

2. การทดลอง

2.1 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

2.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- (1) FT – IR Spectrometer, Nicolet, model 510, USA.
- (2) CHNS/O AnalyZer 2400, Perkin Elmer, England.
- (3) Thermogravimetric Analyzer, TGA 7, Perkin Elmer, England.
- (4) UV-VIS Spectrophotometer, HP 8452 A Diode Array. USA.
- (5) Magnetic Susceptibility Balance, JMC, Johnson Matthey, England.
- (6) Conductivity Meter, CDM 3 , Radiometer, Type CDC 314 , Denmark.
- (7) Electrothermal Melting Point Apparatus, Switzerland.
- (8) Laboratory pH meter, PHM 61, Radiometer, Copenhagen., Denmark.
- (9) Thermometer, E – MIL PERMA – LINE, Great Britain.

2.1.2 สารเคมี

ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemic, Buchs, Switzerland

- (1) Sodium thiosulfate, Puriss., $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- (2) N,N'- diphenylthiourea, Purum., $(\text{C}_6\text{H}_5)\text{NHCSHN}(\text{C}_6\text{H}_5)$
- (3) 5 – Nitro – 1, 10 – phenanthroline, A.R., $\text{C}_{12}\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2$
- (4) 2, 2' - Bipyridyl, Puriss., $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2$
- (5) Copper(II) perchlorate hexahydrate , Purum., $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- (6) 1, 10 – Phenanthroline, A. R., $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- (7) Tetraphenylarsonium chloride , Purum., $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{AsCl}$
- (8) Dimethylsulfoxide, A. R., $(\text{CH}_3)_2\text{SO}$ 99%
- (9) Acetylthiourea, Purum., $\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_2\text{OS}$
- (10) Starch soluble., L. R., from potatoes

ผลิตโดยบริษัท BDH Chemical Ltd., England.

- (1) Sulfuric acid 98% , Lab Scan., H_2SO_4
- (2) 8 – Hydroxyquinoline, L. R., $\text{C}_9\text{H}_7\text{NO}$
- (3) 2,9 – Dimethyl – 1,10 – phenanthroline, L. R., $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{N}_2$
- (4) Acetone, A. R., $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$
- (5) Carbon tetrachloride, L. R., CCl_4 99%
- (6) Chloroform, L.R., CHCl_3
- (7) Potassium perchlorate, L.R., KClO_4
- (8) Ammonia solution 25% , RPE., NH_3
- (9) Potassium bromide, analaR, for Spectroscopy., KBr

ผลิตโดยบริษัท Farmitalia Carlo Erba SRL AR , Italy

- (1) Sodium hydroxide, RPE., NaOH

ผลิตโดยบริษัท E. Merck, Darmstadt, Germany

- (1) Ethyl alcohol absolute, Extra purum., $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 99.0 – 100 %
- (2) Benzene, A.R., C_6H_6
- (3) Perchloric acid, G. R., HClO_4 70 – 72%
- (4) Nitric acid, G. R., HNO_3 65%
- (5) Acetic acid (Glacial), G. R., CH_3COOH 99.5%
- (6) Sodium carbonate, G. R., Na_2CO_3
- (7) Potassium iodate, analaR., KIO_3
- (8) Potassium iodide, analaR., KI
- (9) Thiourea, Lab grade., $(\text{NH}_2)_2\text{CS}$ 98%

ผลิตโดยบริษัท May & Baker Ltd., Dagenham, England

- (1) Ethyl alcohol, L.R., $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 95%

ผลิตโดยบริษัท Hopkin & Williams LTD., England

- (1) Benzyl iso – thiourea hydrochloride, Purum., $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{N}_2\text{SCI}$

2.2 การเตรียมสารละลาย

2.2.1 การเตรียมสารละลายสำหรับวิเคราะห์ปริมาณเปอร์คลอเรตในสารประกอบเชิงซ้อน(51,52)

- (1) สารละลาย 2.0 M NaOH เตรียมโดยชั่ง NaOH 40.0 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น และปรับปริมาตรให้เป็น 500 มล. ในขวดวัดปริมาตร (volumetric flask)
- (2) สารละลาย 2.0 M HCl เตรียมโดยปิเปต 12.0 M HCl มา 8.33 มล. เติมลงในขวดวัดปริมาตรที่มีน้ำกลั่นอยู่เล็กน้อย ปรับปริมาตรให้เป็น 50 มล.
- (3) สารละลาย 5% $(C_6H_5)_4AsCl$ เตรียมโดยชั่ง $(C_6H_5)_4AsCl$ 10.0 กรัม นำมาละลายน้ำกลั่นประมาณ 100 มล. แล้วกรองสารละลายที่ได้ด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 และปรับปริมาตรให้เป็น 200 มล.

2.2.2 การเตรียมสารละลายสำหรับวิเคราะห์ปริมาณคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน (5,51,53)

- (1) สารละลาย 50% HNO_3 เตรียมโดยปิเปต HNO_3 65% มา 38.5 มล. เติมลงในขวดวัดปริมาตรที่มีน้ำกลั่นอยู่เล็กน้อย ปรับปริมาตรให้เป็น 50 มล.
- (2) สารละลาย 50% KI เตรียมโดยชั่ง KI 5.0 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นและปรับปริมาตรให้เป็น 10 มล.
- (3) สารละลาย 1.0 M H_2SO_4 เตรียมโดยปิเปต H_2SO_4 98% มา 10.0 มล. เติมลงในขวดวัดปริมาตรที่มีน้ำกลั่นอยู่เล็กน้อย ปรับปริมาตรให้เป็น 100 มล.
- (4) สารละลาย 2.0 M NH_3 เตรียมโดยปิเปตสารละลาย NH_3 25% มา 13.6 มล. เติมลงในน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 100 มล.
- (5) สารละลาย 2.0 M CH_3COOH เตรียมโดยปิเปต 99.5% CH_3COOH (glacial) มา 11.4 มล. เติมลงในน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 100 มล.

- (6) สารละลาย 0.10 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ เตรียมโดยชั่ง $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ มา 24.8 กรัม ละลายในน้ำกลั่นที่ต้มเดือดแล้วและทำให้เย็นใหม่ ๆ และเติม $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ลงไป 0.1 กรัม แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 1 ลิตร เก็บสารละลายไว้ในขวดสีน้ำตาล สารละลายนี้ควรไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอนก่อนใช้ทุกครั้ง
- (7) สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไอโอเดต 0.1 N เตรียมโดยนำ KIO_3 ไปอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำมาทำให้เย็นใน desiccator ชั่ง KIO_3 ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนและใกล้เคียงกับ 0.3567 กรัม ละลายในน้ำกลั่น และปรับปริมาตรสารละลายให้เป็น 100.0 มล. ในขวดวัดปริมาตร คำนวณหาความเข้มข้นที่แท้จริงของสารละลายนี้
- (8) สารละลาย 10% KI เตรียมโดยชั่ง KI (A.R grade) มา 1.0 กรัม ละลายในน้ำกลั่นให้มีปริมาตรเป็น 10 มล.
- (9) น้ำแป้ง เตรียมโดยชั่งแป้งที่ละลายน้ำได้ (soluble starch) มา 1.0 กรัม ละลายในน้ำกลั่นเล็กน้อย คนให้เป็นแป้งเปียก เติมน้ำร้อน 100 มล. คนให้เข้ากัน ต้มสารละลายที่ได้ 1 นาที ทำสารละลายให้เย็นแล้วเติม KI ลงไป 2–3 กรัม คนให้เข้ากัน เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดที่มีจุกอุด

2.3 การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟต (54)

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไอโอเดตมา 25.00 มล. ใส่ในขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask) ขนาด 250 มล. ปิเปตสารละลาย 10% KI มา 10.00 มล. และสารละลาย 1.0 M H_2SO_4 มา 5.00 มล. เขย่าให้เข้ากัน นำมาไทเทรตกับสารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟตในบิวเรตจนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลืองอ่อน จากนั้นเติมน้ำแป้งลงไป 2 มล. จะได้สารละลายสีน้ำเงินเข้ม นำไปไทเทรตต่อจนสีน้ำเงินจางหายไป ทำการทดลองซ้ำอีก 2 ครั้ง (ผลที่ได้ไม่ควรต่างกันเกิน 0.1 มล.) คำนวณหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟต (ดูภาคผนวก ก)

2.4 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของสารประกอบเชิงซ้อน

ศึกษาสมบัติต่าง ๆ ของสารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้ เช่น ลักษณะผลึกหรือตะกอน สี และหาจุดหลอมเหลวโดยใช้ electrothermal melting point apparatus ได้ผลดังตาราง 3.1 และศึกษาสมบัติในการละลาย (solubilities) ในตัวทำละลายต่าง ๆ ได้ผลดังตาราง 3.2

2.5 การวิเคราะห์ร้อยละของคาร์บอน ไฮโดรเจน ไนโตรเจนและซัลเฟอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน

การวิเคราะห์หาร้อยละของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้ใช้เครื่อง CHNS/O Analyzer 2400 ของ Perkin Elmer สารมาตรฐานที่ใช้ในการ calibrate คือ cysteine FW. = 240.3 ($C_6H_{12}O_4N_2S_2$) ร้อยละความคลาดเคลื่อนในการวิเคราะห์ มีดังนี้ $C = \pm 0.89\%$, $H = \pm 0.16\%$, $N = \pm 0.31\%$ และ $S = \pm 0.8\%$ เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ประมาณ 10 นาที/ตัวอย่าง ใช้สารตัวอย่างประมาณ 1–2 มิลลิกรัม ผลการวิเคราะห์แสดงดังตาราง 3.3

2.6 การวิเคราะห์ร้อยละของเปอร์คลอเรตในสารประกอบเชิงซ้อน (5,52,55)

การวิเคราะห์หาปริมาณของเปอร์คลอเรต ในสารประกอบเชิงซ้อนนี้ ใช้วิธี gravimetric analysis มีวิธีการดังนี้ ย่อยสลายสารประกอบเชิงซ้อนที่ทราบน้ำหนักที่แน่นอนประมาณ 0.3 กรัม ใส่ใน Erlenmeyer flask ขนาด 250 มล. นำมาต้มกับ 2.0 M NaOH ปริมาตร 40 มล. ย่อยสลายจนเกือบแห้ง ทดสอบไม่ให้มีแก๊สแอมโมเนียระเหยออกมา คอปเปอร์จะตกตะกอนอยู่ในรูปซัลไฟด์ กรอง และล้างด้วยน้ำเย็น ประมาณ 50 มล. จากนั้นปรับ pH ของสารละลายให้อยู่ในช่วง 5.5–6.0 ด้วย 2.0 M CH_3COOH แล้วปรับปริมาตรสารละลาย ด้วยน้ำกลั่นผสมเอทานอล (2:1) ให้เป็น 200 มล. ต้มสารละลายประมาณ 30 นาที (ควรทดสอบ pH ในระหว่างต้มด้วย)

จากนั้นค่อย ๆ เติมสารละลาย 5% (C_6H_5)₄AsCl ลงไปช้า ๆ ประมาณ 10–12 มล. กนสารละลายตลอดเวลาจนเกิดตะกอนเตตระฟีนิลอาร์โซเนียมเปอร์คลอเรต (C_6H_5)₄AsClO₄ ตกลงมาภายใน 10 นาที ปิดภาชนะด้วยกระจกนาฬิกา ตั้งทิ้งไว้ให้เกิดตะกอนอย่างสมบูรณ์ 1 คืน ในน้ำแข็ง (ประมาณ 2–5 °C) กรองตะกอนที่ได้ด้วยกระดาษ Whatman เบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำเย็น 20

มล. ทดสอบ สารละลาย (titrate) ที่ได้ว่าตกตะกอนสมบูรณ์หรือไม่ โดยเติม 5% $(C_6H_5)_4AsCl$ ลงไป อีก 2–3 มล. และทำการทดลองเช่นเดิม ทำตะกอนให้แห้งใน desiccator ที่มี silica gel นาน 24 ชั่วโมง. นำตะกอนทั้งหมดมาชั่ง คำนวณร้อยละของเปอร์คลอเรตในสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้ (ดูภาคผนวก ข) ผลการวิเคราะห์แสดงดังตาราง 3.3

2.7 การวิเคราะห์ร้อยละของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน (5,51,53)

การวิเคราะห์หาปริมาณคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อนใช้วิธีการไทเทรต โดยอาศัย ปฏิกิริยารีดอกซ์แบบไอโอดิเมตริก (iodimetric titration) มีวิธีการดังนี้ ทำการย่อยสลายสารประกอบเชิงซ้อนที่ทราบน้ำหนักที่แน่นอน ประมาณ 0.5 กรัม ใส่ใน Erlenmeyer flask ที่มีกระจก นาฬิกาปิดด้านบน โดยนำมาต้ม (digest) กับสารละลายกรดต่าง ๆ ดังนี้

สำหรับสารประกอบเชิงซ้อนที่มีลิแกนด์เป็นไฮดรอกไซด์และแอซีทิลไฮดรอกไซด์ ใช้ 50% HNO_3 ปริมาตร 20 มล. สำหรับสารประกอบเชิงซ้อนที่มีลิแกนด์เป็นไดฟีนิลไฮดรอกไซด์และเบนซิลไฮดรอกไซด์ ใช้ 50% HNO_3 ผสมกับ $HClO_4$ เข้มข้น ในอัตราส่วน 3:1 ปริมาตร 20 มล. และ H_2SO_4 เข้มข้นอีก 8 หยด จากนั้นระเหยสารละลายให้เหลือประมาณ 2 มล. ระวังอย่าให้ สารละลายแห้ง. ทำให้เย็นและใช้น้ำกลั่นล้างภาชนะและได้กระจกนาฬิกา จะได้สารละลายสีฟ้า เจือจางสารละลายให้มีปริมาตร 50 มล. แล้วเติม 2.0 M NH_4OH ลงไปจนกระทั่งเกิดตะกอนใน สารละลายสีน้ำเงินเข้ม ปรับ pH ของสารละลายให้เป็นกลาง ด้วยสารละลาย 2.0 M CH_3COOH จากนั้นเปิดสารละลาย 50% KI ลงไป 10 มล. นำมาไทเทรตทันทีกับสารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟตที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอนแล้ว จนสีน้ำตาลของไอโอดีนจางลงเป็นสีเหลืองอ่อน เติมน้ำเปล่าลงไป 2 มล. ไทเทรตต่อจนสีน้ำเงินจางหายไป คำนวณร้อยละของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้ (ดูภาคผนวก ค) ผลการวิเคราะห์แสดงดังตาราง 3.3

2.8 การหาลักษณะเฉพาะของสารประกอบเชิงซ้อนด้วยอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตเมตรี

เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาคือ FT-IR Spectrometer, Nicolet 510 USA. ศึกษาความยาวคลื่นในช่วง $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ โดยใช้เทคนิค KBr disc และทำการ calibrate เครื่องโดยใช้ polystyrene film เป็นสารมาตรฐาน

อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อนและลิแกนด์ต่าง ๆ แสดงดังรูป 3.1-3.24 และตำแหน่ง band หลักที่สำคัญของลิแกนด์และของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.4

2.9 การหาลักษณะเฉพาะของสารประกอบเชิงซ้อนด้วยอัลตราไวโอเลต-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตเมตรี

เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาคือ UV – VIS Diode Array Spectrophotometer, model HP 8452 A ใช้เซลล์ใส่สารตัวอย่างที่ทำด้วย quartz และเตรียมสารตัวอย่างโดยใช้ dimethyl sulfoxide (DMSO) เป็นตัวทำละลายซึ่งสามารถละลายสารตัวอย่างได้ทุกตัว ศึกษาที่ความยาวคลื่นในช่วง 190 – 820 nm มี integration time = 1s , wavelength scan.

อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของลิแกนด์และสารประกอบเชิงซ้อนต่าง ๆ แสดงดังรูป 3.25 – 3.42 และสรุปข้อมูลจาก electronic spectra ($\lambda_{\max}$) แสดงดังตาราง 3.5

2.10 การหาลักษณะเฉพาะของสารประกอบเชิงซ้อนด้วยเทอร์โมแกรวิเมตรี (56)

Thermogravimetry analysis (TGA) เป็นเทคนิคที่ศึกษาถึงความเสถียรทางความร้อนของสาร โดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารเทียบกับอุณหภูมิขณะที่มีการให้ความร้อนในอัตราคงที่ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดสออกซิเจนเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับสารตัวอย่าง

เครื่องมือที่ใช้ศึกษาคือ TGA 7 Thermogravimetric Analyzer ของ Perkin-Elmer ใช้สารตัวอย่างประมาณ 2-10 มิลลิกรัม ช่วงอุณหภูมิที่ใช้วัด 50-600 °C และ scanning rate = 20.0 °C/min ผลจากเทอร์โมแกรมสามารถบอกได้ว่า สารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้มีการระเหย (volatile) หรือสลายตัวเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเท่าใด และคาดว่าจะจะเป็นสารอะไร สารประกอบเชิงซ้อนนั้นมีน้ำในรูปผลึกอยู่ด้วยหรือไม่ และถ้ามีจะมีอยู่กี่โมล เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงดังรูป 3.43 - 3.56 และสรุปข้อมูลของการวิเคราะห์จากเทอร์โมแกรมที่ได้แสดงในตาราง 3.6

2.11 การหาลักษณะเฉพาะของสารประกอบเชิงซ้อนด้วยการวัดการนำไฟฟ้าและสมบัติความเป็นแม่เหล็ก (57)

การวัดการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อน เพื่อตรวจสอบว่าสารนั้นมีการแตกตัวเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ได้หรือไม่ จากค่า conductivity สามารถคำนวณหาสูตรอย่างง่ายของสารประกอบเชิงซ้อนได้ว่า มีอัตราส่วนแคทไอออนและแอนไอออนเท่าใด ในการทดลองใช้เครื่อง Conductivity Meter, Model CDM 3 มี cell constant correction = -2% และ nominal cell constant 0.316 cm ใช้ตัวทำละลาย dimethylsulfoxide ที่อุณหภูมิ 29 °C ผลการทดลองแสดงในตาราง 3.7

สำหรับการวัดสมบัติความเป็นแม่เหล็กของสารประกอบเชิงซ้อน ใช้เครื่อง Magnetic susceptibility balance, JMC (Johnson Matthey) โดยวัดค่าโมเมนต์แม่เหล็ก (magnetic moment) ของสารประกอบเชิงซ้อน โดยใช้ mercury tetrathiocyanatocobaltate(II); $\text{Hg}[\text{Co}(\text{NCS})_4]$ เป็นสารมาตรฐานในการ calibrate sample tube การวัดโมเมนต์แม่เหล็กของสารประกอบเชิงซ้อนนี้เพื่อตรวจสอบว่าสารนั้นมีสมบัติเป็น paramagnetic หรือไม่ ค่าโมเมนต์แม่เหล็กแสดงในตาราง 3.7 และตัวอย่างการคำนวณค่า μ_{eff} แสดงในภาคผนวก ง.

2.12 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II)ที่มีลิแกนด์เป็นไรโอยูเรียกับ bipy , phen , 5-NO₂-phen , HQ และ dmp

2.12.1 Bis (2,2'-bipyridyl)thioureacopper(II) Perchlorate



เตรียมสารละลาย 2, 2'-bipyridyl 0.47 กรัม (0.003 โมล) ละลายในน้ำกลั่นเล็กน้อย อุณหภูมิพร้อมทั้งคนด้วย magnetic stirrer ตลอดเวลา หยดเอทานอล 99.8% ที่ละน้อยจน ลิแกนด์ละลายหมด ได้สารละลายสีเหลืองใส จากนั้นเติมสารละลาย Cu(ClO₄)₂ · 6H₂O 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำกลั่น 25 มล. ควบคุมอุณหภูมิสารละลายให้อยู่ในช่วง 60–70 °C ค่อย ๆ เติมสารละลายไรโอยูเรีย 0.23 กรัม (0.003 โมล) ในน้ำกลั่น 25 มล. พร้อมทั้งคนตลอดเวลา สารละลายจะเปลี่ยนจากสีฟ้าเป็นสีเขียวอ่อน จากนั้นระเหยสารละลายให้มีปริมาตรลดลงประมาณ 1 ใน 3 จะมีตะกอนสีฟ้าลอยอยู่บนผิวหน้าของสารละลาย กรองสารละลายขณะร้อนด้วยกระดาษ กรองเบอร์ 6 ตั้งสารละลายทิ้งไว้ 1 คืน จะเกิดผลึกรูปเข็มสีน้ำเงิน กรองผลึกด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4

ตกผลึก โดยการละลายผลึกด้วยตัวทำละลายน้ำผสมเอทานอล 95% (2:1) 30 มล. ให้ความร้อนประมาณ 60 °C เป็นเวลา 15 นาที กรองสารละลายขณะร้อน ตั้งสารละลายทิ้งไว้ 1 คืน จะเกิดผลึกขึ้นอีกครั้ง กรองผลึก และล้างผลึกด้วยเอทานอล 95% 5 มล. ทำให้แห้งใน desiccator ที่มี silica gel นาน 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.47 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 73% มีจุดหลอมเหลว > 300 °C (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุ ที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร CuC₂₁H₂₀N₆O₈SCl₂ พบ : Cu = 9.82% , C = 38.84% , H = 3.32% N = 12.83% และ S = 4.82% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.2 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.26 และตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.43 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็ก และการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.12.2 Bis(1,10-phenanthroline)thioureacopper(II) Perchlorate



ชั่ง 1, 10-phenanthroline 0.59 กรัม (0.003 โมล) ละลายในน้ำผสมเอทานอล (1 : 1) 50 มล. คนพร้อมให้ความร้อนจนลิแกนด์ละลายหมด เติมสารละลาย $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำกลั่น 10 มล. จากนั้นค่อยๆ เติมสารละลายโซไธยูเรีย 0.15 กรัม (0.002 โมล) 15 มล. ได้สารละลายสีเขียว กรองสารละลายขณะร้อนด้วยกระดาษกรองเบอร์ 6 ตั้งสารละลายให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จะเกิดผลึกสีเขียวอมฟ้า กรองผลึกด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4 จากนั้นตกผลึกใหม่อีกครั้งด้วยน้ำกลั่นผสมเอทานอล (5 : 2) 50 มล. ให้ความร้อนจนผลึกละลาย กรองสารละลายขณะร้อน ทั้งให้เกิดผลึกอีกครั้ง ทำผลึกให้แห้งใน desiccator นาน 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.40 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 55% มีจุดหลอมเหลว $> 320^\circ\text{C}$ (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร $\text{CuC}_{25}\text{H}_{24}\text{N}_6\text{O}_{10}\text{SCl}_2$ พบ : Cu = 8.96%, C = 40.27%, H = 2.66%, N = 11.10% และ S = 4.67% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.3 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.27 และตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.44 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็ก และการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.12.3 Bis(5-nitro-1,10-phenanthroline)thioureacopper(II) Perchlorate



เตรียมสารละลาย 5-nitro-1, 10-phenanthroline 0.68 กรัม (0.003 โมล) ละลายในน้ำกลั่นผสมเอทานอล (2 : 1) 30 มล. อุณหภูมิแกดให้ละลายหมดที่อุณหภูมิประมาณ $70-80^\circ\text{C}$ เติมสารละลาย $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำ 15 มล. คนตลอดเวลา จากนั้นเติมสารละลายโซไธยูเรีย 0.15 กรัม (0.002 โมล) ในน้ำกลั่น 15 มล. จะเกิดตะกอนขาวขึ้น คอยกวนอุณหภูมิให้อยู่ในช่วง $60-70^\circ\text{C}$ ตะกอนจะเปลี่ยนเป็นสีฟ้า คนต่อไปอีก 30 นาที ได้ตะกอนสีเขียวละเอียด กรองตะกอนด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4 ล้างตะกอนด้วยน้ำผสมเอทานอล (5 : 2) 2 ครั้ง ๆ ละ 10 มล. ทำตะกอนให้แห้งใน desiccator เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.25 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 32% มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $> 300^{\circ}\text{C}$ (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร $\text{CuC}_{25}\text{H}_{18}\text{N}_8\text{O}_{12}\text{SCl}_2$ พบ : Cu = 7.85%, C = 38.64% H = 2.25%, N = 14.46% และ S = 4.32% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.4 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.28 และตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.45 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็กและการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.12.4 Bis(8-hydroxyquinoline)thioureacopper(II)



เตรียมสารละลาย 8-hydroxyquinoline 0.46 กรัม (0.003 โมล) ในน้ำกลั่น 30 มล. ให้ความร้อนและคนตลอดเวลาจนกระทั่งลิแกนด์ละลายหมด ค่อยๆ เติมนอร์ทานอล 99.8% 30 มล. ลงไปจนหมด ควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในช่วง $60-70^{\circ}\text{C}$ ได้สารละลายสีเหลืองเข้ม จากนั้นเติมสารละลาย $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำ 15 มล. ได้ตะกอนสีเหลืองเข้ม คนต่อไปประมาณ 30 นาที เติมนอร์ทานอลไฮดรอกไซด์ 0.15 กรัม (0.002 โมล) ในน้ำ 15 มล. ได้ตะกอนสีเขียวเข้ม คนต่อไปอีก 15 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง กรองตะกอนด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4 ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นผสมนอร์ทานอล (2:1) 2 ครั้ง ๆ ละ 10 มล. ทำให้แห้งใน desiccator เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.23 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 53% มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $> 300^{\circ}\text{C}$ (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร $\text{CuC}_{19}\text{H}_{18}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$ พบ : Cu = 14.82%, C = 53.90% H = 3.97%, N = 12.86% และ S = 7.30% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.5 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.29 และตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.46 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็ก และการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.12.5 Bis(2,9-dimethyl -1,10 -phenanthroline)thiourea copper(I) Perchlorate dihydrat
 $[\text{Cu}_2(\text{dmp})_2(\text{tu})_2](\text{ClO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

เตรียมสารละลาย 2,9-dimethyl -1,10 -phenanthroline 0.62 กรัม (0.003 โมล) ในน้ำกลั่น 15 มล. ให้ความร้อนพร้อมคนตลอดเวลา ค่อย ๆ เติมหาซันอล 99.0% 15 มล. คนจนลิแกนด์ละลายหมด สารละลายจะมีสีเหลืองอ่อน เติมหาซันอล $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำกลั่น 10 มล. ได้สารละลายสีเขียวสด ค่อย ๆ เติมหาซันอลไรโอยูเรีย 0.23 กรัม (0.003 โมล) ในน้ำ 10 มล. ได้สารละลายสีเขียวย่น จากนั้นกรองตะกอนขณะร้อน ทั้งสารละลายให้เย็น จะมีผลึกสีแดงเกิดขึ้น กรองผลึกด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4 ล้างผลึกด้วยน้ำผสมมหาซันอล (2 : 1) 2 ครั้ง ๆ ละ 5 มล. ทำให้แห้งใน desiccator นาน 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.33 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 37% มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $> 300^\circ\text{C}$ (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร $\text{Cu}_2\text{C}_{30}\text{H}_{36}\text{N}_8\text{O}_{10}\text{S}_2\text{Cl}_2$ พบ : Cu = 14.33%, C = 40.32% H = 5.82% N = 12.41% และ S = 7.02% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.6 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.30 และตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.47 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็ก และการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.13 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ที่มีลิแกนด์เป็นแอซิติลไฮโอยูเรีย กับ bipy, phen และ dmp

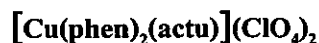
2.13.1 Bis (2,2'- bipyridyl)actylthioureacopper(II) Perchlorate [Cu(bipy)₂(actu)](ClO₄)₂

เตรียมสารละลาย 2, 2'- bipyridyl 0.47 กรัม (0.003 โมล) ละลายในน้ำกลั่นเล็กน้อยอุ่นสารละลายพร้อมทั้งคนด้วย magnetic stirrer ตลอดเวลา หยดเอทานอล 99.8% ทีละน้อยจนลิแกนด์ละลายหมด ได้สารละลายสีเหลืองใส จากนั้นเติมสารละลาย Cu(ClO₄)₂ · 6H₂O 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำกลั่น 25 มล. ควบคุมอุณหภูมิสารละลายให้อยู่ในช่วง 60 – 70 °C ค่อย ๆ เติมสารละลายแอซิติลไฮโอยูเรีย 0.23 กรัม (0.003 โมล) ในน้ำกลั่น 25 มล. พร้อมทั้งคนตลอดเวลา สารละลายจะเปลี่ยนจากสีฟ้าเป็นสีเขียวอ่อน จากนั้นระเหยสารละลายให้มีปริมาตรลดลงประมาณ 1 ใน 3 จะมีตะกอนสีฟ้าลอยอยู่บนผิวหน้าของสารละลาย กรองสารละลายขณะร้อนด้วยกระดาษ กรองเบอร์ 6 ตั้งสารละลายทิ้งไว้ 1 คืน จะเกิดผลึกรูปเข็มสีน้ำเงิน กรองผลึกด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4

ตกผลึกใหม่ โดยการละลายผลึกด้วยตัวทำละลายน้ำผสมเอทานอล 95% (2 : 1) 30 มล. ให้ความร้อนประมาณ 60 °C เป็นเวลา 15 นาที กรองสารละลายขณะร้อน ตั้งสารละลายทิ้งไว้ 1 คืน จะเกิดผลึกขึ้นอีกครั้ง กรองผลึก และล้างผลึกด้วยเอทานอล 95% 5 มล. ทำให้แห้งใน desiccator ที่มี silica gel นาน 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.42 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 61% มีจุดหลอมเหลว > 300 °C (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร CuC₂₃H₂₂N₆O₉SCl₂ พบ : Cu = 6.02% , C = 39.92% H = 3.15% N = 12.07% และ S = 4.54% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.8 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.32 และตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.48 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็ก และการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.13.2 Bis(1,10 – phenanthroline)actylthiourea copper(II) Perchlorate



ชั่ง 1, 10 – phenanthroline 0.59 กรัม (0.003 โมล) ละลายในน้ำผสมเอทานอล (5 : 2) 50 มล. คนพร้อมให้ความร้อนจนลิแกนด์ละลายหมด เติมสารละลาย $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำกลั่น 10 มล. จากนั้นค่อย ๆ เติมสารละลายแอซิติลไฮโอยูเรีย 0.15 กรัม (0.002 โมล) ในน้ำกลั่น 15 มล. ได้สารละลายสีเขียว กรองสารละลายขณะร้อนด้วยกระดาษกรองเบอร์ 6 ตั้งสารละลายให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จะเกิดผลึกสีเขียวอมฟ้า กรองผลึกด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4 จากนั้นตกผลึกใหม่อีกครั้งด้วยน้ำกลั่นผสมเอทานอล (5 : 2) 50 มล. ให้ความร้อนจนผลึกละลาย กรองสารละลายขณะร้อน ทิ้งให้เกิดผลึกอีกครั้ง ทำผลึกให้แห้งใน desiccator นาน 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.51 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 65% มีจุดหลอมเหลว $> 320^\circ\text{C}$ (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร $\text{CuC}_{27}\text{H}_{26}\text{N}_6\text{O}_{11}\text{S}_2\text{Cl}_2$ พบ : Cu = 8.13% , C = 41.61% , H = 3.32% N = 10.54% และ S = 4.08% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.9 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.33 และ ตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.49 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็ก และการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.13.3 Bis(2,9–dimethyl –1,10 –phenanthroline)actylthiourea copper(I) Perchlorate



เตรียมสารละลาย 2,9–dimethyl –1,10 –phenanthroline 0.62 กรัม (0.003 โมล) ในน้ำกลั่น 15 มล. ให้ความร้อนพร้อมคนตลอดเวลา ค่อย ๆ เติมเอทานอล 99.0% 15 มล. คนจนลิแกนด์ละลายหมด สารละลายจะมีสีเหลืองอ่อน เติมสารละลาย $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำกลั่น 10 มล. ได้สารละลายสีเขียวสด ค่อย ๆ เติมสารละลายแอซิติลไฮโอยูเรีย 0.23 กรัม (0.003 โมล) ในน้ำกลั่น 15 มล. ได้สารละลายสีเขียวย่น จากนั้นกรองตะกอนขณะร้อน ทิ้งสารละลายให้เย็น จะมีผลึกสีแดงเกิดขึ้น กรองผลึกด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4 ล้างผลึกด้วยน้ำผสมเอทานอล (2 : 1) 2 ครั้ง ๆ ละ 5 มล. ทำให้แห้งใน desiccator นาน 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.32 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 46% มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $> 300^{\circ}\text{C}$ (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร $\text{CuC}_{31}\text{H}_{30}\text{N}_6\text{O}_5\text{SCl}$ พบ : Cu = 8.82%, C = 52.91% H = 7.56% N = 12.14% และ S = 4.39% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.10 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.34 และตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 23.50 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็กและการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.14 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ที่มีลิแกนด์เป็นซึม-ไดฟีนิลไรโอยูเรียกับ bipy และ dmp

2.14.1 Bis(2,2'-bipyridyl)N, N'-diphenylthiourea-copper(II) Perchlorate



เตรียมสารละลาย 2, 2'-bipyridyl 0.62 กรัม (0.004 โมล) ละลายในน้ำกลั่นเล็กน้อย อุณหภูมิพร้อมทั้งคนด้วย magnetic stirrer ตลอดเวลาหยดเอทานอล 99.8% ทีละน้อยจนลิแกนด์ละลายหมด ได้สารละลายสีเหลืองใส จากนั้นเติมสารละลาย $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำกลั่น 25 มล. ควบคุมอุณหภูมิสารละลายให้อยู่ในช่วง $60 - 70^{\circ}\text{C}$ ค่อยๆ เติมสารละลายซึม-ไดฟีนิลไรโอยูเรีย 0.68 กรัม (0.003 โมล) ในน้ำกลั่นผสมเอทานอล 95% (1:1) 25 มล. พร้อมทั้งคนตลอดเวลา สารละลายจะเปลี่ยนจากสีฟ้าเป็นสีเขียวอ่อน จากนั้นระเหยสารละลายให้มีปริมาตรลดลงประมาณ 1 ใน 3 จะมีตะกอนสีฟ้าลอยอยู่บนผิวหน้าของสารละลาย กรองสารละลายขณะร้อนด้วยกระดาษกรองเบอร์ 6 ตั้งสารละลายทิ้งไว้ 1 คืน จะเกิดผลึกรูปเข็มสีน้ำเงิน กรองผลึกด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4

ตกผลึกใหม่ โดยการละลายผลึกด้วยตัวทำละลาย น้ำผสมเอทานอล 95% (1:1) 30 มล. ให้ความร้อนประมาณ 60°C เป็นเวลา 15 นาที กรองสารละลายขณะร้อน ตั้งสารละลายทิ้งไว้ 1 คืน จะเกิดผลึกขึ้นอีกครั้งหนึ่ง กรองผลึก และล้างผลึกด้วยเอทานอล 95% 5 มล. ทำให้แห้งใน desiccator ที่มี silica gel นาน 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.54 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 68% มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $> 300^{\circ}\text{C}$ (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร $\text{CuC}_{33}\text{H}_{28}\text{N}_6\text{O}_8\text{SCl}_2$ พบ : Cu = 7.82%, C = 49.23% H = 3.54%, N = 10.29% และ S = 3.81% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.12 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.36 และ ตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.51 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็กและการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.14.2 (2,9-dimethyl-1,10-phenanthroline) $\text{N,N}'$ -diphenylthiourea copper(I)

Perchlorate

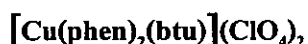


เตรียมสารละลาย 2,9-dimethyl-1,10-phenanthroline 0.62 กรัม (0.003 โมล) ในน้ำกลั่น 15 มล. ให้ความร้อนพร้อมคนตลอดเวลา ค่อย ๆ เติมนีโอทานอล 99.0% 15 มล. คนจนลิแกนด์ละลายหมด สารละลายจะมีสีเหลืองอ่อน เติมนีโอทานอล $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำกลั่น 10 มล. ได้สารละลายสีเขียวสด ค่อย ๆ เติมนีโอทานอลซิม-ไดฟีนิลไธโอยูเรีย 0.68 กรัม (0.003 โมล) ในน้ำกลั่นผสมนีโอทานอล 95% (1 : 1) 25 มล. ได้สารละลายสีเขียวยาว จากนั้นกรองตะกอนขณะร้อน ทั้งสารละลายให้เย็น จะมีผลึกสีแดงเกิดขึ้น กรองผลึกด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4 ล้างผลึกด้วยน้ำผสมนีโอทานอล (2 : 1) 2 ครั้ง ๆ ละ 5 มล. ทำให้แห้งใน desiccator นาน 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.42 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 70% มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $> 320^{\circ}\text{C}$ (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร $\text{CuC}_{27}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{O}_4\text{SCl}$ พบ : Cu = 9.52%, C = 55.13% H = 4.86% N = 10.20% และ S = 5.12% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.13 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.37 และตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.52 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็กและการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.15 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ที่มีลิแกนด์เป็นเบนซิลไอโซ-ไธโอยูเรียกับ phen , 5-NO₂-phen , HQ และ dmp

2.15.1 Bis(1,10- phenanthroline)benzyliso-thioureacopper(II) Perchlorate



ชั่ง 1, 10 – phenanthroline 0.59 กรัม (0.003 โมล) ละลายในน้ำกลั่นผสมเอทานอล (5 : 2) 50 มล. คนพร้อมให้ความร้อนจนลิแกนด์ละลายหมด เติมสารละลาย Cu(ClO₄)₂ . 6H₂O 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำกลั่น 10 มล. จากนั้นค่อยๆ เติมสารละลายเบนซิลไอโซ-ไธโอยูเรีย 0.68 กรัม (0.003 โมล) ในตัวทำละลายน้ำกลั่นผสมเอทานอล (1 : 1) 15 มล. จะได้สารละลายสีเขียว กรองสารละลายขณะร้อนด้วยกระดาษกรองเบอร์ 6 ตั้งสารละลายให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จะเกิดผลึกรูปเข็มสีน้ำเงิน กรองผลึกด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4 จากนั้นตกผลึกใหม่อีกครั้งด้วยน้ำกลั่นผสมเอทานอล (5 : 2) 2 ครั้งๆ ละ 10 มล. ให้ความร้อนจนผลึกละลาย กรองสารละลายขณะร้อน ทิ้งให้เกิดผลึกอีกครั้ง ทำผลึกให้แห้งใน desiccator นาน 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.43 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 50% มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ > 320 °C (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร CuC₃₂H₃₁N₆O₁₀SCl₃ พบ : Cu = 7.13% , C = 44.47% H = 3.94% , N = 9.59% และ S = 3.16% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.15 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.39 และ ตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.53 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็กและการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.15.2 Bis(5- nitro-1,10- phenanthroline)benzyliso-thioureacopper(II) Perchlorate



เตรียมสารละลาย 5 – nitro – 1, 10 – phenanthroline 0.68 กรัม (0.003 โมล) ละลายในน้ำกลั่นผสมเอทานอล (2 : 1) 30 มล. อุณหภูมิแก๊สให้ละลายหมดที่อุณหภูมิประมาณ 70 – 80 °C เติมสารละลาย Cu(ClO₄)₂ . 6H₂O 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำ 15 มล. คนตลอดเวลา ได้ตะกอน

สีขาวขึ้น จากนั้นค่อยๆ เติมสารละลายเบนซิลไฮดรอกซี-ไควโนไลน์ 0.40 กรัม (0.002 โมล) ในน้ำกลั่นผสมเอทานอล (1 : 1) 15 มล. ควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในช่วง 60 – 70 °C ได้ตะกอนสีฟ้า คนต่อไปอีก 30 นาที ตะกอนจะเปลี่ยนเป็นสีเขียว กรองตะกอนด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4 ล้างตะกอนด้วยน้ำผสมเอทานอล (2 : 1) 2 ครั้งๆ ละ 10 มล. ทำตะกอนให้แห้งใน desiccator เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.31 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 34% มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ >320 °C (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร $\text{CuC}_{32}\text{H}_{26}\text{N}_8\text{O}_{12}\text{SCl}_3$ พบ : Cu = 6.63% , C = 41.21% H = 2.52% , N = 12.62% และ S = 3.86% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.16 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.40 และ ตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.54 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็กและการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.15.3 Bis(hydroxyquinoline)benzyliso-thiourea copper(II)



เตรียมสารละลาย 8-hydroxyquinoline 2.18 กรัม (0.015 โมล) ในน้ำกลั่น 30 มล. ให้ความร้อนและคนตลอดเวลาจนกระทั่งลิแกนด์ละลายหมด ค่อยๆ เติมเอทานอล 99.8 % 30 มล. ลงไปจนหมด ควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในช่วง 60 – 70 °C ได้สารละลายสีเหลืองเข้ม จากนั้นเติมสารละลาย $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.85 กรัม (0.005 โมล) ในน้ำ 15 มล. ได้ตะกอนสีเขียวเข้ม คนต่อไปประมาณ 30 นาที จากนั้นค่อยๆ เติมสารละลายเบนซิลไฮดรอกซี-ไควโนไลน์ 2.03 กรัม (0.010 โมล) ในน้ำกลั่นผสมเอทานอล (1 : 1) 15 มล. ได้ตะกอนสีเขียวอ่อน คนต่อไป 15 นาที ได้ตะกอนสีเขียวเข้ม ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง กรองตะกอนด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4 ล้างตะกอนด้วยเอทานอลผสมน้ำกลั่น (2 : 1) 2 ครั้งๆ ละ 10 มล. ทำให้แห้งใน desiccator เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.66 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 88% มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ >320 °C (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร $\text{CuC}_{26}\text{H}_{25}\text{N}_4\text{O}_{10}\text{SCl}_3$ พบ : Cu = 11.58% , C = 55.96%

H = 4.73% , N = 10.19% และ S = 5.48% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.17 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.41 และ ตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.55 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็กและการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7

2.15.4 Bis(2,9-dimethyl-1,10-phenanthroline)benzyliso-thiourea-copper(II) tetrahydrat [Cu(dmp)₂(btu)] · 4H₂O

เตรียมสารละลาย 2,9-dimethyl-1,10-phenanthroline 0.62 กรัม (0.003 โมล) ในน้ำกลั่น 15 มล. ให้ความร้อนพร้อมคนตลอดเวลา ค่อยๆ เติมนิเอทานอล 99.8 % 15 มล. คนจนลิแกนด์ละลายหมด สารละลายจะมีสีเหลืองอ่อน เติมนิเอทานอล Cu(ClO₄)₂ · 6H₂O 0.37 กรัม (0.001 โมล) ในน้ำกลั่น 10 มล. จะได้สารละลายเขียวสด จากนั้นค่อยๆ เติมนิเอทานอลเบนซิลไอโซ-ไธโอยูเรีย 0.41 กรัม (0.002 โมล) ในน้ำกลั่นผสมนิเอทานอล (1 : 1) 15 มล. มีตะกอนละเอียดสีขาวอ่อนเกิดขึ้น กรองสารละลายขณะร้อน สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีแดง ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จะเกิดผลึกสีแดง กรองและล้างผลึกที่ได้ด้วยน้ำกลั่นผสมนิเอทานอล (2 : 1) 2 ครั้ง ละครึ่ง 5 มล. ทำผลึกให้แห้งใน desiccator เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์พบว่า ได้สารประกอบเชิงซ้อน 0.35 กรัม คิดเป็นร้อยละ (% yield) เท่ากับ 46% มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ >300 °C (melt with decompose) เมื่อนำไปวิเคราะห์ร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ สำหรับสูตร CuC₃₆H₄₃N₆SO₄Cl พบ : Cu = 5.14% , C = 58.98% H = 8.15% , N = 11.52% และ S = 3.92% มี IR spectra และ IR absorption band หลักของสารประกอบเชิงซ้อนนี้แสดงในรูป 3.18 และตาราง 3.4 ตามลำดับ ข้อมูลของ maximum wavelength จาก electronic spectra แสดงดังรูป 3.42 และ ตาราง 3.5 thermogram และ thermogravimetric data พิจารณาได้จากรูป 3.56 และตาราง 3.6 ตามลำดับ ความเป็นแม่เหล็กและการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.7