

3. ผลการทดลอง

3.1 ผลการศึกษาสมบัติทางกายภาพของสารประกอบเชิงซ้อน

ศึกษาสมบัติต่าง ๆ ของสารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้ ดังนี้ เช่น ลักษณะผลึก หรือตะกอน สี และหาจุดหลอมเหลวโดยใช้ electrothermal melting point apparatus ได้ผลดัง ตาราง 3.1 และศึกษาสมบัติในการละลาย (solubilities) ในตัวทำละลายต่าง ๆ ได้ผลดังตาราง 3.2

ตาราง 3.1 สมบัติทางกายภาพของสารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้

สารประกอบเชิงซ้อน	สมบัติทางกายภาพ		
	ลักษณะผลึก	สี	จุดหลอมเหลว (°C)
$[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$	ผลึกรูปเข็ม	น้ำเงินเข้ม	> 300 (mwd)
$[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$	ผลึกรูปเหลี่ยม	ฟ้าอมเขียว	> 320 (mwd)
$[\text{Cu}(5\text{-NO}_2\text{-phen})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$	ตะกอนละเอียด	เขียวเทา	> 300 (mwd)
$[\text{Cu}(\text{HQ})_2(\text{tu})]$	ตะกอนละเอียด	เหลืองอมเขียว	> 300 (mwd)
$[\text{Cu}_2(\text{dmp})_2(\text{tu})_2](\text{ClO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	ผลึกรูปเหลี่ยม	แดง	> 300 (mwd)
$[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$	ผลึกรูปเข็ม	น้ำเงินเข้ม	> 300 (mwd)
$[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$	ผลึกรูปเหลี่ยม	ฟ้าอมเขียว	> 320 (mwd)
$[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$	ผลึกรูปเหลี่ยม	แดง	> 300 (mwd)
$[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{s-dptu})](\text{ClO}_4)_2$	ผลึกรูปเข็ม	น้ำเงินเข้ม	> 300 (mwd)
$[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{s-dptu})](\text{ClO}_4)_2$	ตะกอนละเอียด	แดง	> 320 (mwd)
$[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$	ผลึกรูปเข็ม	ฟ้าอมเขียว	> 320 (mwd)
$[\text{Cu}(5\text{-NO}_2\text{-phen})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$	ตะกอนละเอียด	เขียวเทา	> 320 (mwd)
$[\text{Cu}(\text{HQ})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$	ตะกอนละเอียด	เขียวอ่อน	> 320 (mwd)
$[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{btu})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	ตะกอนละเอียด	เหลืองเทา	> 300 (mwd)

mwd = melt with decomposed

ตาราง 3.2 ความสามารถในการละลายของสารประกอบเชิงซ้อนในตัวทำละลายต่าง ๆ

สารประกอบเชิงซ้อน	ตัวทำละลาย				
	H ₂ O	Ethanol	Acetone	CHCl ₃	DMSO
[Cu(bipy) ₂ (tu)](ClO ₄) ₂	×	×	×	×	✓
[Cu(phen) ₂ (tu)](ClO ₄) ₂	×	×	×	✓	✓
[Cu(5-NO ₂ -phen) ₂ (tu)](ClO ₄) ₂	×	✓	✓	✓	✓
[Cu(HQ) ₂ (tu)]	×	✓	✓	✓	✓
[Cu ₂ (dmp) ₂ (tu) ₂](ClO ₄) ₂ · 2H ₂ O	×	×	✓	✓	✓
[Cu(bipy) ₂ (actu)](ClO ₄) ₂	×	×	×	×	✓
[Cu(phen) ₂ (actu)](ClO ₄) ₂	×	×	×	✓	✓
[Cu(dmp) ₂ (actu)](ClO ₄)	×	×	×	✓	✓
[Cu(bipy) ₂ (s-dptu)](ClO ₄) ₂	×	×	×	✓	✓
[Cu(dmp)(s-dptu)](ClO ₄)	×	×	×	✓	✓
[Cu(phen) ₂ (btu)](ClO ₄) ₂	×	×	×	✓	✓
[Cu(5-NO ₂ -phen) ₂ (btu)](ClO ₄) ₂	×	×	×	✓	✓
[Cu(HQ) ₂ (btu)](ClO ₄) ₂	×	×	✓	✓	✓
[Cu(dmp) ₂ (btu)] · 4H ₂ O	×	×	✓	✓	✓

× = ไม่ละลาย

✓ = ละลาย

3.2 ผลการวิเคราะห์ร้อยละของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อน

ตาราง 3.3 ผลการวิเคราะห์ร้อยละของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II)ไฮดรอกไซด์และอนุพันธ์ไฮดรอกไซด์

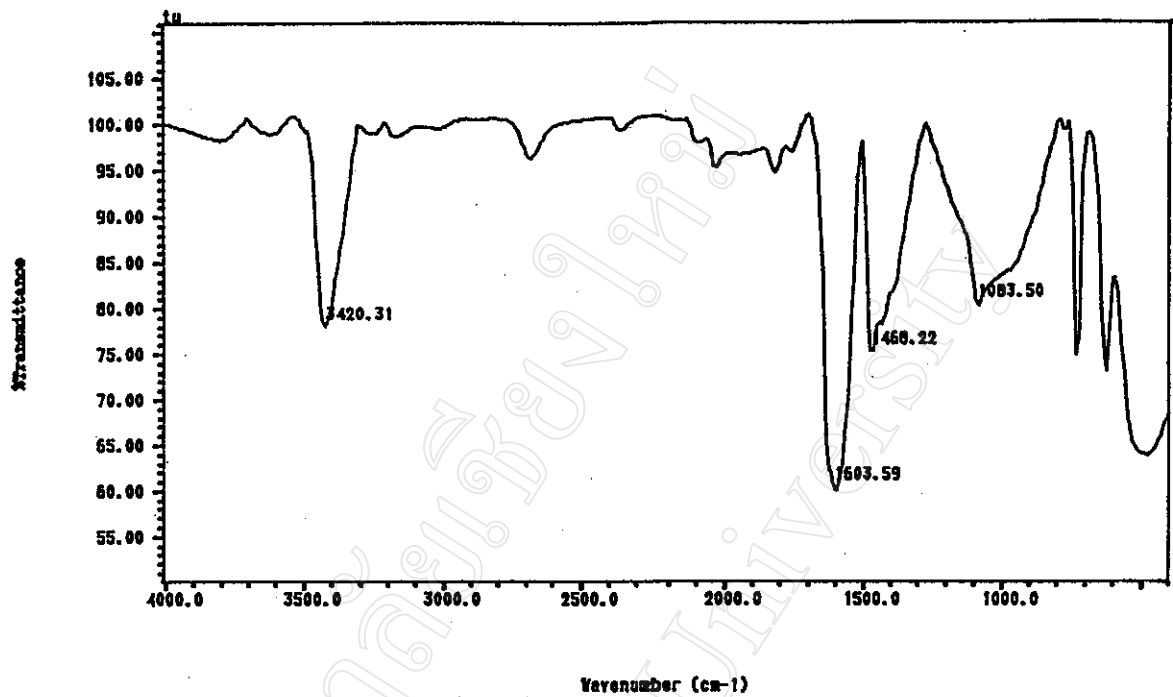
สารประกอบเชิงซ้อน	% ธาตุที่เป็นองค์ประกอบ จากการทดลอง (จากการคำนวณ)					
	Cu	C	H	N	S	ClO ₄ ⁻
[Cu(bipy) ₂ tu](ClO ₄) ₂	9.82(9.76)	38.84(38.75)	3.32(3.10)	12.83(12.91)	4.82(4.93)	31.05(30.55)
[Cu(phen) ₂ (tu)](ClO ₄) ₂	8.96(8.64)	40.27(40.85)	2.66(2.74)	11.10(11.43)	4.67(4.36)	27.20(27.05)
[Cu(5-NO ₂ -phen) ₂ (tu)](ClO ₄) ₂	7.85(8.05)	38.64(38.06)	2.25(2.30)	14.46(14.20)	4.32(4.06)	25.18(25.21)
[Cu(HQ) ₂ (tu)]	14.82(14.78)	53.90(53.07)	3.97(4.22)	12.86(13.03)	7.30(7.46)	-
[Cu ₂ (dmp) ₂ (tu) ₂](ClO ₄) ₂ · 2H ₂ O	14.33(14.20)	40.32(40.27)	5.82(5.86)	12.41(12.52)	7.02(7.17)	22.49(22.23)
[Cu(bipy) ₂ (actu)](ClO ₄) ₂	6.02(6.17)	39.92(39.86)	3.15(3.20)	12.07(12.13)	4.54(4.63)	28.49(28.70)
[Cu(phen) ₂ (actu)](ClO ₄) ₂	8.13(8.17)	41.61(41.72)	3.32(3.37)	10.54(10.81)	4.08(4.12)	25.41(25.59)
[Cu(dmp) ₂ (actu)](ClO ₄)	8.82(9.11)	52.91(53.37)	7.56(7.22)	12.14(12.04)	4.39(4.60)	11.89(12.47)
[Cu(bipy) ₂ (s-dptu)](ClO ₄) ₂	7.82(7.91)	49.23(49.35)	3.54(3.51)	10.29(10.46)	3.81(3.99)	24.66(24.76)
[Cu(dmp)(s-dptu)](ClO ₄)	9.52(10.60)	55.13(54.09)	4.86(5.88)	10.20(9.34)	5.12(5.34)	14.37(14.25)
[Cu(phen) ₂ (btu)](ClO ₄) ₂	7.13(7.37)	44.47(44.60)	3.94(3.74)	9.59(9.75)	3.16(3.72)	23.02(23.08)
[Cu(5-NO ₂ -phen) ₂ (btu)](ClO ₄) ₂	6.63(6.94)	41.21(41.89)	2.52(2.86)	12.62(12.24)	3.86(3.50)	21.86(21.72)
[Cu(HQ) ₂ (btu)](ClO ₄) ₂	11.58(11.42)	55.96(56.19)	4.73(4.53)	10.19(10.07)	5.48(5.76)	26.23(26.33)
[Cu(dmp) ₂ (btu)] · 4H ₂ O	5.14(4.96)	58.98(58.67)	8.15(8.76)	11.52(11.41)	3.92(4.34)	-

3.3 ผลการหาลักษณะเฉพาะของสารประกอบเชิงซ้อนด้วยอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตเมตรี

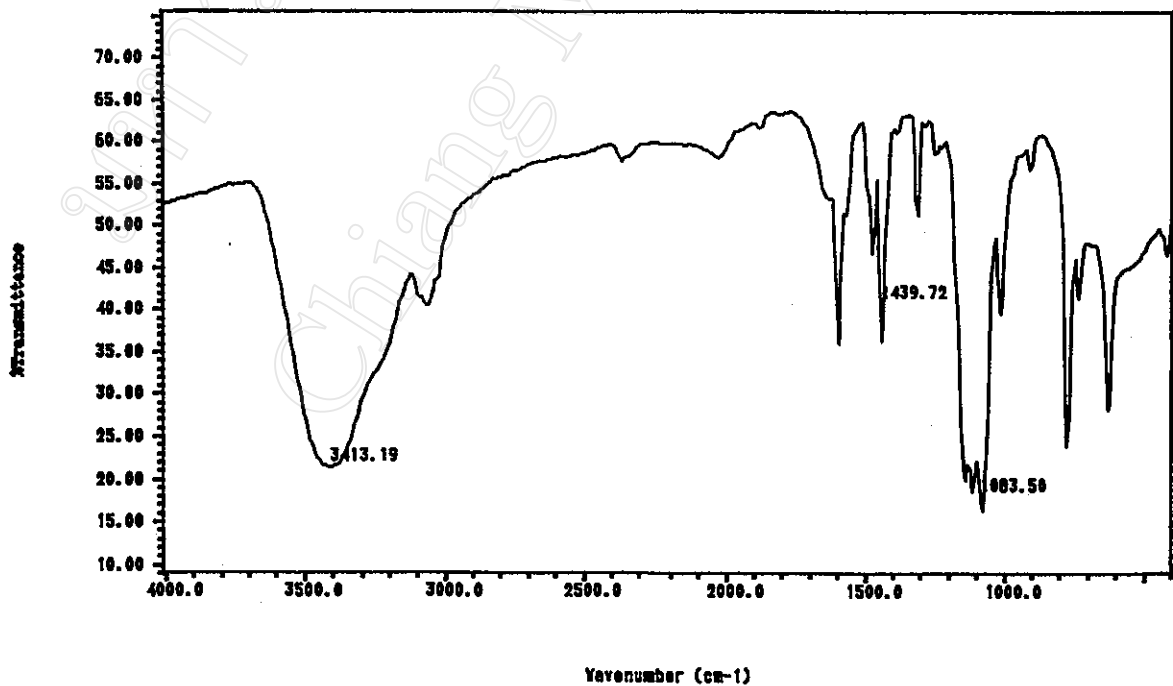
เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาคือ FT-IR Spectrometer, Nicolet 510 ศึกษาความยาวคลื่นในช่วง $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ โดยใช้เทคนิค KBr disc และทำการ calibrate เครื่องโดยใช้ polystyrene film เป็นสารมาตรฐาน

อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อนและลิแกนด์ต่าง ๆ แสดงดังรูป 3.1-3.24 และตำแหน่ง band หลักที่สำคัญของลิแกนด์และสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.4

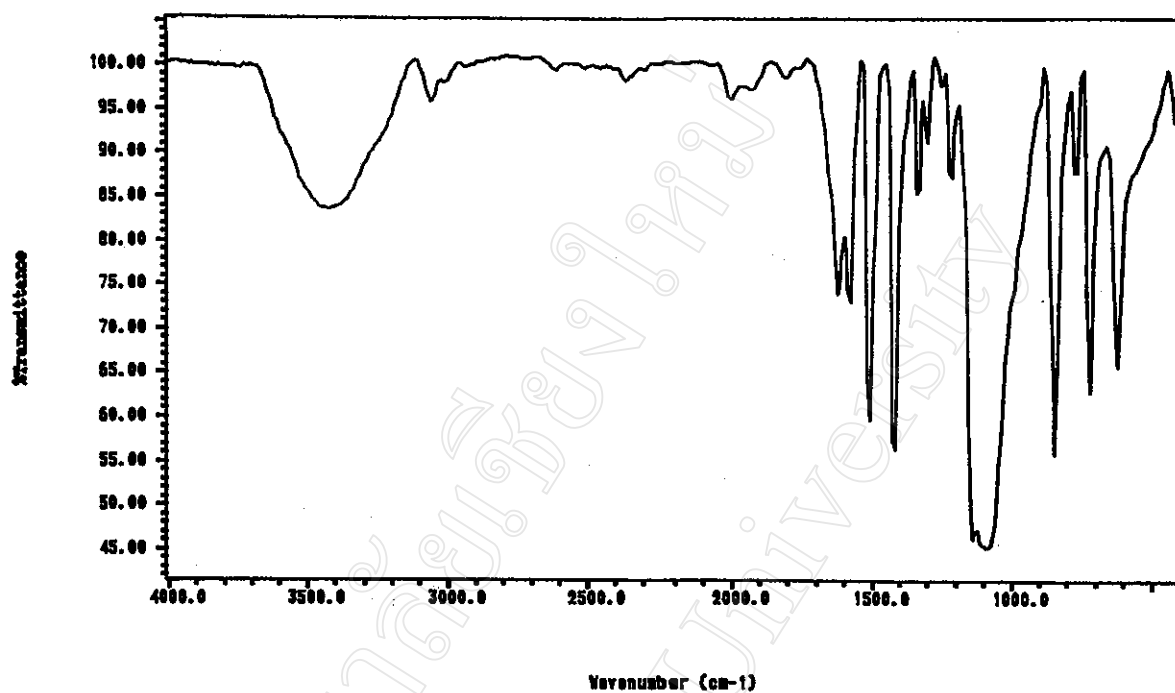
อักษรย่อในตาราง 3.4 คือ ν = stretching, δ = in-plane bending, D = deformation, ρ_r = rocking ตัวห้อย a และ s หมายถึง antisymmetric mode และ symmetric mode ตามลำดับ ส่วน s, m, w และ br หมายถึง strong, medium, weak และ broad ตามลำดับ



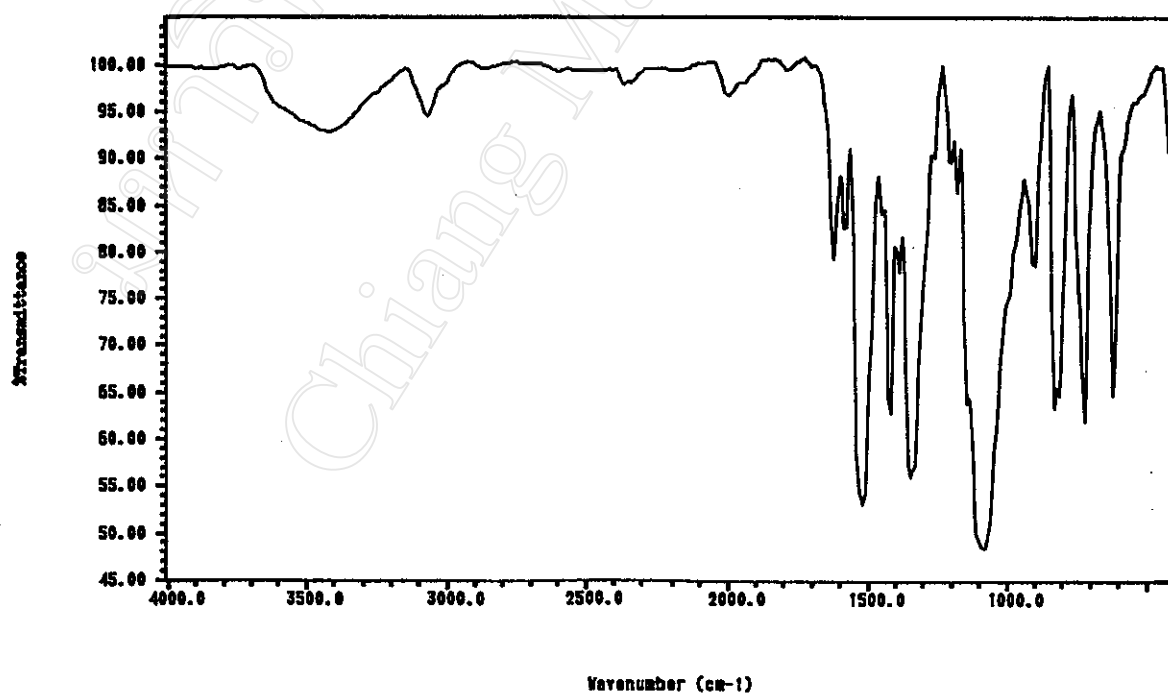
รูป 3.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของโพลิเอทไธน



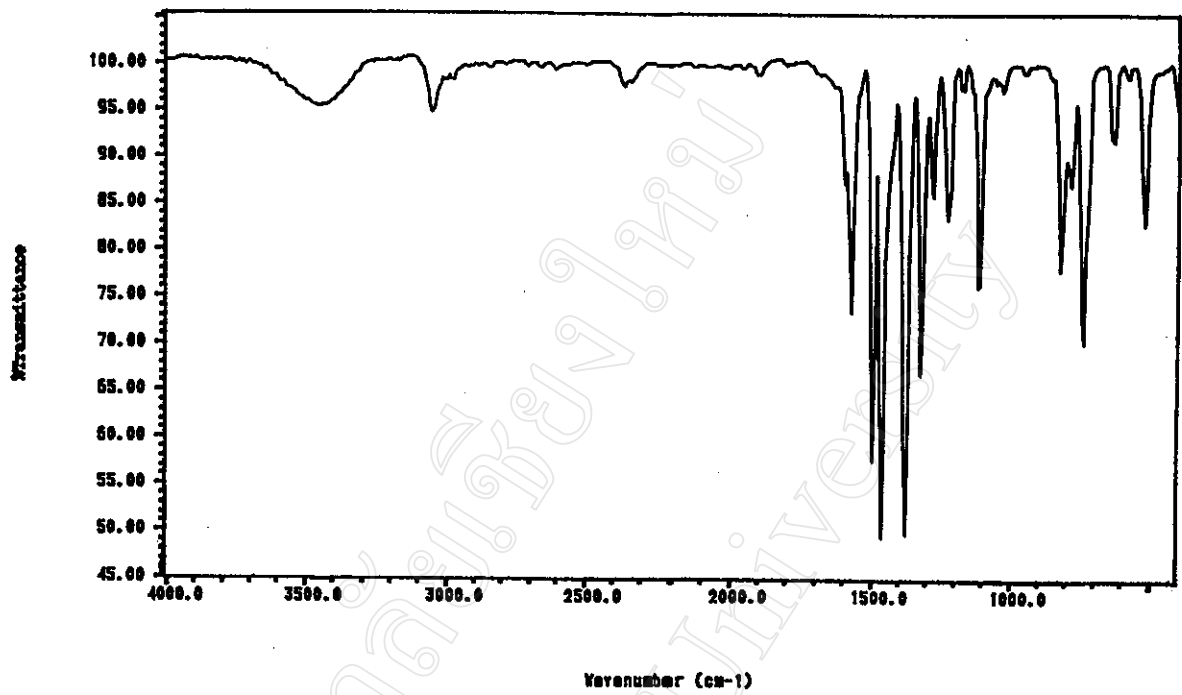
รูป 3.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$



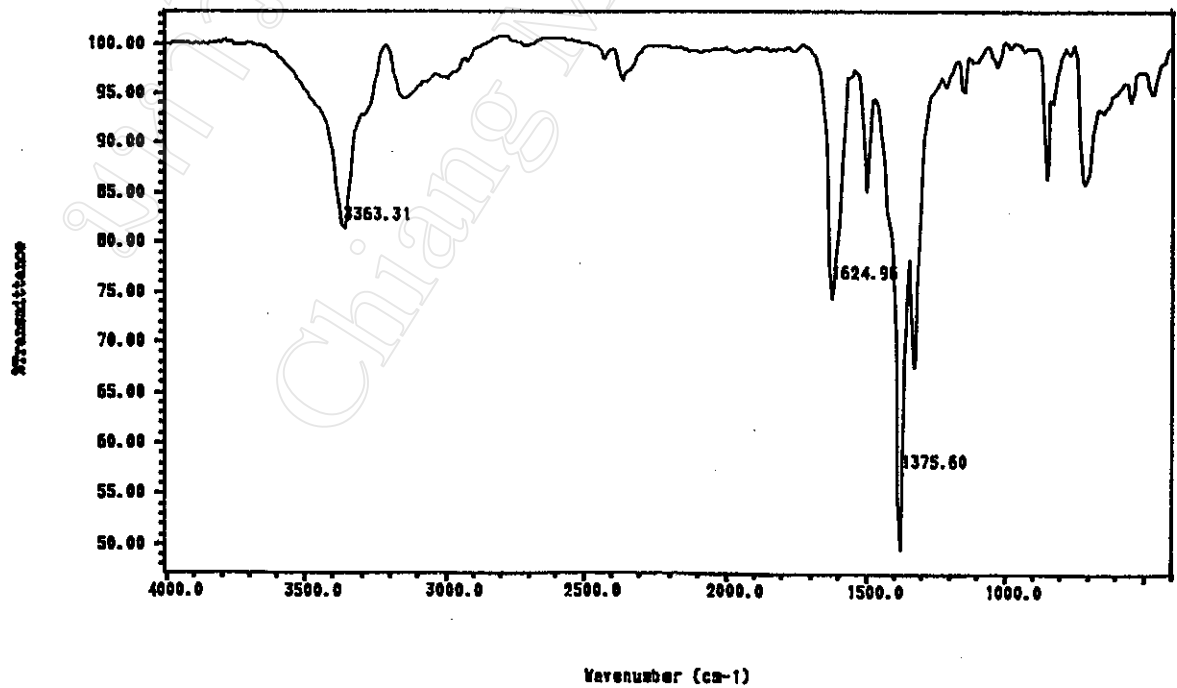
รูป 3.3 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$



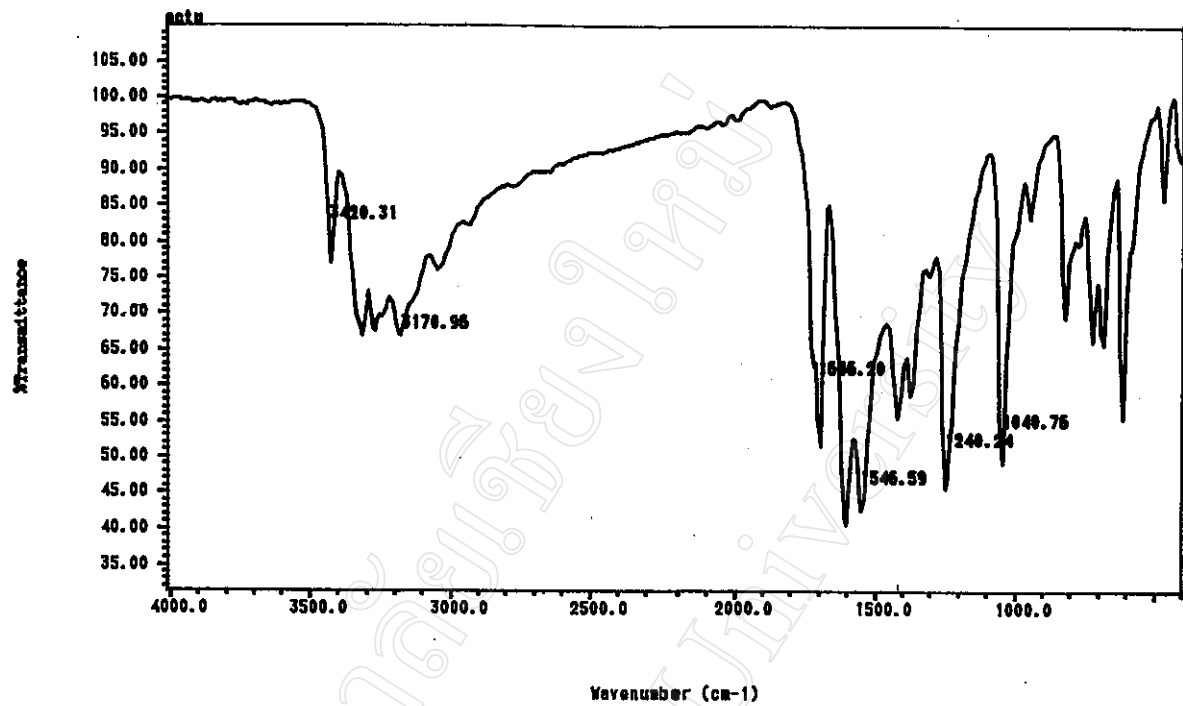
รูป 3.4 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(5\text{-NO}_2\text{-phen})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$



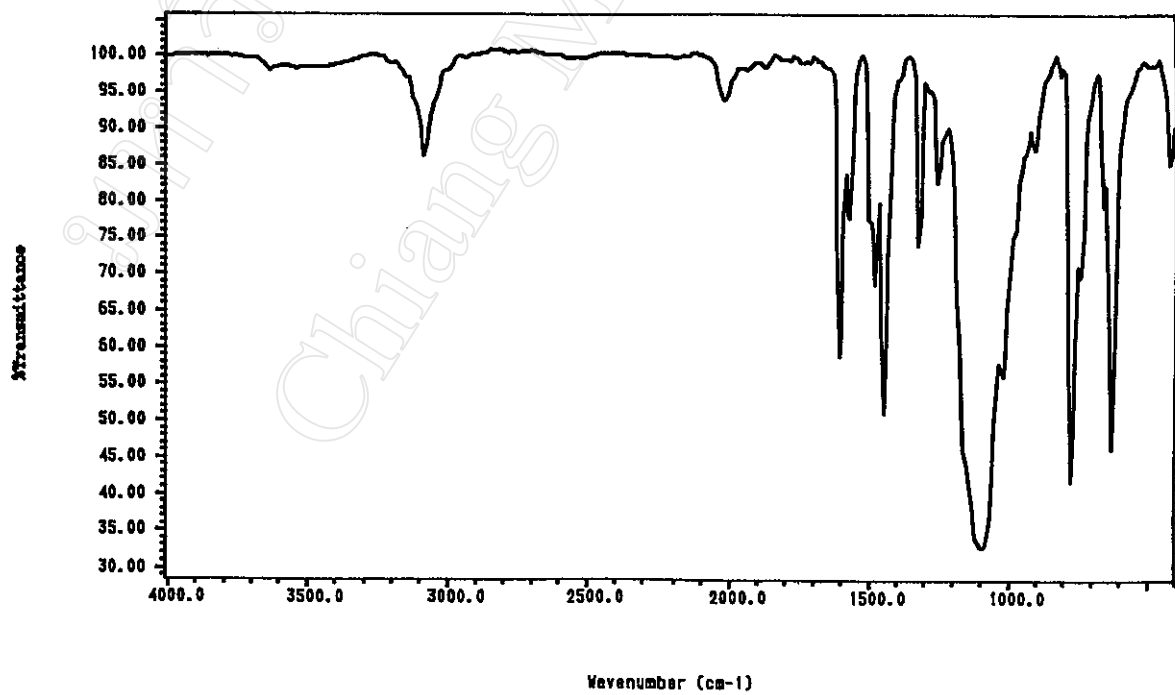
รูป 3.5 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{HQ})_2(\text{tu})]$



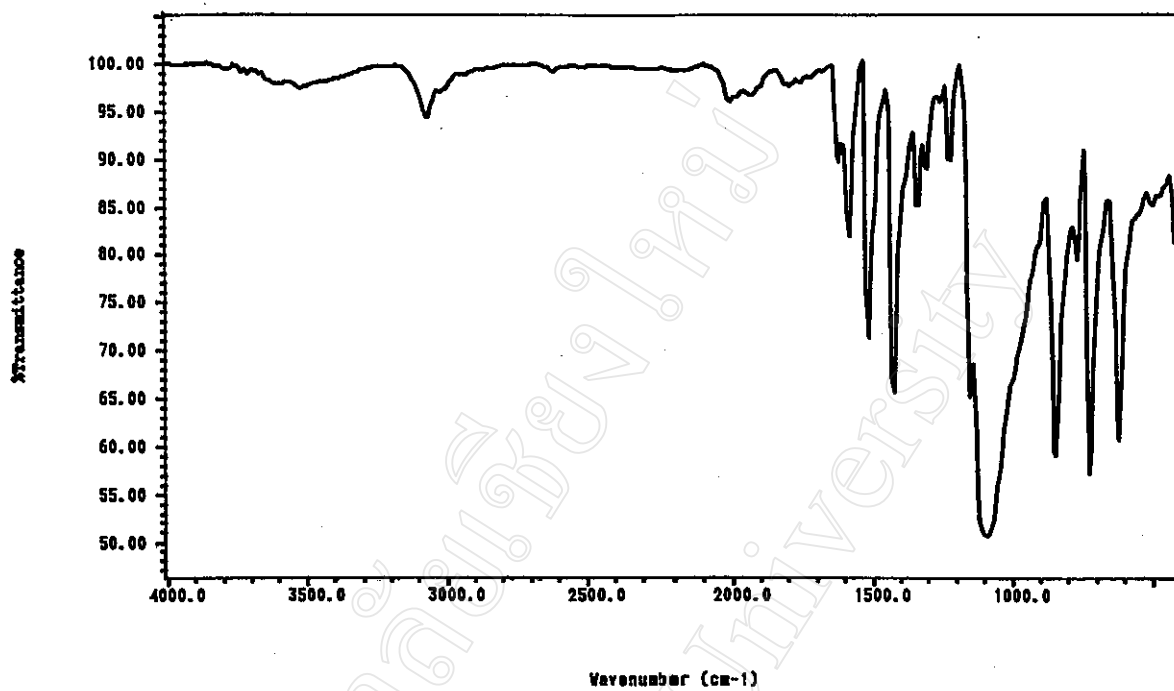
รูป 3.6 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}_2(\text{dmp})_2(\text{tu})_2](\text{ClO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$



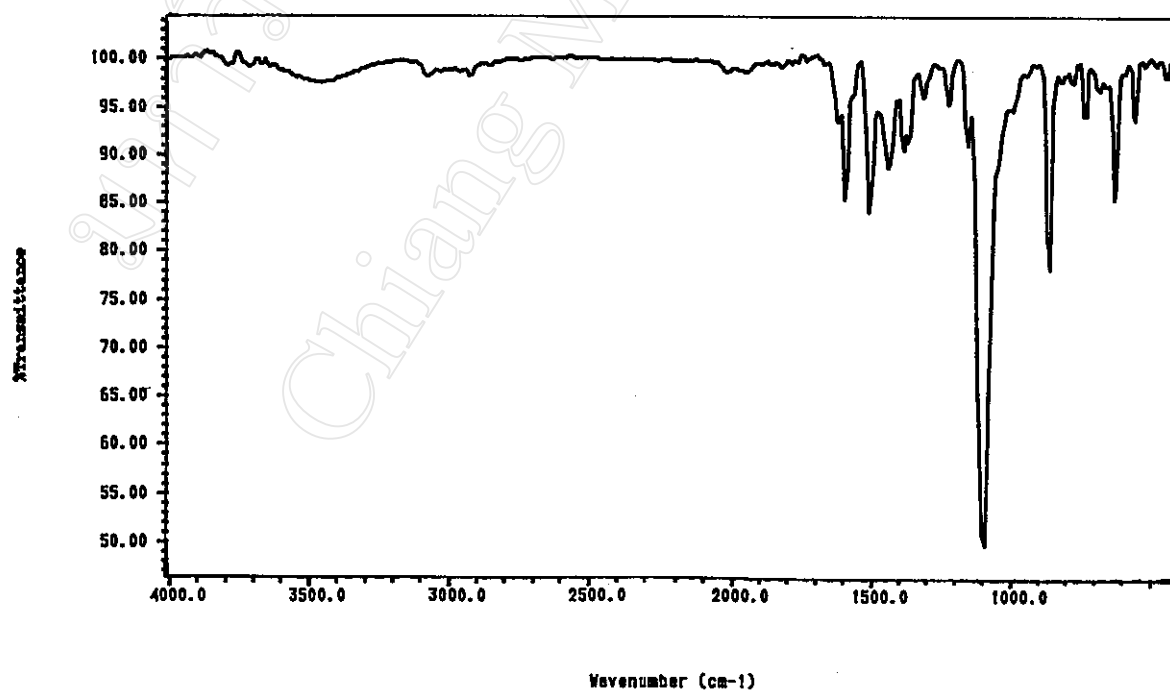
รูป 3.7 อินฟราเรดสเปกตรัมของลิแกนด์แอซิติลไซโอยูเรีย



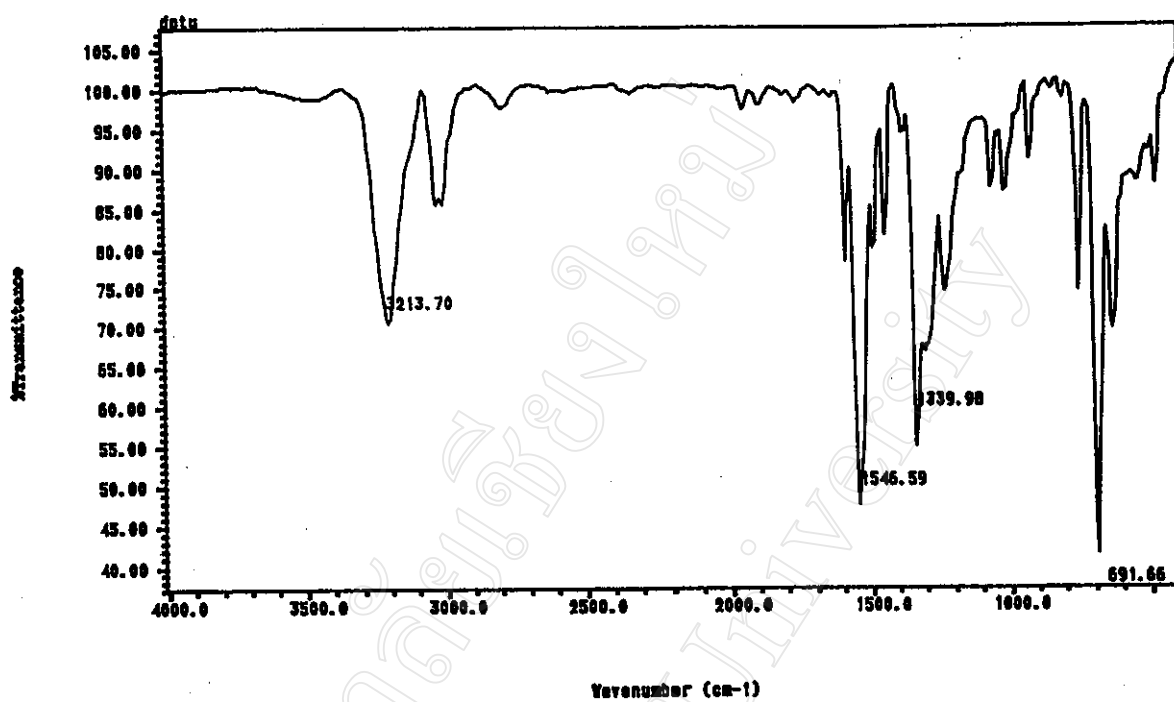
รูป 3.8 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$



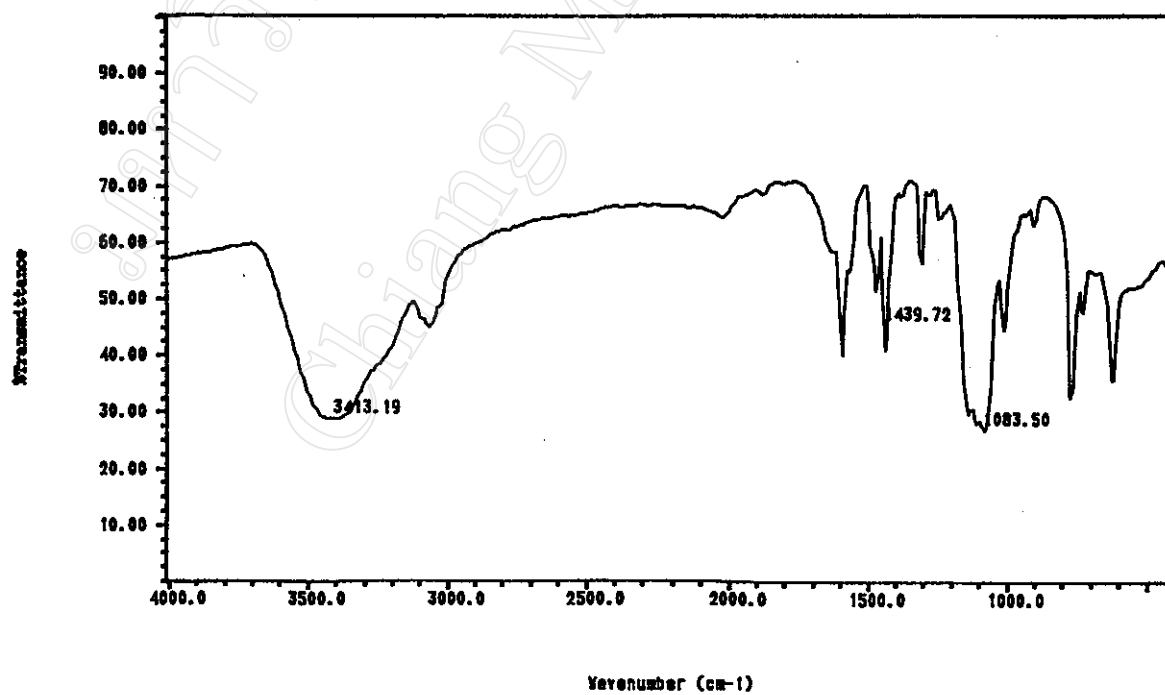
รูป 3.9 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$



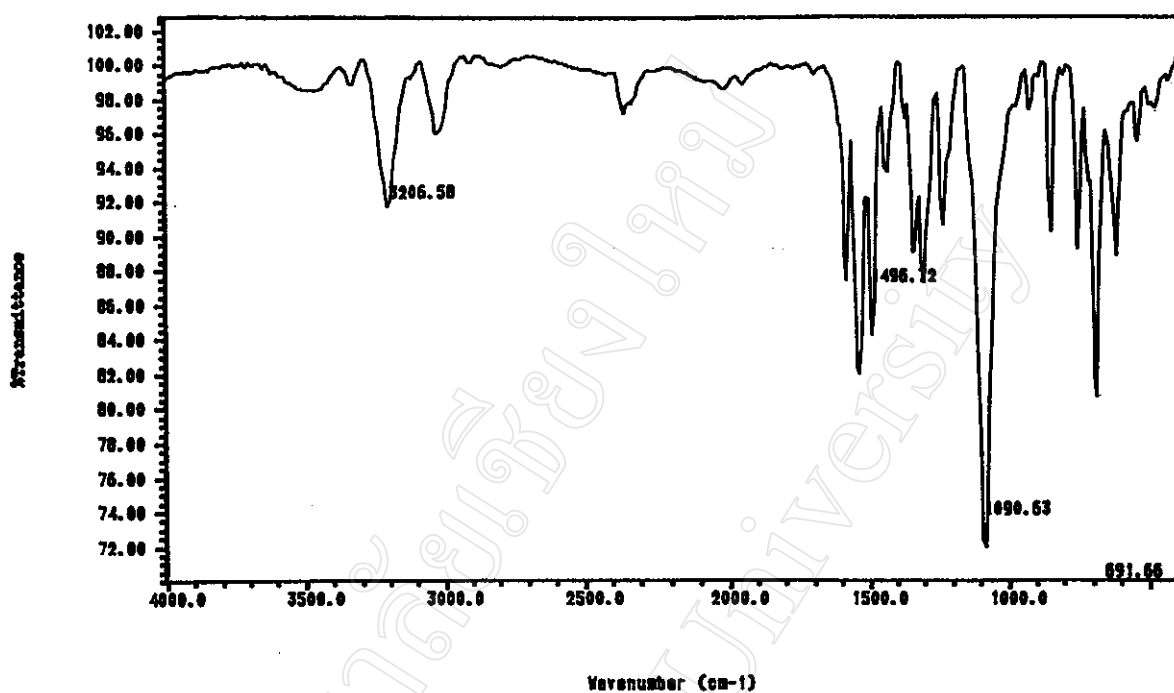
รูป 3.10 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)$



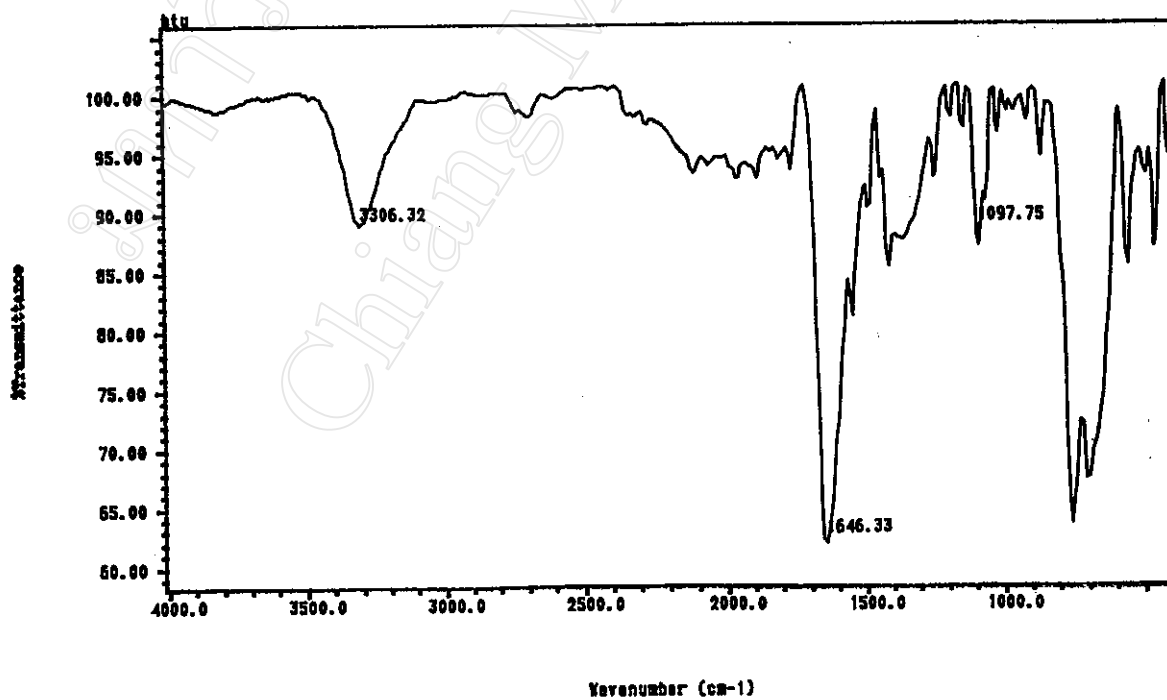
รูป 3.11 อินฟราเรดสเปกตรัมของลิแกนด์ซิม-ไดฟีนิลไฮโอxyเรียว



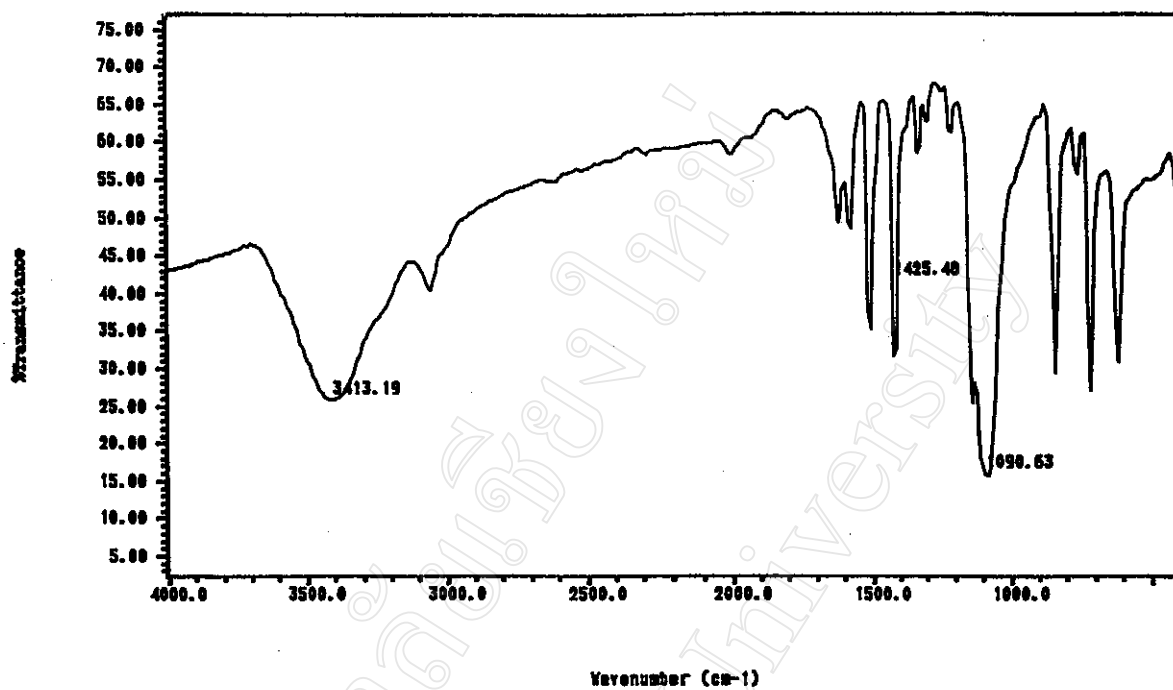
รูป 3.12 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{s-dptu})](\text{ClO}_4)_2$



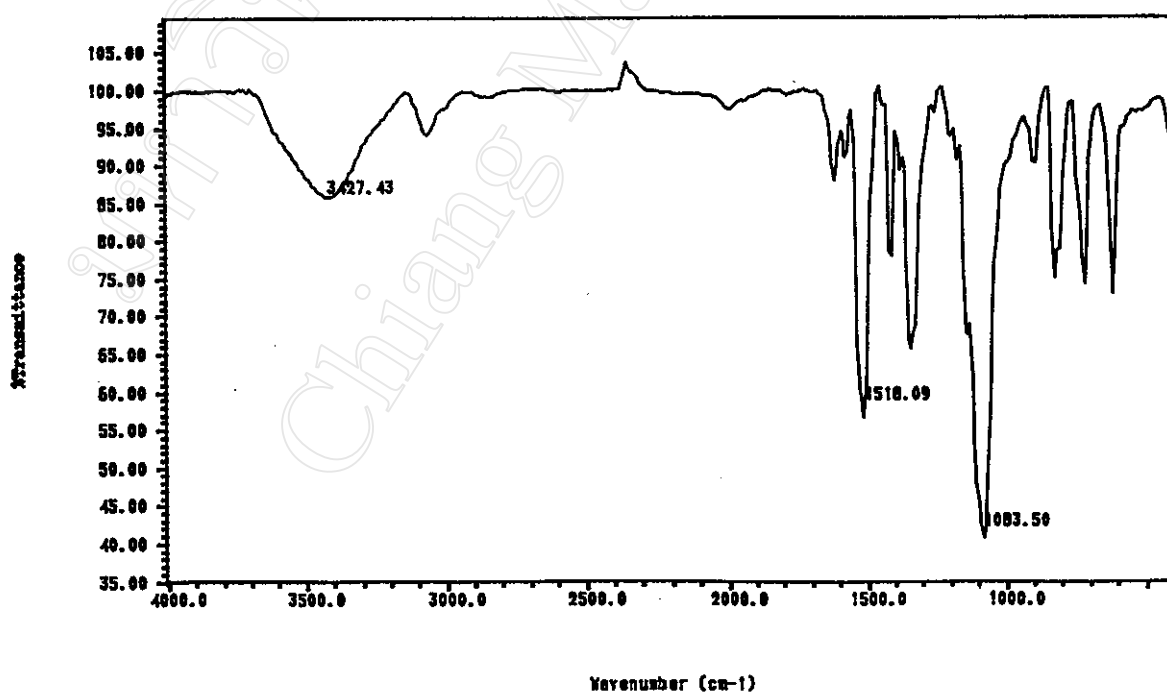
รูป 3.13 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{dmp})(\text{s-dptu})](\text{ClO}_4)$



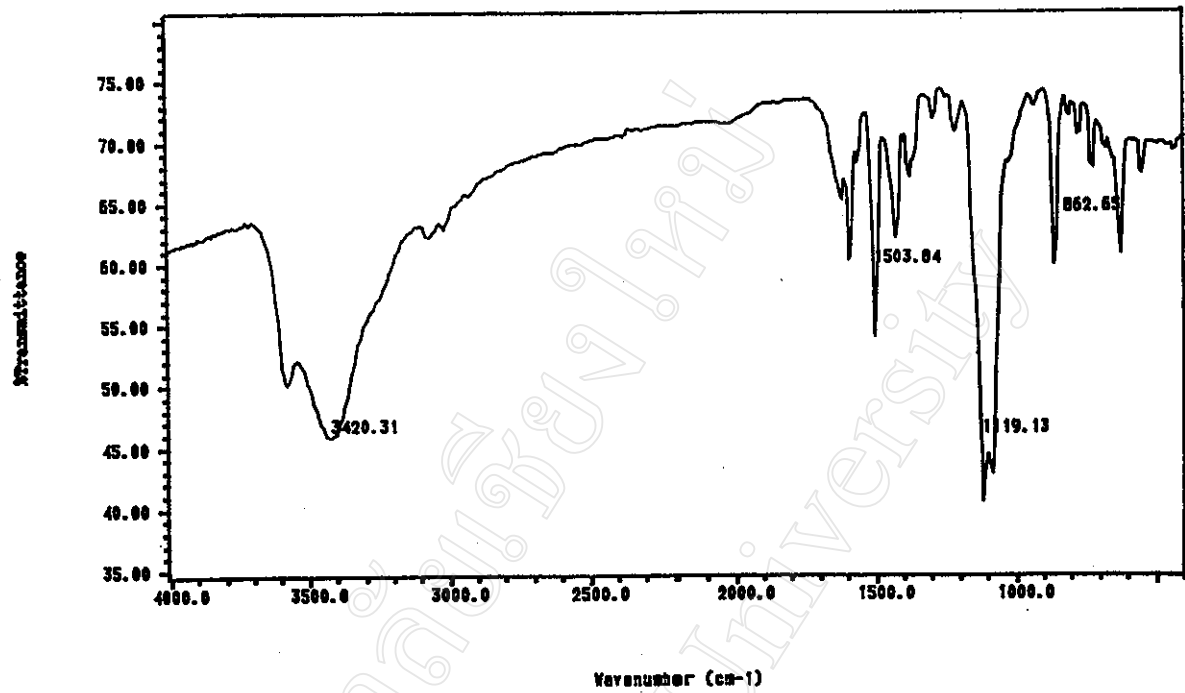
รูป 3.14 อินฟราเรดสเปกตรัมของลิแกนด์เบนซิลไอโซ-โคริออยเรีย



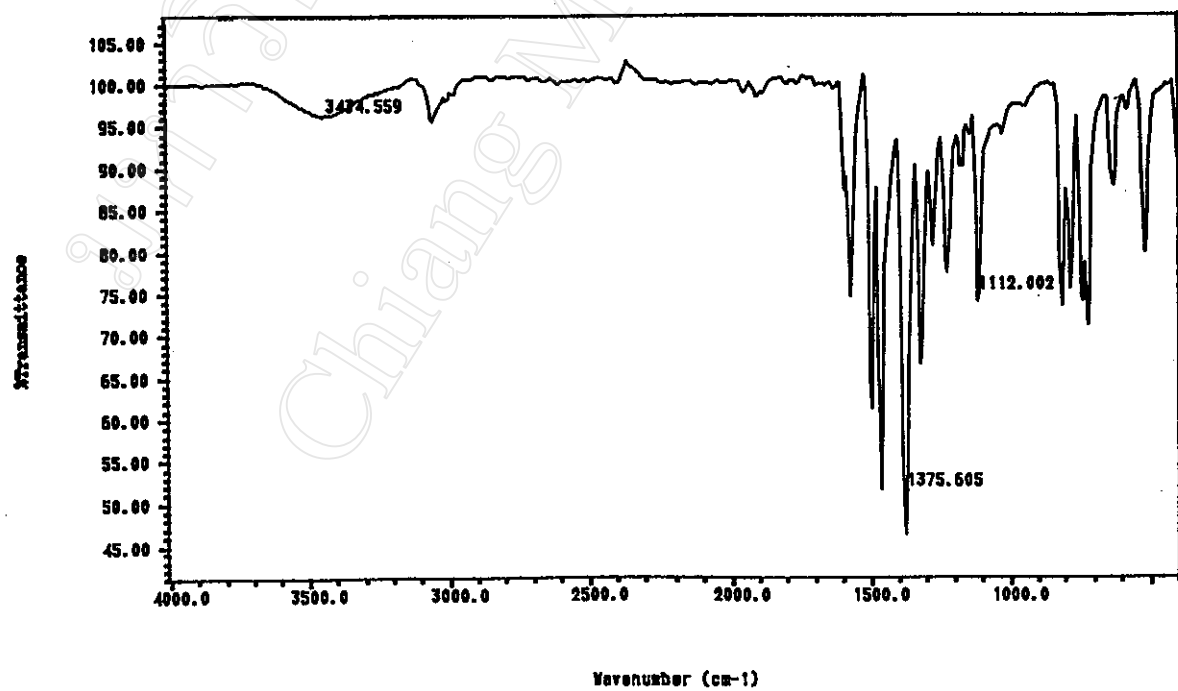
รูป 3.15 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$



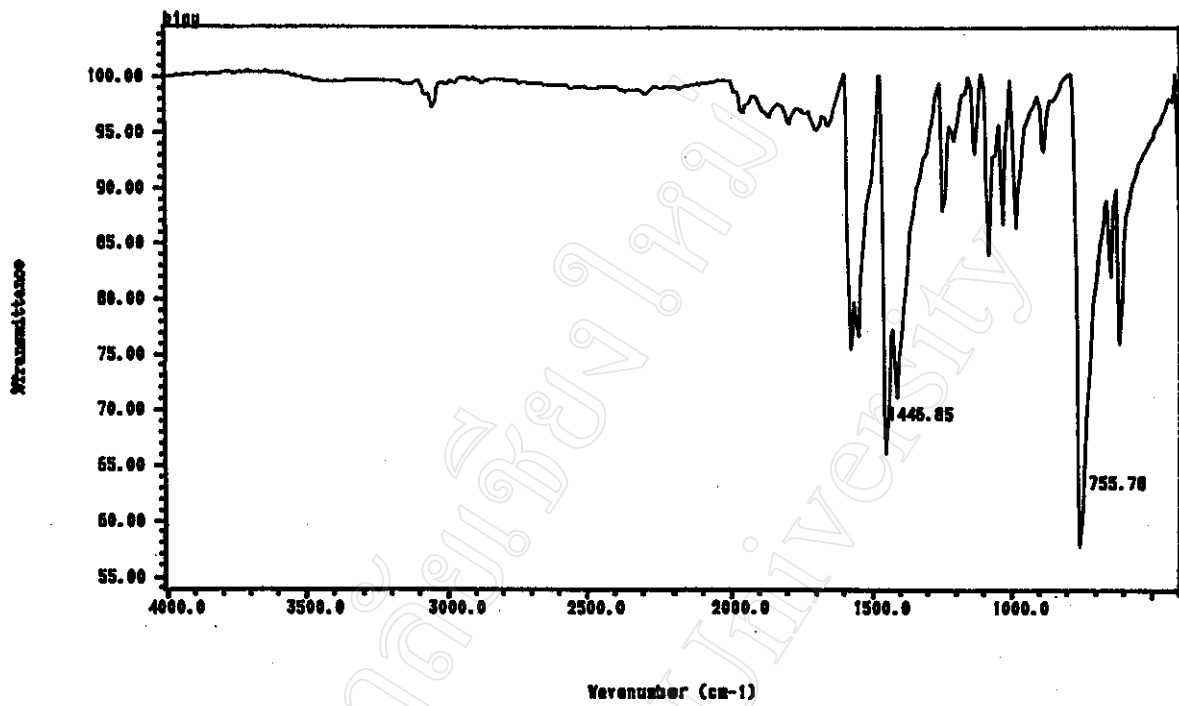
รูป 3.16 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(5\text{-NO}_2\text{-phen})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$



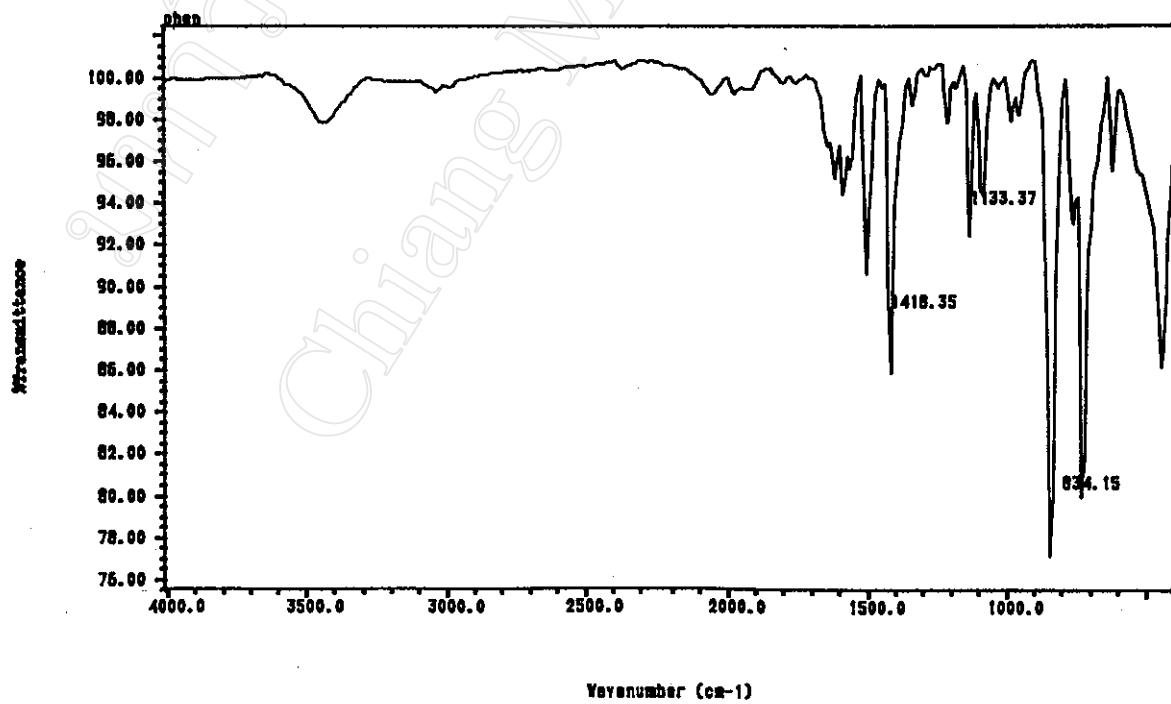
รูป 3.17 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(HQ)_2(btu)](ClO_4)_2$



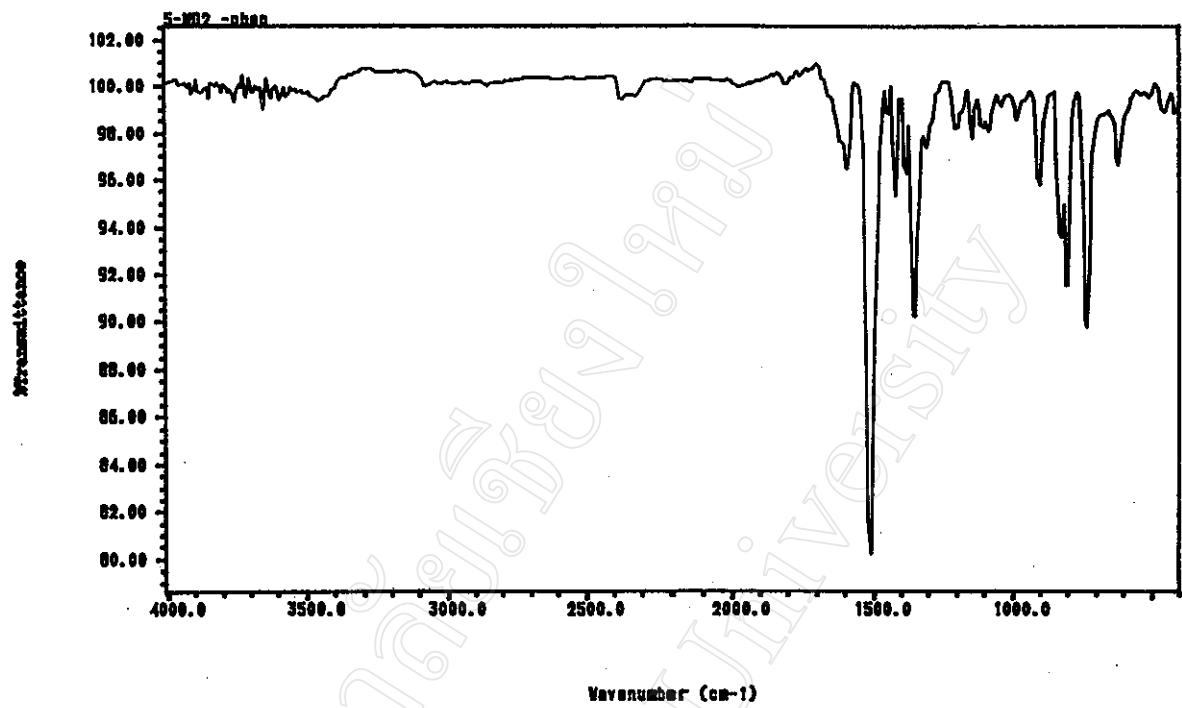
รูป 3.18 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(dmp)_2(btu)] \cdot 4H_2O$



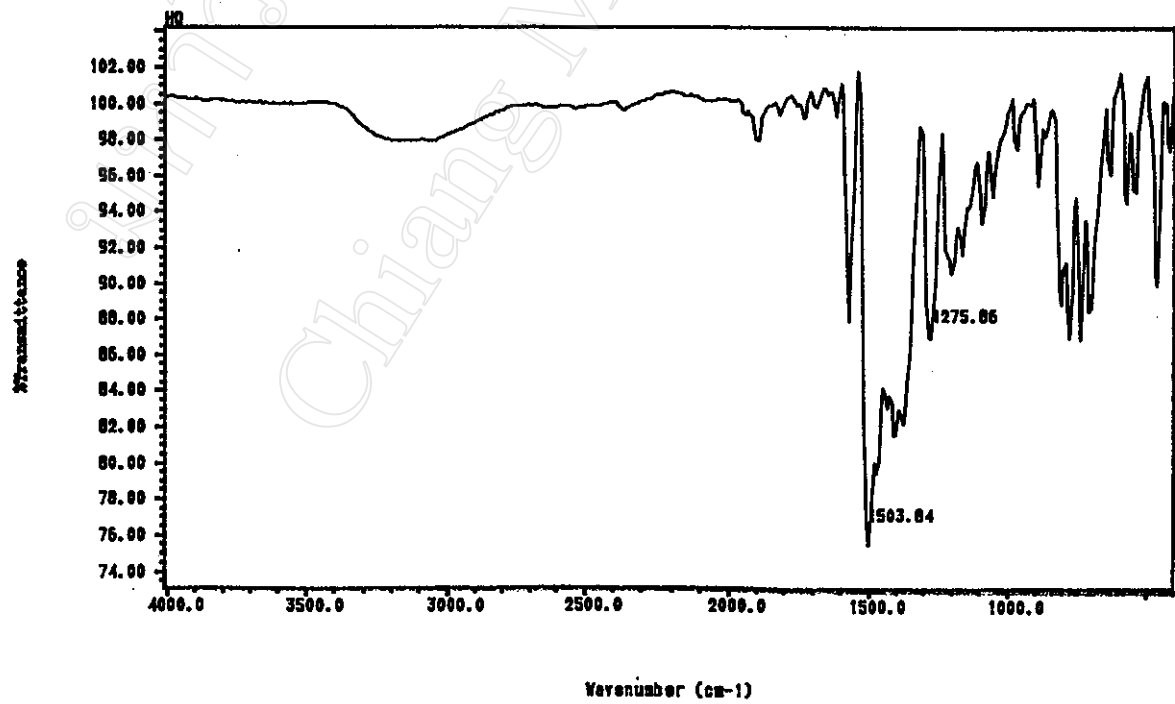
รูป 3.19 อินฟราเรดสเปกตรัมของ bipyridine



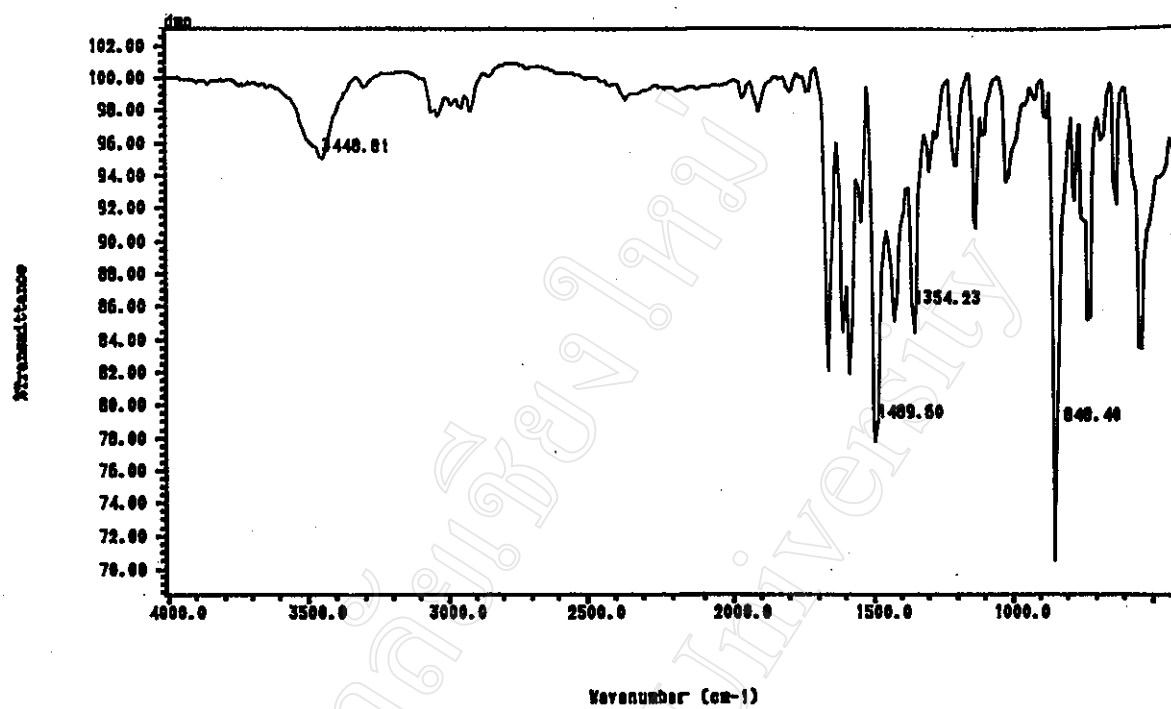
รูป 3.20 อินฟราเรดสเปกตรัมของ 1,10-phenanthroline



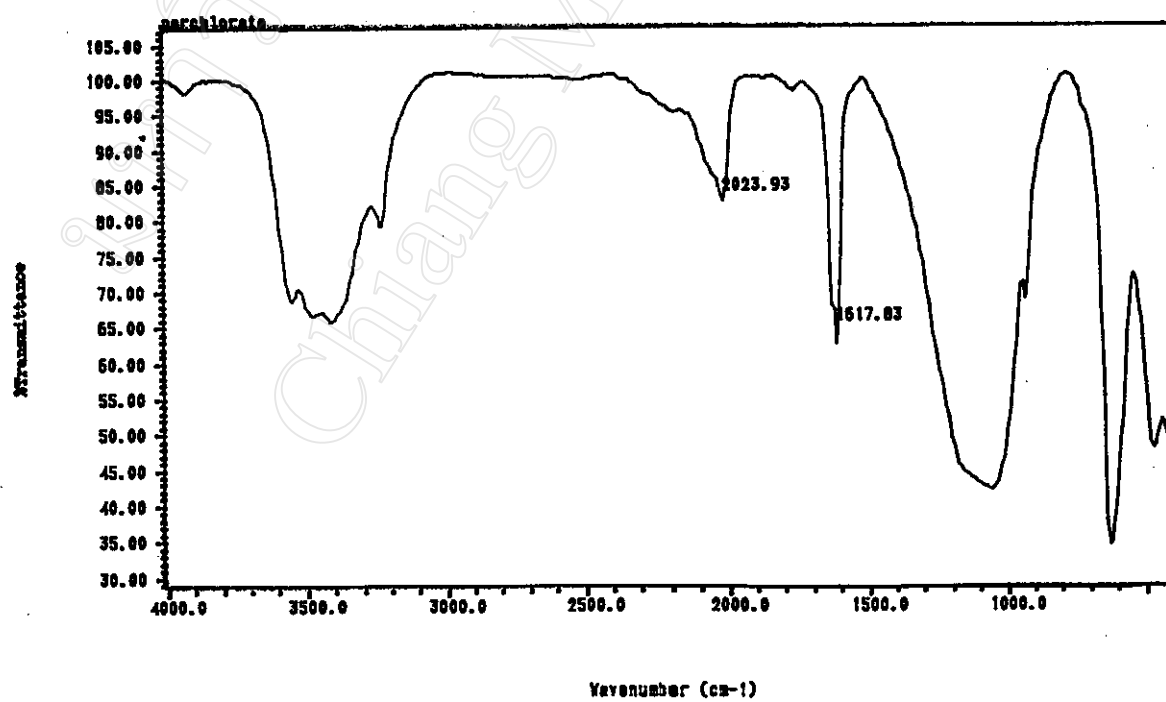
รูป 3.21 อินฟราเรดสเปกตรัมของ 5-Nitro-1,10-phenanthroline



รูป 3.22 อินฟราเรดสเปกตรัมของ 8-Hydroxyquinoline



รูป 3.23 อินฟราเรดสเปกตรัมของ 2,9-dimethyl-1,10-phenanthroline



รูป 3.24 อินฟราเรดสเปกตรัมของ KClO₄

ตาราง 3.4 IR absorption band หลักของลิแกนด์และสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ไทโอยูเรียและอนุพันธ์ไทโอยูเรีย (ในKBr)

ลิแกนด์และ สารประกอบเชิงซ้อน	$\delta(\text{NH}_2)$	A = D(N-H) B = $\nu_{\text{as}}(\text{C-N})$	$\nu_s(\text{C-N})$	A = $\rho_r(\text{NH}_2)$ B = $\nu(\text{C-N})$ C = $\nu(\text{C-S})$ D = $\text{D}(\text{CH}_2)$	A = $\rho_r(\text{C-N})$ B = $\rho_r(\text{NH}_2)$ C = $\nu(\text{C-S})$	$\nu_3(\text{ClO}_4^-)$	A = $\nu(\text{C-S})$ B = $\nu_s(\text{C-N})$	Ref.
tu = H_2NCSNH_2	1618(s)	-	1471(s)	1412 (A+B)	1081 (m, B)	-	730 (s,A+B)	13
tu	1603(s)	-	1468	1420	1083	-	730	
$[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$	1600	-	1480	1439	1083	1120 (br),930	730	
$[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$	1595	-	1490	1415(A+B)	1083	1110 (br)	720	
$[\text{Cu}(5\text{-NO}_2\text{-phen})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$	1535	-	1420	1360	1083	1095 (br)	720	
$[\text{Cu}(\text{HQ})_2(\text{tu})]$	1580	-	1460	1385	1090	-	730	
$[\text{Cu}_2(\text{dmp})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1624	-	1500	1375 (s, C)	-	1130,1090	720	26
actu = $\text{CH}_3\text{CONHNHCS}$	1608	1550	1448	1368	1048	-	820	
actu	1605 (s)	1546	1430 (s)	1370	1040	-	820	
$[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$	1610	1550	1445	1345	1040	1110 (br)	780	
$[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$	1595	1530	1420	1360	-	1110 (br)	740	
$[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$	1600	1520	1430	1350(w)	-	1095 (s)	760	

ตาราง 3.4 IR absorption band หลักของลิแกนด์และสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ไทโอยูเรียและอนุพันธ์ไทโอยูเรีย (ต่อ) (ใน KBr)

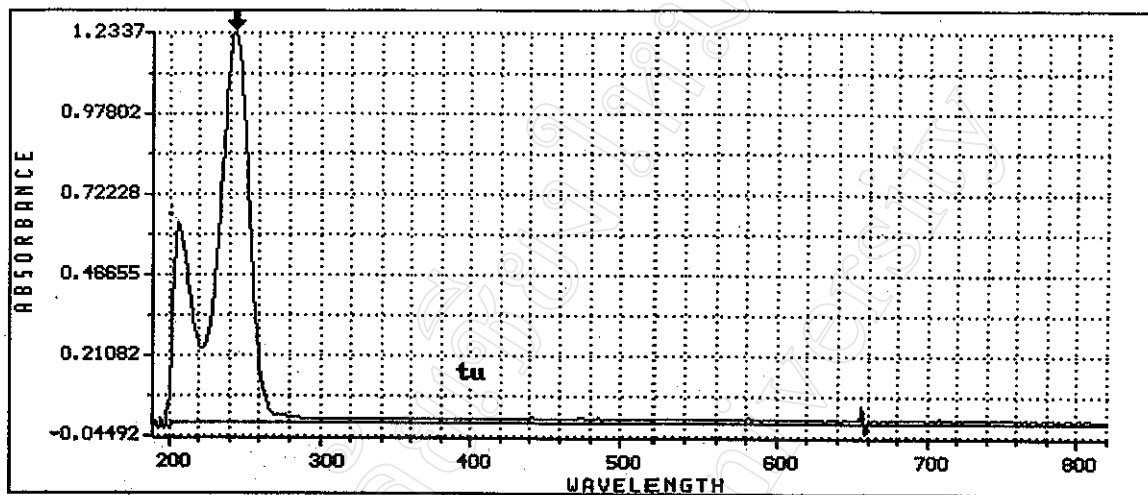
ลิแกนด์และ สารประกอบเชิงซ้อน	$\delta(\text{NH}_2)$	A = D(N-H) B = $\nu_{\text{as}}(\text{C-N})$	$\nu_{\text{r}}(\text{C-N})$	A = $\rho_{\text{r}}(\text{NH}_2)$ B = $\nu(\text{C-N})$ C = $\nu(\text{C-S})$ D = D(CH ₂)	A = $\rho_{\text{r}}(\text{C-N})$ B = $\rho_{\text{r}}(\text{NH}_2)$ C = $\nu(\text{C-S})$	$\nu_3(\text{ClO}_4)$	A = $\nu(\text{C-S})$ B = $\nu_{\text{r}}(\text{C-N})$	Ref.
s-ptu = (C ₆ H ₅)NHC ₂ H ₄ SHN(C ₆ H ₅)	1601	1550 (s,A+B)	1497	1343 (s)	1024	-	695 (s,A+B)	59
s-dptu	1600	1546 (s)	1500	1340	1030	-	691	
[Cu(bipy) ₂ (s-dptu)](ClO ₄) ₂	1600	1560	1490	1310	1083	1110 (br)	630	
[Cu(dmp)(s-dptu)](ClO ₄)	1600	1550	1496	1320	-	1095, 960*	691	
btu = (C ₆ H ₅)NHC ₂ H ₄ SHN(C ₆ H ₅)	1625	1527 (s,A+B)	1430	1354	1091	-	760(s,A+B)	20
btu	1646	1550 (s,A+B)	1420	1355 (s)	1097	-	760	
[Cu(phen) ₂ (btu)](ClO ₄) ₂	1630	1525	1425	1330	1090	1100 (br)	760	
[Cu(5-NO ₂ -phen) ₂ (btu)](ClO ₄) ₂	1630	1518	1410	1330	1083	1100 (br)	730	
[Cu(HQ) ₂ (btu)](ClO ₄) ₂	1600	1503	1420	1380	1080	1119 (br)	740	
[Cu(dmp) ₂ (btu)] . 4H ₂ O	1590	1500	1460	1375	1112	-	730	

* = ν_4 (asymmetric bending)

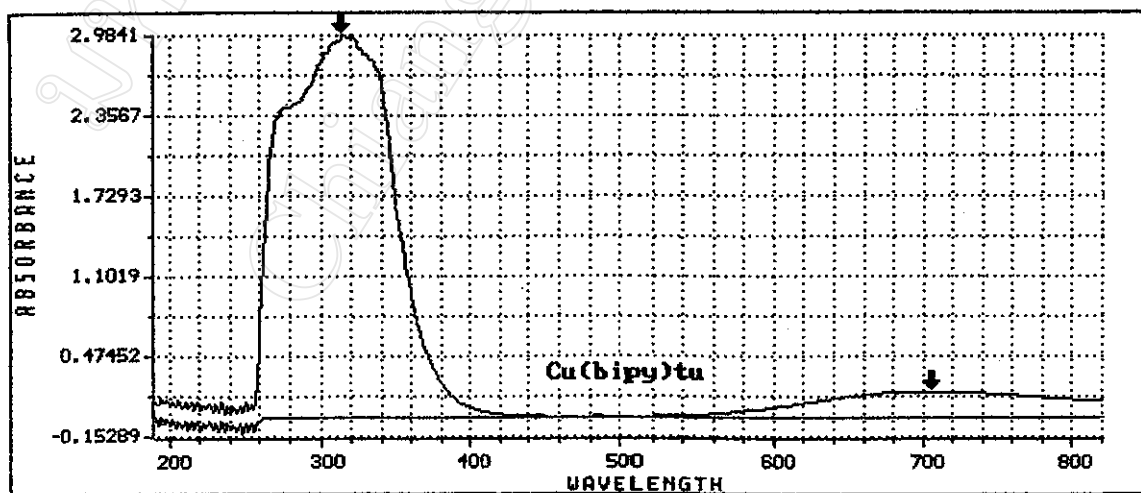
3.4 ผลการหาลักษณะเฉพาะของสารประกอบเชิงซ้อนด้วยอัลตราไวโอเลต-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตเมตรี

เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาคือ UV-VIS Diode Array Spectrophotometer , model HP 8452 A ศึกษาความยาวคลื่นในช่วง 190–820 nm , integration time = 1 s wavelength scan ในตัวทำละลาย dimethylsulfoxide (DMSO) ใช้เซลล์ใส่สารตัวอย่างที่ทำด้วย quartz

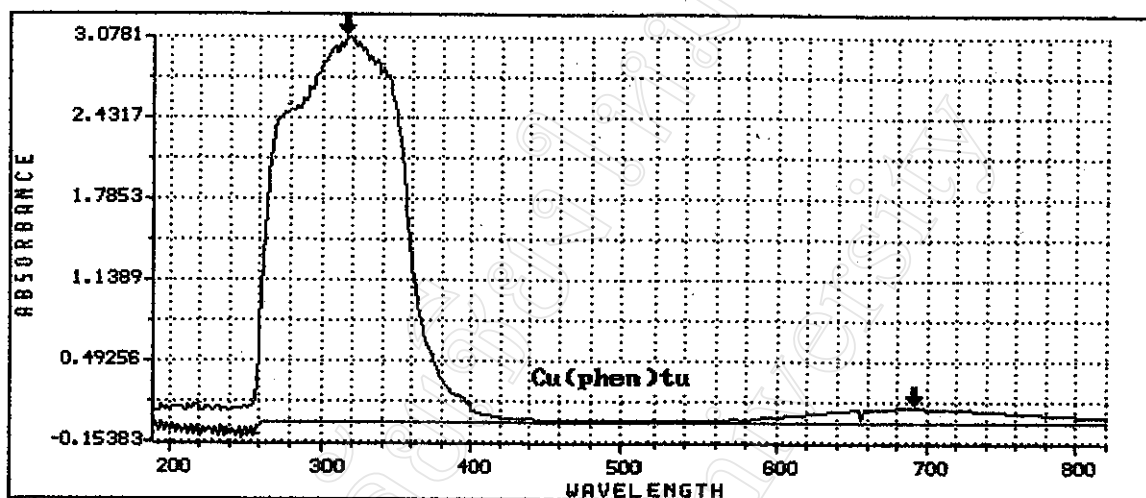
อิเล็กทรอนิกส์เปกตราของสารประกอบเชิงซ้อนและลิแกนด์ต่าง ๆ แสดงดังรูป 3.25 – 3.42 และตำแหน่ง $\lambda_{\max}$ หลักที่สำคัญของลิแกนด์และสารประกอบเชิงซ้อนแสดงในตาราง 3.5



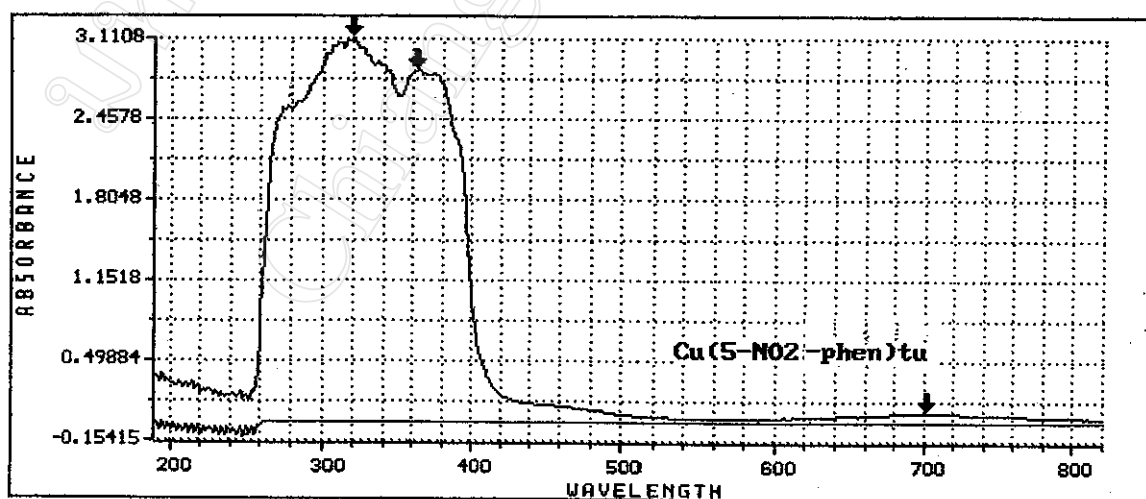
รูป 3.25 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของลิแกนด์ไธโอยูเรีย



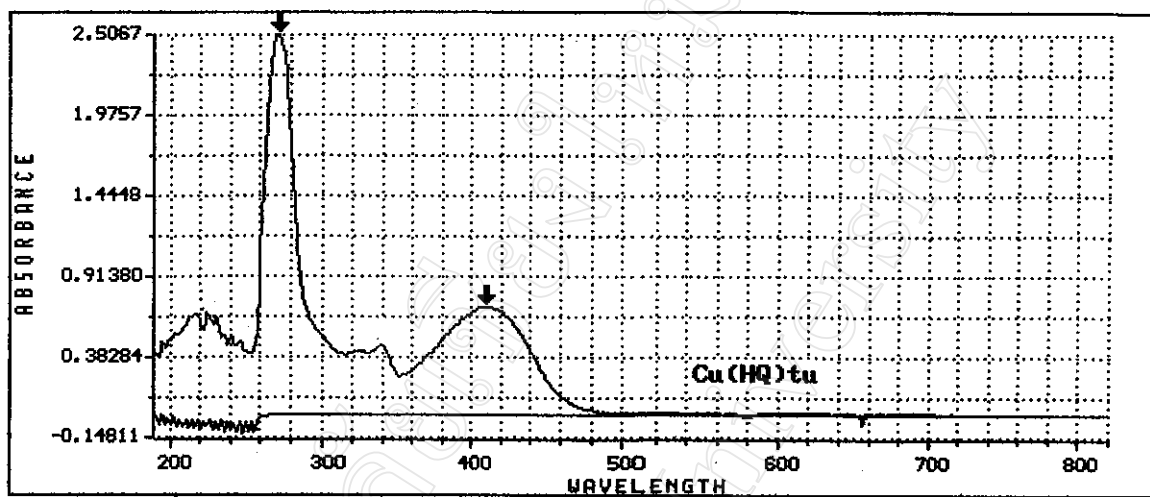
รูป 3.26 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$



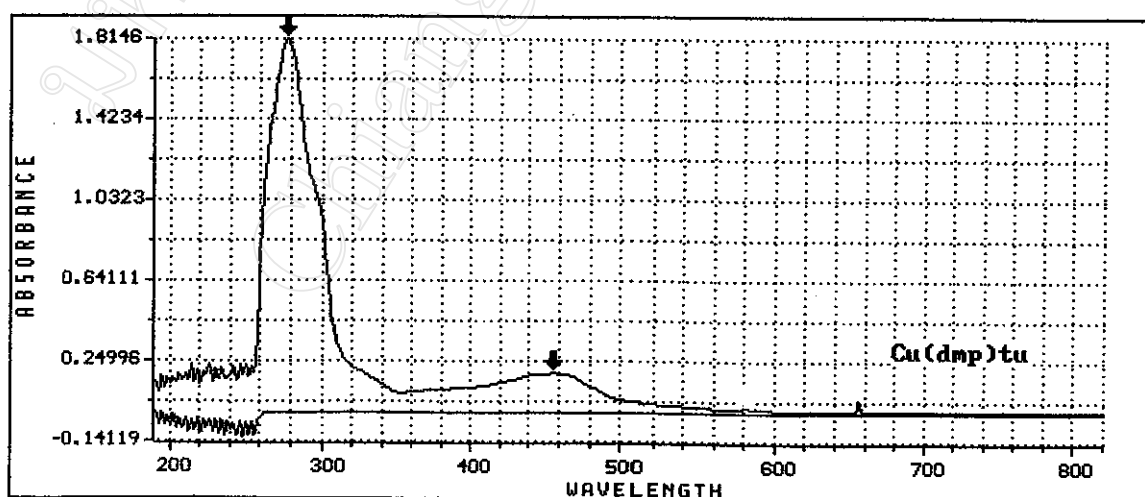
รูป 3.27 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(phen)_2(tu)](ClO_4)_2$



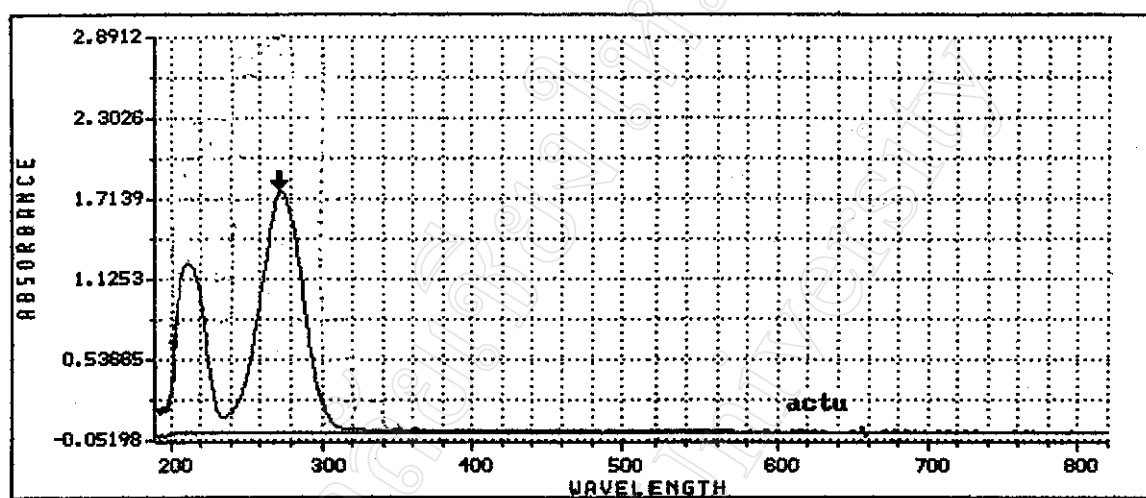
รูป 3.28 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(5-NO_2-phen)_2(tu)](ClO_4)_2$



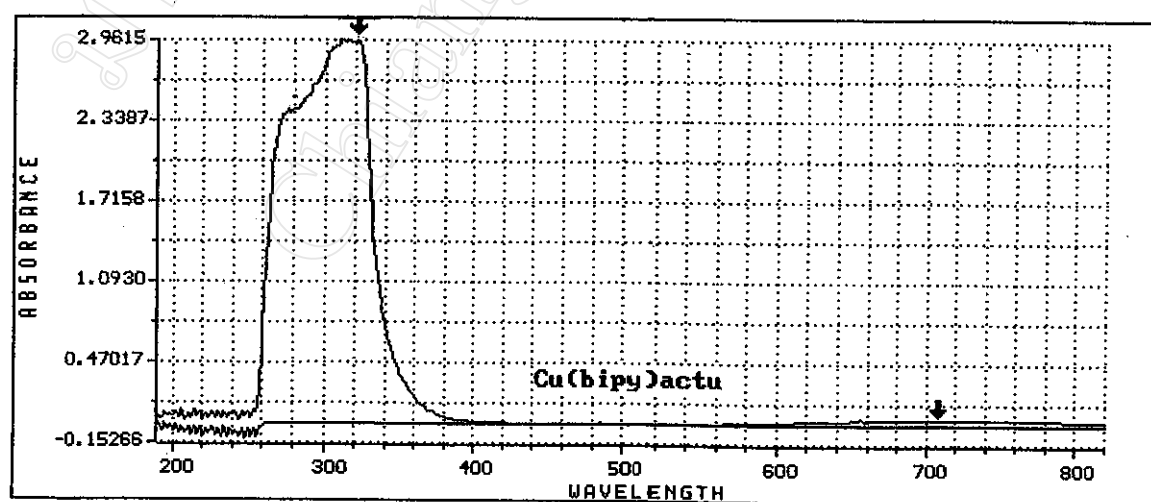
รูป 3.29 อิเล็กทรอนิกส์เปกตรากของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{HQ})_2(\text{tu})]$



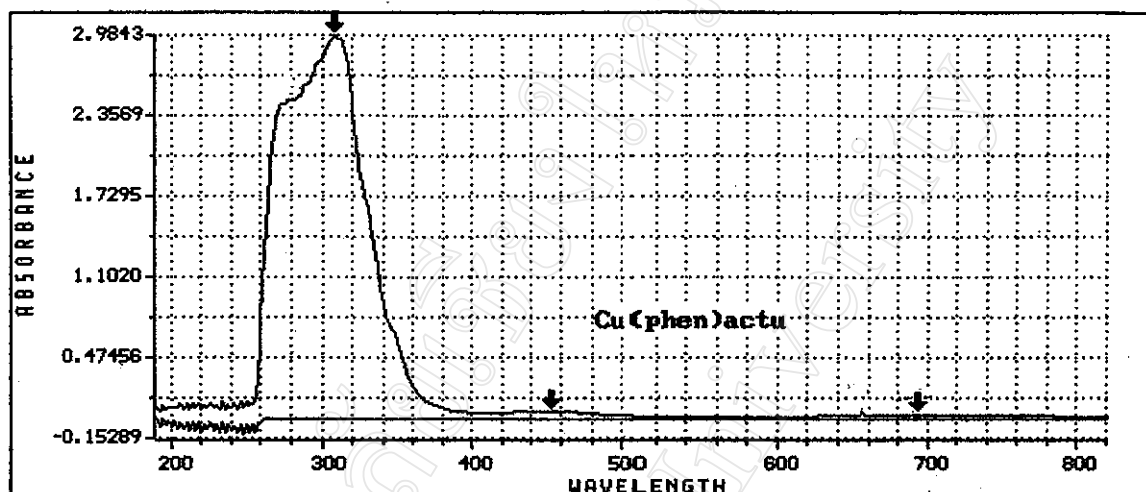
รูป 3.30 อิเล็กทรอนิกส์เปกตรากของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}_2(\text{dmp})_2(\text{tu})_2](\text{ClO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$



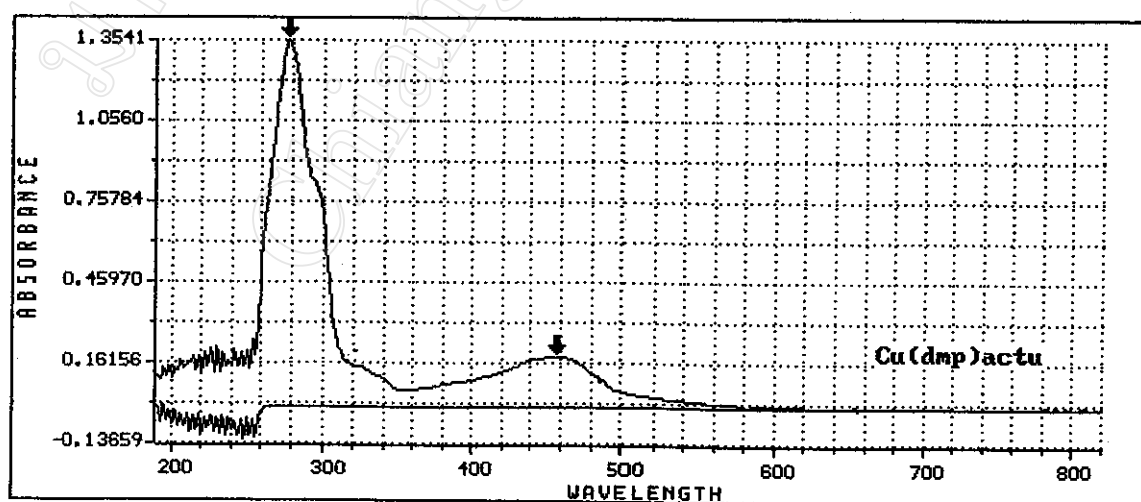
รูป 3.31 อิเล็กทรอนิกส์เปกตรากของลิแกนด์แอซิดทิลโรโอยูเรีย



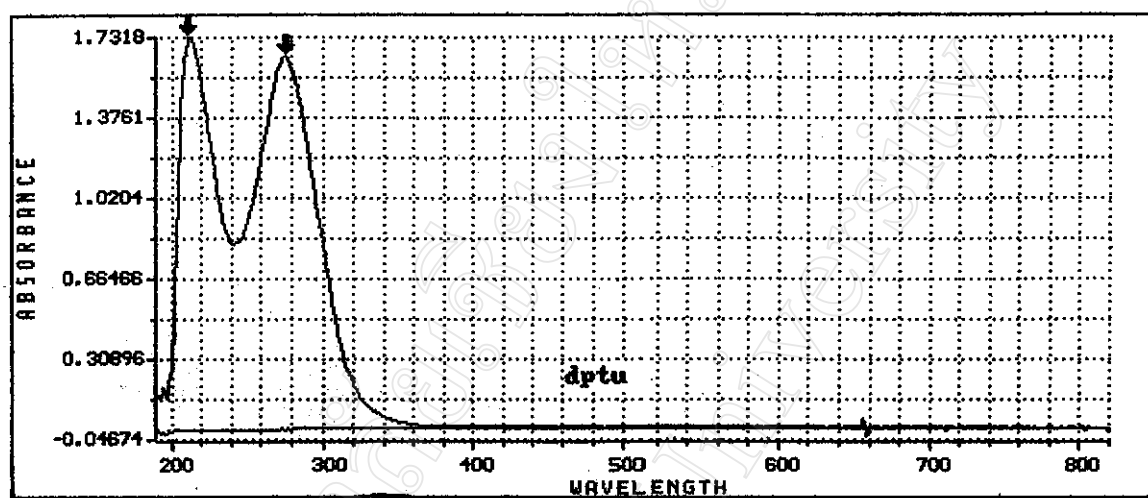
รูป 3.32 อิเล็กทรอนิกส์เปกตรากของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu(bipy)}_2\text{(actu)}](\text{ClO}_4)_2$



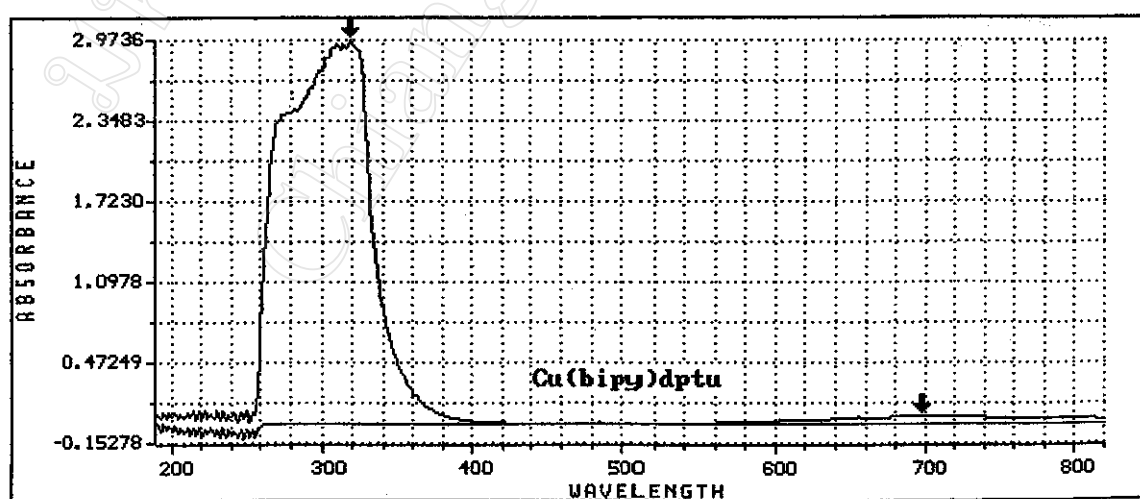
รูป 3.33 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$



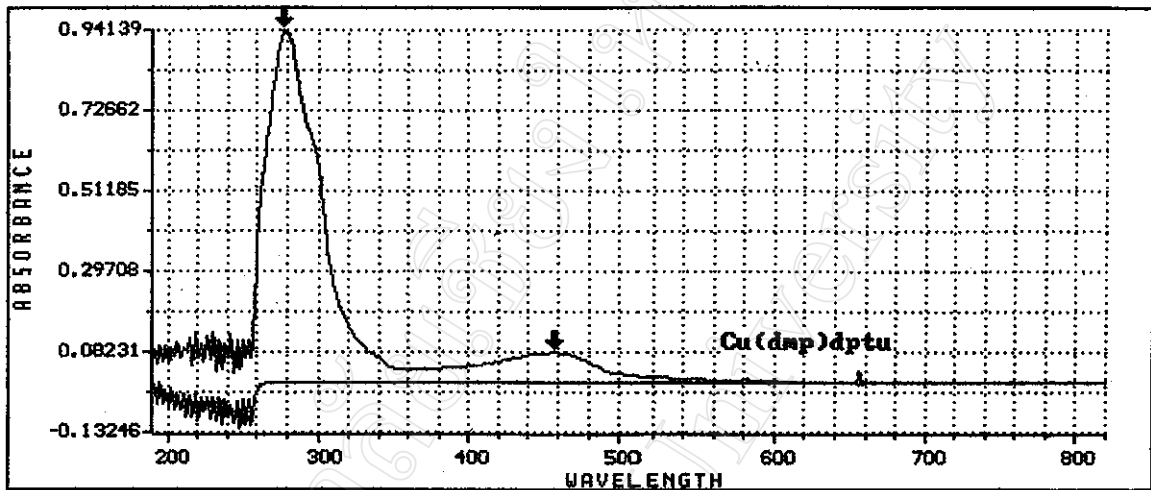
รูป 3.34 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$



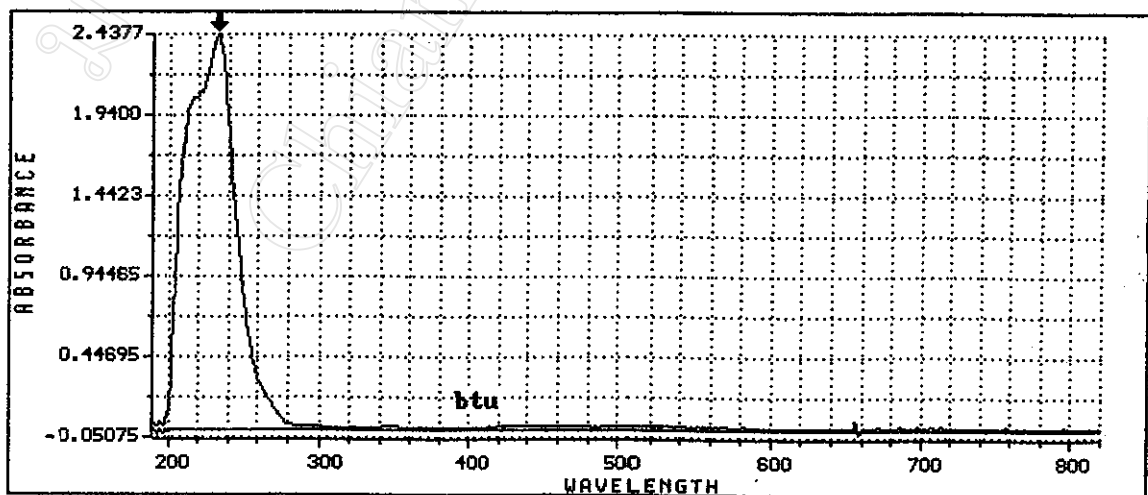
รูป 3.35 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของลิแกนด์ซิม-ไดฟีนิลไรโอยูเรีย



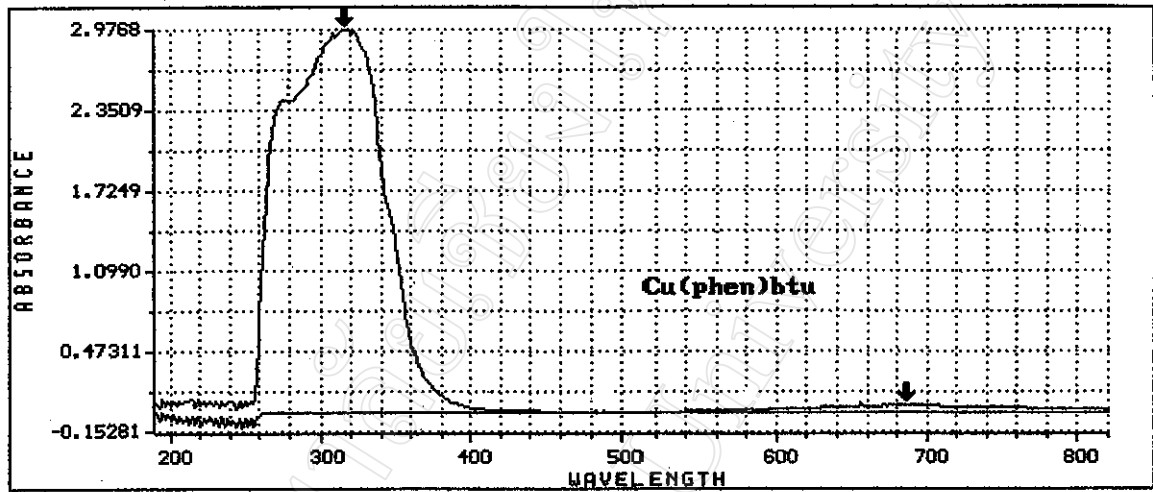
รูป 3.36 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{s-dptu})](\text{ClO}_4)_2$



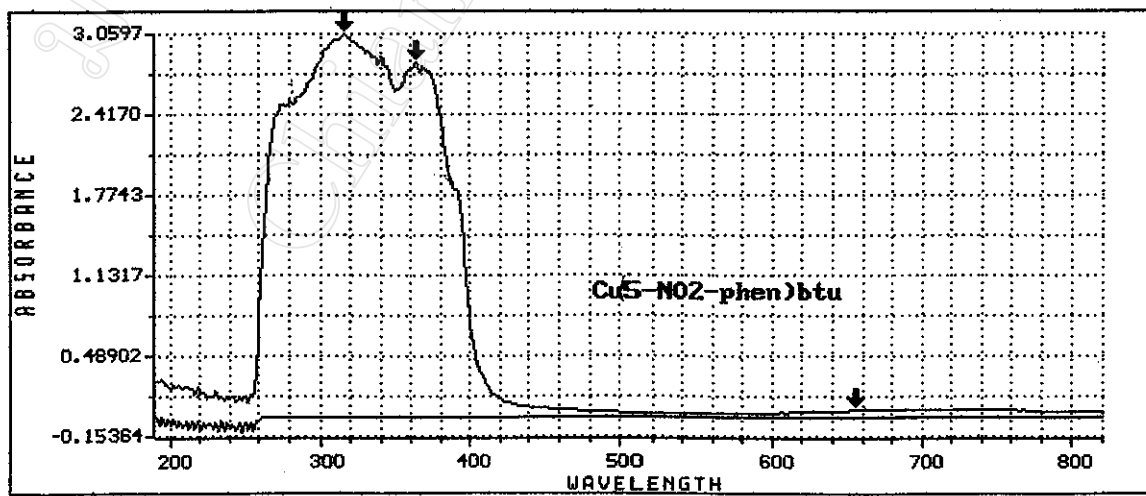
รูป 3.37 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{dmp})(\text{s-dptu})](\text{ClO}_4)$



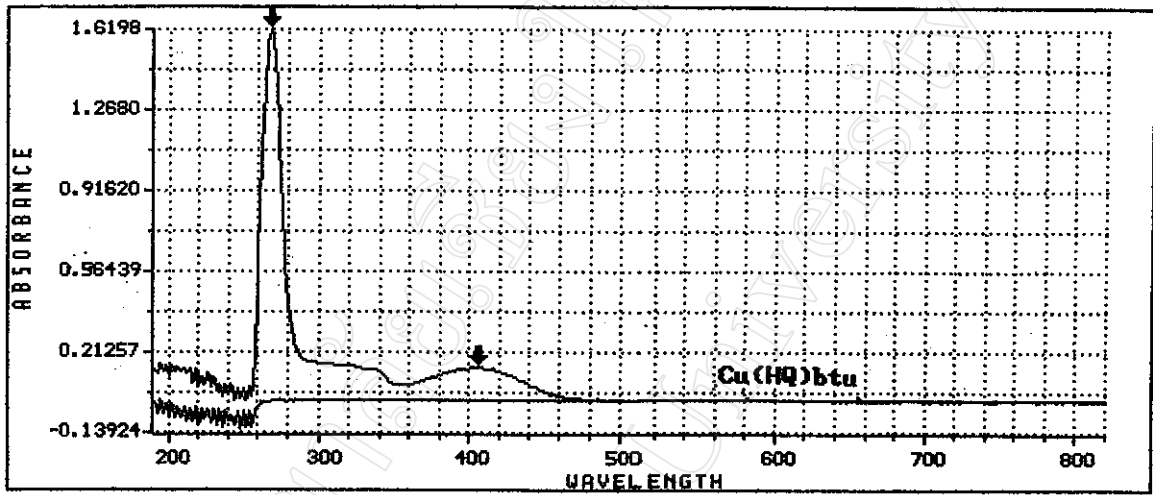
รูป 3.38 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของลิแกนด์เบนซิลไอโซ-ไซโอยูเรีย



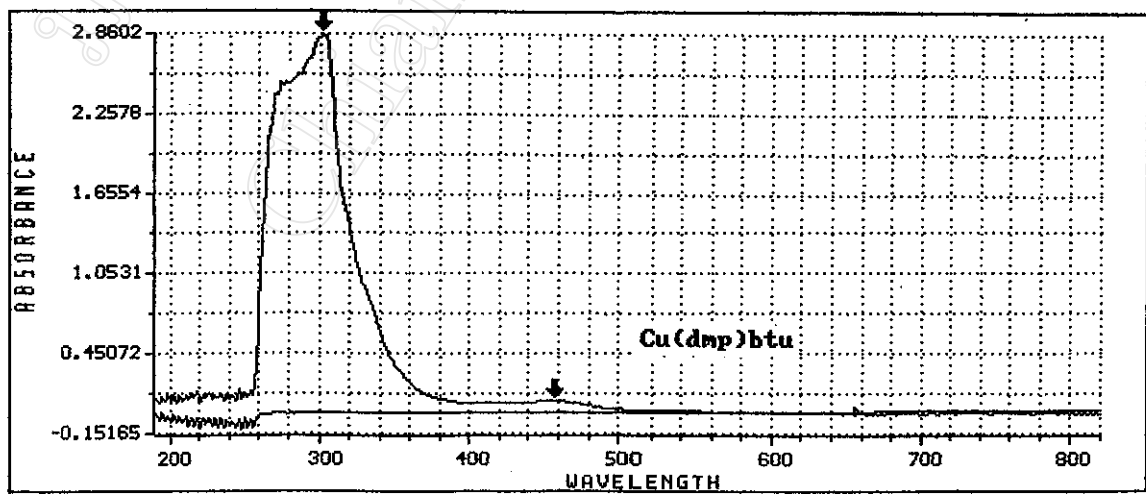
รูป 3.39 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu(phen)}_2\text{(btu)}](\text{ClO}_4)_2$



รูป 3.40 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu(5-NO}_2\text{-phen)}_2\text{(btu)}](\text{ClO}_4)_2$



รูป 3.41 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{HQ})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$



รูป 3.42 อิเล็กทรอนิกส์เปกตร้าของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{btu})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

ตาราง 3.5 ความยาวคลื่นสูงสุด ($\lambda_{\max}$) จากอิเล็กทรอนิกส์แปลกตราที่สำคัญของลิแกนด์และสารประกอบเชิงซ้อน

สารประกอบเชิงซ้อน	Absorption maxima ที่สำคัญ ($\lambda_{\max}$; nm)			ref.
	Thiourea ligands	S $\rightarrow$ Cu	d - d	
tu = $(\text{NH}_2)_2\text{CS}^*$	242	-	-	24
tu	242	-	-	
$[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$		314	706	
$[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$		316	692	
$[\text{Cu}(5\text{-NO}_2\text{-phen})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$		362	702	
$[\text{Cu}(\text{HQ})_2(\text{tu})]$		410	a	
$[\text{Cu}_2(\text{dmp})_2(\text{tu})_2](\text{ClO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$		456	a	
actu = $\text{CH}_3\text{CONHCSNH}_2^*$	266	-	-	24
actu	270	-	-	
$[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$		320	708	
$[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$		454	694	
$[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$		458	a	
s-dptu = $(\text{C}_6\text{H}_5)\text{NHCSHN}(\text{C}_6\text{H}_5)^*$	212			20
s-dptu	210			
$[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{s-dptu})](\text{ClO}_4)_2$	-	320	698	
$[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{s-dptu})](\text{ClO}_4)_2$	-	458	a	
btu = $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{NHCSNH}_2^*$	234	-	-	20
btu	232	-	-	
$[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$	-	316	686	
$[\text{Cu}(5\text{-NO}_2\text{-phen})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$	-	364	656	
$[\text{Cu}(\text{HQ})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$	-	406	a	
$[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{btu})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	-	458	a	

* = ในเอทานอล (free ligand $\pi \rightarrow \pi^*$), a = ถูกบดบังโดย S $\rightarrow$ Cu charge transfer absorption

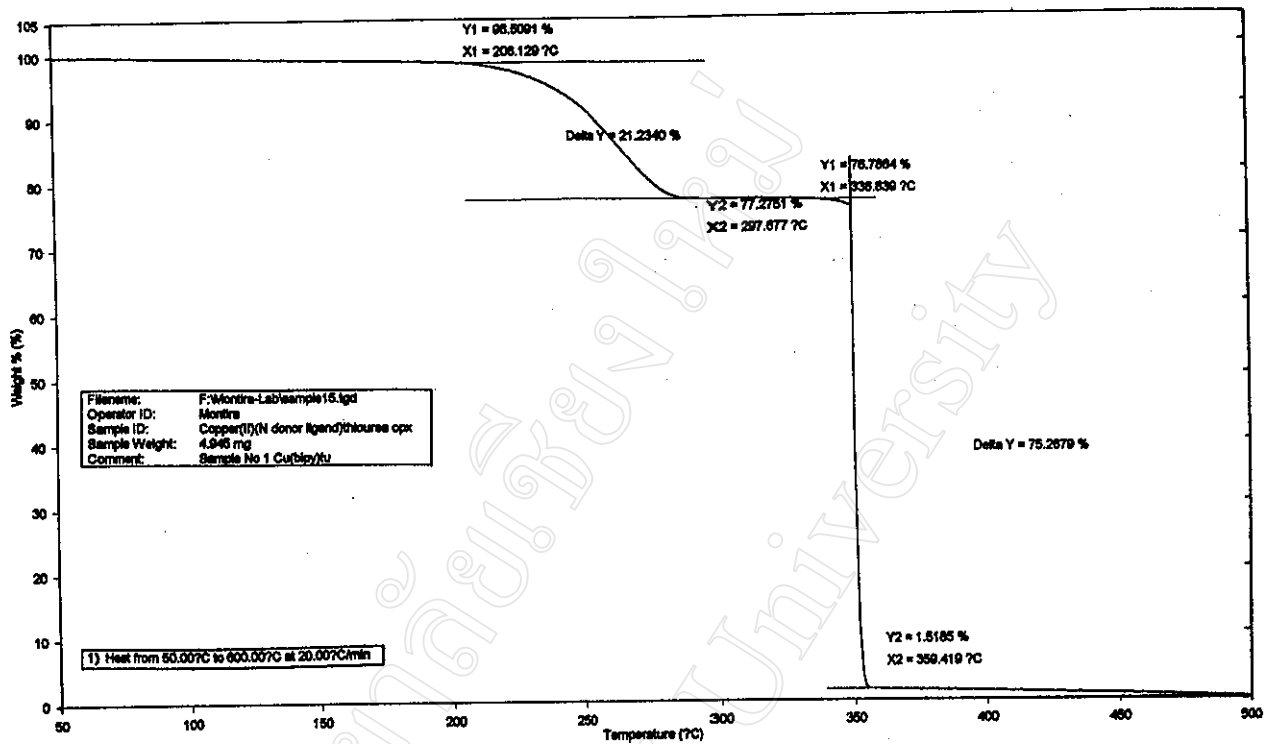
3.5 ผลการหาลักษณะเฉพาะของสารประกอบเชิงซ้อนด้วยเทอร์โมแกรวิเมตรี

Thermogravimetry Analysis (TGA) เป็นเทคนิคที่ศึกษาความเสถียรทางความร้อนของสาร โดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารเทียบกับอุณหภูมิขณะที่มีการให้ความร้อนในอัตราคงที่ภายใต้บรรยากาศแก๊สในโตรเจน เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดสออกซิเจนเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับสาร

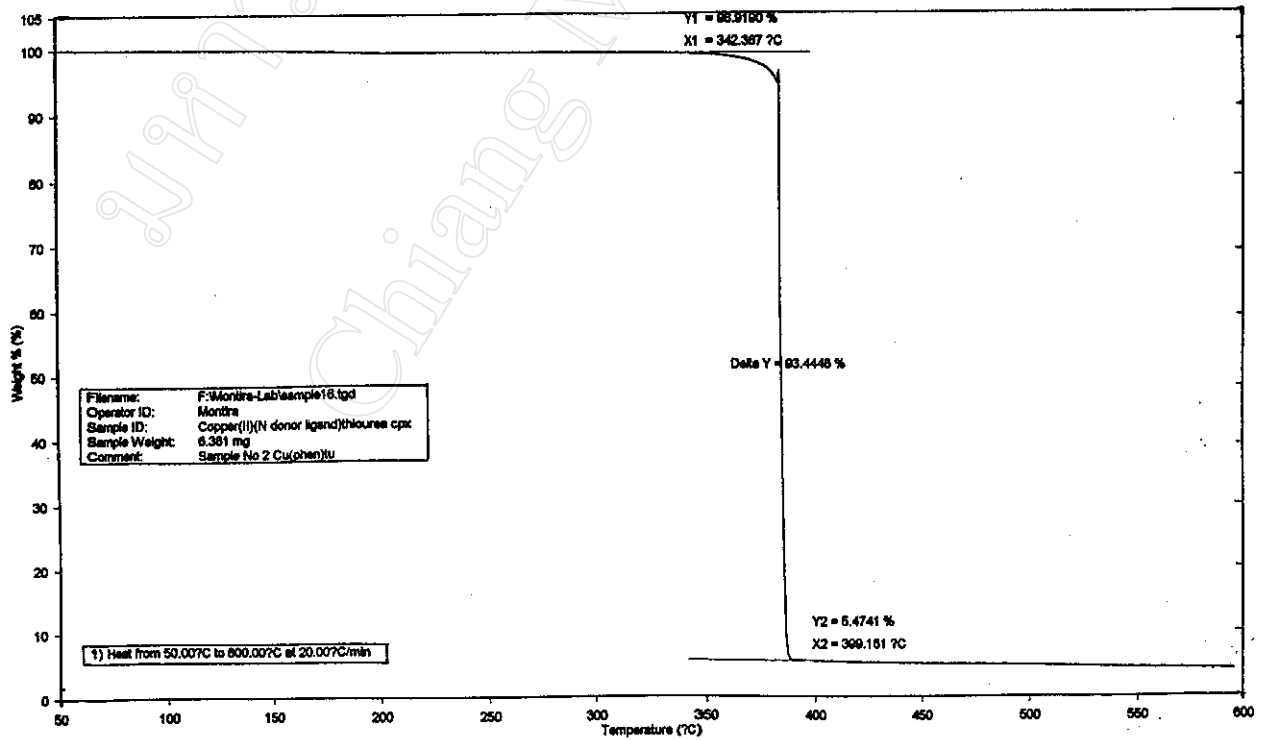
เครื่องมือที่ใช้คือ TGA 7 Thermogravimetric Analyzer ของ Perkin – Elmer ใช้สารประมาณ 2 - 10 มิลลิกรัม ช่วงอุณหภูมิที่ใช้วัด 50 – 600 °C และ scanning rate = 20.0 °C/min

ผลจากเทอร์โมแกรมสามารถบอกได้ว่า สารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้มีการระเหย (volatile) หรือสลายตัวเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเท่าใด และคาดว่าจะเป็สารอะไร สารประกอบเชิงซ้อนนั้นมีน้ำในรูปผลึกด้วยหรือไม่ และถ้ามีจะมีอยู่กี่โมล

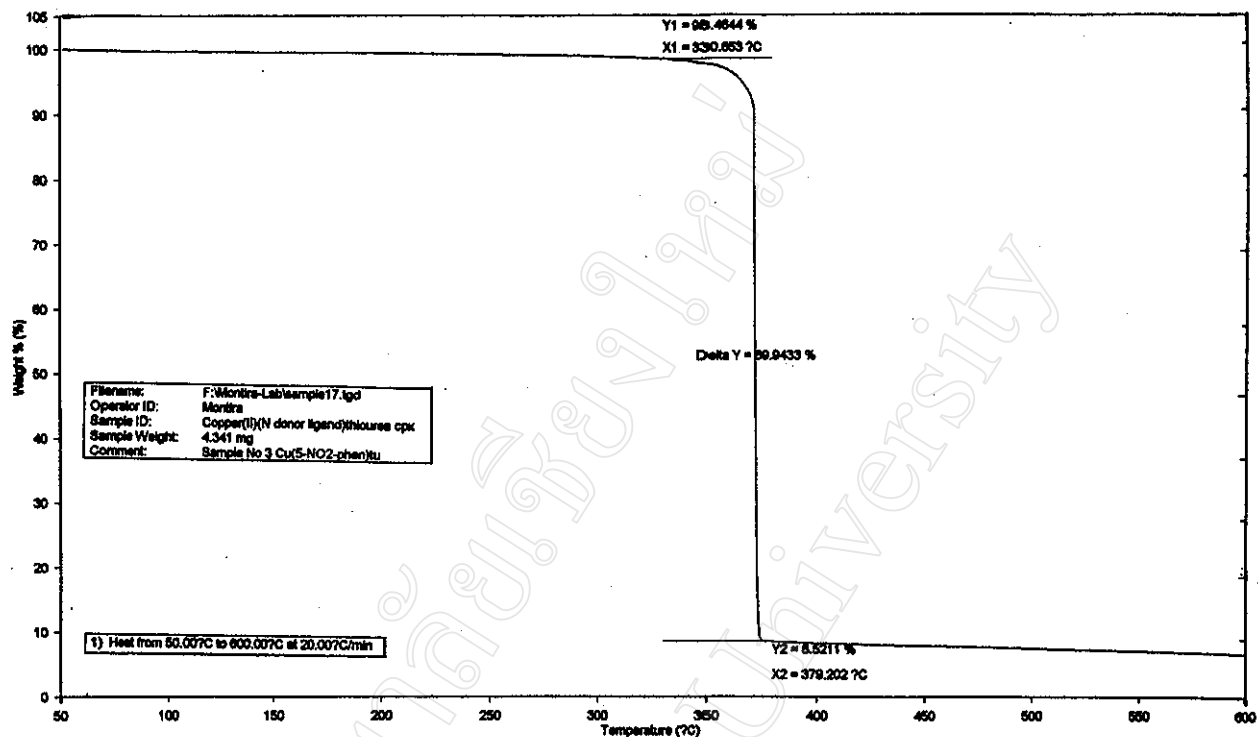
เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงดังรูป 3.43 – 3.56 และสรุปข้อมูลของการวิเคราะห์จากเทอร์โมแกรมแสดงในตาราง 3.6



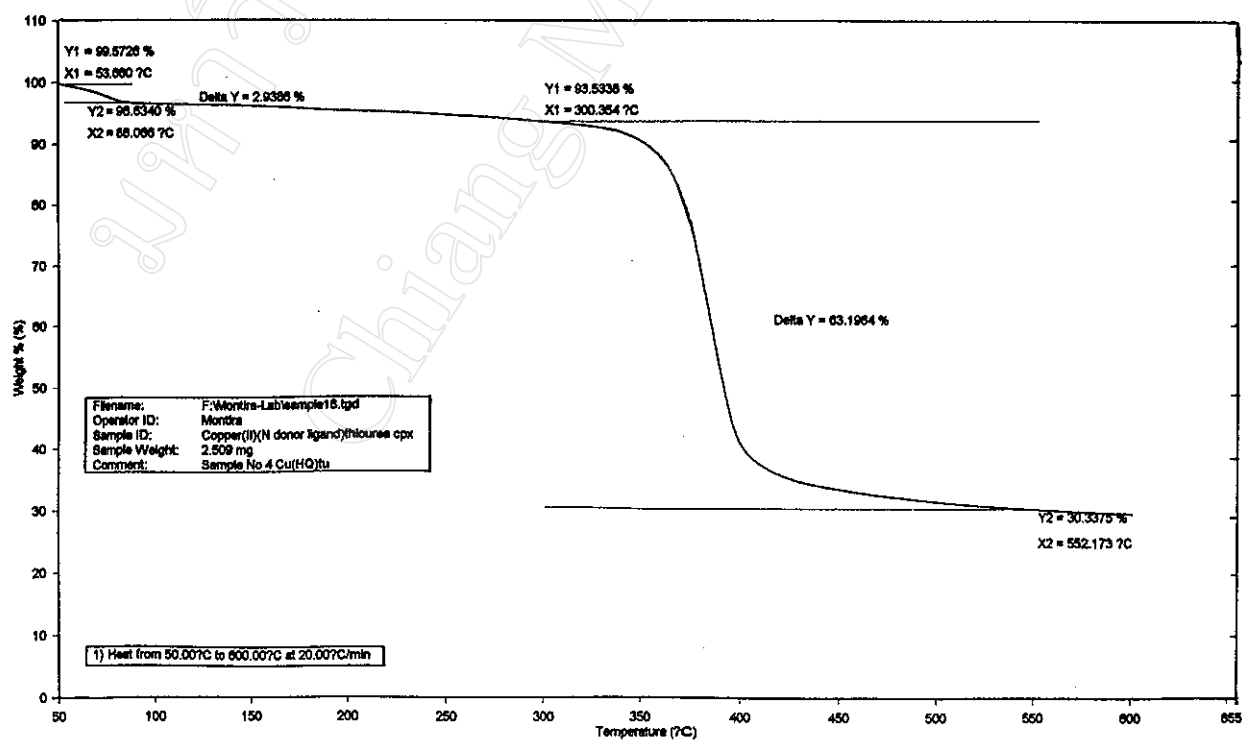
รูป 3.43 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$



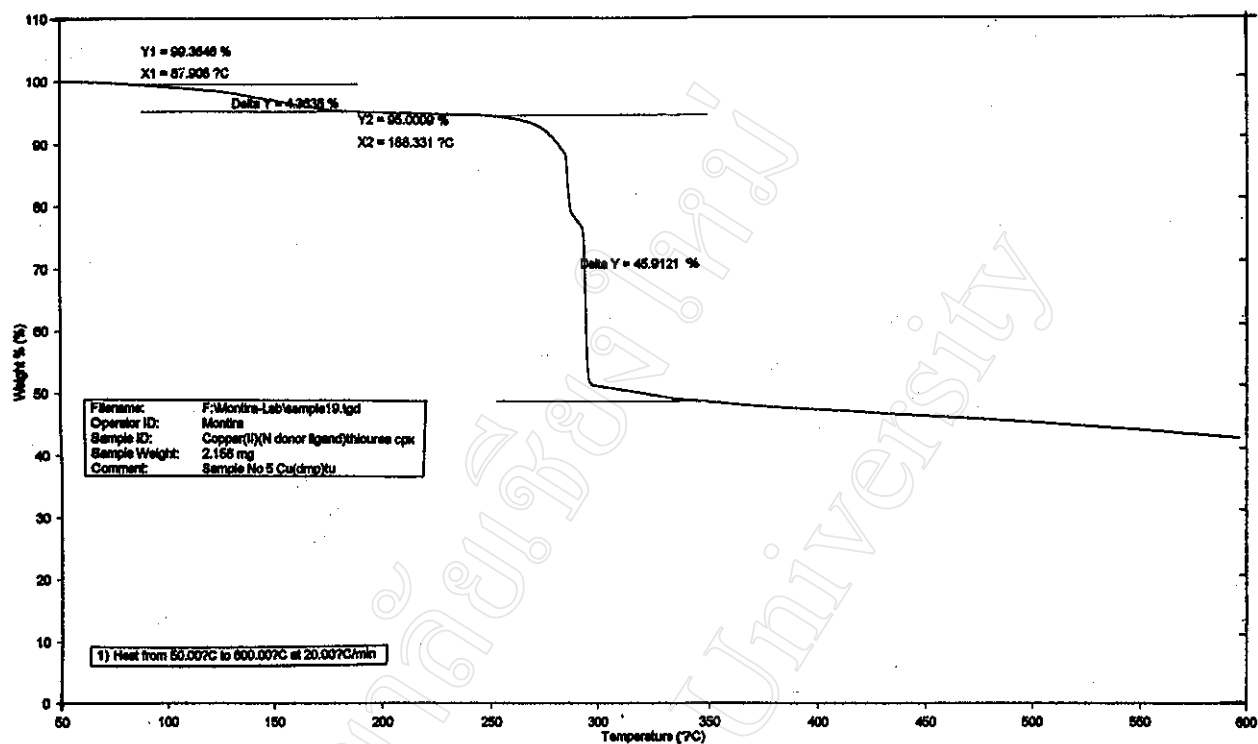
รูป 3.44 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$



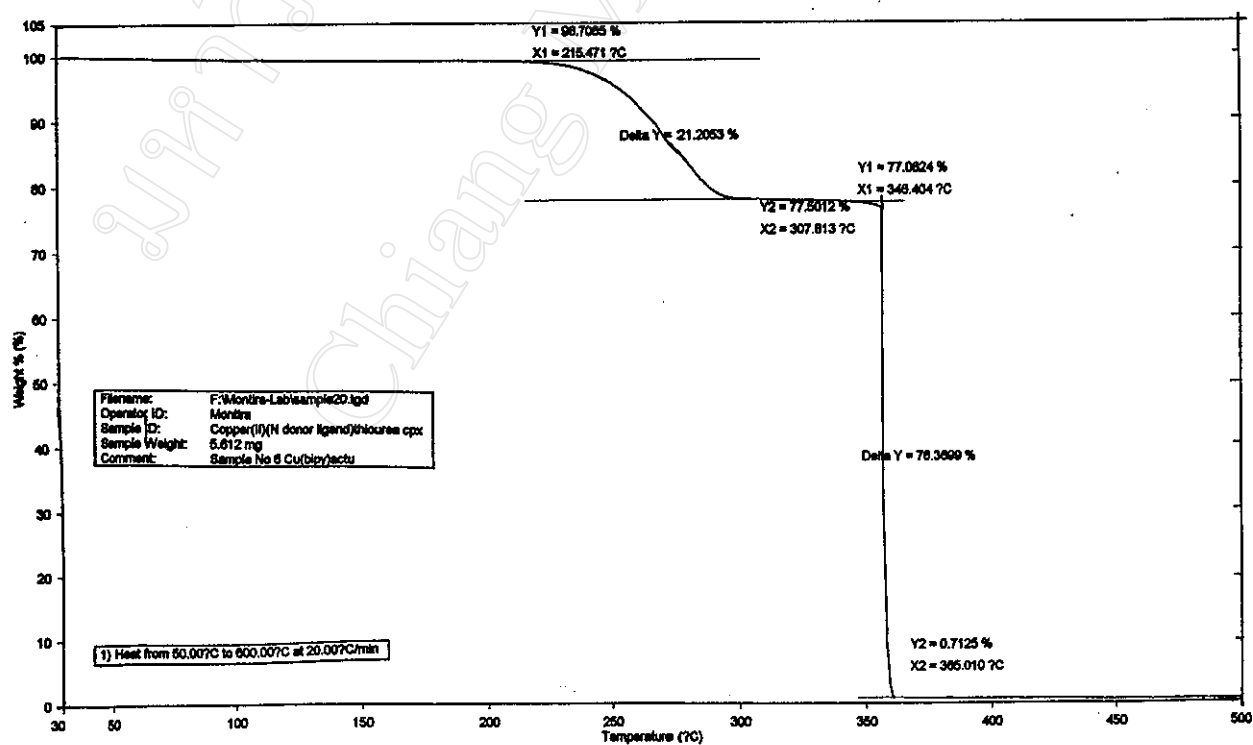
รูป 3.45 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(5\text{-NO}_2\text{-phen})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$



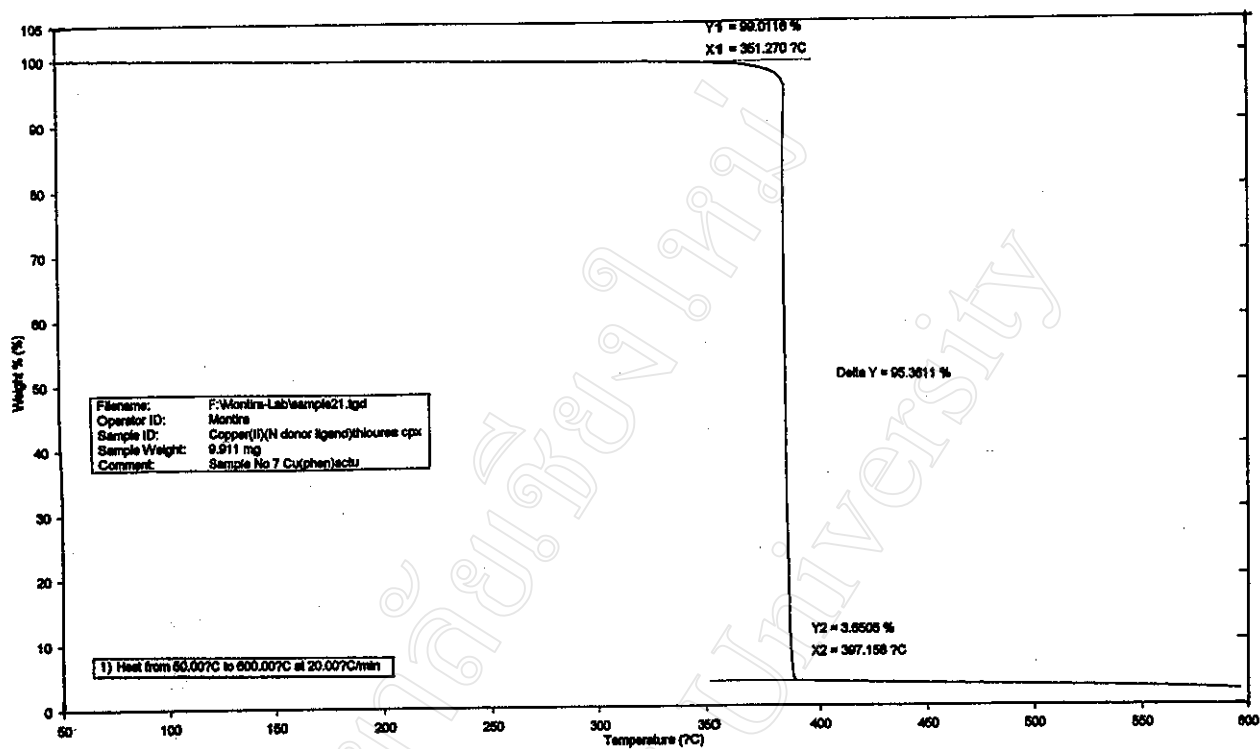
รูป 3.46 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{HQ})_2(\text{tu})]$



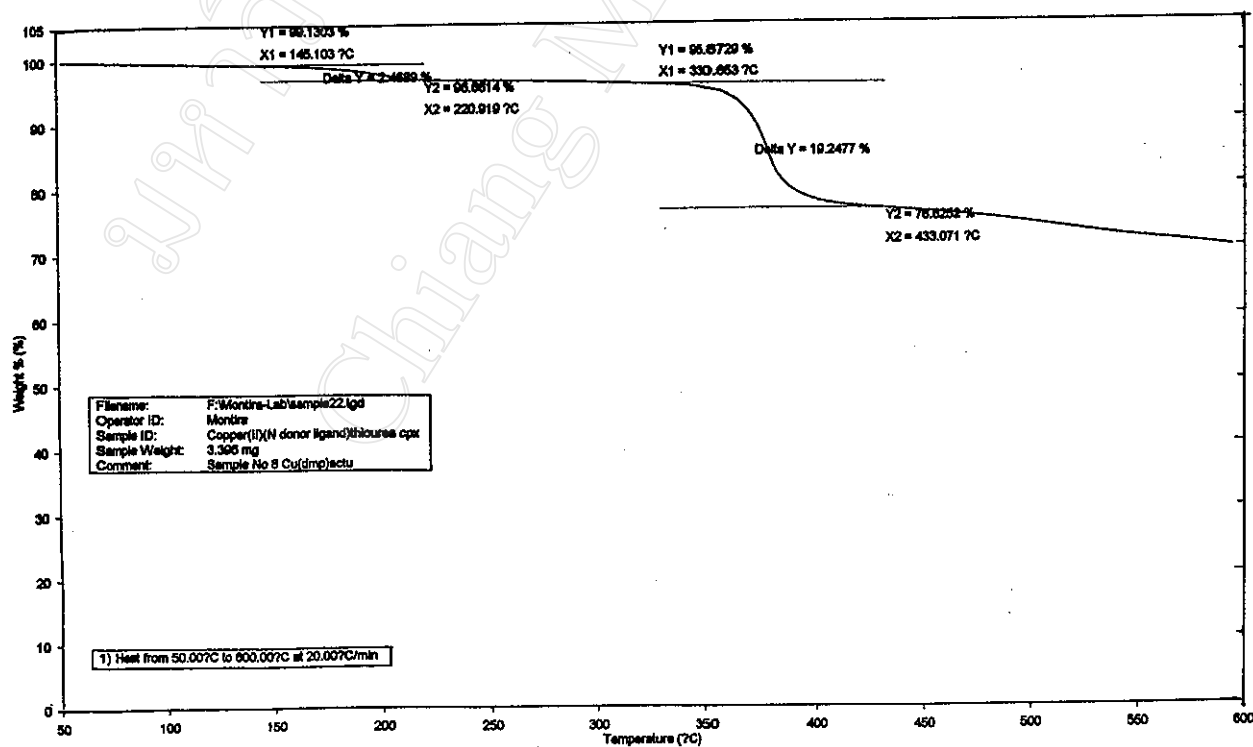
รูป 3.47 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}_2(\text{dmp})_2(\text{tu})_2](\text{ClO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$



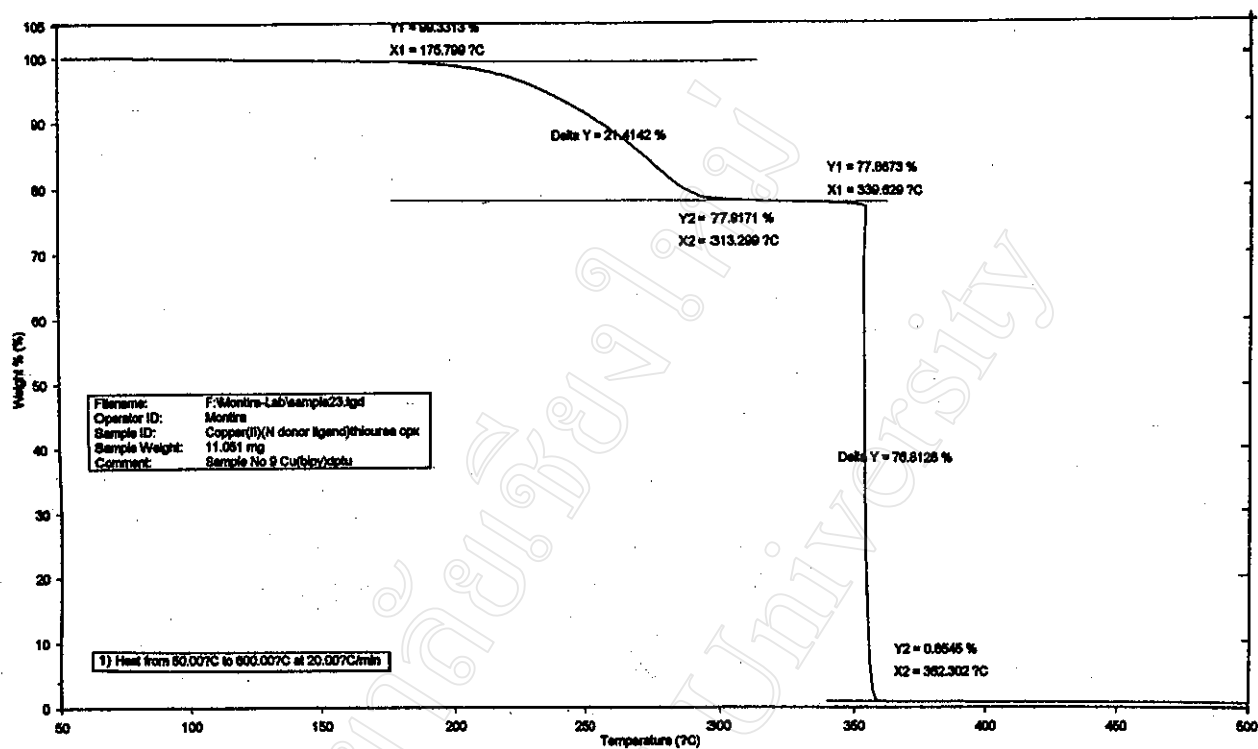
รูป 3.48 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$



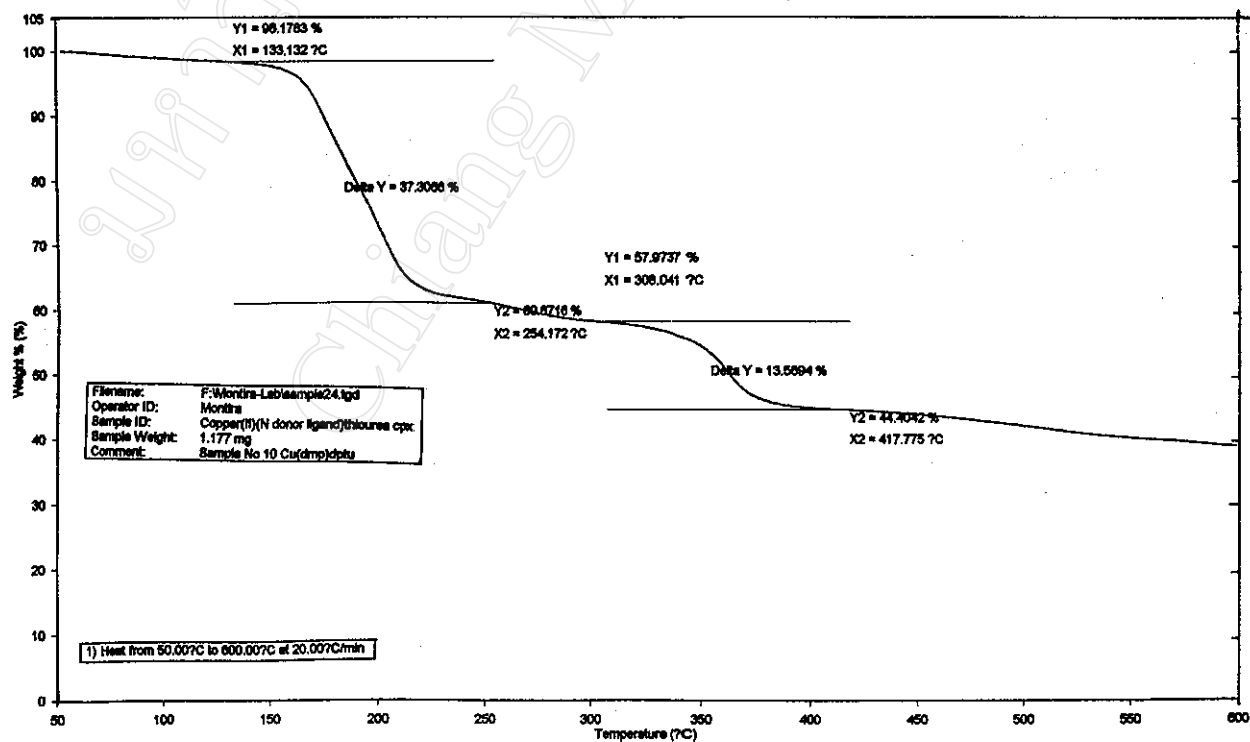
รูป 3.49 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$



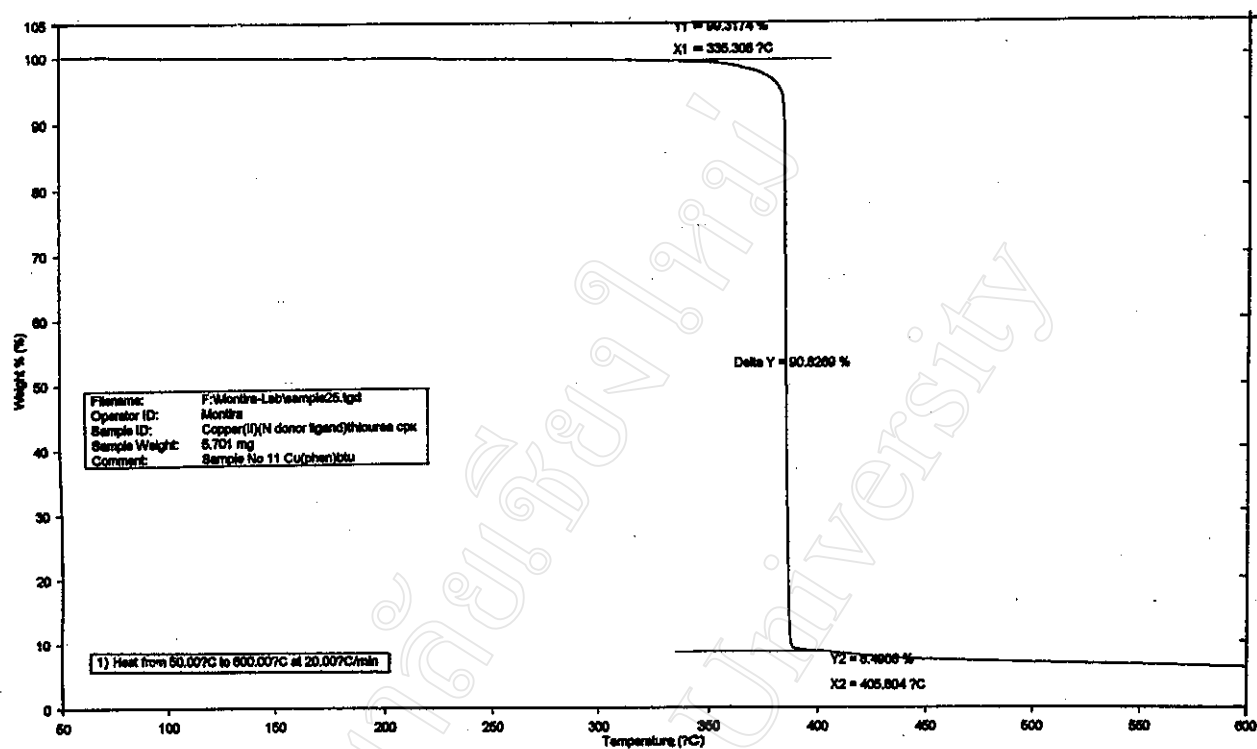
รูป 3.50 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$



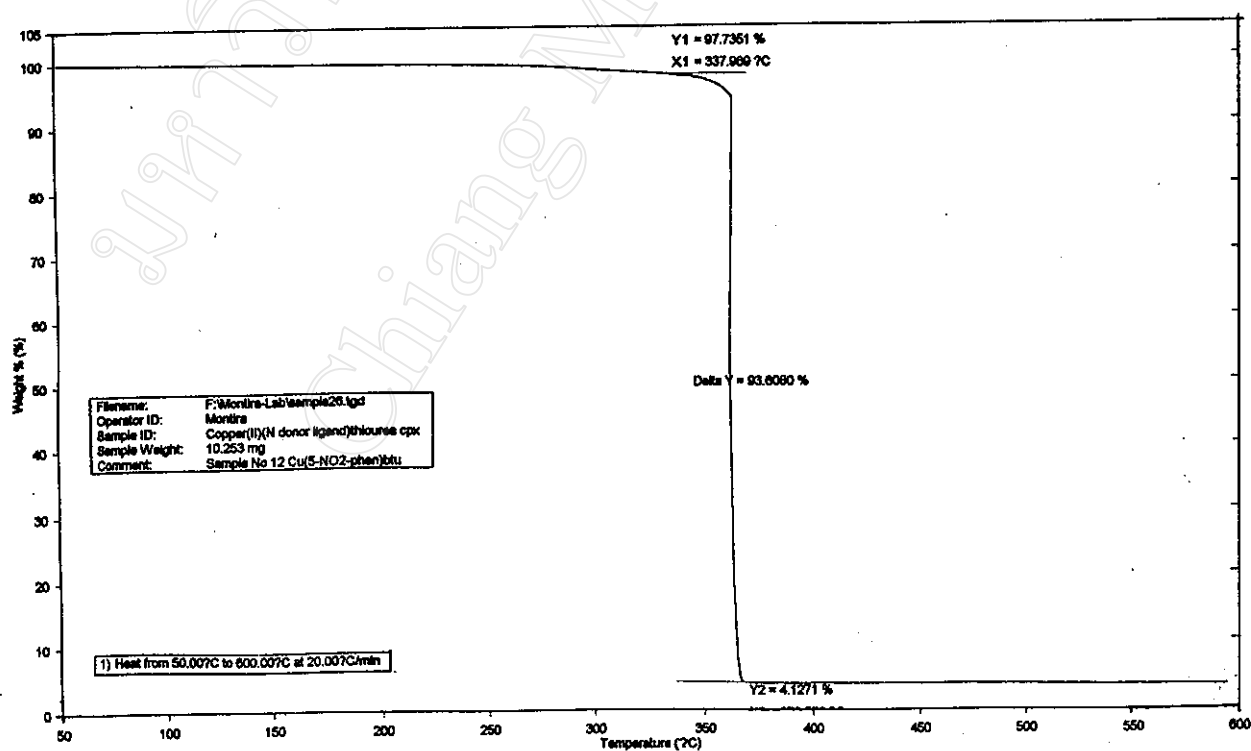
รูป 3.51 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{s-dptu})](\text{ClO}_4)_2$



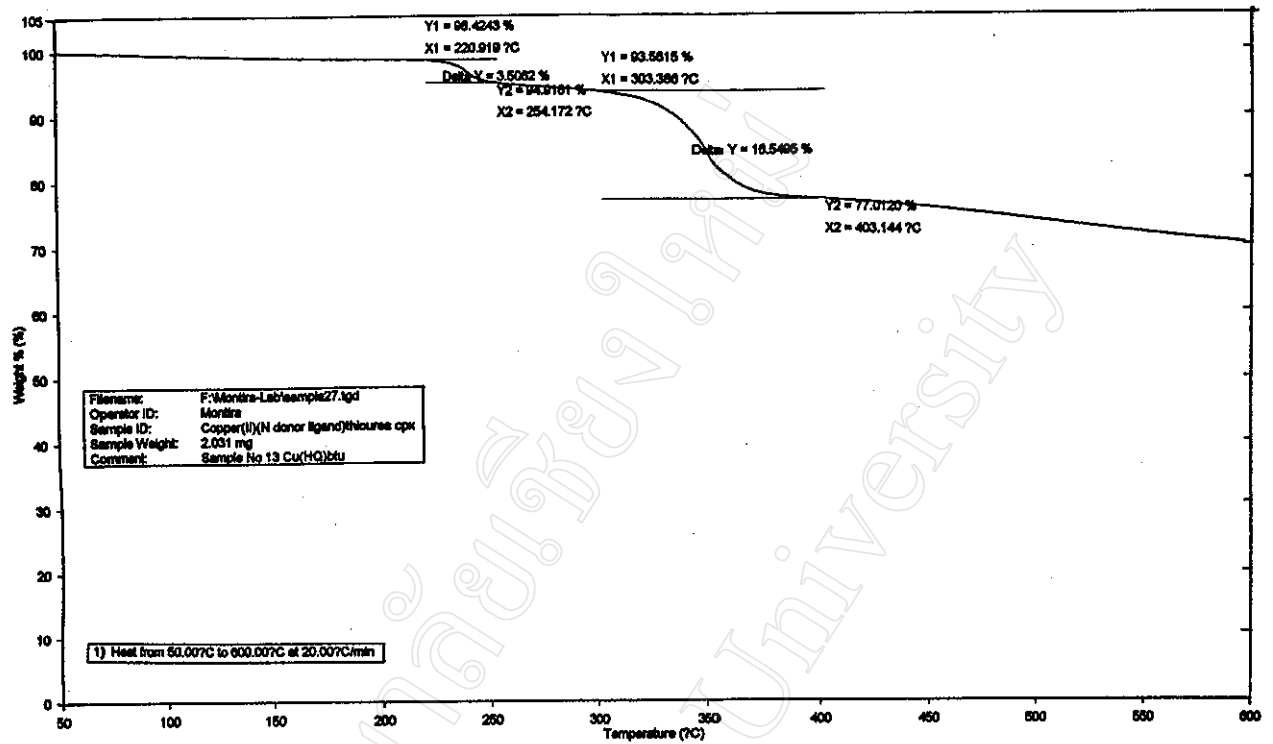
รูป 3.52 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{dmp})(\text{s-dptu})](\text{ClO}_4)$



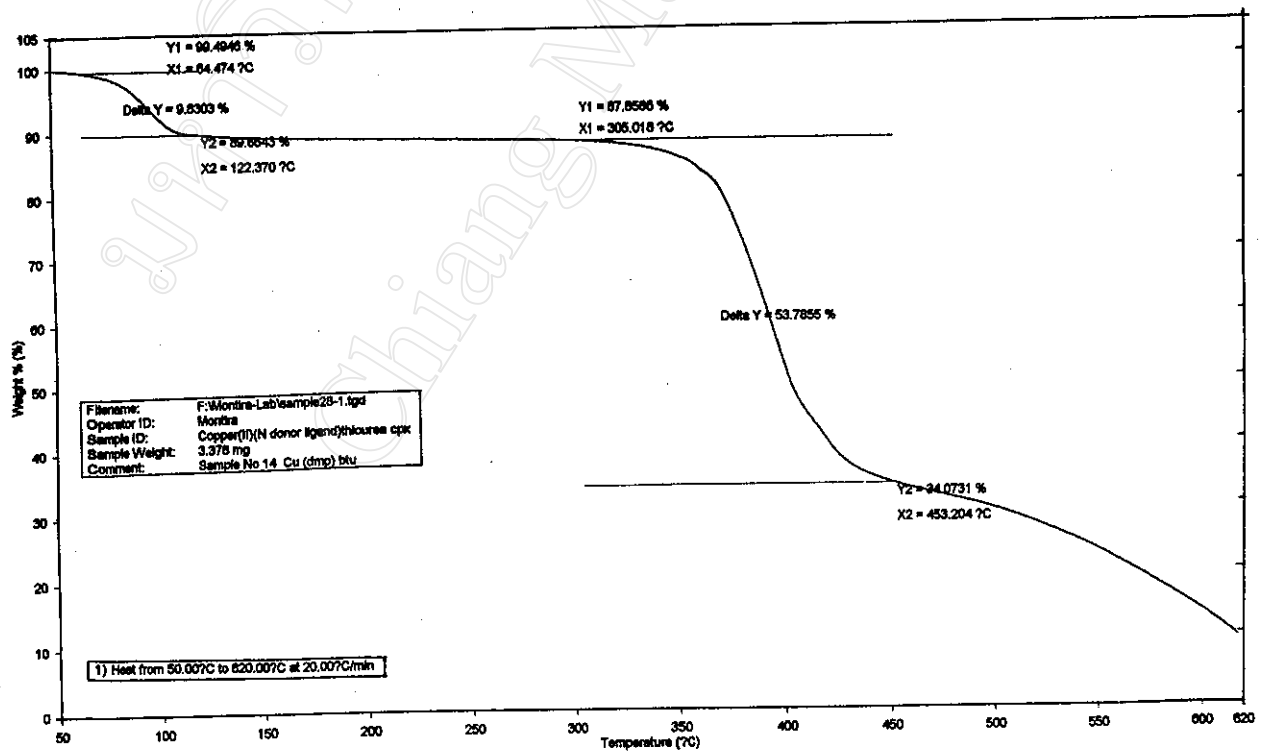
รูป 3.53 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$



รูป 3.54 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(5\text{-NO}_2\text{-phen})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$



รูป 3.55 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{HQ})_2(\text{btu})] (\text{ClO}_4)_2$



รูป 3.56 เทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{btu})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

ตาราง 3.6 สรุปข้อมูลจากเทอร์โมแกรมของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II)ไฮโอxyรีและอนุพันธ์ไฮโอxyรีกับไนโตรเจน โดเนอร์ ลิแกนด์

สารประกอบเชิงซ้อน	%น้ำหนักที่หายไป ทดลอง(คำนวณ)		อุณหภูมิที่สลายตัว (decompose) °C	
	H ₂ O	Ligand	H ₂ O	Ligand
[Cu(bipy) ₂ (tu)](ClO ₄) ₂	-	21.23(21.69) , 1L	-	206 – 297
[Cu(phen) ₂ (tu)](ClO ₄) ₂ [*]	-	-	-	-
[Cu(5-NO ₂ -phen) ₂ (tu)](ClO ₄) ₂ [*]	-	-	-	-
[Cu(HQ) ₂ (tu)]	-	63.19(64.80) , 2L	-	300 – 552
[Cu ₂ (dmp) ₂ (tu) ₂](ClO ₄) ₂ . 2H ₂ O	4.36(3.87)	45.91(46.55) , 2L	87 - 188	250 – 340
[Cu(bipy) ₂ (actu)](ClO ₄) ₂	-	21.20(17.05) , 1L	-	215 – 308
[Cu(phen) ₂ (actu)](ClO ₄) ₂ [*]	-	-	-	-
[Cu(dmp) ₂ (actu)](ClO ₄)	-	19.25(16.94) , 1L	-	330 – 433
[Cu(bipy) ₂ (s-dptu)](ClO ₄) ₂	-	21.41(23.95) , 1L	-	175 – 313
[Cu(dmp)(s-dptu)](ClO ₄)	-	37.31(38.08) , 1L	-	133 – 254
[Cu(phen) ₃ (btu)](ClO ₄) ₂ [*]	-	-	-	-
[Cu(5-NO ₂ -phen) ₃ (btu)](ClO ₄) ₂ [*]	-	-	-	-
[Cu(HQ) ₂ (btu)](ClO ₄) ₂	-	16.55(16.14) , 1L	-	303 – 403
[Cu(dmp) ₂ (btu)] . 4H ₂ O	9.83(9.77)	53.79(56.53) , 2L	85 - 125	305 – 453

* = melt with decompose

3.6 ผลการหาลักษณะเฉพาะของสารประกอบเชิงซ้อนด้วยการวัดการนำไฟฟ้าและสมบัติความเป็นแม่เหล็ก

การวัดการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อน เพื่อตรวจสอบว่าสารนั้นมีการแตกตัวเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ได้หรือไม่ จากค่า molal conductance ; Λ_m สามารถคำนวณหาสูตรอย่างง่ายของสารประกอบเชิงซ้อนได้ว่ามีอัตราส่วนแคทไอออนและแอนไอออนเท่าใด โดยเทียบกับค่า Λ_m ของสารละลาย KCl ซึ่งเป็น 1 : 1 electrolyte ในการทดลองจะใช้เครื่อง Conductivity Meter , Model CDM 3 ในตัวทำละลาย dimethylsulfoxide ผลการทดลองแสดงในตาราง 3.7

สำหรับการวัดสมบัติการเป็นแม่เหล็กของสารประกอบเชิงซ้อนจะใช้เครื่อง magnetic susceptibility balance , JMC (Johnson Matthey) โดยวัดค่าโมเมนต์แม่เหล็ก (magnetic moment) ของสารประกอบเชิงซ้อน ใช้ mercury tetrathiocyanatocobaltate(II) ; $[\text{Hg}(\text{Co}(\text{NCS})_4)]$ เป็นสารมาตรฐานในการ calibrate sample tube

การวัดค่าโมเมนต์แม่เหล็กของสารประกอบเชิงซ้อนนี้เพื่อตรวจสอบว่าสารนั้นมีสมบัติเป็น paramagnetic หรือไม่ ค่าโมเมนต์แม่เหล็กแสดงในตาราง 3.7 และตัวอย่างการคำนวณค่า μ_{eff} แสดงในภาคผนวก ง ซึ่งหักค่า (corrected) diamagnetic susceptibility ของลิแกนด์และโลหะแล้ว

ตาราง 3.7 ผลการวัดความเป็นแม่เหล็ก และการนำไฟฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อน ที่ 29°C

สารประกอบเชิงซ้อน	แมกเนติกโมเมนต์ (μ_{eff})			การนำไฟฟ้า; (Λ_m) [☆] ($\mu\text{s.cm}^2.\text{mol}^{-1}$)
	$\chi_M \times 10^4$	$X_M (\text{corr.}) \times 10^{-3}$	$\mu_{\text{eff}}(\text{B.M.})$	
$[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$	2.065	1.668	2.00	24
$[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$	1.408	1.405	1.83	21
$[\text{Cu}(5\text{-NO}_2\text{-phen})_2(\text{tu})](\text{ClO}_4)_2$	1.078	1.250	1.73	24
$[\text{Cu}(\text{HQ})_2(\text{tu})]$	3.390	1.649	1.98	b
$[\text{Cu}_2(\text{dmp})_2(\text{tu})_2](\text{ClO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	-1.028	-1.349	-1.81 ^a	23
$[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$	1.056	1.077	1.60	22
$[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$	1.498	1.555	1.93	27
$[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{actu})](\text{ClO}_4)_2$	-1.930	-1.088	-1.62 ^a	11
$[\text{Cu}(\text{bipy})_2(\text{s-dptu})](\text{ClO}_4)_2$	1.277	1.738	2.04	23
$[\text{Cu}(\text{dmp})(\text{s-dptu})](\text{ClO}_4)_2$	-1.042	-2.000	-2.20 ^a	13
$[\text{Cu}(\text{phen})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$	1.719	1.990	2.19	23
$[\text{Cu}(5\text{-NO}_2\text{-phen})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$	1.096	1.487	1.90	18
$[\text{Cu}(\text{HQ})_2(\text{btu})](\text{ClO}_4)_2$	2.675	1.635	2.26	30
$[\text{Cu}(\text{dmp})_2(\text{btu})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	2.171	2.372	2.14	b

☆ molar conductivity (Λ_m) ความเข้มข้น 0.001 mol . dm⁻³ ใน dimethylsulfoxide

Λ_m ของ KCl = 11.5 (electrolyte 1:1)

a = Diamagnetic , b = ไม่นำไฟฟ้า