

## Metal(II) 4-Etilbenzoatların Karışık-Ligand Komplekslerinin Sentezi ve Karakterizasyonu

Vedat Aktaş, Ali Maracı, Hacali Necefoğlu, Füreya Elif Özbek

Kafkas Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Kars.

Kafkas Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, Kars.

e-posta: fozturkkan36@gmail.com

Geliş Tarihi:25.12.2014; Kabul Tarihi:14.05.2015

### Özet

**Anahtar kelimeler**  
“Geçiş Metalleri”; “4-Etilbenzoik Asit”;  
“Benzoat”;  
“Nikotinamid”; “N,N’-dietilnikotinamid”

Bu çalışmada Cu(II), Co(II), Ni(II), Pb(II), Mn(II) ve Zn(II) 4-etilbenzoatların nikotinamid/N,N’-dietilnikotinamid ligandları ile kompleksleri sentezlenmiştir. Komplekslerin yapılarını aydınlatmak için elementel analiz, IR, UV-Vis, <sup>1</sup>H ve <sup>13</sup>C NMR spektroskopisi yöntemleri kullanılmıştır. Sentezlenen komplekslerin termik özelliklerine bakıldığında su ligandı içeren komplekslerde ilk bozunma basamağında su molekülleri yapıdan ayrılmaktadır. Devam eden basamaklarda organik ligandlar tamamen veya kısmen bozunmaya uğramaktadır. Komplekslerin nihai termal bozunma ürünleri uygun gelen metal veya metal oksittir.

## Synthesis and Characterization of Mix-Ligand Complexes of Metal(II) 4-Ethylbenzoates

**Keywords**  
“Transition Metals”;  
“4-Ethylbenzoic Acid”;  
“Benzoate”;  
“Nicotinamide”; “N,N’-diethylnicotinamide”

### Abstract

In this study, metal complexes of 4-ethylbenzoate containing nicotinamide and N,N’diethylnicotinamide were synthesized. Elemental analysis, IR, UV-VIS, <sup>1</sup>H and <sup>13</sup>C NMR Spectroscopy methods were used for the elucidation of the structures of complexes. The thermal behaviors of complexes were determined by simultaneous thermal analysis techniques. The thermal decomposition of hydrated complexes started with dehydration process. Organic ligands were partially or fully degraded at continued steps. The final products of thermal decomposition have been determined as metal or metal oxides.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Giriş

Koordinasyon kimyası çalışmaları son yıllarda azot, kükürt, oksijen donör ligantlar ile koordine olan geçiş metal komplekslerinin sentezi ve karakterizasyonu ve onların çeşitli uygulama alanları üzerine yoğunlaşmıştır (Dey *et al.* 2011, Köse *et al.* 2008). Geçiş metal kompleksleri ilginç yapıları, fiziksel, kimyasal ve biyolojik uygulama alanlarına sahip olması nedeniyle uzun yıllardan beri birçok araştırmaya konu olmuştur (Ma *et al.* 2012, Melnik *et al.* 2003). Yukarıda belirtilen özelliklere sahip maddelerin yapıya farklı ligantların katılması ile elde edilen kompleksleri, genellikle başlangıç maddelerinden daha niteliklidir (Köse *et al.* 2012). Aromatik karboksilik asitlerin çok yönlü koordinasyon

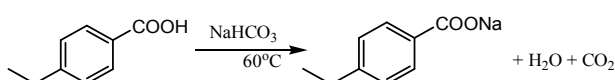
özellikleri nedeniyle yüksek termal kararlılık gösterdiği bilinmektedir (Jona *et al.* 1995, Köse *et al.* 2012). O-, N-, S- donör ligantlar içeren kompleksler birçok fiziksel kimyasal ve biyolojik özelliğe sahiptirler (Köse *et al.* 2008). Heterosiklik azot donör atomu bulunan piridin türevi nikotinamid ve N,N’-dietilnikotinamid de biyolojik yönden aktif ligantlardır (Köse *et al.* 2008, Şahin *et al.* 2008). Literatürde 4-etilbenzoik asit kompleksleri üzerine çok fazla çalışma bulunmamaktadır (Ye *et al.* 2010, Sunil *et al.* 2008, Yang *et al.* 2010). Bu çalışmada +2 değerlikli kobalt, nikel, bakır, kurşun, çinko, mangan metallerinin 4-etilbenzoat ile B3 vitamini olarak bilinen nikotinamid ve tıpta solunum simülatörü ve merkezi sinir sistemini uyarıcı etkiye sahip kordiamin adı ile bilinen N,N’-dietilnikotinamidin

karışık ligand kompleksleri sentezlenmiştir. Sentezlenen komplekslerin yapıları çeşitli spektroskopik yöntemlerle tayin edilmiştir.

## 2. Materyal ve Metot

Komplekslerin sentezinde  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  (Merck, Almanya) metal tuzları kullanılmıştır. Ligand olarak ise 4-etilbenzoik asit (Sigma Aldrich, Almanya), nikotinamid (Fluka, Almanya) ve N,N'-dietilnikotinamid (Tatkhimfarmpreparatı, Tataristan, Rusya Federasyonu) kullanılmıştır. Komplekslerin yapılarının aydınlatılması için LECO CHNS 932 Elementel Analiz Cihazı, Alpha-p-Bruker FT-IR Infrared (IR) Spektrometresi, Bruker 300 Mhz Ultrashield TM Nükleer Magnetik Rezonans (1H-NMR, 13C-NMR) Spektrometresi, Perkin Elmer Lambda 25 Ultraviyole-Visible(UV-VIS) Spektrofotometresi, Rigaku TG 8110 termik analizatörlü TAS 100 kullanılmıştır.

Sodyum 4-etilbenzoatların eldesi için 1 mmol 4-etilbenzoik asit, 1 mmol sodyum bikarbonatın 100 mL sudaki çözeltisi ile reaksiyona sokuldu. Tepkime esnasında oluşan karbondioksit ortamdan tamamen uzaklaşmaya kadar karıştırıldı.



1 mmol metal(II) sülfatın 100 mL çözeltisi üzerine sırasıyla 2 mmol (1.2213 g) nikotinamid/ 2 mmol (1.78 g) N,N'-dietilnikotinamidin 100 mL sudaki çözeltisi sodyum p-etilbenzoat (0,1721 g/100 mL) eklenerek oda sıcaklığında kristallenmeye bırakılmıştır. Mangan, çinko ve kurşun kompleksleri renksiz, nikel kompleksleri yeşil, kobalt kompleksleri pembe ve bakır kompleksleri mavi renklidir.

## 2. Bulgular

### 2.1. Elementel Analiz

Elementel Analiz sonuçları Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Elementel Analiz Sonuçları

Kompleksler	C(%)		H(%)		N(%)		
	Den.	Teo.	Den.	Teo.	Den.	Teo.	
I	[Mn(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>4</sub> ]	50,80	50,83	6,04	6,12	-	-
II	[Zn(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	55,13	54,08	5,52	5,55	-	-
III	[Co(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	56,03	56,52	5,27	5,33	7,99	8,79
IV	[Cu(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	56,25	56,11	5,29	5,29	8,12	8,73
V	[Ni(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	56,10	56,54	5,24	5,38	8,29	8,79
VI	[Zn(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	58,90	59,27	4,82	4,94	8,72	9,22
VII	{[Pb(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ](H <sub>2</sub> O)} <sub>n</sub>	44,51	44,64	4,06	4,03	4,23	4,34
VIII	[Co(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	60,79	60,88	6,55	6,72	7,26	7,47
IX	[Cu(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	62,20	60,51	5,88	6,68	7,93	7,43
X	[Ni(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	55,46	60,89	5,32	6,72	8,56	7,48

### 2.2. Termik Analiz

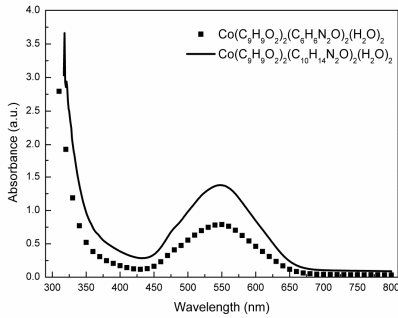
TG/DTA analizi komplekslerin ağırlık azalması ile bozunma sıcaklıkları arasındaki ilişkinin anlaşılabilmesi açısından önemlidir. Ayrıca kütle kaybından hareketle bozunma ürünleri hakkında da yorum yapılabilir. Komplekslerin termik analiz sonuçları Tablo 2'de yorumlanmıştır. Sentezlenen komplekslerden ilk bozunma basamağında yapılarındaki su molekülleri ayrılmakta, devam eden basamaklarda organik ligantlar bozunmaya uğramaktadır. Bozunma sonucu ise komplekslerden geriye metal veya metal oksitlerin kaldığı belirlenmiştir.

### 2.3. Infrared Spektrumları

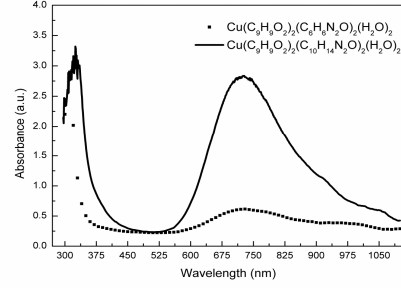
Infrared spektrumlarında fonksiyonel gruplara ilişkin pikler Tablo 3'de verilmiştir. Karboksilat grubunun  $\Delta(\text{COO}^-)$  değeri anorganik komplekslerde koordinasyon tipi (monodentat, bidentat, köprü veya şelat oluşturarak bağlandığı) hakkında bilgi vermektedir. Asimetrik  $\nu_{\text{as}}(\text{COO}^-)$  and simetrik  $\nu_{\text{s}}(\text{COO}^-)$  titreşimleri arasındaki bu farkı asidin sodyum, lityum gibi bir tuzu ile mukayese ederek bu tarz bir yorum yapılabilir. Sodyum 4-etilbenzoatın da infrared spektrumları alınarak, komplekslerin  $\Delta\nu_{(\text{COO}^-)}$  değerleri ile mukayese edilmiş ve  $\Delta\nu(\text{COO}^-)$  değeri asidin sodyum tuzunun  $\Delta\nu_{(\text{COO}^-)}$  değerinden ( $200 \text{ cm}^{-1}$ ) büyük olan I, II, III, IV, V, VI, VIII, IX ve X komplekslerinde tüm ligantlar monodentat bağlanmıştır.  $\Delta\nu_{(\text{COO}^-)}$  değeri asidin sodyum tuzunun  $\Delta\nu_{(\text{COO}^-)}$  değerinden küçük olan ( $\Delta\nu_{(\text{COO}^-)}=179 \text{ cm}^{-1}$ ) VII kompleksi ise şelat oluşturmaktadır (Nakamoto 1986, Hokelek *et al.* 2011).

## 2.4. UV-Vis Spektrumları

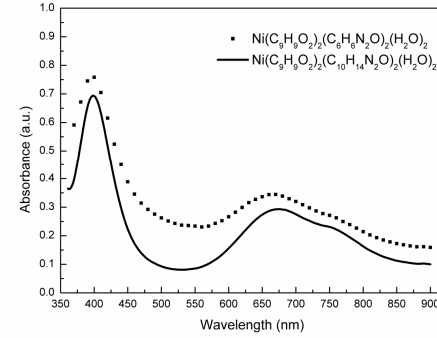
Oktahedral geometrili  $d^7$  yapılı kobalt(II) ve  $d^8$  yapılı nikel(II) komplekslerinin UV-Vis spektrumlarında görünür bölgede üçer pik gözlenmesi beklenmektedir (Lee, 1991; İçbudak, 1996).  $d^7$  yapılı kobalt komplekslerinde (III ve VIII numaralı kompleksler için sırasıyla) görünür bölgede 550 ve 546 nm’de bir pik verdiği gözlemlendi. Beklenen üç pikten biri UV bölgeye yakın olmakta, diğeri de görünür bölgenin sonunda IR bölgeye kaydığı düşünülmektedir. Bu nedenle kobalt(II) komplekslerinde spektrumda görülmeyen düşük şiddetli  $d-d$  geçişlerinden birinin 300-350 nm’deki yüksek şiddetli ligant geçişinin altında kaldığı, üçüncü pikin ise IR bölgeye kaydığı düşünülmektedir. V ve X numaralı  $d^8$  yapılı Ni(II) komplekslerinde ise beklenen üç pikten ikisi 400 nm ile 670 nm ve 398 nm ile 667 de gözlenmiştir. Beklenen üçüncü pikin IR bölgeye kaydığı düşünülmektedir. IV ve IX numaralı  $d^9$  yapılı bakır(II) kompleksleri için metalden kaynaklanan  $d-d$  geçişine ait pikler sırasıyla 724 nm’de görülmektedir (Şekil 1-3).



Şekil 1. Kobalt Komplekslerinin UV-Vis Spektrumları



Şekil 2. Bakır Komplekslerinin UV-Vis Spektrumları



Şekil 3. Nikel Komplekslerinin UV-Vis Spektrumları

## 2.5. $^1\text{H}$ ve $^{13}\text{C}$ NMR Spektrumları

II kompleksinin NMR değerleri:

$^1\text{H}$  NMR (DMSO- $d_6$ )

:  $\delta$  7,24-7.88 (m, 4H, Aromatik H)benzen

:  $\delta$  3.34 (s, 2H, H<sub>2</sub>O)

:  $\delta$  2.50 (s, 2H, CH<sub>2</sub>)

:  $\delta$  1,18-1,123 (s, 3H, CH<sub>3</sub>)

VI kompleksinin NMR değerleri

$^1\text{H}$  NMR (DMSO- $d_6$ )

:  $\delta$  8.25-8.28 (m, 4H, Aromatik H)<sub>piridin</sub>

:  $\delta$  7,22-7.91 (m, 4H, Aromatik H)benzen

:  $\delta$  7.69 (s, 2H, NH<sub>2</sub>)

:  $\delta$  2.59 (s, 2H, CH<sub>2</sub>)

:  $\delta$  1,14-1,18 (s, 3H, CH<sub>3</sub>)

$^{13}\text{C}$  NMR(DMSO- $d_6$ )

:  $\delta$  172.03 (COO)

:  $\delta$  146.87-151.68 (Aromatik C)<sub>piridin</sub>

:  $\delta$  123.67-135.76 (Aromatik C)benzen

:  $\delta$  28.06 (CH<sub>2</sub>)

:  $\delta$  15.32 (CH<sub>3</sub>)

VII kompleksinin NMR değerleri

$^1\text{H}$  NMR (DMSO- $d_6$ )

:  $\delta$  8.48-8.70 (m, 4H, Aromatik H)<sub>piridin</sub>

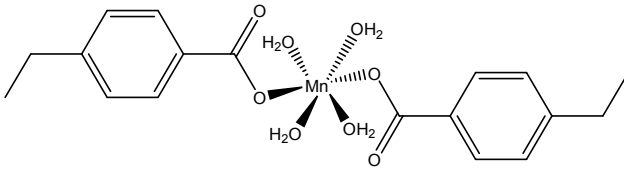
:  $\delta$  7,25-8.19 (m, 4H, Aromatik H)benzen

:  $\delta$  7.62 (s, 2H, NH<sub>2</sub>)

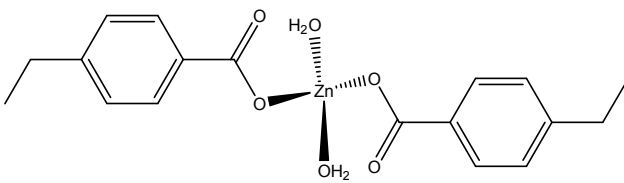
: $\delta$ 3.36	(s, 2H, H <sub>2</sub> O)
: $\delta$ 2.60	(s, 2H, CH <sub>2</sub> )
: $\delta$ 1,16-1,20	(s, 3H, CH <sub>3</sub> )
<sup>13</sup> C NMR(DMSO-D <sub>6</sub> )	
: $\delta$ 172.04	(COO)
: $\delta$ 146.87-151.92	(Aromatik C) <sub>piridin</sub>
: $\delta$ 118.34-136.43	(Aromatik C) <sub>benzen</sub>
: $\delta$ 28.05	(CH <sub>2</sub> )
: $\delta$ 15.32	(CH <sub>3</sub> )

## 2.6. Yapıların Değerlendirilmesi

I ve II nolu komplekslerin için yapı aydınlatması spektroskopik veriler ışığında yapılmıştır. I nolu kompleks iki 4-etilbenzoat ligandı ve dört su molekülü ile oktahedral kordinasyona sahiptir. Ligantların tümü monodentattır (Şekil 4 ). II nolu kompleks monodentat bağlanan iki 4-etilbenzoat ligandı ve iki su molekülü ile tetrahedral koordinasyon sergilemektedir (Şekil 5).



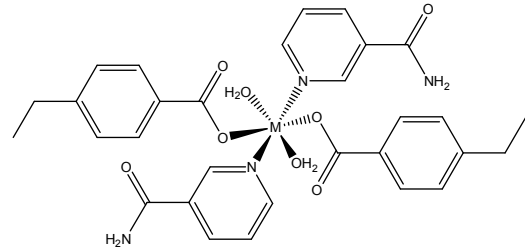
Şekil 4. I Kompleksinin Tahmini Yapısı



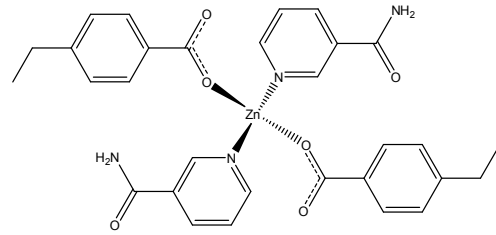
Şekil 5. II Kompleksinin Tahmini Yapısı

Sentezlenen III, IV ve V kompleksleri eş yapıdırlar. Şekil 6'da verilen yapı spektroskopik veriler ışığında çizilmiştir. Komplekslerde merkez metal atoma bağlı iki mol 4-etilbenzoat anyonu, iki mol nikotinamid ve iki mol su molekülü ile oktahedral koordinasyon oluşturmaktadır. VI kompleksinin kristal yapısında monodentat bağlanmış iki 4-etilbenzoat ve iki nikotinamid ligandı ile Zn atomu

çevresinde tetrahedral koordinasyon oluşturmuştur (Şekil 7).

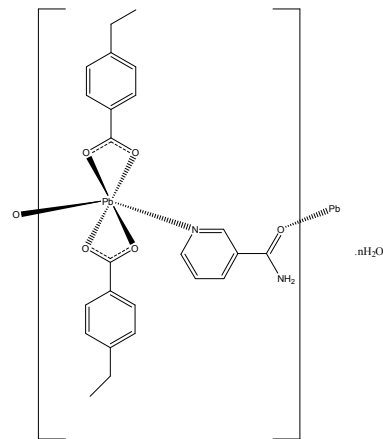


Şekil 6. III, IV, V Komplekslerinin Yapısı



Şekil 7. VI Kompleksinin Yapısı (Necefoğlu *et al.* 2011)

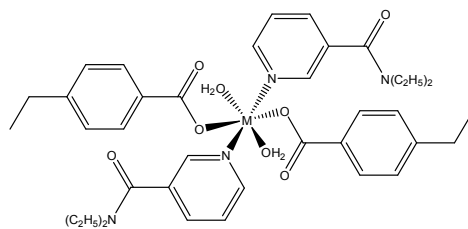
{[Pb(C<sub>9</sub>H<sub>9</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O)].H<sub>2</sub>O}<sub>n</sub> genel formüllü VII kompleksi polimerik yapıdadır. Kurşun atomunun koordinasyon çevresi köprü oluşturan iki nikotinamid(NA) ligandı ve şelat oluşturan iki 4-etilbenzoat anyonundan oluşmaktadır. Kompleks tahrip olmuş oktahedral geometri sergilemektedir (Hokelek *et al.* 2011) (Şekil 8 ).



Şekil 8. VII Kompleksinin Yapısı

VIII, IX ve X komplekslerinin yapıları incelendiğinde, kompleksler merkez metal atoma bağlı iki 4-etilbenzoat ligandı, iki dietilnikotinamid (DENA) ligandları ve iki mol su içermektedir. 4-etilbenzoat ligandlarından gelen iki oksijen atomu ile hafif bozulmuş kare düzlem oluştururken,

dietilnikotinamid ligandlarından gelen iki azot atomu koordinasyonu ile biraz bozuk oktahedral geometri tamamlanmaktadır (Necefoğlu *et al.* 2011) (Şekil 9).



Şekil 9. VIII, IX ve X Komplekslerinin Yapısı

Tablo 2. Sentezlenen Komplekslerin Termik Analiz Verileri

Bileşik	Sıcaklık Aralığı (°C)	DTA Pikleri (°C)	% Ağırlık Kaybı (teorik-deneyisel)	Ayrılan Grup	% Toplam Ağırlık Kaybı (teorik-deneyisel)	Katı Bozunma Ürünü
[Mn(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>4</sub> ] M.A = 428.36	60-250	98, 114 (-)	16.95-16.77	4 mol H <sub>2</sub> O	83.43-84.74	MnO
	250-900	304, 476, 508 (-)		Organik Bozunma Ürünleri		
[Zn(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ] M.A = 402.78	60-230	79 (-)	8.94-9.35	2 mol H <sub>2</sub> O	79.75-85.95	ZnO
	230-900	292,450(-)		Organik Boz. Ürünleri		
[Co(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ] M.A = 637.55	60-190	105 (-)	5,64-5,53	2 mol H <sub>2</sub> O	88.24-86.33	CoO
	190-350	240 (-)	40.59-40.97	2 mol nikotinamid		
	350-900			Organik Boz. Ürünleri		
[Cu(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ] M.A = 642.16	50-175	87(-)	5,60-4,80	2 mol H <sub>2</sub> O	77.72-81.64	CuO ve Cu
	175-900	219 (-)		Organik Boz. Ürünleri		
[Ni(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ] M.A = 636.31	130-230	140,161(-)	5,66-5,43	2 mol H <sub>2</sub> O	88.25-82.33	NiO
	230-475	295,329(-), 409(+)	65.66-68.61	2 mol nikotinamid + 1 mol 4-etilbenzoat		
	475-900			Organik Boz. Ürünleri		
[Zn(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ] M.A = 607.97	210-260	234 (-)	40.19-34.74	2 mol nikotinamid	89.62-92.23	Zn
	260-900	443 (-)		Organik Boz. Ürünleri		
{[Pb(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ] <sub>n</sub> H <sub>2</sub> O} <sub>n</sub> M.A = 767.76	50-100	75 (-)	2.35-2.81	2 mol H <sub>2</sub> O	56.07-56.92	Pb ve PbO
	100-900	404 (-)		Organik Boz. Ürünleri		
[Co(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ] M.A = 749.76	50-175	98 (-)	4.80-4.85	2 mol H <sub>2</sub> O	89.99-88.86	CoO
	175-340	250 (-)		Organik Boz. Ürünleri		
	340-900	433 (-)				

[Cu(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ] M.A = 754.37	50-100	98 (-)	4.77-4.80	2 mol H <sub>2</sub> O	91.58-92.54	Cu
	100-900	219 (-)		Organik Boz.Ürünleri		
[Ni(C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ] M.A = 749.52	70-120	99 (-)	4.80-4.85	2 mol H <sub>2</sub> O	89.97-	NiO
	120-900	118,382 (-)		Organik Boz.Ürünleri	89.03	

Tablo 3. Sentezlenen Komplekslerin Infrared Spektrum Değerleri

	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
$\nu(\text{OH})$	3326	3332	3200	3200	3200	-	3331	3200	3200	3200
$\nu(\text{C-H})_{\text{halka}}$	1523	1504	1477	1477	1478	1546	1503	1500	1500	1500
$\nu(\text{C-H})_{\text{etil}}$	2962	2963	2915	2915	2914	2963	2962	2916	2914	2914
$\nu(\text{C=O})_{\text{amid}}$	-	-	1646	1647	1647	1659	1683	1646	1647	1646
$\nu(\text{COO})_{\text{as}}$	1594	1602	1589	1597	1587	1599	1503	1586	1587	1586
$\nu(\text{COO})_{\text{s}}$	1364	1303	1372	1372	1373	1387	1385	1372	1373	1373
$\Delta\nu(\text{COO}^-)$	<b>230</b>	<b>299</b>	<b>217</b>	<b>225</b>	<b>214</b>	<b>212</b>	<b>118</b>	<b>214</b>	<b>214</b>	<b>213</b>
$\nu(\text{C-N})_{\text{py}}$	-	-	1009	1009	1009	1050	1052	1009	1008	1009
$\nu(\text{C-N})_{\text{amid}}$	-	-	1141	1142	1142	1118	1116	-	-	-
$\nu(\text{NH})$	-	-	3120	3117	3115	3280	3179	-	-	-
$\nu(\text{M-O})$	646	618	663	662	662	624	614	662	662	662
$\nu(\text{M-N})$	-	-	450	452	452	429	517	451	453	453

### 3.SONUÇ

4-etilbenzoik asidin nikotinamid ve N,N-dietilnikotinamid içeren Co(II), Ni(II), Pb(II), Mn(II) ve Zn(II) metalleri ile metalleri ile kompleksleri sentezlenmiştir. Sentezlenen komplekslerin karakterizasyonları spektroskopik yöntemlerle yapıldı. Termal bozunmaları incelendiğinde su ligandı içeren komplekslerde yapıdan ilk olarak su ligandının ayrılmasının ardından organik ligandın parçalandığı görülmektedir. Tüm komplekslerde son bozunma ürünü metal veya metal oksitlerdir.

#### Teşekkür

Bu çalışma Kafkas Üniversitesi Araştırma Fonu tarafından desteklenmiştir (Proje No:2012-FEF-11)

## Kaynaklar

- Dey D., Roy S., Dutta Purkayastha R.N., Pallegogu R., Male L., Mckee V., 2011. Syntheses, characterization, and crystal structures of two zinc(II) carboxylates containing pyridine. *Journal of Coordination Chemistry*, 64, 1165-1176.
- Hokelek T., Tercan B., Sahin E., Aktas V., Necefoglu H., 2011. catena-Poly[[[bis(4-ethylbenzoato-κ<sup>2</sup>O,O') lead(II)]-μ-nicotinamide-κ<sup>2</sup>N1:O]monohydrate]. *Acta Crystallographica Section E-Structure Reports Online*, E67, m1057-m1058.
- İçbudak H., 1996. Bazı trietanolamin metal komplekslerinin sentezi spektroskopik termik özellikleri, Doktora Tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Samsun, 122.
- Jona E., Sirota A., Simon P. and Kobranova M., 1995. Thermochemical investigation of nickel(II)-nicotinamide-solvent interactions in solid halogeno and thiocyanato complexes. *Thermochimica Acta*, 258, 151-173.
- Köse D.A., Necefoglu H. and İcbudak H., 2008. Synthesis and Characterization of N,N-Diethylnicotinamide-Acetylsalicylato Complexes of Co(II), Ni(II), Cu(II), and Zn(II). *Journal of Coordination Chemistry*, 61(21), 3508–3515.
- Köse D.A., Necefoglu H., Şahin O. and Büyükgüngör O., 2012. Synthesis, structural, spectroscopic characterization and structural comparison of 3-hydroxybenzoate and nicotinamide/N,N-diethylnicotinamide mixed ligand complexes with Zn(II). *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 110(3), 1233-1241.
- Lee, J. D., 1991. Concise Inorganic Chemistry, Chapman&Hall Ltd., London, p. 1032.
- Ma D.Y., Guo H.F., Qin L., Pan Y., Lu K. and Liu.J.Q., 2012. 1-D Chain lanthanide coordination polymers based on mixed 2,4-dichlorophenoxyacetate and 1,10-phenanthroline ligands: crystal structures and luminescent properties. *Journal of Coordination Chemistry*, 65(19), 3424-3432.
- Melník M., Koman M., Macáškova L'. And Glowiak T., 1998. Spectral And Magnetic Study Of Copper(II) Mefanamates: Crystal And Molecular Structure Of Bis(Mefanamato)Di(N,N-Diethylnicotinamide) Di(Aqua)Copper(II). *Journal of Coordination Chemistry*, 44, 163-172.
- Nakamoto K., 1986. Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds, Wiley, New York, p. 232-233.
- Necefoglu H, Ozbek F.E., Aktas V., Tercan B ,Hokelek T., 2011. Bis(4-ethylbenzoato-κO)bis(nicotinamide-κN<sup>1</sup>)zinc(II). *Acta Crystallographica Section E-Structure Reports Online*, E67, m382-m383.
- Necefoglu H, Maraci A., Ozbek F.E., Tercan B ,Hokelek T., 2011. Diaquabis(N,N-diethylnicotinamide-κN 1)bis(4-ethylbenzoato-κO)cobalt(II). *Acta Crystallographica Section E-Structure Reports Online*, E67, m619-m620.
- Necefoglu H, Maraci A., Aktas V., Tercan B ,Hokelek T., 2011. Diaquabis(N,N'-diethylnicotinamide-κN<sup>1</sup>)bis(4-ethylbenzoato-κO)copper(II). *Acta Crystallographica Section E-Structure Reports Online*, E67, m780-m781.
- Sahin O., Buyukgungor O., Kose D.A., Özkan E.F. and Hacali Necefoglu, 2008. Synthesis and Crystal Structure of Diaquabis(4-iodinebenzoato-κO)bis(nicotinamide-κN)cobalt(II), *Analytical Sciences*, 24, x253-x254.
- Sunil A.C., Bezuidenhoudt B.C.B. and Marthinus Janse van Rensburg J., 2008, Tetrakis(l-4-ethylbenzoato-2O:00)-bis[(4-ethylbenzoic acid-O)copper(II)]. *Acta Crystallographica Section E-Structure Reports Online*, E64, m939.
- Yang J., Li J. and Wang Q., 2010. catena-Poly[[aqua(4-ethylbenzoic acid-O)lanthanum(III)]-tri-l-4-ethylbenzoato *Acta Crystallographica Section E-Structure Reports Online*, E66, m183-m184.
- Ye H.M., Ren N. , Zhang J.J. , Sun S.J. and Wang Y.F. , 2010. Crystal structures, luminescent and thermal properties of a new series of lanthanide complexes with 4-ethylbenzoic acid. *New Journal of Chemistry*, 34, 533–540.