สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I)กับไตรฟีนิลฟอสฟีนและไดเมทิลไธโอยูเรีย

Copper(I) Complexes Containing Triphenylphosphine and *N,N'*-Dimethylthiourea

ลาตีป๊ะ ลาโอะ

Latipah La-o

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีศึกษา

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of

Master of Science in Chemical Studies

Prince of Songkla University

2552

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชื่อวิทยานิพนธ์ สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I)กับไตรฟีนิลฟอสฟีนและไดเมทิลไธโอยูเรีย

ผู้เขียน นางสาวลาตีป๊ะ ลาโอะ

สาขาวิชา เคมีศึกษา

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

.....

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เชวง ภควัตชัย)

คณะกรรมการสอบ

…….....…..……..ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรวรรณ ศิริโชติ)

…….....…….....กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เชวง ภควัตชัย)

…….....…..…….....กรรมการ
(ดร.วีณา เอมเอก ทัพไชย)

…….....…….....กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.หิริหัทยา เพชรมั่ง)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีศึกษา

…….....…….....
(รองศาสตราจารย์ ดร.เกริกชัย ทองหนู)
คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ชื่อวิทยานิพนธ์	สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I)กับไตรฟีนิลฟอสฟีนและไดเมทิลไธโอยูเรีย
ผู้เขียน	นางสาวลาตีป๊ะ ลาโอะ
สาขาวิชา	เคมีศึกษา
ปีการศึกษา	2551

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I)เฮไลด์ (CuX; X= Cl, Br, I) กับลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีน(PPh_3) และลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรีย(dmtu) ได้สารประกอบเชิงซ้อน 3 ชนิดได้แก่ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5C_3CN$(1), $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$(2) และ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$(3) ทำการศึกษาลักษณะทางเคมีของสารประกอบเชิงซ้อนทุกตัวโดยเทคนิคการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบ เทคนิคเอกซเรย์ฟูออเรสเซนซ์สเปกโทรเมตรี เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี และเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี ศึกษาโครงสร้างผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนทั้งหมดโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว สารประกอบเชิงซ้อน(1) ตกผลึกอยู่ในระบบมอโนคลินิก หมู่ปริภูมิ $P2_1/n$ มีจำนวนโมเลกุลในหน่วยเซลล์เท่ากับ 8 มีเซลล์พารามิเตอร์ ดังนี้ a = 13.7503(4) , b = 30.0495(9) , c = 18.4227(5) Å, β = 90.8740(10)° สารประกอบเชิงซ้อน(2) ตกผลึกอยู่ในระบบโมโนคลินิก หมู่ปริภูมิ $P2_1/c$ มีจำนวนโมเลกุลในหน่วยเซลล์เท่ากับ 4 มีเซลล์พารามิเตอร์ดังนี้ a = 9.7886(3) , b = 17.6205(6) , c = 21.6517(7) Å, β = 100.6460(10)° สำหรับสารประกอบ(3) ตกผลึกอยู่ในระบบโมโนคลินิก หมู่ปริภูมิ $P2_1/n$ มีจำนวนโมเลกุลในหน่วยเซลล์เท่ากับ 4 มีเซลล์พารามิเตอร์ดังนี้ a = 10.8474(5) , b = 17.3669(7) , c = 19.9418(9) Å, β = 100.038(1)° ซึ่งแต่ละโครงสร้างเป็นแบบทรงสี่หน้าที่บิดเบี้ยว โดยมีคอปเปอร์(I) เป็นอะตอมกลางที่สร้างพันธะกับฟอสฟอรัสสองอะตอมจากลิแกนด์ PPh_3 สองโมเลกุล ซัลเฟอร์หนึ่งอะตอมจากลิแกนด์ dmtu และอะตอมเฮไลด์หนึ่งอะตอม

Thesis Title	Copper(I) Complexes Containing Triphenylphosphine and *N,N'*-Dimethylthiourea
Author	Miss Latipah La-o
Major Program	Chemical Studies
Academic Year	2008

ABSTRACT

The systematic complexes of copper(I) halides (CuX; X= Cl, Br, I) containing triphenylphosphine (PPh_3) and *N,N'*-dimethylthiourea (dmtu) ligands have been synthesized and characterized by elemental analysis, X-ray fluorescence spectrometry, Fourier transform infrared spectroscopy and Fourier transform nuclear magnetic resonance spectroscopy. The crystal structures of $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$(1), $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$(2) and $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$(3) have been established by single-crystal X-ray diffraction. The complex(1) crystallizes in monoclinic system, space group $P2_1/n$, $Z = 8$ with cell parameters a =13.7503(4), b = 30.0495(9), c = 18.4227(5) Å, β = 90.8740(10)^o. The complex(2) crystallizes in monoclinic system, space group $P2_1/c$, Z = 4 with cell parameters a = 9.7886(3), b = 17.6205(6), c = 21.6517(7) Å, β =100.6460(10)^o and the complex(3) crystallizes in monoclinic system, space group $P2_1/n$, Z = 4 with cell parameters a = 10.8474(5), b = 17.3669(7), c = 19.9418(9) Å, β = 100.038(1)^o. Each of these structures features a distorted tetrahedral copper(I) center coordinated to two phosphorus atoms from two triphenylphosphine molecules, one sulfur atom of *N,N'*-dimethylthiourea molecule and one halogen atom.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ ด้วยความกรุณาจาก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. เชวง ภควัตชัย อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ได้ชี้แนะแนวทางในการศึกษาค้นคว้า ตรวจแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ จนลุล่วงไปได้ด้วยดี และให้คำปรึกษาที่เป็นประโยชน์ที่ดีเสมอมา

ผู้เขียนขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อรวรรณ ศิริโชติ ดร.วีณา เอมเอก ทัพไชย และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.หิริหัทยา เพชรมั่ง ที่กรุณารับเป็นกรรมการสอบและตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์ ให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ผู้เขียนขอขอบคุณ ดร.เสาวนิต ทรายทอง ผู้ซึ่งให้คำปรึกษาที่เป็นประโยชน์ในการศึกษาค้นคว้าและให้ความช่วยเหลือในการหาโครงสร้างของสารประกอบโดยใช้โปรแกรม SHELXTL NT version 6.12 และ ผู้เขียนขอขอบคุณ คุณฤทัยรัตน์ นิ่มทอง ที่ได้ชี้แนะแนวทางในการทำวิจัยตลอดมา

ผู้เขียนขอขอบคุณ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ที่มอบทุนผู้ช่วยนักวิจัย คณะวิทยาศาสตร์ (RA) และขอขอบคุณบัณฑิตวิทยาลัยที่ได้ให้ทุนอุดหนุนการวิจัย

ผู้เขียนขอขอบคุณ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ที่เอื้อเฟื้อสถานที่ในการทำวิจัยและให้โอกาสใช้เครื่องมือในการทำวิจัย ตลอดจนบุคลากรภาควิชาเคมีทุกท่านที่ได้ช่วยอำนวยความสะดวกในเรื่องการประสานงานต่าง ๆ

ผู้เขียนขอขอบคุณทุกๆ คนในครอบครัว เพื่อน ๆ ที่ให้กำลังใจและให้คำปรึกษาที่ดีตลอดระยะเวลาที่ทำการวิจัย

ลาตีป๊ะ ลาโอะ

สารบัญ

	หน้า
สารบัญ	(6)
รายการตาราง	(8)
รายการรูป	(9)
สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ	(12)
1. บทนำ	1
1.1 บทนำต้นเรื่อง	2
1.2 การตรวจเอกสาร	4
1.3 วัตถุประสงค์	13
2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการทดลอง	14
2.1 สารเคมี	14
2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	14
2.3 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน	15
2.4 การศึกษาสมบัติทางกายภาพและการละลายของสารประกอบเชิงซ้อน	16
2.5 การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน	16
2.6 การวิเคราะห์หาชนิดของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อนโดยใช้เทคนิค XRF	16
2.7 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของแถบการดูดกลืน FT-IR	16
2.8 การศึกษา ^{1}H NMRและ ^{13}C NMR	16
2.9 การศึกษาโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว	17
3. ผลการทดลอง	25
3.1 การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติทางกายภาพของสารประกอบเชิงซ้อน	25
3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน	26
3.3 การวิเคราะห์หาชนิดของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อนโดยใช้เทคนิค XRF	27
3.4 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของแถบการดูดกลืน FT-IR	35
3.5 การศึกษา ^{1}H NMR และ^{13}C NMR	40
3.6 การศึกษาโครงสร้างสารประกอบเชิงซ้อนโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว	50

สารบัญ (ต่ อ)

	หน้า
4. วิจารณ์ผลการทดลอง	71
4.1 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน	71
4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน	71
4.3 การวิเคราะห์หาชนิดของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อนโดยใช้เทคนิค XRF	71
4.4 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของแถบการดูดกลืน FT-IR	72
4.5 การศึกษา ^{1}H NMR และ ^{13}C NMR	75
4.6 การศึกษาโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว	77
5. สรุปผลการทดลอง	81
บรรณนานุกรม	83
ภาคผนวก ข้อมูลผลึก	87
ประวัติผู้เขียน	170

รายการตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 สมบัติทางกายภาพและเคมีของคอปเปอร์	2
3.1 สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อน	25
3.2 สมบัติทางกายภาพของลิแกนด์ และสารประกอบเชิงซ้อน	25
3.3 แสดงความสามารถในการละลายของสารประกอบเชิงซ้อน ในตัวทำละลายต่าง ๆ ที่อุณหภูมิห้อง	26
3.4 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน	26
3.5 ข้อมูลผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$	50
3.6 ความยาวพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$	51
3.7 มุมพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$	52
3.8 พันธะไฮโดรเจนในโมเลกุล$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$	58
3.9 ข้อมูลผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	59
3.10 ความยาวพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	60
3.11 มุมพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	60
3.12 พันธะไฮโดรเจนในโมเลกุล$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	64
3.13 ข้อมูลผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$	65
3.14 ความยาวพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$	66
3.15 มุมพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$	66
3.16 พันธะไฮโดรเจนในโมเลกุล$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$	70
4.1 แสดงข้อมูลแถบการดูดกลืนที่สำคัญในลิแกนด์ dmtu และสารประกอบเชิงซ้อน	74
4.2 แสดงค่า chemical shift ของ –(NH)	76
4.3 แสดงค่า chemical shift ของ C=S	77
4.4 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนในสารประกอบเชิงซ้อน	78
4.5 แสดงความยาวพันธะและมุมพันธะรอบอะตอมของคอปเปอร์	80

รายการรู ป

รูปที่	หน้า
1.1 แสดงโครงสร้างของ *N,N'*-dimethylthiourea(dmtu)	3
1.2 แสดงโครงสร้างของไตรฟีนิลฟอสฟีน(PPh_3)	3
1.3 แสดงโครงสร้างผลึกของ [$Cu(PPH_3)_2$(pymth)Br]	4
1.4 แสดงโครงสร้างผลึกของ [$Cu(PPh_3)_2$(meimtH)Br]	5
1.5 แสดงโครงสร้างผลึกของ [$Cu(PPh_3)_2$($bzimtH_2$)Cl]	5
1.6 แสดงโครงสร้างผลึกของ [$Cu(PPh_3)_2$(pymtH)I]	6
1.7 แสดงโครงสร้างผลึกของ (Ph_3P)Cu($SPPh_2)_2N$	7
1.8 แสดงโครงสร้างผลึกของ $Cu_2(CH_2)_4(CO_2)_2(Ph_3P)_4$	7
1.9 แสดงโครงสร้างผลึกของ [Cu(bztzdtH)(PPh_3)Br]$_2$	8
1.10 แสดงโครงสร้างผลึกของ [$Cu(PPh_3)_2$(tzdtH)Cl]	8
1.11 แสดงโครงสร้างผลึกของ [$Cu(PPh_3)_2$(bztzdtH)Cl]	9
1.12 แสดงโครงสร้างผลึกของ [$Cu_2(CN)_2(PPh_3)_4$(hppH)]	10
1.13 แสดงโครงสร้างผลึกของ [CuBr(η^2-S- μ -C_5H_5NS)(*p*-Tol_3P)]$_2$	10
1.14 แสดงโครงสร้างผลึกของ [CuBr(dppet)(mftztH)]	11
1.15 แสดงโครงสร้างผลึกของ [Cu(oxine)(PPh_3)$_2$](BF_4)	12
1.16 แสดงโครงสร้างผลึกของ [$Cu_2Cl_2(\mu_2$-S-Httsc)$_2$(PPh_3)$_2$]. 2CH_3CN	12
1.17 แสดงโครงสร้างผลึกของ [Cu(ptu)(PPh_3)$_2$I]	13
2.1 แผนผังขั้นตอนในการศึกษาโครงสร้างผลึก	18
2.2 แสดงการเม้าท์ผลึก	19
2.3 แสดงการติดตั้งผลึกบนหัวโกนิโอมิเตอร์	20
2.4 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ รุ่น SMART APEX	22
2.5 แกนหมุนทั้ง 4 ของเครื่องดิฟแฟรกโทมิเตอร์	23
2.6 แผนผังการหาโครงสร้างโดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ระบบ SHELXTL NT version 6.12	24
3.1 XRF สเปกตรัมของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน [$CuCl(PPh_3)_2$(dmtu)]・0.5CH_3CN	27

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.2 XRF สเปกตรัมของซัลเฟอร์, ฟอสฟอรัสและ คลอรีนในสารประกอบเชิงซ้อน $[CuCl(PPh_3)_2(dmtu)]\cdot 0.5CH_3CN$	28
3.3 XRF สเปกตรัมของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน $[CuBr(PPh_3)_2(dmtu)]$	29
3.4 XRF สเปกตรัมของโบรมีนในสารประกอบเชิงซ้อน $[CuBr(PPh_3)_2(dmtu)]$	30
3.5 XRF สเปกตรัมของซัลเฟอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน $[CuBr(PPh_3)_2(dmtu)]$	31
3.6 XRF สเปกตรัมของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน $[CuI(PPh_3)_2(dmtu)]$	32
3.7 XRF สเปกตรัมของไอโอดีนในสารประกอบเชิงซ้อน $[CuI(PPh_3)_2(dmtu)]$	33
3.8 XRF สเปกตรัมของฟอสฟอรัสและในสารประกอบเชิงซ้อน $[CuI(PPh_3)_2(dmtu)]$	34
3.9 FT-IR สเปกตรัมของลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีน	35
3.10 FT-IR สเปกตรัมของลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรีย	36
3.11 FT-IR สเปกตรัมของในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$	37
3.12 FT-IR สเปกตรัมของในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	38
3.13 FT-IR สเปกตรัมของในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$	39
3.14 ^{1}H NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรียใน DMSO-d_6	40
3.15 ^{1}H NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีนใน DMSO-d_6	41
3.16 ^{1}H NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$ ใน DMSO-d_6	42
3.17 ^{1}H NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ใน DMSO-d_6	43
3.18 ^{1}H NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ใน DMSO-d_6	44
3.19 ^{13}C NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรียใน DMSO-d_6	45
3.20 ^{13}C NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีนใน DMSO-d_6	46
3.21 ^{13}C NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ใน DMSO-d_6	47
3.22 ^{13}C NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ใน DMSO-d_6	48
3.23 ^{13}C NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ใน DMSO-d_6	49
3.24 โครงสร้างโมเลกุล A และโมเลกุล B ของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$	54

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่ หน้า

3.25 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl] \cdot 0.5CH_3CN$ ในโมเลกุล A 55

3.26 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl] \cdot 0.5CH_3CN$ ในโมเลกุล B 55

3.27 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl] \cdot 0.5CH_3CN$ ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน a 56

3.28 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl] \cdot 0.5CH_3CN$ ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน b 57

3.29 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl] \cdot 0.5CH_3CN$ ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน c 57

3.30 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนที่เกิดขึ้นภายในโมเลกุลและระหว่างโมเลกุล A กับ B ของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]$ 58

3.31 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ 61

3.32 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน a 62

3.33 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน b 62

3.34 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน c 63

3.35 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ 64

3.36 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ 67

3.37 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน a 68

3.38 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน b 68

3.39 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน c 68

3.40 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ 70

สัญลักษณ์ คำย่อและตัวย่อ

°	=	องศา
°C	=	องศาเซลเซียส
Å	=	อังสตรอม (อังสตรอม = 10^{-10} เมตร)
cm^3	=	ลูกบาศก์เซนติเมตร
cm^{-1}	=	wave number
mL	=	มิลลิลิตร
M	=	โมลต่อลิตร (Molar)
g	=	กรัม
g/cm^3	=	กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
K	=	เคลวิน
kJ	=	กิโลจูล (kilo joule)
mg	=	มิลลิกรัม
keV	=	kilo electron volt
mmol	=	มิลลิโมล
PPh_3	=	triphenylphosphine
dmtu	=	*N,N'*-dimethylthiourea
tzdtH	=	1,3-thiazolidine-2-thione
pymtH	=	pyrimidine-2-thione
meimtH	=	1-methyl-1,3-imidazoline-2-thione
$bzimtH_2$	=	benz-1,3-imidazoline-2-thione
bztzdtH	=	benz-1,3-thiazolidine-2-thione
dppet	=	*cis*-1,2-bis(diphenylphosphino)ethylene
mtdztH	=	5-methyl-1,3,4-thiadiazole-2-thione
Httsc	=	thiophene-2-carbaldehyde thiosemicarbazone
DMSO-d_6	=	hexadeutero-dimethyl sulphoxide

บทที่ 1

บทนำ

บทนำต้นเรื่อง

การศึกษาปรากฏการณ์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction)จากผลึก ทำให้เกิดความรู้ความเข้าใจเกี่ยวกับโครงสร้างโมเลกุลของสารประกอบชนิดต่างๆ วิธีนี้ถูกนำมาใช้ครั้งแรกในปี 1913 โดย W.L. Bragg ซึ่งได้แสดงลักษณะโครงสร้างผลึกของโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) และอีก 15 ปีต่อมา Kathleen Lonsdale ได้ใช้วิธีการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เพื่อแสดงให้เห็นว่าวงเบนซินมีลักษณะเป็นหกเหลี่ยมด้านเท่า ไม่ใช่วงของพันธะเดี่ยวสลับกับพันธะคู่ ผลนี้มีความสำคัญมากต่อเคมีทฤษฎี ตั้งแต่นั้นมา วิธีการนี้ได้ถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลายเพื่อศึกษารายละเอียดของโครงสร้างผลึก ซึ่งอาจประกอบด้วยอะตอมของธาตุเดี่ยว ไอออน หรือโมเลกุล ซึ่งมีตั้งแต่โมเลกุลที่ง่ายที่สุดจนถึงโมเลกุลที่มีจำนวนอะตอมเป็นพันๆอะตอมขึ้นไป ผลที่ได้จากการศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างโมเลกุลก็ได้รับความสนใจและพัฒนามาตลอด เนื่องจากผลที่ได้นี้จะเป็นข้อมูลที่สำคัญที่นำไปสู่ความรู้ความเข้าใจเกี่ยวกับสมบัติต่างๆ ของสาร ทั้งทางเคมีและทางกายภาพต่อไป

ในงานวิจัยชิ้นนี้ได้ทำการศึกษาโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I) โดยที่คอปเปอร์ หรือทองแดง เป็นธาตุแรกของหมู่ IB หรือหมู่ 11 จัดเป็นโลหะทรานซิชัน และเป็นทรานซิชันแถวที่หนึ่ง มีเลขอะตอม (atomic number) เท่ากับ 29 มีการจัดโครงสร้างอิเล็กตรอนเป็น [Ar] $3d^{10}$ $4s^{1}$ ถึงแม้ว่าคอปเปอร์มีการจัดอิเล็กตรอนวงนอกอยู่ใน ns^{1} คล้ายกับโลหะอัลคาไลน์ แต่ก็มีสมบัติที่แตกต่างกันมากเช่น มีค่า effective nuclear charge และค่าพลังงานไอออไนซ์เซชันสูงกว่ามาก เลขออกซิเดชันของคอปเปอร์ในสารประกอบที่เสถียรและพบมาก คือ +1 และ +2 ส่วน +3 และ +4 พบน้อยมาก (Cotton and Wilkinsion, 1988)

ร่างกายมีทองแดงประมาณ 2.5-4.0 มิลลิกรัมมีมากในตับ ไตและหัวใจ ค่าปกติของทองแดงในพลาสมา 1.5-2.5 มิลลิกรัม/ลิตร 95% จับอยู่กับโกลบูลินเรียกว่าเซรูโลพลาสมิน 5% จับอยู่กับอัลบูมินและกรดอะมิโน มีทองแดงส่วนน้อยอยู่ในม้ามและไขกระดูก

ร่างกายต้องการทองแดงน้อยมากและหาได้ง่ายในอาหาร การขาดทองแดงจึงไม่ค่อยพบ ปกติคนต้องการทองแดงประมาณ 2-5 มิลิกรัม/วัน ทองแดงมีการกระจายอยู่ในเอนไซม์และโปรตีนต่าง ๆถึงแม้ทองแดงจะไม่ใช่ส่วนประกอบของฮีโมโกลบินในเม็ดเลือด แต่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเคมี ใช้ในการสร้างฮีโมโกลบินดังนั้นจึงถือว่าเป็นสารจำเป็นในการสร้างเม็ดเลือดแดงเช่นเดียวกับเหล็ก

หน้าที่และประโยชน์

1. ช่วยให้การดูดซึมของธาตุเหล็กดีขึ้น และเกี่ยวข้องกับการสะสมธาตุเหล็ก โดยเอนไซม์ที่มีทองแดงผสมอยู่ คือ เฟอร์โรซิเดส ไปออกซิไดซ์เฟอร์รัสให้เป็นเฟอร์ริก เพื่อให้จับกับทรานสเฟอร์ริน จากนั้นทรานสเฟอร์รินจึงปล่อยเหล็กเพื่อสร้างเม็ดเลือดแดงต่อไป
2. ช่วยกระตุ้นเอนไซม์ในขบวนการสร้างฮีมและโกลบินต่างๆ ในขบวนการสร้างATP โดยกระบวนการหายใจระดับเซลล์
3. เป็นส่วนสำคัญในการส่งผ่านอิเล็กตรอน เนื่องจากทองแดงเป็นส่วนประกอบที่สำคัญของไซโตโครมออกซิเดส
4. เป็นส่วนประกอบในเอนไซม์หลายตัว เช่น ไซโตโครม ซี ออกซิเดส ซึ่งเป็นตัวรับอิเล็กตรอนตัวสุดท้ายในโซ่การขนส่งอิเล็กตรอนในไมโตคอนเดรียซึ่งเป็นตัวเชื่อมตัวสุดท้ายระหว่างไซโตโครมและออกซิเจน

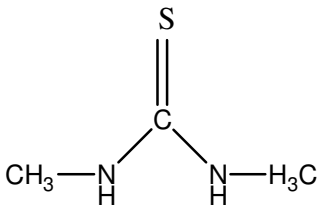
ตัวอย่างของเอนไซม์อื่น ๆ ได้แก่ แอสคอร์บิกแอซิดออกซิเดส (Ascorbic acid oxidase) เป็นเอนไซม์ที่ใช้เร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของวิตามินซี โดยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถยับยั้งเอนไซม์ตัวนี้ได้ (หิริหัทยา, 2550) นอกจากนั้นแล้วคอปเปอร์ยังมีสมบัติทางกายภาพและเคมีแสดงรายละเอียด ดังตารางที่ 1.1

ตารางที่ 1.1 สมบัติทางกายภาพและเคมีของคอปเปอร์

สมบัติทางกายภาพและเคมี	ข้อมูล
เลขอะตอม	29
ไอโซโทปที่เสถียร	^{63}Cu, ^{65}Cu
น้ำหนักอะตอม (g)	63.546
ความหนาแน่น (g/cm^3)	8.94
จุดหลอมเหลว (^oC)	1083
จุดเดือด (^oC)	2582
เลขออกซิเดชัน	+1, +2 และ +3
โครงสร้างของผลึก	face-centered-cubic
Ionizations Energy(1) (kJ/mol)	745
Ionizations Energy(2) (kJ/mol)	1958
Ionic Radii (Å)	0.96

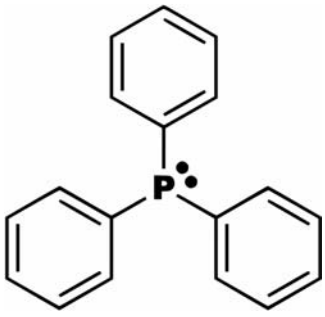
ดังนั้นการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I) เพื่อศึกษาโครงสร้างของสารประกอบที่สังเคราะห์ได้จึงมีผู้ให้ความสนใจมากขึ้น โครงสร้างสารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I) จะมีรูปทรงทางเรขาคณิตแตกต่างกันเนื่องมาจากการจัดอิเล็กตรอนเต็มใน d ออร์บิทัล (closed-shell configuration) ทำให้สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I) เป็นแบบไดอะแมกเนติก (diamagnetic) และไม่มีสี ในกรณีที่มีสีอาจเป็นเพราะการที่สารประกอบเชิงซ้อนได้รับพลังงานแสงแล้วทำให้อิเล็กตรอนใน d ออร์บิทัลของคอปเปอร์ (I) ถูกกระตุ้นเข้าไปอยู่ในออร์บิทัลว่างของลิแกนด์ หรือเป็นเพราะลิแกนด์นั้นมีสี

คอปเปอร์(I) จัดเป็น soft acceptor จึงเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับพวก soft donor ligand ได้ดีโดยเฉพาะลิแกนด์ไธโอยูเรียและซับสติติวเตดไธโอยูเรีย เป็นลิแกนด์ที่น่าสนใจเนื่องจากมีอะตอมของไนโตรเจน(N) และซัลเฟอร์(S) ซึ่งทั้งไนโตรเจนและซัลเฟอร์ ต่างก็เป็นอะตอมที่เป็นส่วนประกอบของโปรตีนหลายชนิดในสิ่งมีชีวิตที่สามารถเกิดพันธะกับโลหะคอปเปอร์ได้



รูปที่ 1.1 โครงสร้างของ *N,N'*-dimethylthiourea(dmtu)

นอกจากนั้น คอปเปอร์(I) ยังสามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับลิแกนด์ที่มีอะตอมของฟอสฟอรัส(P) ได้ดีโดยเฉพาะลิแกนด์ ไตรฟีนิลฟอสฟีน

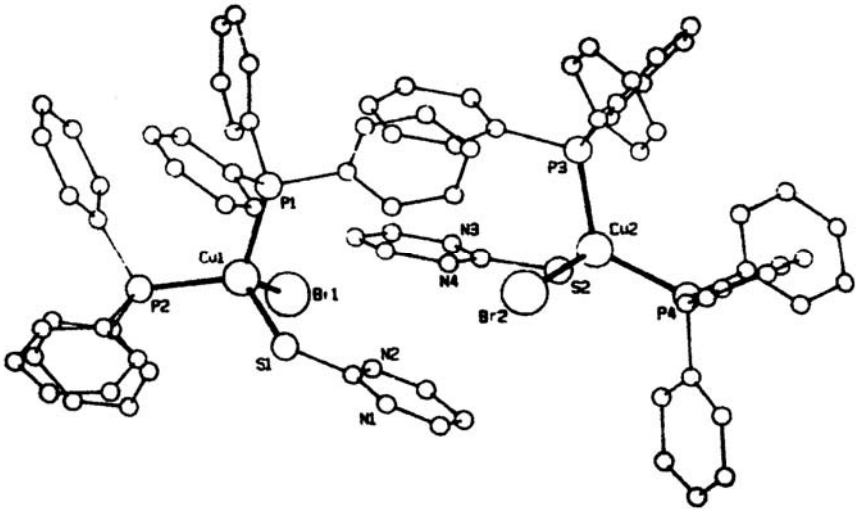


รูปที่ 1.2 โครงสร้างของไตรฟีนิลฟอสฟีน(PPh_3)

ในการศึกษาครั้งนี้ได้เลือกสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I) ของ mixed ligand ซึ่งเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่น่าสนใจโดยเลือกลิแกนด์ประเภทซับสติติวเตดไธโอยูเรีย คือ *N,N'*-dimethylthiourea และลิแกนด์ฟอสฟีน คือ triphenylphosphine โดยที่ลิแกนด์เหล่านี้มีทั้งอะตอมซัลเฟอร์(S) ไนโตรเจน(N) และฟอสฟอรัส(P) ที่สามารถเกิดพันธะกับโลหะคอปเปอร์ได้

การตรวจเอกสาร

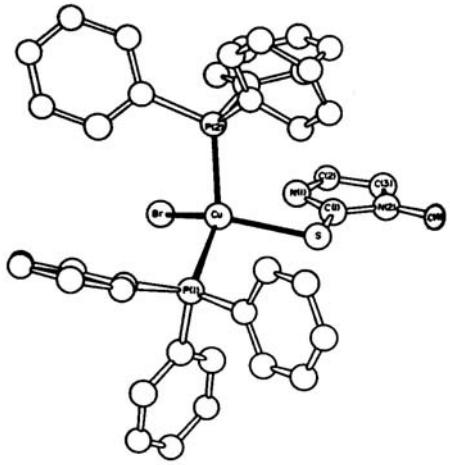
Lecomte และคณะ (Lecomte *et al.,* 1989) ทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างคอปเปอร์(I)โบรไมด์กับลิแกนด์ pyrimidine-2-thione(pymth) และ triphenylphosphine พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้เป็นมอนอนิวเคลียร์ ทำการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้ โดยใช้เทคนิค elemental analysis, UV-vis และ NMR spectroscopy และใช้วิธี single-crystal X-ray diffraction ข้อมูลผลึก ลักษณะของผลึกมีสีเหลือง เป็น monoclinic หมู่ปริภูมิ $P2_1/n$, $a = 13.035(2)$, $b = 43.660(9)$, $c = 13.446(2)$ Å, $\beta = 90.68(2)^\circ$ และ $V = 7652$ Å^3, $Z = 8$ ซึ่งแสดงดังรูปที่ 1.3



รูปที่ 1.3 โครงสร้างผลึกของ $[Cu(PPH_3)_2(pymth)Br]$

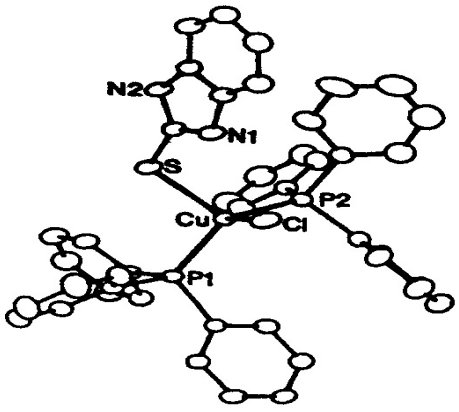
Karagiannidis และคณะ (Karagiannidis *et al.,* 1990) ได้ทำการสังเคราะห์และศึกษาลักษณะของสารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I)เฮไลด์ โดยใช้ลิแกนด์แบบ mixed ligand คือ 1-methyl-1,3-imidazoline-2-thione(meimtH) และ triphenylphosphine พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนมีสูตรทั่วไปคือ $[Cu(PPh_3)_2(meimtH)X]$ (X = Cl, Br, I) และใช้วิธีทางเคมี เพื่อหาลักษณะของสารประกอบเชิงซ้อนและใช้เทคนิค single-crystal X-ray diffraction เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก

ของ $[Cu(PPh_3)_2(meimtH)Br]$ ซึ่งมีข้อมูลผลึกดังนี้ ลักษณะของผลึกเป็น prisms หมู่ปริภูมิ $P\bar{1}$, $a = 9.988(3)$, $b = 10.212(2)$, $c = 21.066(5)$ Å , $\alpha = 94.86(2)$, $\beta = 91.70(2)$, $\gamma = 119.16(2)^\circ$, $Z = 2$, $R = 0.0330$ และไอออนของโลหะมีรูปร่างเป็นเตตระฮีดรอลที่บิดเบี้ยว ซึ่งแสดงดังรูปที่ 1.4



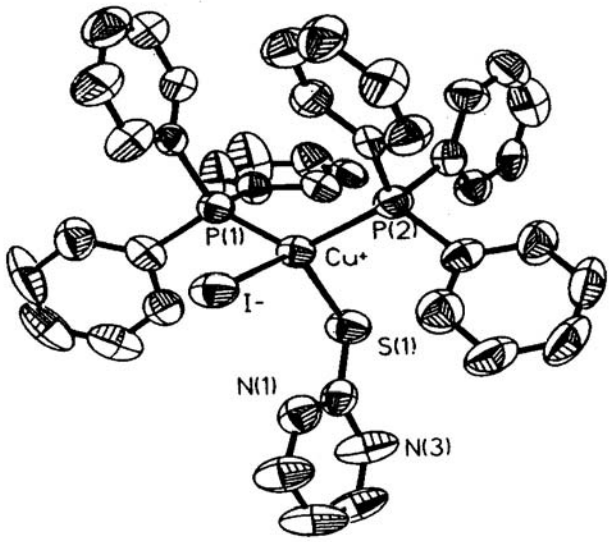
รูปที่ 1.4 โครงสร้างผลึกของ $[Cu(PPh_3)_2(meimtH)Br]$

Skoulika และคณะ (Skoulika *et al.,* 1991) ได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I) คลอไรด์ โดยเลือกลิแกนด์แบบ mixed ligand คือ benz-1,3-imidazoline-2-thione($bzimtH_2$) และ triphenylphosphine และหาโครงสร้างผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(bzimtH_2)Cl]$ มีข้อมูลผลึกดังนี้ ระบบผลึกคือ monoclinic หมู่ปริภูมิ $P2_1/c$, $a = 13.147(2)$, $b = 18.592(3)$, $c = 17.259(3)$ Å , $\beta = 97.45(2)^\circ$, $Z = 4$, ลักษณะโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนแสดงดังรูปที่ 1.5



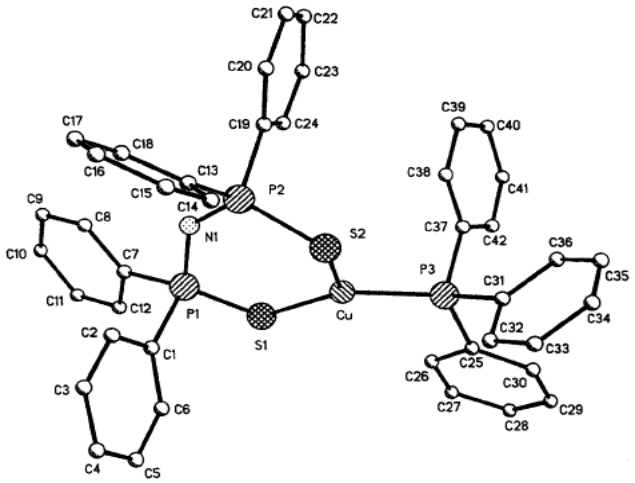
รูปที่ 1.5 โครงสร้างผลึกของ $[Cu(PPh_3)_2(bzimtH_2)Cl]$

Aslanidis และคณะ (Aslanidis *et al.,* 1993) สังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง $[Cu(PPh_3)I]_4$ กับ pyrimidine-2-thione(pymtH) และใช้วิธีทางเคมี เพื่อหาลักษณะของสารประกอบเชิงซ้อนและใช้เทคนิค single-crystal X-ray diffraction เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้เป็นมอนอนิวเคลียร์มีสูตรทั่วไปคือ $[Cu(PPh_3)_2(L)I]$ (L = pymtH) ซึ่งมีข้อมูลผลึกของ $[Cu(PPh_3)_2(pymtH)I]$ ดังนี้ ระบบผลึกคือ monoclinic หมู่ปริภูมิ $P2_1/n$, a = 9.708(2), b = 19.838(4), c = 19.893(4) Å , $\beta = 92.53(3)^\circ$, $Z = 4$ ซึ่งแสดงดังรูปที่ 1.6



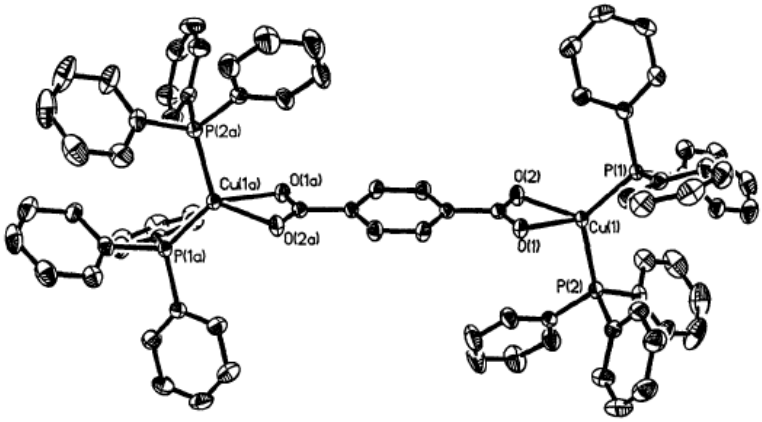
รูปที่ 1.6 โครงสร้างผลึกของ $[Cu(PPh_3)_2(pymtH)I]$

Haiduc และคณะ (Haiduc *et al.,* 1994) ได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของ $(Ph_3P)Cu(SPPh_2)_2N$ โดยใช้ $(Ph_3P)_2CuNO_3$ และ $K[(SPPh_2)_2N]$ทำการศึกษาลักษณะของสารประกอบเชิงซ้อนและโดยใช้เทคนิค elemental analysis, IR, ^{1}Hและ^{31}P-NMR spectroscopy และใช้วิธี single-crystal X-ray diffraction พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้คือ $(Ph_3P)Cu(SPPh_2)_2N$ อยู่ในระบบผลึก monoclinic หมู่ปริภูมิ $P2_1/c$, a = 18.826(2), b = 10.619(2), c = 20.587(2) Å , $\beta =$ 112.46(2) ° , V = 3803.6(8) Å^3, $Z = 4$ แสดงดังรูปที่ 1.7



รูปที่ 1.7 โครงสร้างผลึกของ$(Ph_3P)Cu(SPPh_2)_2N$

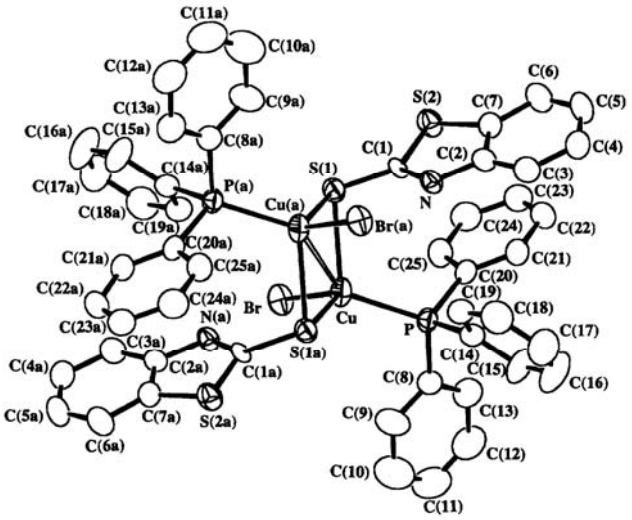
Donald และคณะ (Donald *et al.,* 1996) ได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์ (I) โดยใช้ copper(I) butyrate และ triphenylphosphine และศึกษาโครงสร้างโดยใช้เทคนิค IR spectroscopy และ X-ray crystallography พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้ $Cu_2(CH_2)_4(CO_2)_2(Ph_3P)_4$ มีระบบผลึกคือ monoclinic หมู่ปริภูมิ $P2_1/n$, a = 15.295(4), b = 12.555(2), c = 17.779(3) Å , β = 106.870(2) ° , Z = 2 ซึ่งแสดงดังรูปที่ 1.8



รูปที่ 1.8 โครงสร้างผลึกของ $Cu_2(CH_2)_4(CO_2)_2(Ph_3P)_4$

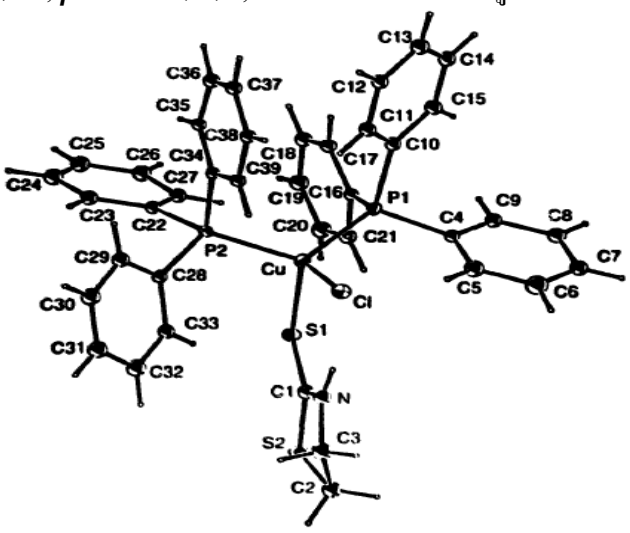
Jianping และคณะ (Jianping *et al.,* 1996) ทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I) โดยใช้ CuBr กับลิแกนด์ benz-1,3-thiazolidine-2-thione (bztzdtH) และ triphenylphosphine พบว่า สารประกอบเชิงซ้อนที่ได้คือ $[Cu(bztzdtH)(PPh_3)Br]_2$ ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้ โดยใช้วิธี single-crystal X-ray diffraction

ข้อมูลผลึกของ $[Cu(bztzdtH)(PPh_3)Br]_2$ ระบบผลึกคือ monoclinic หมู่ปริภูมิ $C2/c$, a = 25.991(14), b = 9.206(1), c = 19.943(3) Å , β = 100.02(1)° , Z = 4 ซึ่งแสดงดังรูปที่ 1.9



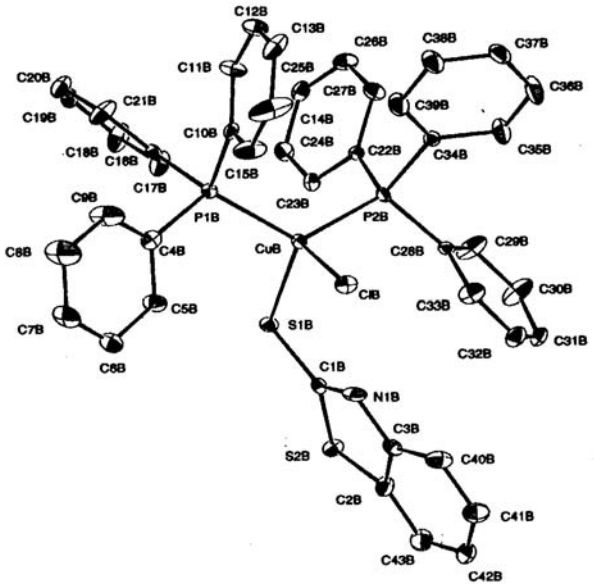
รูปที่ 1.9 โครงสร้างผลึกของ $[Cu(bztzdtH)(PPh_3)Br]_2$

Aslanidis และคณะ (Aslanidis *et al.,* 1997) ได้ทำการ สังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง $[Cu(PPh_3)_3Cl]$ กับ 1,3-thiazolidine-2-thione(tzdtH) และใช้วิธีทางเคมี เพื่อหาลักษณะของสารประกอบเชิงซ้อนและใช้เทคนิค single-crystal X-ray diffraction เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้เป็นมอนอนิวเคลียร์มีสูตรทั่วไปคือ $[Cu(PPh_3)_2(L)Cl]$ (L = tzdtH) ซึ่งมีข้อมูลผลึกมี ดังนี้ ระบบผลึกคือ monoclinic หมู่ปริภูมิ $P2_1/c$, a = 14.31(2), b = 10.009(10), c = 29.52(2) Å , β = 93.53(14)° , Z = 4 ซึ่งแสดงดังรูปที่ 1.10



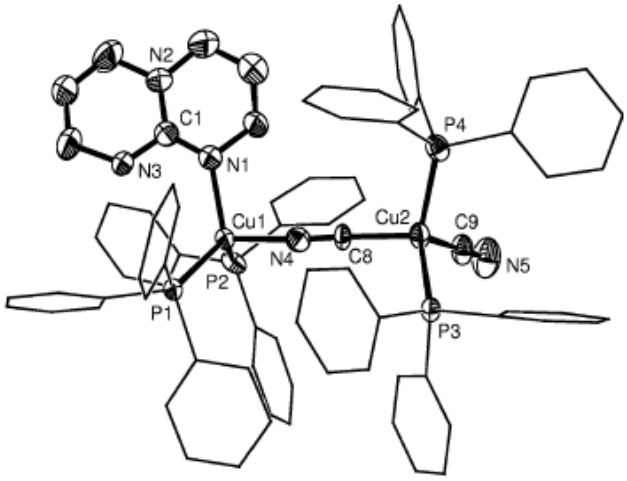
รูปที่ 1.10 โครงสร้างผลึกของ $[Cu(PPh_3)_2(tzdtH)Cl]$

Cox และคณะ (Cox *et al.,* 1999) ได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง $[Cu(PPh_3)_3Cl]$ กับ benz-1,3-thiazolidine-2-thione (bztzdtH) ได้สารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(bztzdtH)Cl]$ ทำการศึกษาลักษณะของสารประกอบเชิงซ้อนและโดยใช้เทคนิค IR, UV-vis, ^{1}H-NMR spectroscopy และใช้วิธี single-crystal X-ray diffraction เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกของ $[Cu(PPh_3)_2(bztzdtH)Cl]$ ซึ่งมีข้อมูลผลึกดังนี้ ระบบผลึกคือ triclinic หมู่ปริภูมิ $P\bar{1}$, a = 9.998(5), b = 20.313(10), c = 20.874(7) Å , α = 82.93(6), β = 77.99(8), γ = 83.60(3)° , Z = 2, R = 0.060, R_w = 0.0399 ซึ่งแสดงดังรูปที่ 1.11



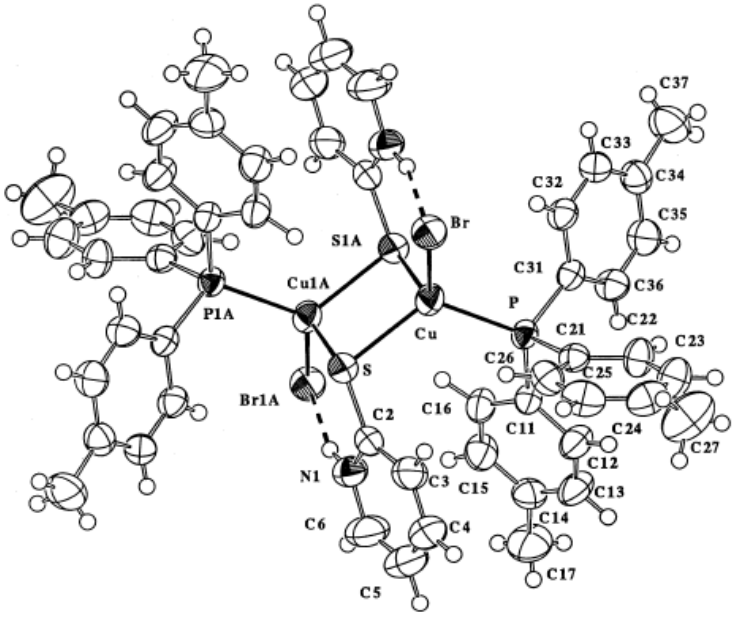
รูปที่ 1.11 โครงสร้างผลึกของ $[Cu(PPh_3)_2(bztzdtH)Cl]$

Coles และคณะ (Coles *et al.,* 2001) ได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง CuCN กับ ลิแกนด์ 1,3,4,6,7,8-Hexahydro-2*H*-pyrimido[1,2-*a*]pyrimidine (hppH) และ triphenylphosphine ศึกษาสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้คือ $[Cu_2(CN)_2(PPh_3)_4(hppH)]$ โดยใช้เทคนิค elemental analysis, infrared, UV-Vis , NMR spectroscopy และใช้วิธี single-crystal X-ray diffraction เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกซึ่งมีข้อมูลดังนี้ ระบบผลึกคือ triclinic หมู่ปริภูมิ $P\bar{1}$, a = 13.501(6), b = 14.3767(4), c = 19.6377(8) Å , α = 81.818(3), β = 78.002(2) , γ =83.788(3)° , V = 3694.4(2) Å^3, Z = 2 แสดงดังรูปที่ 1.12



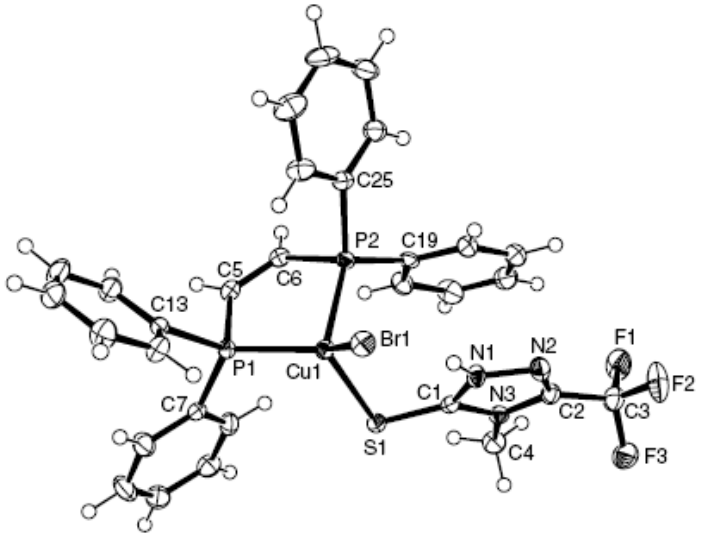
รูปที่ 1.12 โครงสร้างผลึกของ $[Cu_2(CN)_2(PPh_3)_4(hppH)]$

Tarlok และคณะ (Tarlok *et al.,* 2002) ได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง $CuBr_2(C_5H_5NS)_2$กับ ลิแกนด์ tri-*p*-tolylphosphine(*p*-Tol_3P)ทำการศึกษาลักษณะของสารประกอบเชิงซ้อนและโดยใช้เทคนิค UV-Vis spectra, IR, ^{1}Hและ^{13}C-NMR spectroscopy และใช้วิธี single-crystal X-ray diffraction พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้มีสูตรทั่วไปคือ $[CuBr(\eta^2\text{-S-}\ \mu\text{-}C_5H_5NS)(p\text{-}Tol_3P)]_2$ ซึ่งจัดอยู่ในระบบไตรคลินิก พบว่าผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน มีหมู่ปริภูมิ $P\bar{1}$, a = 9.790(5), b = 10.391(7), c = 14.600(5) Å, α = 83.64(4), β =73.82(39), γ= 62.16(4)°, V = 1261.0(11) Å^3 Z = 1, แสดงดังรูปที่ 1.13



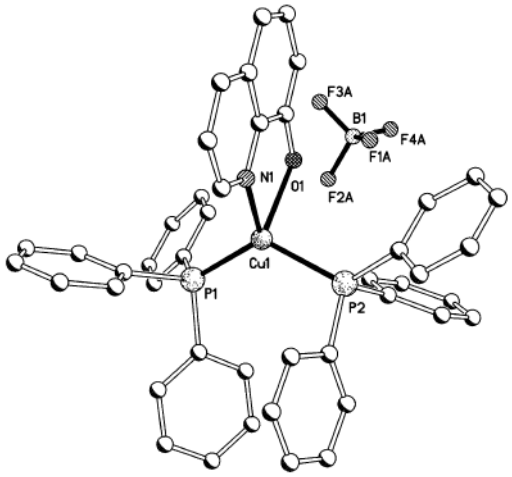
รูปที่ 1.13 โครงสร้างผลึกของ$[CuBr(\eta^2\text{-S-}\ \mu\text{-}C_5H_5NS)(p\text{-}Tol_3P)]_2$

Aslanidis และคณะ (Aslanidis *et al.,* 2003) ได้ทำการ สังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง CuBr กับ ลิแกนด์ *cis*-1,2-bis(diphenylphosphino)ethylene(dppet) และ 5-methyl-1,3,4-thiadiazole-2-thione (mtdztH)ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้ โดยใช้วิธี single-crystal X-ray diffraction พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้คือ [CuBr(dppet)(mftztH)] ซึ่งมีข้อมูลผลึกของ [CuBr(dppet)(mftztH)] เป็นดังนี้ ระบบผลึกคือ triclinic หมู่ปริภูมิ $P\bar{1}$, a = 9.8429(2), b = 11.3450(4), c = 14.6006(5) Å , α =100.6860(10) β = 106.870(2) , γ =98.312(2)° $Z = 2$ ซึ่งแสดงดังรูปที่ 1.14



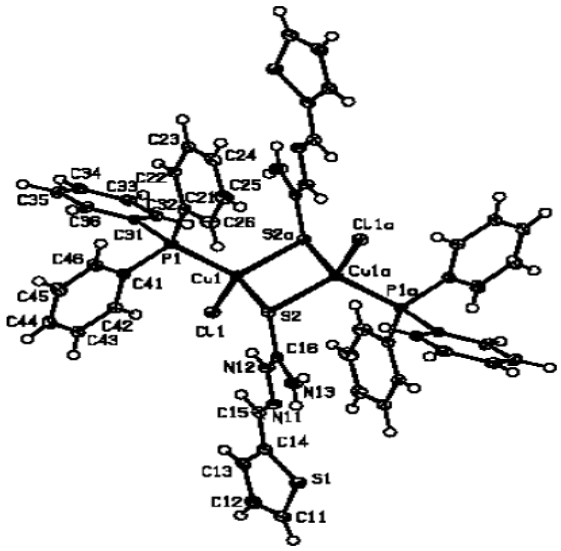
รูปที่ 1.14 โครงสร้างผลึกของ [CuBr(dppet)(mftztH)]

Dan และคณะ (Dan *et al.,* 2003) ได้ทำการ สังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Oxine (8-hydroxyquinoline) กับ $[Cu(MeCN)_2(PPh_3)_2](BF_4)$ และใช้วิธีทางเคมี เพื่อหาลักษณะของสารประกอบเชิงซ้อนและใช้เทคนิค single-crystal X-ray diffraction เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกของ $[Cu(oxine)(PPh_3)_2](BF_4)$ พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้เป็นมอนอนิวเคลียร์มีข้อมูลผลึกคือ monoclinic หมู่ปริภูมิ $P2_1/n$, a = 11.372(3), b = 22.171(5), c = 16.038(4) Å , β = 97.942(5)° , V = 4005.0(16) Å^3, $Z = 4$ แสดงดังรูปที่ 1.15



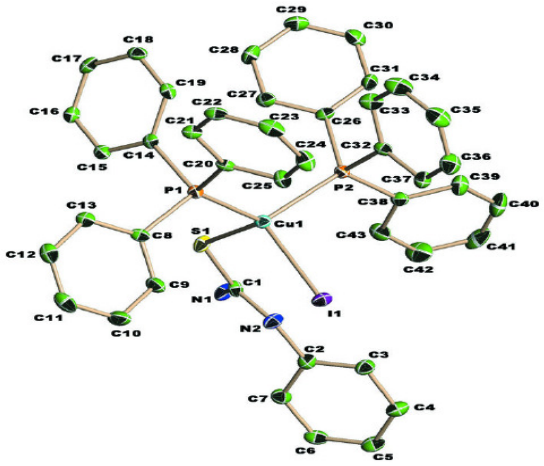
รูปที่ 1.15 โครงสร้างผลึกของ $[Cu(oxine)(PPh_3)_2](BF_4)$

Tarlok และคณะ (Tarlok *et al.,* 2007) ได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I) กับลิแกนด์ thiophene-2-carbaldehyde thiosemicarbazone (Httsc)และ triphenylphosphine ทำการ ศึกษา ลักษณะของสารประกอบเชิงซ้อนและโดยใช้เทคนิค elemental analysis, IR, ^{1}Hและ ^{31}P-NMR spectroscopy และใช้วิธี single-crystal X-ray diffraction พบว่า สารประ กอบเชิงซ้อนที่ได้มีสูตรคือ $[Cu_2Cl_2(\mu_2\text{-S-Httsc})_2(PPh_3)_2].2CH_3CN$ ซึ่งจัดอยู่ในระบบไตรคลินิก พบว่าผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน มีหมู่ปริภูมิ $P\bar{1}$, a = 9.2407(15), b = 11.1336(17), c = 14.125(2) Å, α = 74.720(9), β =71.123(9), γ = 78.615(9)°, V = 1316.4(3) Å^3 Z = 2 แสดงดังรูปที่ 1.16



รูปที่ 1.16 โครงสร้างผลึกของ $[Cu_2Cl_2(\mu_2\text{-S-Httsc})_2(PPh_3)_2]$

Nimthong และคณะ (Nimthong *et al.,* 2008) ได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I) กับลิแกนด์ *N*-phenylthiourea (ptu)และ triphenylphosphineและใช้วิธีทางเคมี เพื่อหาลักษณะของสารประกอบเชิงซ้อนและใช้เทคนิค single-crystal X-ray diffraction เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกของ $[Cu(ptu)(PPh_3)_2I]$ พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้มีหมู่ปริภูมิ $P\bar{1}$, a = 10.9505(9), b = 18.7294(15), c = 21.3731(18) Å, α = 67.422(1), β =77.215(1), γ = 73.224(1)°, V = 3844.9(5) Å^3 Z = 4 แสดงดังรูปที่ 1.17



รูปที่ 1.17 โครงสร้างผลึกของ$[Cu(ptu)(PPh_3)_2I]$

วัตถุประสงค์

1. ศึกษาวิธีการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I) กับลิแกนด์ *N,N'*-dimethylthiourea และ triphenylphosphine โดยใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสมเพื่อให้เกิดผลึกเดี่ยว สำหรับศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยผลึก
2. ศึกษาสมบัติทางเคมีและคุณสมบัติทางกายภาพของสารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้
3. ศึกษาองค์ประกอบของสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้ โดยใช้เทคนิคทางสเปกโทรสโกปีและวิเคราะห์หาปริมาณร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ
4. หาโครงสร้างผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้ โดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) บนผลึกเดี่ยวและคำนวณหาโครงสร้างผลึกของสารประกอบโดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ระบบเอกซ์ทอล (Xtal version 3.7) และเชลเลกซ์ (Shelxtl NT version 6.12)

บทที่ 2

วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการทดลอง

2.1 สารเคมี

2.1.1 จาก Fluka Chemical, Buchs, Switzerland

ไดเมทิลไธโอยูเรีย, $C_5H_{14}N_2S$, purum

ไตรฟีนิลฟอสฟีน, $C_{18}H_{18}P$, purum

คอปเปอร์(I)โบรไมด์ , CuBr, L.R. grade

คอปเปอร์(I)คลอไรด์, CuCl, L.R. grade

2.1.2 จาก Lab-Scan Analytical Science

เอทานอล, C_2H_5OH, A.R. grade

อะซีโตไนไตรล์, CH_3CN, A.R. grade

เอทิลอะซิเตด, $C_4H_8O_2$, A.R. grade

อะซิโตน, CH_3OCH_3, A.R. grade

2.1.3 จาก Aldrich Chemical Company, Inc

คอปเปอร์(I)ไอโอไดด์ , CuI, L.R. grade

2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

2.2.1 เทอร์โมมิเตอร์, Gallenkamp, England 0-360 °C

2.2.2 หลอดคาปิลลารี ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.4-0.5 มิลลิเมตร

2.2.3 Capillary melting point apparatus, Thomas Hoover, Unimelt 0-360 °C

2.2.4 Hot plate stirrer with magnetic bar

2.2.5 X-ray fluorescence spectrometer model PW 2400, Philips

2.2.6 Fourier transfrom infrared spectrometer, model 783, Perkin - Elmer

2.2.7 Fourier transfrom NMR spectrometer 500 MHz, Model UNITY INOVA, Varian

2.2.8 Bruker SMART APEX CCD diffractometer

2.2.9 CHNS-O Analyzer, model Flash 112Series EA, Thermo finningan

2.2.10 Fiber glass, 0.1-0.4 mm. (in diameter)

2.2.11 กล้องจุลทรรศน์ Bin Steriom VT II, Olympus

2.3 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน

2.3.1 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$

สัดส่วนโมลของ CuCl : PPh_3 : dmtu เท่ากับ 1 : 2 : 1

ละลาย PPh_3 0.5 มิลลิกรัม (2.02 มิลลิโมล) ลงไปในตัวทำละลาย acetonitrile ปริมาตร 30 มิลลิลิตร ทำการรีฟลักซ์จนละลายหมด จะได้สารละลายใสไม่มีสี จากนั้นเติม CuCl 0.10 กรัม (1 มิลลิโมล) ลงในสารละลาย PPh_3 จะได้สารละลายสีเขียวอ่อน ทำการรีฟลักซ์ต่อที่อุณหภูมิประมาณ 75^0 C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้สารละลายขุ่นสีเขียว เติม dmtu 0.10 กรัม (1 มิลลิโมล) ลงไปในสารละลาย สีของสารละลายจะเปลี่ยนแปลงเป็น ใสไม่มีสี ทำการรีฟลักซ์ต่อเป็นเวลา 5 ชั่วโมง จะได้สารละลายใสไม่มีสี นำสารละลายมากรองจะได้ฟิลเตรด (filtrate) ใสไม่มีสี วางไว้ที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จะมีผลึกรูปเหลี่ยมลักษณะใสไม่มีสี ทำการกรองแยกผลึกออกมาด้วยวิธีลดความดัน ผลึกที่ได้มีจุดหลอมเหลว195-198 ^{0}C

2.3.2 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$

สัดส่วนโมลของ CuBr : PPh_3 : dmtu เท่ากับ 1 : 2 : 1

ละลาย PPh_3 0.73 กรัม (2.78 มิลลิโมล) ลงไปในตัวทำละลาย acetone ปริมาตร 30 มิลลิลิตร ทำการรีฟลักซ์จนละลายหมด จะได้สารละลายใสไม่มีสี จากนั้นเติม CuBr 0.20 กรัม (1.39 มิลลิโมล) ลงในสารละลาย PPh_3 จะได้สารละลายสีเขียวอ่อน ทำการรีฟลักซ์ต่อที่อุณหภูมิประมาณ 55^0 C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้สารละลายขุ่นสีเขียว เติม dmtu 0.14 กรัม (1.39 มิลลิโมล) ลงไปในสารละลาย สีของสารละลายจะเปลี่ยนแปลงเป็น ใสไม่มีสี ทำการรีฟลักซ์ต่อเป็นเวลา 5 ชั่วโมง จะได้สารละลายใสไม่มีสี นำสารละลายมากรองจะได้ฟิลเตรด (filtrate) ใสไม่มีสี วางไว้ที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จะมีผลึกรูปเหลี่ยมลักษณะใสไม่มีสี ทำการกรองแยกผลึกออกมาด้วยวิธีลดความดัน ผลึกที่ได้มีจุดหลอมเหลว 188-190 ^{0}C

2.3.3 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$

สัดส่วนโมลของ CuI : PPh_3 : dmtu เท่ากับ 1 : 2 : 1

ละลาย PPh_3 0.55 กรัม (2 มิลลิโมล) ลงไปในตัวทำละลาย acetone ปริมาตร 30 มิลลิลิตร ทำการรีฟลักซ์จนละลายหมด จะได้สารละลายใสไม่มีสี จากนั้นเติม CuI 0.20 กรัม (1 มิลลิโมล) ลงในสารละลาย PPh_3 จะได้สารละลายสีเขียวอ่อน ทำการรีฟลักซ์ต่อที่อุณหภูมิประมาณ 50^0 C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้สารละลายขุ่นสีเขียว เติม dmtu 0.10 กรัม (1 มิลลิโมล) ลงไปในสารละลาย สีของสารละลายจะเปลี่ยนแปลงเป็น ใสไม่มีสี ทำการรีฟลักซ์ต่อเป็นเวลา 5 ชั่วโมง จะได้สารละลายใสไม่มีสี นำสารละลายมากรองจะได้ฟิลเตรด (filtrate) ใสไม่มีสี วางไว้ที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จะมีผลึก

รูปเหลี่ยมลักษณะใสไม่มีสีทำการกรองแยกผลึกออกมาด้วยวิธีลดความดัน ผลึกที่ได้มีจุดหลอมเหลว 180-183 ^{0}C

2.4 การศึกษาสมบัติทางกายภาพและการละลายของสารประกอบเชิงซ้อน

2.4.1 การศึกษาสมบัติทางกายภาพ

สมบัติทางกายภาพที่ได้ทำการศึกษาได้แก่สี ลักษณะผลึก จุดหลอมเหลว และการละลายในตัวทำละลายชนิดต่างๆ

2.4.1.1 สีและลักษณะผลึกสังเกตได้ด้วยตาเปล่า

2.4.1.2 จุดหลอมเหลว นำไปวัดด้วยเครื่อง capillary melting point

2.4.1.3 การละลาย โดยละลายสารประกอบเชิงซ้อนในตัวทำละลายชนิดต่างๆ จากนั้นสังเกตการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น

2.5 การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน

หาปริมาณของธาตุคาร์บอน(C), ไฮโดรเจน(H), ซัลเฟอร์(S) และไนโตรเจน(N) ในสารประกอบเชิงซ้อนโดยใช้เครื่อง CHN-O Analyzer, Ce Flash 1112 Series EA ของศูนย์เครื่องมือกลาง มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

2.6 การวิเคราะห์หาชนิดของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อนโดยใช้เทคนิค XRF

นำผลึกที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบว่าผลึกที่ได้เป็นผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน ซึ่งจะให้สเปกตรัมของธาตุ คอปเปอร์(Cu) ,ฟอสฟอรัส(P) , ซัลเฟอร์(S) และเฮไลด์(Cl, Br หรือ I) โดยใช้เครื่อง X-ray fluorescence, Phillips PW 2400 spectrometer ของศูนย์เครื่องมือกลาง มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

2.7 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของแถบการดูดกลืน FT-IR

ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของแถบการดูดกลืนของหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญทั้งในลิแกนด์และสารประกอบเชิงซ้อน โดยใช้ KBr discs การศึกษาครั้งนี้ได้ใช้เครื่อง Infrared Spectrophotometer, Perkin-Elmer 783 ของภาควิชาเคมี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

2.8 การศึกษา ^{1}H NMRและ ^{13}C NMR

ศึกษาการเปลี่ยนแปลงค่า chemical shift ของ ^{1}H NMR สเปกตรัมและ ^{13}C NMR สเปกตรัมของลิแกนด์อิสระเปรียบเทียบกับสารประกอบเชิงซ้อน ศึกษาโดยใช้ตัวทำละลาย dimethylsulfoxide-d_6 (DMSO-d_6)

2.9 การศึกษาโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว

ศึกษาโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนโดยการเก็บข้อมูลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยวด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์และหาโครงสร้างด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ระบบ Xtal version 3.7 และ SHELXTL version 6.12 ในการศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีทางรังสีเอกซ์ มีขั้นตอนที่สำคัญดังนี้

ก) การเลือกผลึกและการเม้าท์ผลึก

ข) การทดลองเพื่อเก็บข้อมูลดิฟแฟรกชัน ข้อมูลที่ได้จะเป็นทิศทางหรือระนาบที่เกิดการเลี้ยวเบนและความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกมาจากผลึก

ค) การศึกษาเพื่อหาโครงสร้างอย่างคร่าวๆ แล้วใช้โครงสร้างที่ได้นี้คำนวณหาความเข้มของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เพื่อเปรียบเทียบกับความเข้มที่วัดได้ ซึ่งจะเป็นตัวบอกว่าโครงสร้างที่หาได้ถูกต้องมากน้อยแค่ไหนโดยมีค่าดัชนี (R-factor) ที่จะเป็นตัวบ่งบอกความถูกต้องของโครงสร้าง

ง) การกระทำให้โครงสร้างมีความถูกต้องมากยิ่งขึ้น (refinement) เป็นขั้นตอนของการขัดเกลาโครงสร้างหรือปรับปรุงโครงสร้างให้มีความถูกต้องมากที่สุด

โดยในการศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีทางรังสีเอกซ์มีขั้นตอนแสดงดังรูป

รูปที่ 2.1 แผนผังขั้นตอนในการศึกษาโครงสร้างผลึก

2.9.1 การเลือกผลึก (Crystal selection)

การเลือกผลึกเป็นขั้นตอนที่สำคัญมากเพราะข้อมูลดิฟแฟรกชันที่ได้จะขึ้นอยู่กับคุณภาพของผลึก ถ้าเลือกผลึกได้ดี ข้อมูลดิฟแฟรกชันก็จะดีสามารถที่จะหาหน่วยเซลล์ได้ เพื่อให้ได้ข้อมูลดิฟแฟรกชันที่ดี มีสิ่งสำคัญที่ต้องคำนึงถึง 2 อย่างคือ

2.9.1.1 ต้องเป็นผลึกเดี่ยว

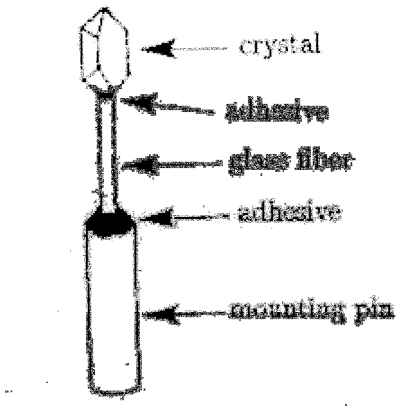
คือ ผลึกจะต้องมีโครงสร้างภายใน เช่น โมเลกุล หรืออิออน หรืออะตอมที่จัดตัวอย่างเป็นระเบียบสม่ำเสมอ ไม่เป็นผลึกแฝด (twinned crystal) เช่นไม่มีรอยแตกร้าว หรือเป็นผลึกบกพร่อง

2.9.1.2 ผลึกต้องมีขนาดและรูปร่างเหมาะสม

คือ ผลึกจะต้องไม่ใหญ่เกินลำรังสีเอกซ์ที่เข้ามา ไม่เช่นนั้นจะมีบางส่วนของผลึกไม่ถูกรังสีเอกซ์ตกกระทบเลย ขนาดของผลึกไม่เล็กจนให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่สะท้อนออกมามีค่าต่ำเกินไป โดยขนาดของผลึกที่เหมาะสมจริงๆ นั้น หาได้จากการพิจารณาความเหมาะสมที่สุด (optimum thickness) ของผลึกในรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นต่างๆ และมีความสัมพันธ์โดยตรงกับการดูดกลืนรังสีเอกซ์

2.9.2 การเม้าท์ผลึก (crystal mounting)

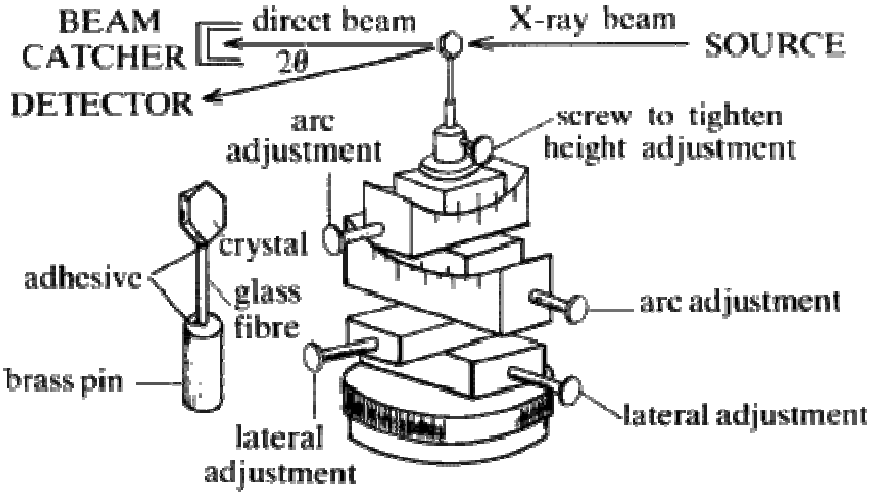
การเม้าท์ผลึก คือ การทำให้ผลึกอยู่กับที่ เพื่อให้สามารถปรับผลึกให้อยู่ในแนวเส้นตรงและอยู่ในตำแหน่งศูนย์กลางของกล้องถ่ายภาพเอกซเรย์ เพื่อที่จะเก็บข้อมูลดิฟแฟรกชัน โดยมีวิธีการคือ นำผลึกที่เลือกไว้ไปติดกับปลายข้างหนึ่งของใยแก้ว (fiber glass หรือ quartz fiber) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกว่าผลึกเล็กน้อย โดยใยแก้วที่ใช้จะมีความยาวโดยประมาณ 1.5 เซนติเมตร โดยใช้กาวติด กาวที่ใช้ต้องไม่ละลายผลึก และติดไว้บนหมุดทองเหลือง (brass pin) ที่มีความยาวประมาณ 10-15 มิลลิเมตร ดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 แสดงการเม้าท์ผลึก

สำหรับการติดผลึกนั้นขึ้นอยู่กับรูปร่างของผลึกและแกนของผลึกที่ต้องการจะติด การติดจะกระทำโดยการใช้กล้องจุลทรรศน์แบบ 2 ตา เช่นถ้าผลึกเป็นแบบรูปเข็ม (needle) เรามักจะติดไปตามแกนเข็ม (needle axis) ซึ่งแกนดังกล่าวนี้จะใช้เป็นแกนหมุนของผลึกต่อไป ถ้าเป็นพวกผลึกที่มีหลายๆ หน้า (polygon) มักจะติดไปตามหน้าที่ยาวที่สุดเป็นต้น

การติดผลึกนั้นกระทำได้โดยเริ่มจากการวางผลึกที่เลือกเอาไว้ลงบนแผ่นสไลด์ที่วางอยู่บนแท่นเลนส์ของกล้องจุลทรรศน์ที่ปรับโฟกัสจนเห็นผลึกที่ชัดเจน จากนั้นก็แตะปลายของใยแก้วที่เตรียมไว้กับกาว (adhesive) แล้วนำไปแตะกับผลึกโดยให้แกนของใยแก้วมีทิศขนานไปกับแกนของผลึกที่ต้องการจะติด จากนั้นก็ปรับผลึกให้อยู่ในทิศที่ต้องการโดยใช้ปลายเข็ม และเมื่อกาวแห้งผลึกก็จะติดแน่นกับใยแก้ว จากนั้นก็นำผลึกที่ติดเสร็จแล้วไปใส่ไว้บนหัวโกนิโอมิเตอร์ (goniometer head) ดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 แสดงการติดตั้งผลึกบนหัวโกนิโอมิเตอร์

2.9.3 การเก็บข้อมูลดิฟแฟรกชันและการหาหน่วยเซลล์

การวิเคราะห์หาโครงสร้างผลึกประกอบด้วย 3 ขั้นตอนสำคัญคือ

1. การทดลองเพื่อเก็บข้อมูลดิฟแฟรกชัน ข้อมูลที่ได้มีทั้งตำแหน่งทิศทางและความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกมาจากผลึก

2. การศึกษาเพื่อหาโครงสร้างอย่างคร่าวๆ แล้วใช้โครงสร้างที่ได้นี้คำนวณหาความเข้มของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เพื่อเปรียบเทียบกับความเข้มที่วัดได้จากการทดลองในขั้นตอนที่ 1

โครงสร้างที่ใช้ในการคำนวณความเข้มนั้นเป็นโครงสร้างผลึกที่กำลังศึกษาอยู่ แต่อย่างไรก็ตาม โครงสร้างที่ได้นี้เป็นโครงสร้างคร่าวๆเท่านั้น ขั้นตอนต่อไปจะต้องขัดเกลาหรือปรับปรุงให้ได้โครงสร้างที่ถูกต้อง

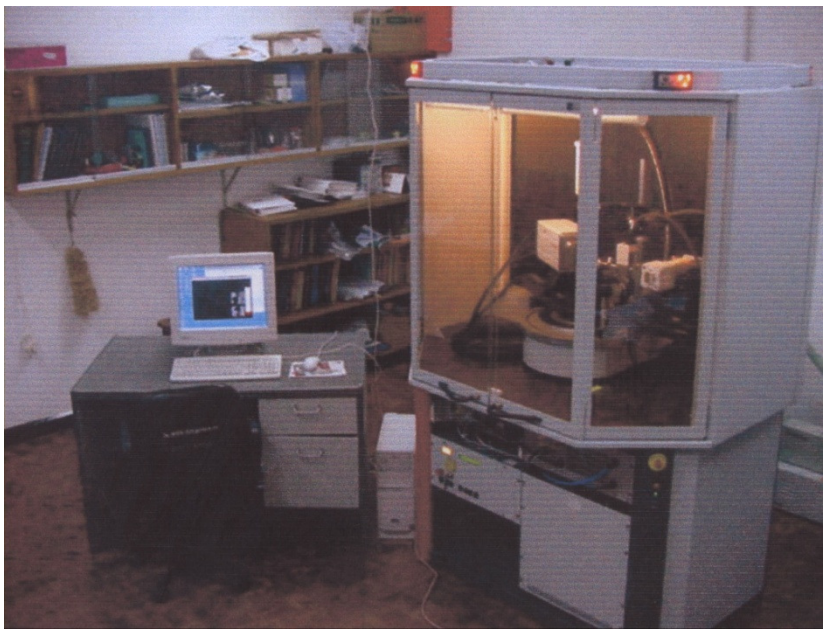
3. การทำให้โครงสร้างถูกต้องมากยิ่งขึ้น (refinement) เป็นขั้นตอนของการขัดเกลาหรือปรับปรุงเพื่อให้โครงสร้างคร่าวๆที่หามาได้จากขั้นที่ 2 มีความถูกต้องมากขึ้น โดยที่ความเข้มของการเลี้ยวเบนที่คำนวณจากโครงสร้างที่หาได้ สอดคล้องมากที่สุดกับความเข้มที่ได้จากการทดลอง ซึ่งควรอยู่ในขอบเขตของการคลาดเคลื่อนทางการทดลองเท่านั้น

2.9.4 วิธีการเก็บข้อมูล (Data collection methods)

การเลือกใช้วิธีการในการเก็บข้อมูลดิฟแฟรกชัน ขึ้นกับปัจจัยหลายอย่าง ซึ่งแต่ละวิธีมีข้อได้เปรียบเสียเปรียบรวมทั้งความเหมาะสมกับลักษณะงานแตกต่างกันออกไป ในที่นี้จะกล่าวถึงวิธีการ ที่นิยมใช้ทั่วไป ซึ่งอาจจัดวิธีต่างๆเหล่านี้ให้อยู่ในเทคนิคที่ต่างกัน 2 แบบ ซึ่งเทคนิคที่ต่างกันขึ้นอยู่กับลักษณะของผลึก คือ เทคนิคดิฟแฟรกชันสำหรับผลึกเดี่ยว และเทคนิคดิฟแฟรกชันสำหรับผง สำหรับงานวิจัยชิ้นนี้จะใช้เทคนิคดิฟแฟรกชันสำหรับผลึกเดี่ยว

2.9.5 เทคนิคดิฟแฟรกชันสำหรับผลึกเดี่ยว (Single-crystal diffraction techniques)

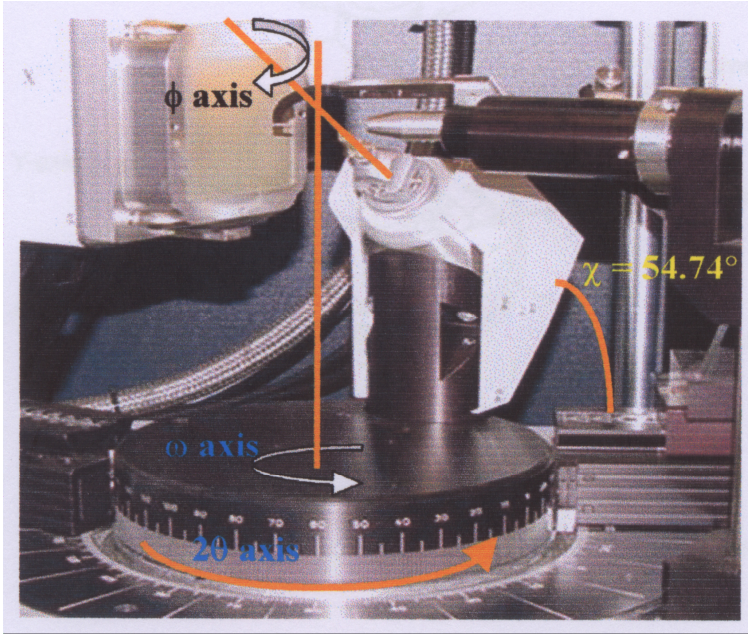
ขั้นตอนแรกผลึกที่เม้าท์แล้วจะถูกติดตั้งไว้บนหัวโกนิโอมิเตอร์ (goniometer) ที่ตรงปลายโดยใช้สกรูยึดไว้ การวางผลึก ให้ผลึกด้านที่มีพื้นที่ผิวมากหันไปยังด้านที่รังสีตกกระทบ ปรับผลึก (aligned) ในแนวตั้ง (vertical) และแนวนอน (horizontal) ให้เหมาะสม โดยการปรับที่สกรู X, Y และ Z จากนั้นนำไปเก็บรวบรวมข้อมูลการเลี้ยวเบนด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ (รูปที่ 2.4) โดยใช้รังสีเอกซ์จาก K_{α} ของโมลิบดินัม ซึ่งมีความยาวคลื่น 0.71073 Å



รูปที่ 2.4 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ รุ่น SMART APEX

โดยข้อมูลดิฟแฟรกชันที่ต้องการคือตำแหน่งและความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกมาในทิศทางต่างๆ กัน ในการวัดความเข้มรีเฟรกชันจะใช้วิธี rotation ซึ่งควบคุมการหมุนของผลึกและตัวตรวจวัด (detector) ด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ เมื่อฉายรังสีเอกซ์ความยาวคลื่น 0.71073 Å (Mo - K_α) ไปยังผลึกจะเกิดรังสีเลี้ยวเบนหรือสะท้อนอันเนื่องจากอะตอมในผลึกผ่านไปยังตัวตรวจวัด ขณะที่ฉายรังสี ตัวตรวจวัดจะเคลื่อนที่ไปเป็นมุม 0 - 28° เพื่อบันทึกค่าความเข้มของรีเฟรกชัน โดยในทางปฏิบัติจะเก็บข้อมูลของแลตทิซในระนาบส่วนกลับ (reciprocal lattice plane) ในขณะที่ผลึกหมุนไป 3 แกนที่เป็นอิสระต่อกันและอยู่ในแนวรังสีเอกซ์ ด้วยมุม 2θ, ϕ และ χ (รูปที่ 2.4) โดยที่มุมχ จะคงที่(54.74) ° ข้อมูลที่ได้จะเป็นข้อมูลจาก 3 มิติ ถูกบันทึกไว้เป็นเฟรม ๆ (frame) โดยจากตำแหน่งของรีแฟรกชันที่หาออกมาได้ชุดหนึ่งจะถูกนำมาใช้ในการสร้างหน่วยเซลล์ (unit cell) ในระบบที่เหมาะสม ซึ่งจะได้ข้อมูลเบื้องต้นของผลึก เช่น ความยาวด้านทั้งสาม (a, b, c), มุมระหว่างด้านทั้งสาม (α, β, γ), ระบบผลึก และปริมาตรของหน่วยเซลล์

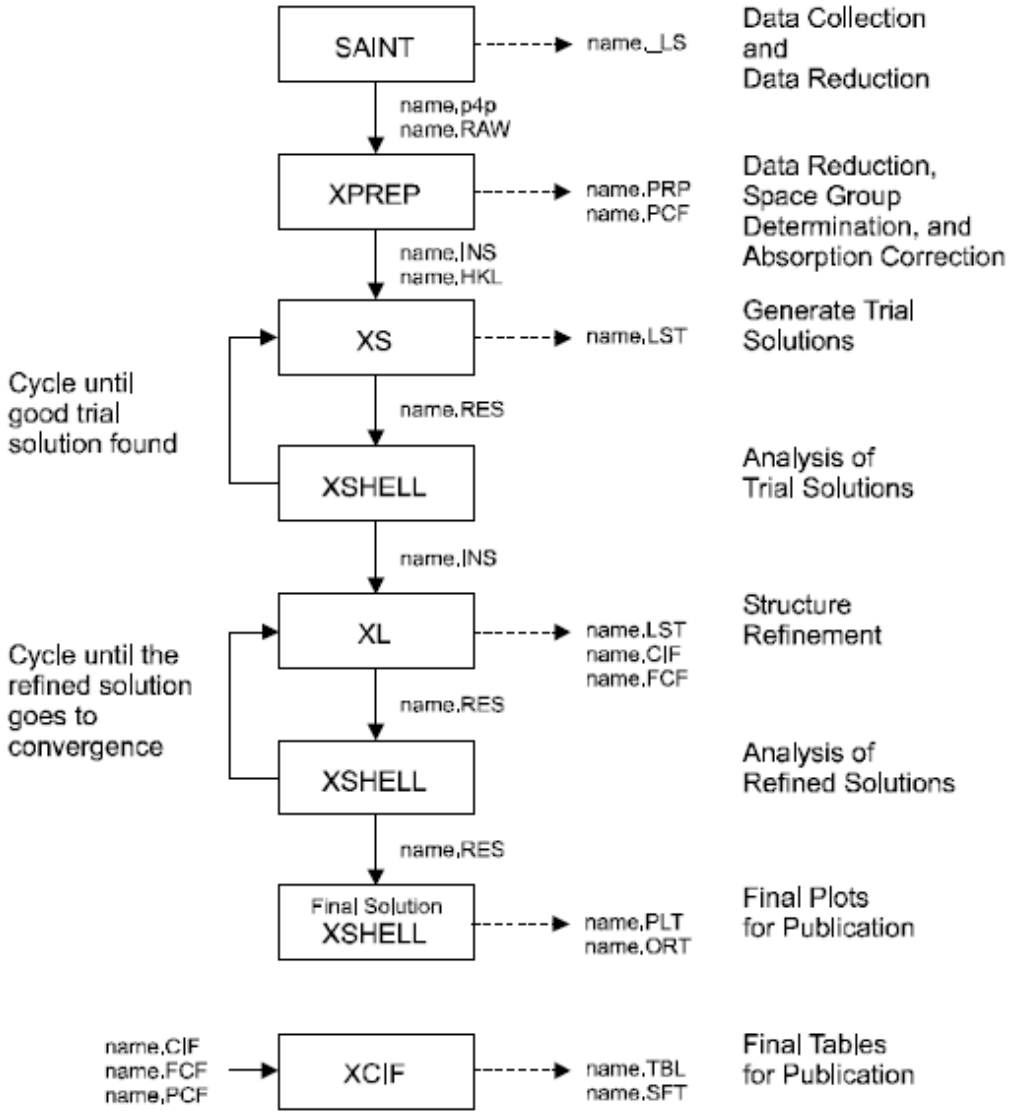
จากข้อมูลการเลี้ยวเบนเบื้องต้น ตรวจสอบระบบผลึกและเซลล์พารามิเตอร์ของหน่วยเซลล์ที่ได้ เมื่อพิจารณาแล้วหน่วยเซลล์สอดคล้องกับโครงสร้างที่จะหา ก็จะทำการเก็บรวบรวมข้อมูลการเลี้ยวเบนทั้งหมด จากนั้นจึงนำข้อมูลความเข้มพร้อมตำแหน่งที่ได้ไปวิเคราะห์หาโครงสร้างผลึกต่อไป



รูปที่ 2.5 แกนหมุนทั้ง 4 ของเครื่องดิฟแฟรกโทมิเตอร์

2.9.6 การหาโครงสร้างโดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ระบบ SHELXTL NT version 6.12

สามารถทำได้โดยการนำข้อมูลที่ได้จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึกมาคำนวณโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป SHELXTL NT version 6.12 โดยมีขั้นตอนแสดงในรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 แผนผังการหาโครงสร้างโดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ระบบ SHELXTL NT version 6.12

บทที่ 3

ผลการทดลอง

3.1 การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติทางกายภาพของสารประกอบเชิงซ้อน

สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนทั้งสาม แสดงในตารางที่ 3.1 ส่วนสมบัติทางกายภาพและความสามารถในการละลายในตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 3.2 และ3.3 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อน

สารตั้งต้น	อัตราส่วนโมล	ตัวทำละลาย	อุณหภูมิ(°C)	สารประกอบเชิงซ้อน
CuCl:PPh_3:dmtu	1: 2 :1	acetonitrile	70-75	$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$
CuBr:PPh_3:dmtu	1: 2 :1	acetone	70-75	$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$
Cu□:PPh_3:dmtu	1: 2 :1	acetone	70-75	$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)$□]

ตารางที่ 3.2 สมบัติทางกายภาพของลิแกนด์ และสารประกอบเชิงซ้อน

สารประกอบ	ลักษณะผลึก	จุดหลอมเหลว(°C)
dmtu	ของแข็งไม่มีสี	61-63
PPh_3	เกร็ดสีขาววาว	79-81
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$	รูปเหลี่ยมไม่มีสี	195-198
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	รูปเหลี่ยมไม่มีสี	188-190
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)$□]	รูปเหลี่ยมไม่มีสี	180-183

ตารางที่ 3.3 แสดงความสามารถในการละลายของสารประกอบเชิงซ้อนในตัวทำละลายต่าง ๆ ที่อุณหภูมิห้อง

สารประกอบ / ตัวทำละลาย	$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$	$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)$ □
H_2O	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย
CH_3OH	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย
C_2H_5OH	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย
CH_3CN	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย
CH_3COCH_3	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย
$CH_3COOC_2H_5$	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย
$CHCl_3$	ละลาย	ละลาย	ละลาย
CH_2Cl_2	ละลาย	ละลาย	ละลาย
$n\text{-}C_6H_{12}$	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย
DMSO	ละลาย	ละลาย	ละลาย

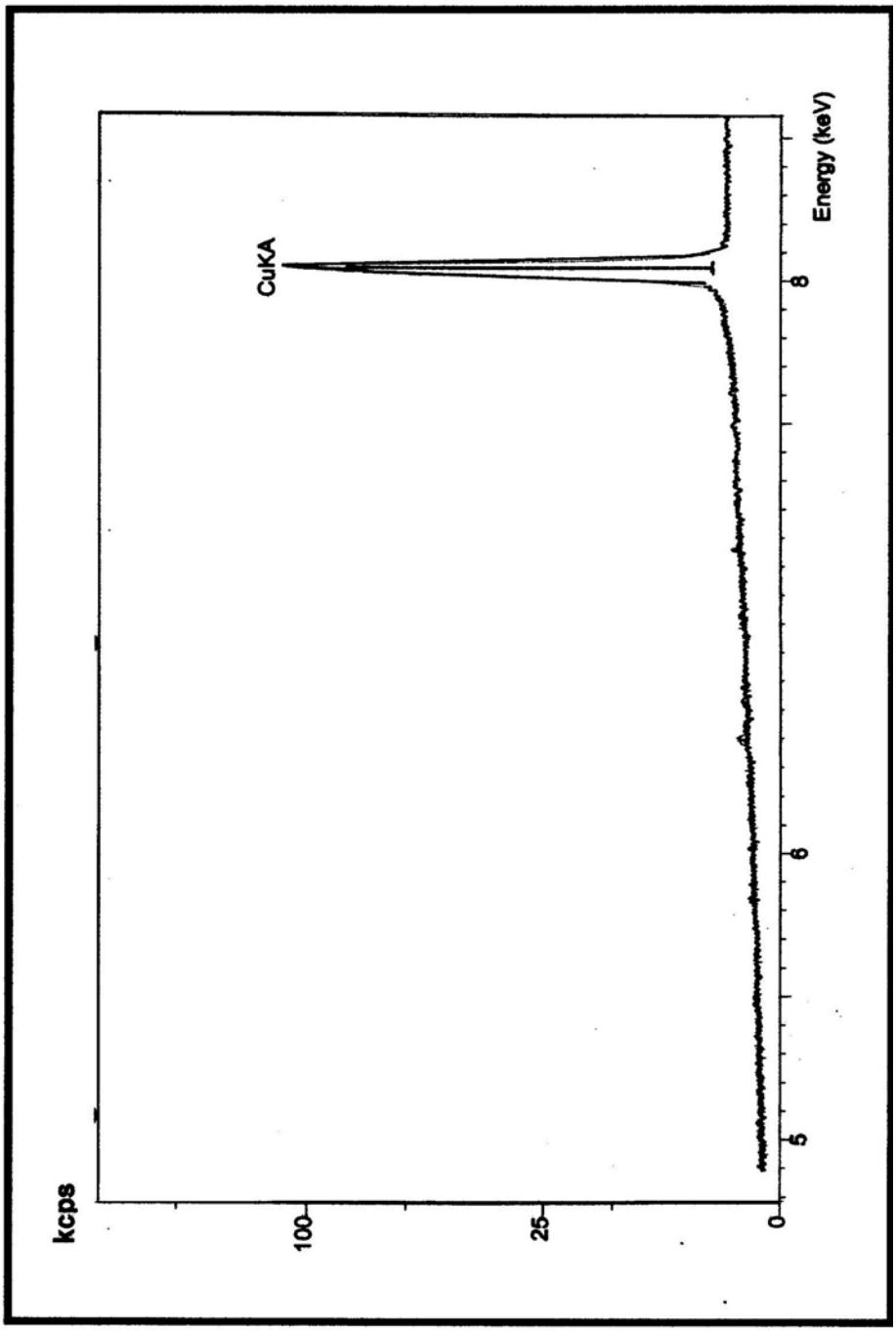
3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน

ตารางที่ 3.4 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน

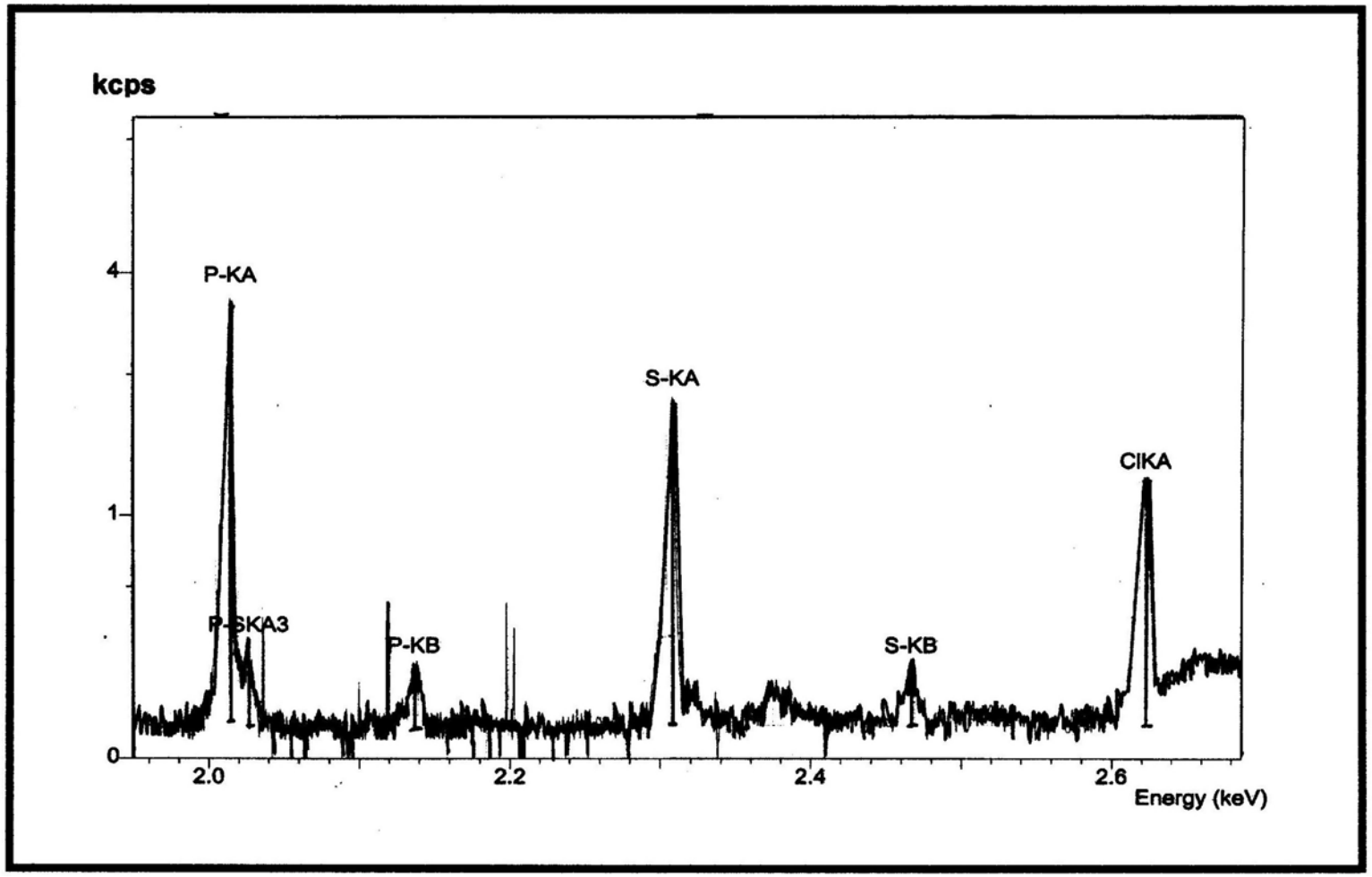
สูตรสารประกอบเชิงซ้อน(สูตรเคมี)		ปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบ(%)			
		C	H	N	S
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$	คำนวณ	64.20	5.32	4.68	4.28
	ทดลอง	64.24	5.38	4.70	4.22
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	คำนวณ	64.86	5.30	3.89	4.43
	ทดลอง	64.82	5.48	3.91	4.38
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)$ □	คำนวณ	57.18	4.67	3.41	3.91
	ทดลอง	57.23	5.57	3.40	3.76

3.3 การวิเคราะห์หาชนิดของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อนโดยใช้เทคนิค XRF

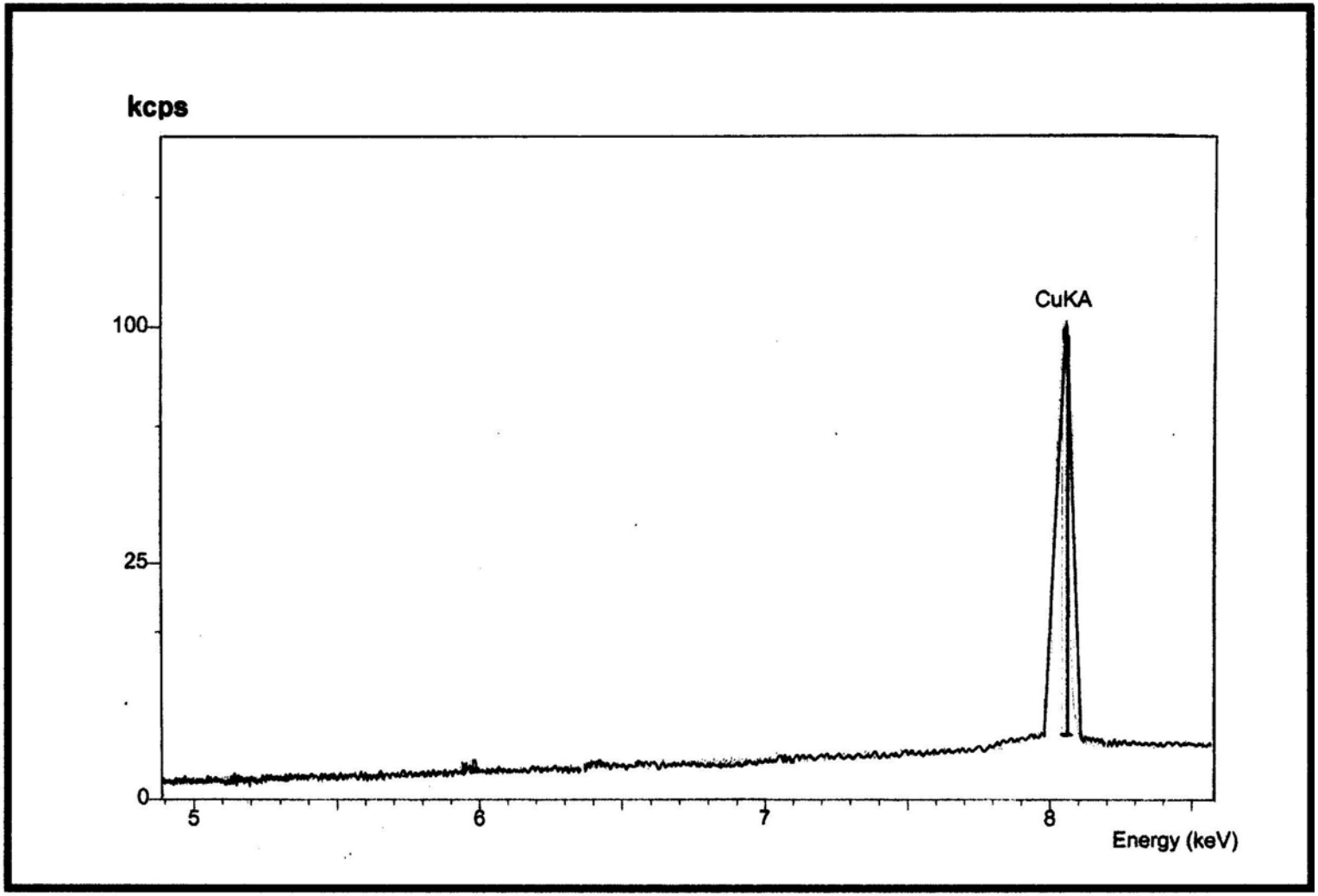
XRF สเปกตรัมของธาตุต่าง ๆ ในสารสารประกอบเชิงซ้อน แสดงดังรูปที่ 3.1-3.8



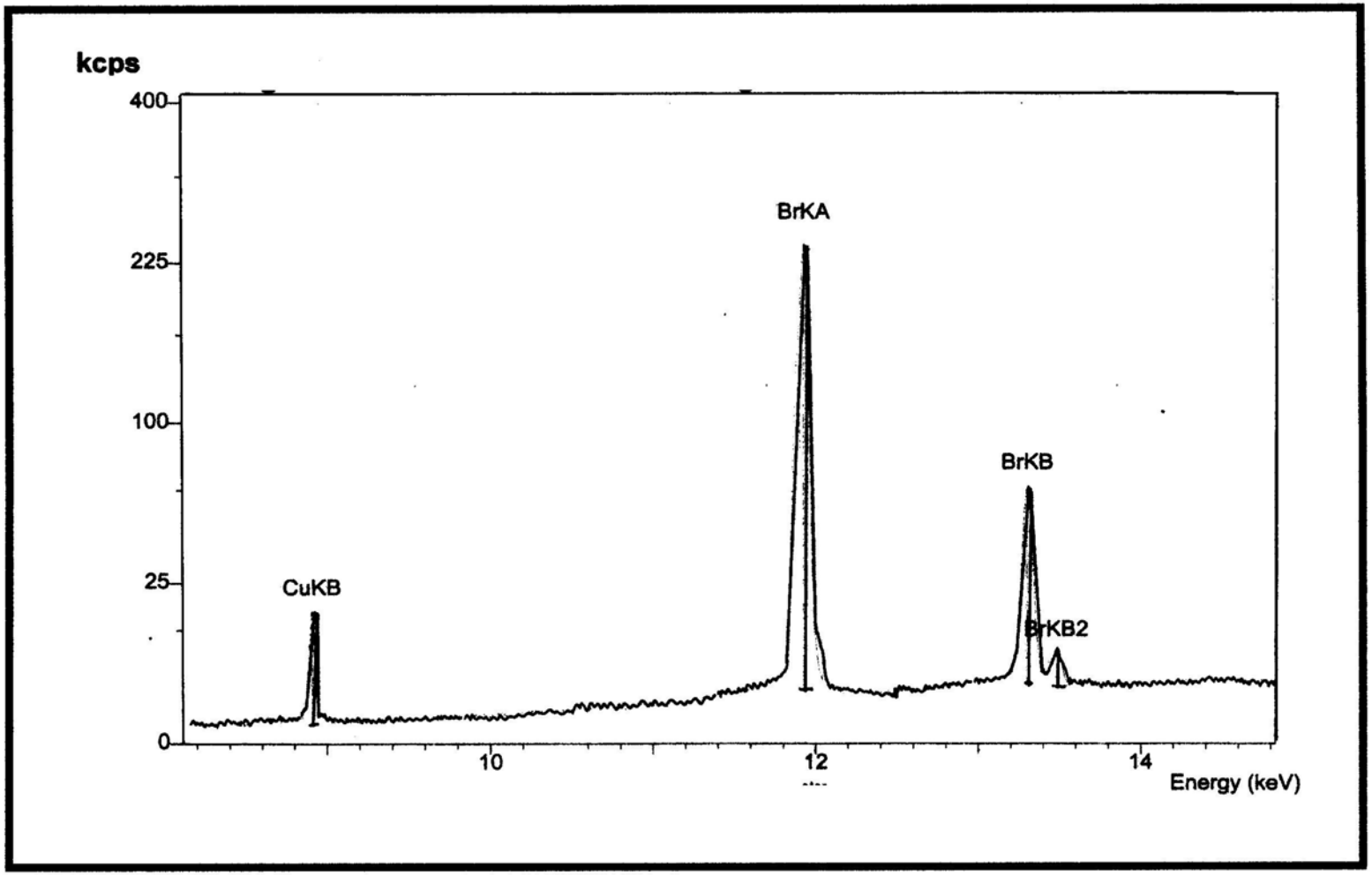
รูปที่ 3.1 XRF สเปกตรัมของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$



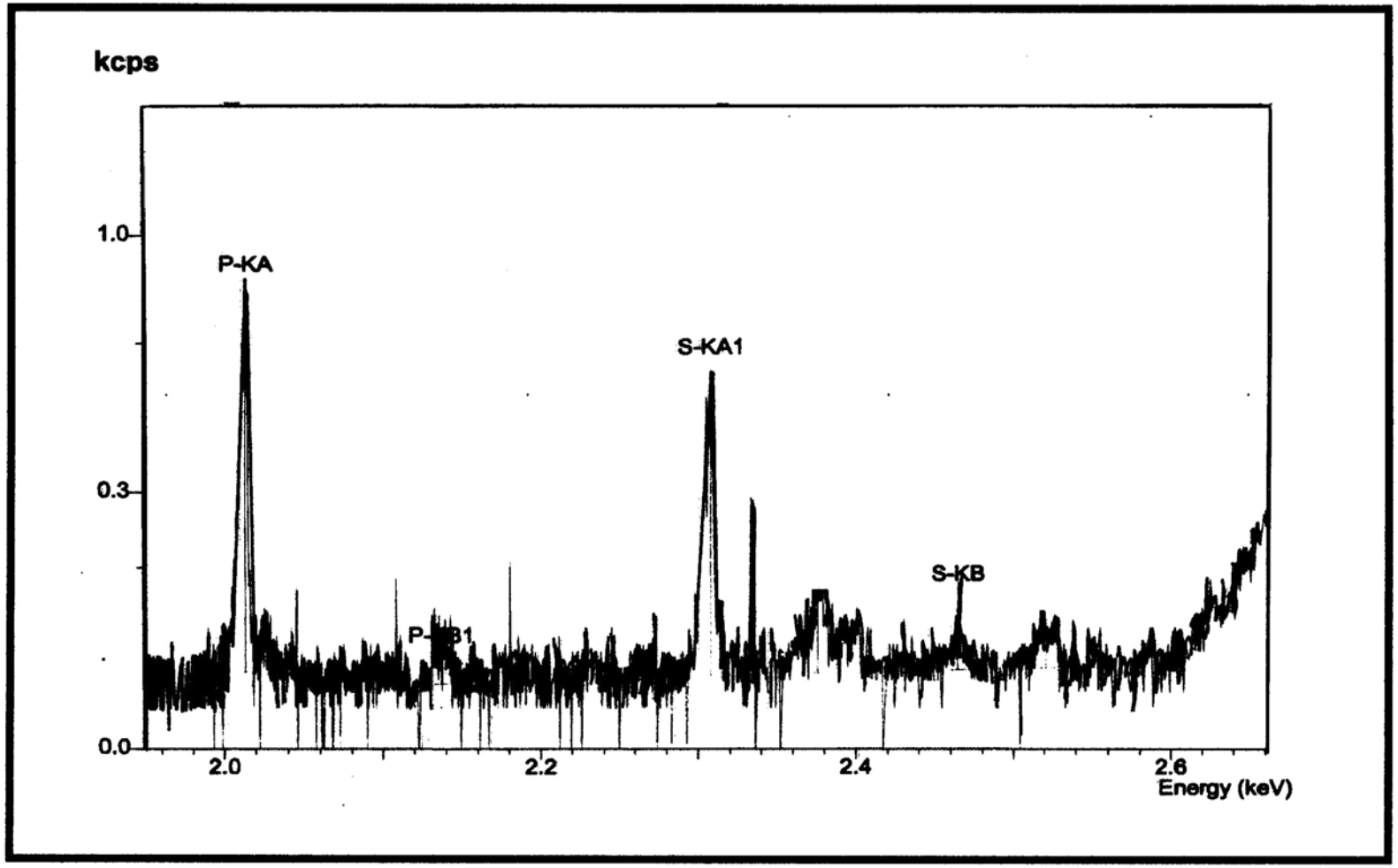
รูปที่ 3.2 XRF สเปกตรัมของซัลเฟอร์, ฟอสฟอรัสและ คลอรีนในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$



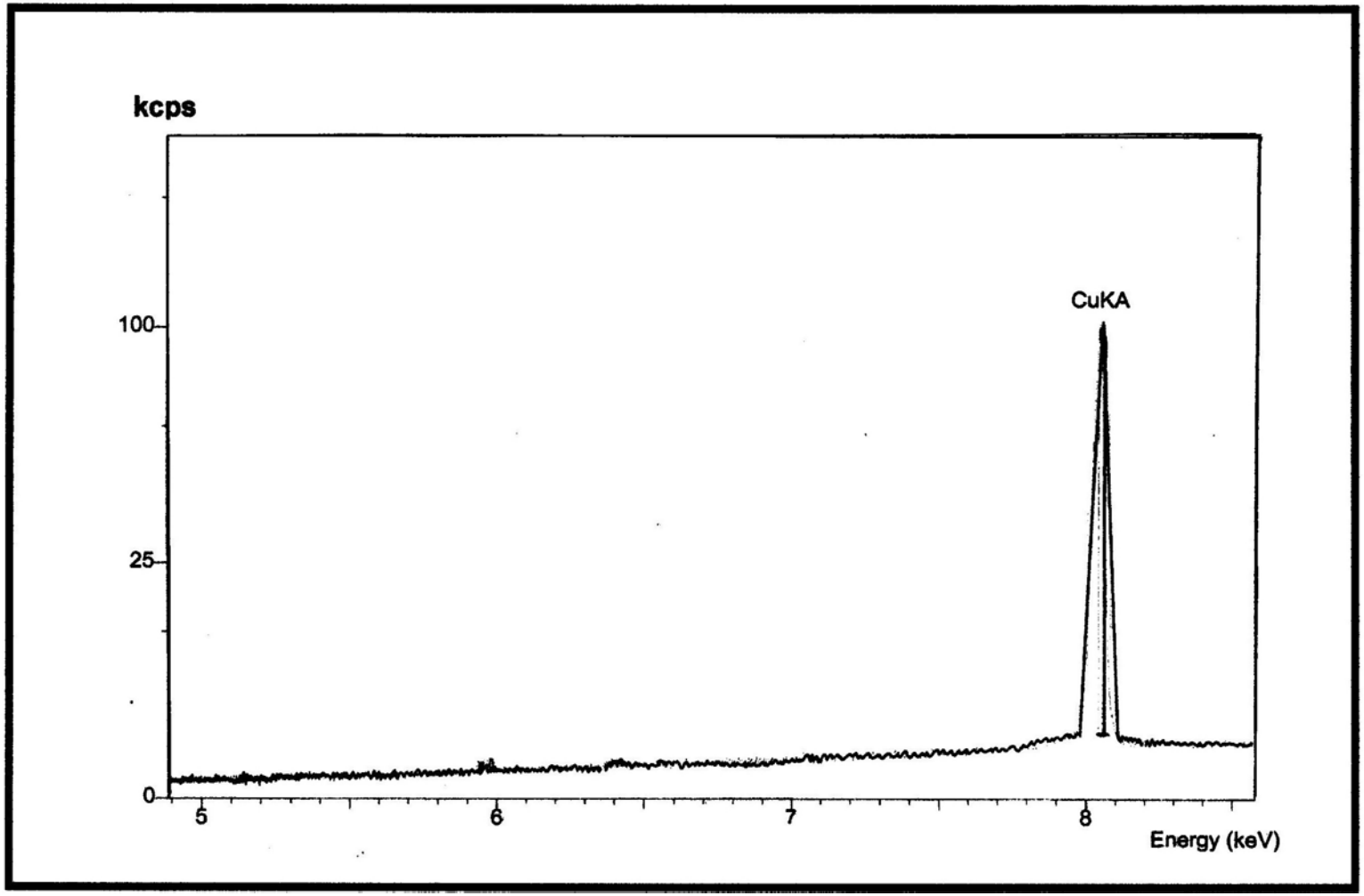
รูปที่ 3.3 XRF สเปกตรัมของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$



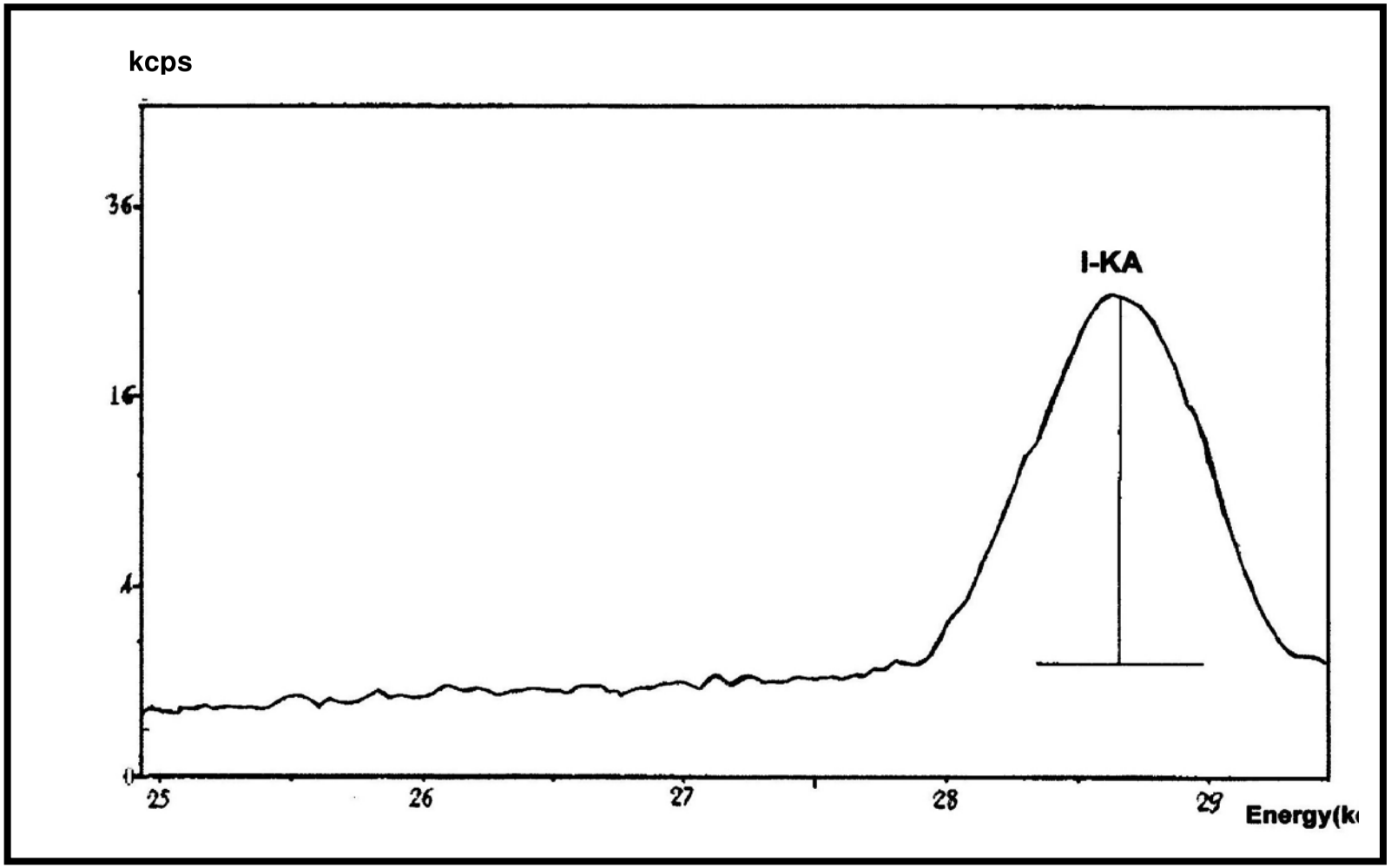
รูปที่ 3.4 XRF สเปกตรัมของโบรมีนในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$



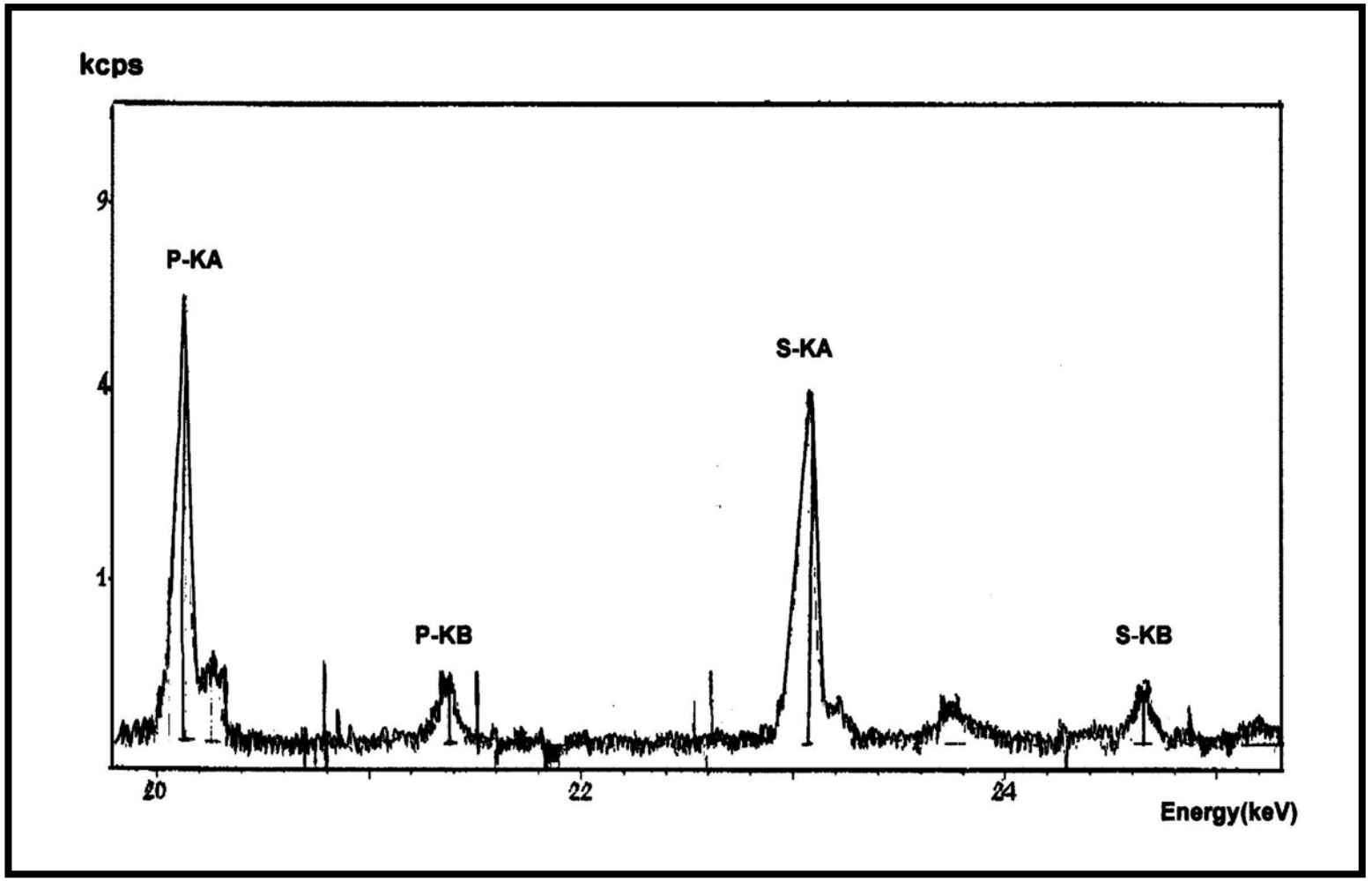
รูปที่ 3.5 XRF สเปกตรัมของซัลเฟอร์และฟอสฟอรัสในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$



รูปที่ 3.6 XRF สเปกตรัมของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)]$



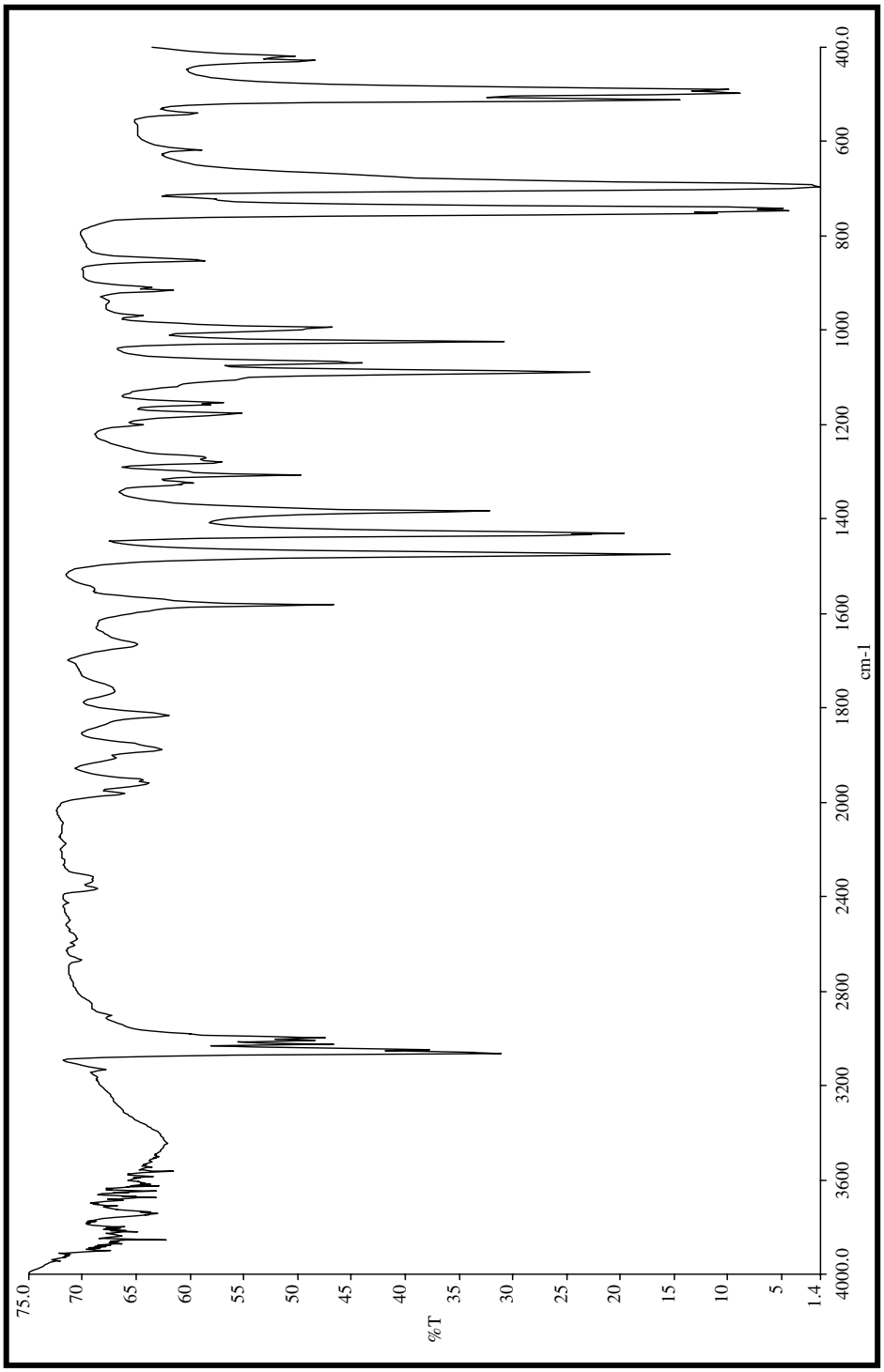
รูปที่ 3.7 XRF สเปกตรัมของไอโอดีนในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)]$



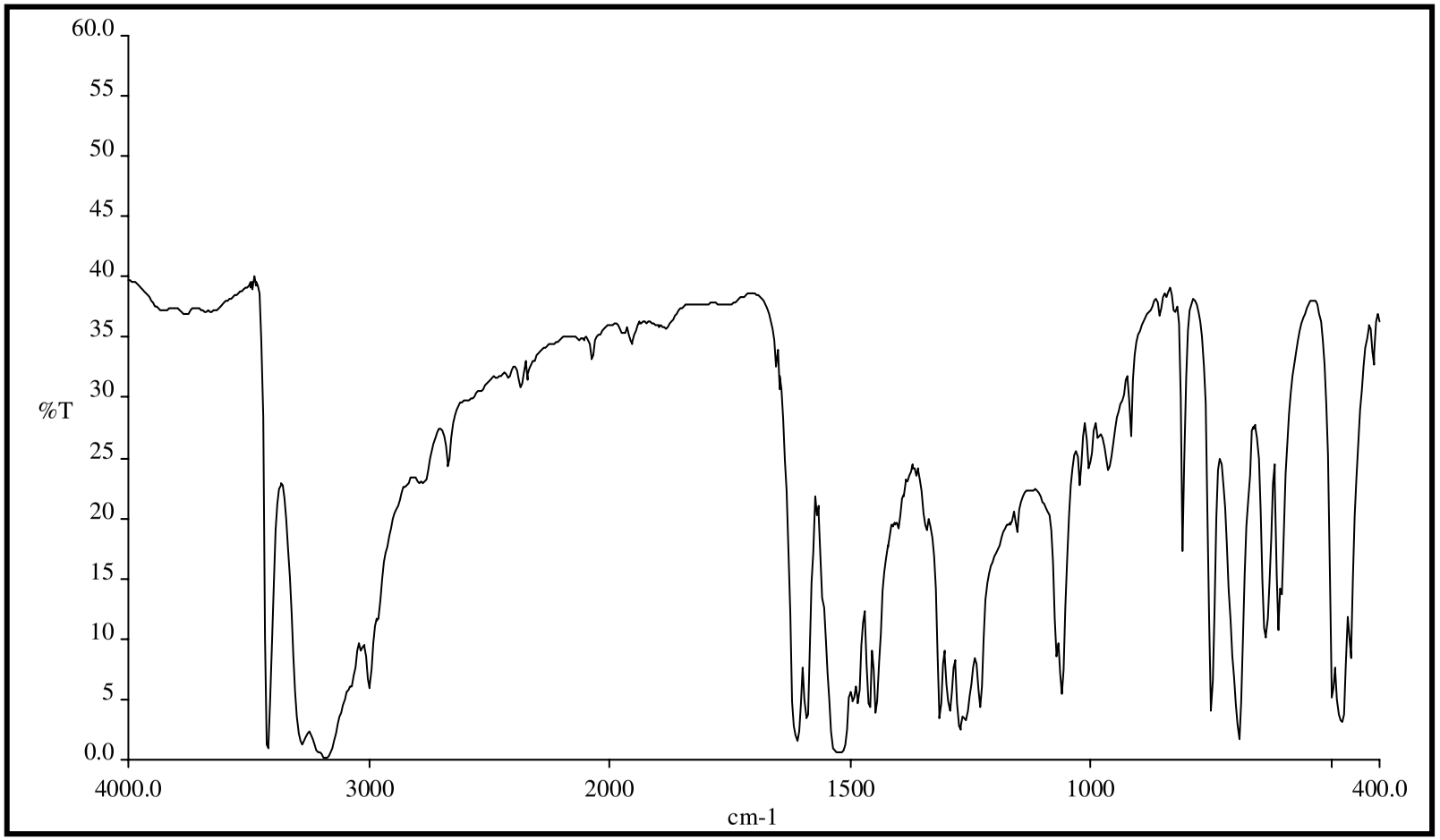
รูปที่ 3.8 XRF สเปกตรัมของฟอสฟอรัสและซัลเฟอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)]$

3.4 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของแถบการดูดกลืน FT-IR

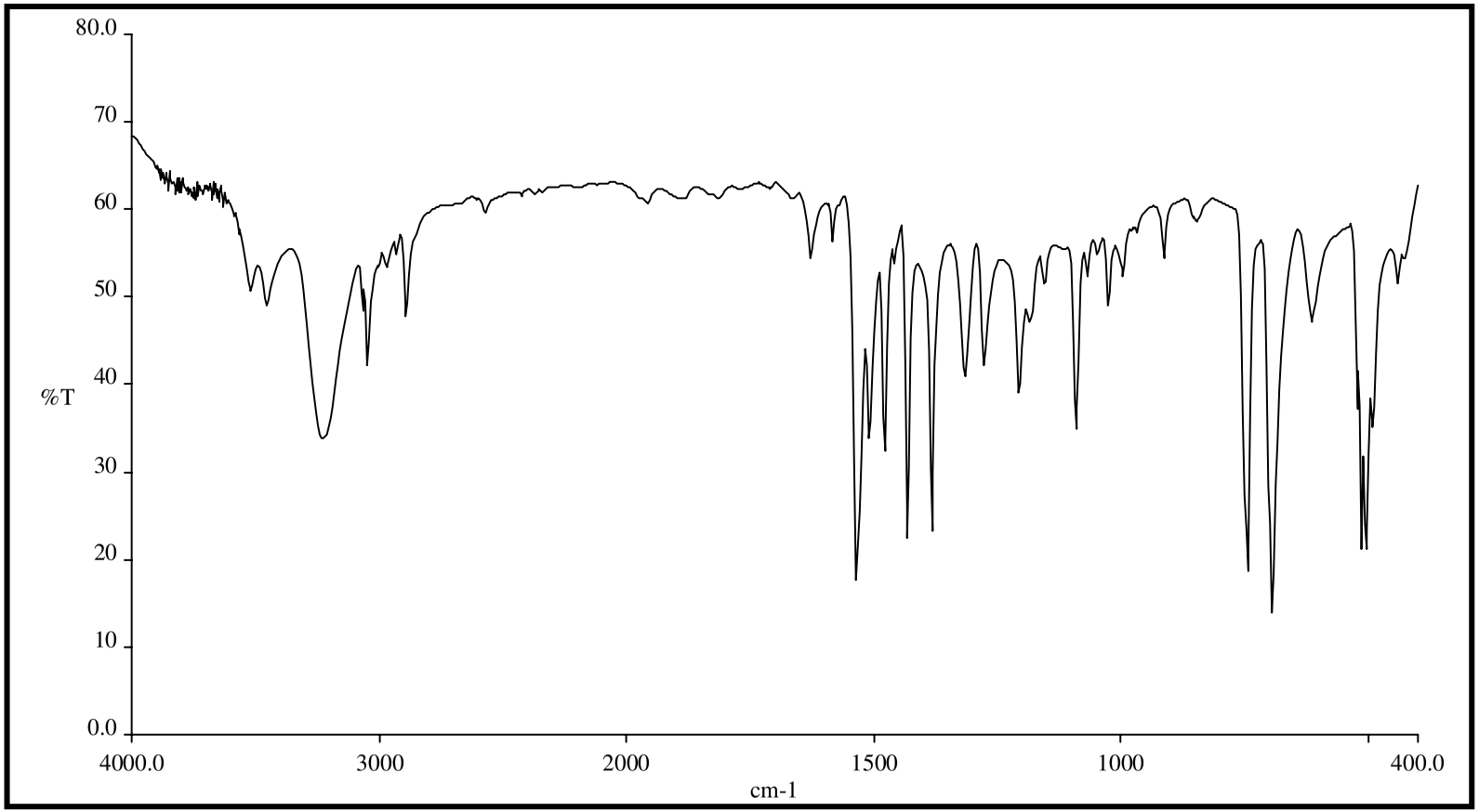
FT-IR สเปกตรัมของลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีน ไดเมทิลไธโอยูเรีย และสารประกอบเชิงซ้อน แสดงดังรูปที่ 3.9-3.13



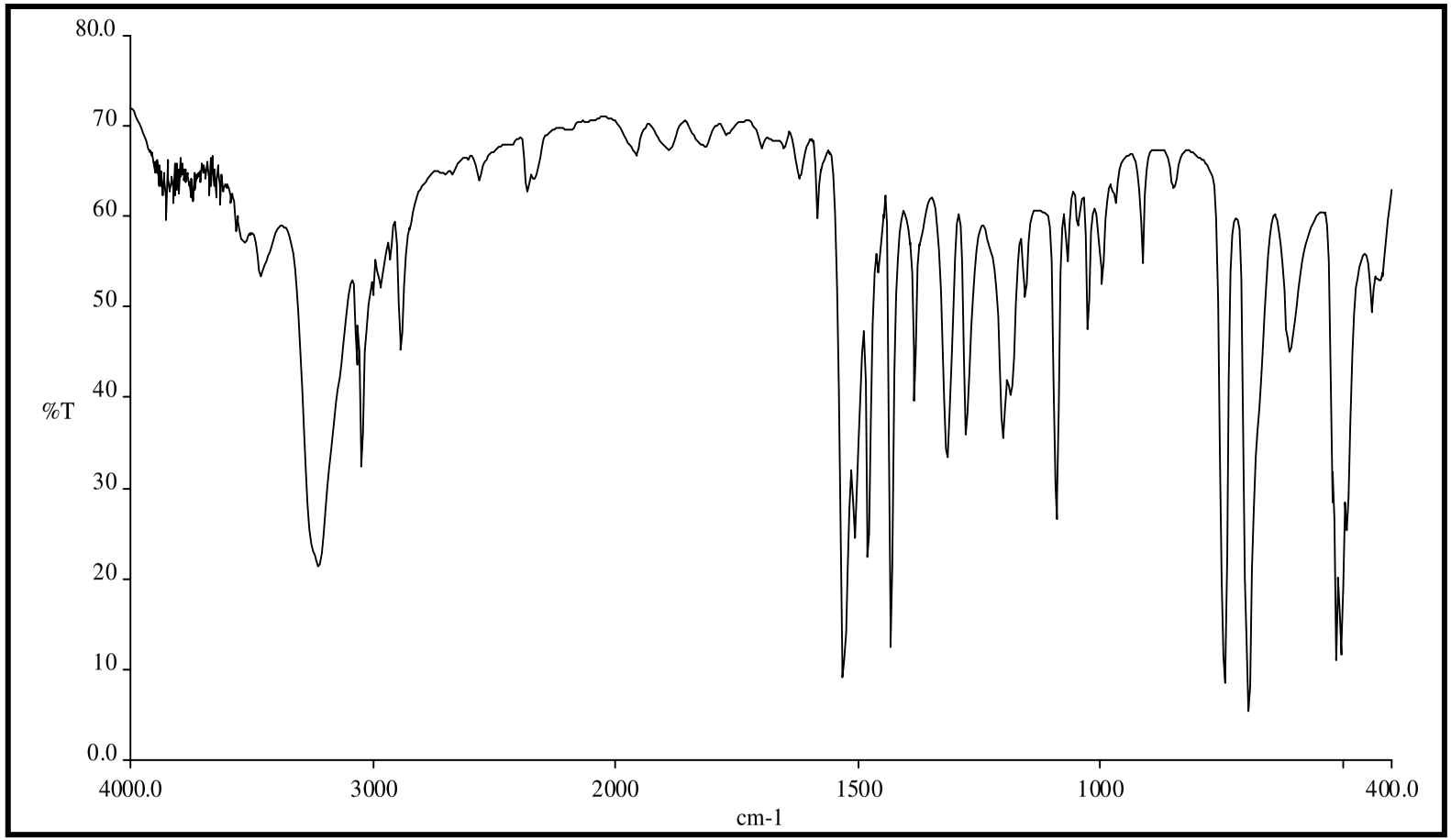
รูปที่ 3.9 FT-IR สเปกตรัมของลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีน



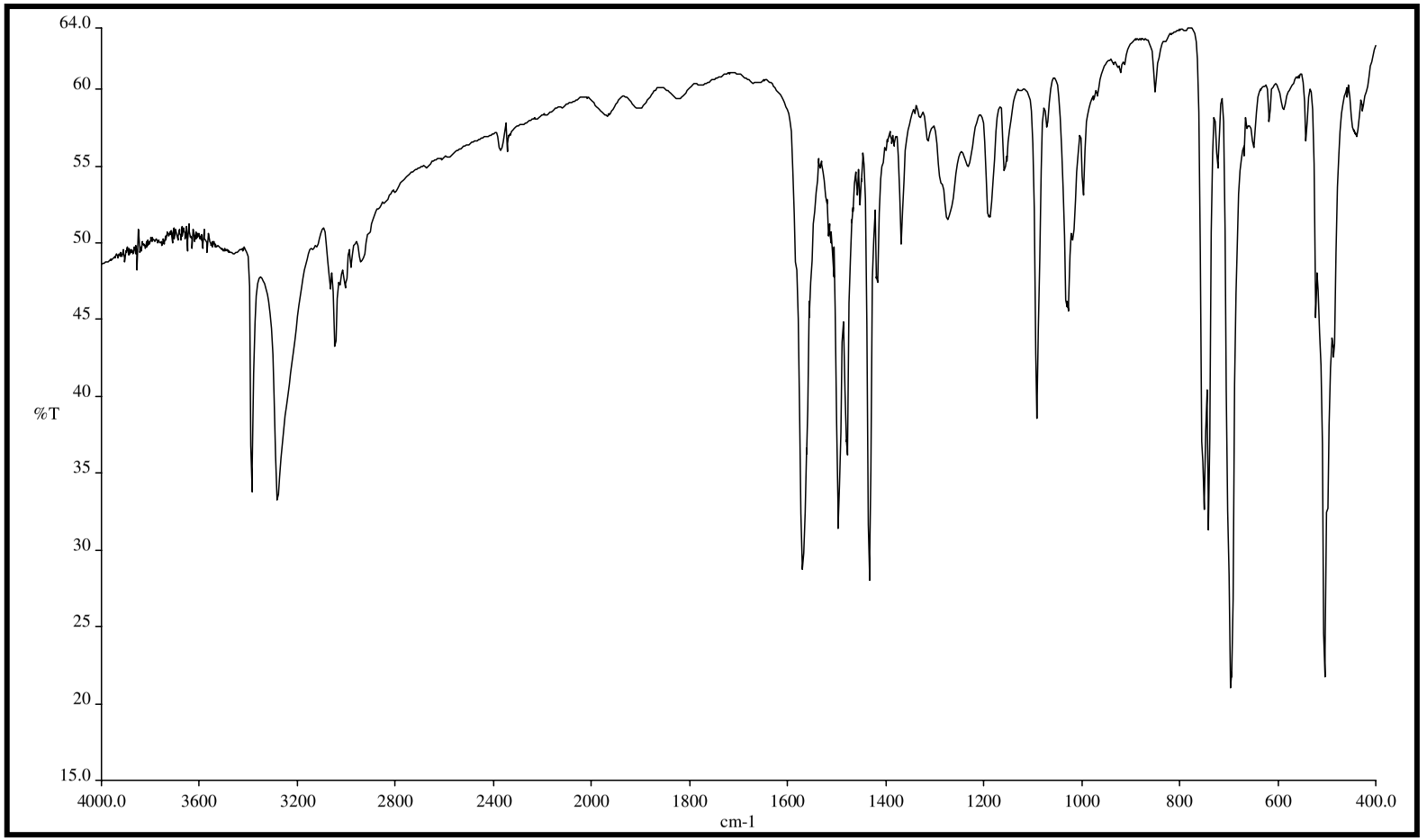
รูปที่ 3.10 FT-R สเปกตรัมของลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรีย



รูปที่ 3.11 FT-IR สเปกตรัมของในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$



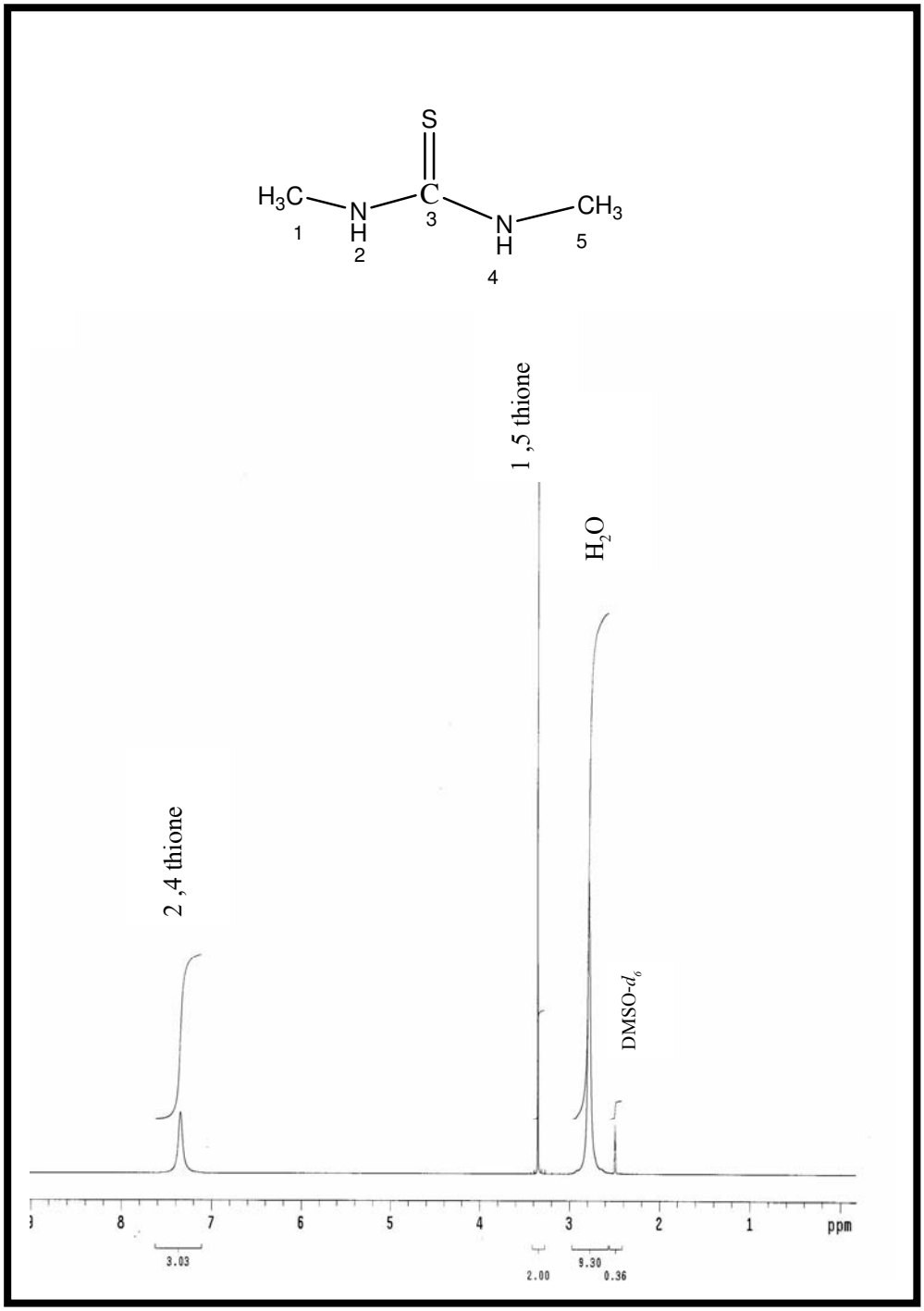
รูปที่ 3.12 FT-R สเปกตรัมของในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$



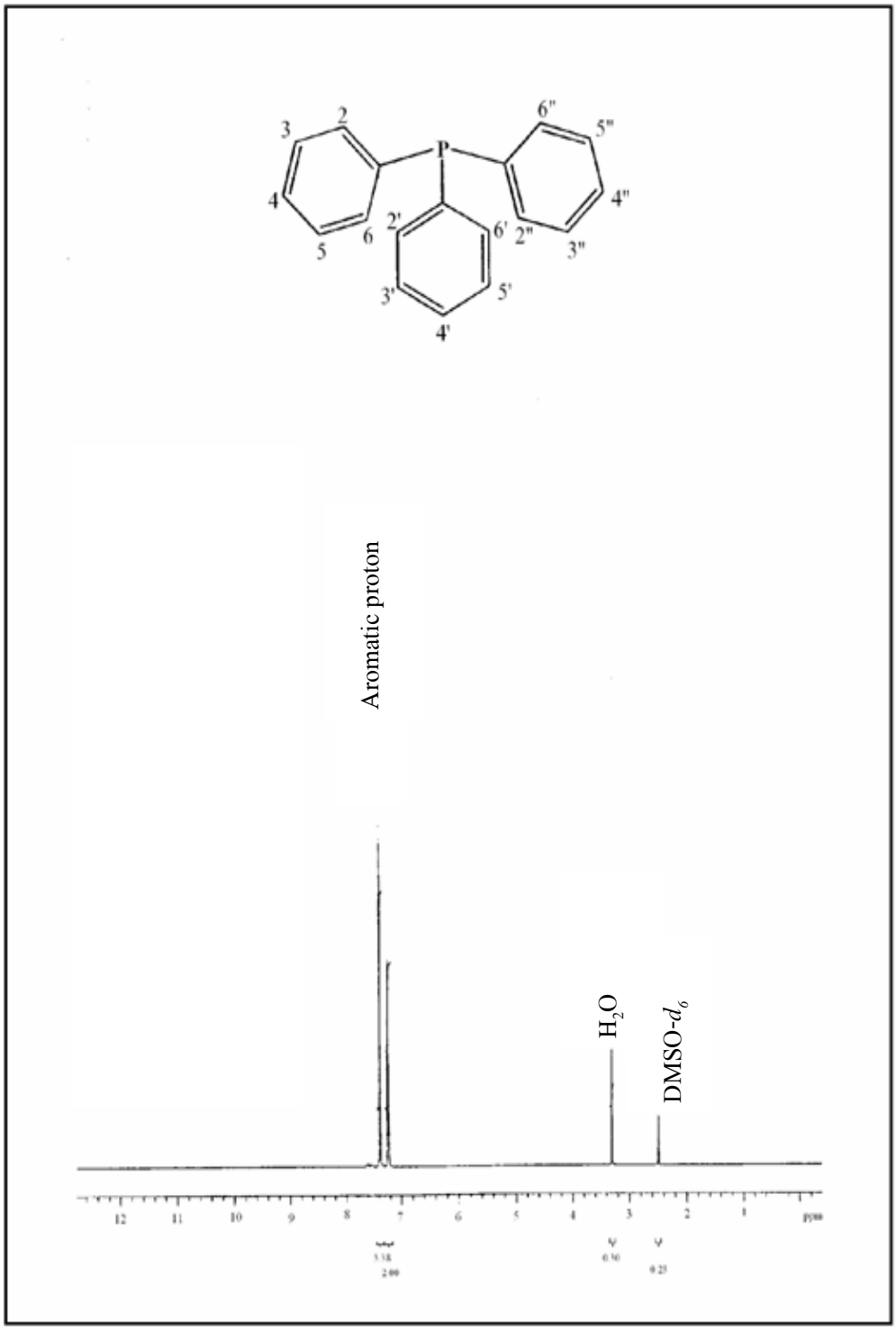
รูปที่ 3.13 FT-IR สเปกตรัมของในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)]$

3.5 การศึกษา ^{1}H NMR และ ^{13}C NMR

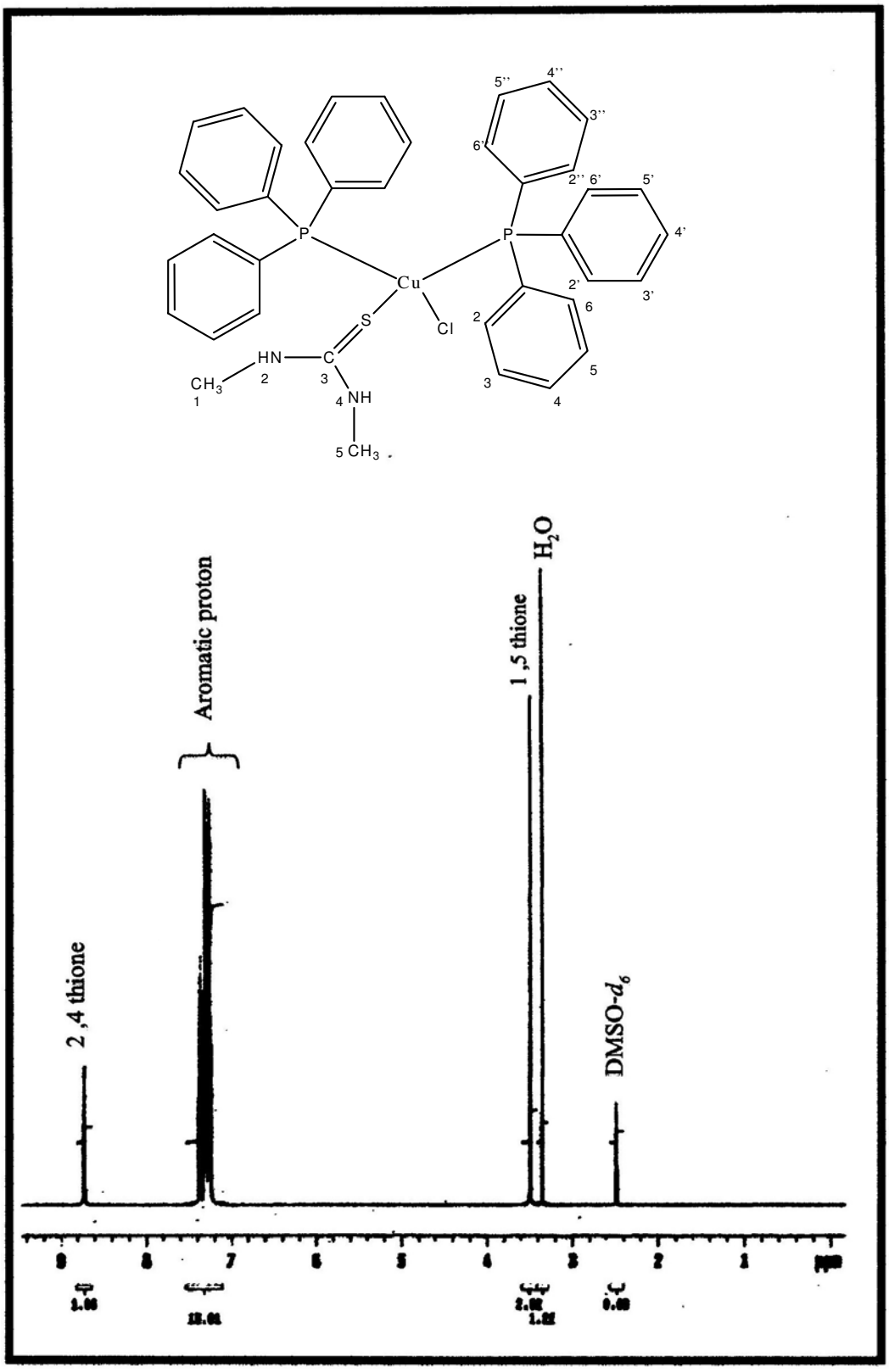
^{1}H NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรีย ไตรฟีนิลฟอสฟีน และสารประกอบเชิงซ้อนแสดงดังรูปที่ 3.14 – 3.18



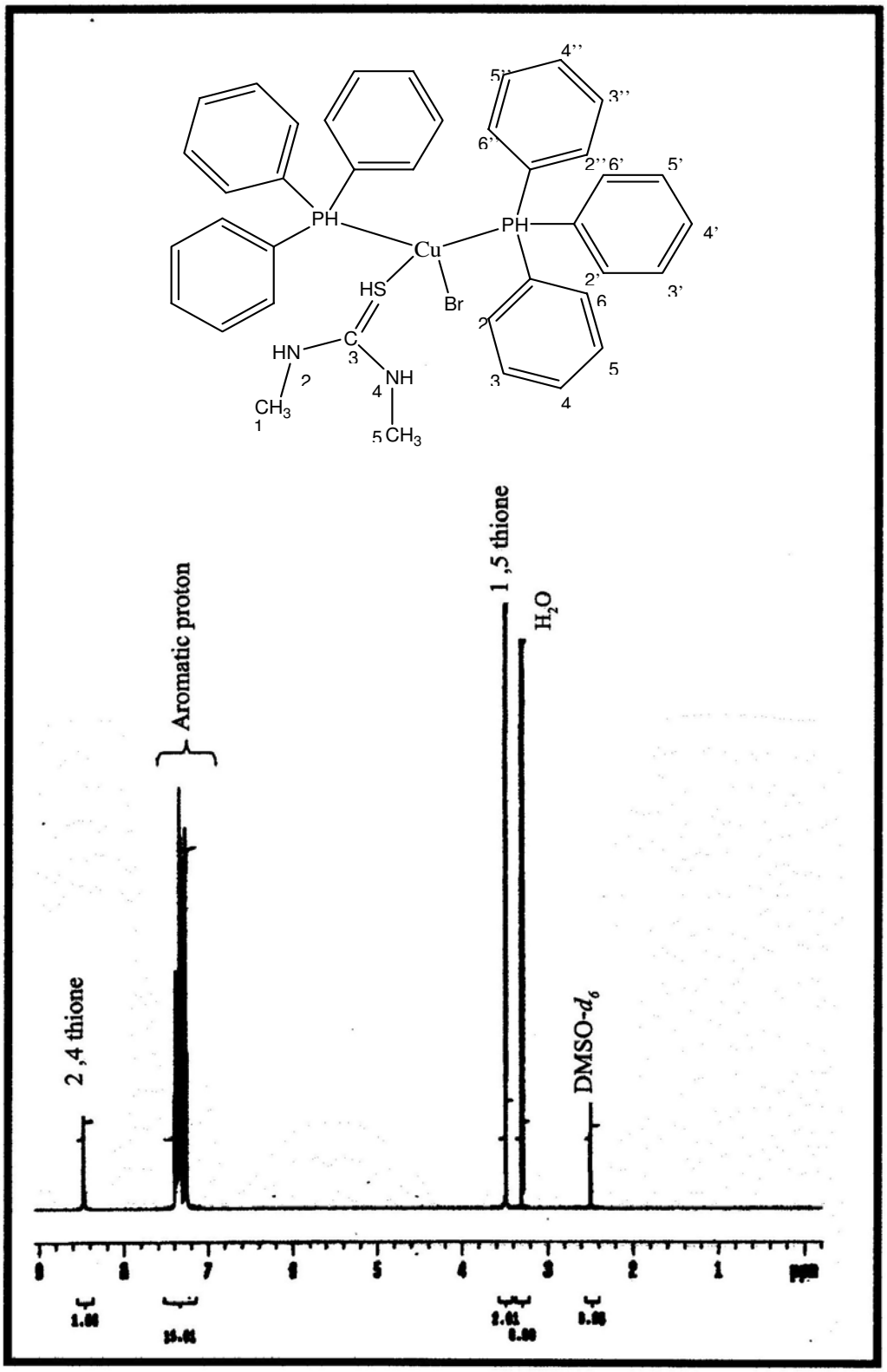
รูปที่ 3.14 ^{1}H NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรียใน DMSO-d_6



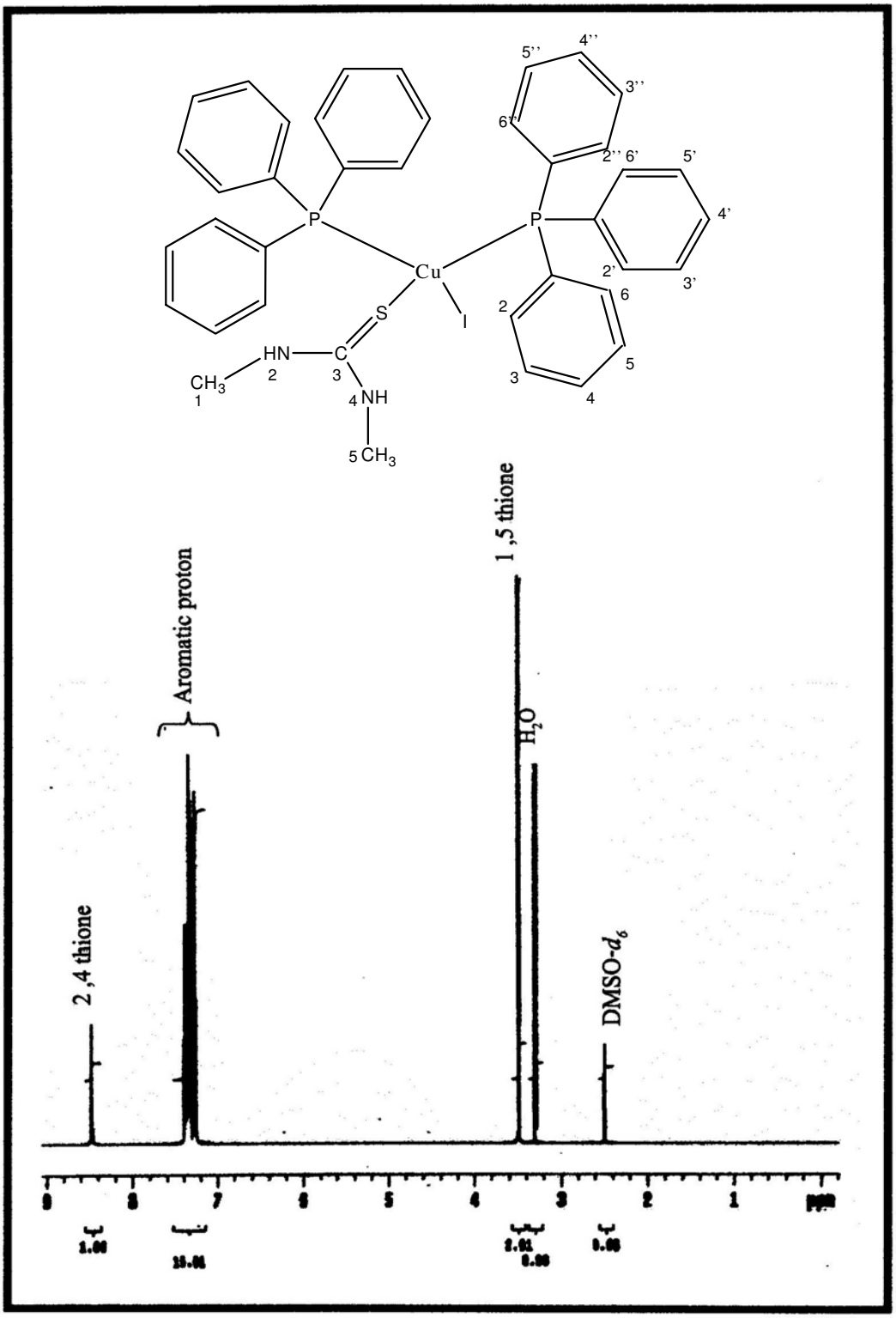
รูปที่ 3.15 ^{1}H NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีนใน DMSO-d_6



รูปที่ 3.16 ^{1}H NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl] \cdot 0.5CH_3CN$ ใน DMSO-d_6

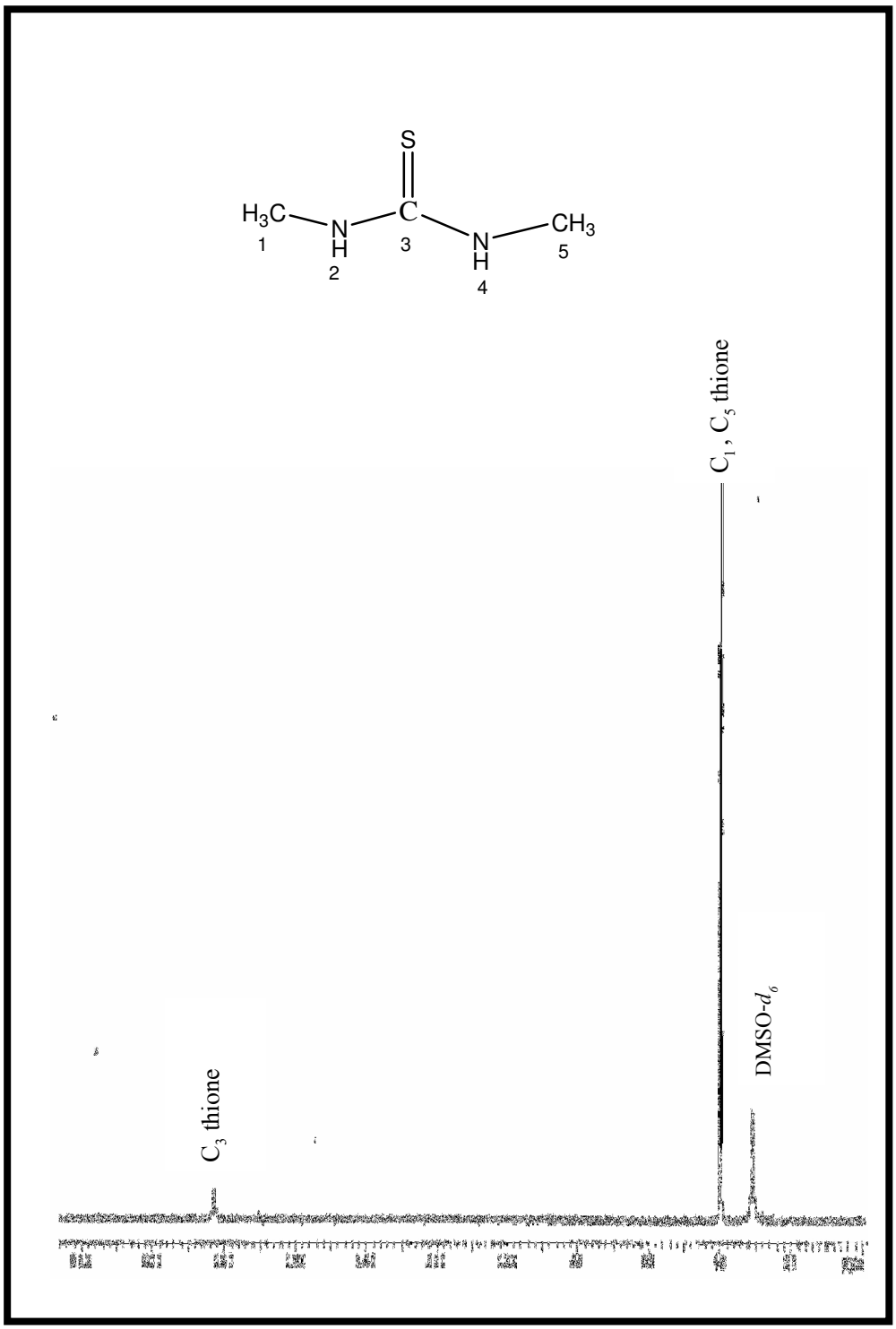


รูปที่ 3.17 ^{1}H NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ใน DMSO-d_6

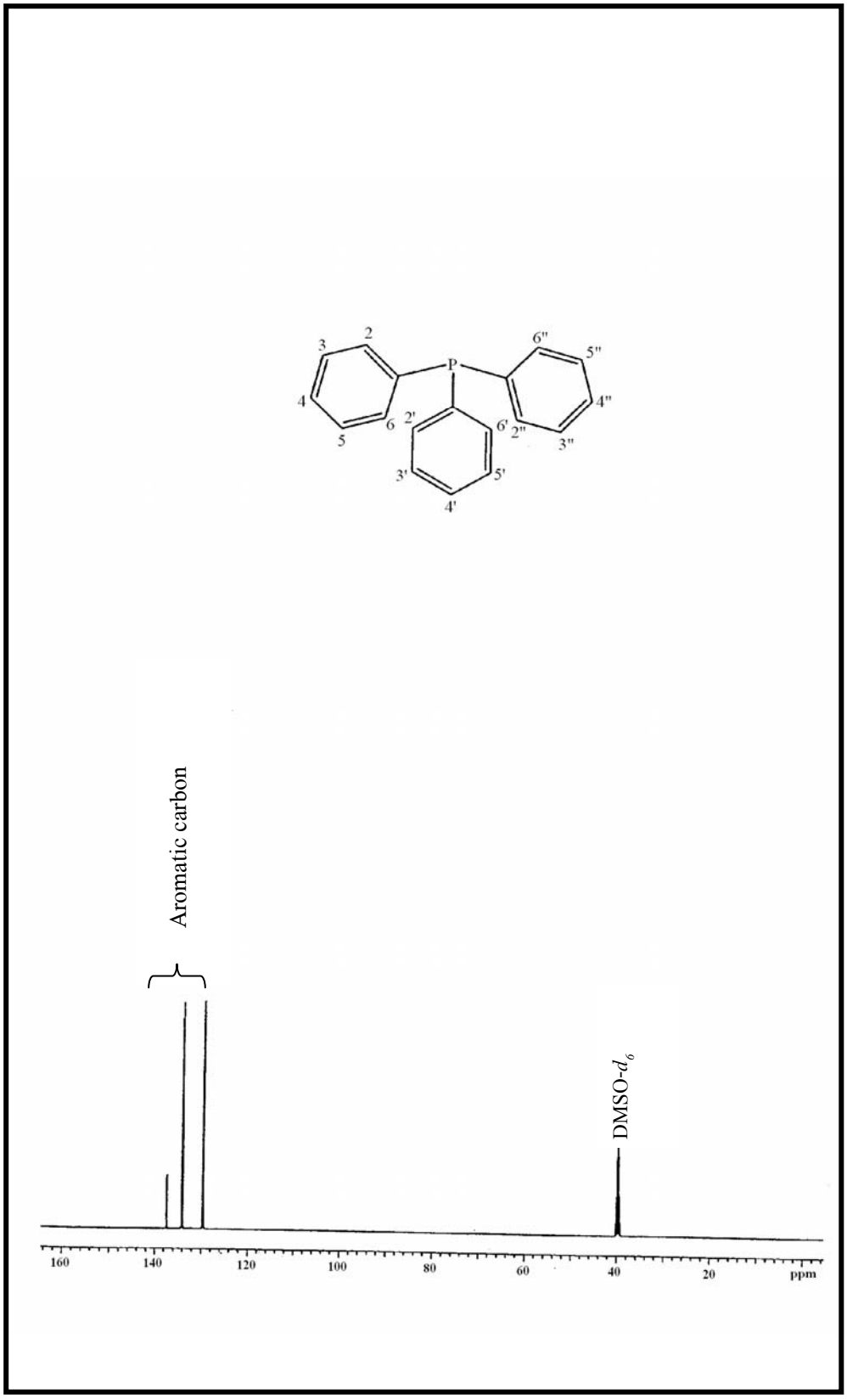


รูปที่ 3.18 ^{1}H NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [$Cu(PPh_3)_2$(dmtu)]ใน DMSO-d_6

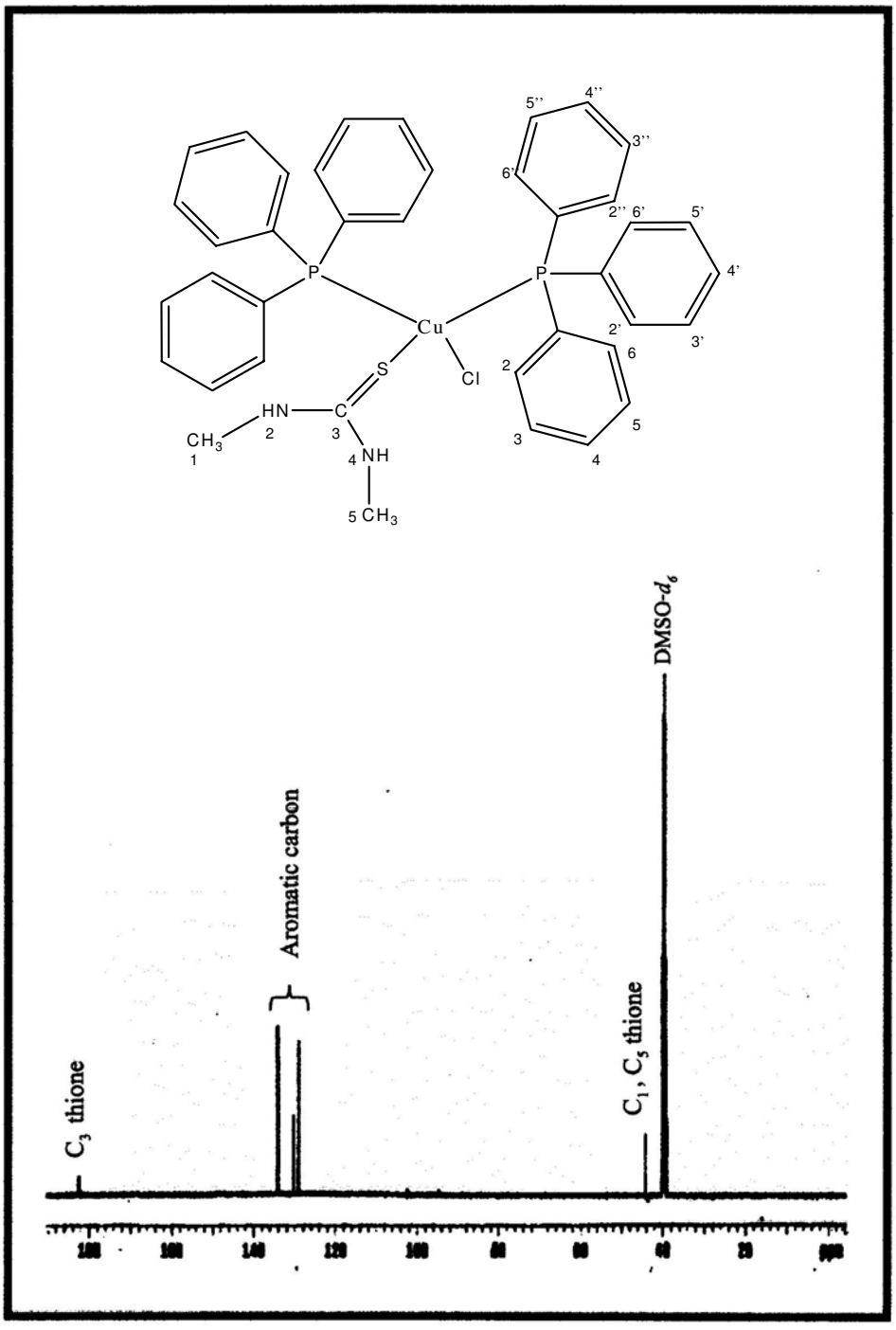
^{13}C NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรีย ไตรฟีนิลฟอสฟีน และสารประกอบเชิงซ้อน แสดงดังรูปที่ 3.19 – 3.23



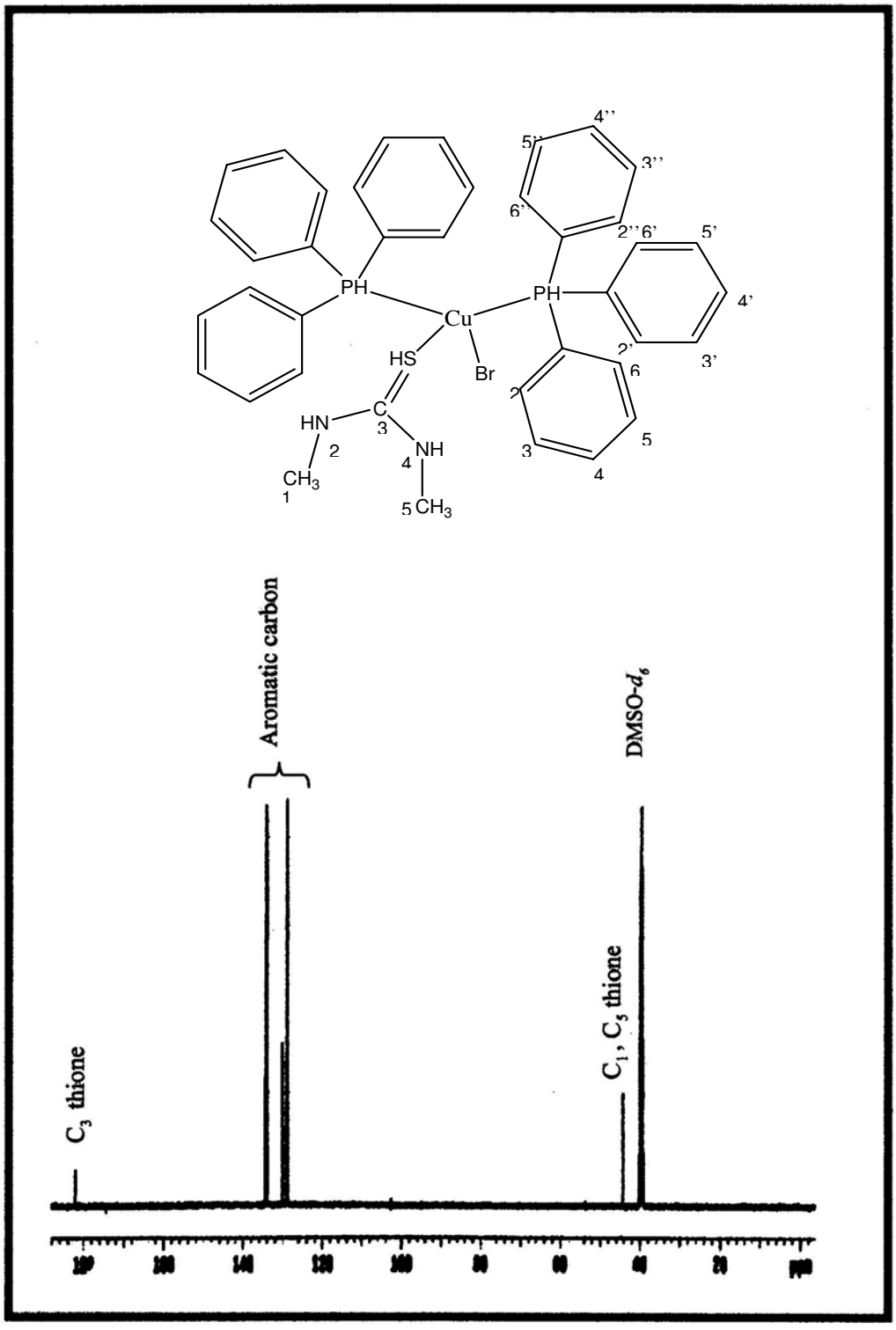
รูปที่ 3.19 ^{13}C NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรียใน DMSO-d_6



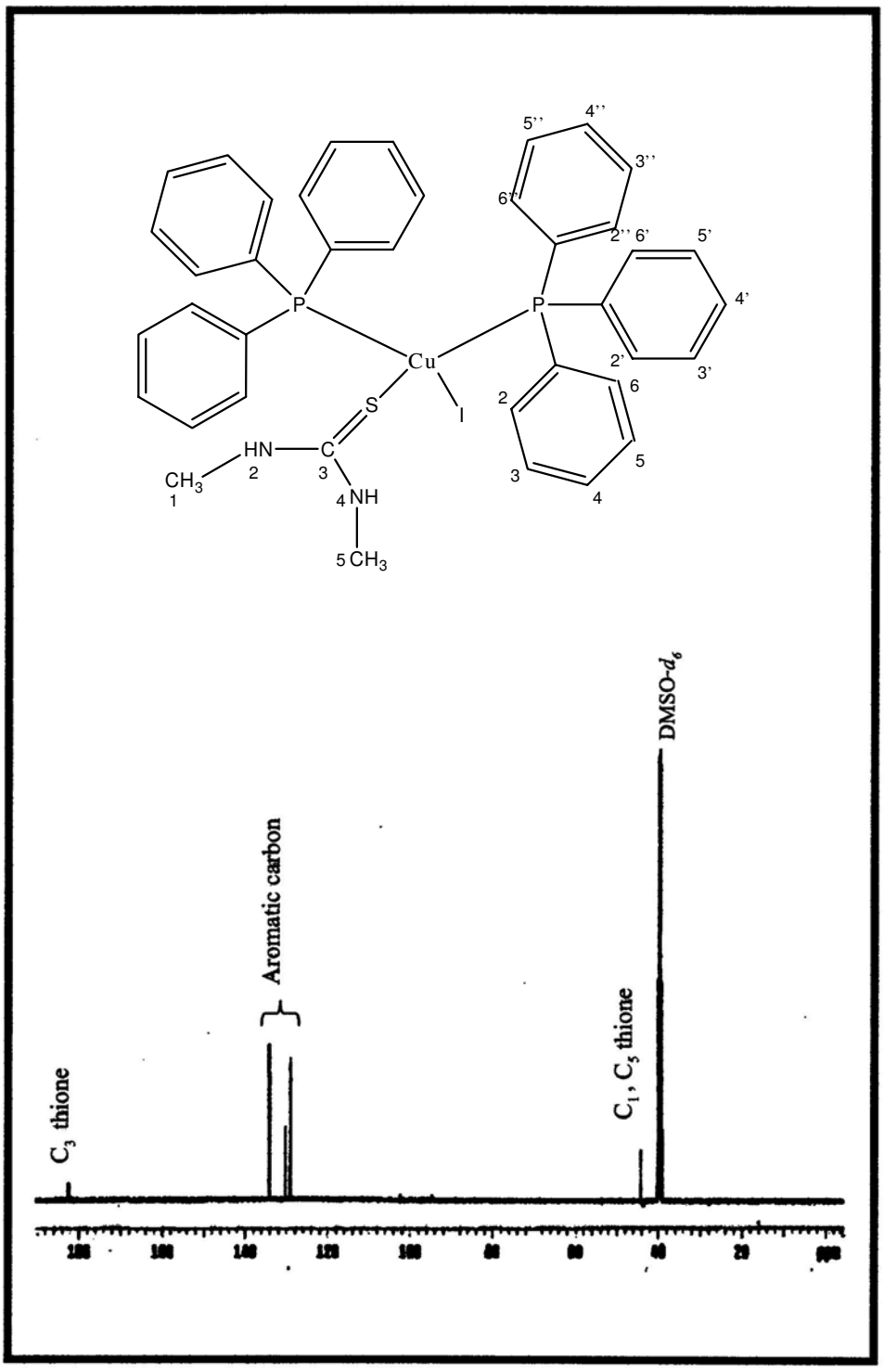
รูปที่ 3.20 ^{13}C NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีนใน DMSO-d_6



รูปที่ 3.21 ^{13}C NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl] \cdot 0.5CH_3CN$ ใน DMSO-d_6



รูปที่ 3.22 ^{13}C NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ใน DMSO-d_6



รูปที่ 3.23 ^{13}C NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)]$ ใน DMSO-d_6

3.6 การศึกษาโครงสร้างสารประกอบเชิงซ้อนโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว

ได้ทำการเก็บข้อมูลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยวและหาโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้โดยใช้โปรแกรม SHELXTL NT version 6.12

ตารางที่ 3.5 ข้อมูลผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$

Empirical formula	C40 H39.5 Cl Cu N2.5 P2 S1	
Formula weight	748.26	
Temperature	293(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	$P2_1/n$	
Unit cell dimensions	a = 13.7503(4) Å	$\alpha = 90^o$
	b = 30.0495(9) Å	$\beta = 90.8740(10)^o$
	c = 18.4227(5) Å	$\gamma = 90^o$
Volume	7611.2(4) Å^3	
Z	8	
Density (calculated)	1.306 Mg/m^3	
Absorption coefficient	0.814 mm^{-1}	
F(000)	3112	
Crystal size	0.356 □0.121 □0.079 mm^3	
Theta range for data collection	1.30 to 25.00 ^{o}.	
□nde□ranges	-16<=h<=16, -35<=k<=35, -21<=l<=21	
Reflections collected	70507	
□ndependent reflections	13413 [R(int) = 0.0594]	
Completeness to theta = 25.00^o	100.0 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Ma□.and min. transmission	0.940 and 0.777	
Refinement method	Full-matri□least-squares on F^2	
Goodness-of-fit on F^2	1.095	

Final *R* indices [$I>2\sigma(I)$]	*R1* = 0.0530, *wR2* = 0.1031
R indices (all data)	*R1* = 0.0744, *wR2* = 0.1110
Largest diff. peak and hole	0.525 and -0.245 e. $Å^{-3}$

ตารางที่ 3.6 ความยาวพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl] \cdot 0.5CH_3CN$

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
โมเลกุล A	
Cu(1A)-P(1A)	2.2847(9)
Cu(1A)-P(2A)	2.2850(9)
Cu(1A)-S(1A)	2.3716(10)
Cu(1A)-Cl(1A)	2.4014(9)
S(1A)-C(37A)	1.709(3)
N(1A)-C(37A)	1.331(4)
N(2A)-C(39A)	1.444(4)
N(2A)-H(2AA)	0.876(18)
P(1A)-C(7A)	1.832(3)
P(1A)-C(13A)	1.835(3)
P(1A)-C(1A)	1.838(3)
P(2A)-C(25A)	1.825(3)
P(2A)-C(19A)	1.830(4)
P(2A)-C(31A)	1.834(4)
โมเลกุล B	
Cu(1B)-P(2B)	2.2831(9)
Cu(1B)-P(1B)	2.2989(9)
Cu(1B)-S(1B)	2.3857(9)
Cu(1B)-Cl(1B)	2.3956(9)

ตารางที่ 3.6 (ต่อ)

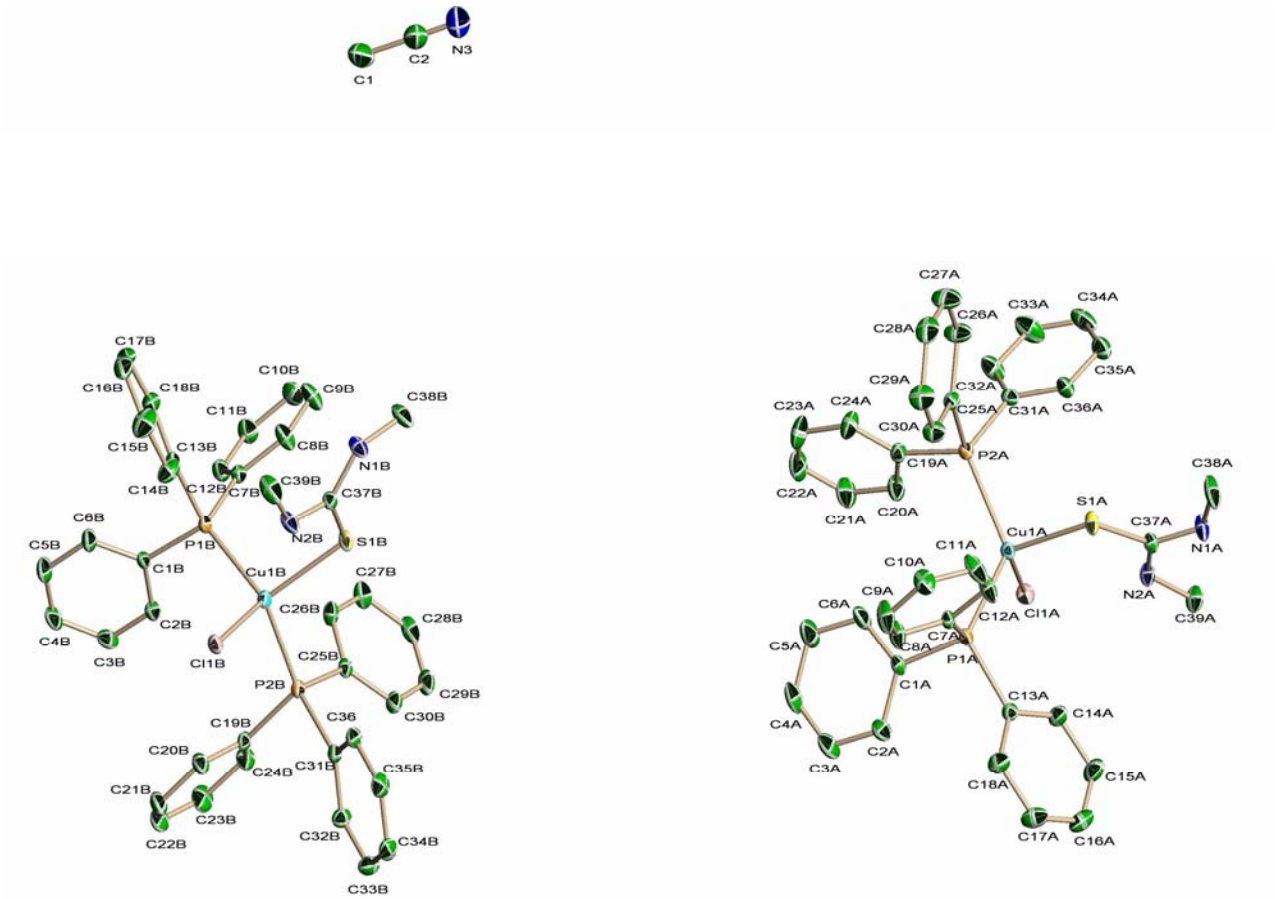
พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
S(1B)-C(37B)	1.709(3)
N(1B)-C(37B)	1.325(4)
N(1B)-H(1BB)	0.869(18)
N(2B)-C(37B)	1.323(4)
P(1B)-C(1B)	1.833(3)
P(1B)-C(7B)	1.834(3)
P(1B)-C(13B)	1.836(3)
P(2B)-C(25B)	1.820(3)
P(2B)-C(19B)	1.834(3)
P(2B)-C(31B)	1.837(3)

ตารางที่ 3.7 มุมพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl$] · $0.5CH_3CN$

พันธะ	มุมพันธะ (^{o})
โมเลกุล A	
P(1A)-Cu(1A)-P(2A)	124.71(3)
P(1A)-Cu(1A)-S(1A)	107.56(4)
P(2A)-Cu(1A)-S(1A)	104.04(4)
P(1A)-Cu(1A)-Cl(1A)	104.71(3)
P(2A)-Cu(1A)-Cl(1A)	103.01(3)
S(1A)-Cu(1A)-Cl(1A)	112.92(3)
C(37A)-S(1A)-Cu(1A)	111.93(12)

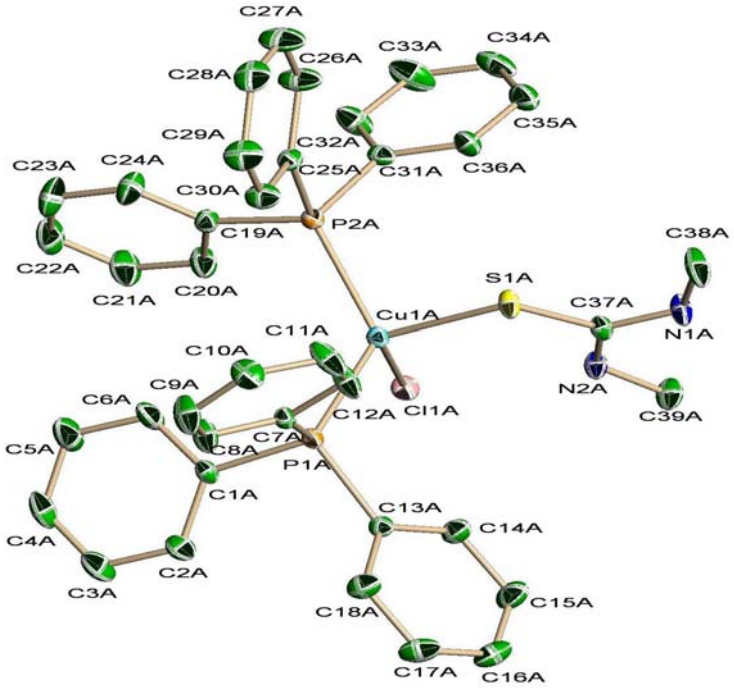
ตารางที่ 3.7 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
โมเลกุล B	
P(2B)-Cu(1B)-P(1B)	120.07(3)
P(2B)-Cu(1B)-S(1B)	106.08(3)
P(1B)-Cu(1B)-S(1B)	108.79(3)
P(2B)-Cu(1B)-Cl(1B)	105.37(3)
P(1B)-Cu(1B)-Cl(1B)	107.62(3)
S(1B)-Cu(1B)-Cl(1B)	108.45(3)
C(37B)-S(1B)-Cu(1B)	109.86(12)

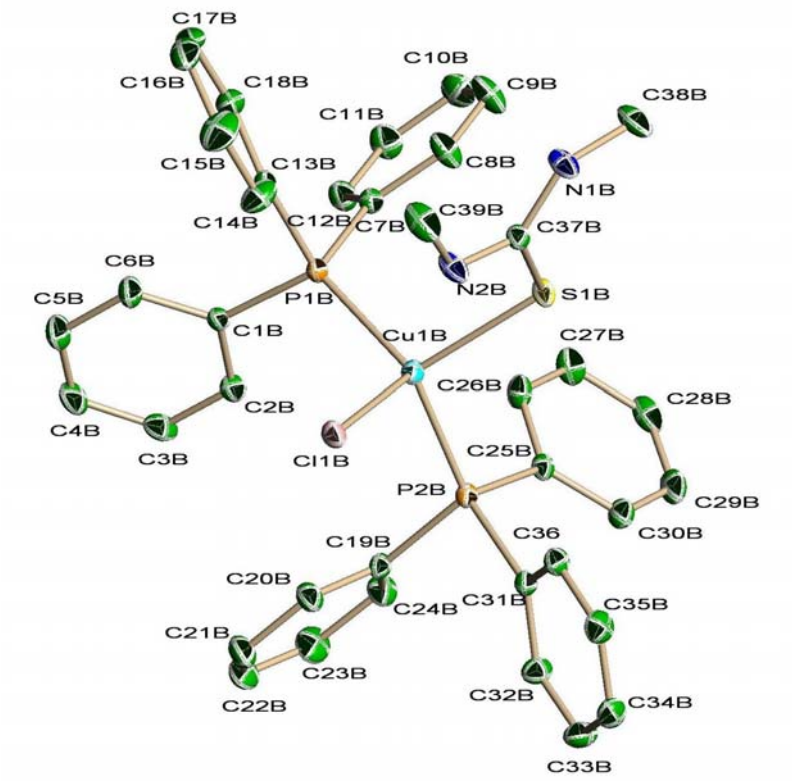


รูปที่ 3.24 โครงสร้างโมเลกุล A และโมเลกุล B ของสารประกอบเชิงซ้อน

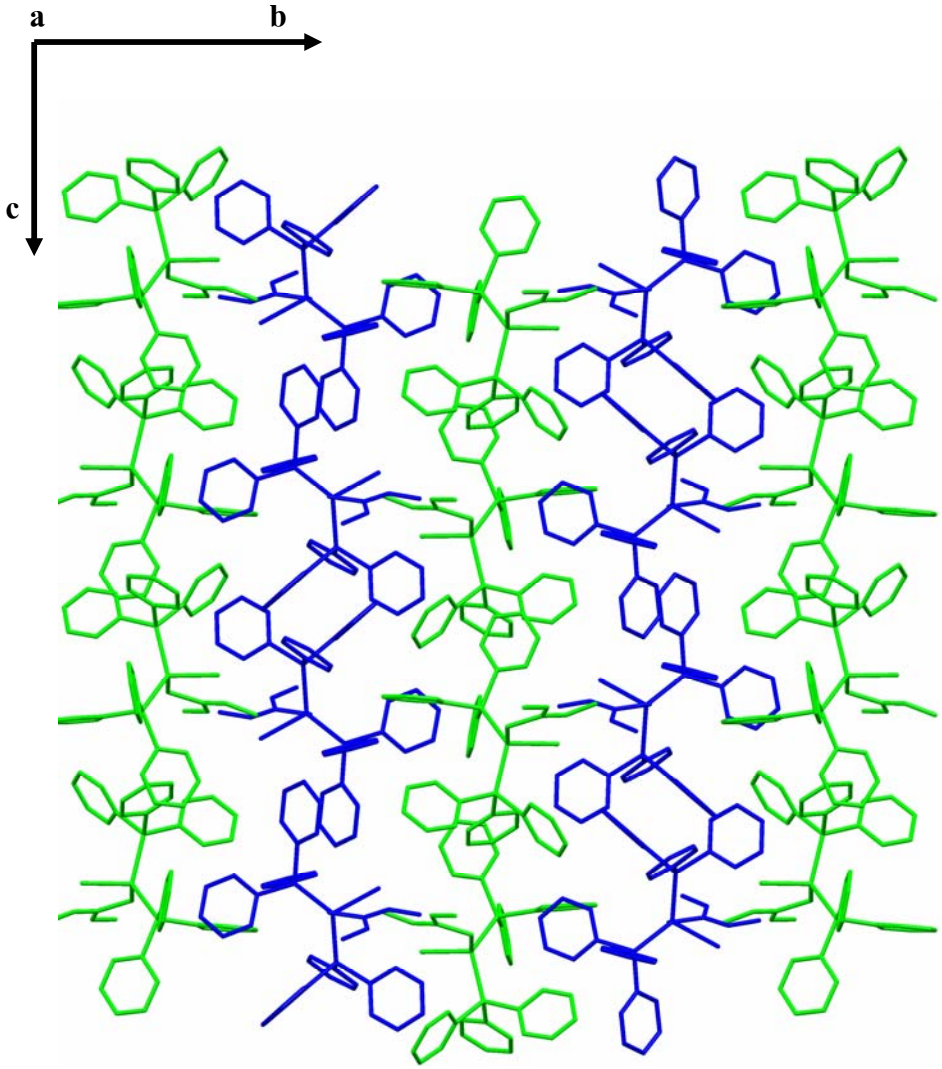
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl] \cdot 0.5CH_3CN$



รูปที่ 3.25 โครงสร้างโมเลกุล A ของสารประกอบเชิงซ้อน$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl] \cdot 0.5CH_3CN$



รูปที่ 3.26 โครงสร้างโมเลกุล B ของสารประกอบเชิงซ้อน$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl] \cdot 0.5CH_3CN$

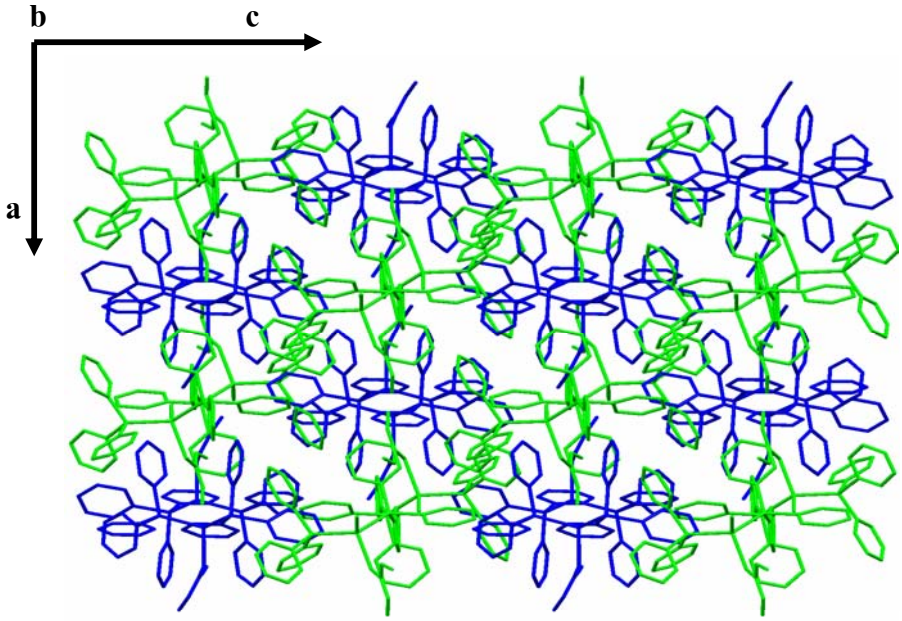


รูปที่ 3.27โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl$] ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน a

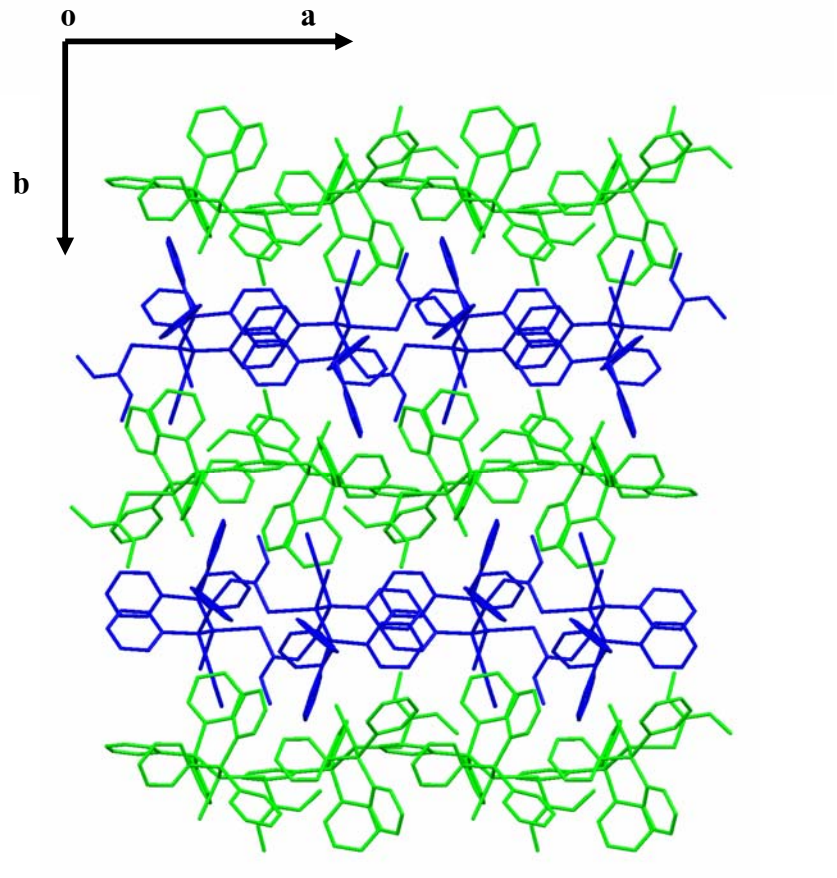
หมายเหตุ

สีเขียว แทน โมเลกุล A

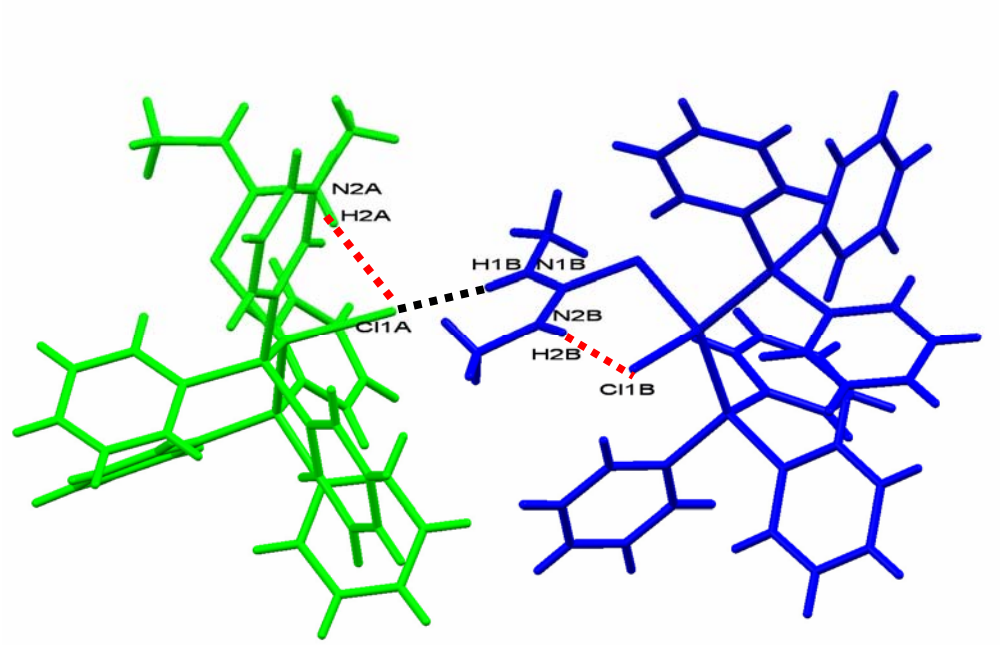
สีน้ำเงิน แทน โมเลกุล B



รูปที่ 3.28 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl$] ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน b



รูปที่ 3.29 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl$] ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน c



รูปที่ 3.30 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนที่เกิดขึ้นภายในโมเลกุลและระหว่างโมเลกุล A กับB ของสารประกอบเชิงซ้อน[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl$]

ตารางที่ 3.8 พันธะไฮโดรเจนในโมเลกุล[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl$] · $0.5CH_3CN$

H-bond	*D*—H	H---*A*	*D*---*A*	*D*—H---*A*
nter-molecular interaction N(1B)-H(1B)---Cl(1A) [,y+1, z]	0.869(18)	2.47(2)	3.262(3)	152(3)
ntra-molecular interaction N(2A)-H(2A)---Cl(1A) N(2B)-H(2B)---Cl(1B)	0.879(18) 0.876(18)	2.36(2) 2.326(19)	3.230(3) 3.197(3)	169(3) 173(3)

หมายเหตุ : D = Donor atom

A = Acceptor atom

ตารางที่ 3.9 ข้อมูลผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$

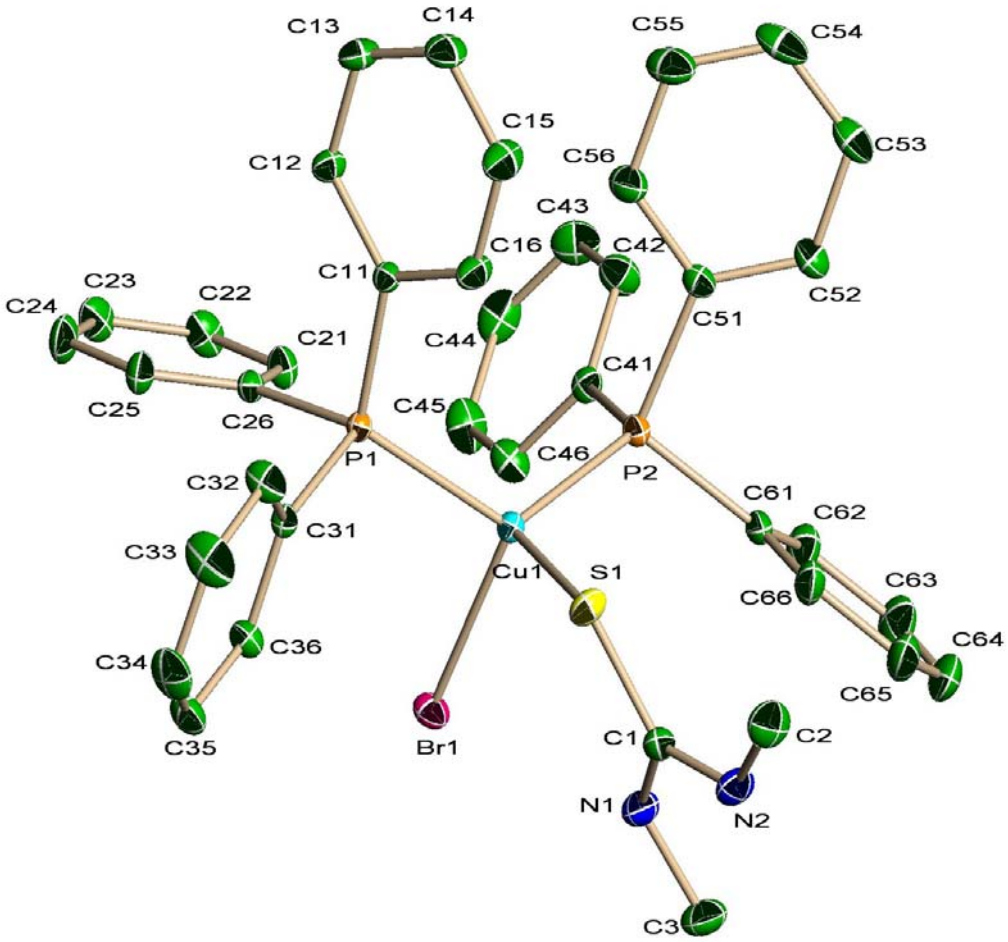
Empirical formula	$C_{39}H_{38}BrCuN_2P_2S$	
Formula weight	772.16	
Temperature	293(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	$P2_1/c$ (No. 14)	
Unit cell dimensions	a = 9.7886(3) Å	$\alpha = 90^o$
	b = 17.6205(6) Å	β =100.6460(10)^o
	c = 21.6517(7) Å	$\gamma = 90^o$
Volume	3670.2(2) Å ^{3}	
Z	4	
Density (calculated)	1.397 Mg/m^3	
Absorption coefficient	1.857 mm^{-1}	
F(000)	1584	
Crystal size	0.358 □0.16 □0.115 mm^3	
Theta range for data collection	1.50 to 28.05^o	
□nde □ranges	-12<=h<=12, -23<=k<=23, -28<=l<=28	
Reflections collected	43462	
□ndependent reflections	8875 [R(int) = 0.0328]	
Completeness to theta = 28.05^o	99.9 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Ma□.and min. transmission	0.810 and 0.638	
Refinement method	Full-matri□least-squares on F^2	
Goodness-of-fit on F^2	1.030	
Final R indices [$I>2\sigma(I)$]	R1 = 0.0342, wR2 = 0.0823	
R indices (all data)	R1 = 0.0494, wR2 = 0.0887	
Largest diff. peak and hole	0.610 and -0.226 e. Å^{-3}	

ตารางที่ 3.10 ความยาวพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br$]

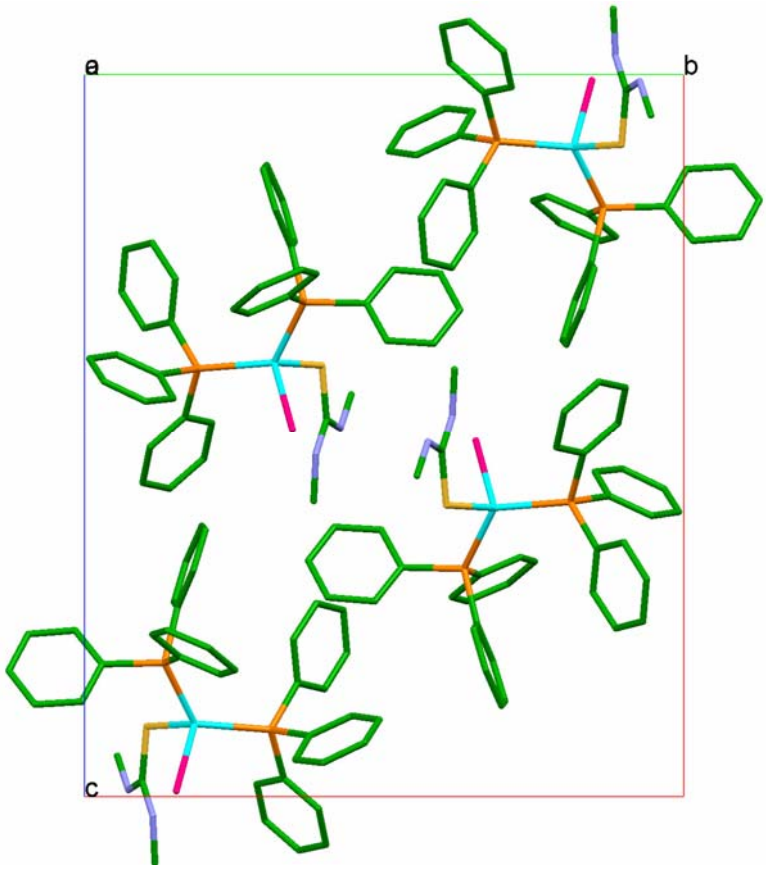
พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
Cu(1)-P(1)	2.2746(5)
Cu(1)-P(2)	2.2923(6)
Cu(1)-S(1)	2.3611(6)
Cu(1)-Br(1)	2.5423(3)
P(1)-C(11)	1.822(2)
P(1)-C(21)	1.827(2)
P(1)-C(31)	1.8306(19)
P(2)-C(51)	1.830(2)
P(2)-C(41)	1.832(2)
P(2)-C(61)	1.834(2)
S(1)-C(1)	1.711(2)
N(1)-C(1)	1.328(3)
N(1)-C(2)	1.457(4)

ตารางที่ 3.11 มุมพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br$]

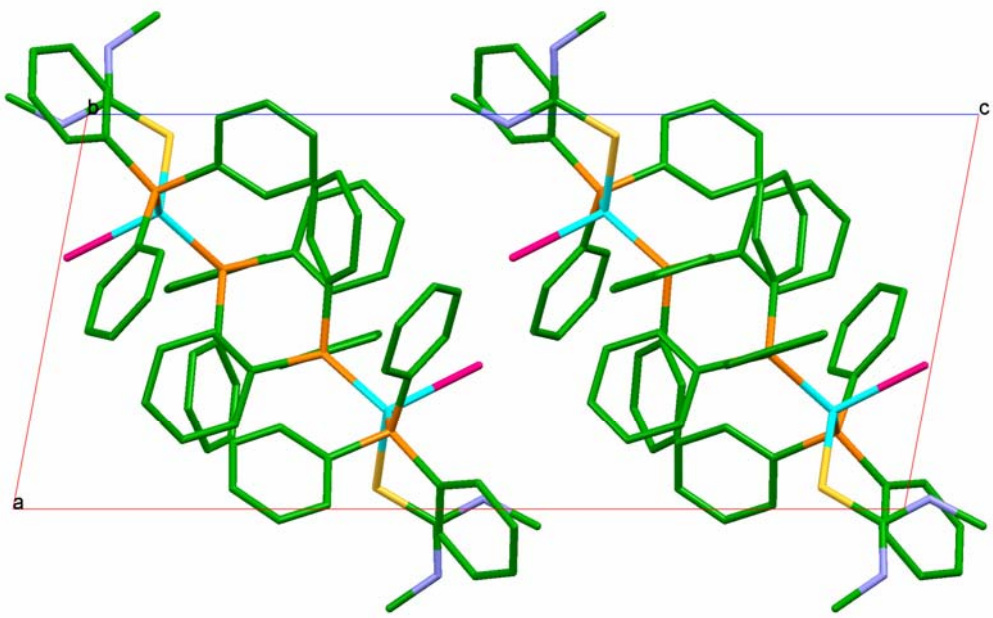
พันธะ	มุมพันธะ (^{o})
P(1)-Cu(1)-P(2)	122.90(2)
P(1)-Cu(1)-S(1)	99.98(2)
P(2)-Cu(1)-S(1)	114.16(2)
P(1)-Cu(1)-Br(1)	104.351(16)
P(2)-Cu(1)-Br(1)	105.901(17)
S(1)-Cu(1)-Br(1)	108.650(19)
C(1)-S(1)-Cu(1)	110.11(9)



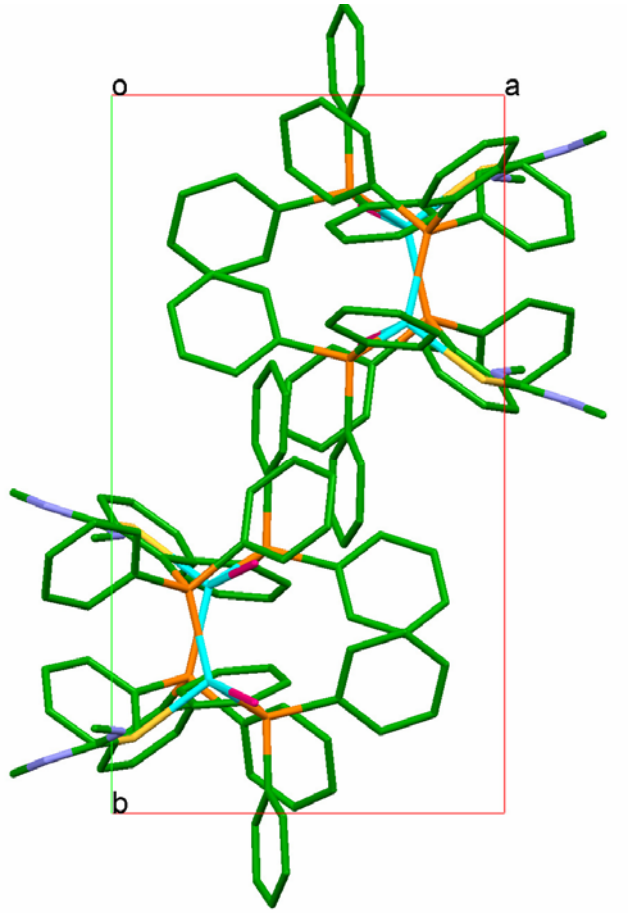
รูปที่ 3.31 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$



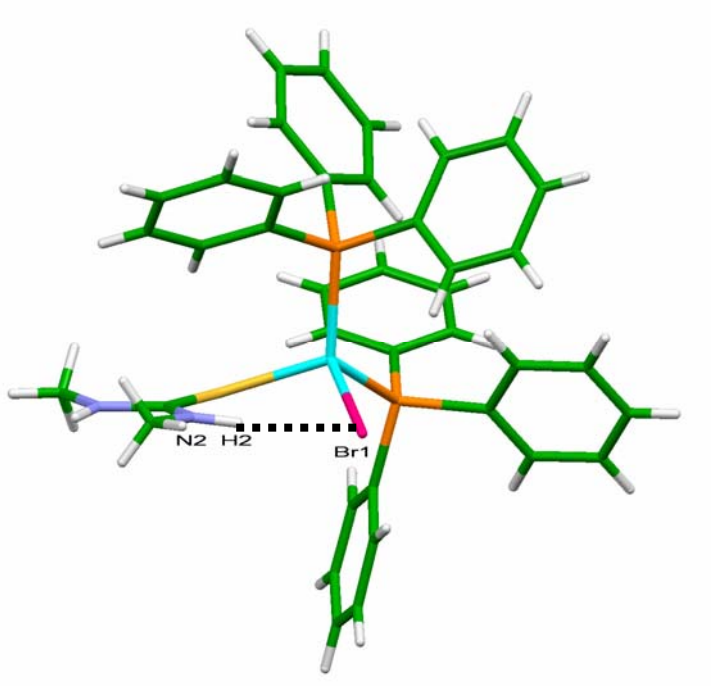
รูปที่ 3.32 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br$] ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน a



รูปที่ 3.33 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br$] ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน b



รูปที่ 3.34 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน c



รูปที่ 3.35 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนในสารประกอบเชิงซ้อน[$Cu(PPh_3)_2$(dmtu)Br]

ตารางที่ 3.12 พันธะไฮโดรเจนในโมเลกุล[$Cu(PPh_3)_2$(dmtu)Br]

H-bond	*D*—H	H---*A*	*D*---*A*	*D*—H---*A*
ntra-molecular interaction N(2)-H(2)---Br(1)	0.899(17)	2.429(18)	3.327(2)	176(3)

หมายเหตุ : D = Donor atom

A = Acceptor atom

ตารางที่ 3.13 ข้อมูลผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)]$

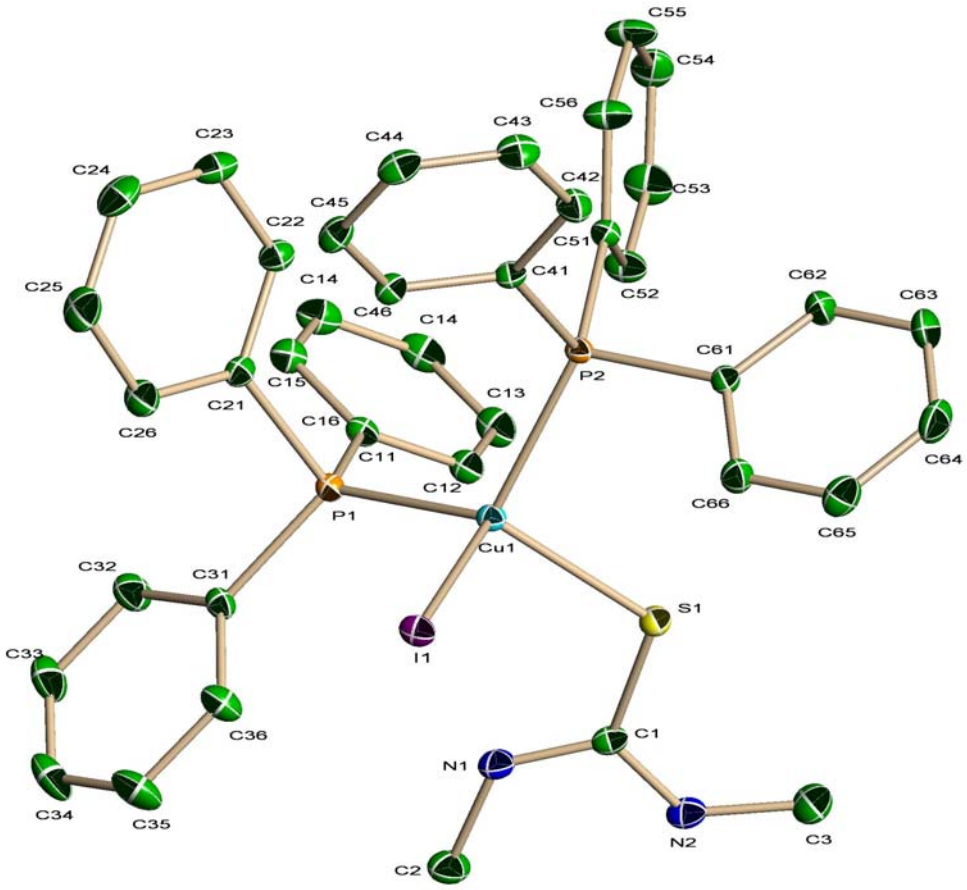
Empirical formula	$C_{39}H_{38}CuN_2P_2S$
Formula weight	819.17
Temperature	293(2) K
Wavelength	0.71073 Å
Crystal system	Monoclinic
Space group	$P2_1/n$
Unit cell dimensions	a = 10.8474(5) Å $\alpha = 90^o$
	b = 17.3669(7) Å $\beta = 100.038(1)^o$
	c = 19.9418(9) Å $\gamma = 90^o$
Volume	3699.2(3) $Å^3$
Z	4
Density (calculated)	1.471 Mg/m^3
Absorption coefficient	1.597 mm^{-1}
F(000)	1656
Crystal size	0.249 0.229 0.135 mm^3
Theta range for data collection	1.57 to 25.00°
nde ranges	-12<=h<=12, -20<=k<=20, -23<=l<=23
Reflections collected	58592
ndependent reflections	6518 [R(int) = 0.0249]
Completeness to theta = 25.00°	100.0 %
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents
Ma and min. transmission	0.810 and 0.706
Refinement method	Full-matri least-squares on F^2
Goodness-of-fit on F^2	1.055
Final R indices [$I>2\sigma(I)$]	$R1$ = 0.0245, $wR2$ = 0.0594
R indices (all data)	$R1$ = 0.0264, $wR2$ = 0.0605
Largest diff. peak and hole	0.620 and -0.390 e. $Å^{-3}$

ตารางที่ 3.14 ความยาวพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)$]

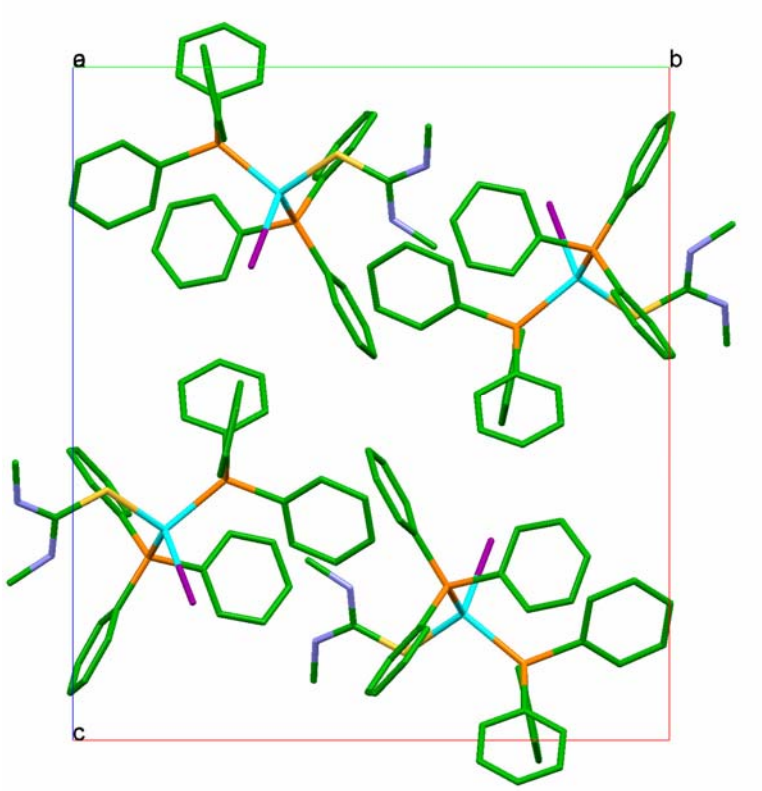
พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
Cu(1)-P(2)	2.2951(6)
Cu(1)-P(1)	2.3121(6)
Cu(1)-S(1)	2.3704(6)
Cu(1)-□(1)	2.7093(3)
S(1)-C(1)	1.702(2)
P(1)-C(31)	1.828(2)
P(1)-C(11)	1.832(2)
P(1)-C(21)	1.832(2)
P(2)-C(41)	1.823(2)
P(2)-C(51)	1.835(2)
P(2)-C(61)	1.842(2)
N(1)-C(1)	1.333(3)
N(1)-C(2)	1.439(4)

ตารางที่ 3.15 มุมพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)$]

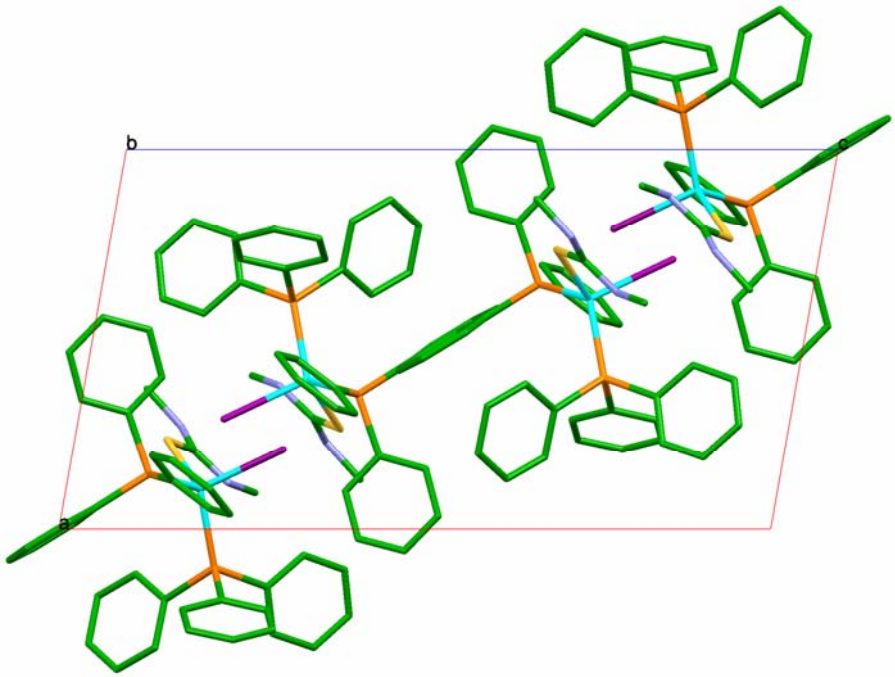
พันธะ	มุมพันธะ (^{o})
P(2)-Cu(1)-P(1)	115.74(2)
P(2)-Cu(1)-S(1)	119.31(2)
P(1)-Cu(1)-S(1)	101.67(2)
P(2)-Cu(1)-□(1)	107.645(17)
P(1)-Cu(1)-□(1)	103.010(17)
S(1)-Cu(1)-□(1)	108.118(19)
C(1)-S(1)-Cu(1)	110.40(9)



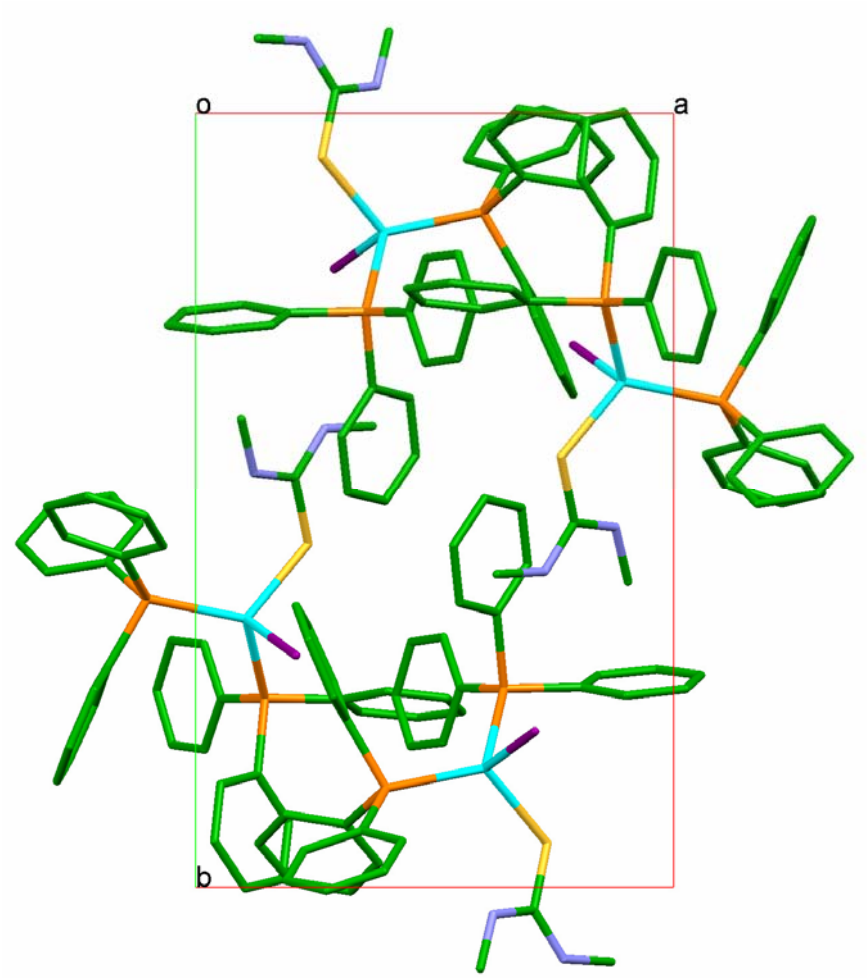
รูปที่ 3.36 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$



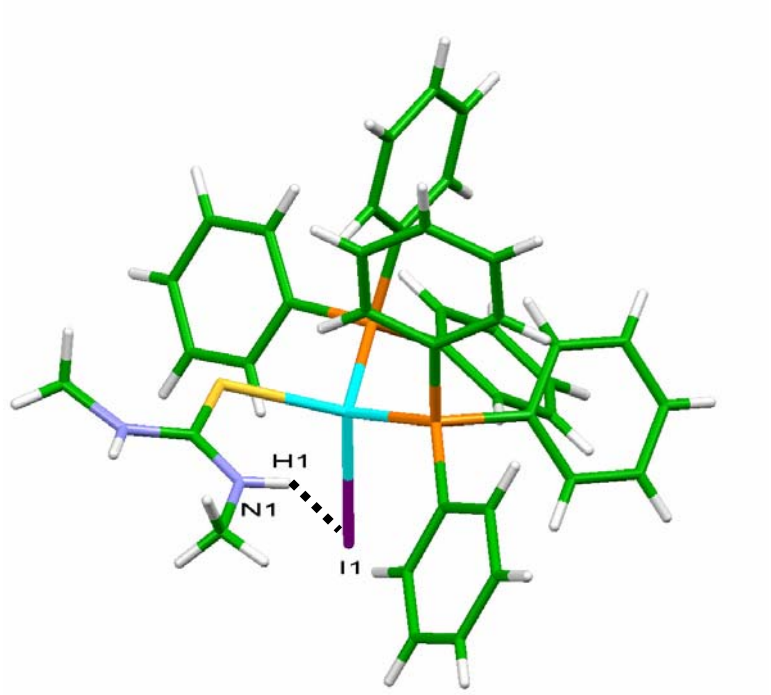
รูปที่ 3.37 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)]$ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน a



รูปที่ 3.38 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)]$ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน b



รูปที่ 3.39 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)]$ในหน่วยเซลล์ พล็อตตามแกน c



รูปที่ 3.40 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนในสารประกอบเชิงซ้อน[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)$]

ตารางที่ 3.16 พันธะไฮโดรเจนในโมเลกุล[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)$]

H-bond	*D*—H	H---*A*	*D*---*A*	*D*—H---*A*
ntra-molecular interaction N(1)-H(1)---(1)	0.86	2.99	3.781(4)	153.5

หมายเหตุ : D = Donor atom

A = Acceptor atom

บทที่ 4

วิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน

สารประกอบเชิงซ้อนทั้ง 3 ชนิด เตรียมได้โดยการทำปฏิกิริยากันระหว่าง คอปเปอร์(I) เฮไลด์ (CuX; X = Cl, Br, I) กับไตรฟีนิลฟอสฟีน(PPh_3) จากนั้นทำการเติมลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรีย (dmtu)โดยทำปฏิกิริยาภายใต้สภาวะที่เหมาะสมทำให้ได้สารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)X]$ ทำการศึกษาโครงสร้างสารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้ โดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว ดังนั้นผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนจะต้องเป็นผลึกเดี่ยว สำหรับอัตราส่วนโมลที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาของ คอปเปอร์(I) เฮไลด์ (CuX; X = Cl, Br, I) กับไตรฟีนิลฟอสฟีน(PPh_3)และไดเมทิลไธโอยูเรีย (dmtu) เท่ากับ 1:2:1 โดยทำการรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 70-75^0 C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง

ผลึกที่ได้ทั้ง 3 ชนิดมีลักษณะเป็นรูปเหลี่ยมไม่มีสี มีจุดหลอมเหลว195-198 ^{0}C,188-190 ^{0}C, 180-183 ^{0}C ตามลำดับ ในสารประกอบเชิงซ้อน$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$, $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$และ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$

4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน

จากการหาปริมาณธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน ไนโตรเจน และซัลเฟอร์ในสารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้ พบว่าผลที่ได้จากการทดลองมีค่าใกล้เคียงกับผลที่ได้จากการคำนวณจากสูตรโมเลกุล

4.3 การวิเคราะห์หาชนิดของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อนโดยใช้เทคนิค XRF

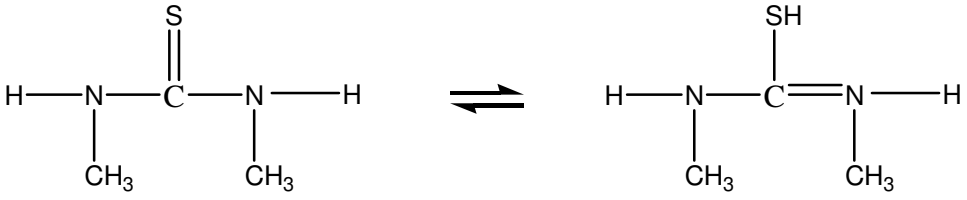
เทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรเมทรีเป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์หาชนิดของธาตุต่าง ๆ ในสารประกอบเชิงซ้อน โดยอาศัยหลักการที่ว่าเมื่อกระตุ้นสารตัวอย่าง (sample excitation) โดยการปล่อยอนุภาคหรือโฟตอนที่มีพลังงานสูง ซึ่งอาจเป็นอิเล็กตรอน รังสีเอกซ์ หรือรังสีแกมมาจากแหล่งอื่นไปกระทบกับอิเล็กตรอนในอะตอมของธาตุในสารตัวอย่าง เกิดการถ่ายทอดพลังงานให้แก่อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนมีพลังงานสูงมากพอที่จะหลุดออกเป็นอิเล็กตรอน อิสระ ทำให้เกิดที่ว่าง อิเล็กตรอนที่อยู่ในชั้นที่สูงกว่าก็ตกลงมาแทนที่ และคายพลังงานส่วนหนึ่งออกมาในรูป

รังสีเอกซ์ (สัมพันธ์, 2535) โดยธาตุที่ต้องการวิเคราะห์หาประกอบไปด้วย คอปเปอร์(Cu) ซัลเฟอร์(S) ฟอสฟอรัส(P) คลอรีน(Cl) โบรมีน(Br) และไอโอดีน(I)

จาก XRF สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้จากการทดลองดังรูปที่ 3.1-3.8 พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนของ$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ และ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ จะแสดงแถบพลังงานที่ 2.01, 2.31 และ 8.04 keV ซึ่งมีค่าตรงกับ K_α ของธาตุฟอสฟอรัส(P) ซัลเฟอร์(S) และ คอปเปอร์(Cu) ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่า XRF สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ และ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ แสดงแถบพลังงานที่ 2.63, 11.92 และ 25.54 keV ซึ่งมีค่าตรงกับ K_α ของธาตุคลอรีน(Cl) โบรมีน(Br) และไอโอดีน(I) ตามลำดับ ซึ่งจากผลที่ได้สามารถยืนยันได้ว่า ในสารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้มีธาตุเหล่านี้อยู่จริง

4.4 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของแถบการดูดกลืน FT-IR

ลิแกนด์ dmtu เป็นลิแกนด์ที่ประกอบด้วยกลุ่ม NHCS สามารถเกิด tautomer ได้ ทำให้โมเลกุลมี 2 แบบ คือ thione และ thiol ดังแสดง



Thione Thiol

ดังนั้นลิแกนด์ dmtu สามารถที่จะใช้อะตอมซัลเฟอร์(S) หรือ อะตอมไนโตรเจน(N) ในการสร้างพันธะกับโลหะคอปเปอร์ (Cu) แต่จากการทดลองพบว่าลิแกนด์ dmtu อยู่ในรูป thione ทั้งขณะที่เป็นลิแกนด์อิสระและขณะที่เกิดสารประกอบเชิงซ้อน เนื่องจากปรากฏแถบการดูดกลืนใน ช่วง 3000-4000 cm^{-1}ของ ν (N-H) และไม่พบแถบการดูดกลืนในย่าน 2500-2600 cm^{-1} ของ ν (S-H) (Hadjikakau *et al*., 1991)

ได้มีการศึกษาแถบการดูดกลืนของลิแกนด์ในกลุ่มของไธโอยูเรียในสารประกอบเชิงซ้อนดังนี้

SinghและDikshit (Singh, R. and Dikshit, S.K., 1995) ได้ทำการศึกษาโครงสร้างและสมบัติทางอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีของสารประกอบเชิงซ้อน คอปเปอร์(I)เฮไลด์ กับลิแกนด์

dimethyl-phenylthiourea(dmptH) และ dibutyl-phenylthiourea(dbptH) โดยกำหนดแถบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของ thioamide ที่ตำแหน่งต่าง ๆ ดังนี้

แบนด์ที่	ตำแหน่งที่ดูดกลืน	แถบการดูดกลืน
I	1500 cm^{-1}	ν (C-N)+ δ(N-H)
II	1300 cm^{-1}	ν_S(C=N) + ν (C=S)+ν (C-H)
III	1000 cm^{-1}	ν_S (C-N)+(C-S)
IV	800 cm^{-1}	ν_S (C-S)

Karagiannidisและคณะ (Karagiannidis *et al.,* 1989) ได้ทำการศึกษาโครงสร้างและสมบัติทางอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีของสารประกอบเชิงซ้อน คอปเปอร์(I) กับลิแกนด์กลุ่ม heterocyclic thiones และ triphenylphosphine ที่ตำแหน่งต่าง ๆ ดังนี้

แบนด์ที่	ตำแหน่งที่ดูดกลืน	แถบการดูดกลืน
I	2900 cm^{-1}	ν (N-H)
II	1510 cm^{-1}	$\delta(NH_2)$
III	1320 cm^{-1}	ν(C=N)+ ν (C-N)+ ν(C=S)
IV	1000 cm^{-1}	ν(C=S) + ν(C-N)
V	750 cm^{-1}	ν(C=S)

Lecomteและคณะ (Lecomte *et al.,*1989) ได้ทำการศึกษาโครงสร้างและสมบัติทางอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีของสารประกอบเชิงซ้อน คอปเปอร์(I) โบรไมด์ กับลิแกนด์กลุ่ม heterocyclic thiones และ triphenylphosphine ที่ตำแหน่งต่าง ๆ ดังนี้

แบนด์ที่	ตำแหน่งที่ดูดกลืน	แถบการดูดกลืน
I	3180-3130 cm^{-1}	ν (N-H)
II	1505-1515 cm^{-1}	$\delta(NH_2)$
III	1330-1250cm^{-1}	ν(C=N)+ ν (C-N)+ ν(C=S)
IV	1030-990 cm^{-1}	ν(C=S) + ν(C-N)
V	900 cm^{-1}	ν(C=S)

สำหรับข้อมูลทางอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีของสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้ แสดงดังรูปที่ 3.9-3.13 โดยที่แสดงแถบการยืดของ N-H ในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$ และ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ ปรากฏที่ตำแหน่งที่มีพลังงานน้อยลง เนื่องมาจากการเกิดพันธะไฮโดรเจนภายในโมเลกุล โดยเมื่อสารประกอบเชิงซ้อนเกิดพันธะไฮโดรเจน (N-H…X) (X= Cl, Br, I) จะทำให้ความหนาแน่นของอิเล็กตรอนบริเวณพันธะ N-H น้อยลงโดยถูกอะตอม Cl และ

Br ซึ่งต่างก็มีความสามารถในการดึงอิเล็กตรอนได้ดี ดึงอิเล็กตรอนไปทำให้พันธะระหว่าง N กับ H อ่อนลง พลังงานที่ใช้ในการสั่นของพันธะก็จะน้อยตามไปด้วย

ตารางที่ 4.1 แสดงข้อมูลแถบการดูดกลืนที่สำคัญในลิแกนด์ dmtu และสารประกอบเชิงซ้อน

สารประกอบ	ประเภทการสั่น/เลขคลื่น (cm^{-1})				
	ν (N-H)	Band I	Band II	Band III	Band IV
ลิแกนด์ dmtu	3229	1504	1308	1039	723
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$	3198	1531	1327	1092	
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	3196	1527	1372	1092	
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$	3284	1568	1368	1091	

ส่วนสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ นั้นแถบการดูดกลืนจะเคลื่อนไปยังตำแหน่งที่มีพลังงานสูงแม้ว่าจะมีพันธะไฮโดรเจนเกิดภายในโมเลกุลก็ตาม เนื่องจากอะตอมของไอโอดีนมีขนาดที่ใหญ่ค่า EN ต่ำกว่า คลอรีนและโบรมีน ความสามารถในการดึงอิเล็กตรอนก็น้อยกว่า ทำให้พันธะไฮโดรเจนที่เกิดขึ้นเป็นแบบอ่อน ๆ (N-H---I เท่ากับ 2.99 Å ในขณะที่ N-H---Cl,Br เท่ากับ 2.326, 2.429 Å ตามลำดับ) และเมื่อเปรียบเทียบกับอีกด้านหนึ่งที่มีการถ่ายโอนประจุผ่านอะตอมของไนโตรเจนไปให้อะตอมซัลเฟอร์สร้างพันธะกับอะตอมคอปเปอร์ ทำให้พันธะระหว่างไนโตรเจนกับไฮโดรเจนของ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ มีความแข็งแรงมากขึ้นพลังงานที่ใช้ในการสั่นพันธะก็เพิ่มขึ้น ซึ่งผลจากการที่พบแถบการดูดกลืนของ ν (N-H) สามารถระบุได้ว่า ลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรียในสารประกอบเชิงซ้อนอยู่ในรูปของ thione

อย่างไรก็ตามได้มีการวิเคราะห์หาแถบการดูดกลืนของหมู่ amide เพื่อพิจารณาว่าเกิดพันธะระหว่าง M-N และM-S ในลิแกนด์กลุ่มของ thione ligand (Karagiannidis *et al.,* 1990) แถบการดูดกลืนที่พบได้ในช่วงของ 1531-1568 cm^{-1} สามารถอธิบายได้ว่าเป็นแถบการดูดกลืนของ thioamide แถบที่ I โดยที่แถบการดูดกลืนจะเลื่อนไปยังตำแหน่งที่มีพลังงานสูงขึ้นในสารประกอบทั้ง 3 ชนิด เนื่องจากเกิดแรงกระทำของพันธะไฮโดรเจนในสารประกอบเชิงซ้อน

แถบการดูดกลืนของ thioamide แถบที่ II และIII คือแถบการยืดของ C=S และ C=N โดยที่แถบการดูดกลืนจะเลื่อนไปยังตำแหน่งที่มีพลังงานสูงในสารประกอบทั้ง 3 ชนิด เนื่องจากความเป็นพันธะคู่ระหว่าง C=S ลดลง แต่ความเป็นพันธะคู่ระหว่าง C=N เพิ่มขึ้นเนื่องจากการโคออร์ดิเนชันผ่านอะตอมซัลเฟอร์แล้วเกิดการถ่ายโอนประจุไปยังอะตอม ซัลเฟอร์ ทำให้ C-N แข็งแรงขึ้น มีความเป็นพันธะคู่มากขึ้น(Aslanidis *et al.,* 1994) แต่ในสารประกอบเชิงซ้อนนั้นไม่สามารถระบุแบนด์ที่ IV ของ thioamide เนื่องจากการเกิดการซ้อนทับกันกับแถบการดูดกลืนของไตรฟีนิลฟอสฟีนซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Karagiannidis (Karagiannidis *et al.,* 1990) ที่ทำการศึกษาแถบการดูดกลืนของ thioamide ในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(meimtH)Br]$ซึ่งไม่สามารถระบุแบนด์ของ thioamide ได้หมดเนื่องจากการซ้อนทับของไตรฟีนิลฟอสฟีน

จากนั้นทำการศึกษาแถบการดูดกลืนของลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีนซึ่งจะพบแถบการดูดกลืนที่สำคัญทั้งในลิแกนด์อิสระไตรฟีนิลฟอสฟีน และสารประกอบเชิงซ้อนดังนี้

แถบการดูดกลืนของ ν (=C-H)	ที่ 3064 cm^{-1}
แถบการดูดกลืนของ ν (C=C)	ที่ 1580และ 1474 cm^{-1}
แถบการดูดกลืนของ δ(=C-H) ในระนาบ	ที่ 1088 cm^{-1}
แถบการดูดกลืนของδ(=C-H) นอกระนาบ	ที่ 741 และ692 cm^{-1}

โดยเมื่อพิจารณาเปรียบเทียบพบว่าแถบการดูดกลืนของไตรฟีนิลฟอสฟีนทั้งในลิแกนด์อิสระไตรฟีนิลฟอสฟีน และสารประกอบเชิงซ้อนไม่พบการเปลี่ยนแปลงที่สำคัญ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Karagiannidis (Karagiannidis *et al.,* 1990) ที่ไม่พบการเปลี่ยนแปลงแถบการดูดกลืนของวงอะโรมาติกฟอสฟีน ในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(meimtH)Br]$ เมื่อเทียบกับลิแกนด์อิสระ

4.5 การศึกษา ^{1}H NMR และ ^{13}C NMR

วิเคราะห์หา ^{1}H NMR ในสารละลาย DMSO-d_6 ทำการตรวจวัดที่อุณหภูมิห้อง จะพบสัญญาณของโปรตอนจากกลุ่มของ phosphine จากลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีน และกลุ่มของthione จากลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรีย ซึ่งประกอบด้วยโปรตอน –(NH) และโปรตอน $–CH_3$ โดยที่สัญญาณของ –(NH) จะปรากฏที่ chemical shift 7-9 ppm

โดยเมื่อพิจารณา ^{1}H NMR spectra ของลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีนในสารประกอบเชิงซ้อนพบว่า ไม่มีการเปลี่ยนแปลงที่สำคัญเมื่อเปรียบเทียบกับลิแกนด์อิสระไตรฟีนิลฟอสฟีน โดยค่า chemical shift มีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย สำหรับค่า chemical shift ของลิแกนด์ไดเมทิลไธ

โอยูเรียเปรียบเทียบกับสารประกอบเชิงซ้อน พบการเปลี่ยนแปลงค่า chemical shift ที่สำคัญของ –(NH) ซึ่งแสดงดังตารางที่ 4.2

จากตารางพบว่าสัญญาณของ –(NH) ในสารประกอบเชิงซ้อนปรากฏที่ chemical shift ที่สนามต่ำ (down field) เมื่อเทียบกับลิแกนด์อิสระ ทั้งนี้เนื่องมาจากอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนที่เกิดขึ้นภายในโมเลกุลของสารประกอบเชิงซ้อน โดยจะลดลงเป็นลำดับจาก $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]$, $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ และ$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ (Satyanarayana *et al.,* 2004)

ซึ่งผลจากการที่พบสัญญาณของ–(NH) โปรตอนในขณะที่สัญญาณของ S-H โปรตอนไม่ปรากฏ สามารถยืนยันได้ว่า ไดเมทิลไธโอยูเรียทั้งในรูปของลิแกนด์และสารประกอบเชิงซ้อนอยู่ในรูปของ thione (Skoulika *et al.,* 1991)

ตารางที่ 4.2 แสดงค่า chemical shift ของ –(NH)

สารประกอบ	δ N-H (ppm)
dmtu	7.34
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$	8.72
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	8.38
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$	8.21

สำหรับการ ^{13}C NMR ของลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีนในสารประกอบเชิงซ้อนกับลิแกนด์อิสระไตรฟีนิลฟอสฟีน พบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงที่สำคัญ สำหรับค่า chemical shift ของ C=S ในลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรียในสารประกอบเชิงซ้อนเมื่อเทียบกับลิแกนด์อิสระ พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงค่า chemical shift ที่สนามสูง (upfield) ทั้งนี้เป็นผลมาจากการกำบังของอิเล็กตรอนที่มากขึ้น ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่า C=S มี bond order ที่ลดลงเนื่องจากมีการโคออร์ดิเนต โดยมีการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นของอิเล็กตรอนจาก $N \rightarrow C$ เพื่อสร้างพันธะผ่านอะตอมของคาร์บอน (C=S) ผลจากตรงนี้ทำให้ C-N มีความเป็นพันธะคู่มากขึ้นและอะตอมของคาร์บอนที่ต่อกับอะตอมของซัลเฟอร์ถูกกำบังจากอิเล็กตรอนเพิ่มมากขึ้น ค่า chemical shift ลดต่ำลง แสดงดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 แสดงค่า chemical shift ของ C=S

สารประกอบ	δ C=S (ppm)
dmtu	182.88
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5\ CH_3CN$	179.82
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	178.20
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$	178.11

4.6 การศึกษาโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว

4.6.1 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$

จากการศึกษาโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว พบว่า สารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$ ตกผลึกอยู่ในระบบมอโนคลินิก หมู่ปริภูมิ $P2_1/n$ มีจำนวนโมเลกุลในหน่วยเซลล์เท่ากับ 4 มีเซลล์พารามิเตอร์ ดังนี้ a = 13.7503(4) Å , b = 30.0495(9) Å, c = 18.4227(5) Å, β = 90.8740(10)^{o}โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนจะประกอบไปด้วย $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]$ 2 โมเลกุลที่เป็นอิสระกัน (two independent molecules) โดยรูปทรงทางเรขาคณิตรอบอะตอมคอปเปอร์ของทั้ง 2 โมเลกุล เป็นแบบทรงเหลี่ยมสี่หน้าที่บิดเบี้ยว โดยรอบอะตอมคอปเปอร์จะประกอบไปด้วย หนึ่งพันธะที่สร้างกับเฮไลด์ หนึ่งพันธะที่สร้างกับซัลเฟอร์จากลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรีย และสองพันธะที่สร้างกับฟอสฟอรัสจากลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีน จำนวน 2 โมเลกุล

เมื่อพิจารณามุมรอบ ๆ อะตอมของคอปเปอร์พบว่ามีลักษณะที่คลาดเคลื่อนไปจาก มุมทรงสี่หน้าปกติ (109.4 ^{o}) แสดงในตารางที่ 4.5โดยเป็นผลมาจากความเกะกะของลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีนที่มีขนาดใหญ่ ซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษาก่อนหน้านี้$[Cu(PPh_3)_2(py2SH)Cl]$(P-Cu-P=122.41(11), P-Cu-Cl = 112.01 (10), P-Cu-Cl = 99.17(9), P-Cu-S = 102.38(13) ^{o})(Aslanidis *et al.,* 1998)

เมื่อพิจารณาความยาวพันธะรอบอะตอมคอปเปอร์สารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]$ ดังแสดงในตารางที่ 4.5 มีความใกล้เคียงกับความยาวพันธะรอบอะตอม คอปเปอร์สารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(bztzdtH)Cl]$ (Cu-P(1) = 2.269(2), Cu-P(2) = 2.285(3), Cu-S = 2.37(3), Cu-Cl = 2.40(2) Å)(Cox *et al.,* 1999) และ $[Cu(PPh_3)_2(py2SH)Cl]$ (Cu-Cl = 2.344(3), Cu-P(1) = 2.287(3), Cu-P(2) = 2.298(2), Cu-S = 2.418(5) Å)(Aslanidis *et al.,* 1998)

นอกจากนี้ในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$ เกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่าง N(2)-H(2)---Cl(1) และยังมีแรงที่เกิดขึ้นระหว่างโมเลกุลระหว่าง N(1B)-H(1B)---Cl(1A) โดยแรงกระทำดังกล่าวนี้ทำให้สารประกอบเชิงซ้อนมีความเสถียรในสภาวะของแข็ง ดังแสดงในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนในสารประกอบเชิงซ้อน

สารประกอบเชิงซ้อน	D-H---A	ความยาวพันธะ (Å)			มุมพันธะ (°)
		D-H	H---A	D---A	D-H---A
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]$	N(2)-H(2)---Cl(1)	0.876(18)	2.326(19)	3.197(3)	173(3)
โมเลกุล A	N(1A)-H(1A)---Cl(1B)	0.875(18)	2.43(2)	3.234(3)	153(3)
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]$	N(2)-H(2)---Cl(1)	0.879(18)	2.36(2)	3.230(3)	169(3)
โมเลกุล B	N(1B)-H(1B)---Cl(1A)	0.869(18)	2.47(2)	3.262(3)	152(3)
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	N(2)-H(2)---Br(1)	0.899(17)	2.429(18)	3.327(2)	176(3)
$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$	N(1)-H(1)---I(1)	0.86	2.99	3.781(2)	153.5

หมายเหตุ: D = Donor atom

A = Acceptor atom

4.6.2 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ และ$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$

จากการศึกษาโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว พบว่า สารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ ตกผลึกอยู่ในระบบมอโนคลินิก หมู่ปริภูมิ $P2_1/c$ มีจำนวนโมเลกุลในหน่วยเซลล์เท่ากับ 4 มีเซลล์พารามิเตอร์ ดังนี้ a = 9.7886(3) Å, b = 17.6205(6) Å, c = 21.6517(7) Å, β = 100.6460(10)° และสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ ตกผลึกอยู่ในระบบมอโนคลินิก หมู่ปริภูมิ $P2_1/c$ มีจำนวนโมเลกุลในหน่วยเซลล์เท่ากับ 4 มีเซลล์พารามิเตอร์ ดังนี้ a = 10.8474(5) Å, b = 17.3669(7) Å, c = 19.9418(9) Å, β = 100.038(1)° โดยที่สารประกอบเชิงซ้อนทั้งสอง เป็น isomorphous กันโดยมีโครงสร้างที่เหมือนกัน

เมื่อพิจารณาความยาวพันธะรอบอะตอมคอปเปอร์สารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ และ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ ดังแสดงในตารางที่ มีความใกล้เคียงกับความยาว

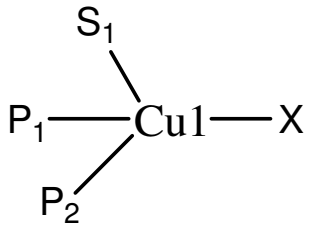
พันธะรอบอะตอมคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(meimtH)Br]$ (Cu-Br = 2.509(0), Cu-S= 2.375(1), Cu-P(1) = 2.268(1), Cu-P(2) = 2.281(1) Å) (Karagiannidis *et al.,* 1990) และ $[Cu(PPh_3)_2(pymtH)I]$ (Cu-I = 2.674(2), Cu-S= 2.338(4), Cu-P(1) = 2.296(4), Cu-P(2) = 2.303(4) Å) (Aslanidis *et al.,* 1993)

เมื่อพิจารณามุมรอบ ๆ อะตอมของคอปเปอร์พบว่าอยู่ในช่วง 99.98(2)- 122.90(2) ^{o} และ 101.67(2)- 119.31(2) ^{o}ในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ และ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ ตามลำดับ มีลักษณะที่คลาดเคลื่อนไปจาก มุมทรงสี่หน้าปกติ (109.4 ^{o}) แสดงในตารางที่4.5 ซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษาก่อนหน้านี้ $[Cu(PPh_3)_2(pymtH)Br]$ (Br-Cu-P(1) = 108.0(1), Br-Cu-P(2) = 111.0(1), Br-Cu-S = 108.2(1), P(1)-Cu-P(2) = 112.9(1),P(1)-Cu-S = 106.5(1), P(2)-Cu-S = 110.0(1) ^{o}) (Lecomte *et al.,* 1989)และ $[Cu(PPh_3)_2(pymtH)I]$ (I-Cu-S = 116.5(1), I-Cu-P(1) = 103.6(1), S-Cu-P(1) = 105.4(1), S-Cu-P(2) = 103.4(1), P(1)-Cu-P(2) = 125.3(1) ^{o}) (Aslanidis *et al.,* 1993)

นอกจากนี้ในสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ และ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ เกิดพันธะไฮโดนเจนระหว่าง N(2)-H(2)---Br(1) และ N(1)-H(1)---I(1) ตามลำดับ

จากข้อมูลพันธะไฮโดรเจนของสารประกอบเชิงซ้อนทั้ง 3 ชนิด พบว่าความแข็งแรงของพันธะไฮโดรเจนใน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]$ > $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$> $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ โดยพิจารณาจากความยาวพันธะของ H---A ในตาราง ถ้าความยาวพันธะของ H---A มีค่าน้อยแสดงว่าพันธะมีความแข็งแรงมาก

ตารางที่ 4.5 แสดงความยาวพันธะและมุมพันธะรอบอะตอมของคอปเปอร์



สารประกอบเชิงซ้อน	$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$	$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$	$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$
Cu1-X	2.4014(9)[a] 2.3956(9)[b]	2.5423(3)	2.7093(3)
Cu1-S1	2.3716(10)[a] 2.3857(9)[b]	2.3611(6)	2.3704(6)
Cu1-P1	2.2847(9)[a] 2.2989(9)[b]	2.2746(5)	2.2951(6)
Cu1-P2	2.2850(9)[a] 2.2831(9)[b]	2.2923(6)	2.3121(6)
P1-Cu1-P2	124.71(3)[a] 120.07(3)[b]	122.90(2)	115.74(2)
P1-Cu1-S1	107.56(4)[a] 106.08(3)[b]	99.98(2)	101.67(2)
P2-Cu1-S1	104.04(4)[a] 108.79(3)[b]	114.16(2)	119.31(2)
P1-Cu1-X	104.71(3)[a] 105.37(3)[b]	104.351(16)	103.010(17)
P2-Cu1-X	103.01(3)[a] 107.62(3)[b]	105.901(17)	107.645(17)
S1-Cu1-X	112.92(3)[a] 108.45(3)[b]	108.650(19)	108.118(19)

a แทนโมเลกุล A

b แทนโมเลกุล B

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I) เฮไลด์กับลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีน(PPh_3) และลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรีย(dmtu) ได้สารประกอบเชิงซ้อน 3 ชนิดได้แก่ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$, $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$และ $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ พร้อมทั้งสามารถสรุปสูตรและโครงสร้างทางเคมีโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว พบว่า สารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]$ ตกผลึกอยู่ในระบบมอโนคลินิก หมู่ปริภูมิ $P2_1/n$ มีจำนวนโมเลกุลในหน่วยเซลล์เท่ากับ 8 มีเซลล์พารามิเตอร์ ดังนี้ a = 13.7503(4) Å , b = 30.0495(9) Å, c = 18.4227(5) Å, β = 90.8740(10)° สำหรับสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$ ตกผลึกอยู่ในระบบโมโนคลินิก หมู่ปริภูมิ $P2_1/c$ มีจำนวนโมเลกุลในหน่วยเซลล์เท่ากับ 4 มีเซลล์พารามิเตอร์ดังนี้ a = 9.7886(3) Å, b = 17.6205(6) Å, c = 21.6517(7) Å, β = 100.6460(10)° สำหรับสารประกอบ$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$ ตกผลึกอยู่ในระบบโมโนคลินิก หมู่ปริภูมิ $P2_1/n$ มีจำนวนโมเลกุลในหน่วยเซลล์เท่ากับ 4 มีเซลล์พารามิเตอร์ดังนี้ a = 10.8474(5) Å, b = 17.3669(7) Å, c = 19.9418(9) Å, β = 100.038(1)° โดยรูปทรงทางเรขาคณิตรอบอะตอมคอปเปอร์ของสารประกอบเชิงซ้อนทั้ง 3 ชนิด เป็นแบบทรงเหลี่ยมสี่หน้าที่บิดเบี้ยว โดยรอบอะตอมคอปเปอร์จะประกอบไปด้วย หนึ่งพันธะที่สร้างกับเฮไลด์ หนึ่งพันธะที่สร้างกับซัลเฟอร์จากลิแกนด์ไดเมทิลไธโอยูเรีย และสองพันธะที่สร้างกับฟอสฟอรัสจากลิแกนด์ไตรฟีนิลฟอสฟีนจำนวน 2 โมเลกุล

จากนั้นได้ศึกษาสมบัติทางเคมีและคุณสมบัติทางกายภาพของสารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้ และศึกษาองค์ประกอบของสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้ โดยใช้เทคนิคทางเอกซเรย์ฟูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีและเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปีและวิเคราะห์หาปริมาณร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารประกอบเชิงซ้อนทั้ง3 ชนิดเพื่อเป็นการยืนยันโครงสร้างที่ได้จากเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว ซึ่งพบว่าข้อมูลที่ได้สอดคล้องกัน

ข้อเสนอแนะสำหรับผู้สนใจที่จะทำวิจัยต่อไป

1. เปลี่ยนใช้แอนไอออนอื่น ๆ แทนเฮไลด์ เช่น ไนเตรด (NO_3^-), ไธโอไซยาเนต (SCN^-)
2. ใช้โลหะหมู่อื่นๆ แทนคอปเปอร์ เช่น Ag(I)
3. นำสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้ไปเป็นแบบอย่างในการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนอื่น ๆ ที่มีโครงสร้างแบบเดียวกันหรือคล้ายกัน

บรรณานุกรม

จินตนา สิริพิทยานนท์. 2537. การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.

วัฒนา เรืองวุฒิ. 2549. สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I)กับเอธิลีนไธโอยูเรียและไตรฟีนิลฟอสฟีน. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.

ศิริวรรณ วตะภรณ์. 2549. 2-เมอร์แคปโตเบนซิมิดาโซลและสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.

สัมพันธ์ วงศ์นาวา. 2535. การเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงานเบื้องต้น. ภาควิชาเคมี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.

หิริหัทยา เพชรมั่ง. 2550. เคมีอนินทรีย์2. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยทักษิณ.

Aslanidis, P., Hadjikakou, S. K., Karagiannidis, P., Gdaniec, M. and Kosturkiewicz, Z. 1993. Four-Coordinate Copper(I) iodide Complexes with Triphenylphosphine Heterocyclic Thiones Ligands.The Crystal Structure of $[Cu(PPh_3)_2(pymtH)I]$. Polyhedron. 12, 2221-2226.

Aslanidis, P., Hadjikakou, S.K., Karagiannidis, P. Kojic-Prodic, B. and Luic, M. 1994. Preparation and spectral studies of dinuclear mixed-ligand copper(I) complexes. The crystal structure of bis[μ-s(pyridine-2-thione)(tmtp) copper(I) bromide], Polyhedron. 13, 3119-3125.

Aslanidis, P., Hadjikakou, S.K., Karagiannidis, P. and Cox, P.J. 1998. Synthesis and characterization of copper(1) complexes withtriphenylphosphine and heterocyclic thione ligands: the crystal structureof (thiazolidine-2-thione) (bis-triphenylphosphine) copper(1) chloride. Inorganica Chimica Acta 271, 243-247.

Aslanidis, P., Cox, P.J., Divanidis, S. and Karagiannidis, P. 2003. Copper(I) halide complexes from cis-1,2-bis(diphenylphosphino) ethylene and some heterocyclic thiones. Inorganica Chimica Acta 357, 1063–1076.

Cox, P.J., Aslanidis, P., Karagiannidis, P. and Hadjikakou, S.K. 1999. Synthesis, spectroscopic and computational studies plus crystal structure of[(bis-benzo-1,3-thiazolidine-2-thione)(bistriphenylphoshine)copper(I)] [chloro(benzothiazolidine-2-thione)(bistriphenylphoshine) copper(I)]. Polyhedron 18, 1501–1506.

Cotton, F.A. and Wilkinson, G. 1988. Advanced Inorganic Chemistry, 5th ed., New York : John Wiley & Sons.

Dan, L., Rong-Zhen , L., Zheng, N., Zhi-Yu O., Xiao-Long, F. and Ji-Wen, C. 2003. Synthesis and crystal structure of photoluminescent copper(I)–phosphine complexes with oxygen and nitrogen donor ligands. Inorganic Chemistry Communications 6, 469–473.

Donald, J., Matthew, W. and Joseph, H. 1996. Structural complexes characterizations of coordination of bis-triphenylphosphine copper(I) dicarboxylates. Polyhedron 15, 2341-2349.

Jianping, L. and Kazuyuki, T. 1996. Synthesis and Crystal Structure of A Binuclear Copper (I) Bromide Complex of Benz-1,3-thiazolidine-2-thione and Triphenylphosphine, $[Cu(bztzdtH)(PPh_3)Br]_2$. Polyhedron 15, 2127-2130.

Karagiannidis, P., Aslanidis, P., Papastefanou, S., Mentzafos, D., Hountas, A. and Terzis, A. 1989. Cu(I) Complexes with Heterocyclic Thiones and Triphenylphosphine as Ligands.The Crystal Structure of $[Cu(tzdtH)_2(PPh_3)_2]NO_3$, Inorganica Chimica Acta. 156, 265-270.

Karagiannidis, P., Aslanidis, P., Papastefanou, S., Mentzafos, D., Hountas, A. and Terzis, A. 1990. Synthesis and Characterization of Copper(I) halide Complexes with Heterocyclic Thiones and Triphenylphosphine as Ligands.The X-ray Crystal Structure of copper(I)1-methyl-1,3-imidazoline-2-thione bis(triphenylphosphine)bromide, [Cu(PPh_3)$_2$meimtH)Br]. Polyhedron 9, 981-986.

Hadjikakou, S.K., Aslanidis, P., Karagiannidis, P., Mentzafos, D. and, Terzis, A. 1991. Synthesis and photolysis of a new series of Cu(I) complexes with tri-o-tolylphosphine and heterocyclic thiones as ligands. The crystal structure of (thiazolidine-2-thione)(tri-o-tolylphosphine) copper(I) bromide, Inorganica Chimica Acta. 186, 199-204.

Ionel, H., Raymundo, C., Rubina, T. and Cristian, S. 1995. X-ray crystal structure of (tetraphenyldithiomidodiphosphinato) (triphenylphosphine) copper(I), (Ph_3P)Cu($SPPh_2h$)$_2$N, a monocyclic inorganic (carbon-free) chelate ring compound. Polyhedron 14, 1067-1071.

Lecomte, C., Skoulika, St., Aslanidis, P., Karagiannidis, P. and Papastefanou, St. 1989. Copper(I) Bromide Complexes with Heterocyclic Thiones and Triphenylphosphine as Ligands.The X-ray Crystal Structure of Coppet(I) Pyrimidine-2-thione Bis(triphenylphosphine)Bromide [Cu(PPh_3)$_2$(PymtH)Br]. Polyhedron 8, 1103-1109.

Martyn, P. and Peter, B. 2001. Synthesis and X-ray crystal structure of polymeric and dimericcopper(I) cyanide complexes incorporating a bicyclic guanidine ligand. Polyhedron 20, 3027–3032.

Nimthong, R., Pakawatchai, C., Saithong, S. and Charmant, P.H. 2008. Iodido(*N*-phenylthiourea) bis(triphenylphosphine)copper(I). Acta Crystallographica Section E.64, 977.

Satyanarayana, S. and Nagasundara, K. R. 2004. Synthesis and spectral properties of the complexes of cobalt(II), copper(II), Zinc(II), and cadmium(II) with 2-(thiomethyl-2-benzimidazolyl-benzimidazole). Synthesis and reactivity in inorganic and metal-organic chemistry. 34, 883-895.

Singh, R. and Dikshit, S.K. 1995. Synthesis and characterization of mixed ligand copper(I) complexes containing halides, triphenylarsine and *N,N*-dimethyl-N′-phenylthiourea (dmptH), *N,N*-dibutyl-N′-phenylthiourea (dbptH) or 1,3-thiazolidine-2-thione (tzdtH). The X-ray crystal structure of $[Cu(PPh_3)_2(dmptH)Cl]$, Polyhedron. 14, 1799-1807.

Skoulika, S., Aubry, A., Karagianidis, P., Aslanidis, P. and Papastefanou, S. 1990. New Copper(I) Chloride Complexes with Heterocyclic Thiones and Triphenylphosphine as Ligands. Crystal Structure of $[Cu(PPh_3)_2(bzimtH_2)Cl]CH_3COCH_3$ and $[Cu(PPh_3)_2(nbzimtH_2)Cl]$, Inorganica Chimica Acta. 183, 207-211.

Tarlok, S. and Alfonso,C. 2002. Metal heterocyclic thione interactions.13. Pyridine-2-thione derivatives of copper(I): crystal structure of dinuclear [bromo(pyridine-2-thione)(tri-p-tolylphosphine)copper(I)]2 complex. Polyhedron 21, 1603-1611.

Tarlok, S., Pannu, A.P.S., Hundal, G., Butcher, R. and Castineiras, A. 2007. Synthesis and structures of monomeric [chloro(isatin-3thiosemicarbazone)bis(triphenylphosphine)] copper(I) and dimeric [dichlorobis(thiophene-2-carbaldehyde thiosemicarbazone) bis(triphenylphosphine)] dicopper(I)] complexes. Polyhedron 26, 2621–2628.

ภาคผนวก

ข้อมูลผลึก (Crystallographic data)

ตารางที่ 1 ความยาวพันธะระหว่างโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
โมเลกุล A	
Cu(1A)-P(1A)	2.2847(9)
Cu(1A)-P(2A)	2.2850(9)
Cu(1A)-S(1A)	2.3716(10)
Cu(1A)-Cl(1A)	2.4014(9)
S(1A)-C(37A)	1.709(3)
N(1A)-C(37A)	1.331(4)
N(1A)-C(38A)	1.453(5)
N(1A)-H(1AA)	0.875(18)
N(2A)-C(37A)	1.315(4)
N(2A)-C(39A)	1.444(4)
N(2A)-H(2AA)	0.876(18)
P(1A)-C(7A)	1.832(3)
P(1A)-C(13A)	1.835(3)
P(1A)-C(1A)	1.838(3)
P(2A)-C(25A)	1.825(3)
P(2A)-C(19A)	1.830(4)
P(2A)-C(31A)	1.834(4)
C(1A)-C(6A)	1.358(5)
C(1A)-C(2A)	1.363(5)
C(2A)-C(3A)	1.389(6)
C(2A)-H(2A)	0.9300
C(3A)-C(4A)	1.348(7)

ตารางที่ 1 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
C(3A)-H(3A)	0.9300
C(4A)-C(5A)	1.349(7)
C(4A)-H(4A)	0.9300
C(5A)-C(6A)	1.384(6)
C(5A)-H(5A)	0.9300
C(6A)-H(6A)	0.9300
C(7A)-C(8A)	1.376(5)
C(7A)-C(12A)	1.378(5)
C(8A)-C(9A)	1.380(5)
C(8A)-H(8A)	0.9300
C(9A)-C(10A)	1.348(6)
C(9A)-H(9A)	0.9300
C(10A)-C(11A)	1.365(6)
C(10A)-H(10A)	0.9300
C(11A)-C(12A)	1.378(5)
C(11A)-H(11A)	0.9300
C(12A)-H(12A)	0.9300
C(13A)-C(18A)	1.373(5)
C(13A)-C(14A)	1.380(5)
C(14A)-C(15A)	1.386(5)
C(14A)-H(14A)	0.9300
C(15A)-C(16A)	1.357(6)
C(15A)-H(15A)	0.9300
C(16A)-C(17A)	1.359(6)
C(16A)-H(16A)	0.9300
C(17A)-C(18A)	1.386(6)

ตารางที่ 1 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
C(17A)-H(17A)	0.9300
C(18A)-H(18A)	0.9300
C(19A)-C(24A)	1.368(5)
C(19A)-C(20A)	1.377(5)
C(20A)-C(21A)	1.380(6)
C(20A)-H(20A)	0.9300
C(21A)-C(22A)	1.345(7)
C(21A)-H(21A)	0.9300
C(22A)-C(23A)	1.340(7)
C(22A)-H(22A)	0.9300
C(23A)-C(24A)	1.395(6)
C(23A)-H(23A)	0.9300
C(24A)-H(24A)	0.9300
C(25A)-C(30A)	1.372(5)
C(25A)-C(26A)	1.379(5)
C(26A)-C(27A)	1.387(6)
C(26A)-H(26A)	0.9300
C(27A)-C(28A)	1.339(7)
C(27A)-H(27A)	0.9300
C(28A)-C(29A)	1.357(6)
C(28A)-H(28A)	0.9300
C(29A)-C(30A)	1.379(5)
C(29A)-H(29A)	0.9300
C(30A)-H(30A)	0.9300
C(31A)-C(32A)	1.353(5)
C(31A)-C(36A)	1.376(5)

ตารางที่ 1 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
C(32A)-C(33A)	1.396(6)
C(32A)-H(32A)	0.9300
C(33A)-C(34A)	1.351(7)
C(33A)-H(33A)	0.9300
C(34A)-C(35A)	1.342(7)
C(34A)-H(34A)	0.9300
C(35A)-C(36A)	1.378(6)
C(35A)-H(35A)	0.9300
C(36A)-H(36A)	0.9300
C(38A)-H(38D)	0.9600
C(38A)-H(38E)	0.9600
C(38A)-H(38F)	0.9600
C(39A)-H(39A)	0.9600
C(39A)-H(39B)	0.9600
C(39A)-H(39C)	0.9600
โมเลกุล B	
Cu(1B)-P(2B)	2.2831(9)
Cu(1B)-P(1B)	2.2989(9)
Cu(1B)-S(1B)	2.3857(9)
Cu(1B)-Cl(1B)	2.3956(9)
S(1B)-C(37B)	1.709(3)
N(1B)-C(37B)	1.325(4)
N(1B)-C(38B)	1.440(5)
N(1B)-H(1BB)	0.869(18)

ตารางที่ 1 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
N(2B)-C(37B)	1.323(4)
N(2B)-C(39B)	1.451(5)
N(2B)-H(2BB)	0.879(18)
P(1B)-C(1B)	1.833(3)
P(1B)-C(7B)	1.834(3)
P(1B)-C(13B)	1.836(3)
P(2B)-C(25B)	1.820(3)
P(2B)-C(19B)	1.834(3)
P(2B)-C(31B)	1.837(3)
C(1B)-C(6B)	1.378(5)
C(1B)-C(2B)	1.380(5)
C(2B)-C(3B)	1.386(5)
C(2B)-H(2B)	0.9300
C(3B)-C(4B)	1.354(6)
C(3B)-H(3B)	0.9300
C(4B)-C(5B)	1.367(6)
C(4B)-H(4B)	0.9300
C(5B)-C(6B)	1.386(5)
C(5B)-H(5B)	0.9300
C(6B)-H(6B)	0.9300
C(7B)-C(12B)	1.377(5)
C(7B)-C(8B)	1.378(5)
C(8B)-C(9B)	1.377(6)
C(8B)-H(8B)	0.9300
C(9B)-C(10B)	1.380(6)
C(9B)-H(9B)	0.9300

ตารางที่ 1 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
C(10B)-C(11B)	1.359(6)
C(10B)-H(10B)	0.9300
C(11B)-C(12B)	1.368(5)
C(11B)-H(11B)	0.9300
C(12B)-H(12B)	0.9300
C(13B)-C(14B)	1.363(5)
C(13B)-C(18B)	1.382(5)
C(14B)-C(15B)	1.388(6)
C(14B)-H(14B)	0.9300
C(15B)-C(16B)	1.351(7)
C(15B)-H(15B)	0.9300
C(16B)-C(17B)	1.349(7)
C(16B)-H(16B)	0.9300
C(17B)-C(18B)	1.380(6)
C(17B)-H(17B)	0.9300
C(18B)-H(18B)	0.9300
C(19B)-C(20B)	1.378(5)
C(19B)-C(24B)	1.381(5)
C(20B)-C(21B)	1.378(5)
C(20B)-H(20B)	0.9300
C(21B)-C(22B)	1.357(6)
C(21B)-H(21B)	0.9300
C(22B)-C(23B)	1.362(6)
C(22B)-H(22B)	0.9300
C(23B)-C(24B)	1.399(5)

ตารางที่ 1 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
C(23B)-H(23B)	0.9300
C(24B)-H(24B)	0.9300
C(25B)-C(30B)	1.384(5)
C(25B)-C(26B)	1.393(5)
C(26B)-C(27B)	1.374(5)
C(26B)-H(26B)	0.9300
C(27B)-C(28B)	1.367(6)
C(27B)-H(27B)	0.9300
C(28B)-C(29B)	1.359(6)
C(28B)-H(28B)	0.9300
C(29B)-C(30B)	1.387(5)
C(29B)-H(29B)	0.9300
C(30B)-H(30B)	0.9300
C(31B)-C(36B)	1.378(5)
C(31B)-C(32B)	1.382(5)
C(32B)-C(33B)	1.378(5)
C(32B)-H(32B)	0.9300
C(33B)-C(34B)	1.371(6)
C(33B)-H(33B)	0.9300
C(34B)-C(35B)	1.370(5)
C(34B)-H(34B)	0.9300
C(35B)-C(36B)	1.384(5)
C(35B)-H(35B)	0.9300
C(36B)-H(36B)	0.9300
C(38B)-H(38A)	0.9600

ตารางที่ 1 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
C(38B)-H(38B)	0.9600
C(38B)-H(38C)	0.9600
C(39B)-H(39D)	0.9600
C(39B)-H(39E)	0.9600
C(39B)-H(39F)	0.9600
C(1)-C(2)	1.436(8)
C(1)-H(1A)	0.9600
C(1)-H(1B)	0.9600
C(1)-H(1C)	0.9600
C(2)-N(3)	1.116(7)

ตารางที่ 2 มุมพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล$[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$

พันธะ	มุมพันธะ(°)
โมเลกุล A	
P(1A)-Cu(1A)-P(2A)	124.71(3)
P(1A)-Cu(1A)-S(1A)	107.56(4)
P(2A)-Cu(1A)-S(1A)	104.04(4)
P(1A)-Cu(1A)-Cl(1A)	104.71(3)
P(2A)-Cu(1A)-Cl(1A)	103.01(3)
S(1A)-Cu(1A)-Cl(1A)	112.92(3)
C(37A)-S(1A)-Cu(1A)	111.93(12)
C(37A)-N(1A)-C(38A)	124.4(3)
C(37A)-N(1A)-H(1AA)	120(3)
C(38A)-N(1A)-H(1AA)	116(3)
C(37A)-N(2A)-C(39A)	125.5(3)
C(37A)-N(2A)-H(2AA)	114(2)
C(39A)-N(2A)-H(2AA)	120(2)
C(7A)-P(1A)-C(13A)	102.24(15)
C(7A)-P(1A)-C(1A)	102.89(15)
C(13A)-P(1A)-C(1A)	105.54(16)
C(7A)-P(1A)-Cu(1A)	115.08(11)
C(13A)-P(1A)-Cu(1A)	114.40(11)
C(1A)-P(1A)-Cu(1A)	115.16(11)
C(25A)-P(2A)-C(19A)	103.78(17)
C(25A)-P(2A)-C(31A)	103.71(16)
C(19A)-P(2A)-C(31A)	103.47(17)
C(25A)-P(2A)-Cu(1A)	115.18(12)
C(19A)-P(2A)-Cu(1A)	116.67(12)
C(31A)-P(2A)-Cu(1A)	112.51(12)

ตารางที่ 2 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(6A)-C(1A)-C(2A)	117.2(4)
C(6A)-C(1A)-P(1A)	117.2(3)
C(2A)-C(1A)-P(1A)	125.6(3)
C(1A)-C(2A)-C(3A)	120.9(4)
C(1A)-C(2A)-H(2A)	119.5
C(3A)-C(2A)-H(2A)	119.5
C(4A)-C(3A)-C(2A)	120.6(4)
C(4A)-C(3A)-H(3A)	119.7
C(2A)-C(3A)-H(3A)	119.7
C(3A)-C(4A)-C(5A)	119.5(4)
C(3A)-C(4A)-H(4A)	120.3
C(5A)-C(4A)-H(4A)	120.3
C(4A)-C(5A)-C(6A)	119.7(5)
C(4A)-C(5A)-H(5A)	120.2
C(6A)-C(5A)-H(5A)	120.2
C(1A)-C(6A)-C(5A)	122.2(4)
C(1A)-C(6A)-H(6A)	118.9
C(5A)-C(6A)-H(6A)	118.9
C(8A)-C(7A)-C(12A)	116.8(3)
C(8A)-C(7A)-P(1A)	118.7(3)
C(12A)-C(7A)-P(1A)	124.6(3)
C(7A)-C(8A)-C(9A)	121.6(4)
C(7A)-C(8A)-H(8A)	119.2
C(9A)-C(8A)-H(8A)	119.2
C(10A)-C(9A)-C(8A)	120.3(4)
C(10A)-C(9A)-H(9A)	119.8

ตารางที่ 2 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(8A)-C(9A)-H(9A)	119.8
C(9A)-C(10A)-C(11A)	119.5(4)
C(9A)-C(10A)-H(10A)	120.3
C(11A)-C(10A)-H(10A)	120.3
C(10A)-C(11A)-C(12A)	120.2(4)
C(10A)-C(11A)-H(11A)	119.9
C(12A)-C(11A)-H(11A)	119.9
C(7A)-C(12A)-C(11A)	121.4(4)
C(7A)-C(12A)-H(12A)	119.3
C(11A)-C(12A)-H(12A)	119.3
C(18A)-C(13A)-C(14A)	118.2(3)
C(18A)-C(13A)-P(1A)	123.6(3)
C(14A)-C(13A)-P(1A)	118.2(3)
C(13A)-C(14A)-C(15A)	120.6(4)
C(13A)-C(14A)-H(14A)	119.7
C(15A)-C(14A)-H(14A)	119.7
C(16A)-C(15A)-C(14A)	120.1(4)
C(16A)-C(15A)-H(15A)	120.0
C(14A)-C(15A)-H(15A)	120.0
C(15A)-C(16A)-C(17A)	120.3(4)
C(15A)-C(16A)-H(16A)	119.9
C(17A)-C(16A)-H(16A)	119.9
C(16A)-C(17A)-C(18A)	119.9(4)
C(16A)-C(17A)-H(17A)	120.1
C(18A)-C(17A)-H(17A)	120.1
C(13A)-C(18A)-C(17A)	121.0(4)

ตารางที่ 2 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(13A)-C(18A)-H(18A)	119.5
C(17A)-C(18A)-H(18A)	119.5
C(24A)-C(19A)-C(20A)	117.7(4)
C(24A)-C(19A)-P(2A)	124.8(3)
C(20A)-C(19A)-P(2A)	117.4(3)
C(19A)-C(20A)-C(21A)	120.6(4)
C(19A)-C(20A)-H(20A)	119.7
C(21A)-C(20A)-H(20A)	119.7
C(22A)-C(21A)-C(20A)	121.0(5)
C(22A)-C(21A)-H(21A)	119.5
C(20A)-C(21A)-H(21A)	119.5
C(23A)-C(22A)-C(21A)	119.3(5)
C(23A)-C(22A)-H(22A)	120.3
C(21A)-C(22A)-H(22A)	120.3
C(22A)-C(23A)-C(24A)	120.9(5)
C(22A)-C(23A)-H(23A)	119.5
C(24A)-C(23A)-H(23A)	119.5
C(19A)-C(24A)-C(23A)	120.3(5)
C(19A)-C(24A)-H(24A)	119.8
C(23A)-C(24A)-H(24A)	119.8
C(30A)-C(25A)-C(26A)	117.1(4)
C(30A)-C(25A)-P(2A)	118.6(3)
C(26A)-C(25A)-P(2A)	124.3(3)
C(25A)-C(26A)-C(27A)	120.1(4)
C(25A)-C(26A)-H(26A)	120.0
C(27A)-C(26A)-H(26A)	120.0

ตารางที่ 2 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(28A)-C(27A)-C(26A)	121.7(5)
C(28A)-C(27A)-H(27A)	119.1
C(26A)-C(27A)-H(27A)	119.1
C(27A)-C(28A)-C(29A)	119.0(4)
C(27A)-C(28A)-H(28A)	120.5
C(29A)-C(28A)-H(28A)	120.5
C(28A)-C(29A)-C(30A)	120.2(5)
C(28A)-C(29A)-H(29A)	119.9
C(30A)-C(29A)-H(29A)	119.9
C(25A)-C(30A)-C(29A)	121.8(4)
C(25A)-C(30A)-H(30A)	119.1
C(29A)-C(30A)-H(30A)	119.1
C(32A)-C(31A)-C(36A)	117.7(4)
C(32A)-C(31A)-P(2A)	124.7(3)
C(36A)-C(31A)-P(2A)	117.5(3)
C(31A)-C(32A)-C(33A)	120.9(5)
C(31A)-C(32A)-H(32A)	119.5
C(33A)-C(32A)-H(32A)	119.5
C(34A)-C(33A)-C(32A)	119.8(5)
C(34A)-C(33A)-H(33A)	120.1
C(32A)-C(33A)-H(33A)	120.1
C(35A)-C(34A)-C(33A)	120.4(5)
C(35A)-C(34A)-H(34A)	119.8
C(33A)-C(34A)-H(34A)	119.8
C(34A)-C(35A)-C(36A)	119.7(5)
C(34A)-C(35A)-H(35A)	120.1

ตารางที่ 2 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(36A)-C(35A)-H(35A)	120.1
C(31A)-C(36A)-C(35A)	121.5(4)
C(31A)-C(36A)-H(36A)	119.3
C(35A)-C(36A)-H(36A)	119.3
N(2A)-C(37A)-N(1A)	118.5(3)
N(2A)-C(37A)-S(1A)	121.2(3)
N(1A)-C(37A)-S(1A)	120.3(3)
N(1A)-C(38A)-H(38D)	109.5
N(1A)-C(38A)-H(38E)	109.5
H(38D)-C(38A)-H(38E)	109.5
N(1A)-C(38A)-H(38F)	109.5
H(38D)-C(38A)-H(38F)	109.5
H(38E)-C(38A)-H(38F)	109.5
N(2A)-C(39A)-H(39A)	109.5
N(2A)-C(39A)-H(39B)	109.5
H(39A)-C(39A)-H(39B)	109.5
N(2A)-C(39A)-H(39C)	109.5
H(39A)-C(39A)-H(39C)	109.5
H(39B)-C(39A)-H(39C)	109.5
โมเลกุล B	
P(2B)-Cu(1B)-P(1B)	120.07(3)
P(2B)-Cu(1B)-S(1B)	106.08(3)
P(1B)-Cu(1B)-S(1B)	108.79(3)
P(2B)-Cu(1B)-Cl(1B)	105.37(3)
P(1B)-Cu(1B)-Cl(1B)	107.62(3)

ตารางที่ 2 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
S(1B)-Cu(1B)-Cl(1B)	108.45(3)
C(37B)-S(1B)-Cu(1B)	109.86(12)
C(37B)-N(1B)-C(38B)	124.9(3)
C(37B)-N(1B)-H(1BB)	119(3)
C(38B)-N(1B)-H(1BB)	116(3)
C(37B)-N(2B)-C(39B)	124.9(3)
C(37B)-N(2B)-H(2BB)	116(3)
C(39B)-N(2B)-H(2BB)	119(3)
C(1B)-P(1B)-C(7B)	103.14(15)
C(1B)-P(1B)-C(13B)	102.46(15)
C(7B)-P(1B)-C(13B)	101.02(16)
C(1B)-P(1B)-Cu(1B)	116.22(10)
C(7B)-P(1B)-Cu(1B)	114.62(11)
C(13B)-P(1B)-Cu(1B)	117.19(12)
C(25B)-P(2B)-C(19B)	102.78(15)
C(25B)-P(2B)-C(31B)	105.67(15)
C(19B)-P(2B)-C(31B)	99.76(15)
C(25B)-P(2B)-Cu(1B)	114.17(11)
C(19B)-P(2B)-Cu(1B)	115.73(11)
C(31B)-P(2B)-Cu(1B)	116.81(11)
C(6B)-C(1B)-C(2B)	118.3(3)
C(6B)-C(1B)-P(1B)	118.5(3)
C(2B)-C(1B)-P(1B)	123.1(3)
C(1B)-C(2B)-C(3B)	120.4(4)
C(1B)-C(2B)-H(2B)	119.8
C(3B)-C(2B)-H(2B)	119.8

ตารางที่ 2 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(4B)-C(3B)-C(2B)	120.8(4)
C(4B)-C(3B)-H(3B)	119.6
C(2B)-C(3B)-H(3B)	119.6
C(3B)-C(4B)-C(5B)	119.6(4)
C(3B)-C(4B)-H(4B)	120.2
C(5B)-C(4B)-H(4B)	120.2
C(4B)-C(5B)-C(6B)	120.3(4)
C(4B)-C(5B)-H(5B)	119.9
C(6B)-C(5B)-H(5B)	119.9
C(1B)-C(6B)-C(5B)	120.6(4)
C(1B)-C(6B)-H(6B)	119.7
C(5B)-C(6B)-H(6B)	119.7
C(12B)-C(7B)-C(8B)	117.9(3)
C(12B)-C(7B)-P(1B)	124.8(3)
C(8B)-C(7B)-P(1B)	117.2(3)
C(9B)-C(8B)-C(7B)	120.6(4)
C(9B)-C(8B)-H(8B)	119.7
C(7B)-C(8B)-H(8B)	119.7
C(8B)-C(9B)-C(10B)	120.1(4)
C(8B)-C(9B)-H(9B)	120.0
C(10B)-C(9B)-H(9B)	120.0
C(11B)-C(10B)-C(9B)	119.6(4)
C(11B)-C(10B)-H(10B)	120.2
C(9B)-C(10B)-H(10B)	120.2
C(10B)-C(11B)-C(12B)	120.1(4)
C(10B)-C(11B)-H(11B)	120.0

ตารางที่ 2 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(12B)-C(11B)-H(11B)	120.0
C(11B)-C(12B)-C(7B)	121.6(4)
C(11B)-C(12B)-H(12B)	119.2
C(7B)-C(12B)-H(12B)	119.2
C(14B)-C(13B)-C(18B)	118.0(4)
C(14B)-C(13B)-P(1B)	119.3(3)
C(18B)-C(13B)-P(1B)	122.7(3)
C(13B)-C(14B)-C(15B)	120.8(4)
C(13B)-C(14B)-H(14B)	119.6
C(15B)-C(14B)-H(14B)	119.6
C(16B)-C(15B)-C(14B)	120.6(5)
C(16B)-C(15B)-H(15B)	119.7
C(14B)-C(15B)-H(15B)	119.7
C(17B)-C(16B)-C(15B)	119.3(5)
C(17B)-C(16B)-H(16B)	120.3
C(15B)-C(16B)-H(16B)	120.3
C(16B)-C(17B)-C(18B)	120.9(5)
C(16B)-C(17B)-H(17B)	119.5
C(18B)-C(17B)-H(17B)	119.5
C(17B)-C(18B)-C(13B)	120.4(5)
C(17B)-C(18B)-H(18B)	119.8
C(13B)-C(18B)-H(18B)	119.8
C(20B)-C(19B)-C(24B)	118.7(3)
C(20B)-C(19B)-P(2B)	117.0(3)
C(24B)-C(19B)-P(2B)	124.3(3)
C(21B)-C(20B)-C(19B)	121.2(4)

ตารางที่ 2 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(21B)-C(20B)-H(20B)	119.4
C(19B)-C(20B)-H(20B)	119.4
C(22B)-C(21B)-C(20B)	119.7(4)
C(22B)-C(21B)-H(21B)	120.1
C(20B)-C(21B)-H(21B)	120.1
C(21B)-C(22B)-C(23B)	120.6(4)
C(21B)-C(22B)-H(22B)	119.7
C(23B)-C(22B)-H(22B)	119.7
C(22B)-C(23B)-C(24B)	120.2(4)
C(22B)-C(23B)-H(23B)	119.9
C(24B)-C(23B)-H(23B)	119.9
C(19B)-C(24B)-C(23B)	119.6(4)
C(19B)-C(24B)-H(24B)	120.2
C(23B)-C(24B)-H(24B)	120.2
C(30B)-C(25B)-C(26B)	117.3(3)
C(30B)-C(25B)-P(2B)	125.8(3)
C(26B)-C(25B)-P(2B)	116.9(3)
C(27B)-C(26B)-C(25B)	121.4(4)
C(27B)-C(26B)-H(26B)	119.3
C(25B)-C(26B)-H(26B)	119.3
C(28B)-C(27B)-C(26B)	120.2(4)
C(28B)-C(27B)-H(27B)	119.9
C(26B)-C(27B)-H(27B)	119.9
C(29B)-C(28B)-C(27B)	119.7(4)
C(29B)-C(28B)-H(28B)	120.2
C(27B)-C(28B)-H(28B)	120.2

ตารางที่ 2 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(28B)-C(29B)-C(30B)	120.8(4)
C(28B)-C(29B)-H(29B)	119.6
C(30B)-C(29B)-H(29B)	119.6
C(25B)-C(30B)-C(29B)	120.7(4)
C(25B)-C(30B)-H(30B)	119.7
C(29B)-C(30B)-H(30B)	119.7
C(36B)-C(31B)-C(32B)	119.0(3)
C(36B)-C(31B)-P(2B)	118.9(3)
C(32B)-C(31B)-P(2B)	122.0(3)
C(33B)-C(32B)-C(31B)	120.3(4)
C(33B)-C(32B)-H(32B)	119.9
C(31B)-C(32B)-H(32B)	119.9
C(34B)-C(33B)-C(32B)	120.5(4)
C(34B)-C(33B)-H(33B)	119.8
C(32B)-C(33B)-H(33B)	119.8
C(35B)-C(34B)-C(33B)	119.6(4)
C(35B)-C(34B)-H(34B)	120.2
C(33B)-C(34B)-H(34B)	120.2
C(34B)-C(35B)-C(36B)	120.3(4)
C(34B)-C(35B)-H(35B)	119.8
C(36B)-C(35B)-H(35B)	119.8
C(31B)-C(36B)-C(35B)	120.3(4)
C(31B)-C(36B)-H(36B)	119.9
C(35B)-C(36B)-H(36B)	119.9
N(2B)-C(37B)-N(1B)	117.9(3)
N(2B)-C(37B)-S(1B)	120.8(3)

ตารางที่ 2 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
N(1B)-C(37B)-S(1B)	121.3(3)
N(1B)-C(38B)-H(38A)	109.5
N(1B)-C(38B)-H(38B)	109.5
H(38A)-C(38B)-H(38B)	109.5
N(1B)-C(38B)-H(38C)	109.5
H(38A)-C(38B)-H(38C)	109.5
H(38B)-C(38B)-H(38C)	109.5
N(2B)-C(39B)-H(39D)	109.5
N(2B)-C(39B)-H(39E)	109.5
H(39D)-C(39B)-H(39E)	109.5
N(2B)-C(39B)-H(39F)	109.5
H(39D)-C(39B)-H(39F)	109.5
H(39E)-C(39B)-H(39F)	109.5
C(2)-C(1)-H(1A)	109.5
C(2)-C(1)-H(1B)	109.5
H(1A)-C(1)-H(1B)	109.5
C(2)-C(1)-H(1C)	109.5
H(1A)-C(1)-H(1C)	109.5
H(1B)-C(1)-H(1C)	109.5
N(3)-C(2)-C(1)	178.9(8)

ตารางที่ 3 มุม Torsion ในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$

พันธะ	มุมพันธะ (°)
โมเลกุล A	
P(1A)-Cu(1A)-S(1A)-C(37A)	111.26(13)
P(2A)-Cu(1A)-S(1A)-C(37A)	-114.72(13)
Cl(1A)-Cu(1A)-S(1A)-C(37A)	-3.76(13)
P(2A)-Cu(1A)-P(1A)-C(7A)	-63.24(12)
S(1A)-Cu(1A)-P(1A)-C(7A)	58.69(12)
Cl(1A)-Cu(1A)-P(1A)-C(7A)	179.05(12)
P(2A)-Cu(1A)-P(1A)-C(13A)	178.77(12)
S(1A)-Cu(1A)-P(1A)-C(13A)	-59.29(12)
Cl(1A)-Cu(1A)-P(1A)-C(13A)	61.07(12)
P(2A)-Cu(1A)-P(1A)-C(1A)	56.23(13)
S(1A)-Cu(1A)-P(1A)-C(1A)	178.16(12)
Cl(1A)-Cu(1A)-P(1A)-C(1A)	-61.48(13)
P(1A)-Cu(1A)-P(2A)-C(25A)	66.15(14)
S(1A)-Cu(1A)-P(2A)-C(25A)	-57.33(13)
Cl(1A)-Cu(1A)-P(2A)-C(25A)	-175.35(13)
P(1A)-Cu(1A)-P(2A)-C(19A)	-55.91(14)
S(1A)-Cu(1A)-P(2A)-C(19A)	-179.39(13)
Cl(1A)-Cu(1A)-P(2A)-C(19A)	62.59(14)
P(1A)-Cu(1A)-P(2A)-C(31A)	-175.27(13)
S(1A)-Cu(1A)-P(2A)-C(31A)	61.25(13)
Cl(1A)-Cu(1A)-P(2A)-C(31A)	-56.77(13)
C(7A)-P(1A)-C(1A)-C(6A)	85.3(4)
C(13A)-P(1A)-C(1A)-C(6A)	-167.9(3)
Cu(1A)-P(1A)-C(1A)-C(6A)	-40.7(4)
C(7A)-P(1A)-C(1A)-C(2A)	-94.5(4)

ตารางที่ 3 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(13A)-P(1A)-C(1A)-C(2A)	12.3(4)
Cu(1A)-P(1A)-C(1A)-C(2A)	139.5(3)
C(6A)-C(1A)-C(2A)-C(3A)	-1.0(7)
P(1A)-C(1A)-C(2A)-C(3A)	178.9(4)
C(1A)-C(2A)-C(3A)-C(4A)	1.1(8)
C(2A)-C(3A)-C(4A)-C(5A)	-0.7(8)
C(3A)-C(4A)-C(5A)-C(6A)	0.2(9)
C(2A)-C(1A)-C(6A)-C(5A)	0.5(8)
P(1A)-C(1A)-C(6A)-C(5A)	-179.3(5)
C(4A)-C(5A)-C(6A)-C(1A)	-0.1(9)
C(13A)-P(1A)-C(7A)-C(8A)	79.7(3)
C(1A)-P(1A)-C(7A)-C(8A)	-170.9(3)
Cu(1A)-P(1A)-C(7A)-C(8A)	-44.9(3)
C(13A)-P(1A)-C(7A)-C(12A)	-101.4(3)
C(1A)-P(1A)-C(7A)-C(12A)	7.9(4)
Cu(1A)-P(1A)-C(7A)-C(12A)	134.0(3)
C(12A)-C(7A)-C(8A)-C(9A)	-3.8(6)
P(1A)-C(7A)-C(8A)-C(9A)	175.1(4)
C(7A)-C(8A)-C(9A)-C(10A)	0.9(8)
C(8A)-C(9A)-C(10A)-C(11A)	3.0(8)
C(9A)-C(10A)-C(11A)-C(12A)	-3.8(8)
C(8A)-C(7A)-C(12A)-C(11A)	3.0(6)
P(1A)-C(7A)-C(12A)-C(11A)	-175.9(4)
C(10A)-C(11A)-C(12A)-C(7A)	0.8(8)
C(7A)-P(1A)-C(13A)-C(18A)	39.2(4)
C(1A)-P(1A)-C(13A)-C(18A)	-68.1(3)

ตารางที่ 3 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
Cu(1A)-P(1A)-C(13A)-C(18A)	164.3(3)
C(7A)-P(1A)-C(13A)-C(14A)	-137.6(3)
C(1A)-P(1A)-C(13A)-C(14A)	115.1(3)
Cu(1A)-P(1A)-C(13A)-C(14A)	-12.6(3)
C(18A)-C(13A)-C(14A)-C(15A)	0.6(6)
P(1A)-C(13A)-C(14A)-C(15A)	177.6(3)
C(13A)-C(14A)-C(15A)-C(16A)	0.6(7)
C(14A)-C(15A)-C(16A)-C(17A)	-1.0(8)
C(15A)-C(16A)-C(17A)-C(18A)	0.1(8)
C(14A)-C(13A)-C(18A)-C(17A)	-1.4(6)
P(1A)-C(13A)-C(18A)-C(17A)	-178.3(3)
C(16A)-C(17A)-C(18A)-C(13A)	1.2(7)
C(25A)-P(2A)-C(19A)-C(24A)	-3.9(4)
C(31A)-P(2A)-C(19A)-C(24A)	-112.0(4)
Cu(1A)-P(2A)-C(19A)-C(24A)	123.9(3)
C(25A)-P(2A)-C(19A)-C(20A)	179.9(3)
C(31A)-P(2A)-C(19A)-C(20A)	71.9(3)
Cu(1A)-P(2A)-C(19A)-C(20A)	-52.3(3)
C(24A)-C(19A)-C(20A)-C(21A)	1.9(7)
P(2A)-C(19A)-C(20A)-C(21A)	178.4(4)
C(19A)-C(20A)-C(21A)-C(22A)	-2.4(8)
C(20A)-C(21A)-C(22A)-C(23A)	0.9(9)
C(21A)-C(22A)-C(23A)-C(24A)	0.9(9)
C(20A)-C(19A)-C(24A)-C(23A)	-0.2(7)
P(2A)-C(19A)-C(24A)-C(23A)	-176.3(4)
C(22A)-C(23A)-C(24A)-C(19A)	-1.3(9)

ตารางที่ 3 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(19A)-P(2A)-C(25A)-C(30A)	91.1(3)
C(31A)-P(2A)-C(25A)-C(30A)	-161.0(3)
Cu(1A)-P(2A)-C(25A)-C(30A)	-37.6(4)
C(19A)-P(2A)-C(25A)-C(26A)	-89.9(4)
C(31A)-P(2A)-C(25A)-C(26A)	18.0(4)
Cu(1A)-P(2A)-C(25A)-C(26A)	141.4(4)
C(30A)-C(25A)-C(26A)-C(27A)	-0.2(7)
P(2A)-C(25A)-C(26A)-C(27A)	-179.2(4)
C(25A)-C(26A)-C(27A)-C(28A)	-2.3(9)
C(26A)-C(27A)-C(28A)-C(29A)	3.4(9)
C(27A)-C(28A)-C(29A)-C(30A)	-2.0(8)
C(26A)-C(25A)-C(30A)-C(29A)	1.6(7)
P(2A)-C(25A)-C(30A)-C(29A)	-179.3(4)
C(28A)-C(29A)-C(30A)-C(25A)	-0.5(8)
C(25A)-P(2A)-C(31A)-C(32A)	-108.7(4)
C(19A)-P(2A)-C(31A)-C(32A)	-0.6(4)
Cu(1A)-P(2A)-C(31A)-C(32A)	126.2(3)
C(25A)-P(2A)-C(31A)-C(36A)	73.7(3)
C(19A)-P(2A)-C(31A)-C(36A)	-178.2(3)
Cu(1A)-P(2A)-C(31A)-C(36A)	-51.4(3)
C(36A)-C(31A)-C(32A)-C(33A)	-0.3(7)
P(2A)-C(31A)-C(32A)-C(33A)	-178.0(4)
C(31A)-C(32A)-C(33A)-C(34A)	-0.2(8)
C(32A)-C(33A)-C(34A)-C(35A)	-0.5(8)
C(33A)-C(34A)-C(35A)-C(36A)	1.7(8)

ตารางที่ 3 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(32A)-C(31A)-C(36A)-C(35A)	1.6(6)
P(2A)-C(31A)-C(36A)-C(35A)	179.4(3)
C(34A)-C(35A)-C(36A)-C(31A)	-2.3(7)
C(39A)-N(2A)-C(37A)-N(1A)	5.3(6)
C(39A)-N(2A)-C(37A)-S(1A)	-174.0(3)
C(38A)-N(1A)-C(37A)-N(2A)	178.2(4)
C(38A)-N(1A)-C(37A)-S(1A)	-2.5(6)
Cu(1A)-S(1A)-C(37A)-N(2A)	-4.3(3)
Cu(1A)-S(1A)-C(37A)-N(1A)	176.4(3)
โมเลกุล B	
P(2B)-Cu(1B)-S(1B)-C(37B) -	150.75(13)
P(1B)-Cu(1B)-S(1B)-C(37B)	78.79(13)
Cl(1B)-Cu(1B)-S(1B)-C(37B)	-37.99(13)
P(2B)-Cu(1B)-P(1B)-C(1B)	50.41(13)
S(1B)-Cu(1B)-P(1B)-C(1B)	172.76(13)
Cl(1B)-Cu(1B)-P(1B)-C(1B)	-69.93(13)
P(2B)-Cu(1B)-P(1B)-C(7B)	-69.88(13)
S(1B)-Cu(1B)-P(1B)-C(7B)	52.47(13)
Cl(1B)-Cu(1B)-P(1B)-C(7B)	169.78(12)
P(2B)-Cu(1B)-P(1B)-C(13B)	171.97(12)
S(1B)-Cu(1B)-P(1B)-C(13B)	-65.69(13)
Cl(1B)-Cu(1B)-P(1B)-C(13B)	51.63(13)
P(1B)-Cu(1B)-P(2B)-C(25B)	66.44(12)
S(1B)-Cu(1B)-P(2B)-C(25B)	-57.21(12)

ตารางที่ 3 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
Cl(1B)-Cu(1B)-P(2B)-C(25B)	-172.10(12)
P(1B)-Cu(1B)-P(2B)-C(19B)	-52.59(13)
S(1B)-Cu(1B)-P(2B)-C(19B)	-176.25(13)
Cl(1B)-Cu(1B)-P(2B)-C(19B)	68.87(13)
P(1B)-Cu(1B)-P(2B)-C(31B)	-169.61(12)
S(1B)-Cu(1B)-P(2B)-C(31B)	66.73(12)
Cl(1B)-Cu(1B)-P(2B)-C(31B)	-48.15(12)
C(7B)-P(1B)-C(1B)-C(6B)	74.3(3)
C(13B)-P(1B)-C(1B)-C(6B)	178.9(3)
Cu(1B)-P(1B)-C(1B)-C(6B)	-52.0(3)
C(7B)-P(1B)-C(1B)-C(2B)	-107.7(3)
C(13B)-P(1B)-C(1B)-C(2B)	-3.0(4)
Cu(1B)-P(1B)-C(1B)-C(2B)	126.1(3)
C(6B)-C(1B)-C(2B)-C(3B)	-1.0(6)
P(1B)-C(1B)-C(2B)-C(3B)	-179.1(3)
C(1B)-C(2B)-C(3B)-C(4B)	-0.9(7)
C(2B)-C(3B)-C(4B)-C(5B)	2.0(7)
C(3B)-C(4B)-C(5B)-C(6B)	-1.1(7)
C(2B)-C(1B)-C(6B)-C(5B)	1.9(5)
P(1B)-C(1B)-C(6B)-C(5B)	-180.0(3)
C(4B)-C(5B)-C(6B)-C(1B)	-0.8(6)
C(1B)-P(1B)-C(7B)-C(12B)	-4.2(4)
C(13B)-P(1B)-C(7B)-C(12B)	-109.9(3)
Cu(1B)-P(1B)-C(7B)-C(12B)	123.1(3)
C(1B)-P(1B)-C(7B)-C(8B)	176.5(3)

ตารางที่ 3 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(13B)-P(1B)-C(7B)-C(8B)	70.8(3)
Cu(1B)-P(1B)-C(7B)-C(8B)	-56.2(3)
C(12B)-C(7B)-C(8B)-C(9B)	2.3(7)
P(1B)-C(7B)-C(8B)-C(9B)	-178.4(4)
C(7B)-C(8B)-C(9B)-C(10B)	-1.7(8)
C(8B)-C(9B)-C(10B)-C(11B)	0.1(8)
C(9B)-C(10B)-C(11B)-C(12B)	0.9(7)
C(10B)-C(11B)-C(12B)-C(7B)	-0.3(7)
C(8B)-C(7B)-C(12B)-C(11B)	-1.3(6)
P(1B)-C(7B)-C(12B)-C(11B)	179.4(3)
C(1B)-P(1B)-C(13B)-C(14B)	107.1(3)
C(7B)-P(1B)-C(13B)-C(14B)	-146.7(3)
Cu(1B)-P(1B)-C(13B)-C(14B)	-21.4(4)
C(1B)-P(1B)-C(13B)-C(18B)	-72.3(3)
C(7B)-P(1B)-C(13B)-C(18B)	34.0(3)
Cu(1B)-P(1B)-C(13B)-C(18B)	159.3(3)
C(18B)-C(13B)-C(14B)-C(15B)	-0.5(7)
P(1B)-C(13B)-C(14B)-C(15B)	-179.9(4)
C(13B)-C(14B)-C(15B)-C(16B)	1.3(8)
C(14B)-C(15B)-C(16B)-C(17B)	-1.3(8)
C(15B)-C(16B)-C(17B)-C(18B)	0.5(8)
C(16B)-C(17B)-C(18B)-C(13B)	0.3(7)
C(14B)-C(13B)-C(18B)-C(17B)	-0.2(6)
P(1B)-C(13B)-C(18B)-C(17B)	179.1(3)
C(25B)-P(2B)-C(19B)-C(20B)	-178.2(3)
C(31B)-P(2B)-C(19B)-C(20B)	73.1(3)

ตารางที่ 3 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
Cu(1B)-P(2B)-C(19B)-C(20B)	-53.1(3)
C(25B)-P(2B)-C(19B)-C(24B)	2.4(3)
C(31B)-P(2B)-C(19B)-C(24B)	-106.2(3)
Cu(1B)-P(2B)-C(19B)-C(24B)	127.5(3)
C(24B)-C(19B)-C(20B)-C(21B)	0.4(6)
P(2B)-C(19B)-C(20B)-C(21B)	-179.0(3)
C(19B)-C(20B)-C(21B)-C(22B)	-1.6(7)
C(20B)-C(21B)-C(22B)-C(23B)	1.9(7)
C(21B)-C(22B)-C(23B)-C(24B)	-1.0(7)
C(20B)-C(19B)-C(24B)-C(23B)	0.4(6)
P(2B)-C(19B)-C(24B)-C(23B)	179.8(3)
C(22B)-C(23B)-C(24B)-C(19B)	-0.2(7)
C(19B)-P(2B)-C(25B)-C(30B)	-94.0(3)
C(31B)-P(2B)-C(25B)-C(30B)	10.2(3)
Cu(1B)-P(2B)-C(25B)-C(30B)	139.9(3)
C(19B)-P(2B)-C(25B)-C(26B)	85.2(3)
C(31B)-P(2B)-C(25B)-C(26B)	-170.7(3)
Cu(1B)-P(2B)-C(25B)-C(26B)	-41.0(3)
C(30B)-C(25B)-C(26B)-C(27B)	1.7(6)
P(2B)-C(25B)-C(26B)-C(27B)	-177.5(3)
C(25B)-C(26B)-C(27B)-C(28B)	-1.6(6)
C(26B)-C(27B)-C(28B)-C(29B)	0.2(6)
C(27B)-C(28B)-C(29B)-C(30B)	1.0(7)
C(26B)-C(25B)-C(30B)-C(29B)	-0.6(5)
P(2B)-C(25B)-C(30B)-C(29B)	178.5(3)
C(28B)-C(29B)-C(30B)-C(25B)	-0.8(6)

ตารางที่ 3 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(25B)-P(2B)-C(31B)-C(36B)	111.2(3)
C(19B)-P(2B)-C(31B)-C(36B)	-142.5(3)
Cu(1B)-P(2B)-C(31B)-C(36B)	-17.0(3)
C(25B)-P(2B)-C(31B)-C(32B)	-71.8(3)
C(19B)-P(2B)-C(31B)-C(32B)	34.5(3)
Cu(1B)-P(2B)-C(31B)-C(32B)	160.0(3)
C(36B)-C(31B)-C(32B)-C(33B)	-1.9(6)
P(2B)-C(31B)-C(32B)-C(33B)	-178.9(3)
C(31B)-C(32B)-C(33B)-C(34B)	1.6(6)
C(32B)-C(33B)-C(34B)-C(35B)	-0.3(7)
C(33B)-C(34B)-C(35B)-C(36B)	-0.7(6)
C(32B)-C(31B)-C(36B)-C(35B)	1.0(5)
P(2B)-C(31B)-C(36B)-C(35B)	178.1(3)
C(34B)-C(35B)-C(36B)-C(31B)	0.3(6)
C(39B)-N(2B)-C(37B)-N(1B)	5.9(6)
C(39B)-N(2B)-C(37B)-S(1B)	-175.8(3)
C(38B)-N(1B)-C(37B)-N(2B)	-178.7(4)
C(38B)-N(1B)-C(37B)-S(1B)	3.0(6)
Cu(1B)-S(1B)-C(37B)-N(2B)	27.2(3)
Cu(1B)-S(1B)-C(37B)-N(1B)	-154.6(3)

ตารางที่ 4 พิกัดของอะตอม(ยกเว้นไฮโดรเจน)ในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
		โมเลกุล A		
Cu(1A)	8337(1)	2233(1)	6689(1)	40(1)
Cl(1A)	7633(1)	1502(1)	6673(1)	52(1)
S(1A)	9985(1)	2235(1)	7087(1)	51(1)
N(1A)	11290(2)	1651(1)	7551(2)	61(1)
N(2A)	9764(2)	1379(1)	7361(2)	52(1)
P(1A)	7460(1)	2617(1)	7527(1)	38(1)
P(2A)	8411(1)	2411(1)	5485(1)	42(1)
C(1A)	6156(2)	2674(1)	7313(2)	43(1)
C(2A)	5422(3)	2638(2)	7798(2)	73(1)
C(3A)	4458(3)	2695(2)	7580(3)	92(2)
C(4A)	4228(3)	2779(2)	6880(3)	86(2)
C(5A)	4943(4)	2813(2)	6390(3)	114(2)
C(6A)	5902(3)	2760(2)	6611(2)	92(2)
C(7A)	7845(2)	3194(1)	7674(2)	40(1)
C(8A)	8823(3)	3284(1)	7747(3)	72(1)
C(9A)	9167(3)	3714(1)	7805(3)	85(2)
C(10A)	8543(3)	4060(1)	7802(3)	75(1)
C(11A)	7566(3)	3981(1)	7774(3)	86(2)
C(12A)	7222(3)	3553(1)	7706(2)	69(1)
C(13A)	7527(2)	2386(1)	8447(2)	43(1)
C(14A)	7917(3)	1966(1)	8537(2)	62(1)
C(15A)	8018(4)	1781(2)	9224(2)	80(1)
C(16A)	7725(4)	2012(2)	9815(2)	81(1)
C(17A)	7343(4)	2426(2)	9739(2)	84(2)
C(18A)	7252(3)	2615(1)	9055(2)	68(1)

ตารางที่ 4 (ต่อ)

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
C(19A)	7252(3)	2447(1)	4987(2)	50(1)
C(20A)	6629(3)	2090(2)	5034(2)	74(1)
C(21A)	5732(3)	2098(2)	4688(3)	95(2)
C(22A)	5430(4)	2460(2)	4319(3)	97(2)
C(23A)	6016(4)	2815(2)	4280(3)	107(2)
C(24A)	6937(3)	2812(2)	4607(2)	83(1)
C(25A)	9008(3)	2938(1)	5285(2)	47(1)
C(26A)	9612(4)	3006(2)	4704(3)	89(2)
C(27A)	10042(4)	3418(2)	4602(3)	106(2)
C(28A)	9863(4)	3763(2)	5041(3)	88(2)
C(29A)	9285(4)	3701(2)	5622(3)	87(2)
C(30A)	8865(3)	3291(1)	5743(2)	70(1)
C(31A)	9103(3)	2002(1)	4965(2)	49(1)
C(32A)	8768(3)	1791(2)	4363(3)	82(1)
C(33A)	9334(4)	1473(2)	4013(3)	105(2)
C(34A)	10232(4)	1376(2)	4275(3)	92(2)
C(35A)	10585(4)	1584(2)	4867(3)	82(1)
C(36A)	10018(3)	1891(1)	5220(2)	68(1)
C(37A)	10368(2)	1718(1)	7348(2)	43(1)
C(38A)	12041(3)	1991(1)	7544(3)	91(2)
C(39A)	9991(3)	940(1)	7634(2)	68(1)
		โมเลกุล B		
Cu(1B)	3114(1)	10192(1)	7598(1)	39(1)
Cl(1B)	2657(1)	10866(1)	8199(1)	49(1)
S(1B)	4845(1)	10139(1)	7623(1)	48(1)

ตารางที่ 4 (ต่อ)

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
N(1B)	6224(2)	10702(1)	7228(2)	60(1)
N(2B)	4872(2)	11018(1)	7694(2)	61(1)
P(1B)	2587(1)	10243(1)	6411(1)	39(1)
P(2B)	2567(1)	9630(1)	8319(1)	38(1)
C(1B)	1268(2)	10218(1)	6256(2)	41(1)
C(2B)	757(3)	10539(2)	5873(2)	70(1)
C(3B)	-243(3)	10504(2)	5783(3)	88(2)
C(4B)	-733(3)	10154(2)	6060(2)	74(1)
C(5B)	-240(3)	9837(2)	6452(2)	65(1)
C(6B)	758(3)	9870(1)	6554(2)	52(1)
C(7B)	3047(2)	9805(1)	5814(2)	45(1)
C(8B)	4042(3)	9756(2)	5777(2)	76(1)
C(9B)	4443(3)	9442(2)	5327(3)	93(2)
C(10B)	3848(4)	9164(2)	4921(2)	83(1)
C(11B)	2867(3)	9203(2)	4968(2)	73(1)
C(12B)	2472(3)	9520(1)	5408(2)	61(1)
C(13B)	2930(2)	10744(1)	5906(2)	46(1)
C(14B)	3182(3)	11120(1)	6278(2)	78(1)
C(15B)	3444(4)	11505(2)	5913(3)	101(2)
C(16B)	3434(3)	11517(2)	5180(3)	91(2)
C(17B)	3186(3)	11148(2)	4803(3)	87(2)
C(18B)	2935(3)	0760(2)	5156(2)	67(1)
C(19B)	1242(2)	9568(1)	8357(2)	44(1)
C(20B)	712(3)	9941(1)	8533(2)	61(1)
C(21B)	-286(3)	9925(2)	8586(3)	78(1)
C(22B)	-763(3)	9538(2)	8446(3)	85(2)

ตารางที่ 4 (ต่อ)

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
C(23B)	-262(3)	9163(2)	8273(3)	83(1)
C(24B)	752(3)	9174(1)	8228(2)	62(1)
C(25B)	2967(2)	9079(1)	8046(2)	43(1)
C(26B)	2962(3)	8988(1)	7305(2)	58(1)
C(27B)	3214(3)	8576(1)	7044(2)	69(1)
C(28B)	3500(3)	8247(1)	7513(3)	70(1)
C(29B)	3532(3)	8329(1)	8238(3)	73(1)
C(30B)	3262(3)	8741(1)	8510(2)	59(1)
C(31B)	2855(2)	9672(1)	9294(2)	42(1)
C(32B)	2338(3)	9439(1)	9808(2)	57(1)
C(33B)	2566(3)	9484(2)	10535(2)	69(1)
C(34B)	3290(3)	9768(2)	10759(2)	68(1)
C(35B)	3792(3)	10007(1)	10254(2)	64(1)
C(36B)	3578(2)	9959(1)	9522(2)	53(1)
C(37B)	5344(2)	10654(1)	7501(2)	44(1)
C(38B)	6826(3)	10342(1)	6979(3)	82(1)
C(39B)	5206(3)	11469(1)	7571(3)	87(2)
C(1)	8259(4)	9111(3)	6(3)	139(3)
C(2)	9263(5)	9048(2)	207(3)	105(2)
N(3)	10045(4)	8995(2)	354(3)	137(2)

ตารางที่ 5 พิกัดของอะตอมไฮโดรเจนในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
		โมเลกุล A		
H(1AA)	11480(30)	1385(8)	7690(20)	74
H(2AA)	9202(17)	1429(12)	7146(18)	62
H(2A)	5568	2575	8282	87
H(3A)	3968	2674	7921	111
H(4A)	3581	2814	6736	103
H(5A)	4792	2872	5906	137
H(6A)	6389	2783	6269	111
H(8A)	9263	3049	7757	87
H(9A)	9833	3765	7847	102
H(10A)	8777	4350	7819	90
H(11A)	7131	4218	7800	103
H(12A)	6554	3504	7681	82
H(14A)	8113	1805	8134	75
H(15A)	8288	1499	9279	96
H(16A)	7785	1885	10274	98
H(17A)	7143	2583	10146	100
H(18A)	7001	2901	9007	82
H(20A)	6815	1840	5301	88
H(21A)	5330	1849	4710	114
H(22A)	4820	2464	4093	117
H(23A)	5806	3067	4031	129
H(24A)	7340	3059	4567	99
H(26A)	9731	2775	4381	107
H(27A)	10467	3456	4218	127
H(28A)	10132	4041	4948	105

ตารางที่ 5 (ต่อ)

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
H(29A)	9171	3935	5940	104
H(30A)	8475	3253	6146	84
H(32A)	8151	1858	4180	99
H(33A)	9094	1329	3600	126
H(34A)	10608	1163	4044	111
H(35A)	11211	1522	5038	99
H(36A)	10258	2027	5640	82
H(38D)	12062	2125	7072	136
H(38E)	12660	1857	7657	136
H(38F)	11899	2214	7900	136
H(39A)	10525	818	7369	102
H(39B)	9433	751	7575	102
H(39C)	10166	959	8140	102
		โมเลกุล B		
H(1BB)	6460(30)	10968(8)	7190(20)	72
H(2BB)	4301(18)	10976(13)	7892(19)	73
H(2B)	1085	10779	5674	84
H(3B)	-581	10724	5530	105
H(4B)	-1401	10129	5985	89
H(5B)	-576	9599	6651	78
H(6B)	1086	9655	6827	63
H(8B)	4446	9937	6059	91
H(9B)	5115	9416	5296	111
H(10B)	4118	8951	4617	99
H(11B)	2463	9014	4701	88

ตารางที่ 5 (ต่อ)

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
H(12B)	1800	9544	5433	73
H(14B)	3179	11118	6783	94
H(15B)	3627	11756	6175	121
H(16B)	3598	11777	4938	109
H(17B)	3184	11155	4299	104
H(18B)	2768	10509	4888	81
H(20B)	1035	10208	8618	73
H(21B)	-631	10178	8717	94
H(22B)	-1438	9529	8468	101
H(23B)	-595	8898	8186	100
H(24B)	1095	8917	8112	74
H(26B)	2784	9211	6979	70
H(27B)	3191	8521	6548	83
H(28B)	3673	7968	7336	84
H(29B)	3736	8106	8556	88
H(30B)	3281	8790	9008	71
H(32B)	1835	9250	9662	69
H(33B)	2225	9320	10877	83
H(34B)	3439	9799	11251	82
H(35B)	4279	10203	10404	77
H(36B)	3925	10121	9182	63
H(38A)	6986	10150	7379	123
H(38B)	7414	10461	6781	123
H(38C)	6481	10177	6611	123
H(39D)	5827	11511	7805	131
H(39E)	4746	11675	7766	131

ตารางที่ 6 เทอร์มอลพารามิเตอร์ของอะตอมในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Cl]\cdot 0.5CH_3CN$

อะตอม	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
			โมเลกุล A			
Cu(1A)	38(1)	36(1)	45(1)	1(1)	4(1)	2(1)
Cl(1A)	47(1)	42(1)	66(1)	-2(1)	1(1)	-13(1)
S(1A)	39(1)	34(1)	80(1)	3(1)	-10(1)	1(1)
N(1A)	40(2)	40(2)	104(3)	5(2)	-10(2)	7(2)
N(2A)	47(2)	36(2)	73(2)	4(2)	-9(2)	1(2)
P(1A)	35(1)	36(1)	43(1)	-1(1)	3(1)	3(1)
P(2A)	41(1)	41(1)	43(1)	2(1)	4(1)	2(1)
C(1A)	36(2)	39(2)	54(2)	-10(2)	1(2)	1(2)
C(2A)	43(2)	94(3)	80(3)	9(3)	9(2)	-6(2)
C(3A)	43(3)	118(4)	116(4)	-3(4)	16(3)	-6(3)
C(4A)	41(3)	94(4)	122(4)	-28(3)	-16(3)	9(2)
C(5A)	65(3)	202(7)	74(3)	-23(4)	-17(3)	40(4)
C(6A)	45(3)	169(5)	62(3)	-14(3)	0(2)	31(3)
C(7A)	39(2)	38(2)	43(2)	-2(2)	0(2)	5(2)
C(8A)	44(2)	48(2)	125(4)	-29(2)	2(2)	5(2)
C(9A)	45(2)	66(3)	144(5)	-37(3)	18(3)	-10(2)
C(10A)	77(3)	41(2)	108(4)	-2(2)	16(3)	-10(2)
C(11A)	72(3)	38(2)	148(5)	0(3)	-16(3)	8(2)
C(12A)	53(2)	42(2)	110(3)	-2(2)	-10(2)	4(2)
C(13A)	44(2)	39(2)	45(2)	3(2)	3(2)	-4(2)
C(14A)	82(3)	53(2)	51(2)	4(2)	6(2)	8(2)
C(15A)	108(4)	63(3)	70(3)	22(2)	5(3)	9(3)
C(16A)	114(4)	78(3)	52(3)	18(2)	-4(3)	-22(3)
C(17A)	125(4)	79(3)	48(3)	-11(2)	20(3)	-17(3)
C(18A)	99(3)	51(2)	54(2)	-3(2)	10(2)	-1(2)

ตารางที่ 6 (ต่อ)

อะตอม	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
C(19A)	51(2)	55(2)	44(2)	-2(2)	-2(2)	7(2)
C(20A)	49(2)	75(3)	96(3)	9(3)	-11(2)	0(2)
C(21A)	57(3)	108(4)	119(4)	-2(4)	-20(3)	-8(3)
C(22A)	66(3)	130(5)	95(4)	-14(4)	-35(3)	17(3)
C(23A)	106(4)	111(5)	104(4)	19(4)	-49(4)	22(4)
C(24A)	85(3)	79(3)	83(3)	19(3)	-29(3)	1(3)
C(25A)	52(2)	41(2)	48(2)	7(2)	3(2)	-2(2)
C(26A)	128(4)	57(3)	84(3)	4(2)	49(3)	-17(3)
C(27A)	130(5)	84(4)	105(4)	14(3)	56(4)	-27(3)
C(28A)	93(4)	59(3)	112(4)	25(3)	5(3)	-24(3)
C(29A)	112(4)	53(3)	96(4)	-6(3)	12(3)	-19(3)
C(30A)	85(3)	54(3)	71(3)	-1(2)	16(2)	-11(2)
C(31A)	52(2)	43(2)	52(2)	2(2)	15(2)	-3(2)
C(32A)	62(3)	94(4)	91(3)	-38(3)	14(2)	-6(3)
C(33A)	99(4)	105(4)	112(4)	-63(3)	31(4)	-18(4)
C(34A)	94(4)	56(3)	129(5)	-6(3)	62(4)	5(3)
C(35A)	79(3)	72(3)	96(4)	15(3)	29(3)	25(3)
C(36A)	64(3)	72(3)	68(3)	0(2)	15(2)	23(2)
C(37A)	40(2)	38(2)	52(2)	-7(2)	-1(2)	5(2)
C(38A)	40(2)	59(3)	172(5)	10(3)	-16(3)	1(2)
C(39A)	74(3)	38(2)	91(3)	10(2)	-10(2)	3(2)
			โมเลกุล B			
Cu(1B)	35(1)	38(1)	45(1)	5(1)	-1(1)	-2(1)
Cl(1B)	45(1)	44(1)	59(1)	0(1)	5(1)	9(1)
S(1B)	31(1)	41(1)	70(1)	8(1)	1(1)	-2(1)

ตารางที่ 6 (ต่อ)

อะตอม	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
N(1B)	43(2)	43(2)	95(2)	2(2)	21(2)	-6(2)
N(2B)	42(2)	44(2)	96(3)	-4(2)	18(2)	-3(2)
P(1B)	33(1)	44(1)	40(1)	3(1)	-1(1)	3(1)
P(2B)	34(1)	35(1)	45(1)	5(1)	-2(1)	-2(1)
C(1B)	33(2)	53(2)	37(2)	0(2)	0(1)	4(2)
C(2B)	42(2)	86(3)	83(3)	27(2)	-3(2)	10(2)
C(3B)	43(3)	121(4)	99(4)	32(3)	-9(2)	12(3)
C(4B)	34(2)	116(4)	73(3)	-4(3)	-6(2)	4(3)
C(5B)	46(2)	84(3)	65(3)	-6(2)	9(2)	-19(2)
C(6B)	44(2)	62(2)	51(2)	2(2)	0(2)	2(2)
C(7B)	43(2)	50(2)	43(2)	1(2)	1(2)	4(2)
C(8B)	44(2)	88(3)	95(3)	-29(3)	4(2)	7(2)
C(9B)	57(3)	99(4)	123(4)	-25(3)	21(3)	21(3)
C(10B)	95(4)	78(3)	76(3)	-21(3)	18(3)	27(3)
C(11B)	75(3)	75(3)	69(3)	-25(2)	-3(2)	9(2)
C(12B)	54(2)	73(3)	55(2)	-14(2)	-2(2)	8(2)
C(13B)	37(2)	53(2)	49(2)	13(2)	2(2)	6(2)
C(14B)	104(4)	61(3)	69(3)	19(2)	-9(3)	-17(3)
C(15B)	123(5)	66(3)	113(4)	27(3)	-12(4)	-24(3)
C(16B)	68(3)	87(4)	118(5)	57(4)	16(3)	5(3)
C(17B)	77(3)	115(4)	70(3)	49(3)	30(3)	30(3)
C(18B)	67(3)	81(3)	54(2)	13(2)	8(2)	14(2)
C(19B)	35(2)	49(2)	48(2)	11(2)	-6(2)	-3(2)
C(20B)	42(2)	59(2)	82(3)	12(2)	8(2)	1(2)
C(21B)	46(3)	84(3)	106(4)	23(3)	15(2)	13(2)
C(22B)	39(2)	117(4)	98(4)	31(3)	6(2)	-5(3)

ตารางที่ 6 (ต่อ)

อะตอม	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
C(23B)	49(3)	95(4)	106(4)	11(3)	-11(3)	-27(3)
C(24B)	48(2)	61(3)	77(3)	2(2)	-4(2)	-12(2)
C(25B)	35(2)	39(2)	54(2)	6(2)	-2(2)	-2(2)
C(26B)	60(2)	46(2)	68(3)	-2(2)	-10(2)	11(2)
C(27B)	66(3)	59(3)	81(3)	-21(2)	-13(2)	7(2)
C(28B)	53(3)	42(2)	116(4)	-12(3)	8(3)	-1(2)
C(29B)	66(3)	47(2)	105(4)	25(3)	7(3)	14(2)
C(30B)	61(3)	47(2)	68(3)	13(2)	2(2)	7(2)
C(31B)	38(2)	44(2)	43(2)	2(2)	-3(2)	3(2)
C(32B)	56(2)	66(3)	51(2)	6(2)	-1(2)	-13(2)
C(33B)	73(3)	81(3)	53(3)	10(2)	11(2)	-8(2)
C(34B)	69(3)	92(3)	43(2)	-3(2)	-9(2)	12(3)
C(35B)	53(2)	77(3)	62(3)	-7(2)	-16(2)	-7(2)
C(36B)	40(2)	62(2)	56(2)	5(2)	-4(2)	-2(2)
C(37B)	35(2)	46(2)	50(2)	5(2)	0(2)	-1(2)
C(38B)	56(3)	65(3)	127(4)	5(3)	41(3)	4(2)
C(39B)	69(3)	44(2)	149(5)	-11(3)	22(3)	-7(2)
C(1)	101(5)	227(8)	89(4)	15(5)	22(4)	17(5)
C(2)	110(5)	123(5)	82(4)	9(3)	16(4)	17(4)
N(3)	110(4)	152(5)	148(5)	28(4)	2(4)	18(4)

ตารางที่ 7 ความยาวพันธะระหว่างโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
Cu(1)-P(1)	2.2746(5)
Cu(1)-P(2)	2.2923(6)
Cu(1)-S(1)	2.3611(6)
Cu(1)-Br(1)	2.5423(3)
P(1)-C(11)	1.822(2)
P(1)-C(21)	1.827(2)
P(1)-C(31)	1.8306(19)
P(2)-C(51)	1.830(2)
P(2)-C(41)	1.832(2)
P(2)-C(61)	1.834(2)
S(1)-C(1)	1.711(2)
N(1)-C(1)	1.328(3)
N(1)-C(2)	1.457(4)
N(1)-H(1)	0.861(17)
N(2)-C(1)	1.322(3)
N(2)-C(3)	1.452(3)
N(2)-H(2)	0.899(17)
C(2)-H(2A)	0.9600
C(2)-H(2B)	0.9600
C(2)-H(2C)	0.9600
C(3)-H(3A)	0.9600
C(3)-H(3B)	0.9600
C(3)-H(3C)	0.9600
C(11)-C(16)	1.379(3)
C(11)-C(12)	1.385(3)
C(12)-C(13)	1.383(3)

ตารางที่ 7 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
C(12)-H(12)	0.9300
C(13)-C(14)	1.373(4)
C(13)-H(13)	0.9300
C(14)-C(15)	1.362(4)
C(14)-H(14)	0.9300
C(15)-C(16)	1.388(3)
C(15)-H(15)	0.9300
C(16)-H(16)	0.9300
C(21)-C(22)	1.383(3)
C(21)-C(26)	1.389(3)
C(22)-C(23)	1.379(3)
C(22)-H(22)	0.9300
C(23)-C(24)	1.369(4)
C(23)-H(23)	0.9300
C(24)-C(25)	1.363(4)
C(24)-H(24)	0.9300
C(25)-C(26)	1.380(3)
C(25)-H(25)	0.9300
C(26)-H(26)	0.9300
C(31)-C(32)	1.372(3)
C(31)-C(36)	1.382(3)
C(32)-C(33)	1.387(4)
C(32)-H(32)	0.9300
C(33)-C(34)	1.359(5)
C(33)-H(33)	0.9300
C(34)-C(35)	1.358(4)

ตารางที่ 7 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
C(34)-H(34)	0.9300
C(35)-C(36)	1.385(3)
C(35)-H(35)	0.9300
C(36)-H(36)	0.9300
C(41)-C(42)	1.383(3)
C(41)-C(46)	1.385(3)
C(42)-C(43)	1.382(4)
C(42)-H(42)	0.9300
C(43)-C(44)	1.364(4)
C(43)-H(43)	0.9300
C(44)-C(45)	1.344(5)
C(44)-H(44)	0.9300
C(45)-C(46)	1.390(4)
C(45)-H(45)	0.9300
C(46)-H(46)	0.9300
C(51)-C(52)	1.376(4)
C(51)-C(56)	1.393(4)
C(52)-C(53)	1.391(4)
C(52)-H(52)	0.9300
C(53)-C(54)	1.353(5)
C(53)-H(53)	0.9300
C(54)-C(55)	1.367(5)
C(54)-H(54)	0.9300
C(55)-C(56)	1.388(4)
C(55)-H(55)	0.9300
C(56)-H(56)	0.9300

ตารางที่ 7 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
C(61)-C(62)	1.384(3)
C(61)-C(66)	1.388(3)
C(62)-C(63)	1.386(3)
C(62)-H(62)	0.9300
C(63)-C(64)	1.370(5)
C(63)-H(63)	0.9300
C(64)-C(65)	1.359(5)
C(64)-H(64)	0.9300
C(65)-C(66)	1.388(4)
C(65)-H(65)	0.9300
C(66)-H(66)	0.9300

ตารางที่ 8 มุมพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br$]

พันธะ	มุมพันธะ (°)
P(1)-Cu(1)-P(2)	122.90(2)
P(1)-Cu(1)-S(1)	99.98(2)
P(2)-Cu(1)-S(1)	114.16(2)
P(1)-Cu(1)-Br(1)	104.351(16)
P(2)-Cu(1)-Br(1)	105.901(17)
S(1)-Cu(1)-Br(1)	108.650(19)
C(11)-P(1)-C(21)	103.93(9)
C(11)-P(1)-C(31)	102.50(9)
C(21)-P(1)-C(31)	103.91(9)
C(11)-P(1)-Cu(1)	116.38(7)
C(21)-P(1)-Cu(1)	115.61(6)
C(31)-P(1)-Cu(1)	112.90(6)
C(51)-P(2)-C(41)	104.23(11)
C(51)-P(2)-C(61)	101.82(10)
C(41)-P(2)-C(61)	100.79(10)
C(51)-P(2)-Cu(1)	113.08(7)
C(41)-P(2)-Cu(1)	116.68(7)
C(61)-P(2)-Cu(1)	118.12(7)
C(1)-S(1)-Cu(1)	110.11(9)
C(1)-N(1)-C(2)	125.3(2)
C(1)-N(1)-H(1)	114(2)
C(2)-N(1)-H(1)	120(2)
C(1)-N(2)-C(3)	125.1(2)
C(1)-N(2)-H(2)	114.6(19)
C(3)-N(2)-H(2)	120.3(19)

ตารางที่ 8 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
N(2)-C(1)-N(1)	118.6(2)
N(2)-C(1)-S(1)	120.29(18)
N(1)-C(1)-S(1)	121.1(2)
N(1)-C(2)-H(2A)	109.5
N(1)-C(2)-H(2B)	109.5
H(2A)-C(2)-H(2B)	109.5
N(1)-C(2)-H(2C)	109.5
H(2A)-C(2)-H(2C)	109.5
H(2B)-C(2)-H(2C)	109.5
N(2)-C(3)-H(3A)	109.5
N(2)-C(3)-H(3B)	109.5
H(3A)-C(3)-H(3B)	109.5
N(2)-C(3)-H(3C)	109.5
H(3A)-C(3)-H(3C)	109.5
H(3B)-C(3)-H(3C)	109.5
C(16)-C(11)-C(12)	119.0(2)
C(16)-C(11)-P(1)	117.22(16)
C(12)-C(11)-P(1)	123.78(16)
C(13)-C(12)-C(11)	119.7(2)
C(13)-C(12)-H(12)	120.1
C(11)-C(12)-H(12)	120.1
C(14)-C(13)-C(12)	120.7(2)
C(14)-C(13)-H(13)	119.6
C(12)-C(13)-H(13)	119.6
C(15)-C(14)-C(13)	119.9(2)

ตารางที่ 8 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(15)-C(14)-H(14)	120.1
C(13)-C(14)-H(14)	120.1
C(14)-C(15)-C(16)	120.0(2)
C(14)-C(15)-H(15)	120.0
C(16)-C(15)-H(15)	120.0
C(11)-C(16)-C(15)	120.7(2)
C(11)-C(16)-H(16)	119.7
C(15)-C(16)-H(16)	119.7
C(22)-C(21)-C(26)	117.49(19)
C(22)-C(21)-P(1)	118.50(16)
C(26)-C(21)-P(1)	123.90(16)
C(23)-C(22)-C(21)	121.2(2)
C(23)-C(22)-H(22)	119.4
C(21)-C(22)-H(22)	119.4
C(24)-C(23)-C(22)	120.5(3)
C(24)-C(23)-H(23)	119.8
C(22)-C(23)-H(23)	119.8
C(25)-C(24)-C(23)	119.2(2)
C(25)-C(24)-H(24)	120.4
C(23)-C(24)-H(24)	120.4
C(24)-C(25)-C(26)	120.8(2)
C(24)-C(25)-H(25)	119.6
C(26)-C(25)-H(25)	119.6
C(25)-C(26)-C(21)	120.8(2)
C(25)-C(26)-H(26)	119.6
C(21)-C(26)-H(26)	119.6

ตารางที่ 8 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(32)-C(31)-C(36)	118.8(2)
C(32)-C(31)-P(1)	123.51(17)
C(36)-C(31)-P(1)	117.68(16)
C(31)-C(32)-C(33)	120.2(3)
C(31)-C(32)-H(32)	119.9
C(33)-C(32)-H(32)	119.9
C(34)-C(33)-C(32)	120.1(3)
C(34)-C(33)-H(33)	119.9
C(32)-C(33)-H(33)	119.9
C(35)-C(34)-C(33)	120.7(3)
C(35)-C(34)-H(34)	119.7
C(33)-C(34)-H(34)	119.7
C(34)-C(35)-C(36)	119.5(3)
C(34)-C(35)-H(35)	120.2
C(36)-C(35)-H(35)	120.2
C(31)-C(36)-C(35)	120.6(2)
C(31)-C(36)-H(36)	119.7
C(35)-C(36)-H(36)	119.7
C(42)-C(41)-C(46)	117.5(2)
C(42)-C(41)-P(2)	119.14(18)
C(46)-C(41)-P(2)	123.31(19)
C(43)-C(42)-C(41)	120.6(3)
C(43)-C(42)-H(42)	119.7
C(41)-C(42)-H(42)	119.7
C(44)-C(43)-C(42)	120.9(3)
C(44)-C(43)-H(43)	119.6

ตารางที่ 8 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(42)-C(43)-H(43)	119.6
C(45)-C(44)-C(43)	119.5(3)
C(45)-C(44)-H(44)	120.3
C(43)-C(44)-H(44)	120.3
C(44)-C(45)-C(46)	120.8(3)
C(44)-C(45)-H(45)	119.6
C(46)-C(45)-H(45)	119.6
C(41)-C(46)-C(45)	120.7(3)
C(41)-C(46)-H(46)	119.6
C(45)-C(46)-H(46)	119.6
C(52)-C(51)-C(56)	118.8(2)
C(52)-C(51)-P(2)	124.4(2)
C(56)-C(51)-P(2)	116.76(19)
C(51)-C(52)-C(53)	119.9(3)
C(51)-C(52)-H(52)	120.0
C(53)-C(52)-H(52)	120.0
C(54)-C(53)-C(52)	120.8(3)
C(54)-C(53)-H(53)	119.6
C(52)-C(53)-H(53)	119.6
C(53)-C(54)-C(55)	120.4(3)
C(53)-C(54)-H(54)	119.8
C(55)-C(54)-H(54)	119.8
C(54)-C(55)-C(56)	119.8(3)
C(54)-C(55)-H(55)	120.1
C(56)-C(55)-H(55)	120.1

ตารางที่ 8 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(55)-C(56)-C(51)	120.2(3)
C(55)-C(56)-H(56)	119.9
C(51)-C(56)-H(56)	119.9
C(62)-C(61)-C(66)	118.7(2)
C(62)-C(61)-P(2)	123.35(18)
C(66)-C(61)-P(2)	117.84(18)
C(61)-C(62)-C(63)	120.4(3)
C(61)-C(62)-H(62)	119.8
C(63)-C(62)-H(62)	119.8
C(64)-C(63)-C(62)	120.3(3)
C(64)-C(63)-H(63)	119.9
C(62)-C(63)-H(63)	119.9
C(65)-C(64)-C(63)	119.9(3)
C(65)-C(64)-H(64)	120.0
C(63)-C(64)-H(64)	120.0
C(64)-C(65)-C(66)	120.6(3)
C(64)-C(65)-H(65)	119.7
C(66)-C(65)-H(65)	119.7
C(61)-C(66)-C(65)	120.1(3)
C(61)-C(66)-H(66)	120.0
C(65)-C(66)-H(66)	120.0

ตารางที่ 9 มุม Torsion ในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$

พันธะ	มุมพันธะ (°)
P(2)-Cu(1)-P(1)-C(11)	69.43(8)
S(1)-Cu(1)-P(1)-C(11)	-163.07(7)
Br(1)-Cu(1)-P(1)-C(11)	-50.72(7)
P(2)-Cu(1)-P(1)-C(21)	-52.97(8)
S(1)-Cu(1)-P(1)-C(21)	74.53(7)
Br(1)-Cu(1)-P(1)-C(21)	-173.12(7)
P(2)-Cu(1)-P(1)-C(31)	-172.43(7)
S(1)-Cu(1)-P(1)-C(31)	-44.92(7)
Br(1)-Cu(1)-P(1)-C(31)	67.42(7)
P(1)-Cu(1)-P(2)-C(51)	172.21(9)
S(1)-Cu(1)-P(2)-C(51)	51.12(9)
Br(1)-Cu(1)-P(2)-C(51)	-68.37(9)
P(1)-Cu(1)-P(2)-C(41)	-66.92(8)
S(1)-Cu(1)-P(2)-C(41)	171.99(8)
Br(1)-Cu(1)-P(2)-C(41)	52.51(8)
P(1)-Cu(1)-P(2)-C(61)	53.50(9)
S(1)-Cu(1)-P(2)-C(61)	-67.59(9)
Br(1)-Cu(1)-P(2)-C(61)	172.92(8)
P(1)-Cu(1)-S(1)-C(1)	150.91(9)
P(2)-Cu(1)-S(1)-C(1)	-75.99(9)
Br(1)-Cu(1)-S(1)-C(1)	41.94(9)
C(3)-N(2)-C(1)-N(1)	-6.2(4)
C(3)-N(2)-C(1)-S(1)	173.0(2)
C(2)-N(1)-C(1)-N(2)	177.2(3)
C(2)-N(1)-C(1)-S(1)	-2.0(4)
Cu(1)-S(1)-C(1)-N(2)	-18.9(2)

ตารางที่ 9 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
Cu(1)-S(1)-C(1)-N(1)	160.26(19)
C(21)-P(1)-C(11)-C(16)	100.70(18)
C(31)-P(1)-C(11)-C(16)	-151.32(17)
Cu(1)-P(1)-C(11)-C(16)	-27.62(19)
C(21)-P(1)-C(11)-C(12)	-78.2(2)
C(31)-P(1)-C(11)-C(12)	29.8(2)
Cu(1)-P(1)-C(11)-C(12)	153.48(17)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	-0.6(4)
P(1)-C(11)-C(12)-C(13)	178.3(2)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	0.0(4)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	0.8(5)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	-1.0(4)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	0.4(4)
P(1)-C(11)-C(16)-C(15)	-178.6(2)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	0.4(4)
C(11)-P(1)-C(21)-C(22)	-173.50(19)
C(31)-P(1)-C(21)-C(22)	79.6(2)
Cu(1)-P(1)-C(21)-C(22)	-44.7(2)
C(11)-P(1)-C(21)-C(26)	2.7(2)
C(31)-P(1)-C(21)-C(26)	-104.26(18)
Cu(1)-P(1)-C(21)-C(26)	131.47(16)
C(26)-C(21)-C(22)-C(23)	-0.1(4)
P(1)-C(21)-C(22)-C(23)	176.3(2)
C(21)-C(22)-C(23)-C(24)	-0.7(5)
C(22)-C(23)-C(24)-C(25)	0.9(5)
C(23)-C(24)-C(25)-C(26)	-0.3(4)

ตารางที่ 9 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(24)-C(25)-C(26)-C(21)	-0.5(4)
C(22)-C(21)-C(26)-C(25)	0.7(3)
P(1)-C(21)-C(26)-C(25)	-175.51(18)
C(11)-P(1)-C(31)-C(32)	-112.4(2)
C(21)-P(1)-C(31)-C(32)	-4.4(2)
Cu(1)-P(1)-C(31)-C(32)	121.57(19)
C(11)-P(1)-C(31)-C(36)	68.73(18)
C(21)-P(1)-C(31)-C(36)	176.73(17)
Cu(1)-P(1)-C(31)-C(36)	-57.26(18)
C(36)-C(31)-C(32)-C(33)	-0.1(4)
P(1)-C(31)-C(32)-C(33)	-179.0(3)
C(31)-C(32)-C(33)-C(34)	-1.3(5)
C(32)-C(33)-C(34)-C(35)	0.7(6)
C(33)-C(34)-C(35)-C(36)	1.2(5)
C(32)-C(31)-C(36)-C(35)	2.1(4)
P(1)-C(31)-C(36)-C(35)	-179.1(2)
C(34)-C(35)-C(36)-C(31)	-2.6(4)
C(51)-P(2)-C(41)-C(42)	90.9(2)
C(61)-P(2)-C(41)-C(42)	-163.8(2)
Cu(1)-P(2)-C(41)-C(42)	-34.5(2)
C(51)-P(2)-C(41)-C(46)	-91.5(2)
C(61)-P(2)-C(41)-C(46)	13.8(2)
Cu(1)-P(2)-C(41)-C(46)	143.05(19)
C(46)-C(41)-C(42)-C(43)	-1.2(4)
P(2)-C(41)-C(42)-C(43)	176.5(2)
C(41)-C(42)-C(43)-C(44)	0.9(5)

ตารางที่ 9 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(42)-C(43)-C(44)-C(45)	0.1(5)
C(43)-C(44)-C(45)-C(46)	-0.8(5)
C(42)-C(41)-C(46)-C(45)	0.6(4)
P(2)-C(41)-C(46)-C(45)	-177.0(2)
C(44)-C(45)-C(46)-C(41)	0.4(5)
C(41)-P(2)-C(51)-C(52)	4.9(2)
C(61)-P(2)-C(51)-C(52)	-99.6(2)
Cu(1)-P(2)-C(51)-C(52)	132.6(2)
C(41)-P(2)-C(51)-C(56)	-175.82(19)
C(61)-P(2)-C(51)-C(56)	79.7(2)
Cu(1)-P(2)-C(51)-C(56)	-48.1(2)
C(56)-C(51)-C(52)-C(53)	0.4(4)
P(2)-C(51)-C(52)-C(53)	179.6(2)
C(51)-C(52)-C(53)-C(54)	0.6(5)
C(52)-C(53)-C(54)-C(55)	-1.4(6)
C(53)-C(54)-C(55)-C(56)	1.2(6)
C(54)-C(55)-C(56)-C(51)	-0.2(5)
C(52)-C(51)-C(56)-C(55)	-0.6(4)
P(2)-C(51)-C(56)-C(55)	-179.9(2)
C(51)-P(2)-C(61)-C(62)	6.0(2)
C(41)-P(2)-C(61)-C(62)	-101.1(2)
Cu(1)-P(2)-C(61)-C(62)	130.52(18)
C(51)-P(2)-C(61)-C(66)	-178.4(2)
C(41)-P(2)-C(61)-C(66)	74.5(2)
Cu(1)-P(2)-C(61)-C(66)	-53.9(2)

ตารางที่ 9 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(66)-C(61)-C(62)-C(63)	-1.1(4)
P(2)-C(61)-C(62)-C(63)	174.4(2)
C(61)-C(62)-C(63)-C(64)	-0.5(4)
C(62)-C(63)-C(64)-C(65)	1.7(5)
C(63)-C(64)-C(65)-C(66)	-1.3(5)
C(62)-C(61)-C(66)-C(65)	1.5(4)
P(2)-C(61)-C(66)-C(65)	-174.3(2)
C(64)-C(65)-C(66)-C(61)	-0.3(5)

ตารางที่ 10 พิกัดของอะตอม(ยกเว้นไฮโดรเจน)ในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
Cu(1)	2485(1)	8162(1)	1008(1)	38(1)
Br(1)	3639(1)	8468(1)	78(1)	55(1)
P(1)	3936(1)	8667(1)	1850(1)	32(1)
P(2)	1950(1)	6895(1)	926(1)	39(1)
S(1)	539(1)	8964(1)	971(1)	54(1)
N(1)	-1666(2)	9268(2)	94(1)	70(1)
N(2)	260(2)	8862(1)	-261(1)	65(1)
C(1)	-351(2)	9040(1)	215(1)	52(1)
C(2)	-2502(3)	9452(2)	565(2)	84(1)
C(3)	-430(4)	8825(2)	-914(1)	85(1)
C(11)	5767(2)	8415(1)	1936(1)	38(1)
C(12)	6843(2)	8867(1)	2241(1)	53(1)
C(13)	8202(3)	8620(2)	2299(2)	69(1)
C(14)	8498(3)	7931(2)	2057(2)	69(1)
C(15)	7447(3)	7489(1)	1750(2)	65(1)
C(16)	6079(2)	7728(1)	1691(1)	51(1)
C(21)	3510(2)	8449(1)	2617(1)	36(1)
C(22)	2139(2)	8505(2)	2689(1)	62(1)
C(23)	1741(3)	8307(2)	3246(1)	78(1)
C(24)	2698(3)	8042(2)	3741(1)	66(1)
C(25)	4056(3)	7984(2)	3680(1)	59(1)
C(26)	4469(2)	8187(1)	3127(1)	47(1)
C(31)	3985(2)	9705(1)	1832(1)	37(1)
C(32)	3649(3)	10156(1)	2298(1)	64(1)
C(33)	3689(4)	10939(2)	2247(2)	92(1)
C(34)	4087(4)	11265(2)	1739(2)	84(1)

ตารางที่ 10 (ต่อ)

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
C(35)	4436(3)	10830(2)	1274(1)	69(1)
C(36)	4359(3)	10047(1)	1313(1)	52(1)
C(41)	3368(2)	6246(1)	844(1)	44(1)
C(42)	4370(3)	6481(1)	511(1)	62(1)
C(43)	5494(3)	6022(2)	468(2)	80(1)
C(44)	5631(3)	5325(2)	746(2)	80(1)
C(45)	4657(4)	5081(2)	1063(2)	82(1)
C(46)	3524(3)	5534(2)	1118(1)	68(1)
C(51)	582(2)	6674(1)	253(1)	48(1)
C(52)	652(3)	6094(2)	-166(1)	69(1)
C(53)	-450(4)	5970(2)	-662(2)	94(1)
C(54)	-1592(4)	6418(2)	-742(2)	101(1)
C(55)	-1692(3)	6992(2)	-327(2)	91(1)
C(56)	-607(3)	7124(2)	172(1)	68(1)
C(61)	1282(2)	6443(1)	1574(1)	45(1)
C(62)	100(3)	5997(1)	1486(1)	57(1)
C(63)	-281(3)	5620(2)	1990(2)	75(1)
C(64)	515(4)	5681(2)	2579(2)	86(1)
C(65)	1665(4)	6129(2)	2673(1)	86(1)
C(66)	2059(3)	6515(2)	2175(1)	67(1)

ตารางที่ 11 พิกัดของอะตอมไฮโดรเจนในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
H(1)	-2000(30)	9328(18)	-300(9)	84
H(2)	1178(19)	8774(17)	-155(13)	78
H(2A)	-2542	9020	831	126
H(2B)	-3426	9586	360	126
H(2C)	-2090	9872	814	126
H(3A)	-1208	8485	-954	128
H(3B)	212	8643	-1166	128
H(3C)	-750	9322	-1055	128
H(12)	6652	9334	2406	63
H(13)	8922	8923	2504	83
H(14)	9414	7768	2103	82
H(15)	7647	7026	1580	78
H(16)	5365	7423	1483	61
H(22)	1474	8680	2356	75
H(23)	815	8355	3286	93
H(24)	2426	7902	4114	79
H(25)	4712	7806	4015	71
H(26)	5401	8148	3095	56
H(32)	3393	9935	2650	77
H(33)	3443	11243	2560	110
H(34)	4122	11791	1710	101
H(35)	4724	11057	932	82
H(36)	4560	9749	987	63
H(42)	4286	6952	314	74
H(43)	6165	6191	248	95
H(44)	6391	5020	715	96

ตารางที่ 11 พิกัดของอะตอมไฮโดรเจนในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
H(45)	4743	4603	1248	98
H(46)	2864	5358	1342	81
H(52)	1435	5785	-118	82
H(53)	-402	5575	-941	112
H(54)	-2312	6336	-1080	121
H(55)	-2486	7293	-379	109
H(56)	-674	7515	453	82
H(62)	-442	5949	1088	68
H(63)	-1082	5323	1928	90
H(64)	270	5416	2913	103
H(65)	2192	6178	3075	103
H(66)	2845	6823	2245	81

ตารางที่ 12 เทอร์มอลพารามิเตอร์ของอะตอมในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)Br]$

อะตอม	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Cu(1)	38(1)	38(1)	36(1)	0(1)	4(1)	-3(1)
Br(1)	63(1)	61(1)	46(1)	4(1)	23(1)	-5(1)
P(1)	30(1)	33(1)	33(1)	-1(1)	6(1)	0(1)
P(2)	41(1)	36(1)	39(1)	0(1)	6(1)	-5(1)
S(1)	48(1)	63(1)	47(1)	0(1)	1(1)	16(1)
N(1)	50(1)	92(2)	65(1)	23(1)	-1(1)	11(1)
N(2)	56(1)	87(2)	49(1)	14(1)	5(1)	2(1)
C(1)	47(1)	53(1)	53(1)	14(1)	2(1)	-1(1)
C(2)	53(2)	103(2)	95(2)	19(2)	13(2)	22(2)
C(3)	92(2)	111(3)	48(2)	19(2)	2(2)	4(2)
C(11)	32(1)	42(1)	40(1)	4(1)	8(1)	1(1)
C(12)	38(1)	52(1)	65(2)	-6(1)	3(1)	-3(1)
C(13)	34(1)	75(2)	94(2)	2(2)	-2(1)	-4(1)
C(14)	36(1)	72(2)	100(2)	19(2)	16(1)	13(1)
C(15)	53(2)	51(1)	97(2)	3(1)	28(1)	14(1)
C(16)	41(1)	45(1)	69(2)	-5(1)	14(1)	1(1)
C(21)	39(1)	37(1)	33(1)	-2(1)	6(1)	-1(1)
C(22)	40(1)	103(2)	44(1)	16(1)	9(1)	6(1)
C(23)	48(2)	136(3)	54(2)	16(2)	22(1)	8(2)
C(24)	76(2)	84(2)	42(1)	12(1)	22(1)	5(2)
C(25)	68(2)	69(2)	39(1)	11(1)	7(1)	15(1)
C(26)	46(1)	52(1)	43(1)	6(1)	7(1)	9(1)
C(31)	33(1)	34(1)	42(1)	-2(1)	4(1)	0(1)
C(32)	90(2)	45(1)	64(2)	-9(1)	30(1)	-2(1)
C(33)	134(3)	47(2)	106(3)	-25(2)	50(2)	-2(2)
C(34)	97(2)	35(1)	120(3)	1(2)	22(2)	-10(1)

ตารางที่ 12 (ต่อ)

อะตอม	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
C(35)	73(2)	50(1)	84(2)	15(1)	17(2)	-13(1)
C(36)	57(1)	45(1)	57(1)	3(1)	16(1)	-3(1)
C(41)	48(1)	40(1)	43(1)	-7(1)	5(1)	-1(1)
C(42)	73(2)	51(1)	69(2)	-6(1)	31(1)	1(1)
C(43)	71(2)	80(2)	96(2)	-21(2)	40(2)	2(2)
C(44)	71(2)	77(2)	90(2)	-25(2)	8(2)	24(2)
C(45)	96(2)	60(2)	89(2)	11(2)	16(2)	28(2)
C(46)	75(2)	51(1)	80(2)	10(1)	23(2)	9(1)
C(51)	49(1)	47(1)	45(1)	3(1)	3(1)	-16(1)
C(52)	66(2)	79(2)	58(2)	-18(1)	7(1)	-14(1)
C(53)	98(3)	112(3)	65(2)	-29(2)	-1(2)	-33(2)
C(54)	91(3)	118(3)	77(2)	8(2)	-28(2)	-43(2)
C(55)	68(2)	77(2)	111(3)	21(2)	-28(2)	-17(2)
C(56)	56(2)	55(1)	84(2)	5(1)	-11(1)	-12(1)
C(61)	54(1)	37(1)	46(1)	2(1)	15(1)	0(1)
C(62)	59(2)	54(1)	63(2)	3(1)	24(1)	-5(1)
C(63)	87(2)	66(2)	84(2)	3(2)	49(2)	-15(2)
C(64)	138(3)	65(2)	70(2)	10(2)	62(2)	-4(2)
C(65)	131(3)	83(2)	46(2)	8(1)	20(2)	-7(2)
C(66)	86(2)	63(2)	52(1)	6(1)	12(1)	-13(1)

ตารางที่ 13 ความยาวพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)I$]

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
Cu(1)-P(2)	2.2951(6)
Cu(1)-P(1)	2.3121(6)
Cu(1)-S(1)	2.3704(6)
Cu(1)-I(1)	2.7093(3)
S(1)-C(1)	1.702(2)
P(1)-C(31)	1.828(2)
P(1)-C(11)	1.832(2)
P(1)-C(21)	1.832(2)
P(2)-C(41)	1.823(2)
P(2)-C(51)	1.835(2)
P(2)-C(61)	1.842(2)
N(1)-C(1)	1.333(3)
N(1)-C(2)	1.439(4)
N(1)-H(1)	0.8600
N(2)-C(1)	1.323(3)
N(2)-C(3)	1.454(3)
N(2)-H(2)	0.8600
C(2)-H(2A)	0.9600
C(2)-H(2B)	0.9600
C(2)-H(2C)	0.9600
C(3)-H(3A)	0.9600
C(3)-H(3B)	0.9600
C(3)-H(3C)	0.9600
C(11)-C(16)	1.375(3)
C(11)-C(12)	1.382(3)
C(12)-C(13)	1.382(4)

ตารางที่ 13 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
C(12)-H(12)	0.9300
C(13)-C(14)	1.377(5)
C(13)-H(13)	0.9300
C(14)-C(15)	1.364(5)
C(14)-H(14)	0.9300
C(15)-C(16)	1.380(4)
C(15)-H(15)	0.9300
C(16)-H(16)	0.9300
C(21)-C(26)	1.387(3)
C(21)-C(22)	1.394(3)
C(22)-C(23)	1.385(4)
C(22)-H(22)	0.9300
C(23)-C(24)	1.374(4)
C(23)-H(23)	0.9300
C(24)-C(25)	1.369(4)
C(24)-H(24)	0.9300
C(25)-C(26)	1.387(3)
C(25)-H(25)	0.9300
C(26)-H(26)	0.9300
C(31)-C(36)	1.380(3)
C(31)-C(32)	1.382(3)
C(32)-C(33)	1.385(4)
C(32)-H(32)	0.9300
C(33)-C(34)	1.360(5)
C(33)-H(33)	0.9300
C(34)-C(35)	1.355(5)

ตารางที่ 13 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
C(34)-H(34)	0.9300
C(35)-C(36)	1.379(4)
C(35)-H(35)	0.9300
C(36)-H(36)	0.9300
C(41)-C(42)	1.385(3)
C(41)-C(46)	1.386(3)
C(42)-C(43)	1.390(4)
C(42)-H(42)	0.9300
C(43)-C(44)	1.360(5)
C(43)-H(43)	0.9300
C(44)-C(45)	1.373(5)
C(44)-H(44)	0.9300
C(45)-C(46)	1.383(4)
C(45)-H(45)	0.9300
C(46)-H(46)	0.9300
C(51)-C(56)	1.384(3)
C(51)-C(52)	1.389(3)
C(52)-C(53)	1.391(4)
C(52)-H(52)	0.9300
C(53)-C(54)	1.375(4)
C(53)-H(53)	0.9300
C(54)-C(55)	1.369(4)
C(54)-H(54)	0.9300
C(55)-C(56)	1.387(4)
C(55)-H(55)	0.9300
C(56)-H(56)	0.9300

ตารางที่ 13 (ต่อ)

พันธะ	ความยาวพันธะ (Å)
C(61)-C(66)	1.375(4)
C(61)-C(62)	1.385(4)
C(62)-C(63)	1.380(4)
C(62)-H(62)	0.9300
C(63)-C(64)	1.357(5)
C(63)-H(63)	0.9300
C(64)-C(65)	1.355(5)
C(64)-H(64)	0.9300
C(65)-C(66)	1.393(4)
C(65)-H(65)	0.9300
C(66)-H(66)	0.9300

ตารางที่ 14 มุมพันธะระหว่างอะตอมในโมเลกุล[$Cu(PPh_3)_2(dmtu)I$]

พันธะ	มุมพันธะ (°)
P(2)-Cu(1)-P(1)	115.74(2)
P(2)-Cu(1)-S(1)	119.31(2)
P(1)-Cu(1)-S(1)	101.67(2)
P(2)-Cu(1)-I(1)	107.645(17)
P(1)-Cu(1)-I(1)	103.010(17)
S(1)-Cu(1)-I(1)	108.118(19)
C(1)-S(1)-Cu(1)	110.40(9)
C(31)-P(1)-C(11)	103.44(10)
C(31)-P(1)-C(21)	103.87(10)
C(11)-P(1)-C(21)	100.45(10)
C(31)-P(1)-Cu(1)	115.52(8)
C(11)-P(1)-Cu(1)	112.39(7)
C(21)-P(1)-Cu(1)	119.05(7)
C(41)-P(2)-C(51)	103.11(10)
C(41)-P(2)-C(61)	101.72(10)
C(51)-P(2)-C(61)	103.72(10)
C(41)-P(2)-Cu(1)	109.10(7)
C(51)-P(2)-Cu(1)	115.20(8)
C(61)-P(2)-Cu(1)	121.73(8)
C(1)-N(1)-C(2)	125.3(2)
C(1)-N(1)-H(1)	117.4
C(2)-N(1)-H(1)	117.4
C(1)-N(2)-C(3)	125.2(2)
C(1)-N(2)-H(2)	117.4
C(3)-N(2)-H(2)	117.4
N(2)-C(1)-N(1)	117.6(2)

ตารางที่ 14 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
N(2)-C(1)-S(1)	120.89(18)
N(1)-C(1)-S(1)	121.51(19)
N(1)-C(2)-H(2A)	109.5
N(1)-C(2)-H(2B)	109.5
H(2A)-C(2)-H(2B)	109.5
N(1)-C(2)-H(2C)	109.5
H(2A)-C(2)-H(2C)	109.5
H(2B)-C(2)-H(2C)	109.5
N(2)-C(3)-H(3A)	109.5
N(2)-C(3)-H(3B)	109.5
H(3A)-C(3)-H(3B)	109.5
N(2)-C(3)-H(3C)	109.5
H(3A)-C(3)-H(3C)	109.5
H(3B)-C(3)-H(3C)	109.5
C(16)-C(11)-C(12)	118.8(2)
C(16)-C(11)-P(1)	123.74(19)
C(12)-C(11)-P(1)	117.34(17)
C(11)-C(12)-C(13)	120.3(2)
C(11)-C(12)-H(12)	119.9
C(13)-C(12)-H(12)	119.9
C(14)-C(13)-C(12)	120.1(3)
C(14)-C(13)-H(13)	120.0
C(12)-C(13)-H(13)	120.0
C(15)-C(14)-C(13)	119.8(3)
C(15)-C(14)-H(14)	120.1
C(13)-C(14)-H(14)	120.1

ตารางที่ 14 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(14)-C(15)-C(16)	120.1(3)
C(14)-C(15)-H(15)	119.9
C(16)-C(15)-H(15)	119.9
C(11)-C(16)-C(15)	120.8(3)
C(11)-C(16)-H(16)	119.6
C(15)-C(16)-H(16)	119.6
C(26)-C(21)-C(22)	118.7(2)
C(26)-C(21)-P(1)	118.52(17)
C(22)-C(21)-P(1)	122.78(18)
C(23)-C(22)-C(21)	120.4(2)
C(23)-C(22)-H(22)	119.8
C(21)-C(22)-H(22)	119.8
C(24)-C(23)-C(22)	120.0(3)
C(24)-C(23)-H(23)	120.0
C(22)-C(23)-H(23)	120.0
C(25)-C(24)-C(23)	120.1(2)
C(25)-C(24)-H(24)	119.9
C(23)-C(24)-H(24)	119.9
C(24)-C(25)-C(26)	120.4(2)
C(24)-C(25)-H(25)	119.8
C(26)-C(25)-H(25)	119.8
C(21)-C(26)-C(25)	120.3(2)
C(21)-C(26)-H(26)	119.9
C(25)-C(26)-H(26)	119.9
C(36)-C(31)-C(32)	117.6(2)
C(36)-C(31)-P(1)	117.26(18)

ตารางที่ 14 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(32)-C(31)-P(1)	125.2(2)
C(31)-C(32)-C(33)	120.4(3)
C(31)-C(32)-H(32)	119.8
C(33)-C(32)-H(32)	119.8
C(34)-C(33)-C(32)	120.9(3)
C(34)-C(33)-H(33)	119.5
C(32)-C(33)-H(33)	119.5
C(35)-C(34)-C(33)	119.4(3)
C(35)-C(34)-H(34)	120.3
C(33)-C(34)-H(34)	120.3
C(34)-C(35)-C(36)	120.5(3)
C(34)-C(35)-H(35)	119.8
C(36)-C(35)-H(35)	119.8
C(35)-C(36)-C(31)	121.3(3)
C(35)-C(36)-H(36)	119.4
C(31)-C(36)-H(36)	119.4
C(42)-C(41)-C(46)	119.0(2)
C(42)-C(41)-P(2)	120.88(19)
C(46)-C(41)-P(2)	119.68(18)
C(41)-C(42)-C(43)	119.9(3)
C(41)-C(42)-H(42)	120.1
C(43)-C(42)-H(42)	120.1
C(44)-C(43)-C(42)	120.4(3)
C(44)-C(43)-H(43)	119.8
C(42)-C(43)-H(43)	119.8
C(43)-C(44)-C(45)	120.4(3)

ตารางที่ 14 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(43)-C(44)-H(44)	119.8
C(45)-C(44)-H(44)	119.8
C(44)-C(45)-C(46)	119.9(3)
C(44)-C(45)-H(45)	120.1
C(46)-C(45)-H(45)	120.1
C(45)-C(46)-C(41)	120.4(3)
C(45)-C(46)-H(46)	119.8
C(41)-C(46)-H(46)	119.8
C(56)-C(51)-C(52)	118.8(2)
C(56)-C(51)-P(2)	117.69(18)
C(52)-C(51)-P(2)	123.52(18)
C(51)-C(52)-C(53)	120.4(3)
C(51)-C(52)-H(52)	119.8
C(53)-C(52)-H(52)	119.8
C(54)-C(53)-C(52)	120.0(3)
C(54)-C(53)-H(53)	120.0
C(52)-C(53)-H(53)	120.0
C(55)-C(54)-C(53)	120.0(3)
C(55)-C(54)-H(54)	120.0
C(53)-C(54)-H(54)	120.0
C(54)-C(55)-C(56)	120.4(3)
C(54)-C(55)-H(55)	119.8
C(56)-C(55)-H(55)	119.8
C(51)-C(56)-C(55)	120.4(3)
C(51)-C(56)-H(56)	119.8
C(55)-C(56)-H(56)	119.8

ตารางที่ 14 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(66)-C(61)-C(62)	118.0(2)
C(66)-C(61)-P(2)	119.79(19)
C(62)-C(61)-P(2)	122.2(2)
C(63)-C(62)-C(61)	121.0(3)
C(63)-C(62)-H(62)	119.5
C(61)-C(62)-H(62)	119.5
C(64)-C(63)-C(62)	120.3(3)
C(64)-C(63)-H(63)	119.9
C(62)-C(63)-H(63)	119.9
C(65)-C(64)-C(63)	119.8(3)
C(65)-C(64)-H(64)	120.1
C(63)-C(64)-H(64)	120.1
C(64)-C(65)-C(66)	120.7(3)
C(64)-C(65)-H(65)	119.7
C(66)-C(65)-H(65)	119.7
C(61)-C(66)-C(65)	120.3(3)
C(61)-C(66)-H(66)	119.9
C(65)-C(66)-H(66)	119.9

ตารางที่ 15 มุม Torsion ในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$

พันธะ	มุมพันธะ (°)
P(2)-Cu(1)-S(1)-C(1)	-43.27(9)
P(1)-Cu(1)-S(1)-C(1)	-171.91(8)
I(1)-Cu(1)-S(1)-C(1)	80.06(9)
P(2)-Cu(1)-P(1)-C(31)	-47.33(8)
S(1)-Cu(1)-P(1)-C(31)	83.56(8)
I(1)-Cu(1)-P(1)-C(31)	-164.50(8)
P(2)-Cu(1)-P(1)-C(11)	-165.70(8)
S(1)-Cu(1)-P(1)-C(11)	-34.82(8)
I(1)-Cu(1)-P(1)-C(11)	77.12(8)
P(2)-Cu(1)-P(1)-C(21)	77.35(8)
S(1)-Cu(1)-P(1)-C(21)	-151.76(8)
I(1)-Cu(1)-P(1)-C(21)	-39.82(8)
P(1)-Cu(1)-P(2)-C(41)	-41.18(8)
S(1)-Cu(1)-P(2)-C(41)	-163.06(8)
I(1)-Cu(1)-P(2)-C(41)	73.37(8)
P(1)-Cu(1)-P(2)-C(51)	74.17(8)
S(1)-Cu(1)-P(2)-C(51)	-47.71(8)
I(1)-Cu(1)-P(2)-C(51)	-171.27(8)
P(1)-Cu(1)-P(2)-C(61)	-159.02(8)
S(1)-Cu(1)-P(2)-C(61)	79.10(9)
I(1)-Cu(1)-P(2)-C(61)	-44.46(9)
C(3)-N(2)-C(1)-N(1)	3.6(4)
C(3)-N(2)-C(1)-S(1)	-176.5(2)
C(2)-N(1)-C(1)-N(2)	-177.0(3)
C(2)-N(1)-C(1)-S(1)	3.1(4)
Cu(1)-S(1)-C(1)-N(2)	0.6(2)

ตารางที่ 15 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
Cu(1)-S(1)-C(1)-N(1)	-179.51(17)
C(31)-P(1)-C(11)-C(16)	12.2(3)
C(21)-P(1)-C(11)-C(16)	-94.9(2)
Cu(1)-P(1)-C(11)-C(16)	137.5(2)
C(31)-P(1)-C(11)-C(12)	-171.58(19)
C(21)-P(1)-C(11)-C(12)	81.3(2)
Cu(1)-P(1)-C(11)-C(12)	-46.3(2)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	3.1(4)
P(1)-C(11)-C(12)-C(13)	-173.3(2)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	-1.1(4)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	-1.7(5)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	2.5(5)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	-2.4(4)
P(1)-C(11)-C(16)-C(15)	173.8(3)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	-0.4(5)
C(31)-P(1)-C(21)-C(26)	105.72(18)
C(11)-P(1)-C(21)-C(26)	-147.48(18)
Cu(1)-P(1)-C(21)-C(26)	-24.4(2)
C(31)-P(1)-C(21)-C(22)	-75.7(2)
C(11)-P(1)-C(21)-C(22)	31.1(2)
Cu(1)-P(1)-C(21)-C(22)	154.13(18)
C(26)-C(21)-C(22)-C(23)	-0.2(4)
P(1)-C(21)-C(22)-C(23)	-178.8(2)
C(21)-C(22)-C(23)-C(24)	0.2(4)
C(22)-C(23)-C(24)-C(25)	-0.4(4)
C(23)-C(24)-C(25)-C(26)	0.5(4)

ตารางที่ 15 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(22)-C(21)-C(26)-C(25)	0.4(3)
P(1)-C(21)-C(26)-C(25)	178.98(18)
C(24)-C(25)-C(26)-C(21)	-0.5(4)
C(11)-P(1)-C(31)-C(36)	93.6(2)
C(21)-P(1)-C(31)-C(36)	-161.9(2)
Cu(1)-P(1)-C(31)-C(36)	-29.6(2)
C(11)-P(1)-C(31)-C(32)	-86.3(3)
C(21)-P(1)-C(31)-C(32)	18.3(3)
Cu(1)-P(1)-C(31)-C(32)	150.5(2)
C(36)-C(31)-C(32)-C(33)	-1.2(5)
P(1)-C(31)-C(32)-C(33)	178.7(3)
C(31)-C(32)-C(33)-C(34)	0.2(6)
C(32)-C(33)-C(34)-C(35)	0.9(6)
C(33)-C(34)-C(35)-C(36)	-1.1(6)
C(34)-C(35)-C(36)-C(31)	0.1(5)
C(32)-C(31)-C(36)-C(35)	1.0(4)
P(1)-C(31)-C(36)-C(35)	-178.9(2)
C(51)-P(2)-C(41)-C(42)	138.5(2)
C(61)-P(2)-C(41)-C(42)	31.2(2)
Cu(1)-P(2)-C(41)-C(42)	-98.6(2)
C(51)-P(2)-C(41)-C(46)	-48.8(2)
C(61)-P(2)-C(41)-C(46)	-156.08(19)
Cu(1)-P(2)-C(41)-C(46)	74.11(19)
C(46)-C(41)-C(42)-C(43)	-0.3(4)
P(2)-C(41)-C(42)-C(43)	172.4(2)
C(41)-C(42)-C(43)-C(44)	1.0(5)

ตารางที่ 15 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
C(42)-C(43)-C(44)-C(45)	-0.5(5)
C(43)-C(44)-C(45)-C(46)	-0.8(5)
C(44)-C(45)-C(46)-C(41)	1.4(4)
C(42)-C(41)-C(46)-C(45)	-0.9(4)
P(2)-C(41)-C(46)-C(45)	-173.73(19)
C(41)-P(2)-C(51)-C(56)	151.19(18)
C(61)-P(2)-C(51)-C(56)	-103.05(19)
Cu(1)-P(2)-C(51)-C(56)	32.4(2)
C(41)-P(2)-C(51)-C(52)	-28.1(2)
C(61)-P(2)-C(51)-C(52)	77.7(2)
Cu(1)-P(2)-C(51)-C(52)	-146.81(18)
C(56)-C(51)-C(52)-C(53)	0.4(4)
P(2)-C(51)-C(52)-C(53)	179.7(2)
C(51)-C(52)-C(53)-C(54)	0.0(4)
C(52)-C(53)-C(54)-C(55)	-0.4(4)
C(53)-C(54)-C(55)-C(56)	0.3(4)
C(52)-C(51)-C(56)-C(55)	-0.5(4)
P(2)-C(51)-C(56)-C(55)	-179.8(2)
C(54)-C(55)-C(56)-C(51)	0.2(4)
C(41)-P(2)-C(61)-C(66)	-109.1(2)
C(51)-P(2)-C(61)-C(66)	144.1(2)
Cu(1)-P(2)-C(61)-C(66)	12.3(2)
C(41)-P(2)-C(61)-C(62)	68.0(2)
C(51)-P(2)-C(61)-C(62)	-38.8(2)
Cu(1)-P(2)-C(61)-C(62)	-170.6(2)
C(66)-C(61)-C(62)-C(63)	-0.4(4)

ตารางที่ 15 (ต่อ)

พันธะ	มุมพันธะ (°)
P(2)-C(61)-C(62)-C(63)	-177.6(2)
C(61)-C(62)-C(63)-C(64)	0.0(5)
C(62)-C(63)-C(64)-C(65)	0.0(5)
C(63)-C(64)-C(65)-C(66)	0.3(6)
C(62)-C(61)-C(66)-C(65)	0.8(4)
P(2)-C(61)-C(66)-C(65)	178.0(2)
C(64)-C(65)-C(66)-C(61)	-0.8(5)

ตารางที่ 16 พิกัดของอะตอม(ยกเว้นไฮโดรเจน)ในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
Cu(1)	6061(1)	8461(1)	3119(1)	34(1)
I(1)	7097(1)	7991(1)	2046(1)	43(1)
S(1)	7358(1)	9433(1)	3704(1)	44(1)
P(1)	6451(1)	7439(1)	3869(1)	31(1)
P(2)	3989(1)	8724(1)	2721(1)	33(1)
N(1)	7698(2)	10928(1)	3530(1)	51(1)
N(2)	6220(2)	10355(1)	2740(1)	54(1)
C(1)	7074(2)	10294(1)	3299(1)	41(1)
C(2)	8694(3)	10962(2)	4109(2)	75(1)
C(3)	5954(3)	11051(2)	2336(2)	67(1)
C(11)	8074(2)	7421(1)	4318(1)	37(1)
C(12)	9004(2)	7527(2)	3933(1)	49(1)
C(13)	10248(3)	7442(2)	4226(2)	64(1)
C(14)	10568(3)	7262(2)	4907(2)	69(1)
C(15)	9656(3)	7190(2)	5295(2)	75(1)
C(16)	8412(3)	7266(2)	5001(1)	61(1)
C(21)	6297(2)	6455(1)	3534(1)	36(1)
C(22)	6947(3)	5833(1)	3868(1)	50(1)
C(23)	6814(3)	5102(2)	3586(2)	59(1)
C(24)	6042(3)	4987(2)	2971(2)	57(1)
C(25)	5396(2)	5592(2)	2638(1)	51(1)
C(26)	5522(2)	6327(1)	2914(1)	39(1)
C(31)	5539(2)	7430(1)	4558(1)	38(1)
C(32)	5187(3)	6776(2)	4872(2)	65(1)
C(33)	4516(3)	6837(2)	5400(2)	80(1)
C(34)	4186(3)	7537(2)	5618(2)	71(1)

ตารางที่ 16 (ต่อ)

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
C(35)	4504(3)	8182(2)	5307(2)	73(1)
C(36)	5176(3)	8132(2)	4782(1)	54(1)
C(41)	3143(2)	7821(1)	2532(1)	38(1)
C(42)	2875(3)	7540(2)	1873(1)	57(1)
C(43)	2362(3)	6810(2)	1751(2)	76(1)
C(44)	2104(3)	6372(2)	2275(2)	73(1)
C(45)	2354(3)	6645(2)	2931(2)	61(1)
C(46)	2887(2)	7365(1)	3062(1)	45(1)
C(51)	3152(2)	9190(1)	3335(1)	38(1)
C(52)	1895(2)	9064(2)	3355(1)	49(1)
C(53)	1322(3)	9434(2)	3838(2)	60(1)
C(54)	2001(3)	9929(2)	4299(1)	62(1)
C(55)	3243(3)	10053(2)	4286(1)	60(1)
C(56)	3823(2)	9685(1)	3807(1)	46(1)
C(61)	3484(2)	9271(1)	1929(1)	40(1)
C(62)	2265(3)	9528(2)	1735(2)	64(1)
C(63)	1901(3)	9912(2)	1127(2)	75(1)
C(64)	2736(4)	10044(2)	707(2)	78(1)
C(65)	3934(4)	9798(2)	886(2)	82(1)
C(66)	4317(3)	9406(2)	1496(1)	60(1)

ตารางที่ 17 พิกัดของอะตอมไฮโดรเจนในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
H(1)	7487	11351	3316	62
H(2)	5787	9952	2606	65
H(2A)	8347	11018	4517	112
H(2B)	9224	11395	4062	112
H(2C)	9177	10497	4134	112
H(3A)	5652	11444	2606	101
H(3B)	5328	10944	1944	101
H(3C)	6705	11227	2191	101
H(12)	8792	7657	3475	59
H(13)	10870	7505	3964	77
H(14)	11403	7191	5102	83
H(15)	9872	7088	5759	90
H(16)	7796	7212	5269	73
H(22)	7473	5909	4284	60
H(23)	7248	4690	3813	70
H(24)	5958	4496	2781	68
H(25)	4869	5509	2223	61
H(26)	5084	6735	2682	47
H(32)	5403	6293	4728	78
H(33)	4287	6393	5609	96
H(34)	3746	7572	5977	85
H(35)	4269	8662	5448	88
H(36)	5389	8581	4574	65
H(42)	3038	7841	1512	68
H(43)	2195	6619	1309	91
H(44)	1755	5885	2188	87

ตารางที่ 17 (ต่อ)

อะตอม	x	y	z	U(eq)A**2
H(45)	2167	6346	3287	74
H(46)	3073	7544	3507	54
H(52)	1433	8730	3043	58
H(53)	479	9348	3848	72
H(54)	1617	10179	4620	75
H(55)	3701	10386	4600	72
H(56)	4668	9772	3803	55
H(62)	1684	9441	2019	76
H(63)	1078	10081	1004	89
H(64)	2488	10303	297	93
H(65)	4507	9891	598	98
H(66)	5139	9234	1610	71

ตารางที่ 18 เทอร์มอลพารามิเตอร์ของอะตอมในโมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(dmtu)I]$

อะตอม	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Cu(1)	39(1)	30(1)	35(1)	1(1)	8(1)	-1(1)
I(1)	54(1)	40(1)	38(1)	-2(1)	17(1)	3(1)
S(1)	54(1)	32(1)	45(1)	0(1)	2(1)	-7(1)
P(1)	37(1)	28(1)	30(1)	1(1)	7(1)	-2(1)
P(2)	37(1)	29(1)	32(1)	-1(1)	7(1)	2(1)
N(1)	64(1)	31(1)	61(1)	-2(1)	17(1)	-6(1)
N(2)	52(1)	43(1)	65(1)	14(1)	6(1)	-8(1)
C(1)	42(1)	35(1)	50(1)	-2(1)	19(1)	-2(1)
C(2)	95(2)	50(2)	75(2)	-8(2)	1(2)	-21(2)
C(3)	61(2)	55(2)	84(2)	26(2)	10(2)	2(1)
C(11)	41(1)	32(1)	37(1)	0(1)	3(1)	-3(1)
C(12)	44(1)	60(2)	45(1)	-2(1)	9(1)	-3(1)
C(13)	45(2)	73(2)	76(2)	-8(2)	14(1)	-4(1)
C(14)	44(2)	67(2)	87(2)	0(2)	-12(2)	-4(1)
C(15)	63(2)	98(2)	55(2)	17(2)	-17(2)	-15(2)
C(16)	51(2)	85(2)	44(1)	12(1)	1(1)	-14(1)
C(21)	38(1)	29(1)	40(1)	0(1)	11(1)	-2(1)
C(22)	60(2)	36(1)	52(1)	4(1)	6(1)	3(1)
C(23)	69(2)	33(1)	76(2)	6(1)	17(2)	7(1)
C(24)	62(2)	35(1)	79(2)	-13(1)	25(2)	-7(1)
C(25)	50(1)	46(1)	58(2)	-17(1)	12(1)	-9(1)
C(26)	38(1)	37(1)	44(1)	-5(1)	9(1)	0(1)
C(31)	40(1)	42(1)	33(1)	1(1)	8(1)	-4(1)
C(32)	82(2)	50(2)	74(2)	7(1)	40(2)	-8(2)
C(33)	94(2)	79(2)	78(2)	17(2)	47(2)	-21(2)
C(34)	62(2)	101(3)	58(2)	-3(2)	31(1)	-9(2)

ตารางที่ 18 (ต่อ)

อะตอม	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Cu(1)	39(1)	30(1)	35(1)	1(1)	8(1)	-1(1)
C(35)	88(2)	76(2)	65(2)	-8(2)	41(2)	9(2)
C(36)	71(2)	48(1)	50(2)	0(1)	28(1)	1(1)
C(41)	36(1)	30(1)	47(1)	-2(1)	5(1)	1(1)
C(42)	76(2)	44(1)	48(1)	-7(1)	3(1)	-8(1)
C(43)	97(2)	54(2)	69(2)	-21(2)	-5(2)	-15(2)
C(44)	70(2)	45(2)	102(3)	-17(2)	13(2)	-17(1)
C(45)	58(2)	44(2)	87(2)	7(1)	26(2)	-7(1)
C(46)	43(1)	39(1)	55(1)	0(1)	13(1)	0(1)
C(51)	45(1)	32(1)	37(1)	3(1)	11(1)	7(1)
C(52)	49(1)	44(1)	54(2)	1(1)	13(1)	8(1)
C(53)	58(2)	60(2)	69(2)	9(2)	30(1)	17(1)
C(54)	86(2)	56(2)	52(2)	-1(1)	31(2)	20(2)
C(55)	86(2)	49(2)	47(2)	-10(1)	14(1)	6(1)
C(56)	57(2)	40(1)	42(1)	-3(1)	11(1)	2(1)
C(61)	52(1)	31(1)	34(1)	0(1)	2(1)	3(1)
C(62)	60(2)	67(2)	62(2)	17(2)	5(1)	11(1)
C(63)	79(2)	75(2)	61(2)	12(2)	-13(2)	18(2)
C(64)	122(3)	63(2)	42(2)	9(1)	-6(2)	26(2)
C(65)	113(3)	88(2)	50(2)	20(2)	33(2)	20(2)
C(66)	72(2)	63(2)	46(1)	13(1)	18(1)	15(1)

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ สกุล นางสาวลาตีป๊ะ ลาโอะ

รหัสประจำตัวนักศึกษา 4910220123

วุฒิการศึกษา

วุฒิ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
วิทยาศาสตรบัณฑิต (ศึกษาศาสตร์)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2549

ทุนการศึกษา (ที่ได้รับในระหว่างการศึกษา)

ทุนผู้ช่วยนักวิจัยคณะวิทยาศาสตร์ (RA)