

2-(3-Amino-2,4,4-trisüano-büta-1,3-dienil)tiyofenin kristal verileri, C₁₁H₆N₄S (*)

Zuhal PAYZE¹, Mehmet AKKURT, Hüseyin SOYLU²

Erciyes Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, 38039 Kayseri

ÖZET

Bu çalışmada 2-(3-amino-2,4,4 trisüano-büta-1,3 dienil) tiyofen kristalinin CuK α radyasyonu ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$) kullanılarak kristal yapısı araştırıldı. Buerger presesyon, Weissenberg ve döner kristal teknikleri kullanıldı. Elde edilen sonuçlara göre kristal verileri: Ortorombik, Pbc_a, $a = 23.607 \pm 0.036 \text{ \AA}$, $b = 7.080 \pm 0.006 \text{ \AA}$, $c = 13.036 \pm 0.006 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, $V = 2178.8 \text{ \AA}^3$, $M = 226.861$ akb, $d_g = 1.408 \text{ g.cm}^{-3}$, $d_h = 1.383 \text{ g.cm}^{-3}$, $Z = 8$, $F(000) = 928$, $T = 293 \text{ K}$, $\mu = 24.07 \text{ cm}^{-3}$.

Crystal data of 2-(3-Amino-2,4,4-trisüano-büta-1,3-dienyl)thiophene, C₁₁H₆N₄S

SUMMARY

In this study, the crystal structure of 2-(3-amino-2,4,4 trisüano-büta-1,3 dienyl) thiophene, by using CuK α radiation ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$), has been investigated. Buerger precession, Weissenberg and oscillation techniques were used. The crystal data: Orthorhombic, Pbc_a, $a = 23.607 \pm 0.036 \text{ \AA}$, $b = 7.080 \pm 0.006 \text{ \AA}$, $c = 13.036 \pm 0.006 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, $V = 2178.8 \text{ \AA}^3$, $M = 226.861$ akb, $d_m = 1.408 \text{ g.cm}^{-3}$, $d_c = 1.383 \text{ g.cm}^{-3}$, $Z = 8$, $F(000) = 928$, $T = 293 \text{ K}$, $\mu = 24.07 \text{ cm}^{-3}$.

GİRİŞ

Organik madde bileşiklerinin, kristal yapı analizi çalışmaları, kristalografide olduğu kadar biyofizik ve biyokimyada da son yıllarda üzerinde en çok çalışılan konulardan olmuştur. İleri teknoloji sayesinde bilgisayarların gelişmesi, kristalografik çalışmalara hız kazandırmıştır.

Organik madde olan, 2-(3-amino-2,4,4 trisüano-büta-1,3 dienil) tiyofen, bir boya maddesi olma özelliğine sahiptir. Ana maddelerden biri olan tiyofen-2-aldehid üzerinde, kimyasal analiz çalışması yapılmış ve syn, anti durumlarının varlığı belirlenmiştir [1-3].

Bu çalışmada, fotoğrafik olarak x-ışınları tek kristal difraksiyon metodlarından, Buerger presesyon, döner kristal ve eş-eğim Weissenberg teknikleri kullanılarak elde edilen tabaka filmlerinden, kristal sistemi, birim hücre parametreleri, sönüm şartları, ölçülen yoğunluk ve hesaplanan birim hücredeki molekül sayısı yardımıyla uzay grubunun belirlenmesi amaçlandı.

(*) Bu çalışma Erciyes Üniversitesi Araştırma Fonu'na desteklenmiştir.

¹ Gülhane Askeri Tıp Akademisi, Ankara

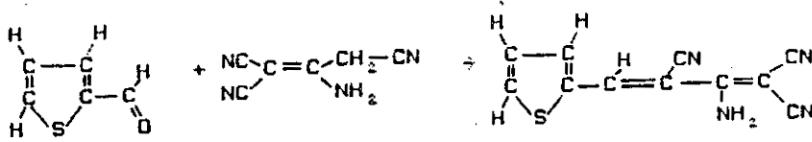
² Gazi Üniversitesi, Eğitim Fakültesi, Fen Bilimleri Eğitimi Bölümü, Fizik Eğitimi Anabilim Dalı, Ankara

DENEYSEL ÇALIŞMA

Kristalin Elde Edilişi

1.12 g tiyofen-2-aldehid 15 ml etanolde çözülüp, üzerine 1.32 g 2-amino-1,1,3-trisiyanopropen (dimeric malononitrile)'nin 25 ml etanoldeki çözeltisi katıldı. Geri soğutucu altında 20 dakika kaynatıldı. Soğumaya bırakıldığında ürün çöktü.

Kristal yapı analizi çalışmalarının sağlıklı olabilmesi için, iyi büyütülmüş ve kristal yapı kusurlarından arınmış bir kristal ile çalışmak gerekir. Bu nedenle üzerinde çalışılan kristal, etanolde çözülerek, oda sıcaklığında yavaş buharlaşmaya bırakıldı. İki hafta içinde yeterli büyüklükte saydam sarı renkli tek kristaller elde edildi.



Şekil 1. Reaksiyon denklemi

Kristallerin polarizasyon mikroskobu ile yapı araştırması yapılabilecek özellikte olup olmadığı tesbit edildi. Stereo mikroskobu altında uygun bir tek kristal seçilip, gonyometre başlığına yerleştirildi ve yapı analizi çalışmalarına başlandı.

Buerger Presesyon ve Weissenberg Kameralarında Yapılan İncelemeler

Buerger Presesyon metodu ile birim hücre parametrelerini ve sönmüş şartlarını belirlemek için h0l, 0kl sıfıncı ve hk1, h1l, 1kl üst tabaka filmleri çekildi.

Filmlerin incelenmesi sonucunda kristal sisteminin ortorombik olduğu, film üzerinde mikrodensitometriyle ölçülen ters örgü parametreleri kullanılarak, bağıntısı yardımıyla birim hücre parametrelerinin ortalama değerleri $a = 23.40 \text{ \AA}$, $b = 7.10 \text{ \AA}$, $c = 13.04 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ bulundu. Sönmüş şartlarının eksenler boyunca $h = 2n$, $k = 2n$, $l = 2n$ ile 0kl için $k = 2n$, h0l için $l = 2n$, hk0 için $k = 2n$ olduğu saptandı.

a ekseninden takılı kristal için çekilen döner filmi üzerinde yapılan ölçümler sonucu da a-eksen uzunluğunun ortalama değeri $a = 23.52 \text{ \AA}$ olarak bulundu.

Eş - eğim Weissenberg tekniği ile a ekseninden takılı kristalin Okl, 1kl tabaka filmleri çekildi. Mikrodensitometre kullanılarak Okl tabaka filmi üzerinde eksenler boyunca merkeze göre simetrik lekeler arasındaki z uzaklıkları ölçülüp,

$$d_{001}^* = 2 \sin(z\sqrt{5}) = 1c^* \quad (1)$$

bağıntısıyla, $b = 7.06 \text{ \AA}$, $c = 13.03 \text{ \AA}$ olarak bulundu [4], eksenler arasındaki açı $\alpha^* = 90^\circ$ ölçüldü ve $\alpha = 90^\circ$ bulundu. Buerger tabaka filmiyle elde edilen sönüm şartları bu metodla da doğrulandı.

Birim Hücre Boyutlarının En İyi Değerlerinin Bulunması, Birim Hücredeki Molekül Sayısı ve Uzaklık Grubunun Bulunması

Buerger presesyon yöntemi ile elde edilen kırınım desenlerinden yararlanarak, çeşitli θ değerleri için önce "Nelson-Riley" programı ile Nelson-Riley katsayıları hesaplandı ve "Erxcrg" programı ile lineer regresyon analizi yapılarak en iyi birim hücre boyutları; $a = 23.607 \pm 0.036 \text{ \AA}$, $b = 7.080 \pm 0.006 \text{ \AA}$, $c = 13.036 \pm 0.006 \text{ \AA}$ olarak bulundu [5]. Kristalin yoğunluğu yüzdürme metodu ile, $d_0 = 1.408 \text{ g.cm}^{-3}$ olarak bulundu. Buna göre birim hücredeki molekül sayısı 8 olarak hesaplandı.

Birim hücredeki molekül sayısı sekiz alınarak, yoğunluk hesaplanırsa, $d_h = 1.383 \text{ g.cm}^{-3}$ bulunur. Bu veriler ve sistematik sönümler araştırılıp kristalin uzay grubunun, (No:61) Pbcu olduğu tesbit edildi [6].

SONUÇ

Buerger presesyon, döner kristal ve eş-eğim Weissenberg tekniği ile kristalin kristal sistemi, birim hücre parametreleri, sönüm şartları, uzay grubu belirlendi. Bu metodlarda elde edilen sonuçların birbiriyle çok iyi uyum içinde olduğu gözlemlendi.

Elde edilen birim hücre parametrelerinin hassaslaştırılması için Nelson-Riley ve Erxcrg bilgisayar programları kullanıldı. Yüzdürme yöntemiyle ölçülen yoğunluk ($d_0 = 1.408 \text{ g.cm}^{-3}$) değeri hesaplanan yoğunluk değeriyle ($d_h = 1.383 \text{ g.cm}^{-3}$) uyuşmuştur. Bu yoğunluk değeriyle hesaplanan birim hücredeki molekül sayısı $Z = 8$ olarak bulundu. Sönüm şartlarına uyan Pbcu (No:61) uzay grubunda da 8 eşdeğer konum bulunmaktadır. Böylece kristalin, kristal sistemi, sönüm şartları, uzay grubu, yoğunluk değeri, birim hücredeki molekül sayısı, lineer absorpsiyon katsayısı tayin edildi.

TEŞEKKÜR

Kristali sentezleyip incelememiz için veren Doç.Dr.Mustafa Kepez'e teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] G.O.Braathen, K.Kveseth, C.J.Nielson, K.Hagen, "Molecular Structure and Conformational Equilibrium of Gaseous Thiophene-2-Aldehyde as Studied by Electron Diffraction and Microwave, Infrared, Raman and Matrix Isolation Spectroscopy", *Journal of Molecular Structure*,145,45-68,(1986).
- [2] B.Klewe, "Crystal Structures of Condensation Products of Malononitrile. III. 2-Amino-1,1,3-Tricyanopropene ("Dimeric Malononitrile"), *Acta Chem.Scand.*,25,No=6,(1971).
- [3] B.Klewe, "Crystal Structures of Condensation Products of Malononitrile. IV., 2-Amino-1,1,3-Tricyanopropene("Dimeric Malononitrile"), *Acta Chem.Scand.*,26,No=1,(1972).
- [4] J.W.Jeffery, "Methods in X-Ray Crystallography", Academic Press, London, New York, 1971, Chap.15.
- [5] M.Akkurt, S.Öztürk, "Nelson-Riley" ve "Erxreg" Lineer Regresyon Analiz programı, E.Ü.Fen-Ed.Fak.Fizik Böl.,X-Işınları Araştırma Lab.,Kayseri,1991.
- [6] "International Tables for X-Ray Crystallography", Vol.A Space-Group Symmetry, D.Reidel Pub. Comp.Dordrecht,1984.