

สารบัญ

สารบัญ.....	(6)
รายการตาราง.....	(8)
รายการรูป.....	(10)
สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ.....	(13)
1. บทนำ.....	1
1.1 บทนำตั้งเรื่อง.....	1
1.2 การตรวจเอกสาร.....	4
1.3 วัตถุประสงค์.....	11
2. วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการ.....	12
2.1 สารเคมี.....	12
2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	12
2.3 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน.....	13
2.4 การศึกษาสมบัติทางกายภาพและการละลายของสารประกอบเชิงซ้อน.....	14
2.5 การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน.....	14
2.6 การวิเคราะห์หาชนิดของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อน โดยใช้เทคนิค XRF.....	14
2.7 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของแถบดูดกลืน FT-IR.....	14
2.8 การศึกษา ^1H NMR และ ^{13}C NMR.....	14
2.9 การศึกษาโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน โดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว.....	15
3. ผลและการอภิปรายผลการทดลอง.....	25
3.1 การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติทางกายภาพของสารประกอบเชิงซ้อน.....	25
3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน.....	27
3.3 การวิเคราะห์หาชนิดของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อน โดยใช้เทคนิค XRF.....	28
3.4 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของแถบการดูดกลืน FT-IR.....	32
3.5 การศึกษา ^1H NMR และ ^{13}C NMR.....	39(6)

สารบัญ (ต่อ)

3.6 การศึกษาโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน โดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว.....	50
4. สรุปผลการทดลอง.....	67
บรรณานุกรม.....	69
ภาคผนวก.....	75
ก.	76
1. ข้อมูลผลึก.....	76
2. การหาความหนาแน่นของผลึก.....	115
3. การเตรียมลิแกนด์ bimzH_2	116
ข.	117
ผลงานที่เสนอในการประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี แห่งประเทศไทย (วทท.) ครั้งที่ 31 ณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.....	117
ประวัติผู้เขียน.....	119

รายการตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 สมบัติทางกายภาพและเคมีของคอปเปอร์.....	3
3.1 สรุปลักษณะที่เหมาะสมของการเกิดปฏิกิริยา.....	25
3.2 สมบัติทางกายภาพของลิแกนด์ bimztH_2 และสารประกอบเชิงซ้อน.....	26
3.3 แสดงความสามารถในการละลายของสารประกอบเชิงซ้อน ในตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ.....	26
3.4 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน ไนโตรเจน และซัลเฟอร์ ในสารประกอบเชิงซ้อน.....	27
3.5 แสดงข้อมูลของแถบการยืดของ N—H ในลิแกนด์ bimztH_2 และสารประกอบเชิงซ้อน.....	36
3.6 แสดงข้อมูลของ thioamide แถบที่ I และ II ในลิแกนด์ bimztH_2 และสารประกอบเชิงซ้อน.....	36
3.7 แสดงข้อมูลของ thioamide แถบที่ III ในลิแกนด์ bimztH_2 และสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์.....	37
3.8 แสดงข้อมูลของ thioamide แถบที่ IV ในลิแกนด์ bimztH_2 และสารประกอบเชิงซ้อน.....	38
3.9 แสดงข้อมูลของแถบการงอของ C—S ในลิแกนด์ bimztH_2 และสารประกอบเชิงซ้อน.....	38
3.10 แสดงข้อมูล ^1H NMR ของลิแกนด์ bimztH_2 และสารประกอบเชิงซ้อน.....	44
3.11 แสดงข้อมูล ^{13}C NMR chemical shifts ของลิแกนด์ bimztH_2 และสารประกอบเชิงซ้อน.....	49
3.12 ข้อมูลผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}_4(\text{bimztH}_2)_{10}]\text{Cl}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	51
3.13 ความยาวพันธะและมุมพันธะรอบอะตอมคอปเปอร์ ในโมเลกุล $[\text{Cu}_4(\text{bimztH}_2)_{10}]^{4+}$ (โมเลกุลที่ 1).....	52
3.14 ความยาวพันธะและมุมพันธะรอบอะตอมคอปเปอร์ ในโมเลกุล $[\text{Cu}_4(\text{bimztH}_2)_{10}]^{4+}$ (โมเลกุลที่ 2).....	54
3.15 ข้อมูลผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{bimztH}_2)_2\text{Br}]$	58

รายการตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
3.16 ความยาวพันธะและมุมพันธะรอบอะตอมคอปเปอร์ ในโมเลกุล $[\text{Cu}(\text{bimztH}_2)_2\text{Br}]$	59
3.17 ข้อมูลผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{bimztH}_2)_2\text{I}] \cdot \text{CH}_3\text{COCH}_3$	61
3.18 ความยาวพันธะและมุมพันธะรอบอะตอมคอปเปอร์ในโมเลกุล $[\text{Cu}(\text{bimztH}_2)_2\text{I}] \cdot \text{CH}_3\text{COCH}_3$	62
3.19 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนในสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{bimztH}_2)_2\text{Br}]$ และ $[\text{Cu}(\text{bimztH}_2)_2\text{I}] \cdot \text{CH}_3\text{COCH}_3$	64

รายการรูป

รูปที่	หน้า
1.1 โครงสร้างของ 2-เมอร์แคปโตเบนซิมิดาโซล (bimztH ₂).....	1
1.2 แสดงสถานะสมดุลของ thione และ thiol.....	2
1.3 โครงสร้างของ Cu(mtv) ₂ ·2H ₂ O.....	2
1.4 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน [Te(bimztH ₂) ₄]Cl ₂ ·2HCl.....	5
1.5 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน [Se(bimztH ₂) ₄]Cl ₂ ·2HCl.....	6
1.6 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน [Se(bimztH ₂) ₃]Br ₂ ·5HCl.....	7
1.7 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu ₄ (bimztH ₂) ₁₀] ⁴⁺	8
1.8 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนของ [Pt(bimztH ₂) ₄]Cl ₂ ·EtOH.....	9
1.9 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนของ [Ag(bimzt)(dppm) ₄] ²⁺	10
2.1 แผนผังขั้นตอนในการศึกษาโครงสร้างผลึก.....	16
2.2 การเม้าท์ผลึก.....	17
2.3 หัวโกนิโอมิเตอร์.....	18
2.4 แสดงเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ รุ่น SMART APEX.....	19
2.5 แกนหมุนทั้ง 4 ของเครื่องดิฟแฟรคโทมิเตอร์.....	20
2.6 แสดงแผนผังการหาโครงสร้างโดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์	
ระบบ SHELXTL NT version 6.12.....	22
3.1 XRF สเปกตรัมของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน	
[Cu ₄ (bimztH ₂) ₁₀]Cl ₄ ·10H ₂ O.....	28
3.2 XRF สเปกตรัมของซัลเฟอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน	
[Cu ₄ (bimztH ₂) ₁₀]Cl ₄ ·10H ₂ O.....	28
3.3 XRF สเปกตรัมของคลอรีนในสารประกอบเชิงซ้อน	
[Cu ₄ (bimztH ₂) ₁₀]Cl ₄ ·10H ₂ O.....	29
3.4 XRF สเปกตรัมของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน	
[Cu(bimztH ₂) ₂]Br.....	29
3.5 XRF สเปกตรัมของซัลเฟอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน	
[Cu(bimztH ₂) ₂]Br.....	30

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.6 XRF สเปกตรัมของโบรมีนในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(bimztH ₂) ₂ Br].....	30
3.7 XRF สเปกตรัมของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(bimztH ₂) ₂ I]·CH ₃ COCH ₃	31
3.8 XRF สเปกตรัมของซัลเฟอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(bimztH ₂) ₂ I]·CH ₃ COCH ₃	31
3.9 XRF สเปกตรัมของไอโอดีนในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(bimztH ₂) ₂ I]·CH ₃ COCH ₃	32
3.10 FT-IR สเปกตรัมของลิแกนด์ bimztH ₂	33
3.11 FT-IR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu ₄ (bimztH ₂) ₁₀]Cl ₄ ·10H ₂ O.....	33
3.12 FT-IR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(bimztH ₂) ₂ Br].....	34
3.13 FT-IR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(bimztH ₂) ₂ I]·CH ₃ COCH ₃	34
3.14 FT-IR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(bimztH ₂) ₂ I].....	35
3.15 ¹ H NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ bimztH ₂ ใน DMSO- <i>d</i> ₆	40
3.16 ¹ H NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu ₄ (bimztH ₂) ₁₀]Cl ₄ ·10H ₂ O ใน DMSO- <i>d</i> ₆	41
3.17 ¹ H NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(bimztH ₂) ₂ Br] ใน DMSO- <i>d</i> ₆	42
3.18 ¹ H NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(bimztH ₂) ₂ I]·CH ₃ COCH ₃ ใน DMSO- <i>d</i> ₆	43
3.19 ¹³ C NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ bimztH ₂	

ใน DMSO- d_6	45
----------------------	----

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.20 ^{13}C NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu ₄ (bimztH ₂) ₁₀]Cl ₄ ·10H ₂ O ใน DMSO- d_6	46
3.21 ^{13}C NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(bimztH ₂) ₂ Br] ใน DMSO- d_6	47
3.22 ^{13}C NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(bimztH ₂) ₂ I]·CH ₃ COCH ₃ ใน DMSO- d_6	48
3.23 โครงสร้างของ [Cu ₄ (bimztH ₂) ₁₀] ⁴⁺ (โมเลกุลที่ 1).....	52
3.24 โครงสร้างของ [Cu ₄ (bimztH ₂) ₁₀] ⁴⁺ (โมเลกุลที่ 2).....	54
3.25 โครงสร้างของ [Cu ₄ (bimztH ₂) ₁₀]Cl ₄ ในหน่วยเซลล์ (พล็อตตามแกน a).....	56
3.26 โครงสร้างของ [Cu(bimztH ₂) ₂ Br].....	59
3.27 โครงสร้างของ [Cu(bimztH ₂) ₂ Br] ในหน่วยเซลล์ (พล็อตตามแกน a).....	60
3.28 โครงสร้างของ [Cu(bimztH ₂) ₂ Br] ในหน่วยเซลล์.....	60
3.29 โครงสร้างของ [Cu(bimztH ₂) ₂ I]·CH ₃ COCH ₃	62
3.30 โครงสร้างของ [Cu(bimztH ₂) ₂ I]·CH ₃ COCH ₃ ในหน่วยเซลล์ (พล็อตตามแกน a).....	63
3.31 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนในโครงสร้างสารประกอบเชิงซ้อนของ (a) [Cu(bimztH ₂) ₂ Br] และ (b) [Cu(bimztH ₂) ₂ I]·CH ₃ COCH ₃	65
3.32 แสดงอันตรกิริยาระหว่างโมเลกุลในโครงผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(bimztH ₂) ₂ I]·CH ₃ COCH ₃	66

สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ

Å	=	อังสตรอม (อังสตรอม = 10^{-10} m)
bimztH ₂	=	2-mercaptobenzimidazole
br	=	broad
ettu	=	ethylthiourea
cm ⁻¹	=	wavenumber
cm ³	=	ลูกบาศก์เซนติเมตร
°	=	องศา
°C	=	องศาเซลเซียส
dd	=	doublet of doublet
g	=	กรัม
kJ	=	กิโลจูล
K	=	เคลวิน
Mg	=	เมกะกรัม
m ³	=	ลูกบาศก์เมตร
mm ³	=	ลูกบาศก์มิลลิเมตร
mtu	=	methylthiourea
ptu	=	phenylthiourea
s	=	singlet
tu	=	thiourea