

Komplekslerin elementel analiz sonuçları Schiff bazı ligandının Co^{+2} , Ni^{+2} , Cu^{+2} ve Zn^{+2} tuzları ile metal:ligand oranı 1:2 olacak şekilde ürünler oluşturduğunu göstermektedir.

Komplekslerinin KBr 'de alınan IR spektrumlarında dikkate değer en önemli değişiklikler Schiff bazı grubuna ait $\nu(\text{C=N})$ gerilme titreşiminde ve fenolik $\nu(\text{O-H})$ grubuna ait eğilme titreşiminde gözlenmiştir. Ligandda imin varlığını gösteren ve 1625 cm^{-1} 'de gözlenen karakteristik $\nu(\text{C=N})$ gerilme titreşimi, metal şelatların oluşumu sırasında $1615\text{-}1605\text{ cm}^{-1}$ düşük frekans bölgesine kaymıştır. Bu kayma azometin grubunun azot atomunun metal-azot (M-N) bağının oluşumunda yer aldığını göstermiştir [50] Yani azot atomu sahip olduğu ortaklanmamış elektronları metal iyonuna vererek metal ile koordinasyona girmiştir [51]. Ayrıca Ligandda fenolik $\nu(\text{O-H})$ gerilme titreşimi için karakteristik olan bu bandın kompleks yapılarda kaybolması fenolik $\nu(\text{O-H})$ 'ın protonunu atarak metal iyonu ile koordinasyona girdiğini göstermektedir [52]. Buna ilave olarak ligandda 1270 cm^{-1} 'de gözlenen ve fenolik $\nu(\text{C-O})$ gerilme titreşimi için karakteristik olan band, kompleks yapılarda zayıflayarak yada omuz şeklinde başka bir pik içine kayarak $20\text{-}40\text{ cm}^{-1}$ kadar yüksek frekans bölgesine kayma göstermiştir. Bu kayma kompleks oluşumu sırasında protonununu atmış fenolik oksijenin metal iyonları ile koordinasyona girdiğini desteklemektedir [53,54]. Kompleks bileşiklerin IR spektrumlarında oksim grubuna ait $\nu(\text{O-H})$, $\nu(\text{C=N})$ ve $\nu(\text{N-O})$ gerilme titreşimleri ile ilgili karakteristik maksimum absorpsiyonları ligandinkiyile hemen hemen aynı yerlerde gözlenmiştir [38-44].

Bu bandlar, oksim grubu N ve O'nin metal iyonları ile koordinatif bir bağ oluşturmadığının açık bir göstergesi olarak, herhangi bir kimyasal kaymaya maruz kalmamıştır. Bu sonuç oksimin azot ve oksijen atomlarının metal iyonlarının koordinasyonunda hiçbir rolünün olmadığını göstermektedir.

Çinko kompleksinin CDCl_3 ve DMSO-d_6 karışımında alınan $^1\text{H-NMR}$ spektrumuna bakıldığında, orto konumundaki $\delta(\text{-OH})$ 'a ait singletin kaybolduğu ve imin grubuna $\delta(\text{CH=N})$ ait singlet de ise azda olsa yüksek alana doğru bir kaymanın olduğu görülmektedir. Ligandda 9.39 ppm'de gözlenen bu singlet Zn(L)_2 kompleksinde 9.13 ppm'de 2 protonluk singlet olarak gözlenmiştir. Bunlar koordinasyon merkezlerinin azometin azotu ve fenol oksijeni üzerinden olduğunu göstermektedir [55,56]. $\delta(\text{Arom-H})$, $\delta(\text{CH}_3)$ ve $\delta(\text{N-OH})$ 'ye ait protonların kimyasal kayma değerleri hemen hemen ligandinkine benzer bölgelerde ortaya çıkmıştır.

Çinko kompleksinin CDCl_3 ve DMSO-d_6 karışımında alınan $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumunda azometin karbonu $\delta(\text{CH=N})$ 165.95 ppm'de gözlenmiştir. Bu karbon atomunun liganddan 2.26 ppm daha aşağı alanda çıkması, çinko atomunun azometin grubunun azot atomu ile şelat oluşturmasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca $\delta(\text{C-OH})$ karbonu ligandda 162.40 ppm'de gözlenirken çinko kompleksinde (165.63 ppm) daha aşağı alanda gözlenmiştir. Bu da kompleks oluşumu sırasında protonununu atmış fenolik oksijenin çinko iyonu ile koordinasyona girdiğini desteklemektedir [57,58]. Diğer gruplara ait karbonların kimyasal kayma değerleri ligandinkiyle hemen hemen aynı yerlerde gözlenmiştir.

Komplekslerin magnetik süsseptibilite ölçümlerinde; manyetik momentlerinin denel bulguları ile merkez iyonlar için önerilen eşleşmemiş elektron sayısına göre hesaplanan magnetik momentler karşılaştırılmış ve metal iyonlarının şelat halkası içerisinde geometrileri belirlenmiştir. Ölçülen magnetik süsseptibilite değerleri Co^{+2} , Ni^{+2} , Cu^{+2} komplekslerinin paramagnetik ve Zn^{+2} kompleksinin diamagnetik olduğunu göstermektedir. Co^{+2} kompleksi için ölçülen μ_{eff} değeri 4.15 B.M. olup 3 elektrona tekabül etmektedir. Bu değer bize d^7 konfigürasyonuna sahip olan Co^{+2} iyonunun tetrahedral geometride olduğunu göstermektedir [59]. Ni^{+2} kompleksi için ölçülen μ_{eff} değeri 2.91 B.M. olup 2 elektrona tekabül etmektedir. Bu değer beklenildiği gibi d^8 konfigürasyonuna sahip Ni^{+2} iyonunun tetrahedral geometride olduğunu göstermektedir [56]. Cu^{+2} kompleksi için ölçülen μ_{eff} değeri ise 1.83 B.M. olup 1 elektrona tekabül etmektedir. Bu değerden d^9 konfigürasyonuna sahip Cu^{+2} iyonunun karedüzlem mi yoksa tetrahedral mi geometride

olduğunu tespit etmek mümkün değildir. Ancak Cu^{+2} iyonunun dört koordinasyonlu olduğunu söyleyebiliriz [60,61]. Çalışmada sentezlenen Zn^{+2} kompleksi d^{10} konfigürasyonuna sahip ve diamagnetik olduğu için Zn^{+2} iyonu da tetrahedral geometridedir [58].

Komplekslerin termogramlarında 230°C 'ye kadar herhangi bir kütle kaybı olmaması, komplekslerde koordinasyon/kristal suyun olmadığını göstermektedir [62].

Sonuç olarak, bu çalışmada; orijinal bir ligand ve bu ligandın toplam 4 tane orijinal kompleksi elde edildi. Gerek ligandın, gerekse komplekslerin yapıları çok değişik teknikler kullanılarak karakterize edildi. Elde edilen tüm veriler önerilen yapıları doğrulamaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] **Kömürlü, F., Canpolat, E.ve Kaya, M.,** 2004. 1-[1,2-bis(hidroksiamino) etil]-4-metilpiperidin Ligandının Sentezi Karakterizasyonu ve Metal Komplekslerinin İncelenmesi. *F.Ü. Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **16**, 661-667.
- [2] **Tuna S.,** 2004. Sübtitüe İmin Bileşikleri ve Bunların Kobalt (II), Ni(II), Cu(II) ve Zn(II) Komplekslerinin Sentezi ve Karakterizasyonu, *Yüksek Lisans Tezi*, F.Ü. Fen Bilimler Enstitüsü, Elazığ.
- [3] **Manassen, J.,** 1970. Structure of Cobalt(II) Complexes with Quadridentate Schiff bases in Solution and the Solid State, *Inorg. Chem.*, **9**, 966-968.
- [4] **Li, C.H. and Chang, T.C.,** 1990. Studies on the Thermotropic Liquid-Crystalline Polymer 1. Synthesis and Properties of Polyamide-Azomethine-Ether, *J. Polymer Science Part A-Polymer Chem.*, **28**, 3625-3638.
- [5] **Gaber, M., Issa R.M., Aly, F.A. and Ayad, M.I.,** 1989. Studies of Ti(IV) and Zr(IV) Chelates with N₂O₂ Schiff-Bases of 2-Hydroxy-1-Naphthaldehyde with Aromatic Diamines, *Thermochim. Acta*, **155**, 309-316.
- [6] **Reddy, K.H. and Lingappa, Y.,** 1994. Synthesis and Characterization of Copper(II) Complexes of Physiologically Active Tridentate Schiff-Bases, *Indian J. Chem. Section A*, **33**, 919-923.
- [7] **Duman, H.,** 2007. **Kudukjaworska, J.,** 1994. New Platinum(II) Complexes with Schiff-Base Ligands, *Trans. Metal Chem.*, **19**, 296-298. 1,10-Fenantrolin Türevi Bir Schiff Bazı ve Geçiş Metal Komplekslerinin Sentezi Spektroskopik ve Termal Analizi, *Yüksek Lisans Tezi*, Y.T.Ü. Fen Bilimler Enstitüsü, İstanbul.
- [8] **Chen, D., Martell, A.E. and Sun, Y.Z.,** 1989. New Synthetic Cobalt Schiff-Base Complexes as Oxygen Carriers, *Inorg. Chem.*, **28**, 2647-2652.
- [9] **Al-Quadawi, S. and Salman, S.R.,** 2002. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange as a Model Compound, *J. Photoch. Photobio, A*, **148**, 161-168.
- [10] **Canpolat, E.,** 2003. İmin ve Oksim İçeren Ligandların Sentezi, Karakterizasyonu ve Bu Ligandların Bazı Metal Komplekslerinin İncelenmesi, *Doktora Tezi*, F.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- [11] **Akay, A.M.,** 1995. Bazı Schiff Bazlarının İyonlaşma Sabitlerinin Spektrofotometrik Metotla Tayini, *Doktora Tezi*, A.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

- [12] **Tuncel, M.**, 2001. Değişik Gruplar İçeren Azo Boyarmaddelerinin Potansiyometrik Titrasyon Metoduyla Asidik ve Bazik Özelliklerinin Belirlenmesi, *Doktora Tezi*, Ç.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- [13] **Şener, K.**, 1999. Bazı tridentat schiff bazları ve geçiş metal şelat komplekslerinin sentezi, karakterizasyonu ve antimikrobiyal özelliklerinin incelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, K.S.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş.
- [14] **Smith, P.A.S.**, 1965. The Chemistry of Open-Chain Organic Nitrogen Compounds, V., I W.A. Benjamin, Inc., New York.
- [15] **Garnovskii, A.D., Nivorozhkin, A.L. and Minkin, V.I.**, 1993. Ligant Environment and the Structure of Schiff Base Adducts and Tetracoordinated Metal-Chelates, *Coordination Chemistry Reviews*, **126**, 1-69.
- [16] **Işıklan, M.**, 1997. 2-Hidroksi-1-Naftaldehitin Primer Aminlerle Schiff Bazlarının Sentezi ve Bazı geçiş Metal Komplekslerinin Hazırlanması, *Yüksek Lisans Tezi*, K.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale.
- [17] **Saydam, S. and Yılmaz, E.**, 2000. Synthesis and Characterization of New Thiazole Schiff Base Complexes of Co(II), Cu(II) and Ni(II), *F.Ü. Fen ve Müh. Bilimleri Dergisi*, **2**, 193-199.
- [18] **Duman, H.**, 2007. 1,10-Fenantrolin Türevi Bir Schiff Bazı ve Geçiş Metal Komplekslerinin Sentezi Spektroskopik ve Termal Analizi, *Yüksek Lisans Tezi*, Y.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [19] **Bekaroğlu, Ö.**, 1972. Koordinasyon Kimyası, Kurtuluş Matbaası, İstanbul.
- [20] **Parr, J. and Slawin, A.M.Z.**, 2000. The Complexation of Nickel(II) and Palladium(II) by Heterotridentate Ligands with [PNO] Donor Sets, *Inorg. Chim. Acta*, **303**, 116-120.
- [21] **Chohan, Z.H.**, 2001. Synthesis, Characterization, and Biological Properties of Bivalent Transition Metal Complexes of Co(II), Cu(II), Ni(II), and Zn(II) with Some Acylhydrazine Derived Furanyl and Thienyl ONO and SNO Donor Schiff Base Ligands, *Synth. React. Inorg. Met.Org. Chem.*, **31**, 1-16.
- [22] **Kasumov, V.T., Taş, E., Yakar, Y., Koksall, F. and Köseoğlu, R.**, 2002. Spectroscopic Studies on Bis(3,5-Di-T-Butyl-1,2-Benzoquinone 1-Oximato)Copper(II) and its Mixed-Ligand Complexes. Copper(II)-Radical Ferromagnetic Coupling, *Zeitsch. Fur Naturfors. Sec. B-A J. Chem. Sci.*, **57**, 495-502.
- [23] **Emregül, K.C. and Atakol, O.**, 2003. Corrosion Inhibition of Mild Steel with Schiff Base Compounds in 1 M HCl, *Mater. Chem. and Physics*, **82**, 188-193.

- [24] **Gül, M., Kaya, İ.**, 2004. Synthesis, Characterization and Thermal Degradation of Oligo-2-[(4-Fluorophenyl)imino methylene] Phenol and Some of Its Oligomermetal Complexes, *European Polymer Journal*, **40**, 2025-2032.
- [25] **Boča, M., Izakovič, M., Kickelbick, G., Valko, M., Renz, F., Fuess, H. and Matuzsná, K.**, 2005. Structure of the Copper (II) Perchlorate Complex with Schiff Base Ligand Containing Pyridine N-oxide Fragments and Propylene Bridges: Solvatochromic Effect, *Polyhedron*, **24**, 1913-1921.
- [26] **Özbülbul, A., Mart, H., Tuncel, M. and Serin, S.**, 2006. A New Soluble Schiff Base Polymer with a Double Azomethine Group Synthesized by Oxidative Polycondensation, *Designed Monomers and Polymers*, **9**, 169-179.
- [27] **Golubev, N. S., Smirnov, S. N., Tolstoy, P. M., Sharif, S., Toney, M. D., Denisov, G. S. and Limbach, H. H.**, 2007. Observation by NMR of The Tautomerism of an Intramolecular OHOHN-Charge relay Chain in a Model Schiff Base, *Journal of Molecular Structure*, **844**, 319-327.
- [28] **Canpolat, E., Yazıcı A. and Kaya, M.**, 2007. Studies on Mononuclear Chelates Derived from Substituted Schiff-base Ligands (Part 10): Synthesis and Characterization of a New 4-Hydroxysalicyliden-p-aminoacetophenoneoxime and Its Complexes with Co(II) Ni(II), Cu(II) and Zn(II), *Journal of Coordination Chemistry*, **60**, 473-480.
- [29] **Osowole, A.A., Kolawole, G.A. and Fagade, O.E.**, 2008. Synthesis, Characterization and Biological Studies on Unsymmetrical Schiff Base Complexes of Nickel(II), Copper(II) and Zinc(II) and Adducts with 2,20-dipyridine and 1,10-phenanthroline, *Journal of Coordination Chemistry*, **61**, 1046-1055.
- [30] **Sönmez, M., Bayra, M.R. and Çeleb, M.**, 2009. Synthesis and Characterization of Heterocyclic Schiff Base and Its Complexes, *Journal of Coordination Chemistry*, **62**, 2728-2735.
- [31] **Metzler, C.M., Cahil, A. and Metzler, D.E.**, 1980. *J. Am. Chem. Soc.*, **102**, 6075-6082.
- [32] **Allan, J.R., Gardner, A.R., McCloy, B. and Smith, W.E.**, 1992. Structural and Thermal Studies of the Chlorocomplexes of Cobalt, Nickel and Copper with 2,6-Diaminopyridine and an Assessment of their Suitability as Antistatic Additives for Polyethylene, *Thermoch. Acta*, **208**, 125-131.
- [33] **Felicio, R.C., Silva. G.A., Ceridorio, L.F. and Dockal, E.R.**, 1999. Tetradentate Schiff base Copper(II) Complexes, *Synth. React. Inorg. Met. Org. Chem.*, **29**, 171-192.
- [34] **Nakamoto, K.**, 1986. Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds, 3rd Edn., John Wiley & Sons, pp 197-301, New York.

- [35] **Kolawole, G.A. and Patel, K.S.**, 1981. The Stereochemistry of Oxovanadium(IV) Complexes Derived from Salicylaldehyde and Polymethylenediamines, *J. Chem. Soc. Dalton*, **6**, 1241-1245.
- [36] **Amer, S.A., Gaber, M. and Issa, R.M.**, 1988. Synthesis and Properties of the Binuclear Vanadium(III) and Oxovanadium(IV) Chelates with Tetradentate Schiff Bases, *Polyhedron*, **7**, 2635-2640.
- [37] **Brown, J.F.**, 1955. The Infrared Spectra of Nitro and Other Oxidized Nitrogen Compounds, *J. Am. Chem. Soc.*, **77**, 6341-6351.
- [38] **Canpolat, E. and Kaya, M.**, 2005. Studies on Mononuclear Chelates Derived from Substituted Schiff Bases Ligands: Synthesis and Characterization of a New 5-Methoxysalicyliden-*p*-aminoacetophenoneoxime and Its Complexes with Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II), *Russian Journal of Coordination Chemistry*, **31**, 790-794.
- [39] **Canpolat, E., and Kaya, M.**, 2005. Studies on Mononuclear Chelates Derived from Substituted Schiff Bases Ligands (Part 4): Synthesis and Characterization of a New 5-Hydroxysalicyliden-*p*-aminoacetophenoneoxime and Its Complexes with Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II), *Turkish Journal of Chemistry*, **29**, 409-415.
- [40] **Canpolat, E., and Kaya, M.**, 2005. Studies on Mononuclear Chelates Derived from Substituted Schiff Bases Ligands (Part 7): Synthesis and Characterization of a New Naphthyliden-*p*-aminoacetophenoneoxime and Its Complexes with Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II), *Journal of Coordination Chemistry*, **58**, 1063-1069.
- [41] **Güngör, O., Canpolat, E. and Kaya, M.**, 2003. A New Substituted Bis(*vic*-Dioxime) of its Mono and Dinuclear Complexes, *Polish J. Chem.*, **77**, 403-410.
- [42] **Canpolat, E. and Kaya, M.**, 2002. Synthesis and Characterization of Ni(II), Cu(II), Zn(II) and Cd(II) Complexes of a New *vic*-Dioxime Ligand, *J. Coord. Chem.*, **55**, 1419-1426.
- [43] **Canpolat, E. and Kaya, M.**, 2005. Studies on Mononuclear Chelates Derived from Substituted Schiff Bases Ligands (Part 3): Synthesis and Characterization of a New 5-Nitrosalicyliden-*p*-aminoacetophenoneoxime and Its Complexes with Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II), *Russian Journal of Coordination Chemistry*, **31**, 415-419.
- [44] **Canpolat, E.**, 2005. Studies on Mononuclear Chelates Derived from Substituted Schiff Bases Ligands (Part 8): Synthesis and Characterization of a New 5-Chlorosalicyliden-*p*-aminoacetophenoneoxime and Its Complexes with Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II), *Polish Journal of Chemistry*, **79**, 619-625.

- [45] **Biradar, N.S. and Kulkarni, V. H.**, 1971. A Spectroscopic Study of Tin(IV) Complexes with Bidentate Schiff Bases, *J. Inorg. Nucl. Chem.*, **33**, 2451-2457.
- [46] **Nelson, S.M., Knox, C.V., McCann M. and Drew, M.G.B.**, 1981. Metal-Ion-Controlled Transamination in the Synthesis of Macrocyclic Schiff-Base Ligands .1. Reactions of 2,6-Diacetylpyridine and Dicarboxyl-Compounds with 3,6-Dioxaoctane-1,8-Diamine, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, **8**, 1669-1677.
- [47] **Emara, A.A.A.**, 1999. Novel Asymmetric Tetradentate Schiff Base Ligands Derived from 6-Methyl-3-Formyl-4-Hydroxy-2-(1H)-Quinolone and their Metal Complexes, *Synth. React. Inorg. Met. Org. Chem.*, **29**, 87-103.
- [48] **Levy, G.C. and Nelson G.L.**, 1972. Carbon-13 Nuclear Magnetic Resonance for Organic Chemists, Wiley-Interscience, New York.
- [49] **Kirschenbaum, L.J., Panda, R.K. Borish, E.T. and Mentasti, E.**, 1989. *Inorg. Chem.*, **28**, 3623-3628.
- [50] **Lindoy, L.F., Moody, W.E. and Taylor, D.**, 1962. Mass Spectral and Nuclear Magnetic Resonance (Proton and Carbon-13) Study of Metal Complexes of Quadridentate Ligands Derived from 1,2-Diaminoethane and Substituted Beta.-Diketones; X-Ray Structure of N,N'-Ethylenebis(5,5-Dimethyl-4-Oxohexan-2-Iminato) Nickel(II), *Inorg. Chem.*, **16**, 1962-1968.
- [51] **Ayad, M.I., Salam, S.A. and Mabrouk, H.E.**, 1991. Characterization and Thermal-Behavior of Cu(II) Chelates of Schiff-Bases Derived from Aminopyridines, *Thermochim. Acta*, **189**, 65-73.
- [52] **Hundekar, A.M. and Sen, D.N.**, 1984. Preparation and Characterization of Metal-Complexes of N-Acetyl-N-Aroylferrocenyl Hydrazides, *Indian J. Chem. A.*, **23**, 477-479.
- [53] **Saxena, A. and Tandon, J.P.**, 1984. Structural Features of Some Organotin(IV) Complexes of Semi-Semicarbazone and Thio-Semicarbazones, *Polyhedron*, **3**, 681-688.
- [54] **Soliman, A.A. and Linert, W.**, 1999. Preparation, Characterization and Thermal Study of New Cerium(IV) Complexes with the Salicylidene-2-Aminothiophenol Schiff Base, *Synth. React. Inorg. Met. Org. Chem.*, **29**, 1133-1151.
- [55] **Huang, Y.H., Shen, H.Y. and Long, S.**, 2002. Synthesis, Characterization, and Biological Activities of Schiff Base Complexes Derived from Methyl-Substituted Salicylaldehyde and D-Glucosamine, ML_2 ($M = Cu(II), Zn(II), Fe(II), Co(II), Ni(II)$; $L = 3-$ or 4 -Methylsalicylaldehyde D-Glucoseimine), *Synth. React. Inorg. Met. Org. Chem.*, **32**, 1611-1624.

- [56] **Maurya, R.C., Patel, P. and Rajput, S.**, 2003. Synthesis and Characterization of N-(o-Vanillinidene)-p-Anisidine and N,N'-Bis(o-Vanillinidene) Ethylenediamine and their Metal Complexes, *Synth. React. Inorg. Met. Org. Chem.*, **33**, 817-836.
- [57] **Lindoy, L.F., Lip, H.C., Rea, J.H., Smith, R.J., Henrick, K., Mcpartlin, M. and Tasker, P.A.**, 1980. Metal-Ion Recognition-Interaction of O₂N₂-Donor Macrocycles with Cobalt(II), Zinc(II), and Cadmium(II) and Structure of the Zinc Complex of one Such 15-Membered Macrocycle, *Inorg. Chem.*, **19**, 3360-3365.
- [58] **Çelik, C., Tümer, M and Serin, S.**, 2002. Complexes of Tetradentate Schiff Base Ligands with Divalent Transition Metals, *Synth. React. Inorg. Met. Org. Chem.*, **32**, 1839-1854.
- [59] **West, B.**, 1952. Studies on Bond Type in Certain Cobalt Complexes 2. Constitution of Cobalt Complexes with Salicylaldehyde Anils, *J. Chem. Soc.*, 3123-3129.
- [60] **Aboaly, M.M. and Khalil, M.M.H.**, 2001. Synthesis and Spectroscopic Study of Cu(II), Ni(II), and Co(II) Complexes of the Ligand Salicylidene-2-Amino Thiophenol, *Spectros. Lett.*, **34**, 495-504.
- [61] **Canpolat, E., Kaya, M. and Öztürk, Ö. F.**, 2007. Studies on Mononuclear Chelates Derived from Substituted Schiff-base Ligands (part 6): Synthesis and Characterization of a New 3-Ethoxysalicyliden-p-aminoacetophenoneoxime and Its Complexes with Co(II) Ni(II), Cu(II) and Zn(II), *Journal of Coordination Chemistry*, **60**, 2621-2627.
- [62] **Li, S.L., Liu, D.X., Zhang, S.Q., Wang, H. and Yang, Z.H.**, 1996. Determination of Mechanism Functions and Kinetic Parameters of Thermodecomposition of Complexes with the Schiff Base Derived from 3-Methoxysalicylaldehyde and Diamine with Non-Isenthal TG and DTG Curves, *Thermochim. Acta*, **275**, 215-224.

ÖZGEÇMİŞ

Doğum tarihi : 20.07.1974

Doğumyeri : Elazığ

İlkokul : Elazığ Namık Kemal

Ortaokul : Elazığ Mezre

Lise : Elazığ Mehmet Akif
Ersoy

Lisans : 1991- Fırat Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü
1995

Yüksek Lisans : 1995- Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı,
Anorganik Kimya Programı

Ayşe AĞLAMİŞ