

## 4. ผลการทดลอง

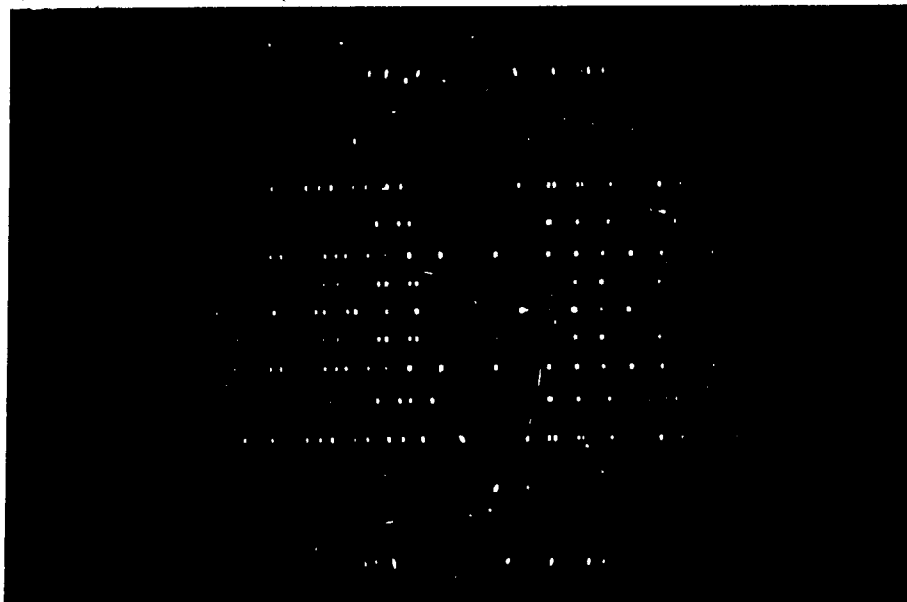
### 4.1 ผลศึกษาสมบัติทางกายภาพสารประกอบเชิงซ้อน

การศึกษาสมบัติทางกายภาพของ สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์(I) ไธโอยูเรีย และ เอธิลีนไธโอยูเรีย ที่สังเคราะห์ได้ แสดงดังตาราง

ตารางที่ 1 สมบัติทางกายภาพของสารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้

| สารประกอบเชิงซ้อน                  | สมบัติทางกายภาพ |         |                 |
|------------------------------------|-----------------|---------|-----------------|
|                                    | ลักษณะผลึก      | สี      | จุดหลอมเหลว(°ซ) |
| $\text{Cu}(\text{tu})_n\text{F}$   | รูปเข็ม         | ไม่มีสี | 163 - 165       |
| $\text{Cu}(\text{tu})_n\text{Br}$  | รูปเข็ม         | ไม่มีสี | 167 - 169       |
| $\text{Cu}(\text{tu})_n\text{I}$   | รูปเข็ม         | ไม่มีสี | 125 - 126       |
| $\text{Cu}(\text{etu})_n\text{F}$  | รูปเหลี่ยม      | ไม่มีสี | 180 - 183       |
| $\text{Cu}(\text{etu})_n\text{Br}$ | รูปเหลี่ยม      | ไม่มีสี | 253 - 257       |

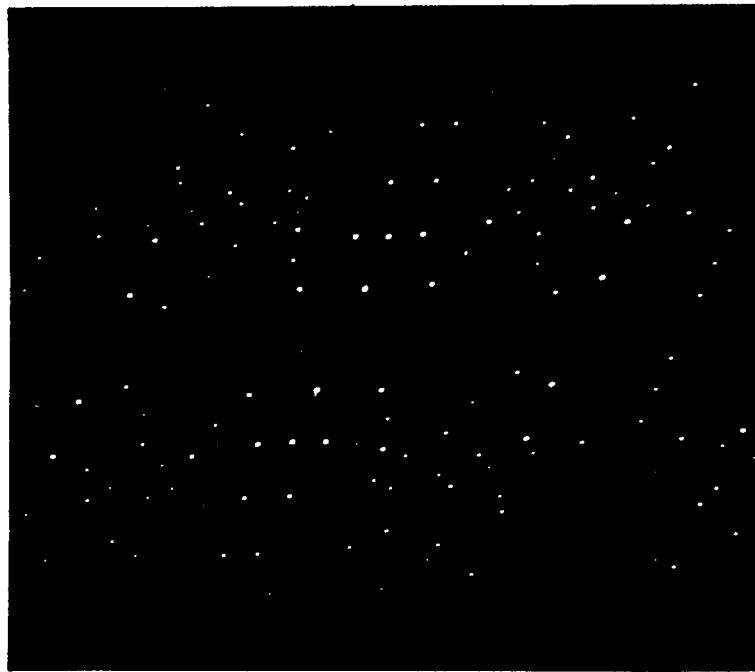
4.2. ผลการศึกษาโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน  $\text{Cu}(\text{tu})_n\text{F}$   
โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว



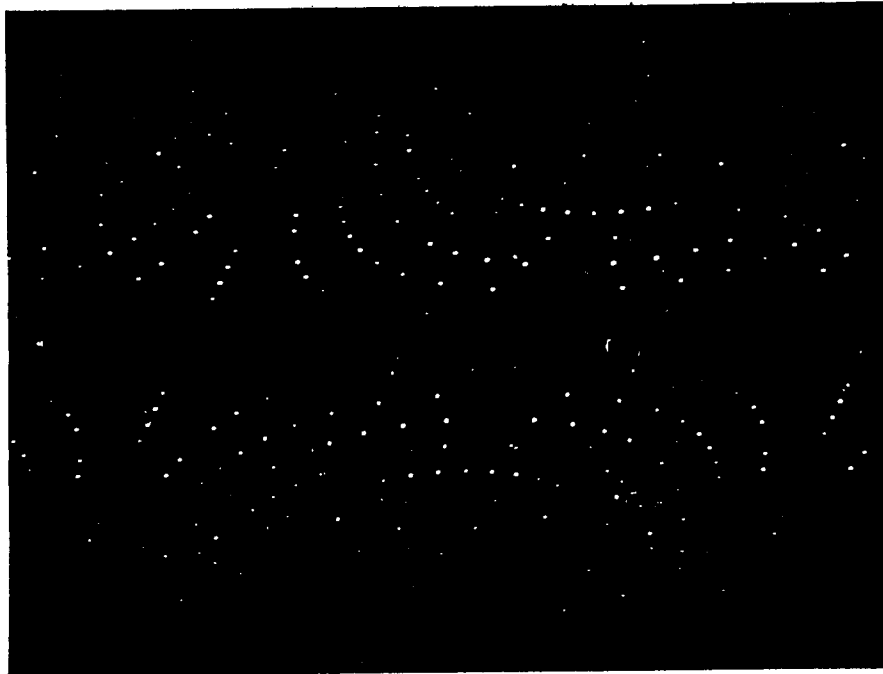
รูปที่ 14 ภาพถ่ายเอกซเรย์โดยวิธีหมุนแบบกวัดแกว่ง  
ของผลึก  $\text{Cu}(\text{tu})_n\text{F}$  รอบแกน b

๑๙  
๒๐  
๑๙๖  
๑๙๖  
๑๙๖๖

กรมอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี



รูปที่ 15 ภาพถ่ายเอกซเรย์แบบไวน์เซนเบอร์กชั้นที่ศูนย์ (h0l)  
ของผลึก  $\text{Cu}(\text{tu})_6\text{F}$



รูปที่ 16 ภาพถ่ายเอกซเรย์แบบไวน์เซนเบอร์กชั้นที่ศูนย์ (h11)  
ของผลึก  $\text{Cu}(\text{tu})_n\text{F}$

จากภาพถ่ายเอกซเรย์โดยวิธีหมุนแบบกวัดแกว่งที่ได้ สามารถวัดความยาวของด้านทั้งสาม (a, b, c) ของผลึกได้ โดยทำการวัดระยะห่างระหว่างชั้นของผลึกในฟิล์มซึ่งเป็นค่า  $d^*$  นำมาคำนวณในสูตร

$$r = \lambda/d^*$$

r เป็นค่าความยาวของด้านหนึ่งของเซลล์หน่วย

$\lambda$  เป็นค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

ในการทดลองซึ่งใช้ธาตุทองแดง (Cu) เป็นเป้าหมายมีค่า  $\lambda = 1.541 \text{ \AA}$

และจากภาพถ่ายรังสีเอกซ์ แบบไวน์เซนเบอร์ก สามารถวัดค่ามุม ระบบผลึก กลุ่มปริภูมิ คร่าวๆ ปริมาตร และเมื่อทราบความหนาแน่น จะสามารถคำนวณหาจำนวนโมเลกุลต่อหนึ่งเซลล์หน่วยได้

ข้อมูลผลึกที่ได้จากภาพถ่ายเอกซเรย์ ของ  $\text{Cu}(\text{tu})_n\text{F}$

$$a = 22.0, b = 12.3, c = 12.8 \text{ \AA}, \beta = 90^\circ$$

ผลึกและภาพถ่ายเอกซเรย์ พร้อมข้อมูลผลึกที่ได้ จะถูกส่งไปยังมหาวิทยาลัยออสเตรเลีย ตะวันตก เพื่อเก็บข้อมูล (Collect Data) โดยเครื่องดิฟแฟรคโตมิเตอร์แบบ CAD4

### 4.3 ผลการหาโครงสร้างของผลึก $\text{Cu}(\text{tu})_n\text{F}$ โดยใช้โปรแกรม Xtal 3.2

ในงานวิจัยครั้งนี้ทำการเก็บข้อมูลของผลึก  $\text{Cu}(\text{tu})_n\text{F}$  ด้วยเครื่องดิฟแฟร็กโตมิเตอร์แบบ CAD4 โดย Assoc. Prof. Dr. Alan H. White และ Dr. Brian W. Skeleton แห่งมหาวิทยาลัยออสเตรเลียตะวันตก (University of Western Australia) และได้เก็บข้อมูลทั้งหมดลงบนเทปแม่เหล็กส่งกลับมาหาโครงสร้างที่ประเทศไทย โดยใช้โปรแกรม Xtal 3.2 โดยมีข้อมูลผลึก ดังนี้

ผลึก  $\text{Cu}(\text{tu})_n\text{F}$  : Molecular Formula  $\text{C}_4\text{H}_{16}\text{CuF}_3\text{N}_8\text{S}_4\text{Si}_{0.5}\cdot 1/4\text{H}_2\text{O}$ ,  $M = 442.32$ , Orthorhombic, Space Group  $P_{212121}$ ,  $a = 21.148(2)$ ,  $b = 13.122(2)$ ,  $c = 12.274(7)$  Å,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ,  $U = 3406.085(2)$  Å<sup>3</sup>,  $D_o = 1.70$  g.cm<sup>-3</sup>,  $D_c$  ( $Z = 4$ ) = 1.743 g.cm<sup>-3</sup>,  $F_{(000)} = 223$ ,  $R = 0.050$ ,  $R' = 0.053$ ,  $N = 3228$ ,  $N_o = 381$

|        |                         |     |   |
|--------|-------------------------|-----|---|
| โดยที่ | a, b, c                 | คือ | ความยาวระหว่างด้านของเซลล์หน่วย           |
|        | $\alpha, \beta, \gamma$ | คือ | มุมระหว่างด้านของเซลล์หน่วย               |
|        | U                       | คือ | ปริมาตรของเซลล์หน่วย                      |
|        | $D_o$                   | คือ | ความหนาแน่นของเซลล์หน่วยที่ได้จากการทดลอง |
|        | $D_c$                   | คือ | ความหนาแน่นของเซลล์หน่วยที่ได้จากการคำนวณ |
|        | $F_{(000)}$             | คือ | จำนวนอิเล็กตรอนทั้งหมดในเซลล์หน่วย        |

การคำนวณหาโครงสร้างโดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ จะได้พิกัดต่างๆ ของอะตอมในโมเลกุล ความยาวพันธะ มุมพันธะ พารามิเตอร์ของอะตอมไฮโดรเจน และเทอร์มอลพารามิเตอร์ ดังแสดงในตารางที่ 2-6

การใช้โปรแกรม ORTEP จะได้ภาพโครงสร้างของโมเลกุลดังแสดงในรูปที่ 17-21

ตารางที่ 2 พิกัดของอะตอมในโมเลกุล  $[\text{Cu}(\text{tu})_4]_2 \text{SiF}_6 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$

(ไม่รวมอะตอมไฮโดรเจน)

| อะตอม  | X/a        | Y/b        | Z/c        | U         |
|--------|------------|------------|------------|-----------|
| Cu(1)  | 0.41752(5) | 0.54732(8) | 0.73730(8) | 0.0319(3) |
| S(11)  | 0.4558(1)  | 0.6097(2)  | 0.5717(2)  | 0.0315(7) |
| C(11)  | 0.4792(4)  | 0.7336(6)  | 0.5959(7)  | 0.037(3)  |
| N(111) | 0.4833(5)  | 0.7961(6)  | 0.5143(7)  | 0.071(4)  |
| N(112) | 0.4932(4)  | 0.7656(5)  | 0.6932(6)  | 0.049(3)  |
| S(12)  | 0.4925(1)  | 0.5386(2)  | 0.8749(2)  | 0.0377(7) |
| C(12)  | 0.5678(4)  | 0.5240(7)  | 0.8227(8)  | 0.042(3)  |
| N(121) | 0.5778(3)  | 0.5158(8)  | 0.7210(7)  | 0.069(3)  |
| N(122) | 0.6151(4)  | 0.5143(7)  | 0.8933(8)  | 0.071(7)  |
| S(13)  | 0.3781(1)  | 0.3919(2)  | 0.6711(2)  | 0.0339(7) |
| C(13)  | 0.3436(4)  | 0.3078(7)  | 0.7597(7)  | 0.042(3)  |
| N(131) | 0.3464(5)  | 0.3201(6)  | 0.8657(7)  | 0.063(3)  |
| N(132) | 0.3151(5)  | 0.2278(7)  | 0.7185(7)  | 0.078(4)  |
| S(14)  | 0.3442(1)  | 0.6587(2)  | 0.8143(2)  | 0.0365(7) |
| C(14)  | 0.3139(4)  | 0.7406(6)  | 0.7186(7)  | 0.038(3)  |
| N(141) | 0.3184(4)  | 0.7223(6)  | 0.6128(6)  | 0.046(3)  |
| N(142) | 0.2841(5)  | 0.8233(7)  | 0.7586(7)  | 0.069(4)  |

ตารางที่ 2 (ต่อ)

| อะตอม  | X/a        | Y/b        | Z/c        | U         |
|--------|------------|------------|------------|-----------|
| Cu(2)  | 0.42507(5) | 0.53784(8) | 0.21679(9) | 0.0363(3) |
| S(21)  | 0.3971(1)  | 0.4392(2)  | 0.3696(2)  | 0.0377(7) |
| C(21)  | 0.4369(4)  | 0.3277(6)  | 0.3629(7)  | 0.036(3)  |
| N(211) | 0.4713(4)  | 0.3016(5)  | 0.2801(7)  | 0.061(3)  |
| N(212) | 0.4337(5)  | 0.2637(6)  | 0.4457(7)  | 0.078(4)  |
| S(22)  | 0.52995(9) | 0.5312(2)  | 0.1599(2)  | 0.0309(6) |
| C(22)  | 0.5767(3)  | 0.5571(6)  | 0.2696(6)  | 0.025(2)  |
| N(221) | 0.6349(3)  | 0.5896(6)  | 0.2557(6)  | 0.047(3)  |
| N(222) | 0.5541(3)  | 0.5547(7)  | 0.3701(6)  | 0.054(3)  |
| S(23)  | 0.3887(1)  | 0.6905(2)  | 0.2955(2)  | 0.0370(7) |
| C(23)  | 0.3613(4)  | 0.7732(6)  | 0.1982(7)  | 0.034(3)  |
| N(231) | 0.3313(4)  | 0.8552(6)  | 0.2269(6)  | 0.052(3)  |
| N(232) | 0.3704(4)  | 0.7551(6)  | 0.0923(6)  | 0.051(3)  |
| S(24)  | 0.3725(1)  | 0.4969(2)  | 0.0057(2)  | 0.0389(7) |
| C(24)  | 0.2940(4)  | 0.5075(7)  | 0.0870(8)  | 0.042(3)  |
| N(241) | 0.2730(3)  | 0.4884(7)  | 0.1850(7)  | 0.061(3)  |
| N(242) | 0.2550(4)  | 0.5331(8)  | 0.0097(7)  | 0.074(4)  |

ตารางที่ 2 (ต่อ)

| อะตอม | X/a        | Y/b        | Z/c        | U         |
|-------|------------|------------|------------|-----------|
| Si    | 0.42507(5) | 0.53784(8) | 0.21679(9) | 0.0363(3) |
| F(1)  | 0.3971(1)  | 0.4392(2)  | 0.3696(2)  | 0.0377(7) |
| F(2)  | 0.4369(4)  | 0.3277(6)  | 0.3629(7)  | 0.036(3)  |
| F(3)  | 0.4713(4)  | 0.3016(5)  | 0.2801(7)  | 0.061(3)  |
| F(4)  | 0.4337(5)  | 0.2637(6)  | 0.4457(7)  | 0.078(4)  |
| F(5)  | 0.52995(9) | 0.5312(2)  | 0.1599(2)  | 0.0309(6) |
| F(6)  | 0.5767(3)  | 0.5571(6)  | 0.2696(6)  | 0.025(2)  |
| O*    | 0.6349(3)  | 0.5896(6)  | 0.2557(6)  | 0.047(3)  |

\* Site Occupancy Factor = 0.5

ตารางที่ 3 พิกัดของอะตอมและพารามิเตอร์ของอะตอมไฮโดรเจน

ไนโมเลกุล  $[\text{Cu}(\text{tu})_4]_2 \text{SiF}_6 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$

| อะตอม   | X/a       | Y/b       | Z/c       | U        |
|---------|-----------|-----------|-----------|----------|
| H(111a) | 0.4768(-) | 0.7782(-) | 0.4518(-) | 0.104(-) |
| H(111b) | 0.4944(-) | 0.8678(-) | 0.5192(-) | 0.104(-) |
| H(112a) | 0.5119(-) | 0.8127(-) | 0.6997(-) | 0.074(-) |
| H(112b) | 0.4886(-) | 0.7162(-) | 0.7670(-) | 0.074(-) |
| H(121a) | 0.5498(-) | 0.5529(-) | 0.6709(-) | 0.113(-) |
| H(121b) | 0.6238(-) | 0.5380(-) | 0.7010(-) | 0.113(-) |
| H(122a) | 0.5980(-) | 0.5254(-) | 0.9617(-) | 0.111(-) |
| H(122b) | 0.6443(-) | 0.4573(-) | 0.8927(-) | 0.111(-) |
| H(131a) | 0.3331(-) | 0.2453(-) | 0.8796(-) | 0.096(-) |
| H(131b) | 0.3129(-) | 0.3606(-) | 0.9023(-) | 0.096(-) |
| H(132a) | 0.2841(-) | 0.1719(-) | 0.7616(-) | 0.120(-) |
| H(132b) | 0.2940(-) | 0.2137(-) | 0.6480(-) | 0.120(-) |
| H(141a) | 0.3066(-) | 0.7792(-) | 0.5692(-) | 0.074(-) |
| H(141b) | 0.3527(-) | 0.6798(-) | 0.5879(-) | 0.074(-) |
| H(142a) | 0.2727(-) | 0.8831(-) | 0.6926(-) | 0.101(-) |
| H(142b) | 0.2727(-) | 0.8136(-) | 0.8399(-) | 0.101(-) |
| H(211a) | 0.5052(-) | 0.3125(-) | 0.2234(-) | 0.092(-) |
| H(211b) | 0.4480(-) | 0.2436(-) | 0.2501(-) | 0.092(-) |

ตารางที่ 3 (ต่อ)

| อะตอม   | X/a       | Y/b       | Z/c       | U        |
|---------|-----------|-----------|-----------|----------|
| H(212a) | 0.4307(-) | 0.3007(-) | 0.5142(-) | 0.117(-) |
| H(212b) | 0.4659(-) | 0.2072(-) | 0.4467(-) | 0.117(-) |
| H(221a) | 0.6599(-) | 0.5976(-) | 0.3126(-) | 0.069(-) |
| H(221b) | 0.6604(-) | 0.5546(-) | 0.2019(-) | 0.069(-) |
| H(222a) | 0.5115(-) | 0.5433(-) | 0.3952(-) | 0.086(-) |
| H(222b) | 0.5759(-) | 0.5719(-) | 0.4277(-) | 0.086(-) |
| H(231a) | 0.3047(-) | 0.8885(-) | 0.1730(-) | 0.079(-) |
| H(231b) | 0.3295(-) | 0.8902(-) | 0.2943(-) | 0.079(-) |
| H(232a) | 0.3465(-) | 0.7856(-) | 0.0347(-) | 0.084(-) |
| H(232b) | 0.3977(-) | 0.6976(-) | 0.0884(-) | 0.084(-) |
| H(241a) | 0.2246(-) | 0.4936(-) | 0.1884(-) | 0.095(-) |
| H(241b) | 0.3065(-) | 0.4701(-) | 0.2448(-) | 0.095(-) |
| H(242a) | 0.2147(-) | 0.5695(-) | 0.0204(-) | 0.111(-) |
| H(242b) | 0.2273(-) | 0.4859(-) | 0.0000(-) | 0.111(-) |

ตารางที่ 4 เทอร์มอลพารามิเตอร์ของอะตอมในโมเลกุล  $[\text{Cu}(\text{tu})_4]_2 \text{SiF}_6 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$

(ไม่รวมอะตอมไฮโดรเจน) (1000  $U_{ij}$ )

| อะตอม  | $U_{11}$  | $U_{22}$  | $U_{33}$  | $U_{12}$  | $U_{13}$   | $U_{23}$   |
|--------|-----------|-----------|-----------|-----------|------------|------------|
| Cu(1)  | 0.0332(5) | 0.0356(5) | 0.0269(6) | 0.0019(5) | 0.0004(5)  | 0.0075(5)  |
| S(11)  | 0.044(1)  | 0.031(1)  | 0.019(1)  | -0.003(1) | 0.004(1)   | -0.0011(9) |
| C(11)  | 0.052(6)  | 0.034(5)  | 0.024(5)  | -0.012(4) | 0.007(4)   | -0.001(4)  |
| N(111) | 0.138(9)  | 0.038(4)  | 0.037(5)  | -0.020(6) | 0.014(6)   | 0.007(4)   |
| N(112) | 0.075(6)  | 0.033(4)  | 0.040(5)  | -0.016(4) | -0.008(5)  | -0.015(4)  |
| S(12)  | 0.033(1)  | 0.054(1)  | 0.026(1)  | 0.008(1)  | -0.005(1)  | 0.005(1)   |
| C(12)  | 0.021(4)  | 0.046(5)  | 0.058(6)  | 0.004(4)  | -0.012(4)  | 0.016(5)   |
| N(121) | 0.032(4)  | 0.120(8)  | 0.054(5)  | 0.004(5)  | 0.010(4)   | 0.036(6)   |
| N(122) | 0.038(5)  | 0.087(7)  | 0.087(7)  | -0.002(5) | -0.015(5)  | 0.028(6)   |
| S(13)  | 0.042(1)  | 0.033(1)  | 0.027(1)  | -0.007(1) | 0.002(1)   | 0.003(1)   |
| C(13)  | 0.051(6)  | 0.043(5)  | 0.032(5)  | -0.009(5) | -0.002(5)  | 0.008(5)   |
| N(131) | 0.087(7)  | 0.055(5)  | 0.045(6)  | -0.011(5) | 0.023(5)   | -0.001(5)  |
| N(132) | 0.115(8)  | 0.066(6)  | 0.053(6)  | -0.051(6) | 0.011(6)   | 0.003(5)   |
| S(14)  | 0.043(1)  | 0.042(1)  | 0.024(1)  | 0.014(1)  | 0.000(1)   | 0.003(1)   |
| C(14)  | 0.038(5)  | 0.036(5)  | 0.041(6)  | 0.004(4)  | -0.008(5)  | 0.005(5)   |
| N(141) | 0.057(5)  | 0.060(5)  | 0.022(4)  | 0.021(4)  | 0.002(4)   | 0.007(4)   |
| N(142) | 0.096(7)  | 0.067(6)  | 0.045(6)  | 0.047(5)  | 0.007(5)   | 0.008(5)   |
| Cu(2)  | 0.0360(5) | 0.0398(6) | 0.0330(6) | 0.0019(5) | -0.0024(5) | 0.0049(5)  |
| S(21)  | 0.050(1)  | 0.031(1)  | 0.032(1)  | 0.007(1)  | 0.013(1)   | 0.006(1)   |
| C(21)  | 0.050(6)  | 0.029(4)  | 0.028(5)  | 0.005(4)  | 0.005(4)   | -0.008(4)  |
| N(211) | 0.084(6)  | 0.033(4)  | 0.065(6)  | 0.008(4)  | 0.034(6)   | 0.004(4)   |
| N(212) | 0.15(1)   | 0.038(5)  | 0.051(6)  | 0.032(6)  | 0.033(7)   | 0.005(4)   |

ตารางที่ 4 (ต่อ)

| อะตอม  | $U_{11}$ | $U_{22}$ | $U_{33}$ | $U_{12}$  | $U_{13}$   | $U_{23}$  |
|--------|----------|----------|----------|-----------|------------|-----------|
| S(22)  | 0.030(1) | 0.040(1) | 0.023(1) | -0.003(1) | -0.0005(9) | 0.001(1)  |
| C(22)  | 0.016(3) | 0.034(4) | 0.025(4) | 0.000(3)  | -0.001(3)  | -0.002(4) |
| N(221) | 0.031(4) | 0.078(6) | 0.031(5) | -0.002(4) | -0.004(4)  | -0.007(4) |
| N(222) | 0.036(4) | 0.102(7) | 0.022(4) | -0.015(5) | 0.004(4)   | -0.003(5) |
| S(23)  | 0.051(1) | 0.033(1) | 0.027(1) | 0.008(1)  | -0.003(1)  | 0.004(1)  |
| C(23)  | 0.038(5) | 0.028(4) | 0.036(5) | -0.005(4) | -0.000(5)  | 0.004(4)  |
| N(231) | 0.069(6) | 0.046(5) | 0.042(5) | 0.022(4)  | 0.001(5)   | 0.006(4)  |
| N(232) | 0.077(6) | 0.053(5) | 0.022(4) | 0.017(5)  | -0.003(4)  | 0.011(4)  |
| S(24)  | 0.030(1) | 0.058(1) | 0.029(1) | 0.000(1)  | 0.004(1)   | -0.008(1) |
| C(24)  | 0.036(5) | 0.053(6) | 0.039(6) | 0.001(5)  | 0.002(5)   | -0.004(5) |
| N(241) | 0.037(4) | 0.103(7) | 0.044(5) | -0.013(5) | 0.013(4)   | 0.012(5)  |
| N(242) | 0.033(4) | 0.131(9) | 0.058(6) | 0.022(6)  | -0.012(4)  | -0.009(7) |
| Si     | 0.027(1) | 0.044(1) | 0.015(1) | 0.007(1)  | 0.0015(9)  | 0.003(1)  |
| F(1)   | 0.045(3) | 0.051(3) | 0.019(2) | -0.001(3) | -0.004(2)  | -0.002(3) |
| F(2)   | 0.049(3) | 0.095(4) | 0.013(2) | 0.009(3)  | -0.001(2)  | 0.005(3)  |
| F(3)   | 0.158(7) | 0.085(5) | 0.041(4) | 0.072(5)  | -0.025(4)  | -0.025(4) |
| F(4)   | 0.085(5) | 0.221(9) | 0.043(4) | -0.101(6) | -0.006(4)  | 0.027(5)  |
| F(5)   | 0.130(6) | 0.130(6) | 0.047(4) | -0.078(6) | 0.024(4)   | -0.014(4) |
| F(6)   | 0.24(1)  | 0.23(1)  | 0.029(4) | 0.201(9)  | 0.003(5)   | 0.004(5)  |
| O*     | 0.19(2)  | 0.11(2)  | 0.19(2)  | -0.06(2)  | -0.07(2)   | -0.01(2)  |

ตารางที่ 5 ความยาวพันธะในโมเลกุล  $[\text{Cu}(\text{tu})_4]_2 \text{SiF}_6 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$

| อะตอม        | ความยาวพันธะ (Å) |
|--------------|------------------|
| Cu(1)-S(11)  | 2.336(3)         |
| Cu(1)-S(12)  | 2.320(2)         |
| Cu(1)-S(13)  | 2.349(2)         |
| Cu(1)-S(14)  | 2.331(3)         |
| S(11)-C(11)  | 1.726(9)         |
| C(11)-N(111) | 1.30(1)          |
| C(11)-N(112) | 1.30(1)          |
| S(12)-C(12)  | 1.727(8)         |
| C(12)-N(121) | 1.27(1)          |
| C(12)-N(122) | 1.33(1)          |
| S(13)-C(13)  | 1.713(9)         |
| C(13)-N(131) | 1.31(1)          |
| C(13)-N(132) | 1.31(1)          |
| S(14)-C(14)  | 1.717(9)         |
| C(14)-N(141) | 1.32(1)          |
| C(14)-N(142) | 1.31(1)          |
| Cu(2)-S(21)  | 2.354(3)         |
| Cu(2)-S(22)  | 2.327(2)         |
| Cu(2)-S(23)  | 2.353(3)         |
| Cu(2)-S(24)  | 2.331(3)         |

ตารางที่ 5 (ต่อ)

| อะตอม        | ความยาวพันธะ (Å) |
|--------------|------------------|
| S(21)-C(21)  | 1.689(8)         |
| C(21)-N(211) | 1.30(1)          |
| C(21)-N(212) | 1.32(1)          |
| S(22)-C(22)  | 1.705(8)         |
| C(22)-N(221) | 1.31(1)          |
| C(22)-N(222) | 1.32(1)          |
| S(23)-C(23)  | 1.714(9)         |
| C(23)-N(231) | 1.30(1)          |
| C(23)-N(232) | 1.33(1)          |
| S(24)-C(24)  | 1.708(9)         |
| C(24)-N(241) | 1.31(1)          |
| C(24)-N(242) | 1.30(1)          |
| Si-F(1)      | 1.688(5)         |
| Si-F(2)      | 1.701(5)         |
| Si-F(3)      | 1.641(7)         |
| Si-F(4)      | 1.642(8)         |
| Si-F(5)      | 1.653(8)         |
| Si-F(6)      | 1.63(1)          |

ตารางที่ 6 มุมพันธะในโมเลกุล  $[\text{Cu}(\text{tu})_4]_2 \text{SiF}_6 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$

| อะตอม               | มุมพันธะ (องศา) |
|---------------------|-----------------|
| S(11)-Cu(1)-S(12)   | 114.47(9)       |
| S(11)-Cu(1)-S(13)   | 97.24(9)        |
| S(11)-Cu(1)-S(14)   | 111.31(9)       |
| S(12)-Cu(1)-S(13)   | 116.87(9)       |
| S(12)-Cu(1)-S(14)   | 100.98(9)       |
| S(13)-Cu(1)-S(14)   | 116.66(9)       |
| Cu(1)-S(11)-C(11)   | 106.2(3)        |
| S(11)-C(11)-N(111)  | 118.8(7)        |
| S(11)-C(11)-N(112)  | 121.9(7)        |
| N(111)-C(12)-N(112) | 119.3(8)        |
| Cu(1)-S(12)-C(12)   | 111.4(3)        |
| S(12)-C(12)-N(121)  | 121.9(7)        |
| S(12)-C(12)-N(122)  | 117.5(8)        |
| N(121)-C(12)-N(122) | 120.5(8)        |
| Cu(1)-S(13)-C(13)   | 119.4(3)        |
| S(13)-C(13)-N(131)  | 122.1(7)        |
| S(13)-C(13)-N(132)  | 117.8(7)        |
| N(131)-C(13)-N(132) | 120.1(9)        |

ตารางที่ 6 (ต่อ)

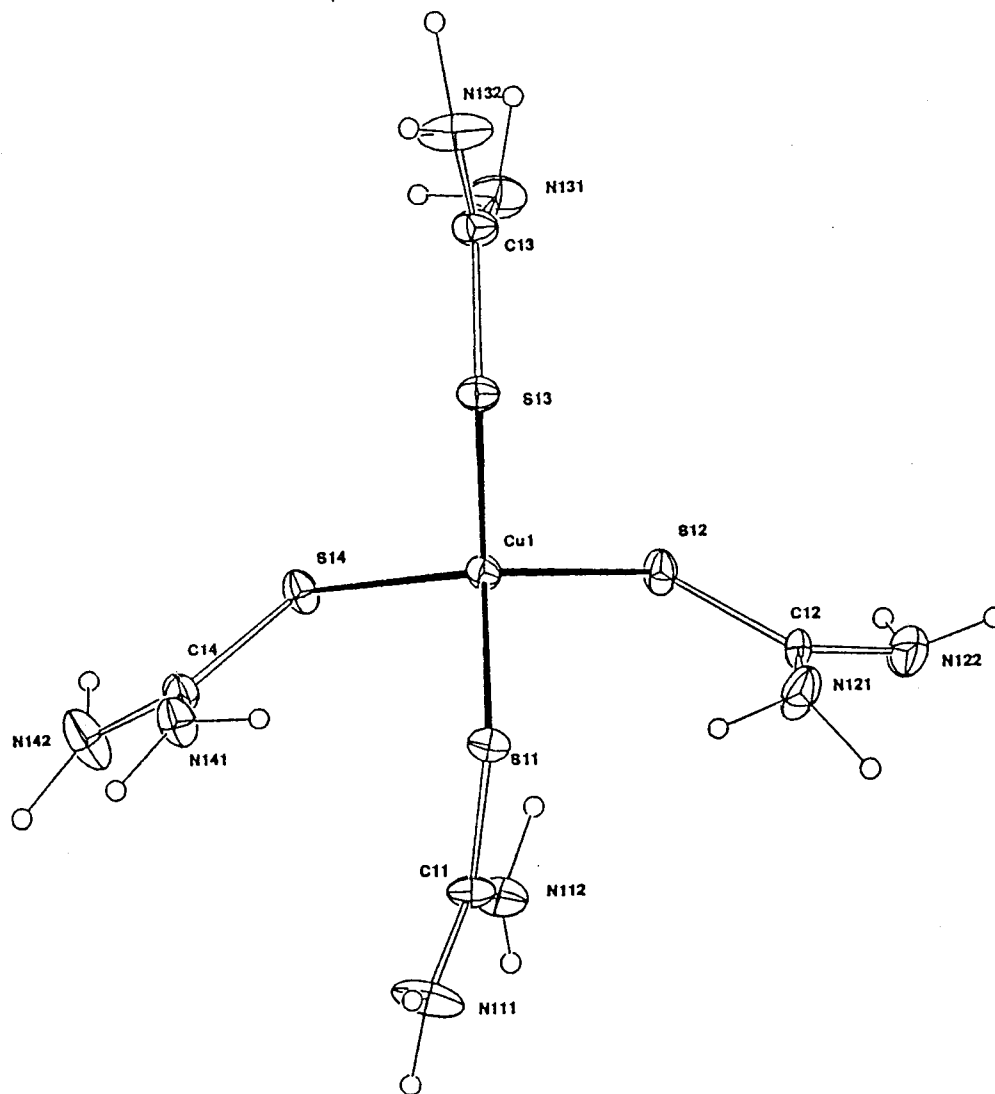
| อะตอม               | มุมพันธะ (องศา) |
|---------------------|-----------------|
| Cu(1)-S(14)-C(14)   | 111.3(3)        |
| S(14)-C(14)-N(141)  | 122.0(7)        |
| S(14)-C(14)-N(141)  | 119.4(7)        |
| N(141)-C(14)-N(142) | 118.5(8)        |
| S(21)-Cu(2)-S(22)   | 117.25(9)       |
| S(21)-Cu(2)-S(23)   | 93.39(9)        |
| S(21)-Cu(2)-S(24)   | 115.4(1)        |
| S(22)-Cu(2)-S(23)   | 117.79(9)       |
| S(22)-Cu(2)-S(24)   | 101.06(9)       |
| S(23)-Cu(2)-S(24)   | 112.86(9)       |
| Cu(2)-S(21)-C(21)   | 108.2 (3)       |
| S(21)-C(21)-N(211)  | 123.1(7)        |
| S(21)-C(21)-N(212)  | 119.2(7)        |
| N(211)-C(21)-N(212) | 117.7(8)        |
| Cu(2)-S(22)-C(22)   | 107.9(3)        |
| S(22)-C(22)-N(221)  | 120.3(6)        |
| S(22)-C(22)-N(222)  | 121.5(6)        |
| N(221)-C(22)-N(222) | 117.8(7)        |

ตารางที่ 6 (ต่อ)

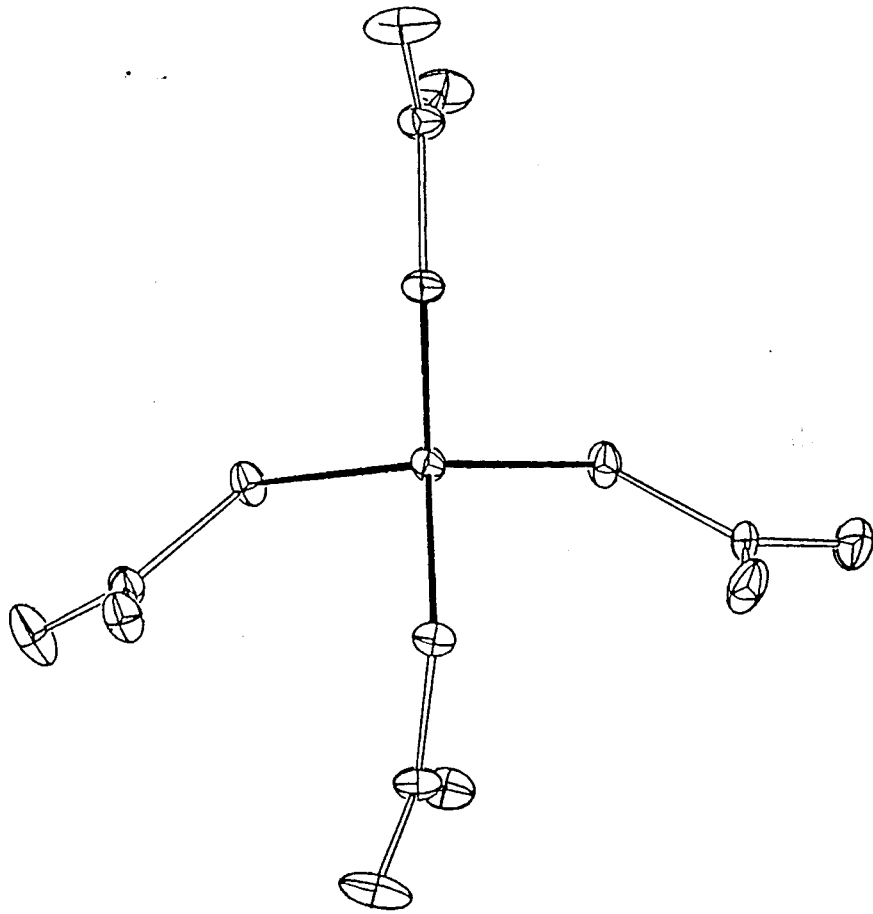
| อะตอม               | มุมพันธะ (องศา) |
|---------------------|-----------------|
| Cu(2)-S(23)-C(23)   | 111.3(3)        |
| S(23)-C(23)-N(231)  | 120.0(7)        |
| S(23)-C(23)-N(232)  | 121.1(6)        |
| N(231)-C(23)-N(232) | 118.8(8)        |
| Cu(2)-S(24)-C(24)   | 104.7(3)        |
| S(24)-C(24)-N(241)  | 121.5(7)        |
| S(24)-C(24)-N(242)  | 118.2(7)        |
| N(241)-C(24)-N(242) | 120.3(8)        |
| F(1)-Si-F(2)        | 179.5(3)        |
| F(1)-Si-F(3)        | 90.3(3)         |
| F(1)-Si-F(4)        | 90.2(3)         |
| F(1)-Si-F(5)        | 90.1(3)         |
| F(1)-Si-F(6)        | 89.5(3)         |
| F(2)-Si-F(3)        | 89.6(3)         |
| F(2)-Si-F(4)        | 90.3(3)         |
| F(2)-Si-F(5)        | 89.4(3)         |
| F(2)-Si-F(6)        | 90.6(3)         |

ตารางที่ 6 (ต่อ)

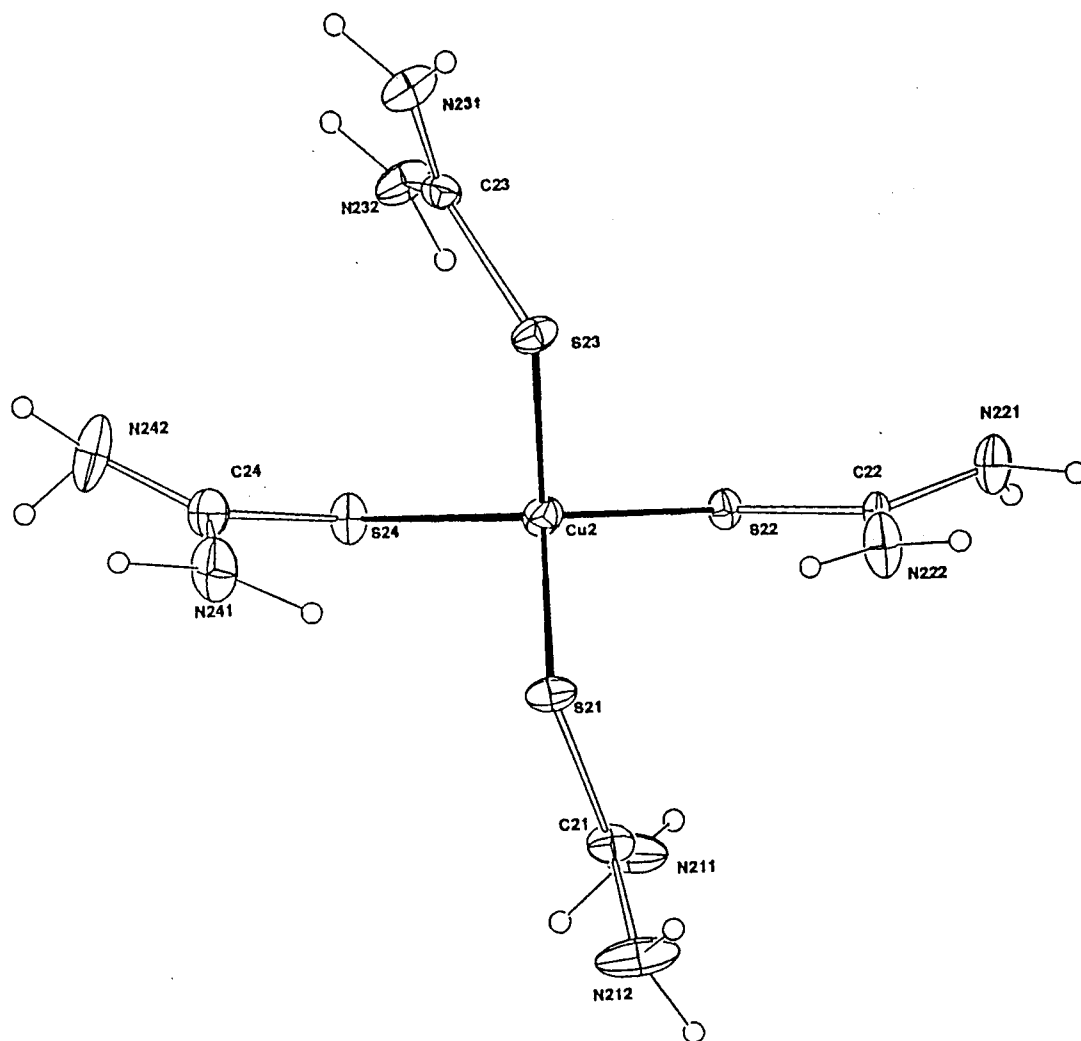
| อะตอม        | มุมพันธะ (องศา) |
|--------------|-----------------|
| F(3)-Si-F(4) | 89.0(4)         |
| F(3)-Si-F(5) | 89.0(4)         |
| F(3)-Si-F(6) | 179.8(4)        |
| F(4)-Si-F(5) | 178.1(4)        |
| F(4)-Si-F(6) | 91.1(5)         |
| F(5)-Si-F(6) | 90.8(5)         |



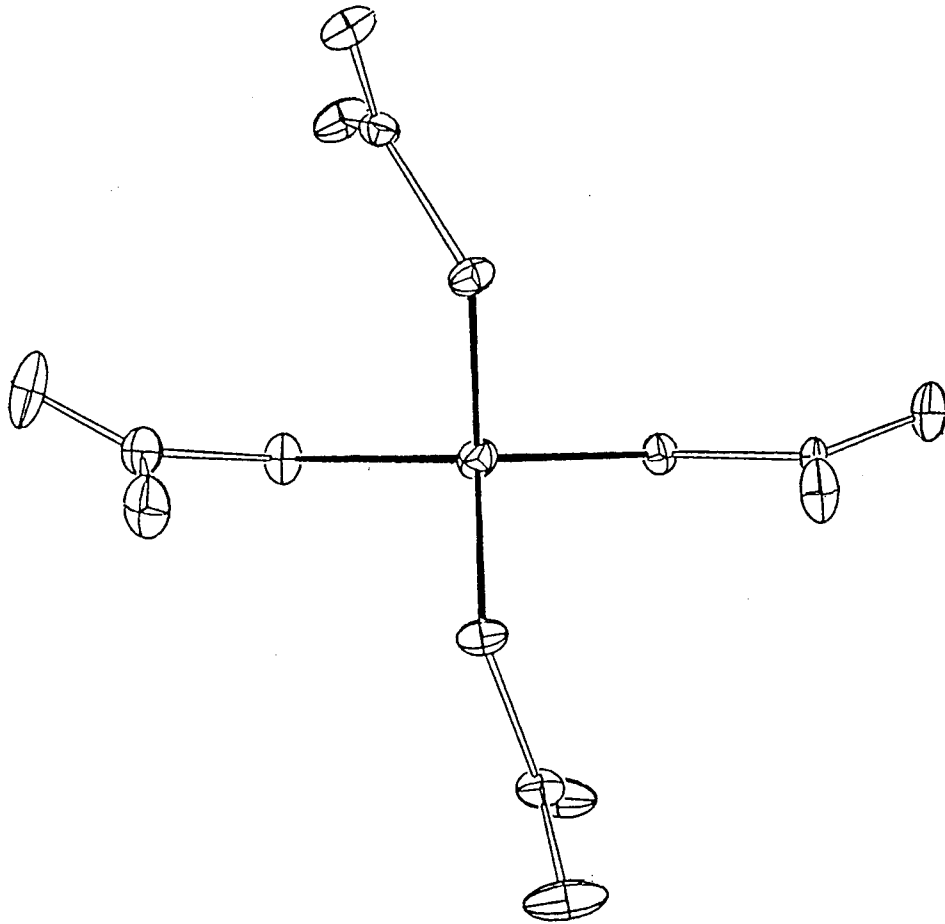
รูปที่ 17 โครงสร้างโมเลกุลเดี่ยวของแคทไอออน  $[Cu(tu)_4]^+$   
 (โมเลกุลที่ 1)



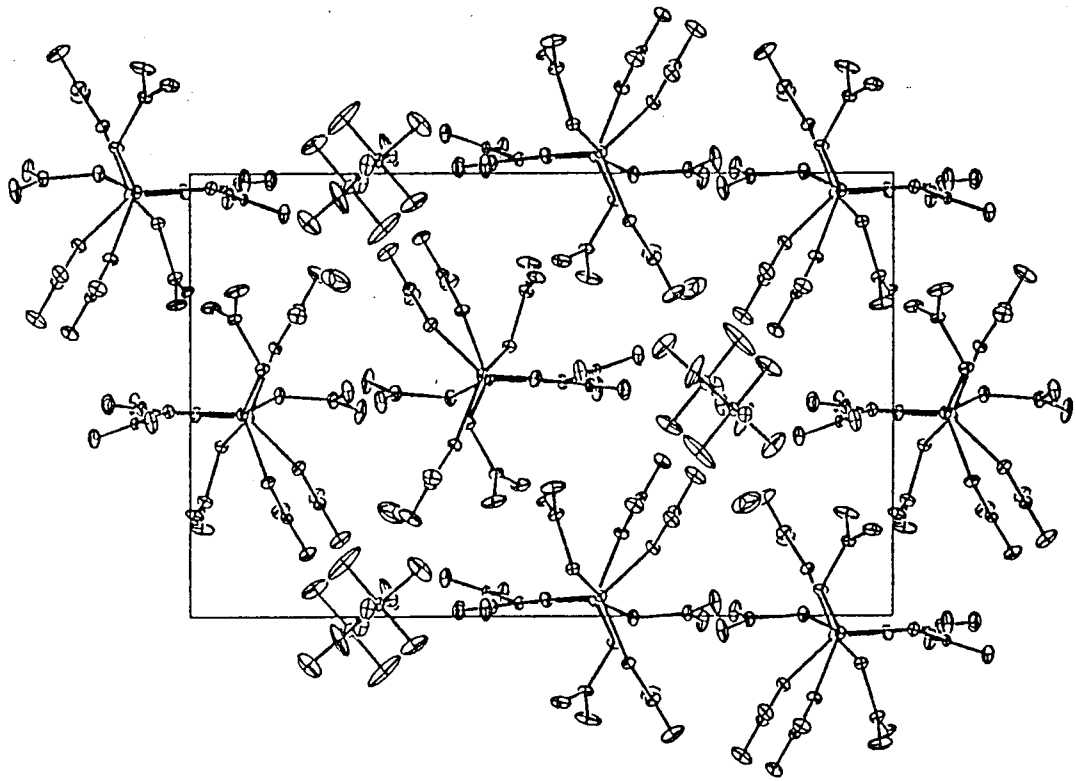
รูปที่ 18 โครงสร้างโมเลกุลเดี่ยวของแคตไอออน  $[\text{Cu}(\text{tn})_4]^+$   
(ไม่รวมอะตอมไฮโดรเจน), (โมเลกุลที่ 1)



รูปที่ 19 โครงสร้างโมเลกุลเดี่ยวของแคทไอออน  $[Cu(tu)_4]^+$   
(โมเลกุลที่ 2)



รูปที่ 20 โครงสร้างโมเลกุลเดี่ยวของแคทไอออน  $[\text{Cu}(\text{tu})_4]^+$   
(ไม่รวมอะตอมไฮโดรเจน), (โมเลกุลที่ 2)



(c-axis)

รูปที่ 21 โครงสร้างโมเลกุลของผลึก  $[\text{Cu}(\text{tu})_4]_2 \text{SiF}_6 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$

ในหนึ่งเซลล์หน่วย (ไม่รวมอะตอมไฮโดรเจน)