

## X-IŞINLARI DİFRAKSİYON YÖNTEMİ İLE 4-BENZOİL-5-FENİL-TİYOFEN 2,3-DİON'UN KRİSTAL YAPISININ ARAŞTIRILMASI

Hatice EYNIHAN\*, Mehmet AKKURT, Hüseyin SOYLU

\*Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, TR-38039-KAYSERİ  
Erciyes Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, TR-38039-KAYSERİ

### ÖZET

Bu çalışmada,  $C_{17}H_{10}O_3S$  kristalinin x-ışınları difraksiyon metodları ile kristal yapısı araştırıldı. Buerger Presesyon, Weissenberg ve döner kristal teknikleri kullanıldı. Birim hücre parametreleri ölçüldü, kristal sistemi, sönüm şartları belirlendi. Elde edilen sonuçlara göre kristal verileri: Ortorombik,  $P2_12_12_1$  (No:19),  $a=10.51\pm0.02$  Å,  $b=14.84\pm0.06$  Å,  $c=18.12\pm0.06$  Å,  $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ ,  $V=2826.15$  Å<sup>3</sup>,  $M=294.333$  akb,  $d_0=1.37$  g.cm<sup>-3</sup>,  $d_h=1.38$  g.cm<sup>-3</sup>,  $F(000)=608$ ,  $Z=8$ ,  $T=293$  °K,  $\lambda(CuK\alpha)=1.5418$  Å,  $\mu=20.3$ cm<sup>-1</sup>.

### THE INVESTIGATION OF THE CRYSTAL STRUCTURE OF 4-BENZOYL-5-PHENYLTHIOPHENE-2,3-DIONE BY X-RAY DIFFRACTION METHODS

#### SUMMARY

In this study, the crystal structure of  $C_{17}H_{10}O_3S$  was investigated by x-ray diffraction methods. Buerger precession, Weissenberg and oscillation techniques were used. The unit cell parameters were measured. The crystal system and systematic extinctions were determined. The crystal data: Orthorhombic,  $P2_12_12_1$  (No:19),  $a=10.51\pm0.02$  Å,  $b=14.84\pm0.06$  Å,  $c=18.12\pm0.06$  Å,  $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ ,  $V=2826.15$  Å<sup>3</sup>,  $M=294.333$  amu,  $d_m=1.37$  g.cm<sup>-3</sup>,  $d_c=1.38$  g.cm<sup>-3</sup>,  $F(000)=608$ ,  $Z=8$ ,  $T=293$  °K,  $\lambda(CuK\alpha)=1.5418$  Å,  $\mu=20.3$  cm<sup>-1</sup>.

### GİRİŞ

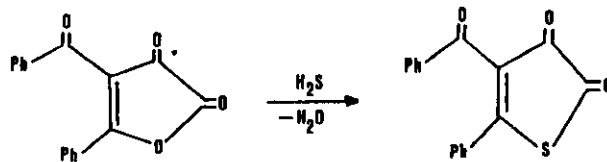
Son yıllarda yüksek iletkenliğe sahip, dope edilmiş polimerlerin keşfi fizikçiler ve kimyacılar arasında ilgi uyandırmıştır. Yeni metallerin gelişimi, yarı iletkenler veya metallerin elektriksel iletkenlikleri ile plastiklerin dayanıklılığı ve hafif ağırlıkta oluşları bu alandaki etkilerin büyümesinde önemli rol oynamıştır. Dopingsiz yarıiletken özelliği gösteren polimerlerin araştırılması kimyacılar için önemli bir konudur. Böyle polimerlerin katı hal özellikleri arasında yer alan band aralığı değeri, elektriksel iletim, optik özellikler ve manyetik davranış elektronik özellikleri yönlendiren önemli parametrelerdendir [1].

Tiyofen başlangıç olmak üzere polimerlerin sentezlenmesi için yapılan bazı çalışmalar literatürde rapor edilmiştir. Bu yüzden tiyofen türevlerinin kristal sistemi birim hücre parametrelerinin tayini ve uzay grublarının belirlenmesi sentezlenen bileşiğin özelliklerinin belirlenmesinde ve diğer incelemelerde kullanılmasında önem taşımaktadır.

## DENEYSEL ÇALIŞMALAR, VERİLER VE HESAPLAMALAR

### Kristalin Elde Edilişi

0.5 gr kuru  $C_{17}H_{10}O_4$  maddesinden alınır. Üzerine 50 ml destile (Merck) toluen ilave edilerek çözünmesi sağlanır. Çözündükten sonra kip cihazına monte edilen balon joje içerisine konularak sistemden ( $FeS+HCl$ ) gazı nemsiz ortamda  $H_2S$  ( $P_2O_5$  ve  $CaCl_2$  tuzları ile nem tutulur) gazı geçirilerek, önceden açık sarı renkli çözeltinin king portakal kırmızı rengi alması sağlanır. Süre rengin oluşumuna göre tespit edilir. Sonra çözelti bir rotavapor balonuna konarak  $40\text{ }^\circ\text{C}$ 'de vakumla toluen uçurulur. Balon dibinde kalan yağimsı madde soğuyunca üzerine 2-3 ml mutlak (susuz) eter ilave edilerek 2 gün bekletilir. Çöken, 4-benzoil-5-fenil-tiyofen-2,3-dion, koyu açık kahve, ya da king portakal rengindeki kristaller vakumlanarak çözülür.  $P_2O_5$  ile desikatörde kuruması sağlanır. Kristalin ergime noktası  $102\text{ }^\circ\text{C}$ 'dir. Reaksiyon aşağıda Şekil 1'de gösterilmiştir.



Şekil 1. Reaksiyon Mekanizması

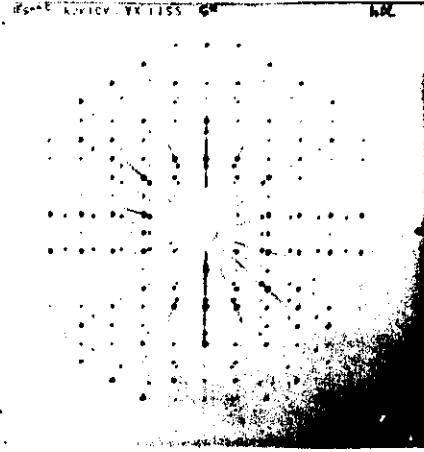
### **Buerger Presesyon Metodu İle İncelemeler**

Kristal yapı analizi çalışmalarının sağlıklı yürütülmesi için uygun büyüklükte kristal yapı kusurlarından arınmış bir kristal ile çalışmak gerekir. Bu çalışmada kullanılan kristaller stereo mikroskop altında seçildi ve polarizasyon mikroskobu ile kristallerin tek kristal oldukları test edildi.

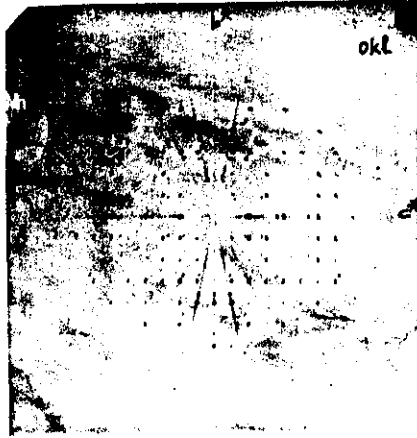
Kristal ince cam çubuk ucuna büyüme doğrultusunda takılıp, gonyometre başlığına monte edildi. Kristalin düzgün yüzeylerinden bir tanesinin gonyometre arklarından birine gelmesine dikkat edildi. İlk olarak Buerger kamerasında çalışmaya başlandı. Kristalin birim hücre eksen parametrelerinin bulunması, simetri sınıfı, sistematik sönüm şartları ve böylece uzay grubunun tayin edilmesine çalışıldı. Buerger presesyon metodu ile ters örgü tabakaları bir faktörle büyütülerek distorsiyonsuz olarak düz bir film üzerine tesbit edilir. Böyle bir film üzerindeki difraksiyon deseninde ters örgünün geometrisi tam olarak görülür. Bu nedenle birim hücrenin seçimi ve boyutlarının ölçülmesi, uzay grubunun tayini, yansımaların indislenmesi diğer metotlara kıyasla, "Buerger presesyon" metoduyla daha kolay olur [2].

Bu çalışmada kullanılan kameranın büyütme faktörü  $F=60$  mm ve x-ışınının dalga boyu  $\lambda(\text{CuK}\alpha)=1.5418$  Å'dur. Buerger presesyon tekniği ile önce  $0kl$ ,  $h0l$ ,  $hk0$  sıfıncı tabaka fotoğrafları çekildi (Şekil 2,3,4).

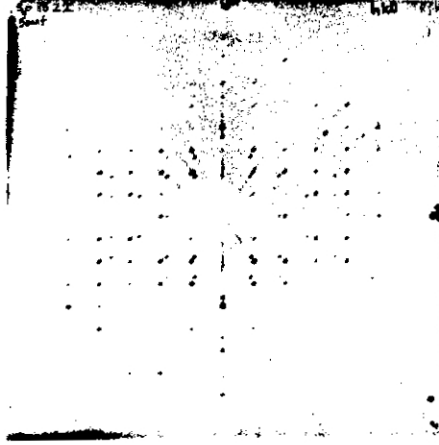
Bu şekillerdeki fotoğrafların incelenmesinden,  $a \neq b \neq c$  ve  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$  olduğu için kristal sisteminin ortorombik olduğuna karar verildi. Sıfıncı tabaka filmleri üzerinde  $0.01$  mm hassaslıkla Enraf-Nonius marka mikrodensitometrede yapılan ölçümler ve birim hücre parametrelerinin tayin edilmesi için yapılan hesaplamalar Tablo 1,2 ve 3'de gösterilmiştir.



Şekil 2. (h0l) Buerger Presesyon Fotoğrafi,  
45 kV, 26 mA, CuK $\alpha$ , filtresiz,  
ışınlama süresi:18 saat.



Şekil 3. (0kl) Buerger Presesyon Fotoğrafi,  
45 kV, 26 mA, CuK $\alpha$ , filtresiz,  
ışınlama süresi:8 saat.



Şekil 4. (hk0) Buerger Presesyon Fotoğrafı,  
45 kV, 25 mA, CuK $\alpha$ , filtresiz,  
Işınlama süresi:9.5 saat.

Aralık No	Sayı (n)	$x_1$ (mm)	$x_2$ (mm)	$\Delta x$ (mm)	$\frac{\Delta x}{n}$ $a^* = \dots$ (mm)	$\frac{\lambda F}{a^*}$ $a = \dots$ (Å)
1	4	108.70	73.43	35.27	8.82	10.49
2	6	117.38	64.61	52.77	8.79	10.52
3	8	126.08	55.73	70.35	8.79	10.52
4	8	126.12	55.77	70.35	8.79	10.52
5	8	126.06	55.74	70.32	8.79	10.52
6	9	126.09	46.90	79.19	8.80	10.51
7	6	117.32	64.50	52.82	8.80	10.51
8	8	126.00	55.82	70.18	8.77	10.55
9	10	135.80	46.92	88.88	8.89	10.41
10	8	126.16	55.96	70.20	8.77	10.55
11	10	134.80	46.06	88.74	8.87	10.43
12	8	126.06	55.96	70.10	8.76	10.56
13	10	134.58	47.00	87.58	8.76	10.56
14	10	134.68	47.18	87.50	8.75	10.57
15	8	126.00	55.75	70.25	8.78	10.54
16	8	126.02	55.59	70.43	8.80	10.51
17	8	126.08	55.64	70.44	8.81	10.50
18	6	117.20	64.50	52.70	8.78	10.54

$a=10.52 \pm 0.04$  Å

Tablo 1. Şekil 2'deki Film Üzerinde Ölçülen Değerler ve Hesaplanan a-birim Hücre Boyutu

Aralık No	Sayısı (n)	y <sub>1</sub> (mm)	y <sub>2</sub> (mm)	Δy (mm)	Δy	λF
					b* = ..... (mm)	b = ..... (Å)
					n	b*
1	10	113.76	51.06	62.70	6.27	14.75
2	8	113.64	63.92	49.72	6.22	14.87
3	10	125.94	64.28	61.66	6.17	14.99
4	6	101.45	64.14	37.31	6.22	14.87
5	16	132.34	33.14	99.20	6.20	14.92
6	16	132.86	32.24	100.62	6.29	14.71
7	10	101.40	39.29	62.11	6.21	14.90
8	10	101.46	39.14	62.32	6.23	14.85
9	7	96.62	55.94	43.68	6.24	14.83
10	10	113.76	51.82	61.94	6.20	14.92
11	8	107.38	57.92	49.46	6.18	14.97

Tablo 2. Şekil 3'deki Film Üzerinde Ölçülen Değerler ve Hesaplanan b-birim Hücre Boyutu

Aralık No	Sayısı (n)	z <sub>1</sub> (mm)	z <sub>2</sub> (mm)	Δz (mm)	Δz	λF
					c* = ..... (mm)	c = ..... (Å)
					n	c*
1	9	105.67	59.13	46.54	5.17	17.89
2	14	115.95	44.57	71.38	5.10	18.14
3	16	121.17	39.33	81.84	5.12	18.07
4	18	131.35	39.35	92.00	5.11	18.10
5	18	131.34	39.39	91.95	5.11	18.10
6	18	126.18	34.32	91.86	5.10	18.14
7	16	120.99	39.43	81.56	5.10	18.14
8	14	115.98	44.67	71.31	5.10	18.14
9	8	100.56	59.99	40.57	5.07	18.25

Tablo 3. Şekil 2'deki Film Üzerinde Ölçülen Değerler ve Hesaplanan c-birim Hücre Boyutu

NELSON-RILEY ve ERXREG adlı Data General MV 4000 bilgisayar sisteminde çalışan Fortran 77 dilindeki programlar ile yapılan lineer regresyon analizi sonucu birim hücre parametrelerinin en iyi değerleri ve bunlara ait standart sapma miktarları

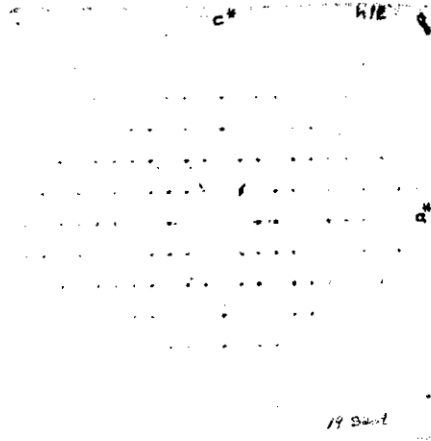
$$a = 10.514 \pm 0.023 \text{ \AA},$$

$$b = 14.835 \pm 0.064 \text{ \AA},$$

$$c = 18.123 \pm 0.061 \text{ \AA}$$

bulundu [3].

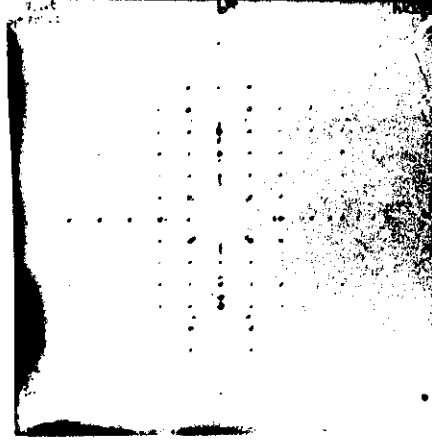
Buerger presesyon metodu ile (h1l), (1kl) ve hk1) üst tabaka filmleri de çekildi (Şekil 5,6,7).



Şekil 5. (h11) Buerger Presesyon Üst Tabaka Fotoğrafı, 45 kV, 26 mA,  $CuK\alpha$ , filtresiz, ışınlama süresi:19 saat.



Şekil 6. (1kl) Buerger Presesyon Üst Tabaka Fotoğrafı, 45 kV, 26 mA,  $CuK\alpha$ , filtresiz, ışınlama süresi:8 saat.



Şekil 7. (hkl) Buerger Presesyon Üst Tabaka Fotoğrafı,  
45 kV, 26 mA, CuK $\alpha$ , filtresiz, ışınlama sü-  
resi: 7 saat.

### Döner Kristal Tekniği İle İnceleme

Ters örgü düzlemine dik bir eksen etrafında dönen bir kristal aynı eksenli bir seri koni yüzeyinde difraksiyon demetleri oluşturur. Bu koniler yansıma küresini ters örgü düzlemlerinin bu küre ile yaptığı dairesel arakesit boyunca keserler ve dönme eksenini eş eksenli olan silindirik film üzerinde doğrusal çizgi boyunca yansıma noktaları oluştururlar.

Döner kristal tekniğinde birim hücre boyutu aşağıdaki bağıntı yardımıyla hesaplanır [4].

$$d_{hkl} = \frac{n\lambda}{\sin \tan^{-1}(y_n/r_f)}$$

Burada n tabaka numarası,  $y_n$  n'inci tabakanın sıfırinci tabakaya uzaklığı ve  $r_f$  de kamera yarıçapıdır (=28.65 mm). Bu bağıntı yardımıyla a ekseninden takılı kristal için çekilen filmdeki dört tabaka için a ekseninin uzunluğu hesaplandı (Şekil 8) ve a ekseninin ortalama değeri  $a = 10.52 \text{ \AA}$  bulundu (Tablo 4).





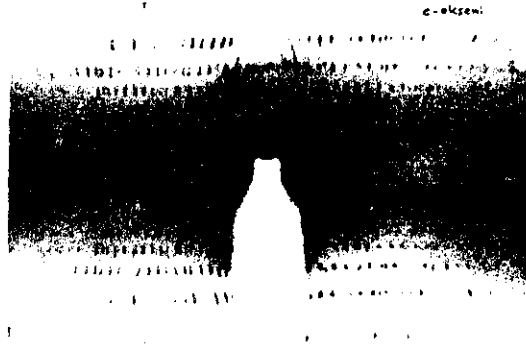
Şekil 8. a ekseninden Takılı Kristalin Döner Filmi, ışınlama süresi:12 saat.

No	$x_i$ (mm)	$x_g$ (mm)	$2x_n = x_g - x_i$ (mm)	$x_n$ (mm)	$a = \frac{n\lambda}{\sin \tan^{-1}(x_n/r_f)}$
1	82.48	73.94	8.54	4.27	10.46
2	87.09	69.34	17.74	8.62	10.70
3	92.32	64.10	28.22	14.11	10.47
4	99.09	57.34	41.75	20.88	10.47
5	109.23	47.48	61.75	30.88	10.52

$a=10.52 \pm 0.10 \text{ \AA}$

Tablo 4. a Eksenini Boyunca Alınan Döner Kristal Filminde Tabaka Yükseklikleri ve Eksen Uzunlukları

Benzer şekilde c ekseninden takılı kristal ile de döner kristal filmi çekildi (Şekil 9). Bu film üzerinde yapılan ölçümler sonucu bu eksenin en iyi değeri  $c = 18.10 \text{ \AA}$  olarak bulundu (Tablo 5).



Şekil 9. c Ekseninden Takılı Kristalin Döner Filmi, ışınlama süresi:11 saat.

No	$z_i$ (mm)	$z_s$ (mm)	$2z_n=z_s-z_i$ (mm)	$z_n$ (mm)	$c = \frac{n\lambda}{\sin \tan^{-1}(z_n/r_f)}$
1	97.51	92.70	4.81	2.41	18.39
2	102.60	87.60	15.00	7.50	18.26
3	105.46	84.76	20.70	10.35	18.15
4	108.62	81.69	26.93	13.47	18.12
5	112.16	78.23	33.93	16.97	18.15
6	116.52	73.99	42.53	21.27	18.11
7	129.64	61.15	68.49	34.25	18.09

$c=18.18 \pm 0.107 \text{ \AA}$

Tablo 5. c Eksen Boyunca Alınan Döner Kristal Filminde Tabaka Yükseklikleri ve Eksen Uzunlukları

### Weissenberg Tekniği İle Çalışmalar

Bu teknikte kristal, bir eksen etrafında osilasyon hareketi yaparken, kristalin çevresinde bulunan silindirik film kaseti de osilasyon eksenine doğrultusunda ve kristalin osilasyon hareketi ile eş zamanlı olarak sonlu miktarda hareket eder. Ayrıca, film kasetinin içinde yer alan silindirik bir tabaka seçicisi, sadece tek bir tabakaya ait yansımaların film üzerine düşmesini sağlar. Bir tabakanın tümüyle tek bir film üzerine kaydedilmesi, yorum yapmayı ve indisleme işlemini kolaylaştırmaktadır.

Sıfırncı tabaka yansımalarının Weissenberg tekniği ile filme kaydedilmesi için  $\mu=0$  alındı. a ekseninden ve c ekseninden takılı kristaller ayrı ayrı toplam  $200^\circ$  lik osilasyonla ışınıldı (Şekil 10). a ekseninden takılı kristal ile alınan film üzerinde  $a^*$  ve  $b^*$  eksenleri ve bunların arasındaki  $\gamma^*$  açısı ölçüldü ve gerçek örgü parametreleri belirlendi (Tablo 6).



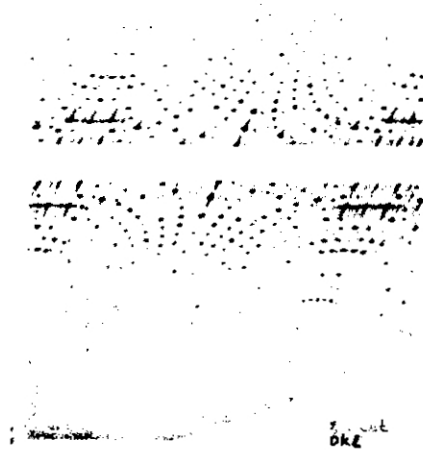
Şekil 10. (hk0) Eş-Eğim Weissenberg Fotoğrafı,  
Ni filtre,işinlarna süresi:18 saat.

No	Aralık Sayısı(n)	$x_0(\text{mm})$	$x_s(\text{mm})$	$x_n=x_s-x_0(\text{mm})(=\theta_n^\circ)$	$a= \frac{n\lambda}{2 \sin(x_n)}$
1	2	91.15	99.58	8.44	10.50
2	4	91.15	108.21	17.07	10.50
3	8	91.15	126.91	35.77	10.55
4	12	91.15	152.18	61.04	10.57

Tablo 6. (hk0) Eş eğim Weissenberg Filmi Üzerinde Yapılan Ölçümler Sonucu. a-birim hücre parametresinin hesaplanması

$a^*$  ve  $b^*$  eksenleri arasındaki uzaklık 45 mm olarak ölçüldüğü ve Weissenberg filminde 1 mm=2° olduğundan,  $\gamma^*=90^\circ$  bulundu. Buradan  $\gamma=180^\circ-\gamma^*=180^\circ-90^\circ=90^\circ$  elde edildi [5].

Benzer işlemler c ekseninden takılı kristal ile çekilen film üzerinde yapıldı (Şekil 11). Sonuçlar Tablo 7 ve 8'de verildi.



Şekil 11. (0kl) Tabakası Eş-eğim Weissenberg Filmi,  
Ni filtre,ışınlama süresi:8 saat.

No	Aralık Sayısı(n)	$y_0(\text{mm})$	$y_s(\text{mm})$	$y_n=y_s-y_0(\text{mm})(=0_n^\circ)$	$n\lambda$
					$b= \frac{2 \sin(\gamma_n)}{}$
1	4	95.77	107.52	11.76	15.13
2	6	95.77	113.62	17.86	15.08
3	8	95.77	119.97	24.21	15.04
4	10	95.77	126.62	30.86	15.03
5	12	95.77	133.84	38.08	15.00

Tablo 7. (0kl) Eş-eğim Weissenberg Filmi Üzerinde Yapılan Ölçümler Sonucu, b-  
birim hücre parametresinin hesaplanması

No	Aralık Sayısı(n)	$z_o(\text{mm})$	$z_s(\text{mm})$	$z_n=z_s-z_o(\text{mm})(=0_n^\circ)$	$n\lambda$	
					$c=$	$2 \sin(z_n)$
1	4	95.77	105.59	9.82	18.08	$c=18.05\pm 0.05 \text{ \AA}$
2	6	95.77	110.57	14.80	18.11	
3	8	95.77	115.83	20.07	17.97	
4	10	95.77	121.10	25.34	18.01	
5	12	95.77	126.59	30.83	18.05	
6	14	95.77	132.39	36.63	18.09	
7	16	95.77	138.86	43.10	18.05	

Tablo 8. (0kl) Eş-eğim Weissenberg Filmi Üzerinde Yapılan Ölçümler Sonucu, c-birim hücre parametresinin hesaplanması

$b^*$  ve  $c^*$  eksenleri arasındaki uzaklık 45 mm olduğundan  $\alpha^*=90^\circ$  bulundu. Buradan  $\alpha=180^\circ-\alpha^*=180^\circ-90^\circ=90^\circ$  elde edilir.

#### Birim Hücredeki Molekül Sayısının Tayini

Yüzdürme tekniği ile kristalin yoğunluğu,  $\text{CCl}_4$  ve toluen kullanılarak  $d_0=1.37 \text{ gcm}^{-3}$  olarak bulundu. Buradan birim hücredeki molekül sayısı

$$Z = \frac{d_0 \cdot V}{M} \quad (2)$$

bağıntısı yardımıyla hesaplandı.

$V \equiv$  birim hücrenin hacmi ( $\text{cm}^3$ )

$M \equiv$  molekül ağırlığı (g)

$V = a \times b \times c$

$V = 10.51 \times 14.84 \times 18.12$

$V = 2826.15 \text{ \AA}^3$

$V = 2826.15 \times 10^{-24} \text{ cm}^3$

$M = 17 M_C + 10 M_H + 3 M_O + 1 M_S$

$M = 17 \times 12.011 + 10 \times 1.008 + 3 \times 16.000 + 1 \times 32.066$

$M = 294.333 \text{ akb}$

$M = 294.333 \times 1.66 \times 10^{-24} \text{ g}$

$M = 488.593 \times 10^{-24} \text{ g}$

$$Z = \frac{1.37 \text{ g.cm}^{-3} \times 2826.15 \times 10^{-24} \text{ cm}^3}{488.593 \times 10^{-24} \text{ g}}$$

$Z = 7.92$

$Z = 8$

Kristalin birim hücresinde 8 molekül vardır.

### Uzay Grubunun Tayini

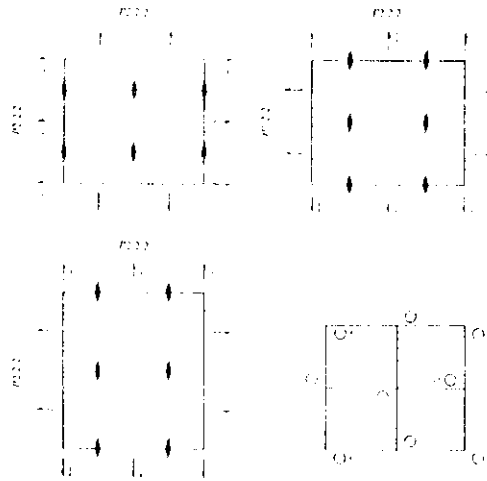
Ters örgü tabaka fotoğraflarından elde edilen bilgilerden,  $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$  ve  $a\neq b\neq c$  olduğu görüldü. Bu verilere göre kristal sınıfı ortorombiktir. Kristalin  $0kl$ ,  $h0l$ ,  $hk0$ ,  $h1l$ ,  $1kl$  ve  $hkl$  Buerger filmleri üzerindeki tüm yansımalar dikkatle incelenerek kristal için sistematik sönümler araştırıldı. Yalnızca eksenler boyunca

$$h00 \quad h=2n$$

$$0k0 \quad k=2n$$

$$00l \quad l=2n$$

ile verilen yansıma şartları olduğu tesbit edildi. Sönümler ve birim hücredeki molekül sayısı dikkate alınarak incelenen kristalin uzay grubunun  $P2_12_12_1$  (No: 19) olduğuna karar verildi.  $P2_12_12_1$  uzay grubunda Şekil 12'de görüldüğü gibi dört eşdeğer konum vardır [6]. Kristalimizin birim hücresinde sekiz molekül olduğu hesaplandı. Bu yüzden, iki molekül simetri bağımsız olarak davranmakta ve bir eşdeğer konumu paylaşmaktadırlar.



Asimetrik birim:  $0 \leq x < 0.5$ ;  $0 \leq y < 0.5$ ;  $0 \leq z < 1$

Eşdeğer konumlar: (1)  $x, y, z$  (2)  $-x+0.5, -y, z+0.5$  (3)  $-x, y+0.5, -z+0.5$  (4)  $x+0.5, -y+0.5, -z$

Şekil 12.  $P2_12_12_1$  Uzay Grubu Simetri Elemanları

H.EYNIHAN, M. AKKURT, H. SOYLUX-IŞINLARI DİFRAKSİYON YÖNTEMİ İLE 4-BENZOİL-5-

Bireysel Adı	Formül	Molekül Ağırlığı (M)	Kristal Sistem	Uzay Grubu	a (Å)	b (Å)	c (Å)	α (°)	β (°)	γ (°)	Y (Å <sup>3</sup> )	Hesaplanan ρ <sub>p</sub> (g/cm <sup>3</sup> )	Z	Fiziki Özellikler	Karşılaşma Noktası (°C)	T (°C)	
4-Benzoil-5-Fenil-Triolen-2,3-Di-amin	C <sub>21</sub> H <sub>21</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	344.333	Ortorombik	P2 <sub>1</sub> 2 <sub>1</sub> 2 <sub>1</sub>	14.94	18.12	90	90	90	90	2826.15	1.38	4	008 20.3 Cukuk	13418 293	Beşliğine	
Dinoksin 2,sharia 3) chloroacetylamino 2,3,4,5-tetraolamino 2-yli tetracene	C <sub>13</sub> H <sub>11</sub> Cl <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	452.1	Monoklinik	P2 <sub>1</sub> /c	12.208	10.413	14.849	90	104.97	90	1823.5	1.84	4	912 7.2 MoKα	0.71073 298	[3]	
Dinoksin 2,sharia 3,4,4,5-tetraolamino 2-yli malonate	C <sub>17</sub> H <sub>15</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	352	Monoklinik	P2 <sub>1</sub> /c	6.742	8.068	12.555	90	97.64	90	678.5	1.73	2	352 10.3 MoKα	0.71071 298	[7]	
5-Benzoyl-2-pentylamino-2,3-diaminopropan-4-one	C <sub>17</sub> H <sub>21</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	350.376	Triklinik	P <sub>1</sub> <sup>2</sup>	10.950	11.512	7.810	99.82	98.15	110.97	264.324	1.327	2	-	MoKα 0.71073 293	[8]	
4H-Cyclonapil-2,3,5,4-e-1-diaminopropan-4-one	C <sub>17</sub> H <sub>21</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	218.3	Monoklinik	P2 <sub>1</sub> /c	9.439	9.609	11.198	90	112.92	90	935	1.50	4	448 5.1 MoKα	0.71069	[9]	
4H-Cyclonapil-2,3,5,4-e-1-diaminopropan-4-one	C <sub>17</sub> H <sub>21</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	218.30	Monoklinik	P2 <sub>1</sub> /c	9.3331	8.9930	11.9065	90	110.098	90	907.18	1.60	4	448 5.3 MoKα	0.70930 173	[10]	
8,8-Dibromo-4H-cyclonapil-2,3,5,4-e-1-diaminopropan-4-one	C <sub>17</sub> H <sub>15</sub> Br <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	320.3	Ortorombik	Pna2 <sub>1</sub> a	15.1520	4.0068	14.2083	90	90	90	1004.7	1.46	4	436 4.3 Cukuk	13418	[11]	
3-pentyl-4H-cyclonapil-2,3,5,4-e-1-diaminopropan-4-one	C <sub>22</sub> H <sub>29</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	263.1	Monoklinik	P2 <sub>1</sub> /c	8.025	8.499	16.692	90	103.03	90	1273	1.37	4	382 35.6 Cukuk	13418 87	[12]	
n <sup>o</sup> 12-acetylaminon-3-yli-4H-cyclonapil-2,3,5,4-e-1-diaminopropan-4-one	C <sub>19</sub> H <sub>23</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	297.15	Monoklinik	C2/c	25.855	5.463	16.922	90	110.38	90	2298	1.62	8	1120 13 MoKα	0.70930 296	[13]	
4H-cyclonapil-2,3,5,4-e-1-diaminopropan-4-one	C <sub>17</sub> H <sub>21</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	320.20	Ortorombik	Pna2 <sub>1</sub> a	9.001	13.913	14.978	90	90	90	3600	1.55	4	1288 9.37 MoKα	0.70930 138	[13]	
4H-Cyclonapil-2,3,5,4-e-1-diaminopropan-4-one Perchlorate	C <sub>17</sub> H <sub>21</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> SCl <sub>4</sub>	305.8	Monoklinik	P2 <sub>1</sub> /c	10.4615	23.7202	26.840	90	94.637	90	2210	1.66	2	24	6.6 MoKα	0.70930 173	[14]
8,8-Dibromo-4H-cyclonapil-2,3,5,4-e-1-diaminopropan-4-one Eter	(C <sub>17</sub> H <sub>15</sub> Br <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S) <sub>2</sub> O	418.5	Monoklinik	C2/c	23.101	6.819	11.091	90	97.79	90	1871	1.48	4	-	Cukuk	-	[15]
Dinoksin 2,3,5,4-e-1-diaminopropan-4-one	C <sub>17</sub> H <sub>21</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	296.1	Triklinik	P <sub>1</sub> <sup>2</sup>	7.1949	8.7203	9.9967	105.787	99.974	96.817	560.62	1.66	2	-	4.8 MoKα	0.70930 143	[16]

TABLO 9: HYOFENTTU REVLERİ İLE YAPILAN X İŞİNİ KRİSTAL YAPILARININ

### SONUÇ VE TARTIŞMA

Yapılan çalışmada, Buerger presesyon yöntemiyle birim hücre parametreleri ölçülmüş, kristal sistemi belirlenmiş, sönüm şartları tesbit edilip, uzay grubu tayin edilmiştir. Aynı parametrelerden ikisi döner kristal ve diğer beş parametre ise Weissenberg yöntemi ile saptanmış, hesaplanan değerler arasındaki farkın hata sınırları içinde olduğu görülmüştür.

Yüzdürme yöntemiyle  $CCl_4$  ve toluen kullanılarak ölçülen kristal yoğunluğu ( $1.37 \text{ g/cm}^3$ ) ile birim hücre parametrelerinden hesaplanan yoğunluğun ( $1.38 \text{ g/cm}^3$ ) iyi uyuşması bulunan parametre değerlerinin doğruluk derecesi hakkındaki görüşlerimizi desteklemektedir.

Kristal sistemi ve gözlenen sönüm şartları uzay grubunun  $P2_12_12_1$  (No 19) olduğunu gösterdi. Ölçülen kristal yoğunluğu hesaplanan birim hücre parametreleri ve molekül ağırlığı yardımıyla, birim hücrede 8 tane molekül bulunduğu hesaplandı. Tayin edilen uzay grubunun 4 eşdeğer konuma sahip oluşu nedeniyle aynı eşdeğer konumun iki simetri bağımsız molekülce paylaşıldığı anlaşıldı. Tiyofen türevlerinin fizik ve kimyada öneme sahip polimerlerin elde edilmesinde oynadıkları rol sebebiyle, değişik tiyofen türevleri x-ışınları difraksiyon yöntemleriyle de incelenmiştir. Yapılan çalışma ve diğerlerinin kıyaslanması Tablo 9'da görülmektedir.

Değişik tiyofen türevleri farklı kristal sistemlerine sahip olabilmekte farklı birim hücre parametrelerine, farklı yoğunluk ve farklı sayıda molekülü birim hücrelerinde içerebilmektedir.



## TEŞEKKÜR

Bileşiği sentezleyip, kristalleştiren ve incelememiz için veren Arş.Gör.Adem Önal, Yrd.Doç. Dr.Behzat Altural ve Prof.Dr.Yunus Akçamur'a teşekkür ederiz.

## KAYNAKLAR

- [1] G.HICBER, M.HANACK, K.WURST, J.STRÄHLE, *Chem.Ber.*,**124**, 1597-1605,1991.
- [2] L.V.AZAROFF "Elements of X-Ray Crystallography", Mc Graw-Hill Book Comp.Inc., New York,London Sydney,Chap.16,1968.
- [3] M.AKKURT, S.ÖZTÜRK "NELSON-RILEY" ve "ERXREG", Nelson-Riley ve Lineer Regresyon Analiz Programı, Erciyes Ün.Fen-Ed.Fak.Fizik Bölümü,X-ışınları Lab.,1991,Kayseri; S.ÖZTÜRK, Yüksek Lisans Tezi, E.Ü,Fen Bil.Enst.,1991,Kayseri.
- [4] M.J.BUERGER, "X-Ray Crystallography", Robert E.Krieger Pub-Comp.,New York, Chap.5,1980.
- [5] E.W.NUFFIELD, "X-Ray Diffraction Methods", John Wiley Sons Inc.,New York, London, Sydney, Chap.11,1966.
- [6] "International Tables for Crystallography", Volume A, Space Group Symmetry, R.Reidel Publishing Comp.Dordrecht, Reprint with correction, London, 1984.
- [7] JAN.L.M., *Acta Cryst.*, **C46**,1974-1976,1990.
- [8] K.PETERS, E.M.PETERS, H.G.VON SCHNERING, G.KOLLENZ, E.TERPETSCHNING E, W.OTT, *Z.Kristallogr.*, 301-306,1986.
- [9] I.CYNKIER, *Acta Cryst.*, **B32**, 1490-1495,1976.
- [10] JAN ERIK ANDERSSON, *Acta Cryst.*, **B34**,2235-2241,1978.
- [11] JAN ERIK ANDERSSON, *Acta Cryst.*, **B31**,1396-1399,1975.
- [12] I.CYLNKIER, H.HOPE, *Acta Cryst.*, **B34**,2290-2293,1978.
- [13] JANINE M.COONEY, LOUIE H.P.GOMMANS, LYNSAY MAIN BRIAN K.NICHOLSON, J. *Organometal-Chem*, **349**,197-207,1988.
- [14] JAN ERIK ANDERSSON, *Acta Cryst.*, **B37**,401-406,1981.
- [15] BENGT AURIXILLIUS, *Acta Chem.*, **B28**,998-1002,1974.
- [16] JAN ERIK ANDERSSON, *Acta Cryst.*, **B35**,1349-1354,1979.