

การสังเคราะห์และวิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน
คอปเปอร์(I)ไบไพริดีลลามีนโพรพืออเนต

บทคัดย่อ

การวิจัยนี้ เป็นการศึกษาการสังเคราะห์และวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) ในระบบของลิแกนด์ bipyam และโพรพืออเนต รวมทั้งศึกษา reoxygenation products ซึ่งเป็นสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ทำการทดลองทั้งหมด 3 วิธี คือ การเตรียมโดยตรง (direct method) การเตรียมโดยวิธีรีดิวซ์ด้วย hydroxylamine hydropropionate และการเตรียมโดยวิธีรีดิวซ์ด้วยโลหะคอปเปอร์ และวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้จาก elemental microanalysis อินฟราเรด สเปกตรัม e.s.r. สเปกตรัม และดิฟฟิวซ์ รีฟเลกแตนซ์ สเปกตรัม ผลพบว่าไม่มีผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) เกิดขึ้นจากการเตรียมโดยตรงและการเตรียมโดยวิธีรีดิวซ์ด้วย hydroxylamine hydropropionate ส่วน reoxygenation products ได้สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II)ของ $[\text{Cu}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [I] และ $[\text{Cu}(\text{bipyam})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [II] จาก e.s.r. สเปกตรัมและดิฟฟิวซ์ รีฟเลกแตนซ์สเปกตรัมพบว่า สารประกอบเชิงซ้อนทั้งสองมีสเตอริโอเคมีแบบ cis-distorted octahedral และ elongated rhombic octahedral ตามลำดับ สำหรับการเตรียมโดยวิธีรีดิวซ์ด้วยโลหะคอปเปอร์ในตัวทำละลาย 3 ชนิดคือ น้ำ อะซิโตน ไตรลและเอทานอล ภายใต้บรรยากาศปกติพบว่าไม่มีผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) และคอปเปอร์(II)เกิดขึ้น ส่วนการเตรียมภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนได้ผลึกของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) $[\text{Cu}(\text{I})(\text{bipyam}^-)]_n$ และ $[\text{Cu}(\text{I})(\text{bipyam})(\text{bipyam}^-)]$ ซึ่งเป็นสารประกอบที่มีการศึกษาโครงสร้างโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์มาก่อน และ reoxygenation products เป็นสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(II) ของ $[\text{Cu}(\text{bipyam})_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)] [\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [III] และสารผลึกสีน้ำตาล[IV] พบว่า ดิฟฟิวซ์ รีฟเลกแตนซ์ สเปกตรัม ของ [III] สอดคล้องกับโครงสร้างแบบ cis-distorted octahedral ส่วนสเปกตรัมของสารผลึกสีน้ำตาลสอดคล้องกับโครงสร้างแบบ elongated rhombic octahedral

**Synthesis and Structural Characterisation of Copper(I) Complexes
Containing the 2,2'-Bipyridylamine and Propionate Ligands**

Abstract

This project sets out to examine the redox properties of the Copper(I)/(II)bipyam system with the propionate oxyanion. The copper(I) complexes were prepared by three methods: direct method, hydroxylamine hydropropionate reduction and copper metal reduction; and the characterisation of their reoxygenation products are reported. All products were characterised by microanalytical data, infrared, e.s.r. and diffuse reflectance spectra. No evidence of the $[\text{Cu(I)(bipyam)}_2][\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2]$ complex, corresponding to the formate complex has been found. The copper(I) complexes $[\text{Cu(I)(bipyam)(bipyam}^{-1})]$ and $[\text{Cu(I)(bipyam}^{-1})]_n$ which are of known crystal structure were obtained by copper metal reduction in the N_2 atmosphere. The complexes $[\text{Cu(bipyam)}_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]\text{Cl}$ [I] and $[\text{Cu(bipyam)}(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [II] were obtained as reoxygenation products prepared by the first two methods, while complexes $[\text{Cu(bipyam)}_2(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)][\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [III] and brown crystals [IV] were obtained by copper metal reduction in N_2 gas. No evidence has been found of the complex $[\text{Cu(II)(bipyam)(bipyam}^{-1})(\text{O}_2\text{CCH}_2\text{CH}_3)]$, corresponding to the nitrito and formate complexes. According to the e.s.r. and diffuse reflectance spectra, the stereochemistries of [I] and [III] have been proposed to be the cis-distorted octahedral while the elongated rhombic octahedron is the suggested stereochemistry for the complexes [II] and [IV].