

สารบัญ

สารบัญ.....	(6)
รายการตาราง.....	(8)
รายการรูป.....	(9)
สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ.....	(13)
1. บทนำ	
1.1 บทนำตั้งเรื่อง.....	1
1.2 การตรวจเอกสาร.....	4
1.3 วัตถุประสงค์.....	17
2. วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการ	
2.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	18
2.2 สารเคมี.....	18
2.3 การสังเคราะห์สารประกอบซ้อน.....	19
2.4 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของสารประกอบเชิงซ้อน.....	20
2.5 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของแถบดูดกลืน FT-IR	20
2.6 การวิเคราะห์หาปริมาณร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน.....	20
2.7 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพหาชนิดของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อน โดยใช้เทคนิค XRF.....	21
2.8 การศึกษา ^1H NMR และ ^{13}C NMR.....	21
2.9 การศึกษาโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน โดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว.....	21
3. ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง	
3.1 การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติทางกายภาพของสารประกอบเชิงซ้อน.....	28
3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน.....	30
3.3 การวิเคราะห์หาชนิดของธาตุในสารประกอบเชิงซ้อน โดยใช้เทคนิค XRF.....	30
3.4 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของแถบการดูดกลืน FT-IR.....	40
3.5 การศึกษา ^1H NMR และ ^{13}C NMR.....	49

สารบัญ (ต่อ)

3.6 การศึกษาโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน	
โดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว.....	62
4. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	86
บรรณานุกรม.....	88
ภาคผนวก	
ข้อมูลผลึก.....	95
ประวัติผู้เขียน.....	158

รายการตาราง

ตารางที่	หน้า
3.1 สภาวะที่เหมาะสมของการเกิดปฏิกิริยา.....	28
3.2 สมบัติทางกายภาพของลิแกนด์ และสารประกอบเชิงซ้อน.....	28
3.3 แสดงความสามารถในการละลายของสารประกอบเชิงซ้อน ในตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ที่อุณหภูมิห้อง.....	29
3.4 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารประกอบเชิงซ้อน.....	30
3.5 แสดงข้อมูลของแถบการดูดกลืนที่สำคัญในลิแกนด์etu และสารประกอบเชิงซ้อน.....	48
3.6 แสดงค่า chemical shifts ของ N-H.....	55
3.7 แสดงค่า chemical shifts ของ C=S	61
3.8 ข้อมูลผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(etu)Cl]$	62
3.9 ความยาวพันธะระหว่างอะตอมใน โมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(etu)Cl]$	63
3.10 มุมพันธะระหว่างอะตอมใน โมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(etu)Cl]$	64
3.11 พันธะไฮโดรเจนใน โมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(etu)Cl]$	64
3.12 ข้อมูลผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(etu)Br]$	69
3.13 ความยาวพันธะระหว่างอะตอมใน โมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(etu)Br]$	70
3.14 มุมพันธะระหว่างอะตอมใน โมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(etu)Br]$	71
3.15 พันธะไฮโดรเจนใน โมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(etu)Br]$	71
3.16 ข้อมูลผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน $[Cu(PPh_3)_2(etu)I]$	76
3.17 ความยาวพันธะระหว่างอะตอมใน โมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(etu)I]$	77
3.18 มุมพันธะระหว่างอะตอมใน โมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(etu)I]$	78
3.19 พันธะไฮโดรเจนใน โมเลกุล $[Cu(PPh_3)_2(etu)I]$	78
3.20 แสดงการเปรียบเทียบความยาวพันธะรอบอะตอมคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน.....	83
3.21 แสดงการเปรียบเทียบมุมพันธะรอบอะตอมคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน.....	84
3.22 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนในสารประกอบเชิงซ้อน.....	85

รายการรูป

รูปที่	หน้า
1.1 โครงสร้างของเอทิลีนไธ โอยูเรีย (etu).....	3
1.2 โครงสร้างของไตรฟีนิลฟอสฟีน (PPh ₃).....	3
1.3 แสดงการเปลี่ยนแปลงของ thione และ thiol.....	3
1.4 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(tzdtH) ₂ (PPh ₃) ₂]NO ₃	4
1.5 โครงสร้างผลึกของ [Cu(PPh ₃) ₂ (pymtH)Br].....	5
1.6 โครงสร้างผลึกของ [Cu(PPh ₃) ₂ (meimtH)Br].....	6
1.7 โครงสร้างผลึกของ [Cu(PPh ₃) ₂ (bzimtH ₂)Cl].....	7
1.8 โครงสร้างผลึกของ [Cu(PPh ₃) ₂ (nbzimtH ₂)Cl].....	7
1.9 โครงสร้างผลึกของ [Cu(PPh ₃) ₂ (pymtH)I].....	8
1.10 โครงสร้างผลึกของ [Cu(PPh ₃) ₂ (dmptH)Cl].....	9
1.11 โครงสร้างผลึกของ [Cu(PPh ₃) ₂ (bztzdtH)Br] ₂	10
1.12 โครงสร้างผลึกของ [Cu(PPh ₃) ₂ (tzdtH)Cl].....	11
1.13 โครงสร้างผลึกของ [Cu(PPh ₃) ₂ (bztzdtH)Cl].....	12
1.14 โครงสร้างผลึกของ [Cu(tptp)(pymtH)Cl] ₂	13
1.15 โครงสร้างผลึกของ [Cu(tptp)(tzdtH)Cl] ₂	14
1.16 โครงสร้างผลึกของ [Cu(tmtp)(bzimtH)Cl] ₂	15
1.17 โครงสร้างผลึกของ [Cu(tmtp)(py2SH)I] ₂	16
2.1 แผนผังขั้นตอนในการศึกษาโครงสร้างผลึก.....	22
2.2 การเม้าท์ผลึก.....	23
2.3 หัวโกนิโอมิเตอร์.....	24
2.4 แสดงเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ รุ่น SMART APEX.....	25
2.5 แกนหมุนทั้ง 4 ของเครื่องดิฟแฟรคโทมิเตอร์.....	26
2.6 แสดงแผนผังการหาโครงสร้างโดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์	
ระบบ SHELXTL NT version 6.12.....	27
3.1 XRF สเปกตรัมของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน	
[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Cl].....	31

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.2 XRF สเปกตรัมของฟอสฟอรัสและซัลเฟอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Cl].....	32
3.3 XRF สเปกตรัมของคลอรีนในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Cl].....	33
3.4 XRF สเปกตรัมของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Br].....	34
3.5 XRF สเปกตรัมของฟอสฟอรัสและซัลเฟอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Br].....	35
3.6 XRF สเปกตรัมของโบรมีนในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Br].....	36
3.7 XRF สเปกตรัมของคอปเปอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)I].....	37
3.8 XRF สเปกตรัมของฟอสฟอรัสและซัลเฟอร์ในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)I].....	38
3.9 XRF สเปกตรัมของไอโอดีนในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)I].....	39
3.10 FT-IR สเปกตรัมของลิแกนด์ เอธิลีน ไทโอยูเรีย.....	41
3.11 FT-IR สเปกตรัมของลิแกนด์ ไตรฟีนิลฟอสฟิน.....	42
3.12 FT-IR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Cl]	43
3.13 FT-IR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Br].....	44
3.14 FT-IR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)I].....	45
3.15 ¹ H NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ เอธิลีน ไทโอยูเรีย ใน DMSO- <i>d</i> ₆	50
3.16 ¹ H NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ ไตรฟีนิลฟอสฟิน ใน DMSO- <i>d</i> ₆	51

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.17 ¹ H NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Cl] ใน DMSO- <i>d</i> ₆	52
3.18 ¹ H NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Br] ใน DMSO- <i>d</i> ₆	53
3.19 ¹ H NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)I] ใน DMSO- <i>d</i> ₆	54
3.20 ¹³ C NMR สเปกตรัมของลิแกนด์เอธิลีน ไธโอยูเรีย ใน DMSO- <i>d</i> ₆	56
3.21 ¹³ C NMR สเปกตรัมของลิแกนด์ไทรฟีนิลฟอสฟีน ใน DMSO- <i>d</i> ₆	57
3.22 ¹³ C NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Cl] ใน DMSO- <i>d</i> ₆	58
3.23 ¹³ C NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Br] ใน DMSO- <i>d</i> ₆	59
3.24 ¹³ C NMR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)I] ใน DMSO- <i>d</i> ₆	60
3.25 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Cl].....	65
3.26 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Cl] ในหน่วยเซลล์ ฟลูออโรตามแกน a.....	66
3.27 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Cl] ในหน่วยเซลล์ ฟลูออโรตามแกน b.....	67
3.28 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Cl] ในหน่วยเซลล์ ฟลูออโรตามแกนc.....	67
3.29 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Cl].....	68

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.30 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Br].....	72
3.31 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Br] ในหน่วยเซลล์ ฟลูออตตามแกน a.....	73
3.32 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Br] ในหน่วยเซลล์ ฟลูออตตามแกน b.....	74
3.33 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Br] ในหน่วยเซลล์ ฟลูออตตามแกน c.....	74
3.34 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)Br].....	75
3.35 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)I].....	79
3.36 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)I] ในหน่วยเซลล์ ฟลูออตตามแกน a.....	80
3.37 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)I] ในหน่วยเซลล์ ฟลูออตตามแกน b.....	81
3.38 โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน[Cu(PPh ₃) ₂ (etu)I] ในหน่วยเซลล์ ฟลูออตตามแกน c.....	81
3.39 แสดงอันตรกิริยาของพันธะไฮโดรเจนในสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(PPh ₃) ₂ (etu)I].....	82

สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ

Å	=	อังสตรอม (อังสตรอม = 10^{-10} m)
cm ⁻¹	=	wavenumber
cm ³	=	ลูกบาศก์เซนติเมตร
ml	=	มิลลิลิตร
°	=	องศา
°C	=	องศาเซลเซียส
g	=	gram
kJ	=	kilojoule
K	=	เคลวิน
Mg	=	megagram
m ³	=	ลูกบาศก์เมตร
mm ³	=	ลูกบาศก์มิลลิเมตร
PPh ₃	=	triphenylphosphine
tu	=	thiourea
etu	=	ethylenethiourea
ettu	=	ethylthiourea
tzdtH	=	1,3-thiazolidine-2-thione
pymtH	=	pyrimidine-2-thione
meimtH	=	1-methyl-1,3-imidazoline-2-thione
bzimtH ₂	=	benz-1,3-thiazoline-2-thione
dmpth	=	<i>N,N</i> -dimethyl- <i>N</i> -phenylthiourea
bztzdtH	=	benz-1,3-thiazolidine-2-thione
py2SH	=	pyridine-2-thione
tntp	=	tri- <i>m</i> -tolylphosphine
tptp	=	tri- <i>p</i> -tolylphosphine