

Atf İçin: Büyükkonuk Özkılıç R, Sogukomerogullari HG, Sönmez M, 2022. Sülfonamid Grubu İçeren Yeni Karboksamid Ligandı ve Co(II), Ni(II), Cu(II) ve Fe(II) Metal Komplekslerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Termal Çalışmaları. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 12(3): 1723 – 1733.

To Cite: Büyükkonuk Özkılıç R, Sogukomerogullari HG, Sönmez M, 2022. Synthesis, Characterization and Thermal Studies of New Carboxamide Ligand and Co(II), Ni(II), Cu(II) and Fe(II) Metal Complexes Containing Sulfonamide Group. Journal of the Institute of Science and Technology, 12(3): 1723 – 1733.

Sülfonamid Grubu İçeren Yeni Karboksamid Ligandı ve Co(II), Ni(II), Cu(II) ve Fe(II) Metal Komplekslerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Termal Çalışmaları

Rabia BÜYÜKKONUK ÖZKILIÇ¹, Hatice Gamze SOGUKOMEROGULLARI², Mehmet SÖNMEZ¹

ÖZET: Yeni *N*-karboksamid ligandı 2-benzoil-*N*-(4-(aminosülfonil)fenil)-3-okso-3-fenilpropanamid (HL), dibenzoilasetik asit-*N*-karboksietilamid ve sülfonilamidin reaksiyonundan sentezlendi. Daha sonra ligandın sırasıyla Cu(OAc)₂·H₂O, Co(OAc)₂·4H₂O, Ni(OAc)₂·4H₂O ve Fe(OAc)₂ metal tuzları ile 1:2 metal:ligand sitokiyometrik oranında reaksiyonundan metal kompleksleri sentezlendi. Sentezlenen karboksamid ligandı ve metal kompleksleri, UV-Vis, FT-IR, NMR, elementel analiz, TGA-DTA gibi çeşitli tekniklerle karakterize edildi.

Anahtar Kelimeler: Metal kompleks, *N*-Karboksamid ligand, Karakterizasyon, Termal Çalışmalar

Synthesis, Characterization and Thermal Studies of New Carboxamide Ligand and Co(II), Ni(II), Cu(II) and Fe(II) Metal Complexes Containing Sulfonamide Group

ABSTRACT: The new *N*-carboxamide ligand 2-benzoyl-*N*-(4-(aminosulfonyl)phenyl)-3-oxo-3-phenylpropanamide (HL) was synthesized from the reaction of dibenzoylacetate acid-*N*-carboxyethylamide and sulfonamide. Then, metal complexes were synthesized from the reaction of ligand with Cu(OAc)₂·H₂O, Co(OAc)₂·4H₂O, Ni(OAc)₂·4H₂O and Fe(OAc)₂ metal salts in a 1:2 metal:ligand cytochiometric ratio, respectively. The synthesized carboxamide ligand and its metal complexes were characterized by various techniques such as UV-Vis, FT-IR, NMR, elemental analysis, TGA-DTA.

Keywords: Metal complex, *N*-Carboxamide ligand, Characterization, Thermal Studies

¹Rabia BÜYÜKKONUK ÖZKILIÇ (Orcid ID: 0000-0003-1518-6154), Mehmet SÖNMEZ (Orcid ID:0000-0003-3127-666X), Gaziantep Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 27310, Gaziantep, Türkiye

²Hatice Gamze SOGUKOMEROGULLARI (Orcid ID:0000-0002-0575-8131), Gaziantep Üniversitesi, Sağlık Hizmetleri MYO, Tıbbi Hizmetler ve Teknikleri Bölümü, 27310, Gaziantep, Türkiye

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Mehmet SÖNMEZ, e-mail: msonmez@gantep.edu.tr

Bu çalışma Rabia BÜYÜKKONUK ÖZKILIÇ'ın Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir.

Bu makalenin bir kısmı 28-29 Haziran 2019 tarihlerinde Ankara'da düzenlenen "2nd International Eurasian Conference on Biological and Chemical Sciences (EurasianBioChem 2019) Kongresinde" poster olarak sunulmuştur.

GİRİŞ

Karboksamitler koordinasyon bileşiklerinin sentezinde kullanılmakta ve geçiş metal iyonları ile güçlü bağ yapabilme özelliği göstermektedir. Son zamanlarda karboksamit bileşiklerine metal iyonlarının bağlanmasıyla oluşan kompleks çalışmaları artmıştır.(Kiani ve ark., 2020; Öztürkkan Özbek ve ark., 2020; Verma ve ark., 2021; SathishKumar ve ark., 2022) Karboksamit bileşikleri geniş spektrumlu uygulama alanları nedeniyle özellikle dikkat çekmektedir. Karboksamit ligandlar ve metal kompleksleri çoğunlukla biyolojik (Zhang ve ark., 2021; Tomar ve ark., 2022), kataliz (Panda ve ark., 2020; Khademi ve ark., 2022), farmasötik kimya (Rambabu ve ark., 2022) gibi bir çok alanda uygulaması olan bileşiklerdir. Özellikle, bazı karboksamit çeşitlerinin kanser tedavisinde, bazılarının da enfeksiyon hastalıkları tedavisinde kullanılabileceği bildirilmiştir (Rybalova ve ark., 2007).

DNA bağlama/bölünme, antioksidan, antiviral, antikanser, antifungal ve antibakteriyel aktivite gibi biyolojik sistemlerdeki potansiyel kullanımları nedeniyle, verimli biyolojik aktiviteye sahip yeni organik ve inorganik bileşiklerin sentezi son yıllarda büyük ilgi görmüştür. (Pokhodylo ve ark., 2021; Dhau ve ark., 2021; Kava ve ark., 2021; Ali ve ark., 2021; Fedorova ve ark., 2022; Liu ve ark., 2022). Karboksamit bileşikleri, güçlü antifungal ve antibakteriyel özelliklerinden dolayı son zamanlarda popülerlik kazanmıştır. Özellikle kompleks bileşiklerin ligandlara oranla daha yüksek aktivite gösterdiği görülmüştür (Sönmez ve ark., 2010a; Gülcan ve ark., 2012).

Bu çalışmada, sülfonamit grubu içeren yeni bir *N*-karboksamit ligandı ile Fe(II), Ni(II), Co(II) ve Cu(II) kompleksleri sentezlenmiştir. Sentezlenen sülfonamit ligand ve komplekslerinin yapısı UV-Vis, elementel analiz, FT-IR, TGA/DTA ve NMR spektrumları kullanılarak karakterize edilmiştir. Ayrıca kompleks yapıların termal çalışmaları yapılmış ve termal kararlılıkları tartışılmıştır.

MATERYAL ve METOT

Materyal

Çalışmada kullanılan tüm reaktantlar ve çözücüler Aldrich ya da Merck firmasından ticari olarak temin edilip, herhangi bir saflaştırma işlemi yapılmadan kullanılmıştır. Elementel analiz değerleri Thermo Scientific Flash 2000 marka ve modeli elementel analiz cihazıyla kaydedilmiştir. Karboksamit ligand ve komplekslerinin molar iletkenliği ise ORION 4 STAR pH Conductivity Benchtop model kondüktivimetre kullanılarak oda sıcaklığında ve DMF çözücüsünde belirlenmiştir. UV-Vis spektrumu PG Instruments T80+UV/Vis. Spektrometre ile ölçülmüştür. Örnekler DMF içinde çözülmüş ve spektrum 190-1100 nm arası taranmıştır. Komplekslerin manyetik moment değerleri Sherwood Scientific model cihazda ölçülmüştür. ¹H ve ¹³C NMR spektrumları Bruker High PerformanceDigital FT-NMR (400 MHz) spektrometrede örnekler d₆-DMSO'da çözülerek ve iç standart olarak TMS kullanılarak kaydedilmiştir. FT-IR spektrumunda 4000-400 cm⁻¹ aralığında Perkin Elmer Spectrum 100 FT-IR Spektrometresi (ATR) model FT-IR spektrometresi kullanılmıştır. Termal davranışlar ise Setaram Simultaneous TGA/DTA model termogravimetrik analiz cihazında 20-1000 °C ve hava ortamında ısıtılmıştır.

N-(4-(sulfamoil)fenil)-2-benzoil-3-okso-3-fenilpropanamit Ligandının Sentezi (HL)

Sülfonilamit (0.5 mmol, 0,086 g) bir balona alınarak 30 mL THF de çözüldü. Sonrasında üzerine damla damla Dibenzoilasetikasit-*N*-karboksiamit (0.5 mmol, 0.170 g) eklendi. Geri soğutucu altında 48 saat reflaks edildi. Çözücü evaporatörden uzaklaştırıldı. Elde edilen beyaz katı dietileterde birkaç kez yıkandı ve desikatörde kurutuldu. Beyaz renkli, Verim %80, FT-IR(ATR) v, cm⁻¹: 3260 (NH), 2987 (C-HAr), 2886 (C-HAlp), 1699, 1674, 1622, (C=O), 1225 (SO₂ asimetrik), 1066 (SO₂ simetrik). ¹H NMR δ, ppm. 11.18 (s, 2H, NH-1), 10.87 (s, 1H, NH-2), 7.99-7.67 (m, 14H, aromatik protonlar),

6.85 (s, 1H, C6). ^{13}C NMR ($\text{d}_6\text{-DMSO}$) δ (ppm): 192.76 (C=O) C(7)), 164.94 (amit karbonil (C=O) C(5)), 112.74-143.52 (aromatik karbonlar). UV-Vis (DMF) λ_{max} (Abs): 269.35 (1.552), 320.00 (1.027) nm. Λ_{M} (DMF, 10^{-3} M): $1.78 \mu\text{S cm}^{-1}$. Teorik: $\text{C}_{22}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$ (422,45 g/mol): C:62.55; H:4.29; N:6.63; S:6.09. Bulunan: C:62.04; H:4.78; N:6.68; S: 6.35 %.

Komplekslerin Genel Sentezi

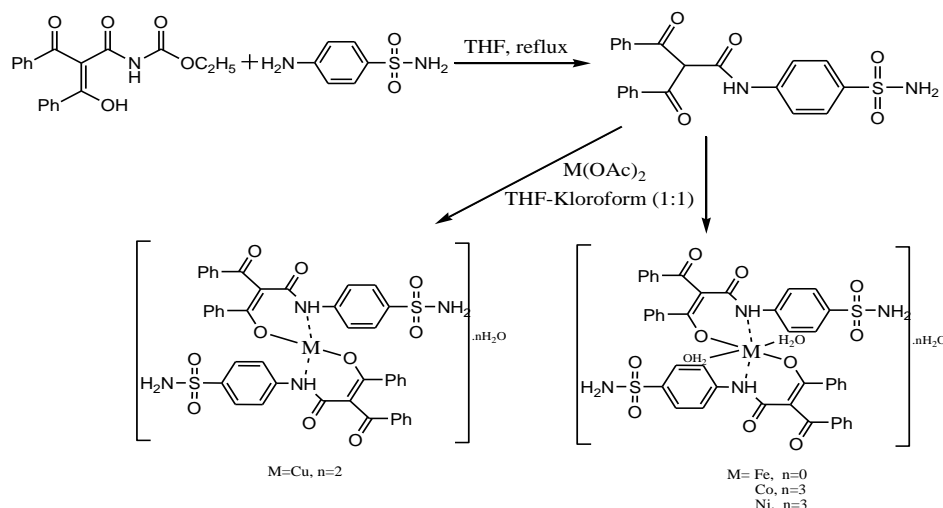
N-(4-(sulfamoil)fenil)-2-benzoil-3-okso-3-fenilpropanamit ligandı (LH) (0.5 mmol, 0.211 g) 20 mL THF:kloroform (1:1) çözücü karışımında çözüldü. Üzerine 0.25 mmol metal asetat tuzu ($\text{Cu}(\text{AcO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (0.050 g), $\text{Co}(\text{AcO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (0.062 g), $\text{Ni}(\text{AcO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (0.062), $\text{Fe}(\text{AcO})_2$ (0.043 g), 0.25 mmol) 10 mL metanolde çözülerek damla damla eklendi. Ani renk dönüşümü meydana geldi. Reaksiyon 60-65 °C de 1 saat boyunca devam ettirildi. Çöken katı süzülde, soğuk metanol ve dietileterde bir kaç defa yıkandı. Elde edilen ürün etil alkolde saflaştırıldı.

[CuL_2] $\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksi (**L-Cu**): Yeşil, Verim 0.153 g (65 %); 246-247 °C. IR, (ATR) ν , cm^{-1} : 3358 (O-H); 3230 (N-H); 3060 (C-H) $_{\text{arom.}}$; 2970 (C-H) $_{\text{alifatik}}$; 1715 (C=O); 1255 (SO_2) $_{\text{asim}}$; 1152 (SO_2) $_{\text{sim}}$; 540 (M-N); 447 (M-O). μ_{eff} : 1.60 BM. UV-Vis (DMF, λ_{max} nm, (Abs.)): 400 (0.060), 380 (0.770), 360 (0.275), 270 (1.097) nm. Λ_{M} (DMF, 10^{-3} M): $2.49 \mu\text{S cm}^{-1}$. Teorik $\text{C}_{44}\text{H}_{38}\text{CuN}_4\text{O}_{12}\text{S}_2$ (942.47): C, 56.07, H, 4.06, N, 5.94, S, 6.80 Bulunan: C, 56.43, H, 4.57, N, 5.19, S, 6.09 %.

[$\text{CoL}_2(\text{H}_2\text{O})_2$] $\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ kompleksi (**L-Co**): Kahverengi, Verim 0.174 g (70 %); 113-115 °C. IR, (ATR) ν , cm^{-1} : 3384(O-H); 3269 (N-H); 3050 (C-H) $_{\text{arom.}}$; 2972 (C-H) $_{\text{alifatik}}$; 1734, 1675 (C=O); 1250 (SO_2) $_{\text{asim}}$; 1153 (SO_2) $_{\text{sim}}$; 537 (M-N); 461 (M-O). μ_{eff} : 4.86 BM. UV-Vis (DMF, λ_{max} nm, (Abs.)): 405 (0.079), 280 (1.265), 270 (1.467) nm. Λ_{M} (DMF, 10^{-3} M): $2.88 \mu\text{S cm}^{-1}$. Teorik $\text{C}_{44}\text{H}_{44}\text{CoN}_4\text{O}_{15}\text{S}_2$ (991.90): C, 53.28, H, 4.47, N, 5.65, S, 6.47 Bulunan: C, 52.73, H, 4.58, N, 5.23, S, 6.13 %.

[$\text{NiL}_2(\text{H}_2\text{O})_2$] $\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ kompleksi (**L-Ni**): Yeşil, Verim 0.136 g (55 %); 165-167 °C. IR, (ATR) ν , cm^{-1} : 3349 (O-H); 3229 (N-H); 3060 (C-H) $_{\text{arom.}}$; 2968 (C-H) $_{\text{alifatik}}$; 1700 (C=O); 1287 (SO_2) $_{\text{asim}}$; 1152 (SO_2) $_{\text{sim}}$; 539 (M-N); 455 (M-O). μ_{eff} : 2.69 BM. UV-Vis (DMF, λ_{max} nm, (Abs.)): 410 (0.055), 360 (0.480), 282 (1.083), 270 (1.372) nm. Λ_{M} (DMF, 10^{-3} M): $3.51 \mu\text{S cm}^{-1}$. Teorik $\text{C}_{44}\text{H}_{44}\text{NiO}_{15}\text{S}_2$ (991.66): C, 53.29, H, 4.47, N, 5.92, S, 6.47 Bulunan: C, 53.75, H, 4.59, N, 5.23, S, 6.13 %.

[$\text{FeL}_2(\text{H}_2\text{O})_2$] kompleksi (**L-Fe**): Bordo, Verim 0.140 g (60 %); 185 °C dekompoze. IR, (ATR) ν , cm^{-1} : 3346 (O-H); 3273 (N-H); 3001 (C-H) $_{\text{arom.}}$; 2900 (C-H) $_{\text{alifatik}}$; 1734 (C=O); 1250 (SO_2) $_{\text{asim}}$; 1066 (SO_2) $_{\text{sim}}$; 538 (M-N); 454 (M-O). μ_{eff} : 4.01 BM. UV-Vis (DMF, λ_{max} nm, (Abs.)): 405 (0.038), 360 (0.248), 285 (1.358), 270 (1.876) nm. Λ_{M} (DMF, 10^{-3} M): $2.37 \mu\text{S cm}^{-1}$. Teorik $\text{C}_{44}\text{H}_{38}\text{N}_4\text{FeO}_{12}\text{S}_2$ (934.77): C, 56.54, H, 4.10, N, 5.99, S, 6.86 Bulunan: C, 56.80, H, 4.81, N, 5.23, S, 6.14 %.

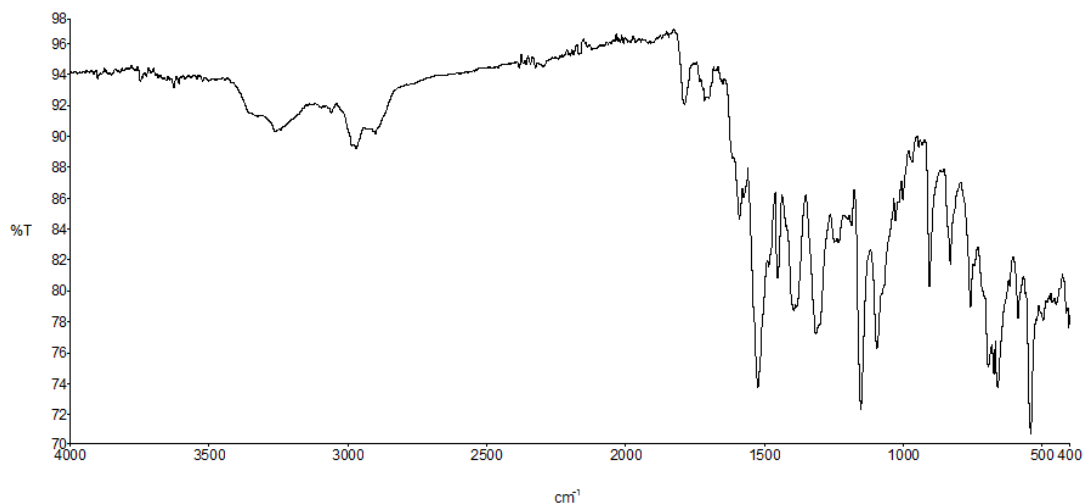


Şekil 1. Karboksamit ligand ve metal komplekslerinin genel sentez şeması

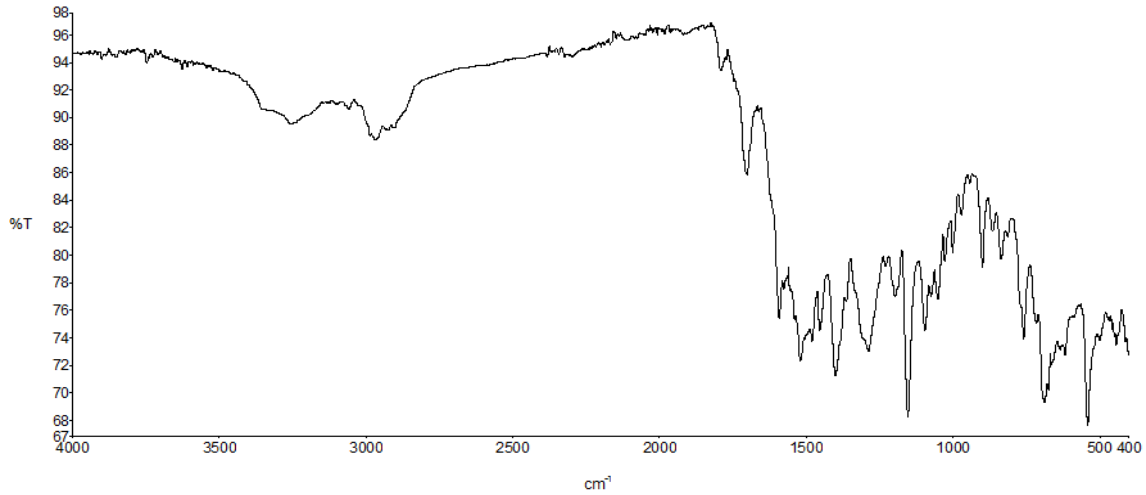
BULGULAR VE TARTIŞMA

Sülfonilamit ile Dibenzoilasetikasit-*N*-karboksiamit THF çözücüsünde 48 saat reflaks edilerek *N*-(4-(sulfamoil)fenil)-2-benzoil-3-okso-3-fenilpropanamit ligandı (HL) sentezlendi. Sentezlenen karboksamit ligandının sırasıyla Ni(AcO)₂·4H₂O, Fe(AcO)₂, Co(AcO)₂·4H₂O ve Cu(AcO)₂·H₂O metal tuzlarıyla 1:2 ligand:metal sitokiyometrik oranında reaksiyonundan L-Ni, L-Fe, L-Co ve L-Cu sentezlendi. Sentezlenen bileşikler NMR (sadece ligand), FT-IR, UV-Vis, elementel analiz, manyetik süsebtibilite ve TGA/DTA ile karakterize edildi. Kompleks bileşiklerin oda sıcaklığında havaya karşı kararlı olduğu ve DMF, DMSO, asetonitril gibi organik çözücülerde çözülebildiği görülmektedir. Komplekslerin genel yapısının [CuL₂].nH₂O ve [ML₂(H₂O)₂].nH₂O (M=Co(II), Fe(II), Ni(II)) olduğu düşünülmektedir. Manyetik süsebtibilite sonuçları değerlendirildiğinde demir, kobalt ve nikel komplekslerinin oktahedral, bakır kompleksinin ise kare düzlem geometride olduğu düşünülmektedir. Bileşiklerin elektrolitik iletkenliğinin 1.78-3.51 μS cm⁻¹ arasında olduğu ve elektrolitik iletkenliklerinin olmadığı görülmektedir. (Maravalli ve ark., 1999)

Karboksamit ligandında keto-enol tautomerliği bulunmaktadır. Ligandın FT-IR ve NMR spektrumları keto formunda bulunduğunu göstermektedir. Ligandın kompleks oluştururken enol formunda kompleksleşmeye katıldığı düşünülmektedir. Bileşiklerin FT-IR spektrumlarına bakıldığında, (N-H) gerilme bandı liganda 3260 cm⁻¹ de komplekslerde ise 3273-3229 cm⁻¹ aralığında gözlenmektedir. (N-H) gerilme bandının komplekslerde yukarı aşağı (13-31 cm⁻¹) kayması kompleksleşmenin (N-H) grubu üzerinden olabileceğini göstermektedir (Neethu ve ark., 2021). 3346-3384 cm⁻¹ aralığında kompleks yapılarındaki suya ait olan O-H gerilme bandı görülmektedir. Bileşiklerde 3060-2987 cm⁻¹ aralığında görülen bantlar aromatik (C-H) gerilme bantlarıyken, 2972-2886 cm⁻¹ aralığında gözlenen bantlar alifatik (C-H) gerilme bantlarıdır. Bileşiklerde 1734-1622 cm⁻¹ aralığında gözlenen bantlar (C=O) gerilme bandına aittir. (Güler ve ark., 2021) Bileşiklerde 1287/1066 cm⁻¹ aralığında sülfür dioksit (SO₂) simetrik/asimetrik gerilme titreşimleri görülmektedir. (Güler ve ark., 2021) Komplekslerde metal-N ve metal-O bantlarının sırasıyla 540-537 cm⁻¹ ve 461-447 cm⁻¹ aralığında olduğu gözlenmektedir (Belal ve ark., 2015; Sogukomerogullari ve ark., 2019). (Şekil 1-2)



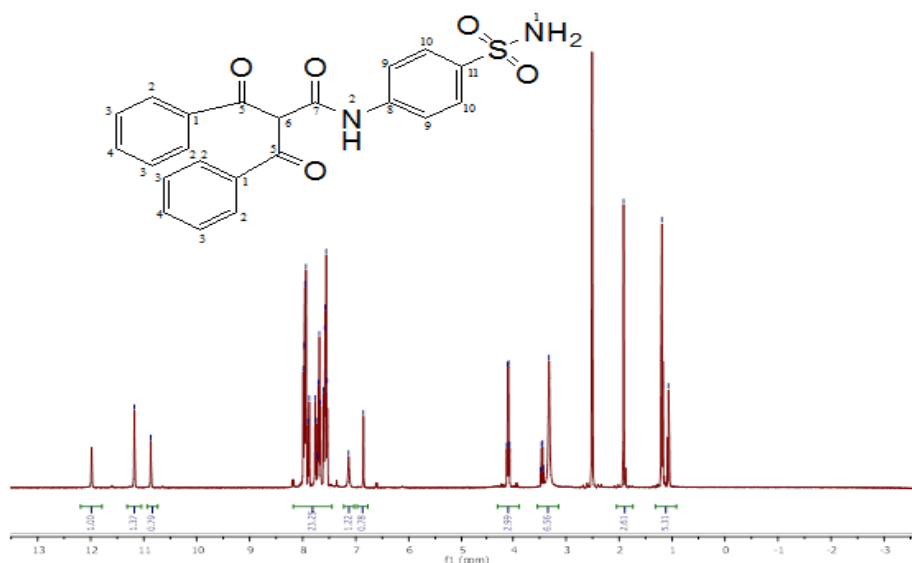
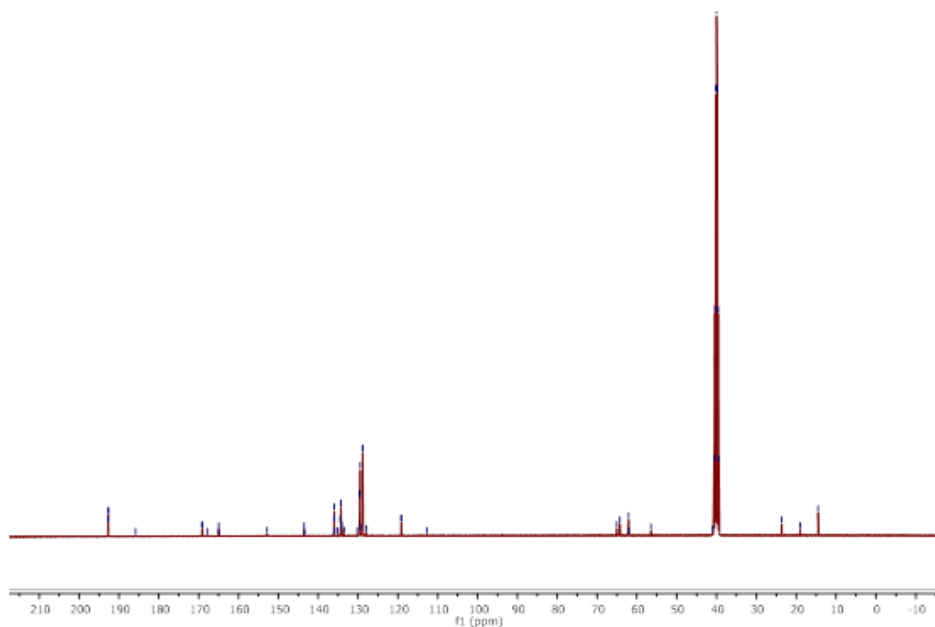
Şekil 1. Cu(II) kompleksinin FT-IR spektrumu



Şekil 2. Ni(II) kompleksinin FT-IR spektrumu

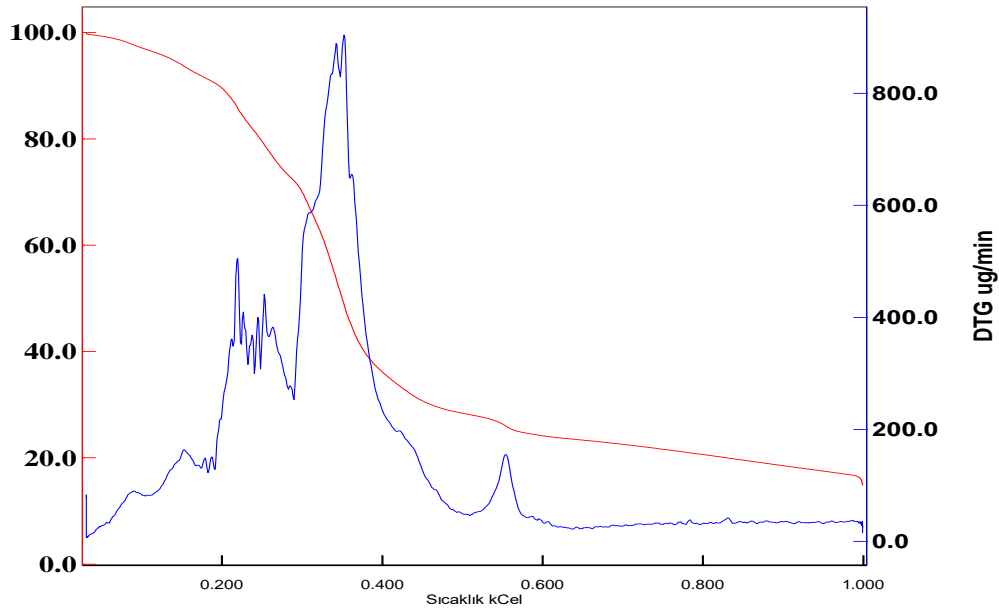
Bileşiklerin UV-Vis spektrumları 10^{-5} M konsantrasyonda ve DMF çözücüsünde 190-1100 nm aralığında alınmıştır. Bileşiklerin UV-Vis spektrumları incelendiğinde, 269-285 nm aralığında $\pi-\pi^*$ geçişlerinin, 320-380 nm aralığında ise $n-\pi^*$ geçişlerinin olduğu gözlenmiştir. Komplekslerde 400-410 nm aralığında zayıf yük transfer geçişleri gözlenmektedir. d-d geçişleri ise net bir şekilde gözlemlenememiştir. Net görülememesinin nedeninin ise diğer geçişlerin d-d geçişlerini maskelesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Manyetik süsebtibilite değerleri incelendiğinde bakır kompleksinin 1.60 BM olduğu görülmektedir. Cu(II) kompleksinin kısmi antiferromanyetik özellikte kare düzlem yapıda olduğu düşünülmektedir (Ray ve ark., 2003; Thaker ve ark., 2006). Co(II) kompleksinin manyetik süsebtibilite değeri 4.86 BM'dir. Kobalt kompleksinin kısmi ferromanyetik özellikte ve oktahedral geometride olduğu düşünülmektedir (Mishra ve ark., 2006). Ni(II) kompleksinin manyetik süsebtibilite değeri 2.69 BM olup, bu kompleks için oktahedral geometri önerilmektedir. (Salib ve ark., 2003) Fe(II) kompleksinin manyetik süsebtibilite değeri 4.01 BM olup, kısmi antiferromanyetik özellikte ve oktahedral geometride olduğu düşünülmektedir. (Salib ve ark., 2003).

Karboksamit ligandının $^1\text{H-NMR}$ ve $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumları solvent olarak $\text{DMSO-}d_6$ kullanılarak kaydedilmiştir. Ligandın (HL) $^1\text{H-NMR}$ spektrumu incelendiğinde NH-1 ve NH-2 protonlarının sırasıyla 11.18 ppm de singlet (2H) ve 10.87 ppm de singlet (1H) olduğu görülmektedir. 7.99-7.67 ppm aralığında aromatik protonlar multipler olarak (14 H) kaydedilmiştir. C-6 protonu ise singlet (1 H) olarak 6.85 ppm de gözlenmiştir (Şekil 3). Ligandın $^{13}\text{C-NMR}$ spektrumu incelendiğinde 192.76 ppm de karbonil (C=O) C(7) karbonu, 164.94 ppm de amit karbonil (C=O) C(5) karbonu ve 143.52-112.74 ppm aralığında ise aromatik karbonlar kaydedilmiştir (Şekil 4).

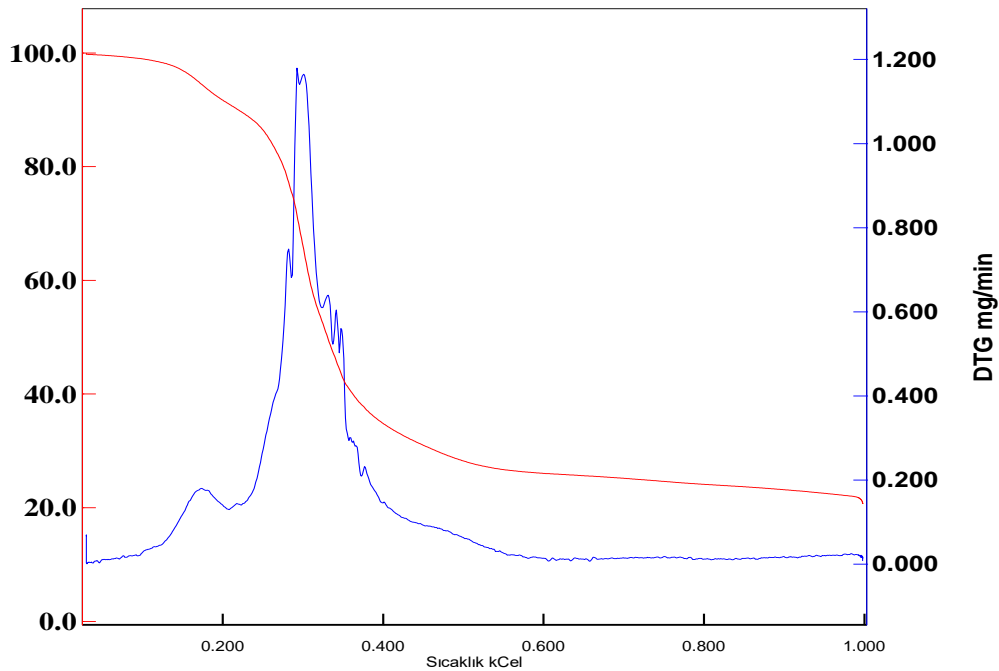
Şekil 3. Ligandın ¹H-NMR spektrumuŞekil 4. Ligandın ¹³C-NMR spektrumu

Sentezlenen karboksamit komplekslerin termal kararlılıklarının incelenmesi için TGA eğrilerinden yararlanılmıştır. TGA eğrileri 60 saniyede bir 10 °C sıcaklık artışı olacak şekilde, 25-1000 °C sıcaklık aralığında, kuru hava ortamında alınarak kaydedilmiştir. Karboksamit komplekslerinin TGA eğrilerine bakıldığında, termal kararlılıklarının Fe>Cu>Co>Ni olduğu görülmüştür. **L-Co** kompleksinin TGA eğrisi analiz edildiğinde, toplamda beş basamakta termal bozunum olduğu görülmüştür. Birinci ve ikinci basamakta toplamda 5 mol su dehidratasyonu (Sönmez ve ark., 2010b), üçüncü basamakta 4 mol fenil çıkışı, dördüncü ve beşinci basamaklarda ise organik grupların dekompoze olduğu ve en son metal oksite dönüştüğü görülmüştür. (Şekil 5) **L-Cu** kompleksinin TGA eğrisi analiz edildiğinde, toplamda üç basamakta termal bozunum olduğu görülmüştür. Birinci basamakta toplamda 2 mol su dehidratasyonu, ikinci basamakta 2 mol fenil çıkışı, üçüncü basamakta ise organik grupların dekompoze olduğu ve en son metal oksite dönüştüğü görülmüştür. (Şekil 6) **L-**

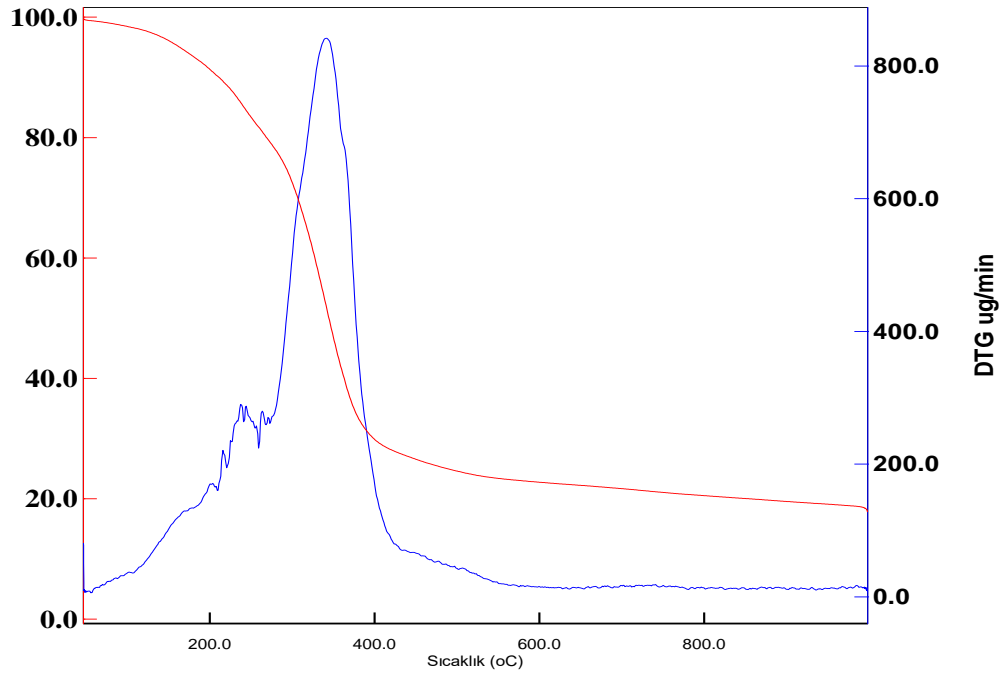
Ni kompleksinin TGA eğrisi analiz edildiğinde, toplamda dört basamakta termal bozunumun olduğu görülmüştür. Birinci ve ikinci basamakta toplamda 5 mol su dehidratasyonu, üçüncü basamakta 2 mol fenil çıkışı, dördüncü basamakta ise organik grupların dekompoze olduğu ve en son metal oksite dönüştüğü görülmüştür. (Şekil 7) L-Fe kompleksinin TGA eğrisi analiz edildiğinde, toplamda beş basamakta termal bozunumun olduğu görülmüştür. Birinci basamakta 2 mol su dehidratasyonu, ikinci ve üçüncü basamaklarda toplamda 3 mol fenil çıkışı, dördüncü ve beşinci basamaklarda ise organik grupların dekompoze olduğu ve en son metal oksite dönüştüğü görülmüştür. (Şekil 8)



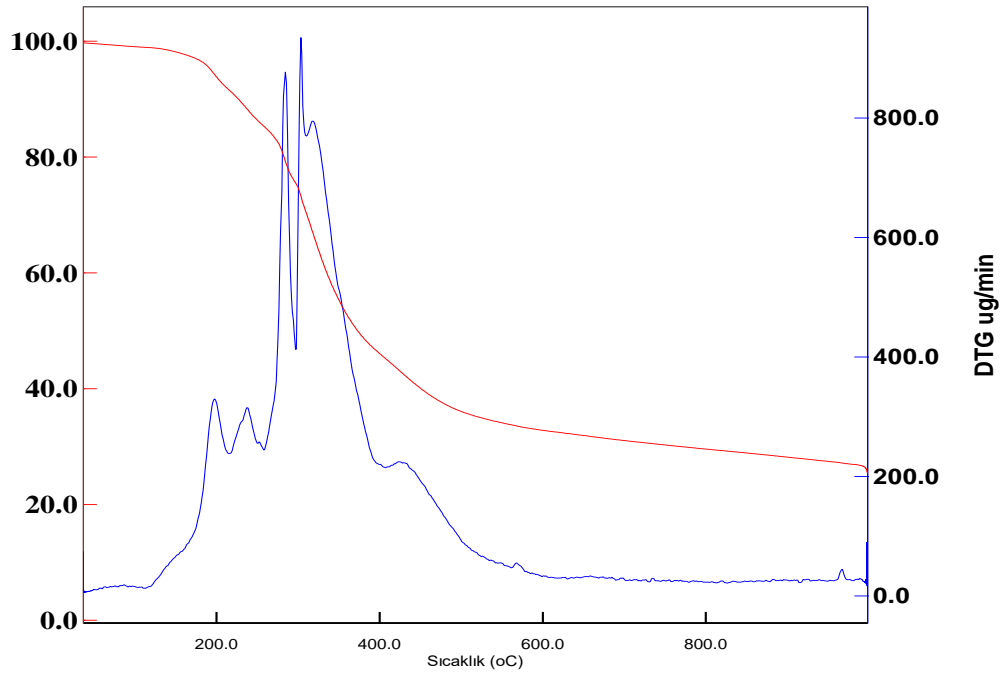
Şekil 5. Co(II) kompleksinin TGA eğrisi



Şekil 6. Cu(II) kompleksinin TGA eğrisi



Şekil 7. Ni(II) kompleksinin TGA eğrisi



Şekil 8. Fe(II) kompleksinin TGA eğrisi

SONUÇ

Bu çalışmada yeni karboksamit ligand ve Ni(II), Fe(II), Co(II) ve Cu(II) kompleksleri sentezlendi. Sentezlenen bileşikler NMR (sadece ligand), elementel analiz, FT-IR, UV-Vis, TGA/DTA, manyetik süsebtibilite ve molar iletkenlik gibi karakterizasyon yöntemleriyle karakterize edilmiştir. Manyetik süsebtibilite değerleri göz önüne alındığında bakır kompleksi için kare düzlem, diğer kompleksler için oktahedral geometri öne sürülmüştür. Sentezlenen karboksamit bileşikleri orijinal olup literatür çalışmalarıyla uyum içerisindedir. Karboksamit komplekslerinin 1:2 metal:ligand

sitokiyometrik oranına sahip olduğu belirlenmiştir. Literatürde karboksamit bileşiklerinin geniş uygulama alanları göz önüne alındığında, sentezlenen bileşiklerinin daha sonraki çalışmalara katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

TEŞEKKÜR

Bu araştırma Gaziantep Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (FEF.YLT.18.05) tarafından desteklenmiştir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Rabia Büyükkonuk Özkılıç: Araştırma, Metodoloji. Hatice Gamze Sogukomerogullari: Araştırma, Metodoloji, Makale yazma, Geçerlilik, Görselleştirme. Mehmet Sönmez: Araştırma, Metodoloji, Makale yazma, Geçerlilik, Görselleştirme, Proje yönetimi, Süpervizör

KAYNAKLAR

- Ali A, Ali A, Bakht MA, Ahsan MJ, 2021. Ultrasound promoted synthesis of N-(substituted phenyl)-2-(7-hydroxy-4-methyl-2H-chromen-2-ylidene) hydrazine-1-carboxamides as cytotoxic and antioxidant agents. *Journal of Molecular Structure*, 1238: 130452.
- Belal AAM, El-Deen IM, Farid NY, Zakaria R, Refat MS, 2015. Synthesis, spectroscopic, coordination and biological activities of some transition metal complexes containing ONO tridentate Schiff base ligand. *Spectrochimica Acta Part A*, 149: 771-787.
- Dhau JS, Singh A, Brandão P, Felix V, 2021. Synthesis, characterization, X-ray crystal structure and antibacterial activity of bis[3-(4-chloro-N,N-diethylpyridine-2-carboxamide)] diselenide. *Inorganic Chemistry Communications*, 133: 108942.
- Fedorova VA, Kadyrova RA, Slita AV, Muryleva AA, Petrova PR, Kovalskaya AV, Lobov AN, Zileeva ZR, Tsypyshev DO, Borisevich SS, Tsypysheva IP, Vakhitova JV, ZarubaeV VV, 2022. Antiviral activity of amides and carboxamides of quinolizidine alkaloid (-)-cytisine against human influenza virus A (H1N1) and parainfluenza virus type 3. *Natural Product Research*, <https://doi.org/10.1080/14786419.2019.1696791>.
- Gülcan M, Sönmez M, Berber I, 2012. Synthesis, characterization, and antimicrobial activity of a new pyrimidine Schiff base and its Cu(II), Ni(II), Co(II), Pt(II), and Pd(II) complexes. *Turkish Journal of Chemistry*, 36: 189-200.
- Güler S, Sogukomerogullari HG, Ozdemir S, Yalcin MS, Sönmez M, 2021. New Carboxamide ligand and its metal complexes containing sulfonamide group: Synthesis, Characterization, DNA cleavage and antimicrobial activity. *Erzincan University Journal of Science and Technology*, 14(2): 724-736.
- Kava HW, Leung WY, Galea AM, Murray V, 2021. The DNA binding properties of 9-aminoacridine carboxamide Pt complexes. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 40: 116191.
- Khademi A, Amiri A, Tirani FF, Schenk-Joß K, 2022. Co(III) carboxamide complexes as electrocatalysts for water splitting. *International Journal of Hydrogen Energy*, <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2022.03.195>.

- Kiani M, Bagherzadeh M, Meghdadi S, Fadaei-Tirani F, Babaie M, Schenk-Joß K, 2020. Synthesis, Characterisation and Crystal structure of a New Cu(II)-carboxamide Complex and CuO nanoparticles as New Catalysts in the CuAAC reaction and Investigation of their Antibacterial activity. *Inorganica Chimica Acta*, 506: 119514.
- Liu J, Liu F, Li Z, Li C, Wu S, Shen J, Wang H, Du S, Wei H, Hou Y, Ding S, Chen Y, 2022. Novel 4-phenoxy pyridine derivatives bearing imidazole-4-carboxamide and 1,2,4-triazole-3-carboxamide moieties: Design, synthesis and biological evaluation as potent antitumor agents. *Bioorganic Chemistry*, 120: 105629.
- Maravalli PB, Dhumwad SD, Goudar TR, 1999. Synthetic, spectral, thermal and biological studies of lanthanide(III) complexes with a Schiff base derived from 3-N-methylpiperidino-4-amino-5-mercapto-1,2,4-triazole. *Synthesis and Reactivity in Inorganic and Metal-Organic Chemistry*, 29: 525–540.
- Mishra V, Lloret F, Mukherjee R, 2006. Coordination versatility of 1,3-bis[3-(2-pyridyl)pyrazol-1-yl]propane: Co(II) and Ni(II) complexes. *Inorganica Chimica Acta*, 359: 4053-4062.
- Neethu KS, Sivaselvam S, Theetharappan M, Ranjitha J, Bhuvanesh NSP, Ponpandian N, Neelakantan MA, Kaveri MV, 2021. In vitro evaluations of biomolecular interactions, antioxidant and anticancer activities of Nickel(II) and Copper(II) complexes with 1:2 coordination of anthracenyl hydrazone ligands. *Inorganica Chimica Acta*, 524: 120419.
- Öztürkkan Özbek FE, Sertçelik M, Yüksek M, Elmalı A, Şahin E, 2020. The superiority of the classical synthesis compared to the hydrothermal synthesis upon the structural, optical absorption and fluorescent properties of new Cd(II) 3-fluorobenzoate complexes with Pyridine-3-carboxamide/Pyridine-3-carboxylate. *Inorganica Chimica Acta*, 509: 119694.
- Panda C, Sarkar A, Gupta SS, 2020. Coordination chemistry of carboxamide 'Nx' ligands to metal ions for bio-inspired catalysis. *Coordination Chemistry Reviews*, 417: 213314. <https://doi.org/10.1016/j.ccr.2020.213314>.
- Pokhodylo N, Manko N, Finiuk N, Klyuchivska O, Matiychuk V, Obushak M, Stoika R, 2021. Primary discovery of 1-aryl-5-substituted-1H-1,2,3-triazole-4-carboxamides as promising antimicrobial agents. *Journal of Molecular Structure*, 1246: 131146.
- Rambabu G, Kiran YB, Sarveswari S, Vijayakumar V, 2022. Synthesis of New 6-Oxo-1,6-Dihydropyrimidin-5-Carboxamides and Evaluation of Their anti-Bacterial and anti-Oxidant Activities. *Polycyclic Aromatic Compounds*, <https://doi.org/10.1080/10406638.2021.2019799>.
- Ray MS, Bhattacharya R, Chaudhuri S, Righi L, Bocelli G, Mukhopadhyay G, Ghosh A, 2003. Synthesis, characterisation and X-ray crystal structure of copper(II) complexes with unsymmetrical tetradentate Schiff base ligands: first evidence of Cu(II) catalysed rearrangement of unsymmetrical to symmetrical complex. *Polyhedron*, 22(4): 617-624.
- Rybalova TV, Krivopalov VP, Gatilov YV, Nikulicheva ON, Shkurko OP, 2007. Supramolecular structure of 6-phenyl-2-chloropyrimidine-4-carboxamide and its complexes with dioxane and ethanol. *Journal of Structural Chemistry*, 48:318-324.
- Salib KAR, Saleh AA, El-Wafa SA, El-Shafiy HFO, 2003. Preparation and Characterization of Novel Asymmetrical Schiff-Base Ligands Derived from 2methyl-7-formyl-8-hydroxyquinoline and their Metal Complexes. *Journal of Coordination Chemistry*, 56(4): 283-298.

- SathishKumar C, Surendrakumar R, Raman G, Ali D, Alarifi S, Idhayadhulla A, 2022. Bis-(N-aminoethylethanolamine)-Copper(II) nanocatalysis (AEEA-Cu(II)-NPs) mediated to synthesis a series of 2-thioxo-1,2,3,4-tetrahydropyrimidine-5-carboxamide derivatives: Characterization of theoretical, computational and evaluation of molecular docking, and cytotoxicity activities. *Journal of King Saud University - Science*, 34, 3: 101872.
- Sönmez M, Çelebi M, Berber I, 2010a. Synthesis, spectroscopic and biological studies on the new symmetric Schiff base derived from 2,6-diformyl-4-methylphenol with N-aminopyrimidine. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 45: 1935-1940.
- Sönmez M, Çelebi M, Levent A, Berber İ, Şentürk Z, 2010b. A new pyrimidine-derived ligand, N-pyrimidine oxalamic acid, and its Cu (II), Co (II), Mn (II), Ni (II), Zn (II), Cd (II), and Pd (II) complexes: synthesis, characterization, electrochemical properties, and biological activity. *Journal of Coordination Chemistry*, 63, 848-860.
- Sogukomerogullari HG, Sönmez M, Ceyhan G, 2019. ONO Tip Schiff Baz Komplekslerinin Sentezi, Karakterizasyonu, Katalitik Özellikleri ve Termal Çalışmaları. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 23(3): 701-708.
- Thaker BT, Surati KR, Patel P, Parmar SD, 2006. Synthesis and spectroscopic studies of mononuclear mixed ligand Schiff base complexes of Cu(II) involving conjugated heterocyclic nitrogen base and N-PhOHA or N-PhDHA. *Journal of the Iranian Chemical Society*, 3: 371-377.
- Tomar R, Bhattacharya D, Babu SA, 2022. Direct Lactamization of β -Arylated δ -Aminopentanoic Acid Carboxamides: En Route to 4-aryl-2-Piperidones, Piperidines, Antituberculosis Molecule Q203 (Telacebec) and its Analogues. *Asian Journal of Organic Chemistry*, 11(2):230-240.
- Verma I, Mukhopadhyay N, Sengupta A, Mukherjee R, 2021. Arylation via ortho-fusion on an azo-appended pyridine carboxamide complex of copper(II). *Journal of Organometallic Chemistry*, 956: 122121.
- Zhang J-H, Xie H-X, Li Y, Wang K-M, Song Z, Zhu K-K, Fang L, Zhang J, Jiang C-S, 2021. Design, synthesis and biological evaluation of novel (E)-2-benzylidene-N-(3-cyano-4,5,6,7-tetrahydrobenzo[b]thiophen-2-yl)hydrazine-1-carboxamide derivatives as α -glucosidase inhibitors. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 52: 128413.