

## สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อ	ง
Abstract	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญภาพ	ฐ
อักษรย่อและสัญลักษณ์	ฒ
1. บทนำ	1
1.1 ธาตุแทรนซิชัน ( Transition Elements )	1
1.2 โครงสร้างอิเล็กตรอนของธาตุ (Electronic configuration)	1
1.3 เลขออกซิเดชัน (Oxidation number)	2
1.4 รัศมีอะตอม (Atomic radius)	3
1.5 พลังงานไอออไนเซชัน (Ionization energy)	3
1.6 สมบัติทั่วไป (General properties)	4
1.7 Iron family	5
1.7.1 เหล็ก (Fe)	6
1.7.2 โคบอลต์ (Co)	6
1.7.3 นิกเกิล (Ni)	7
1.8 ทองแดง (Cu)	8
1.9 Zinc family	9
1.9.1 สังกะสี (Zn)	9
1.9.2 แคดเมียม (Cd)	10
1.9.3 ปรอท (Hg)	10
1.10 ตะกั่ว (Pb)	11

	หน้า
1.11 ความรู้ทั่วไปของสารประกอบเฮเทอโรไบเมทัลลิกและลิแกนด์ที่เตรียมขึ้นที่เกี่ยวกับงานวิจัย	13
1.12 การเตรียมลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิโธ โออิก แอซิดเตรียมโดยวิธี Grignard	15
1.13 การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิก	16
1.14 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	18
 2. การทดลอง	 19
2.1 สารเคมีที่ใช้เตรียมลิแกนด์และสารประกอบเชิงซ้อนมีดังนี้	19
2.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน	20
2.3 การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อน	21
2.3.1 การเตรียมลิแกนด์ ทอลิล - 4 - คาร์บิโธ โออิก แอซิดสามารถเตรียมโดยวิธี Grignard	21
2.3.2 การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนของ $M(tcta)_2$ $M(tcta)_3$	23
2.3.3 การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนของ $[(Bu_4N)_2][Cd(tcta)_4]$	23
2.3.4 การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิก	23
2.4 การศึกษาสมบัติกายภาพสารประกอบเชิงซ้อน	24
2.4.1 ลักษณะของสารประกอบเชิงซ้อน	24
2.4.2 ความสามารถในการละลาย (Solubilities)	24
2.4.3 การวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนโดยวิธียูวี – วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรี(UV - VIS )	24
2.4.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของสารประกอบเชิงซ้อนโดยเทคนิคฟูรีเออร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมตรี ( FT-IR )	24
2.4.5 สมบัติความเป็นแม่เหล็ก ( Magnetic properties )	25
2.4.6 การหาปริมาณของธาตุคาร์บอน, ไฮโดรเจน และซัลเฟอร์	25
2.4.7 การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กโคบอลต์ นิกเกิล ทองแดงสังกะสี แคลเซียม โปรท และตะกั่ว โดยใช้วิธี Atomic Absorption Spectrometry	25

	หน้า
2.4.8 การวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน โดยวิธีนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโทรโฟโตเมตรี	26
3. ผลการทดลอง	27
3.1 การเตรียมลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิโธ ไออิก แอซิด จากโบรโม ทอลูอิน โดยวิธี Grignard	27
3.1.1 สมบัติทางกายภาพของ 4 - โบรโม ทอลูอิน และลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิโธ ไออิก แอซิด	27
3.1.2 การวิเคราะห์ 4 - โบรโม ทอลูอิน และลิแกนด์ ทอลิล - 4 - คาร์บิโธ ไออิก แอซิดด้วยวิธีอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมตรี	28
3.1.3 การวิเคราะห์ 4 - โบรโม ทอลูอิน และลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิโธ ไออิก แอซิดด้วยวิธียูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรี	30
3.1.4 การวิเคราะห์ 4 - โบรโม ทอลูอินและลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิโธ ไออิก แอซิดด้วยวิธีนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรโฟโตเมตรี	32
3.1.5 การหาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบของ 4 - โบรโม ทอลูอิน และลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิโธ ไออิก แอซิด	34
3.2 สารประกอบเชิงซ้อนโลหะทรานซิชันบางตัวกับลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิโธ ไออิก แอซิด	35
3.2.1 สมบัติทางกายภาพ(จุดหลอมเหลว, สี และ % ผลได้) และความสามารถในการละลายของสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้	35
3.2.2 การวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้ด้วยวิธีอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมตรี	35
3.2.3 การวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนทรานซิชันบางตัวที่เตรียมได้ด้วยวิธียูวี – วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรีและการวัดความเป็นแม่เหล็กของสารที่เตรียม	42

	หน้า
3.2.4 การหาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารประกอบ เชิงซ้อนที่เตรียมได้	47
3.3 สารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิกของโลหะแทรนซิชัน แถวที่ 1 บางตัวกับลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	48
3.3.1 สมบัติทางกายภาพ(จุดหลอมเหลว, สี และ% ผลได้) และความสามารถในการละลายของสารประกอบเชิงซ้อน เฮเทอโรไบเมทัลลิกโลหะแทรนซิชันบางตัว	48
3.3.2 การวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิกโลหะ แทรนซิชันบางตัวที่เตรียมได้ด้วยวิธีอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมตรี	48
3.3.3 การวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิกที่เตรียม ได้ด้วยวิธียูวี – วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรีและการวัด ความเป็นแม่เหล็กของสารที่เตรียม	54
3.3.4 การหาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารประกอบเชิงซ้อน เฮเทอโรไบเมทัลลิกของโลหะแทรนซิชันบางตัวที่เตรียมได้	58
4. วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง	59
4.1 ลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	60
4.2 การวิเคราะห์ผลทางอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Infrared Spectroscopy) ของสารประกอบเชิงซ้อน $M(tcta)_2$ , $M(tcta)_3$ และ $M[Cd(tcta)_4]$	61
4.3 การวิเคราะห์ผลทางยูวี – วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตสโกปี (UV - Vis Spectroscopy)ของสารประกอบเชิงซ้อน $M(tcta)_2$ , $M(tcta)_3$ และ $M[Cd(tcta)_4]$	61
4.4 สารประกอบเชิงซ้อนมีสูตรโมเลกุลเป็น $M(tcta)_2$ , $M(tcta)_3$	62
4.4.1 สารประกอบเชิงซ้อนของ $Fe(tcta)_3$	62
4.4.2 สารประกอบเชิงซ้อนของ $Co(tcta)_3$	63
4.4.3 สารประกอบเชิงซ้อนของ $Ni(tcta)_2$	63
4.4.4 สารประกอบเชิงซ้อนของ $Cu(tcta)_2$	64
4.4.5 สารประกอบเชิงซ้อนของ $Zn(tcta)_2$	64
4.4.6 สารประกอบเชิงซ้อนของ $Cd(tcta)_2$	63

	หน้า
4.4.7 สารประกอบเชิงซ้อนของ $\text{Hg}(\text{tcta})_2$	65
4.4.8 สารประกอบเชิงซ้อนของ $\text{Pb}(\text{tcta})_2$	66
4.5 สารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิกมีสูตรโมเลกุลเป็น $\text{M}[\text{Cd}(\text{tcta})_4]$	67
4.5.1 สารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิก $\text{Ni}[\text{Cd}(\text{tcta})_4]$	68
4.5.2 สารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิก $\text{Cu}[\text{Cd}(\text{tcta})_4]$	68
4.5.3 สารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิก $\text{Zn}[\text{Cd}(\text{tcta})_4]$	69
4.6 สรุปผลการทดลอง	71
4.7 ข้อเสนอแนะ	72
เอกสารอ้างอิง	73
ภาคผนวก	75
ประวัติการศึกษา	81

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า	
1.1	ค่าออกซิเดชันของธาตุแทรนซิชันแถวที่ 1	2
1.2	รัศมีอะตอมของธาตุแทรนซิชัน ( $A^0$ )	3
1.3	พลังงานไอออไนเซชันของธาตุแทรนซิชัน (kJ/mol)	3
1.4	สมบัติบางประการของ Iron family	5
1.5	สมบัติบางประการของ Zinc family	9
3.1	สมบัติทางกายภาพของ 4 - โบรโม ทอลูอินและลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิกแอซิด	27
3.2	Infrared frequencies ( $\text{cm}^{-1}$ ) ของ 4 - โบรโม ทอลูอิน และ ลิแกนด์ ทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	28
3.3	ค่าความยาวคลื่นที่ดูดกลืนแสงสูงสุด ( $\lambda_{\text{max}}$ ) ของ 4 - โบรโม ทอลูอิน และลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	30
3.4	ค่า Chemical shifts (ppm) ของ 4 - โบรโม ทอลูอิน และลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	32
3.5	เปอร์เซ็นต์ของธาตุองค์ประกอบของ 4 - โบรโม ทอลูอินและ ลิแกนด์ทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	34
3.6	สมบัติทางกายภาพและความสามารถในการละลายสารประกอบ เชนซ์อนของโลหะแทรนซิชันบางตัวกับทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	36
3.7	Infrared frequencies ( $\text{cm}^{-1}$ ) ของสารประกอบเชนซ์อนของโลหะ แทรนซิชันบางตัวกับทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	37
3.8	ค่าความยาวคลื่นที่ดูดกลืนแสงสูงสุด ( $\lambda_{\text{max}}$ ) และความเป็นแม่เหล็กของ สารประกอบ เชนซ์อนของโลหะแทรนซิชันบางตัวกับทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	42
3.9	เปอร์เซ็นต์ของธาตุองค์ประกอบของสารประกอบเชนซ์อนของ โลหะแทรนซิชันบางตัวกับทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	47
3.10	สมบัติทางกายภาพและความสามารถในการละลายสารประกอบเชนซ์อน เฮเทอโรไบเมทัลลิกของโลหะแทรนซิชันแถวที่ 1 บางตัว	49

ตาราง	หน้า
3.11 Infrared frequencies ( $\text{cm}^{-1}$ ) สารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิก ของโลหะทรานซิชันแถวที่ 1 บางตัวที่เตรียม	50
3.12 ค่าความยาวคลื่นที่ดูดกลืนแสงสูงสุด( $\lambda_{\text{max}}$ )และความเป็นแม่เหล็กของ สารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิกของโลหะทรานซิชันแถวที่ 1 บางตัว	54
3.13 เปอร์เซ็นต์ของธาตุองค์ประกอบของสารประกอบเชิงซ้อน เฮเทอโรไบเมทัลลิกของโลหะทรานซิชันแถวที่ 1 บางตัว	58

## สารบัญภาพ

รูป	หน้า
1.1 ก. Tollyl - 4 - carbithioic acid	13
1.1 ข. para -hydroxy dithiobenzoate	13
1.2 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิก	14
1.3 โครงสร้างที่เทียบแบบราบของสารประกอบเชิงซ้อน $M(tcta)_2$	16
1.4 โครงสร้างทรงเหลี่ยมแปดหน้าของสารเชิงซ้อน $M(tcta)_3$	17
1.5 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนเฮเทอโรไบเมทัลลิก	17
2.1 ชุด Grignard method	22
3.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของ 4 - โบรโม ทอลูอิน	29
3.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของ ทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	29
3.3 อิเล็กโตรนิกสเปกตรัมของ 4 - โบรโม ทอลูอิน	31
3.4 อิเล็กโตรนิกสเปกตรัมของทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	31
3.5 สเปกตรัม $^1H - NMR$ 60 MHz ของ 4 - โบรโม ทอลูอิน	33
3.6 สเปกตรัม $^1H - NMR$ 60 MHz ของทอลิล - 4 - คาร์บิไซ โออิก แอซิด	33
3.7 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $Fe(tcta)_3$	38
3.8 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $Co(tcta)_3$	38
3.9 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $Ni(tcta)_3$	39
3.10 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $Cu(tcta)_3$	39
3.11 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $Zn(tcta)_3$	40
3.12 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $Cd(tcta)_3$	40
3.13 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $Hg(tcta)_3$	41
3.14 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $Pb(tcta)_3$	41
3.15 อิเล็กโตรนิกสเปกตรัมของ $Fe(tcta)_3$	43
3.16 อิเล็กโตรนิกสเปกตรัมของ $Co(tcta)_3$	43
3.17 อิเล็กโตรนิกสเปกตรัมของ $Ni(tcta)_3$	44

รูป	หน้า	
3.18	อิเล็กโตรนิกส์เปกตราของ $\text{Cu}(\text{tcta})_3$	44
3.19	อิเล็กโตรนิกส์เปกตราของ $\text{Zn}(\text{tcta})_3$	45
3.20	อิเล็กโตรนิกส์เปกตราของ $\text{Cd}(\text{tcta})_3$	45
3.21	อิเล็กโตรนิกส์เปกตราของ $\text{Hg}(\text{tcta})_3$	46
3.22	อิเล็กโตรนิกส์เปกตราของ $\text{Pb}(\text{tcta})_3$	46
3.23	อินฟราเรดสเปกตราของ tetra buthyl ammonium bromide	51
3.24	อินฟราเรดสเปกตราของ $[(\text{Bu}_4\text{N})_2][\text{Cd}(\text{tcta})_4]$	51
3.25	อินฟราเรดสเปกตราของ $\text{Ni}[\text{Cd}(\text{tcta})_4]$	52
3.26	อินฟราเรดสเปกตราของ $\text{Cu}[\text{Cd}(\text{tcta})_4]$	52
3.27	อินฟราเรดสเปกตราของ $\text{Zn}[\text{Cd}(\text{tcta})_4]$	53
3.28	อิเล็กโตรนิกส์เปกตราของ Tetra buthyl ammonium bromide	55
3.29	อิเล็กโตรนิกส์เปกตราของ $[(\text{Bu}_4\text{N})_2][\text{Cd}(\text{tcta})_4]$	55
3.30	อิเล็กโตรนิกส์เปกตราของ $\text{Ni}[\text{Cd}(\text{tcta})_4]$	56
3.31	อิเล็กโตรนิกส์เปกตราของ $\text{Cu}[\text{Cd}(\text{tcta})_4]$	56
3.32	อิเล็กโตรนิกส์เปกตราของ $\text{Zn}[\text{Cd}(\text{tcta})_4]$	57
4.1	สารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยครั้งนี้	59
4.2	โครงสร้างของสารเชิงซ้อนที่สูตรโมเลกุลแบบ $\text{M}(\text{tcta})_3$	67
4.3	โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนที่สูตรโมเลกุลแบบ $\text{M}(\text{tcta})_2$	67
4.4	โครงสร้างของสารเชิงซ้อนประเภทเฮเทอโรไบเมทัลลิก	70

## อักษรย่อและสัญลักษณ์

AAS	atomic absorption spectroscopy
A.R	analytical reagent
B.M	bohr magnetron
cm <sup>-1</sup>	wave number
°C	degree celcius
g	gram
IR	infrared spectroscopy
L.R	laboratory reagent
ml	millilitre
mg	milligram
mol	mole
MW	molecular weight
nm	nanometre
NMR	nuclear magnetic resonance
ppm	part per million
UV – VIS	ultraviolet and visible spectroscopy
V	volts
w/w	weight by weight
Å	angstrom unit 10 <sup>-10</sup> m
λ <sub>max</sub>	maximum wavelength
μg	microgram