

**T.C.  
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI**



**BAZI SÜBSTİTÜE AROMATİK İMİN BİLEŞİKLERİNİN  
SENTEZİ VE YAPI ANALİZLERİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**FADİME ERER**

**BALIKESİR, MAYIS 2019**

**T.C.  
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI**



**BAZI SÜBSTİTÜE AROMATİK İMİN BİLEŞİKLERİNİN  
SENTEZİ VE YAPI ANALİZLERİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**FADİME ERER**

**Jüri Üyeleri : Doç. Dr.Onur TURHAN (Tez Danışmanı)**

**Prof. Dr. Hilmi NAMLI**

**Dr. Öğr. Üy. Sema ÇARIKÇI**

**BALIKESİR, MAYIS 2019**

## KABUL VE ONAY SAYFASI

FADİME ERER tarafından hazırlanan “BAZI SÜBSTİTÜE AROMATİK İMİN BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE YAPI ANALİZLERİ” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 31.05.2019 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen jüri tarafından oy birliği ile Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

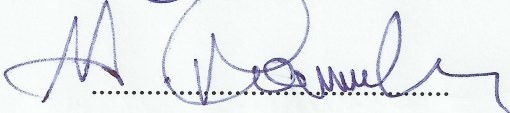
Jüri Üyeleri

İmza

Danışman  
Doç. Dr. Onur TURHAN

Üye  
Prof. Dr. Hilmi NAMLI

Üye  
Dr. Öğr. Üy. Sema ÇARIKÇI

  
.....  
  
.....  
  
.....

Jüri üyeleri tarafından kabul edilmiş olan bu tez Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca onanmıştır.

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Prof. Dr. Necati ÖZDEMİR

.....

**Bu tez alıřması Balıkesir niversitesi Bilimsel Arařtırma Projeleri Birimi tarafından 2016-155 nolu proje ile desteklenmiřtir.**

## ÖZET

**BAZI SÜBTİTÜE AROMATİK İMİN BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE  
YAPI ANALİZLERİ  
YÜKSEK LİSANS TEZİ  
FADİME ERER  
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI  
(TEZ DANIŞMANI:DOÇ. DR. ONUR TURHAN)**

**BALIKESİR, MAYIS 2019**

Çalışmada biyolojik açıdan önemi olan imin oluşum reaksiyonu ile farklı sübtitüe aromatik iminler sentezlenmiştir. İmin bileşikleri primer aminler ile karbonil bileşiklerinin (aldehit, keton) kondenzasyonundan elde edilir. İminler çeşitli kullanım alanlarına sahip olduğu için organik kimyada ilgi gören fonksiyonel gruplardır. Elektrokimya, boya endüstrisi, optik sanayisi, analitik kimya, farmakoloji gibi birçok alanda imin bileşikleri kullanılmaktadırlar.

Bu yüksek lisans çalışmasında bazı aromatik aldehit bileşikleri ile sübtitüe aromatik aminlerin reaksiyonundan onbir farklı imin bileşiği sentezlenmiştir. Çalışmada karbonil bileşiği olarak salisaldehit, o-tolualdehit ve m-tolualdehit kullanılmıştır. Salisilaldehitin sırasıyla o-toluidin, 2-aminofenol, 4-aminofenol ve p-toluidin ile reaksiyonundan 2-((o-tolilimino)metil)fenol, 2-((2-hidroksibenziliden)amino)fenol, 2-(((4-hidroksifenil)imino)metil)fenol ve 2-((p-tolilimino)metil)fenol iminleri elde edilmiştir. o-tolualdehitin sırasıyla 2-aminofenol, 4-aminofenol, p-toluidin ve o-toluidin ile reaksiyonundan 2-((2-metilbenziliden)amino)fenol , 4-((2-metilbenziliden)amino)fenol, 4-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin, 2-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin iminleri elde edilmiştir. m-tolualdehitin sırasıyla o-toluidin, 4-aminofenol ve p-toluidin ile reaksiyonundan 2-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin, 4-((3-metilbenziliden)amino)fenol ve 4-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin iminleri elde edilmiştir.

Sentezlenen 11 farklı imin bileşiğinin saflıkları TLC ile kontrol edilmiştir. Ürünlerin yapıları FT-IR, <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektroskopileri ile karakterize edilmiştir. Ayrıca katı ürünleri erime noktaları sıvı ürünlerin kırılma indisleri tayin edilmiştir.

**ANAHTAR KELİMELER:**İmin, Schiff bazı, amin, aldehit, iminleşme reaksiyonu.

## **ABSTRACT**

### **SYNTHESIS AND STRUCTURAL ANALYSIS OF SOME SUBSTITUTED AROMATIC IMIN COMPOUNDS**

**MSC THESIS**

**FADIME ERER**

**BALIKESIR UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE  
CHEMISTRY**

**(SUPERVISOR:ASSOC. PROF. DR. ONUR TURHAN)**

**BALIKESİR, MAY 2019**

In the study different substituted aromatic imines were synthesized by the biologically important imine formation reaction. Imine compounds are obtained from condensation of carbonyl compounds (aldehyde, ketone) with primary amines. Since imines have various usage areas, they are interested in functional groups in organic chemistry. They are used in many areas such as electrochemistry, paint industry, optical industry, analytical chemistry and pharmacology.

In this graduate study, eleven different imine compounds were synthesized from the reaction of substituted aromatic amines with some aromatic aldehydes. In the study, as the carbonyl compound salisaldehyde, o-tolualdehyde and m-tolualdehyde were used. From the reaction of salicylaldehyde with o-toluidine, 2-aminophenol, 4-aminophenol and p-toluidine, imine compounds 2 - ((o-thioimino) methyl) phenol, 2 - ((2-hydroxybenzylidene) amino) phenol, 2 - ((4-hydroxyphenyl) imino methyl) phenol, 2 - ((p-tolylimino) methyl) phenol were obtained respectively. From the reaction of o-tolualdehyde with 2-aminophenol, 4-aminophenol, p-toluidine and o-toluidine imine compounds 2 - ((2-methylbenzylidene) amino) phenol, 4 - ((2-methylbenzylidene) amino) phenol, 4-methyl-N- (2-methylbenzylidene) aniline, 2-methyl-N- (2-methylbenzylidene) aniline were obtained respectively. From the reaction of m-tolualdehyde with o-toluidine, 4-aminophenol and p-toluidine imine compounds 2-methyl-N- (3-methylbenzylidene) aniline, 4 - ((3-methylbenzylidene) amino) phenol and 4-methyl-N- (3-methylbenzylidene) aniline were obtained respectively.

The purity of synthesized 11 different imine compounds were checked by TLC. The structures of the products were characterized by FT-IR, <sup>13</sup>C-NMR and <sup>1</sup>H-NMR spectroscopy. In addition, the melting points of solid products and refractive indices of liquid products were determined.

**KEYWORDS:** İmine, Schiff base, amine, aldehyde, imination reaction.

# İÇİNDEKİLER

## Sayfa

<b>ÖZET</b> .....	<b>i</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>ii</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>iii</b>
<b>ŞEKİL LİSTESİ</b> .....	<b>vi</b>
<b>TABLO LİSTESİ</b> .....	<b>viii</b>
<b>SEMBOL LİSTESİ</b> .....	<b>ix</b>
<b>ÖNSÖZ</b> .....	<b>x</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
1.1 Karbonil Grubu.....	1
1.1.1 Aldehitler ve Ketonlar .....	2
1.1.2 Karbonil Grubunun Nükleofilik ve Elektrofilik Reaksiyonları .....	3
1.2 Aminler.....	4
1.3 İminler, İminleşme Reaksiyon Mekanizması ve Karbonil Grubunun Amonyak Türevleriyle Tepkimeleri.....	6
1.4 Kırılma İndisi .....	10
1.4 FT-IR Cihazı ve Çalışma Prensibi.....	10
1.5 Nükleer Manyetik Rezonans Spektroskopisi .....	13
1.6 Literatürdeki Bazı Schiff Bazı Sentezleri.....	15
<b>2. MATERYAL</b> .....	<b>23</b>
2.1 Çalışmada Kullanan Kimyasal Maddeler.....	23
2.1.1 Aminler .....	23
2.1.2 Aldehitler .....	23
2.1.3 Diğer Kimyasallar .....	23
2.2 Sentez, Saflaştırma ve Karakterizasyon İşlemlerinde Kullanılan Cihazlar .....	24
2.2.1 Sentez ve Saflaştırmada kullanılan Cihazlar .....	24
2.2.2 Karakterizasyon İşlemlerinde Kullanılan Cihazlar.....	24
<b>3. YÖNTEM</b> .....	<b>25</b>
3.1 Schiff Bazı Türevlerinin Sentezi .....	25
3.1.1 Salisaldehit ve o-toluidinin İminleşme Reaksiyonu .....	25
3.1.2 Salisaldehit ve 2-aminofenolün İminleşme Reaksiyonu.....	26
3.1.3 Salisaldehit ve 4-aminofenolün İminleşme Reaksiyonu.....	27
3.1.4 Salisaldehit ve p-toluidinin İminleşme Reaksiyonu .....	28
3.1.5 o-tolualdehit ve 2-aminofenolün İminleşme Reaksiyonu.....	29
3.1.6 o-tolualdehit ve 4-aminofenolün İminleşme Reaksiyonu.....	30
3.1.7 o-toluadehit ve p-toluidinin İminleşme Reaksiyonu.....	31
3.1.8 o-tolualdehit ve o-toluidinin İminleşme Reaksiyonu.....	32
3.1.9 m-tolualdehit ve o-toluidinin İminleşme Reaksiyonu .....	33
3.1.10 m-tolualdehit ve 4-aminofenolün İminleşme Reaksiyonu.....	34
3.1.11 m-tolualdehit ve p-toluidinin İminleşme Reaksiyonu .....	35
<b>4. BULGULAR</b> .....	<b>36</b>
4.1 2-((o-toluiimino)metil)fenol (2-tmf) Bileşiğinin Spektral Verileri .....	36
4.1.1 FT-IR Analizi.....	37
4.1.2 <sup>1</sup> H-NMR ve <sup>13</sup> C-NMR Analizleri.....	37

4.2	2-((2-hidroksibenziliden)amino)fenol (2-hbaf) Bileşiminin Spektral Verileri .....	40
4.2.1	FT-IR Analizi.....	40
4.2.1	<sup>1</sup> H-NMR ve <sup>13</sup> C-NMR Analizleri.....	41
4.3	2-(((4-hidroksifenil)imino)metil)fenol (2-hfimf) Bileşiminin Spektral Verileri .....	43
4.3.1	FT-IR Analizi.....	44
4.3.2	<sup>1</sup> H-NMR ve <sup>13</sup> C-NMR Analizleri.....	44
4.4	2-((p-tolilimino)metil)fenol (2-timf) Bileşiminin Spektral Verileri.....	47
4.4.1	FT-IR Analizi.....	47
4.4.2	<sup>1</sup> H-NMR ve <sup>13</sup> C-NMR Analizleri.....	48
4.5	2-((2-metilbenziliden)amino)fenol (2-mbaf)Bileşiminin Spektral Verileri .	50
4.5.1	FT-IR Analizi.....	50
4.5.2	<sup>1</sup> H-NMR ve <sup>13</sup> C-NMR Analizleri.....	51
4.6	4-((2-metilbenziliden)amino)fenol (4-mbaf) Bileşiminin Spektral Verileri	54
4.6.1	FT-IR Analizi.....	54
4.6.2	<sup>1</sup> H-NMR ve <sup>13</sup> C-NMR Analizleri.....	55
4.7	4-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin (4-2mmba) Bileşiminin Spektral Verileri .....	57
4.7.1	FT-IR Analizi.....	57
4.7.2	<sup>1</sup> H-NMR ve <sup>13</sup> C-NMR Analizleri.....	58
4.8	2-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin (2-2mmba) Bileşiminin Spektral Verileri .....	61
4.8.1	FT-IR Analizi.....	61
4.8.2	<sup>1</sup> H-NMR ve <sup>13</sup> C-NMR Analizleri.....	62
4.9	2-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (2-3mmba) Bileşiminin Spektral Verileri .....	64
4.9.1	FT-IR Analizi.....	64
4.9.2	<sup>1</sup> H-NMR ve <sup>13</sup> C-NMR Analizleri.....	65
4.10	4-((3-metilbenziliden)amino)fenol (4-3mbaf) Bileşiminin Spektral Verileri .....	68
4.10.1	FT-IR Analizi.....	68
4.10.2	<sup>1</sup> H-NMR ve <sup>13</sup> C-NMR Analizleri.....	69
4.11	4-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (4-3mmba) Bileşiminin Spektral Verileri .....	71
4.11.1	FT-IR Analizi.....	71
4.11.2	<sup>1</sup> H-NMR ve <sup>13</sup> C-NMR Analizleri.....	72
<b>5.</b>	<b>SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....</b>	<b>75</b>
5.1	2-((o-tolilimino)metil)fenol (2-tmf) Bileşiği Sonuç ve Yorumları .....	75
5.2	2-((2-hidroksibenziliden)amino)fenol (2-hbaf) Bileşiği Sonuç ve Yorumları .....	76
5.3	2-(((4-hidroksifenil)imino)metil)fenol (2-hfimf) Bileşiği Sonuç ve Yorumları .....	76
5.4	2-((p-tolilimino)metil)fenol (2-timf) Bileşiği Sonuç ve Yorumları .....	76
5.5	2-((2-metilbenziliden)amino)fenol (2-mbaf) Bileşiği Sonuç ve Yorumları	77
5.6	4-((2-metilbenziliden)amino)fenol (4-mbaf) Bileşiği Sonuç ve Yorumları	77
5.7	4-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin (4-2mmba) Bileşiği Sonuç ve Yorumları .....	77
5.8	2-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin (2-2mmba) Bileşiği Sonuç ve Yorumları .....	78



5.9	2-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (2-3mmba) Bileşğinin Sonuç ve Yorumları .....	78
5.10	4-((3-metilbenziliden)amino)fenol (4-3mbaf) Bileşğii Sonuç ve Yorumları .....	78
5.11	4-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (4-3mmba) Bileşğii Yapı ve Sonuçları .....	79
<b>6.</b>	<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>80</b>

## ŞEKİL LİSTESİ

### Sayfa

Şekil 1.1 : Formaldehitte bulunan $\sigma$ ve $\pi$ bağları.....	2
Şekil 1.2 : Karbonilin rezonans yapıları.....	2
Şekil 1.3 : Aldehit ve ketonların genel gösterimi.....	3
Şekil 1.4 : Karbonil grubuna nükleofilik atak sonucu oluşan anyon.....	3
Şekil 1.5 : Oluşan anyonun ortamdaki proton(elektrofil) koparması.....	4
Şekil 1.6 : Amonyak ve birincil, ikincil üçüncül aminlerin genel formülü.....	4
Şekil 1.7 : Yaygın olarak kullanılan arilaminler.....	5
Şekil 1.8 : Heterosiklik amin örnekleri.....	5
Şekil 1.9 : Tersiyer ( $3^\circ$ ) aminin bağ açıları ve N atomunun $sp^3$ hibritleşmesi.....	5
Şekil 1.10 : Amin grubunun bazı reaksiyonları.....	6
Şekil 1.11 : Amin grubunun nükleofilik reaksiyonu.....	6
Şekil 1.12 : İminleşme mekanizması.....	7
Şekil 1.13 : Oksim oluşumu.....	8
Şekil 1.14 : Hidrazon oluşumu.....	8
Şekil 1.15 : Semikarbazit oluşumu.....	9
Şekil 1.16 : Enamin oluşumunun reaksiyon mekanizması.....	9
Şekil 1.17 : FT-IR cihazı çalışma şeması.....	11
Şekil 1.18 : Simetrik, asimetrik gerilme ve eğilme hareketleri.....	12
Şekil 1.19 : NMR cihazı genel şeması.....	14
Şekil 1.20 : Salisilaldehit ve 4-aminofenol metanolde kondansasyon reaksiyonu.....	15
Şekil 1.21 : Sentezlenen moleküllerin süstitüe grupları.....	16
Şekil 1.22 : ( <i>E</i> )-4-((fenilimino)metil)fenol.....	17
Şekil 1.23 : ( <i>E</i> )-4-((fenilimino)metil)fenil akrilat (III).....	17
Şekil 1.24 : ( <i>E</i> )-4-((4-klorofenilimino)metil)fenol.....	17
Şekil 1.25 : ( <i>E</i> )-4-((4-klorofenilimino)metil)fenil akrilat (V).....	18
Şekil 1.26 : ( <i>E</i> )-4-(( <i>p</i> -tolilimino)metil)fenol.....	18
Şekil 1.27 : 4,4'-[1,4-fenilenbis(nitrilometilidin)]dibenzol-1,3-diol'ün sulu ortamda NaOCl ve hava ile sentezi.....	19
Şekil 1.28 : Poli-4,4'-[naftalen-1,5-dibis(nitrilometilidin)]dibenzol-1,3-diol'ün bazı sulu ortamda NOCl çözeltisi ve hava ile sentezi.....	19
Şekil 3.1 : Salisilaldehit ve <i>o</i> -toluidinin iminleşme reaksiyonu.....	25
Şekil 3.2 : Salisilaldehit ve 2-aminofenolün iminleşme reaksiyonu.....	26
Şekil 3.3 : Salisilaldehit ve 4-aminofenolün iminleşme reaksiyonu.....	27
Şekil 3.4 : Salisilaldehit ve <i>p</i> -toluidinin iminleşme reaksiyonu.....	28
Şekil 3.5 : <i>o</i> -tolualdehit ve 2-aminofenolün iminleşme reaksiyonu.....	29
Şekil 3.6 : <i>o</i> -tolualdehit ve 4-aminofenolün iminleşme reaksiyonu.....	30
Şekil 3.7 : <i>o</i> -tolualdehit ve <i>p</i> -toluidinin iminleşme reaksiyonu.....	31
Şekil 3.8 : <i>o</i> -tolualdehit ve <i>o</i> -toluidinin iminleşme reaksiyonu.....	32
Şekil 3.9 : <i>m</i> -tolualdehit ve <i>o</i> -toluidinin iminleşme reaksiyonu.....	33
Şekil 3.10 : <i>m</i> -tolualdehit ve 4-aminofenolün iminleşme reaksiyonu.....	34
Şekil 3.11 : <i>m</i> -tolualdehit ve <i>p</i> -toluidinin iminleşme reaksiyonu.....	35
Şekil 4.1 : 2-(( <i>o</i> -tolilimino)metil)fenol (2-tmf) bileşiği.....	36
Şekil 4.2 : Salisilaldehit, <i>o</i> -toluidin ve 2-tmf bileşiğinin IR spektrumları.....	37
Şekil 4.3 : 2-tmf bileşiği $^1\text{H-NMR}$ sinyalleri.....	38
Şekil 4.4 : 2-tmf bileşiği $^{13}\text{C-NMR}$ sinyalleri.....	39

Şekil 4.5 : 2-((2-hidroksibenziliden)amino)fenol (2-hbaf) bileşiği. ....	40
Şekil 4.6 : Salisaldehit, 2-aminofenol ve 2hbaf bileşiğinin IR spektrumları. ....	40
Şekil 4.7 : 2-hbaf bileşiği <sup>1</sup> H-NMR sinyalleri.....	41
Şekil 4.8 : 2-hbaf bileşiği <sup>13</sup> C-NMR sinyalleri.....	42
Şekil 4.9 : 2-(((4-hidroksifenil)imino)metil)fenol (2-hfimf) bileşiği.....	43
Şekil 4.10 : Salisaldehyit, 4-aminofenol ve 2-hfimf bileşiklerinin IR spektrumları..	44
Şekil 4.11 : 2-hfimf bileşiği <sup>1</sup> H-NMR sinyalleri.....	45
Şekil 4.12 : 2-hfimf bileşiği <sup>13</sup> C-NMR sinyalleri.....	46
Şekil 4.13 : 2-((p-tolilimino)metil)fenol (2-timf) bileşiği.....	47
Şekil 4.14 : Salisaldehyit, p-toluidin ve 2-timf bileşiğinin IR spektrumları.....	47
Şekil 4.15 : 2-timf bileşiği <sup>1</sup> H-NMR sinyalleri.....	48
Şekil 4.16 : 2-timf bileşiği <sup>13</sup> C-NMR sinyalleri.....	49
Şekil 4.17 : 2-((2-metilbenziliden)amino)fenol (2-mbaf) bileşiği.....	50
Şekil 4.18 : o-tolualdehyit, 2-aminofenol ve 2-mbaf bileşiklerinin IR spektrumları.	51
Şekil 4.19 : 2-mbaf bileşiği <sup>1</sup> H-NMR sinyalleri.....	52
Şekil 4.20 : 2-mbaf bileşiği <sup>13</sup> C-NMR sinyalleri.....	53
Şekil 4.21 : 4-((2-metilbenziliden)amino)fenol bileşiği.....	54
Şekil 4.22 : o-tolualdehyit, 4-aminofenol ve 4-mbaf bileşiğinin IR spektrumları.....	54
Şekil 4.23 : 4-mbaf bileşiği <sup>1</sup> H-NMR sinyalleri.....	55
Şekil 4.24 : 4-mbaf bileşiği <sup>13</sup> C-NMR sinyalleri.....	56
Şekil 4.25 : 4-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin bileşiği.....	57
Şekil 4.26 : o-tolualdehyit, p-toluidin ve 4-2mmba bileşiğinin IR spektrumları.....	58
Şekil 4.27 : 4-2mmba bileşiği <sup>1</sup> H-NMR sinyalleri.....	59
Şekil 4.28 : 4-2mmba bileşiği <sup>13</sup> C-NMR sinyalleri.....	60
Şekil 4.29 : 2-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin bileşiği.....	61
Şekil 4.30 : o-tolualdehyit, o-toluidin ve 2-2mmba bileşiğinin IR spektrumları.....	61
Şekil 4.31 : 2-2mmba bileşiği <sup>1</sup> H-NMR sinyalleri.....	62
Şekil 4.32 : 2-2mmba bileşiği <sup>13</sup> C-NMR sinyalleri.....	63
Şekil 4.33 : 2-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (2-3mmba) bileşiği.....	64
Şekil 4.34 : m-tolualdehyit, o-toluidin ve 2-3mmba bileşiğinin IR spektrumları.....	65
Şekil 4.35 : 2-3mmba bileşiği <sup>1</sup> H-NMR sinyalleri.....	66
Şekil 4.36 : 2-3mmba bileşiği <sup>13</sup> C-NMR sinyalleri.....	67
Şekil 4.37 : 4-((3-metilbenziliden)amino)fenol bileşiği.....	68
Şekil 4.38 : m-tolualdehyit, 4-aminofenol ve 4-3mbaf bileşiğinin IR spektrumları..	68
Şekil 4.39 : 4-3mbaf bileşiği <sup>1</sup> H-NMR sinyalleri.....	69
Şekil 4.40 : 4-3mbaf bileşiği <sup>13</sup> C-NMR sinyalleri.....	70
Şekil 4.41 : 4-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin bileşiği.....	71
Şekil 4.42 : m-tolualdehyit, p-toluidin ve 4-3mmba bileşiğinin IR spektrumları.....	71
Şekil 4.43 : 4-3mmba bileşiği <sup>1</sup> H-NMR sinyalleri.....	72
Şekil 4.44 : 4-3mmba bileşiği <sup>13</sup> C-NMR sinyalleri.....	73

## TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
<b>Tablo 1.1:</b> IR bölgeleri .....	13
<b>Tablo 1.2:</b> Çalışmada kullanılan aromatik imin türevleri.....	21

## SEMBOL LİSTESİ

<b><math>\sigma</math></b>	:	Sigma Bađı
<b><math>\pi</math></b>	:	Pi Bađı
<b>Nü</b>	:	Nükleofil
<b>E</b>	:	Elektrofil
<b>g</b>	:	Gram
<b><math>^{\circ}\text{C}</math></b>	:	Derece santigrat
<b><math>\alpha</math></b>	:	Alfa
<b><math>\beta</math></b>	:	Beta
<b>o</b>	:	Orto
<b>p</b>	:	Para
<b>m</b>	:	meta
<b><math>\mu\text{m}</math></b>	:	Mikrometre
<b>Ar</b>	:	Aromatik
<b>Ms</b>	:	Mass Spectrometry (kütle spektroskopisi)
<b>PTZ</b>	:	pentilentetrazol
<b>mL</b>	:	mililitre
<b>d</b>	:	yođunluk
<b>İTK</b>	:	Thin Layer Chromatography (İnce Tabaka Kromatografisi)
<b>FT-IR</b>	:	Fourier Transform Infrared
<b>NMR</b>	:	Nuclear Magnetic Resonance (Nükleer Manyetik Rezonans)
<b>HPLC</b>	:	High performance Liquid Chromatography (Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi)
<b>n</b>	:	Kırılma indisi
<b>ppm</b>	:	Milyonda bir (Parts Per Milion)
<b>EN</b>	:	Erime Noktası
<b>KN</b>	:	Kaynama Noktası
<b>m</b>	:	Multiplet
<b>s</b>	:	Singlet
<b>d</b>	:	Doublet
<b>t</b>	:	Triplet

## ÖNSÖZ

Yüksek lisans tez çalışması Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Anabilim Dalı Öğretim Üyelerinden Doç. Dr. Onur TURHAN yönetiminde Fen Edebiyat Fakültesi Organik Kimya Araştırma Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

Çalışmam sürecince bilgi ve birikimini esirgemeden aydınlığa ulaştıran, destek olan, umut veren ve umudunu kesmeden her zaman sonsuz sabrını gördüğüm, sadece çalışmama ufkuma yenilikler katmış Sayın Doç. Dr. Onur TURHAN hocama teşekkürü ve sonsuz saygıyı bir borç bilirim.

Yüksek lisans çalışmam boyunca takıldığım her konuda yardımını esirgemeyen sorgulama yöntemiyle sonuca ulaşmayı öğreten ve çoğu zaman yeni bakış açıları kazanmamı sağlayan Sayın Prof. Dr. Hilmi NAMLI hocama teşekkürü ve sonsuz saygıyı bir borç bilirim.

Laboratuvar çalışmalarım boyunca desteklerini esirgemeyen her zaman paylaşımında ve yardımda bulunan bütün laboratuvar arkadaşlarım ve dostlarıma paylaşımları için çok teşekkür ederim.

Hayatım boyunca her zaman arkadayız diyerek maddi ve manevi desteklerinin hiçbir zaman esirgemeyen her daim yanımda olduğunu hissettiğim hayat ışığım babama, anneme ve kardeşime hayatım boyunca müteşekkirim.

# 1. GİRİŞ

Organik kimya karbon bileşikleri kimyasıdır. Karbon bileşikleri gezegenimizdeki yaşamın temelidir. İnsanlar organik bileşikleri ve tepkimelerini binlerce yıldan beri kullanmaktadır [1].

Organik kimya alanında yazılmış kitaplarda karbonil grubu bileşikleri ve reaksiyonları konusunda imin bileşikleri veya diğer adıyla Schiff bazları adı verilen bileşikler yer almaktadır.

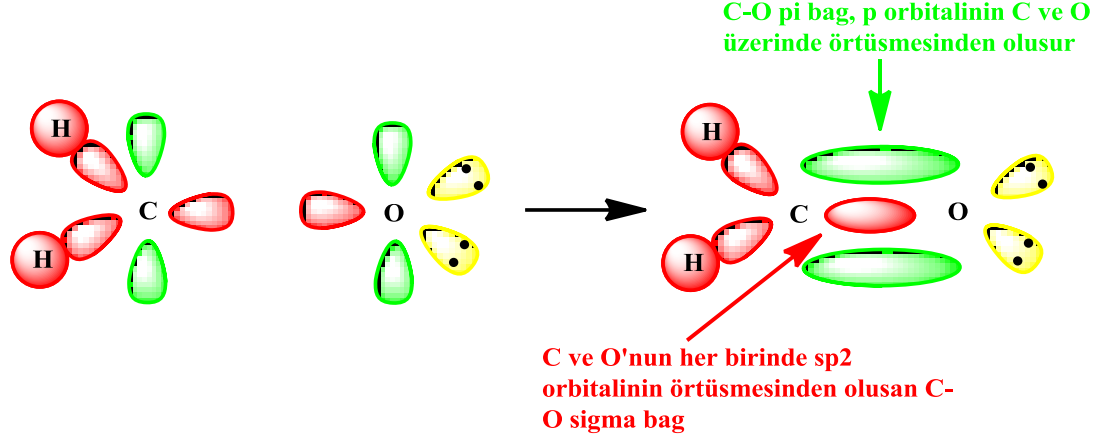
Schiff bazları veya iminler azometinler olarak bilinir. Bu bileşikler ilk defa Hugo Schiff tarafından sentezlenmiştir. İminler primer aminler ile karbonil bileşiklerinin kondensasyon ürünüdür [2]. İminler çok geniş bir kullanım alanına sahiptir, metallere yaptıkları kompleksler sayesinde sadece organik kimya değil inorganik kimya alanında da yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu yüzden literatürde iminler ve imin kompleksleri ile ilgili birçok çalışma bulunmaktadır.

Bu çalışmada hidroksi grubu ve metil grubu içeren benzaldehit türevleri ile yine hidroksi grubu ve metoksi grubu içeren anilin türevleri ile iminleşme reaksiyonları gerçekleştirilmiştir. Sentezlenen imin türevleri saflaştırılmış ve yapıları İnce Tabaka Kromatografisi, Infrared Spektroskopisi, Nükleer Manyetik Rezonans spektroskopisi ve Erime Noktası tayini gibi metodlar kullanılarak karakterize edilmiştir. Giriş kısmında sentezler için kullanılan maddelerin genel özellikleri ve reaksiyon mekanizmalarından ve literatürdeki benzer çalışmalardan söz edilecektir.

## 1.1 Karbonil Grubu

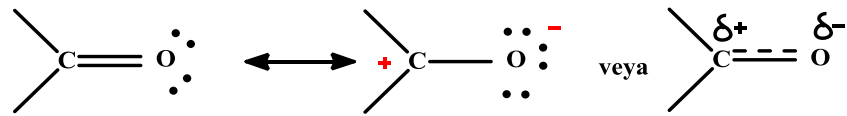
Karbon-oksijen çift bağı (C=O) içeren yapılar karbonil grubu olarak adlandırılır ve organik kimyadaki en önemli fonksiyonel gruplardan biridir. Aldehitler, ketonlar, karboksilik asitler, esterler, amitler vb bileşiklerde fonksiyonel grup olarak bulunur. Formaldehit yapısında karbon atomu, iki H

atomu ve O atomu ile  $\sigma$  bağ oluşturabilmek için üç  $sp^2$  orbitaline ihtiyaç duyar. Karbonil grubundaki C ve O  $sp^2$  melezleşmesi yapmıştır. Karbondan ve oksijenden bir hibritleşmemiş p orbitali de  $\pi$  bağı oluşturur [3].



Şekil 1.1 : Formaldehitte bulunan  $\sigma$  ve  $\pi$  bağları.

Oksijen atomu karbon atomundan daha elektronegatif olduğu için  $\sigma$  ve  $\pi$  bağ elektronlarını kendine doğru çeker. Bu durum bağı polarlamasına neden olur ve daha elektronegatif atom olan oksijen kısmi negatif yüklenirken karbon atomu kısmi pozitif yüklenir.  $\pi$  bağı polarlığı ve karbonil grubunun rezonans yapıları Şekil 1.2'de verilmiştir [4].

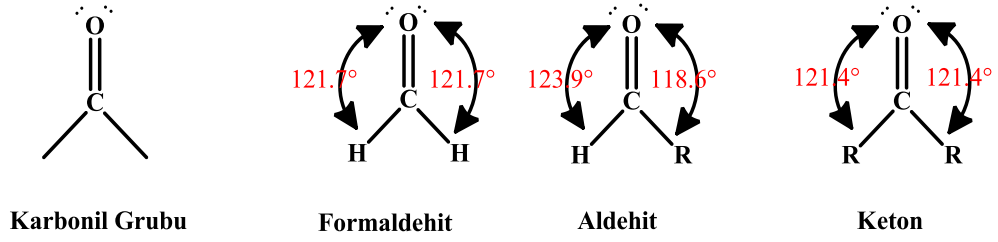


Şekil 1.2 : Karbonilin rezonans yapıları.

### 1.1.1 Aldehitler ve Ketonlar

Bir karbonil grubunun karbonuna en az bir H atomu bağlıysa aldehit, karbonil grubunun karbonuna bağlı iki alkil veya aril grubu varsa keton olarak adlandırılır [5].



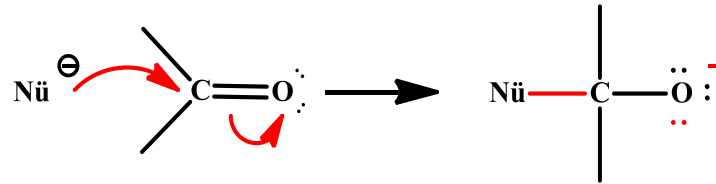


**Şekil 1.3** : Aldehit ve ketonların genel gösterimi.

Karbonil grubu polar bir grup olduğu için aldehit ve ketonların kaynama noktası aynı molekül kütlesine sahip hidrokarbonlardan daha yüksek olurken moleküller arası H bağı oluşturmamaları için alkollerden daha düşüktür [6].

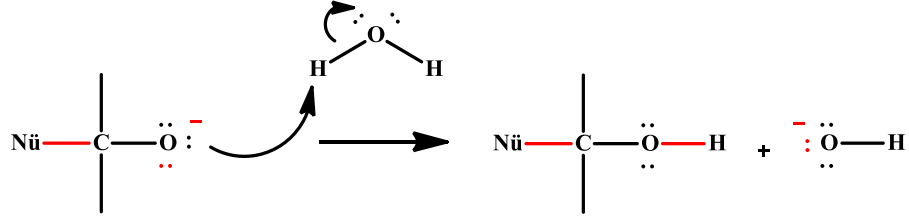
### 1.1.2 Karbonil Grubunun Nükleofilik ve Elektrofilik Reaksiyonları

Karbonil grubunun en önemli özelliği nükleofillerle katılma reaksiyonu vermesidir. Nükleofil karbonil grubunun karbonuna atak yaparak ( $\pi^*$  orbitaline) karbona bağlanır,  $\pi$  bağı kırılır ve  $\pi$  bağının elektrtonları oksijenin üzerine gider.  $\pi$  bağı kopar fakat sigma bağı kalır. Çünkü karbonil grubunda,  $\sigma^*$  bağının enerjisi  $\pi^*$  bağının enerjisinden daha düşüktür [7].



**Şekil 1.4** : Karbonil grubuna nükleofilik atak sonucu oluşan anyon.

Oluşan anyon, son ürün değil, ara yapıdır. Reaksiyonda genellikle çözücü olarak su kullanılır ve anyon, bir protonu sudan uzaklaştırmak için bir baz gibi davranır ve suyun hidrojenini alır [8].

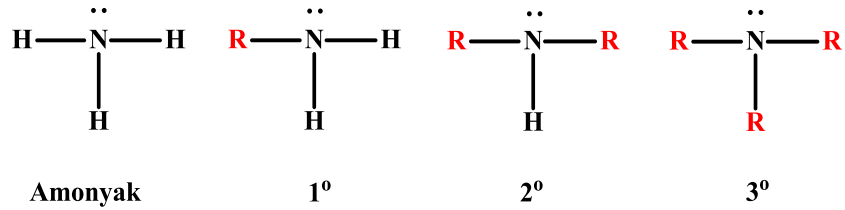


**Şekil 1.5 :** Oluşan anyonun ortamdaki proton(elektrofil) koparması.

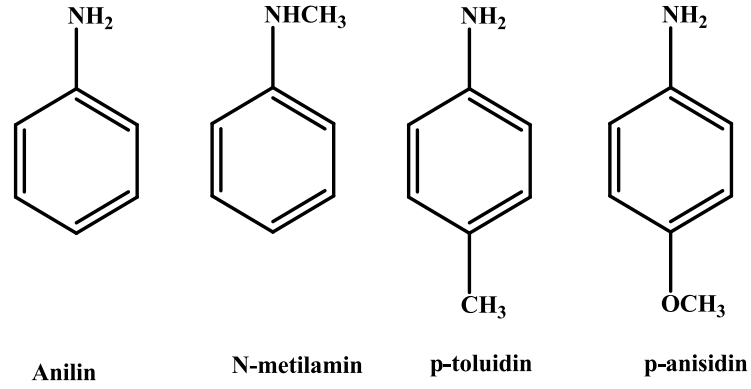
## 1.2 Aminler

Aminler amonyak molekülündeki hidrojenlerin bir veya daha fazlasının alkil grupları ile yer değiştirmesi sonucu oluşan organik azot bileşikleridir. Aminler azot atomuna bağlı alkil gruplarının sayısı ile  $1^\circ$ ,  $2^\circ$  ve  $3^\circ$  alkil olarak adlandırılırlar (Şekil 1.6) [9]. Ayrıca aminler azot grubuna bağlı olan karbon grubunun alifatik veya aromatik olmasına göre alkilaminler veya arilaminler olarak da adlandırılır. Yaygın olarak kullanılan arilaminler anilin, N-metilamin, p-toluidin ve p-anisidindir (Şekil 1.7) [10]. Heterosiklik aminler ise N atomunun bir halkanın parçası olarak ortaya çıktığı bileşiklerdir (Şekil 1.8) [11].

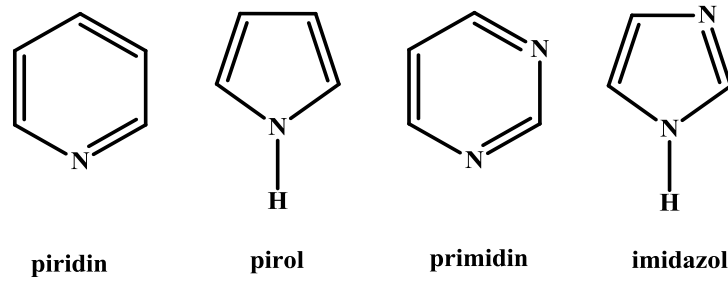
Amin grubu adrenalin, amfetamin, dopamin, kinin, serotonin, morfin gibi tıbbi ve biyolojik önemi olan çoğu bileşikte bulunur. Son yirmi yılda, ilaç ve malzeme biliminde hızla artan uygulamalarından dolayı, amino bileşiklerinin üretimi için sentetik yöntemlerde büyük ilerleme kaydedilmiştir. Yeni karbon-azot bağlarının oluşturulması için aminleme reaktiflerinin geliştirilmesi, amin moleküllerinin sentezi için en önemli ve temel işlemlerden biridir [12].



**Şekil 1.6 :** Amonyak ve birincil, ikincil üçüncül aminlerin genel yapıları.

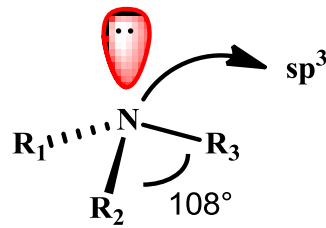


Şekil 1.7 : Yaygın olarak kullanılan arilaminler.



Şekil 1.8 : Heterosiklik amin örnekleri.

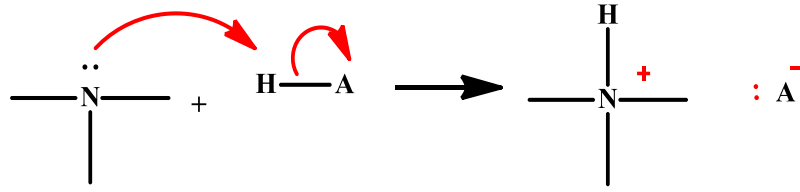
Çoğu aminin azot atomu  $sp^3$  melezleşmesi yapmıştır ve ortaklaşmamış elektrondan dolayı şekli tetrahedral yapıya benzer. Bağ açıları yaklaşık olarak 108 derecedir [13] ve ortaklaşmamış elektrondan dolayı aminler bazik ve nükleofilik olarak davranabilirler [14].



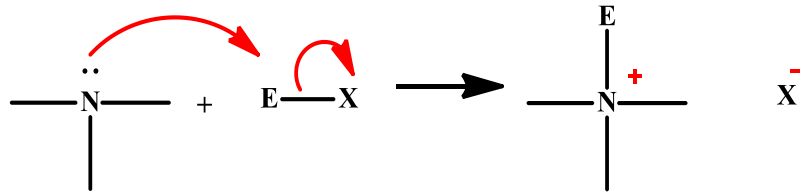
Şekil 1.9 : Tersiyer ( $3^\circ$ ) aminin bağ açıları ve N atomunun  $sp^3$  hibritleşmesi.

Daha önce de bahsedildiği gibi aminlerin N atomu ortaklaşmamış elektron çiftine sahip olduğu için hem bazik hem de nükleofilik olarak davranabilir ve

sonuçta amonyum tuzları oluşturmak için elektrofillerle reaksiyona girerek azot atomunun dört bağ içerdiği amonyum tuzu denen bileşikleri oluştururlar [15].



Şekil 1.10 : Amin grubunun bazik reaksiyonu.



Şekil 1.11 : Amin grubunun nükleofilik reaksiyonu.

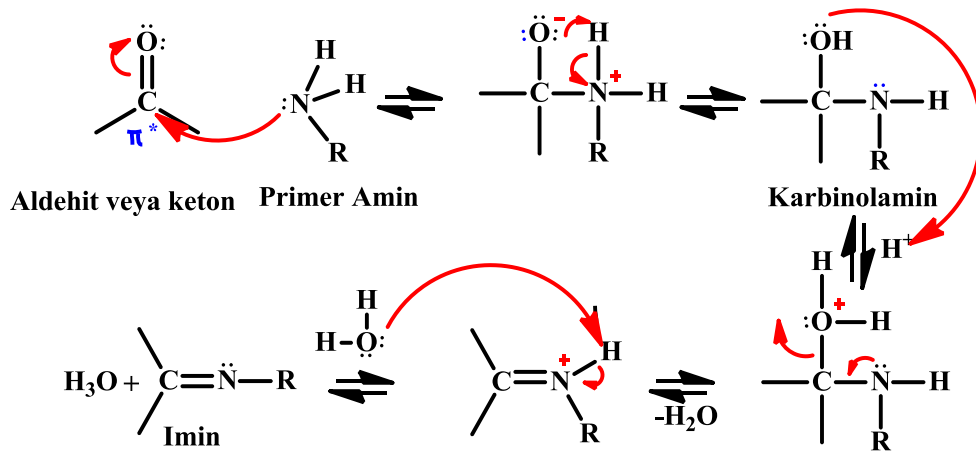
### 1.3 İminler, İminleşme Reaksiyon Mekanizması ve Karbonil Grubunun Amonyak Türevleriyle Tepkimeleri

İminler ve imin komplekslerinin kullanım alanları oldukça yaygındır. İminler organik kimya ve tıbbi kimyada çok büyük bir yere sahiptir. Bu nedenle ikincil aminlerin sentezi, optik olarak aktif  $\alpha$ -alkil aldehytlerin oluşumu, organometalik reaktiflerin nükleofilik ilaveleri, enantio seçici oksidanlar (kiral oksaziridinler), siklo eklemeler,  $\beta$ -Laktamlar gibi farmasötik olarak önemli bileşiklerin sentezi gibi reaksiyonlarda önemli ara maddelerdir. İmin türevlerinde birkaç iminin önemli antibakteriyel, antifungal, antikanser ve antimalarial (sıtmaya karşı) aktivitelere sahip olduğu ve bu biyolojik aktivitelerinden dolayı lipoksigenaz inhibitörleri, anti-inflamatuvar ajanlar ve anti-kanser ajanları gibi davranırlar [16,17]. İminler boyar madde üretimi, sıvı kristal teknolojisi, HPLC cihazları gibi elektronik endüstrisinde, kozmetik sektöründe, polimer üretiminde, polimerizasyon sonrası katı olarak pillerde, plastik sanayinde, yanmaz malzeme yapımında, yapay diş yapımı gibi birçok alanda yaygın olarak kullanılır [18,19]. İmin bazlı bileşiklerin termokromizm (anlık ısı değişiminde renk değiştirme) veya

fotokromizm özellikleri sergilediği keşfedilmiş ve son yıllarda foto duyarlı malzeme bilimi için oldukça önemli hale gelmiştir [20]. Bazı iminlerin  $\text{Cu}^{2+}$  ve  $\text{Ga}^{2-}$  ile yaptıkları komplekslerin pozitron-emisyon tomografisinde ve görüntüleme, Fe komplekslerinin ise oksijenin elektrokimyasal indirgenmesinde katalizör olarak kullanıldığı bilinmektedir [21-23].

İminler (Schiff bazları) daha önce de bahsedildiği gibi ilk olarak Alman kimyager Hugo Schiff tarafından sentezlenmiştir. İminler, aldehitlere ve ketonlara primer aminlerin nükleofilik katılması ile başlayan iki basamakta gerçekleşen  $\text{R-CH=N-}$  veya  $\text{Ar-CH=N-}$  bileşikleridir. Reaksiyonun ilk aşamasında amin, karbinolamin olarak bilinen bir tür vermek üzere karbonil grubuna nükleofilik atakta bulunur. Oluşan karbinolamin reaksiyonun ürünü, bir N-alkil- veya N-aril- süstitüe imin verecek şekilde dehidrasyona tabi tutulur [24].

İminlerin oluşumu pH'a bağlıdır. Asitliğin yüksek olması, ikinci basamağın hızlı, birinci basamağın yavaş olmasına, asitliğin azalması da birinci basamağın hızlı ikinci basamağın yavaş yürümesine neden olur. Bundan dolayı en uygun pH, bu iki uç nokta arasındaki pH'tır (pH=3-4 dolay). Uygun pH'ta tepkimenin toplam hızı en yüksektir. pH 3-4 dolaylarında olduğunda aminin bir kısmı protonlanmıştır fakat nükleofilik katılmayı başlatabilmek için yeterli serbest amin vardır ve yeterli hızda ayrılmanın gerçekleşebilmesi için de istenen asit vardır [25].



Şekil 1.12 : İminleşme meknanizması.

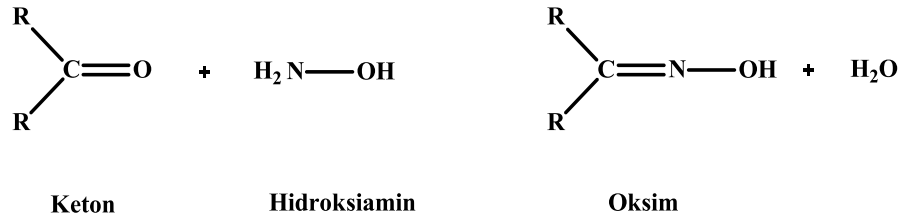
İminlerin N atomu bağlı olduğu iki atom ve ortaklaşmamış elektron çifti ile çevrelediği için  $sp^2$  hibritleşmesi yapmıştır ve  $-C=N-R$  bağ açısı yaklaşık olarak  $120^\circ$  olur ve reaksiyon ortamı asidiktir [26].

İminleşme reaksiyonlarında giriş maddesi olan karbonil grubu aldehit ise sentezlenen imin bileşiğine aldimin, giriş maddesi keton ise sentezlenen imin bileşiğine ketimin denir.

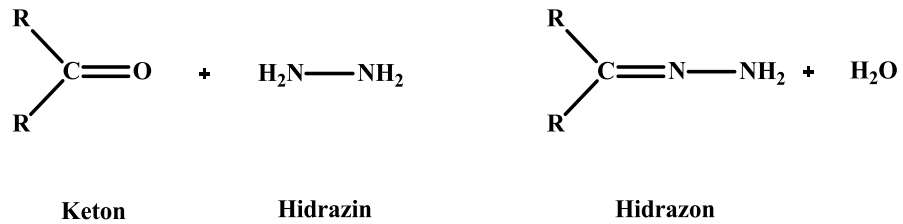
İminler arasında alifatik aldehit ürünleri nispeten kararsız olup polimerizasyona uğrarken aromatik aldehit ürünlerinin konfigürasyonlarından dolayı daha kararlı olduğu gözlenmiştir [27].

İmin köprülü benzen türevlerinin yüksek optik aktiflik sergilediği daha iyi optik özellik göstermeyen bileşiklerinin ilginç bir türü olarak kabul edilmiştir. Sonuç olarak, bu bileşikler, son yıllarda foto-tepki veren materyallerde önemli miktarda güncel araştırma ilgi alanına girmektedir [28].

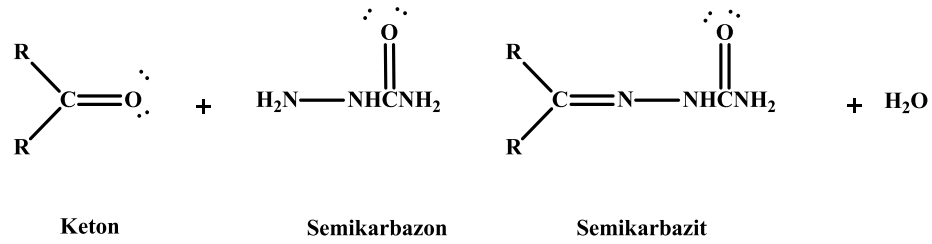
Karbonil gruplarının amonyak türevi hidroksiaminlerle tepkimesinden oksimler oluşurken hidrazinlerle tepkimelerinden hidrazonlar, semikarbazitlerle reaksiyonundan ise semikarbazonlar oluşmaktadır [29].



Şekil 1.13 : Oksim oluşumu.

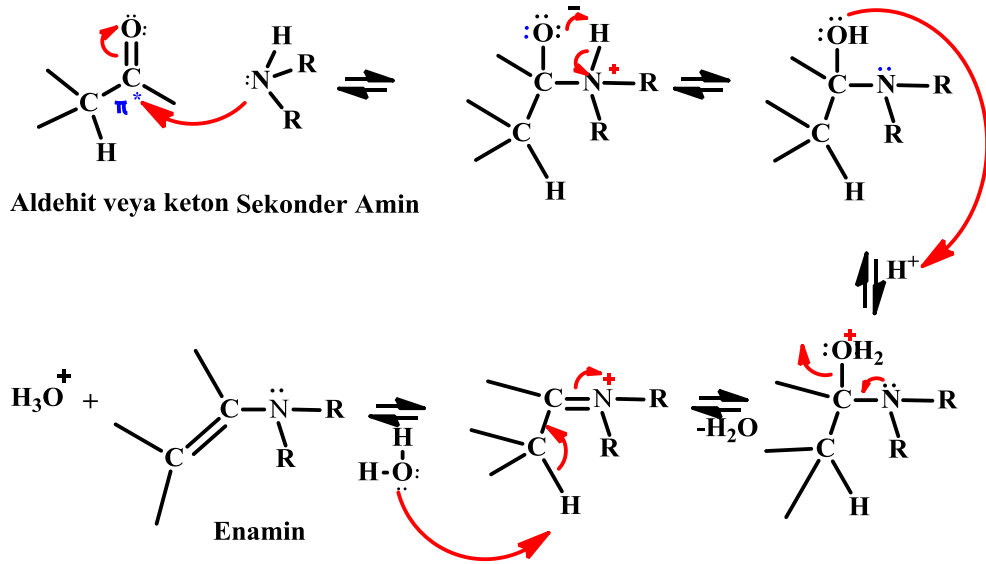


Şekil 1.14 : Hidrazon oluşumu.



Şekil 1.15 : Semikarbazit oluşumu.

Aldehit veya ketonların sekonder aminlerle verdiği reaksiyonla enaminler oluşur [30]. Reaksiyonda imin oluşumu gibi, çok az bir miktarda asit katalizörü gerekir. Enamin oluşum mekanizması, reaksiyonun son aşamasına kadar imin oluşumu için olan mekanizma ile tamamen aynıdır. Primer amin, bir aldehit veya bir keton ile reaksiyona girdiğinde, protonlanmış imin, reaksiyonun son aşamasında nitrojenden bir proton kaybederek nötr bir imin oluşturur. Amin sekonder olduğunda, pozitif yüklü N atomuna bağlı proton yoktur ve kararlı bir nötr molekül oluşması için  $\alpha$ -karbonundan bir proton çıkarılır ve enamin denilen bileşik oluşur [31].



Şekil 1.16 : Enamin oluşumunun reaksiyon mekanizması.

#### 1.4 Kırılma İndisi

Işık demetinin bir ortamdan yoğunluğu farklı başka bir ortama geçerken yön değiştirmesine kırılma (refraksiyon) denir ve Refraktometri adı verilen cihazla ölçülür. Refraktometri, her ortamın kırılma indisinin farklı olması prensibini kullanarak, derişim ve madde miktarı gibi tayinleri yapmaya yarayan bir yöntemdir.

Işığın boşluktaki (vakum) yayılma hızının madde içindeki yayılma hızına oranına kırılma indisi denir. Bir ortamın kırılma indisine  $n$ , elektromanyetik ışımının vakumdaki hızına  $c$ , elektromanyetik ışımının bu ortamdaki hızına da  $v$  denildiğinde  $n = \frac{c}{v}$  bağıntısı elde edilir ve hız birimleri birbirini götürdüğü için kırılma indisinin birimi yoktur.

Organik sıvıların kırılma indisi 1,25 ile 1,80 arasında değişirken, katılarda bu değer 1,3 ile 2,5 arasındadır.

#### 1.4 FT-IR Cihazı ve Çalışma Prensibi

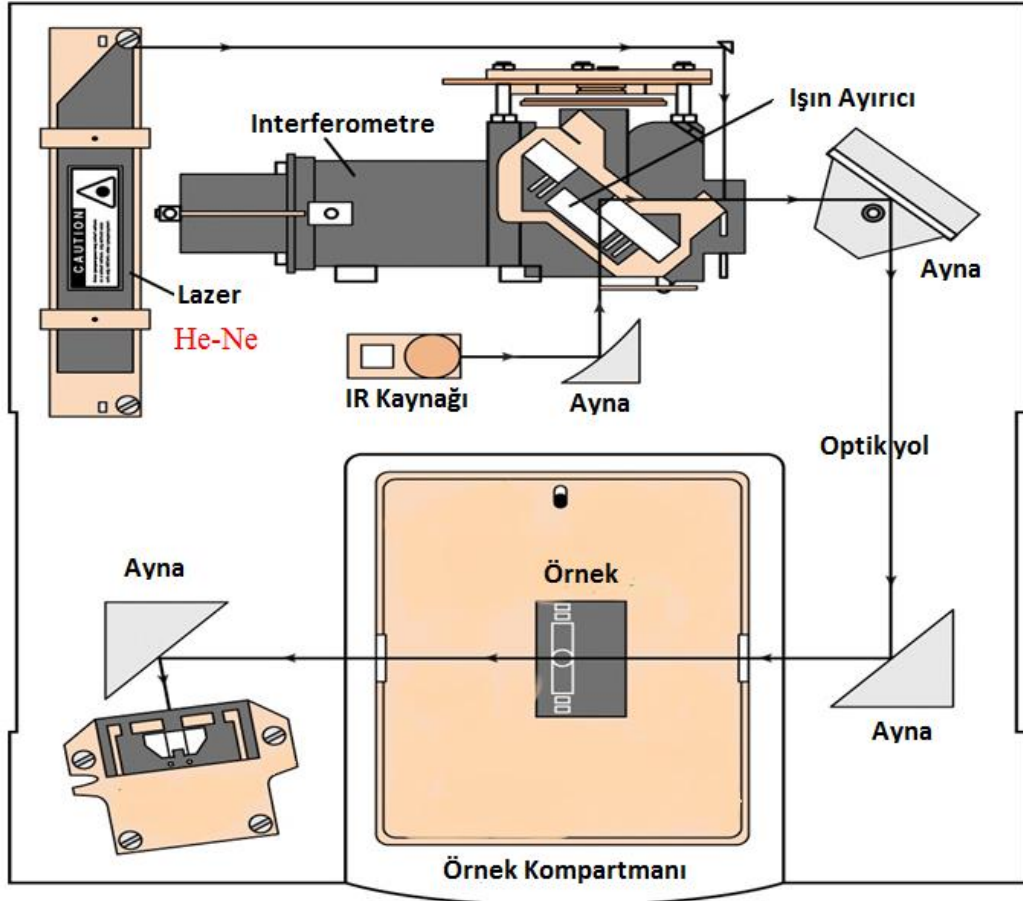
NMR spektroskopisinin gelişiminden önce, organik bileşiklerin yapısını belirlemek için en sık uygulanan enstrümantel yöntem kızılötesi (IR) spektroskopidir. Her ne kadar NMR spektroskopisi, bilinmeyen bir bileşiğin yapısı hakkında daha fazla bilgi verirse de, IR bir molekül içindeki belirli işlevsel grupların varlığının belirlenmesinde kullanışlı, daha ucuz ve pratik olması nedeniyle, kimyagerlerin spektroskopik yöntemler envanterinde önemli bir yer tutmaya devam etmektedir [32].

FT-IR cihazının çalışma prensibi madde ile kızılötesi ışının (radyasyonun) madde ile etkileşimine dayanır. Işık manyetik ve elektrik alandan oluşur. Bu iki alandüzlemde birbirine diktir ve elektrik alan madde ile etkileşime giren kısımdır [33].

IR cihazında radyasyon kaynağı elektrikle ısıtılan bir filamenttir. Buradan çıkan ışın ayna kullanarak ikiye bölünür. Burada ışın hem sabit aynaya hem de



hareketli aynaya gönderilir ve aynadan yansyarak ayırıcıya gelir. Buradan örnek üzerine gönderilir. Örnek ile etkileşen ışın heterokromatik yapıdadır. IR spektroskopisinde monokromatörden geçirilen ışın tek dalga boyuna indirilir. Yani ışık monokromatik yapıdadır. Işık örnek ile etkileştikten sonra dedektöre gider ve buradan bilgisayar ile ölçülebilecek sinyallere dönüşür.

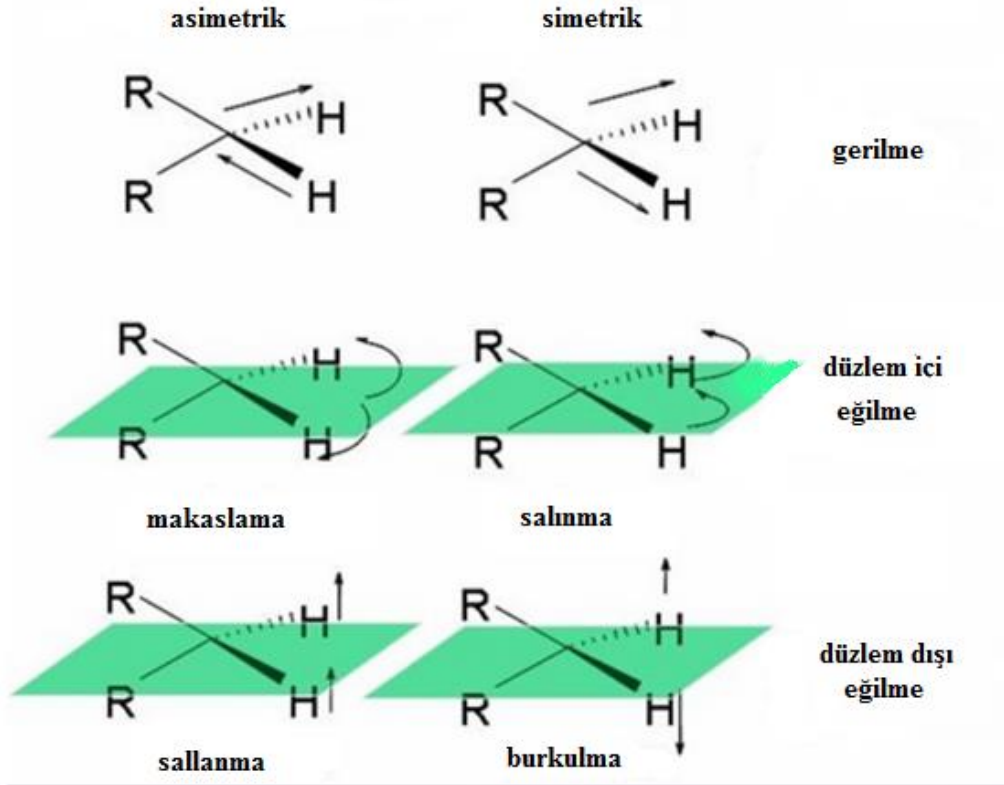


**Şekil 1.17** : FT-IR cihazı çalışma şeması.

Çoğunlukla, belirli dalga boylarındaki kızılötesi radyasyonun absorpsiyonu, bir molekül içindeki belirli bağların bükülmesi veya gerilmesi ile ilişkilendirilebilir. Işığın madde ile etkileşimiyle yüksek enerjide germe düşük enerjide bükme titreşimleri oluşur. Bu titreşimler simetrik ve asimetriktir [34].

Bağların gerilmesi, bağların bükülmesinden daha fazla enerji gerektirir ve bu nedenle bağ gerilme soğurmaları, bağ bükülme soğurmalarından daha kısa dalga boylu radyasyonuna ihtiyaç duyar. Çift bağlı ve üçlü bağlanmış sistemler, titreşim uyarılması için kademeli olarak daha yüksek enerji gerektirir [35]. Genel

olarak, kısa güçlü bağlar uzun zayıf bağlardan daha yüksek frekansta, hafif atomları taşıyan bağlar, daha ağır atomları olan bağlara göre daha yüksek bir frekansta titreşirler. Bu nedenle, C-H bağları C-C bağından daha yüksek dalga boyundaki ışığı absorbe ederler [36].



Şekil 1.18 : Simetrik, asimetrik gerilme ve eğilme hareketleri.

Tek bir molekül çok sayıda ayrı titreşime sahiptir ve parmak izi denilen ( $1500\text{ cm}^{-1}$  altı) bölgede farklı moleküllerin kızılötesi spektrumu farklıdır. Kızılötesi spektrumunun üst üste binme özelliği, iki bileşiğin aynı olduğunun kanıtı olarak gösterilmektedir [37].

IR bölgesi, dalga sayısı  $12800\text{-}10\text{ cm}^{-1}$  ya da dalga boyu  $0.78\text{-}1000\text{ }\mu\text{m}$  aralığındaki ışını kapsar. Infrared spektrumu üç bölgeden oluşur. Organik bileşiklerin tanımlanmasında en çok kullanılan bölge orta infrared bölgesidir [38].

Orta infrared Bölgesi: Dalga boyu  $2.5\text{ ve }25\text{ }\mu\text{m}$  arasında, dalga sayısı  $4000\text{ ve }400\text{ cm}^{-1}$  arasındadır.

**Tablo 1.1 : IR bölgeleri.**

	Dalgaboyu ( $\mu\text{m}$ )	Dalga Sayısı ( $\text{cm}^{-1}$ )	Frekans (Hz)
<b>Yakın IR</b>	0.78-2.5	12500-4000	$3,8 \times 10^{14}$ $1,2 \times 10^{14}$
<b>Orta IR</b>	2.5-50	4000-200	$1,2 \times 10^{14}$ $6,0 \times 10^{12}$
<b>Uzak IR</b>	50-1000	200-10	$6,0 \times 10^{12}$ $3,0 \times 10^{11}$

### 1.5 Nükleer Manyetik Rezonans Spektroskopisi

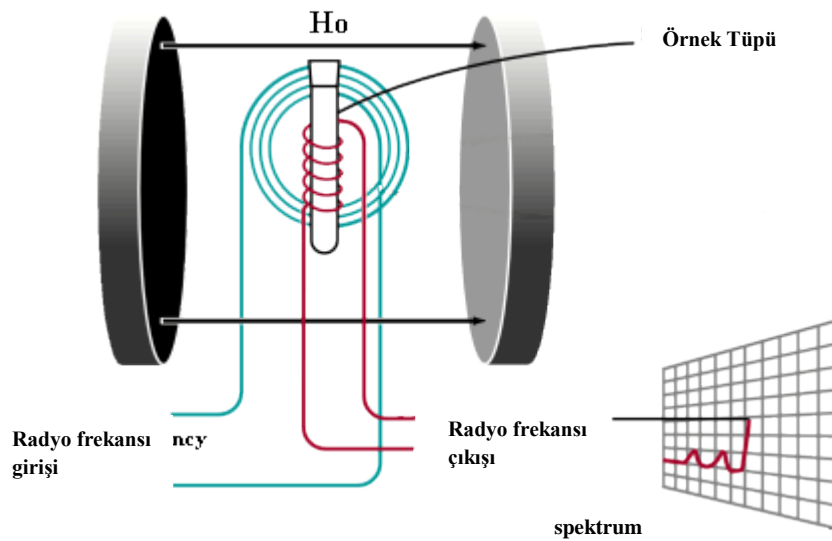
NMR Spektroskopisi kimya, fizik, biyokimya, eczacılık ve tıp alanında moleküllerin yapı tayininde ve bazı özelliklerinin incelenmesinde kullanılan önemli bir tekniktir, diğer spektroskopik yöntemlerden farklıdır. Diğer spektroskopik yöntemler elektronlarla, NMR Spektroskopisi çekirdekle ilgilidir. UV ve IR Spektroskopilerinde organik molekülün fonksiyonel grupları, elementel analizde moleküldeki C, H, O, N, S atomlarının yüzdeleri belirlenir. NMR Spektroskopisi, atom çekirdeğinin manyetik karakterine bağlı olarak, molekülün iskeleti hakkında bilgi verir. Molekülde hidrojen içeren grupların sayıları yanında, bu gruba komşu olan gruplar da tespit edilebilmektedir. Diğer spektroskopik yöntemlerle elde edilen bulgular ile birlikte değerlendirilirse, aydınlatılması istenen yapıya daha kolay ulaşılabilir. NMR için, kuvvetli bir manyetik alan ve elektromanyetik spektrumun çok uzun dalga boylu ışınları olan radyo dalgaları gerekmektedir.

Organik bir moleküldeki atomun çekirdekleri güçlü bir manyetik alana yerleştirildiğinde doğru frekansta elektromanyetik ışınlama ile, rezonans elde etmek için enerji absorbe edilebilir. Böylece spin çevrilmesi olur ve düşük enerjili çekirdek yüksek enerjili hale gelir. İki durum arasındaki enerji farkı ( $\Delta E$ ), manyetik alan kuvvetine ( $B_0$ ) ve çekirdeğin türüne ( $r$ ) bağlıdır. Elektronlar çekirdekleri çevreleyen ve uygulanan manyetik alana ( $B$ ) karşı etkili küçük yerel indüklenen manyetik alanlar ( $B$ ) meydana getirir.

Elektronlar nükleer spin alanına veya tersine doğru hizalanır. Spin alanına paralel olanlar enerji bakımından daha düşük enerjilidirler. Bunlar da (AE, hV gibi) rezonans için gerekli olan radyofrekans enerjisinin tam miktarını belirler. Böylece, manyetik alan ne kadar küçükse, enerji farkı da o kadar az olur, bu da daha düşük frekanslı (ve daha düşük enerji) radyasyona ihtiyaç duyulması demektir. Aynı molekül içindeki  $^1\text{H}$  ve  $^{13}\text{C}$  çekirdeği için absorpsiyon sıklığı aynı değildir. Bu nedenle çekirdek yakınında elektron yoğunluğu artar [39].

Bir çekirdeğe yakın elektronegatif gruplar elektronları çekip çekirdeğin kalkanını azalacaktır. Bir çekirdeğin yakınındaki elektropozitif gruplar, çevre elektron yoğunluğunu artıracak ve çekirdeğin korumasını artıracaktır. Her çekirdek türü, biraz farklı bir elektronik ortama sahip olduğundan, her çekirdek biraz farklı bir ölçüde korunacaktır. Bir çözünürlük NMR spektrometresi, çekirdeklerin etkin manyetik alanlarındaki küçük farklılıkları tespit edebilir ve her çekirdek türü için farklı NMR pikleri üretebilir [40].

NMR spektroskopisinde alınan sinyaller manyetik alana ve radyo frekansına bağlı olarak değiştiği için referansa standart eklenir. Referansın konsantrasyonu azaldıkça sinyal gücü azalırken, referansın konsantrasyonu artarken de sinyal gücü artar. Kullanılan çözücüler çoğunlukla döterolanmış su, döterolanmış kloroform, etilalkol ve dimetilsülfoksittir [41].

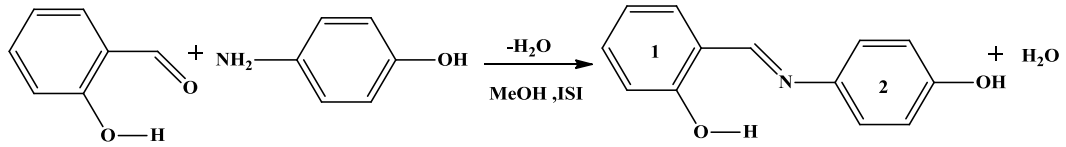


Şekil 1.19 : NMR cihazı genel şeması.

## 1.6 Literatürdeki Bazı Schiff Bazı Sentezleri

### a. N-(4-hidroksifenil)-2-hidroksibenzaldehyt imin'in sentezi, titreşim spektral ve doğrusal olmayan optik incelemeleri:

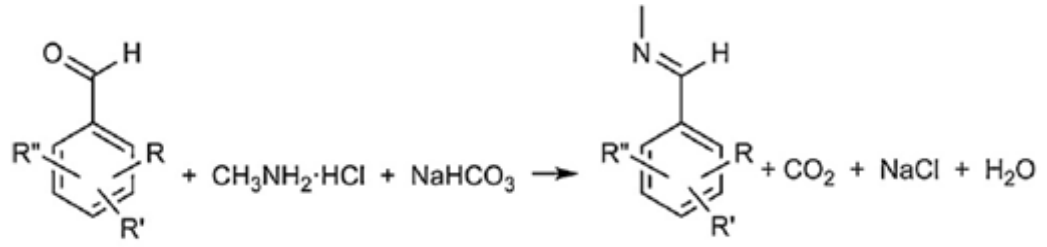
Çalışmada, salisilaldehit ve 4-aminofenol metanolde kondensasyon reaksiyonu ile bir basamakta sentezlenip, N- (4-hidroksi-fenil) -2-hidroksi-benzaldehyt-imin (HPHBI),  $C_{13}H_{11}NO_2$ ' nin sentezi, karakterasyonu ve potansiyel uygulaması hakkında bir çalışma yapılmıştır [42].



Şekil 1.20 : Salisilaldehit ve 4-aminofenol metanolde kondansasyon reaksiyonu.

### b. Aromatik aldehytlerin N-metil iminlerinin basit ve etkili tek kaplı çözücüsüz sentezi

Bu çalışmada, aromatik aldehytlerden N-metil iminlerin en az maliyetli ve en yüksek verime sahip olan reaksiyonu araştırılmıştır [43].



1 ve 2	R	R'	R''	1 ve 2	R	R'	R''
a	2-NO <sub>2</sub>	H	H	r	2-OMe	5-NO <sub>2</sub>	H
b	3-NO <sub>2</sub>	H	H	s	3-Br	5-Br	2-OMe
c	4-NO <sub>2</sub>	H	H	t	3-OMe	4-OMe	H
d	3-CN	H	H	u	3-OMe	4-OMe	5-OMe
e	4-CN	H	H	v	3-I	4-OMe	5-OMe
f	3-CHO	H	H	w	4-OCOMe	3-OMe	H
g	2-Cl	H	H	x	2-OCOMe	H	H
h	3-Cl	H	H	y	2-O <sup>i</sup> C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	H
i	4-Cl	H	H	z	2-O <sup>n</sup> C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	H	H
j	4-Br	H	H	aa	2-OH	H	H
k	H	H	H	ab	3-Br	5-Br	2-OH
l	2-Me	H	H	ac	2-OH	5-NO <sub>2</sub>	H
m	3-Me	H	H	ad	3-OH	4-OMe	H
n	4-Me	H	H	ae	4-OH	3-OMe	H
o	2-OMe	H	H	af	4-NMe <sub>2</sub>	H	H
p	3-OMe	H	H	ag	<b>kinolin-4-karbaldehit</b>		
q	4-OMe	H	H				

Şekil 1.21 : Sentezlenen moleküllerin süstitüe grupları.

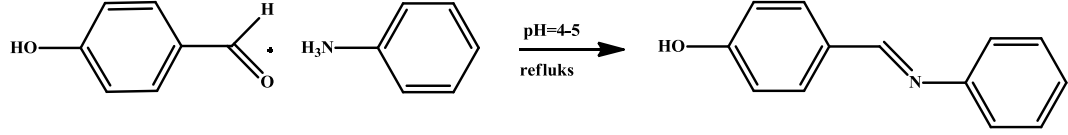
### c. İndol-3-karbonsaldehitin Schiff baz analoglarının sentezi, karakterizasyonu ve biyolojik aktivitesi

Bu çalışmada indol 3-karbonsaldehitin farklı L-amino asitlerle (histidin, glutamik asit, aspartik asit, lösin, valin) ve bazı aminofenollerle yoğunlaşma reaksiyonlarından elde edilen sekiz yeni heterosiklik Schiff bazları sentezlenmiş ve çeşitli spektroskopik yöntemlerle karakterize edilmiş (IR, MS, <sup>1</sup>HNMR) ve antimikrobiyal aktivitesi belirlenerek değerlendirilmiştir [44].

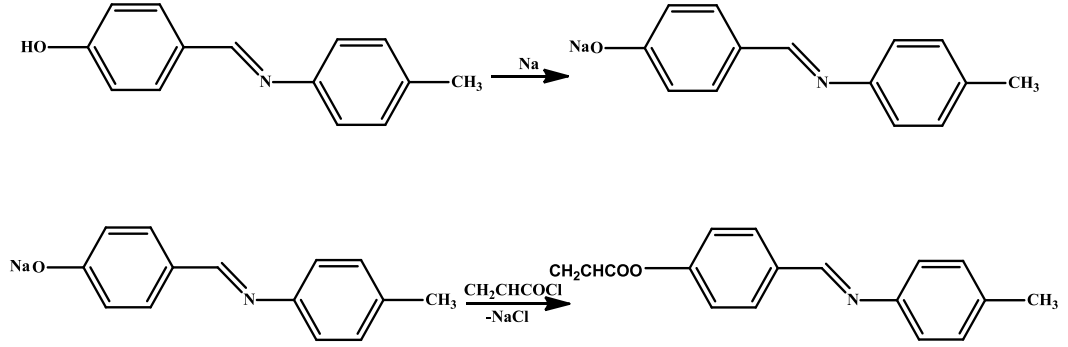
### d. Bazı yeni imin bileşiklerinin eldesi, spektroskopik özelliklerinin belirlenmesi ve inhibitör özelliklerinin incelenmesi

Çalışmada p-hidroksibenzenaldehit ve anilin, p-kloranilin, p-nitro anilin, p-metilanilin, p-aminobenzoik asit kullanılarak Schiff bazları ve bunların akriloid

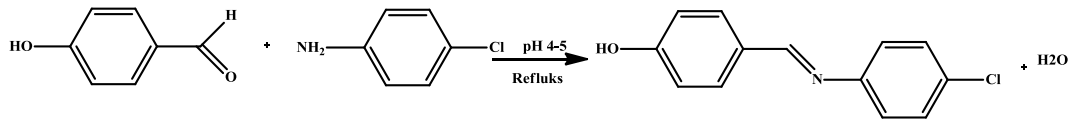
türevleri sentezlenerek bu schiff bazlarının akrilolil türevleri elde edilmiş karakterizasyonları yapılarak dönüşümlü voltametri ile inhibitör çalışmaları gerçekleştirilmiş ve H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve NaCl gibi çelik için oldukça korozif olan ortamlarda inhibitör olarak kullanılabilceği düşünülmüştür [45].



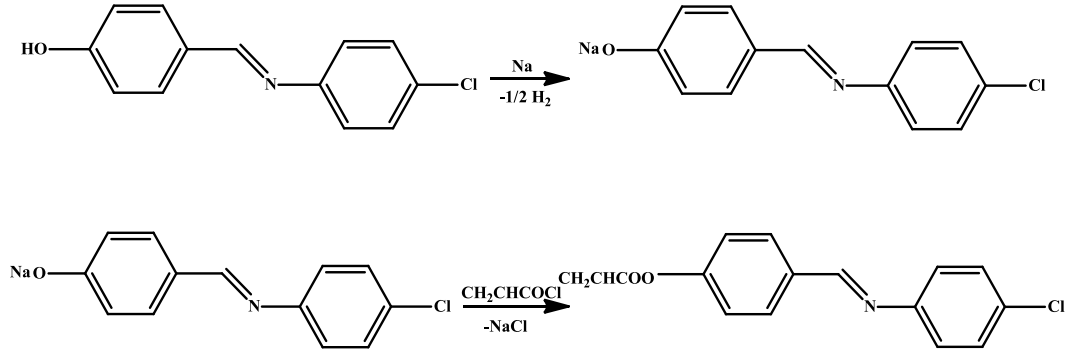
Şekil 1.22 : (E)-4-((fenilimino)metil)fenol.



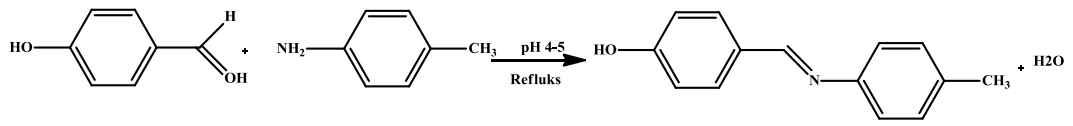
Şekil 1.23 : (E)-4-((fenilimino)metil)fenil akrilat (III).



Şekil 1.24 : (E)-4-((4-klorofenillimino)metil)fenol.



Şekil 1.25 : (E)-4-((4-klorofenilimino)metil)fenil akrilat (V).

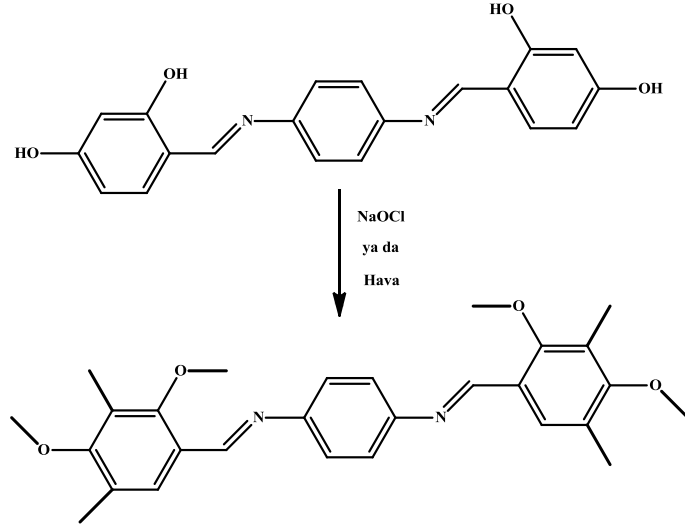


Şekil 1.26 : (E)-4 - ((p-tolilimino)metil)fenol.

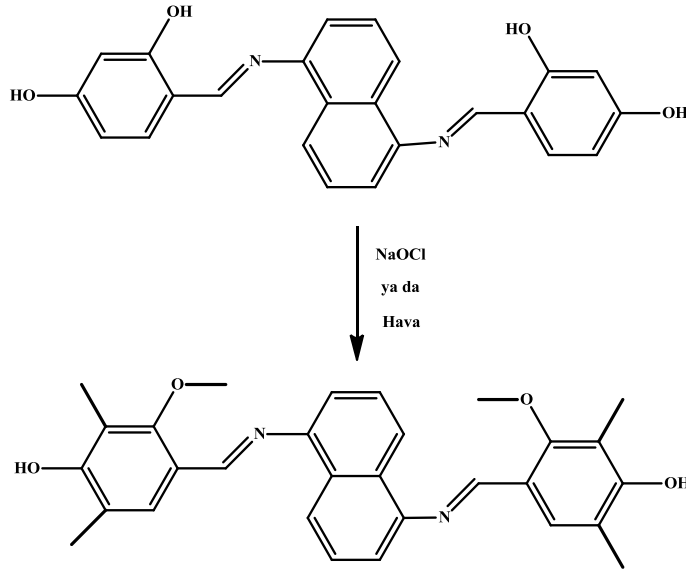
**e. Bazı aromatik amin bileşikleri ile 2,4-dihidroksi-benzaldehitin imin polimerinin sentezi ve karakterizasyonu**

2,4-Dihidroksi-Benzaldehit aromatik diaminler (1,4-diamino-benzen, naftalin 1,5-diamin ve 2,6-dikloro-benzen-1,4-diamin) ile kondenzasyon reaksiyonlarından iminler sentezlenip oksidatif polikondenzasyon ile imin polimerleri elde edilmiştir. Sentezlenen polimerlerin elektriksel iletkenlikleri ölçülmüş iletkenlik ölçümlerinde artış olduğu görülmüş ve bu polimerlerin opto-elektronik, elektronik uygulamalarda kullanılabileceği öngörülmüştür [46].





**Şekil 1.27 :** 4,4'-[1,4-fenilenbis(nitrimetilidin)]dibenzene-1,3-diol'ün sulu ortamda NaOCl ve hava ile sentezi.



**Şekil 1.28 :** Poli-4,4'-[naftalen-1,5-dibis(nitrimetilidin)]dibenzene-1,3-diol'ün bazık sulu ortamda NOCl çözültisi ve hava ile sentezi.

#### f. İmin bileşiklerinin eldesi, yapılarının aydınlatılması ve biyolojik aktivitelerinin incelenmesi

Çalışmada, etil 2-amino-6-metil-4,5,6,7-tetrahidrotieno[2,3-c]piridin-3-Karboksilat, 2-Amino-6-etil-4,5,6,7-tetrahidrotien[2,3-c]piridin-3-karbonitril bileşikleri sentezlenip salisilaldehit ve salisilaldehit türevleri ile Schiff bazı bileşikleri sentezlenmiş ve FT-IR, <sup>1</sup>H-NMR, ve <sup>13</sup>C-NMR ile karakterizasyonu

gerçekleştirilmiştir. UV-vis spektroskopisinde davranışları incelenmiş, sentezlenen Schiff bazlarının *Escherichia coli*, ATCC11230 ve *Bacillus subtilis* ATCC 6633 bakteri ve *Candida albicans* ATCC 10239 ve *Saccharomyces cerevisiae* TP-32 mayalarına etkileri incelenmiştir [47].

#### **g. 4-hidroksibenzaldehitin *Gastrodia elata* B1 sıçan beyinde antioksidasyon ve GABAerjik nöromodülasyonunda aktifliği**

Çalışmada sıçanlar üzerinde deneyler yapılmış, *G. elata* metanol ekstraktının eter fraksiyonu, pentilentetrazol (PTZ) tedavisinin neden olduğu iyileşme süresini ve şiddetini önemli ölçüde inhibe ettiği, *G. elata* metanol ekstresinin eter fraksiyonunun ise ön tedavi olarak PTZ ile tedavi edilen sıçanların subkonvulsif dozunda beyin GABA düzeyinin azalmasını başarıyla önlediği ve 4-hidroksibenzaldehidin GABAerjik nöromodülasyonunun antioksidasyon ve pozitif modülasyonunun, kısmen *G. elata* B1'in antiepileptik ve antikonvülsif aktivitesine katkıda bulunduğu sonucuna varılmıştır [48].

#### **h. Schiff baz geçiş metal komplekslerinin katalitik aktiviteleri**

Çalışmada kobalt (II), demir (II) iyonlarının piridil bis (imid) ve piridin bis (imin) kompleksleri, etilen ve propilenin polimerizasyonunda katalizör olarak kullanılmıştır. Zirkonyum, titanyum ve vanadyum ve Schiff baz kompleksleri olan nikel (II) ve paladyum (II) ' nin fenoksi-imin (FI) kompleksleri de, etilenin polimerizasyonunda katalizör olarak kullanılmıştır.

Metal iyonların Schiff baz kompleksleri, düşük sıcaklıkta halka açılı polimerizasyon işlemlerinde katalitik olmuştur. Schiff baz kompleksleri ayrıca sülfidlerin, tiyoanisollerin, aldehitlerin, fenol ve stirenin oksitlenmesini de katalize etmiştir.

Süper kritik karbon dioksit (ScCO<sub>2</sub>) içinde, polar çözücü varlığında Schiff baz kompleksleri aktif katalizör özelliği göstermiştir. Schiff baz kompleksleri, allilik alkilasyonları, hidrosilasyonu, hidrojen peroksidin ayrışmasını, izomerizasyonu ve bağlanma ve karbonilasyon reaksiyonlarını katalize etmekte önemli bir aktivite göstermiştir. Schiff bazı komplekslerinin yüksek termal ve

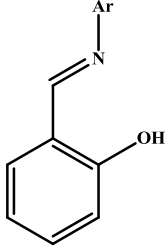
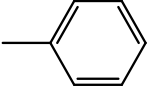
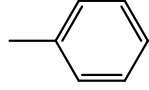
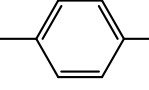
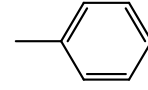
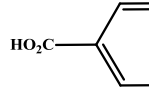
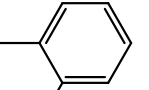
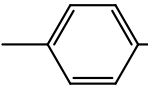
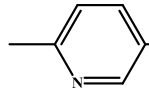
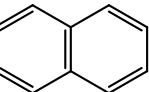
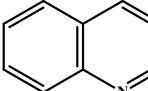
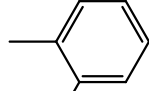
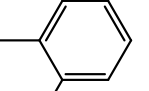
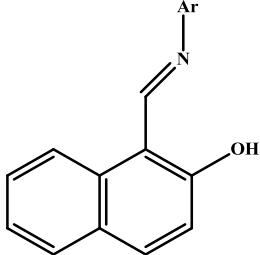
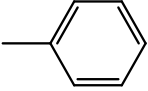
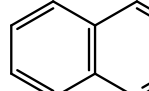
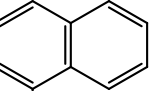
nem stabilitelerinden dolayı yüksek sıcaklıktaki reaksiyonlar için katalizör olarak uygulanabilecekleri söylenmiştir [49].

**i. Yapısal olarak ilişkili Schiff baz türevlerinin antipatojenik etkileri:  
Yapı-aktivite ilişkisi**

Çalışmada salisilidenbenzilamine ait on sekiz yapısal olarak ilişkili Schiff baz türevleri ve 2-hidroksi-1-naftiliden-benzilamin grupları hazırlanıp spektroskopik olarak karakterize edilmiş ve sentezlenen tüm bileşikler antibakteriyel ve antifungal aktivite için in vitro olarak taranmış ve bulgular sonucunda yeni ilaçların yapısal özellikleri ile biyolojik aktiviteleri arasında bir korelasyon bulunması bağlamında tartışılmıştır.

Çalışmada -Cl grubunu içeren bir bileşik sadece gram negatif bakterilere karşı etkilidir, ancak gram pozitif bakterilere karşı etkili değildir. -CH<sub>3</sub> veya -Br grubunun varlığında belirgin bir antibakteriyel veya antifungal aktivite gözlenmemiş, naftalin içeren bileşiklerin çoğunun, bakteriyel veya fungal patojenlere karşı gelişme geriliği göstermediği, anilin bölgesinde, sırasıyla, para veya orto pozisyonunda -OH veya -SH grubunun varlığı, tüm patojenler üzerinde artan inhibitör ilaç etkisi göstermiştir [50].

**Tablo 1.2 : Çalışmada Kullanılan Aromatik İmin Türevleri.**

Genel formül			
 Salisaldehytin Schiff bazı türevleri			
			
			
			
 2-hidroksi 1 -naftaldehit Schiff bazı türevleri			

**j. Suda çözünür bir kobalt (II) içeren dinitrojen Schiff baz ligand kompleksinin DNA bağlanması ve DNA parçalanması üzerinde çalışmaları: Metalin bağlanma modu üzerindeki etkisi**

Çalışmada Schiff bazı, SF, (SF  $\frac{1}{4}$  N, N0-bis {5 - [(trifenilfosfonyum klorür)metil]salisilandin}-ofenilenediamin) suda çözünür kobalt (II) kompleksinin, baldır timus DNA'sı ile bağlanması (CT- DNA) araştırılmıştır. Çoklu spektroskopik deneylerle, Co (II) kompleksinin SF'ye kıyasla bağlanma modlarının farklı olduğunu ortaya konmuş; SF, DNA baz çiftleri arasında interkalasyon yaparken Co (II) kompleksinin elektrostatik bağlanma modunda DNA ile etkileşime girebilmesinin daha yüksek ihtimalde olduğu söylenmiştir [51].

## **2. MATERİYAL**

### **2.1 Çalışmada Kullanan Kimyasal Maddeler**

Çalışmada kullanılan kimyasal hammaddeler Merck, Sigma-Aldrich ve Fluka firmalarından temin edilip saflaştırma işlemi uygulanmadan kullanılmıştır.

#### **2.1.1 Aminler**

Çalışmada kullanılan primer aminler 2-aminofenol (MA:109.13 g/mol), 4-aminofenol (MA:109.13 g/mol), o-toluidin (MA:107.9 g/mol) ve p-toluidin (MA:107.9 g/mol) olup Merk firmasından temin edilmiştir.

#### **2.1.2 Aldehitler**

Çalışmada kullanılan aldehitler salisaldehit (MA:122.12 g/mol), o-tolualdehit (MA:120.07 g/mol), m-tolualdehit (MA:120.07 g/mol) olup Merk firmasından temin edilmiştir.

#### **2.1.3 Diğer Kimyasallar**

Çalışmada katalizör olarak glasiyal asetik asit kullanılmış olup temini Merk firmasından, çözücü olarak ve saflaştırma aşamasında ise teknik ve analitik etanol, metanol, THF ve NMR ölçümlerinde kullanılan dietil eter dötöro kloroform Merck firmasından temin edilirken n-hegzan sigma-aldrich firmasından temin edilmiştir.

## **2.2 Sentez, Saflařtırma ve Karakterizasyon İřlemlerinde Kullanılan Cihazlar**

### **2.2.1 Sentez ve Saflařtırmada kullanılan Cihazlar**

Maddelerin tartım iřlemi Radwag Wagi Elektroniczne, AS 220/C/2 min.: 10 mg Max.: 220 mg d: 0.1 mg e: 1 mg T: - 220 g elektronik terazi yardımıyla yapılmıř olup ısıtıcı olarak MS-300HS kullanılmıřtır.

Reaksiyon sonrası çözücü fazlasını uzaklařtırmak için Buchı rotavapor R-200 markalı evaporatör kullanılmıřtır.

### **2.2.2 Karakterizasyon İřlemlerinde Kullanılan Cihazlar**

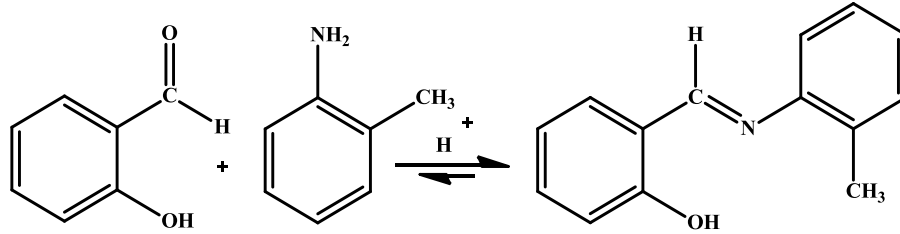
Karakterizasyon iřlemlerinde FT-IR Perkin-Elmer marka spektrum 65 modeli,NMR ölçümlerindeAgilent technologies marka 400 MHz'lik sıvı NMR spektroskopı cihazı, erime noktası tayininde Electrothermal Ia-9200 cihazı, İTK tabakası görüntüleme de ise Uvgl-58 handheld UV lambası, kırılma indisi tayininde ise Atoco Go LTD 63713 refraktometre kullanılmıřtır.

### 3. YÖNTEM

#### 3.1 Schiff Bazı Türevlerinin Sentezi

Çalışmadaki Schiff bazları süstitüe aromatik aminlerin süstitüe aromatik aldehitlerle kondensasyonuyla elde edilmiştir.

##### 3.1.1 Salisaldehit ve o-toluidinin İminleşme Reaksiyonu

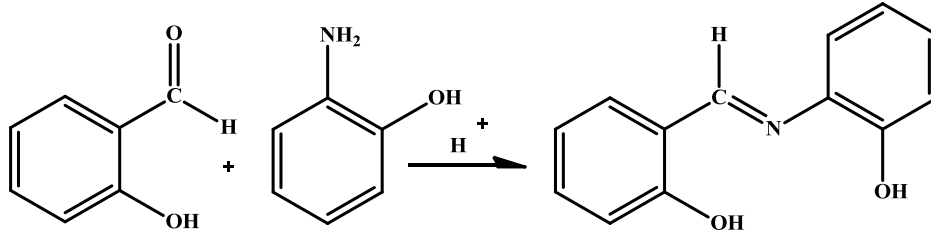


Şekil 3.1 : Salisaldehit ve o-toluidinin iminleşme reaksiyonu.

1.05 mL (0,01 mol) salisaldehit 250 mL'lik balona alınmış ve 20 mL etanolde çözülmüştür. 1,08 mL (0,01 mol) o-toluidin pipetle alınarak behere konulmuş ve 20 mL etanolde çözülmesi sağlanarak balondaki salisaldehit üzerine damla damla eklenmiştir. Ekleme işlemi yaklaşık 10-15 dakika sürüp renksiz olan çözelti amin eklendikçe sarıya dönmüş ve ardından 2 damla glasiyal asetik asit eklenmiştir. 80°C de manyetik karıştırıcıda 16 saat geri soğutucu altında reaksiyon devam etmiştir.

Reaksiyon tamamlandıktan sonra reaksiyon karışımından çözücü evaporasyonla uzaklaştırılmıştır. Ham ürün 10 mL etanol ile kristallendirilmeye bırakılmıştır. Oluşan kristaller süzülerek kurutulmuş, saflık kontrolü için İTK kullanılmış ve tek nokta gözlenmiştir. Ürünün ve giriş maddelerinin IR spektrumları alınarak karşılaştırılmıştır. Ayrıca ürünün <sup>1</sup>H NMR ve <sup>13</sup>C NMR spektrumları alınmıştır.

### 3.1.2 Salisaldehit ve 2-aminofenolün İminleşme Reaksiyonu



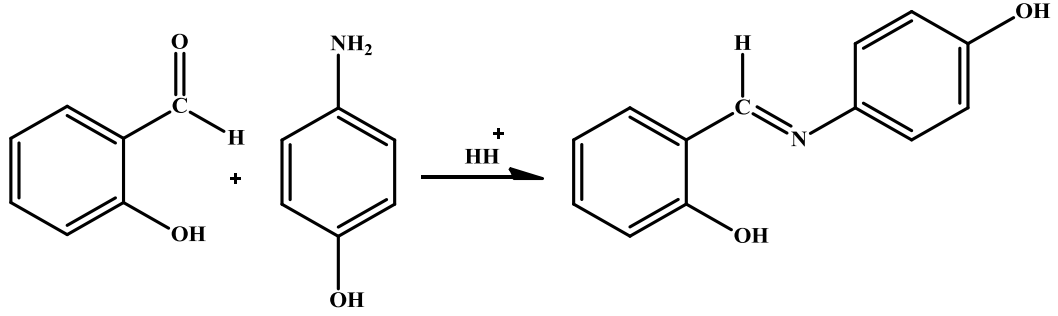
Şekil 3.2 : Salisaldehit ve 2-aminofenolün iminleşme reaksiyonu.

1.05 mL (0,01 mol) salisaldehit 250 mL'lik balona alınmış ve 20 mL etanolde çözülmüştür. 1,09 gram (0,01 mol) 2-aminofenol hassas terazi yardımıyla tartılarak 20 mL etanolde çözülmüş ve balondaki salisaldehit üzerine damla damla eklenmiştir. Ekleme işlemi yaklaşık 10-15 dakika sürüp renksiz olan çözelti amin eklendikçe turuncu-kırmızıya dönmüş ve ardından 2 damla glasiyal asetik asit eklenmiştir. 80°C de manyetik karıştırıcıda 16 saat geri soğutucu altında reaksiyon devam etmiştir.

Reaksiyon sonunda karışımından çözücü evapore edilerek uzaklaştırılmıştır. Ham ürün 10 mL metanolde çözülmüş, sıcak süzme yapılmış ve kristallendirmeye bırakılmıştır. Oluşan kristaller süzülerek kurutulmuş, saflık kontrolü için İTK kullanılmış ve tek nokta gözlenmiştir. Ürünün ve giriş maddelerinin IR spektrumları alınarak karşılaştırılmıştır. Ayrıca ürünün <sup>1</sup>HNMR ve <sup>13</sup>CNMR spektrumları alınmıştır.



### 3.1.3 Salisaldehit ve 4-aminofenolün İminleşme Reaksiyonu

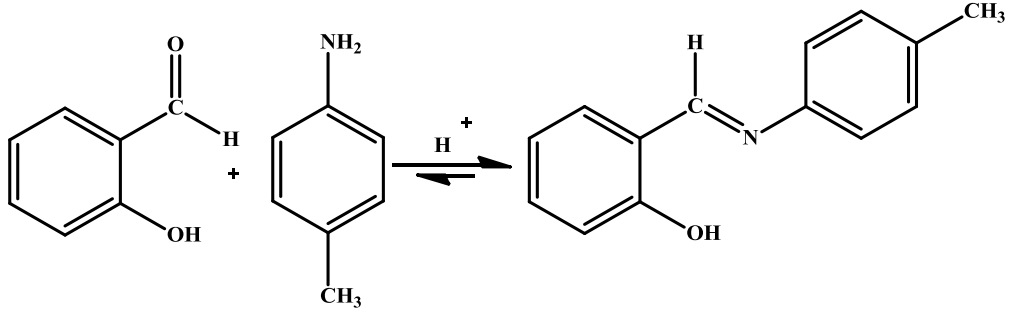


Şekil 3.3 : Salisaldehit ve 4-aminofenolün iminleşme reaksiyonu.

1.05 mL (0,01 mol) salisaldehit 20 mL etanolde çözülerek 250 mL'lik balona aktarılmıştır. 1,09 gram (0,01 mol) 4-aminofenol hassas terazi yardımıyla tartılıp 20 mL etanolde çözülmüş ve balondaki salisaldehit üzerine damla damla eklenmiştir. Ekleme işlemi yaklaşık 10-15 dakika sürmüş renksiz olan çözelti amin eklendikçe sarı-turuncu renge dönmeye başlamış ve ardından 2 damla glasiyal asetik asit eklenmiştir. 80°C de manyetik karıştırıcıda 16 saat geri soğutucu altında reaksiyon devam etmiştir.

Reaksiyon tamamlandıktan sonra reaksiyon karışımından çözücü evapore edilerek uzaklaştırılmıştır. Ham ürün 10 mL etanolde çözülmüş, sıcak süzme yapılmış ve kristallendirmeye bırakılmıştır. Oluşan kristaller süzülerek kurutulmuş, saflık kontrolü için İTK kullanılmış ve tek nokta gözlenmiştir. Ürünün ve giriş maddelerinin IR spektrumları alınarak karşılaştırılmıştır. Ayrıca ürünün <sup>1</sup>H NMR ve <sup>13</sup>C NMR spektrumları alınmıştır.

### 3.1.4 Salisaldehit ve p-toluidinin İminleşme Reaksiyonu

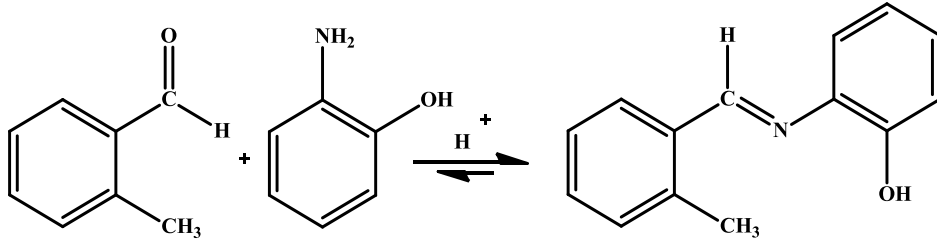


Şekil 3.4 : Salialdehit ve p-toluidinin iminleşme reaksiyonu.

1.05 mL (0,01 mol) salisaldehit 250 mL'lik balona alınmış ve 20 mL etanolde çözülmüştür. 1,09 gram (0,01 mol) 4-aminofenol hassas terazi yardımıyla tartılıp 20 mL etanolde çözülerek balona alınan salisaldehit üzerine damla damla eklenmiştir. Ekleme işlemi yaklaşık 10-15 dakika sürüp renksiz olan çözelti amin eklendikçe sarı-turuncu renge dönmüş ve ardından 2 damla glasiyal asetik asit eklenmiştir. 80°C de manyetik karıştırıcıda 16 saat geri soğutucu altında reaksiyon devam etmiştir.

Reaksiyon tamamlandıktan sonra reaksiyon karışımından çözücü evapore edilerek uzaklaştırılmıştır. Ham ürün 10 mL etanolde çözülmüş, sıcak süzme yapılmış ve kristallendirmeye bırakılmıştır. Oluşan kristaller süzülerek kurutulmuş, saflık kontrolü için İTK kullanılmış ve tek nokta gözlenmiştir. Ürünün ve giriş maddelerinin IR spektrumları alınarak karşılaştırılmıştır. Ayrıca ürünün <sup>1</sup>H NMR ve <sup>13</sup>C NMR spektrumları alınmıştır.

### 3.1.5 o-tolualdehit ve 2-aminofenolün İminleşme Reaksiyonu

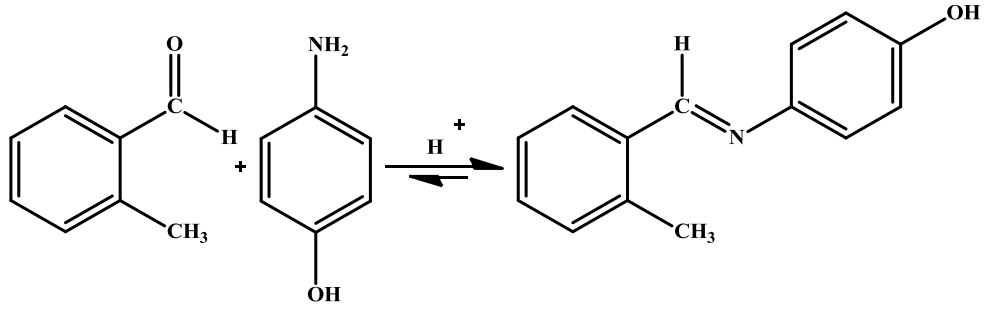


Şekil 3.5: o-tolualdehit ve 2-aminofenolün iminleşme reaksiyonu.

1.16 mL (0,01 mol) o-tolualdehit 250 mL'lik balona alınmış ve 20 mL etanolde çözülmüştür. 1,09 gram (0,01 mol) 2-aminofenol 20 mL etanol'de çözümlenerek balondaki o-tolualdehit üzerine damla damla eklenmiştir. Ekleme işlemi yaklaşık 10-15 dakika sürmüş ve renksiz olan çözelti amin eklendikçe koyu sarı-turuncu renge dönmeye başlamış ve ardından 2 damla glasiyal asetik asit eklenmiştir. 80°C de manyetik karıştırıcıda 16 saat geri soğutucu altında reaksiyon devam etmiştir.

Reaksiyon tamamlandıktan sonra reaksiyon karışımından çözücü evapore edilerek uzaklaştırılmıştır. Ham ürün 10 mL metanolde çözülmüş, sıcak süzme yapılmış ve kristallendirmeye bırakılmıştır. Oluşan kristaller süzülerek kurutulmuş, saflık kontrolü için İTK kullanılmış ve tek nokta gözlenmiştir. Ürünün ve giriş maddelerinin IR spektrumları alınarak karşılaştırılmıştır. Ayrıca ürünün <sup>1</sup>H NMR ve <sup>13</sup>C NMR spektrumları alınmıştır.

### 3.1.6 o-tolualdehit ve 4-aminofenolün İminleşme Reaksiyonu

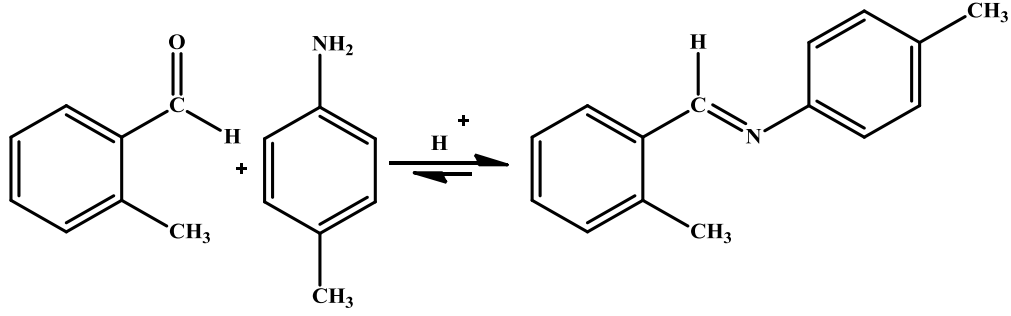


Şekil 3.6 : o-tolualdehit ve 4-aminofenolün iminleşme reaksiyonu.

1.16 mL (0,01 mol) o-tolualdehit 250 mL'lik balon içerisinde üzerine 20 mL etanol eklenerek çözülmesi sağlanmıştır. 1,09 gram (0,01 mol) 4-aminofenol tartılarak 20 mL etanolde çözülmüş ve balondaki o-tolualdehit üzerine damla damla eklenmeye başlanmıştır. Ekleme işlemi yaklaşık 10-15 dakika sürmüş renksiz olan çözelti amin eklendikçe sarı-turuncu renge dönmeye başlamış, ardından 2 damla glasiyal asetik asit eklenmiştir. 80°C de manyetik karıştırıcıda 16 saat geri soğutucu altında reaksiyon devam etmiştir. Çözeltinin rengi turuncu-kahverengiye dönmüştür.

Reaksiyon tamamlandıktan sonra reaksiyon karışımından çözücü evapore edilerek uzaklaştırılmıştır. Ham ürün 10 mL etanolde çözülmüş, sıcak süzme yapılmış ve kristallendirmeye bırakılmıştır. Oluşan kristaller süzülerek kurutulmuş, saflık kontrolü için İTK kullanılmış ve tek nokta gözlenmiştir. Ürünün ve giriş maddelerinin IR spektrumları alınarak karşılaştırılmıştır. Ayrıca ürünün <sup>1</sup>H NMR ve <sup>13</sup>C NMR spektrumları alınmıştır.

### 3.1.7 o-toluadehit ve p-toluidinin İminleşme Reaksiyonu

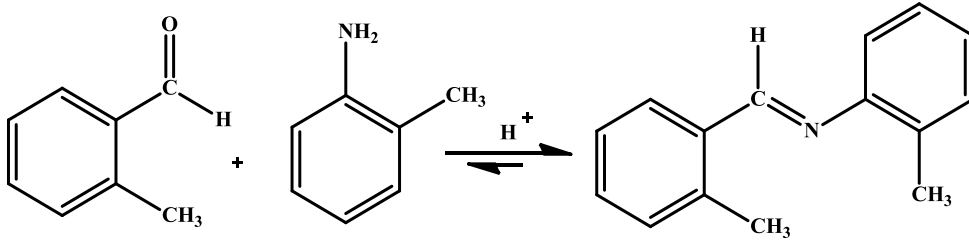


Şekil 3.7: o-tolualdehit ve p-toluidinin iminleşme reaksiyonu.

1.16 mL (0,01 mol) o-tolualdehit üzerine 10 mL THF eklenerek 250 mL'lik balona aktarılmıştır. 1,09 gram (0,01 mol) p-toluidin hassas terazi yardımıyla tartılmış 20 mL THF'de çözünerek balondaki o-tolualdehit üzerine damla damla eklenmiştir. Ekleme işlemi yaklaşık 10 dakika sürmüş renksiz olan çözelti amin eklendikçe sarı renge dönmüş, ardından 2 damla glasiyal asetik asit eklenmiştir. 70°C de manyetik karıştırıcıda 22 saat geri soğutucu altında reaksiyon devam etmiştir.

Reaksiyon tamamlandıktan sonra reaksiyon karışımından çözücü evapore edilerek uzaklaştırılmıştır. Ham ürün 10 mL THF'de çözülmüş, sıcak süzme yapılmış ve kristallendirmeye bırakılmıştır. Oluşan kristaller süzülerek kurutulmuş, saflık kontrolü için İTK kullanılmış ve tek nokta gözlenmiştir. Ürünün ve giriş maddelerinin IR spektrumları alınarak karşılaştırılmıştır. Ayrıca ürünün <sup>1</sup>H NMR ve <sup>13</sup>C NMR spektrumları alınmıştır.

### 3.1.8 o-tolualdehit ve o-toluidinin İminleşme Reaksiyonu

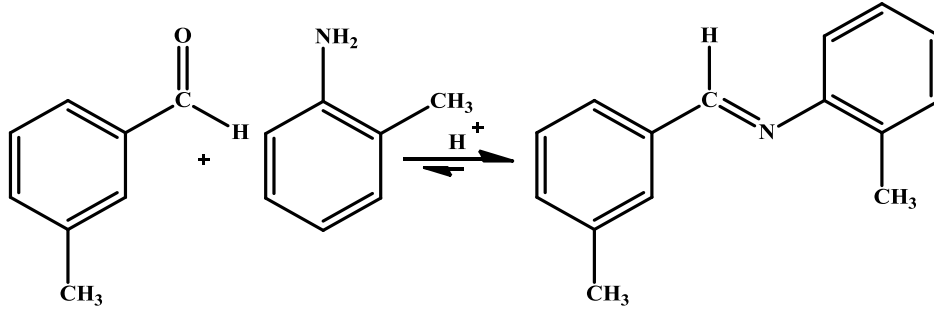


Şekil 3.8 : o-tolualdehit ve o-toluidinin iminleşme reaksiyonu.

1.16 mL (0,01 mol) o-tolualdehit 250 mL'lik balona alınmış ve 20 mL etanolde çözülmüştür. 1,08 mL (0,01 mol) o-toluidin 20 mL THF'de çözülmüş ve balondakio-tolualdehit üzerine damla damla eklenmiştir. Ekleme işlemi yaklaşık 15 dakika sürüp renksiz olan çözelti amin eklendikçe sarı-turuncu renge dönmeye başlamış ve ardından 2 damla glasiyal asetik asit eklenmiştir. 70°C de manyetik karıştırıcıda 25 saat geri soğutucu altında reaksiyon devam etmiştir.

Reaksiyon tamamlandıktan sonra reaksiyon karışımından çözücü evapore edilerek uzaklaştırılmıştır. Ham ürün 10 mL THF'de çözülmüş, sıcak süzme yapılmış ve kristallendirmeye bırakılmıştır. Oluşan kristaller süzülerek kurutulmuş, saflık kontrolü için İTK kullanılmış ve tek nokta gözlenmiştir. Ürünün ve giriş maddelerinin IR spektrumları alınarak karşılaştırılmıştır. Ayrıca ürünün <sup>1</sup>H NMR ve <sup>13</sup>C NMR spektrumları alınmıştır.

### 3.1.9 m-tolualdehit ve o-toluidinin İminleşme Reaksiyonu

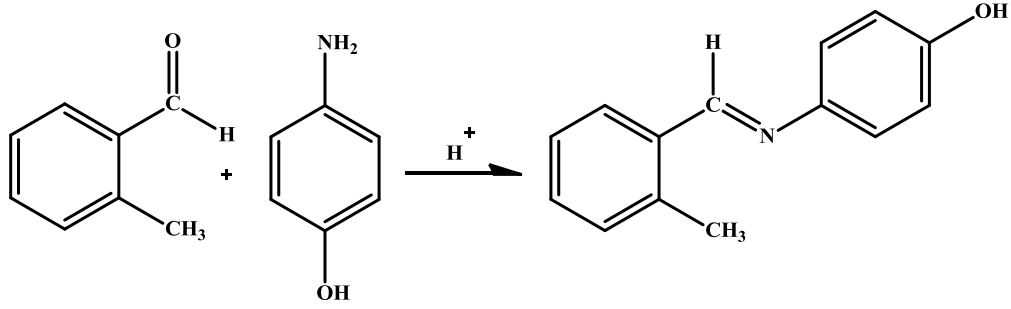


Şekil 3.9 : m-tolualdehit ve o-toluidinin iminleşme reaksiyonu.

1.18 mL (0,01 mol) m-tolualdehit alınarak üzerine 20 mL etanol eklenip bir reaksiyon balonu içinde çözülmüştür. 1,08 mL (0,01 mol) o-toluidin 20 mL etanolde çözülen balondaki m-tolualdehit üzerine damla damla eklenmiştir. Ekleme işlemi yaklaşık 10-15 dakika sürmüştür ve ardından 2 damla glasiyal asetik asit eklenmiştir. 80°C de manyetik karıştırıcıda 24 saat geri soğutucu altında reaksiyon devam etmiştir.

Madde sıvı olduğu için kristallendirme gerçekleşmemiştir ve saflaştırma için maddeye su ve dietileterle ekstraksiyon işlemi uygulanmıştır. Madde 20 mL dietileterle çözümlenip ayırma hunisine alınmış üzerine 2-3 mL saf su eklenip çalkalanmış ve fazlar ayrıldığında sulu kısım atılmıştır. Aynı işlem 4 defa tekrar edilmiş ve eterli faz evapore edilmiştir. Oluşan ürün saflık kontrolü için İTK kullanılmış ve tek nokta gözlemlenmiştir. Ürünün giriş maddeleriyle birlikte IR spektrumları alınarak karşılaştırılmış ve ayrıca <sup>1</sup>HNMR ve <sup>13</sup>CNMR spektrumları alınmıştır.

### 3.1.10 m-tolualdehit ve 4-aminofenolün İminleşme Reaksiyonu



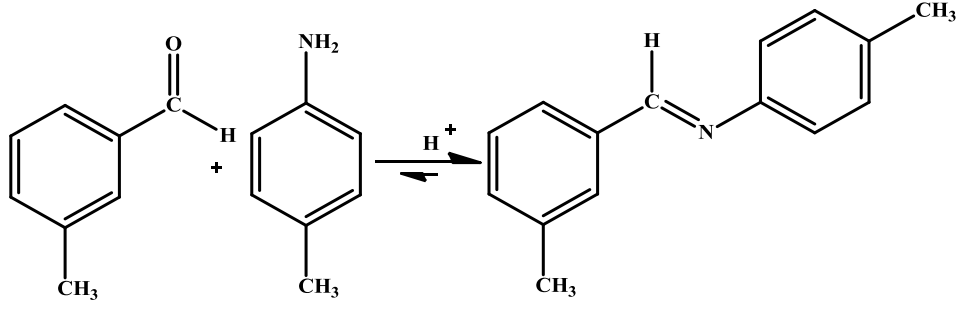
Şekil 3.10 : m-tolualdehit ve 4-aminofenolün iminleşme reaksiyonu.

1.18 mL (0,01 mol) m-tolualdehit alınarak üzerine 10 mL THF eklenerek 250 mL'lik balonda çözülmüştür. 1,09 gram (0,01 mol) 4-aminofenol hassas terazi yardımıyla tartılmış 20 mL THF'de çözünerek balondaki m-tolualdehit üzerine damla damla eklenmiştir. Ekleme işlemi yaklaşık 10 dakika sürmüş, renksiz olan çözelti amin eklendikçe sarı-turuncu renge dönmeye başlamış ve ardından 2 damla glasiyal asetik asit eklenmiştir. 60 °C de manyetik karıştırıcıda 15 saat geri soğutucu altında reaksiyon devam etmiştir.

Reaksiyon tamamlandıktan sonra reaksiyon karışımından çözücü evapore edilerek uzaklaştırılmıştır. Ham ürün 15 mL etanol + 5 mL Hegzan karışımında çözülmüş, sıcak süzme yapılmış ve kristallendirmeye bırakılmıştır. Oluşan kristaller süzülerek kurutulmuş, saflık kontrolü için İTK kullanılmış ve tek nokta gözlenmiştir. Ürünün ve giriş maddelerinin IR spektrumları alınarak karşılaştırılmıştır. Ayrıca ürünün <sup>1</sup>H NMR ve <sup>13</sup>CNMR spektrumları alınmıştır.



### 3.1.11 m-tolualdehit ve p-toluidinin İminleşme Reaksiyonu



Şekil 3.11 : m-tolualdehit ve p-toluidinin iminleşme reaksiyonu.

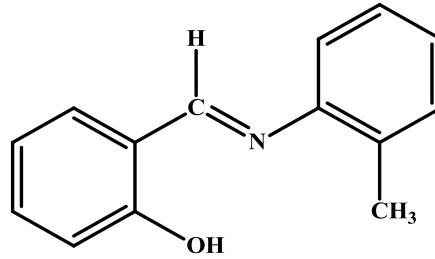
1.18 mL (0,01 mol) m-tolualdehit alınarak uygun bir reaksiyon balonuna aktarılmış ve üzerine 10 mL etanol eklenerek çözülmesi sağlanmıştır. 1,08 gram (0,01) mol p-toluidin tartılarak 20 mL etanolde çözünerek balondaki m-tolualdehit üzerine damla damla eklenmiştir. Ekleme işlemi yaklaşık 10 dakika sürmüş, renksiz olan çözelti amin eklendikçe sarı-turuncu renge dönmeye başlamış ve ardından 2 damla glasiyal asetik asit eklenmiştir. 80°C de manyetik karıştırıcıda 15 saat geri soğutucu altında reaksiyon devam etmiştir.

Reaksiyon karışımından çözücü evapore edilmiştir. Madde sıvı olduğu için kristallenme gerçekleşmemiştir ve saflaştırma için maddeye su ve dietileterle ekstraksiyon işlemi uygulanmıştır. Madde 20 mL dietileterle çözülüp ayırma hunisine alınmış üzerine 2-3 mL saf su eklenip çalkalanmış ve fazlar ayrıldığında sulu kısım atılmıştır. Aynı işlem 4 defa tekrar edilmiş ve eterli faz evapore edilmiştir. Oluşan ürün saflık kontrolü için İTK kullanılmış ve tek nokta gözlemlenmiştir. Ürünün giriş maddeleriyle birlikte IR spektrumları alınarak karşılaştırılmış ve ayrıca <sup>1</sup>HNMR ve <sup>13</sup>CNMR spektrumları alınmıştır.

## 4. BULGULAR

Sentezlenen 2-((o-toliimino)metil)fenol (**2-tmf**), 2-((2-hidroksibenziliden)amino)fenol (**2-hbaf**), 2-(((4-hidroksifenil)imino)metil)fenol (**2-hfimf**), 2-((p-tolilimino)metil)fenol (**2-timf**), 2-((2-metilbenziliden)amino)fenol (**2-mbaf**), 4-((2-metilbenziliden)amino)fenol (**4-mbaf**), 4-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin(**4-2mmba**), 2-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin (**2-2mmba**), 2-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (**2-3mmba**), 4-((3-metilbenziliden)amino)fenol(**4-3mbaf**),4-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (**4-3mmba**)iminlerinin yapı tayini FT-IR, Erime Noktası, Kırılma İndisi ve  $^{13}\text{C}$ -NMR ve  $^1\text{H}$ -NMR ile gerçekleştirilmiştir.

### 4.1 2-((o-toliimino)metil)fenol (2-tmf) Bileşiğinin Spektral Verileri

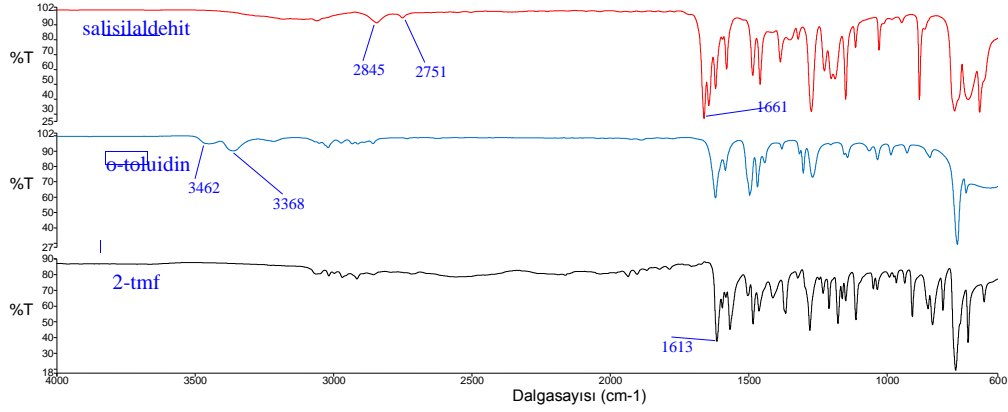


Şekil 4.1 : 2-((o-toliimino)metil)fenol (2-tmf) bileşiği.

2-((o-toliimino)metil)fenol bileşiğinin erime noktası 49 °C bulunmuştur, FT-IR ve  $^{13}\text{C}$ -NMR ve  $^1\text{H}$ -NMR spektrumları alınmıştır.

#### 4.1.1 FT-IR Analizi

2-tmf bileşiğinin ve giriş maddelerinin IR'leri alınarak karşılaştırma yapılmıştır.



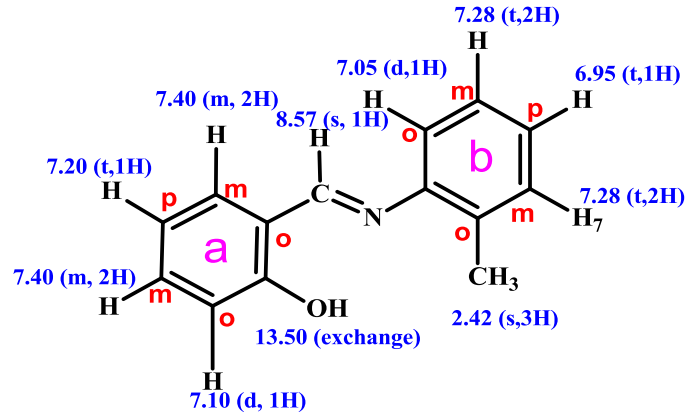
Şekil 4.1: Salisaldehit, o-toluidin ve 2-tmf bileşiğinin IR spektrumları.

- 1) Salisaldehitin karakteristik C=O grubunun gerilme titreşiminden kaynaklı bant  $1661 \text{ cm}^{-1}$ de çıkmıştır. Ayrıca salisaldehitin  $2751\text{-}2845 \text{ cm}^{-1}$  de aldehit C-H gerilme titreşimi görülmektedir.
- 2) o-toluidinin  $\text{-NH}_2$  grubunun simetrik ve asimetrik gerilmelerinden kaynaklanan titreşimler  $3368\text{-}3462 \text{ cm}^{-1}$  de olduğu görülmüştür.
- 3) Sentezlenen imin bileşiği 2-tmf'nin C=N imin grubuna ait titreşiminin  $1613 \text{ cm}^{-1}$  çıktığı gözlenmiştir. Reaksiyon sonrasında üründe giriş maddelerinin fonksiyonel grupları C=O ve  $\text{-NH}_2$  titreşimlerine rastlanmamıştır.

#### 4.1.2 $^1\text{H-NMR}$ ve $^{13}\text{C-NMR}$ Analizleri

Sentezlenen bileşik dötöro kloroform ( $\text{CDCl}_3$ ) ile çözülerek  $^{13}\text{C-NMR}$  ve  $^1\text{H-NMR}$  spektrumu alınmıştır.

## <sup>1</sup>H-NMR Analizi



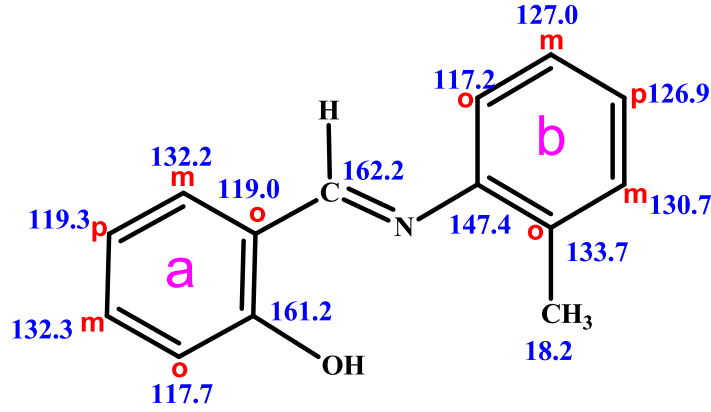
Şekil 4.2 : 2-tmf bileşiği <sup>1</sup>H-NMR sinyalleri.

<sup>1</sup>H NMR (δ, ppm): 2.42 (s, 3H) / 6.95 (t, 1H) / 7.05 (d, 1H) / 7.10 (d, 1H) / 7.20 (t, 1H) / 7.28 (t, 2H) / 7.40 (m, 2H) / 8.57 (s, 1H) / 13.50 (exchange)

<sup>1</sup>H NMR spektrumu incelendiğinde 8 adet aromatik hidrojen sinyali 6.95-7.40 ppm aralığında gözlenmiştir. a halkasındaki -OH grubunun (mezomerik etki) orto ve meta yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojen 7.10 ppm de ikiye yarılmış bir sinyal gözlenmiştir, -OH grubuna göre p konumundaki H 7.20 ppm de üçlü yarılmış sinyal vermiştir. Meta konumundaki hidrojenler 7.40 ppm de çoklu yarılma olarak gözlenmiştir. -OH grubunun halkaya mezomerik olarak elektron sağlaması halkadaki H sinyallerinin farklı kimyasal kayma değerlerinde çıkmasına neden olmuştur.

b halkasına bağlı N atomunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojen 7.05 ppm de ve ikili yarılma, meta konumundaki hidrojenler 7.28 ppm de ve üçlü yarılma, p konumundaki hidrojen ise 6.95 ppm de üçlü yarılma şeklinde gözlenmiştir. İmin karbonuna ait hidrojenin sinyali de 8.57 ppm de gözlenmiş ve hidrojen atomunun bağlı olduğu karbon atomuna komşu karbon atomlarında hidrojen atomu bulunmadığı için tekli sinyal gözlenmiş, metil karbonu hidrojenleri ise 2.42 ppm de ve tekli yarılma gözlenmiştir. Oksijen atomuna bağlı hidrojen atomu ise 13.50 ppm de gözlenmiştir. <sup>1</sup>H NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

### $^{13}\text{C}$ -NMR Analizi

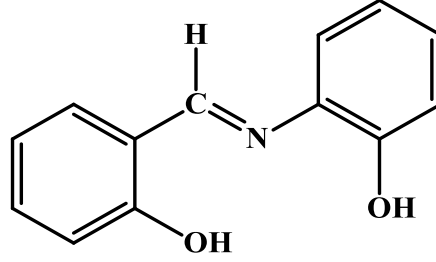


Şekil 4.3 : 2-tmf bileşiği  $^{13}\text{C}$ -NMR sinyalleri.

$^{13}\text{C}$  NMR ( $\delta$ , ppm): 18.2 / 117.2 / 117.7 / 119.0 / 119.3 / 126.9 / 127.0 / 130.7 / 132.2 / 132.3 / 133.1 / 147.4 / 161.2 / 162.2

$^{13}\text{C}$ -NMR spektrumu incelendiğinde 12 adet aromatik karbon sinyali gözlenmiştir.  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumunda aromatik karbon sinyalleri 117.2-161.2 ppm aralığında görülmektedir. a halkasında -OH grubunun (mezomerik etki) orto ve meta yönlendirmesinden dolayı orto konumda bulunan karbonlar 117.7 ve 119.0 ppm de gözlenmiştir (119.0 gözlenen karbona bağlı hidrojen bulunmadığı için 117.7'de bulunan karbona göre daha yüksek kimyasal kayma değerinde gözlenmiştir). Para konumunda bulunan karbon 119.3 ppm de gözlenirken meta konumunda bulunan karbonlar ise 132.3 ve 132.2 ppm de gözlenmiştir. -OH grubunun bağlı olduğu a halkasındaki karbon atomu 161.2 ppmde gözlenmiştir. b halkasına bağlı N atomunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesi gözlemlenmektedir. Orto konumundaki karbon atomu alkil grubunun elektron sağlamasından ve bağlı olduğu karbon atomunda karbon bulunmamasından dolayı 133.7 ppm'de ve diğer orto konumundaki karbon 117.2 ppm de gözlenmiştir. Para konumundaki karbon 126.9 ppm de, meta konumundaki karbonlar 127.0 ve 130.7 ppm de (-CH<sub>3</sub> grubunun elektron sağlamasından dolayı), metil grubunun halkaya bağlı olduğu karbon atomu 133.7 ppm de, metil karbonu sinyali 18.2 ppm de ve imin (C=N) grubunun karbon sinyalini 162.2 ppm de gözlenmiştir.  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

## 4.2 2-((2-hidroksibenziliden)amino)fenol (2-hbaf) Bileşiğinin Spektral Verileri

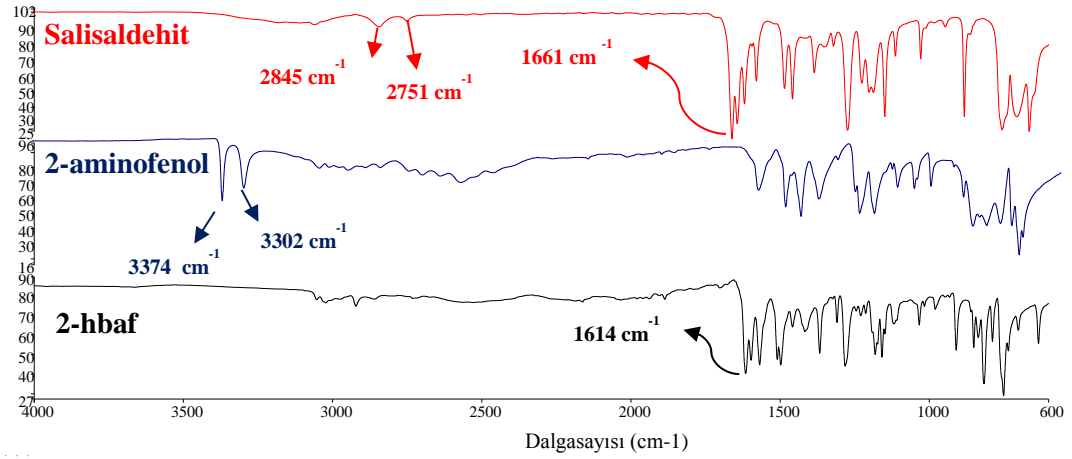


Şekil 4.4: 2-((2-hidroksibenziliden)amino)fenol (2-hbaf) bileşiği.

2-((2-hidroksibenziliden)amino)fenol bileşiğinin erime noktası 188.2 °C bulunmuştur, FT-IR ve <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.

### 4.2.1 FT-IR Analizi

2-hbaf bileşiğinin ve giriş maddelerinin IR'leri alınarak karşılaştırma yapılmıştır.



Şekil 4.5 : Salisaldehyt, 2-aminofenol ve 2-hbaf bileşiğinin IR spektrumları.

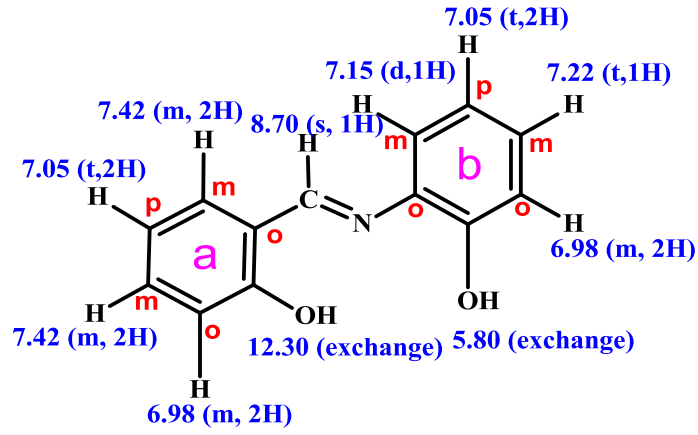
- 1) Salisaldehyt'in karakteristik C=O grubunun gerilme titreşiminden kaynaklı bant 1661 cm<sup>-1</sup>'de çıkmıştır. Ayrıca salisaldehyt'in 2751-2845 cm<sup>-1</sup> de aldehit C-H gerilme titreşimi görülmektedir.
- 2) 2-aminofenolün -NH<sub>2</sub> grubunun simetrik ve asimetrik gerilmelerinden kaynaklanan titreşimler 3374-3302 cm<sup>-1</sup> de olduğu görülmüştür.

- 3) Sentezlenen imin bileşiği 2-hbaf'ın C=N imin grubuna ait titreşiminin 1614 cm<sup>-1</sup> de çıktığı gözlenmiştir. Reaksiyon sonrasında üründe giriş maddelerinin fonksiyonel grupları C=O ve -NH<sub>2</sub> titreşimlerine rastlanmamıştır.

#### 4.2.1 <sup>1</sup>H-NMR ve <sup>13</sup>C-NMR Analizleri

Sentezlenen bileşik dötöro kloroform (CDCl<sub>3</sub>) ile çözülerek <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumu alınmıştır.

##### <sup>1</sup>H-NMR Analizi



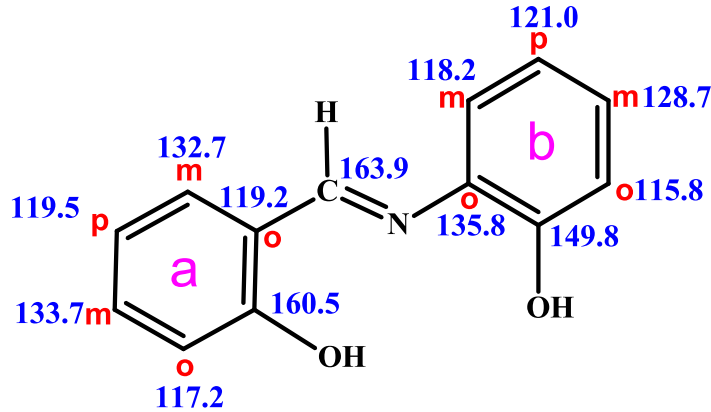
Şekil 4.6: 2-hbaf bileşiği <sup>1</sup>H-NMR sinyalleri.

<sup>1</sup>H NMR (δ, ppm): 6.98 (m, 2H) / 7.05 (t, 2H) / 7.15 (d, 1H) / 7.22 (t, 1H) / 7.42 (m, 2H) / 8.70 (s, 1H) / 5.80 (exchange) / 12.30 (exchange)

<sup>1</sup>H NMR spektrumu incelendiğinde 8 adet aromatik hidrojen sinyali 6.98-7.42 ppm aralığında gözlenmiştir. a halkasındaki -OH grubunun (mezomerik etki) orto ve meta yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojen 6.98 ppm de çoklu yarımla göstermiştir (molekül simetrisi mevcuttur), -OH grubuna göre p konumundaki hidrojen 7.05 ppm de üçlü yarımlı sinyal vermiştir. Meta konumundaki hidrojenler 7.42 ppm de çoklu yarımla olarak gözlenmiştir. -OH grubunun halkaya mezomerik olarak elektron sağlaması halkadaki hidrojen sinyallerinin farklı kimyasal kayma değerlerinde çıkmasına neden olmuştur.

b halkasındaki –OH grubunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki H 6.98 ppm de ve çoklu yarımla gözlenmiş (molekül simetrisi mevcuttur), meta konumundaki hidrojenler 7.22 ppm de üçlü yarımla ve 7.15 ppm de ikili yarımla gözlenmiştir, meta konumundaki hidrojenlerin farklı sinyaller vermesi ise halkaya bağlı N atomunun mezomerik etkisinden kaynaklanmıştır. Para konumundaki H ise 7.05 ppm de üçlü yarımla gözlenmiştir ve yine aynı şekilde molekül simetrisi mevcuttur. İmin karbonuna ait hidrojenin sinyali de 8.70 ppm de ve hidrojen atomunun bağlı olduğu karbon atomuna komşu karbon atomlarında hidrojen atomu bulunmadığı için tekli sinyal gözlenmiştir. Oksijen atomuna bağlı hidrojenler ise 12.30 ve 5.80 ppm de gözlenmiştir. <sup>1</sup>H NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

#### <sup>13</sup>C-NMR Analizi



Şekil 4.7: 2-hbaaf bileşiği <sup>13</sup>C-NMR sinyalleri

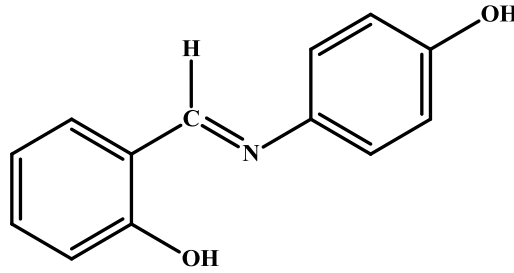
<sup>13</sup>C NMR ( $\delta$ , ppm): 115.8 / 117.2 / 118.2 / 119.2 / 119.5 / 121.0 / 128.7 / 133.7 / 135.8 / 149.8 / 160.5 / 163.9

<sup>13</sup>C-NMR spektrumu incelendiğinde 12 adet aromatik karbon sinyali gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR spektrumunda aromatik karbon sinyalleri 115.8-160.5 ppm aralığında görülmektedir. a halkasında –OH grubunun (mezomerik etki) orto ve meta yönlendirmesinden dolayı orto konumunda bulunan karbonlar 117.2 ve 119.2 ppm de gözlenmiştir (119.2 ppm de gözlenen karbona bağlı hidrojen bulunmadığı için 117.2 ppm de bulunan karbona göre daha yüksek kimyasal



kayma deęerinde gözlenmiştir). Para konumunda bulunan karbon 119.5 ppm'de gözlenirken meta konumunda bulunan karbonlar ise 133.7 ve 132.7 ppm de gözlenmiştir. –OH grubunun a halkasına baęlı olduęu karbon atomu ise 160.5 ppm de gözlenmiştir. b halkasındaki –OH grubunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesi gözlemlenmektedir. Orto konumundaki karbonlar 135.8 ppm de ve dięer orto konumundaki karbon 115.8 ppmde gözlenmiştir (halkaya baęlı azot atomunun mezomerik etkisi ve orto konumda bulunan karbona hidrojen atomu baęlı olmadığı için orto konumda bulunan hidrojen atomlarında farklı kimyasal kayma deęerleri gözlenmiştir). Para konumundaki karbon 121.0 ppm de, meta konumundaki karbonlar 118.2 ve 128.7 ppm de (N atomunun mezomerik etkisinden dolayı farklı kimyasal kayma deęerlerinde) gözlenmiştir. -OH grubunun b halkasına baęlı olduęu karbon atomu 149.8 ppm de, imin (C=N) grubunun karbon sinyalinin 163.9 ppm de gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

#### 4.3 2-(((4-hidroksifenil)imino)metil)fenol (2-hfifm) Bileşiminin Spektral Verileri

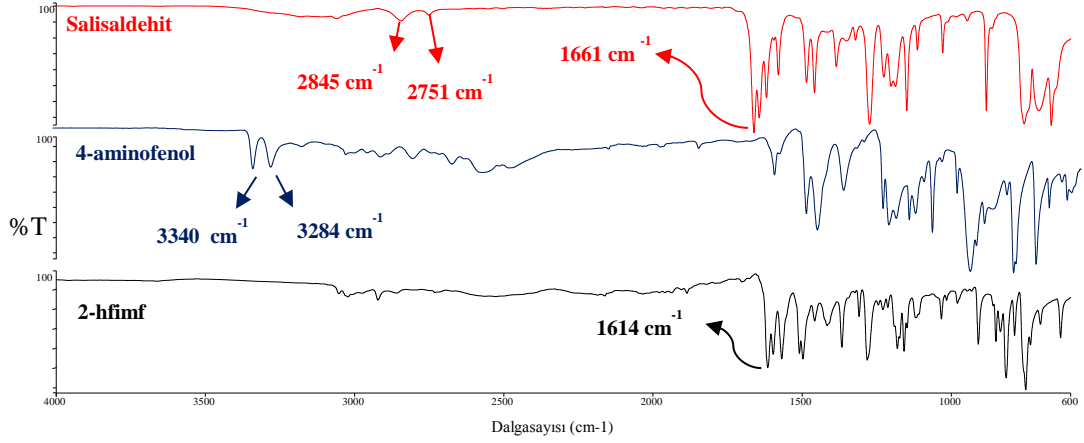


Şekil 4.8 : 2-(((4-hidroksifenil)imino)metil)fenol (2-hfifm) bileşięi.

2-(((4-hidroksifenil)imino)metil)fenol bileşiminin erime noktası 137.8 °C bulunmuştur, FT-IR ve <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.

### 4.3.1 FT-IR Analizi

2-hfımıf bileşiminin ve giriş maddelerinin IR'leri alınarak karşılaştırma yapılmıştır.



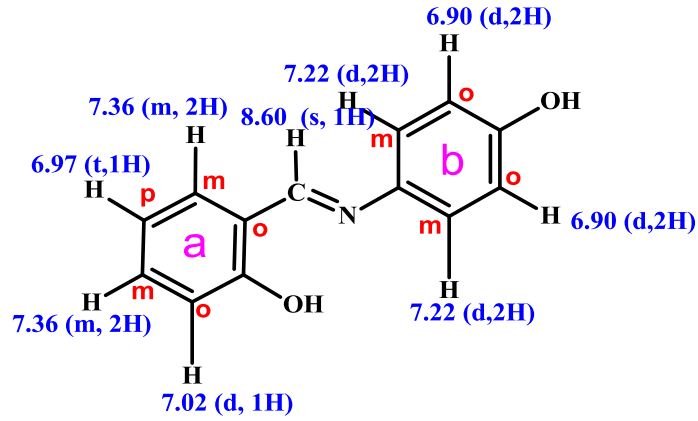
**Şekil 4.9 :** Salisaldehyt, 4-aminofenol ve 2-hfımıf bileşiklerinin IR spektrumları.

- 1) Salisaldehytin karakteristik C=O grubunun gerilme titreşiminden kaynaklı pik 1661 cm<sup>-1</sup>'de çıkmıştır. Ayrıca salisaldehytin 2751-2845 cm<sup>-1</sup> de aldehyt C-H gerilme titreşimi görülmektedir.
- 2) 4-aminofenolün -NH<sub>2</sub> grubunun simetrik ve asimetrik gerilmelerinden kaynaklanan titreşiminin 3340-3284 cm<sup>-1</sup>'de olduğu görülmüştür.
- 3) Sentezlenen imin bileşiği 2-hfımıf C=N imin grubuna ait titreşiminin 1614 cm<sup>-1</sup> çıktığı gözlenmiştir. Reaksiyon sonrasında üründe giriş maddelerinin C=O ve -NH<sub>2</sub> titreşimlerine rastlanmamıştır.

### 4.3.2 <sup>1</sup>H-NMR ve <sup>13</sup>C-NMR Analizleri

Sentezlenen bileşik dötöro kloroform (CDCl<sub>3</sub>) ile çözülerek <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.

## <sup>1</sup>H-NMR Analizi



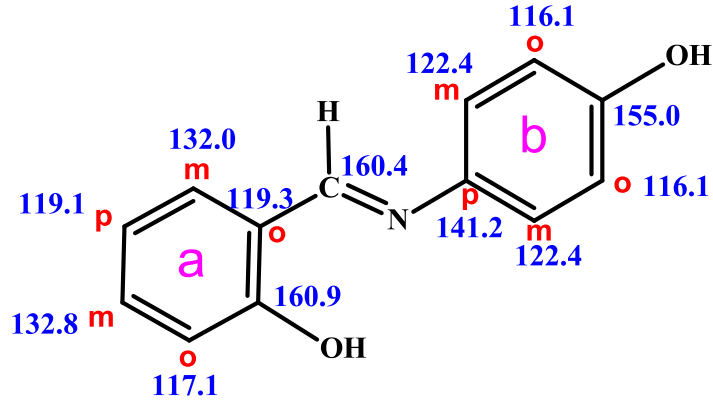
Şekil 4.10 : 2-hfifm bileşiği <sup>1</sup>H-NMR sinyalleri.

<sup>1</sup>H NMR ( $\delta$ , ppm): 6.90 (d, 2H) / 6.97 (t, 1H) / 7.02 (d, 1H) / 7.22 (d, 2H) / 7.36 (m, 2H) / 8.60 (s, 1H)

<sup>1</sup>H NMR spektrumu incelendiğinde 8 adet aromatik hidrojen sinyali 6.90-7.36 ppm aralığında gözlenmiştir. a halkasındaki –OH grubunun (mezomerik etki) orto ve meta yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojen 7.02 ppm de ikiye yarılmış bir sinyal gözlenmiştir, -OH grubuna göre p konumundaki H 6.97 ppm de üçlü yarılmış sinyal vermiştir. Meta konumundaki hidrojenler 7.36 ppm de çoklu yarıma olarak gözlenmiştir. –OH grubunun halkaya mezomerik olarak elektron sağlaması halkadaki H sinyallerinin farklı kimyasal kayma değerlerinde çıkmasına neden olmuştur.

b halkasına bağlı –OH grubunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojenler 6.90 ppm de ve ikili yarıma, meta konumundaki hidrojenler 7.22 ppm de ve ikili yarıma gözlenmiştir. İmin karbonuna ait hidrojenin sinyali de 8.60 ppm de gözlenmiştir. <sup>1</sup>H NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

### <sup>13</sup>C-NMR Analizi

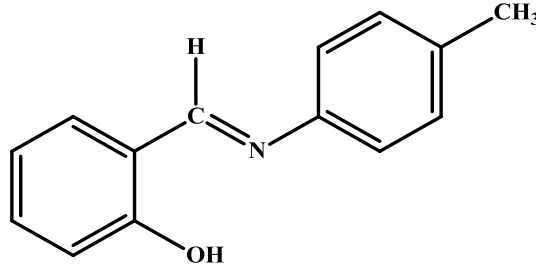


Şekil 4.11 : 2-hfifm bileşiği <sup>13</sup>C-NMR sinyalleri.

<sup>13</sup>C NMR (δ, ppm): 116.1 / 117.1 / 119.1 / 119.3 / 122.4 / 132.0 / 132.8 / 141.2 / 155.0 / 160.4 / 160.9

<sup>13</sup>C-NMR spektrumu incelendiğinde 12 adet aromatik karbon sinyali gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR spektrumunda aromatik karbon sinyalleri 116.1-160.9 ppm aralığında, imin karbonu 160 ppm civarında görülmektedir. a halkasında –OH grubunun (mezomerik etki) orto ve meta yönlendirmesinden dolayı orto konumunda bulunan karbonlar 117.1 ve 119.3 ppm de gözlenmiştir (119.3 ppm de gözlenen karbon atomuna bağlı hidrojen bulunmadığı için 117.1 ppm de bulunan karbona göre daha yüksek kimyasal kayma değerinde gözlenmiştir). Para konumunda bulunan karbon 119.1 ppm’de gözlenirken meta konumunda bulunan karbonlar ise 132.0 ve 132.8 ppm de gözlenmiştir. –OH grubunun a halkasına bağlı olduğu karbon atomu 160.9 ppm de gözlenmiştir. b halkasındaki –OH grubunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesi gözlemlenmektedir. Orto konumundaki karbonlar 116.1 ppm de, para konumundaki karbon atomu 141.2 ppm de (N atomunun mezomerik etkisi ve karbon atomuna bağlı hidrojen bulunmadığı için orto konumuna göre çok daha yüksek kimyasal kayma değeri gözlenmiştir) , meta konumundaki karbonlar 122.4 ppm de gözlenmiştir. –OH grubunun b halkasına bağlı olduğu karbon atomu 155.0 ppm de gözlenmiştir. İmin (C=N) grubunun karbon sinyalini 160.4 ppm de gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

#### 4.4 2-((p-tolilimino)metil)fenol (2-timf) Bileşiğinin Spektral Verileri

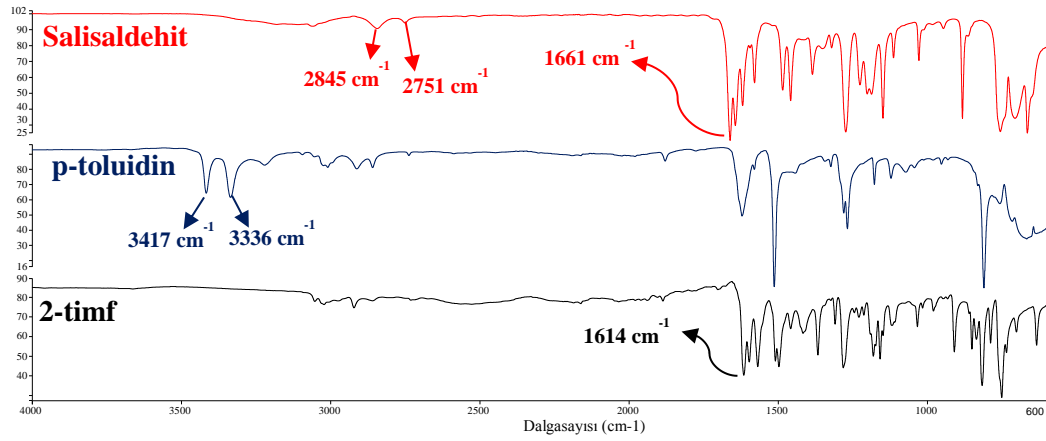


Şekil 4.12 :2-((p-tolilimino)metil)fenol (2-timf) bileşiği.

2-((p-tolilimino)metil)fenol bileşiğinin erime noktası 94.3 °C bulunmuştur, FT-IR ve <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.

##### 4.4.1 FT-IR Analizi

2-timf bileşiğinin ve giriş maddelerinin IR'leri alınarak karşılaştırma yapılmıştır.



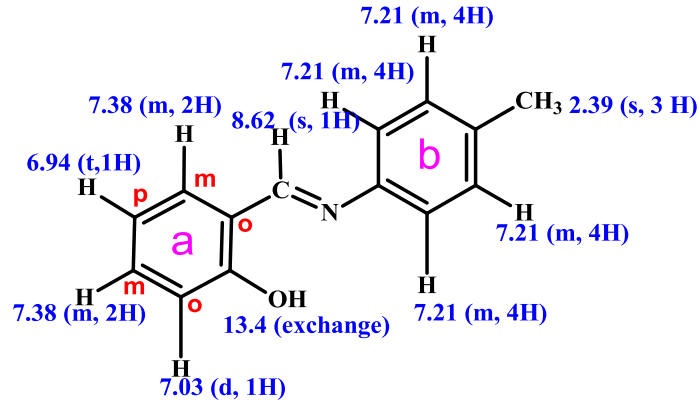
Şekil 4.13 : Salisaldehyt, p-toluidin ve 2-timf bileşiğinin IR spektrumları.

- 1) Salisaldehitin karakteristik C=O grubunun gerilme titreşiminden kaynaklı pik 1661 cm<sup>-1</sup>'de çıkmıştır. Ayrıca salisaldehitin 2751-2845 cm<sup>-1</sup> de aldehit C-H gerilme titreşimi görülmektedir.
- 2) p-toluidinin -NH<sub>2</sub> grubunun simetrik ve asimetric gerilmelerinden kaynaklanan titreşimleri 3417-3336 cm<sup>-1</sup> de olduğu görülmüştür.
- 3) Sentezlenen imin bileşiği 2-timf C=N imin grubuna ait titreşiminin 1614 cm<sup>-1</sup> de çıktığı gözlenmiştir. Reaksiyon sonrasında üründe giriş maddelerinin fonksiyonel grupları C=O ve -NH<sub>2</sub> sinyaline rastlanmamıştır.

#### 4.4.2 <sup>1</sup>H-NMR ve <sup>13</sup>C-NMR Analizleri

Sentezlenen bileşik dötöro kloroform (CDCl<sub>3</sub>) ile çözülerek <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.

##### <sup>1</sup>H-NMR Analizi



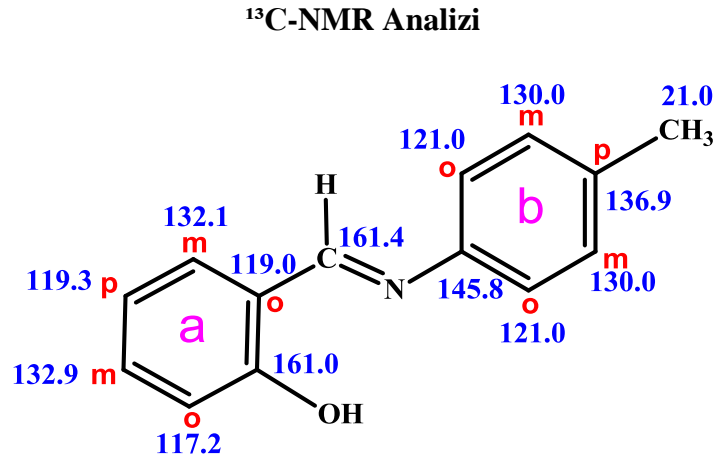
Şekil 4.14 : 2-timf bileşiği <sup>1</sup>H-NMR sinyalleri.

**<sup>1</sup>H NMR (δ, ppm):** 2.39 (s, 3H) / 6.94 (t, 1H) / 7.03 (d, 1H) / 7.21 (m, 4 H) / 7.38 (m, 2H) / 8.62 (s, 1H) / 13.4 (exchange)

<sup>1</sup>H NMR spektrumu incelendiğinde 8 adet aromatik hidrojen sinyali 7.03-7.38 ppm aralığında gözlenmiştir. a halkasındaki -OH grubunun (mezomerik etki) orto ve meta yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojen 7.03 ppm de ikiye yarılmış bir sinyal gözlenmiştir, -OH grubuna göre p konumundaki H 6.94

ppm de üçlü yarılmış sinyal vermiştir. Meta konumundaki hidrojenler 7.38 ppm de çoklu yarımla olarak gözlenmiştir. –OH grubunun halkaya mezomerik olarak elektron sağlaması halkadaki H sinyallerinin farklı kimyasal kayma değerlerinde çıkmasına neden olmuştur.

b halkasına bağlı hidrojen atomları ise 7.21 ppm de ve çoklu yarımla olarak gözlenmiştir, metil karbonu hidrojenleri ise 2.39 ppm de ve tekli sinyal gözlenmiştir. Oksijen atomuna bağlı hidrojen atomu ise 13.40 ppm de gözlenmiştir. <sup>1</sup>H NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

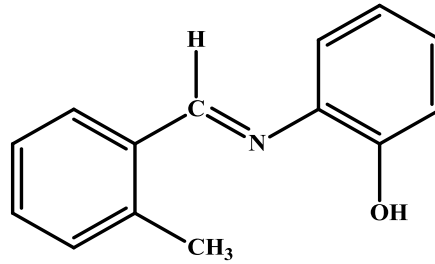


**<sup>13</sup>C NMR (δ, ppm):** 21.0 / 117.2 / 119.0 / 119.3 / 121.0 / 130.0 / 132.1 / 132.9 / 136.9 / 145.8 / 161.0 / 161.4

<sup>13</sup>C-NMR spektrumu incelendiğinde 12 adet aromatik karbon sinyali gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR spektrumunda aromatik karbon sinyalleri 117.2-161.0 ppm aralığında, alkil grupları 20.0 ppm civarında ve imin grupları 160 ppm civarında görülmektedir. a halkasında –OH grubunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesinden dolayı orto konumda bulunan karbonlar 117.2 ve 119.0 ppm de gözlenmiştir (119.0 gözlenen karbona bağlı hidrojen bulunmadığı için 117.2 ppm de bulunan karbona göre daha yüksek kimyasal kayma değerinde gözlenmiştir). Para konumunda bulunan karbon 119.3 ppm’de gözlenirken meta konumunda bulunan karbonlar ise 132.9 ve 132.1 ppm de gözlenmiştir. –OH

grubunun a halkasına bađlı olduđu karbon atomu 161.0 ppm de gzlenmiřtir. b halkasına bađlı N atomunun mezomerik etkisi, alkil grubunun elektron sađlamasından ve bađlı olduđu karbon atomunda karbon bulunmamasından dolayı p konumundaki karbon 136.9 ppm de, orto konumundaki karbonlar 121.0 ppmde ve meta konumundaki karbonlar 130.0 ppm de. –CH<sub>3</sub> grubunun b halkasına bađlı olduđu karbon atomu 136.9 ppm de gzlenmiřtir. Metil karbonu sinyali 21.0 ppm de ve imin (C=N) grubunun karbon sinyali 161.4 ppm de gzlenmiřtir. <sup>13</sup>C-NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiřtir.

#### 4.5 2-((2-metilbenziliden)amino)fenol (2-mbaf)Bileřiđinin Spektral Verileri



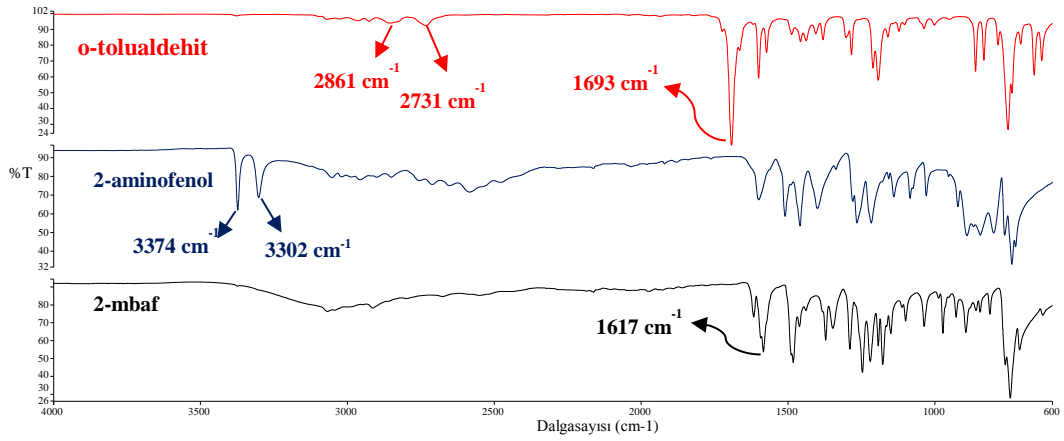
řekil 4.16 :2-((2-metilbenziliden)amino)fenol (2-mbaf) bileřiđi.

2-((2-metilbenziliden)amino)fenol bileřiđinin erime noktası 50.2 °C bulunmuřtur, FT-IR, <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıřtır.

##### 4.5.1 FT-IR Analizi

2-mbaf bileřiđinin ve giriř maddelerinin IR'leri alınarak karřılařtırma yapılmıřtır.





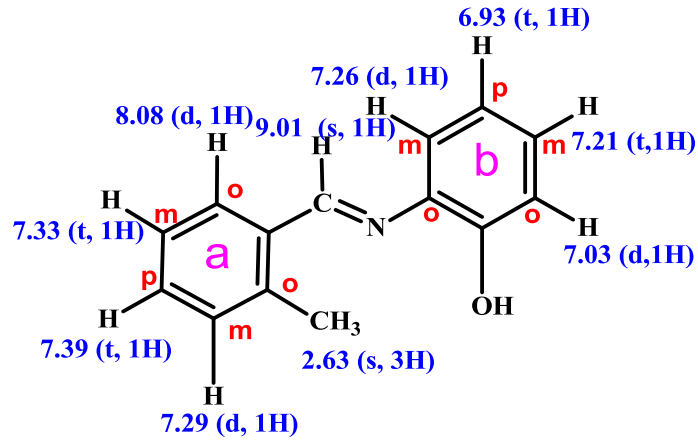
**Şekil 4.17:** o-tolualdehit, 2-aminofenol ve 2-mbaf bileşiklerinin IR spektrumları.

- 1) o-tolualdehitin karakteristik C=O grubunun gerilme titreşiminden kaynaklı pik 1693 cm<sup>-1</sup>de çıkmıştır. Ayrıca o-tolualdehitin 2731-2861 cm<sup>-1</sup> de aldehit C-H gerilme titreşimi görülmektedir.
- 2) 2-aminofenolün –NH<sub>2</sub> grubunun simetrik ve asimetrik gerilmelerinden kaynaklanan titreşimler 3374-3302 cm<sup>-1</sup> de olduğu görülmüştür.
- 3) Sentezlenen imin bileşiği 2-timf C=N imin grubuna ait titreşiminin 1617 cm<sup>-1</sup> de çıktığı gözlenmiştir. Reaksiyon sonrasında üründe giriş maddelerinin fonksiyonel grupları C=O ve –NH<sub>2</sub> titreşimlerine rastlanmamıştır.

#### 4.5.2 <sup>1</sup>H-NMR ve <sup>13</sup>C-NMR Analizleri

Sentezlenen bileşik dötöro kloroform (CDCl<sub>3</sub>) ile çözülerek <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.

## <sup>1</sup>H-NMR Analizi



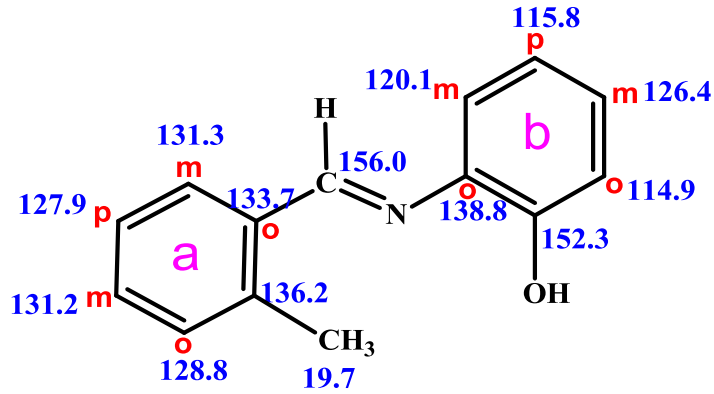
Şekil 4.18 : 2-mbaf bileşiği <sup>1</sup>H-NMR sinyalleri.

**<sup>1</sup>H NMR (δ, ppm):** 2.63 (s, 3H) / 6.93 (t, 1H) / 7.03 (d, 1H) / 7.21 (t, 1H) / 7.26 (d, 1H) / 7.29 (d, 1H) / 7.33 (t, 1H) / 7.39 (t, 1H) / 8.08 (d, 1H) / 9.01 (s, 1 H)

<sup>1</sup>H NMR spektrumu incelendiğinde 8 adet aromatik hidrojen sinyali 6.93-8.08 ppm aralığında gözlenmiştir. a halkasına bağlı C=N grubunun elektron çekici özelliğinden dolayı orto konumdaki hidrojen atomu 8.08 ppm de ikiye yarılmış, meta konumdaki hidrojenler 7.29 ikili yarıma ve 7.33 üçlü yarıma (-CH<sub>3</sub> grubunun elektron sağlaması nedeniyle farklı kimyasal kayma değerlerinde) gözlenmiş, para konumundaki hidrojen atomu 7.39 ppm de ve üçlü yarıma gözlenmiştir.

b halkasına bağlı -OH grubunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojen 7.03 ppm de ve ikili yarıma, meta konumundaki hidrojenler 7.21 ppmde üçlü yarıma ve 7.26 ppm de ikili yarıma (N atomunun mezomerik etkisinden dolayı farklı kimyasal kayma değerleri gözlenmiştir), p konumundaki hidrojen atomu ise 6.93 ppm de üçlü yarıma şeklinde gözlenmiştir. İmin karbonuna ait hidrojenin sinyali de 9.01 ppm de gözlenmiş, metil karbonu hidrojenleri ise 2.63 ppm de ve tekli sinyal gözlenmiştir. <sup>1</sup>H NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

### <sup>13</sup>C-NMR Analizi

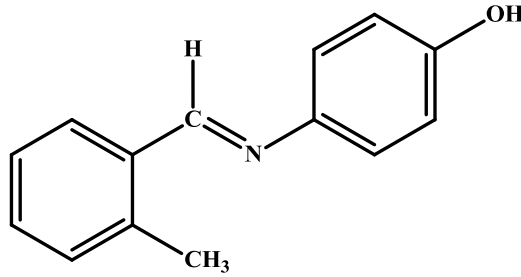


Şekil 4.19 : 2-mbaf bileşiği <sup>13</sup>C-NMR sinyalleri.

<sup>13</sup>C NMR ( $\delta$ , ppm): 19.7 / 114.9 / 115.8 / 120.1 / 126.4 / 127.9 / 128.8 / 131.2 / 131.3 / 133.7 / 136.2 / 138.8 / 152.3 / 156.0

<sup>13</sup>C-NMR spektrumunda aromatik karbon sinyalleri 114.9-152.3 ppm aralığında görülmektedir. a halkasında -CH<sub>3</sub> grubunun halkaya elektron sağlamasından dolayı orto konumda bulunan karbonlar 128.8 ppm ve 137.7 ppm de gözlenmiştir (137.7 ppm de gözlenen karbona bağlı hidrojen bulunmadığı için 128.8 ppm de bulunan karbona göre daha yüksek kimyasal kayma değerinde gözlenmiştir). Para konumunda bulunan karbon 127.9 ppm'de gözlenirken meta konumunda bulunan karbonlar ise 131.2 ve 131.3 ppm de gözlenmiştir. -CH<sub>3</sub> grubunun a halkasına bağlı olduğu karbon atomu 136.2 ppm de gözlenmiştir. b halkasına bağlı -OH grubunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesi gözlemlenmektedir. Orto konumundaki karbonlar 114.9 ppm ve 138.8 ppm de (138.8 ppm de gözlenen karbona bağlı hidrojen bulunmadığı için 114.9 ppm de bulunan karbona göre daha yüksek kimyasal kayma değerinde gözlenmiştir), p konumundaki karbon 115.8 ppm de, ve meta konumundaki karbonlar 120.1 ppm ve 126.4 de, -OH grubunun b halkasına bağlı olduğu karbon atomu 152.3 ppm de gözlenmiştir. Metil karbonu sinyali 19.7 ppm de ve imin (C=N) grubunun karbon sinyalini 156.0 ppm de gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

#### 4.6 4-((2-metilbenziliden)amino)fenol (4-mbaf) Bileşiğinin Spektral Verileri

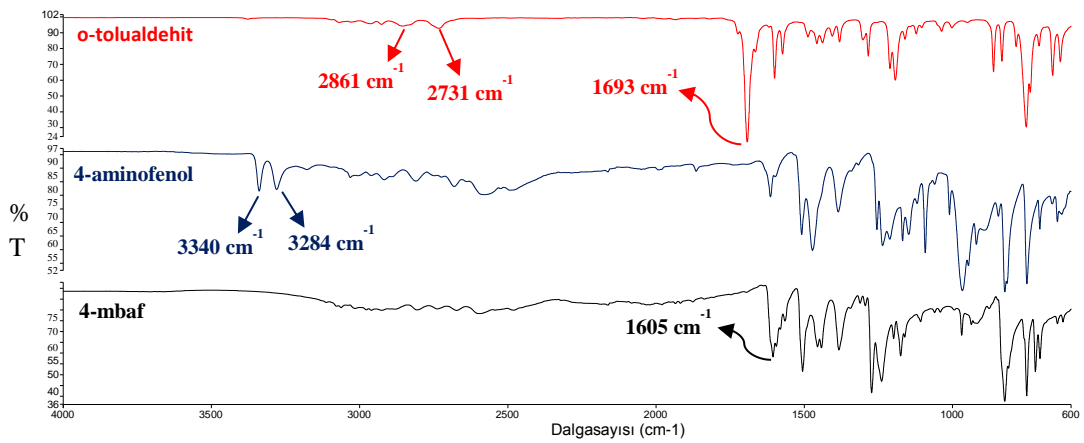


Şekil 4.20 : 4-((2-metilbenziliden)amino)fenol (4-mbaf) bileşiği.

4-((2-metilbenziliden)amino)fenol bileşiğinin erime noktası 164,3 °C bulunmuştur, FT-IR, <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.

##### 4.6.1 FT-IR Analizi

4-mbaf bileşiğinin ve giriş maddelerinin IR'leri alınarak karşılaştırma yapılmıştır.



Şekil 4.21 : o-tolualdehit, 4-aminofenol ve 4-mbaf bileşiğinin IR spektrumları.

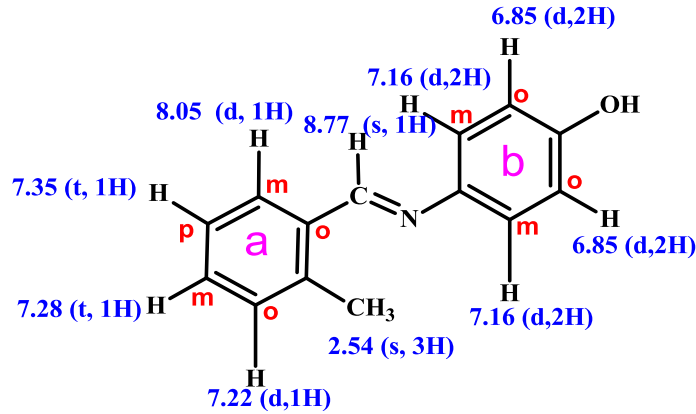
- 1) o-tolualdehitin karakteristik C=O grubunun gerilme titreşiminden kaynaklı pik 1693 cm<sup>-1</sup>'de çıkmıştır. Ayrıca o-tolualdehitin 2731-2861 cm<sup>-1</sup> de aldehit C-H gerilme titreşimi görülmektedir.

- 2) 4-aminofenolün  $-NH_2$  grubunun simetrik ve asimetrik gerilmelerinden kaynaklanan titreşiminin  $3340-3284\text{ cm}^{-1}$  de olduğu görülmüştür.
- 3) Sentezlenen imin bileşiği 4-mbaf C=N imin grubuna ait titreşiminin  $1605\text{ cm}^{-1}$  de çıktığı gözlenmiştir. Reaksiyon sonrasında üründe giriş maddelerinin fonksiyonel grupları C=O ve  $-NH_2$  titreşimine rastlanmamıştır.

#### 4.6.2 $^1H$ -NMR ve $^{13}C$ -NMR Analizleri

Sentezlenen bileşik dötöro kloroform ( $CDCl_3$ ) ile çözülerek  $^{13}C$ -NMR ve  $^1H$ -NMR spektrumları alınmıştır.

#### $^1H$ -NMR Analizi



Şekil 4.22 : 4-mbaf bileşiği  $^1H$ -NMR sinyalleri.

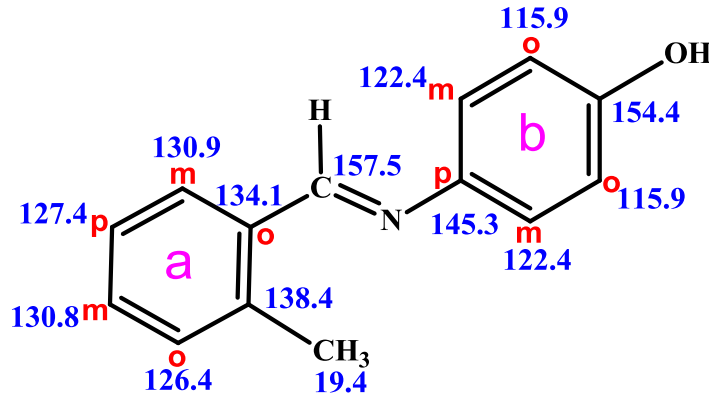
$^1H$  NMR ( $\delta$ , ppm): 2.54 (s, 3H) / 6.85 (d, 2H) / 7.16 (d, 2H) / 7.22 (d, 1H) / 7.28 (t, 1H) / 7.35 (t, 1H) / 8.05 (d, 1H) / 8.77 (s, 1H)

$^1H$  NMR spektrumu incelendiğinde 8 adet aromatik hidrojen sinyali 6.85-7.35 ppm aralığında gözlenmiştir. a halkasına bağlı C=N grubunun elektron çekici özelliğinden orto konumdaki hidrojen atomu 8.05 ppm de ikiye yarılmış, meta konumdaki hidrojenler 7.22 ppm de ikili yarıma ve 7.33 ppm de üçlü yarıma ( $-CH_3$  grubunun elektron sağlaması nedeniyle farklı kimyasal kayma değerlerinde)

gözlenmiş, para konumundaki hidrojen atomu 7.35 ppm de ve üçlü yarıma gözlenmiştir.

b halkasına bağlı –OH grubunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojenler 6.85 ppm de ve ikili yarıma, meta konumundaki hidrojenler 7.16 ppm de ve ikili yarıma gözlenmiştir. İmin karbonuna ait hidrojenin sinyali de 8.77 ppm de gözlenmiş, metil karbonu hidrojenleri ise 2.54 ppm de ve tekli sinyal gözlenmiştir. <sup>1</sup>H NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

### <sup>13</sup>C-NMR Analizi



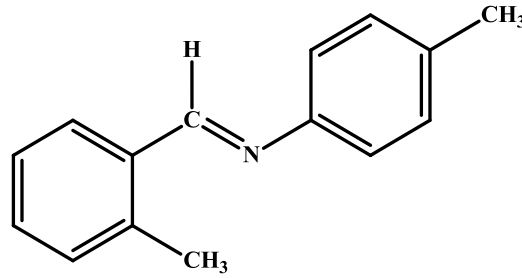
Şekil 4.23 : 4-mbaf bileşiği <sup>13</sup>C-NMR sinyalleri.

<sup>13</sup>C NMR (δ, ppm): 19.4 / 115.9 / 122.4 / 126.4 / 127.4 / 130.8 / 130.9 / 134.1 / 138.4 / 145.3 / 154.4 / 157.5

<sup>13</sup>C-NMR spektrumunda aromatik karbon sinyalleri 115.9-154.4 ppm aralığında görülmektedir. a halkasında –CH<sub>3</sub> grubunun halkaya elektron sağlamasından dolayı orto konumda bulunan karbonlar 126.4 ppm ve 134.1 ppm de gözlenmiştir (134.1 ppm de gözlenen karbona bağlı hidrojen bulunmadığı için 126.4 ppm de bulunan karbona göre daha yüksek kimyasal kayma değerinde gözlenmiştir). Para konumunda bulunan karbon 127.9 ppm’de gözlenirken meta konumunda bulunan karbonlar ise 130.8 ppm de ve 130.9 ppm de gözlenmiştir. –CH<sub>3</sub> grubunun a halkasına bağlı olduğu karbon atomu 138.4 ppm de gözlenmiştir. b halkasına bağlı -OH grubunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesi

gözlemlenmektedir. Orto konumundaki karbonlar 115.9 ppm ve 138.8 ppm de (138.8 ppm de gözlenen karbona bağlı hidrojen bulunmadığı için 114.9 ppm de bulunan karbona göre daha yüksek kimyasal kayma değerinde gözlenmiştir), p konumundaki karbon 145.3 ppm de, meta konumundaki karbonlar 122.4 ppm de gözlenmiştir, –OH grubunun b halkasına bağlı olduğu karbon atomu 154.4 ppm de gözlenmiştir. Metil karbonu sinyali 19.4 ppm de ve imin (C=N) grubunun karbon sinyalini 157.5 ppm de gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

#### 4.7 4-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin (4-2mmba) Bileşiğinin Spektral Verileri

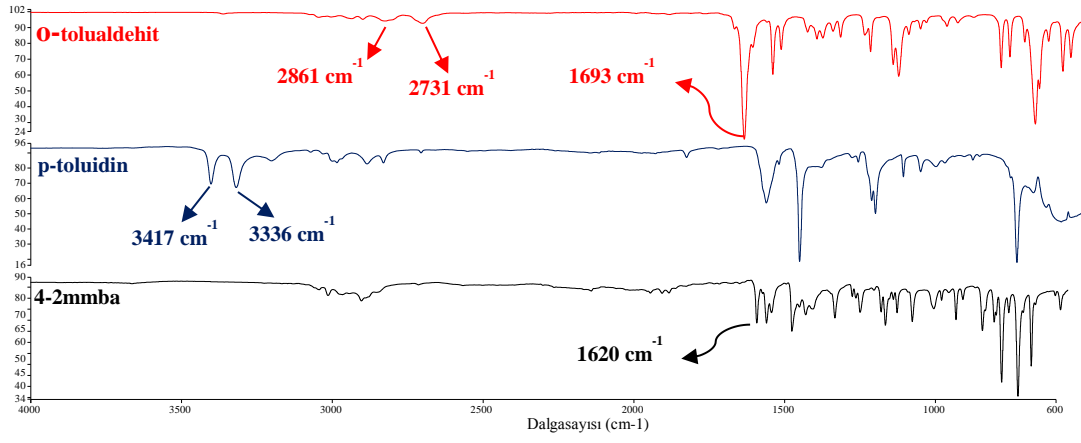


Şekil 4.24 :4-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin (4-2mmba) bileşiği.

4-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin bileşiğinin erime noktası 45,9 °C bulunmuştur, FT-IR, <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.

##### 4.7.1 FT-IR Analizi

4-2mmba bileşiğinin ve giriş maddelerinin IR'leri alınarak karşılaştırma yapılmıştır.



Şekil 4.25 : o-tolualdehit, p-toluidin ve 4-2mmba bileşiğinin IR spektrumları.

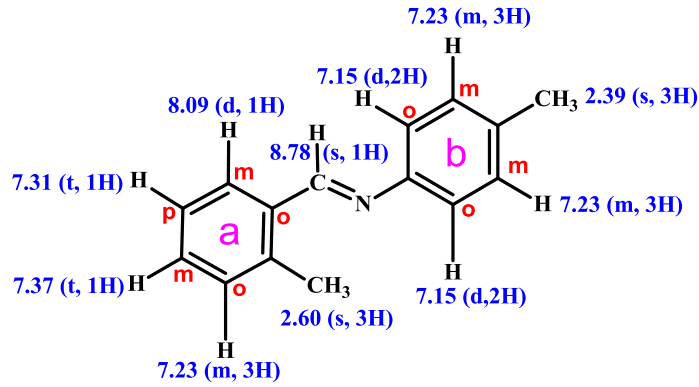
- 1) o-tolualdehitin karakteristik C=O grubunun gerilme titreşiminden kaynaklı pik  $1693 \text{ cm}^{-1}$ de çıkmıştır. Ayrıca o-tolualdehitin  $2731\text{-}2861 \text{ cm}^{-1}$  de aldehit C-H gerilme titreşimi görülmektedir.
- 2) p-toluidinin  $\text{-NH}_2$  grubunun simetrik ve asimetrik gerilmelerinden kaynaklanan titreşimleri  $3417\text{-}3336 \text{ cm}^{-1}$  de olduğu görülmüştür.
- 3) Sentezlenen imin bileşiği 4-2mmba C=N imin grubuna ait titreşiminin  $1620 \text{ cm}^{-1}$  de çıktığı gözlenmiştir. Reaksiyon sonrasında üründe giriş maddelerinin fonksiyonel grupları C=O ve  $\text{-NH}_2$  sinyaline rastlanmamıştır.

#### 4.7.2 $^1\text{H-NMR}$ ve $^{13}\text{C-NMR}$ Analizleri

Sentezlenen bileşik dötöro kloroform ( $\text{CDCl}_3$ ) ile çözülerek  $^{13}\text{C-NMR}$  ve  $^1\text{H-NMR}$  spektrumları alınmıştır.



## <sup>1</sup>H-NMR Analizi



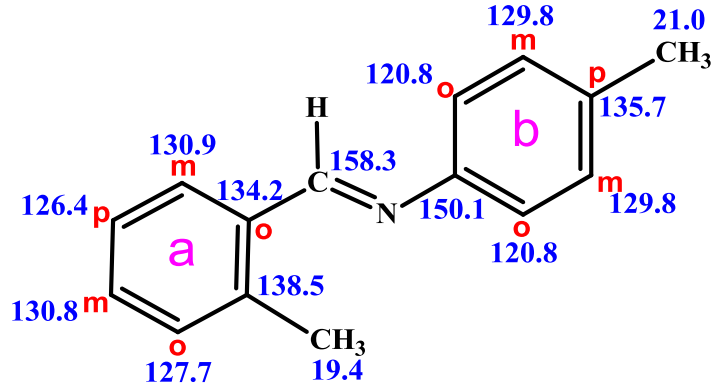
Şekil 4.26 : 4-2mmba bileşiği <sup>1</sup>H-NMR sinyalleri.

<sup>1</sup>H NMR ( $\delta$ , ppm): 2.39 (s, 3H) / 2.60 (s, 3H) / 7.15 (d, 2H) / 7.23 (m, 3H) / 7.31 (t, 1H) / 7.37 (t, 1H) / 8.09 (d, 1H) / 8.78 (s, 1H)

<sup>1</sup>H NMR spektrumu incelendiğinde 8 adet aromatik hidrojen sinyali 7.15-8.09 ppm aralığında gözlenmiştir. a halkasına bağlı –CH<sub>3</sub> grubunun elektron sağlamasından dolayı orto konumdaki hidrojen atomu 7.23 ppm de ve çoklu yarılmış, meta konumdaki hidrojen atomları 8.09 ppm de ikiye yarılmış (a halkasına bağlı C=N grubunun elektron çekici özelliğinden) ve 7.37 ppm de üçlü yarıma ve para konumdaki hidrojen atomu 7.31 ppm de üçlü yarıma gözlenmiştir.

b halkasına bağlı N atomunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojenler 7.15 ppm de ve ikili yarıma, meta konumundaki hidrojenler 7.23 ppm de ve çoklu yarıma gözlenmiştir. İmin karbonuna ait hidrojenin sinyali de 8.78 ppm de gözlenmiş, metil karbonu hidrojenleri ise 2.39 ppm de ve tekli sinyal gözlenmiştir. <sup>1</sup>H NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

### <sup>13</sup>C-NMR Analizi

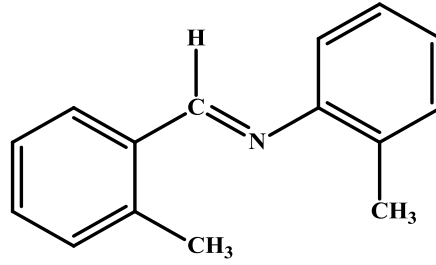


Şekil 4.27 : 4-2mmba bileşiği <sup>13</sup>C-NMR sinyalleri.

<sup>13</sup> C NMR (δ, ppm): 19.4 / 21.0 / 120.8 / 126.4 / 127.7 / 129.8 / 130.8 / 130.9 / 134.2 / 135.7 / 138.5 / 150.1 / 158.3

<sup>13</sup>C-NMR spektrumunda aromatik karbon sinyalleri 120.8-150.1 ppm aralığında görülmektedir. a halkasında -CH<sub>3</sub> grubunun halkaya elektron sağlamasından dolayı orto konumda bulunan karbonlar 127.7 ppm ve 134.2 ppm de gözlenmiştir (134.4 ppm de gözlenen karbona bağlı hidrojen bulunmadığı için 127.7 ppm de bulunan karbona göre daha yüksek kimyasal kayma değerinde gözlenmiştir). Para konumunda bulunan karbon 126.4 ppm'de gözlenirken meta konumunda bulunan karbonlar ise 130.8 ppm de ve 130.9 ppm de gözlenmiştir. Metil grubunun bağlı olduğu karbon atomu ise 138.5 ppm de gözlenmiştir. b halkasına bağlı N atomunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesi gözlemlenmektedir. N atomunun bağlı olduğu karbon atomu 150.1 ppm de, orto konumundaki karbonlar 120.8 ppm de , p konumundaki karbon 135.7 ppm de ve meta konumundaki karbonlar 129.8 ppm de gözlenmiştir, a halkasına bağlı metil karbonu sinyali 19.4 ppm de, b halkasına bağlı metil karbonu 21.0 ppm de ve imin (C=N) grubunun karbon sinyalini 158.3 ppm de gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

#### 4.8 2-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin (2-2mmba) Bileşiğinin Spektral Verileri

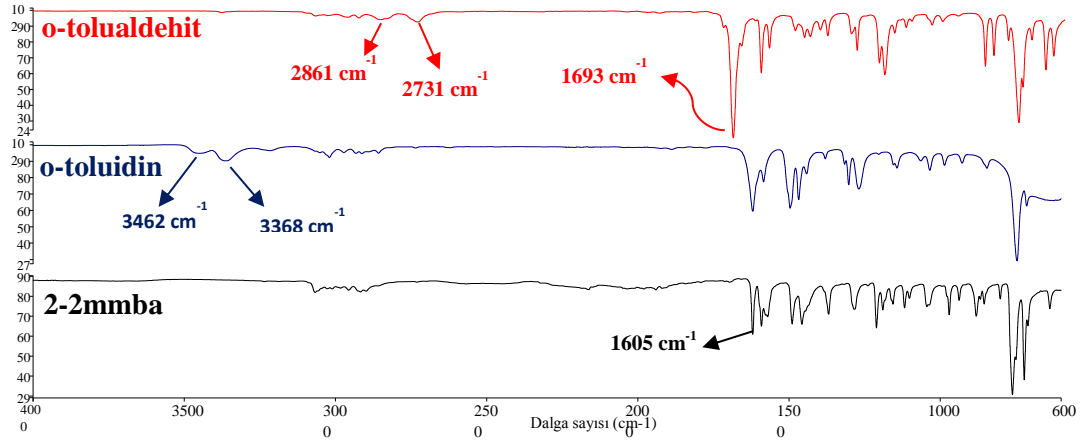


Şekil 4.28 : 2-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin (2-2mmba) bileşiği.

2-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin bileşiğinin erime noktası 53°C bulunmuştur, FT-IR ve <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.

##### 4.8.1 FT-IR Analizi

2-2mmba bileşiğinin giriş maddeleri ile birlikte IR'leri alınarak karşılaştırma yapılmıştır.



Şekil 4.29 : o-tolualdehit, o-toluidin ve 2-2mmba bileşiğinin IR spektrumları.

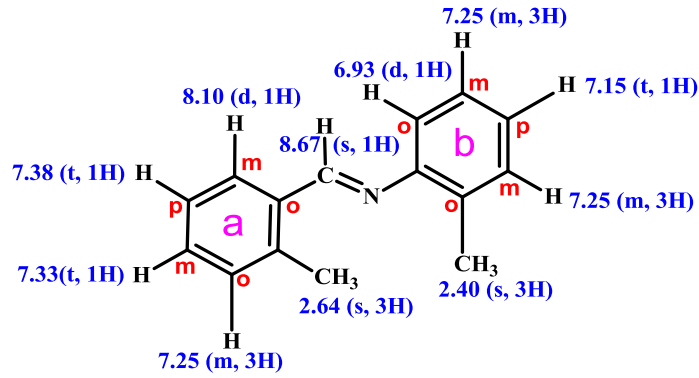
- 1) o-tolualdehitin karakteristik C=O grubunun gerilme titreşiminden kaynaklı bant 1693 cm<sup>-1</sup>de çıkmıştır. Ayrıca o-tolualdehitin 2731-2861 cm<sup>-1</sup> de aldehit C-H gerilme titreşimi görülmektedir.
- 2) o-toluidinin -NH<sub>2</sub> grubunun simetrik ve asimetrik gerilmelerinden kaynaklanan titreşimler 3368-3462 cm<sup>-1</sup> de olduğu görülmüştür.

- 3) Sentezlenen imin bileşiği 2-2mmba C=N imin grubuna ait titreşiminin 1605 cm<sup>-1</sup>de çıktığı gözlenmiştir. Reaksiyon sonrasında üründe giriş maddelerinin fonksiyonel grupları C=O ve -NH<sub>2</sub> titreşimine rastlanmamıştır.

#### 4.8.2 <sup>1</sup>H-NMR ve <sup>13</sup>C-NMR Analizleri

Sentezlenen bileşik dötöro kloroform (CDCl<sub>3</sub>) ile çözülerek <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.

##### <sup>1</sup>H-NMR Analizi



Şekil 4.30: 2-2mmba bileşiği <sup>1</sup>H-NMR sinyalleri.

<sup>1</sup>H NMR ( $\delta$ , ppm): 2.40 (s, 3H) / 2.64 (s, 3H) / 6.93 (d, 1H) / 7.15 (t, 1H) / 7.25 (m, 3H) / 7.33 (t, 1H) / 7.38 (t, 1H) / 8.10 (d, 1H) / 8.67 (s, 1H)

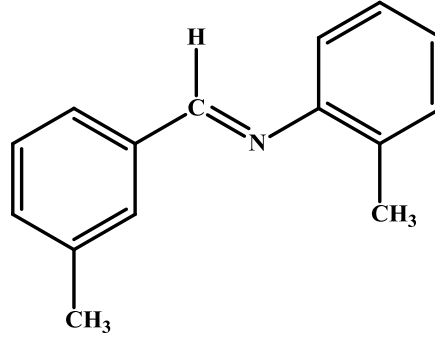
<sup>1</sup>H NMR spektrumu incelendiğinde 8 adet aromatik hidrojen sinyali 6.93-8.10 ppm aralığında gözlenmiştir. a halkasına bağlı -CH<sub>3</sub> grubunun elektron sağlamasından dolayı orto konumdaki hidrojen atomu 7.25 ppm de ve çoklu yarılmış, meta konumdaki hidrojen atomları 8.10 ppm de ikili yarılmış (a halkasına bağlı C=N grubunun elektron çekici özelliğinden dolayı) ve 7.33 ppm de üçlü yarılmış, para konumdaki hidrojen atomu 7.38 ppm de üçlü yarılmış gözlenmiştir.

b halkasına bağlı N atomunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojenler 6.93 ppm de ve ikili yarılmış, meta konumundaki hidrojenler 7.25 ppm de ve çoklu yarılmış



sinyalini 158.4 ppm de gözlenmiştir.  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

#### 4.9 2-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (2-3mmba) Bileşiğinin Spektral Verileri

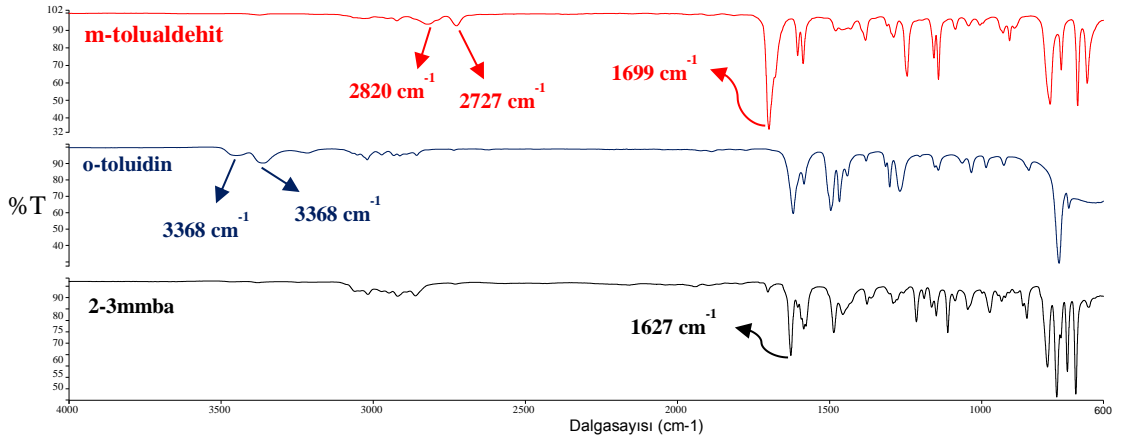


Şekil 4.32 :2-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (2-3mmba) bileşiği.

2-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin bileşiğinin kırılma indisi 1,35825 bulunmuştur, FT-IR ve  $^{13}\text{C}$ -NMR ve  $^1\text{H}$ -NMR spektrumları alınmıştır.

##### 4.9.1 FT-IR Analizi

2-3mmba bileşiğinin ve giriş maddelerinin IR'leri alınarak karşılaştırma yapılmıştır.



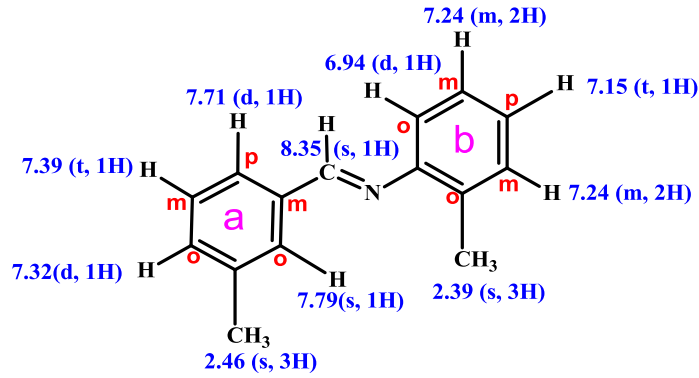
**Şekil 4.33** : m-tolualdehit, o-toluidin ve 2-3mmba bileşiğinin IR spektrumları.

- 1) m-tolualdehitin karakteristik C=O grubunun gerilme titreşiminden kaynaklı bant  $1699\text{ cm}^{-1}$ de çıkmıştır. Ayrıca m-tolualdehitin  $2727\text{--}2820\text{ cm}^{-1}$  de aldehit C-H gerilme titreşimi görülmektedir.
- 2) o-toluidinin  $\text{-NH}_2$  grubunun simetrik ve asimetrik gerilmelerinden kaynaklanan titreşimler  $3368\text{--}3468\text{ cm}^{-1}$  de olduğu görülmüştür. Reaksiyon sonrasında üründe amin titreşimi gözlenmemiştir.
- 3) Sentezlenen imin bileşiği 2-3mmba C=N imin grubuna ait titreşiminin  $1627\text{ cm}^{-1}$  de çıktığı gözlenmiştir. Reaksiyon sonrasında üründe giriş maddelerinin fonksiyonel grupları C=O ve  $\text{-NH}_2$  titreşimlerine rastlanmamıştır.

#### 4.9.2 $^1\text{H-NMR}$ ve $^{13}\text{C-NMR}$ Analizleri

Sentezlenen bileşik dötöro kloroform ( $\text{CDCl}_3$ ) ile çözülerek  $^{13}\text{C-NMR}$  ve  $^1\text{H-NMR}$  spektrumları alınmıştır.

## <sup>1</sup>H-NMR Analizi



Şekil 4.34 : 2-3mmba bileşiği <sup>1</sup>H-NMR sinyalleri.

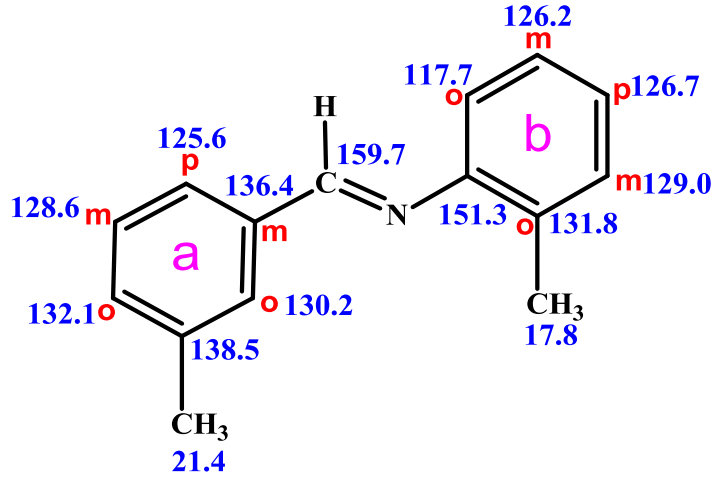
<sup>1</sup>H NMR ( $\delta$ , ppm): 2.39 (s, 3H) / 2.46 (s, 3H) / 6.94 (d, 1H) / 7.15 (t, 1H) / 7.24 (m, 2H) / 7.32 (d, 1H) / 7.39 (t, 1H) / 7.71 (d, 1H) / 7.79 (s, 1H) / 8.35 (s, 1H)

<sup>1</sup>H NMR spektrumu incelendiğinde 8 adet aromatik hidrojen sinyali 6.94-7.79 ppm aralığında gözlenmiştir. a halkasına bağlı –CH<sub>3</sub> grubunun elektron sağlamasından dolayı orto konumdaki hidrojen atomları 7.79 ppm de üçlü yarıllama (C=N grubunun elektron çekici özelliğinden dolayı ) ve 7.32 ppm de ikili yarıllama, meta konumdaki hidrojen atomu 7.39 ppm de gözlenmiştir.

b halkasına bağlı N atomunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojenler 6.94 ppm de ve ikili yarıllama, meta konumundaki hidrojenler 7.24 ppm de ve çoklu yarıllama gözlenmiştir. Para konumdaki H atomu ise 7.15 ppm de üçlü yarıllama gözlenmiştir. İmin karbonuna ait hidrojenin sinyali de 8.35 ppm de gözlenmiş, a halkasına bağlı metil karbonu hidrojenleri 2.46 ppm de tekli sinyal, b halkasına bağlı metil grubu hidrojen atomları ise 2.39 ppm de ve tekli sinyal gözlenmiştir. <sup>1</sup>H NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.



### <sup>13</sup>C-NMR Analizi



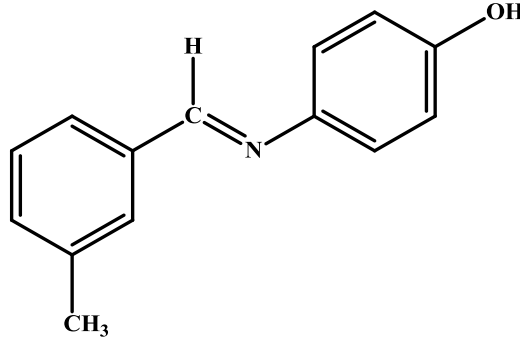
Şekil 4.35 :2-3mmba bileşiği <sup>13</sup>C-NMR sinyalleri.

<sup>13</sup> C NMR ( $\delta$ , ppm): 17.8 / 21.4 / 117.7 / 125.6 / 126.2 / 126.7 / 128.6 / 129.0 / 130.2 / 131.8 / 132.1 / 136.4 / 138.5 / 151.3 / 159.7

<sup>13</sup>C-NMR spektrumunda aromatik karbon sinyalleri 117.7-151.3 ppm aralığında görülmektedir. a halkasında -CH<sub>3</sub> grubunun halkaya elektron sağlamasından dolayı orto konumda bulunan karbonlar 130.2 ppm ve 132.1 ppm de gözlenmiştir (C=N grubunun elektron çekici özelliğinden dolayı 130.2 ppm deki karbon atomu 132.1 ppm de bulunan karbone göre daha düşük kimyasal kayma değerinde gözlenmiştir). Para konumunda bulunan karbon 125.6 ppm’de gözlenirken meta konumunda bulunan karbonlar ise 128.6 ppm de ve 136.4 ppm de gözlenmiştir. Metil grubunun bağlı olduğu karbon atomu ise 138.5 ppm de gözlenmiştir.

b halkasına bağlı N atomunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesi gözlemlenmektedir. N atomunun bağlı olduğu karbon atomu 151.3 ppm de, orto konumundaki karbonlar 117.7 ppm de ve 131.8 ppm de, p konumundaki karbon 126.7 ppm de, meta konumundaki karbonlar 126.2 ppm de ve 129.0 ppm de gözlenmiştir (metil grubunun elektron sağlamasından dolayı), a halkasına bağlı metil karbonu sinyali 21.4 ppm de, b halkasına bağlı metil karbonu 17.8 ppm de ve imin (C=N) grubunun karbon sinyalini 159.7 ppm de gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

#### 4.10 4-((3-metilbenziliden)amino)fenol (4-3mbaf) Bileşığının Spektral Verileri

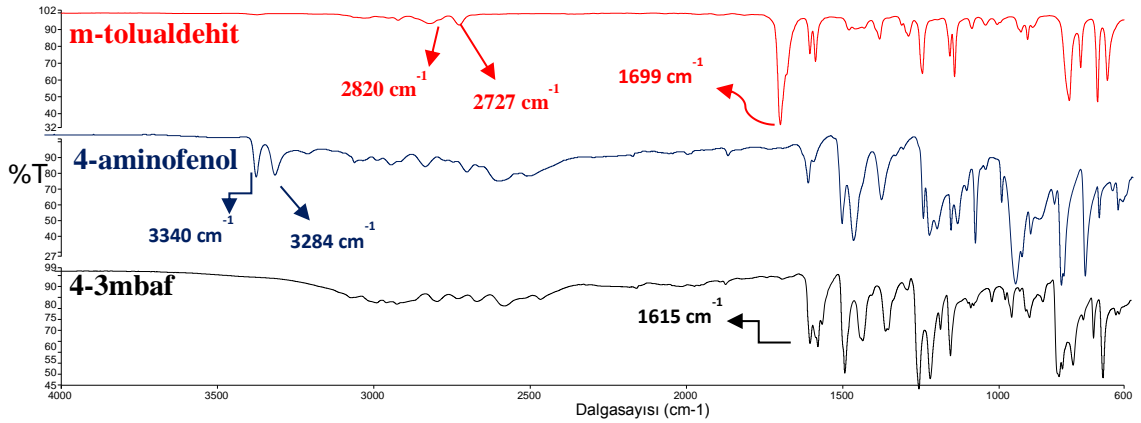


Şekil 4.36 : 4-((3-metilbenziliden)amino)fenol bileşığı.

4-((3-metilbenziliden)amino)fenol bileşığının erime noktası 144,5 °C bulunmuştur, FT-IR ve <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.

##### 4.10.1 FT-IR Analizi

4-3mbaf bileşığının ve giriş maddelerinin IR'leri alınarak karşılaştırma yapılmıştır.



Şekil 4.37 : m-tolualdehit, 4-aminofenol ve 4-3mbaf bileşığının IR spektrumları.

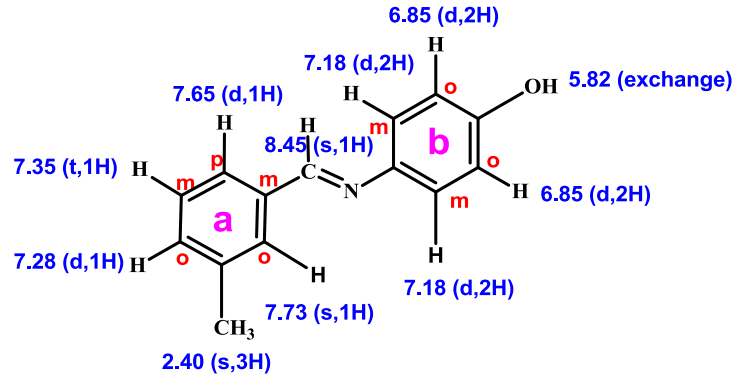
- 1) m-tolualdehitin karakteristik C=O grubunun gerilme titreşiminden kaynaklı bant 1699 cm<sup>-1</sup>de çıkmıştır. Ayrıca m-tolualdehitin 2727-2820 cm<sup>-1</sup> de aldehit C-H gerilme titreşimi görülmektedir.

- 2) 4-aminofenolün  $-NH_2$  grubunun simetrik ve asimetric gerilmelerinden kaynaklanan titreşiminin  $3340-3284\text{ cm}^{-1}$  de olduğu görülmüştür.
- 3) Sentezlenen imin bileşiği 4-3mbaf C=N imin grubuna ait titreşiminin  $1615\text{ cm}^{-1}$  de çıktığı gözlenmiştir. Reaksiyon sonrasında üründe giriş maddelerinin fonksiyonel grupları C=O ve  $-NH_2$  titreşimlerine rastlanmamıştır.

#### 4.10.2 $^1H$ -NMR ve $^{13}C$ -NMR Analizleri

$^{13}C$ -NMR ve  $^1H$ -NMR spektrumları  $CDCl_3$  çözücüsünde alınmıştır.

##### $^1H$ -NMR Analizi



Şekil 4.38 : 4-3mbaf bileşiği  $^1H$ -NMR sinyalleri.

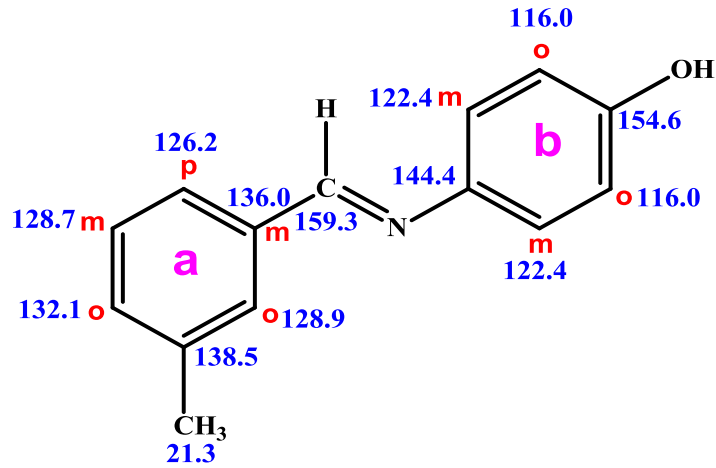
$^1H$  NMR ( $\delta$ , ppm): 2.40 (s, 3H) / 6.85 (d, 2H) / 7.18 (d, 2H) / 7.28 (d, 1H) / 7.35 (t, 1H) / 7.65 (d, 1H) / 7.73 (s, 1H) / 8.45 (s, 1H)

$^1H$  NMR spektrumu incelendiğinde 8 adet aromatik hidrojen sinyali 6.85-7.73 ppm aralığında gözlenmiştir. a halkasına bağlı  $-CH_3$  grubunun elektron sağlamasından dolayı orto konumdaki hidrojen atomları 7.73 ppm de tekli yarımla (C=N grubunun elektron çekici özelliğinden dolayı daha yüksek kimyasal kayma değerinde) ve 7.28 ppm de ikili yarımla, meta konumdaki hidrojen atomu 7.35 ppmde üçlü yarımla, para konumdaki hidrojen atomu 7.65 ppm de ikili gözlenmiştir.

b halkasına bağlı  $-OH$  grubunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojenler 6.85 ppm de ve ikili

yarılma, meta konumundaki hidrojenler 7.18 ppm de ve ikili yarılma gözlenmiştir. –OH grubundaki hidrojen atomu 5.82 ppm de gözlenmiştir. İmin karbonuna ait hidrojenin sinyali de 8.45 ppm de gözlenmiş, a halkasına bağlı metil karbonu hidrojenleri 2.40 ppm de tekli sinyal olarak gözlenmiştir.  $^1\text{H}$  NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

### $^{13}\text{C}$ -NMR Analizi



Şekil 4.39 : 4-3mbaf bileşiği  $^{13}\text{C}$ -NMR sinyalleri.

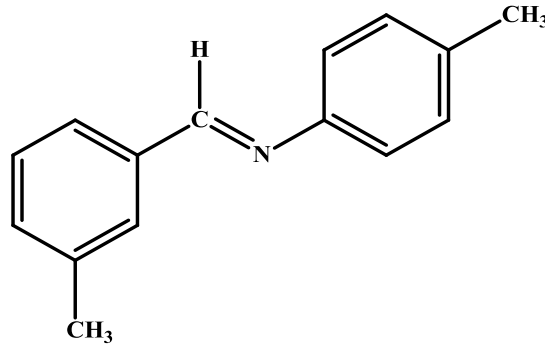
$^{13}\text{C}$  NMR ( $\delta$ , ppm): 21.3 / 116.0 / 122.4 / 126.2 / 128.7 / 128.9 / 132.1 / 136.0 / 138.5 / 144.4 / 154.6 / 159.3

$^{13}\text{C}$ -NMR spektrumunda aromatik karbon sinyalleri 116.0-144.4 ppm aralığında görülmektedir. a halkasında –CH<sub>3</sub> grubunun halkaya elektron sağlamasından dolayı orto konumda bulunan karbonlar 132.1 ppm ve 128.9 ppm de gözlenmiştir. Para konumunda bulunan karbon 126.2 ppm’de gözlenirken meta konumunda bulunan karbonlar ise 128.7 ppm de ve 136.0 ppm de gözlenmiştir ( meta konumundaki hidrojen atomu C=N grubunun elektron çekici özelliği ve bağlı hidrojen atomu bulunmadığı için daha yüksek kıyasal kayma değerindedir). Metil grubunun bağlı olduğu karbon atomu ise 138.5 ppm de gözlenmiştir.

b halkasına bağlı –OH grubunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesi gözlemlenmektedir. -OH atomunun bağlı olduğu karbon atomu 154.6 ppm de, orto konumundaki karbonlar 116.0 ppm de, meta konumundaki karbonlar 122.4 ppm de ve N atomunun halkaya bağlı olduğu karbon atomu 144.4

ppm de gözlenmiştir. a halkasına bağlı metil karbonu sinyali 21.3 ppm de, imin (C=N) grubunun karbon sinyalini 159.3 ppm de gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

#### 4.11 4-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (4-3mmba) Bileşiğinin Spektral Verileri

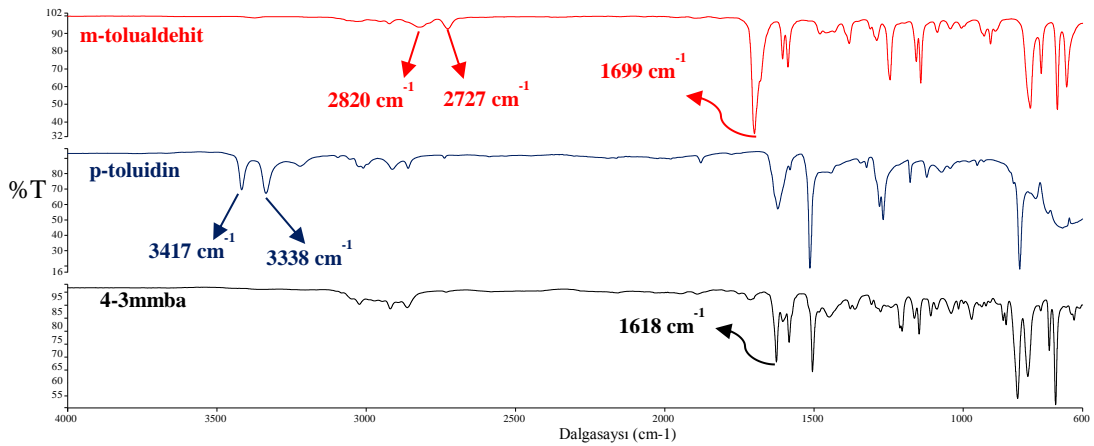


Şekil 4.40 : 4-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (4-3mmba) bileşiği.

4-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin bileşiğinin kırılma indisi 1,3677 bulunmuştur, FT-IR ve <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.

##### 4.11.1 FT-IR Analizi

4-3mmba bileşiğinin ve giriş maddelerinin IR'leri alınarak karşılaştırma yapılmıştır.

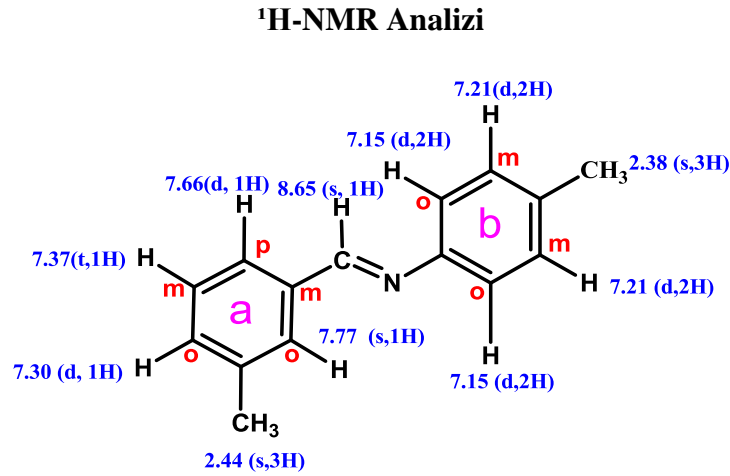


Şekil 4.41 : m-tolualdehit, p-toluidin ve 4-3mmba bileşiğinin IR spektrumları.

- 1) m-tolualdehitin karakteristik C=O grubunun gerilme titreşiminden kaynaklı pik 1699 cm<sup>-1</sup>de çıkmıştır. Ayrıca m-tolualdehitin 2727-2820 cm<sup>-1</sup> de aldehit C-H gerilme titreşimi görülmektedir.
- 2) p-toluidinin -NH<sub>2</sub> grubunun simetrik ve asimetric gerilmelerinden kaynaklanan titreşimleri 3417-3336 cm<sup>-1</sup> de olduğu görülmüştür.
- 3) Sentezlenen imin bileşiği 4-3mmba C=N imin grubuna ait titreşiminin 1618 cm<sup>-1</sup> de çıktığı gözlenmiştir. Reaksiyon sonrasında üründe giriş maddelerinin fonksiyonel grupları C=O ve -NH<sub>2</sub> sinyaline rastlanmamıştır.

#### 4.11.2 <sup>1</sup>H-NMR ve <sup>13</sup>C-NMR Analizleri

Sentezlenen bileşik dötöro kloroform (CDCl<sub>3</sub>) ile çözülerek <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları alınmıştır.



Şekil 4.42: 4-3mmba bileşiği <sup>1</sup>H-NMR sinyalleri.

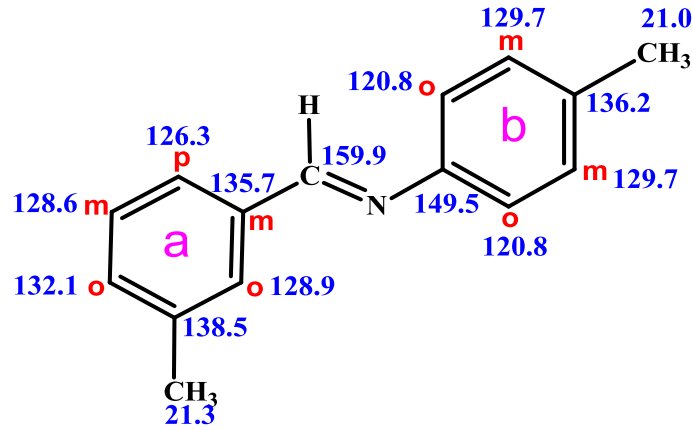
**<sup>1</sup>H NMR (δ, ppm):** 2.38 (s, 3H) / 2.44 (s, 3H) / 7.15 (d, 2H) / 7.21 (d, 2H) / 7.30 (d, 1H) / 7.37 (t, 1H) / 7.66 (d, 1H) / 7.77 (s, 1H) / 8.65 (s, 1H)

<sup>1</sup>H NMR spektrumu incelendiğinde 8 adet aromatik hidrojen sinyali 7.15-7.77 ppm aralığında gözlenmiştir. a halkasına bağlı -CH<sub>3</sub> grubunun elektron sağlamasından dolayı orto konumdaki hidrojen atomları 7.77 ppm de tekli sinyal

(C=N grubunun elektron çekici özelliğinden dolayı daha yüksek kimyasal kayma değerinde) ve 7.30 ppm de ikili yarıma, meta konumdaki hidrojen atomu 7.37 ppm de üçlü yarıma, para konumdaki hidrojen atomu 7.66 ppm de ikili yarıma (C=N grubunun elektron çekici özelliğinden dolayı daha yüksek kimyasal kayma değerinde) gözlenmiştir.

b halkasına bağlı N atomunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesinden dolayı orto konumundaki hidrojenler 7.15 ppm de ve ikili yarıma, meta konumundaki hidrojenler 7.21 ppm de ve ikili yarıma gözlenmiştir. İmin karbonuna ait hidrojenin sinyali de 8.65 ppm de gözlenmiş, a halkasına bağlı metil karbonu hidrojenleri 2.44 ppm de tekli sinyal, b halkasına bağlı metil hidrojen atomları ise 2.38 ppmde ve tekli sinyal gözlenmiştir. <sup>1</sup>H NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.

#### <sup>13</sup>C-NMR Analizi



Şekil 4.43: 4-3mmba bileşiği <sup>13</sup>C-NMR sinyalleri.

<sup>13</sup>C NMR (δ, ppm): 21.0 / 21.3 / 120.8 / 126.3 / 128.6 / 128.9 / 129.7 / 132.1 / 135.7 / 136.2 / 138.5 / 149.5 / 159.9

<sup>13</sup>C-NMR spektrumunda aromatik karbon sinyalleri 120.8-149 ppm aralığında görülmektedir. a halkasında -CH<sub>3</sub> grubunun halkaya elektron sağlamasından dolayı orto konumda bulunan karbonlar 132.1 ppm ve 128.9 ppm de gözlenmiştir. Para konumunda bulunan karbon 126.3 ppm'de gözlenirken meta konumunda bulunan karbonlar ise 128.6 ppm de ve 135.7 ppm de gözlenmiştir (

m konumundaki hidrojen atomu C=N grubunun elektron çekici özelliği ve bağlı hidrojen bulunmadığı için daha yüksek kimyasal kayma değerindedir). Metil grubunun bağlı olduğu karbon atomu ise 138.5 ppm de gözlenmiştir.

b halkasına bağlı N atomunun (mezomerik etki) orto ve para yönlendirmesi gözlemlenmektedir. N atomunun halkaya bağlı olduğu karbon atomu 149.5 ppm de, orto konumundaki karbonlar 120.8 ppm de, meta konumundaki karbonlar 129.7 ppm de ve metil grubunun halkaya bağlı olduğu karbon atomu 136.2 ppm de gözlenmiştir. a halkasına bağlı metil karbonu sinyali 21.3 ppm de, b a halkasına bağlı metil karbonu sinyali 21.0 ppm de imin (C=N) grubunun karbon sinyalini 159.9 ppm de gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR spektrum verileri ChemDraw Ultra programı ile desteklenmiştir.



## 5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

İminler ve metal kompleksleri farmakolojik aktivitelerinden dolayı birçok bilim dalında büyük ilgi görmektedir [52]. İmin bileşikleri ve imin Cu(II) kompleksleri, lipidperoksidasyonunu önleyerek antioksidatif aktivite göstermekte ve bazı türevlerinin DNA ve RNA sentezini inhibe edici etkileri gözlenmiş olup araştırılmaktadır [53,54]. İminlerin ve metal komplekslerinin antitümör, antimikrobiyal, antioneplastik, antiviral özelliklere sahip olduğu da belirtilmiştir [55-58]. Ayrıca bazı imin komplekslerinin tümör hücrelerine karşı sitotoksiteleri doğrulanmıştır ve birçok kanser türüne karşı çalışmalar yapılmıştır [59].

Çalışmada sentezi gerçekleştirilen imin bileşiklerinin farklı biyolojik aktiviteleri incelenecektir. Farklı süstitüe aromatik amin bileşikleri ile farklı süstitüe aromatik aldehit bileşikleri reaksiyonuyla sentezlenen 11 maddenin saflık kontrolü TLC ile, yapı tayinin ise FT-IR, <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektroskopisi yöntemleriyle yapılarak sentezlenen imin ürünleri için yapı formülleri önerilmiştir.

### 5.1 2-((o-toliimino)metil)fenol (2-tmf) Bileşiği Sonuç ve Yorumları

Giriş maddeleri ve sentezlenen saf ürünün FT-IR spektrumlarına bakıldığında salialdehitin aldehit grubu (C=O) titreşimi (1661 cm<sup>-1</sup>) ve o-toluidinin amin grubu (-NH<sub>2</sub>) titreşimlerinin (3462-3368 cm<sup>-1</sup>) oluşan saf üründe görülmemiş ve oluşan imin yapısının C=N titreşimi 1615 cm<sup>-1</sup> de gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları incelendiğinde imin grubu (C=N)H sinyalinin 8,57 ppm de imin (C=N) grubunun karbon sinyalinin 162,2 ppm de görülmesi ürünün oluştuğunu göstermektedir.

## 5.2 2-((2-hidroksibenziliden)amino)fenol (2-hbaf) Bileşiđi Sonu ve Yorumları

Giriş maddeleri ve sentezlenen saf ürünün FT-IR spektrumları incelendiğinde salialdehitin aldehit grubu (C=O) titreşimi (1661 cm<sup>-1</sup>) ve 2-aminofenolün amin grubu (-NH<sub>2</sub>) titreşimlerinin (3374-3302 cm<sup>-1</sup>) oluşan saf bileşiđin spektrumunda gözlenmemiş ve oluşan imin bileşiđinin C=N titreşimi 1614 cm<sup>-1</sup> de gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları incelendiğinde imin grubu (C=N)H sinyalinin 8,70 ppm de, imin C=N grubunun karbon sinyalinin 163,9 ppm de görülmesi ürünün oluştuđunu göstermektedir.

## 5.3 2-(((4-hidroksifenil)imino)metil)fenol (2-hfimf) Bileşiđi Sonu ve Yorumları

Giriş maddeleri ve sentezlenen saf ürünün FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında salialdehitin aldehit grubu (C=O) titreşimi (1661 cm<sup>-1</sup>) ve 4-aminofenolün amin grubu (-NH<sub>2</sub>) titreşimlerinin (3340-3284 cm<sup>-1</sup>) oluşan saf ürünün görülmemiş ve oluşan imin bileşiđinin C=N titreşimi 1614 cm<sup>-1</sup> de gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları incelendiğinde imin grubu (C=N)H sinyalinin 8,60 ppm de, imin C=N bileşiđinin karbon sinyalinin 160,4 ppm de görülmesi ürünün oluştuđunu ispatlamaktadır, sonuçlar literatür ile uyumludur [60].

## 5.4 2-((p-tolilimino)metil)fenol (2-timf) Bileşiđi Sonu ve Yorumları

Giriş maddeleri ve sentezlenen saf ürünün FT-IR spektrumları yorumlandığında salialdehitin aldehit grubu (C=O) titreşimi (1661 cm<sup>-1</sup>) ve p-toluidinin amin grubu (-NH<sub>2</sub>) titreşimlerinin (3417-3336 cm<sup>-1</sup>) oluşan saf üründe görülmemiş ve oluşan imin bileşiđinin C=N titreşimi 1614 cm<sup>-1</sup> de gözlenmiştir. <sup>13</sup>C-NMR ve <sup>1</sup>H-NMR spektrumları incelendiğinde imin grubu (C=N)H sinyalinin 8,62 ppm de, imin C=N bileşiđinin karbon sinyalinin 161,4 ppm de görülmesi ürünün oluştuđunu göstermektedir.

### 5.5 2-((2-metilbenziliden)amino)fenol (2-mbaf) Bileşigi Sonuç ve Yorumları

Giriş maddeleri ve sentezlenen saf ürünün FT-IR spektrumlarına bakıldığında o-tolualdehitin aldehit grubu (C=O) titreşimi ( $1693\text{ cm}^{-1}$ ) ve 2-aminofenolün amin grubu ( $\text{-NH}_2$ ) titreşimlerinin ( $3374\text{ -}3302\text{ cm}^{-1}$ ) oluşan saf üründe görülmemiştir ve oluşan imin bileşiğinin C=N titreşimi  $1617\text{ cm}^{-1}$  de gözlenmiştir.  $^{13}\text{C-NMR}$  ve  $^1\text{H-NMR}$  spektrumları incelendiğinde imin grubu (C=N)H sinyalinin 9,01 ppm de, imin C=N grubuna ait karbon sinyalinin 156,0 ppm de görülmesi yapıyı desteklemektedir.

### 5.6 4-((2-metilbenziliden)amino)fenol (4-mbaf) Bileşigi Sonuç ve Yorumları

Giriş maddeleri ve sentezlenen saf ürünün FT-IR spektrumları incelendiğinde o-tolualdehitin aldehit grubu (C=O) titreşimi ( $1693\text{ cm}^{-1}$ ) ve 4-aminofenolün amin grubu ( $\text{-NH}_2$ ) titreşimlerinin ( $3340\text{-}3284\text{ cm}^{-1}$ ) oluşan saf üründe görülmemiş ve oluşan imin bileşiğinin C=N titreşimi  $1605\text{ cm}^{-1}$  de gözlenmiştir.  $^{13}\text{C-NMR}$  ve  $^1\text{H-NMR}$  spektrumları incelendiğinde imin grubu (C=N)H sinyalinin 8,77 ppm de, imin C=N grubunun karbon sinyalinin 157,5 ppm de görülmesi ürünün oluştuğunu göstermektedir.

### 5.7 4-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin (4-2mmba) Bileşigi Sonuç ve Yorumları

Giriş maddeleri ve sentezlenen saf ürünün FT-IR spektrumlarına bakıldığında o-tolualdehitin aldehit grubu (C=O) titreşimi ( $1693\text{ cm}^{-1}$ ) ve p-toluidinin amin grubu ( $\text{-NH}_2$ ) titreşimlerinin ( $3417\text{-}3336\text{ cm}^{-1}$ ) oluşan saf üründe görülmemiş ve oluşan imin bileşiğinin C=N titreşimi  $1620\text{ cm}^{-1}$  de gözlenmemiştir.  $^{13}\text{C-NMR}$  ve  $^1\text{H-NMR}$  spektrumları incelendiğinde imin grubu (C=N)H sinyalinin 8,78 ppm de, imin C=N grubunun karbon sinyalinin 158,3 ppm de görülmesi ürünün oluştuğunu göstermektedir.

### 5.8 2-metil-N-(2-metilbenziliden)anilin (2-2mmba) Bileşigi Sonuç ve Yorumları

Giriş maddeleri ve sentezlenen saf ürünün FT-IR spektrumları incelendiğinde o-tolualdehitin aldehit grubu (C=O) titreşimi ( $1693\text{ cm}^{-1}$ ) ve o-toluidinin amin grubu ( $\text{-NH}_2$ ) titreşimlerinin ( $3462\text{-}3368\text{ cm}^{-1}$ ) oluşan saf üründe görülmemiş ve oluşan imin bileşiğinin C=N titreşimi  $1620\text{ cm}^{-1}$  de gözlenmiştir.  $^{13}\text{C-NMR}$  ve  $^1\text{H-NMR}$  spektrumları incelendiğinde imin grubu (C=N)H sinyalinin 8,67 ppm de, imin C=N grubunun karbon sinyalinin 158,4 ppm de görülmesi yapıyı desteklemiştir.

### 5.9 2-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (2-3mmba) Bileşiğinin Sonuç ve Yorumları

Giriş maddeleri ve sentezlenen saf ürünün FT-IR spektrumlarına bakıldığında m-tolualdehitin aldehit grubu (C=O) titreşimi ( $1699\text{ cm}^{-1}$ ) ve o-toluidinin amin grubu ( $\text{-NH}_2$ ) titreşimlerinin ( $3462\text{-}3368\text{ cm}^{-1}$ ) oluşan saf üründe görülmemiş ve oluşan imin bileşiğinin C=N titreşiminin  $1627\text{ cm}^{-1}$  de gözlenmiştir.  $^{13}\text{C-NMR}$  ve  $^1\text{H-NMR}$  spektrumları incelendiğinde imin grubu (C=N)H sinyalinin 8,35 ppm de, imin C=N grubunun karbon sinyalinin 159,7 ppm de görülmesi ürünün oluştuğunu göstermektedir.

### 5.10 4-((3-metilbenziliden)amino)fenol (4-3mbaf) Bileşigi Sonuç ve Yorumları

Giriş maddeleri ve sentezlenen saf ürünün FT-IR spektrumlarına bakıldığında o-tolualdehitin aldehit grubu (C=O) titreşimi ( $1693\text{ cm}^{-1}$ ) ve 4-aminofenolün amin grubu ( $\text{-NH}_2$ ) titreşimlerinin ( $3340\text{-}3284\text{ cm}^{-1}$ ) oluşan saf üründe görülmemiş ve oluşan imin bileşiğinin C=N titreşimi  $1615\text{ cm}^{-1}$  de gözlenmiştir,  $^{13}\text{C-NMR}$  ve  $^1\text{H-NMR}$  spektrumları incelendiğinde imin grubu (C=N)H sinyalinin 8,45 ppm de, imin C=N grubunun karbon sinyalinin 159,3 ppm de görülmesi ürünün oluştuğunu ispatlamaktadır.

### 5.11 4-metil-N-(3-metilbenziliden)anilin (4-3mmba) Bileşigi Yapı ve Sonuçları

Giriş maddeleri ve sentezlenen saf ürünün FT-IR spektrumlarına bakıldığında o-tolualdehitin aldehit grubu (C=O) titreşimi ( $1693\text{ cm}^{-1}$ ) ve p-toluidinin amin grubu ( $\text{-NH}_2$ ) titreşimlerinin ( $3417\text{-}3336\text{ cm}^{-1}$ ) oluşan saf üründe görülmediği ve oluşan imin bileşiğinin C=N titreşiminin  $1617,6\text{ cm}^{-1}$  de gözlenmesi,  $^{13}\text{C}$ -NMR ve  $^1\text{H}$ -NMR spektrumları incelendiğinde imin grubu (C=N)H sinyalinin 8,65 ppm de, imin C=N grubunun karbon sinyalinin 159,9 ppm de görülmesi ürünün oluştuğunu göstermektedir.

## 6. KAYNAKLAR

- [1] Solomons, G. and Fryhle, C., *Organic Chemistry*, Seventh Edition, USA: John Wiley & Sons Inc., 1-2, (1998).
- [2] Suresh, R., Kamalakkahannan, D., Ranganathan, K., Arulkumaran, R., Sundararajan, R. and Vijayakumar, S., “Solvent-free synthesis, spectral correlations and antimicrobial activities of some aryl imines”, *Spectrochimica Acta*, 101, 239-248, (2013).
- [3] Clayden, J., Greeves, N. and Warren, S., *Organic Chemistry*, New York: Oxford, 103, (2012).
- [4] Solomons, G. and Fryhle, C., *Organic Chemistry*, Seventh Edition, USA: John Wiley & Sons Inc., 531, (1998).
- [5] Smith, J. G., *Organic Chemistry*. Third Edition, New York: Mc Graw-Hill, 775, (2011).
- [6] Solomons, G. and Fryhle, C., *Organic Chemistry*, Seventh Edition, USA: John Wiley & Sons Inc., 716, (1998).
- [7] Clayden, J., Greeves, N. and Warren, S., *Organic Chemistry*, New York: Oxford, 115, (2012).
- [8] Clayden, J., Greeves, N. and Warren, S., *Organic Chemistry*, New York: Oxford, 119, (2012).
- [9] Smith, J. G., *Organic Chemistry*, Third Edition, New York: Mc Graw-Hill, 950, (2011).
- [10] Solomons, G. and Fryhle, C., *Organic Chemistry*, Seventh Edition, USA:

John Wiley & Sons Inc., 944, (1998).

- [11] McMurry, J., *Fundamentals of Organic Chemistry*. Fifth Edition, USA: Brooks/Cole Publishing Company, 976, (1999).
- [12] Ricci, A., *Amino Group Chemistry*, Germany: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 1-2, (2008).
- [13] Solomons, G. and Fryhle, C., *Organic Chemistry*, Seventh Edition, USA: John Wiley & Sons Inc., 945-946, (1998).
- [14] Hoffman, R. V., *Organic Chemistry an Intermediate Text*, Second Edition, New Mexico State University John Wiley & Sons, Inc., 201, (2004).
- [15] Smith, J. G., *Organic Chemistry*, Third Edition, New York: Mc Graw-Hill, 950, (2011).
- [16] Yousif, E., Majeed, A., Al-Sammarrae, K., Salih, N., Salimon, J. and Abdullah, B., "Metal complexes of Schiff base: preparation, characterization and antibacterial activity", *Arabian Journal of Chemistry*, 10, S1639-S1644, (2017).
- [17] Radulović, N. S., Miltojević, A. B. and Vukićević, R. D., "Simple and efficient one-pot solvent-free synthesis of N-methyl imines of aromatic aldehydes", *Comptes Rendus Chimie*, 16(3), 257-270, (2013).
- [18] Çalışkan, H., "Bazı Yeni Optikçe Aktif Schiff Bazlarının Sentezi", Yüksek Lisans Tezi, *Kafkas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Kars, 1, (2011).
- [19] Hasanoğlu, E., "Schiff Bazlarının Sentezi, Karakterizasyonu ve Termal Davranışlarının İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Niğde, 2, (2009).

- [20] Wang, Y., Yu, Z., Sun, Y., Wang, Y. and Lu, L., "Synthesis, vibrational spectral and nonlinear optical studies of N-(4-hydroxy-phenyl)-2-hydroxybenzaldehyde-imine: A combined experimental and theoretical investigation", *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 79(5), 1475-1482, (2011).
- [21] Blower, P. J., "Small coordination complexes as radiopharmaceuticals for cancer targeting", *Transition metal chemistry*, 23(1), 109, (1997).
- [22] Reichert, D. E., Lewis, J. S. and Anderson, C. J., "Metal complexes as diagnostic tools", *Coordination Chemistry Reviews*, 184(1), 3-66, (1999).
- [23] Bhattacharjee, C. R., Goswami, P. and Mondal, P., "Synthesis, reactivity, thermal, electrochemical and magnetic studies on iron (III) complexes of tetradentate Schiff base ligands", *Inorganica Chimica Acta*, 387, 86-92, (2012).
- [24] Carey, F. A., *Organic Chemistry*, Fourth Edition, USA: The Mc Graw-Hill Companies Inc., 672, (2001).
- [25] Fessenden, R. J., Fessenden, J. S. and Louge, M. W., *Organik Kimya*. Uyar, T., 1. Baskı, Ankara: Güneş Kitabevi Ltd. Şti. 789, (2001).
- [26] Smith, J. G., *Organic Chemistry*. Third Edition, New York: Mc Graw-Hill, 797, (2011).
- [27] Suresh, R., Kamalakkahannan, D., Ranganathan, K., Arulkumaran, R., Sundararajan, R. and Vijayakumar, S., "Solvent-free synthesis, spectral correlations and antimicrobial activities of some aryl imines", *Spectrochimica Acta*, 101, 239-248, (2013).



- [28] Wang, Y., Yu, Z., Sun, Y., Wang, Y. and Lu, L., "Synthesis, vibrational spectral and nonlinear optical studies of N-(4-hydroxy-phenyl)-2-hydroxybenzaldehyde-imine: A combined experimental and theoretical investigation". *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 79(5), 1475-1482, (2011).
- [29] Turhan, O., "1-3 İndandionun Aminlerle Reaksiyonlarının İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Balıkesir, 14, (2003).
- [30] Solomons, G. and Fryhle, C., *Organic Chemistry*, Seventh Edition, USA: John Wiley & Sons Inc, 904, (1998).
- [31] Bruice, P. Y., *Organic Chemistry*. Seventh Edition, USA: Prentice Hall Publishing Company, 750, (2013).
- [32] Carey, F. A and Sundberg, R. J., *Advanced Organic Chemistry Part A: Structure and Mechanisms*, Fifth Edition, USA: Springer Science + Business Media LLC, 518, (2007).
- [33] Smith, B. C., *Fundamentals of Fourier Transform Infrared Spectroscopy*, Boca Raton : CRC Press, 1-2, (1996).
- [34] Harwood, L. M. and Claridge T. D. W., *Introduction to Organic Spectroscopy*, Oxford ; Oxford University Press, 24, (2007).
- [35] Harwood, L. M. and Claridge T. D. W., *Introduction to Organic Spectroscopy*, Oxford ; Oxford University Press, 25, (2007).
- [36] Parsons, A. F., *Keynotes in Organic Chemistry*, Oxford: Blackwell Science Ltd., 167, (2003).
- [37] Harwood, L. M. and Claridge T. D. W., *Introduction to Organic*

*Spectroscopy*, Oxford ; Oxford University Press, 24, (2007).

- [38] Yaşar, H., “Bazı Salisaldehit Türevi İmin Bileşiklerinin Sentezi ve C=N Çift Bağlarının İndirgenme Reaksiyonlarının FT-IR ile İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Balıkesir, 17, (2016).
- [39] Mcmurry, J., *Organic Chemistry*. Fifth Edition, USA: Brooks Cole Publishing Company, 476-480, (1999).
- [40] Parsons, A. F., *Keynotes in Organic Chemistry*, Oxford: Blackwell Science Ltd., 167-170, (2003).
- [41] Namlı, H., Nükleer Manyetik Rezonans Spektroskopisi, (21.08.2018), <http://w3.balikesir.edu.tr/~hnamli/>, (2017).
- [42] Wang, Y., Yu, Z., Sun, Y., Wang, Y. and Lu, L., “Synthesis, vibrational spectral and nonlinear optical studies of N-(4-hydroxy-phenyl)-2-hydroxybenzaldehyde-imine: A combined experimental and theoretical investigation”, *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 79(5), 1475-1482, (2011).
- [43] Radulović, N. S., Miltojević, A. B. and Vukićević, R. D., “Simple and efficient one-pot solvent-free synthesis of N-methyl imines of aromatic aldehydes”, *Comptes Rendus Chimie*, 16(3), 257-270, (2013).
- [44] Sinha, D., Tiwari, A. K., Singh, S., Shukla, G., Mishra, P., Chandra, H. and Mishra, A. K., “Synthesis, characterization and biological activity of Schiff base analogues of indole-3-carboxaldehyde”, *European journal of medicinal chemistry*, 43(1), 160-165, (2008).
- [45] Silku, P., “Bazı yeni İmin Bileşiklerinin Eldesi, Spektroskopik Özelliklerinin Belirlenmesi ve İnhibitör Özelliklerinin İncelenmesi”,

Yüksek Lisans Tezi, *Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Çorum, 96-97, (2014).

- [46] Keskin, Ş., “Bazı Aromatik Amin Bileşikleri ile 2,4-dihidroksi-benzaldehitin İmin Polimerlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Çanakkale, 3-70, (2011).
- [47] Marım, N., “İmin Bileşiklerinin Eldesi, Yapılarının Aydınlatılması ve Biyolojik Aktivitelerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Çorum, 28-29, (2014).
- [48] Ha, J. H., Lee, D. U., Lee, J. T., Kim, J. S., Yong, C. S., Kim, J. A., and Ha, J. S., “4-Hydroxybenzaldehyde from *Gastrodia elata* B1. is active in the antioxidation and GABAergic neuromodulation of the rat brain”, *Journal of Ethnopharmacology*, 73(1-2), 329-333, (2000).
- [49] Gupta, I. K. and Sutar, A. K., “Catalytic activities of Schiff base transition metal complexes”, *Coordination Chemistry Reviews*, 252(12-14), 1420-1450, (2008).
- [50] Hisaindee, S., Al-Kaabi, L., Ajeb, S., Torky, Y., Iratni, R., Saleh, N. I. and AbuQamar, S. F. “Antipathogenic effects of structurally-related Schiff base derivatives: Structure–activity relationship”, *Arabian Journal of Chemistry*, 8(6), 828-836, (2015).
- [51] Shahabadi, N., Kashanian, S. and Darabi, F., “DNA binding and DNA cleavage studies of a water soluble cobalt (II) complex containing dinitrogen Schiffbase ligand: The effect of metal on the mode of binding”, *European journal of medicinal chemistry*, 45(9), 4239-4245, (2010).

- [52] Liberta, A. E. and West, D. X., "Antifungal and antitumor activity of heterocyclic thiosemicarbazones and their metal complexes: current status", *Biometals*, 5(2), 121-126, (1992).
- [53] Pires dos Santos, M. L., Alairo, A. F., Mangrich, A. S. and Ferreira, A. M. C., "Antioxidant and Prooxidant Properties of some Di Schiff Base Copper(II) Complexes Journal of Inorganic", *Biochemistry*, 71(1-2), 71-78, (1998).
- [54] Cory, J. G., Cory, A. H., Rappa, G., Lorico, A., Llu, M. C., Lin, T. S. and Sartorelli, A. C., "Structure-function relationships for a new series of pyridine-2-carboxaldehyde thiosemicarbazones on ribonucleotide reductase activity and tumor cell growth in culture and in vivo", *Advances in enzyme regulation*, 35, 55-68, (1995).
- [55] Yang, Z. Y., Yang, R. D., Li, F. S. and Yu, K. B., "Crystal structure and antitumor activity of some rare earth metal complexes with Schiff base", *Polyhedron*, 19(26-27), 2599-2604, (2000).
- [56] Fioravanti, R., Biava, M., Donnarumma, S., Porretta, G. C., Simonetti, N., Villa, A. and Pompei, R., "Synthesis and microbiological evaluations of (N-heteroaryl) arylmethanamines and their Schiff bases", *Farmaco (Societa chimica italiana)*, 51(10), 643-652, (1996).
- [57] Sur, B., Chatterjee, S. P., Sur, P., Maity, T. and Roychoudhury, "S. Studies on the antineoplasticity of Schiff bases containing 5-nitrofur and pyrimidine", *Oncology*, 47(5), 433-438, (1990).
- [58] Das, A., Trousdale, M. D., Ren, S. and Lien, E. J., "Inhibition of herpes simplex virus type 1 and adenovirus type 5 by heterocyclic Schiff bases of aminohydroxyguanidine tosylate", *Antiviral research*, 44(3), 201-208, (1999).

- [59] Bařak, N., “Schiff Bazı Bakır-Mangan Komplekslerinin Prostat Kanseri Hücre Hatlarında Sitotoksitesinin Belirtilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Isparta, 40-41, (2010).
- [60] Ha, J. H., Lee, D. U., Lee, J. T., Kim, J. S., Yong, C. S., Kim, J. A. and Ha, J. S., "4-Hydroxybenzaldehyde from *Gastrodia elata* B1. is active in the antioxidation and GABAergic neuromodulation of the rat brain", *Journal of Ethnopharmacology*, 73, 1-2, (2000).