

T.C.
TRAKYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**KAFEİNİN BAZI GEÇİŞ METALLERİ İLE ÇOKLU SİSTEMDE
KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ VE YAPILARININ AYDINLATILMASI**

EMRE ORDU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KİMYA ANABİLİM DALI

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Özlen ALTUN

EDİRNE-2023

EMRE ORDU'nun hazırladığı '**KAFEİNİN BAZI GEÇİŞ METALLERİ İLE ÇOKLU SİSTEMDE KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ VE YAPILARININ AYDINLATILMASI**' başlıklı bu tez, tarafımızca okunmuş, kapsam ve niteliği açısından Kimya Anabilim Dalında bir **Yüksek lisans/ Doktora tezi** olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Doç. Dr. Aylin FIRINCI YILDIZ

.....

Doç. Dr. Gühergöl ULUÇAM

.....

Prof. Dr. Özlen ALTUN

.....

Tez Savunma Tarihi: 20/06/2023

Bu tezin Yüksek Lisans/Doktora tezi olarak gerekli şartları sağladığını onaylarım.

İmza

Prof. Dr. Özlen ALTUN

Tez Danışmanı

.....

Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü onayı

.....

Prof. Dr. Hüseyin Rıza Ferhat KARABULUT

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

T.Ü. FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA YÜKSEK LİSANS PROGRAMI
DOĞRULUK BEYANI

Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada, tüm verilerin bilimsel ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini, kullanılan verilerde tahrifat yapılmadığını, tezin akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını, kullanılan tüm literatür bilgilerinin bilimsel normlara uygun bir şekilde kaynak gösterilerek ilgili tezde yer aldığını ve bu tezin tamamı ya da herhangi bir bölümünün daha önceden Trakya Üniversitesi ya da farklı bir üniversitede tez çalışması olarak sunulmadığını beyan ederim.

20/06/2023

EMRE ORDU

Yüksek Lisans Tezi

KAFEİNİN BAZI GEÇİŞ METALLERİ İLE ÇOKLU SİSTEMDE KOMPLEKSLERİNİN SENTEZİ VE YAPILARININ AYDINLATILMASI

T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı

ÖZET

Sunulan tez çalışmasında Co(II), Ni(II), Cu(II), Pd(II) ve Pt(II) geçiş metallerinin sulu çözeltilerinde; kafein, potasyum tiyosiyanat, 8-hidroksi kinolin, etilendiamin, nikotinamid, adenin, teofilin, m-nitro anilin, p-brom fenol, p-Br-2,6-bis(hidroksimetil)fenol ve schiff bazılarını içeren çoklu ligand karışımlarını ile kompleksler sentezlendi. Schiff bazları; L-asparagin, L-fenil alanin ve L-glutamin amino asitleri ile furfuraldehit ve 2-hidroksi-1-naftaldehit reaksiyonlarından elde edildi. Sentez metodu olarak reflux (geri destilasyon) yöntemi seçildi. Sentezlenen kompleks bileşiklerin hazırlanması ve yapılarının aydınlatılması için fiziko-kimyasal analiz (Elementel analiz, magnetik moment ve iletkenlik ölçümleri, erime noktası tayini), spektroskopik analiz (UV/Visible, FTIR, LC-MS, SEM, EDX ve XRD-Powder) ve termal analiz (TG/DTA) yöntemlerinden yararlanıldı. Sentezlenen komplekslerin yapısal karakterizasyonundan sonra biyolojik uygulanabilirlik bakımından antimikrobiyal aktiviteleri incelendi.

Yıl : 2023

Sayfa Sayısı : 156

Anahtar Kelimeler : Geçiş Metalleri, Kompleks Bileşik, Ligand, Sentez.

Master's Thesis

THE SYNTHESIS OF THE COMPLEXES OF CAFFEINE WITH THE SOME
TRANS METALS IN MULTIPLE SYSTEM AND ELUCIDATION OF THE
STRUCTURES

Trakya University Institute of Natural Sciences

Department of Chemistry

ABSTRACT

In the presented thesis study, in aqueous solutions of transition metals Co(II), Ni(II), Cu(II), Pd(II) and Pt(II); complexes with multiple ligand mixtures including caffeine, potassium thiocyanate, 8-hydroxy quinoline, ethylenediamine, nicotinamide, adenine, theophylline, m-nitro aniline, p-bromophenol, p-Br-2,6-bis(hydroxymethyl)phenol and schiff bases synthesized. Schiff bases; L-asparagine was obtained from the reactions of L-phenylalanine and L-glutamine amino acids with furfuraldehyde and 2-hydroxy-1-naphthaldehyde. Reflux (back distillation) method was chosen as the synthesis method. For the preparation of synthesized complex compounds and elucidation of their structures physico-chemical analysis (Elemental analysis, magnetic moment and conductivity measurements, melting point determination), spectroscopic analysis (UV/Visible, FTIR, LC-MS, SEM, EDX and XRD-Powder) and thermal analysis (TG/DTA) methods were used. After the structural characterization of the synthesized complexes, their antimicrobial activities were investigated in terms of biological applicability.

Year : 2023

Number of pages : 156

Keywords : Transition Metals, Complex Compound, Ligand, Synthesis.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim süresince bana her daim yardımı ve desteğini esirgemeyen, bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım değerli danışman hocam sayın Prof. Dr. Özlen ALTUN'a sevgi, saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca bu süre içerisinde, bilgi ve yardımlarını esirgemeyen Trakya Üniversitesi; Fen Fakültesi; Kimya Bölümü hocalarıma, Laborant Nevin KÜTÜK'e, analiz sonuçlarında bana yardımcı olan TÜTAGEM çalışanlarına teşekkürü bir borç bilirim.

Yüksek lisans eğitimine başlamamda en büyük katkı sahibi olan, her türlü desteği esirgemeyen ve her zaman yanımda olan aileme gösterdikleri sabır ve anlayış için sonsuz teşekkür ederim.

TÜBAP/2021-25 nolu 'Kafeinin bazı geçiş metalleri ile çoklu sistemde komplekslerinin sentezi ve yapılarının aydınlatılması' adlı yüksek lisans projemi destekleyen Trakya üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri birimine teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

BÖLÜM 1 : GİRİŞ	1
BÖLÜM 2 : GENEL BİLGİLER	2
2.1. Koordinasyon Bileşiklerinin Tarihçesi	2
2.2. Bileşiklerin Geometrisi	3
2.2.1. SM Jorgensen zincir kuramı	3
2.2.2. Alfred Werner Teorisi	4
2.3. Ligandların Sınıflandırılması	4
2.3.1. Metalin elektron yapılarına göre ligandlar	4
2.3.2. Donör atoma göre ligandlar	5
2.3.3. Metal-ligand bağlanmasına göre ligandlar	5
2.4. Schiff Bazları	7
2.5. Schiff Bazlarının Sentezi	7
2.6. Schiff Bazların Kompleks Bileşikleri	8
2.7. Renk Merkezi	8
2.8. Renkli Kompleks Oluşumu	8
2.9. Çalışmada Kullanılan Maddeler	10
2.9.1. Kafein (CA)	10
2.9.2. Kafeinin metal kompleksleri	10
2.9.3. 8-Hidroksikinolin (8-HQ)	12
2.9.4. p-Bromfenol (p-BrPOH)	13

2.9.5. Etilendiamin (en)	13
2.9.6. Nikotinamid (NA)	13
2.9.7. Adenin (AD)	14
2.9.8. Teofilin (TP)	14
2.9.9. m-Nitroanilin (m-AN)	15
2.9.10. p-Brom-2,6-bis(hidroksimetil)fenol (BBHMP)	16
2.9.11. L-Asparagin	16
2.9.12. L- Fenil Alanin	17
2.9.13. L-Glutamin	17
BÖLÜM 3: MATERYAL VE METOD	18
3.1. Çalışmalarda Kullanılan Kimyasallar	18
3.2. Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar	19
3.3. Çalışmalarda Kullanılan Metodlar	20
3.3.1. Sentez metodları	20
3.3.2. Antimikrobiyal aktivite tayini	20
BÖLÜM 4: DENEYLER	22
4.1. Kompleks Bileşiklerin Eldesi	22
4.1.1. Kafeinin 8-hidroksikinolin varlığında Kobalt(II), Nikel(II), Palladyum(II) ve Platin(II) kompleks bileşiklerinin eldesi	22
4.1.2. Kafeinin p-bromfenol varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi	23
4.1.3. Kafeinin etilendiamin ve KSCN varlığında nano Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi	24
4.1.4. Kafeinin nikotinamid ve KSCN varlığında nano Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi	25

4.1.5. Kafeinin adenin ve KSCN varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi	26
4.1.6. Kafeinin teofilin ve KSCN varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi	26
4.1.7. Kafeinin m-nitroanilin ve KSCN varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi	27
4.1.8. Kafeinin m-nitroanilin varlığında Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi	29
4.1.9. BBHMP eldesi	29
4.1.10. Kafeinin BBHMP varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi	30
4.1.11. Furfuraldehit varlığında aminoasitlerin Schiff bazlarının eldesi	31
4.1.12. 2-hidroksi-1-naftaldehit varlığında aminoasitlerin Schiff bazlarının eldesi	32
4.1.13. Kafeinin imin 1 varlığında Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi	33
4.1.14. Kafeinin imin 2 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi	34
4.1.15. Kafeinin imin 3 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi	35
4.1.16. Kafeinin imin 4 varlığında Kobalt(II), Nikel(II), Bakır(II) ve Palladyum(II) Kompleks bileşiklerinin eldesi	36
4.1.17. Kafeinin imin 5 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi	37
4.1.18. Kafeinin imin 6 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi	38
BÖLÜM 5: SONUÇLAR VE TARTIŞMA	40
5.1. Elde Edilen Komplekslerin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi	40
5.2. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin LC-MS Grafiklerinin Değerlendirilmesi	41
5.3. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin UV-Visible Grafiklerinin Değerlendirilmesi	50

5.4. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin FT-IR Grafiklerinin Değerlendirilmesi	55
5.5. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin XRD-POWDER Grafiklerinin Analizi	60
5.6. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin EDX Analizi	66
5.7. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin SEM Analizi	66
5.8. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin TG-DTA Analizii	66
5.9. Antimikrobiyal Aktivite Tayini Sonuçları	69
5.10. Tartışma	70
KAYNAKLAR	74
EK 1. UV-Vis. SPEKTRUMLARI	82
EK 2. FT-IR SPEKTRUMLARI	89
EK 3. XRD-POWDER GRAFİKLERİ	99
EK 4. EDX GÖRÜNTÜ VE GRAFİKLERİ	106
EK 5. SEM GÖRÜNTÜLERİ	118
EK 6. TG-DTA GRAFİKLERİ	124
EK 7. ANTİMİKROBİYAL ANALİZ GRAFİKLERİ	131
ÖZGEÇMİŞ	136

SİMGELER DİZİNİ

CA	: Kafein
KSCN	: Potasyum tiyosiyanat
8-HQ	: 8-Hidroksikinolin
p-BrPOH	: p-Bromfenol
en	: Etilendiamin
NA	: Nikotinamid
AD	: Adenin
TP	: Teofilin
m-NA	: m-Nitroanilin
BBHMP	: p-Brom-2,6-bis(hidroksimetil)fenol
MIC	: Minimal inhibitör konsantrasyon değerleri
CLSI	: Clinical and Laboratory Standards Institute (Klinik ve Laboratuvar Standartları Enstitüsü)
TSB	: Tryptic Soy Broth
EN	: Erime Noktası
°C	: Santigrat derece
m/z	: Kütle/Yük
g	: Gram
mg	: Miligram
mmol	: Milimol

ml	: Mililitre
cm	: Santimetre
M	: Molarite
δ	: Kimyasal Kayma
A	: Absorbans
Ppm	: Milyonda bir
DMSO	: Dimetil sülfoksit



ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Bazı şelat kompleksi örnekleri.	3
Şekil 2.2. σ bağı içeren ligandlar $L \rightarrow M$ (σ bağı).	5
Şekil 2.3. π verici ligandlar $L \rightarrow M$ (σ bağı), $L \rightarrow M$ (π bağı).	5
Şekil 2.4. π alıcı ligandlar, $L \rightarrow M$ (σ bağı), $M \rightarrow L$ (π bağı) (Geri bağlanma).	6
Şekil 2.5. Düşük enerjili π^* orbitalleri olan ligandlar.	6
Şekil 2.6. Schiff bazları sentezi.	7
Şekil 2.7. Renk çemberi.	9
Şekil 2.8. Kafein ($C_8H_{10}N_4O_2$).	10
Şekil 2.9. Kafeinin Pd(II) kompleksi.	11
Şekil 2.10. Kafeinin Co(II) kompleksi.	11
Şekil 2.11. Kafeinin Pt(II) kompleksi.	12
Şekil 2.12. 8-Hidroksikinolin (C_9H_7NO).	12
Şekil 2.13. p-Bromfenol (C_6H_5BrO).	13
Şekil 2.14. Etilendiamin ($C_2H_8N_2$).	13
Şekil 2.15. Nikotinamid ($C_6H_5NO_2$).	14
Şekil 2.16. Adenin ($C_5H_5N_5$).	14
Şekil 2.17. Teofilin ($C_7H_8N_4O_2$).	15
Şekil 2.18. m-Nitroanilin ($C_6H_6N_2O_2$).	15
Şekil 2.19. BBHMP ($BrC_8H_9O_3$).	16
Şekil 2.20. L-Asparagin ($C_4H_8N_2O_3$).	16

Şekil 2.21. L- Fenil Alanin ($C_9H_{11}NO_2$).	17
Şekil 2.22. L-Glutamin ($C_5H_{10}N_2O_3$).	17
Şekil 4.1. Kafeinin 8-hidroksikinolin varlığında Kobalt(II) ve Nikel(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.	22
Şekil 4.2. Kafeinin 8-hidroksikinolin varlığında Palladyumd(II) kompleks bileşiğinin eldesi.	23
Şekil 4.3. Kafeinin 8-hidroksikinolin varlığında Platin(II) kompleks bileşiğinin eldesi.	23
Şekil 4.4. Kafeinin p-bromfenol varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.	24
Şekil 4.5. Kafeinin etilendiamin ve KSCN varlığında nano Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi.	25
Şekil 4.6. Kafeinin nikotinamid ve KSCN varlığında nano Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi.	25
Şekil 4.7. Kafeinin adenin ve KSCN varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.	26
Şekil 4.8. Kafeinin teofilin ve KSCN varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.	27
Şekil 4.9. Kafeinin m-nitroanilin ve KSCN varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.	28
Şekil 4.10. Kafeinin m-nitroanilin ve KSCN varlığında nano Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi.	28
Şeki 4.11. Kafeinin m-nitroanilin varlığında Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi.	29
Şekil 4.12. Sodyum p-brom-2,6-bis(hidroksimetil)fenolün eldesi.	30
Şekil 4.13. BBHMP (L^1) eldesi.	30
Şekil 4.14. Kafeinin BBHMP varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) Kompleks bileşiklerinin eldesi.	30
Şekil 4.15. Furfuraldehit varlığında aminoasitlerin Schiff bazlarının eldesi.	31

Şekil 4.16. 2-hidroksi-1-naftaldehit varlığında aminoasitlerin Schiff bazlarının eldesi.	32
Şekil 4.17. Kafeinin imin 1 varlığında Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi.	34
Şekil 4.18. Kafeinin imin 2 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.	34
Şekil 4.19. Kafeinin imin 3 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi.	35
Şekil 4.20. Kafeinin imin 4 varlığında Kobalt(II), Nikel(II), Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.	36
Şekil 4.21. Kafeinin imin 4 varlığında Palladyum(II) kompleks bileşiğinin eldesi.	37
Şekil 4.22. Kafeinin imin 5 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.	37
Şekil 4.23. Kafeinin imin 6 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.	38
Şekil 5.1. I no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	41
Şekil 5.2. II no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	42
Şekil 5.3. III no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	42
Şekil 5.4. IV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	42
Şekil 5.5. V no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	42
Şekil 5.6. VI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	42
Şekil 5.7. VII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	43
Şekil 5.8. VIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	43
Şekil 5.9. IX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	43
Şekil 5.10. X no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	43
Şekil 5.11. XI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	44
Şekil 5.12. XII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	44

Şekil 5.13. XIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	44
Şekil 5.14. XIV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	44
Şekil 5.15. XV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	44
Şekil 5.16. XVI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	45
Şekil 5.17. XVII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	45
Şekil 5.18. XVIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	45
Şekil 5.19. XIX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	45
Şekil 5.20. XX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	45
Şekil 5.21. XXI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	46
Şekil 5.22. XXII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	46
Şekil 5.23. XXIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	46
Şekil 5.24. XXIV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	46
Şekil 5.25. XXV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	46
Şekil 5.26. XXVI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	47
Şekil 5.27. XXVII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	47
Şekil 5.28. XXVIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	47
Şekil 5.29. XXIX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	47
Şekil 5.30. XXX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	47
Şekil 5.31. XXXI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	48
Şekil 5.32. XXXII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	48
Şekil 5.33. XXXIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	48
Şekil 5.34. XXXIV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	48
Şekil 5.35. XXXV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	49
Şekil 5.36. XXXVI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	49
Şekil 5.37. XXXVII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	49

Şekil 5.38. XXXVIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	49
Şekil 5.39. XXXIX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	49
Şekil 5.40. XXXX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.	50



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Frekanslara göre soğurulan ve gözlenen renkler.	9
Çizelge 5.1. I, II, III ve IV numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.	50
Çizelge 5.2. V, VI ve VII numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.	51
Çizelge 5.3. VIII numaralı kompleksin UV-Visible değerleri.	51
Çizelge 5.4. IX numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.	51
Çizelge 5.5. X, XI ve XII numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.	51
Çizelge 5.6. XIII, XIV ve XV numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.	52
Çizelge 5.7. XVI, XVII, XVIII, XIX ve XX numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.	52
Çizelge 5.8. XXI, XXII ve XXIII numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.	52
Çizelge 5.9. XXIV numaralı kompleksin UV-Visible değerleri.	53
Çizelge 5.10. XV, XXVI ve XXVII numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.	53
Çizelge 5.11. XXVIII, XXIX ve XXX numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.	53
Çizelge 5.12. XXXI, XXXII, XXXIII ve XXXIV numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.	54
Çizelge 5.13. XXXV, XXXVI ve XXXVII numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.	54
Çizelge 5.14. XXXVIII, XXXIX ve XXXX numaralı komplekslerin UV-Vis. değerleri.	54
Çizelge 5.15. I, II, III ve IV numaralı komplekslerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	55
Çizelge 5.16. V, VI ve VII numaralı komplekslerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	55

Çizelge 5.17. VIII numaralı kompleksin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	56
Çizelge 5.18. IX numaralı kompleksin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	56
Çizelge 5.19. X, XI ve XII numaralı komplekslerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	56
Çizelge 5.20. XIII, XIV ve XV numaralı kompleksin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	56
Çizelge 5.21. XVI, XVII, XVIII, XIX ve XX numaralı kompleksin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	57
Çizelge 5.22. XXI, XXII ve XXIII numaralı komplekslerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	57
Çizelge 5.23. XXIV numaralı kompleksin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	57
Çizelge 5.24. XXV, XXVI ve XXVII numaralı komplekslerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	57
Çizelge 5.25. XXVIII, XXIX ve XXX numaralı komplekslerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	58
Çizelge 5.26. XXXI, XXXII, XXXIII ve XXXIV numaralı komplekslerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	58
Çizelge 5.27. XXXV, XXXVI ve XXXVII numaralı komplekslerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	58
Çizelge 5.28. XXXVIII, XXXIX, XXXX numaralı komp.lerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.	59
Çizelge 5.29. I, II, III ve IV numaralı komplekslerin XRD değerleri.	61
Çizelge 5.30. V, VI ve VII numaralı komplekslerin XRD değerleri.	61
Çizelge 5.31. VIII numaralı komplekslerin XRD değerleri.	61
Çizelge 5.32. IX numaralı komplekslerin XRD değerleri.	61
Çizelge 5.33. X, XI ve XII numaralı komplekslerin XRD değerleri.	62
Çizelge 5.34. XIII, XIV ve XV numaralı komplekslerin XRD değerleri.	62
Çizelge 5.35. XVI, XVII, XVIII, XIX ve XX numaralı komplekslerin XRD değerleri.	62
Çizelge 5.36. XXI, XXII ve XXIII numaralı komplekslerin XRD değerleri.	63
Çizelge 5.37. XXIV numaralı komplekslerin XRD değerleri.	63

Çizelge 5.38. XXV, XXVI ve XXVII numaralı komplekslerin XRD değerleri.	63
Çizelge 5.39. XXVIII, XXIX ve XXX numaralı komplekslerin XRD değerleri.	63
Çizelge 5.40. XXXI, XXXII, XXXIII ve XXXIV numaralı komplekslerin XRD değerleri.	64
Çizelge 5.41. XXXV, XXXVI ve XXXVII numaralı komplekslerin XRD değerleri.	64
Çizelge 5.42. XXXVIII, XXXIX ve XXXX numaralı komplekslerin XRD değerleri.	64
Çizelge 5.43. Elde edilen komplekslerin TG-DTA değerleri.	67
Çizelge 5.44. Elde edilen komplekslerin TG-DTA değerleri.	68
Çizelge 5.45. Elde edilen komplekslerin TG-DTA değerleri.	69

BÖLÜM 1

GİRİŞ

Kafein, bir metilksantin alkaloidi ve beyaz kristal bir pürindir. Kafein, RNA'da ve DNA'da bulunan guanin ve adenin bazları ile kimyasal olarak ilişkilidir ve dünyada genel olarak kullanılan etkili ilaçlardan biridir. Parkinson hastalığı gibi hastalıklara ve bazı kanser türlerine karşı hafif bir koruyucu etkisi olduğu bilinmektedir. Birçok çalışmada, altın bazlı kafein bileşiklerinin sentezleri ve biyolojik özellikleri açısından araştırıldığı bildirilmiştir. Metal ve kafein içeren ligand karışımlarının reaksiyonları konusunda daha önce araştırılmamış reaksiyonlar, sentezlenmesi muhtemel kompleks bileşikler bulunmaktadır ve bu alan önemli bir araştırma alanını oluşturmaktadır.

Bu bilgilerden yola çıkılarak bu tez çalışmasının amacı; periyodik cetvelin geçiş metallerinden olan Co(II), Ni(II), Cu(II), Pt(II) ve Pd(II) metallerinin, kafein içeren ligand karışımları ile oluşan komplekslerinin sentezlenmesi ve sentezlenen komplekslerin yapılarının aydınlatılması olarak belirlenmiştir.

Sentezlerde ligand kaynağı olarak, kafein, potasyum tiyosiyanat, 8-hidroksi kinolin, etilendiamin, nikotinamid, adenin, teofilin, p-Br-2,6-bis(hidroksimetil)fenol, m-nitro anilin, p-brom fenol ligandlarının yanı sıra L-asparagin, L-fenil alanin ve L-glutamin amino asitlerinin furfuraldehitte ve 2-hidroksi-1-naftaldehitte oluşturdukları schiff bazları ligand olarak kullanılmıştır. Çalışmada sentezlenen komplekslerin analizi için fiziksel analiz yöntemleri (erime noktası, manyetik moment, iletkenlik), spektral analiz yöntemleri (ESI-MS, FTIR, UV-VIS, XRD-Powder) ve termal analiz (TG/DTA) yöntemleri ile aydınlatılmaya çalışılmıştır. Daha sonra komplekslerin biyolojik açıdan en uygun olanları seçilmiş ve antimikrobiyal aktiviteleri incelenmiştir.

BÖLÜM 2

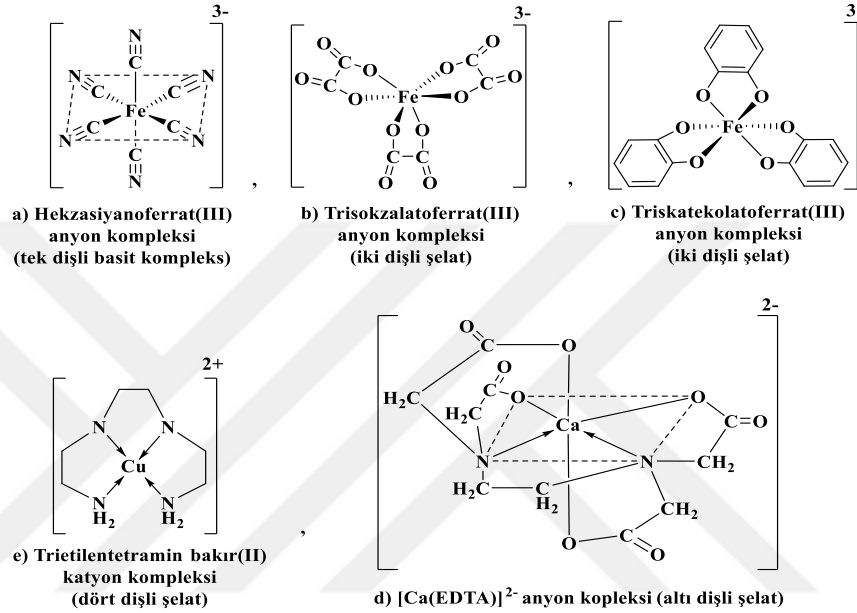
GENEL BİLGİLER

2.1. Koordinasyon Bileşiklerinin Tarihçesi

Bilinen en eski koordinasyon bileşiklerinden biri olan alizarin boyası (1,2-dihidroksi-9,10-antrakinon), parlak kırmızı renkli organik bir pigmentin kumaşlara mordanlama amacıyla kalsiyum ve alüminyum metalleri ile oluşturduğu şelat kompleksidir (Bekaroğlu, 1972). Tamamen inorganik bir koordinasyon bileşiğinin bilimsel olarak kaydedilen ilk örneği, Alman kimyager Andreas Libavius (1555-1616) tarafından 1597 yılında amonyum klorür (NH_4Cl) içeren kireçli suyun pirinç alaşımıyla temas etmesi sonucu oluşan tetraaminobakır(II) ($[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$) katyon kompleksiden kaynaklanan mavi rengi tanımlamasıdır. Koordinasyon bileşiğinin başka bir örneği de 18. yüzyılın başından itibaren resim pigmenti olarak kullanılan, $\text{KFe}^{3+}[\text{Fe}^{2+}(\text{CN})_6]$ formülüne sahip Prusya mavisidir (Dölen, 1991).

Koordinasyon bileşikleri, bir metal atomu veya metal iyonunun belli bir geometrik düzende bir veya daha fazla ligand ile sarılması sonucu oluşan bileşiklerdir. Koordinasyon bileşiği genelde elektron çiftinin tek bir atomdan verilmesiyle oluşur ve adı '**koordine kovalent bağ**' tanımından gelmektedir (Black ve Hartshorn 1973). Koordinasyon bileşikleri için '**kompleks bileşik**' adı da kullanılır. Koordinasyon bileşiği bir yüke sahipse '**kompleks iyon**' adını alır. Ligand terimi latince bağlamak anlamına gelen '**ligare**' kelimesinden türetilmiştir. Genellikle koordine kovalent bağ oluşturan atomlarda bu bağ, elektron veren ligand atomundan merkez metal atomuna doğru çizilen bir ok ile gösterilir. Aynı zamanda Lewis asit-baz katılma bileşikler olan

koordinasyon bileşikleri veya kopleks bileşikler genel olarak $[M^{+m}L^{-n}]^{m-n}$ formülü ile gösterilir. Merkez atomuna elektron veren ligandların kendi aralarında bağ veya bağlar bulunuyorsa oluşan halkalı kompleks bileşiklere ‘şelat kompleksi’ adı verilir. Şelat komplekslerde bir ligandın merkez atoma bağlanan atom sayısı dış sayısını belirler. Örneğin şelat komplekslere iki atomu ile bağlanan liganda iki dişli ligand veya üç atomu ile bağlanan liganda üç dişli ligand adı verilir (Şekil 1).

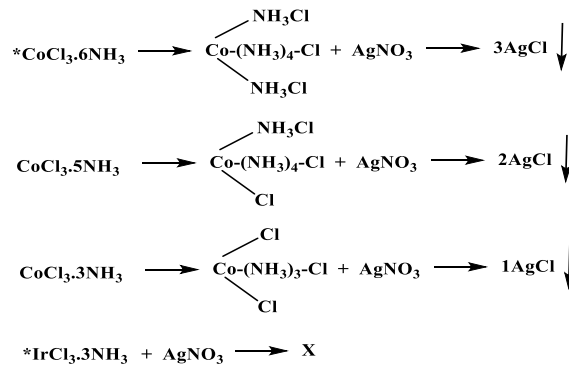


Şekil 2.1. Bazı şelat kompleksi örnekleri.

2.2. Bileşiklerin Geometrisi

2.2.1. SM Jorgensen zincir kuramı

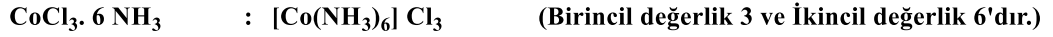
Asağıda Blomstrand-Jorgensen’in önerdikleri zincir yapıları verilmiştir.



Azot atomundaki 5 bağdan dolayı bu kuramı kabul etmek zordur (Ölmez, 2004).

2.2.2. Alfred Werner Teorisi

1. Bir kompleks bileşikte iki tür değerlik vardır. Birincisi yükseltgenme basamağı ikincisi koordinasyon sayısıdır.
2. Her iki değerlik uzayda belli konumda yöneldiğinden geometriyi belirler.
3. Her element bu değerlikleri doyurma eğilimindedir.



Yukarıda Werner deneylerindeki tepkimeler incelendiğinde; birinci değerlikteki klorlar ligand değildir. İkinci, üçüncü ve dördüncü komplekslerde Cl^- metalden uzak olup gümüş nitrat (AgNO_3) ile çökerler. Komplekslerde aynı sayıda klor iyonu olmasına rağmen çözeltiye geçen klorür (Cl^-) sayısı farklıdır. Serbest Cl^- en fazla olan çözeltinin iletkenliği en fazladır. Değerlik ile koordinasyon sayısı farklıdır. Koordinasyon sayısı dört olan nikel komplekslerinde nikel (Ni^{+2}) +2 değerliktedir (Dölen, 1991).

2.3. Ligandların Sınıflandırılması

2.3.1. Metalin elektron yapılarına göre ligandlar

a. O içerenler: Elektron konfigürasyonları asal gazlara benzer iyon veren metallerle kompleks verirler. Örneğin: Seryum (Ce) iyon haline gelirken d elektronlarını verir ve asal gaz yapısında olur. Bu metaller: IA, IIA, IIIA metalleri (B, Al, Sc, Y, La, Ce-Lu); O-L'lar: Alkol OH, fenol OH, COOH, Eter, Ketooksijenlerdir.

b. N içerenler: Kısmen dolu d ve f orbitalleri içeren iyon veren metallerle kompleks verirler. Ti-Cu (II), Nb-Ag (II), Ta-Au (III); N-L'lar: Amin, amid, nitrozol ($-\text{NO}$), imin ($=\text{NH}$), azo ($\text{N}=\text{N}$), CN^- , oksim ($=\text{N}-\text{OH}$).

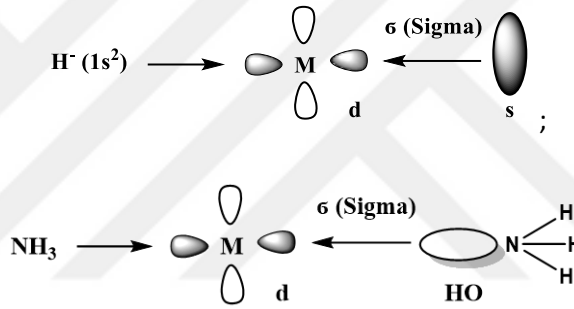
c. S içeren ligandlar: Dolu d orbitalleri içeren metallerle kompleks verirler. Cu (I)-As, Ag (I)-Te, Au (I)-Bi; S-L'lar: Tiyokarboksil ($-\text{COSH}$), merkaptto ($-\text{SH}$).

2.3.2. Donör atoma göre ligandlar

Eğer bir ligand bir donör atoma sahipse (monodentat) ‘**basit kompleks**’, daha fazla donör atoma sahipse ‘**şelat**’ kompleksleri adı verilir. Ligandın dış sayısı ile koordinasyon sayısının uyuşmaması halinde boş yerler başka ligandlar ile dolar ve ‘**karışım kompleks**’ oluşturlar. Bu komplekslerin renk şiddetleri ve kararlılıkları yüksektir.

2.3.3. Metal-ligand bağlanmasına göre ligandlar

1. σ bağı içeren ligandlar $L \rightarrow M$ (σ bağı): Düşük enerjili π^* orbitalleri yoktur. Verici atom genelde sp^3 hibrit orbitali içinde olur. Bu hibrit orbitalleri ile metalin boş d orbitalleri etkileşerek σ bağı verir. H^- , H_2O , NH_3 , NH_2^- , en (Kaya, 2008).

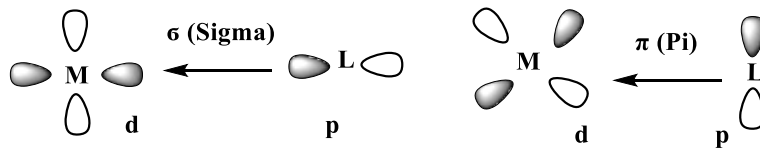


Şekil 2.2. σ bağı içeren ligandlar $L \rightarrow M$ (σ bağı).

2. Hem σ hem π bağı veren ligandlar:

a. π verici ligandlar $L \rightarrow M$ (σ bağı), $L \rightarrow M$ (π bağı)

Bu ligandlar en az 3 tane dolu p orbitali içerir. P orbitallerinden biri ile σ diğeri ile π bağı verirler. Atomik (F^- , I^- , O^-) ve moleküler (OH^- , RO^-) şeklinde iki çeşittir (Kaya, 2008).

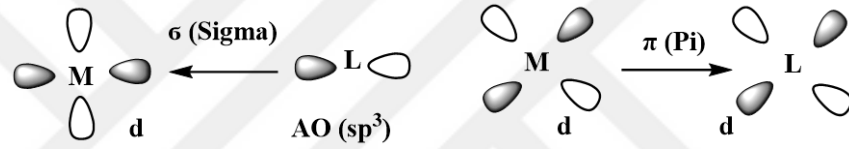


Şekil 2.3. π verici ligandlar $L \rightarrow M$ (σ bağı), $L \rightarrow M$ (π bağı).

b. π alıcı ligandlar, $L \rightarrow M$ (σ bağı), $M \rightarrow L$ (π bağı) (geri bağlanma)

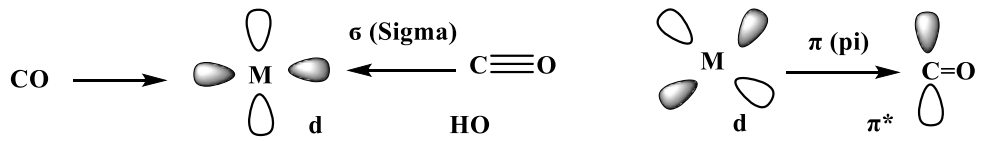
i. Verici boş değerlik orbitalleri olanlar (genelde d orbitalleri) : R_3P , R_3As , R_2S molekül örneklerinde σ -bağına ilişkin boş σ^* karşıt bağ molekül orbitalleri, metalin t_{2g} orbitalleri ile girişim verirken, ligandın boş d orbitallerine sahip atomlar, metalin orbitalleri ile girişim yapar.

Pauling geri bağlanma ilkesi : Metal, ligandların ya hibrit orbitallerinden yada π orbitallerinden elektron çifti alır. Elektron yoğunluğu liganddan metale akar. Metal üzerindeki elektron yoğunluğunun azalması için metalin dolu d orbitalleri ligandın uygun π simetrisindeki boş orbitalleri ile (d ve π^* orbitalleri) örtüşür. Yani metal, Lewis bazı gibi davranır. Elektron yoğunluğu metalden liganda akar. σ ve π bağları birbirini güçlendirir. Kompleks kararlılığı artar (Kaya, 2008).



Şekil 2.4. π alıcı ligandlar, $L \rightarrow M$ (σ bağı), $M \rightarrow L$ (π bağı) (Geri bağlanma).

ii. Düşük enerjili π^* orbitalleri olan ligandlar: CO, CN^- , NO^+ , etilen gibi ligandların düşük enerjili π^* karşıt bağ molekül orbitalleri, metalin t_{2g} orbitalleri ile girişim yaparak t_{2g} simetrlili bağ ve karşıt bağ molekül orbitalleri oluştururlar.



Şekil 2.5. Düşük enerjili π^* orbitalleri olan ligandlar.

İyodür (I^-), π verici ligandır. Boş 4 d orbitallerine elektron çifti alarak π alıcıda olur. Ambident ligand SCN^- , N tarafından bağlı ise σ bağı, S tarafından bağlı ise hem π verici hemde π alıcıdır. Boş d orbitallerine elektron alabilir. Yükseltgenme basamakları yüksek olan katyonlar elektronegativiteleri yüksek olması nedeniyle F ve O ile kompleks verir. Örneğin MnO_4^- . Öteki ligandları ise kolayca yükseltgerler. CO ve NO 'da ise merkez atomun yükseltgenme basamağı ve metalin bağ yaptığı atomun elektronegativitesi azalır. Bu halde ligandlar bağ elektronlarını kolay çekemez ve metal

üzerinde daha fazla negatif yük olur. Buna rağmen kompleksin dayanıklı olmasının nedeni geri bağlanma ile bu yükün dağılmasıdır (Kaya, 2008).

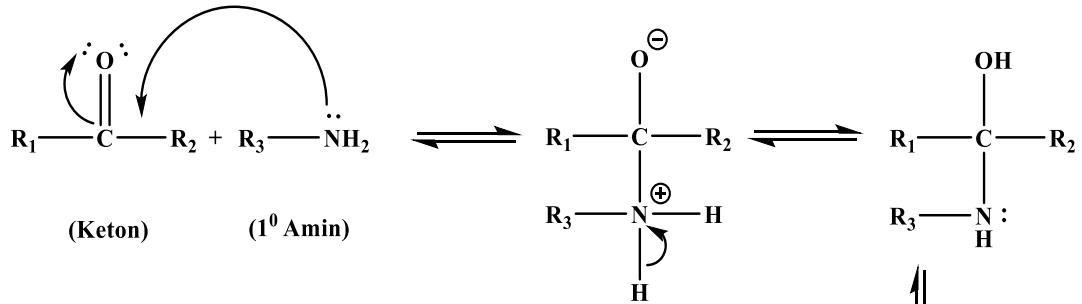
2.4. Schiff Bazları

Sahip oldukları imin grubundaki azot atomu sayesinde elektron verici ligandlar olan Schiff bazları karbonil grupları ve primer aminlerin birleşmesiyle elde edilirler (Schiff, 1864). Merkez metal atomu yada iyonuna bir yada daha fazla elektron çifti vererek belli bir geometrik düzende 4, 5 veya 6 halkalı kompleks bileşiklerinin oluşmasında önemli rol oynarlar (Patai, 1970).

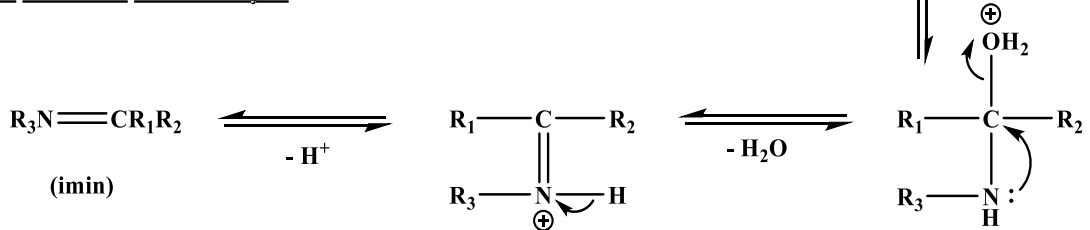
2.5. Schiff Bazlarının Sentezi

Karbonil bileşikleri ile primer aminlerin tepkimesinden elde edilen Schiff bazlarının sentezi iki ana basamakta gerçekleşmektedir. Birinci basamakta, primer amin ile karbonil grubunun kondenzasyonundan bir karbinolamin ara bileşiği, ikinci basamakta ise ara bileşiğin dehidratasyonundan bir Schiff bazı oluşur (Dobbs ve Rossiter, 2005).

1. Basamak: Kondenzasyon



2. Basamak: Dehidratasyon



Şekil 2.6. Schiff bazları sentezi (Khan vd., 2021).

2.6. Schiff Bazların Kompleks Bileşikleri

Schiff bazları yapılarında bulunan zayıf bazik karakterli $-C=N$ grubunda bulunan azot atomu üzerindeki serbest elektron çiftini merkez metal atomları veya iyonlarına vererek kararlı olmayan koordinasyon bileşiklerini verirler. Kararlı bir kompleks bileşik verebilmeleri için yapılarında hidrojen iyonunu kolay verecek hidroksil grubu gibi bir grubun olması gerekir (Ertürk, 2015). Boya endüstrisinde pigment boyar maddesi olarak kullanılan renkli Schiff bazlarının kompleks bileşiklerinin elde edilmesi için Schiff bazlarının yapılarında oksokrom gruplar bulunmalıdır. Ayrıca, bu bileşikler antikanser aktivite gösterdiğinden kanser hastalıklarında tedavi edici etken olarak kullanılmaktadır (Scovill vd., 1982; West vd, 1989; Zhu ve Van Ooij 2004).

2.7. Renk Merkezi

Renk merkezi, görünür bölgede ışık absorblayan noktasal bir örgü hatasıdır. Örneğin renksiz olan KCl , K^+ buharına tutulduğunda mor olur. Renklenme renk merkezinin oluşmasından meydana gelir. Örgüde bir K^+ fazlası dolayısıyla bir elektron fazlası olur. Yük dengesinin sağlanması için örgüde bir anyon boşluğu olmalıdır. Bu elektron anyon boşluğu tarafından yakalanır ve renk merkezi oluşur. Geçiş elementlerinin hidratlaşmış iyonları genelde renkli, d^0 ve d^{10} renksizdir. Renklilik d orbitallerindeki elektron geçişlerinden ileri gelir. Elektron geçişi ile ilgili enerji görünür bölgeye rastlarsa bileşik renklidir. İki türdür. (Dölen, 1991; Ölmez, 2004; Kaya, 2008).

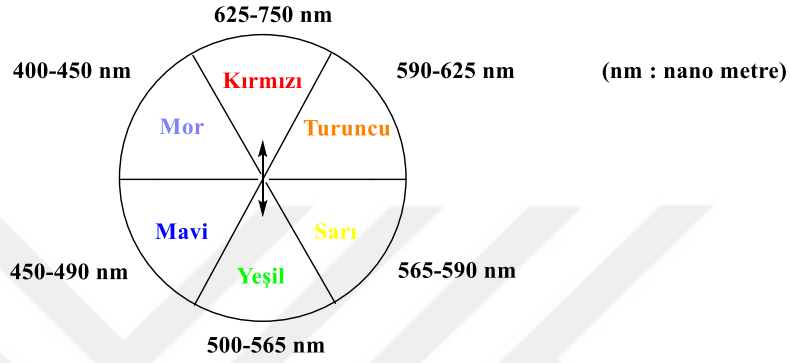
1. d-d geçişi: Metalin d orbitallerindeki elektron diğer d orbitaline geçer. Atomdan atoma geçiş olmaz. Yasaklı geçiş olup soluk renklidir.
2. Yük aktarım geçişi: M-L yada L-M geçişleri ile atomdan atoma geçiş olur. Atomun başlangıç ve son durumlarındaki yükleri değişir. İzinli geçiş olup renk belirgindir.

2.8. Renkli Kompleks Oluşumu

Koordinasyon bileşiklerinin renklerini açıklamak için tamamlayıcı renkler kavramı kullanılır. Bir bileşik herhangi renkteki bir ışını soğurduğunda, onun tamamlayıcı renginde görünür. Örneğin, kırmızıdan mora kadar tüm görünür bölge dalga boylarını içeren beyaz ışık, kırmızı ışığı soğuran bir maddeden geçirilirse yeşil

renkli görünür. Yeşil, kırmızı rengin tamamlayıcısı olduğundan, beyaz ışıktan kırmızı ışık çıkarılırsa yeşil renk hakim olur.

Kompleksin absorpsiyonu metal ve ligandın tek başına yaptığı absorpsiyondan farklı bir dalga boyunda çıkar. Özellikle çift bağ ve kromofor grup içeren kelatlar çok şiddetli renkler verir ve absorpsiyonları fazladır (Dölen, 1991; Ölmez, 2004; Kaya, 2008).



Şekil 2.7. Renk çemberi.

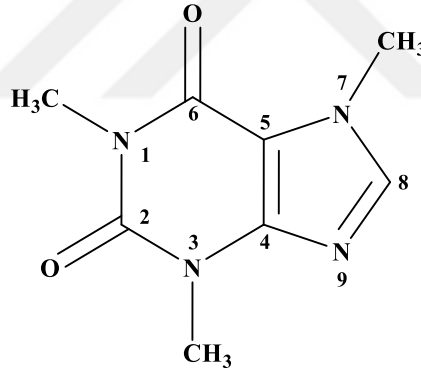
Çizelge 2.1. Frekanslara göre soğurulan ve gözlenen renkler.

Frekans (cm^{-1}) $\times 10^{-3}$	Soğurulan renk	Gözlenen renk
24-26	Kırmızı-Mor	Sarı-Yeşil
23-24	Çivit mavi	Sarı
21-23	Mavi	Turuncu
20-21	Mavi-Yeşil	Kırmızı
18-21	Yeşil	Eflatun
17-18	Sarı-Yeşil	Mor
16-17	Sarı	Mavi
15-16	Turuncu	Mavi
12-15	Kırmızı	Mavi-Yeşil

2.9. Çalışmada Kullanılan Maddeler

2.9.1. Kafein (CA)

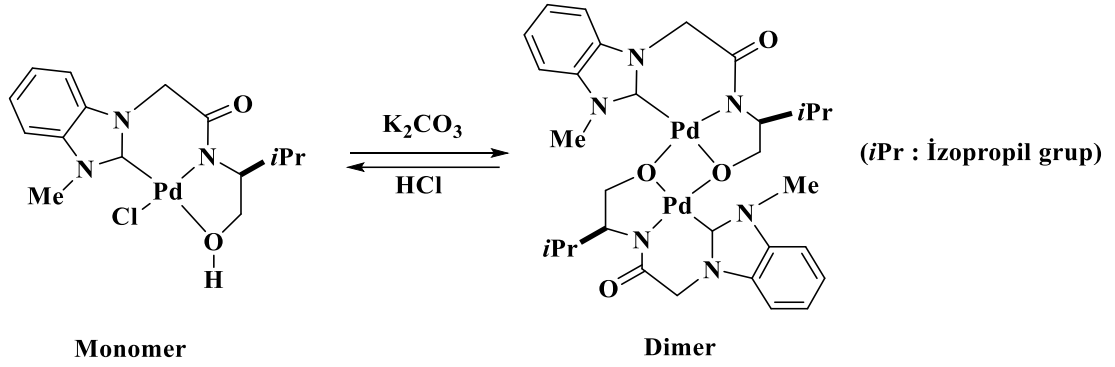
Kafeinin (1,3,7 trimetilksantin) kapalı kimyasal formülü $C_8H_{10}N_4O_2$ 'dir. Molar Kütlesi 194,19 g/mol olup $178\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de kaynar, $238\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de erir. Yoğunluğu $1,2\text{ g/cm}^3$ 'tür ve 101 kPa $178\text{ }^{\circ}\text{C}$ buhar basıncına sahiptir. 1 %'lik çözeltisinin pH'ı 6,9, sudaki Çözünürlüğü 2,17 %'dir (Mercer ve Trotter, 1978; Poltev vd., 2004; Egawa vd., 2006). Bazık özellik göstermesinden dolayı tadı acıdır (Conlisk, vd., 2000; Ashihara ve Crozier, 2001; Massey, 2001; Ashihara vd., 2008). Organik çözücülerde çözünürlüğü orta derecedir. Kristallendirme işleminde su kullanılırsa kafein 1 mol kristal suyu içerir. Sudan başka bir çözücü kullanılırsa su içermez. 1 mol kristal suyu içeren kafein $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de içerdği suyu kaybeder ve erime noktası $235\text{-}238\text{ }^{\circ}\text{C}$ olan susuz şekline dönüşür. $176\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de bozunmaksızın süblime olur. Kafeinin N1, N3 ve N7 bölgesinde metal iyonlarının bu atomlarla koordinasyonunu engelleyen metil ($-\text{CH}_3$) grupları vardır. Bu nedenle kafeinin N9 atomu bağlanma yeridir (Izatt vd., 1971; Agnew vd., 1979).



Şekil 2.8. Kafein ($C_8H_{10}N_4O_2$).

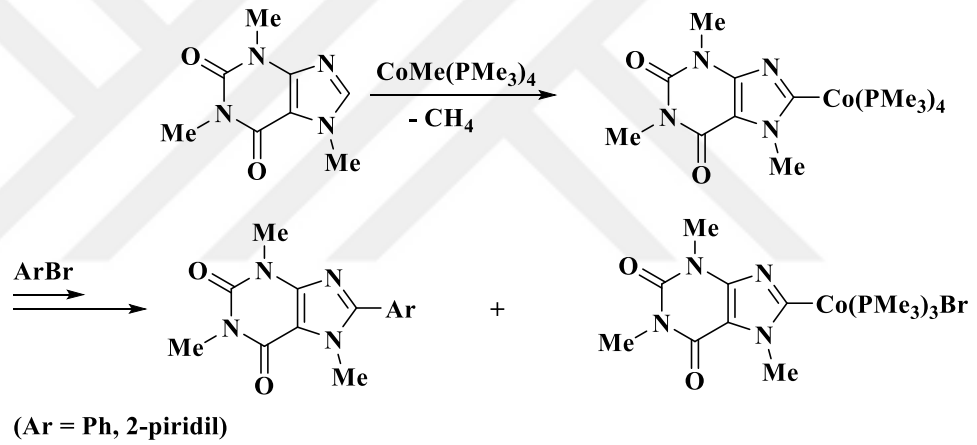
2.9.2. Kafeinin metal kompleksleri

Literatürde kafeinin sentezlenmiş bazı metal komplekslerine bakılacak olursa, 1984 yılında Pneumatikakis tarafından kafeininin 1:1 oranında Palladyum(II) ve Platin(II) ile vermiş oldukları kompleksler sentezlenmiş ve bu komplekslerin spektral özellikleri, uygulama alanları ve çeşitli nükleositlerle etkileşimleri incelenmiştir (Pneumatikakis, 1984).



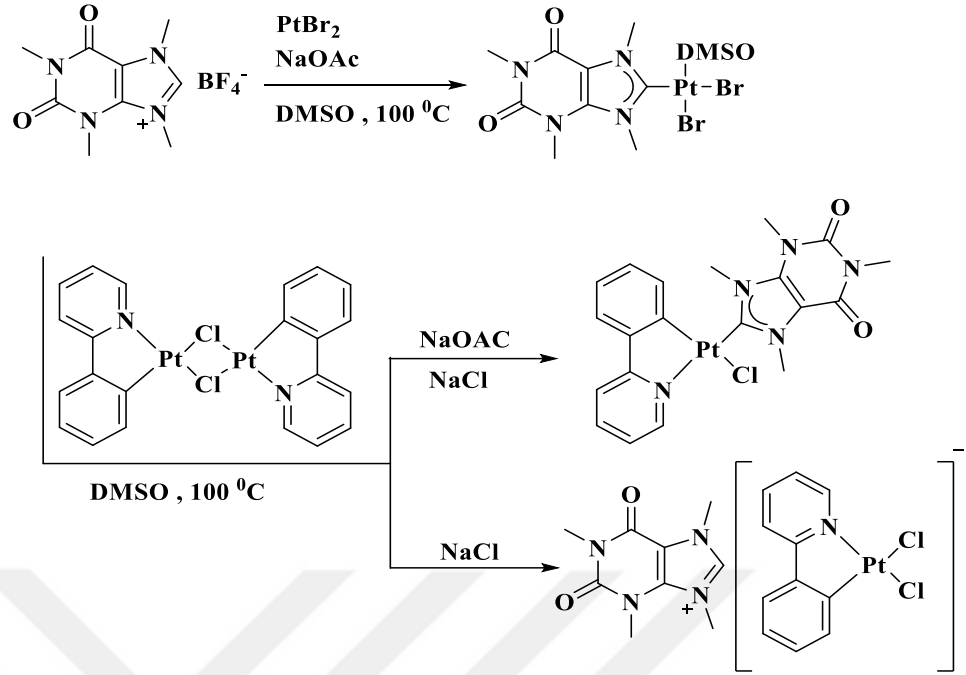
Şekil 2.9. Kafeinin Pd(II) kompleksi (Pneumatikakis, 1984).

Bir başka çalışmada 2010 yılında Saker ve arkadaşları tarafından adenin ve tiyosiyanat varlığında kafeinin Co(II) kompleksi sentezlenmiş ve karakterizasyonu incelenmiştir (Saker ve Farina, 2010).



Şekil 2.10. Kafeinin Co(II) kompleksi (Saker ve Farina, 2010).

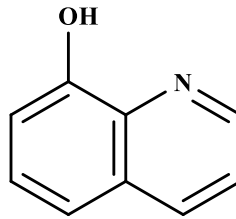
Yine 2011 yılında Hu ve arkadaşları tarafından kafeinden N-heterosiklik karben Pt(II) kompleksleri sentezlenmiş ve fotolüminesan özellikleri incelenmiştir (Hu vd., 2011).



Şekil 2.11. Kafeinin Pt(II) kompleksi (Hu vd., 2011).

2.9.3. 8-Hidroksikinolin (8-HQ)

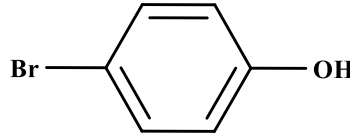
Formülü $\text{C}_9\text{H}_7\text{NO}$, molar kütlesi $145,16 \text{ g/mol}$ olup yoğunlukğu $1,03 \text{ g/cm}^3$ 'tür. 267°C 'te kaynar. 8-Hidroksikinolin (HQ), metal iyonlarının kantitatif tayini için kullanılan bir şelatlama maddesidir. 8-hidroksikinolin'in sulu solüsyondaki pK_a değeri 9.9'dur (Albert ve Phillips, 1956). Metal iyonlarıyla reaksiyona girer, proton kaybeder ve 8-hidroksikinolinato-şelat kompleksleri oluşturur. 8Q kısmında bir aldehit grubunun varlığı, amino uç grupları olan polietilerlerle reaksiyona girmenin kolay bir yolunu sağlar. 8-hidroksikinolin ve türevleri, metal iyonu yüklenmesi dahil hastalıkların tedavisinde kullanılan metal şelatlayıcılardır. Yeni 8-hidroksikinolin türevleri, metal iyon dengesinin geri kazanılmasında gelişmiş özelliklere sahip potansiyel terapötik ajanlar olarak aranmaktadır (Jin vd., 2014).



Şekil 2.12. 8-Hidroksikinolin ($\text{C}_9\text{H}_7\text{NO}$).

2.9.4. p-Bromfenol (p-BrPOH)

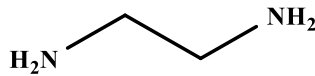
Formülü C_6H_5BrO , molar kütlesi 173.01 g/mol'dür. p-Bromofenol, p-bromofenoller olarak bilinen organik bileşikler sınıfına aittir. Bunlar, benzen halkasının C4 konumunda bir brom taşıyan bromofenollerdir. p-Bromofenol yalnızca birbirine para olan hidroksi ve bromo sübstitüentlerini içeren bir bromofenoldür. Fare metaboliti, kalıcı organik kirletici, insan ksenobiyotik metaboliti, sıçan metaboliti, insan idrar metaboliti ve deniz metaboliti olarak rolü vardır (Sahoo vd., 2014; Golan vd., 2019).



Şekil 2.13. p-Bromfenol (C_6H_5BrO).

2.9.5. Etilendiamin (en)

Kapalı formülü $C_2H_8N_2$ olup molar kütlesi 60.1 g/mol'dur. 900 kg/m³'lük bir yoğunluğa sahiptir. 116 °C'de kaynar. Amonyak kokulu, renksiz ve baziktir. Çeşitli kimyasal reaksiyonlarda kullanılır (Kotti vd., 2006; Arpe, 2007). Bir ligand olduğunda 'en' olarak kısaltılır. Çeşitli organik fonksiyonel gruplar ile türevler meydana getirir. Yapısında bulunan iki adet amino grubunun içerdiği azot atomları üzerindeki serbest elektron çiftlerini verici özelliğinden dolayı bidentat (iki dişli) bir ligandır. Polar çözücülerde çözünür, soğutucularda ve boyalarda korozyonu önleyici özelliği vardır.

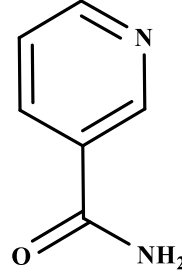


Şekil 2.14. Etilendiamin ($C_2H_8N_2$).

2.9.6. Nikotinamid (NA)

Kimyasal formülü $C_6H_5NO_2$ olup molar kütlesi 123.1094 g/mol'dür. Yoğunluğu 1.47 g/cm³'tür. 237 °C'de erir. Nikotinamid (piridin-3-karboksamid), nikotinamid-adenin dinükleotid gibi hidrojen taşıyan ko-enzimlerin önemli bir bileşenidir. Gıdalarda bulunan bir B3 vitamini olup canlı hücrelerde hayati rol oynar. Nikotinamid bileşiğinde bulunan piridin halkasının varlığı da ilgi çekicidir.

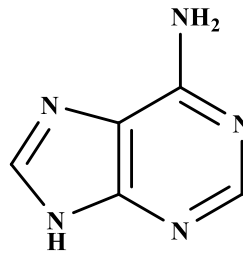
Nikotinamid, önemli antimikrobiyal, sitotoksisite ve antikanser aktiviteleri olan biyolojik olarak aktif bir reaktiftir (Lim ve Go, 2000; Evstigneev vd., 2006; Dilip vd., 2016; Tella vd., 2017).



Şekil 2.15. Nikotinamid ($C_6H_5NO_2$).

2.9.7. Adenin (AD)

Pürin bazlarından biri olan adeninin kimyasal formülü $C_5H_5N_5$ olup molar kütlesi 135,13 g/mol'dür. Yoğunluğu 1.47 g/cm³'tür. 360 °C'te erir, 553,5 °C'te erir. (Ghose, 1992). Nükleik asitlerin nükleotidlerinde bulunan adenin, hidrojen bağları aracılığı ile DNA'da timine, RNA'da ise urasile bağlanır ve bu şekilde nükleik asidin yapısı sabitleşmiş olur. Riboza bağlanırsa adenozin, deoksiriboza bağlanırsa deoksiadenozin meydana getirir. Hücredeki reaksiyonlar arasında enerji alışverişini sağlayan adenozin trifosfat (ATP), üç adet fosfat grubunun adenozone bağlanmasıyla oluşur. Daha önceki yıllarda B4 vitamini olarak adlandırılan adenin günümüzde bir vitamin olarak kabul edilmemektedir.

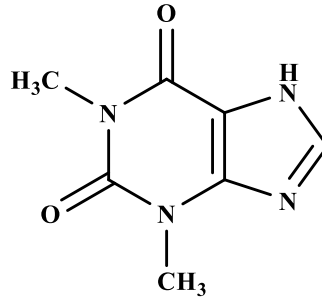


Şekil 2.16. Adenin ($C_5H_5N_5$).

2.9.8. Teofilin (TP)

Kimyasal formülü $C_7H_8N_4O_2$ olup molar kütlesi 180,164 g/mol'dür. Teofilin bir hidrotropik ajan olarak iyi bilinir ve çok çeşitli terapötik ilaçları çözündürme

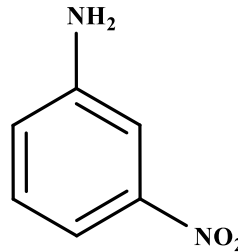
kabiliyetine sahiptir. Bu nedenle çeşitli marka isimleri ve antikanser ilaçları altında KOAH veya astım gibi solunum yolu tedavisinde ilaç olarak kullanılabilir (Rao vd., 2005; Piosik vd., 2005). Birkaç metal teofilin kompleksi önemli antitümör aktivite göstermiştir (David vd., 1999). Teofilinden türetilen anyon, metal iyonları ile etkileşimin incelenmesinde sıklıkla bir model ligand olarak kullanılmıştır (Neville vd., 1979). Toksisiteyi önlemek için kullanımı, serum teofilin düzeylerinin doğrudan ölçülmesiyle izlenmelidir. Ayrıca mide bulantısı, ishal, baş ağrısı, uykusuzluk, sinirlilik ve baş dönmesine neden olabilir.



Şekil 2.17. Teofilin ($C_7H_8N_4O_2$).

2.9.9. m-Nitroanilin (m-NA)

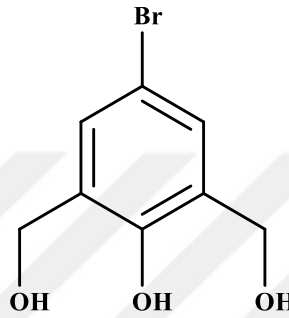
Bir anilin türevi olan m-nitroanilinin kimyasal formülü $C_6H_6N_2O_2$ olup molar kütlesi 138,14 g/mol'dür. 114 °C'de erir. Katı halde ve uçucu olmayıp boyar maddelerde hammadde olarak kullanılır. Halkada 3 numaralı konumda nitro grubu taşır. Asidik, bazik ve nötr çözeltiler içinde kararludur ve kolay parçalanmaz (Haghgooie ve Oskoui, 2008; Mulla vd., 2018).



Şekil 2.18. m-Nitroanilin ($C_6H_6N_2O_2$).

2.9.10. p-Brom-2,6-bis(hidroksimetil)fenol (BBHMP)

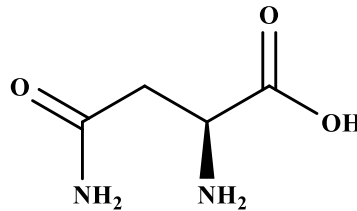
$\text{BrC}_8\text{H}_5\text{O}_3$ kimyasal formülüne sahiptir. Molekül ağırlığı 285.22 g/mol'dür. 78-83 °C'te erir. 2,6-di-tert-butilfenol bileşiğinin bromla reaksiyonundan sentezlenir. Spektral analizle yapısı doğrulanmıştır (Lappin ve Zannucci, 1969; Wang ve Percec, 1991). Bu molekül, çeşitli sentezlerde (Mpallas, 2003; Viglianisi, 2012) ve kataliz reaksiyonlarında (Maruoka vd., 1991) kullanılır.



Şekil 2.19. BBHMP ($\text{BrC}_8\text{H}_5\text{O}_3$).

2.9.11. L-Asparagin

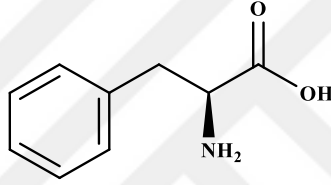
Kimyasal formülü $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3$ olup molar kütlesi 132,12 g/mol'dür. 230 °C'de erir. Sistemik adı aspartik asittir. Organik çözücülerde çözünmezken bazik ve asidik çözücülerde çözünür. Kristal yapısı ortorombiktir. Asparagin depolama malzemesi olarak görev yapar ve sadece bitkilerin yapısında bulunur. Bir mol hidrat suyu içeren asparagin, burçak bitkisinden izole edilerek sentezlenir. Bazik ve asidik sulu çözeltilerde hidroliz olup nötral sulu çözeltiler kararlıdır. Asparaginin çeşitli metal kompleksleri incelenmiştir (Bilcen, 2008).



Şekil 2.20. L-Asparagin ($\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3$).

2.9.12. L- Fenil Alanin

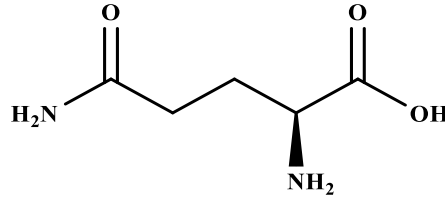
$C_9H_{11}NO_2$ kimyasal formülüne sahiptir. Diğer adı 2-amino-3-fenil propanoik asit olup molar kütlesi 165,19 g/mol'dür. 1,29 g/cm³'lük bir yoğunluğa sahiptir. 283 °C'de erir. Fenil alanin insan vücudunda sentezlenemediği için çeşitli besinler veya başka ek malzemelerden temin edilir. Vücutta tirozinden dönüştürülen fenil alanin önemli görevleri olan adrenalin, dopamin, trioksin ve melaninin yapısına katılır (Remko vd., 2011). L-şekli vücuttaki proteinlerinde bulunurken D-şeklinin ağrı kesici özelliğine sahiptir. DL-şekli ise L- ve D- şekillerinin birleşimidir. Bu amino asidin eksikliğinde depresyon, yorgunluk gibi belirtiler görülür. Fenil alaninin sahip olduğu yan zincirler, biyolojik sistemlerdeki potasyum ve sodyum için güçlü elektron vericidir (De Wall vd., 1999).



Şekil 2.21. L- Fenil Alanin ($C_9H_{11}NO_2$).

2.9.13. L-Glutamin

Nükleik asitlerin elde edilmesinde azot taşıyıcı (Tutanç, 2010) olarak görev yapan glutaminin kimyasal formülü $C_5H_{10}N_2O_3$ ve IUPAC sistematik adı (2S)-2-amino-4-(karbamoilamino)butanoik asit veya (s)-2,5-Diamino-5-oksopentanoik asit olup molar kütlesi 146,15 g/mol'dür. Yoğunluğu 1,29 g/cm³'tür. 85 °C'te erir. İki adet amin fonksiyonel grubu içerir. Ana grubu ayrılınca amonyak ve glutamat meydana gelir (Oğuz, 1998). Bu amino asit başta vücut için önemli bir yakıt kaynağı görevi görür.



Şekil 2.22. L-Glutamin ($C_5H_{10}N_2O_3$).

BÖLÜM 3

MATERYAL VE METOD

3.1. Çalışmalarda Kullanılan Kimyasallar

1. Kafein (Sigma-Aldrich)
2. 8-Hidroksikinolin (Sigma-Aldrich)
3. P-Bromfenol (Sigma-Aldrich)
4. Etilendiamin (Sigma-Aldrich)
5. Nikotinamid (Sigma-Aldrich)
6. Adenin (Sigma-Aldrich)
7. Teofilin (Sigma-Aldrich)
8. m-Nitroanilin (Sigma-Aldrich)
9. p-Brom-2,6-bis(hidroksimetil)fenol (Sentezlendi)
10. L-Asparagin (Sigma-Aldrich)
11. L-Fenil Alanin(Sigma-Aldrich)
12. L-Glutamin (Sigma-Aldrich)
13. Furfuraldehit (Sigma-Aldrich)
14. 2-Hidroksi-1-naftaldehit (Sigma-Aldrich)
15. KSCN (Merck)

16. NaOH (Merck)
17. CoCl₂.6H₂O (Sigma-Aldrich)
18. NiCl₂.6H₂O (Sigma-Aldrich)
19. CuCl₂.2H₂O (Sigma-Aldrich)
20. Nano CuO (Sigma-Aldrich)
21. K₂PtCl₄ (Sigma-Aldrich)
22. PdCl₂ (Sigma-Aldrich)
23. Metil alkol (Merck)
24. Etil alkol (Merck)
25. Dimetil sülfoksit (Sigma-Aldrich)

3.2. Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar

1. Hassas terazi: Gec Avery marka.
2. Isıtıcılı Manyetik karıştırıcı: Chittern Scientific marka.
3. Vakum etüvü: Nüve EV 018 marka, 250° C sıcaklık, -760 mm Hg basınç ayarlı.
4. Vakum desikatörü: Sanplatec Corp marka.
5. Rotary evaporator: Buch Laboratories technick AGCH 9200 marka.
6. Elementel tayin: C, H, N ve O için Costech ECS 4010 CHNSO marka.
7. İletkenlik tayini: Meter Lab marka.
8. Erime noktası tayini: Gallenkamp marka.
9. Magnetik moment tayini: Scherwood Scientific marka.
10. UV-Visible: Shimadzu UV-1700 Pharma marka, 200-900 nm dalga boylarında.
11. NMR: Varian Mercury Plus 300 MHz marka.
12. FT-IR: Perkin Elmer Frontier marka.

hazırlandı ve 0.45 µm'lık steril filitreden süzöldü. Çözeltilerin derişimleri 0.5 McFarland bulanıklığına denk gelecek şekilde hazırlandı. Mueller Hinton Broth yöntemi ile 200 µg/ml'den 100 µg/ml, 50 µg/ml, 25 µg/ml, 12.5 µg/ml ve 6.25 µg/ml'ye seyreltildi. Steril 96 mikropalak kuyularına 150 µl bakteri, 30 µl maya ve 20 µl kompleks bileşik eklendi. Triyptic Soy Broth (TSB) besiyerinde, 35 ± 2°C'de 24 saat ve 48 saat inkübe edildi. % canlılık değeri, Thermo Multiscan GO Microplate Reader Spektometresinde, 600 nm'de absorbansları ölçölerek elde edildi. ilaç solösyonu ve mikroorganizma bulunduran ikişer kuyucuk kontrol olarak alındı. En küçük antibiyotik derişimleri MIC olarak kabul edildi (İlçim vd., 1997; Dölger vd., 1999; Sırmatel vd., 2004; Ergon ve Yücesoy, 2005; Kaya ve Özbilge, 2009). Hesaplamada her bir ilaç derişimi için,

Büyüme % = [(ilaçlı kuyu OD / ilaçsız kuyu OD) x 100] – (mikroorganizmasız kuyucuk) *OD: Optik yoğunluk

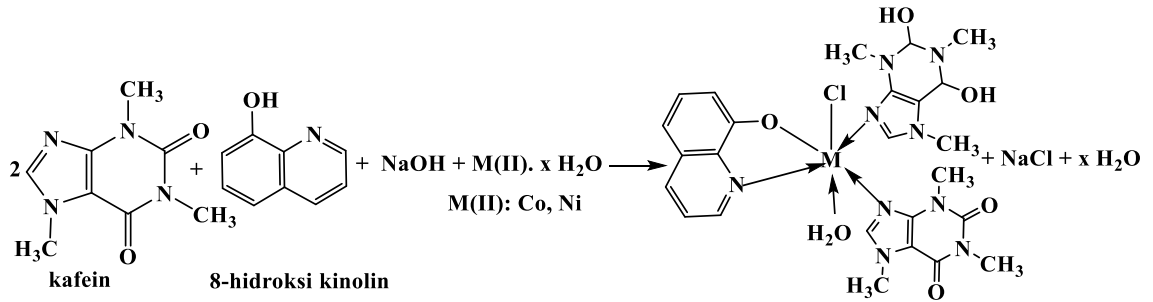
BÖLÜM 4

DENEYLER

4.1. Kompleks Bileşiklerin Eldesi

4.1.1. Kafeinin 8-hidroksikinolin varlığında Kobalt(II), Nikel(II), Palladyum(II) ve Platin(II) kompleks bileşiklerinin eldesi

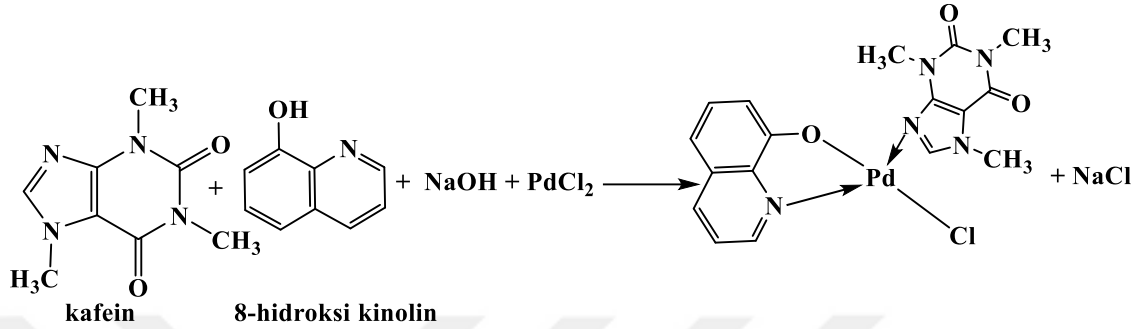
0.145 g 8-hidroksi kinolinin 10 ml etanoldeki çözeltisine 0.04 g NaOH eklendi. Daha sonra bu çözeltiye 0.388 g kafeinin 10 ml sudaki çözeltisi eklenerek karıştırıldı. Üzerine damla damla 0.238 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 'un 10 ml sudaki çözeltisi eklenerek 80-85°C'te 3 saat reflux yapıldı. Oluşan kristeller suyla yıkanarak kurutuldu. Aynı deney hesaplanan miktarlarda $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, PdCl_2 ve K_2PtCl_4 ile tekrar edildi.



Şekil 4.1. Kafeinin 8-hidroksikinolin varlığında Kobalt(II) ve Nikel(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.

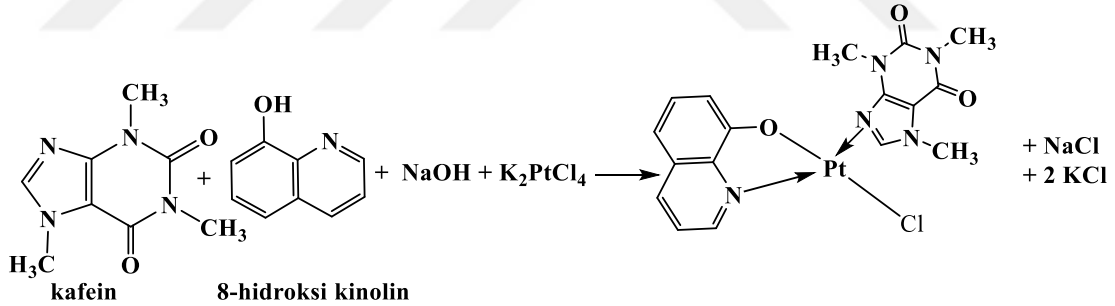
[Co(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₉H₆NO)(Cl)(H₂O)] (I): Hardal renkli, Verim (%): 84, IUPAC adı: Aqua(8-hidroksikinolino)bis(kafein)klorokobalt(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 645.07, Erime Noktası (°C): 153, İletkenlik ($\Omega^{-1}\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$): 20.6, Manyetik moment (BM): 4.53, Kütle (m/z): 645.05.

[Ni(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₉H₆NO)(Cl)(H₂O)] (II): Açık yeşil, Verim (%): 82, IUPAC adı: Aqua(8-hidroksikinolino)bis(kafein)kloronikel(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 644.83, Erime Noktası (°C): 182, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 19.25, Manyetik moment (BM): 2.35, Kütle (*m/z*): 644.81.



Şekil 4.2. Kafeinin 8-hidroksikinolin varlığında Palladyum(II) kompleks bileşiğinin eldesi.

[Pd(C₈H₁₀N₄O₂)(C₉H₆NO)(Cl)] (III): Hardal renkli, Verim (%): 78, IUPAC adı: 8-hidroksikinolino(kafein)kloropaladyum(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 480.37, Erime Noktası (°C): 212, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 23.6, Diamanyetik, Kütle (*m/z*): 480.35.



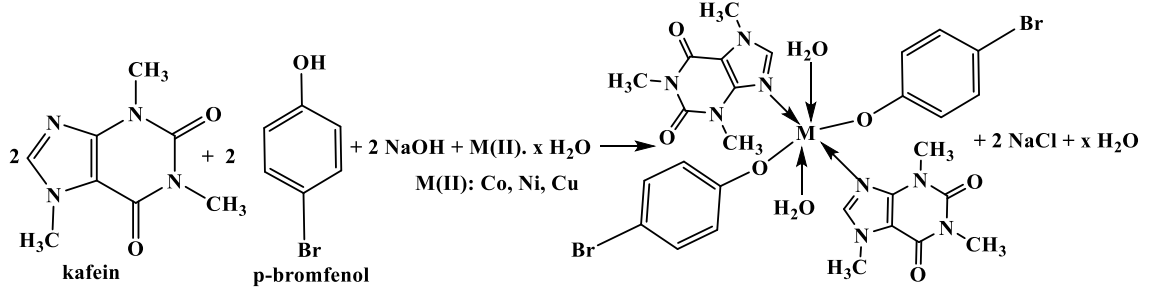
Şekil 4.3. Kafeinin 8-hidroksikinolin varlığında Platin(II) kompleks bileşiğinin eldesi.

[Pt(C₈H₁₀N₄O₂)(C₉H₆NO)(Cl)] (IV): Açık kahverengi, Verim (%): 76, IUPAC adı: 8-hidroksikinolino(kafein)kloroplatin(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 569.03, Erime Noktası (°C): 207, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 23.2, Diamanyetik, Kütle (*m/z*): 569.05.

4.1.2. Kafeinin p-bromfenol varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi

0.08 g NaOH'ın 20 ml sudaki çözeltisine 0.346 g p-brom fenol eklendi. Daha sonra bu çözeltiye 0.388 g kafeinin 10 ml sudaki çözeltisi eklenerek karıştırıldı. Üzerine

damla damla 0.238 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 'un 10 ml sudaki çözeltisi eklenerek 80-85°C'te 3 saat reflux yapıldı. Oluşan kristeller suyla yıkanarak kurutuldu. Aynı deney hesaplanan miktarlarda $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ile tekrar edildi.



Şekil 4.4. Kafeinin p-bromfenol varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.

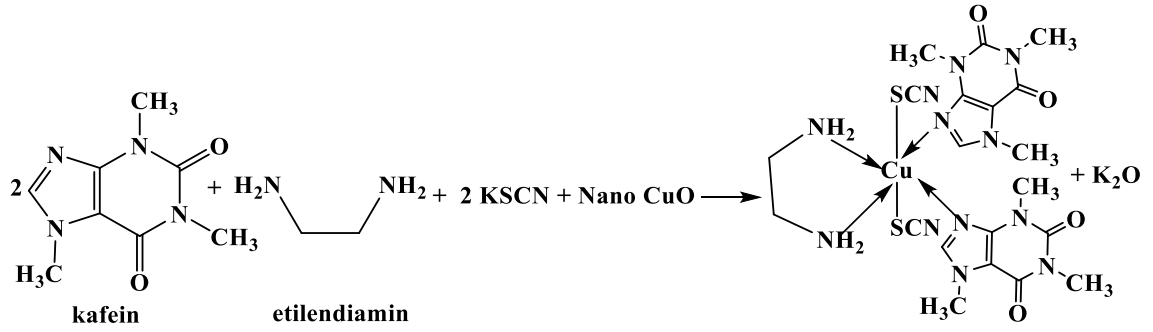
[Co(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₆H₅BrO)₂(H₂O)₂] (V): Kahverengi, Verim (%): 82, IUPAC adı: Diaquabis(p-bromfenolo)bis(kafein)kobalt(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 827.33, Erime Noktası (°C): 156, İletkenlik ($\Omega^{-1}\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$): 19.3, Manyetik moment (BM): 3.99, Kütle (m/z): 827.35.

[Ni(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₆H₅BrO)₂(H₂O)₂] (VI): Yeşil, Verim (%): 86, IUPAC adı: Diaquabis(p-bromfenolo)bis(kafein)nikel(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 827.09, Erime Noktası (°C): 168, İletkenlik ($\Omega^{-1}\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$): 18.6, Manyetik moment (BM): 2.27, Kütle (m/z): 827.20.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₆H₅BrO)₂(H₂O)₂] (VII): Koyu Kahverengi, Verim (%): 85, IUPAC adı: Diaquabis(p-bromfenolo)bis(kafein)bakır(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 831.94, Erime Noktası (°C): 182, İletkenlik ($\Omega^{-1}\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$): 19.25, Manyetik moment (BM): 2.31, Kütle (m/z): 831.90.

4.1.3. Kafeinin etilendiamin ve KSCN varlığında nano Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi

0.388 g kafeinin 10 ml sudaki çözeltisine 0.06 ml etilendiamin ve 10 ml suda 0.194 g KSCN içeren çözeltisi eklenerek karıştırıldı. Üzerine damla damla 0.07955 g nano CuO'un 10 ml sudaki çözeltisi eklenerek 80-85°C'te 3 saat reflux yapıldı.

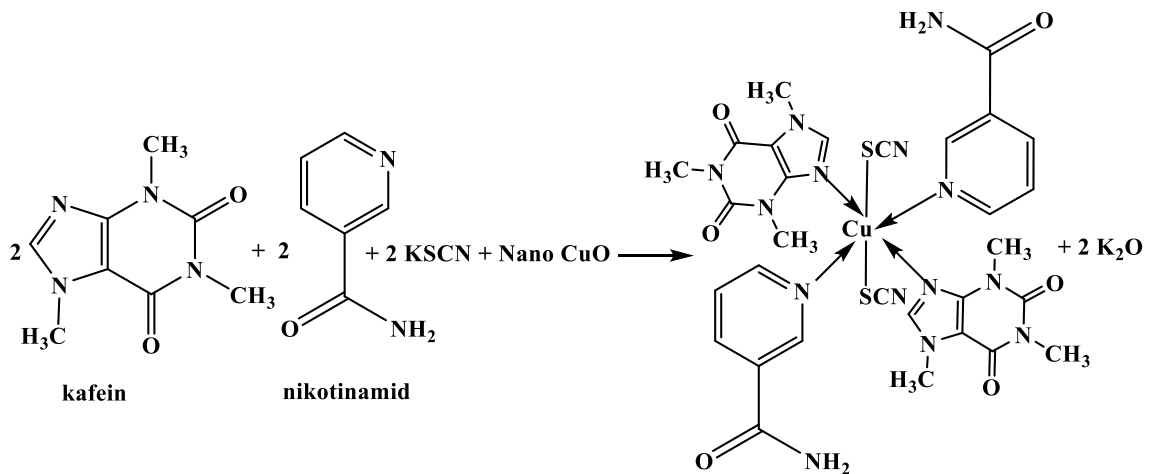


Şekil 4.5. Kafeinin etilendiamin ve KSCN varlığında nano Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₂H₄(NH₂)₂)(SCN)₂] (VIII): Mor, Verim (%): 87, IUPAC adı: Etilendiaminbis(kafein)ditiyosiyanatobakır(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 628.248, Erime Noktası (°C): 228, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 20.22, Manyetik moment (BM): 2.29, Kütle (m/z): 628.25.

4.1.4. Kafeinin nikotinamid ve KSCN varlığında nano Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi

0.388 g kafeinin 10 ml sudaki çözeltisine 0.244 g nikotinamid ve 10 ml suda 0.194 g KSCN içeren çözeltisi eklenerek karıştırıldı. Üzerine damla damla 0.079 g nano CuO'un 10 ml sudaki çözeltisi eklenerek 80-85°C'te 3 saat reflux yapıldı.



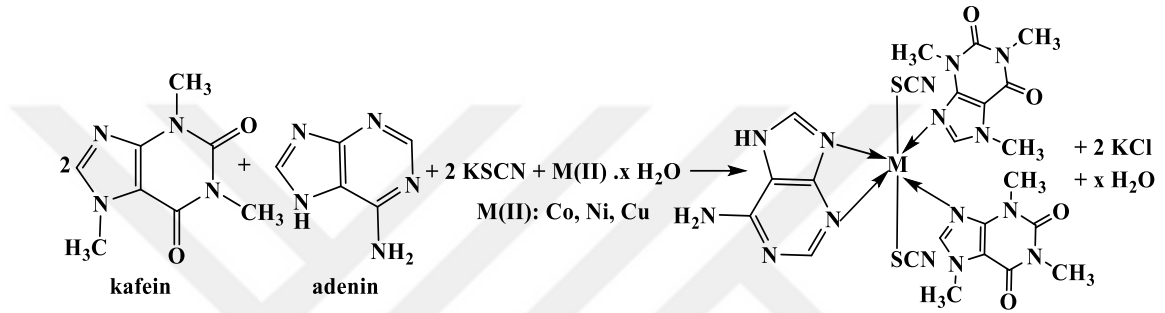
Şekil 4.6. Kafeinin nikotinamid ve KSCN varlığında nano Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₆H₆N₂O)₂(SCN)₂] (IX): Kahverengi, Verim (%): 83.4, IUPAC adı: Bis(kafein)bis(nikotinamid)ditiyosiyanatobakır(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 812.528,

Erime Noktası (°C): 223, İletkenlik ($\Omega^{-1}\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$): 18.7, Manyetik moment (BM): 2.2, MS Kütle (m/z): 812.53.

4.1.5. Kafeinin adenin ve KSCN varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi

0.388 g kafeinin 10 ml sudaki çözeltisine 0.238 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 'un 10 ml suda 0.135 g adenin ve 10 ml suda 0.194 g KSCN içeren çözeltileri eklenerek 80-85°C'te 3 saat reflux yapıldı. Aynı deney $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ile tekrar edildi.



Şekil 4.7. Kafeinin adenin ve KSCN varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.

[Co(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₅H₅N₅)(SCN)₂] (X): Pembe, Verim (%): 88, IUPAC adı: Bis(adenin)bis(kafein)ditiyosiyanatokobalt(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 698.808, Erime Noktası (°C): 187, İletkenlik ($\Omega^{-1}\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$): 17.8, Manyetik moment (BM): 4.21, Kütle (m/z): 698.80,.

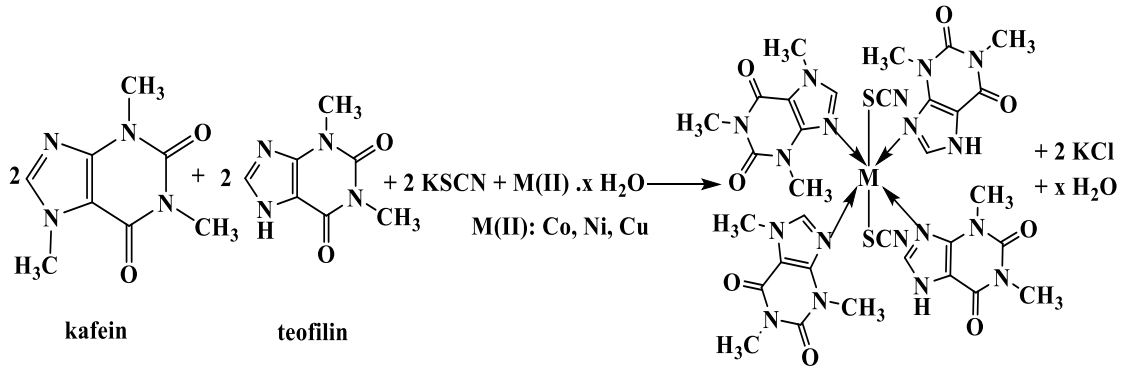
[Ni(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₅H₅N₅)(SCN)₂] (XI): Mavi-Yeşil, Verim (%): 87.6, IUPAC adı: Bis(adenin)bis(kafein)ditiyosiyanatonikel(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 698.568, Erime Noktası (°C): 232, İletkenlik : 18.4, Manyetik moment (BM): 2.3, Kütle (m/z): 698.55.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₅H₅N₅)(SCN)₂] (XII): Kahverengi, Verim (%): 85.3, IUPAC adı: Bis(adenin)bis(kafein)ditiyosiyanatobakır(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 703.418, Erime Noktası (°C): 241, İletkenlik: 18.1, Manyetik moment (BM): 2.5, Kütle (m/z): 703.40.

4.1.6. Kafeinin teofilin ve KSCN varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi

0.388 g kafeinin 10 ml suda 0.360 g teofilin ve 10 ml suda 0.194 g KSCN içeren çözeltileri eklenerek karıştırıldı. Üzerine damla damla 0.238 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 'un 10 ml

sudaki çözeltisi eklenerek 80-85°C'te 3 saat reflux yapıldı. Aynı deney hesaplanan miktarlarda NiCl₂.6H₂O, CuCl₂.2H₂O ile tekrar edildi.



Şekil 4.8. Kafeinin teofilin ve KSCN varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.

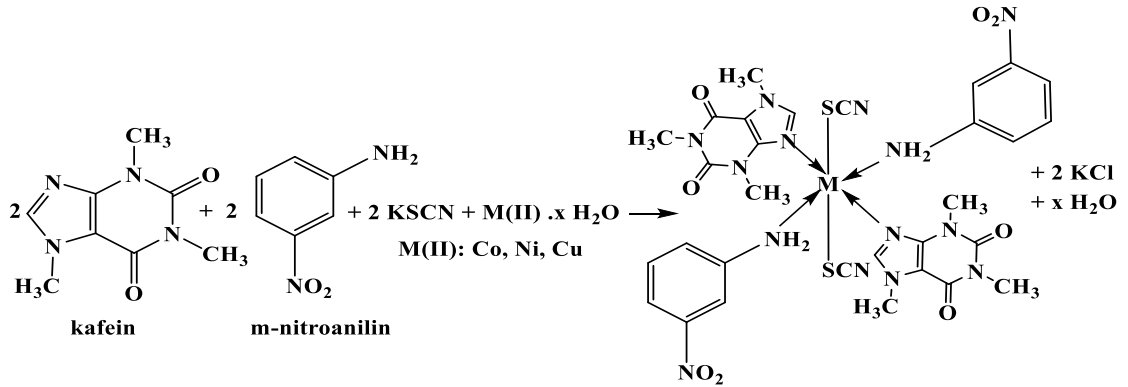
[Co(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₇H₈N₄O₂)₂(SCN)₂] (XIII): Turuncu, Verim (%): 85.25, IUPAC adı: Bis(kafein)bis(teofilin)ditiyosiyanatokobalt(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 924.008, Erime Noktası (°C): 165, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 19.72, Magnetik Moment (BM): 4.23, Kütle (m/z): 924.01.

[Ni(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₇H₈N₄O₂)₂(SCN)₂] (XIV): Mavi, Verim (%): 87, IUPAC adı: Bis(kafein)bis(teofilin)ditiyosiyanatonikel(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 923.768, Erime Noktası (°C): 201, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 18.82, Magnetik Moment (BM): 2.14, Kütle (m/z): 923.77.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₇H₈N₄O₂)₂(SCN)₂] (XV): Sarı, Verim (%): 78, IUPAC adı: Bis(kafein)bis(teofilin)ditiyosiyanatobakır(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 928.618, Erime Noktası (°C): 245, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 19.011, Magnetik Moment (BM): 2.03, Kütle (m/z): 928.62.

4.1.7. Kafeinin m-nitroanilin ve KSCN varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi

0.388 g kafeinin 10 ml suda 0.276 g m-nitroanilin ve 10 ml suda 0.194 g KSCN içeren çözeltileri eklenerek karıştırıldı. Üzerine damla damla 0.238 g CoCl₂.6H₂O'un 10 ml sudaki çözeltisi eklenerek 80-85°C'te 3 saat reflux yapıldı. Aynı deney hesaplanan miktarlarda NiCl₂.6H₂O, CuCl₂.2H₂O ve nano CuO ile tekrar edildi.

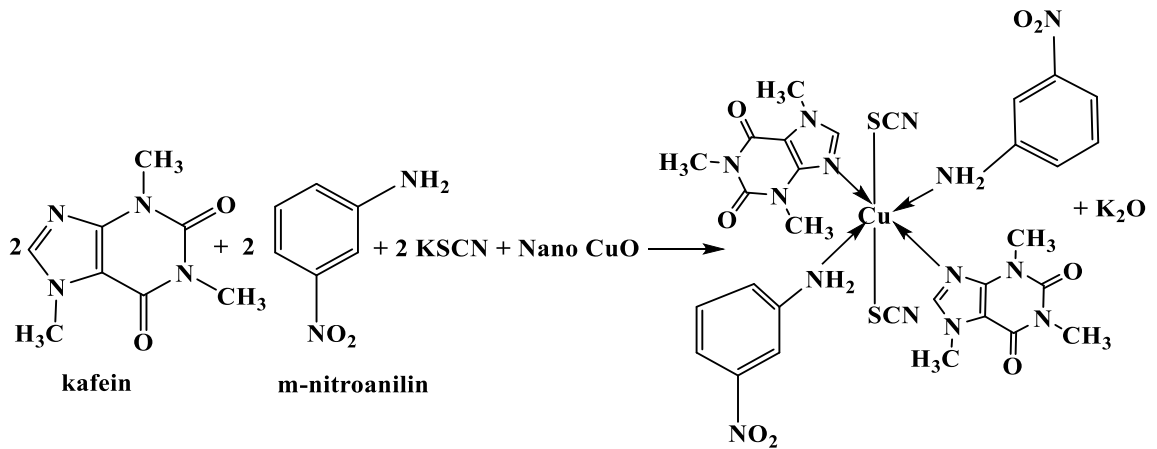


Şekil 4.9. Kafeinin m-nitroanilin ve KSCN varlığında Co(II), Ni(II) ve Cu(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.

[Co(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₆H₆N₂O₂)₂(SCN)₂] (XVI): Yeşil, Verim (%): 83, IUPAC adı: Bis(kafein)bis(m-nitroanilin)ditiyosiyanatokobalt(II), Molekül Ağırlığı (g/mol): 839.958, Erime Noktası (°C): 168, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 17.6, Manyetik moment (BM): 4.29, Kütle (m/z): 839.96.

[Ni(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₆H₆N₂O₂)₂(SCN)₂] (XVII): Koyu Yeşil, Verim (%): 82.8, IUPAC adı: Bis(kafein)bis(m-nitroanilin)ditiyosiyanatonikel(II), Molekül ağırlığı (g/mol): 839.719, Erime Noktası (°C): 172, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 17.8, Manyetik moment (BM): 2.34, Kütle (m/z): 839.72.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₆H₆N₂O₂)₂(SCN)₂] (XVIII): Sarı, Verim (%): 79.8, IUPAC adı: Bis(kafein)bis(m-nitroanilin)ditiyosiyanatobakır(II), Molekül ağırlığı (g/mol): 844.568, Erime Noktası (°C): 213, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 18.1, Manyetik moment (BM): 2.42, Kütle (m/z): 844.57.

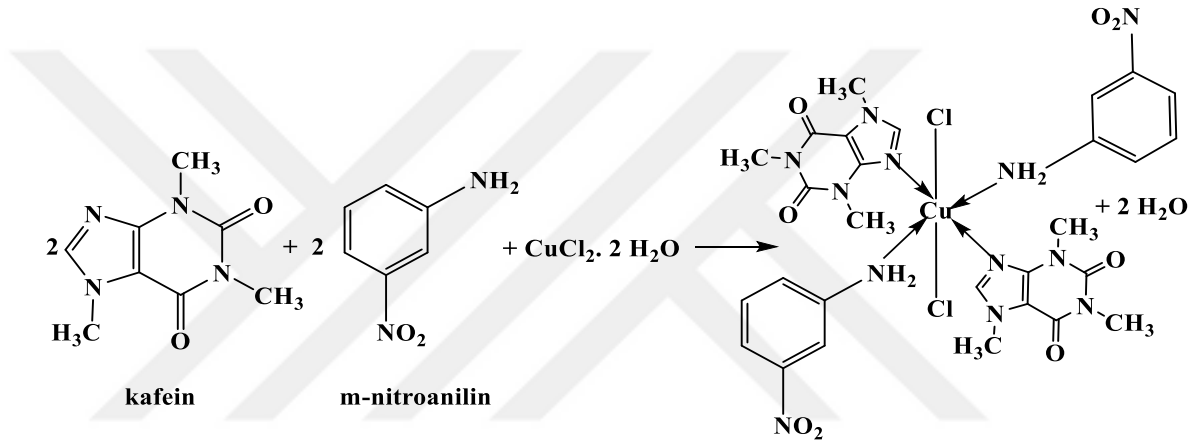


Şekil 4.10. Kafeinin m-nitroanilin ve KSCN varlığında nano Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₆H₆N₂O₂)₂(SCN)₂] (XIX): Turuncu, Verim (%): 77, IUPAC adı: Bis(kafein)bis(m-nitroanilin)ditiyosiyanatobakır(II), Molekül ağırlığı (g/mol): 844.568, Erime Noktası (°C): 186, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 18.22, Manyetik moment (BM): 2.26, Kütle (m/z): 844.57.

4.1.8. Kafeinin m-nitroanilin varlığında Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi

0.388 g kafeinin 10 ml sudaki çözeltisine 0.276 g m-nitroanilin eklendi. Üzerine damla damla 0.170g CuCl₂.2H₂O'un 10 ml sudaki çözeltisi eklenerek 80-85°C'te 3 saat reflux yapıldı. Oluşan kristeller suyla yıkanarak kurutuldu.

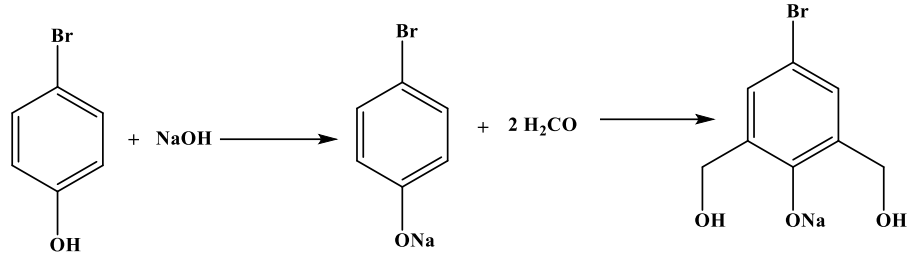


Şekil 4.11. Kafeinin m-nitroanilin varlığında Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi.

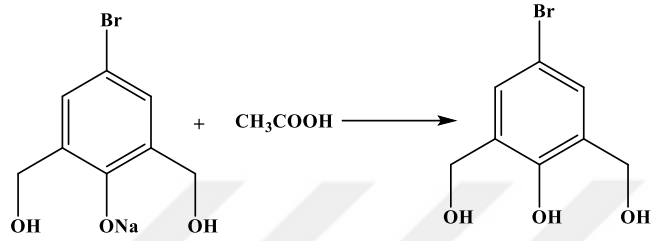
[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₆H₆N₂O₂)₂(Cl)₂] (XX): Yeşil, Verim (%): 75, IUPAC adı: Bis(kafein)diklorobis(m-nitroanilin)bakır(II), Molekül ağırlığı (g/mol): 799.20, Erime Noktası (°C): 173, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 17.65, Manyetik moment (BM): 2.19, Kütle (m/z): 799.20.

4.1.9. BBHMP eldesi

1g NaOH içeren 4 ml sulu çözeltiye oda sıcaklığında 4.31g p-bromfenol eklendi ve yarım saat magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Daha sonra, %35'lik formaldehit'ten 4.25ml katıldı ve 7 gün süreyle reflux yapıldı. Elde edilen çok açık sarı renkli çökelti suda çözüldü ve asetik asitle çözeltinin pH'ı 5 yapıldı. Elde edilen beyaz çökelek süzülerek dietileter ve su ile yıkanarak kurutuldu (Şuözer, 2016).



Şekil 4.12. Sodyum p-brom-2,6-bis(hidroksimetil)fenolün eldesi.

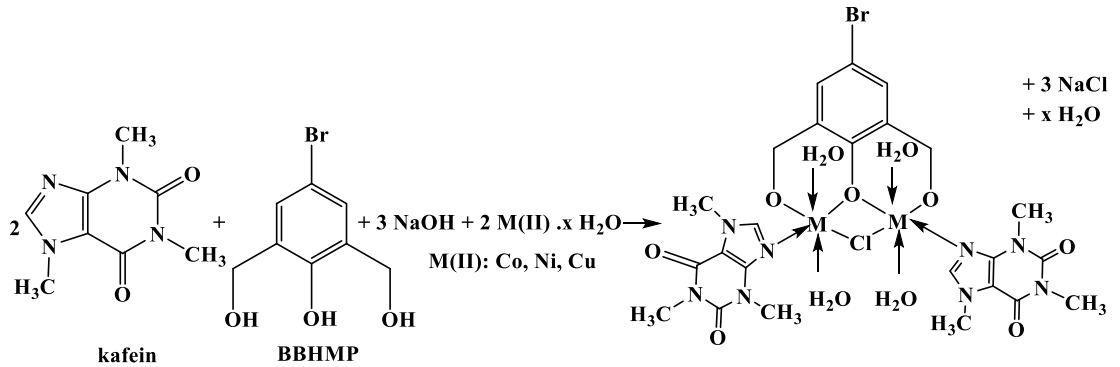


Şekil 4.13. BBHMP (L¹) eldesi.

C₈H₅O₃Br (BBHMP): Beyaz, Reaksiyon Verimi (%): 87, Molekül Ağırlığı (g/mol): 233, Erime Noktası (°C): 150, UV-Visible: 246, 353, Kütle (*m/z*): 915.40.

4.1.10. Kafeinin BBHMP varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi

0.233 g BBHMP 10 ml sudaki çözeltisine 0.12 g NaOH eklendi. Üzerine 0.388 g kafeinin 10 ml sudaki çözeltisi ve 0.476 g CoCl₂.6H₂O eklenerek 80-85°C'te 3 saat reflux yapıldı. Oluşan kristeller suyla yıkanarak kurutuldu. Aynı deney hesaplanan miktarlarda NiCl₂.6H₂O, CuCl₂.2H₂O ile tekrar edildi.



Şekil 4.14. Kafeinin BBHMP varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.

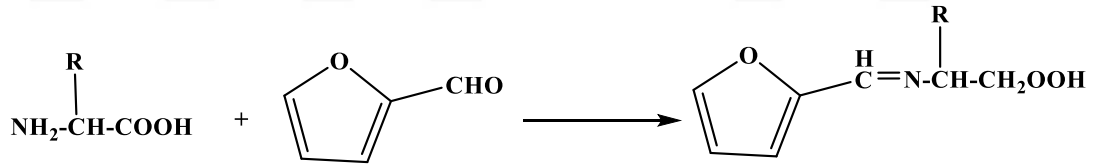
[Co₂(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₈H₂O₃Br)(H₂O)₄(Cl)] (XXI): Kahverengi, Verim (%): 76, Molekül Ağırlığı (g/mol): 843.74, Erime Noktası (°C): 149, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 19.33, Manyetik moment (BM): 4.28, Kütle (m/z): 843.71.

[Ni₂(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₈H₂O₃Br)(H₂O)₄(Cl)] (XXII): Kahverengi, Verim (%): 79, Molekül Ağırlığı (g/mol): 843.26, Erime Noktası (°C): 155, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 18.52, Manyetik moment (BM): 2.46, Kütle (m/z): 842.22.

[Cu₂(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₈H₂O₃Br)(H₂O)₄(Cl)] (XXIII): Yeşil, Verim (%): 75, Molekül Ağırlığı (g/mol): 852.96, Erime Noktası (°C): 203, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 18.49, Manyetik moment (BM): 2.34, Kütle (m/z): 852.91.

4.1.11. Furfuraldehit varlığında aminoasitlerin Schiff bazlarının eldesi

Aminoasitlerden 1'er mol L-Asparagin (Asp), L-Fenil alanin (FA) ve L-Glutaminin (Glu) 50 ml metil alkoldeki çözeltilerine 50'er ml metil alkolde 1 mol furfuraldehit içeren çözeltisi eklendi ve 3 saat süreyle reflux yapıldı. Daha sonra çözeltiler Rotary evaporatorde dörtte bir oranında buharlaştırıldı ve n-heptan eklenerek kristallendirildi, süzüldü, dietileter ve su ile yıkandı (Şakıyan, 2006; Şakıyan, 2016).



Şekil 4.15. Furfuraldehit varlığında aminoasitlerin Schiff bazlarının eldesi.

İmin 1 (C₉H₁₀O₄N₂): Sarı, Reaksiyon Verimi (%): 82, Molekül Ağırlığı (g/mol): 210, Erime Noktası (°C): 219, Elementel Tayin (%): Hesaplanan: 51.42 C, 4.75 H, 30.47 O, 13.32 N; Elde edilen: 51.38 C, 4.72 H, 30.44 O, 13.28 N, ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ: 9.31 (COOH), 7.71 (HC=N), 7.37 (NH₂), 6.51 (İndol-CH), 3.67 (CH), 1.8-2.2 (CH₂), ¹³C (75 MHz, CDCl₃) δ: 151 (C₁), 125 (C₂), 111 (C₃), 149 (C₄), 180 (C₅), 52 (C₆), 175 (C₇), 31 (C₈), 173 (C₉), FT-IR (cm⁻¹): 3404 ν(OH), 1665 ν(COO), 1632 ν(C=O), 1547 ν(C=C), UV-Visible: 407, 304, 247, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 3.7.

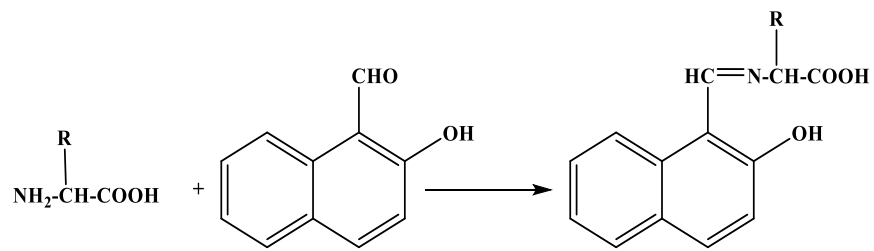
İmin 2 (C₁₄H₁₃O₃N): Sarı, Reaksiyon Verimi (%): 86, Molekül Ağırlığı (g/mol): 243, EN. (°C): 223, Elementel Tayin (%): Hesaplanan: 69.12 C, 5.34 H, 19.74 O, 5.75 N; Elde edilen: 69.07 C, 5.29 H, 19.68 O, 5.69 N, ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ: 9.22

(COOH), 7.76 (HC=N), 6.3-7.3 (Ar-CH), 6.3-7.3 (İndol-CH), 3.81 (CH), 2.5-2.8 (CH₂), ¹³C NMR (75 MHz, CDCl₃) δ: 151 (C₁), 125 (C₂), 111 (C₃), 149 (C₄), 180 (C₅), 52 (C₆), 175 (C₇), 33 (C₈), 137 (C₉), 131 (C₁₀), 133 (C₁₁), 129 (C₁₂), 133 (C₁₃), 131 (C₁₄), FT-IR (cm⁻¹): 3069 ν(OH), 1708 ν(COO), 1638 ν(C=O), 1546 ν(C=C), UV-Visible: 404, 305, 249. İletkenlik: (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 8.5.

İmin 3 (C₁₀H₁₂O₄N₂): Sarı, Reaksiyon Verimi (%): 90, Molekül Ağırlığı (g/mol): 224, Erime Noktası (°C): 181, Elementel Tayin (%): Hesaplanan: 53.56 C, 5.35 H, 28.56 O, 12.4 N; Elde edilen: 53.50 C, 5.31 H, 28.53 O, 12.46 N, ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ: 9.30 (COOH), 7.70 (HC=N), 7.36 (NH₂), 6.51 (İndol-CH), 3.65 (CH), 1.79-2.2 (CH₂), ¹³C NMR (75 MHz, CDCl₃) δ: 151 (C₁), 125 (C₂), 111 (C₃), 149 (C₄), 180 (C₅), 51 (C₆), 175 (C₇), 31 (C₈), 27 (C₉), 171 (C₁₀), FT-IR (cm⁻¹): 3402 ν(OH), 1736 ν(COO), 1620 ν(C=O), 1585 ν(C=C), UV-Visible: 387, 305, 249, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 9.6.

4.1.12. 2-hidroksi-1-naftaldehit varlığında aminoasitlerin Schiff bazlarının eldesi

Aminoasitlerden 1'er mol L-Asparagin (Asp), L-Fenil alanin (FA) ve L-Glutaminin (Glu) 50 ml metil alkoldeki çözeltilerine 50'şer ml metil alkolde 1 mol 2-hidroksi-1-naftaldehit içeren çözeltileri ilave edildi ve 3 saat süreyle reflux edildi. Daha sonra çözeltiler Rotary evaporatorda dörtte bir oranında buharlaştırıldı ve n-heptan eklenerek kristallendirildi, süzüldü, dieter ve su ile yıkandı (Mc Auliffe, 1966; El Gahami vd., 2004; Sarı, 2003; Şakıyan, 2006; Dunbar, 2009; Jin, 2014).



Şekil 4.16. 2-hidroksi-1-naftaldehit varlığında aminoasitlerin Schiff bazlarının eldesi.

İmin 4 (C₁₃H₁₄O₃N₂): Sarı, Reaksiyon Verimi (%): 84, Molekül Ağırlığı (g/mol): 246, Erime Noktası (°C): 58, Elementel Tayin (%): Hesaplanan: 63.40 C, 5.68 H, 18.51 O, 11.37 N; Elde edilen: 63.38 C, 5.64 H, 19.46 O, 11.33 N, ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ: 9.21 (COOH), 7.62 (HC=N), 7.30 (NH₂), 6.4-7.2 (Ar-CH), 3.88 (CH), 2.7-3.1 (CH₂), ¹³C NMR (75 MHz, CDCl₃) δ: 108 (C₁), 164 (C₂), 118 (C₃), 138 (C₄), 122 (C₅), 120

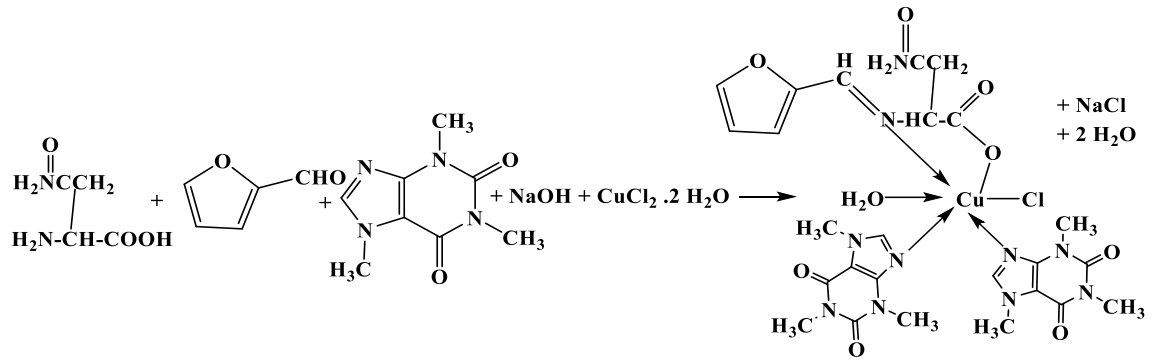
(C₆), 128 (C₇), 117 (C₈), 129 (C₉), 124 (C₁₀), 192 (C₁₁), 51 (C₁₂), 174 (C₁₃), 33 (C₁₄), 170 (C₁₅), FT-IR (cm⁻¹): 3369 ν (OH), 1735 ν (COO), 1620 ν (C=O), 1556 ν (C=C), UV-Visible: 360, 301, 244, İletkenlik ($\Omega^{-1}\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$): 10.2

İmin 5 (C₂₀H₁₇O₃N): Sarı, Reaksiyon Verimi (%): 83, Molekül Ağırlığı (g/mol): 319, Erime Noktası (°C): 79, Elementel Tayin (%): Hesaplanan: 75.22 C, 5.32 H, 15.04 O, 4.38 N; Elde edilen: 75.18 C, 5.28 H, 15.00 O, 4.32 N, ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ : 9.21 (COOH), 7.76 (HC=N), 6.3-7.3 (Ar-CH), 6.3-7.3 (İndol-CH), 3.81 (CH), 2.5-2.8 (CH₂), ¹³C NMR (75 MHz, CDCl₃) δ : 108 (C₁), 164 (C₂), 116 (C₃), 138 (C₄), 124 (C₅), 118 (C₆), 128 (C₇), 115 (C₈), 129 (C₉), 126 (C₁₀), 192 (C₁₁), 53 (C₁₂), 174 (C₁₃), 31 (C₁₄), 55 (C₁₅), 122 (C₁₆), 125 (C₁₇), 120 (C₁₈), 125 (C₁₉), 122 (C₂₀), FT-IR (cm⁻¹): 3403 ν (OH), 1736 ν (COO), 1660 ν (C=O), 1582 ν (C=C), UV-Visible: 405, 305, 244, İletkenlik ($\Omega^{-1}\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$): 14.6.

İmin 6 (C₁₄H₁₆O₃N₂): Sarı, Reaksiyon Verimi (%): 86, Molekül Ağırlığı (g/mol): 260, Erime Noktası (°C): 64, Elementel Tayin (%): Hesaplanan: 64.60 C, 6.14 H, 18.45 O, 10.76 N; Elde edilen: 64.58 C, 6.10 H, 18.43 O, 10.72 N, ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ : 9.20 (COOH), 7.61 (HC=N), 7.30 (NH₂), 6.4-7.2 (Ar-CH), 3.87 (CH), 2.7-3.1 (CH₂), ¹³C NMR (75 MHz, CDCl₃) δ : 108 (C₁), 164 (C₂), 118 (C₃), 138 (C₄), 124 (C₅), 122 (C₆), 128 (C₇), 120 (C₈), 129 (C₉), 126 (C₁₀), 194 (C₁₁), 54 (C₁₂), 174 (C₁₃), 35 (C₁₄), 27 (C₁₅), 173 (C₁₆), FT-IR (cm⁻¹): 3379 ν (OH), 1735 ν (COO), 1679 ν (C=O), 1642 ν (C=C), UV-Visible: 361, 305, 246, İletkenlik ($\Omega^{-1}\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$): 14.9.

4.1.13. Kafeinin imin 1 varlığında Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi

0.04 g NaOH'in 10 ml etanol içindeki çözeltisine oda sıcaklığında L-asparaginden 0.132 g eklenerek 30 dakika karıştırıldı. Daha sonra 0.194 g kafein içeren 9 ml sulu çözelti ve 0.08 ml furfuraldehit ilave edildi. Çözelti yaklaşık 3 dakika magnetik karıştırıcı altında karıştırıldıktan sonra üzerine 0.170 g CuCl₂.2H₂O eklenerek oda sıcaklığında 3 saat karıştırıldı.

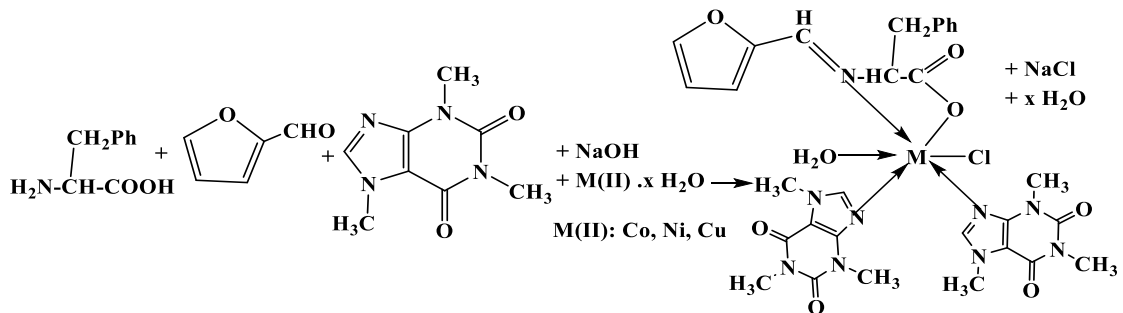


Şekil 4.17. Kafeinin imin 1 varlığında Bakır(II) kompleks bileşiğinin eldesi.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₉H₉O₄N₂)(H₂O)(Cl)] (XXIV): Mavi, Verim (%): 77.23, Molekül Ağırlığı (g/mol): 714.42, Erime Noktası (°C): 218, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 18.56, Manyetik moment (BM): 2.45, Kütle (*m/z*): 714.40.

4.1.14. Kafeinin imin 2 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi

0.04 g NaOH'in 10 ml etanol içindeki çözeltisine 0.165 g L-fenil alanin eklenerek karıştırıldı. Üzerine 0.08 ml furfuraldehit, 0.194 g kafeinin 10 ml sudaki çözeltisi ve 0.238 g CoCl₂.6H₂O eklenerek oda sıcaklığında 3 saat karıştırıldı. Aynı deney hesaplanan miktarlarda NiCl₂.6H₂O, CuCl₂.2H₂O ile tekrar edildi.



Şekil 4.18. Kafeinin imin 2 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.

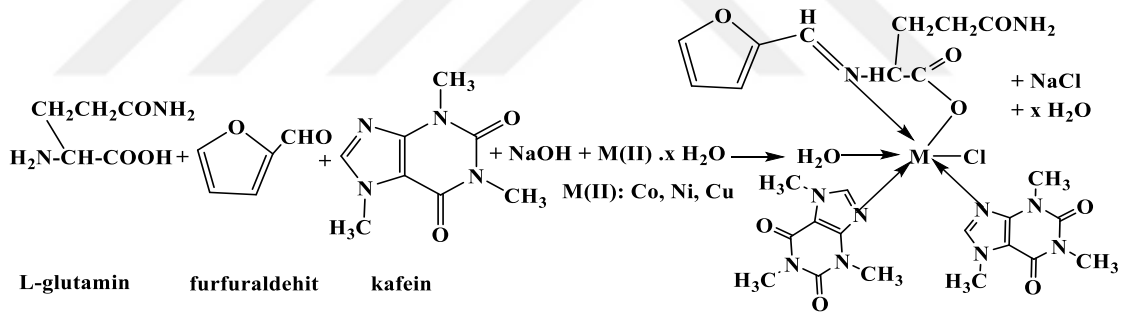
[Co(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₁₄H₁₂O₃N)(H₂O)(Cl)] (XXV): Çok açık sarı, Verim (%): 81, Molekül Ağırlığı (g/mol): 742.81, Erime Noktası (°C): 1872, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 20.2, Manyetik moment (BM): 4.25, Kütle (*m/z*): 742.80.

[Ni(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₁₄H₁₂O₃N)(H₂O)(Cl)] (XXVI): Çok açık mavi Verim (%): 81.8, Molekül Ağırlığı (g/mol): 742.57, Erime Noktası (°C): 194, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 20.6, Manyetik moment (BM): 2.47, Kütle (m/z): 742.55.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₁₄H₁₂O₃N)(H₂O)(Cl)] (XXVII): Mavi, Verim (%): 85.2, Molekül Ağırlığı (g/mol): 747.42, Erime Noktası (°C): 216, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 19.27, Manyetik moment (BM): 2.38, Kütle (m/z): 747.40.

4.1.15. Kafeinin imin 3 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi

0.04 g NaOH'ın 10 ml etanol içindeki çözeltisine 0.146 g L-glutamin, 0.08 ml furfuraldehit ve 0.194 g kafeinin yaklaşık 9 ml sudaki çözeltisi eklendi, 3 dakika magnetik karıştırıcı altında karıştırıldı. Bu çözelti üzerine 0.238 g CoCl₂.6H₂O eklenerek oda sıcaklığında 3 saat karıştırıldı. Oluşan kristeller suyla yıkanarak kurutuldu. Aynı deney hesaplanan miktarlarda NiCl₂.6H₂O, CuCl₂.2H₂O ile tekrar edildi.



Şekil 4.19. Kafeinin imin 3 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.

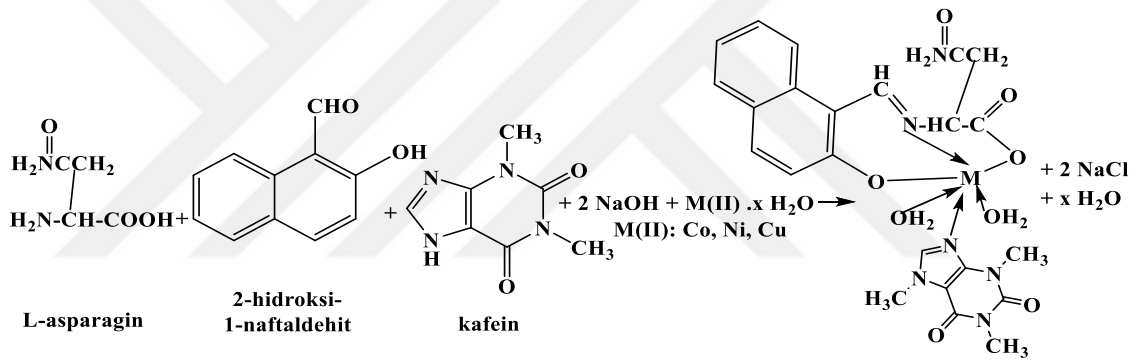
[Co(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₁₀H₁₁O₄N₂)(H₂O)(Cl)] (XXVIII): Mor, Verim (%): 82.7, Molekül Ağırlığı (g/mol): 723.81, Erime Noktası (°C): 178, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 19.82, Manyetik moment (BM): 4.28, Kütle (m/z): 723.80.

[Ni(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₁₀H₁₁O₄N₂)(H₂O)(Cl)] (XXIX): Yeşil, Verim (%): 83.1, Molekül Ağırlığı (g/mol): 723.57, Erime Noktası (°C): 182, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 19.95, Manyetik moment (BM): 2.56, Kütle (m/z): 723.55.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)₂(C₁₀H₁₁O₄N₂)(H₂O)(Cl)] (XXX): Mavi, Verim (%): 79.8, Molekül Ağırlığı (g/mol): 723.42, Erime Noktası (°C): 221, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 20.22, Manyetik moment (BM): 2.42, Kütle (m/z): 723.43.

4.1.16. Kafeinin imin 4 varlığında Kobalt(II), Nikel(II), Bakır(II) ve Palladyum(II) kompleks bileşiklerinin eldesi

0.08 g NaOH'in 10 ml etanol içindeki çözeltisine 0.132 g L-asparagin, 0.172 g 2-hidroksi-1-naftaldehit ve 0.194 g kafeinin 9 ml sudaki çözeltisi eklendi, 3 dakika magnetik karıştırıcı altında karıştırıldı. Bu çözelti üzerine 0.238 g CoCl₂.6H₂O eklenerek oda sıcaklığında 3 saat karıştırıldı. Oluşan kristeller suyla yıkanarak kurutuldu. Aynı deney hesaplanan miktarlarda NiCl₂.6H₂O, CuCl₂.2H₂O ve PdCl₂ ile tekrar edildi.

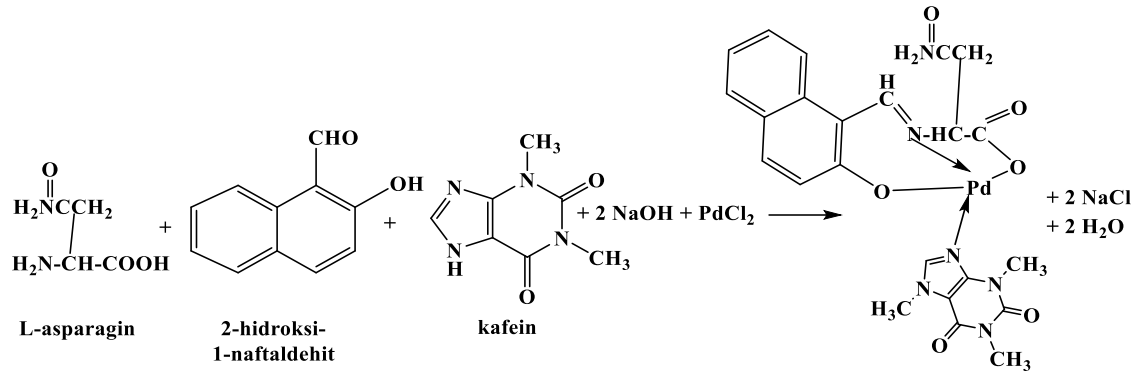


Şekil 4.20. Kafeinin imin 4 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.

[Co(C₈H₁₀N₄O₂)(C₁₃H₁₂O₃N₂)(H₂O)₂] (XXXI): Hardal renkli, Verim (%): 78.2, Molekül Ağırlığı (g/mol): 573.12, Erime Noktası (°C): 165, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 20.34, Manyetik moment (BM): 4.37, Kütle (m/z): 573.10.

[Ni(C₈H₁₀N₄O₂)(C₁₃H₁₂O₃N₂)(H₂O)₂] (XXXII): Yeşil, Verim (%): 79.3, Molekül Ağırlığı (g/mol): 572.88, Erime Noktası (°C): 174, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 20.42, Manyetik moment (BM): 2.53, Kütle (m/z): 572.90.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)(C₁₃H₁₂O₃N₂)(H₂O)₂] (XXXIII): Yeşil, Verim (%): 80.1, Molekül Ağırlığı (g/mol): 577.73, Erime Noktası (°C): 232, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 20.26, Manyetik moment (BM): 2.48, Kütle (m/z): 577.70.

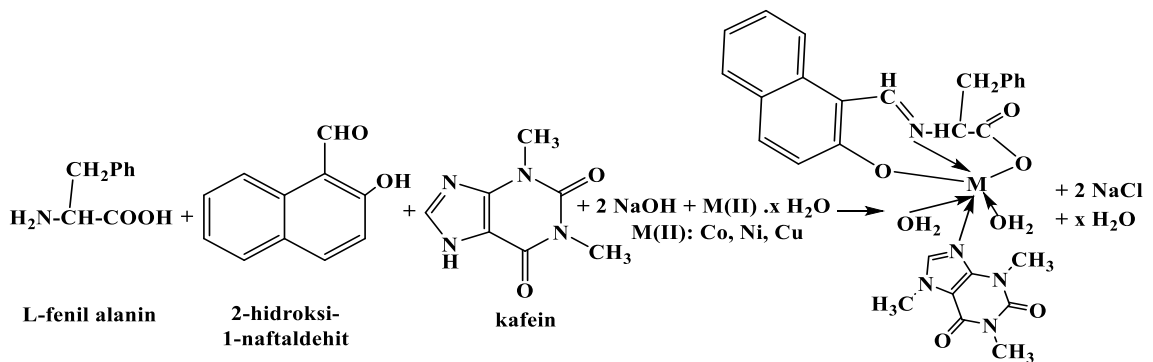


Şekil 4.21. Kafeinin imin 4 varlığında Palladyum(II) kompleks bileşiğinin eldesi.

[Pd(C₈H₁₀N₄O₂)(C₁₃H₁₂O₃N₂)] (XXXIV): Yeşil, Verim (%): 76, Molekül Ağırlığı (g/mol): 584.61, Erime Noktası (°C): 245, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 21.32, Manyetik moment (BM): 0, Kütle (m/z): 584.60.

4.1.17. Kafeinin imin 5 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi

0.08 g NaOH'in 10 ml etanol içindeki çözeltisine 0.165 g L-fenil alanin, 0.172 g 2-hidroksi-1naftaldehit ve 0.194 g kafeinin 9 ml sudaki çözeltisi eklendi, 3 dakika magnetik karıştırıcı altında karıştırıldı. Bu çözelti üzerine 0.238 g CoCl₂.6H₂O eklenerek oda sıcaklığında 3 saat karıştırıldı. Oluşan kristeller suyla yıkanarak kurutuldu. Aynı deney hesaplanan miktarlarda NiCl₂.6H₂O, CuCl₂.2H₂O ile tekrar edildi.



Şekil 4.22. Kafeinin imin 5 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.

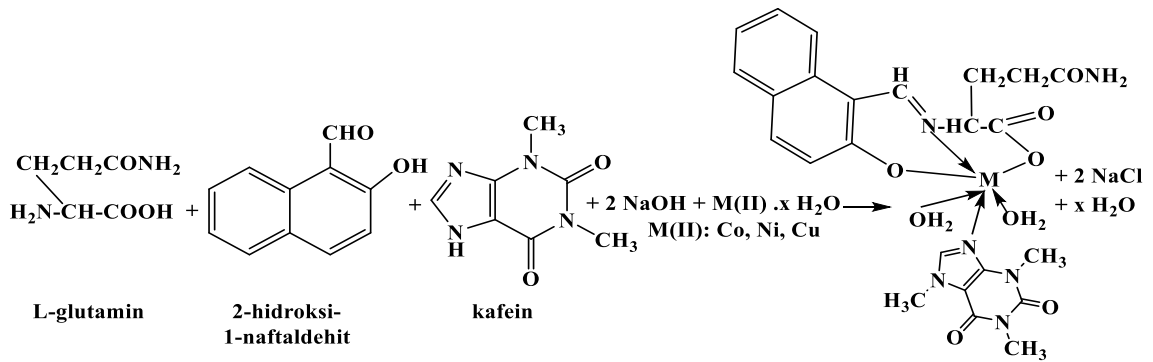
[Co(C₈H₁₀N₄O₂)(C₂₀H₁₅O₃N)(H₂O)₂] (XXXV): Açık Kahverengi, Verim (%): 83.4, Molekül Ağırlığı (g/mol): 606.12, Erime Noktası (°C): 175, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 18.32, Manyetik moment (BM): 4.51, Kütle (*m/z*): 606.10.

[Ni(C₈H₁₀N₄O₂)(C₂₀H₁₅O₃N)(H₂O)₂] (XXXVI): Açık Yeşil, Verim (%): 82.26, Molekül Ağırlığı (g/mol): 605.88, Erime Noktası (°C): 183, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 18.26, Manyetik moment (BM): 2.36, Kütle (*m/z*): 605.80.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)(C₂₀H₁₅O₃N)(H₂O)₂] (XXXVII): Koyu yeşil, Verim (%): 83.2, Molekül Ağırlığı (g/mol): 610.73, Erime Noktası (°C): 224, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 19.21, Manyetik moment (BM): 2.41, Kütle (*m/z*): 610.71.

4.1.18. Kafeinin imin 6 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi

0.08 g NaOH'in 10 ml etanol içindeki çözeltisine 0.146 g L-glutamin, 0.172 g 2-hidroksi-1-naftaldehit ve 0.194 g kafeinin 9 ml sudaki çözeltisi eklendi, 3 dakika magnetik karıştırıcı altında karıştırıldı. Bu çözelti üzerine 0.238 g CoCl₂.6H₂O eklenerek oda sıcaklığında 3 saat karıştırıldı. Oluşan kristeller suyla yıkanarak kurutuldu. Aynı deney hesaplanan miktarlarda NiCl₂.6H₂O, CuCl₂.2H₂O ile tekrar edildi.



Şekil 4.23. Kafeinin imin 6 varlığında Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin eldesi.

[Co(C₈H₁₀N₄O₂)(C₁₄H₁₄O₃N₂)(H₂O)₂] (XXXVIII): Hardal renkli, Verim (%): 78.9, Molekül Ağırlığı (g/mol): 587.12, Erime Noktası (°C): 185, İletkenlik (Ω⁻¹cm²mol⁻¹): 19.32, Manyetik moment (BM): 4.61, Kütle (*m/z*): 587.10.

[Ni(C₈H₁₀N₄O₂)(C₁₄H₁₄O₃N₂)(H₂O)₂] (XXXIX): Açık yeşil, Verim (%): 78.7, Molekül Ağırlığı (g/mol): 586.88, Erime Noktası (°C): 197, İletkenlik ($\Omega^{-1}\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$): 18.95, Manyetik moment (BM): 2.47, Kütle (m/z): 586.87.

[Cu(C₈H₁₀N₄O₂)(C₁₄H₁₄O₃N₂)(H₂O)₂] (XXXX): Yeşil, Verim (%): 77.2, Molekül Ağırlığı (g/mol): 591.73, Erime Noktası (°C): 231, İletkenlik ($\Omega^{-1}\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$): 18.87, Manyetik moment (BM): 2.51, Kütle (m/z): 591.70.



BÖLÜM 5

SONUÇLAR VE TARTIŞMA

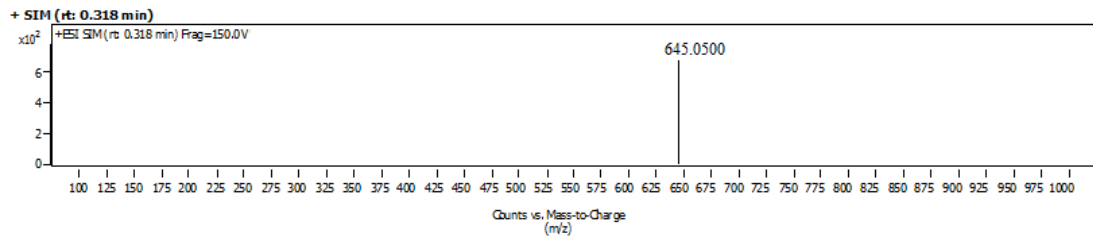
5.1. Elde Edilen Komplekslerin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi

Sentezlenen koordinasyon bileşiklerinin erime noktaları, ligandların erime noktalarından farklıdır. 25 °C’de sentezlenen kompleks bileşiklerin 1×10^{-3} mol/L konsantrasyonlu DMSO içinde bulunan ölçülen molar iletkenlikleri 9-24 $\text{ohm}^{-1} \text{mol}^{-1} \text{cm}^2$ (Geary, 1971; Kettle, 1975) aralığındadır. Bulunan sonuçlar bu aralıkta olduğundan kompleksler elektrolit olmayan özelliktedir. Elde edilen kompleks bileşiklerde kovalent ve iyonik bağların yanı sıra ligandlar üzerindeki serbest elektron çiftlerinin merkez metal atomu yada iyonuna verilmesiyle oluşan koordine kovalent bağlarda vardır. Hesaplanan manyetik moment (Nicholls, 1973) değerlerinde Co(II), Ni(II) ve Cu(II) kompleks bileşiklerinde oktahedral yapıları desteklerken Pt(II) ve Pd(II) kompleks bileşiklerinde karedüzlem yapıları desteklemektedir. Elde edilen kompleksler için önerilen kapalı formülleri sırasıyla, oktahedral yapıda olanlar için I no’lu kompleks bileşik $[\text{Co}(\text{CA})_2(8\text{-Q})(\text{Cl})(\text{H}_2\text{O})]$, II no’lu kompleks bileşik $[\text{Ni}(\text{CA})_2(8\text{-Q})(\text{Cl})(\text{H}_2\text{O})]$, V no’lu kompleks bileşik $[\text{Co}(\text{CA})_2(\text{P-BrPO})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, VI no’lu kompleks bileşik $[\text{Ni}(\text{CA})_2(\text{p-PBrO})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, VII no’lu kompleks bileşik $[\text{Cu}(\text{CA})_2(\text{p-BrPO})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, VIII no’lu kompleks bileşik $[\text{Cu}(\text{CA})_2(\text{en})_2(\text{SCN})_2]$, IX no’lu kompleks bileşik $[\text{Cu}(\text{CA})_2(\text{NA})_2(\text{SCN})_2]$, X no’lu kompleks bileşik $[\text{Co}(\text{CA})_2(\text{AD})(\text{SCN})_2]$, XI no’lu kompleks bileşik $[\text{Ni}(\text{CA})_2(\text{AD})(\text{SCN})_2]$, XII no’lu kompleks bileşik $[\text{Cu}(\text{CA})_2(\text{AD})(\text{SCN})_2]$, XIII no’lu kompleks bileşik $[\text{Co}(\text{CA})_2(\text{TP})_2(\text{SCN})_2]$, XIV no’lu kompleks bileşik $[\text{Ni}(\text{CA})_2(\text{TP})_2(\text{SCN})_2]$, XV no’lu kompleks bileşik $[\text{Cu}(\text{CA})_2(\text{TP})_2(\text{SCN})_2]$, XVI no’lu kompleks bileşik $[\text{Co}(\text{CA})_2(\text{m-NO}_2)_2(\text{SCN})_2]$, XVII

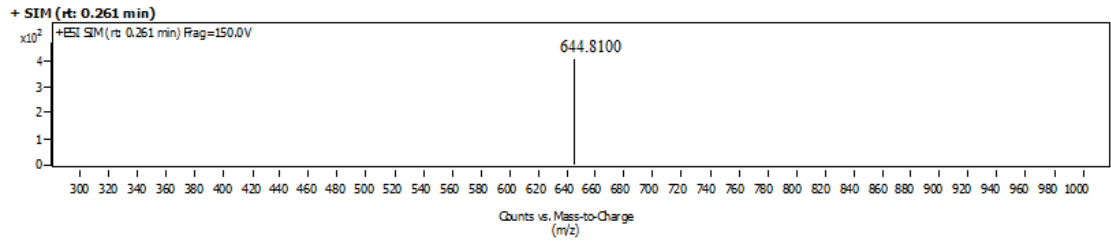
no'lu kompleks bileşik $[\text{Ni}(\text{CA})_2(\text{m-NO}_2)_2(\text{SCN})_2]$, XVIII no'lu kompleks bileşik $[\text{Cu}(\text{CA})_2(\text{m-NO}_2)_2(\text{SCN})_2]$, XIX no'lu kompleks $[\text{Cu}(\text{CA})_2(\text{m-NO}_2)_2(\text{SCN})_2]$, XX no'lu kompleks bileşik $[\text{Cu}(\text{CA})_2(\text{m-NO}_2)_2(\text{Cl})_2]$, XXI no'lu kompleks bileşik $[\text{Co}_2(\text{CA})_2(\text{BBHMP})(\text{H}_2\text{O})_4(\text{Cl})]$, XXII no'lu kompleks bileşik $[\text{Ni}_2(\text{CA})_2(\text{BBHMP})(\text{H}_2\text{O})_4(\text{Cl})]$, XXIII no'lu kompleks bileşik $[\text{Cu}_2(\text{CA})_2(\text{BBHMP})(\text{H}_2\text{O})_4(\text{Cl})]$, XXIV no'lu kompleks bileşik $[\text{Cu}(\text{CA})_2(\text{İmin 1})(\text{H}_2\text{O})(\text{Cl})]$, XXV no'lu kompleks bileşik $[\text{Co}(\text{CA})_2(\text{İmin 2})(\text{H}_2\text{O})(\text{Cl})]$, XXVI no'lu kompleks bileşik $[\text{Ni}(\text{CA})_2(\text{İmin 2})(\text{H}_2\text{O})(\text{Cl})]$, XXVII no'lu kompleks bileşik $[\text{Cu}(\text{CA})_2(\text{İmin 2})(\text{H}_2\text{O})(\text{Cl})]$, XXVIII no'lu kompleks bileşik $[\text{Co}(\text{CA})_2(\text{İmin 3})(\text{H}_2\text{O})(\text{Cl})]$, XXIX no'lu kompleks bileşik $[\text{Ni}(\text{CA})_2(\text{İmin 3})(\text{H}_2\text{O})(\text{Cl})]$, XXX no'lu kompleks $[\text{Cu}(\text{CA})_2(\text{İmin 3})(\text{H}_2\text{O})(\text{Cl})]$, XXXI no'lu kompleks $[\text{Co}(\text{CA})(\text{İmin 4})(\text{H}_2\text{O})_2]$, XXXII no'lu kompleks bileşik $[\text{Ni}(\text{CA})(\text{İmin 4})(\text{H}_2\text{O})_2]$, XXXIII no'lu kompleks bileşik $[\text{Cu}(\text{CA})(\text{İmin 4})(\text{H}_2\text{O})_2]$, XXXV no'lu kompleks bileşik $[\text{Co}(\text{CA})(\text{İmin 5})(\text{H}_2\text{O})_2]$, XXXVI no'lu kompleks bileşik $[\text{Ni}(\text{CA})(\text{İmin 5})(\text{H}_2\text{O})_2]$, XXXVII no'lu kompleks bileşik $[\text{Cu}(\text{CA})(\text{İmin 5})(\text{H}_2\text{O})_2]$, XXXVIII no'lu kompleks bileşik $[\text{Co}(\text{CA})(\text{İmin 6})(\text{H}_2\text{O})_2]$, XXXIX no'lu kompleks bileşik $[\text{Ni}(\text{CA})(\text{İmin 6})(\text{H}_2\text{O})_2]$, XXXX no'lu kompleks bileşik $[\text{Cu}(\text{CA})(\text{İmin 6})(\text{H}_2\text{O})_2]$ ve karedüzlem yapıda olmaları için III no'lu kompleks bileşik $[\text{Pd}(\text{CA})(8\text{-Q})(\text{Cl})]$, IV no'lu kompleks bileşik $[\text{Pt}(\text{CA})(8\text{-Q})(\text{Cl})]$, XXIV no'lu kompleks bileşik $[\text{Pd}(\text{CA})(\text{İmin 4})]$ şeklindedir. Sentezlenen kompleks bileşikler katı halde olup değişik renklerde dirler. Su hariç bazı organik çözücülerde çözünmektedirler.

5.2. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin LC-MS Grafiklerinin Değerlendirilmesi

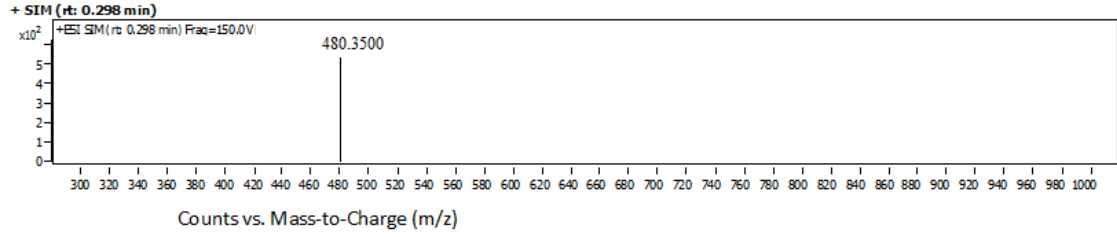
Sentezlenen kompleks bileşiklerin LC-MS spektrumları alındı. Bu spektrumların grafikleri Şekil 5.1 - Şekil 5.40'da gösterilmiştir.



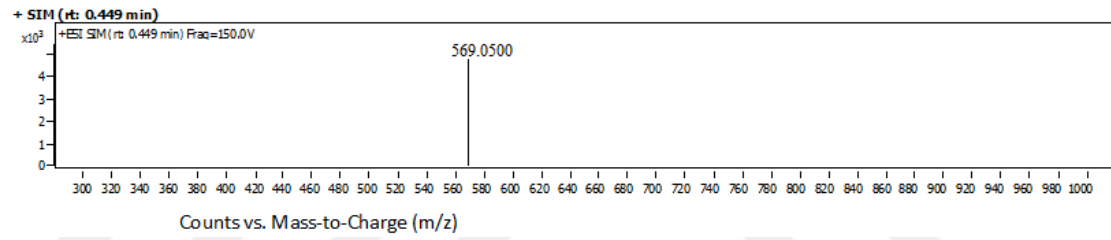
Şekil 5.1. I no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



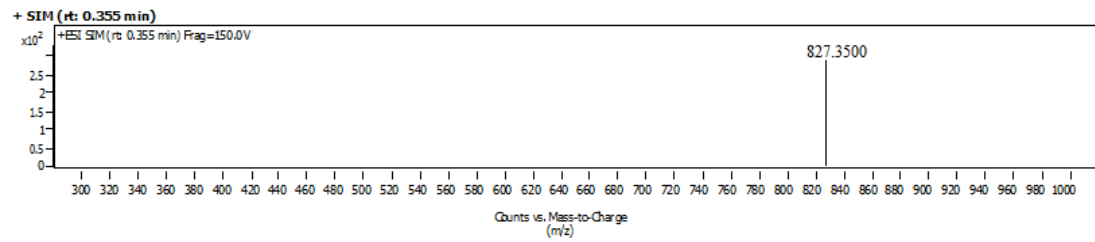
Şekil 5.2. II no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



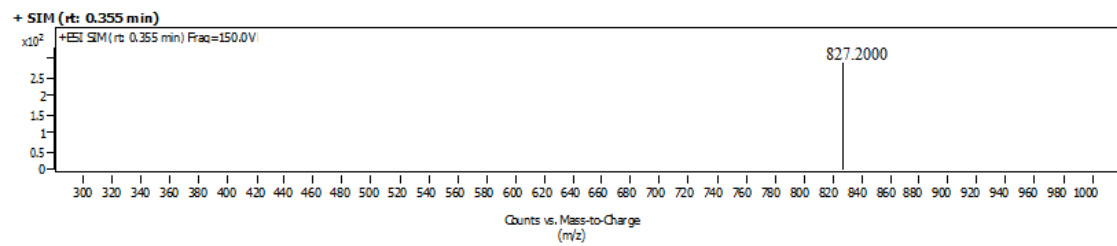
Şekil 5.3. III no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



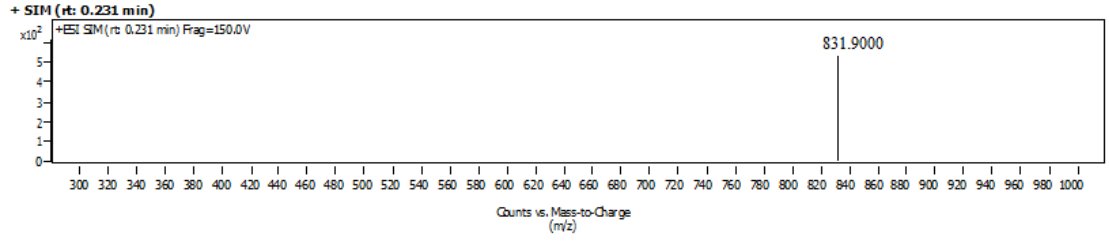
Şekil 5.4. IV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



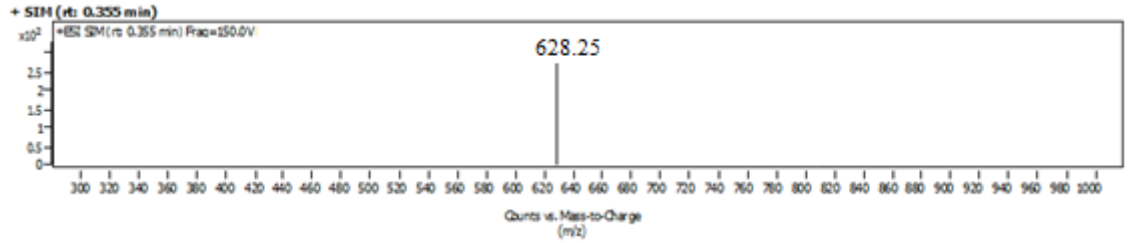
Şekil 5.5. V no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



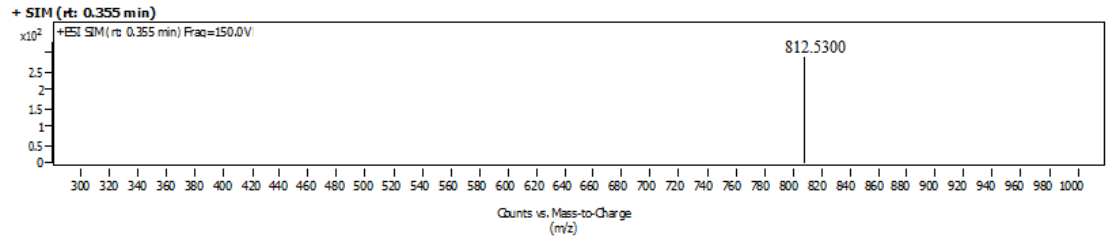
Şekil 5.6. VI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



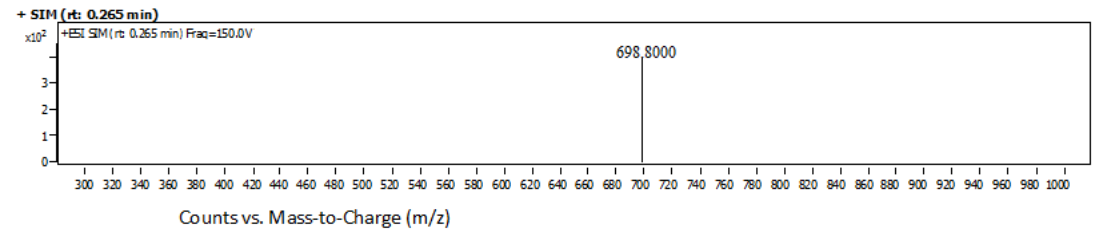
Şekil 5.7. VII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



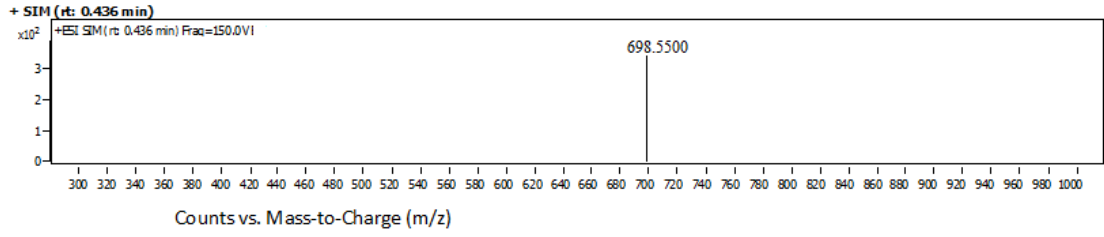
Şekil 5.8. VIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



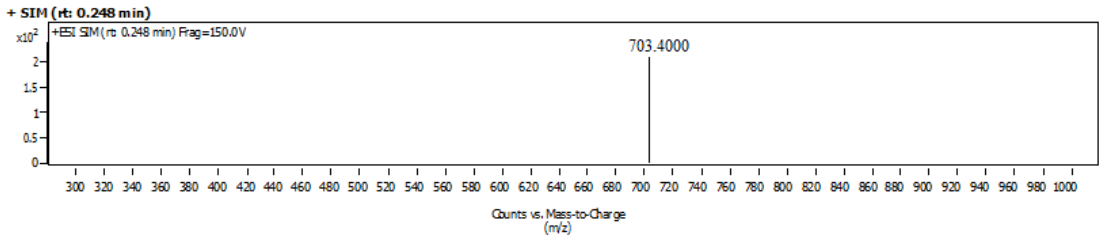
Şekil 5.9. IX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



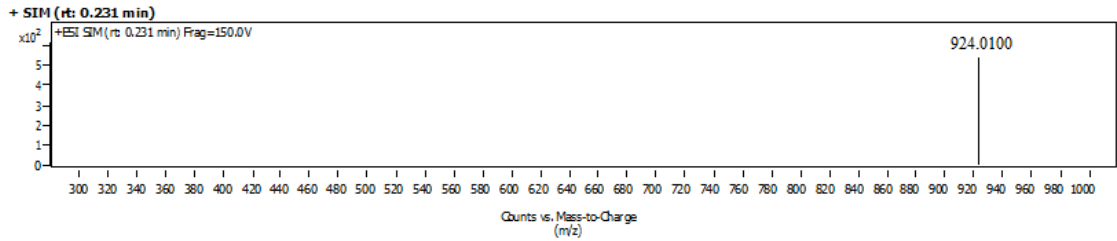
Şekil 5.10. X no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



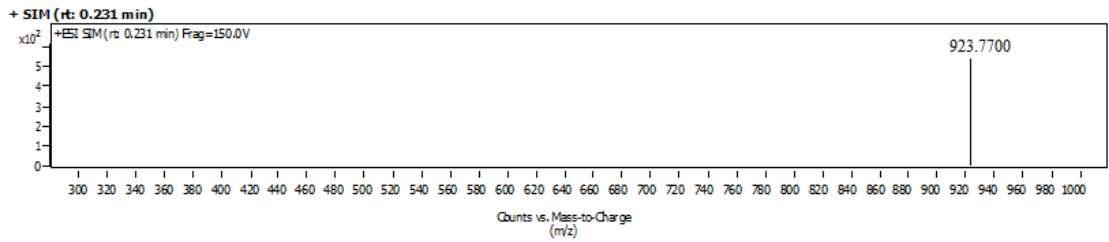
Şekil 5.11. XI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



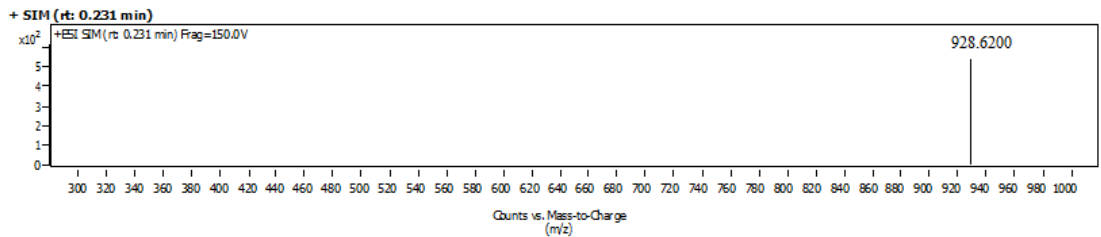
Şekil 5.12. XII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



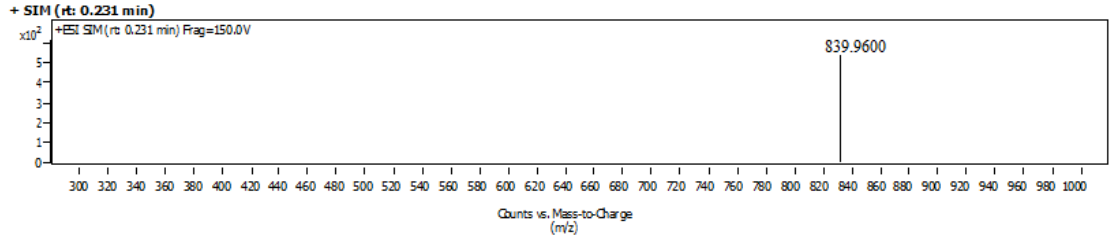
Şekil 5.13. XIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



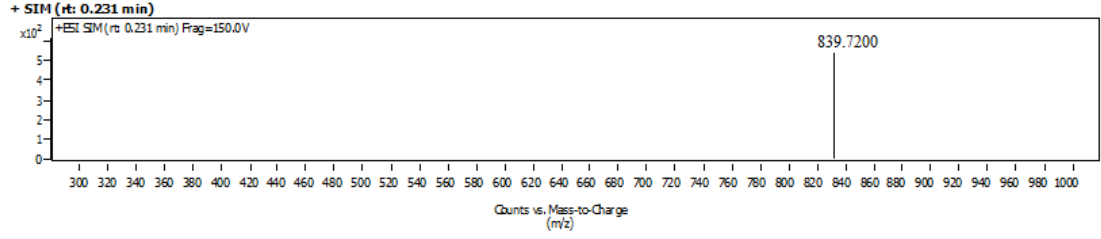
Şekil 5.14. XIV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



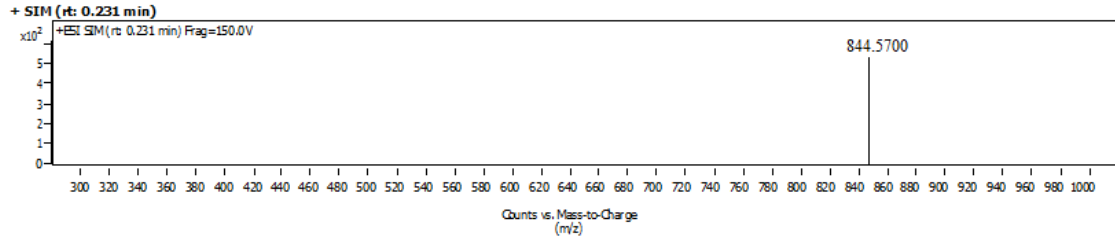
Şekil 5.15. XV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



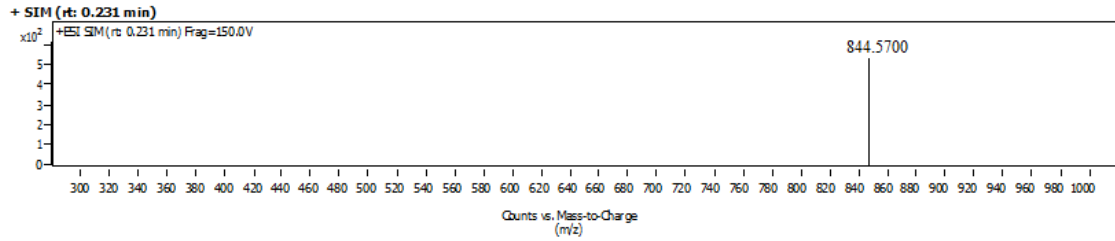
Şekil 5.16. XVI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



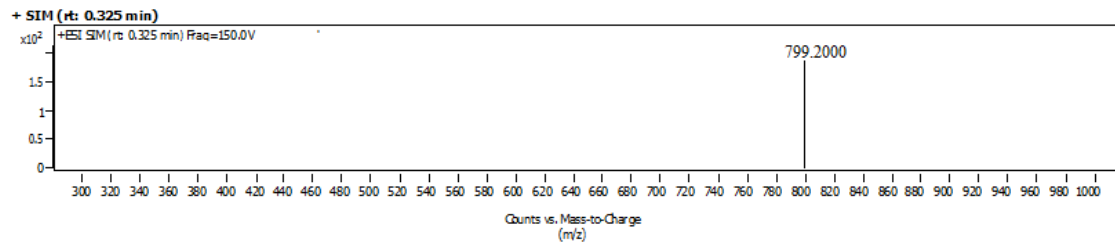
Şekil 5.17. XVII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



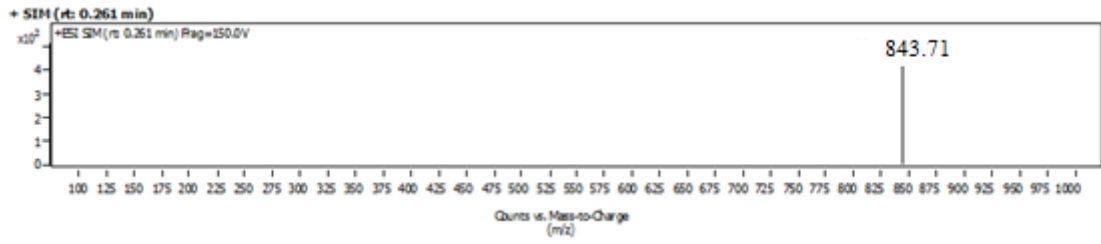
Şekil 5.18. XVIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



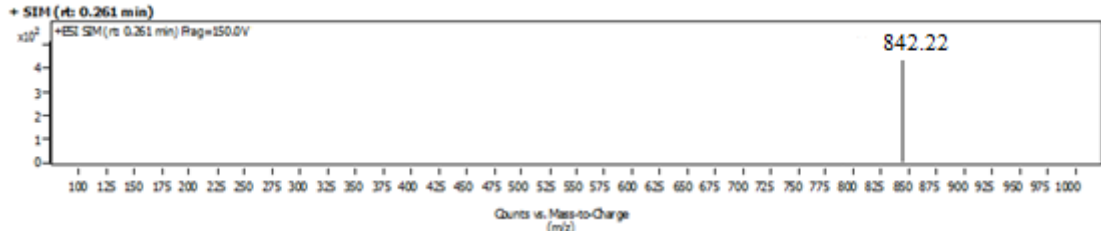
Şekil 5.19. XIX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



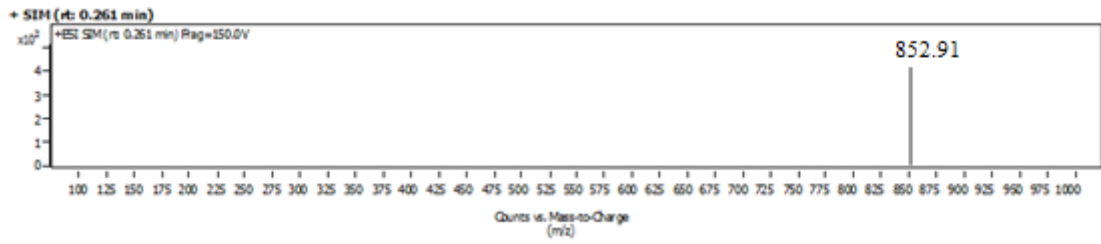
Şekil 5.20. XX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



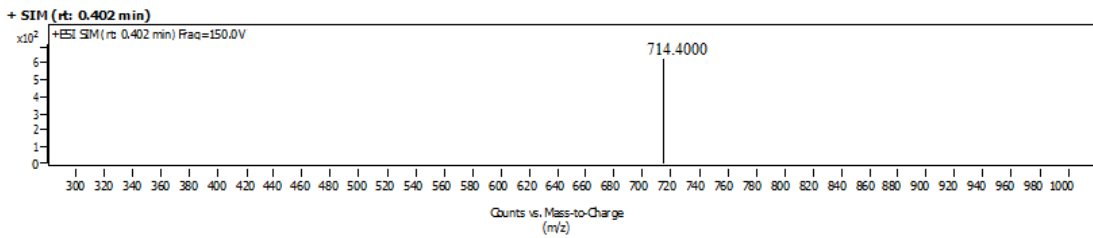
Şekil 5.21. XXI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



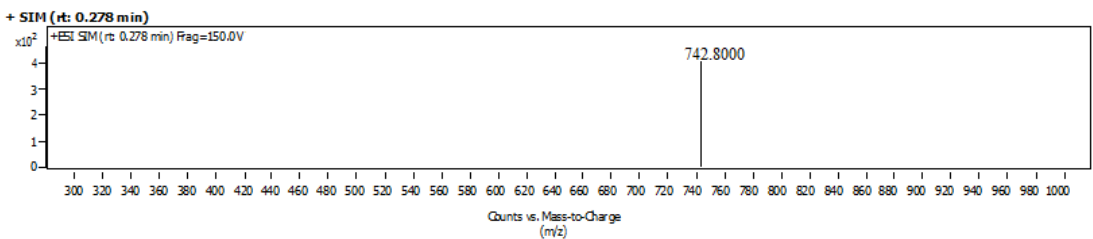
Şekil 5.22. XXII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



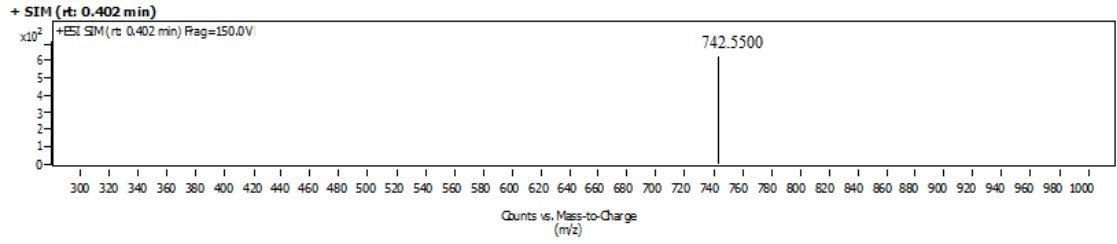
Şekil 5.23. XXIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



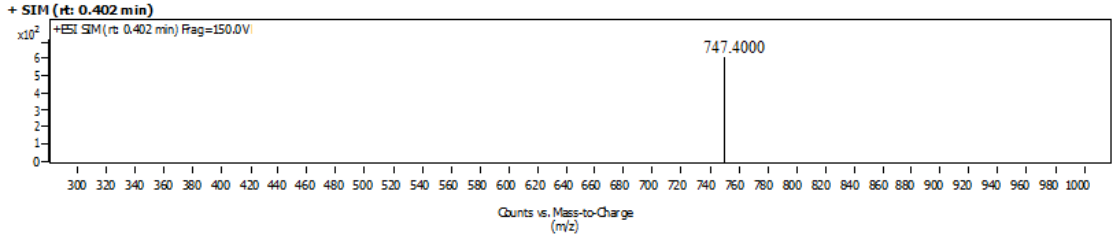
Şekil 5.24. XXIV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



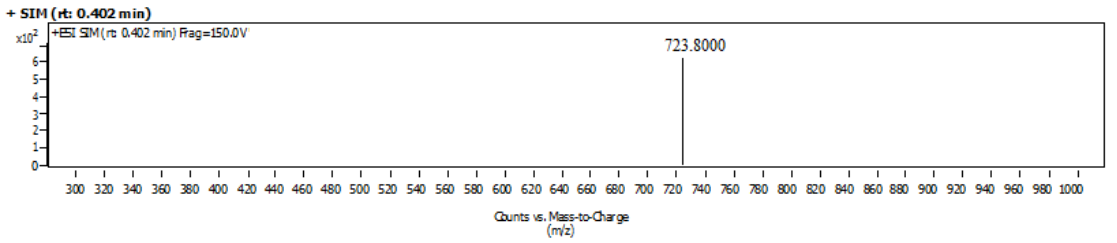
Şekil 5.25. XXV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



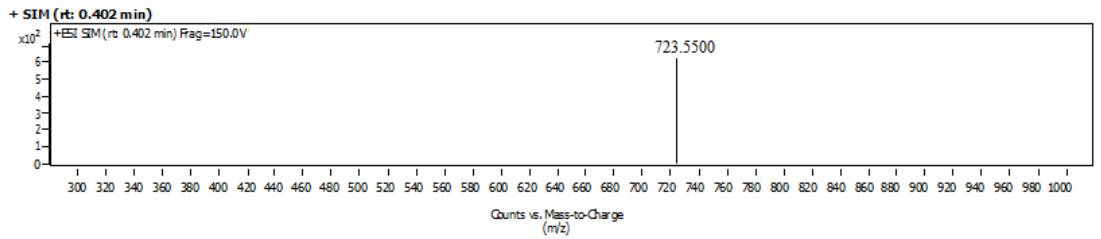
Şekil 5.26. XXVI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



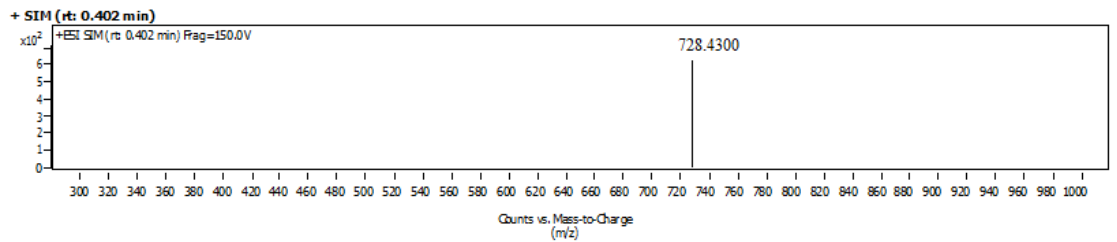
Şekil 5.27. XXVII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



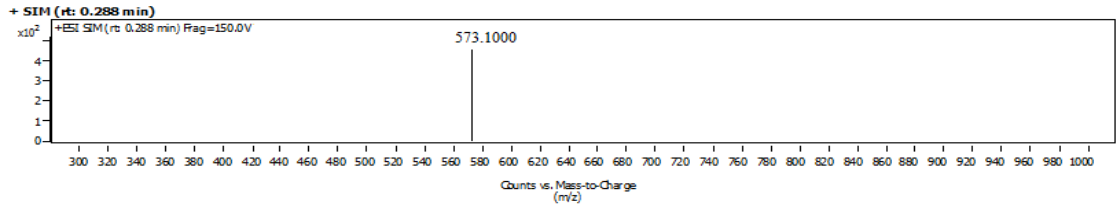
Şekil 5.28. XXVIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



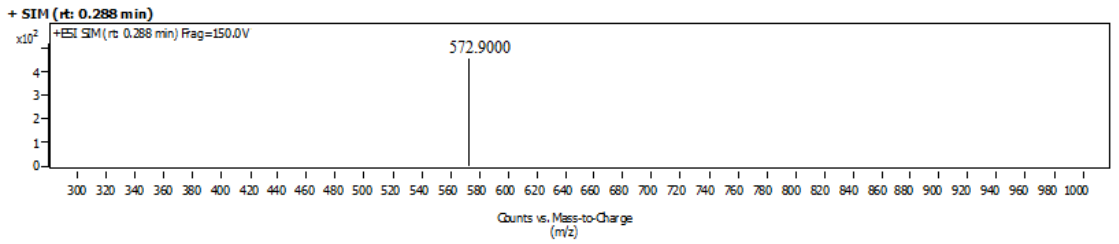
Şekil 5.29. XXIX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



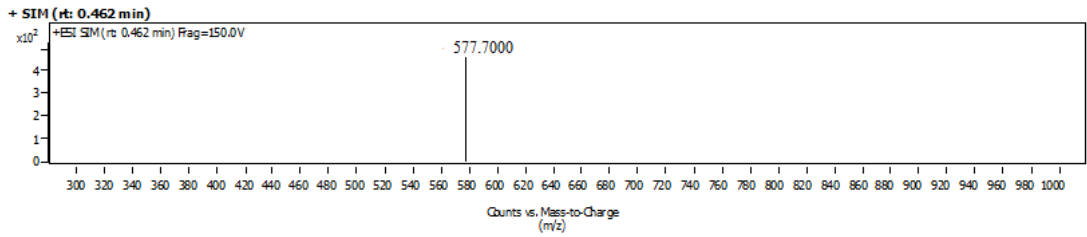
Şekil 5.30. XXX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



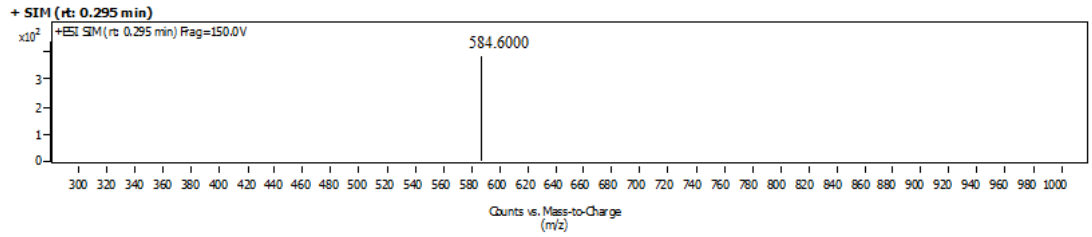
Şekil 5.31. XXXI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



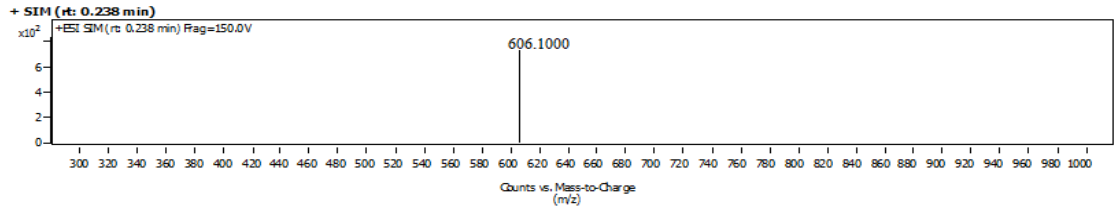
Şekil 5.32. XXXII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



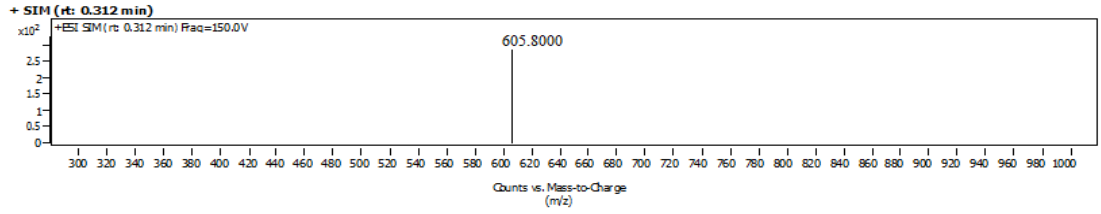
Şekil 5.33. XXXIII no'lu komplek bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



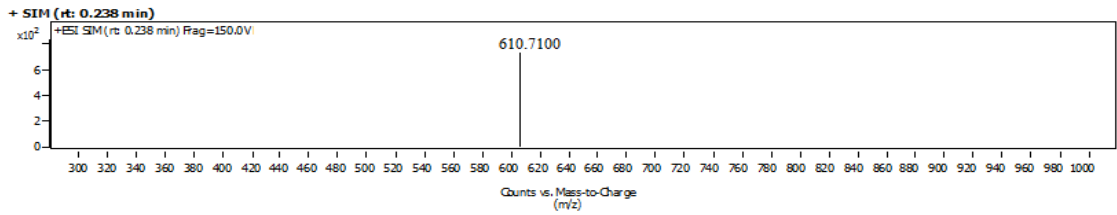
Şekil 5.34. XXXIV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



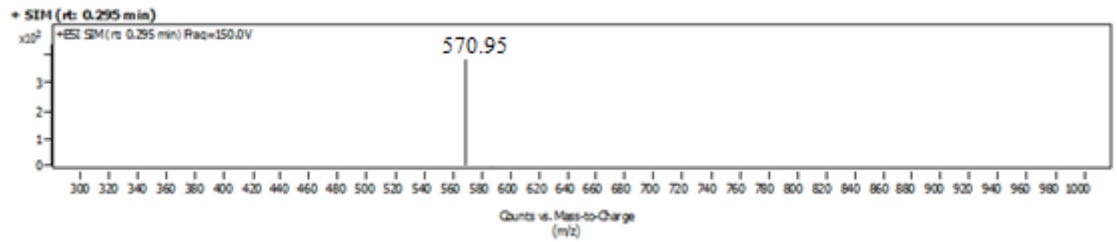
Şekil 5.35. XXXV no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



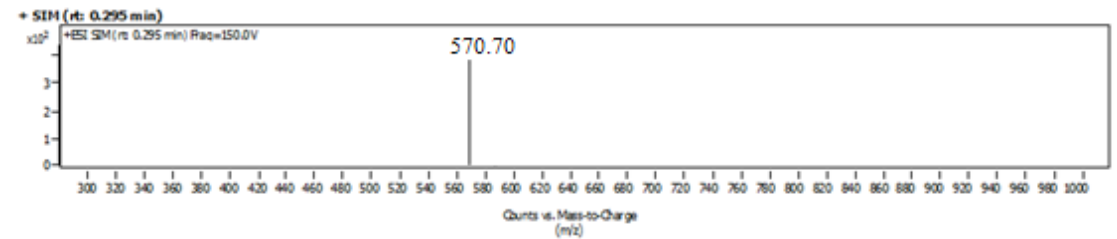
Şekil 5.36. XXXVI no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



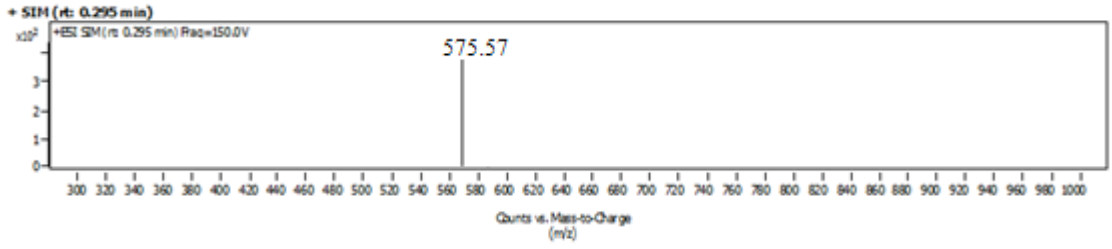
Şekil 5.37. XXXVII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



Şekil 5.38. XXXVIII no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



Şekil 5.39. XXXIX no'lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.



Şekil 5.40. XXXX no’lu kompleks bileşiğin LC-MS spektrum grafiği.

Elde edilen sonuçlara göre sentezlenen kompleks bileşiklerin LC-MS spektrumlarında gözlenen tek bir pik molekül ağırlıkları ile uyum içindedir. Bu sonuçlara göre beklenen kompleksleşmeler meydana gelmiştir.

5.3. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin UV-Visible Grafiklerinin Değerlendirilmesi

Tek başına ligandların ve sentezlenen kompleks bileşiklerin DMSO içinde çözeltileri hazırlandı ve UV-Visible bölgede, 200-900 nm dalga boyu aralıklarında absorpsiyonları alındı. Ligandların ve sentezlenen kompleks bileşiklerin Ultraviyole ve Görünür bölgedeki elektronik geçişleri Çizelge 5.1. - Çizelge 5.14.’de, UV-Visible spektrumlarının grafikleri ise EK 1’de Şekil 1 – Şekil 40’da verilmiştir.

Çizelge 5.1. I, II, III ve IV numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\epsilon (\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
8-HQ	275; 225	1.875; 2.000	1875; 2000	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
I	568	0.503	503	${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4T_{2g}(F)$
	369	0.401	401	${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4T_{1g}(P)$
	282	0.679	679	${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4A_{2g}(F)$
II	483	0.501	501	${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{2g}(F)$
	367	0.399	399	${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{1g}(F)$
	280	0.677	677	${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{1g}(P)$
III	572	0.505	505	${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1A_{2g}$
	371	0.403	403	${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1B_{1g}$
	284	0.681	681	${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1E_g$
IV	575	0.508	508	${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1A_{2g}$
	374	0.406	406	${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1B_{1g}$
	287	0.684	684	${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1E_g$

Çizelge 5.2. V, VI ve VII numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\epsilon (\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
p-BrOH	361; 244	0.329; 2.498	329; 2498	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
V	587	0.509	509	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4T_{2g}(F)$
	375	0.407	407	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4T_{1g}(P)$
	288	0.685	685	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4A_{2g}(F)$
VI	522	0.504	504	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{2g}(F)$
	371	0.401	401	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{1g}(F)$
	281	0.680	680	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{1g}(P)$
VII	591	0.511	511	$^2E_g(D) \rightarrow ^2T_{2g}(D)$
	377	0.409	409	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$

Çizelge 5.3. VIII numaralı kompleksin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\epsilon (\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
En	224	2.374	2374	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
KSCN	360; 276	0.329; 0.529	329; 529	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
VIII	425	0.491	491	$^2E_g(D) \rightarrow ^2T_{2g}(D)$
	367	0.389	389	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$

Çizelge 5.4. IX numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\epsilon (\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
NA	340; 260	0.553; 1.052	553; 1052	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
KSCN	360; 276	0.329; 5.329	329; 529	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
IX	565	0.502	502	$^2E_g(D) \rightarrow ^2T_{2g}(D)$
	368	0.399	399	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$

Çizelge 5.5. X, XI ve XII numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\epsilon (\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
AD	307; 260	2.385; 1.052	2385; 1052	$\pi \rightarrow \pi^*$
KSCN	360; 276	0.329; 0.529	329; 529	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
X	453	0.494	494	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4T_{2g}(F)$
	370	0.392	392	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4T_{1g}(P)$
	283	0.670	670	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4A_{2g}(F)$
XI	486	0.503	503	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{2g}(F)$
	369	0.401	401	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{1g}(F)$
	282	0.679	679	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{1g}(P)$
XII	577	0.510	510	$^2E_g(D) \rightarrow ^2T_{2g}(D)$
	376	0.408	408	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$

Çizelge 5.6. XIII, XIV ve XV numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\epsilon (\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
TP	365; 278	0.014; 1.774	140; 1774	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
KSCN	360; 276	0.329; 0.529	329; 529	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
XIII	617	0.533	533	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4T_{2g}(F)$
	399	0.441	441	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4T_{1g}(P)$
	310	0.709	709	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4A_{2g}(F)$
XIV	455	0.496	496	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{2g}(F)$
	373	0.395	395	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{1g}(F)$
	286	0.673	673	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{1g}(P)$
XV	567	0.065	650	$^2E_g(D) \rightarrow ^2T_{2g}(D)$
	372	0.403	403	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$

Çizelge 5.7. XVI, XVII, XVIII, XIX ve XX numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\epsilon (\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
m-NA	358; 247	0.687; 2.533	687; 2533	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
KSCN	360; 276	0.329; 0.529	329; 529	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
XVI	525	0.507	507	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4T_{2g}(F)$
	375	0.405	405	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4T_{1g}(P)$
	284	0.720	720	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4A_{2g}(F)$
XVII	554	0.497	497	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{2g}(F)$
	363	0.395	395	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{1g}(F)$
	276	0.673	673	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{1g}(P)$
XVIII	563	0.496	496	$^2E_g(D) \rightarrow ^2T_{2g}(D)$
	362	0.396	396	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
XIX	597	0.518	518	$^2E_g(D) \rightarrow ^2T_{2g}(D)$
	384	0.416	416	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
XX	518	0.500	500	$^2E_g(D) \rightarrow ^2T_{2g}(D)$
	367	0.397	397	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$

Çizelge 5.8. XXI, XXII ve XXIII numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\epsilon (\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
BBHMP	353; 246	0.645; 2.533	645; 2533	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
XXI	580	0.513	513	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4T_{2g}(F)$
	379	0.411	411	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4T_{1g}(P)$
	291	0.689	689	$^4T_{1g}(F) \rightarrow ^4A_{2g}(F)$
XXII	582	0.504	504	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{2g}(F)$
	370	0.402	402	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{1g}(F)$
	283	0.680	680	$^3A_{2g}(F) \rightarrow ^3T_{1g}(P)$
XXIII	523	0.504	504	$^2E_g(D) \rightarrow ^2T_{2g}(D)$
	371	0.401	401	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$

Çizelge 5.9. XXIV numaralı kompleksin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\varepsilon (\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
İmin 1	305; 248	2.408; 2.533	2408; 2533	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
XXIV	443	0.491	491	${}^2E_g(D) \rightarrow {}^2T_{2g}(D)$
	367	0.389	389	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$

Çizelge 5.10. XV, XXVI ve XXVII numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\varepsilon (\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
İmin 2	305; 249	2.382; 2.498	2382; 2498	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
XXV	559	0.502	502	${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4T_{2g}(F)$
	368	0.400	400	${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4T_{1g}(P)$
	281	0.682	682	${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4A_{2g}(F)$
XXVI	432	0.498	498	${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{2g}(F)$
	374	0.396	396	${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{1g}(F)$
	287	0.674	674	${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{1g}(P)$
XXVII	448	0.496	496	${}^2E_g(D) \rightarrow {}^2T_{2g}(D)$
	372	0.394	394	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$

Çizelge 5.11. XXVIII, XXIX ve XXX numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\varepsilon (\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
İmin 3	305; 249	2.422; 2.533	2422; 2533	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
XXVIII	423	0.491	491	${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4T_{2g}(F)$
	367	0.389	389	${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4T_{1g}(P)$
	280	0.401	401	${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4A_{2g}(F)$
XXIX	520	0.682	682	${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{2g}(F)$
	371	0.401	401	${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{1g}(F)$
	281	0.667	667	${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{1g}(P)$
XXX	450	0.494	494	${}^2E_g(D) \rightarrow {}^2T_{2g}(D)$
	379	0.392	392	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$

Çizelge 5.12. XXXI, XXXII, XXXIII ve XXXIV numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\epsilon(\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
İmin 4	301; 244	2.382; 2.498	2382; 2498	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
XXXI	573	0.505	505	${}^4T_{1g}(\text{F}) \rightarrow {}^4T_{2g}(\text{F})$
	371	0.403	403	${}^4T_{1g}(\text{F}) \rightarrow {}^4T_{1g}(\text{P})$
	284	0.681	681	${}^4T_{1g}(\text{F}) \rightarrow {}^4A_{2g}(\text{F})$
XXXII	542	0.485	485	${}^3A_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3T_{2g}(\text{F})$
	351	0.383	383	${}^3A_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3T_{1g}(\text{F})$
	264	0.661	661	${}^3A_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3T_{1g}(\text{P})$
XXXIII	546	0.489	489	${}^2E_g(\text{D}) \rightarrow {}^2T_{2g}(\text{D})$
	355	0.387	387	$\pi \rightarrow \pi^*$
XXXIV	550	0.493	493	${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1A_{2g}$
	359	0.391	391	${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1B_{1g}$
	272	0.669	669	${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1E_g$

Çizelge 5.13. XXXV, XXXVI ve XXXVII numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\epsilon(\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
İmin 5	305; 244	2.382; 2.498	2382; 2498	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
XXXV	571	0.505	505	${}^4T_{1g}(\text{F}) \rightarrow {}^4T_{2g}(\text{F})$
	371	0.403	403	${}^4T_{1g}(\text{F}) \rightarrow {}^4T_{1g}(\text{P})$
	284	0.681	681	${}^4T_{1g}(\text{F}) \rightarrow {}^4A_{2g}(\text{F})$
XXXVI	479	0.496	496	${}^3A_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3T_{2g}(\text{F})$
	362	0.394	394	${}^3A_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3T_{1g}(\text{F})$
	275	0.672	672	${}^3A_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3T_{1g}(\text{P})$
XXXVII	556	0.497	497	${}^2E_g(\text{D}) \rightarrow {}^2T_{2g}(\text{D})$
	363	0.395	395	$\pi \rightarrow \pi^*$

Çizelge 5.14. XXXVIII, XXXIX ve XXXX numaralı komplekslerin UV-Visible değerleri.

Bileşik	$\lambda_{\max}(\text{nm})$	ABS	$\epsilon(\text{mol}^{-1}\text{cm}^{-1})$	Geçişler
CA	316; 273	0.006; 1.552	6; 1552	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
İmin 6	305; 246	2.219; 2.490	2219; 2490	$n \rightarrow \pi^*$; $\pi \rightarrow \pi^*$
XXXVIII	568	0.503	503	${}^4T_{1g}(\text{F}) \rightarrow {}^4T_{2g}(\text{F})$
	369	0.401	401	${}^4T_{1g}(\text{F}) \rightarrow {}^4T_{1g}(\text{P})$
	282	0.679	679	${}^4T_{1g}(\text{F}) \rightarrow {}^4A_{2g}(\text{F})$
XXXIX	477	0.495	495	${}^3A_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3T_{2g}(\text{F})$
	361	0.393	393	${}^3A_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3T_{1g}(\text{F})$
	274	0.671	671	${}^3A_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3T_{1g}(\text{P})$
XXXX	518	0.500	500	${}^2E_g(\text{D}) \rightarrow {}^2T_{2g}(\text{D})$
	367	0.397	397	$\pi \rightarrow \pi^*$

Çizelge 5.1 - Çizelge 5.14 ve EK-1 incelendiğinde, 8-HQ, p-BrPOH, en, NA, AD, TP, m-NA, BBHMP, sırasıyla İmin 1 - İmin 6'nın UV bölgede 200-400 nm aralığında vermiş oldukları absorpsiyon pikleri içerdikleri serbest elektron çiftleri ve çifte bağların etkisiyle ligandlar arası $n \rightarrow \pi^*$ ve $\pi \rightarrow \pi^*$ geçişlerini meydana getirmektedir. Kompleks bileşiklerde ise bu geçişlerin yanında yapılarında bulunan metallerin varlığından kaynaklanan metalden liganda veya liganddan metale geçişlerin etkisiyle yük transferleri meydana gelmektedir. UV-Visible bölgede sırasıyla Co(II) komplekslerinde, ${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4T_{2g}(F)$, ${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4T_{1g}(P)$, ${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4A_{2g}(F)$ geçişleri, Ni(II) komplekslerinde, ${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{2g}(F)$, ${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{1g}(F)$, ${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{1g}(P)$, geçişleri, Cu(II) komplekslerinde, ${}^2E_g(D) \rightarrow {}^2T_{2g}(D)$ geçişi, Pd(II) ve Pt(II) komplekslerinde ise ${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1A_{2g}$, ${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1B_{1g}$ ve ${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1E_g$ geçişleri gözlenmektedir. Elde edilen sonuçlar Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) komplekslerinde oktahedral (Dyer, 1965; Lever, 1984) yapıyı, Palladyumd(II) ve Platin(II) komplekslerinde ise karedüzlem yapıyı desteklemektedir.

5.4. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin FT-IR Grafiklerinin Değerlendirilmesi

Tek başına ligandların ve sentezlenen kompleks bileşiklerin FT-IR sonuçları Çizelge 5.15 - Çizelge 5.28'de, FT-IR spektrumlarının grafikleri ise EK 2'de Şekil 41 – Şekil 80'de verilmiştir.

Çizelge 5.15. I, II, III ve IV numaralı komplekslerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.

Ligand	$\nu(\text{OH})$	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{C=N})$	$\nu(\text{C=C})$	$\nu(\text{MO})$	$\nu(\text{MN})$	$\nu(\text{MCl})$
CA	-	1720	1658	1599	-	-	-
8-HQ	3100	-	1630	1524	-	-	-
I	-	1575	1498	1464	668	568	432
II	-	1574	1497	1463	643	539	439
III	-	1708	1658	1551	607	530	440
IV	-	1704	1660	1575	659	532	422

Çizelge 5.16. V, VI ve VII numaralı komplekslerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.

Ligand	$\nu(\text{OH})$	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{C=N})$	$\nu(\text{C=C})$	$\nu(\text{MO})$	$\nu(\text{MN})$
CA	-	1720	1658	1599	-	-
p-BrOH	3200	-	-	1524	-	-
V	-	1683	1595	1496	665	581
VI	-	1695	1580	1552	668	582
VII	-	1682	1592	1485	667	580

Çizelge 5.17. VIII numaralı kompleksin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.

Ligand	$\nu(\text{NH}_2)$	$\nu(\text{CH})$	$\nu(\text{SCN})$	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{C=N})$	$\nu(\text{C=C})$	$\nu(\text{C-N})$	$\nu(\text{MSCN})$	$\nu(\text{MN})$
CA	-	-	-	1720	1658	1599	-	-	-
en	3500	2928	-	-	-	-	1150	-	-
KSCN	-	-	2048	-	-	-	-	-	-
VIII	3482	2622	2012	1706	1655	1552	1114	440	529

Çizelge 5.18. IX numaralı kompleksin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.

Ligand	$\nu(\text{NH}_2)$	$\nu(\text{SCN})$	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{C=N})$	$\nu(\text{C=C})$	$\nu(\text{C-N})$	$\nu(\text{MSCN})$	$\nu(\text{MN})$	$\nu(\text{MC l})$
CA	-	-	1720	1658	1599	-	-	-	-
NA	3210	-	1680	1612	1542	1255	-	-	-
KSCN	-	2048	-	-	-	-	-	-	-
IX	3482	2118	1668	1627	1610	1551	467	555	423

Çizelge 5.19. X, XI ve XII numaralı komplekslerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.

Ligand	$\nu(\text{NH})$	$\nu(\text{NH}_2)$	$\nu(\text{SCN})$	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{C=N})$	$\nu(\text{C=C})$	$\nu(\text{C-N})$	$\nu(\text{MSCN})$	$\nu(\text{MN})$
CA	-	-	-	1720	1658	1599	-	-	-
AD	3600-3300	3600-3300	-	1630	1524	-	1350	-	-
KSCN	-	-	2048	-	-	-	-	-	-
X	3418-3076	3418-3076	2047	1674	1600	1507	1368	423	542
XI	3421-3086	3421-3086	2060	1678	1604	1507	1338	427	543
XII	3446-3316	3446-3316	2116	1696	1652	1549	1360	451	582

Çizelge 5.20. XIII, XIV ve XV numaralı kompleksin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.

Ligand	$\nu(\text{NH})$	$\nu(\text{SCN})$	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{C=N})$	$\nu(\text{C=C})$	$\nu(\text{C-N})$	$\nu(\text{MSCN})$	$\nu(\text{MN})$
CA	-	-	1720	1658	1599	-	-	-
TP	3350	-	1717	1665	1560	1255	-	-
KSCN	-	2048	-	-	-	-	-	-
XIII	3304	2110	1668	1624	1609	1249	469	555
XIV	3376	2107	1690	1626	1620	1262	458	563
XV	3308	2129	1699	1645	1588	1258	458	547

Çizelge 5.21. XVI, XVII, XVIII, XIX ve XX no'lu kompleks FT-IR (cm⁻¹) bulguları.

Ligand	$\nu(\text{NH}_2)$	$\nu(\text{SCN})$	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{C=N})$	$\nu(\text{C=C})$	$\nu(\text{C-N})$	$\nu(\text{MSCN})$	$\nu(\text{MN})$	$\nu(\text{MCl})$
CA	-	-	1720	1658	1599	-	-	-	-
m-NA	3400	-	-	-	1552	1240	-	-	-
KSCN	-	2048	-	-	-	-	-	-	-
XVI	3421	2061	1677	1604	1507	1251	468	543	427
XVII	3420	2060	1675	1603	1507	1250	466	543	426
XVIII	3418	2048	1674	1601	1505	1250	465	567	423
XIX	3415	2045	1671	1600	1505	1249	463	542	422
XX	3431	-	1623	1516	1347	1264	459	539	421

Çizelge 5.22. XXI, XXII ve XXIII numaralı komplekslerin FT-IR (cm⁻¹) bulguları.

Ligand	$\nu(\text{OH})$	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{C=N})$	$\nu(\text{C=C})$	$\nu(\text{C-N})$	$\nu(\text{MO})$	$\nu(\text{MN})$
CA	-	1720	1658	1599	-	-	-
BBHMP	3417	-	-	1630	1218	-	-
XXI	-	1695	1621	1526	1278	680	585
XXII	-	1674	1615	1522	1201	669	574
XXIII	-	1587	1477	1330	1258	690	594

Çizelge 5.23. XXIV numaralı kompleksin FT-IR (cm⁻¹) bulguları.

Ligand	CA	İmin 1	XXIV
$\nu(\text{NH}_2)$	-	3406	3264
$\nu(\text{COOH})$	-	1709	-
$\nu(\text{C=O})$	1720	1630	1634
$\nu(\text{C=N})$	1658	1665	1361
$\nu(\text{C=O}); \nu(\text{C=N})$	-	1633	-
$\nu_{\text{as}}(\text{COO})$	-	-	1225
$\nu_{\text{s}}(\text{COO})$	-	-	1022
$\nu(\text{C=C})$	1599	1548	1557
$\nu(\text{NH}_{\text{def}})$	-	-	803
$\nu(\text{M-O})$	-	-	667
$\nu(\text{M-N})$	-	-	607
$\nu(\text{M-Cl})$	-	-	458

Çizelge 5.24. XXV, XXVI ve XXVII numaralı komplekslerin FT-IR (cm⁻¹) bulguları.

Ligand	CA	İmin 2	XXV	XXVI	XXVII
$\nu(\text{C=O})$	1720	-	1627	1698	1708
$\nu(\text{C=N})$	1658	1635	1604	1646	1659
$\nu(\text{C=C})$	1599	1548	1497	1502	1552
$\nu(\text{COOH})$	-	1709	-	-	-
$\nu_{\text{as}}(\text{COO})$	-	-	1454	1456	1498
$\nu_{\text{s}}(\text{COO})$	-	-	1429	1432	1462
$\nu(\text{M-O})$	-	-	695	668	607
$\nu(\text{M-N})$	-	-	583	518	526
$\nu(\text{M-Cl})$	-	-	464	486	441

Çizelge 5.25. XXVIII, XXIX ve XXX numaralı komplekslerin FT-IR (cm⁻¹) bulguları.

Ligand	CA	İmin 3	XXVIII	XXIX	XXX
v(NH ₂)	-	3403	3418	3421	3316
v(C=O)	1720	1621	1674	1677	1696
v(C=N)	1658	1650	1600	1604	1652
v(C=C)	1599	1586	1507	1475	1549
v(COOH)	-	1737	-	-	-
vas(COO)	-	-	1462	1422	1488
vs(COO)	-	-	1420	1339	1360
v(M-O)	-	-	638	639	668
v(M-N)	-	-	567	543	582
v(M-Cl)	-	-	423	427	450

Çizelge 5.26. XXXI, XXXII, XXXIII ve XXXIV numaralı komplekslerin FT-IR (cm⁻¹) bulguları.

Ligand	CA	İmin 4	XXXI	XXXII	XXXIII	XXXIV
v(NH ₂)	-	3400	3384	3382	3419	3417
v(C=O)	1720	1621	1687	1685	1707	1688
v(C=N)	1658	1650	1623	1620	1658	1614
v(C=C)	1599	1557	1586	1539	1553	1515
v(COOH)	-	1736	-	-	-	-
vas(COO)	-	-	1457	1449	1464	1435
vs(COO)	-	-	1426	1424	1409	1398
v(M-O)	-	-	667	658	667	654
v(M-N)	-	-	584	570	578	528
v(M-Cl)	-	-	470	410	454	439

Çizelge 5.27. XXXV, XXXVI ve XXXVII numaralı komplekslerin FT-IR (cm⁻¹) bulguları.

Ligand	CA	İmin 5	XXXV	XXXVI	XXXVII
v(C=O)	1720	-	1634	1627	1635
v(C=N)	1658	1635	1538	1604	1591
v(C=C)	1599	1583	1456	1497	1540
v(COOH)	-	1643	-	-	-
vas(COO)	-	-	1423	1454	1498
vs(COO)	-	-	1400	1429	1459
v(M-O)	-	-	695	695	696
v(M-N)	-	-	563	583	576
v(M-Cl)	-	-	455	464	457

Çizelge 5.28. XXXVIII, XXXIX, XXXX numaralı komplekslerin FT-IR (cm^{-1}) bulguları.

Ligand	CA	İmin 6	XXXVIII	XXXIX	XXXX
$\nu(\text{NH}_2)$	-	3380	3374	3356	3321
$\nu(\text{C=O})$	1720	1680	1635	1635	1635
$\nu(\text{C=N})$	1658	1650	1592	1591	1587
$\nu(\text{C=C})$	1599	1643	1539	1540	1540
$\nu(\text{COOH})$	-	1736	-	-	-
$\nu_{\text{as}}(\text{COO})$	-	-	1457	1459	1457
$\nu_{\text{s}}(\text{COO})$	-	-	1433	1436	1425
$\nu(\text{M-O})$	-	-	668	667	668
$\nu(\text{M-N})$	-	-	557	556	570
$\nu(\text{M-Cl})$	-	-	455	457	467

Çizelge 5.15 - Çizelge 5.28 ve EK-2’de verilen IR spektrumlarına göre 8-HQ, p-Br fenol ve BBHMP’nin 3100, 3200 ve 3417 cm^{-1} ’de bulunan pikler $\nu(\text{OH})$ titreşim frekanslarına aittir. Bu pikler I-VII ve XXI-XXIII numaralı kompleks bileşiklerde kaybolmuştur. en, NA, AD, m-NA, İmin 1 - İmin 6’ nın sırasıyla 3500, 3210, 3600-3300, 3400, 3406, 3403, 3400 ve 3380 cm^{-1} ’de bulunan pikler $\nu(\text{NH}_2)$ titreşim frekanslarına aittir. Bu pikler VIII-XII, XVI-XX, XXIV, XXVIII-XXXIV ve XXXVIII-XXXX numaralı kompleks bileşiklerde 3482-3076 cm^{-1} frekans aralığında bir kayma vermektedir. Bu frekans aralıklarında gözlenen pikler NH_2 grubunun koordinasyona dahil olmadığını göstermektedir. AD için 3600-3300 cm^{-1} ve TP için 3350 cm^{-1} ’de gözlenen $\nu(\text{NH})$ titreşim frekans pikleri X-XV numaralı komplekslerde 3446-3076 cm^{-1} frekans aralıklarında gözlenmektedir. CA, NA, AD, TP, İmin 1 - İmin 5’in sırasıyla 1720, 1680, 1630, 1717, 1630, 1621, 1621 ve 1680 cm^{-1} ’de bulunan pikler $\nu(\text{C=O})$ titreşim frekanslarına aittir. Bu pikler tüm kompleks bileşiklerde 1708-1575 cm^{-1} ’deki frekans aralıklarına kaymıştır. CA, 8-HQ, NA, AD, TP, İmin 1 - İmin 6 için sırasıyla 1658, 1630, 1612, 1524, 1665, 1665, 1635, 1650, 1650, 1635 ve 1650 cm^{-1} ’de bulunan pikler $\nu(\text{C=N})$ titreşim frekanslarına aittir. Bu pikler tüm kompleks bileşiklerde 1660-1361 cm^{-1} ’deki frekans aralıklarında kaymalar vermektedir. Yaklaşık 1633 cm^{-1} ’de görülen en karakteristik pik, literatürde amino asitlerin Schiff bazlarının keto ve imin formlarının $\nu(\text{C=N})$ ve $\nu(\text{C=O})$ gerilmesine atfedilebilen bir örtüşme olarak görünmektedir. Schiff baz komplekslerinde, Amino asit schiff bazları (iminler) tuzları halinde değildir. Dolayısıyla $-\text{COOH}$ grubuna ait asimetrik ve simetrik gruplar gözlenmemiştir. Ancak, sentezlenen kompleks bileşiklerde 1618-1435 cm^{-1} ve 1340-1467 cm^{-1} aralıklarında gözlenen pikler amino asitin $-\text{COOH}$ grubuna ait asimetrik ve

simetrik piklerdir (Lambert vd., 1976; Socrates, 1980; İslam vd., 1995; Nakamoto, 1997; Ahmed vd., 1998; El-Gahami vd., 2004). Bu atama, iyonize olmayan ve koordine olmayan $\nu(\text{COO})$ germe bandının genellikle $1750\text{--}1700\text{ cm}^{-1}$ civarında meydana gelmesine ve iyonize ve koordineli $\nu(\text{COO})$ gerilmenin $1600\text{--}1400\text{ cm}^{-1}$ civarında görünmesine dayanmaktadır. Yine CA, p-Brfenol, NA, TP, m-NA, BBHMP, İmin 1 - İmin 6 için sırasıyla 1599, 1524, 1542, 1560, 1552, 1639, 1548, 1548, 1586, 1557, 1583 ve 1643 cm^{-1} 'de elde edilen pikler $\nu(\text{C}=\text{C})$ titreşim frekanslarına aittir. Bu pikler tüm kompleks bileşiklerde $1620\text{--}1330\text{ cm}^{-1}$ 'deki frekans aralıklarında kaymalara neden olmuştur. en, NA, AD, TP, m-NA ve BBHMP'e ait 1150, 1255, 1350, 1255, 1240 ve 1218 cm^{-1} 'deki $\nu(\text{C}-\text{N})$ titreşim frekans pikleri VIII-XXIII numaralı kompleks bileşiklerde $1551\text{--}1114\text{ cm}^{-1}$ 'deki frekans aralıklarına kaymıştır. $\nu(\text{M}-\text{N})$ ile $\nu(\text{M}-\text{O})$ pikleri $600\text{--}500\text{ cm}^{-1}$ frekans aralıklarında gözlenmektedir (Nakamoto, 1997). Bu pikler, $\nu(\text{C}-\text{N})$ ve $\nu(\text{C}=\text{N})$ 'nin yapılarındaki azot atomları tarafından bağlanmaya katıldığını göstermektedir. 2048 cm^{-1} 'de görülen kuvvetli bant $\nu(\text{CN})$ titreşim frekansına aittir (Nakamoto, 1997; Chandra vd., 2007). İçinde $-\text{SCN}$ grubu bulunduran kompleks bileşikler $468\text{--}423\text{ cm}^{-1}$ frekans aralığında $\nu(\text{MSCN})$ 'e ait zayıf pikler vermektedir. Bu pikler, SCN^- iyonlarının kükürt atomundan koordine olduğunu kanıtlamaktadır. Eğer azot atomundan bir koordinasyon söz konusu olsaydı piklerin daha yüksek frekanslarda gözlenmesi gerekirdi (Bron ve Holze, 1995).

5.5. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin XRD-POWDER Grafiklerinin Analizi

Elde edilen kompleks bileşiklerin XRD-Powder değerleri Çizelge 5.29 – Çizelge 5.42'de, XRD-Pattern grafikleri ise EK 3'de Şekil 81 – Şekil 120'de verilmiştir.

Çizelge 5.29. I, II, III ve IV numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2 θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
I	2	6.7724	13.04136	100	0.36940	324	6197
	28	31.5000	2.83782	90	0.30860	292	4924
	9	16.3311	5.42336	78	0.59030	253	7441
II	3	6.9237	12.75671	100	0.26140	1297	26082
	6	16.5692	5.34596	27	0.34650	356	9363
	7	18.3056	4.84259	55	0.31680	326	9849
III	6	9.0004	9.81742	100	0.21200	294	5879
	3	6.3974	13.80494	77	0.17230	227	3244
	16	15.3248	5.77714	45	0.19720	132	2528
IV	27	28.1212	3.17064	100	0.56950	171	4491
	9	12.5206	7.06402	88	0.25070	150	2138
	22	24.8819	3.57558	84	0.25730	143	2045

Çizelge 5.30. V, VI ve VII numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2 θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
V	11	22.4790	3.95207	100	0.31590	332	5098
	18	27.8986	3.19543	86	0.31850	286	4741
	13	23.8355	3.73013	75	0.33510	250	4441
VI	19	22.5388	3.94172	100	0.25380	897	12583
	26	26.3473	3.37995	56	0.24070	505	8779
	27	27.0784	3.29033	42	0.25960	379	6149
VII	9	32.3875	2.76206	100	0.72500	189	7915
	11	39.7590	2.26530	67	0.74200	127	5097
	3	16.1576	5.48120	64	0.58190	121	4225

Çizelge 5.31. VIII numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2 θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
VIII	19	26.8922	3.31268	100	0.28070	613	9309
	4	12.1275	7.29209	61	0.26170	374	5522
	15	22.9650	3.86952	36	0.24240	223	3066

Çizelge 5.32. IX numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2 θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
IX	13	12.2550	7.21651	100	0.79000	52	2253
	30	26.6750	3.33916	37	0.51000	19	656
	31	27.3800	3.25476	37	0.20000	19	346

Çizelge 5.33. X, XI ve XII numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
X	20	26.7958	3.32438	100	0.28160	224	3519
	4	9.7818	0.03486	36	0.26770	81	1199
	21	27.3911	3.25347	22	0.23110	49	671
XI	19	22.5388	3.94172	100	0.25380	897	12583
	26	26.3473	3.37995	56	0.24070	505	8779
	5	12.4200	7.12101	42	0.18980	379	3866
XII	2	16.5246	5.36028	100	0.33510	880	16374
	7	27.6015	3.22914	72	0.40810	633	11711
	17	47.4688	1.91380	51	0.38110	449	10021

Çizelge 5.34. XIII, XIV ve XV numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
XIII	18	28.3486	3.14572	100	0.13310	568	4413
	11	25.0131	3.55713	23	0.18290	131	1166
	20	40.5154	2.22474	20	0.14160	111	975
XIV	13	22.7508	3.90546	100	0.22040	2150	26127
	21	28.3542	3.14511	74	0.19560	1590	18326
	15	24.2643	3.66518	59	0.19420	1273	13172
XV	2	16.5246	5.36028	100	0.33510	880	16374
	7	27.6015	3.22914	72	0.40810	633	11711
	17	47.4688	1.91380	51	0.38110	449	10021

Çizelge 5.35. XVI, XVII, XVIII, XIX ve XX numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
XVI	19	22.5388	3.94172	100	0.25380	897	12583
	26	26.3473	3.37995	56	0.24070	505	8779
	27	27.0784	3.29033	42	0.25960	379	6149
XVII	13	22.7508	3.90546	100	0.22040	2150	26127
	21	28.3542	3.14511	74	0.19560	1590	18326
	15	24.2643	3.66518	59	0.19420	1273	13172
XVIII	2	16.5246	5.36028	100	0.33510	880	16374
	7	27.6015	3.22914	72	0.40810	633	11711
	17	47.4688	1.91380	51	0.38110	449	10021
XIX	30	27.3400	3.25943	100	0.64000	39	1453
	28	24.4308	3.64057	95	0.39170	37	868
	12	12.3700	7.14968	72	0.62000	28	822
XX	3	18.1369	4.88725	100	0.32530	5878	93070
	2	17.7700	4.99010	23	0.25100	1358	24963
	1	8.9948	9.82352	13	0.25140	784	12644

Çizelge 5.36. XXI, XXII ve XXIII numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
XXI	11	22.4790	3.95207	100	0.31590	332	5098
	18	27.8986	3.19543	86	0.31850	286	4741
	13	23.8355	3.73013	75	0.33510	250	4441
XXII	19	22.5388	3.94172	100	0.25380	897	12583
	26	26.3473	3.37995	56	0.24070	505	8779
	5	12.4200	7.12101	42	0.18980	379	3866
XXIII	2	16.5246	5.36028	100	0.33510	880	16374
	7	27.6015	3.22914	72	0.40810	633	11711
	17	47.4688	1.91380	51	0.38110	449	10021

Çizelge 5.37. XXIV numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
XXIV	3	9.3278	9.47356	100	0.21410	3162	36834
	6	18.7268	4.73461	11	0.21020	356	3991
	2	8.9000	9.92794	9	0.27000	296	7144

Çizelge 5.38. XXV, XXVI ve XXVII numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
XXV	11	22.4790	3.95207	100	0.31590	332	5098
	18	27.8986	3.19543	86	0.31850	286	4741
	13	23.8355	3.73013	75	0.33510	250	4441
XXVI	19	22.5388	3.94172	100	0.25380	897	12583
	26	26.3473	3.37995	56	0.24070	505	8779
	5	12.4200	7.12101	42	0.18980	379	3866
XXVII	3	5.1912	17.00957	100	0.28650	736	15036
	11	19.5444	4.53835	33	0.50010	243	7148
	13	21.3200	4.16422	30	0.33600	220	6711

Çizelge 5.39. XXVIII, XXIX ve XXX numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
XXVIII	26	31.6152	2.82774	100	0.26890	265	3860
	39	45.3609	1.99771	60	0.27120	158	2361
	5	10.9778	8.05307	30	0.25780	79	1080
XXIX	35	45.4513	1.99395	100	0.13050	988	6262
	5	5.3200	16.59804	32	0.23020	313	4000
	38	56.4439	1.62893	24	0.11400	242	1470
XXX	6	17.1536	5.16512	100	0.37030	447	8925
	15	27.1822	3.27800	91	0.38440	405	8828
	20	31.5811	2.83072	74	0.27860	333	5241

Çizelge 5.40. XXXI, XXXII, XXXIII ve XXXIV numaralı komplekslerin XRD değeri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
XXXI	4	4.9823	17.72228	100	0.34470	170	4421
	14	17.5700	5.04364	70	0.49200	119	4944
	16	19.4510	4.55993	49	0.75000	84	4468
XXXII	3	4.7514	18.58298	100	0.44430	671	15681
	5	17.3236	5.11481	56	0.50720	375	10887
	7	19.2439	4.60853	44	0.62960	295	9791
XXXIII	2	16.5246	5.36028	100	0.33510	880	16374
	7	27.6015	3.22914	72	0.40810	633	11711
	17	47.4688	1.91380	51	0.38110	449	10021
XXXIV	4	5.8447	15.10910	100	0.20410	186	3669
	14	9.3200	9.48147	51	0.27420	95	2698
	44	24.9533	3.56552	47	0.36060	88	2119

Çizelge 5.41. XXXV, XXXVI ve XXXVII numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
XXXV	26	31.6152	2.82774	100	0.26890	265	3860
	39	45.3609	1.99771	60	0.27120	158	2361
	5	10.9778	8.05307	30	0.25780	79	1080
XXXVI	35	45.4513	1.99395	100	0.13050	988	6262
	5	5.3200	16.59804	32	0.23020	313	4000
	38	56.4439	1.62893	24	0.11400	242	1470
XXXVII	2	5.0777	17.38952	100	0.69810	735	44151
	9	15.9410	5.55519	23	0.36600	170	5387
	18	26.0990	3.41154	22	0.61800	162	7785

Çizelge 5.42. XXXVIII, XXXIX ve XXXX numaralı komplekslerin XRD değerleri.

Kompleks Bileşik	Kuvvetli pik no	2θ (°)	d (Å)	I/II	FWHM (°)	Yoğunluk	Integre Yoğunluk
XXXVIII	4	4.8678	18.13888	100	0.36900	136	2143
	17	17.4450	5.07949	74	0.48340	101	2717
	20	19.3633	4.58038	51	0.71330	70	2562
XXXIX	3	4.8632	18.15603	100	0.44350	938	34990
	5	17.4798	5.06946	57	0.46960	533	24369
	7	19.3979	4.57229	43	0.60960	406	21587
XXXX	2	16.5246	5.36028	100	0.33510	880	16374
	7	27.6015	3.22914	72	0.40810	633	11711
	17	47.4688	1.91380	51	0.38110	449	10021

Sentezlenen kompleks bileşiklerin XRD–Powder analizlerinden (Zhang vd., 2015; Dilip vd., 2016; Salem vd., 2018) elde edilen değerlere göre sentezlen bütün komplekslerde gözlenen üçer adet şiddetli pikler 5-70 °C sıcaklık aralıklarındaki 2θ değerlerine karşı gelmektedir. Bu değerlerden yararlanarak düzlemler arası uzaklıkları (d) bulmak için Bragg denklemi kullanılmıştır. Hesaplanan değerler Çizelge 5.29 - Çizelge 5.42’de verilmiştir. Kompleks bileşiklerin partikül büyüklüğü Debbye Scherrer denklemi ($D = K \lambda / \beta \cos \theta$) ile hesaplanmıştır (Warren, 1990; Arish ve Nair, 2012; Atta vd., 2013). Burada, D: Bir sabit (genelde Cu kafesi için 0.94 alınıyor), λ : X-Ray dalga boyu (1.5406), β : İntegral tepe genişliği (Radyal cinsinden FWHM x 0.0176), θ : Bragg diferansiyel açısı ($\theta = 2 \theta / 2$)’dir. Yapılan hesaplamalar sonucunda elde edilen kompleks bileşiklerin partikül büyüklükleri sırasıyla I no’lu kompleks için 21.36 nm, II no’lu kompleks için 30.2 nm, III no’lu kompleks için 37.28 nm, IV no’lu kompleks için 14.26 nm, V no’lu kompleks için 25.42 nm, VI no’lu kompleks için 31.6 nm, VII no’lu kompleks için 11.31 nm, VIII no’lu kompleks için 11.17 nm, IX no’lu kompleks için 10.03 nm, X no’lu kompleks için 28.76 nm, XI no’lu kompleks için 31.7 nm, XII no’lu kompleks için 23.76 nm, XIII no’lu kompleks için 61.05 nm, XIV no’lu kompleks için 36.46 nm, XV no’lu kompleks için 23.76 nm, XVI no’lu kompleks için 31.65 nm, XVII no’lu kompleks için 30.46 nm, XVIII no’lu kompleks için 23.75 nm, XIX no’lu kompleks için 12.67 nm, XX no’lu kompleks için 24.9 nm, XXI no’lu kompleks için 25.43 nm, XXII no’lu kompleks için 31.65 nm, XXIII no’lu kompleks için 23.75 nm, XXIV no’lu kompleks için 36.92 nm, XXV no’lu kompleks için 25.43 nm, XXVI no’lu kompleks için 31.65 nm, XXVII no’lu kompleks için 27.53 nm, XXVIII no’lu kompleks için 30.45 nm, XXIX no’lu kompleks için 65.21 nm, XXX no’lu kompleks için 21.51 nm, XXXI no’lu kompleks için 22.88 nm, XXXII no’lu kompleks için 17.75 nm, XXXIII no’lu kompleks için 23.76 nm, XXXIV no’lu kompleks için 38.65 nm, XXXV no’lu kompleks için 30.45 nm, XXXVI no’lu kompleks için 65.45 nm, XXXVII no’lu kompleks için 11.3 nm, XXXVIII no’lu kompleks için 21.37 nm, XXXIX no’lu kompleks için 17.78 nm ve XXXX no’lu kompleks için 23.76 nm olarak bulunmuştur. Bulunan değerler sentezlenen kompleks bileşiklerin kübik sistemde kristallendiğini göstermektedir ve tüm kompleksler bir nano-kristal fazdadır. Sonuç olarak, Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin geometrileri Jahn Teller etkisine uğramış

bozuk oktahedral yapıda, Palladyum(II) ve Platin(II) kompleks bileşikleri ise kare düzlem yapıdadır.

5.6. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin EDX Analizi

EDX (Enerji dağılımlı X-ışını analizi) (Al-Saif, 2014; Lokhande, 2015; Barbosa vd., 2017), kompleksten farklı boyuttaki nanopartiküller üzerinde element analizi için kullanıldı (EK 4, Şekil 121 – Şekil 160). EDX ile elde edilen sonuçlar komplekslerde var olan metal atomları ve diğer atomların varlığını ve her bir metal iyonunun homojen olarak dağıldığını göstermiştir.

5.7. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin SEM

Sentezlenen kompleks bileşiklerin yüzeyi, SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) (Al-Saif, 2014; Lokhande, 2015; Barbosa vd., 2017), kullanılarak incelenmiş ve Sem görüntüleri EK 5’de Şekil 161 – Şekil 200’de verilmiştir. SEM, hazırlanan kompleks bileşiğin yüzeyinin yapısını gösteren basit bir yöntemdir. SEM analizi, başlangıç malzemelerine kıyasla farklı şekillerde topaklanma eğiliminde olan küçük ile orta büyüklükteki parçacıkları gösteren kompleks bileşiğin yüzeyini kontrol eder. Komplekslerin SEM görüntüleri, metal parçacıklarının küresel boyutta olduğunu göstermektedir. Metal partikülleri, kompleksin tamamında ve nanometre aralığındaki küçük taneciklerin mevcudiyetinde oldukça görünür durumdadır.

5.8. Elde Edilen Kompleks Bileşiklerin TG-DTA Analizi

25-990°C sıcaklık aralığında ve azot atmosferi altında herbir kompleks bileşik için sıcaklığın artmasıyla madde miktarlarındaki değişmeyi gösteren TG-DTA grafikleri sırasıyla EK 6’da Şekil 201 – Şekil 240 ve Çizelge 5.43 - Çizelge 5.45’de verilmiştir.

Çizelge 5.43. Elde edilen komplekslerin TG-DTA değerleri.

Kompleks	Tilk-Tso (°C)	Kütle kaybı (%)	Tilk-Tson (°C)	Kütle kaybı (%)	Tilk-Tson (°C)	Kalan (%)
I	25-200	2.79 (su) 5.5 (Cl)	200-500	79.91	500-900	11.8 (CoO)
II	25-200	2.5 (su) 5.5 (Cl)	200-500	80.5	500-900	11.5 (NiO)
III	25-200	7.39 (Cl)	200-500	45.15	500-900	25.3 (PdO) 22.16 (Pd)
IV	25-200	6.24 (Cl)	200-500	22.97	500-900	36.5 (PtO) 34.29 (Pt)
V	25-200	4.4 (2 su)	200-500	86.54	500-900	9.06(CoO)
VI	25-200	4.35 (2 su)	200-500	86.62	500-900	9.03(NiO)
VII	25-200	4.3 (2 su)	200-500	86.1	500-900	9.6 (CuO)
VIII	25-200	1.3 (Olası su)	200-500	86.0	500-900	12.7(CuO)
IX	25-200	0.6 (Olası su)	200-500	89.61	500-900	9.79(CuO)
X	25-200	4.6 (Olası su)	200-500	84.68	500-900	10.7(CoO)
XI	25-200	0.6 (Olası su)	200-500	88.7	500-900	10.7(NiO)
XII	25-200	2.8 (Olası su)	200-500	85.89	500-900	11.3(CuO)

Çizelge 5.44. Elde edilen komplekslerin TG-DTA değerleri.

Kompleks	Tilk-Tso (°C)	Kütle kaybı (%)	Tilk-Tson (°C)	Kütle kaybı (%)	Tilk-Tson (°C)	Kalan (%)
XIII	25-200	0.9 (Olası su)	200-500	90.99	500-900	8.11(CoO)
XIV	25-200	0.6 (Olası su)	200-500	91.6	500-900	7.8 (NiO)
XV	25-200	-	200-500	91.5	500-900	8.5 (CuO)
XVI	25-200	-	200-500	91.1	500-900	8.9 (CoO)
XVII	25-200	4.3 (Olası su)	200-500	86.81	500-900	8.89(NiO)
XVIII	25-200	2.5 (Olası su)	200-500	80.08	500-900	9.42(CuO)
XIX	25-200	0.4 (Olası su)	200-500	90.18	500-900	9.42(CuO)
XX	25-200	1.0 (Olası su) 8.9 2 (Cl)	200-500	80.15	500-900	9.95(CuO)
XXI	25-200	8.5 (4 su) 4.2 (Cl)	200-500	69.6	500-900	17.7(CoO)
XXII	25-200	8.54(4 su) 4.21 (Cl)	200-500	69.95	500-900	17.3(NiO)
XXIII	25-200	8.4 (4 su) 4.2 (Cl)	200-500	69.0	500-900	18.4(CuO)
XXIV	25-200	2.5 (su) 5.0 (Cl)	200-500	81.2	500-900	11.3(CuO)
XXV	25-200	1.8 (su) 5.3 (Cl)	200-500	82.9	500-900	10.0(CoO)
XXVI	25-200	3.3 (su) 5.4 (Cl)	200-500	81.3	500-900	10.0(NiO)
XXVII	25-200	2.5 (su) 4.8 (Cl)	200-500	82.06	500-900	10.6(CuO)
XXVIII	25-200	2.5 (su) 4.9 (Cl)	200-500	82.25	500-900	10.3(CoO)
XXIX	25-200	2.5 (su) 3.5 (Cl)	200-500	83.7	500-900	10.3(NiO)
XXX	25-200	2.5 (su) 4.9 (Cl)	200-500	81.58	500-900	11.0(CuO)

Çizelge 5.45. Elde edilen komplekslerin TG-DTA değerleri.

Kompleks	Tilk-Tso (°C)	Kütle kaybı (%)	Tilk-Tson (°C)	Kütle kaybı (%)	Tilk-Tson (°C)	Kalan (%)
XXXI	25-200	6.1 (2 su)	200-500	80.3	500-900	13.6(CoO)
XXXII	25-200	6.2 (2 su)	200-500	80.78	500-900	13.0(NiO)
XXXIII	25-200	6.2 (2 su)	200-500	79.9	500-900	13.9(CuO)
XXXIV	25-200	0.8 (Olası su)	200-500	58.5	500-900	21.5(PdO) 19.2 (Pd)
XXXV	25-200	5.5 (2 su)	200-500	82.5	500-900	12.0(CoO)
XXXVI	25-200	4.4 (2 su)	200-500	81.8	500-900	13.8(NiO)
XXXVII	25-200	6.03(2 su)	200-500	80.47	500-900	13.5(CuO)
XXXVIII	25-200	5.9 (2 su)	200-500	81.2	500-900	12.9(CoO)
XXXIX	25-200	6.0 (2 su)	200-500	81.3	500-900	12.7(NiO)
XXXX	25-200	5.8 (2 su)	200-500	80.3	500-900	13.9(CuO)

TG-DTA Çizelge ve EK 6'daki grafiklerden hesaplanan değerlerden, 25-210°C sıcaklık aralıklarında en az 0.4 % ve en çok 8.54 % su kayıpları, yine aynı sıcaklık aralıklarında en az 3.5 % ve en çok 7.39 % Cl kayıpları görülmektedir. Bu kayıplardan kompleks bileşiklerin içermiş oldukları su ve Cl moleküllerini kaybettikleri görülmektedir. Kompleks bileşiklerde 210-500°C sıcaklık aralıklarında en az 22.97 % ve en çok 91.7 % organik kısımların parçalandığı anlaşılmaktadır. 500-900°C sıcaklık aralıklarında en az 7.8 % ve en çok 36.5 % olmak üzere metal oksitler kalmaktadır. Ayrıca yine bu sıcaklık aralıklarında III no'lu kompleks bileşik için 22.16 % Palladyum(II), IV no'lu kompleks bileşik için 34.29 % Platin(II) ve XXXIV no'lu kompleks bileşik için 19.2 % Palladyum(II) metallerinin kaldığı gözlenmektedir. Bu değerler sentezlenen kompleks bileşiklerin önerilen yapı formülleri ile uyum içindedir.

5.9. Antimikrobiyal Aktivite Tayini Sonuçları

Sentezlenen I, II, III, IV, XIII, XIX, XXXI, XXXII, XXXIII, XXXIV, XXXV, XXXVI, XXXVII, XXXIX VE XXXX no'lu kompleks bileşiklerin antimikrobiyal aktiviteleri için Gram negatif *E. Coli*, *L. Monocytogenes*, *S. Thyphimirium*, Gram pozitif *B. Cereus*, *S. Aureus* ve mantar *C. Albicans* kullanıldı. Ampihicilin hem bakteri hem de mantar kültürlerinde antibiyotik olarak kullanılmıştır. MİK (Minimal inhibitör konsantrasyon) değerleri (MİK), CLSI (Clinical and Laboratory Standards Institute) standartları ve mikro broth seyreltme yöntemi ile belirlendi. Elde edilen sonuçlar,

EK.7’de Şekil 241 - Şekil 255’de verilmiştir. Bu sonuçlara göre, I no’lu kompleks bileşikte *Listeria monocytogenes* bakterisinde 24 ve 48 saatte 100 µg/ml konsantrasyonda antibiyotiğe yakın bir aktivite gözlenirken yine aynı zaman dilimlerinde ve 100 µg/ml konsantrasyonlarda IV no’lu kompleks bileşik için bakteri *Listeria monocytogenes* ve maya *Candida albicans*’ta, XXXI no’lu kompleks bileşik için maya *Candida albicans*’ta, XXXII no’lu kompleks bileşik için 48 saatte ve 100 µg/ml konsantrasyonda bakteri *Staphylococcus aureus*’ta antibiyotik Ampihicilin’e yakın bir etki elde edilmiştir. II, III, XIX, XXXIII, XXXIV, XXXV, XXXVI, XXXVII, XXXIX ve XXXX no’lu kompleks bileşiklerde ise tüm bakteri türleri ve *Candida albicans* mayasında 24 ve 48 saatte hazırlanan tüm konsantrasyonlarda herhangi bir antimikreobial aktivite gözlenmemiştir.

5.10. Tartışma

Bu çalışmada kafeinin KSCN, 8-hidroksikinolin, p-brom fenol, etilendiamin, nikotinamid, adenin, teofilin, m-nitro anilin, p-Br-bis(hidroksimetil)fenol yanı sıra L-asparagin, L-fenil alanin, L-glutaminin amino asitlerinin furfuraldehit ve 2-hidroksi-1-naftaldehit ile vermiş oldukları Schiff bazlarını kullanarak Kobalt(II), Bakır(II), Nikel(II), Paladyum(II) ve Platin(II) geçiş metalleri varlığında toplam 40 adet kompleks bileşik sentezlenmiş, elde edilen komplekslerin yapıları fiziksel (erime noktası, manyetik moment, iletkenlik), spektral (ESI-MS, FTIR, UV-VIS, XRD-Powder) ve termal analiz (TG/DTA) yöntemleriyle aydınlatılmaya çalışılmıştır. Daha sonra komplekslerin biyolojik açıdan en uygun olanları seçilerek antibakteriyal ve antifungal aktiviteleri incelenmiştir.

Elde edilen kompleks bileşiklerin fiziksel özellikleri incelendiğinde, komplekslerin hiçbiri suda çözünmeyip sadece organik çözücülerde çözünmektedir. Elde edilen komplekslerin erime noktaları, ligandların erime noktalarından farklıdır. Oda sıcaklığında elde edilen komplekslerin $1 \times 10^{-3} \text{M}$ derişimindeki DMSO çözeltilerinde ölçülen molar iletkenliklikleri $10\text{-}25 \text{ ohm}^{-1} \text{mol}^{-1} \text{cm}^2$ aralığında olduğundan kompleksler elektrolit olmayan özelliktedir. Elde edilen kompleks bileşiklerde kovalent ve iyonik bağların yanı sıra ligandların sahip oldukları serbest elektron çiftlerini merkez metal atomu yada iyonuna vermesiyle oluşan serbest koordine kovalent bağlarda vardır. Hesaplanan manyetik moment değerleride Kobalt(II),

Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinde oktahedral yapıları desteklerken Palladyum(II) ve Platin(II) içeren kompleks bileşiklerde karedüzlem yapı ile uyum içindedir.

Sentezlenen kompleks bileşiklerin Kütle spektrumlarında gözlenen ve komplekslerin molekül ağırlıklarına uygun olan bir tek pikin varlığı amaçlanan koordinasyon bileşiklerinin meydana geldiğini desteklemektedir.

Komplekslerin UV-Vis. spektrumları incelendiğinde, tek başına ligandların UV bölgede 200-400 nm aralığında vermiş oldukları absorpsiyon pikleri içermiş oldukları serbest elektron çiftlerinden ve çifte bağlardan dolayı ligandlar arası geçişler olan $\pi \rightarrow \pi^*$ ve $n \rightarrow \pi^*$ elektronik geçişlerine sebep olmaktadır. Kompleks bileşiklerde ise bu geçişlerin yanında kompleks bileşiklerin yapılarında var olan çeşitli metallerden kaynaklanan metalden liganda veya liganddan metale yük transferleri meydana gelmektedir. Bu yük transferleri, UV-Visible bölgede sırasıyla Kobalt(II) kompleks bileşiklerinde, ${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4T_{2g}(F)$, ${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4T_{1g}(P)$ ve ${}^4T_{1g}(F) \rightarrow {}^4A_{2g}(F)$ ve Nikel(II) kompleks bileşiklerinde, ${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{2g}(F)$, ${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{1g}(F)$ ve ${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{1g}(P)$ ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinde, ${}^2E_g(D) \rightarrow {}^2T_{2g}(D)$, Palladyum(II) ve Platin(II) kompleks bileşiklerinde ise ${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1A_{2g}$, ${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1B_{1g}$ ve ${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1E_g$ elektronik geçişlerine neden olmaktadır. Bu geçişler, Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinde oktahedral yapıyı desteklerken, Palladyum(II) ve Platin(II) komplekslerinin karedüzlem yapıda olduklarını göstermektedir.

Komplekslerin FT-IR spektrumlarında, tek başına ligandların FT-IR spektrumlarının sentezlenen kompleks bileşiklerde belli frekans aralıklarında kaymalar gösterdiği görülmektedir. FT-IR spektrumlarına göre 8-HQ, p-Br fenol ve BBHMP'nin $\nu(OH)$ titreşim frekanslarına ait pikler I-VII ve XXI-XXIII numaralı komplekslerde kaybolmuştur. en, NA, AD, m-NA, İmin 1, İmin 3, İmin 4 ve İmin 6'nın belli frekans aralıklarında kaydedilen $\nu(NH_2)$ titreşim frekanslarına ait pikler VIII-XII, XVI-XX, XXIV, XXVIII-XXXIV ve XXXVIII-XXXX numaralı kaymalar vermektedir. Bu sonuç, NH_2 grubunun koordinasyona dahil olmadığını göstermektedir. Yine belli frekans aralıklarında kaydedilen $\nu(C=C)$, $\nu(C-N)$, $\nu(C=N)$, $\nu(C=O)$ ve $\nu(NH)$ titreşim frekanslarına ait pikler sentezlenen komplekslerde yine belli frekans aralıklarında kaymalara neden olmuştur. Schiff bazlarını içeren kompleks bileşiklerde, Amino asit

schiff bazları (iminler) tuzları halinde değildir dolayısıyla –COOH grubundan kaynaklanan asimetrik ve simetrik gruplar gözlenmemiştir. Bununla birlikte sentezlenen komplekslerde amino asitlerin –COOH grubuna ait asimetrik ve simetrik pikleri 1615-1437 cm^{-1} ve 1338-1470 cm^{-1} frekans değerleri arasında elde edilmiştir. $\nu(\text{M-O})$ ile $\nu(\text{M-N})$ frekanslarına ait olan ve 700-550 cm^{-1} frekans aralıklarında gözlenen pikler, $\nu(\text{C-N})$ ve $\nu(\text{C=N})$ gruplarının içerdiği N atomlarının koordinasyona katıldıklarını göstermektedir. KSCN içeren kompleks bileşiklerde $\nu(\text{MSCN})$ titreşim frekanslarına ait zayıf pikler 468-423 cm^{-1} frekans aralıklarında gözlenmiştir. Bu sonuçlar, SCN^- iyonlarının içinde bulunan kükürt atomunun koordinasyona katıldığını göstermektedir. Gözlenen titreşim frekans değerleri daha yüksek değerlerde olmadığı için SCN^- iyonlarının içindeki azot atomunun koordinasyona katkısı söz konusu değildir.

Sentezlenen kompleks bileşiklerin XRD–Powder analiz sonuçlarına göre yapılan hesaplamalar sonucunda elde edilen kompleks bileşiklerin partikül büyüklükleri nm boyutlarında bulunmuştur. Kompleksler kübik sistem yapıda kristallenmişlerdir ve nano-kristal fazdadır. Kobalt(II), Nikel(II) ve Bakır(II) kompleks bileşiklerinin geometrileri tetragonal bozunmaya uğramış oktahedral yapıda iken Palladyum(II) ve Platin(II) komplekslerinde kare düzlem yapıyı desteklemektedir. Enerji dağılımlı X-ışını sanalizi (EDX) sonuçlarında komplekslerde var olan metal atomları ve diğer atomların varlığını ve her bir metal iyonunun homojen olarak dağıldığını göstermiştir.

Komplekslerin SEM görüntüleri, metal parçacıklarının küresel boyutta olduğunu göstermektedir. Metal partikülleri, kompleksin tamamında ve nanometre aralığındaki küçük taneciklerin varlığında oldukça görünür durumdadır.

TG-DTA grafiklerine göre, 25-200°C sıcaklık aralıklarında su ve Cl moleküllerinin kayıpları, görülmektedir. Bu kayıplardan kompleks bileşiklerin içermiş oldukları su ve Cl moleküllerini kaybettikleri anlaşılmaktadır. Komplekslerde 205-505°C sıcaklık aralığında yapılarda bulunan organik kısımlar parçalanmaktadır. 505-900°C sıcaklık aralıklarında en az metal oksitler kalmaktadır. Ayrıca yine bu sıcaklık aralıklarında III no'lu kompleks bileşik için 22.16 % Palladyum(II), IV no'lu kompleks bileşik için 34.29 % Platin(II) ve XXXIV no'lu kompleks bileşik için 19.2 % Palladyum(II) metallerinin kaldığı gözlenmektedir. Elde edilen termogravimetrik analiz sonuçları kompleksler için önerilen yapı formülleri ile uyum içindedir.

Antimikrobiyal aktivite analizlerinde elde edilen sonuçlara göre, I no'lu komplekste *Listeria monocytogenes* bakterisinde 24 ve 48 saatte 100 µg/ml konsantrasyonda antibiyotik Ampihicilin'e yakın bir aktivite elde edilmiştir. Aynı zaman dilimlerinde ve 100 µg/ml konsantrasyonda IV no'lu kompleks bileşik için bakteri *Listeria monocytogenes* bakterisi ve maya *Candida albicans*'ta, XIII no'lu kompleks bileşik için maya *Candida albicans*'ta, XXXI no'lu kompleks bileşik için 100 µg/ml konsantrasyonda ve 48 saatte maya *Candida albicans*'ta antibiyotik Ampihicilin'e yakın bir etki elde edilmiştir. II, III, XIX, XXXIII, XXXIV, XXXV, XXXVI, XXXVII, XXXIX ve XXXX no'lu komplekslerde tüm bakteri türleri ve *Candida albicans* mayasında 24 ve 48 saatte hazırlanan tüm konsantrasyonlarda herhangi bir antimikreobial aktivite gözlenmemiştir.

KAYNAKLAR

- Agnew, N.H., Applton, T.G., Hall, J.R., Kilmister, G.F., McMahon, I.J. (1979). A new mode of theophyllinate anion-metal bonding N(7), N(9)-bridging in theophyllinate complexes of trimethylplatinum(IV). *JCS Chemical Communication*, 7, 324-326.
- Ahmed, I.T., Boraei, A.A.A., EL-Roudi, O.M. (1998). Mixed-Ligand Complexes of Some Divalent Transition Metal Ions with Dicarboxylic Amino Acids and 8-Hydroxyquinoline. *Journal of Chemical Engineering Data*, 43 (3), 459-464.
- Albert, A., Phillips, J.N. (1956). 264. Ionization constants of heterocyclic substances. Part II. Hydroxy-derivatives of nitrogenous six-membered ring-compounds. *Journal of Chemical Society*, 1294-1304.
- Al-Saif, F.A. (2014). Spectroscopic Elucidation, Conductivity and Activation Thermodynamic Parameters Studies on Pt(IV), Au(III) and Pd(II) 1,5-Dimethyl-2-phenyl-4-[(thiophen-2-ylmethylene)-amino]-1,2-dihydro-pyrazol-3-one Schiff Base Complexes. *International Journal of Electrochemical Science*, 9, 398-417.
- Altun, Ö., Koçer, M.Ö. (2021). Spectral, kinetic and thermodynamic studies of Pd (II) with Schiff base derived from L-asparagine and furfuraldehyde in the presence of 8-hydroxyquinoline. *Journal of Molecular Structure*, 1224 (129242), 1-9.
- Arpe, H.J. (2007). *Industrielle Organische Chemie* (6. Baskı, s. 245-275). Weinheim: Wiley-VCH.
- Arish, D., Nair, M.S. (2012). Synthesis, characterization and biological studies of Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II) complexes with pyrral-L- histidinate. *Arabian Journal of Chemistry*, 5, 179-186.
- Ashihara, A.H., Crozier, A. (2001). Caffeine: a well known but little mentioned compound in plant science. *Trends in Plant Science*, 6 (9), 569-570.
- Ashihara, H., Sano, H., Crozier, A. (2008). Caffeine and related purine alkaloids: Biosynthesis, catabolism, function and genetic engineering. *Phytochemistry*, 69 (4), 841-856.
- Atta, A.H., El-Shenawy, A.I., Refat, M.S., Elsabay, K.M. (2013). Preparation and characterization of some gold nanometric compounds with simple organic materials as precursor: Spectroscopic, biological and anti-cancer assessments. *Journal of Molecular Structure*, 1039, 51-60.

- Barbosa, H.F.G., Attjioui, M., Ferreira, A.P.G., Dockal, E.R., El Gueddari, N.E., Moerschbacher, B.M., Cavaleiro, E.T.G. (2017). Synthesis, Characterization and Biological Activities of Biopolymeric Schiff Bases Prepared with Chitosan and Salicylaldehydes and Their Pd(II) and Pt(II) Complexes. *Molecules*, 22 (11), 1-19.
- Bekaroğlu, Ö. (1972). *Koordinasyon Kimyası*. İstanbul Üniversitesi, Kimya Fakültesi Yayını. İstanbul: Kurtuluş Matbaası.
- Bilcen, S. (2008). *Aromatik Halka İçeren Amino Asitlerden DL-Triptofan ve L-Fenilalaninin Bazı B Grubu Metalleri İle Verdiği Reaksiyonların Kinetiğinin İncelenmesi ve Elde Edilen Ürünlerin Yapılarının Aydınlatılması*. Edirne: Yüksek Lisans Tezi. Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Black, D.S.C., Hartshorn, A.J. (1973). Ligand design and synthesis. *Coordination Chemistry Reviews*, 9 (3-4), 219-274.
- Bron, M., Holze, R. (1995). Cyanate and thiocyanate adsorption at copper and gold electrodes as probed by in situ infrared and surface-enhanced Raman spectroscopy. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 385, 105-113.
- Chandra, S.; Gupta, L.K.; Agrawal, S. (2007). Modern spectroscopic and biological approach in the characterization of a novel 14-membered [N₄] macrocyclic ligand and its transition metal complexes. *Transition Metal Chemistry*, 32, 240-245.
- Clinical and Laboratory Standards Institute (2002). *Reference method for broth dilution antifungal susceptibility testing of yeasts: approved standard M27-A2*. PA: Wayne.
- Clinical and Laboratory Standards Institute (2012). *Performance standards for antimicrobial susceptibility testing, 15th Informational Supplement. CLSI Document M100-S22*. PA.
- Conlisk, A.J., Deborah, A., Gakuska, M.P.H. (2000). Is caffeine associated with bone mineral density in young adult women? *Preventive Medicine*, 31 (5), 562-568.
- David, L., Cozar, O., Forizs, E., Craciun, C., Ristoiu, D., Balan, C. (1999). Local structure analysis of some Cu(II) theophylline complexes. *Spectrochimica Acta Part A*, 55 (12), 2559-2564.
- De Wall, S.L., Barbour, L.J., Gokel, G.W. (1999). Phe and Trp be strong donors for Na⁺ and K⁺ in biological systems. *Journal of The American Chemical Society*, 121, 8405- 8408.
- Dilip, C.S., Thangaraj, V., Rai, A.P. (2016). Synthesis, spectroscopic characterisation, biological and DNA cleavage properties of complexes of nicotinamide. *Arabian Journal of Chemistry*, 9 (1), 731-742.

- Dobbs, A., Rossiter, S., (2005). *Comprehensive Organic Functional Group Transformations II*. Imines and Their N-Substituted Derivatives: NH, NR, and N-Haloimines. Oxford, UK: Elsevier. 419-450.
- Dölen, E. (1991). *Analitik Kimyaya Giriş*. İstanbul: Marmara Üniversitesi Matbaası.
- Dunbar, C.R., Steill, J.D., Polfer, N.C., Oomens, J. (2009). Dimeric complexes of tryptophan with M²⁺ metal ions. *The Journal of Physical Chemistry A*, 113, 845-851.
- Dülger, B., Ceylan, M., Alitsaous, M., Uğurlu, E. (1999). Artemisia absinthium L.(Pelin)'un antimikrobiyal aktivitesi. *Turkish Journal of Biology*, 23, 377-384.
- Dyer, J.R. (1965). *Application of Absorption Spectroscopy of Organic Compounds*. New Jersey: Prentice-Hall.
- Egawa, T., Kamiya, A., Takeuchi, H., Konaka, S. (2006). Molecular structure of caffeine as determined by gas electron diffraction aided by theoretical calculations. *Journal of Molecular Structure*, 825 (1-3), 151-157.
- El-Gahami, M.A., Z.A. Khafagy, Z.A., A.M.M. Ali, A.M.M., N.M. İsmail, N.N. (2004). Thermal, spectroscopic, cyclic voltametric and biological activity studies of cobalt(II), nickel(II) and copper(II) complexes of dicarboxylic amino acids and 8-hydroxyquinoline. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 14 (2), 117-129.
- Ergon, M.C., Yücesoy, M. (2005). Mayaların Antifungal Duyarlılıklarının Araştırılmasında "High Resolution" Besiyeri Kullanılan Mikrodilüsyon Yönteminin Değerlendirilmesi. *İnfeksiyon Dergisi (Turkish Journal of Infection)*, 19 (4), 445-451.
- Ertürk A. (2015). *Salisilaldehitten Türeyen Bazı Schiff Bazı Ligandları ve Metal Komplekslerinin Sentezi ve Yapılarının İncelenmesi*. Konya: Yüksek Lisans Tezi. Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Evstigneev, M.P., Evstigneev, V.P., Hernandez Santiago A.A., Davies, D.B. (2006). Effect of a mixture of caffeine and nicotinamide on the solubility of vitamin (B2) in aqueous solution. *European Journal of Pharmaceutical Science*, 28 (1-2), 59-66.
- Geary, W.J. (1971). The use of conductivity measurements in organic solvents for the characterisations of coordination compounds. *Coordination Chemistry Reviews*, 1, 81.
- Ghose, R. (1992). Metal Complexation with Adenine and Thymine. *Synthesis and Reactivity in Inorganic and Metal-Organic Chemistry*, 22 (4), 379-392.

- Golan, R., Gelman, F., Kuder, T., Taylor, A.A., Ronen, Z., Bernstein, A. (2019). Degradation of 4-bromophenol by *Ochrobactrum* sp. HI1 isolated from desert soil: pathway and isotope effects. *Biodegradation*, 30, 37–46.
- Haghgooeie, H., Oskoui, M.A. (2008). Synthesis and Characterization of Some New Schiff Base Ligands and Their Complexes with Cobalt(II), Nickel(II) and Copper(II). *Asian Journal of Chemistry*, 20 (8), 6081-6089.
- Hu, J.J., Bai, S.Q., Yeh, H.H., Young, D.J., Chi, Y., Hor, T.S.A. (2011). N-heterocyclic carbene Pt(II) complexes from caffeine: synthesis, structures and photoluminescent properties. *Dalton Transaction*, 40, 4402-4406.
- Izatt, R.M., Cristensen, J.J., Rytting, J.H. (1971). Sites and thermodynamic quantities associated with proton and metal ion interaction with ribonucleic acid, deoxyribonucleic acid, and their constituent bases, nucleosides, and nucleotides. *Chemical Reviews*, 71 (5), 439-481.
- İlçim, A., Dıǧrak, M., Baǧcı, E. (1997). Bazı bitki ekstraktlarının antimikrobiyal etkilerinin araştırılması. *Kökem Dergisi*, 10, 18.
- İslam, M.S., Ahmed, M.S., Pal, S.C., Reza, Y., Jesmin, S. (1995). Synthesis and characterization and biological activities of biopolymeric Schiff bases prepared with chitosan and salicylaldehydes and their Pd(II) and Pt(II) complexes. *Indian Journal of Chemistry*, 34 A, 816-818.
- Jin, L., Sakiyan, I., Gonzales, N.S., Lane, D., Cherala, S. (2014). Synthesis, characterization and Cu²⁺ binding studies of L-histidine ester of 8-hydroxyquinoline. *Inorganica Chimica Acta*, 423 (A), 72-78.
- Kaya, C. (2008). *İnorganik Kimya*. İstanbul: Palme.
- Kaya, E.G., Özbilge, H., Albayrak, S. (2009). Determination of the effect of gentamicin against *Staphylococcus aureus* by using microbroth kinetic system. *ANKEM*, 23 (3), 110.
- Kaya, E., Özbilge, H. (2012). Determination of the effect of fluconazole against *Candida albicans* and *Candida glabrata* by using microbroth kinetic assay. *Turkish Journal of Medicinal Science*, 42 (2), 325.
- Kettle S.F.A. (1975). *Coordination Compounds*. London: Thomas Nelson and Sons.
- Khan, T., Zehra, S., Alvi, A., Fatima, U., Lawrence, A.J., (2021). Medicinal Utility of Some Schiff Bases and their Complexes with First Transition Series Metals: A Review. *Oriental Journal of Chemistry*. Figure 8 : Mechanism of action of general synthesis reaction of Schiff base'. 37 (5).
- Kotti, S.R.S., Timmons, C., Li, G. (2006). Vicinal diamino functionalities as privileged structural elements in biologically active compounds and exploitation of their synthetic chemistry. *Chemical Biology & Drug Design*, 67 (2), 101–114.

- Lambert, J.B., Shurwell, H.F., Verbit, L., Cooks, R.G., Stout, G.H. (1976). *Organic Structural Analysis*. New York: Mac Millan.
- Lappin, G.R., Zannucci, J.S. (1969). Photolysis of 4-bromo-2, 6-di-tert-butylphenol in benzene solution. *Tetrahedron Letters*, 10 (58), 5085-5087.
- Lever, A.B.P. (1984). *Inorganic Electronic Spectroscopy* (2nd ed.). New York: Elsevier.
- Lim, L.Y., Go, M.L. (2000). Caffeine and nicotinamide enhances the aqueous solubility of the antimalarial agent halofantrine. *European Journal of Pharmaceutical Science*, 10 (1), 17-28.
- Lokhande, M.V. (2015). Synthesis of some ferrocene Schiff base complexes with Mn(II), Ni(II), Co(II), Cu(II), Zn(II), and Pt(II) and its anti-microbial activity. *International Journal of Current Research in Chemistry and Pharmaceutical Sciences*, 2 (3) 89–98.
- Maruoka, K., Ooi, T., Yamamoto, H. (1991). Organoaluminum-catalyzed rearrangement of epoxides a facile route to the synthesis of optically active β -siloxy aldehydes. *Tetrahedron*, 47 (34), 6983-6998.
- Massey, L.K. (2001). Is caffeine a risk factor for bone loss in the elderly? *The American Journal of Clinical Nutrition*, 74 (5), 569-570.
- Mc Auliffe, C.A., Quagliano, J.V., Vallarino, L.M. (1966). Metal complexes of the amino acid DL-methionine. *Inorganic Chemistry*, 5 (11), 1996-2003.
- Mercer, A., Trotter, J. (1978). Crystal and molecular structure of 1,3,7-trimethyl-2,6-purinedione hydrochloride dihydrate (caffeine hydrochloride dihydrate). *Acta Crystallographica B*, 34, 450-453.
- Mulla, U., Kalashetti, M.B., Karabasannavar, S.S., Kalshetty, B.M. (2018). Synthesis, characterization of heterocyclic metal complexes, structural design and their microbial potentials. *Drug Invention Today*, 10 (9), 1691-1699.
- Mpallas, J.G., Spiliopoulos, I.K., Mikroyannidis, J.A., (2003). Blue light-emitting poly (p-phenylenevinylene) derivatives containing alternating conjugated segments and aliphatic spacers. *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*. 41 (8), 1091-1098.
- Nakamoto, K. (1997). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds* (5nd ed.). New York: John Wiley.
- Neville, H.A., Trevor, G.A., John, R.H., Gregory, F.K., Ian, J.M. (1979). A new mode of theophyllinate anion–metal bonding: N(7), N(9)-bridging in theophyllinate complexes of trimethylplatinum(IV). *J.C.S. Chemical Communications*, 324-326.

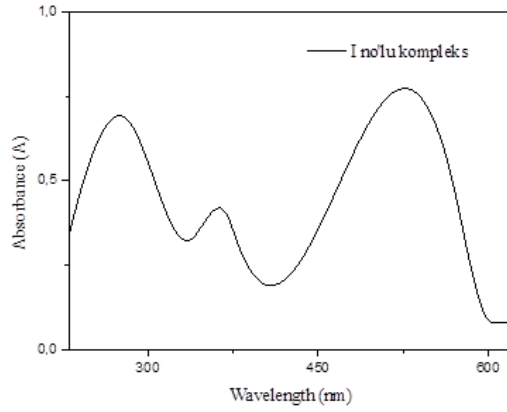
- Nicholls, D. (1973). *Complexes and First-Row Transition Elements*. London: Macmillan Press Ltd.
- Oğuz, M. (1998). Glutamin ve beslenmedeki önemi. *Türkiye Klinikleri Cerrahi Dergisi*, 3 (2), 154-157.
- Ölmez, H. (2004). *Anorganik Kimya*. Samsun: Otak Form-Ofset basım.
- Patai S. (1970). *Chemistry of the Carbon-Nitrogen Double Bond*. New York: Wiley.
- Piosik, J., Gwizdek-Wisniewska, A., Ulanowska, K., Ochocinski, J., Czyz, A., Wegrzyn, G. (2005). Methylxanthines (caffeine, pentoxifylline and theophylline) decrease the mutagenic effect of daunomycin, doxorubicin and mitoxantrone. *Acta Biochimica Polonica*, 52 (4), 923-926.
- Pneumatikakis, G. (1984). 1:1 Complexes of palladium(II) and platinum(II) with caffeine and their interaction with nucleosides. *Inorganica Chimica Acta*, 93 (1), 5-11.
- Poltev, V.I., Grokhilina, T.I., Gonzalez, E., Deriabina, A., Cruz, A., Gorb, L., Leszczynski, J., Djimant, L.N., Veselkov, A.N. (2004). The study of three-dimensional structure of caffeine associates using computational and experimental methods. *Journal of Molecular Structure: THEOCHEM*, 709 (1-3), 123-128.
- Rao, F.V., Andersen, O.A., Vora, K.A., Demartino, J.A., Van Aalten, D.M.F. (2005). Methylxanthine drugs are chitinase inhibitors: investigation of inhibition and binding modes. *Chemical Biology*, 12 (9), 973-980.
- Remko, M., Fitz, D., Broer, R., Rode, B.M. (2011). Effect of metal ions (Ni^{+2} , Cu^{+2} and Zn^{+2}) and water coordination on the structure of L-phenylalanine, L-tyrosine, L-tryptophan and their zwitterionic forms. *Jornal of Molecular Modelin.* 17 (12), 3117-3128.
- Sahoo, N.K., Pakshirajan, K., Ghosh, P.K. (2014). Biodegradation of 4-bromophenol by *Arthrobacter chlorophenolicus* A6 in batch shake flasks and in a continuously operated packed bed reacto. *Biodegradation*, 25 (2), 265-276.
- Saker, S.A., Farina, Y. (2010). Synthesis and Characterization of Mixed Ligand Complexes of Caffeine, Adenine and Thiocyanate with Some Transition Metal Ions. *Sains Malaysiana*, 39 (6), 957-962.
- Salem, M.A., Bakr, E.A., El-Attar, H.G. (2018). Pt@Ag and Pd@Ag core/shell nanoparticles for catalytic degradation of Congo red in aqueous solution. *Spectrochimica Acta Part A*, 188, 155-163.
- Sarı, N., Arslan, S., Loloğlu, E., Şakıyan, İ. (2003). Antibacterial activities of some new amino acid schiff bases. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 16 (2), 283-290.

- Schiff, H. (1864). Condensation products of aldehydes and ketones with primary amines. *Annals Supplement*, 3, 341-343.
- Scovill, J.P., Klayman, D.L., Franchino, C.F. (1982). 2-Acetylpyridine thiosemicarbazones. 4. Complexes with transition metals as antimalarial and antileukemic agents. *Journal of Medicinal Chemistry*, 25 (10), 1261-1264.
- Sırmatel, F., Zeyrek, F. Y., Erkmen, O. (2004). Hastane kökenli stafilocok suşlarında mikrodilüsyon yöntemi ile antibiyotiklere direncin belirlenmesi. *ANKEM*, 18 (4), 200- 204.
- Socrates, G. (1980). *Infrared Characterization Group Frequencies*. New York: John Wiley.
- Şakıyan İ., Özcan Y., İde S. (2006). [N-(2-hidroksi-1-naftaliden) histidin] schiff bazının sentezi ve kristal yapı analizi. *Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*. 7, 99-106.
- Şakıyan, İ., Gündüz, N., Gündüz, T. (2016). Synthesis and characterization of manganese (III) complexes of schiff bases derived from amino acids and 2-hydroxy-1- naphthaldehyde. *Synthesis and Reactivity Inorganic and Metal-Organic Chemistry*, 31 (7), 1176-1183.
- Şuözer, M. (2016). *Bazı Pürin ve Pirolidin Türevlerinin Bazı Geçiş Metalleri ile Çoklu Sistemde Yeni Koordinasyon Bileşiklerinin Sentezi, Yapılarının Aydınlatılması ve Bazı Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi*. Edirne: Yüksek Lisans Tezi. Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Tella A.C., Owolude, S.O., Mehla, G., Olatunji, S.J., Adetun, D.O., Kolawole, M.O., Simon, N., Alimi, L.O., (2017). Synthesis, thermal properties, and biological study of metal(II) nicotinamide complexes containing fumarate dianion and fumaric acid: Crystal structure of [Ni(H₂O)₄(nia)₂](fum)·(H₂fum). *Journal of Inorganic and Nano-Metal Chemistry*, 47 (6), 859-864.
- Tutanç, Ö.D. (2010). *Akciğer Kanseri Hastalarında Radyoterapinin Sebep Olduğu Akut Özefajitin Önlenmesinde Oral Glutaminin Etkinliği*. Diyarbakır: Dicle Üniversitesi Tıp Fakültesi Radyasyon Onkolojisi Anabilim Dalı Uzmanlık Tezi.
- Viglianisi, C., Menichetti, S., Assanelli, G., Sacchi, M.C., Tritto, I., Losio, S., (2012). Ethylene/hindered phenol substituted norbornene copolymers: Synthesis and NMR structural determination. *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*. 50 (22), 4647-4655.
- Wang, J.H., Percec, V. (1991). Phase transfer catalyzed polymerization of 4-bromo-2, 6-dimethylphenol in the presence of a terminating comonomer phenol: 2,4,6-tri-tert-butylphenol or 4-bromo-2, 6-di-tert-butylphenol. *Polymer Bulletin*, 25 (1), 33-40.
- Warren, B.E. (1990). *X-ray Diffraction* (second ed.). New York: Dover.

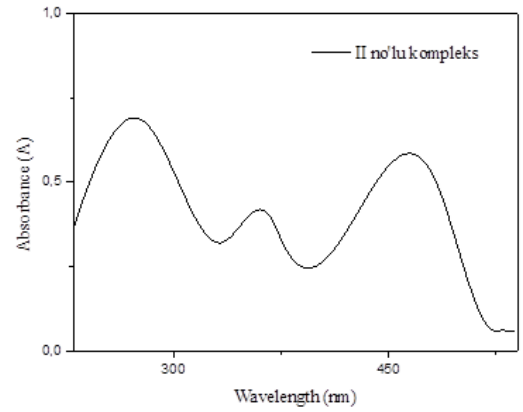
- West D.X., Pannell L.K. 1989. Transition-Metal Ion Complexes of Thiosemicarbazones Derived from 2-Acetrypyridine N-oxide 2. the N-4- Dimethyl Derivative. *Transition Metal Chemistry*, 14 (6), 457-462.
- Zhang, M., Li, Y., Yan, Z., ing, J., Xie, J., Chen, M. (2015). Improved catalytic activity of cobalt core–platinum shell nanoparticles supported on surface functionalized graphene for methanol electro-oxidation. *Electrochimica Acta*, 158, 81–88.
- Zhu, D. W., Van Ooij, W. (2004). Corrosion protection of metals by water-based silane mixtures of bis-[trimethoxysilylpropyl]amine and vinyltriacetoxysilane. *Progress In Organic Coatings*, 49 (1), 42-53.



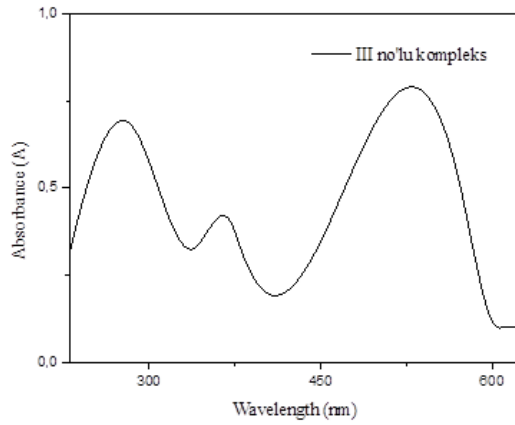
EK 1. UV-Vis. SPEKTRUMLARI



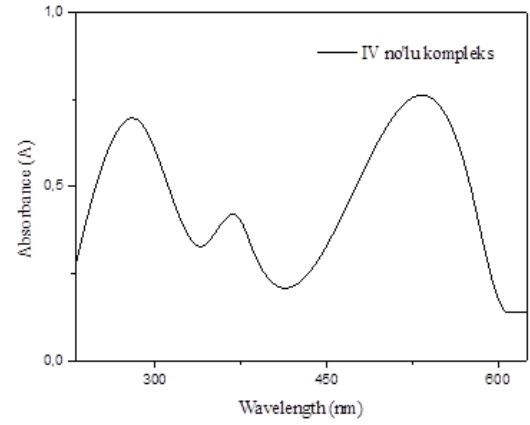
Şekil 1. I no'lu kompleks için UV.



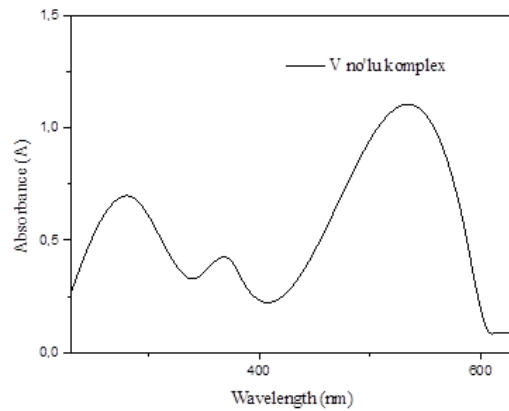
Şekil 2. II no'lu kompleks için UV.



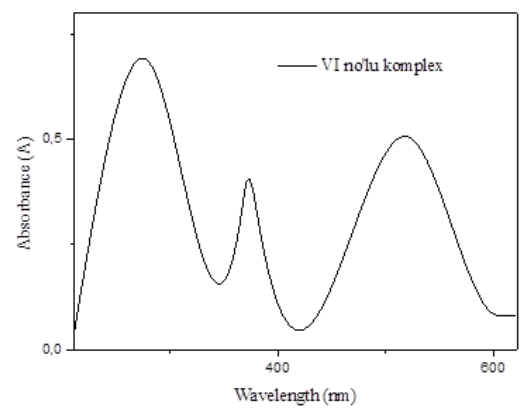
Şekil 3. III no'lu kompleks için UV.



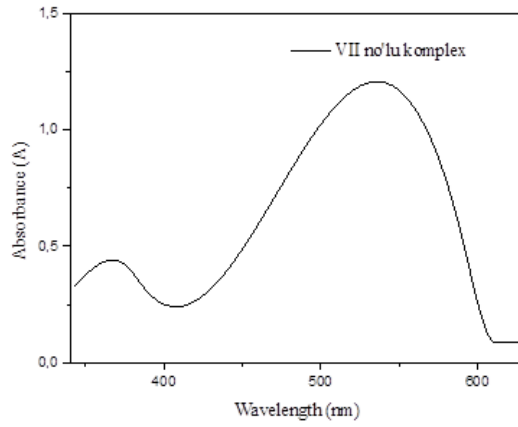
Şekil 4. IV no'lu kompleks için UV.



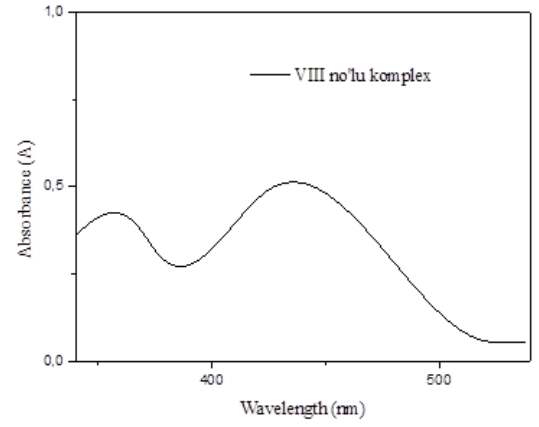
Şekil 5. V no'lu kompleks için UV.



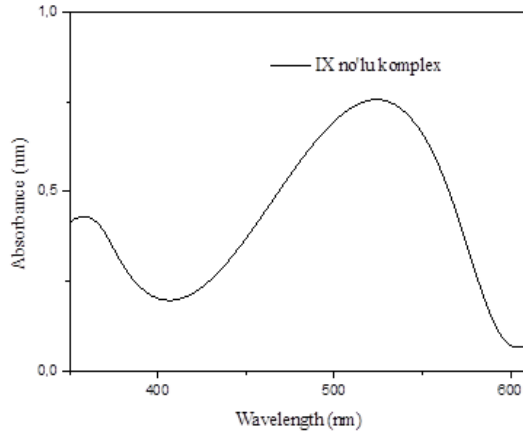
Şekil 6. VI no'lu kompleks için UV.



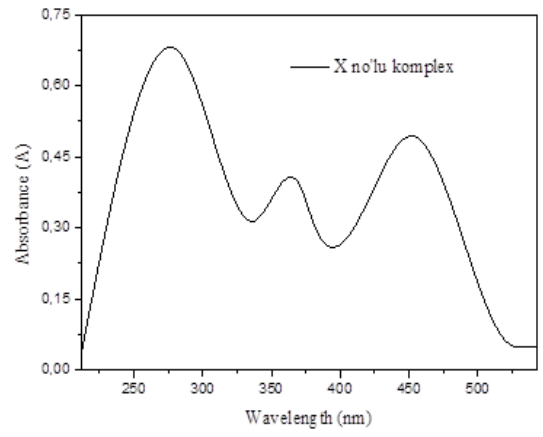
Şekil 7. VII no'lu kompleks için UV.



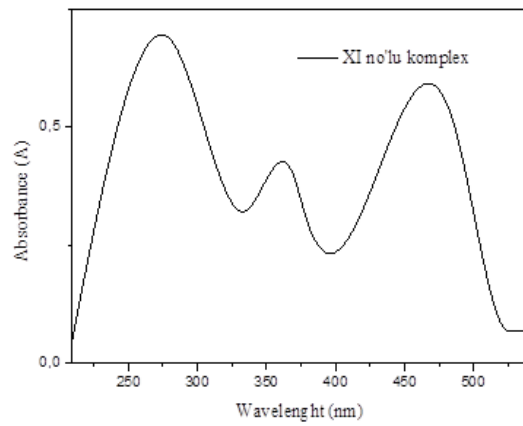
Şekil 8. VIII no'lu kompleks için UV.



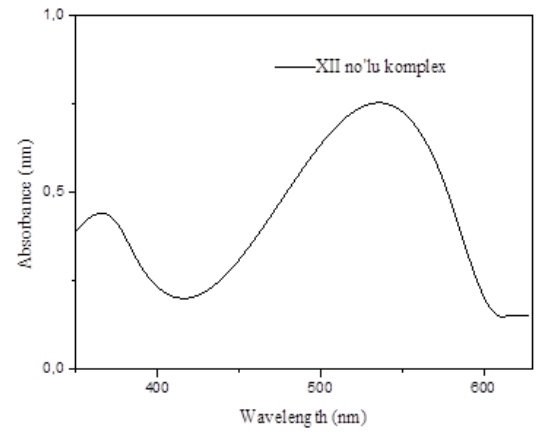
Şekil 9. IX no'lu kompleks için UV.



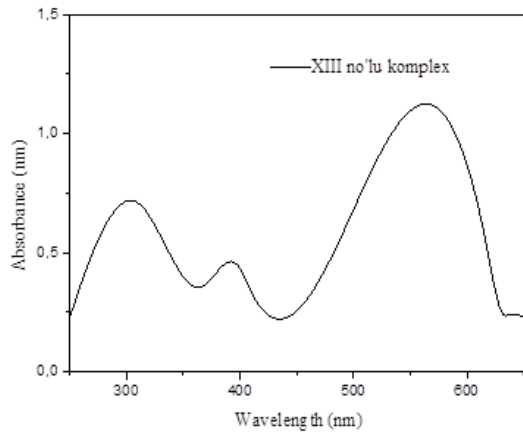
Şekil 10. X no'lu kompleks için UV.



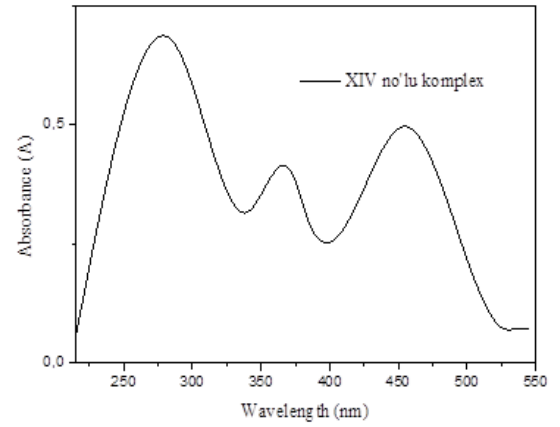
Şekil 11. XI no'lu kompleks için UV.



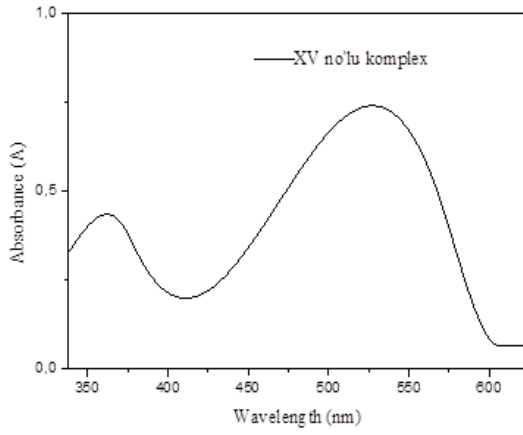
Şekil 12. XII no'lu kompleks için UV.



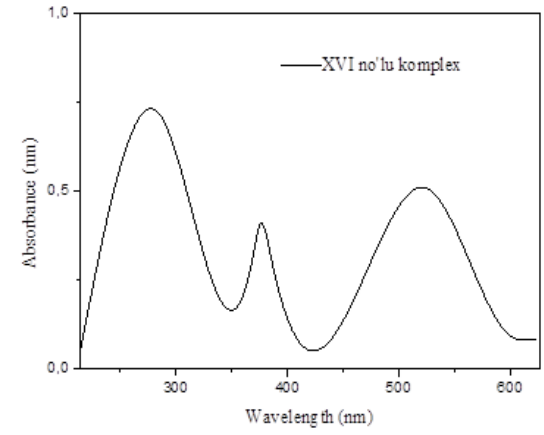
Şekil 13. XIII no'lu kompleks için UV.



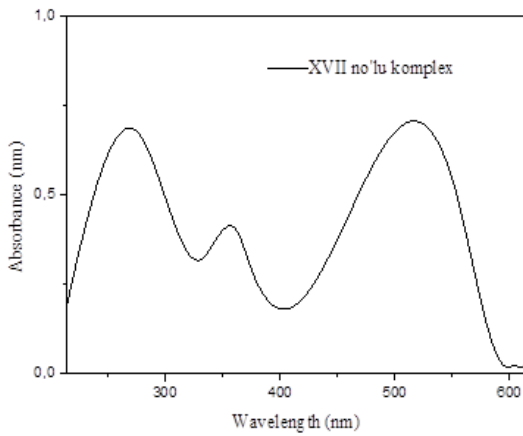
Şekil 14. XIV no'lu kompleks için UV.



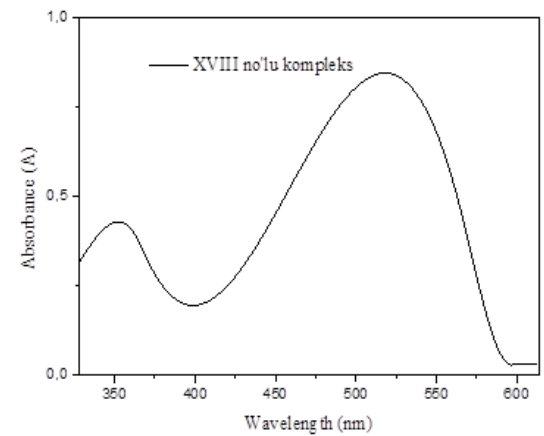
Şekil 15. XV no'lu kompleks için UV.



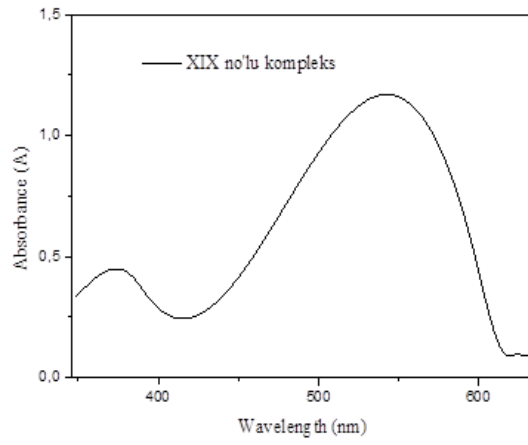
Şekil 16. XVI no'lu kompleks için UV.



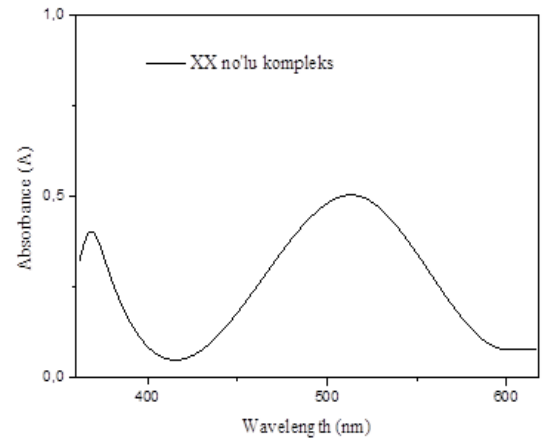
Şekil 17. XVII no'lu kompleks için UV.



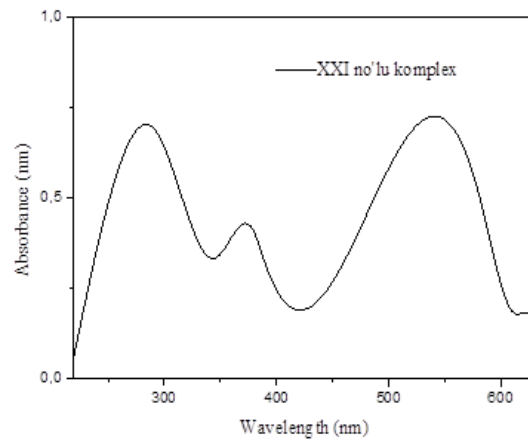
Şekil 18. XVIII no'lu kompleks için UV.



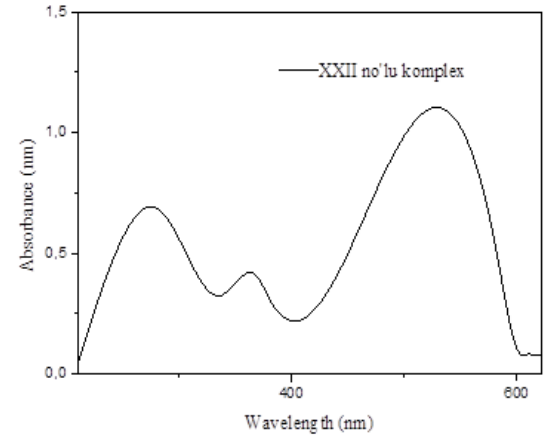
Şekil 19. XIX no'lu kompleks için UV.



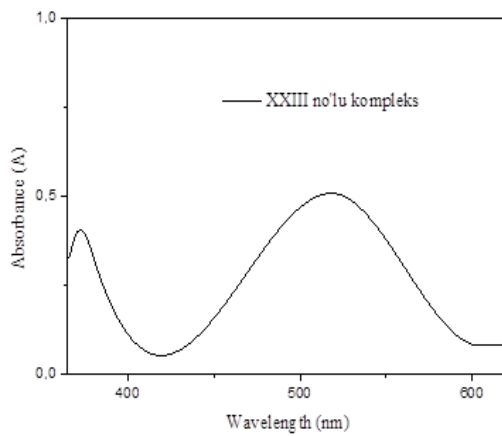
Şekil 20. XX no'lu kompleks için UV.



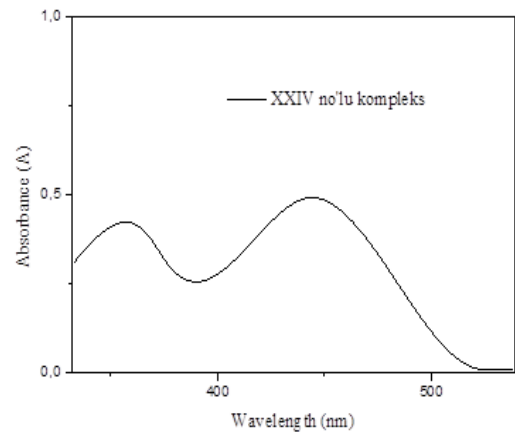
Şekil 21. XXI no'lu kompleks için UV.



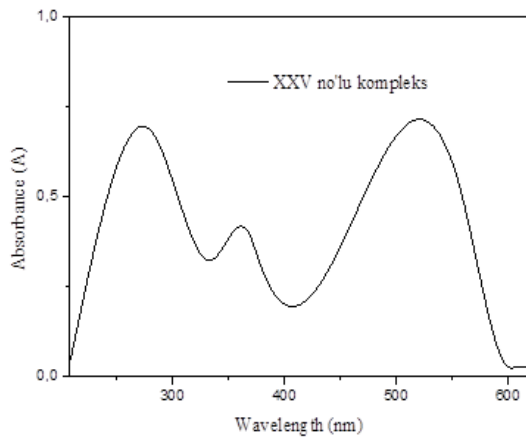
Şekil 22. XXII no'lu kompleks için UV.



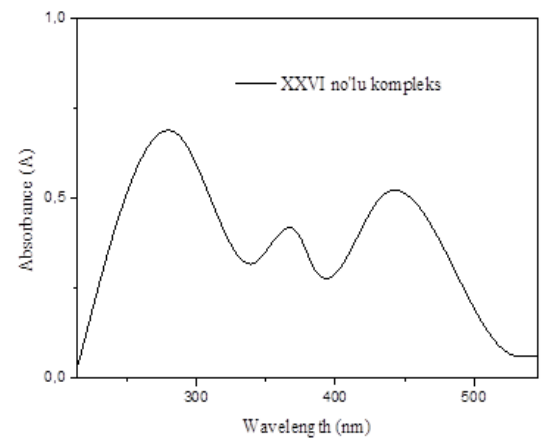
Şekil 23. XXIII no'lu kompleks için UV.



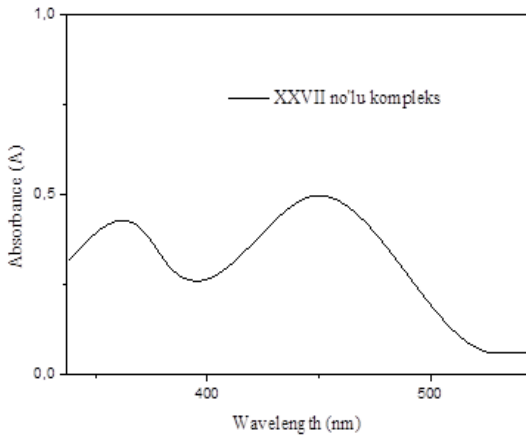
Şekil 24. XXIV no'lu kompleks için UV.



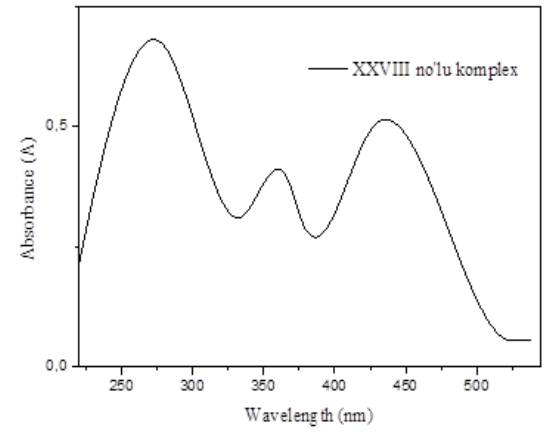
Şekil 25. XXV no'lu kompleks için UV.



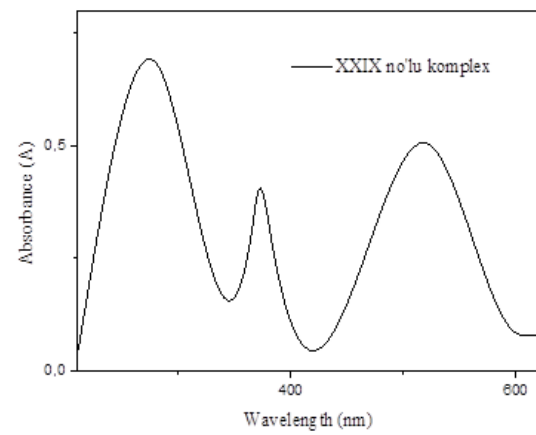
Şekil 26. XXVI no'lu kompleks için UV.



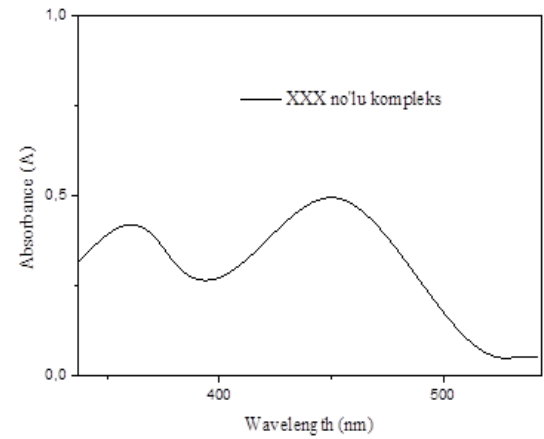
Şekil 27. XXVII no'lu kompleks için UV.



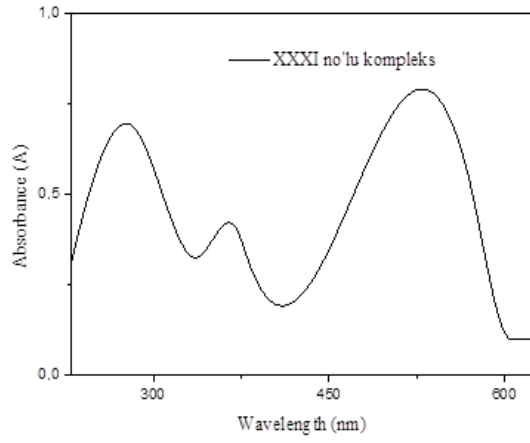
Şekil 28. XXVIII no'lu kompleks için UV.



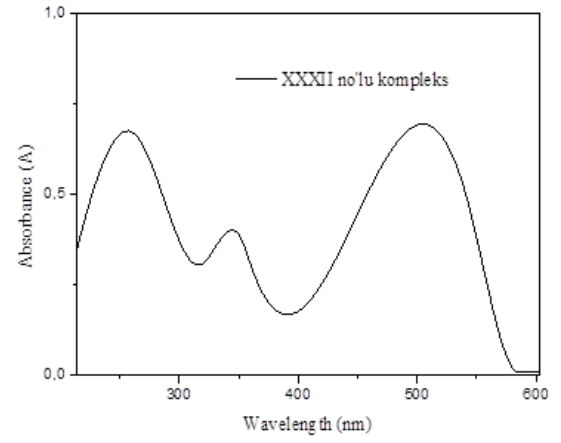
Şekil 29. XXIX no'lu kompleks için UV.



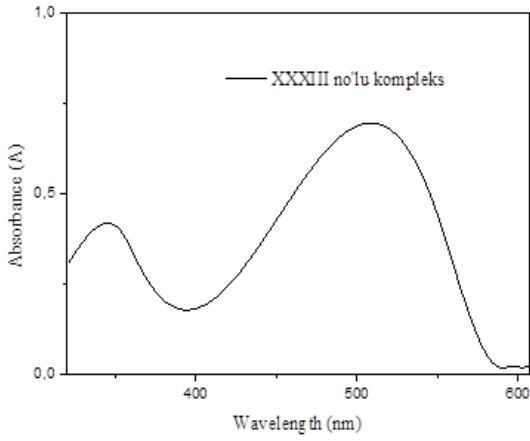
Şekil 30. XXX no'lu kompleks için UV.



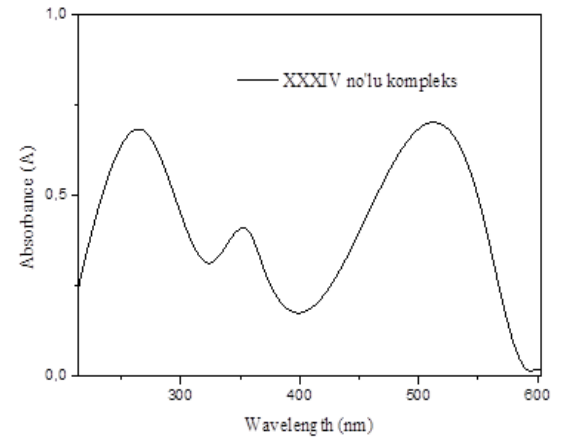
Şekil 31. XXXI no'lu kompleks için UV.



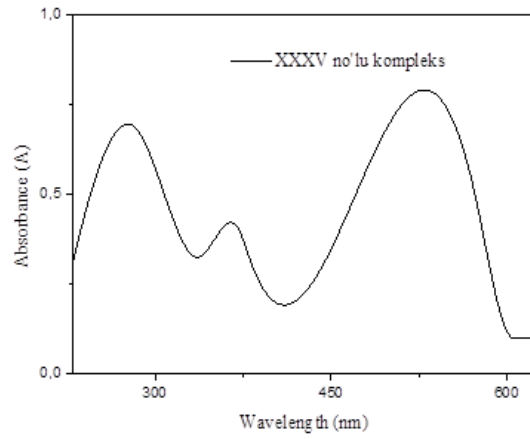
Şekil 32. XXXII no'lu kompleks için UV.



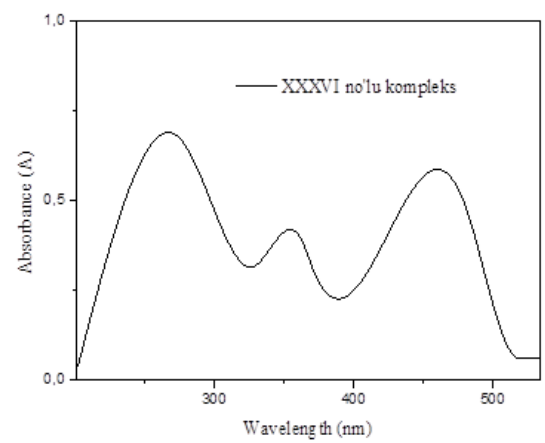
Şekil 33. XXXIII no'lu kompleks için UV.



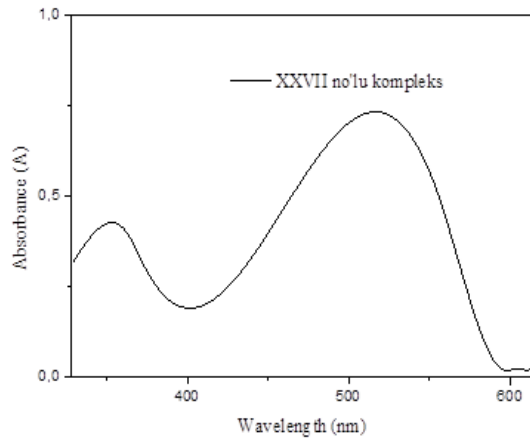
Şekil 34. XXXIV no'lu kompleks için UV.



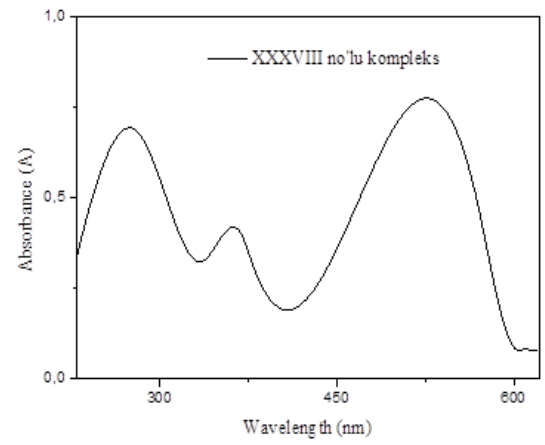
Şekil 35. XXXV no'lu kompleks için UV.



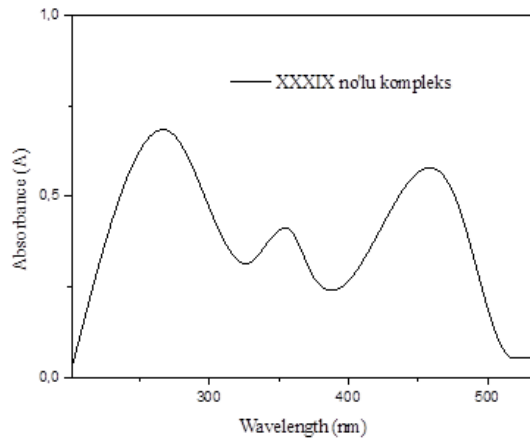
Şekil 36. XXXVI no'lu kompleks için UV.



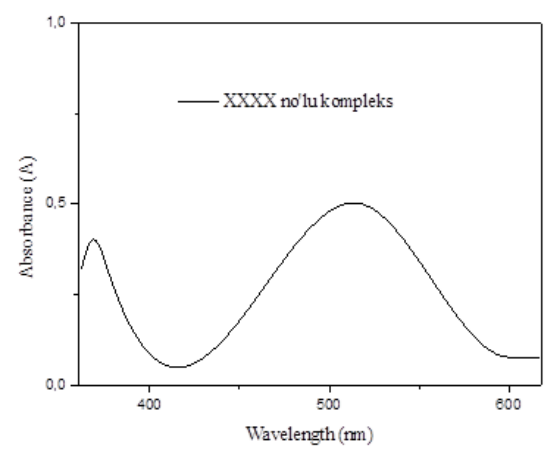
Şekil 37. XXXVII no'lu kompleks için UV



Şekil 38. XXXVIII no'lu kompleks için UV

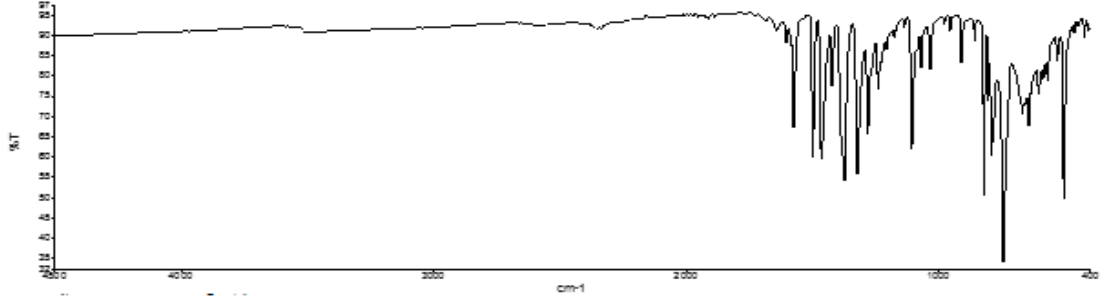


Şekil 39. XXXIX no'lu kompleks için UV.

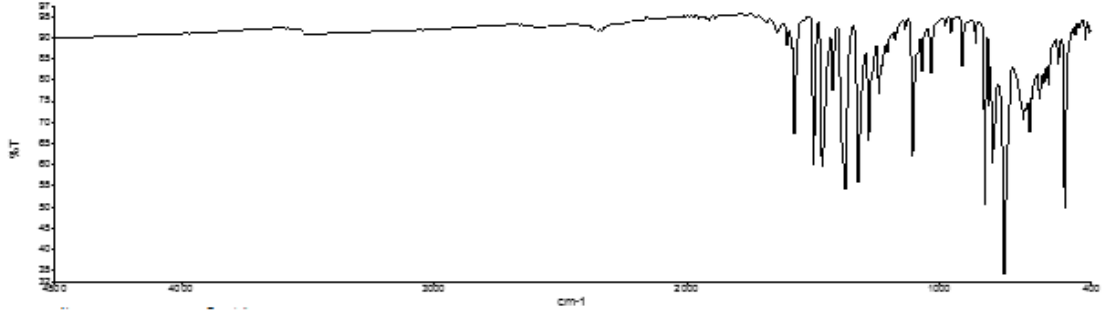


Şekil 40. XXXX no'lu kompleks için UV.

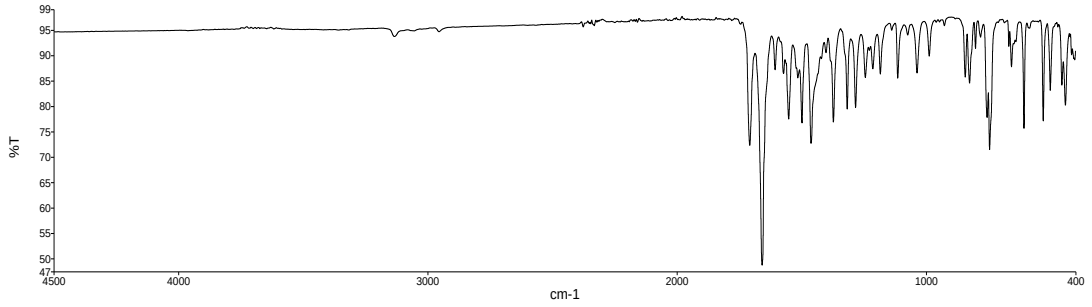
EK 2. FT-IR SPEKTRUMLARI



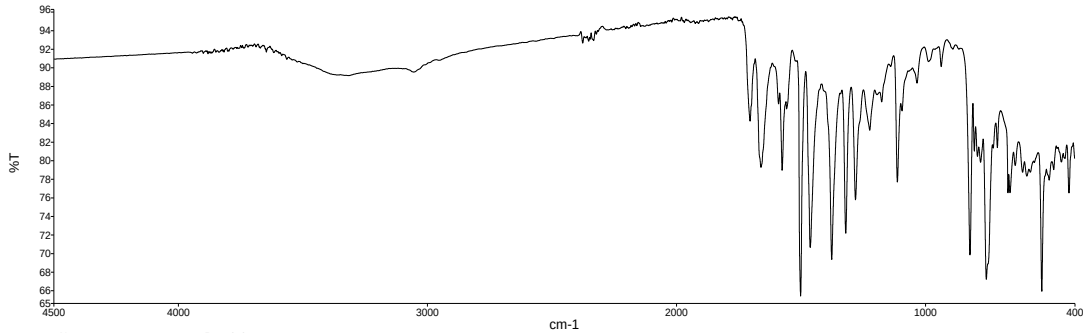
Şekil 41. I no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



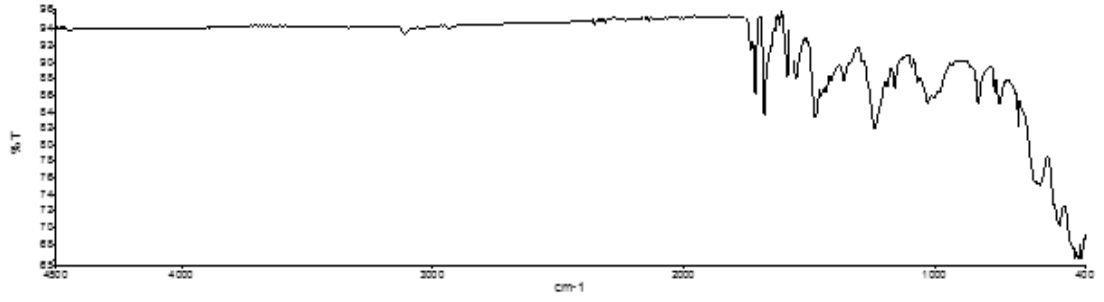
Şekil 42. II no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



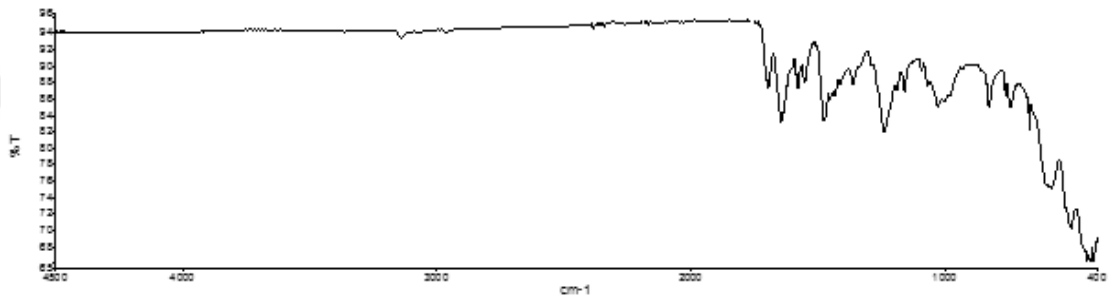
Şekil 43. III no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



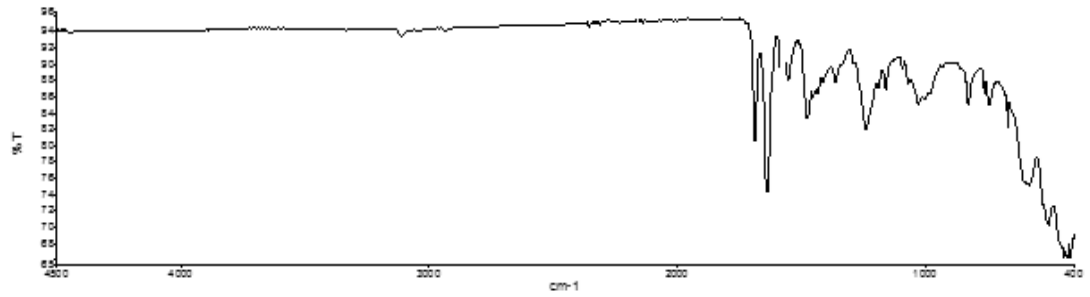
Şekil 44. IV no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



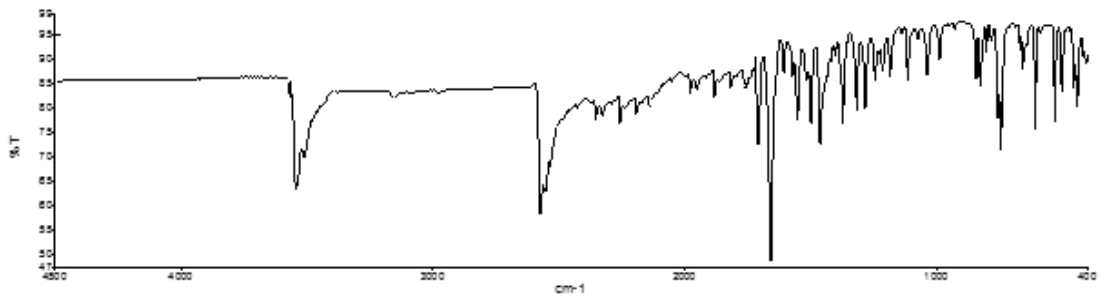
Şekil 45. V no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



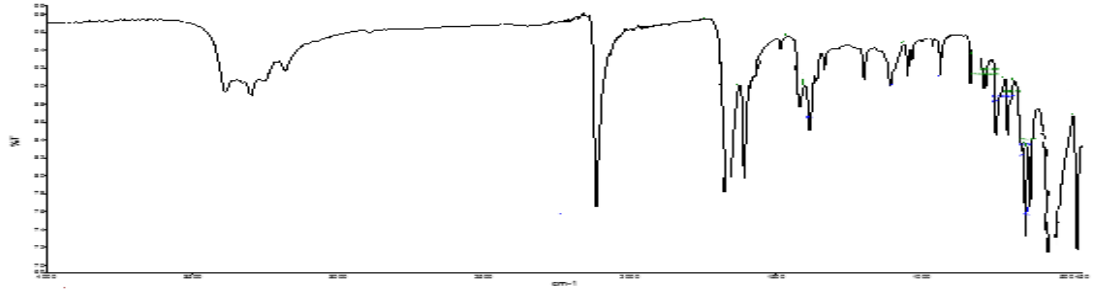
Şekil 46. VI no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



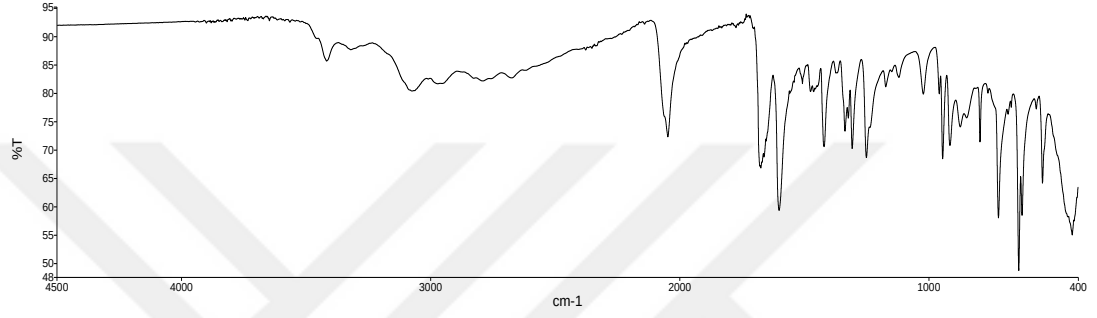
Şekil 47. VII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



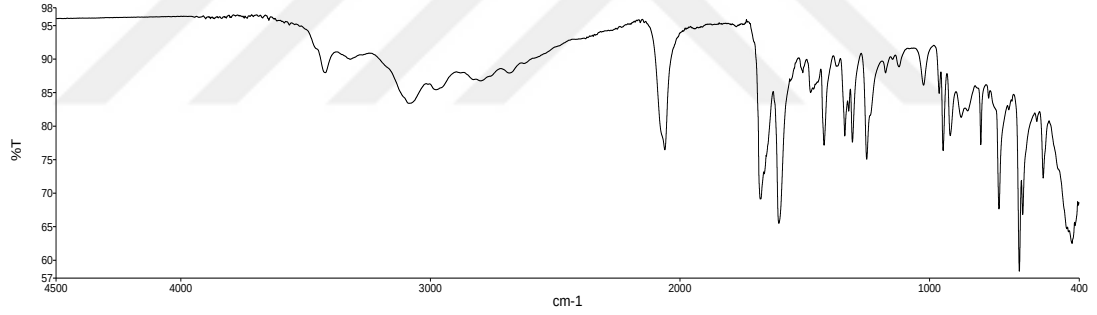
Şekil 48. VIII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



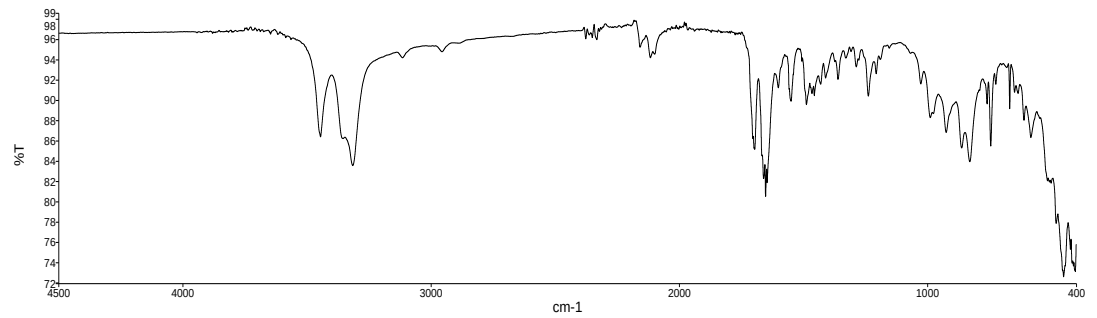
Şekil 49. IX no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



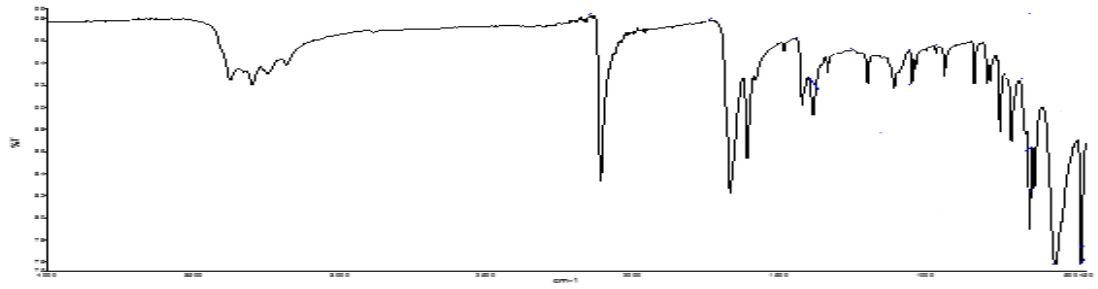
Şekil 50. X no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



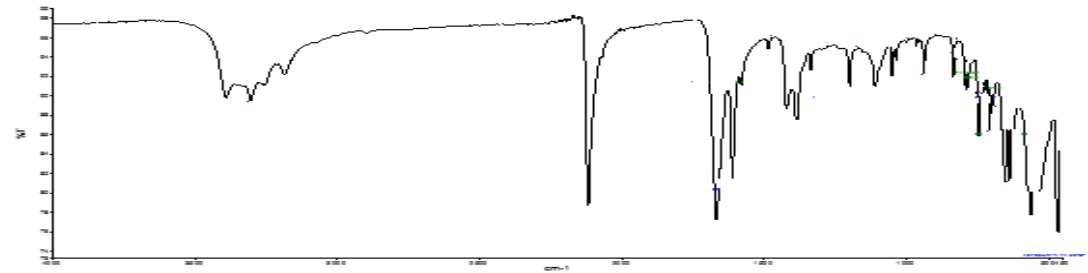
Şekil 51. XI no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



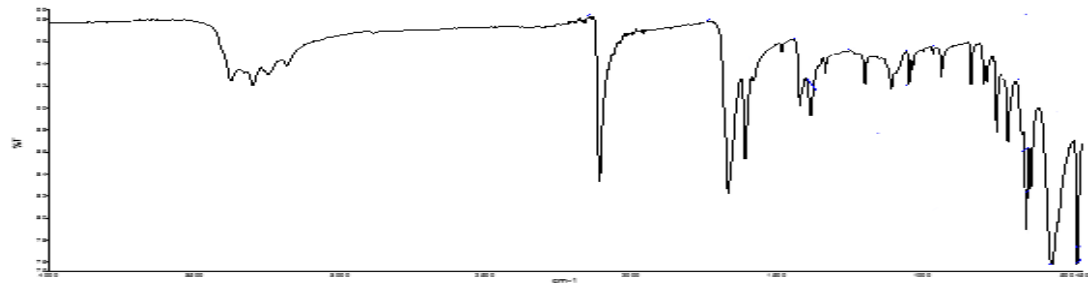
Şekil 52. XII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



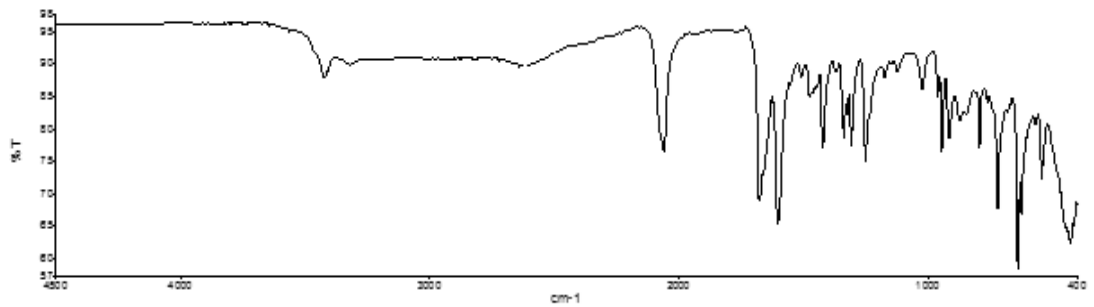
Şekil 53. XIII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



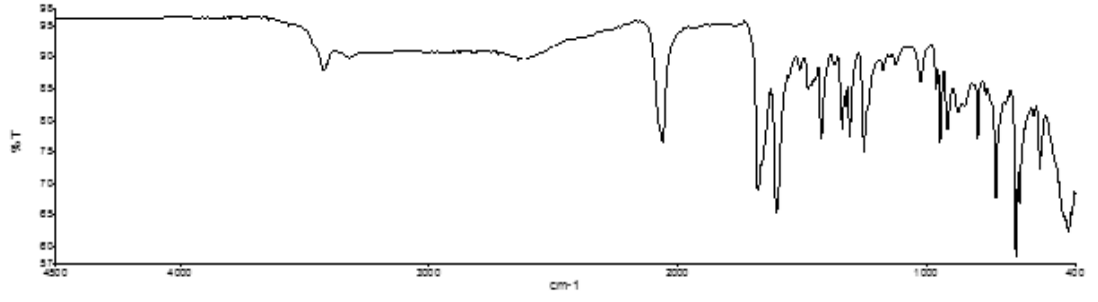
Şekil 54. XIV no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



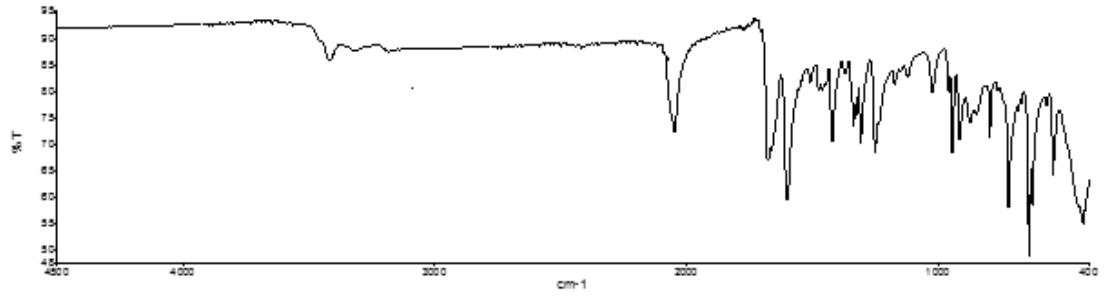
Şekil 55. XV no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



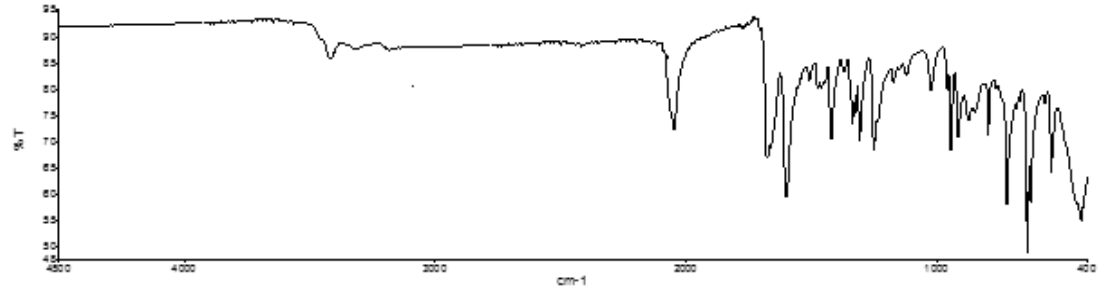
Şekil 56. XVI no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



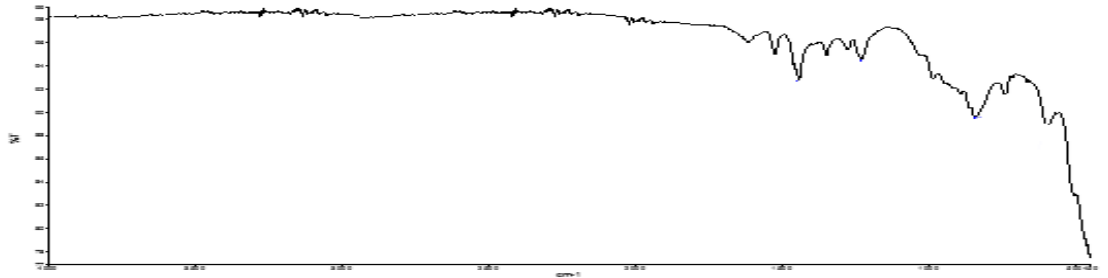
Şekil 57. XVII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



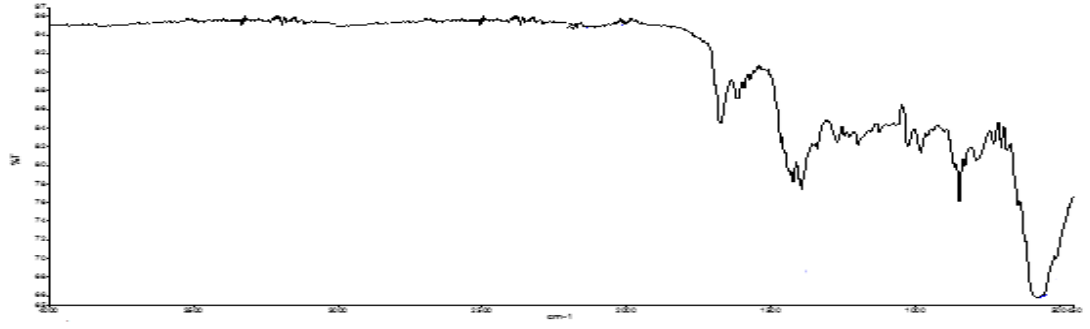
Şekil 58. XVIII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



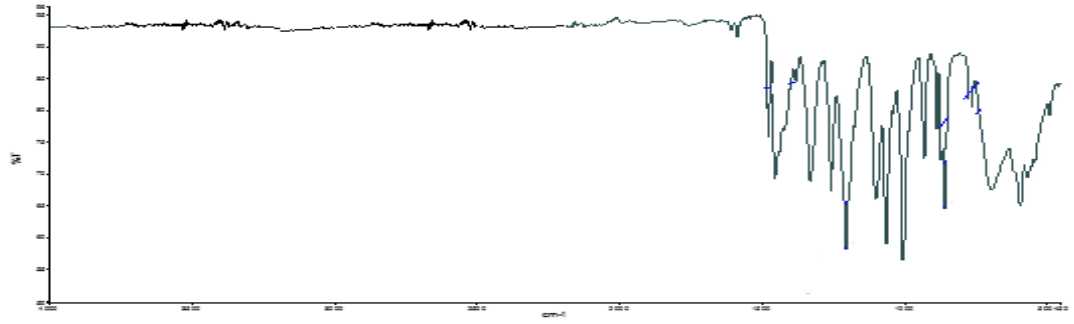
Şekil 59. XIX no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



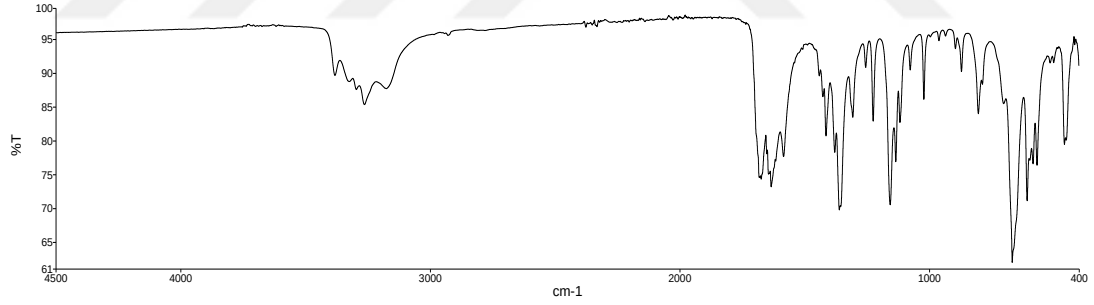
Şekil 61. XXI no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



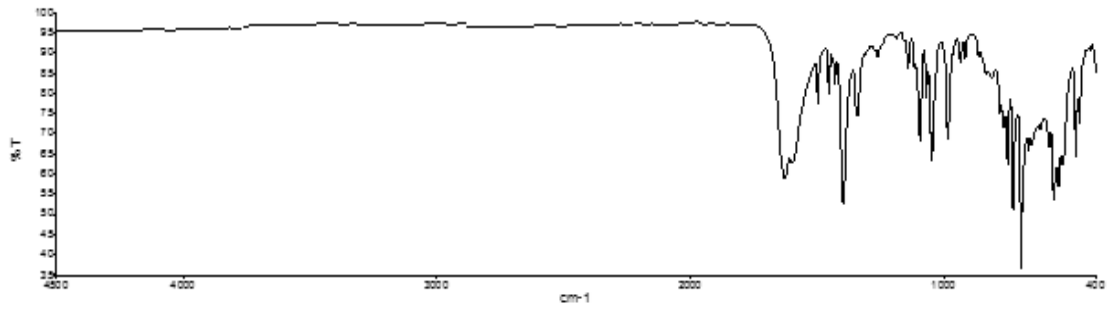
Şekil 62. XXII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



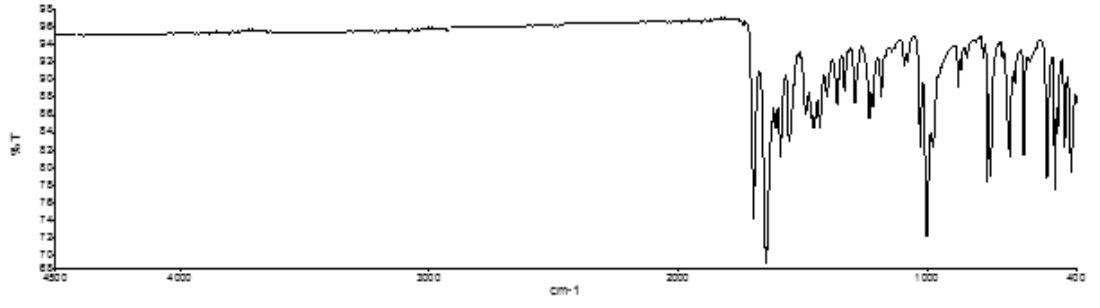
Şekil 63. XXIII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



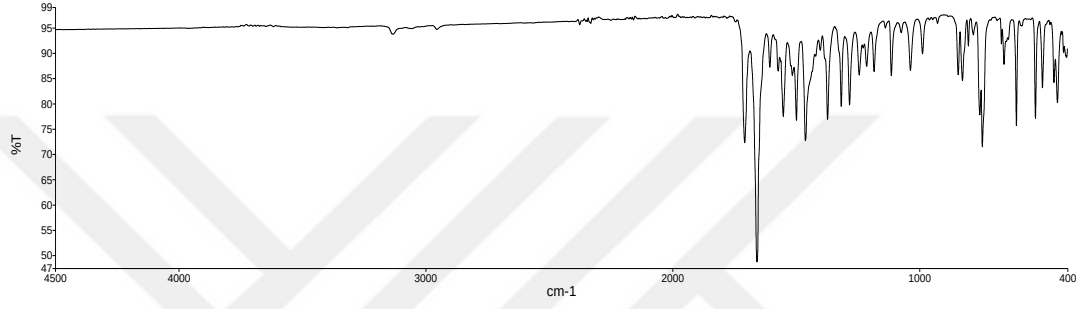
Şekil 64. XXIV no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



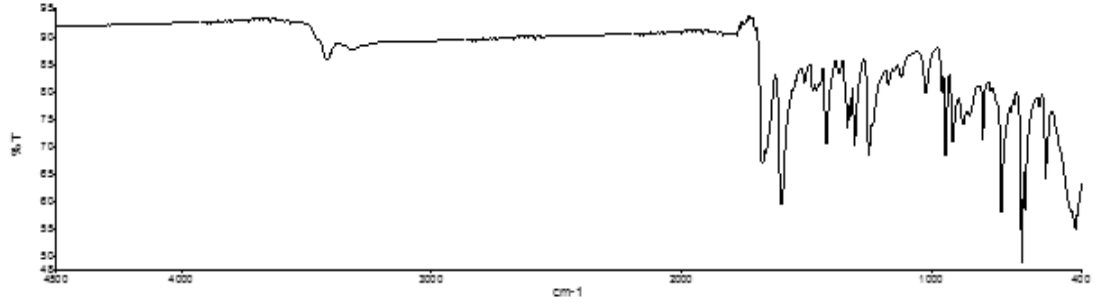
Şekil 65. XXV no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



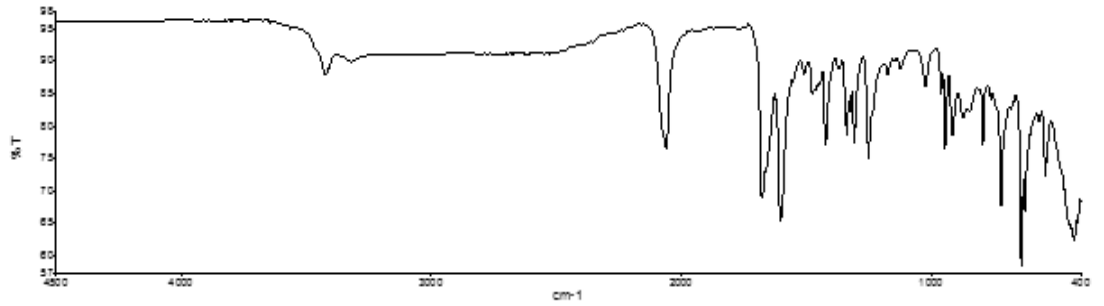
Şekil 66. XXVI no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



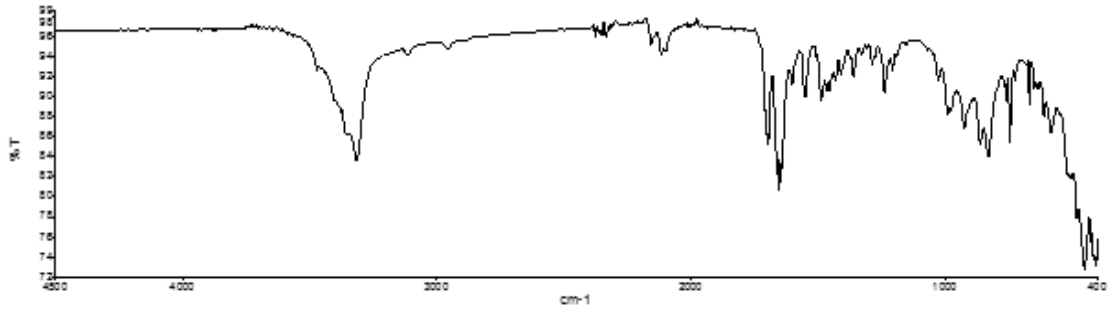
Şekil 67. XXVII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



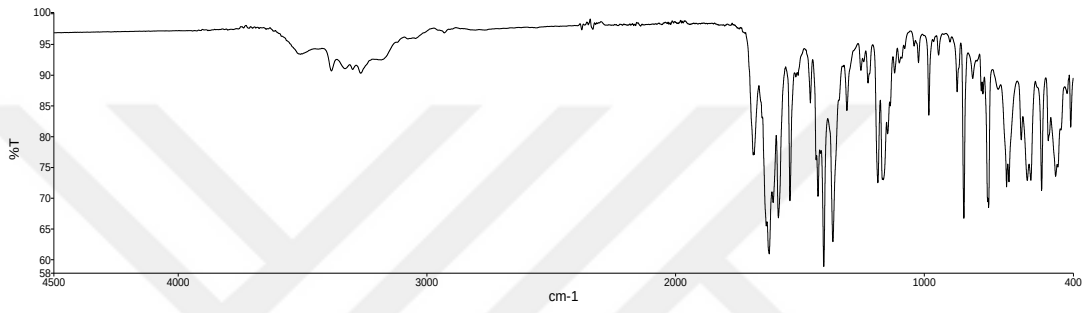
Şekil 68. XXVIII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



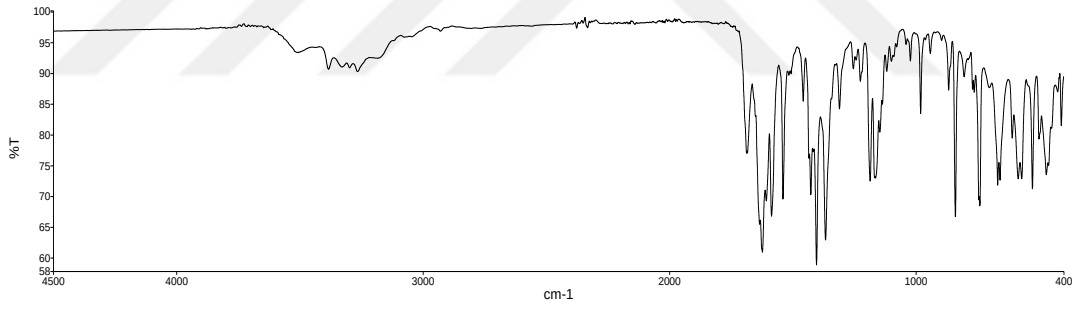
Şekil 69. XXIX no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



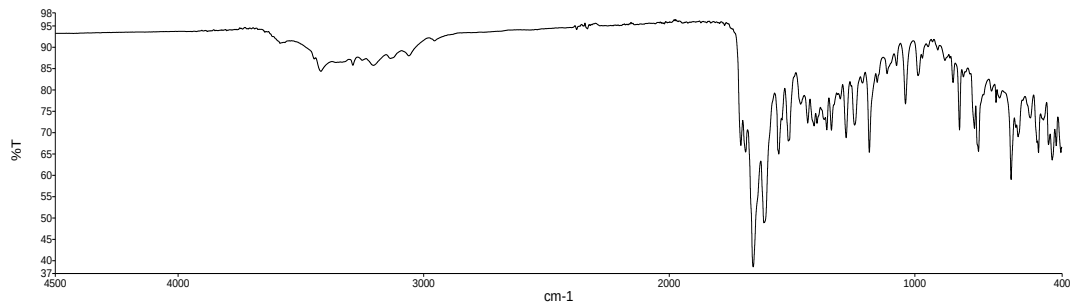
Şekil 70. XXX no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



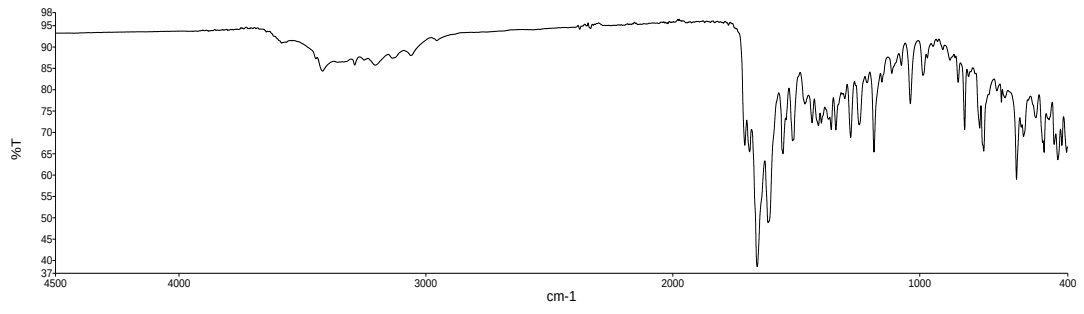
Şekil 71. XXXI no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



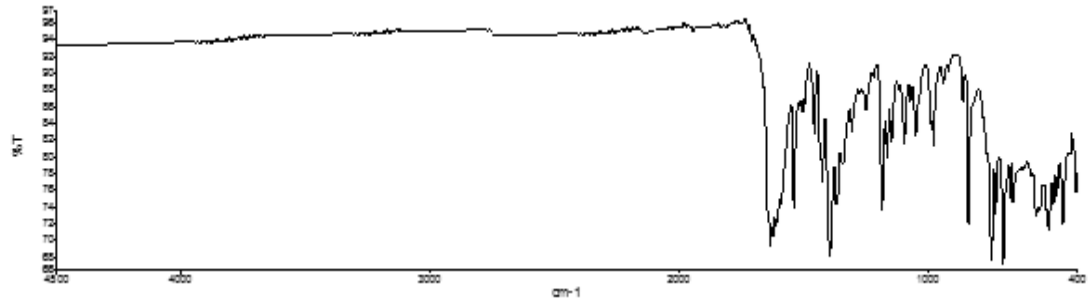
Şekil 72. XXXII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



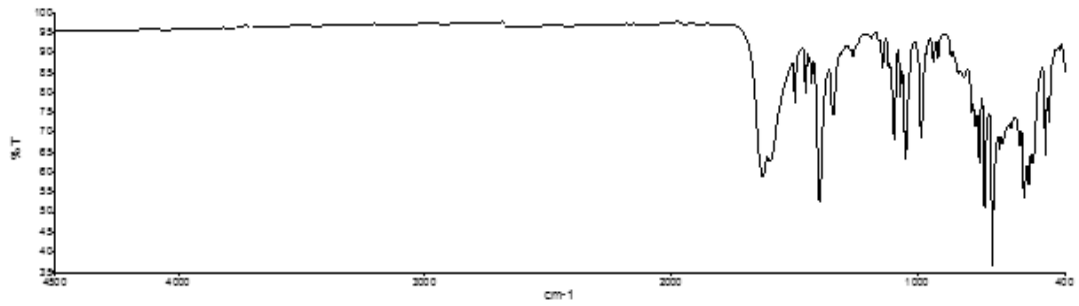
Şekil 73. XXXIII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



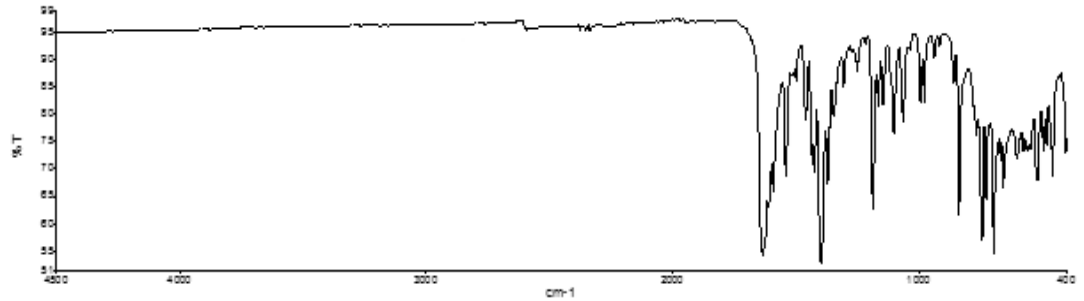
Şekil 74. XXXIV no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



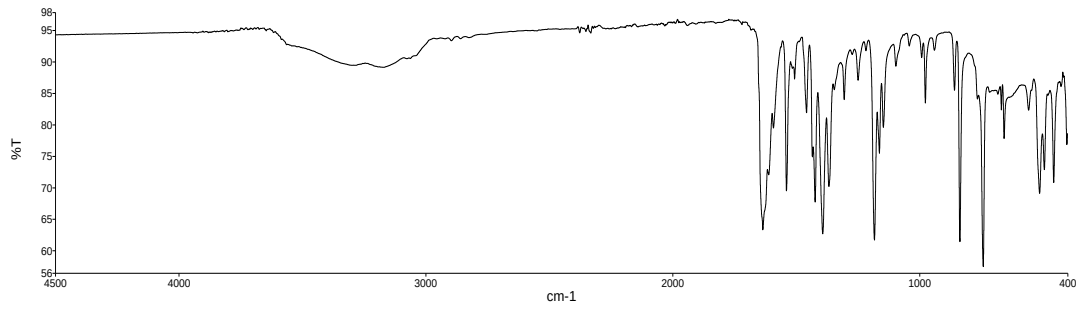
Şekil 75. XXXV no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



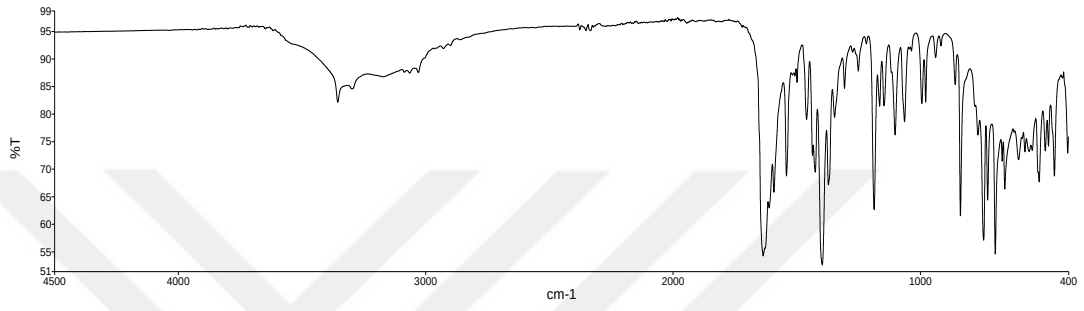
Şekil 76. XXXVI no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



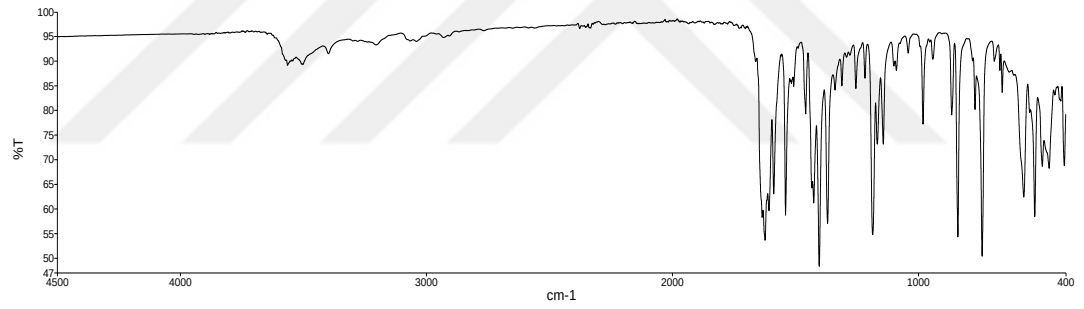
Şekil 77. XXXVII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.



Şekil 78. XXXVIII no'lu kompleks için FTIR spektrumu.

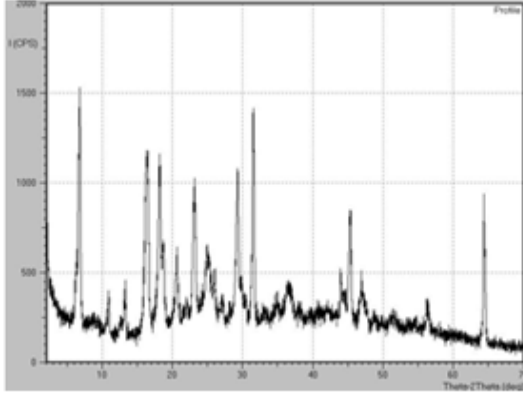


Şekil 79. XXXIX no'lu kompleks için FTIR spektrumu.

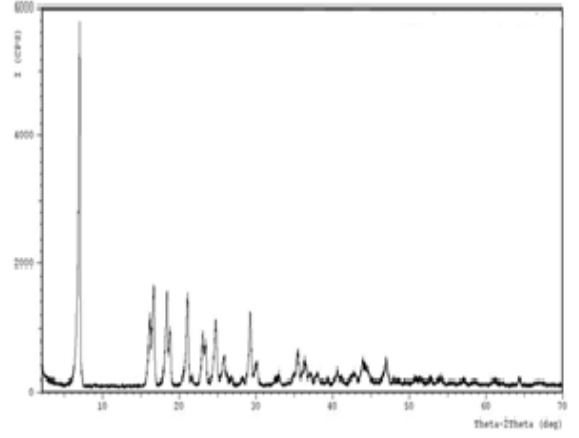


Şekil 80. XXXX no'lu kompleks için FTIR spektrumu.

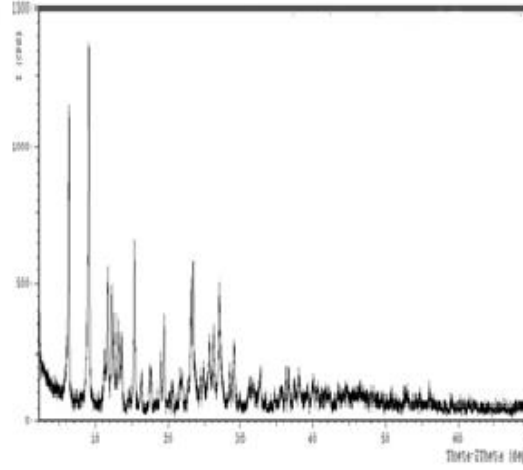
EK 3. XRD-POWDER GRAFİKLERİ



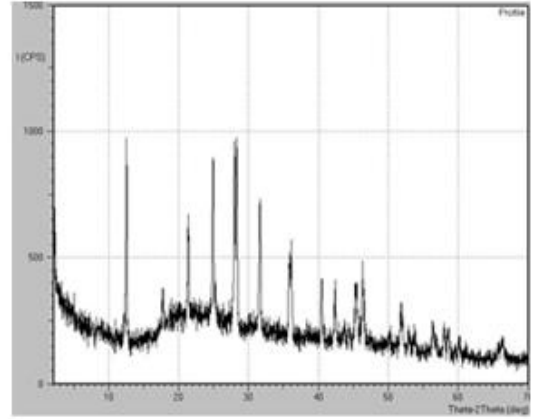
Şekil 81. I no'lu kompleks için XRD



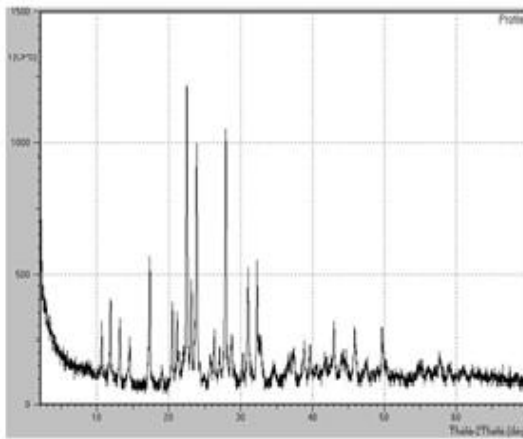
Şekil 82. II no'lu kompleks için XRD



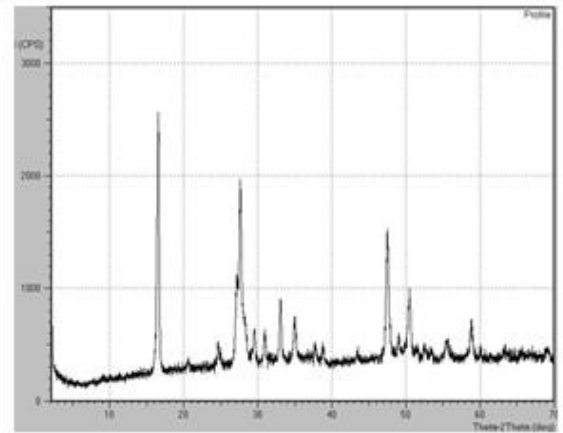
Şekil 83. III no'lu kompleks için XRD



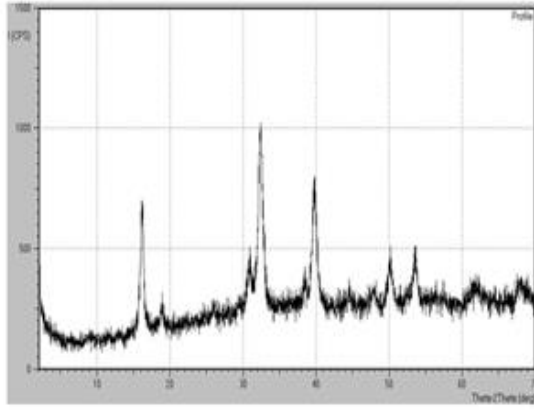
Şekil 84. IV no'lu kompleks için XRD



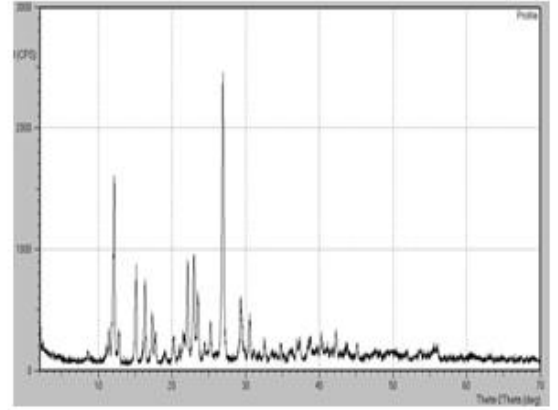
Şekil 85. V no'lu kompleks için XRD



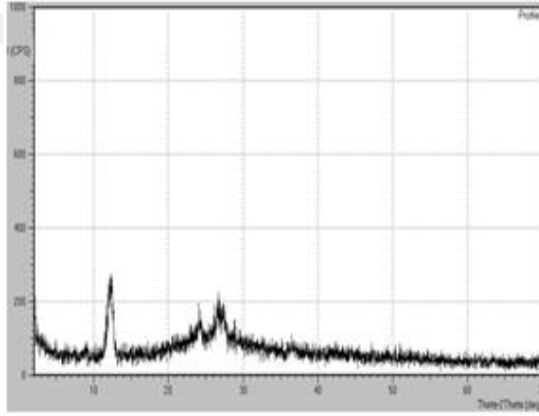
Şekil 86. VI no'lu kompleks için XRD



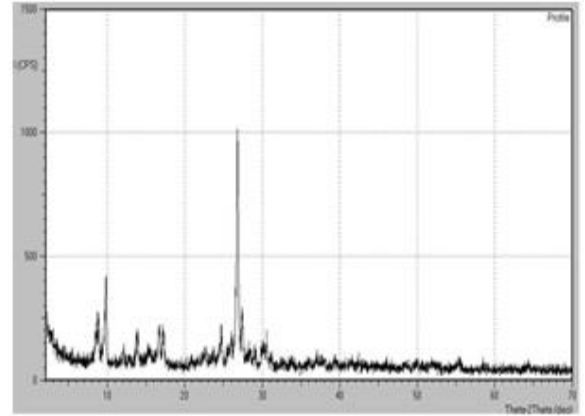
Şekil 87. VII no'lu kompleks için XRD



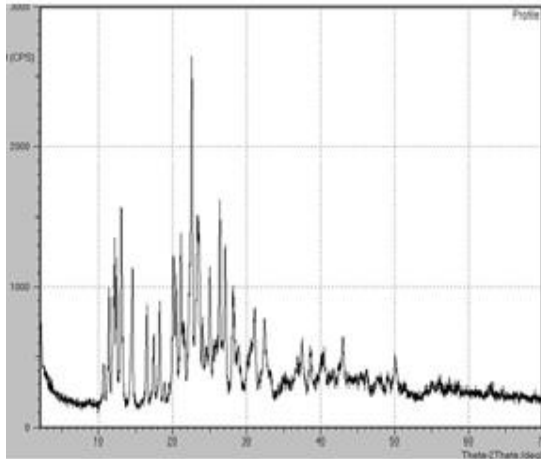
Şekil 88. VIII no'lu kompleks için XRD



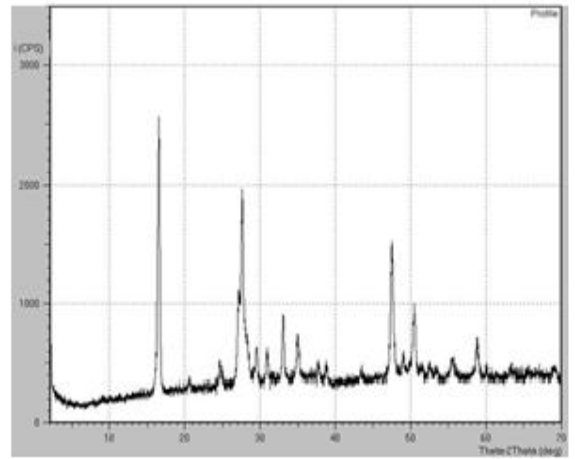
Şekil 89. IX no'lu kompleks için XRD



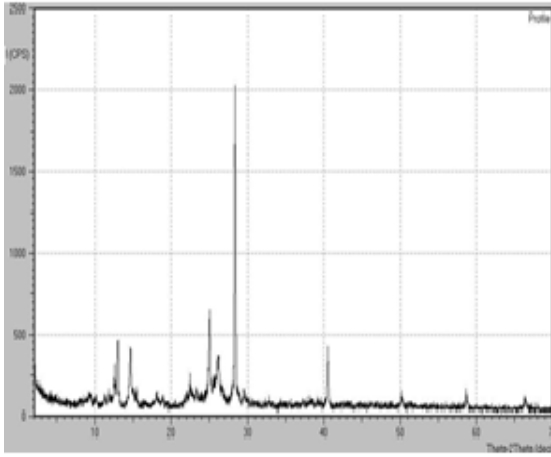
Şekil 90. X no'lu kompleks için XRD



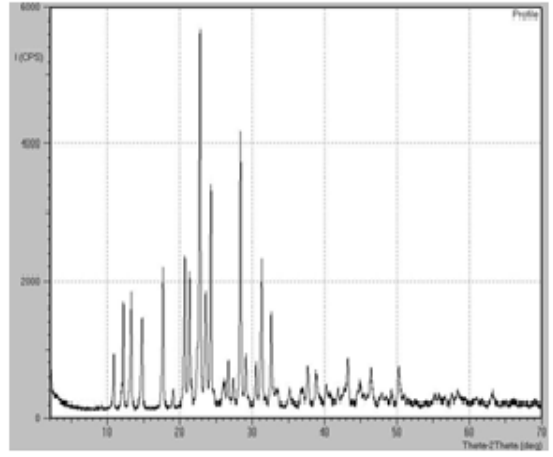
Şekil 91. XI no'lu kompleks için XRD



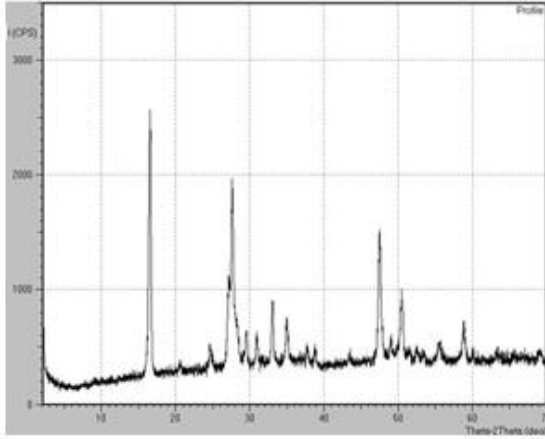
Şekil 92. XII no'lu kompleks için XRD



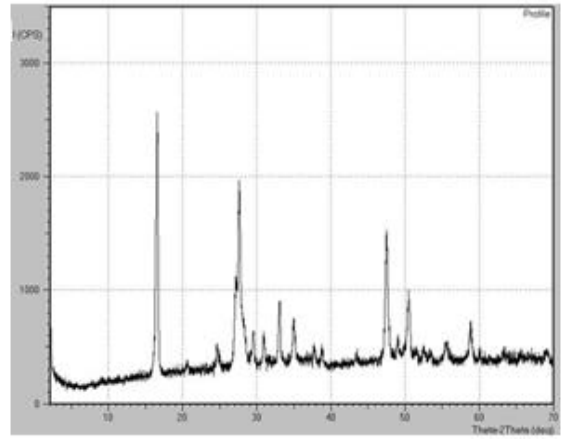
Şekil 93. XIII no'lu kompleks için XRD



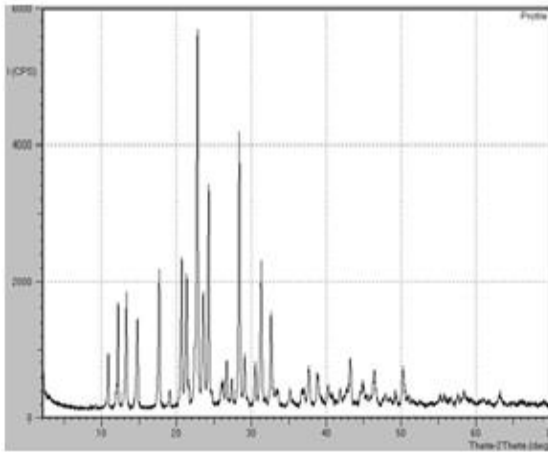
Şekil 94. XIV no'lu kompleks için XRD



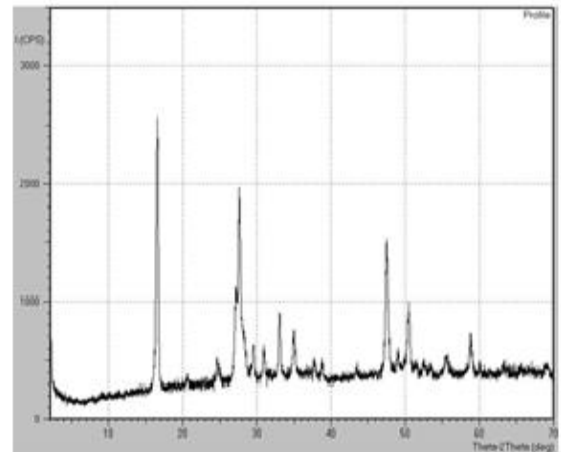
Şekil 95. XV no'lu kompleks için XRD



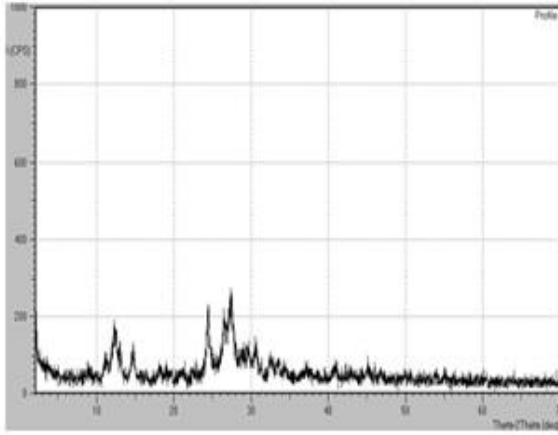
Şekil 96. XVI no'lu kompleks için XRD



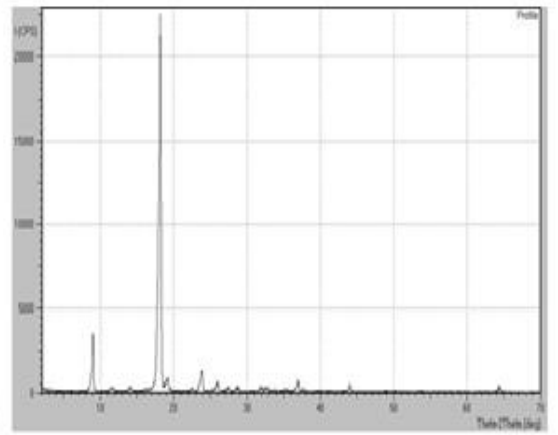
Şekil 97. XVII no'lu kompleks için XRD



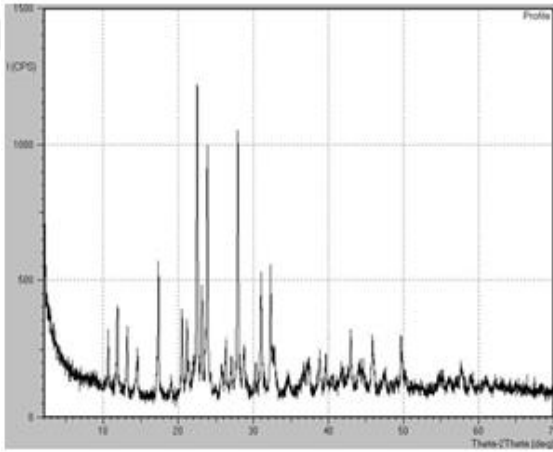
Şekil 98. XVIII no'lu kompleks için XRD



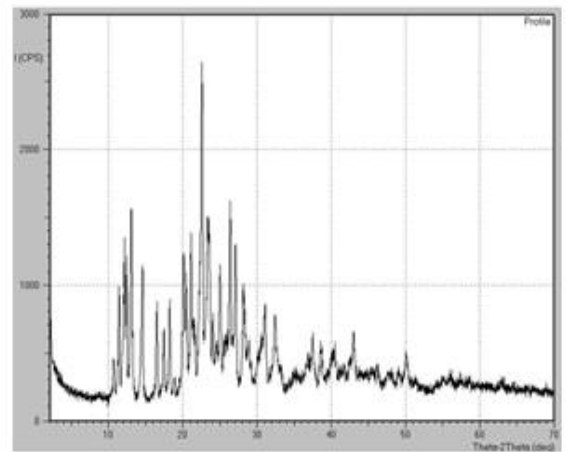
Şekil 99. XIX no'lu kompleks için XRD



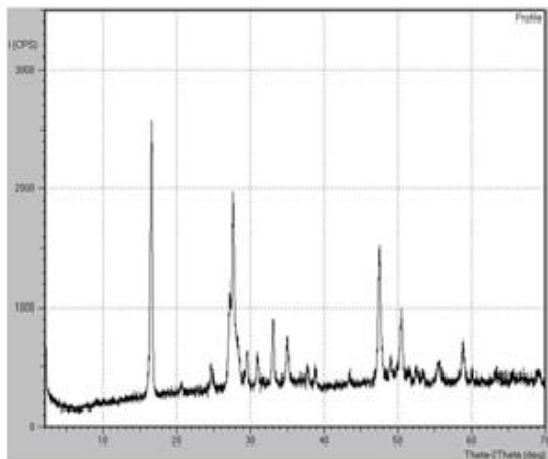
Şekil 100. XX no'lu kompleks için XRD



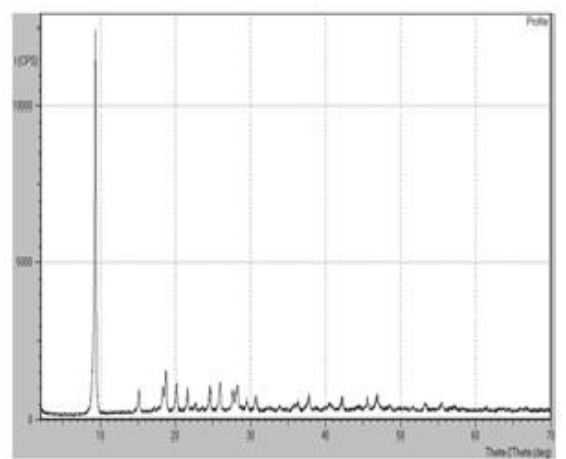
Şekil 101. XXI no'lu kompleks için XRD



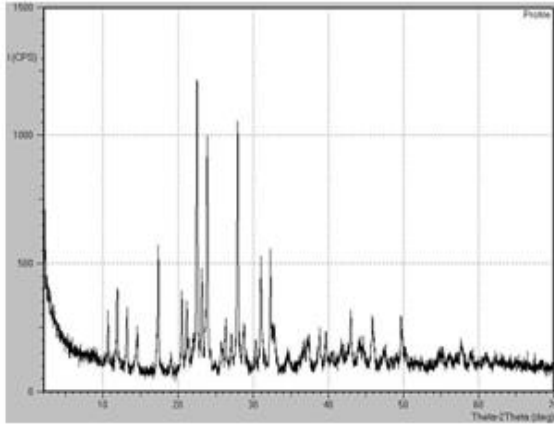
Şekil 102. XXII no'lu kompleks için XRD



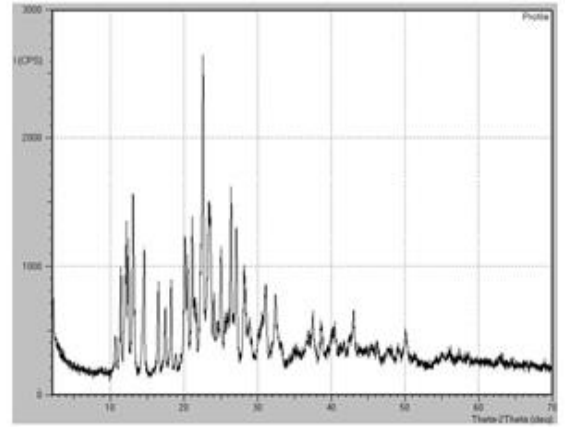
Şekil 103. XXIII no'lu kompleks için XRD



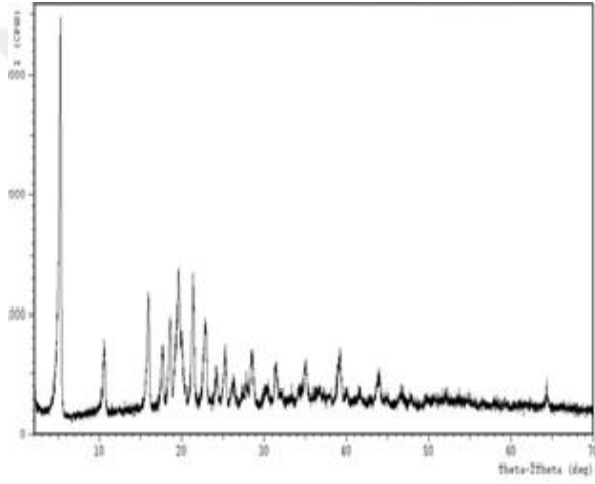
Şekil 104. XXIV no'lu kompleks için XRD



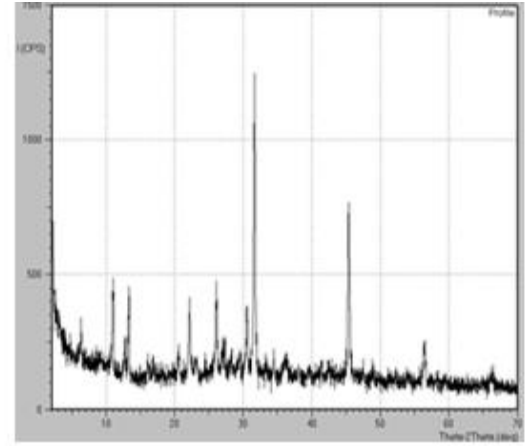
Şekil 105. XXV no'lu kompleks için XRD



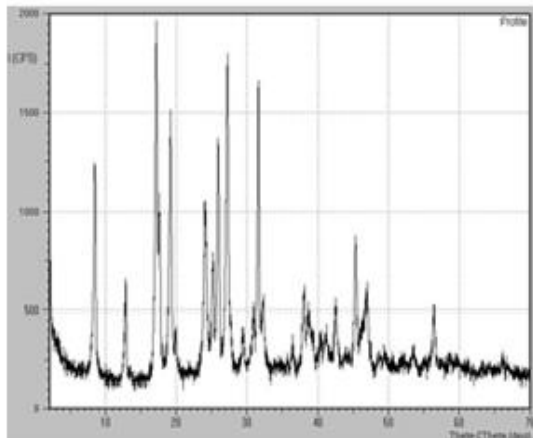
Şekil 106. XXVI no'lu kompleks için XRD



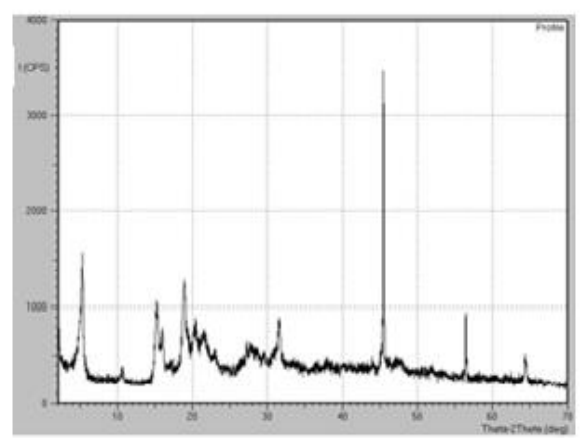
Şekil 107. XXVII no'lu kompleks için XRD



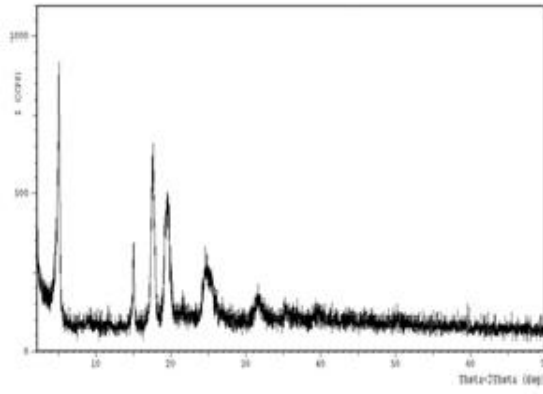
Şekil 108. XXVIII no'lu komp. için XRD



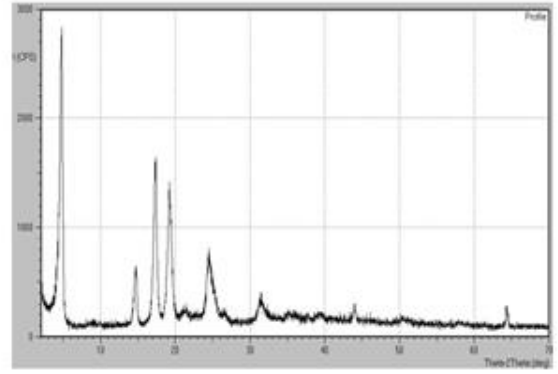
Şekil 109. XXIX no'lu kompleks için XRD



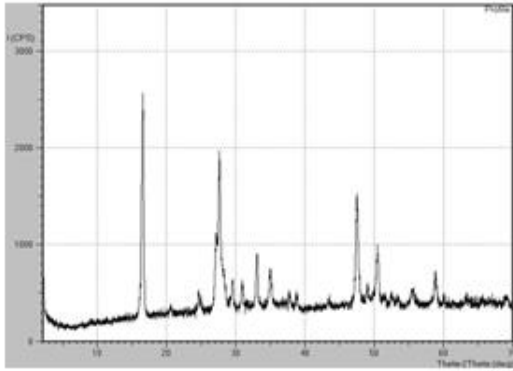
Şekil 110. XXX no'lu kompleks için XRD



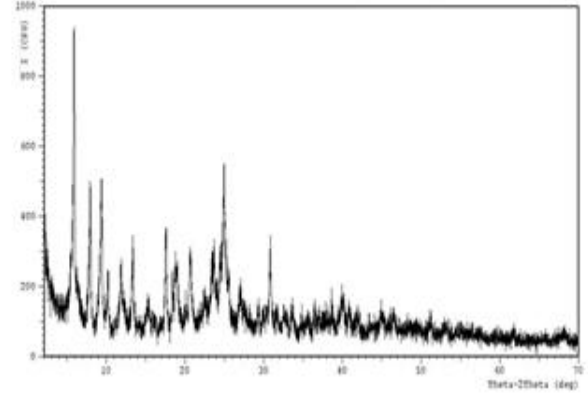
Şekil 111. XXXI no'lu kompleks için XRD



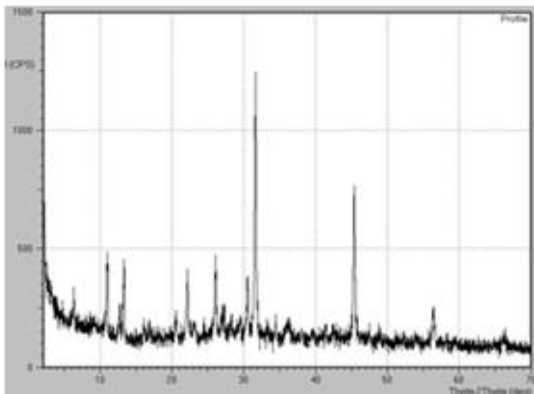
Şekil 112. XXXII no'lu komp. için XRD



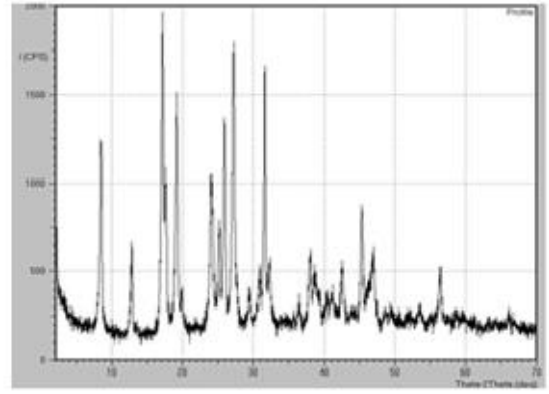
Şekil 113. XXXIII no'lu kompleks için XRD



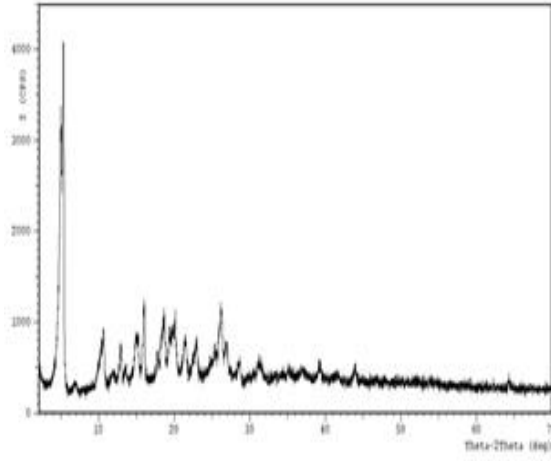
Şekil 114. XXXIV no'lu komp. için XRD



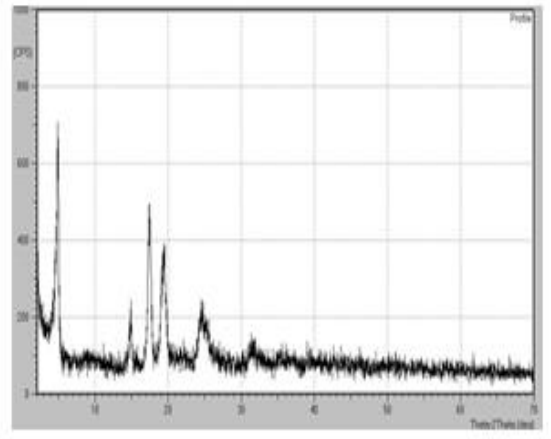
Şekil 115. XXXV no'lu kompleks için XRD



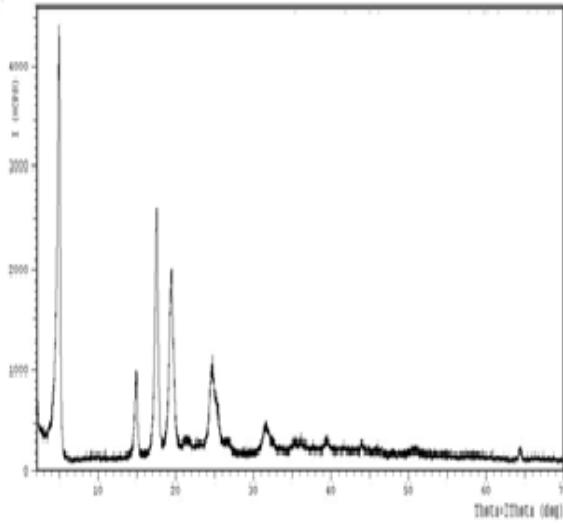
Şekil 116. XXXVI no'lu komp. için XRD



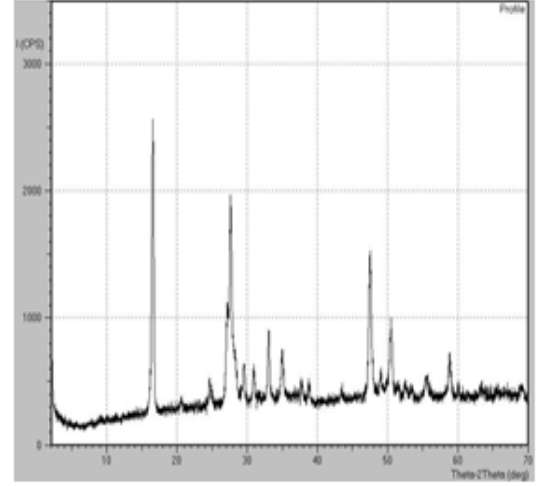
Şekil 117. XXXVII no'lu komp. için XRD



Şekil 118. XXXVIII no'lu komp. için XRD

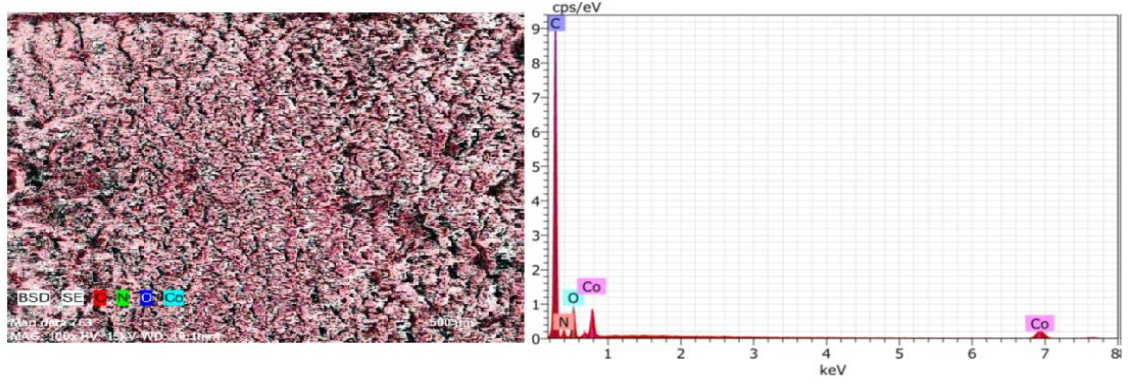


Şekil 119. XXXIX no'lu kompleks için XRD

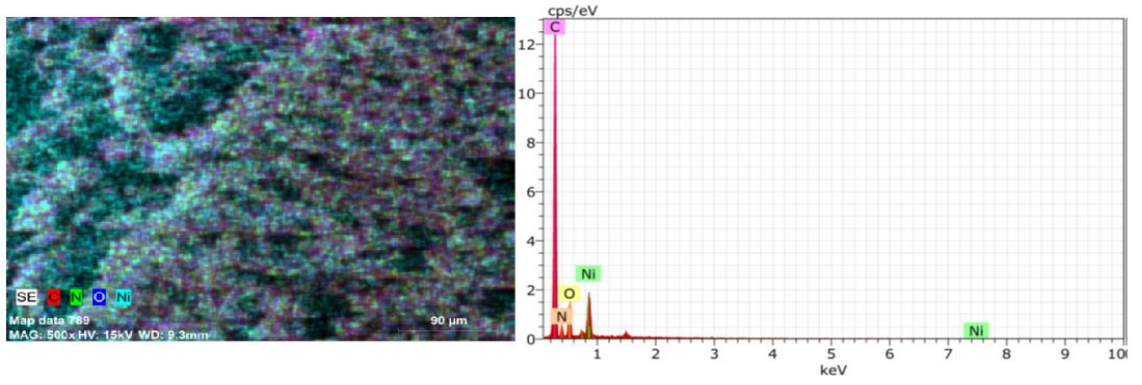


Şekil 120. XXXX no'lu komp. için XRD

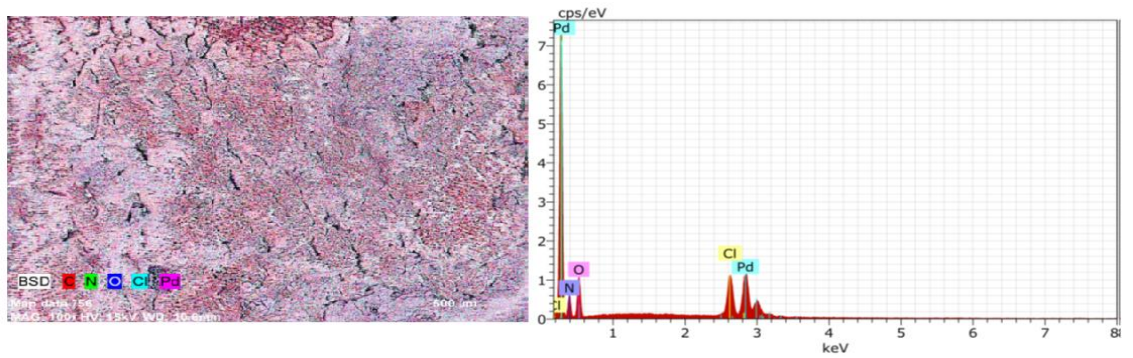
EK 4. EDX GÖRÜNTÜ VE GRAFİKLERİ



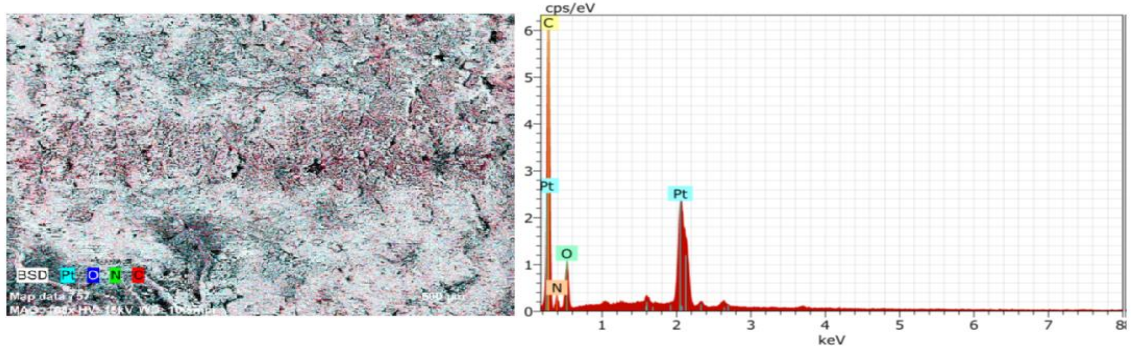
Şekil 121. I no'lu kompleks için EDX.



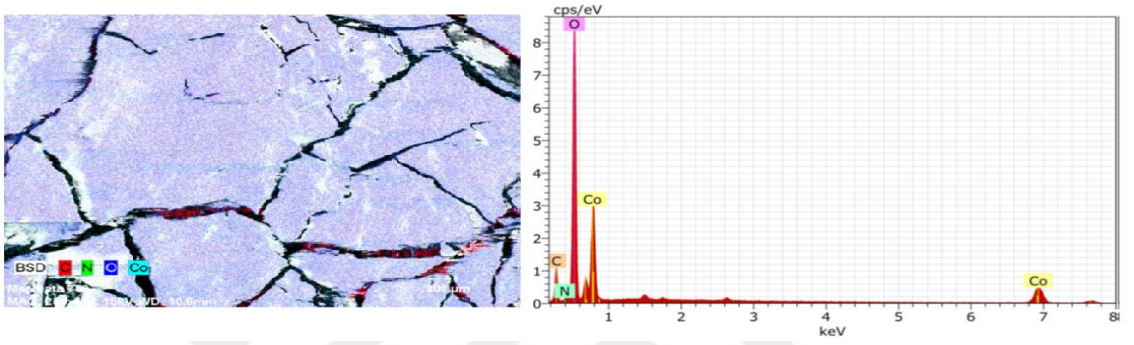
Şekil 122. II no'lu kompleks için EDX.



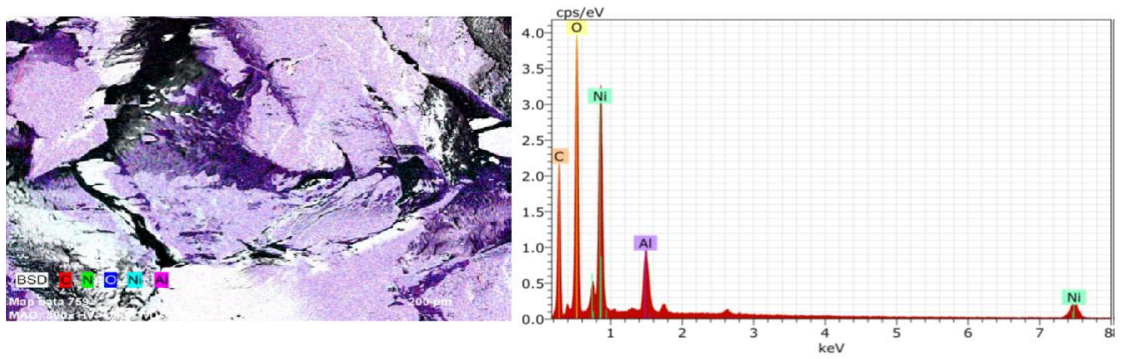
Şekil 123. III no'lu kompleks için EDX.



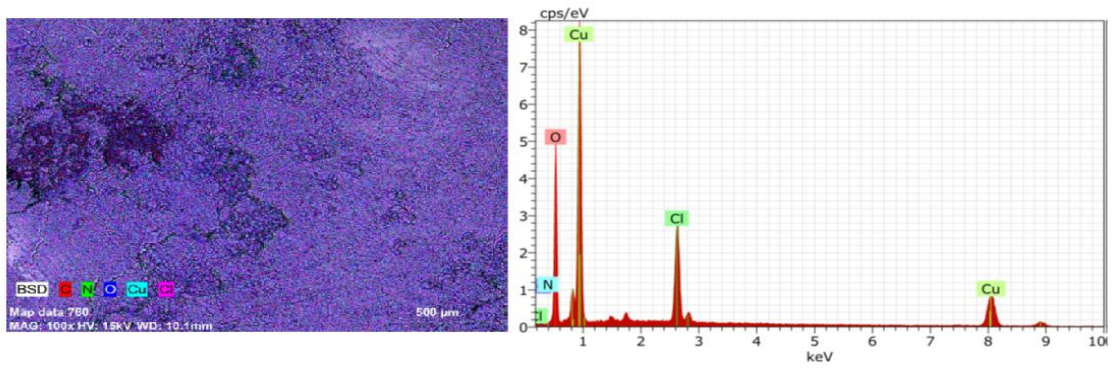
Şekil 124. IV no'lu kompleks için EDX.



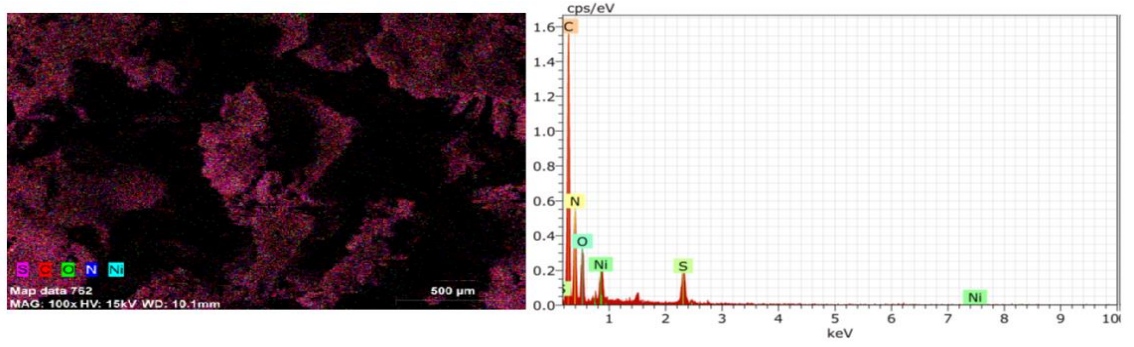
Şekil 125. V no'lu kompleks için EDX.



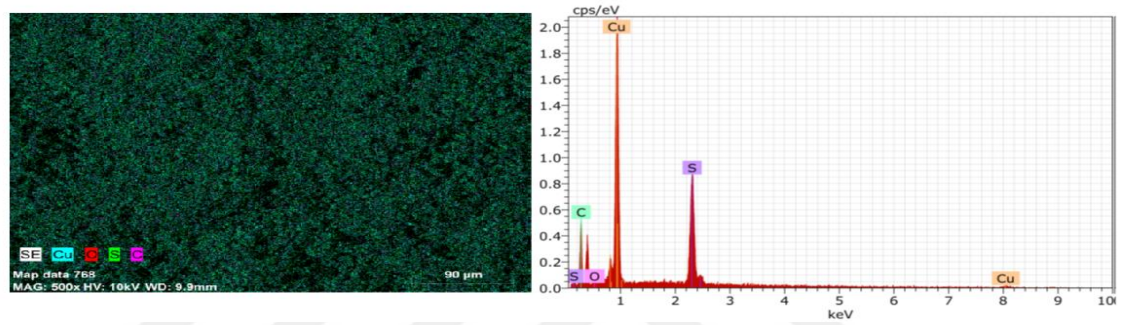
Şekil 126. VI no'lu kompleks için EDX.



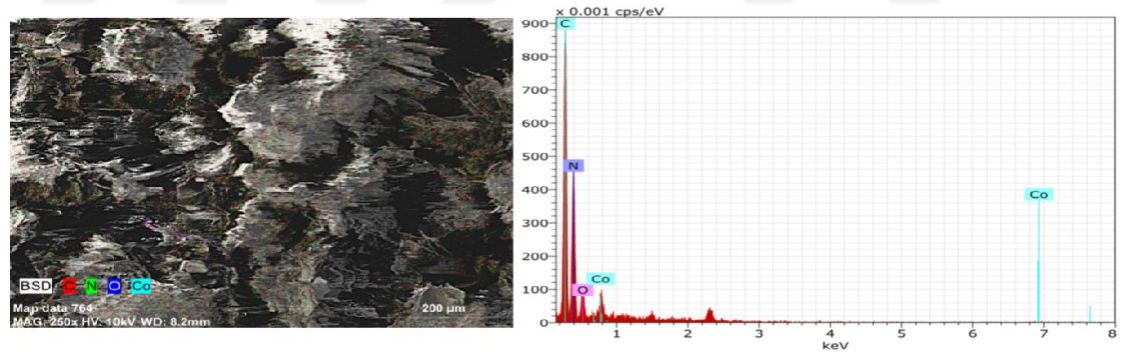
Şekil 127. VII no'lu kompleks için EDX.



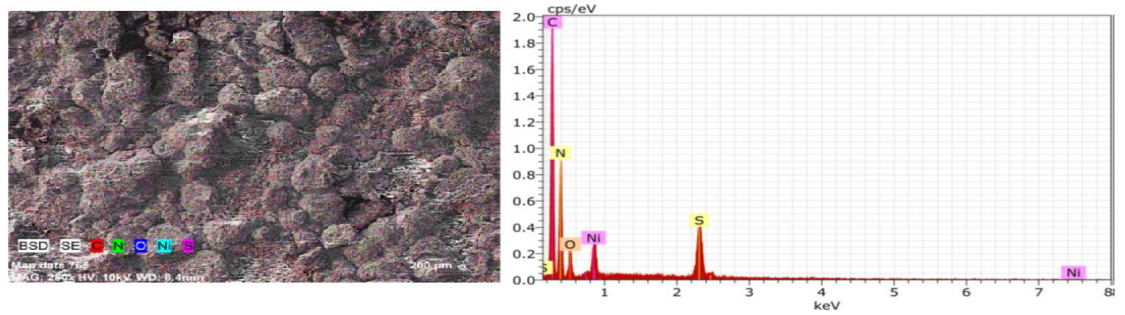
Şekil 128. VIII no'lu kompleks için EDX.



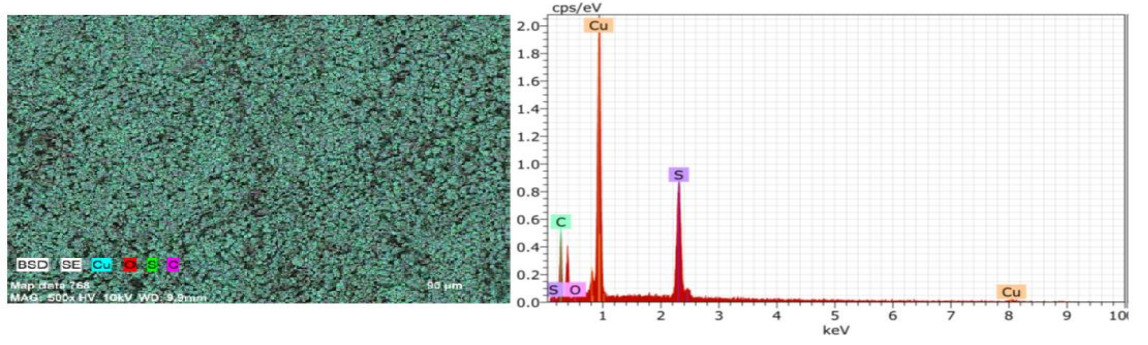
Şekil 129. IX no'lu kompleks için EDX.



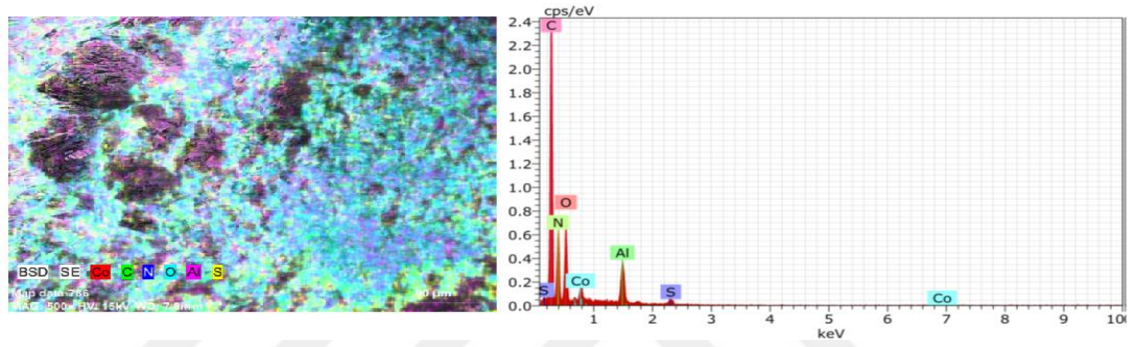
Şekil 130. X no'lu kompleks için EDX.



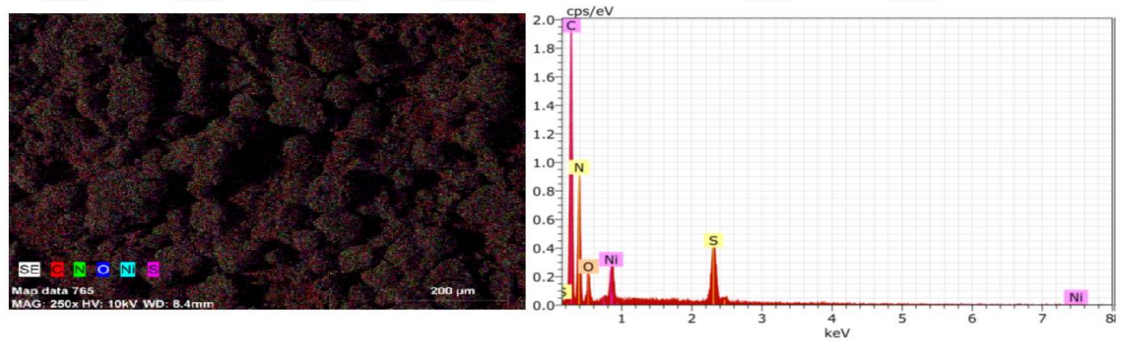
Şekil 131. XI no'lu kompleks için EDX.



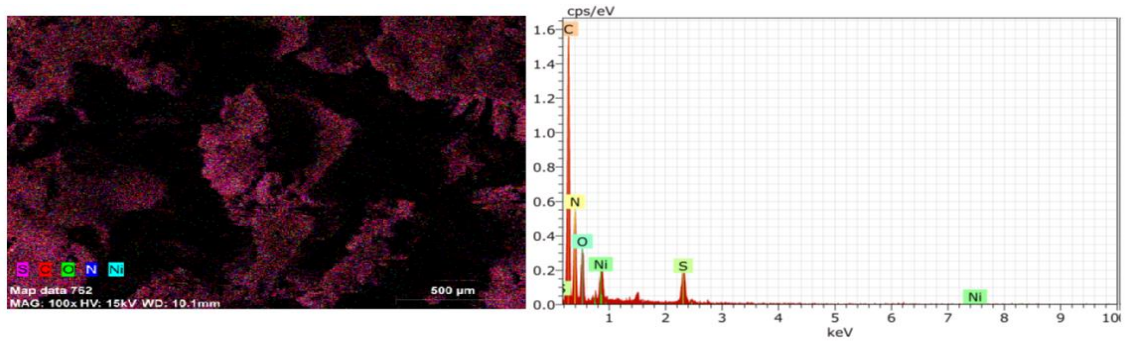
Şekil 132. XII no'lu kompleks için EDX.



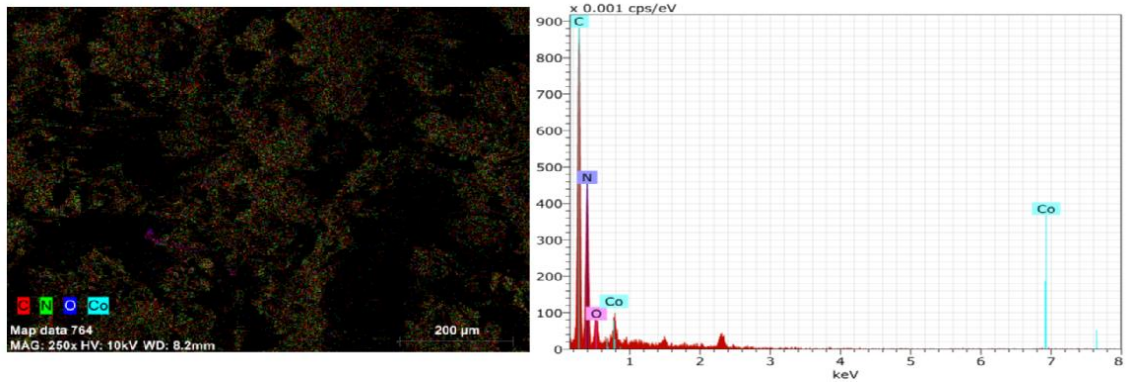
Şekil 133. XIII no'lu kompleks için EDX.



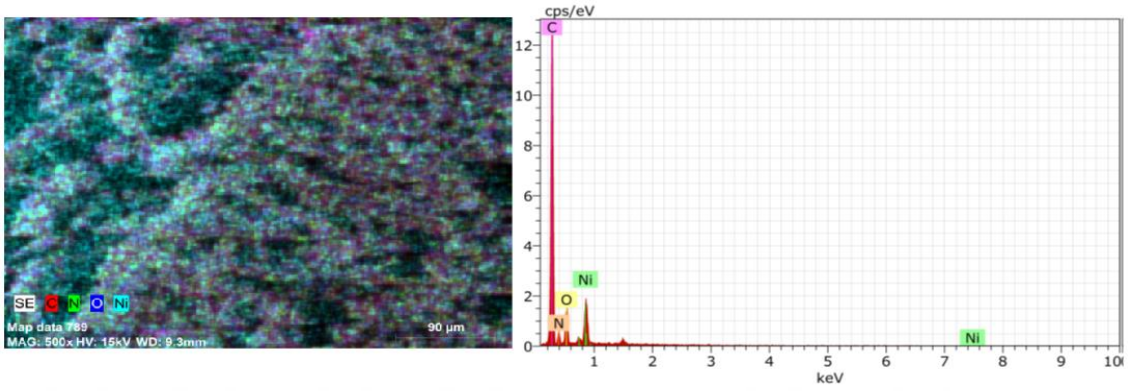
Şekil 134. XIV no'lu kompleks için EDX.



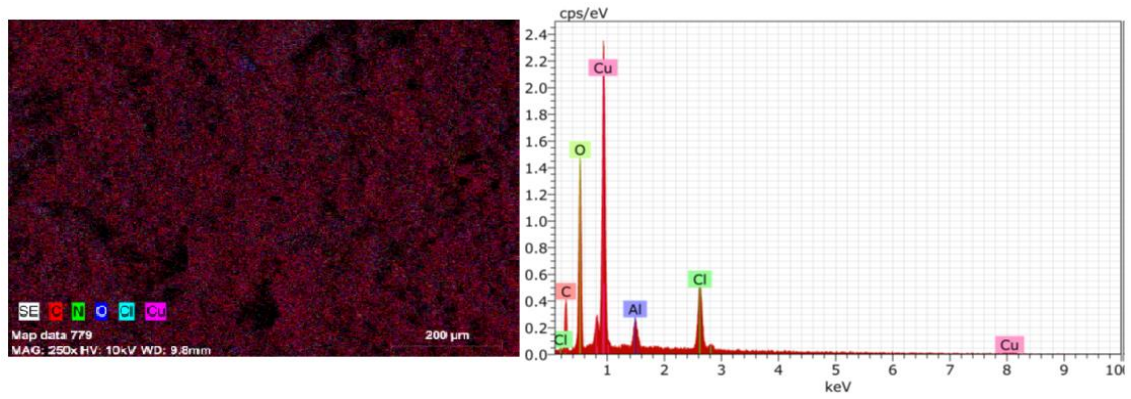
Şekil 135. XV no'lu kompleks için EDX.



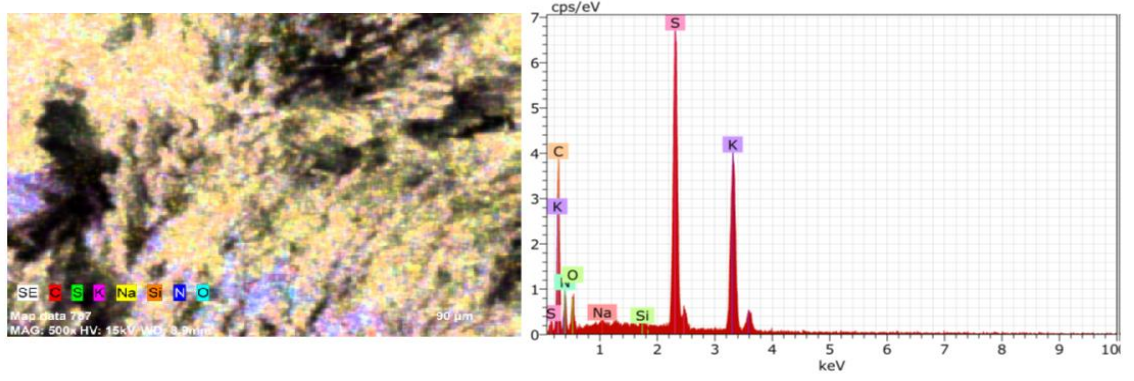
Şekil 136. XVI no'lu kompleks için EDX.



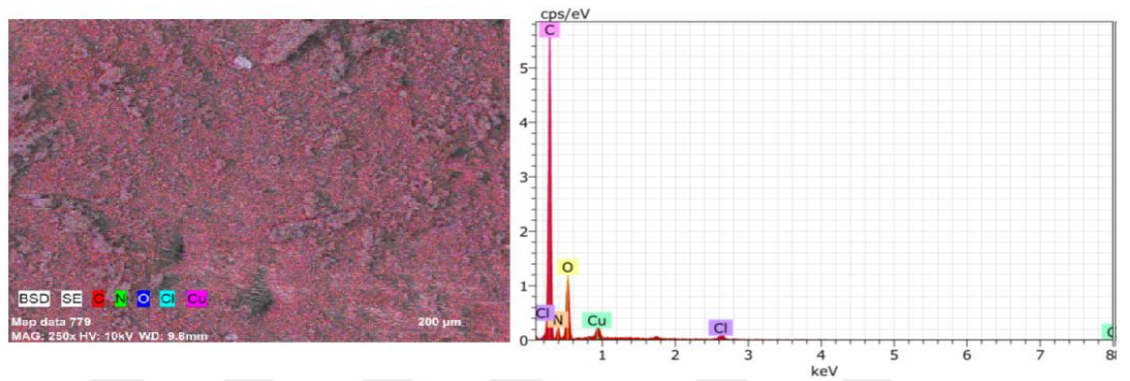
Şekil 137. XVII no'lu kompleks için EDX.



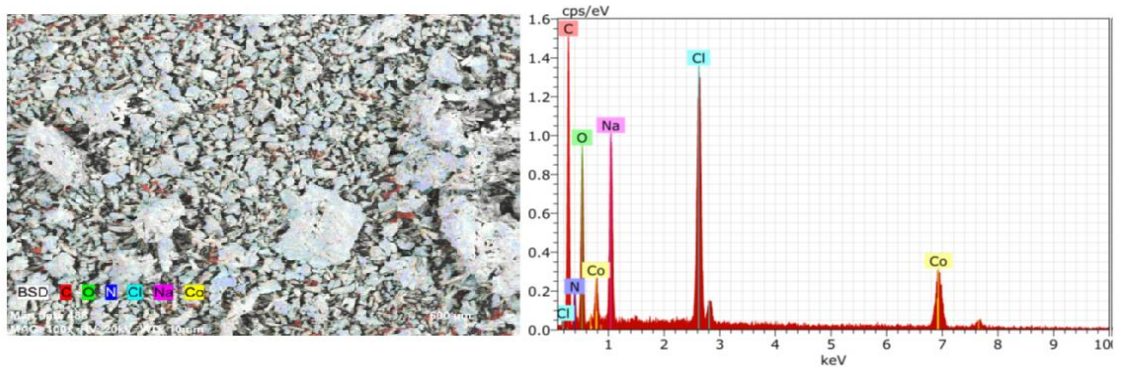
Şekil 138. XVIII no'lu kompleks için EDX.



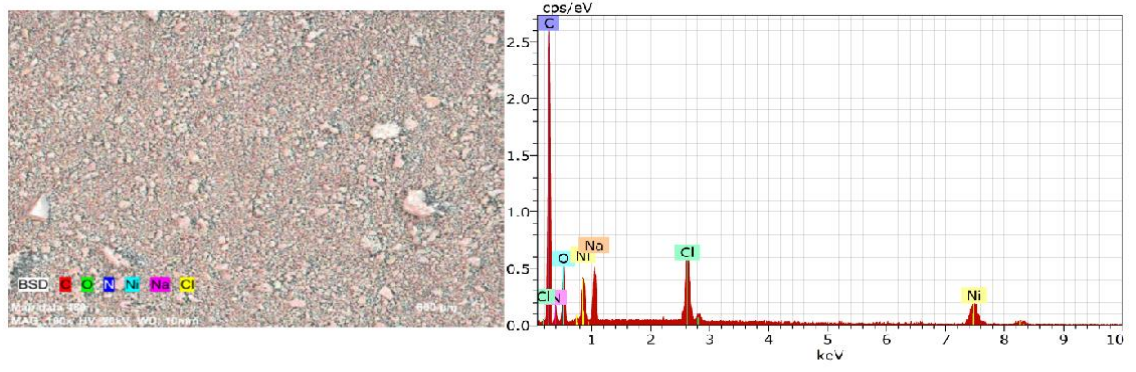
Şekil 139. XIX no'lu kompleks için EDX.



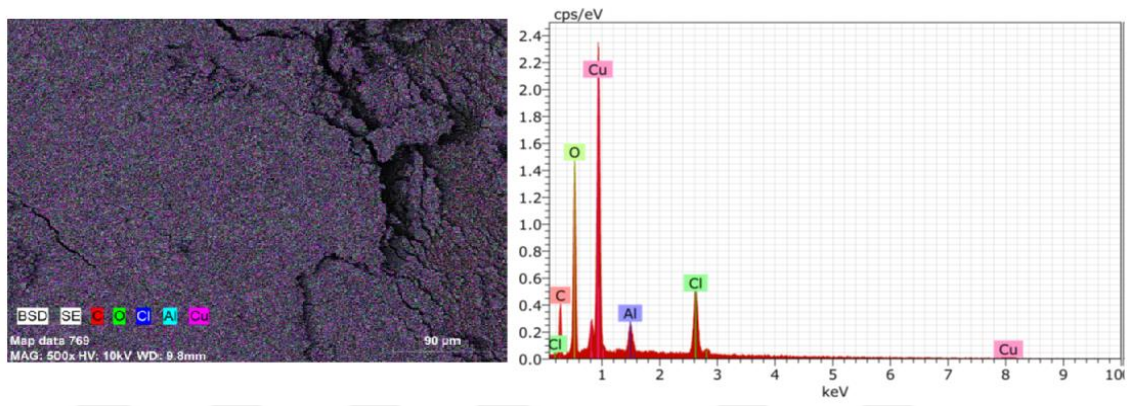
Şekil 140. XX no'lu kompleks için EDX.



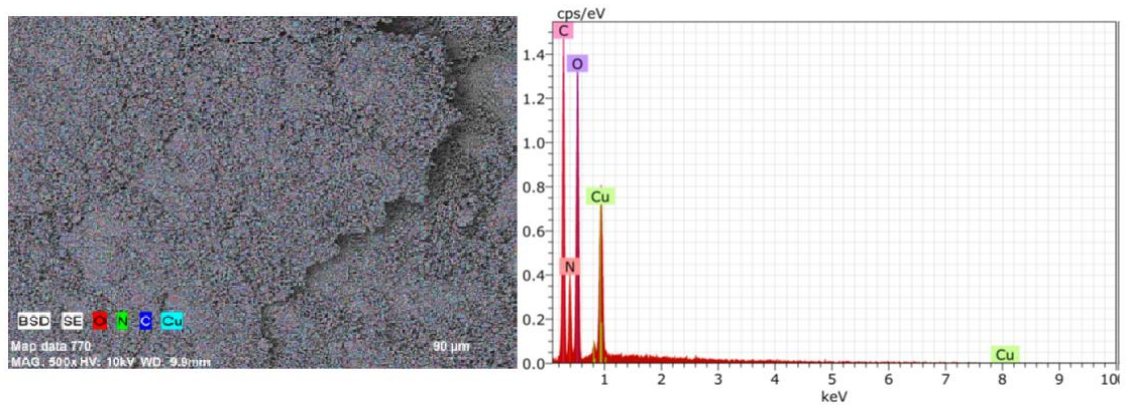
Şekil 141. XXI no'lu kompleks için EDX.



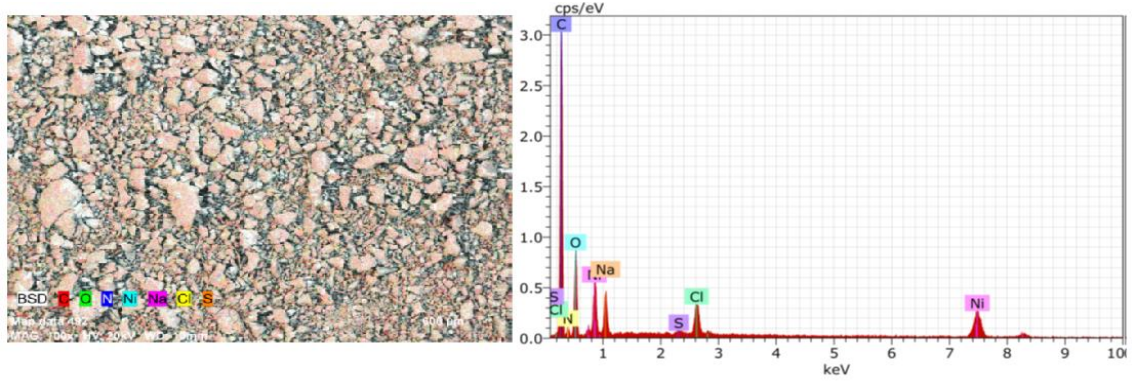
Şekil 142. XXII no'lu kompleks için EDX.



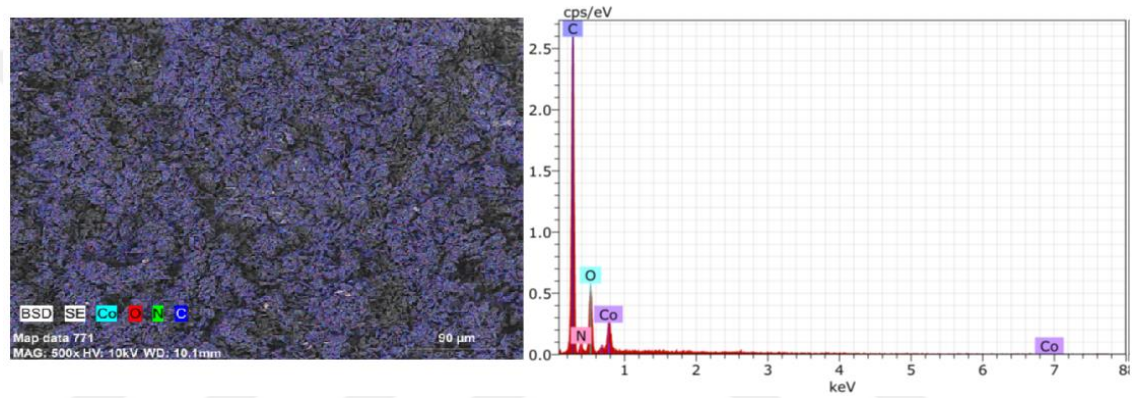
Şekil 143. XXIII no'lu kompleks için EDX.



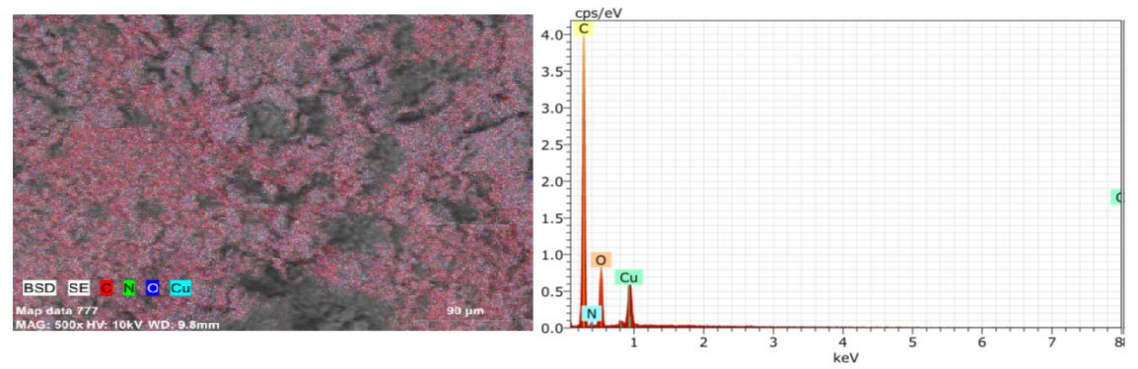
Şekil 144. XXIV no'lu kompleks için EDX.



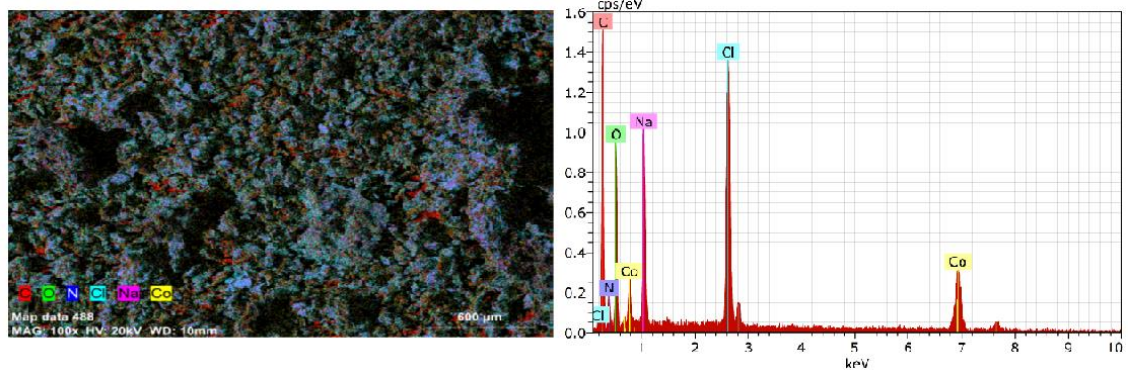
Şekil 145. XXV no'lu kompleks için EDX.



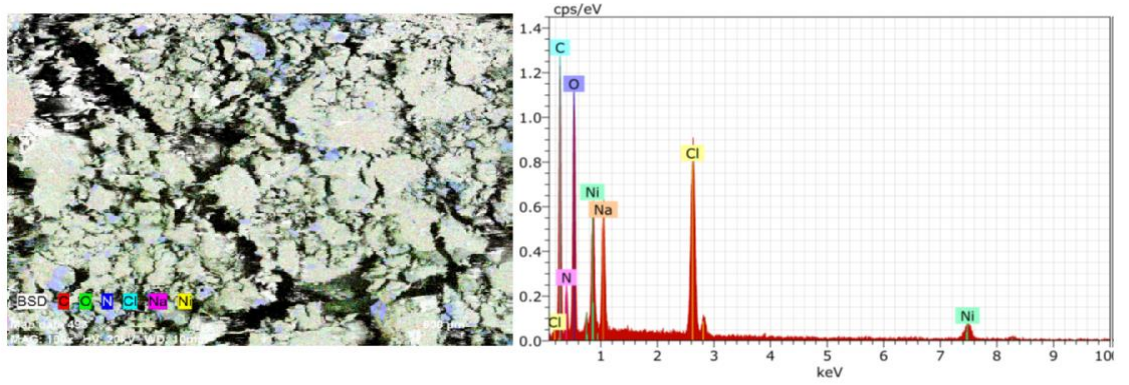
Şekil 146. XXVI no'lu kompleks için EDX.



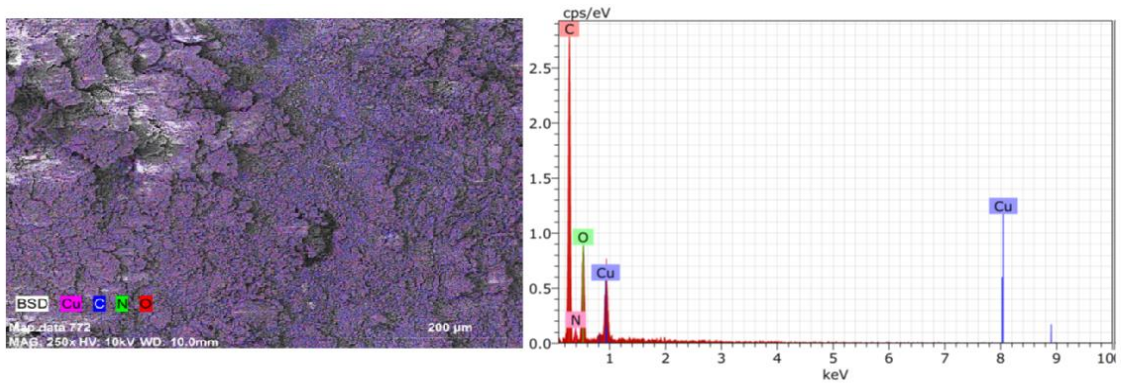
Şekil 147. XXVII no'lu kompleks için EDX.



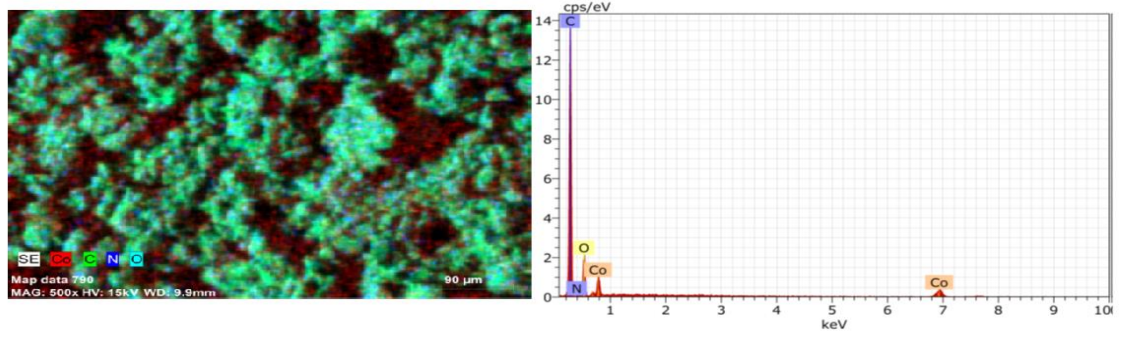
Şekil 148. XXVIII no'lu kompleks için EDX.



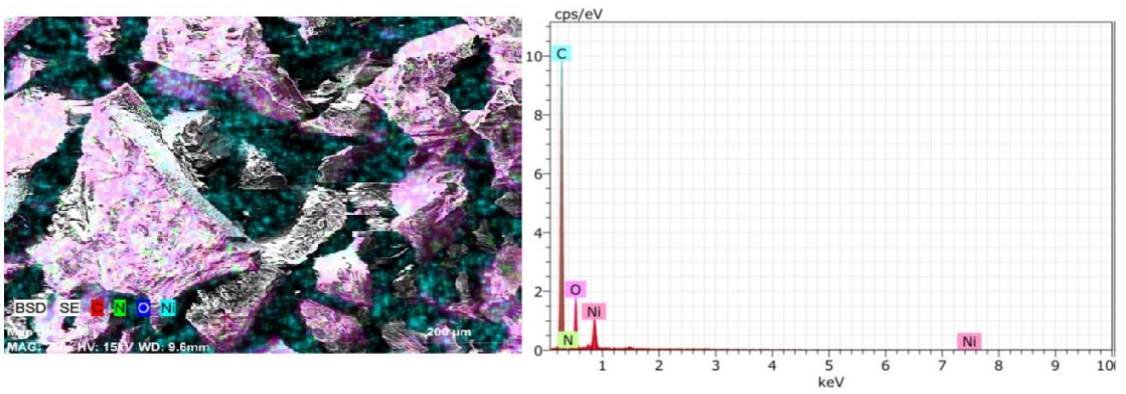
Şekil 149. XXIX no'lu kompleks için EDX.



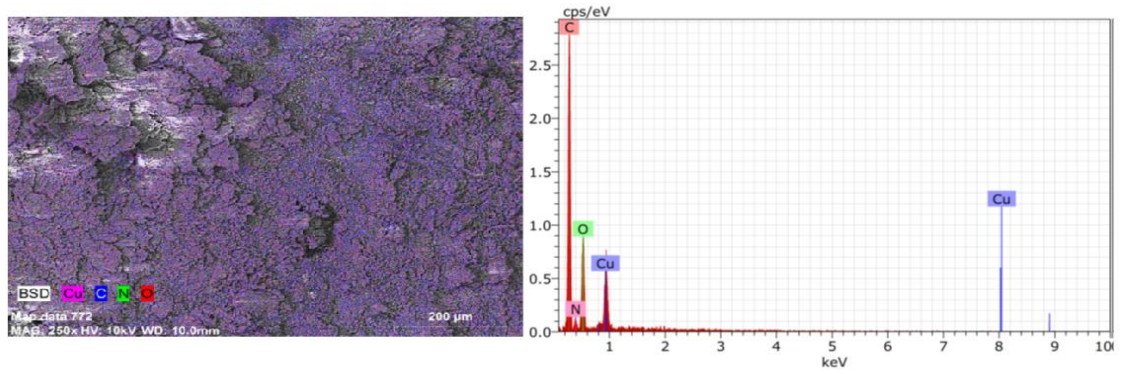
Şekil 150. XXX no'lu kompleks için EDX.



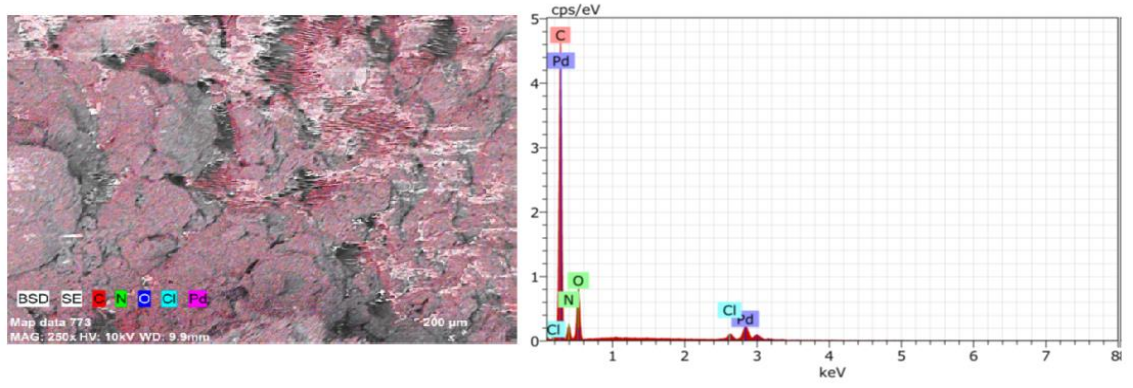
Şekil 151. XXXI no'lu kompleks için EDX.



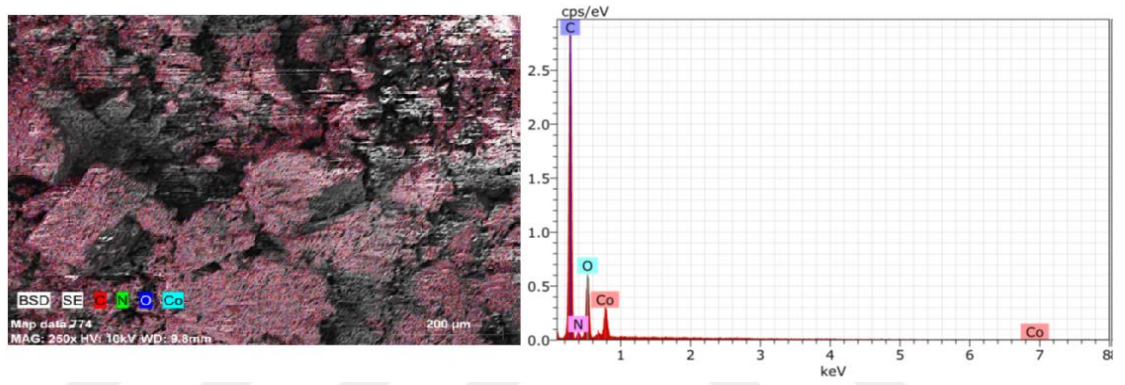
Şekil 152. XXXII no'lu kompleks için EDX.



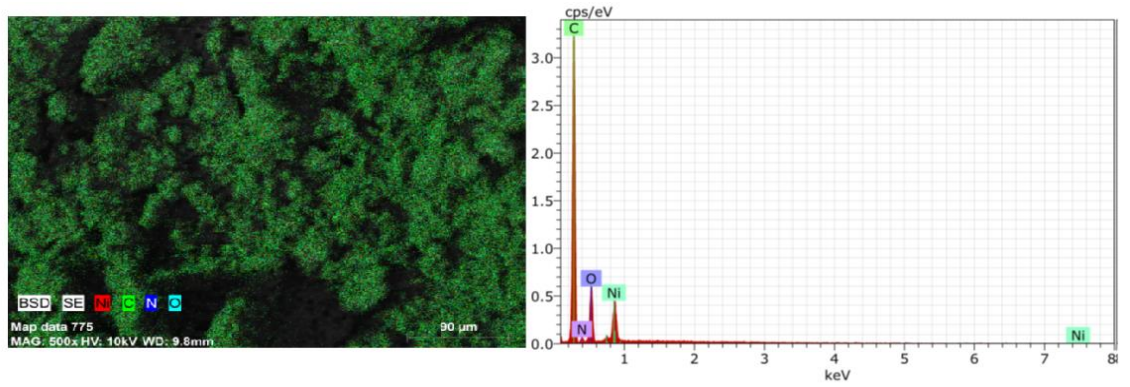
Şekil 153. XXXIII no'lu kompleks için EDX.



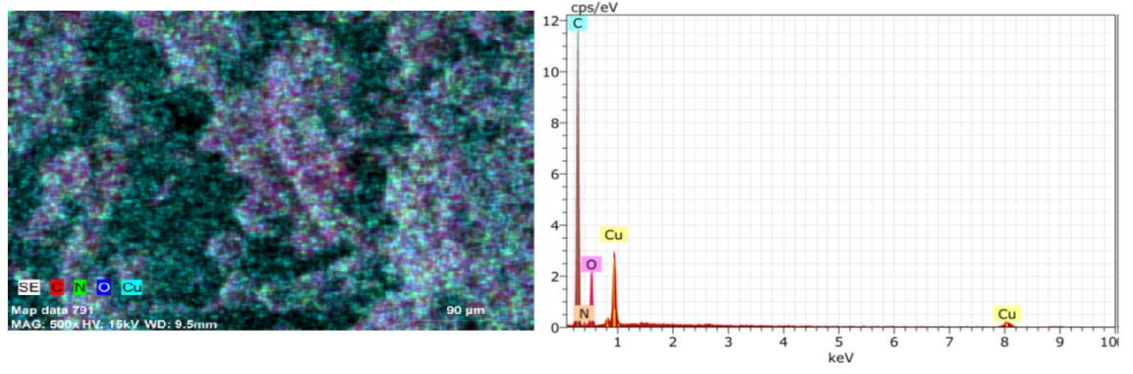
Şekil 154. XXXIV no'lu kompleks için EDX.



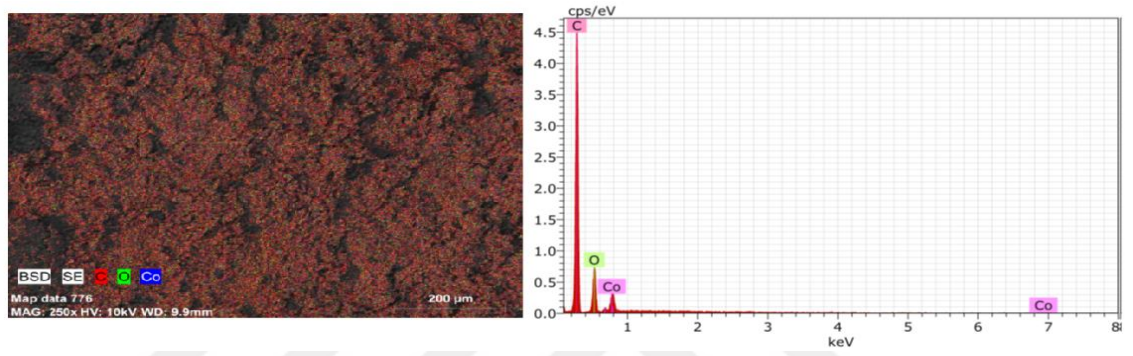
Şekil 155. XXXV no'lu kompleks için EDX.



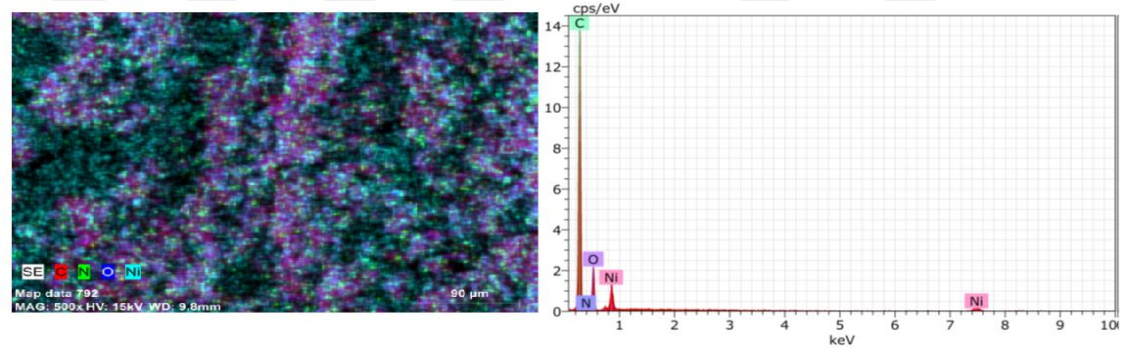
Şekil 156. XXXVI no'lu kompleks için EDX.



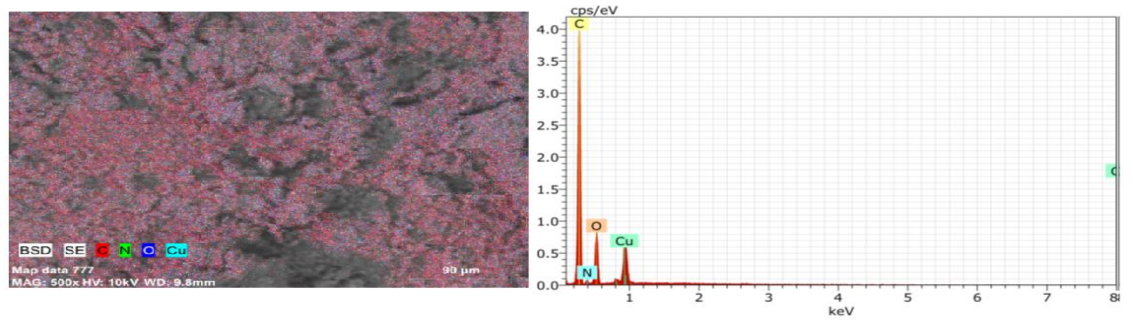
Şekil 157. XXXVII no'lu kompleks için EDX.



Şekil 158. XXXVIII no'lu kompleks için EDX.



Şekil 159. XXXIX no'lu kompleks için EDX.



Şekil 160. XXXX no'lu kompleks için EDX.

EK 5. SEM GÖRÜNTÜLERİ



Şekil 161. I no'lu kompleks için SEM



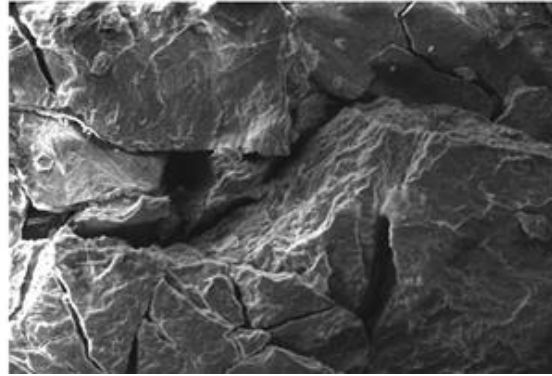
Şekil 162. II no'lu kompleks için SEM



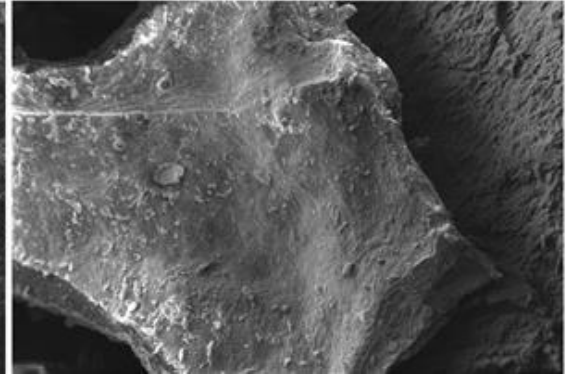
Şekil 163. III no'lu kompleks için SEM



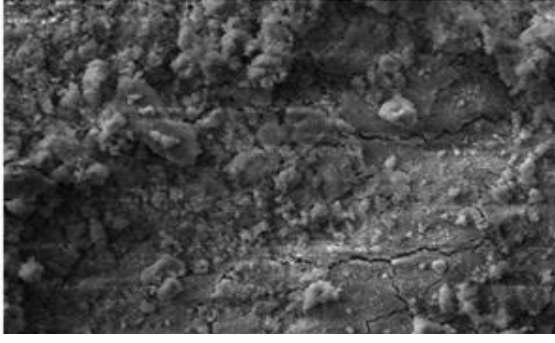
Şekil 164. IV no'lu kompleks için SEM



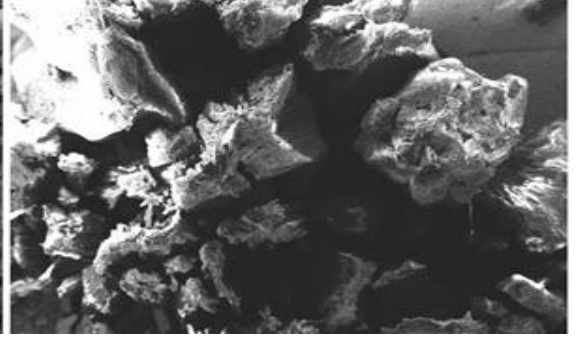
Şekil 165. V no'lu kompleks için SEM



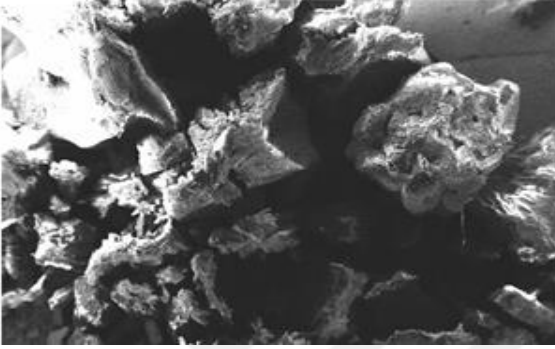
Şekil 166. VI no'lu kompleks için SEM



Şekil 167. VII no'lu kompleks için SEM



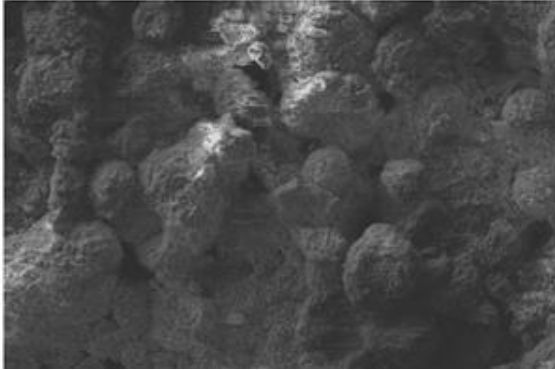
Şekil 168. VIII no'lu kompleks için SEM



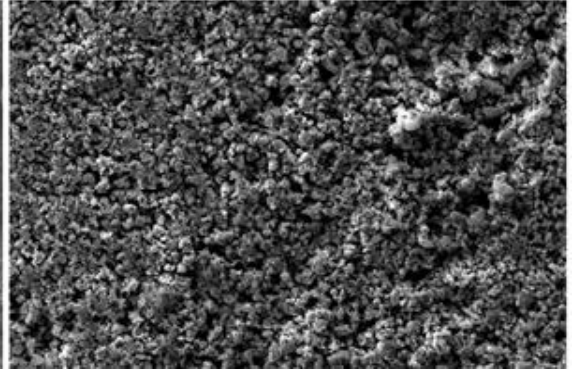
Şekil 169. IX no'lu kompleks için SEM



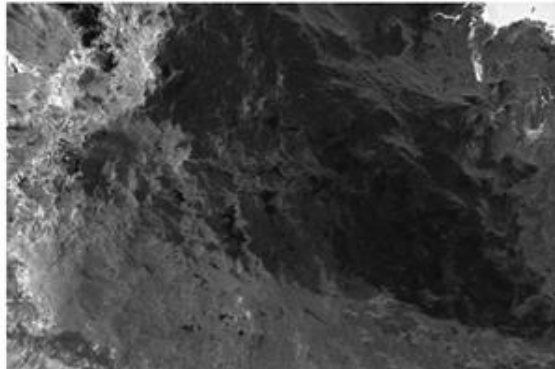
Şekil 170. X no'lu kompleks için SEM



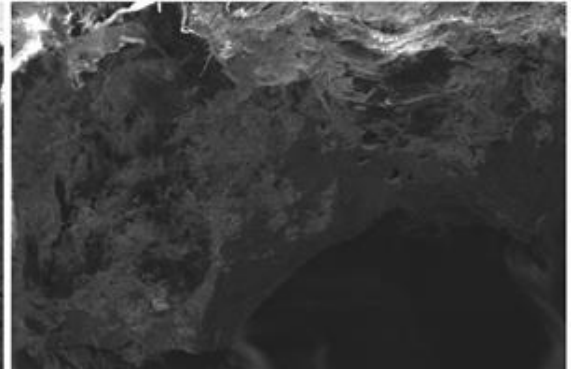
Şekil 171. XI no'lu kompleks için SEM



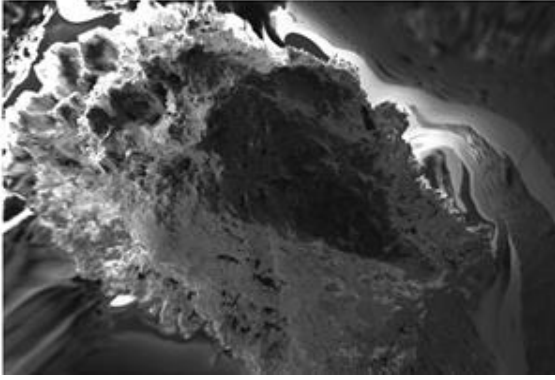
Şekil 172. XII no'lu kompleks için SEM



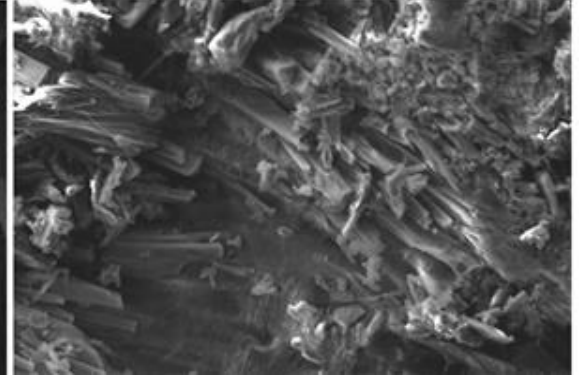
Şekil 173. XIII no'lu kompleks için SEM



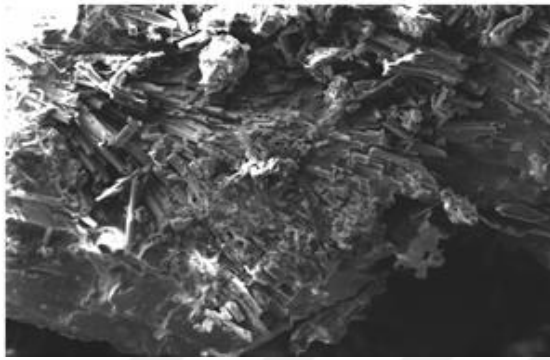
Şekil 174. XIV no'lu kompleks için SEM



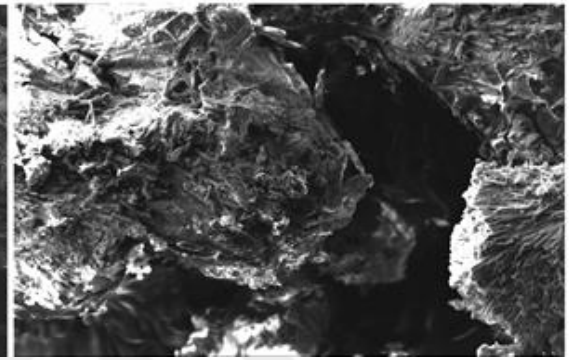
Şekil 175. XV no'lu kompleks için SEM



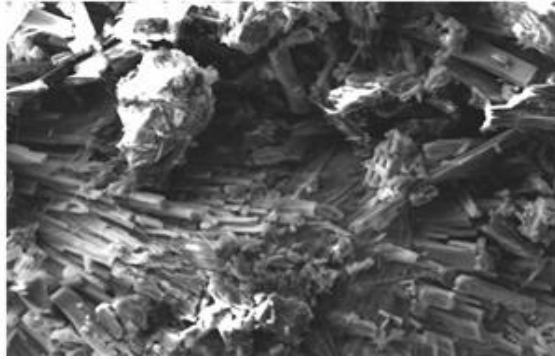
Şekil 176. XVI no'lu kompleks için SEM



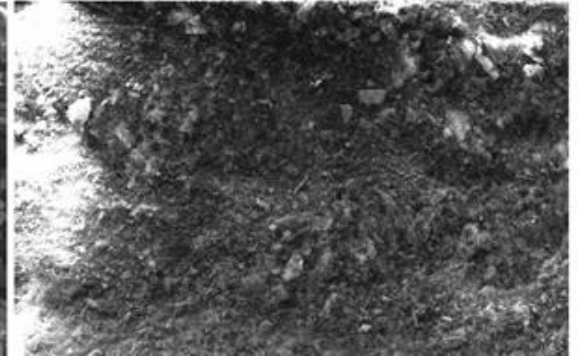
Şekil 177. XVII no'lu kompleks için SEM



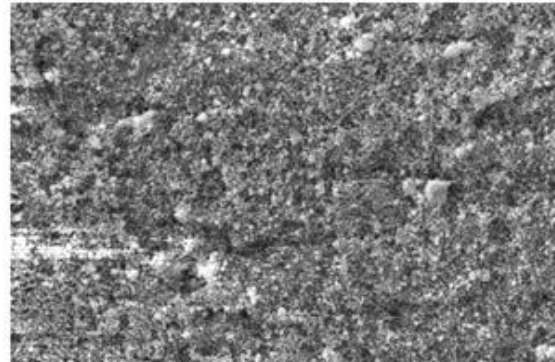
Şekil 178. XVIII no'lu kompleks için SEM



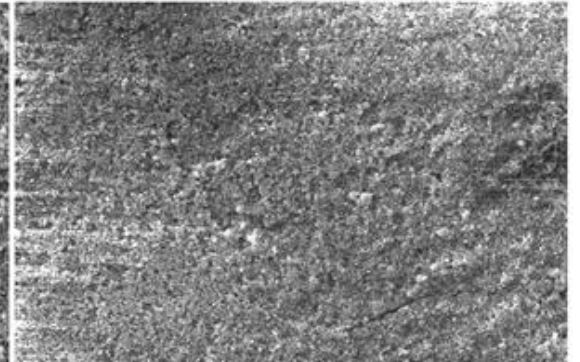
Şekil 179. XIX no'lu kompleks için SEM



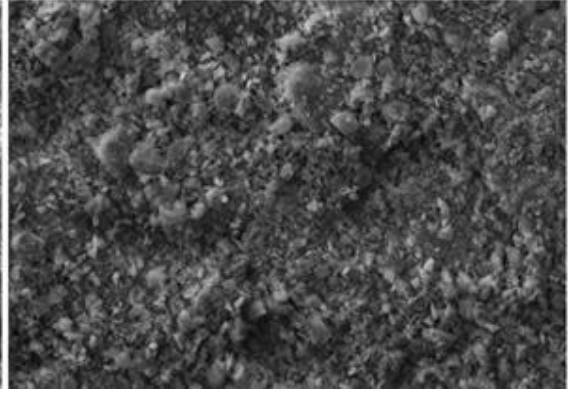
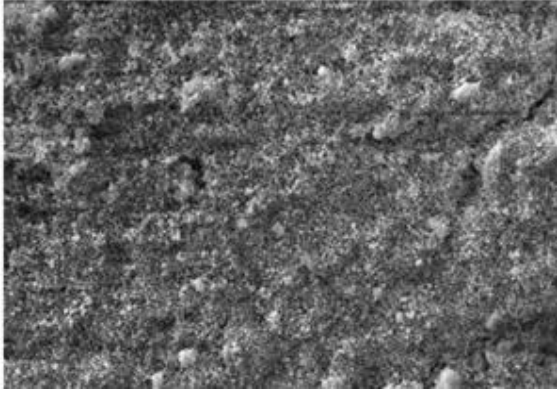
Şekil 180. XX no'lu kompleks için SEM



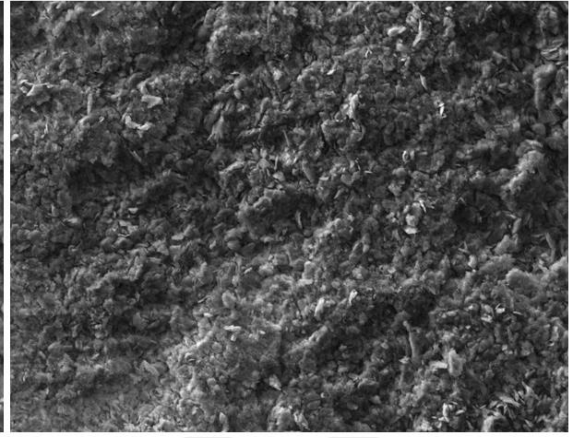
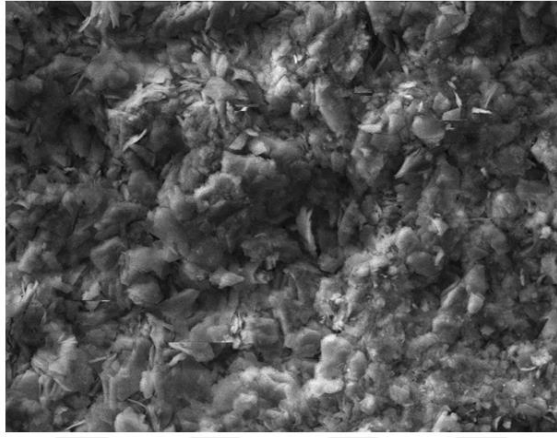
Şekil 181. XXI no'lu kompleks için SEM



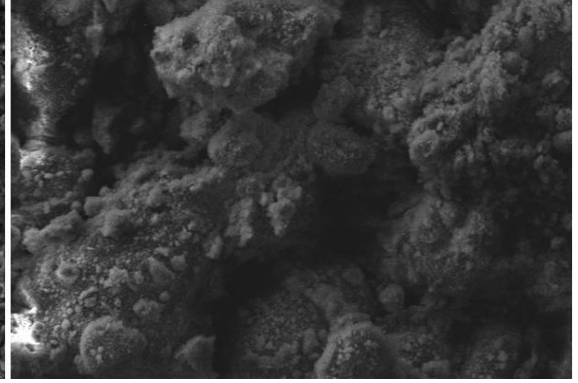
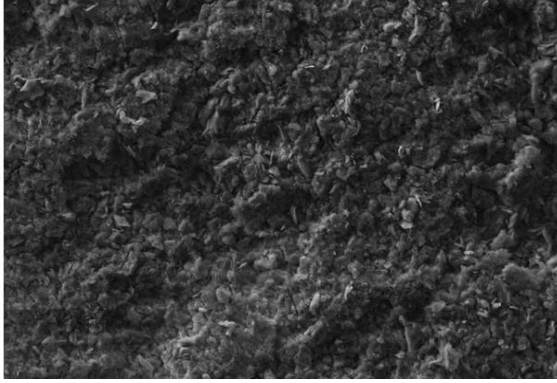
Şekil 182. XXII no'lu kompleks için SEM



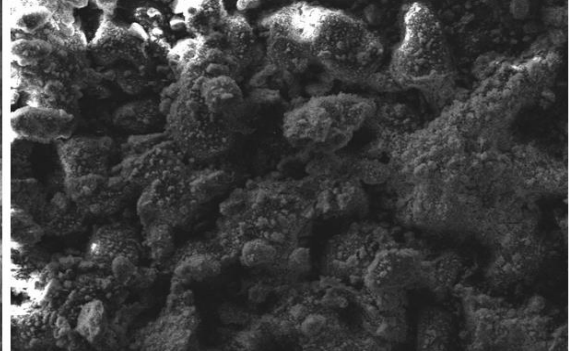
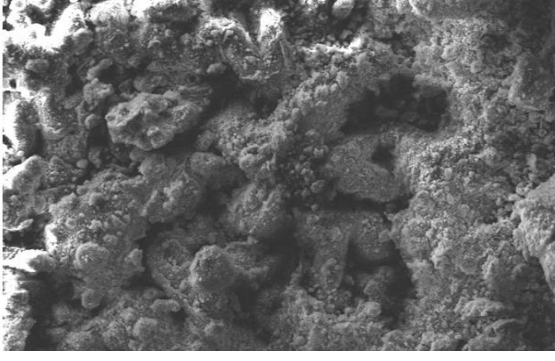
Şekil 183. XXIII no'lu kompleks için SEM **Şekil 184.** XXIV no'lu kompleks için SEM



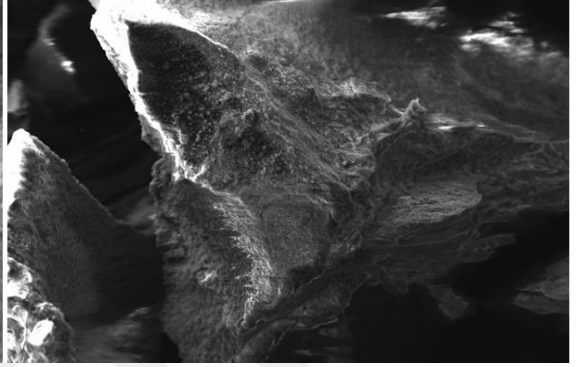
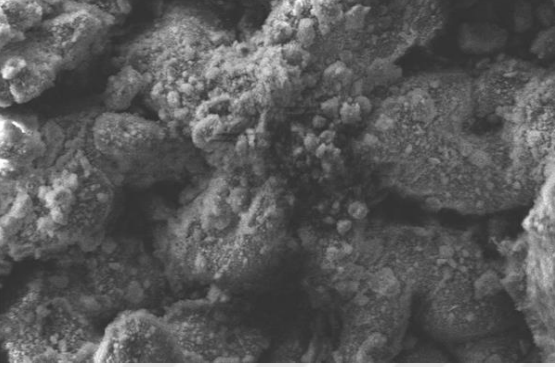
Şekil 185. XXV no'lu kompleks için SEM **Şekil 186.** XXVI no'lu kompleks için SEM



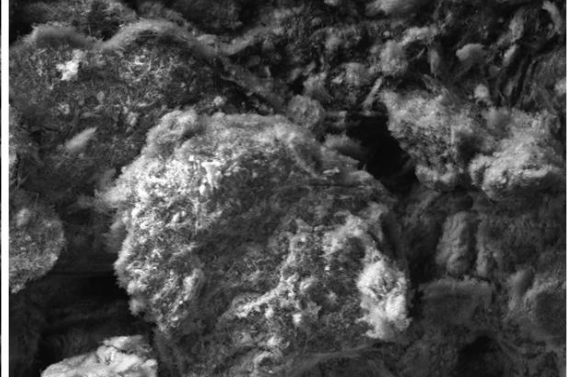
Şekil 187. XXVII no'lu kompleks için SEM **Şekil 188.** XXVIII no'lu komp. için SEM



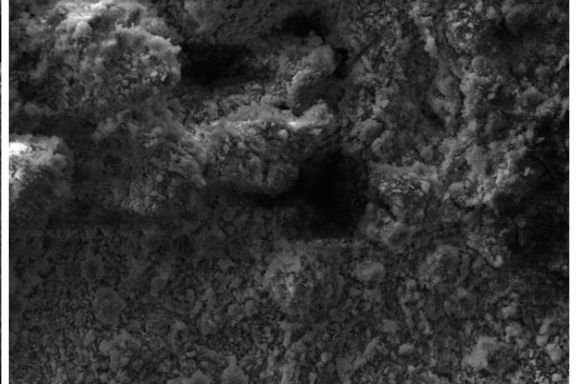
Şekil 189. XXIX no'lu kompleks için SEM **Şekil 190.** XXX no'lu kompleks için SEM



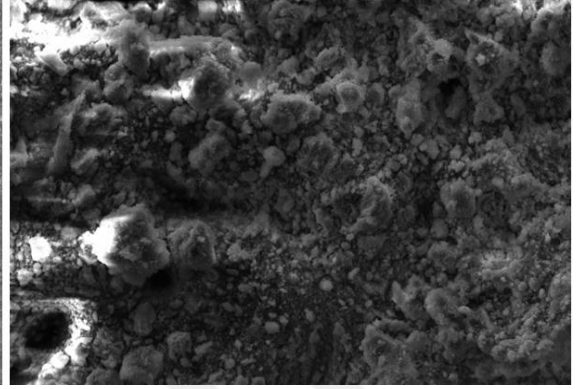
Şekil 191. XXXI no'lu kompleks için SEM **Şekil 192.** XXXII no'lu komp. için SEM



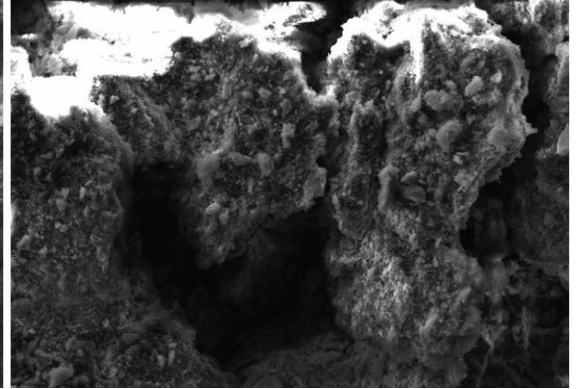
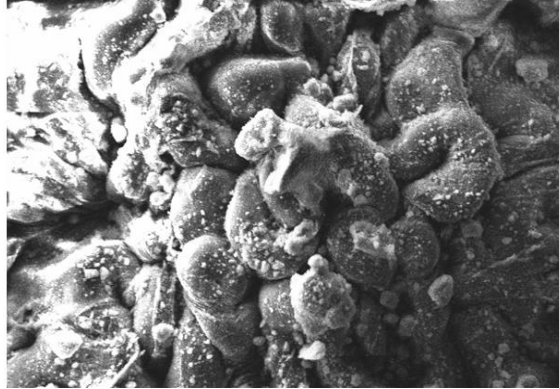
Şekil 193. XXXIII no'lu kompleks için SEM **Şekil 194.** XXXIV no'lu komp. için SEM



Şekil 195. XXXV no'lu kompleks için SEM **Şekil 196.** XXXVI no'lu komp. için SEM

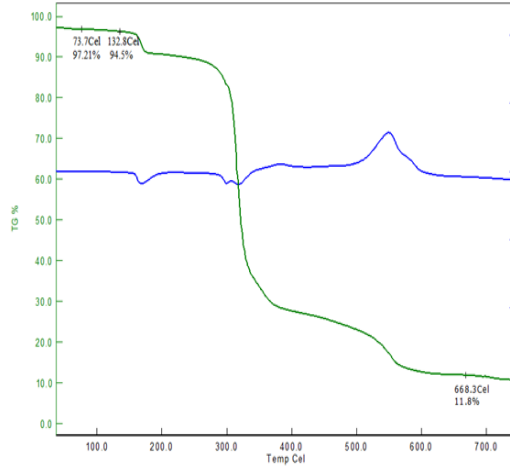


Şekil 197. XXXVII no'lu komp. için SEM **Şekil 198.** XXXVIII no'lu komp. için SEM

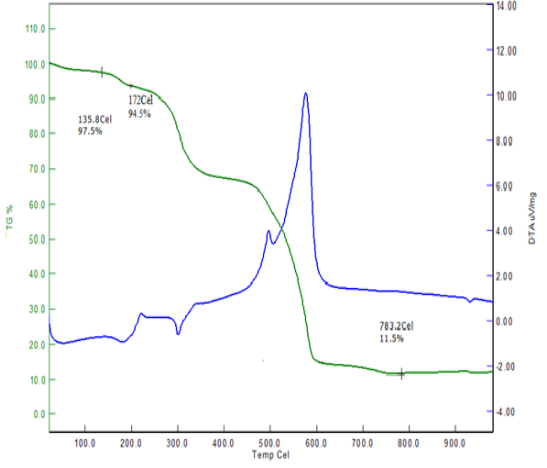


Şekil 199. XXXIX no'lu kompleks için SEM **Şekil 200.** XXXX no'lu komp. için SEM

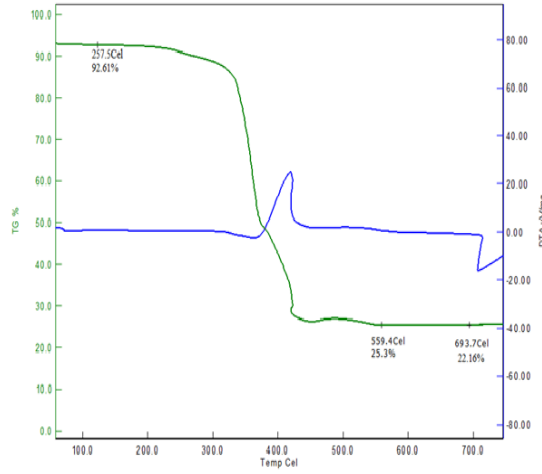
EK 6. TG-DTA GRAFİKLERİ



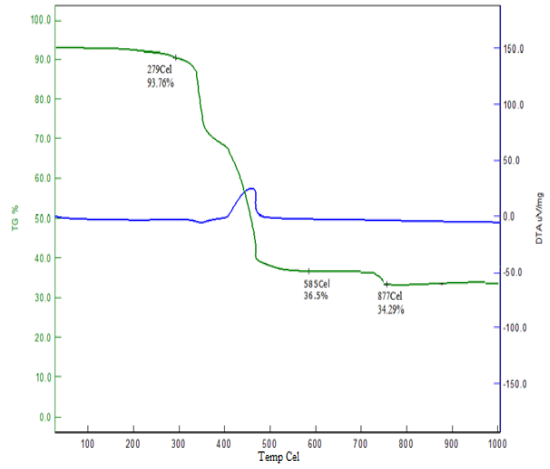
Şekil 201. I no'lu kompleks için TG-DTA



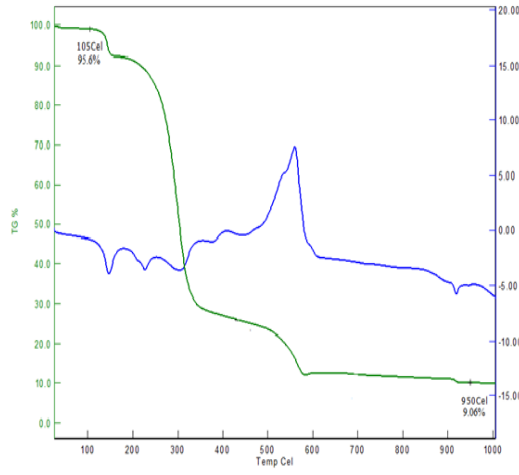
Şekil 202. II no'lu kompleks için TG-DTA



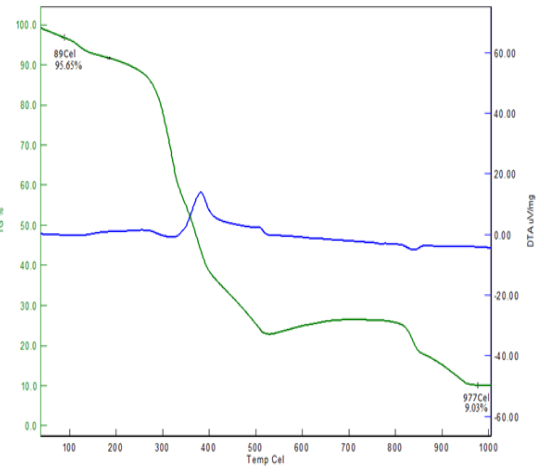
Şekil 203. III no'lu kompleks için TG-DTA



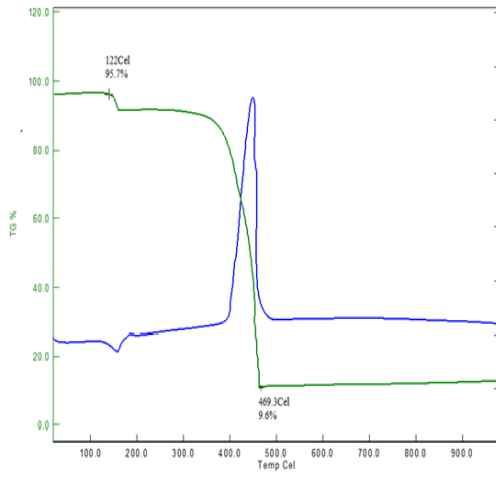
Şekil 204. IV no'lu komp. için TG-DTA



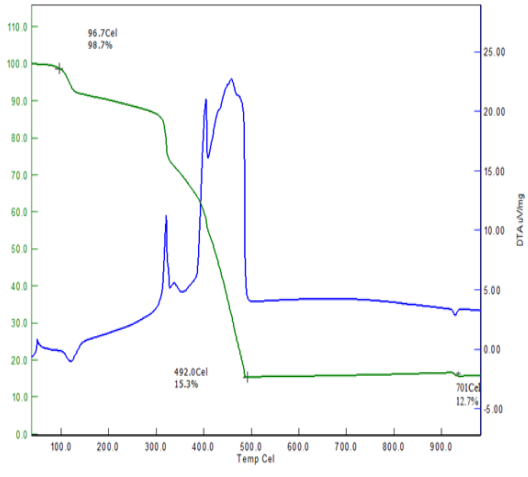
Şekil 205. V no'lu kompleks için TG-DTA



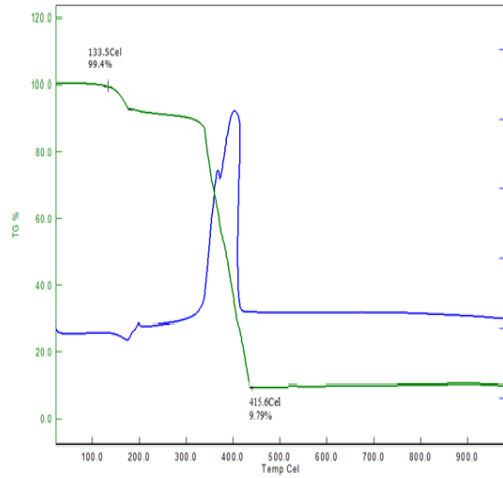
Şekil 206. VI no'lu komp. için TG-DTA



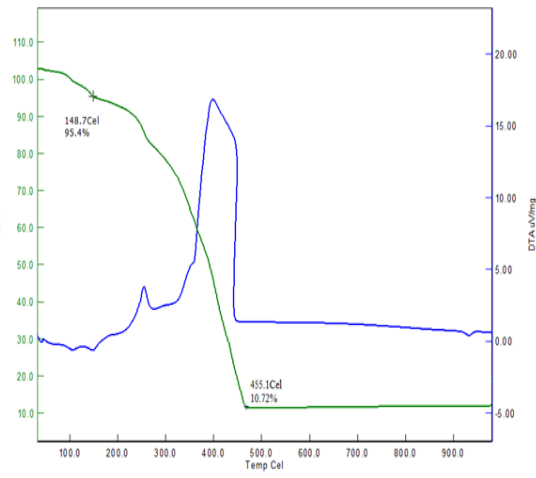
Şekil 207. VII no'lu kompleks için TG-DTA



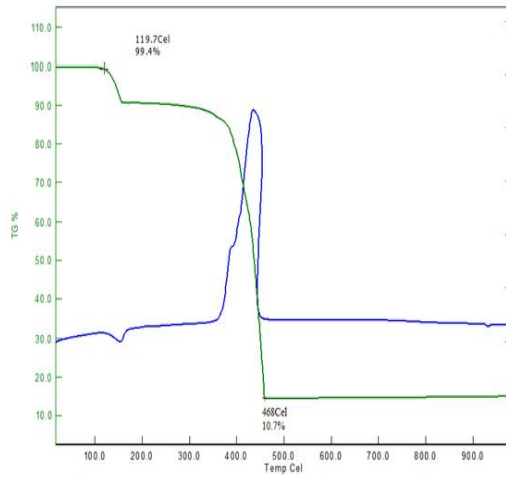
Şekil 208. VIII no'lu komp. için TG-DTA



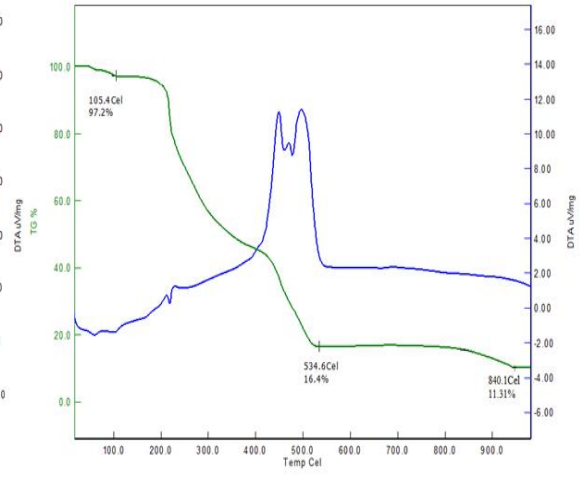
Şekil 209. X no'lu kompleks için TG-DTA



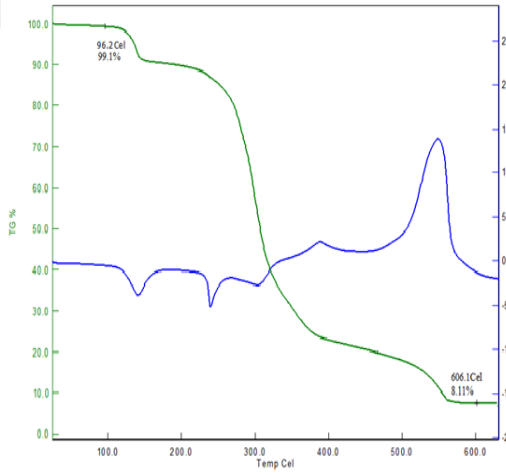
Şekil 210. XI no'lu komp. için TG-DTA



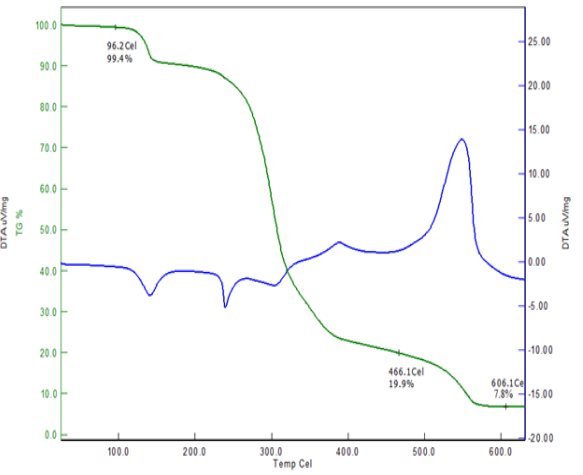
Şekil 211. XI no'lu kompleks için TG-DTA



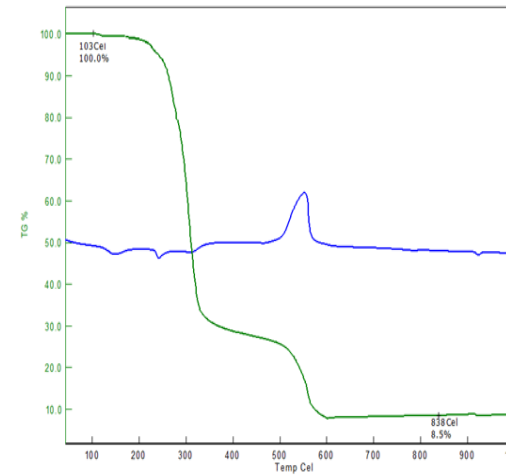
Şekil 212. XII no'lu komp. için TG-DTA



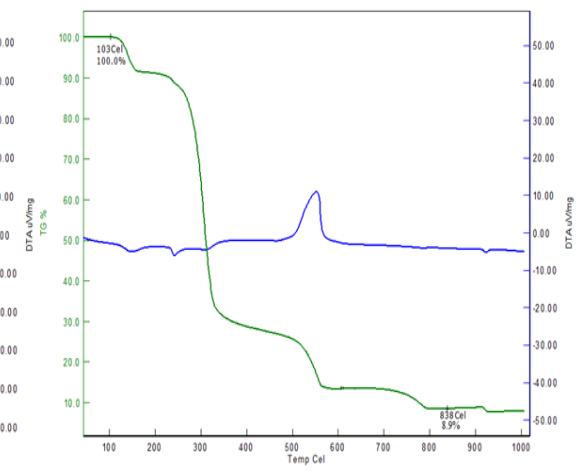
Şekil 213. XIII no'lu kom. için TG-DTA



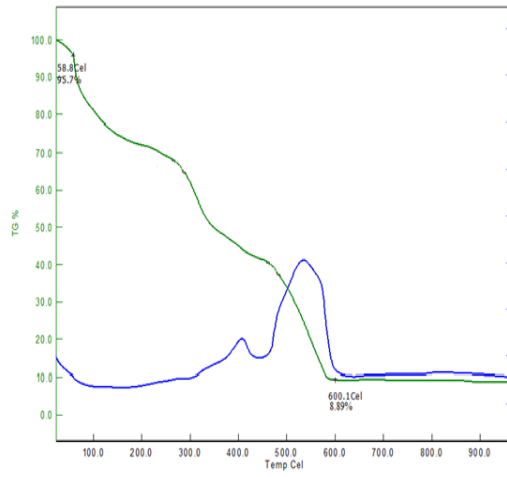
Şekil 214. XIV no'lu komp. için TG-DTA



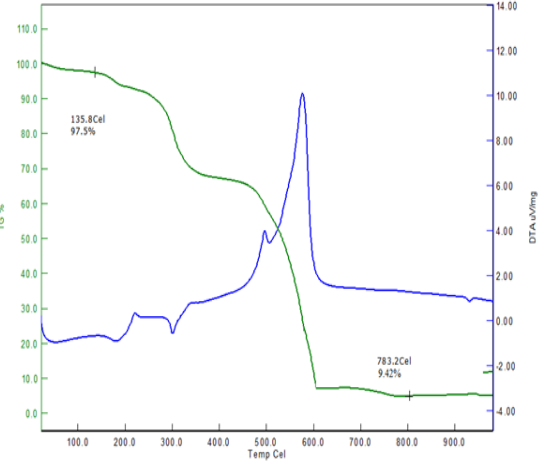
Şekil 215. XV no'lu komp. için TG-DTA



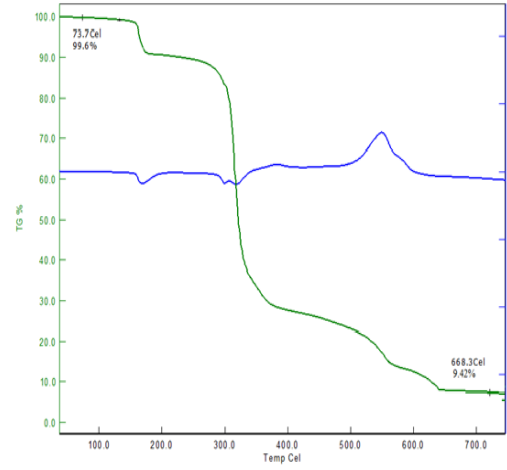
Şekil 216. XVI no'lu komp. için TG-DTA



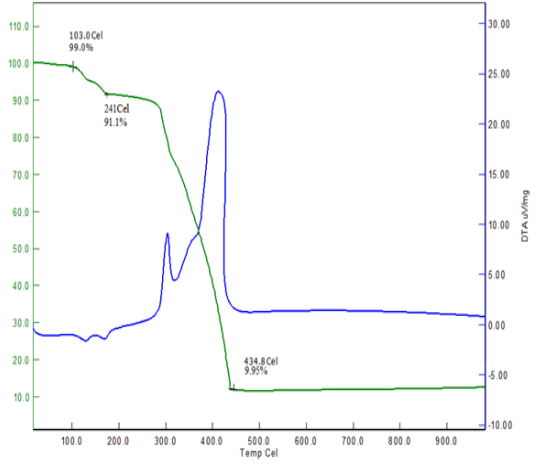
Şekil 217. XVII no'lu komp. için TG-DTA



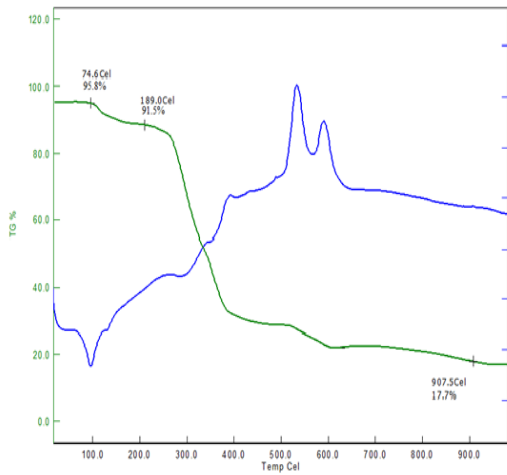
Şekil 218. XVIII no'lu komp. için TG-DTA



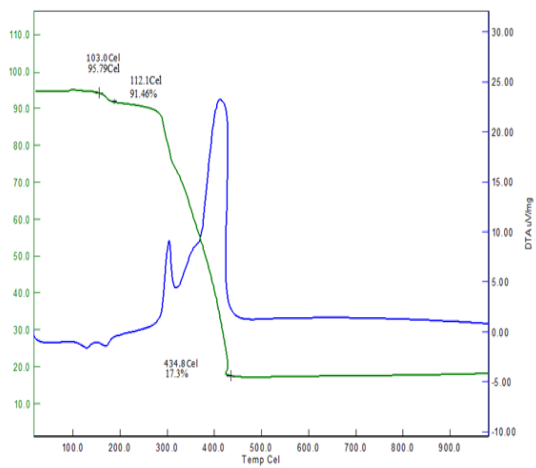
Şekil 219. XIX no'lu kompleks için TG-DTA



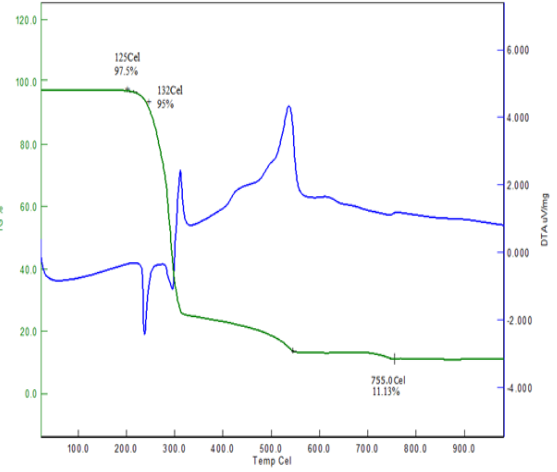
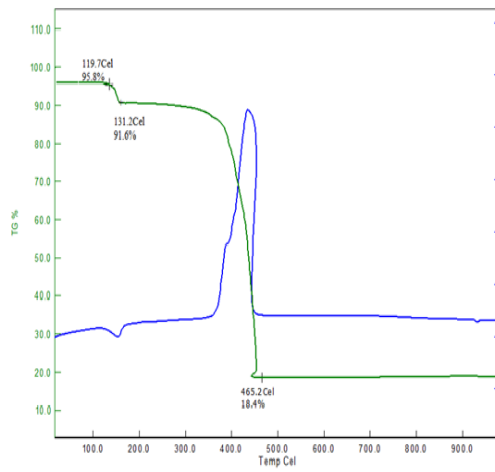
Şekil 220. XX no'lu komp. için TG-DTA



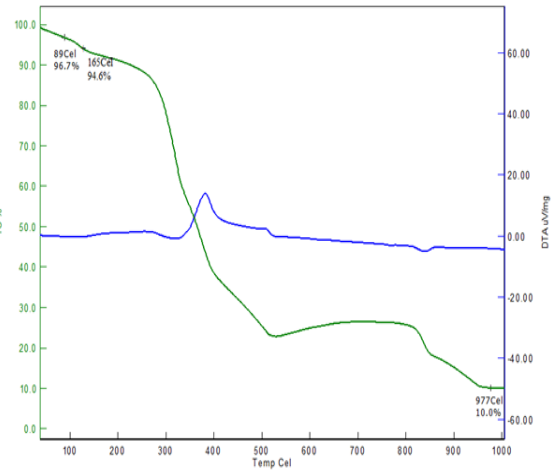
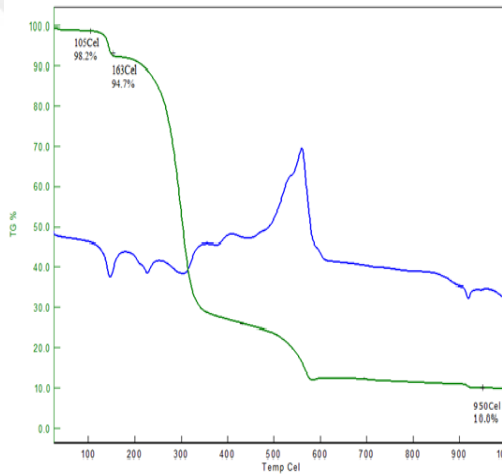
Şekil 221. XXI no'lu komp. için TG-DTA



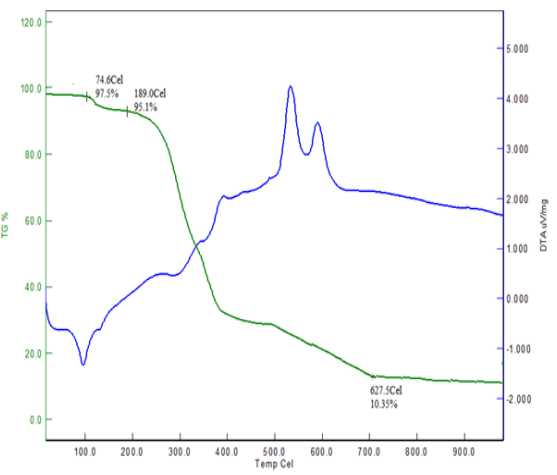
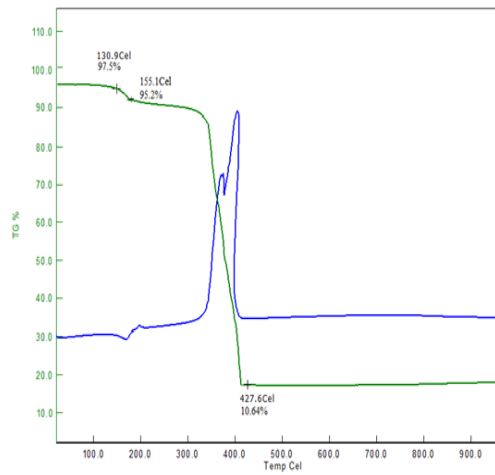
Şekil 222. XXII no'lu komp. için TG-DTA



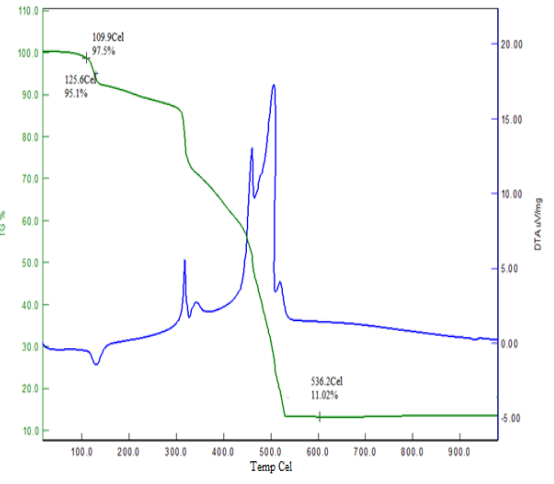
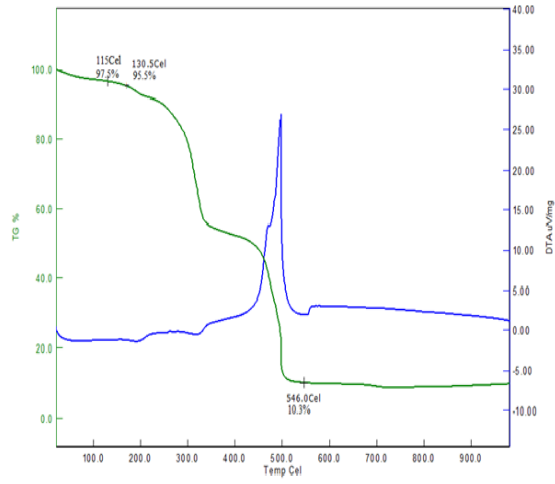
Şekil 223. XXIII no'lu kom. için TG-DTA Şekil 224. XXIV no'lu komp. için TG-DTA



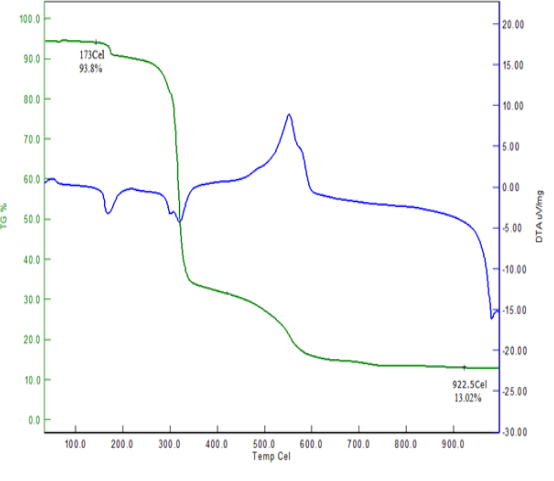
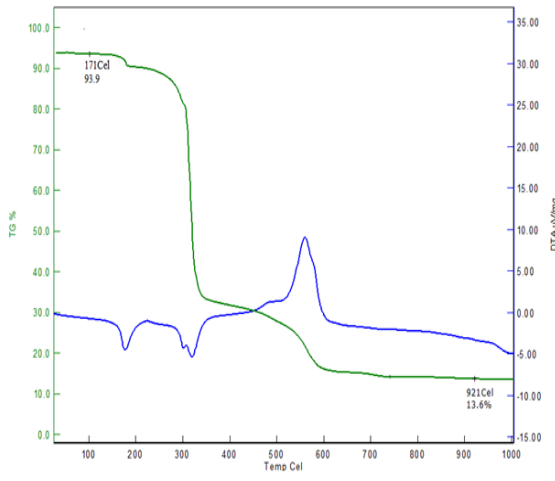
Şekil 225. XXV no'lu komp. için TG-DTA Şekil 226. XXVI no'lu komp. için TG-DTA



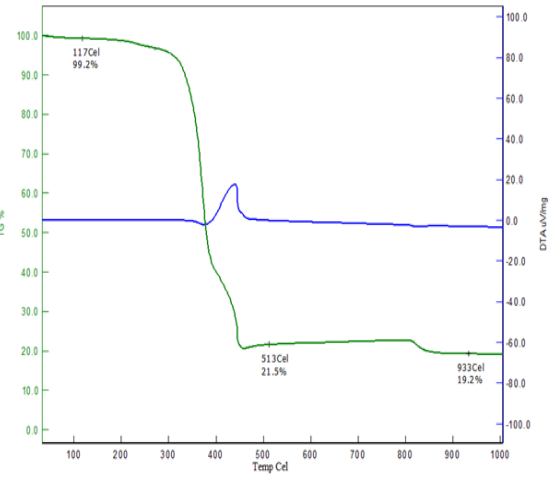
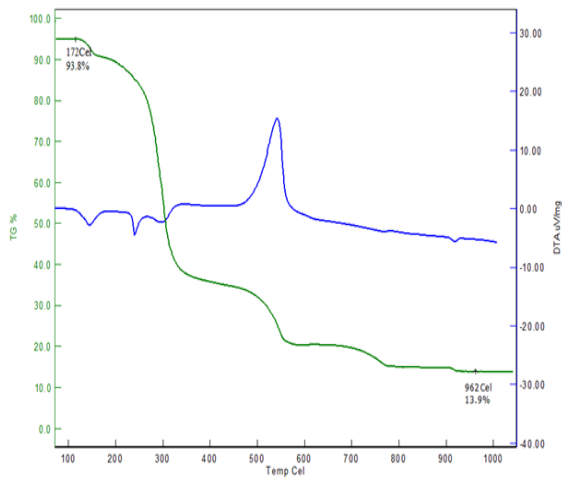
Şekil 227. XXVII no'lu komp. için TG-DTA Şekil 228. XXVIII no'lu komp. TG-DTA



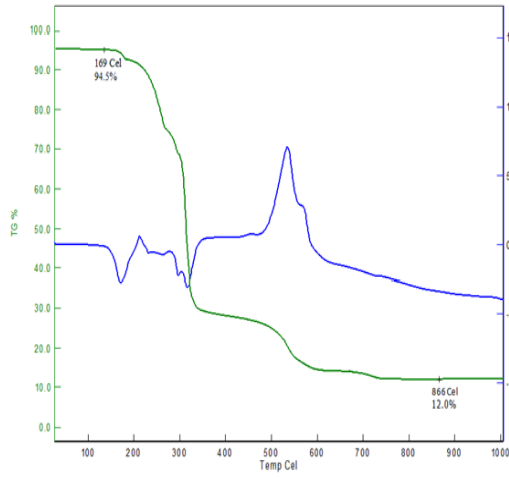
Şekil 229. XXIX no'lu komp. için TG-DTA **Şekil 230.** XXX no'lu komp. için TG-DTA



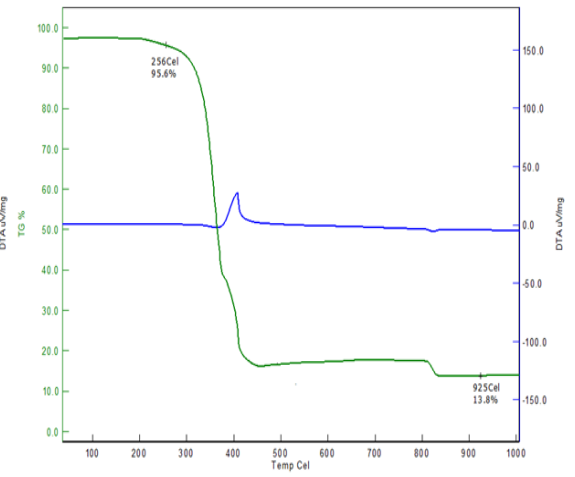
Şekil 231. XXXI no'lu komp. için TG-DTA **Şekil 232.** XXXII no'lu komp. TG-DTA



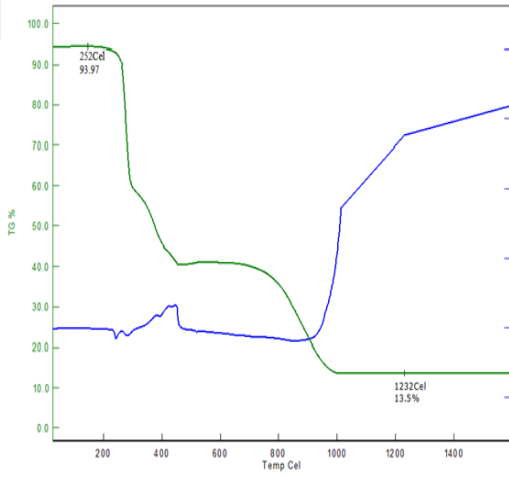
Şekil 233. XXXIII no'lu komp. için TG-DTA **Şekil 234.** XXXIV no'lu komp. TG-DTA



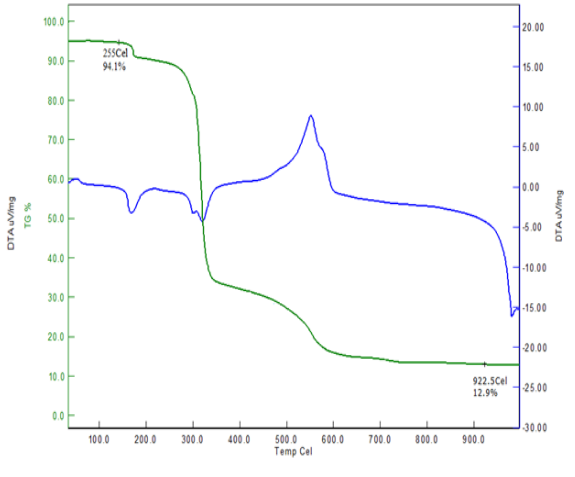
Şekil 235. XXXV no'lu komp. için TG-DTA



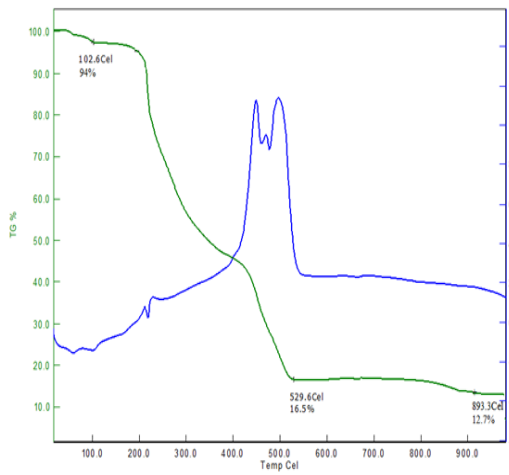
Şekil 236. XXXVI no'lu komp. TG-DTA



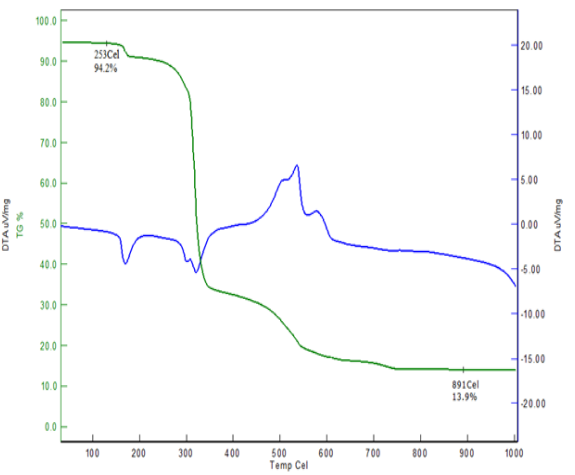
Şekil 237. XXXVII no'lu komp. TG-DTA



Şekil 238. XXXVIII no'lu komp. TG-DTA

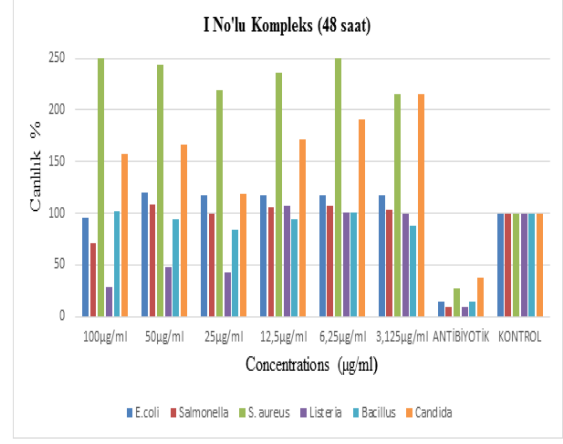
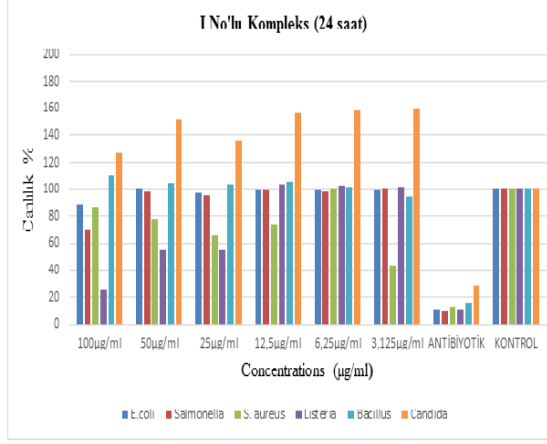


Şekil 239. XXXIX no'lu komp. için TG-DTA

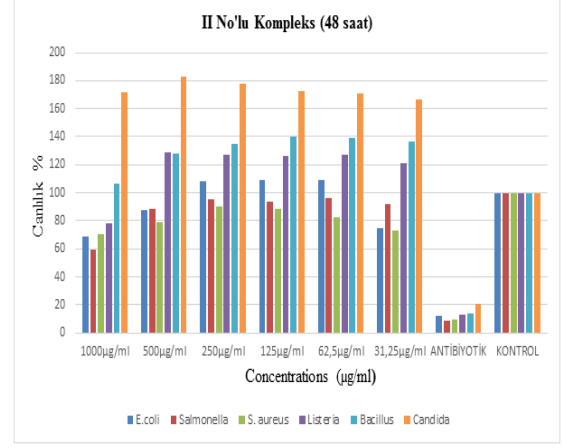
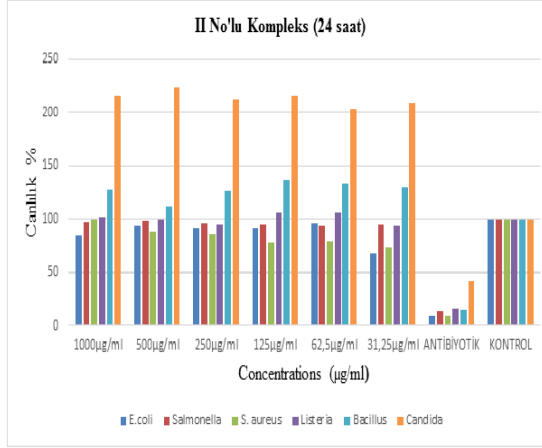


Şekil 240. XXXX no'lu komp. TG-DTA

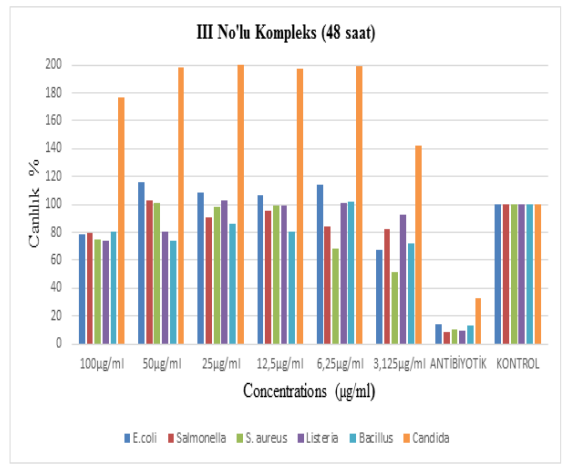
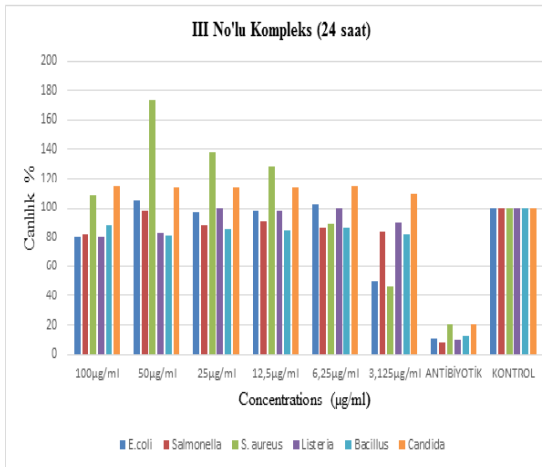
EK 7. ANTİMİKROBİYAL ANALİZ GRAFİKLERİ



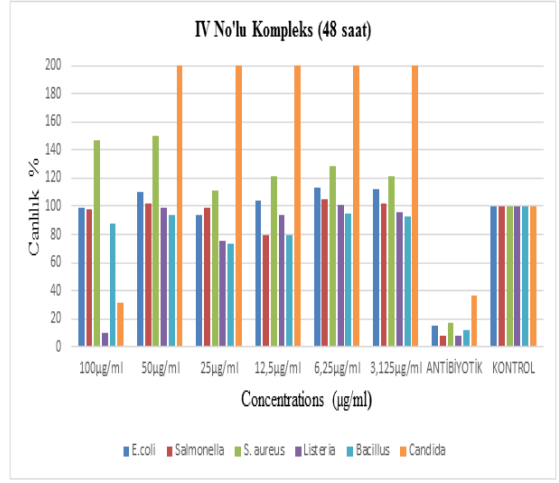
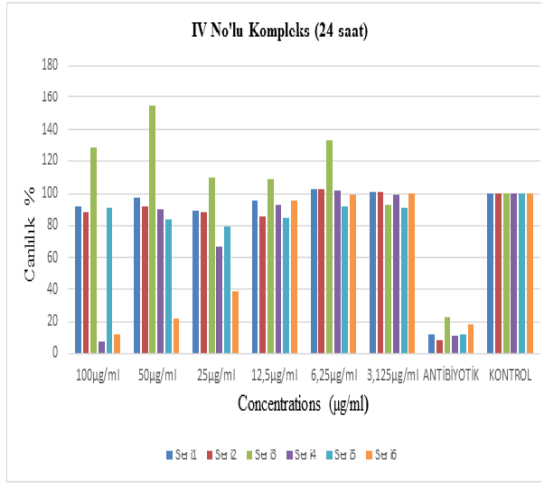
Şekil 241. I no'lu kompleks için antimikrobial analiz.



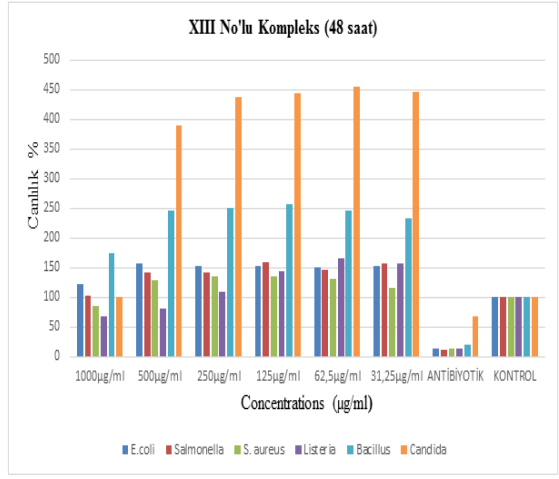
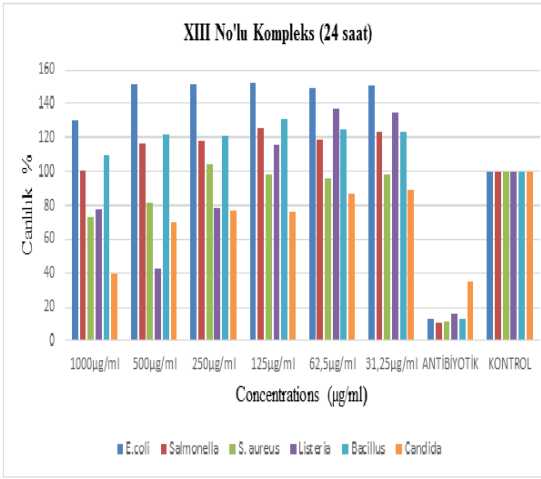
Şekil 242. II no'lu kompleks için antimikrobial analiz.



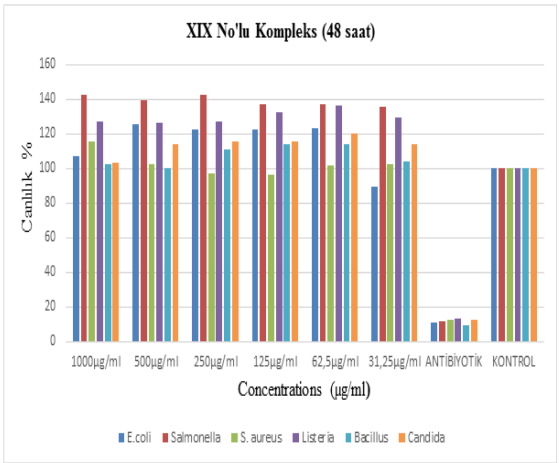
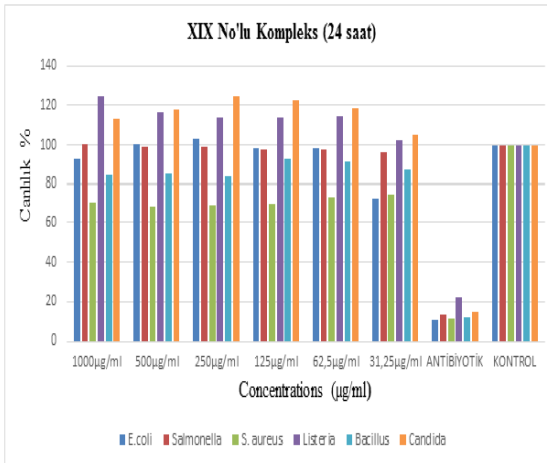
Şekil 243. III no'lu kompleks için antimikrobial analiz.



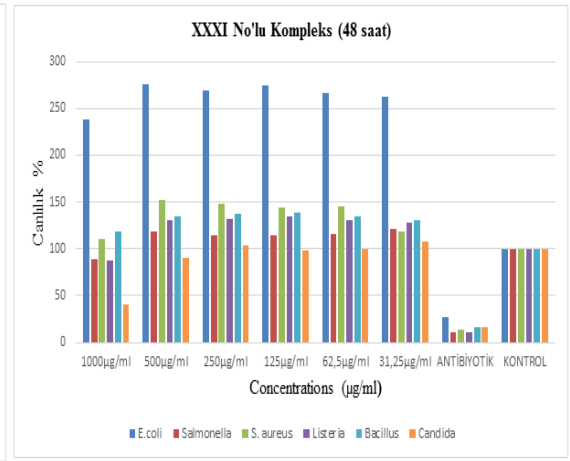
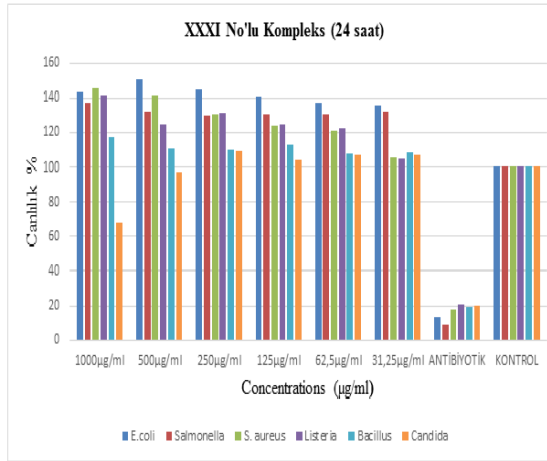
Şekil 244. IV no'lu kompleks için antimikrobia analiz.



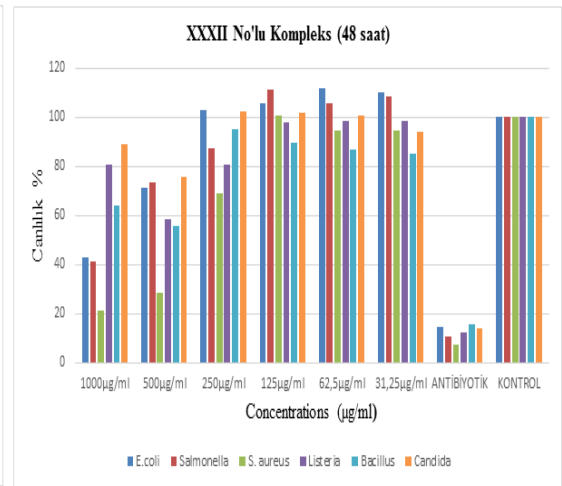
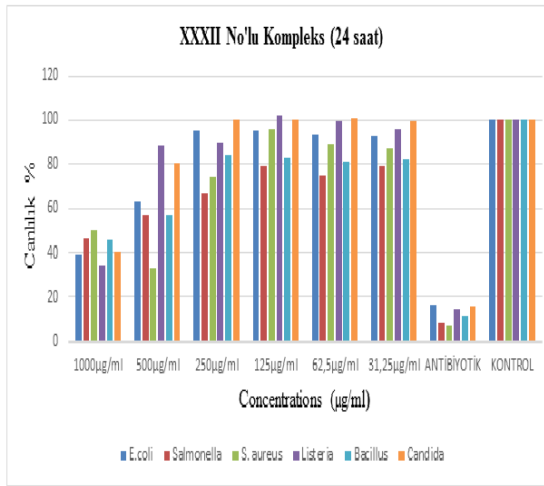
Şekil 245. XIII no'lu kompleks için antimikrobia analiz



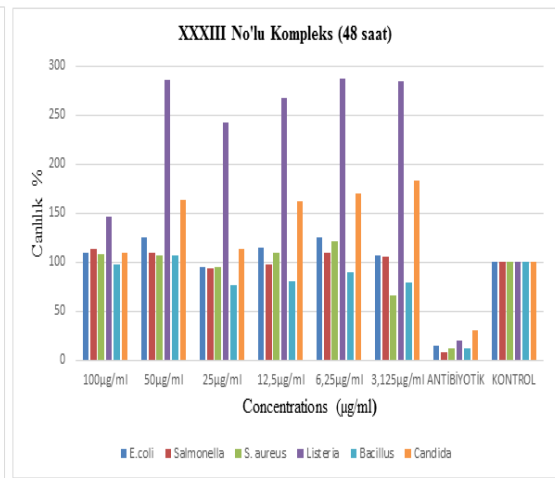
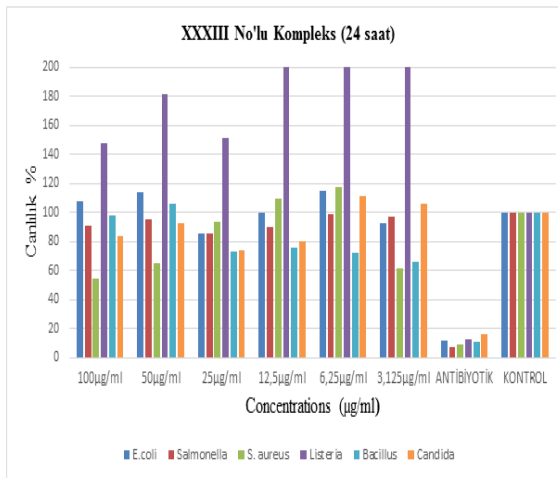
Şekil 246. XIX no'lu kompleks için antimikrobia analiz.



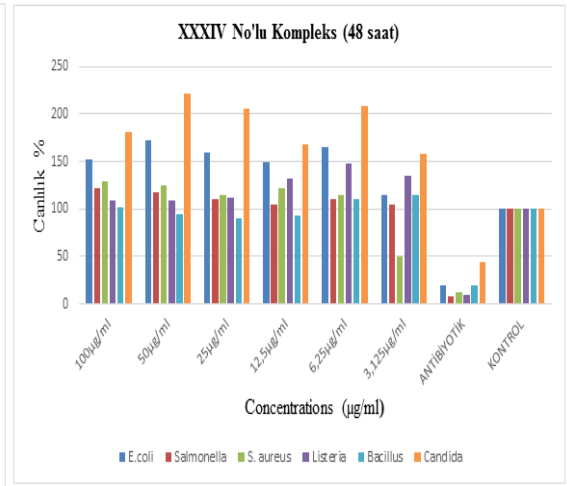
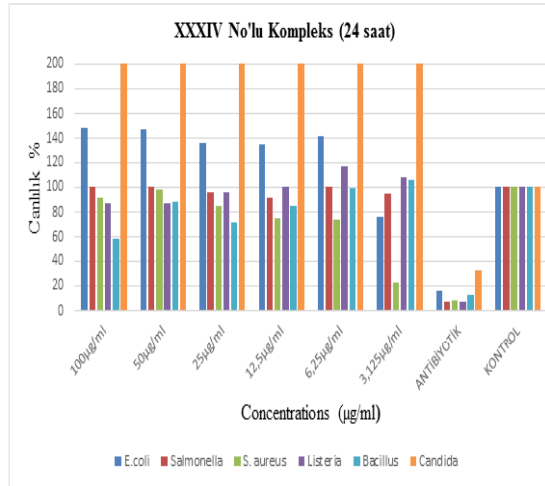
Şekil 247. XXXI no'lu kompleks için antimikrobial analiz.



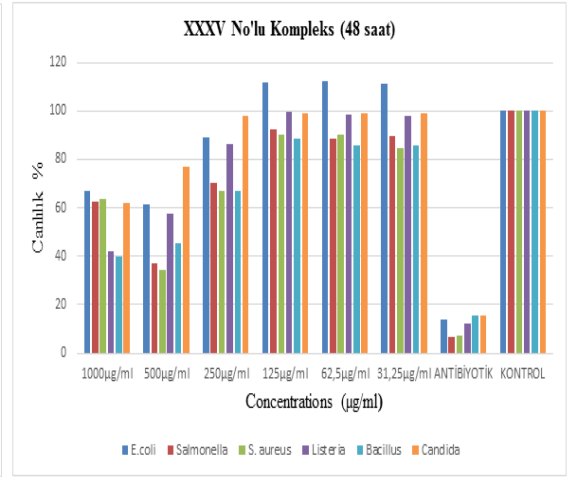
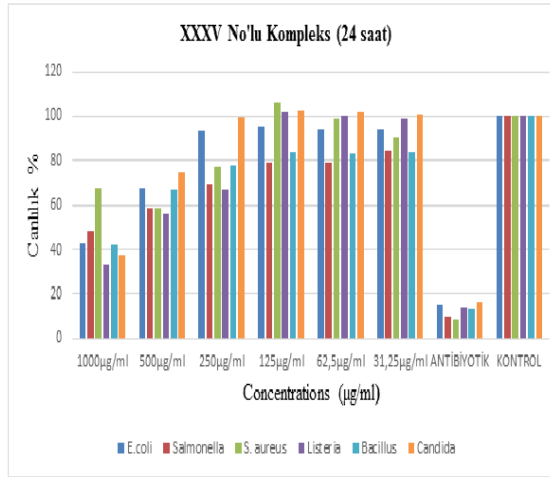
Şekil 248. XXXII no'lu kompleks için antimikrobial analiz.



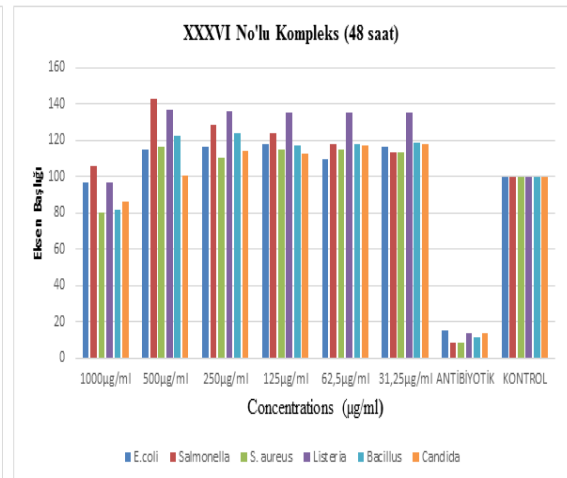
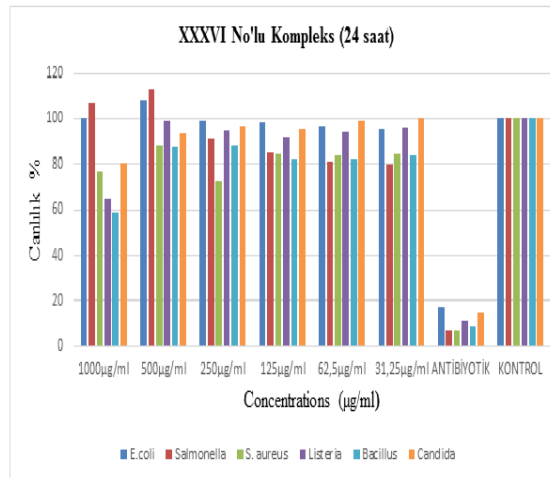
Şekil 249. XXXIII no'lu kompleks için antimikrobial analiz.



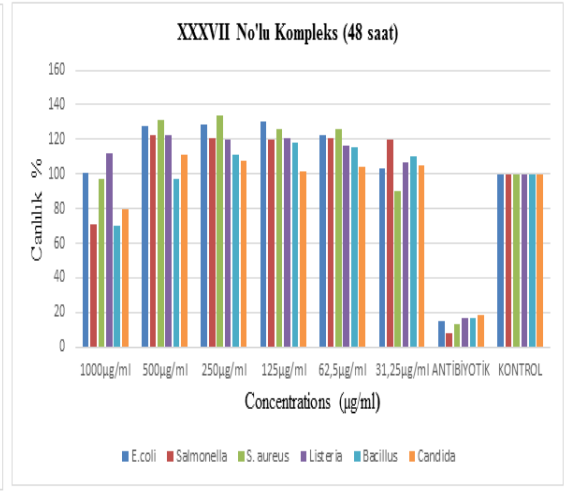
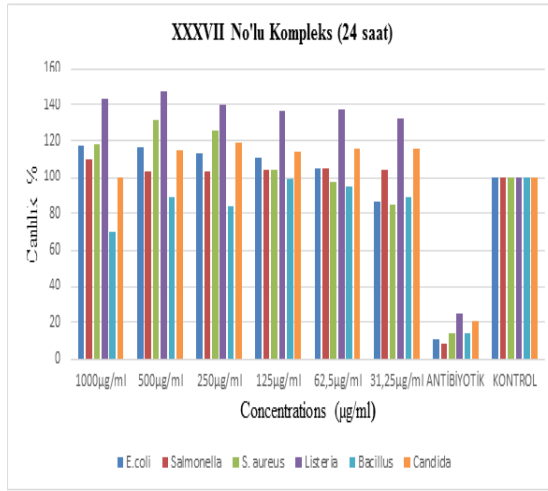
Şekil 250. XXXIV no'lu kompleks için antimikrobal analiz.



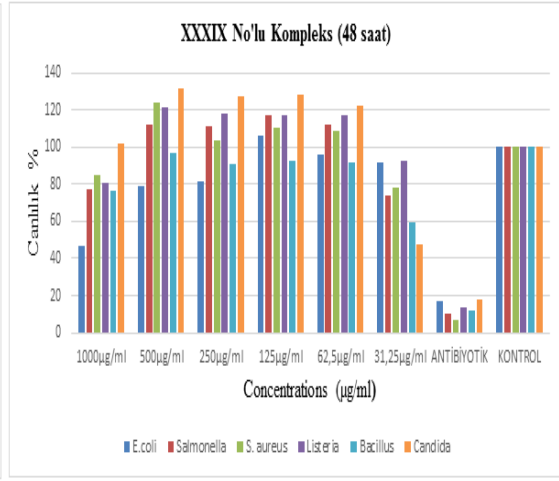
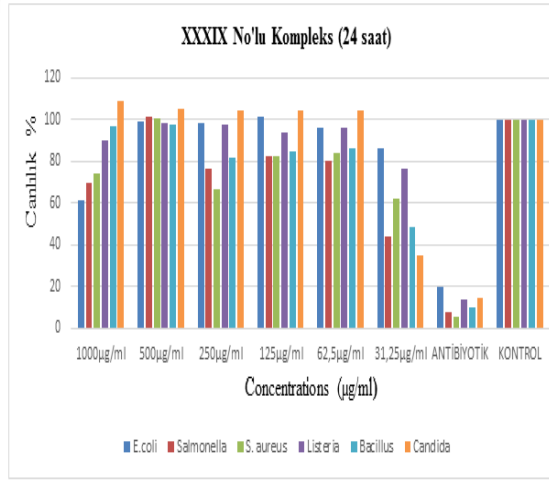
Şekil 251. XXXV no'lu kompleks için antimikrobal analiz.



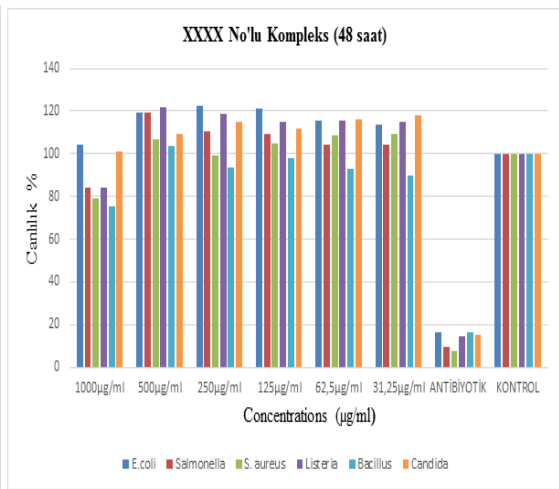
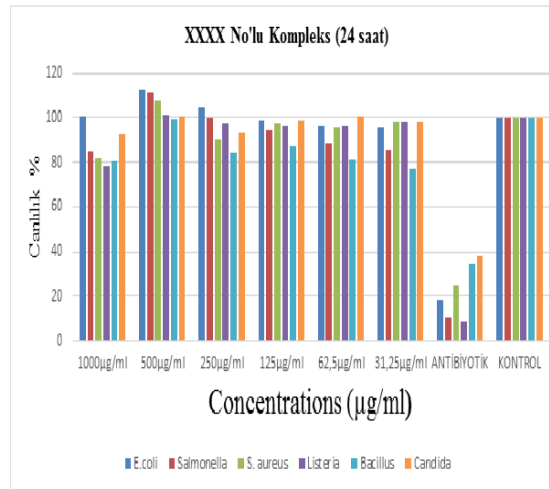
Şekil 252. XXXVI no'lu kompleks için antimikrobal analiz.



Şekil 253. XXXVII no'lu kompleks için antimikrobal analiz.



Şekil 254. XXXIX no'lu kompleks için antimikrobal analiz.



Şekil 255. XXXX no'lu kompleks için antimikrobal analiz.

ÖZGEÇMİŞ

İlk öğrenimini Edirne’de, orta öğrenimini Mersin’de tamamladı. 2009 yılında Anadolu Üniversitesi; Kimya Teknolojileri bölümüne başladı. 2013 yılında Dikey Geçiş ile Trakya Üniversitesi; Kimya bölümüne başladı ve 2017 yılında lisans eğitimini tamamladı. 2018 yılında Turaç Dış Ticaret LTD. ŞTİ. mühimmat fabrikasında kalite kontrol görevlisi pozisyonunda ve 2019 yılında Safir Tuz Gıda A.Ş. tuz rafinerisinde kalite kontrol görevlisi pozisyonunda çalıştı. 2020 yılında Trakya Üniversitesi; Fen Bilimleri Enstitüsü; Kimya Ana-bilim dalında yüksek lisans eğitimine başladı ve 2023 yılında mezun oldu. 2023 yılında başladığı Mediteks Sanayi ve Dış Tic. A.Ş. tıbbi malzeme tekstil ürünleri fabrikasında üretim planlama pozisyonunda çalışmaktadır.

Derece	Alan	Üniversite	Yıl
Ön lisans	Kimya Teknolojisi	Anadolu Üniversitesi, Kimya Teknolojisi	2009-2013
Lisans	Kimyagerlik	Trakya Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü	2014-2017
Yüksek Lisans	Anorganik Kimya	Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Bölümü	2019-2023