

PAPER DETAILS

TITLE: X - Isinlari Difraksiyon Yöntemi ile 4 - Benzoil - 5 - Fenil - Tiyofen 2, 3 Dion'un Kristal Yapisinin Arastirilmesi

AUTHORS: Hatice EYNIHAN,Mehmet AKKURT,Hüseyin SOYLU

PAGES: 1164-1180

ORIGINAL PDF URL: <https://dergipark.org.tr/tr/download/article-file/252367>

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, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$, $V=2826.15$ Å³, $M=294.333$ akb, $d_0=1.37$ g.cm⁻³, $d_h=1.38$ g.cm⁻³, $F(000)=608$, $Z=8$, $T=293$ °K, $\lambda(CuK\alpha)=1.5418$ Å, $\mu=20.3$ cm⁻¹.

THE INVESTIGATION OF THE CRYSTAL STRUCTURE OF 4-BENZOYL-5-PHENYL-THIOPHENE-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, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$, $V=2826.15$ Å³, $M=294.333$ amu, $d_m=1.37$ g.cm⁻³, $d_c=1.38$ g.cm⁻³, $F(000)=608$, $Z=8$, $T=293$ °K, $\lambda(CuK\alpha)=1.5418$ Å, $\mu=20.3$ cm⁻¹.

GİRİŞ

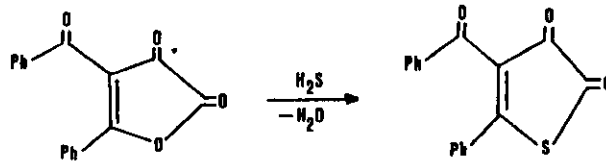
Son yıllarda yüksek iletkenliğe sahip, dope edilmiş polimerlerin keşfi fizikçiler ve kimyacılar arasında ilgi uyandırmıştır. Yeni metallerin gelişimi, yarı iletkenler veya metallerin elektriksel iletkenlikleri ile plastiklerin dayanıklılığı ve hafif ağırlıkta oluşları bu alandaki etkilerin büyümesinde 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 $40\text{ }^{\circ}C$ '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 $102\text{ }^{\circ}C$ 'dir. Reaksiyon aşağıda Şekil 1'de gösterilmiştir.



Şekil 1. Reaksiyon Mekanizması

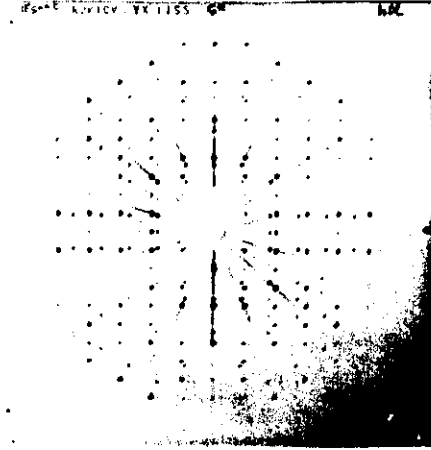
Buerger Presesyon Metodu İle İncelemeler

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.

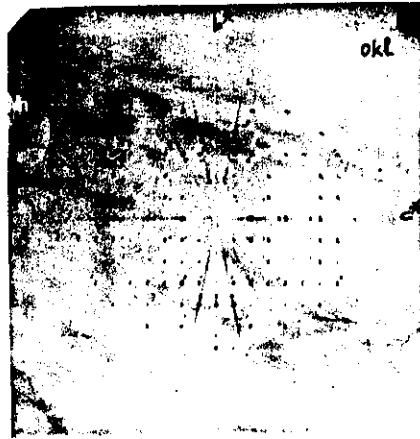
Kristal ince cam çubuk ucuna büyüme doğrultusunda takılıp, gonyometre başlığına monte edildi. Kristalin düzgün yüzeylerinden bir tanesinin gonyometre arklarından birine gelmesine dikkat edildi. İlk olarak Buerger kamerasında çalışmaya başlandı. Kristalin birim hücre eksen parametrelerinin bulunması, 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).

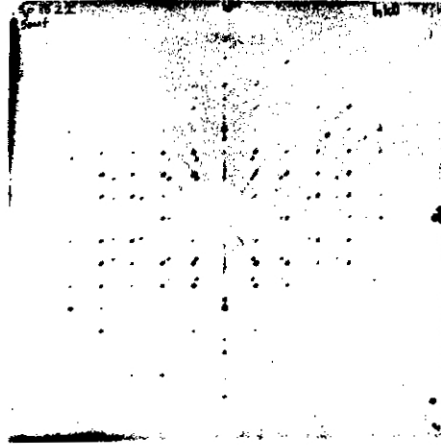
Bu şekillerdeki fotoğrafların incelenmesinden, $a \neq b \neq c$ ve $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ olduğu için kristal sisteminin ortorombik olduğuna karar verildi. Sıfıncı tabaka filmleri üzerinde 0.01 mm hassaslıkla Enraf-Nonius marka mikrodensitometrede yapılan ölçümler ve birim hücre parametrelerinin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



Şekil 2. (h0l) Buerger Presesyon Fotoğrafı,
45 kV, 26 mA, CuK α , filtresiz,
ışınlama süresi:18 saat.



Şekil 3. (0kl) Buerger Presesyon Fotoğrafı,
45 kV, 26 mA, CuK α , filtresiz,
ışınlama süresi:8 saat.



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

Aralık No	Sayısı (n)	x_1 (mm)	x_2 (mm)	Δx (mm)	Δx	λP
					$a^* = \frac{\Delta x}{n}$ (mm)	$a = \frac{\lambda P}{a^*}$ (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_1 (mm)	y_2 (mm)	Δy (mm)	Δy	λF
					$b^* = \frac{\Delta y}{n}$ (mm)	$b = \frac{\lambda F}{b^*}$ (Å)
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_1 (mm)	z_2 (mm)	Δz (mm)	Δz	λF
					$c^* = \frac{\Delta z}{n}$ (mm)	$c = \frac{\lambda F}{c^*}$ (Å)
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

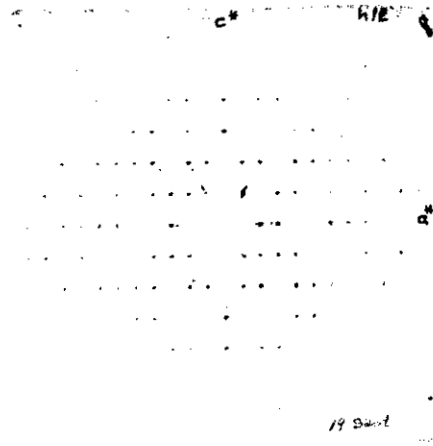
$$a = 10.514 \pm 0.023 \text{ Å},$$

$$b = 14.835 \pm 0.064 \text{ Å},$$

$$c = 18.123 \pm 0.061 \text{ Å}$$

bulundu [3].

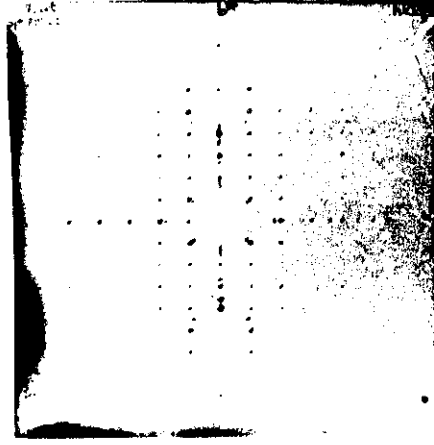
Buerger presesyon metodu ile (h1l), (1kl) ve hk1 üst tabaka filmleri de çekildi (Şekil 5,6,7).



Şekil 5. (h1l) Buerger Presesyon Üst Tabaka Fotoğrafı,
45 kV, 26 mA, CuK α , filtresiz, ışınlama sü-
resi:19 saat.



Şekil 6. (1kl) Buerger Presesyon Üst Tabaka Fotoğrafı,
45 kV, 26 mA, CuK α , filtresiz, ışınlama sü-
resi:8 saat.



Şekil 7. (hkl) Buerger Presesyon Üst Tabaka Fotoğrafı,
45 kV, 26 mA, CuK α , 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 ile 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 sıfırıncı 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 $a = 10.52 \text{ Å}$ bulundu (Tablo 4).



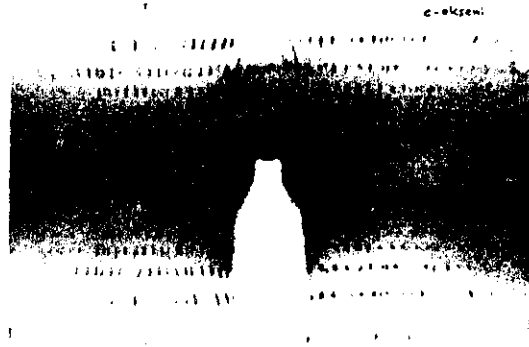
Şekil 8. a ekseninden Takılı Kristalin Döner Filmi,
ışınlama süresi:12 saat.

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

$a=10.52 \pm 0.10 \text{ Å}$

Tablo 4. a Eksen 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 $c = 18.10 \text{ Å}$ 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

$c=18.18 \pm 0.107 \text{ Å}$

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 eksenini 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.

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



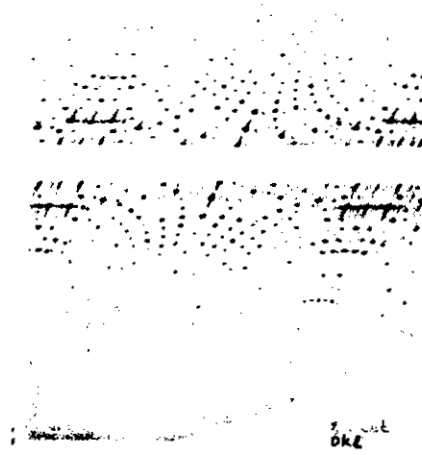
Şekil 10. (hk0) Eş-Eğim Weissenberg Fotoğrafı,
Ni filtre,ışınlama süresi:18 saat.

No	Aralık Sayısı(n)	$x_0(\text{mm})$	$x_g(\text{mm})$	$x_n'=x_g-x_0(\text{mm})(=\theta_n^\circ)$	$a= \frac{n\lambda}{2 \sin (x_n')}$
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.

Aralık		$n\lambda$			
No	Sayısı(n)	$y_o(\text{mm})$	$y_s(\text{mm})$	$y_n=y_s-y_o(\text{mm})(=0_n^\circ)$	$b= \frac{n\lambda}{2 \sin(\gamma_n^\circ)}$
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

$b=15.06 \pm 0.05 \text{ \AA}$

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

No	Aralık		$z_0(\text{mm})$	$z_s(\text{mm})$	$z_n = z_s - z_0(\text{mm})(= \theta_n^\circ)$	$n\lambda$
	Sayısı(n)					$c = \frac{n\lambda}{2 \sin(z_n)}$
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, CCl_4 ve toluen kullanılarak $d_g = 1.37 \text{ g cm}^{-3}$ olarak bulundu. Buradan birim hücredeki molekül sayısı

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

bağıntısı yardımıyla hesaplandı.

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

$M \equiv$ molekül ağırlığı (g)

$V = a \times b \times c$

$V = 10.51 \times 14.84 \times 18.12$

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

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

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

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

$M = 294.333 \text{ akb}$

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

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

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

$Z = 7.92$

$Z \approx 8$

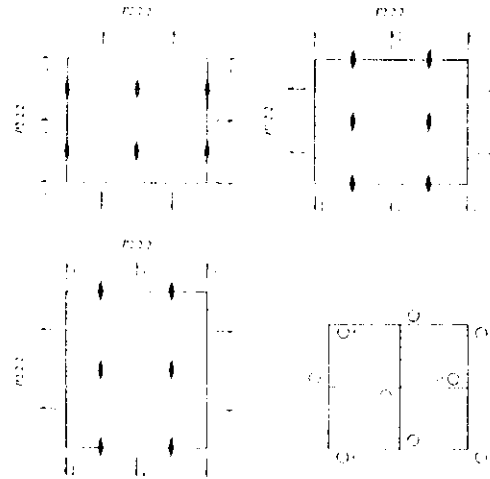
Kristalin birim hücresinde 8 molekül vardır.

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

$$\begin{aligned} h00 \quad h=2n \\ 0k0 \quad k=2n \\ 00l \quad l=2n \end{aligned}$$

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

Bileşik Adı	Formül	Molekül Ağırlığı	Kristal Sistem	Uzay Grubu	a (Å)	b (Å)	c (Å)	α (°)	β (°)	γ (°)	V (Å ³)	ρ (g/cm ³)	Z	F(001) (e.u.)	Kaynak λ (Å)	T (°K)				
4-Benzil-5-Etil-Triolen-2,3-Dien	C ₂₁ H ₃₄ O ₂ S	294.333	Ortombik	P2 ₁ /c	14.94	18.12	90	90	90	90	2826.5	1.38	8	608	20.3	Cukla	1341.8	293	Beşlilene	
Dimerik 2,3-bis(4-oxo-4-phenylbut-3-en-2-yl)maleimide	C ₂₃ H ₁₈ O ₄ N ₂ S	451.1	Monoklinik	P2 ₁ /c	12.208	10.413	14.849	90	104.97	90	1823.5	1.84	4	912	7.2	Mokka	0.71073	294	[7]	
Dimerik 2,3-bis(4-oxo-4-phenylbut-3-en-2-yl)maleimide	C ₂₃ H ₁₈ O ₄ N ₂ S	352	Monoklinik	P2 ₁ /c	6.742	8.068	12.355	90	97.84	90	676.5	1.73	2	312	10.3	Mokka	0.71073	294	[7]	
4-Benzil-5-Etil-Triolen-2,3-Dien	C ₂₁ H ₃₄ O ₂ S	350.376	Triklinik	P ₁ ²	10.950	11.532	7.810	99.82	94.15	110.87	264.324	1.327	2	-	-	Mokka	0.71073	293	[8]	
4-Benzil-5-Etil-Triolen-2,3-Dien	C ₂₁ H ₃₄ O ₂ S	218.3	Monoklinik	P2 ₁ /c	9.439	9.609	11.198	90	112.92	90	935	1.50	4	448	5.1	Mokka	0.71069	-	[9]	
4-Benzil-5-Etil-Triolen-2,3-Dien	C ₂₁ H ₃₄ O ₂ S	218.30	Monoklinik	P2 ₁ /c	9.331	8.930	11.905	90	110.098	90	907.18	1.60	4	448	5.3	Mokka	0.70930	173	[10]	
4-Benzil-5-Etil-Triolen-2,3-Dien	C ₂₁ H ₃₄ O ₂ S	220.3	Ortombik	P2 ₁ /c	15.1320	4.8088	14.2083	90	90	90	1004.7	1.46	4	436	4.3	Cukla	1341.8	-	[11]	
4-Benzil-5-Etil-Triolen-2,3-Dien	C ₂₁ H ₃₄ O ₂ S	263.1	Monoklinik	P2 ₁ /c	8.825	8.809	16.692	90	103.03	90	1273	1.37	4	352	3.6	Cukla	1341.8	67	[12]	
4-Benzil-5-Etil-Triolen-2,3-Dien	C ₂₁ H ₃₄ O ₂ S	292.15	Monoklinik	C2/c	25.855	5.863	16.952	90	110.58	90	2298	1.62	8	1120	13	Mokka	0.70930	296	[13]	
4-Benzil-5-Etil-Triolen-2,3-Dien	C ₂₁ H ₃₄ O ₂ S	320.20	Ortombik	P2 ₁ /c	9.301	13.913	19.978	90	90	90	2660	1.55	4	1288	9.57	Mokka	0.70930	138	[13]	
4-Benzil-5-Etil-Triolen-2,3-Dien	C ₂₁ H ₃₄ O ₂ S	302.8	Monoklinik	P2 ₁ /c	10.4615	25.7202	26.840	90	94.857	90	2210	1.66	17	24	-	8.6	Mokka	0.70930	173	[14]
4-Benzil-5-Etil-Triolen-2,3-Dien	C ₂₁ H ₃₄ O ₂ S	418.5	Monoklinik	C2/c	23.101	6.819	11.991	90	97.79	90	1871	1.48	4	-	-	Cukla	-	-	[15]	
4-Benzil-5-Etil-Triolen-2,3-Dien	C ₂₁ H ₃₄ O ₂ S	290.1	Triklinik	P ₁ ²	7.1949	8.7203	9.3967	105.747	99.074	96.817	560.82	1.66	2	-	4.8	Mokka	0.70930	143	[16]	

TABLO 9: İTYOFEN TREVLERİ İLE YAPILAN X İŞİNİ KRİSTAL YAPILARININ ÇALIŞMALARI

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 g/cm^3) ile birim hücre parametrelerinden hesaplanan yoğunluğun (1.38 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-Işınları 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, LYNDAY 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.