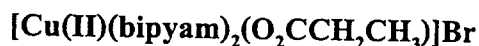


บทที่ 2

การสังเคราะห์และสมบัติสเปกโทรสโกปีของสารประกอบเชิงซ้อน



2.1 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu(II)(bipyam)}_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Br}$

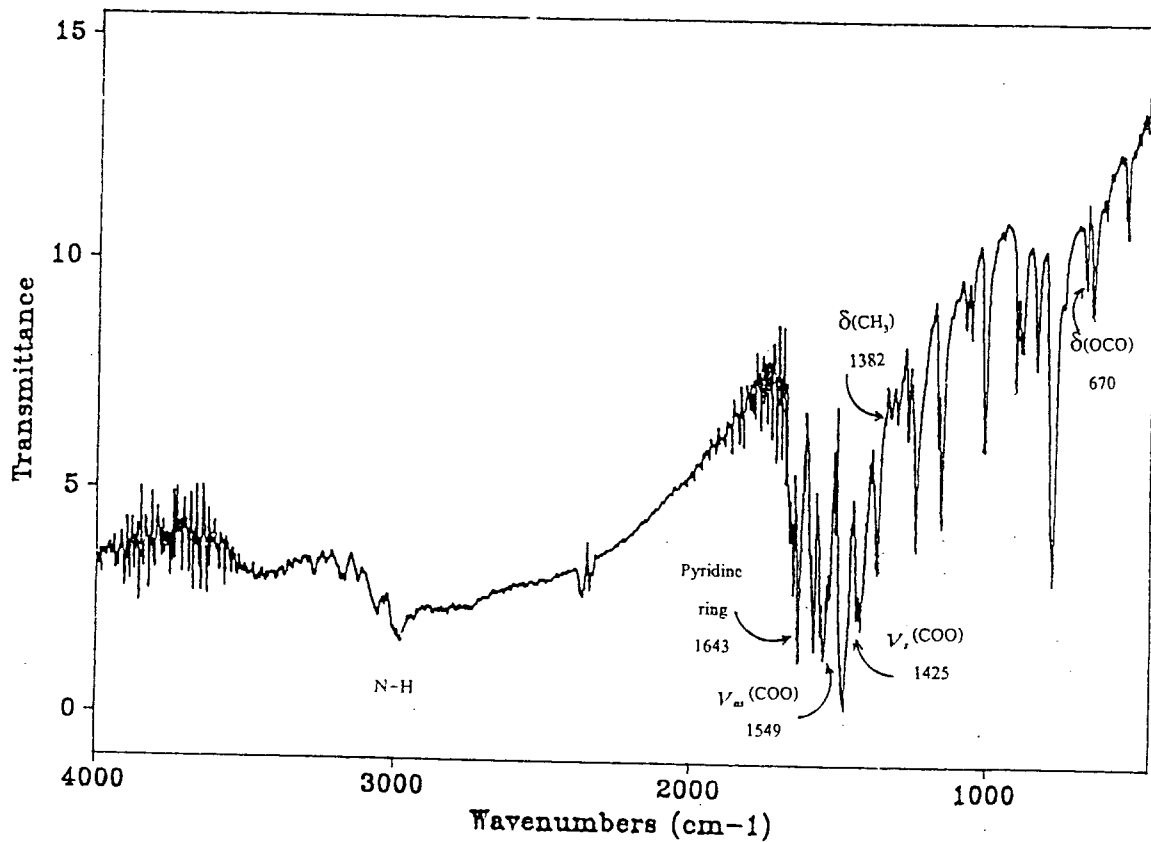
ได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu(II)(bipyam)}_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Br}$ โดยใช้สัดส่วนโมลของ $\text{Cu(II)} : \text{bipyam}$ เท่ากับ 1:4 โดยมีขั้นตอนดังนี้

1. ละลาย $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 0.119 กรัม (0.50 มิลลิโมล) ในน้ำปริมาตร 20 มล. อุณหภูมิและคนตลอดเวลา ในกรณีที่ไม่ละลายให้เติมกรด propionic ลงไปเล็กน้อยเพื่อช่วยการละลาย จะได้สารละลายใสสีฟ้า
2. เตรียมสารละลาย bipyam โดยละลาย bipyam 0.35 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ใน absolute ethanol ปริมาตร 30 มล. อุณหภูมิและคน ได้สารละลายใส
3. ผสมสารละลายจากข้อ 1 และข้อ 2 เข้าด้วยกันในขณะที่อุณหภูมิและคนพร้อมกันไปด้วย จะได้สารละลายสีเขียวใส
4. เติม $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2\text{Na}$ 0.119 กรัม (0.50 มิลลิโมล) ลงในสารละลายผสมในข้อ 3 พร้อมทั้งอุณหภูมิและคนตลอดเวลา จากนั้นเติม KBr 0.119 กรัม (1 มิลลิโมล) ลงไปจะได้สารละลายสีเขียวเข้ม
5. จากนั้นตั้งสารละลายไว้ที่อุณหภูมิห้องเพื่อให้เกิดการระเหยอย่างช้า ๆ พบว่าประมาณ 2 สัปดาห์ ได้ผลึกสีเขียวเข้มรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า กรองและวางไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จากการนำไปวิเคราะห์พบว่าเป็นผลึกของ $[\text{Cu(II)(bipyam)}_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Br}$ [พบ C, 49.39 ; H, 4.09 ; N, 15.10; Cu, 11.45; Br, 14.16%]คำนวณสำหรับ $\text{C}_{23}\text{H}_{23}\text{CuN}_6\text{O}_2\text{Br}$ C, 49.42; H, 4.15; N, 15.04; Cu, 11.37; Br, 14.30 %] มีจุดหลอมเหลว 214-215 °C และมีค่าแมกเนติกโมเมนต์เท่ากับ 1.90 BM.

2.2 การวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Br}$

2.2.1 พูเรีย์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัม

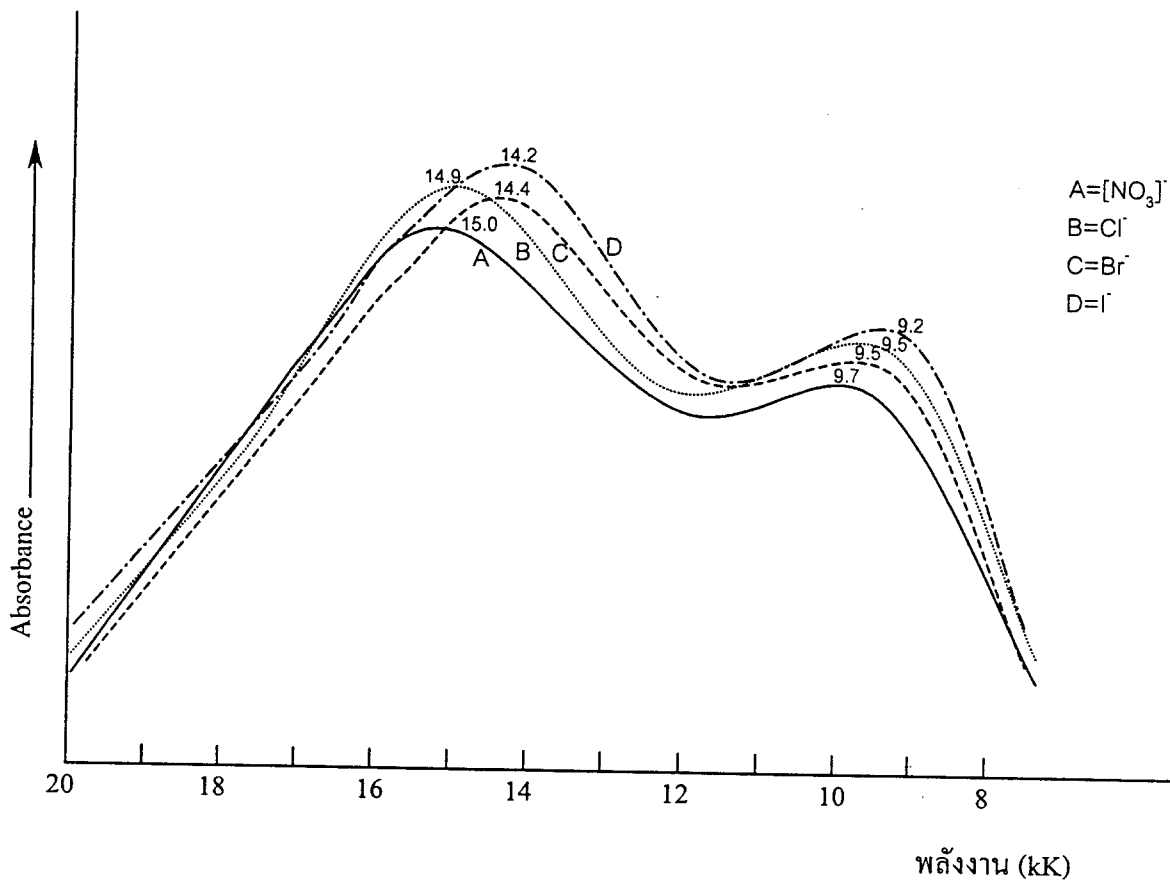
ได้ทำการบันทึกฟูเรีย์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Br}$ ในช่วง $4000 - 450 \text{ cm}^{-1}$ โดยเทคนิค KBr disc ดังรูปที่ 2.1 พบว่าพีกของลิแกนด์ไพริไดนเป็นแบนด์เข้มของ COO stretching ที่ตำแหน่ง 1549 cm^{-1} และ 1425 cm^{-1} ซึ่งเป็น antisymmetric- CO_2 และ symmetric- CO_2 stretching ตามลำดับ และปรากฏแบนด์เข้มปานกลางที่ตำแหน่ง 1382 cm^{-1} ซึ่งเป็น CH_3 bending และที่ตำแหน่ง 670 cm^{-1} ซึ่งเป็น OCO bending สอดคล้องกับลิแกนด์ไพริไดนในสารประกอบเชิงซ้อน พีกแรกของ pyridine ring ปรากฏที่ตำแหน่ง 1643 cm^{-1} และ N-H stretching ที่ตำแหน่งประมาณ 3000 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับระบบของลิแกนด์ bipyam ในสารประกอบเชิงซ้อน



รูปที่ 2.1 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Br}$

2.2.2 อิเล็กทรอนิกส์ฟิวส์รีเฟลคแตนซ์สเปกตรัม (Electronic Diffuse Reflectance Spectrum)

ได้ทำการบันทึกอิเล็กทรอนิกส์ฟิวส์รีเฟลคแตนซ์สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Br}$ ในช่วง $1100\text{--}200\text{ nm}$ ($9\text{--}50\text{ kK}$ เมื่อ $1\text{ kK} = 1000\text{ cm}^{-1}$) ดังรูปที่ 2.2 กราฟ C ประกอบด้วยพีค 2 พีคที่มีความเข้มข้นเกือบเท่ากันที่ตำแหน่ง 9.5 และ 14.4 kK โดยพีคทั้งสองห่างกันประมาณ 5 kK สอดคล้องกับสเทอริโอเคมีแบบ *cis* - distorted octahedral ของสารประกอบเชิงซ้อน $\text{Cu}(\text{II})$ และสอดคล้องกับสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อนอื่น ๆ ในอนุกรมเดียวกัน ($Y = [\text{NO}_3]^-$, Cl^- และ I^-) ซึ่งมีโครงสร้างแบบ *cis*-distorted octahedral ดังในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 แสดงอิเล็กทรอนิกส์ฟิวส์รีเฟลคแตนซ์สเปกตรัมในระบบโพรฟิออนเตตของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\cdot Y$ เมื่อ $Y = [\text{NO}_3]^-$ (A), Cl^- (B), Br^- (C) และ I^- (D)