

บทที่ 2

การทดลองและผลการทดลอง

2.1 อุปกรณ์ เครื่องมือและโปรแกรมคอมพิวเตอร์

1. ขวดก้นกลม 2 คอ และ 3 คอ
2. Heating mantle
3. เครื่องดูดสุญญากาศ (suction pump)
4. Hot plate
5. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
6. ขวดหาความถ่วงจำเพาะ (specific gravity bottle)
7. โถอบ (dessicator)
8. Reflux condenser
9. Faraday magnetic susceptibility unit, Cahn
10. Electrothermal IA 9100 series digital melting point
11. UV-VIS spectrometer Lamda 2S, PERKIN ELMER
12. FTIR spectrophotometer Biorad FTS-7/PC
13. Computers
Syntax : 166 MMX, 32 Mb RAM
Acer Pentium : 200 MHZ 16 Mb RAM
14. Printers
Laser printer, 6 MP, Hewlett Packard
Printer, deskjet 870 Cxi, Hewlett Packard
15. โปรแกรมสำเร็จรูป XTAL 3.2 และ SHELXTL-PC 5.03

2.2 สารเคมี

สารเคมี	บริษัทที่ผลิต
1. Potassium nitrate, KNO_3	FARMITALIA CARLO ERBA
2. Potassium iodide, KI	BDH Ltd., England
3. Potassium bromide, KBr	FARMITALIA CARLO ERBA
4. Potassium hexafluorophosphate, KPF_6	Fluka Chemic, Buchs
5. Potassium perchlorate, KClO_4	Fluka Chemic, Buchs
6. Sodium tetrafluoroborate, NaBF_4	Fluka Chemic, Buchs
7. Sodium acetate, CH_3COONa	FARMITALIA CARLO ERBA
8. 2,2'-bipyridylamine, $\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_3$	Fluka Chemic, Buchs
9. Barium hydroxide, $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	Riedel de Haen
10. Hydroxylaminehydrochloride, $(\text{NH}_2\text{OH}) \cdot \text{HCl}$	MAY & BAKER Ltd, England
11. Hydroxylaminehydrosulfate, $(\text{NH}_2\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$	MAY & BAKER Ltd, England
12. Copper acetate, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	FARMITALIA CARLO ERBA
13. Copper nitrate, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Riedel de Haen
14. Copper Chloride, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	FARMITALIA CARLO ERBA
15. Copper perchlorate, $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Fluka Chemic, Buchs
16. Cupric carbonate basic, $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	MAY & BAKER Ltd, England
17. Copper powder, Cu	Fluka Chemic, Buchs
18. Sodium propionate, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COONa}$	Fluka Chemic, Buchs
19. Propionic acid, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$	FARMITALIA CARLO ERBA
20. Absolute ethanol, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	ITALMAR Ltd.
21. Methanol, CH_3OH	ITALMAR Ltd.
22. Acetone, $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$	BDH Ltd., England
23. Acetonitrile, CH_3CN	J.T. BAKER, USA
24. Conc.ammonia solution 25% , NH_3	CARLO ERBA
25. Nitrogen gas, N_2	
26. Carbon dioxide gas, CO_2	

2.3 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) และสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II)ที่เป็นผลิตภัณฑ์หรือออกซิเจนชั้น

ได้สังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) ด้วยวิธีต่าง ๆ 3 วิธีพร้อมศึกษาผลิตภัณฑ์หรือออกซิเจนชั้นซึ่งเป็นสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ที่ได้จากกระบวนการรีออกซิเจนชั้นของสารละลายคอปเปอร์(I) โดยออกซิเจนในบรรยากาศดังนี้

2.3.1 สังเคราะห์โดยตรงตามสัดส่วนโมล (direct method) ของคอปเปอร์(I)

ใช้ Cu(I)Cl เป็นสารตั้งต้นและมีตัวทำละลายผสมน้ำ-เอทานอลเป็นตัวกลางของการเกิดปฏิกิริยา

สัดส่วนโมลของ Cu(I) : bipyam เท่ากับ 1:1

1. ละลายคอปเปอร์(I) คลอไรด์ (CuCl) 0.395 กรัม (4.0 มิลลิโมล) ในน้ำ 20 มล. เติมนิโคเตียมโพรฟิออนเตต 0.384 กรัม (4.0 มิลลิโมล) และ $\text{Ba(OH)}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 0.65 กรัม (6.80 มิลลิโมล) เพื่อตกตะกอนของ BaCl_2 ในกรณีที่ $\text{Ba(OH)}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ไม่ละลายน้ำเติมกรดโพรฟิออนเตตเพื่อช่วยในการละลาย ได้สารละลายสีฟ้าอมเขียว

2. ละลาย bipyam 0.680 กรัม (4.0 มิลลิโมล) ในเอทานอล 30 มล. ได้สารละลายใส

3. ผสมสารละลายในข้อ 1. และ 2. เข้าด้วยกัน กรองตะกอนสีขาวของ BaCl_2 ออก ได้สารละลายสีเขียวใส ไม่ได้ตะกอนสีเหลืองหรือสารละลายสีเหลืองของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) เกิดขึ้น

4. ตั้งสารละลายสีเขียวใสให้ระเหยอย่างช้า ๆ เพื่อศึกษาผลิตภัณฑ์ซึ่งถูกออกซิไดซ์โดยออกซิเจนในบรรยากาศ (reoxxygenation product) ประมาณ 2 สัปดาห์ พบว่าได้ผลึกรูปสี่เหลี่ยมสีเขียวของ $[\text{Cu}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ กรองด้วยเครื่องดูดสุญญากาศ แล้ววางให้แห้งที่อุณหภูมิห้องนำไปวิเคราะห์พบว่าเป็นผลึกของ $[\text{Cu}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ (พบ : C, 51.75, H, 4.65, N, 15.70, Cu, 12.0, Cl, 6.69 % คำนวณสำหรับ $\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{CuClN}_6\text{O}_3$ C, 51.83 H, 4.69 N, 15.77, Cu, 11.93, Cl, 6.66 %) มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 178–180°C

สัดส่วนโมลของ Cu(I) : bipyam เท่ากับ 1: 2

เตรียมเหมือนสัดส่วนโมล 1:1 แต่เพิ่มปริมาณของ bipyam เป็น 2 เท่า คือ 1.36 กรัม (8 มิลลิโมล) ได้สารละลายสีเขียวโดยไม่มีผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) เกิดขึ้น ทำนองเดียวกับสัดส่วนโมล 1:1 ตั้งสารละลายไว้ให้ตกผลึกประมาณ 2 สัปดาห์ ได้ผลึกเป็นแผ่นรูปสี่เหลี่ยมสีเขียวเข้มคล้ายกับผลึกที่ได้จากสัดส่วนโมล 1:1

จากการวิเคราะห์ธาตุพบว่าเป็นผลึกของ $[\text{Cu}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Cl}\cdot\text{H}_2\text{O}$ จุดหลอมเหลวเท่ากับ $178\text{--}180^\circ\text{C}$

2.3.2 สังเคราะห์โดยวิธีวิธีด้วย hydroxylamine hydropropionate

ใช้ $\text{CuCO}_3\cdot\text{Cu}(\text{OH})_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้นและมีตัวทำละลายผสมน้ำ-เอทานอลเป็นตัวกลางของการเกิดปฏิกิริยา

สัดส่วนของโมลของ $\text{Cu(II)}:\text{bipyam}$ เท่ากับ 1:1

1. เตรียมสารละลาย hydroxylamine hydropropionate ดังนี้

ละลาย $\text{Ba}(\text{OH})_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 0.99 กรัม (3.14 มิลลิโมล) ในน้ำ 10 มล. พร้อมอุ่นและคน และละลาย $(\text{NH}_2\text{OH})_2\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ 0.40 กรัม (2.4 มิลลิโมล) และ $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COONa}$ 0.46 กรัม (4.8 มิลลิโมล) ในน้ำ 20 มล. พร้อมอุ่นและคน แล้วเทสารละลายทั้งสองผสมกัน จะเกิดตะกอนสีขาวขุ่นของ BaSO_4 ย่อยตะกอนประมาณ 15 นาที จนเกิดตะกอนสีขาวของ BaSO_4 อย่างสมบูรณ์ กรองตะกอนของ BaSO_4 ออกด้วยเครื่องดูดสุญญากาศ ได้สารละลายใสของ hydroxylamine hydropropionate (ต้องเป็นสารละลายที่เตรียมใหม่ ๆ แล้วใช้ทันที)

2. ละลาย $\text{CuCO}_3\cdot\text{Cu}(\text{OH})_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ 0.24 กรัม (1.0 มิลลิโมล) ในน้ำ 20 มล. อุ่นและคน หยดกรดโพรฟิออนิคปริมาณเล็กน้อย อุ่นและคนสารละลายจนละลายหมด ได้สารละลายใสสีฟ้า

3. ละลาย bipyam 0.34 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ในเอทานอล 30 มล. อุ่นและคน

4. ผสมสารละลายจากข้อ 2. และ 3. เข้าด้วยกันได้สารละลายสีเขียว อุ่นและคนตลอดเวลา และเติมสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 3 มล.

5. เติมสารละลายจากข้อ 1. ลงในสารละลายข้อ 4. ซึ่งอุ่นอยู่ตลอดเวลาแล้วคนอย่างรวดเร็ว ได้สารละลายสีเหลืองใส ปิดภาชนะทันทีด้วยแผ่นพาราฟิน ตั้งสารละลายไว้ 2-3 วัน เพื่อให้สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I)ตกผลึก พบว่าไม่มีผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) เกิดขึ้น และสารละลายเริ่มเปลี่ยนจากสีเหลืองของสารละลายคอปเปอร์(I) เป็นสีเขียวของสารละลายคอปเปอร์(II)บางส่วน เพื่อศึกษาผลิตภัณฑ์หรือออกซิเจนชั้นของสารละลายคอปเปอร์(I)นี้โดยเปิดภาชนะแล้วตั้งสารละลายไว้ที่อุณหภูมิห้อง ให้ระเหยอย่างช้าๆ เพื่อให้สารละลายคอปเปอร์(I) ถูกออกซิไดซ์โดยออกซิเจนในบรรยากาศ เป็นสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) พบว่าประมาณ 2 สัปดาห์ ได้ผลึกรูปสี่เหลี่ยมสีเขียวใสวาว กรองและวางไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง นำไปวิเคราะห์พบว่าเป็นผลึกของ $[\text{Cu(II)}(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (พบ : C, 46.15, H, 5.49, N, 9.5, Cu, 15.02 % คำนวณสำหรับ $\text{C}_{16}\text{H}_{21}\text{CuN}_3\text{O}_6$ C, 46.09, H, 5.56, N, 10.08,

Cu, 15.24 %) มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 169–171°C

สัดส่วนโมลของ Cu(II) : bipyam เท่ากับ 1:2

เตรียมเหมือนสัดส่วนโมล 1:1 แต่เพิ่มปริมาณของ bipyam เป็น 2 เท่าคือ 0.68 กรัม (4.0 มิลลิโมล) ได้สารละลายสีเหลืองใสของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) ตั้งไว้ 2–3 วันในภาชนะปิดเพื่อให้สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I)ตกผลึก พบว่าไม่มีผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I)เกิดขึ้น จึงเปิดภาชนะ เพื่อให้สารละลายระเหยและตกผลึกที่อุณหภูมิห้อง และเพื่อให้สารละลายถูกออกซิไดซ์อย่างสมบูรณ์เป็นสารละลายสีเขียวของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) พบว่าประมาณ 2 สัปดาห์ ได้ผลึกรูปสี่เหลี่ยมสีเขียวขาว จากการวิเคราะห์พบว่าเป็นผลึกของ $[\text{Cu(II)(bipyam)(O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เช่นเดียวกับสัดส่วนโมล 1:1 มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 169–171°C

2.3.3 การสังเคราะห์โดยวิธีรีดิวซ์ด้วยโลหะคอปเปอร์ (Copper metal reduction)

ในการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) โดยวิธีนี้ได้ศึกษาทั้งภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศก๊าซไนโตรเจนโดยใช้ตัวทำละลายบริสุทธิ์ 3 ชนิดเป็นตัวกลางของการเกิดปฏิกิริยาได้แก่ น้ำ เอทานอล และอะซิโตนไตรล สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นคือ $[\text{Cu(II)(bipyam)(O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (ซึ่งสังเคราะห์โดยวิธีเตรียมโดยตรงจากสัดส่วนโมล และรีดิวซ์สารละลายของคอปเปอร์(II) ด้วยแผ่นโลหะคอปเปอร์) โดยเตรียมสารละลายตั้งต้นตามสัดส่วนโมลของ $[\text{Cu(II)(bipyam)(O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2]\cdot 2\text{H}_2\text{O}:\text{bipyam}$ เท่ากับ 1:1 และ 1:3 สำหรับตัวทำละลายบริสุทธิ์แต่ละชนิด

เตรียมภายใต้บรรยากาศปกติ

สัดส่วนโมลของ $[\text{Cu(II)(bipyam)(O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2]\cdot 2\text{H}_2\text{O}:\text{bipyam}$ เท่ากับ 1:1
ตัวทำละลายน้ำ เอทานอล และอะซิโตนไตรล

ละลายสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu(II)(bipyam)(O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.1 กรัม (0.25 มิลลิโมล) และ bipyam 0.04 กรัม (0.25 มิลลิโมล) ในน้ำ (เอทานอลหรืออะซิโตนไตรล) 50 มล. ในขวดกันกลมขนาด 100 มล. จะได้สารละลายสีเขียวใส แล้วใส่แผ่นคอปเปอร์ขนาด 1x2 ซม. จำนวน 2–3 แผ่น แล้วรีฟลักซ์เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าในตัวทำละลายทั้ง 3 ชนิด สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ไม่เปลี่ยนสี แสดงว่าสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) สัดส่วนโมล 1:1 ไม่ถูกรีดิวซ์ด้วยโลหะคอปเปอร์ ในบรรยากาศปกติ และพบว่าไม่พบผลึกของ $[\text{Cu(II)}_2(\text{bipyam})_2(\text{OH})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2]$

เกิดขึ้นเมื่อเทียบกับสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}_2(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{OH})_2(\text{FbF}_3)_2]^{28}$ ซึ่งได้มีการสังเคราะห์มาก่อนโดยวิธีเดียวกันนี้ในตัวทำละลายอะซิโตนไตรล์

สัดส่วนโมลของ Cu(II) : bipyam เท่ากับ 1:3

ตัวทำละลายน้ำ เอทานอลและ อะซิโตนไตรล์

ทำการทดลองเหมือนสัดส่วนโมล 1:1 แต่ใช้ bipyam 0.12 กรัม (0.75 มิลลิโมล)

รีฟลักซ์สารละลายคอปเปอร์(II) เป็นเวลา 4 ชั่วโมง สารละลายเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นสีเหลืองอมเขียวและไม่เป็นสีเหลืองอย่างสมบูรณ์ ถึงแม้จะใช้เวลานานขึ้น หยดรีฟลักซ์พร้อมปิดขวดกันกลมทันที เพื่อไม่ให้สารละลายถูกออกซิไดซ์ด้วยออกซิเจนในบรรยากาศ (ซึ่งปกติจะถูกออกซิไดส์ได้ค่อนข้างรวดเร็ว) ตั้งสารละลายที่มีแผ่นคอปเปอร์อยู่ด้วยไว้ 1 วัน เพื่อให้สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I)ตกผลึก พบว่าไม่มีผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I)เกิดขึ้น เพื่อศึกษาผลิตภัณฑ์รีออกซิจีเนชัน ซึ่งเป็นสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ที่ได้จากการออกซิไดซ์สารละลายคอปเปอร์(I)นี้โดยออกซิเจนในบรรยากาศ จึงวางสารละลายคอปเปอร์(I) ให้ถูกออกซิไดซ์และตกผลึกอย่างช้า ๆ พบว่าในตัวทำละลายน้ำได้ตะกอนสีฟ้าของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})\text{CO}_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเป็นผลพลอยได้ที่เสถียรมากและมักเกิดขึ้นเสมอจากการรีฟลักซ์สารภายใต้บรรยากาศปกติ

ส่วนในตัวละลายอะซิโตนไตรล์และเอทานอล พบว่าไม่มีผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) เกิดขึ้นเช่นกัน และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการออกซิไดซ์สารละลายของคอปเปอร์(I) โดยออกซิเจนในบรรยากาศ พบว่าเป็นตะกอนผสมของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})\text{CO}_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และออกไซด์ของคอปเปอร์

เตรียมภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน

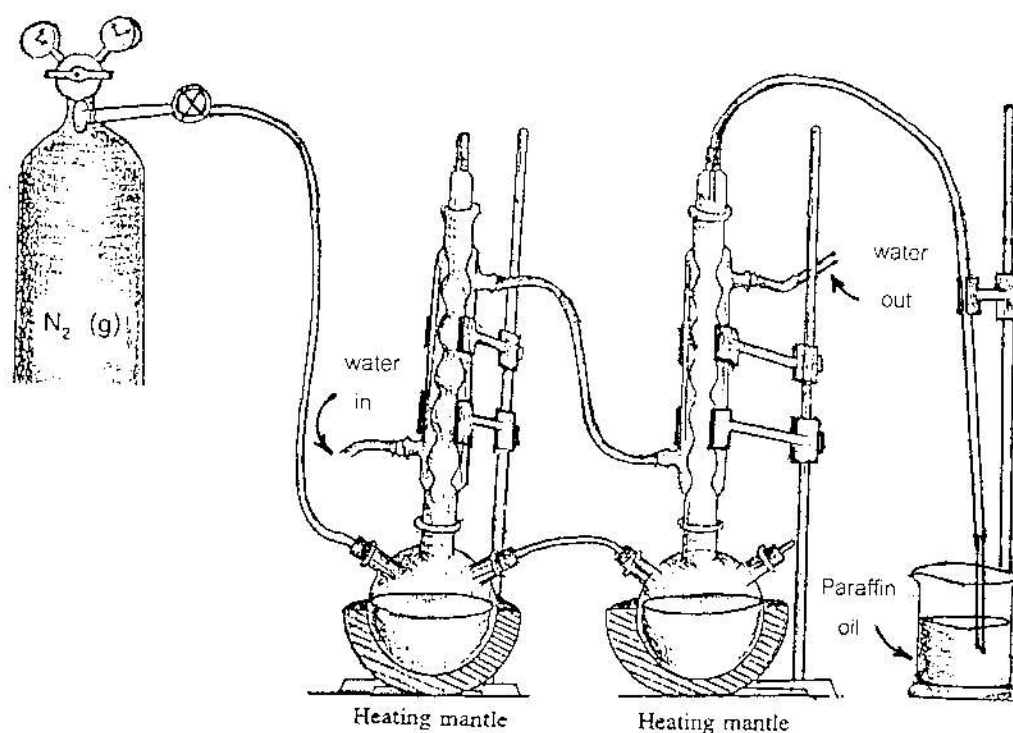
สัดส่วนโมลของ Cu(II) : bipyam เท่ากับ 1: 1

ตัวทำละลายน้ำ

เตรียมสารละลายตามสัดส่วนโมลของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$:

bipyam เหมือนกับที่ศึกษาภายใต้บรรยากาศปกติ แต่เตรียมสารละลายในขวดกันกลม 3 คอ และรีฟลักซ์สารละลายภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ดังรูปที่ 2.1 พบว่าหลังจากรีฟลักซ์ได้ประมาณ 4 ชั่วโมง สารละลายเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นสีเหลืองอมเขียว หยดรีฟลักซ์แล้ววางไว้ให้เย็นและตกผลึกอย่างช้า ๆ ประมาณ 2-3 วัน ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน พบว่าไม่มีผลึกของคอปเปอร์(I) เกิดขึ้น จึงได้ศึกษาผลิตภัณฑ์รีออกซิจีเนชันของสารละลายคอปเปอร์(I) นี้ในระบบเปิด เพื่อให้สารละลายของคอปเปอร์(I) ถูกออกซิไดซ์

โดยออกซิเจนในบรรยากาศไปเป็นสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) โดยตั้งสารละลายให้ระเหยอย่างช้าๆ เพื่อตก ผลึกผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการรีออกซิจีเนชันนี้พบว่า ในตัวทำละลายน้ำได้ผลึกรูปสี่เหลี่ยมเล็ก ๆ สีเขียว กรองและวางไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องนำไปวิเคราะห์พบว่า เป็นผลึกของ $[\text{Cu(II)(bipyam)}_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (พบ: C, 46.51, H, 5.49 N, 9.55, Cu, 15.02 % คำนวนสำหรับ $\text{C}_{25}\text{H}_{28}\text{CuN}_6\text{O}_4$ C, 45.93, H, 5.65, N, 9.97, Cu, 15.34 %) มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $208-210^\circ\text{C}$



รูปที่ 2.1 ชุดรีฟลักซ์ในการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I)

ตัวทำละลายอะซิโตไนโตรล์

ทำการทดลองเช่นเดียวกับตัวทำละลายน้ำ แต่เปลี่ยนตัวทำละลายเป็นอะซิโตไนโตรล์ พบว่าหลังจากรีฟลักซ์ได้ 4 ชั่วโมง สารละลายเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นสีเหลืองอมเขียว เมื่อตั้งไว้ให้เย็นอย่างช้า ๆ และตกผลึกในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนประมาณ 2 วัน พบว่าไม่มีผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I)เกิดขึ้น และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการออกซิไดซ์ของสารละลายคอปเปอร์(I) โดยออกซิเจนในบรรยากาศก็ไม่พบผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) เกิดขึ้นเช่นกัน

ตัวทำละลายเอทานอล

ทำการทดลองเช่นเดียวกับตัวทำละลายน้ำ แต่เปลี่ยนตัวทำละลายเป็นเอทานอล พบว่าหลังจากรีฟลักซ์ได้ 4 ชั่วโมง สารละลายเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นสีเหลืองอมเขียว ไม่พบผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I)เกิดขึ้น และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการออกซิไดซ์สารละลายคอปเปอร์(I)ในระบบเปิด เป็นผลึกรูปเข็มสีฟ้า กรองและวางให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จากการวิเคราะห์พบว่า เป็นผลึกของ $[\text{Cu(II)(bipyam)CO}_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (พบ: C, 37.96, H, 4.33, N, 12.26, Cu, 18.30% คำนวณสำหรับ $\text{C}_{11}\text{H}_{15}\text{CuN}_3\text{O}_6$ C, 37.96, H, 4.33, N, 12.26, Cu, 18.30 %) มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $218-220^\circ\text{C}$

สัดส่วนโมลของ Cu(II) : bipyam เท่ากับ 1:3

ตัวทำละลายน้ำ

เตรียมการทดลองเหมือนสัดส่วนโมล 1:1 ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน แต่ใช้ bipyam 0.12 กรัม (0.75 มิลลิโมล) พบว่า หลังจากรีฟลักซ์ได้ 2 ชั่วโมง สารละลายเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นสีเหลืองอย่างสมบูรณ์ หยุดรีฟลักซ์ แล้วตั้งภาชนะไว้ 1 วันภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน พบว่าได้ผลึกรูปเข็มสีส้ม กรองผลึกผ่าน crucible ด้วยเครื่องดูดสุญญากาศ วางผลึกให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จากการวิเคราะห์พบว่า เป็นผลึกของ $[\text{Cu(I)(bipyam)(bipyam}^{-1})]$ (พบ: C, 60.24, H, 4.21, N, 20.89, Cu, 15.23 % คำนวณสำหรับ $\text{C}_{20}\text{H}_{17}\text{CuN}_6$ C, 59.32, H, 4.32, N, 20.76, Cu, 15.69 %) มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $220-222^\circ\text{C}$

ในการศึกษาผลิตภัณฑ์หรือออกซิเจนขึ้นทำการทดลองเหมือนเดิม แต่วางสารละลายสีเหลืองของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) ในบรรยากาศปกติ เพื่อให้ถูกออกซิไดซ์โดยออกซิเจนในบรรยากาศ ไปเป็นผลิตภัณฑ์ของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) อย่างช้า ๆ พบว่าหลังจาก 10 วัน ได้ผลึกรูปเข็มสีฟ้าของ $[\text{Cu(II)(bipyam)CO}_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $18-220^\circ\text{C}$ และผลึกรูปสี่เหลี่ยมเล็ก ๆ สีเขียวของ $[\text{Cu(II)(bipyam)}_2]$

$(O_2CCH_2CH_3)[CH_3CH_2CO_2] \cdot 2H_2O$ มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $208-210^\circ C$ โดยผลึกทั้งสองสามารถแยกออกจากกันให้บริสุทธิ์ได้

ตัวทำละลายอะซิโตนไตรล์

ทำการทดลองเหมือนตัวทำละลายน้ำ แต่เปลี่ยนตัวทำละลายเป็นอะซิโตนไตรล์ พบว่าหลังจากรีฟลักซ์ได้ 2 ชั่วโมงหรือมากกว่านี้ สารละลายเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นสีเหลืองอมเขียว หยุดรีฟลักซ์ และตั้งสารละลายให้เย็นช้าๆ ในระบบปิด (ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน) เป็นเวลา 1 วัน เพื่อตกผลึก พบว่าได้ผลึกรูปเข็มสีเหลือง กรองและวางไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จากการวิเคราะห์พบว่าเป็นผลึกของ $[Cu(I)(bipyam^-)]_n$ (พบ: C, 48.97, H, 3.32, N, 16.99, Cu, 25.15% คำนวณสำหรับ $C_{10}H_8CuN_3$ C, 51.75, H, 3.45, N, 17.98, Cu, 27.19 %)

ทำการทดลองเหมือนเดิม แต่วางสารละลายสีเหลืองของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) ให้ถูกออกซิไดซ์โดยออกซิเจนในบรรยากาศ ไปเป็นสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) เพื่อศึกษาผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการรีออกซิเจนชันของสารละลายคอปเปอร์(I) พบว่าหลังจาก 4 วัน ได้ตะกอนสีฟ้าของ $[Cu(II)(bipyam)CO_3] \cdot 3H_2O$ มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $218-220^\circ C$

ตัวทำละลายเอทานอล

ทำการทดลองเช่นเดียวกับตัวทำละลายน้ำ แต่เปลี่ยนตัวทำละลายเป็นเอทานอล พบว่าหลังจากรีฟลักซ์ได้ 2 ชั่วโมงหรือมากกว่านี้ สารละลายเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นสีเหลืองอย่างสมบูรณ์ หยุดรีฟลักซ์และตั้งสารละลายไว้ 1 วัน ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน พบว่าได้ผลึกรูปสี่เหลี่ยมสีน้ำตาลขาว จุดหลอมเหลวเท่ากับ $166-168^\circ C$ เนื่องจากสารนี้ไม่เสถียรจะค่อย ๆ เปลี่ยนเป็นสีเขียวซีมัว ดังนั้นจึงไม่สามารถนำไปวิเคราะห์ได้

ทำการทดลองเหมือนเดิม แต่ตั้งสารละลายสีเหลืองของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) ให้ถูกออกซิไดซ์โดยออกซิเจนในบรรยากาศ ไปเป็นสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) พบว่าหลังจาก 4 วัน ได้ตะกอนสีฟ้าของ $[Cu(II)(bipyam)CO_3] \cdot 3H_2O$ จุดหลอมเหลวเท่ากับ $218-220^\circ C$

2.3.4 การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{bipyam}^{-1})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]$

เพื่อเตรียมผลิตภัณฑ์ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{bipyam}^{-1})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]$ ให้สอดคล้องกับสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{bipyam}^{-1})(\text{O}_2\text{CH})]^{29}$ ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หรือออกซิเจนชั้น ของสารละลาย $[\text{Cu}(\text{I})(\text{bipyam})_2][\text{HCO}_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ เตรียมโดยใช้สารตั้งต้น $[\text{Cu}(\text{I})(\text{bipyam})(\text{bipyam}^{-1})]$ ได้ดังนี้

สัดส่วนโมล $\text{Cu}(\text{I}):(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)^{-}$ เท่ากับ 1:1

ละลาย $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{bipyam}^{-1})]$ 0.40 กรัม (1.0 มิลลิโมล) และ $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COONa}$ 0.096 กรัม (1.0 มิลลิโมล) ในเอทานอล 30 มล. อุ่นและกรองสารละลาย (ถ้ามีตะกอน) วางสารละลายของคอปเปอร์(I) ให้ถูกออกซิไดซ์โดยออกซิเจนในบรรยากาศที่ปราศจากก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (เป็นอากาศอัดที่ผ่านสารละลายอิ่มตัวของ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ก่อนที่จะผ่านไปออกซิไดซ์สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I)) ประมาณ 10 วัน พบว่าไม่เกิดสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{bipyam}^{-1})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]$ ผลิตภัณฑ์ที่ได้ คือตะกอนผสมของ bipyam และออกไซด์ของคอปเปอร์

สัดส่วนโมล $\text{Cu}(\text{I}):(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)^{-}$ เท่ากับ 1:2

เตรียมเหมือนสัดส่วนโมล 1:1 แต่เพิ่มปริมาณของ $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COONa}$ เป็น 2 เท่าคือ 0.192 กรัม (2.0 มิลลิโมล) พบว่าไม่เกิดสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{bipyam}^{-1})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]$ เช่นเดียวกัน ผลิตภัณฑ์ ที่ได้เป็นตะกอนผสมของ bipyam และออกไซด์ของคอปเปอร์และ มีผลึกสีฟ้าของสารประกอบเชิงซ้อนของคาร์บอนเนตเป็นส่วนใหญ่

2.4 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2$

$(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)] \text{ X}$ เมื่อ $\text{X} = \text{Cl}^{-}, \text{Br}^{-}, \text{I}^{-}, [\text{NO}_3]^{-}, [\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2]^{-}, [\text{ClO}_4]^{-},$

$[\text{BF}_4]^{-}$ และ $[\text{PF}_6]^{-}$ โดยวิธีเตรียมโดยตรงจากสัดส่วนโมล

ได้สังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) อนุกรมของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)] \text{ X}$ เมื่อ $\text{X} = \text{Cl}^{-}, \text{Br}^{-}, \text{I}^{-}, [\text{NO}_3]^{-}, [\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2]^{-}, [\text{ClO}_4]^{-}, [\text{BF}_4]^{-}$ และ $[\text{PF}_6]^{-}$ โดยวิธีเตรียมโดยตรงจากสัดส่วนโมลมีตัวทำละลายผสมน้ำ-เอทานอล เป็นตัวกลางของการเกิดปฏิกิริยา รายละเอียดของการสังเคราะห์แบ่งตามชนิดของสารตั้งต้นดังนี้

2.4.1 การสังเคราะห์ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)] \text{X}$
เมื่อ $\text{X} = \text{Cl}^-$ และ $[\text{NO}_3]^-$

สารตั้งต้นที่ใช้เป็น $\text{CuX}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ เมื่อ $\text{X} = \text{Cl}^-$ และ $[\text{NO}_3]^-$

สังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CH}_2\text{CH}_3)]\text{Cl}$ โดย

1. ละลาย $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.170 กรัม (1.0 มิลลิโมล) ในน้ำ 20 มล. อุ่นและคน
2. ละลาย bipyam 0.342 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ในเอทานอล 30 มล. อุ่นและคน
3. ผสมสารละลายจากข้อ 1. และ 2. เข้าด้วยกัน ได้สารละลายสีเขียว เดิมโซเดียม

โพรพิออนต 0.384 กรัม (4.0 มิลลิโมล) อุ่นและคนให้ผสมกันอย่างสมบูรณ์ ตั้งไว้ให้ตกผลึกที่อุณหภูมิห้อง ประมาณ 1 สัปดาห์ ได้ผลึกรูปสี่เหลี่ยมสีเขียว กรองและวางให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จากการวิเคราะห์พบว่า เป็นผลึกของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ (พบ : C, 51.75, H, 4.65, N, 15.70, Cu, 12.0 และ Cl, 6.69 % คำนวณสำหรับ $\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{CuClN}_6\text{O}_3$ C, 51.83, H, 4.69, N, 15.77, Cu, 11.43, Cl, 6.66 %) มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 178–180°C

ส่วนสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{NO}_3]$ สังเคราะห์ในทำนองเดียวกับสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ แต่ใช้ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 0.24 กรัม (0.1 มิลลิโมล) เป็นสารตั้งต้นแทน $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ตั้งไว้ให้ตกผลึกประมาณ 1 สัปดาห์ ได้ผลึกรูปสี่เหลี่ยมสีเขียว กรองและวางให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จากการวิเคราะห์พบว่า เป็นผลึกของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{NO}_3]$ (พบ C, 51.10, H, 4.30, N, 18.53, Cu, 11.01 % คำนวณสำหรับ $\text{C}_{23}\text{H}_{23}\text{CuN}_7\text{O}_5$ C, 51.01, H, 4.25, N, 18.62, Cu, 11.74%) มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 218–220°C

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

เมื่อ $\text{X} = \text{I}^-$, Br^- , $[\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2]^-$, $[\text{ClO}_4]^-$, $[\text{BF}_4]^-$ และ $[\text{PF}_6]^-$

สารตั้งต้นที่ใช้เป็น $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

สังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{I}$ โดย

1. ละลาย $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 0.119 กรัม (0.5 มิลลิโมล) ในน้ำ 20 มล. เติมกรดโพรฟอนิกเพื่อช่วยในการละลาย อุ่นและคน

2. ละลาย bipyam 0.342 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ในเอทานอล 30 มล. อุ่นและคน

3. ผสมสารละลายจากข้อ 1. และ 2. เข้าด้วยกัน ได้สารละลายสีเขียว เติมน้ำโซเดียม

โพรฟอนเนต 0.384 กรัม (4.0 มิลลิโมล) และโพแทสเซียมไอออไดด์ 0.166 กรัม

(1.0 มิลลิโมล) อุ่นและคนให้ผสมเข้ากัน ตั้งไว้ให้ตกผลึกที่อุณหภูมิห้อง ประมาณ 1 สัปดาห์

ได้ผลึกสีเขียวเข้มของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{I}$

(พบ : C, 45.52, H, 3.84, N, 13.88, Cu, 10.43, I, 21.14 % คำนวณสำหรับ $\text{C}_{23}\text{H}_{23}\text{CuIN}_6\text{O}_2$ C, 45.58, H, 3.79, N, 13.87, Cu, 10.4, I, 20.96 %) มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $218-219^\circ\text{C}$

ส่วนการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{X}$ เมื่อ $\text{X} = \text{Br}^-$, $[\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2]^-$, $[\text{ClO}_4]^-$, $[\text{BF}_4]^-$ และ $[\text{PF}_6]^-$ ก็เตรียมในทำนองเดียวกันนี้ แต่ใช้ KBr 0.119 กรัม (1.0 มิลลิโมล), $\text{NaO}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3$ 1.1 กรัม (11.4 มิลลิโมล), KClO_4 0.138 กรัม (1.0 มิลลิโมล), NaBF_4 0.11 กรัม (1.0 มิลลิโมล) และ KPF_6 0.184 กรัม

(1.0 มิลลิโมล) แทน KI ตามลำดับ ตั้งไว้ให้ตกผลึก ประมาณ 1 สัปดาห์ ได้ผลึกรูปสี่เหลี่ยมสีเขียวเข้ม ผลการวิเคราะห์ดังในตารางที่ 2.1 พบว่าเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Br}$ (มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $214-215^\circ\text{C}$) $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $213-214^\circ\text{C}$)

$[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{ClO}_4]$ (มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $242-243^\circ\text{C}$)

$[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{BF}_4]$ (มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $222-224^\circ\text{C}$) และ

$[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{PF}_6]$ (มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $213-215^\circ\text{C}$) ตามลำดับ

หมายเหตุ สำหรับสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ตกผลึกยาก ดังนั้นในการสังเคราะห์สารนี้ต้องเพิ่มปริมาณสารแต่ละชนิดเป็น 3 เท่า

2.5 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์โดยเทคนิค elemental microanalysis

ได้จัดส่งผลิตภัณฑ์ของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) และคอปเปอร์(II) ทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ธาตุที่ microanalytical laboratory มหาวิทยาลัย College Cork ประเทศไอร์แลนด์(IRELAND) เพื่อหาปริมาณมวลสารสัมพันธ์ (stoichiometry) โดยเทคนิค elemental microanalysis ผลการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 2.1

2.6 การหาค่า effective magnetic moment (μ_{eff})

ได้นำผลิตภัณฑ์ของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) $[\text{Cu(II)(bipyam)}_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_X]$ เมื่อ $X = \text{Cl}^-, \text{Br}^-, \text{I}^-, [\text{NO}_3]^-$, $[\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2]^-$, $[\text{ClO}_4]^-$, $[\text{BF}_4]^-$ และ $[\text{PF}_6]^-$ มาหาค่า effective magnetic moment (μ_{eff}) โดยวิธีฟาราเดย์ (Faraday) โดยใช้ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ เป็นสารมาตรฐาน ซึ่งมีค่า $\chi_g = 5.92 \times 10^{-9}$ c.g.s.units พบว่า ค่าที่ได้อยู่ในช่วง 1.80–1.95 B.M. ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ d^9 ของไอออนคอปเปอร์(II) ที่มีอิเล็กตรอนเดี่ยว 1 อนุภาค และพบว่า สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ทั้งหมดอยู่ในระบบ magnetically dilute แสดงว่า ไม่มีอันตรกิริยา (interaction) ระหว่างไอออนคอปเปอร์(II) หรืออันตรกิริยาระหว่างไอออนคอปเปอร์(II) มีค่าน้อยมาก ๆ แสดงว่าสารประกอบเชิงซ้อนอนุกรมนี้ซึ่งมีแนวโน้มเป็นสารประกอบเชิงซ้อนแบบมอนอเมอร์

ตารางที่ 2.1 แสดงปริมาณมวลสารสัมพันธ์ของผลิตภัณฑ์คอปเปอร์(I) และคอปเปอร์(II) โดยเทคนิค elemental microanalysis

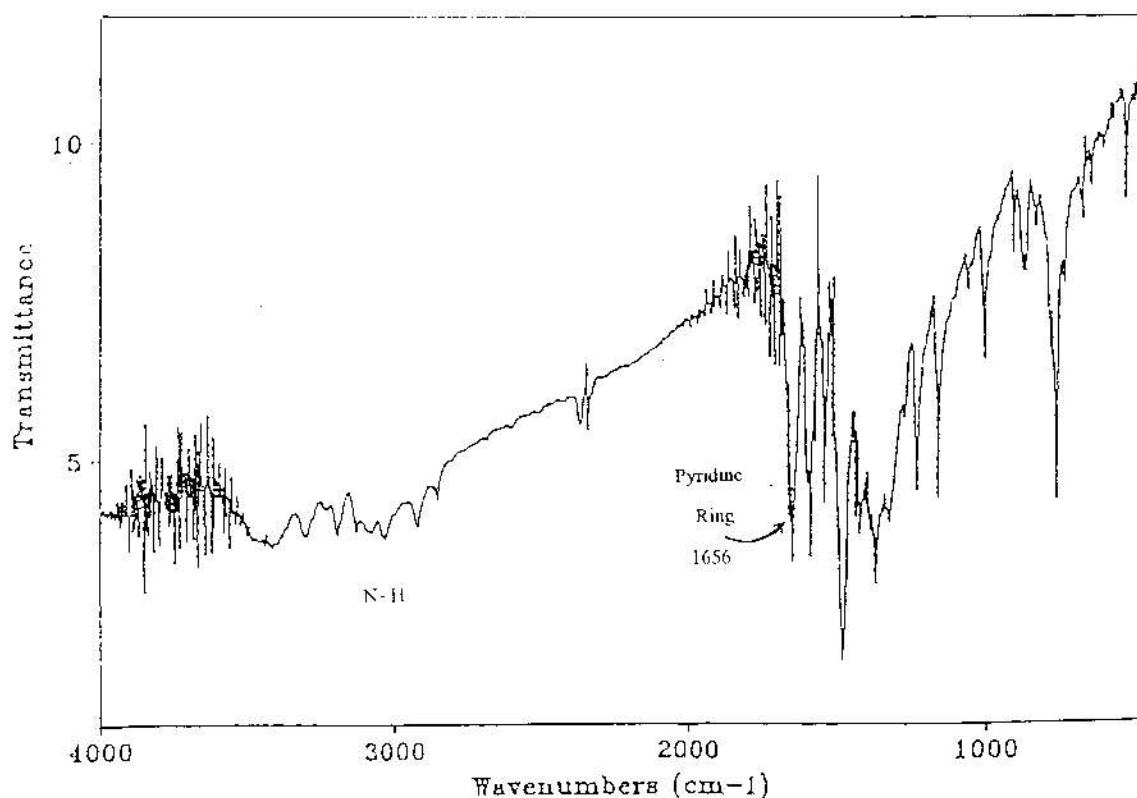
สารประกอบเชิงซ้อน	มวลโมเลกุล	ผลการวิเคราะห์									
		พบ (%)					คำนวณ (%)				
		C	H	N	Cu	X	C	H	N	Cu	X
$[\text{Cu(I)}(\text{bipyam})(\text{bipyam}^{-1})]$	404.95	59.43	4.21	20.81	15.43		59.32	4.23	20.76	15.59	
$[\text{Cu(I)}(\text{bipyam}^{-1})_2]$	233.75	51.69	3.32	17.99	27.28		51.75	3.45	17.98	27.19	
$[\text{Cu(II)}(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$	416.93	46.15	5.49	9.95	15.02		46.09	5.56	10.08	15.24	
$[\text{Cu(II)}(\text{bipyam})\text{CO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$	348.54	37.96	4.33	12.26	18.30		37.87	4.30	12.25	18.23	
$[\text{Cu(II)}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)[\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$	578.95	45.93	5.65	9.97	15.34		46.09	5.56	10.08	15.24	
$[\text{Cu(II)}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}]$	532.49	51.75	4.65	15.70	12.0	6.69	51.83	4.69	15.77	11.93	6.66
$[\text{Cu(II)}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)\text{Br}]$	558.44	49.39	4.09	15.10	11.45	14.16	49.42	4.11	15.04	11.37	14.30
$[\text{Cu(II)}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)\text{I}]$	605.44	45.53	4.84	13.88	10.43	21.14	45.58	3.79	13.87	10.49	20.96
$[\text{Cu(II)}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)[\text{NO}_3]]$	540.96	51.10	4.25	18.13	11.76		51.01	4.25	18.62	11.74	
$[\text{Cu(II)}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)[\text{ClO}_4]]$	578.04	17.69	4.01	14.47	11.05		47.74	3.97	14.53	10.99	
$[\text{Cu(II)}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)[\text{BF}_4]]$	565.302	48.77	4.03	14.91	11.18		48.82	4.06	14.85	11.24	
$[\text{Cu(II)}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)[\text{PF}_6]]$	592.53	46.62	3.89	14.13	10.67		46.57	3.88	14.17	10.72	

2.7 ฟูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัม (FTIR Spectra)

ได้บันทึกสเปกตรัม FTIR ของสารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์(I) และคอปเปอร์(II) ทั้งหมด ในช่วง $4000-450\text{ cm}^{-1}$ โดยเทคนิค KBr disc ได้ผลดังนี้

1. $[\text{Cu(I)}(\text{bipyam})(\text{bipyam}^{-1})]$

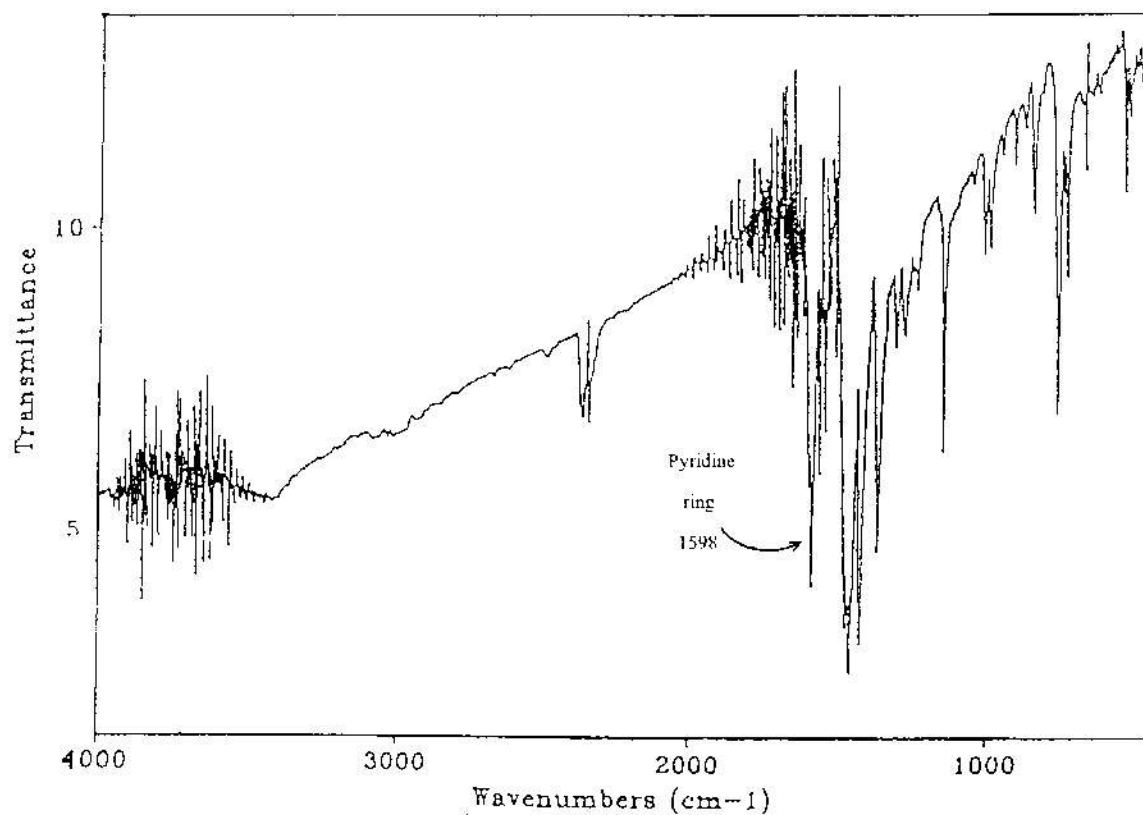
อินฟราเรดสเปกตรัมดังแสดงในรูปที่ 2.2 พบว่าไม่มีพีกของโปรพิออนเตปรากฎเลย พีดแรกของ pyridine ring เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 1656 cm^{-1} ซึ่งมีความเข้มของพีดลดลงเมื่อเทียบกับระบบของลิแกนด์ bipyam ในสารประกอบเชิงซ้อน ทำนองเดียวกันพบว่า N-H stretching ที่ตำแหน่งประมาณ 3000 cm^{-1} ก็มีความเข้มลดลงด้วย สอดคล้องกับระบบของลิแกนด์ผสมแบบ $(\text{bipyam})(\text{bipyam}^{-1})$ ในสารประกอบเชิงซ้อน



รูปที่ 2.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $[\text{Cu(I)}(\text{bipyam})(\text{bipyam}^{-1})]$

2. $[\text{Cu(I)}(\text{bipyam}^{-1})]_n$

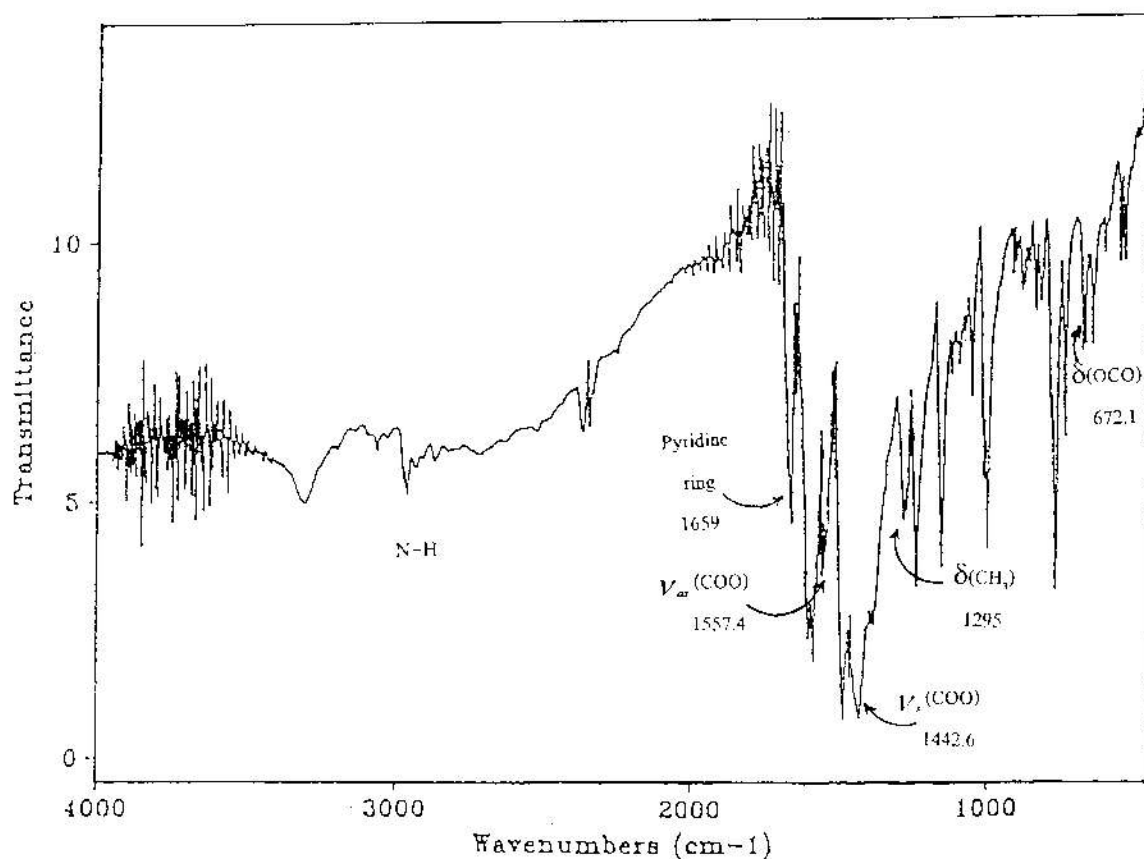
อินฟราเรดสเปกตรัมดังแสดงในรูปที่ 2.3 พบว่าไม่มีพีคของไพริไดนีนปรากฏเลย พีคแรกของ pyridine ring เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 1598 cm^{-1} และไม่พบพีคของ N-H stretching ที่ตำแหน่งประมาณ 3000 cm^{-1} เกิดขึ้นเลย ซึ่งสอดคล้องกับระบบของลิแกนด์แบบ (bipyam^{-1}) ในสารประกอบเชิงซ้อน



รูปที่ 2.3 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $[\text{Cu(I)}(\text{bipyam}^{-1})]_n$

3. ผลึกรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า

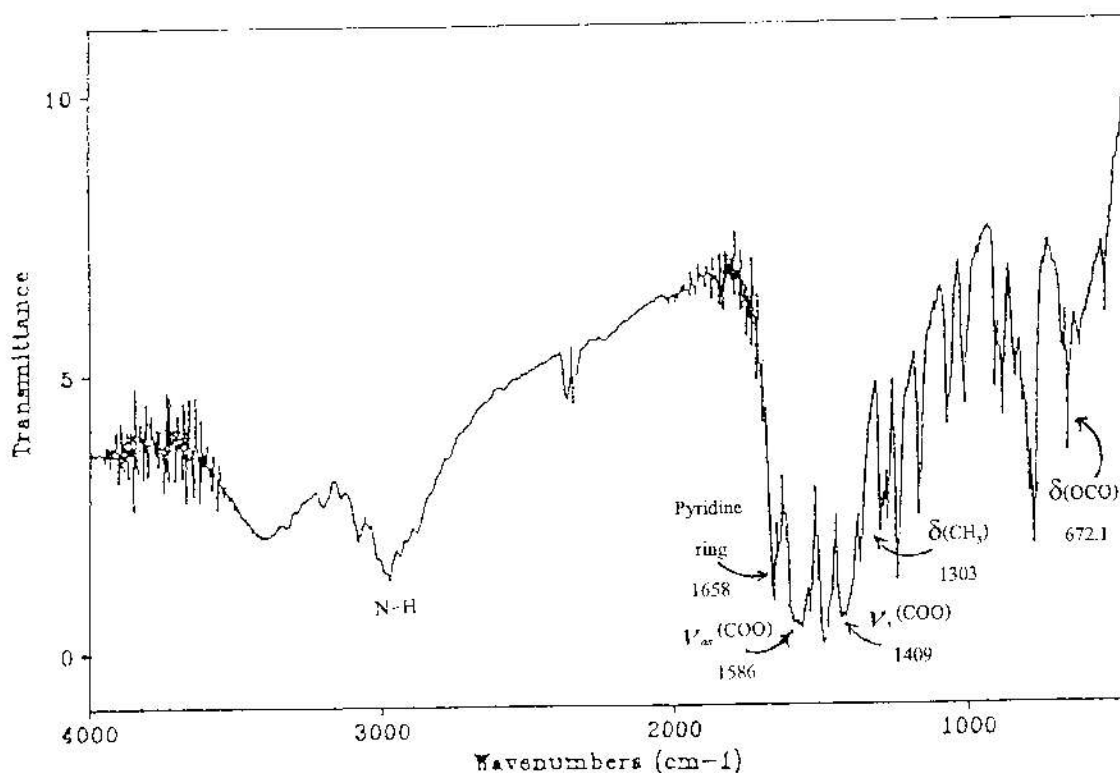
อินฟราเรดสเปกตรัมดังแสดงในรูปที่ 2.4 พบว่าพีกของลิแกนด์ไพริไดนเป็น แบนด์เข้มของ CO_2^- stretching ที่ตำแหน่ง 1557.4 cm^{-1} และ 1442.6 cm^{-1} ซึ่งเป็น antisymmetric- CO_2 และ symmetric- CO_2 ตามลำดับ และปรากฏแบนด์เข้มปานกลางที่ ตำแหน่ง 1295 cm^{-1} ซึ่งเป็น CH_3 bending และที่ตำแหน่ง 672.1 cm^{-1} ซึ่งเป็น OCO bending สอดคล้องกับลิแกนด์ไพริไดนในสารประกอบเชิงซ้อน ส่วน pyridine ring ปรากฏพีกแรกที่ตำแหน่ง 1659 cm^{-1} และ N-H stretching ที่ตำแหน่งประมาณ 3000 cm^{-1} สอดคล้องกับระบบของลิแกนด์ bipyam ในสารประกอบเชิงซ้อน



รูปที่ 2.4 อินฟราเรดสเปกตรัมของผลึกสี่เหลี่ยมผืนผ้า

4. $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

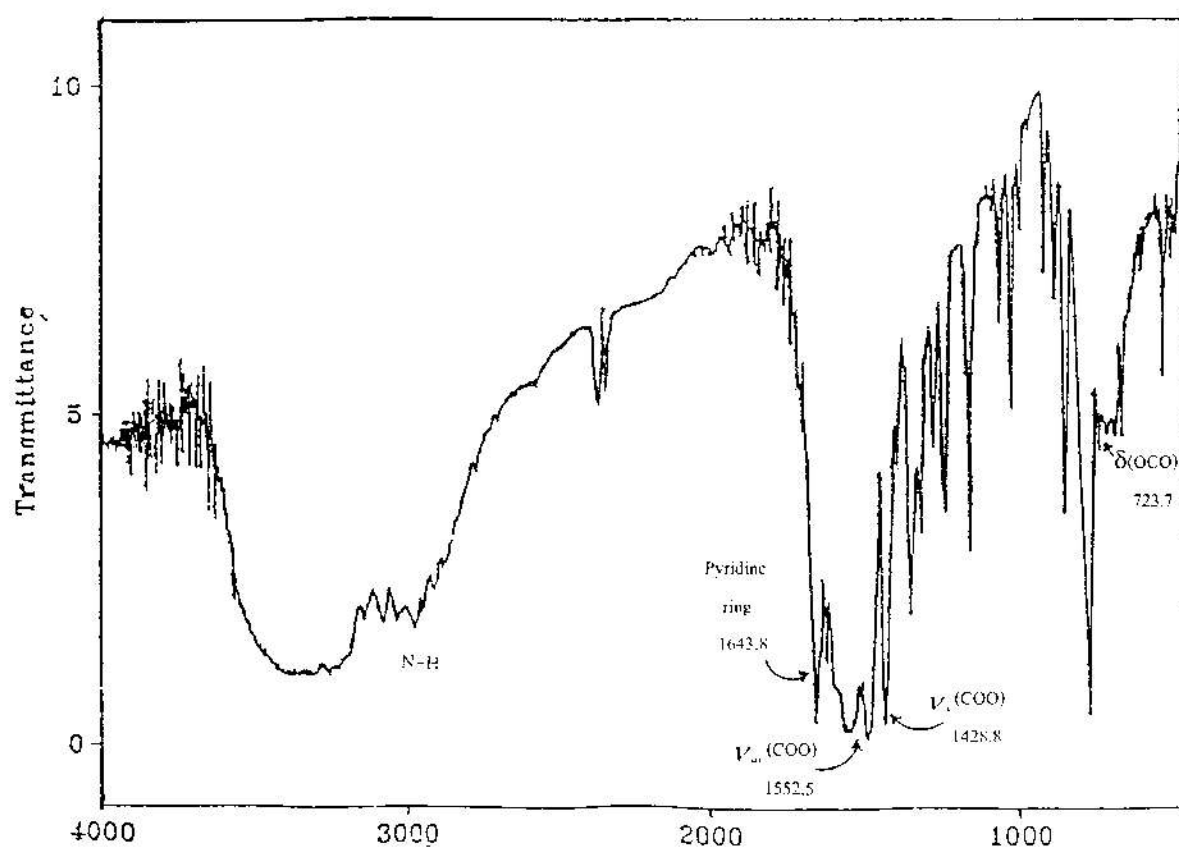
อินฟราเรดสเปกตรัมดังแสดงในรูปที่ 2.5 ปรากฏพีคของลิแกนด์ไพริไดนเป็น แบนด์เข้มของ CO_2^- stretching ที่ตำแหน่ง 1586 cm^{-1} และ 1409 cm^{-1} ซึ่งเป็น antisymmetric- CO_2 และ symmetric- CO_2 ตามลำดับ และปรากฏแบนด์เข้มปานกลางที่ ตำแหน่ง 1303 cm^{-1} ซึ่งเป็น CH_3 bending และที่ตำแหน่ง 672.1 cm^{-1} เป็น OCO bending สอดคล้องกับลิแกนด์ไพริไดนในสารประกอบเชิงซ้อน ส่วน pyridine ring ปรากฏพีคแรก ที่ตำแหน่ง 1658 cm^{-1} และ N-H stretching ที่ตำแหน่งประมาณ 3000 cm^{-1} สอดคล้อง กับระบบของลิแกนด์ bipyam ในสารประกอบเชิงซ้อน



รูปที่ 2.5 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

5. $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})\text{CO}_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

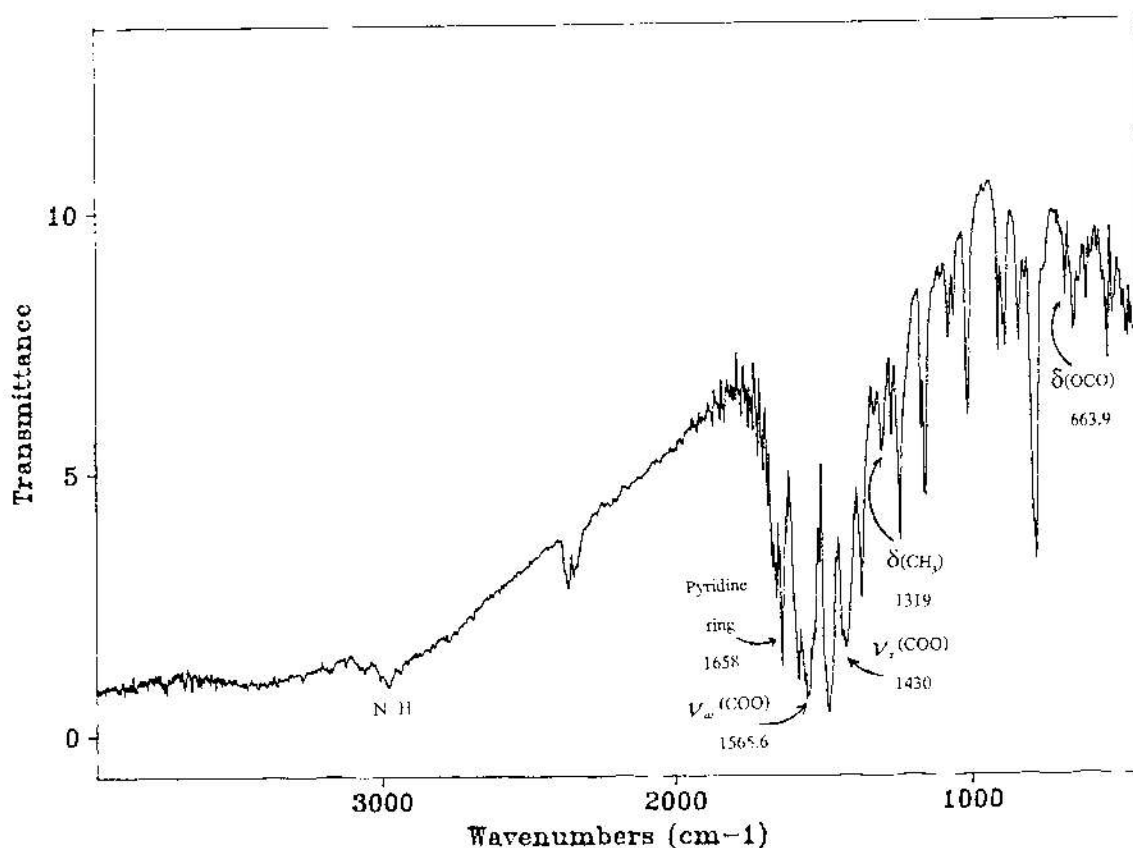
อินฟราเรดสเปกตรัมดังในรูปที่ 2.6 พบว่าพีดของลิแกนด์ไพโรฟิออนเนตเป็นแบนด์เข้มของ CO_2 stretching ที่ตำแหน่ง 1552.5 cm^{-1} และ 1428.8 cm^{-1} ซึ่งเป็น antisymmetric- CO_2 และ symmetric- CO_2 ตามลำดับ และปรากฏแบนด์เข้มปานกลางที่ตำแหน่ง 723.7 cm^{-1} ซึ่งเป็น OCO bending ของลิแกนด์คาร์บอเนต พีดแรกของ pyridine ring ปรากฏที่ตำแหน่ง 1643.8 cm^{-1} และ N-H stretching ที่ตำแหน่งประมาณ 3000 cm^{-1} สอดคล้องกับการมีลิแกนด์คาร์บอเนตและลิแกนด์ bipyam ในสารประกอบเชิงซ้อน



รูปที่ 2.6 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})\text{CO}_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

6. $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

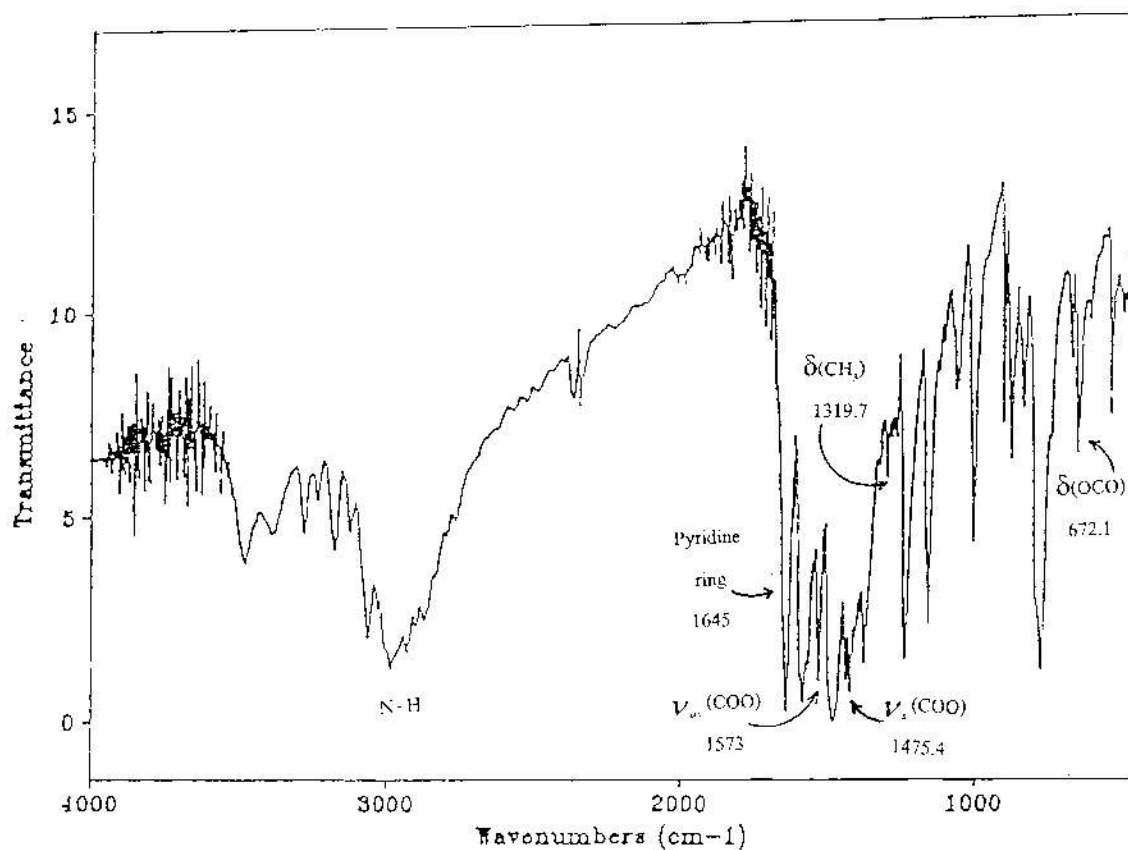
อินฟราเรดสเปกตรัมดังในรูปที่ 2.7 พบว่าพีคของลิแกนด์ไพริไดนเป็นแบนด์เข้มของ CO_2^- stretching ที่ตำแหน่ง 1565.6 cm^{-1} และ 1430 cm^{-1} ซึ่งเป็น antisymmetric- CO_2 และ symmetric- CO_2 ตามลำดับและปรากฏแบนด์เข้มปานกลางที่ตำแหน่ง 1319 cm^{-1} ซึ่งเป็น CH_3 bending และที่ตำแหน่ง 663.9 cm^{-1} ซึ่งเป็น OCO bending สอดคล้องกับลิแกนด์ไพริไดนในสารประกอบเชิงซ้อน นอกจากนี้ยังพบว่าพีคแรกของ pyridine ring ปรากฏที่ตำแหน่ง 1658 cm^{-1} และ N-H stretching ที่ตำแหน่งประมาณ 3000 cm^{-1}



รูปที่ 2.7 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

7. $[\text{Cu(II)(bipyam)}_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Cl}\cdot\text{H}_2\text{O}$

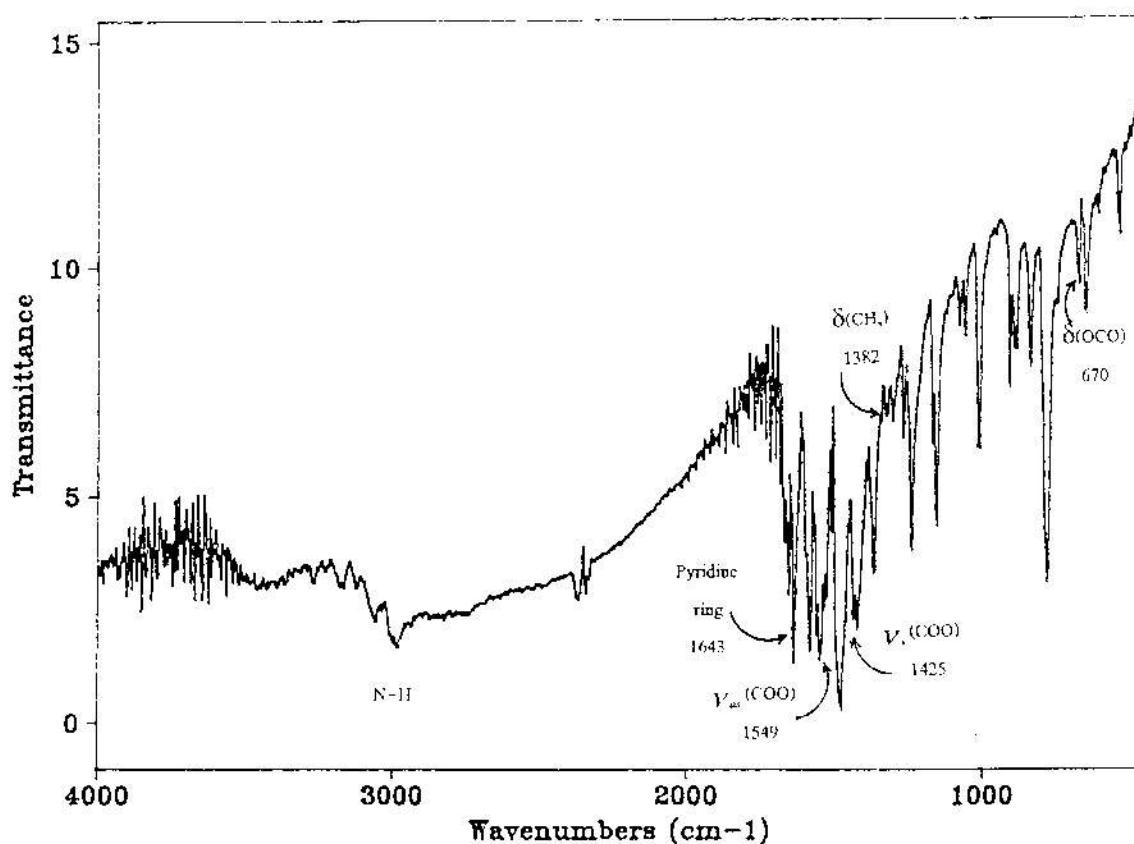
อินฟราเรดสเปกตรัมดังในรูปที่ 2.8 พบว่าพีคของลิแกนด์ไพริไดนเป็นแบนด์เข้มของ CO_2^- stretching ที่ตำแหน่ง 1573 cm^{-1} และ 1475.4 cm^{-1} ซึ่งเป็น antisymmetric- CO_2^- และ symmetric- CO_2^- ตามลำดับและปรากฏแบนด์เข้มปานกลางที่ตำแหน่ง 1319.7 cm^{-1} ซึ่งเป็น CH_3 bending และที่ตำแหน่ง 672.1 cm^{-1} ซึ่งเป็น OCO bending สอดคล้องกับลิแกนด์ไพริไดนในสารประกอบเชิงซ้อน พีคแรกของ pyridine ring ปรากฏที่ตำแหน่ง 1645 cm^{-1} และ N-H stretching ที่ตำแหน่งประมาณ 3000 cm^{-1} สอดคล้องกับระบบของลิแกนด์ bipyam ในสารประกอบเชิงซ้อน



รูปที่ 2.8 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $[\text{Cu(II)(bipyam)}_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Cl}\cdot\text{H}_2\text{O}$

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

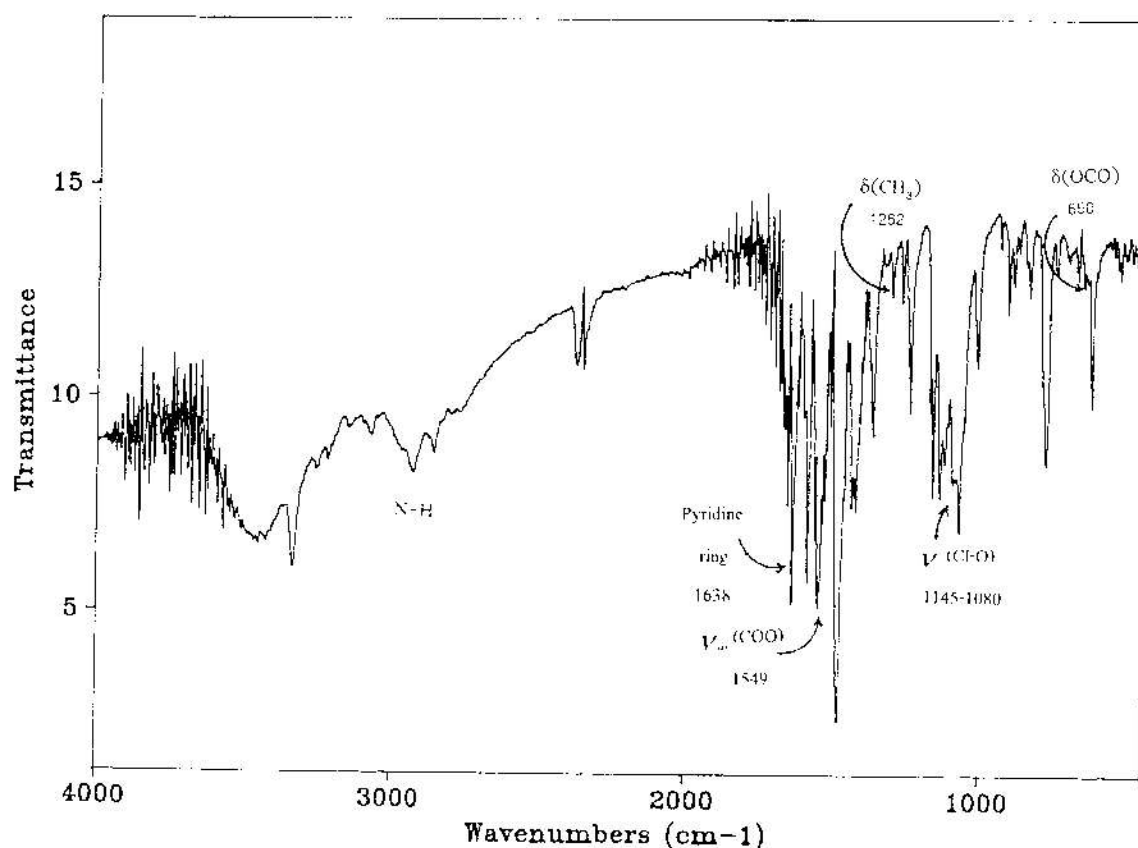
อินฟราเรดสเปกตรัมดังในรูปที่ 2.9 พบว่าพีดของลิแกนด์ไพริไดนเป็นแบนด์เข้มของ CO_2 stretching ที่ตำแหน่ง 1549 cm^{-1} และ 1425 cm^{-1} ซึ่งเป็น antisymmetric- CO_2 และ symmetric- CO_2 ตามลำดับและปรากฏแบนด์เข้มปานกลางที่ตำแหน่ง 1382 cm^{-1} ซึ่งเป็น CH_3 bending และที่ตำแหน่ง 670 cm^{-1} ซึ่งเป็น OCO bending สอดคล้องกับลิแกนด์ไพริไดนในสารประกอบเชิงซ้อน พีดแรกของ pyridine ring ปรากฏที่ตำแหน่ง 1643 cm^{-1} และ N-H stretching ที่ตำแหน่งประมาณ 3000 cm^{-1}



รูปที่ 2.9 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Br}$

9. $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{ClO}_4]$

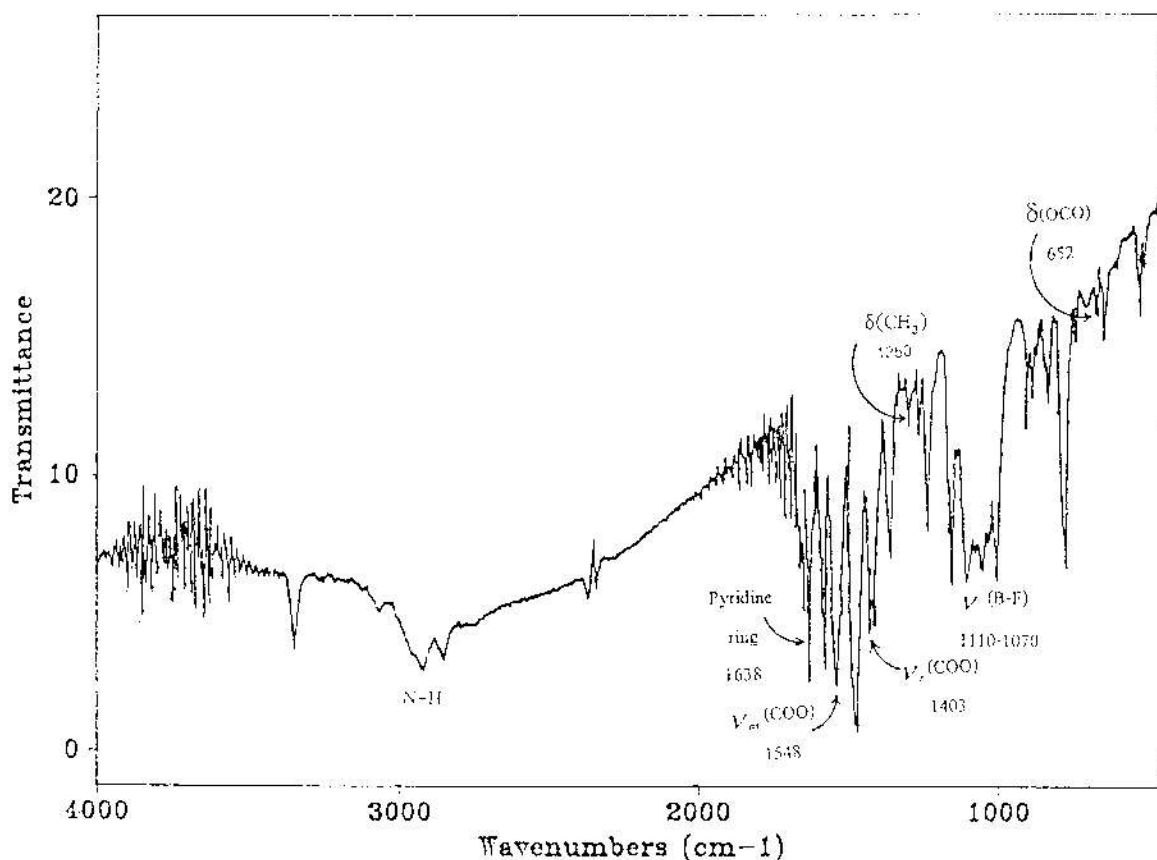
อินฟราเรดสเปกตรัมดังในรูปที่ 2.10 ปรากฏพีคของลิแกนด์ไพโรฟิอเนต เป็นแบนด์เข้มของ CO_2^- stretching ที่ตำแหน่ง 1549 cm^{-1} และ 1432 cm^{-1} ซึ่งเป็น antisymmetric- CO_2 และ symmetric- CO_2 ตามลำดับและปรากฏแบนด์เข้มปานกลางที่ตำแหน่ง 1282 ซึ่งเป็น CH_3 bending และที่ตำแหน่ง 650 cm^{-1} ซึ่งเป็น OCO bending สอดคล้องกับลิแกนด์ไพโรฟิอเนตในสารประกอบเชิงซ้อน นอกจากนี้ยังพบแบนด์เข้มของ Cl-O stretching ที่ตำแหน่ง $1145\text{--}1080 \text{ cm}^{-1}$ สอดคล้องกับการมีเปอร์คลอเรตในสารประกอบเชิงซ้อน ส่วนพีคแรกของ pyridine ring ปรากฏที่ตำแหน่ง 1638 cm^{-1} และ N-H stretching ที่ตำแหน่งประมาณ 3000 cm^{-1} สอดคล้องกับระบบของลิแกนด์ bipyam ในสารประกอบเชิงซ้อน



รูปที่ .10 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{ClO}_4]$

10. $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{BF}_4]$

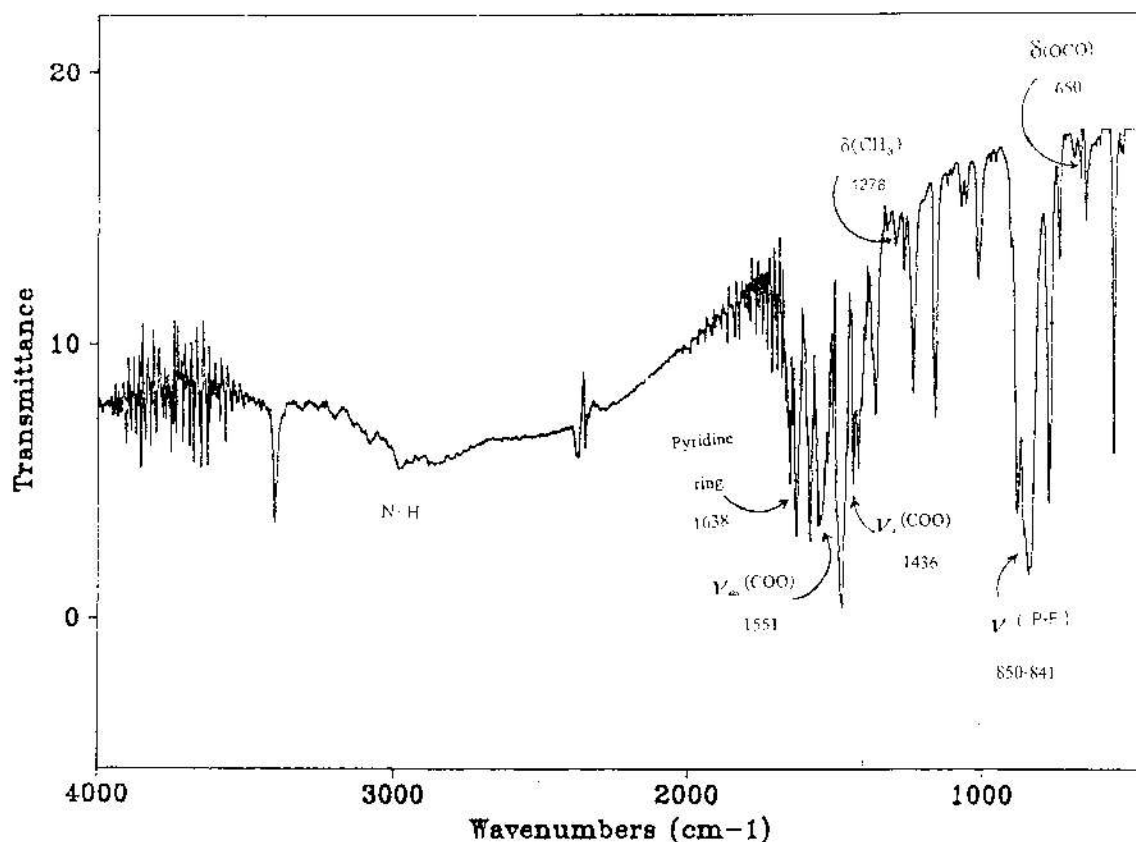
อินฟราเรดสเปกตรัมดังในรูปที่ 2.11 ปรากฏพีดของลิแกนด์ไพริไดนเป็นแบนด์เข้มของ CO_2 stretching ที่ตำแหน่ง 1548 cm^{-1} และ 1403 cm^{-1} ซึ่งเป็น antisymmetric- CO_2 และ symmetric- CO_2 ตามลำดับและปรากฏแบนด์เข้มปานกลางที่ตำแหน่ง 1280 cm^{-1} ซึ่งเป็น CH_3 bending และที่ตำแหน่ง 652 cm^{-1} ซึ่งเป็น OCO bending นอกจากนี้ยังพบแบนด์เข้มของ B-F stretching ที่ตำแหน่ง $110\text{--}1070 \text{ cm}^{-1}$ สอดคล้องกับการมีลิแกนด์ไพริไดนและลิแกนด์ BF_4^- ในสารประกอบเชิงซ้อนและปรากฏพีดแรกของ pyridine ring ที่ตำแหน่ง 1638 cm^{-1} และ N-H stretching ที่ตำแหน่งประมาณ 3000 cm^{-1} สอดคล้องกับระบบของลิแกนด์ bipyam ในสารประกอบเชิงซ้อน



รูปที่ 2.11 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{BF}_4]$

11. $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{PF}_6]$

อินฟราเรดสเปกตรัมดังในรูปที่ 2.12 พบว่าพีกของลิแกนด์โพรฟิออนเนตเป็นแบนด์เข้มของ CO_2^- stretching ที่ตำแหน่ง 1551 cm^{-1} และ 1436 cm^{-1} ซึ่งเป็น antisymmetric- CO_2 และ symmetric- CO_2 ตามลำดับและปรากฏแบนด์เข้มปานกลางที่ตำแหน่ง 1278 cm^{-1} ซึ่งเป็น CH_3 bending และที่ตำแหน่ง 650 cm^{-1} ซึ่งเป็น OCO bending นอกจากนี้ยังพบแบนด์เข้มของ P-F stretching ที่ตำแหน่ง $850\text{--}841\text{ cm}^{-1}$ สอดคล้องกับการมีลิแกนด์โพรฟิออนเนตและ PF_6^- ในสารประกอบเชิงซ้อนและปรากฏพีกแรกของ pyridine ring ที่ตำแหน่ง 1638 cm^{-1} และ N-H stretching ที่ตำแหน่งประมาณ 3000 cm^{-1} สอดคล้องกับระบบของลิแกนด์ bipyam ในสารประกอบเชิงซ้อน



รูปที่ 2.12 อินฟราเรดสเปกตรัมของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{PF}_6]$

ส่วนอินฟราเรดสเปกตรัมของ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{I}$ และ $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{NO}_3]$ อธิบายไว้ในบทที่ 3 หัวข้อ 3.2.3

2.8 อิเล็กทรอนิกส์ฟิวส์รีเฟลคแตนซ์สเปกตรัม (Electronic Diffuse Reflectance Spectra)

ได้บันทึกอิเล็กทรอนิกส์ฟิวส์รีเฟลคแตนซ์สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ทั้งหมดที่เป็นสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ในช่วง 1100–200 nm (9–50 kK เมื่อ $1\text{ kK} = 1000\text{ cm}^{-1}$)

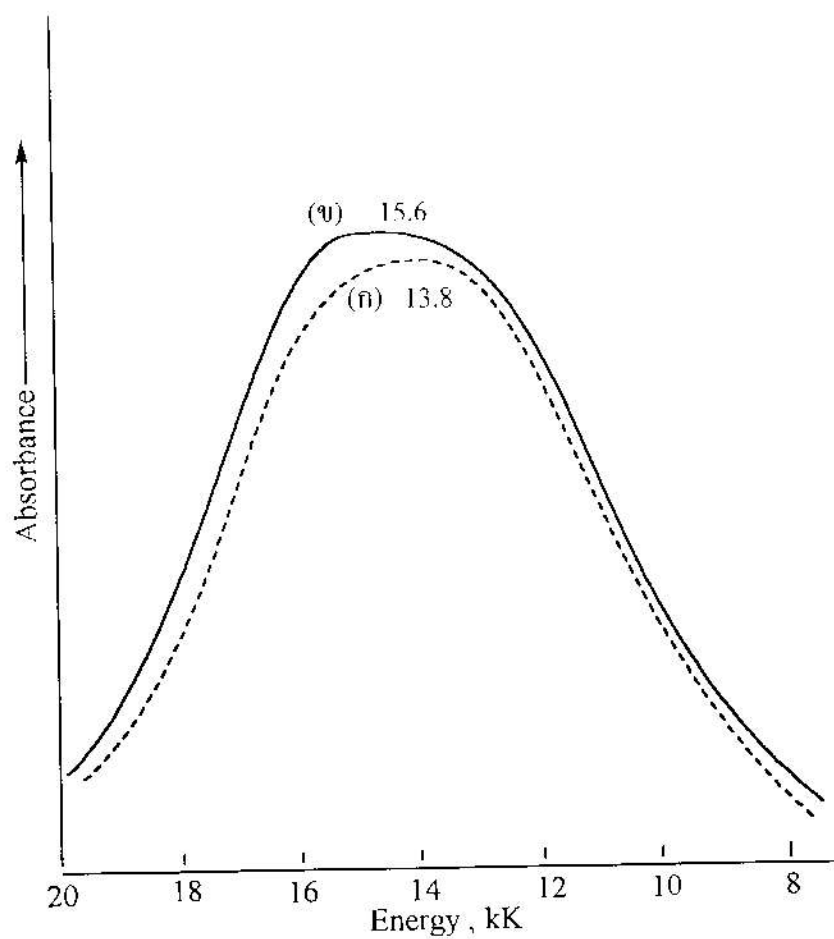
1. $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{CO}_3)] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

อิเล็กทรอนิกส์รีเฟลคแตนซ์สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{CO}_3)] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ดังรูปที่ 2.13 (ข) ประกอบด้วยพีคเดี่ยวปรากฏที่ตำแหน่งประมาณ 15.6 kK ซึ่งเป็นทรานซิชันของอิเล็กตรอนจาก $d_{z^2}, d_{xy}, d_{xz}, d_{yz} \rightarrow d_{x^2-y^2}$ สอดคล้องกับสเทอริโอเคมีแบบ square pyramidal ซึ่งเป็นสารที่มีการศึกษาโครงสร้างมาก่อนโดยเทคนิคเอ็กซ์เรย์คริสตัลโลกราฟี³⁰ ดังรูปที่ 1.17 (ข) ในบทที่ 1

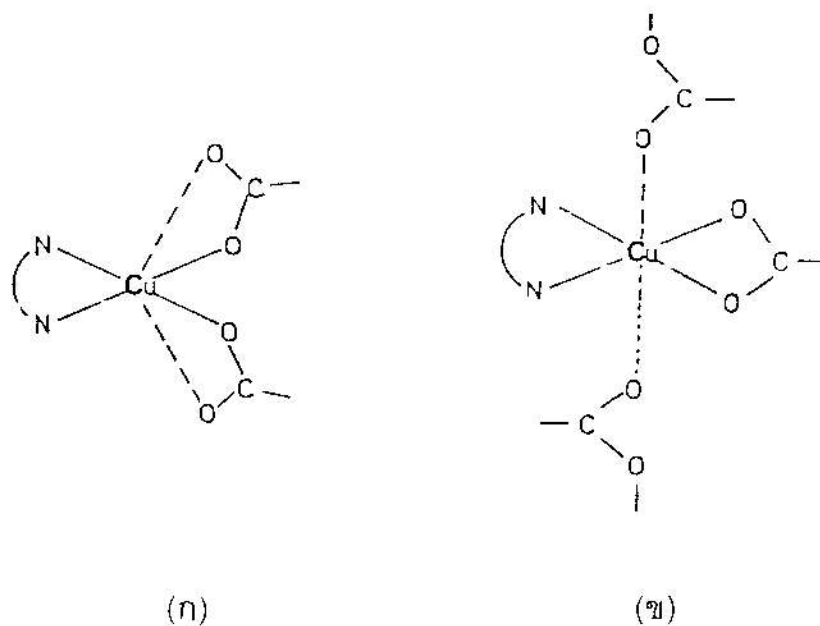
2. $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

อิเล็กทรอนิกส์รีเฟลคแตนซ์สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ดังรูปที่ 2.13 (ก) ประกอบด้วยพีคเดี่ยวปรากฏที่ตำแหน่งประมาณ 13.8 kK ซึ่งเป็นทรานซิชันของอิเล็กตรอนจาก $d_{z^2}, d_{xy}, d_{xz}, d_{yz} \rightarrow d_{x^2-y^2}$ สอดคล้องกับ off-the-z-axis ของ elongated tetragonal octahedral ดังรูปที่ 2.14 (ก) โดยกลุ่มโพรฟิออนेटทั้งสองโคออร์ดิเนตกับอะตอมคอปเปอร์เดียวกันแบบไบเดนเทต ได้สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสเทอริโอเคมีเหมือนกันของ $[\text{Cu}(\text{bipy})(\text{O}_2\text{N})_2]^{40}$, $[\text{Cu}(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_3)_2] \cdot \text{H}_2\text{O}^{36}$, $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}^{41}$ ซึ่งมีการศึกษาโครงสร้างมาก่อนโดยเทคนิคเอ็กซ์เรย์คริสตัลโลกราฟี

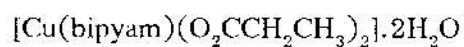
หรืออาจสอดคล้องกับโครงสร้างแบบ long chain elongated rhombic octahedral ดังรูปที่ 2.14 (ข) โดยโพรฟิออนेट 1 กลุ่ม โคออร์ดิเนตแบบไบเดนเทตกับคอปเปอร์ 1 อะตอม ส่วนโพรฟิออนेटอีกกลุ่มโคออร์ดิเนตแบบไบเดนเทตบริตจิง เชื่อมระหว่างคอปเปอร์ 2 อะตอม ผ่านอะตอมออกซิเจนของกลุ่มโพรฟิออนेट ได้สารประกอบเชิงซ้อนแบบ polymeric ซึ่งพบในสารประกอบเชิงซ้อนในระบบเดียวกันนี้ของ $[\text{Cu}(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_3)(\text{O}_2\text{ClO}_2)]^{37}$, $[\text{Cu}(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_3)(\text{O}_2\text{NO})]^{34}$, $[\text{Cu}(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)(\text{O}_2\text{NO})]^{42}$



รูปที่ 2.13 แสดงอิล็กทรอนิครีเฟลคแตนซ์สเปกตร้าของ
 (ก) $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
 (ข) $[\text{Cu}(\text{II})(\text{bipyam})(\text{CO}_3)] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$



รูปที่ 2.14 โครงสร้างที่เป็นไปได้ของสารประกอบเชิงซ้อน

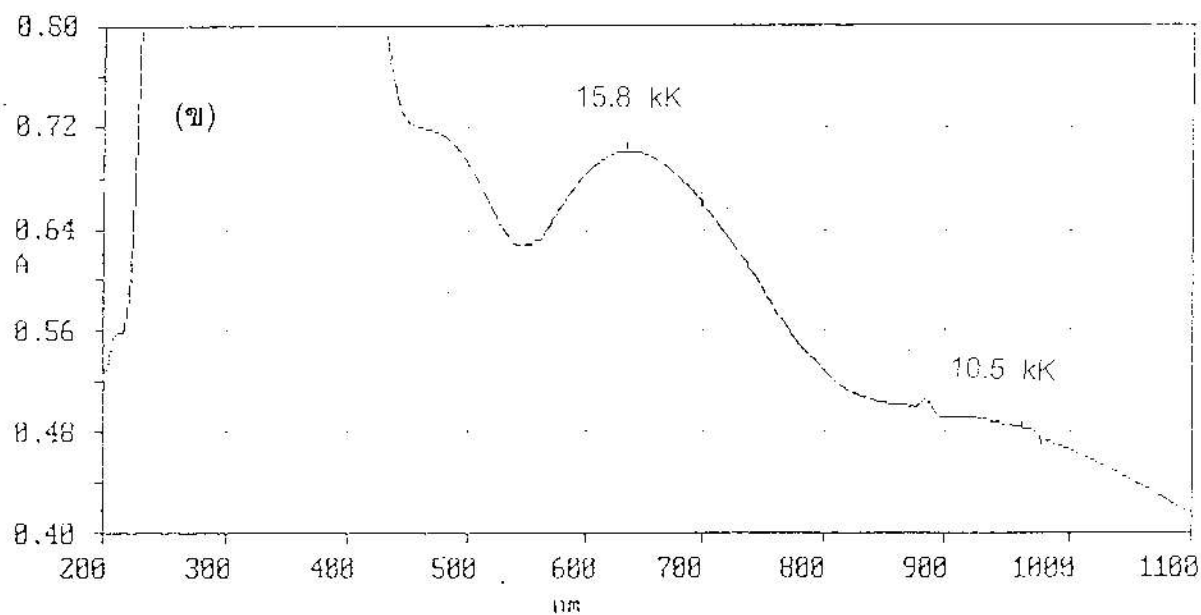
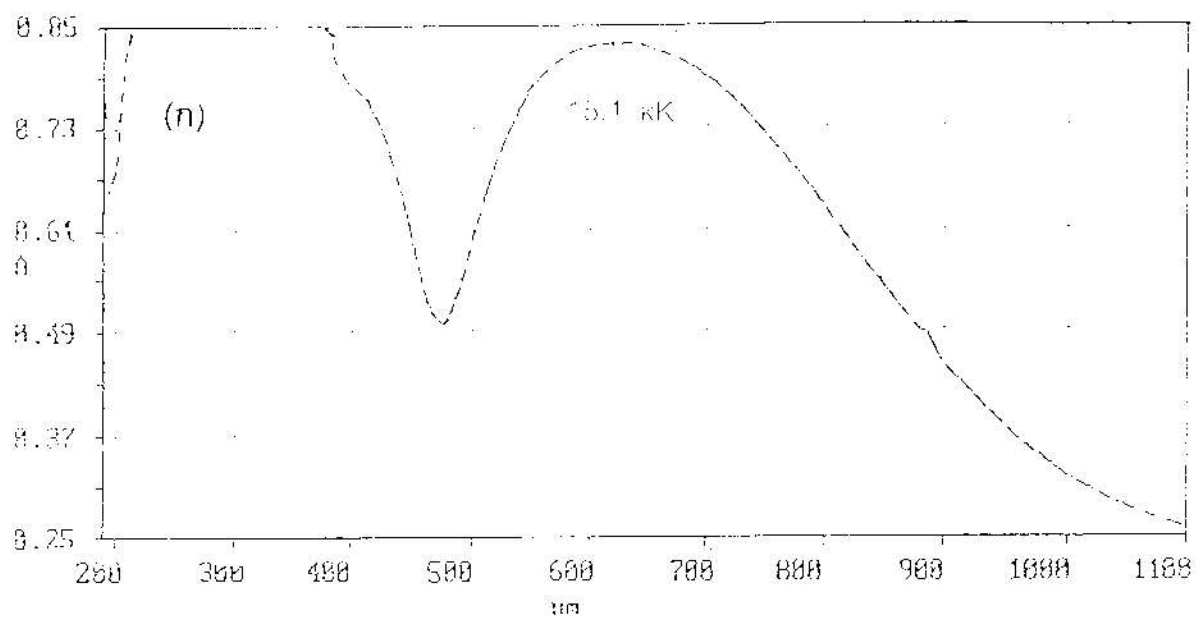


(ก) monomeric off-the-z-axis elongated tetragonal octahedral

(ข) polymeric elongated rhombic octahedral

3. ผลึกสีน้ำตาล

เนื่องจากผลึกสีน้ำตาลไม่ค่อยเสถียรจะค่อย ๆ เปลี่ยนเป็นสีเขียวเข้มเมื่อเวลาผ่านไป และลักษณะของพิกก็เปลี่ยนไปด้วยดังรูปที่ 2.15 (ก) และ (ข)



รูปที่ 2.15 แสดงอิเล็กทรอนครีเฟลคแดนซ์สเปกตราของสารผลึกสีน้ำตาล
 (ก) บันทึกในเวลาประมาณ 1 สัปดาห์หลังจากที่เตรียม
 (ข) บันทึกหลังจาก 1 สัปดาห์ ซึ่งสารเปลี่ยนเป็นสีเขียวเกือบสมบูรณ์

จากรูป(ก) ปรากฏแถบเดี่ยวที่ตำแหน่ง 15.1 kK ซึ่งเป็นทรานซิชั่นของอิเล็กตรอนจาก $d_{z^2}, d_{xy}, d_{xz}, d_{yz} \rightarrow d_{x^2-y^2}$ สอดคล้องกับโครงสร้างแบบ square pyramidal หรือ elongated octahedral ส่วนรูปที่ 1.15 (ข) ปรากฏพีคหลักที่ตำแหน่ง 15.8 kK และมีป่าที่ตำแหน่งประมาณ 10.5 kK ซึ่งเป็นทรานซิชั่นจาก d_{z^2} และ $d_{xy}, d_{xz}, d_{yz} \rightarrow d_{x^2-y^2}$ ตามลำดับ สอดคล้องกับโครงสร้างแบบ elongated octahedral

4. อิเล็กทรอนิกส์เฟลด์แตนซ์สเปกตรามของสารประกอบเชิงซ้อน [Cu(II)

(bipyam)₂(O₂CCH₂CH₃)]X เมื่อ X = Cl⁻, Br⁻, [CH₃CH₂CO₂]⁻, [ClO₄]⁻, [BF₄]⁻ และ [PF₆]⁻

พบว่าอิเล็กทรอนิกส์เฟลด์แตนซ์สเปกตรามของสารประกอบเชิงซ้อนเหล่านี้ประกอบด้วย 2 พีค ปรากฏที่ตำแหน่งประมาณ 9.2 - 9.7 kK และ 14.2 - 15.0 kK โดยพีคทั้งสองมีความเข้มใกล้เคียงกันและห่างกันประมาณ 5 kK ดังรูป 3.11 (ก) และ (ข) ในบทที่ 3 สารประกอบเชิงซ้อนเหล่านี้มีสถานะพื้นเป็น d_{z^2} แถบทั้งคู่เกิดจากการทรานซิชั่นของอิเล็กตรอนจาก $d_{xy} \rightarrow d_{z^2}$ และ $d_{x^2-y^2}, d_{xz}, d_{yz} \rightarrow d_{z^2}$ ตามลำดับ สอดคล้องกับมีสเทอริโอเคมีแบบ cis-distorted octahedral ซึ่งอาจมีโครงสร้างเปลี่ยนแปลงได้ตั้งแต่ pseudo regular cis-distorted octahedral (symmetric cis-distorted octahedral (4+2), $\Delta O = 0.000 \text{ \AA}$ ถึง asymmetric cis-distorted octahedral (4+1+1*), $\Delta O < 0.600 \text{ \AA}$ จนถึง square pyramidal cis-distorted octahedral (4+1+1*), $\Delta O > 0.600 \text{ \AA}$ ส่วนอิเล็กทรอนิกส์เฟลด์แตนซ์สเปกตรามของ [Cu(II)(bipyam)₂(O₂CCH₂CH₃)]X เมื่อ X = I⁻ และ [NO₃]⁻ ได้อธิบายดังรายละเอียดในบทที่ 3 หัวข้อ 3.2.4 และรูปที่ 3.11 (ก)