



حوزه معاونت پژوهشی و فناوری

گزارش پایانی طرح پژوهشی ۲۲۰۱۸

با عنوان

سنتز و شناسایی کمپلکس آلفا- بنزیل منو اکسیم با آهن (III)

خرداد ماه ۱۳۸۷

مجری : اسماعیل سلیمانی

استادیار دانشکده شیمی

این طرح پژوهشی با استفاده از اعتبارات پژوهشی دانشگاه صنعتی شاهرود

انجام گرفته است. تاریخ مصوبه ریخته‌گری آن

به ترتیب از ۱۳۸۴/۱/۱ و ۱۳۸۷/۷/۷ می باشد.

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

سنتز و شناسایی کمپلکس آلفا- بنزیل منو اکسیم با آهن(III)

چکیده :

از واکنش نمک سدیم آلفا-بنزیل منو اکسیمات با آهن(III) نیترات نه آبه در متانول رسوب زرد رنگی به دست می آید. از آنالیز عنصری رسوب مشخص شده که فرمول ترکیب $Fe(C_{13}H_{11}NO_2)_3$ است. از بررسی طیف مادون قرمز ، طیف های رزونانس مغناطیسی هیدروژن و کربن و همچنین طیف جذبی الکترونی ترکیب مشخص شده که در کمپلکس حاصل لیگاند دو دندان بنزیل منو اکسیمات از طریق اکسیژن گروه کتونی و نیتروژن گروه ایمینی به یون فلزی آهن(III) کوئوردینه شده است و کمپلکس نیز ساختار هشت وجهی با تقارن موثر C_3 دارد. با بررسی طیف الکترونی، انرژی شکافتگی کمپلکس (Δ_0) برابر 22660 cm^{-1} ، پارامتر دافعه بین الکترونی (B) آن برابر 743 cm^{-1} و انرژی پایداری میدان بلوری کمپلکس برابر 2320 cm^{-1} - تخمین زده شده است.

فهرست مطالب

فصل اول کمپلکس‌های بنزیل منو آکسیم	۴
۱-۱- تاریخچه	۴
۱-۲- کارهای پژوهشی انجام گرفته	۴
۱-۳- بخش تجربی	۹
۱-۳-۱- مواد شیمیایی	۹
۱-۳-۲- دستگاه‌ها	۹
۱-۳-۳- آزمایشات سنتزی و خالص‌سازی لیگاند	۹
۱-۳-۳-۱- تهیه بنزوئین	۱۰
۱-۳-۳-۲- تهیه بنزیل از بنزوئین	۱۰
۱-۳-۳-۳- تهیه لیگاند بنزیل منو آکسیم	۱۱
۱-۳-۴- تهیه کمپلکس تریس(بنزیل منو آکسیماتو) آهن(III)	۱۲
۱-۳-۴-۱- روش اول	۱۲
۱-۳-۴-۱- روش دوم	۱۲
۱-۳-۴-۳- تبلور مجدد کمپلکس تریس(بنزیل منو آکسیماتو) آهن(III)	۱۳
فصل دوم بحث و نتیجه‌گیری	۱۴
۱-۲- آنالیز عنصری	۱۵
۲-۲- بررسی طیف‌های $^1\text{H-NMR}$ و ^{13}C	۱۶
۳-۲- بررسی طیف‌های IR	۱۷
۴-۲- بررسی طیف الکترونی	۱۹
۵-۲- نتیجه‌گیری	۲۲
مراجع	۲۳
پیوست (شکل‌ها)	۲۴

فصل اول

کمپلکس‌های بنزیل منو اکسیم

۱-۱- تاریخچه

اولین بار تشوگائف^۱ دی‌متیل‌گلی‌اکسیم را به‌عنوان ترکیبی مناسب جهت اندازه‌گیری نیکل معرفی کرده است [۱]. از آن تاریخ به بعد اکسیم‌های دودندانه زیادی جهت تعیین مقدار یون‌های عناصر واسطه به روش‌های مختلف تجزیه‌ای بکار گرفته شده‌اند. مثلاً اندازه‌گیری مس(II) از طریق کمپلکس آن با بنزوئین‌اکسیم^۲ [۲]، اندازه‌گیری اسپکتروسکوپی جذب اتمی پالادیم و نیکل با نیو‌اکسیم^۳ [۳]، اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری پالادیم و نیکل با بنزیل‌دی‌اکسیم^۴ [۴] و فوریل‌دی‌اکسیم^۵ [۵]، اندازه‌گیری اسپکتروسکوپی جذب اتمی کبالت و مس با اسنافتن‌کینون‌دی‌اکسیم^۶ [۶]، اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری کروم، آهن، کبالت و مس با فنانترن‌کینون‌منو‌اکسیم^۷ [۷] و اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری نیکل با سالیسیل‌آلدو‌اکسیم^۸ [۸].

۱ Tschugaeff

۲ benzoinoxime

۳ nioxime

۴ benzildioxime

۵ furildioxime

۶ acenaphthenequinonedioxime

۷ phenanthrenequinonemonoxime

۸ salicylaloxime

اولین بار بوتامین^۹ و همکارانش خاطر نشان کرده‌اند که آلفا-بنزیل منو اکسیم^{۱۰} می‌تواند استخراج کننده خوبی برای وانادیم ، مولیبدن و تنگستن باشد [۹].

کمپلکس‌هایی از آلفا- بنزیل منو اکسیم با عناصر اصلی سنگین توسط سینگ^{۱۱} و همکارانش تهیه شده که اولاً استرئوشیمی جالبی داشته و ثانیاً کاربرد تجزیه‌ای و بیوشیمیایی خوبی هم دارند [۱۰]. از سوی دیگر اندازه‌گیری مقدار مس (II) و کبالت (II) با استفاده از کمپلکس آن‌ها با آلفا-بنزیل منو اکسیم توسط جبلی^{۱۲} و همکارانش نیز گزارش شده است [۱۱].

تعیین مقدار پالادیم در سنگ معدن به روش پلاروگرافی [۱۲] ، اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری استخراجی رنیم [۱۳] ، اندازه‌گیری مقدار کبالت در علوفه‌های دامی [۱۴] ، اندازه‌گیری و جداسازی پالادیم [۱۵] و اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری کبالت [۱۶] با استفاده از آلفا-بنزیل منو اکسیم هم گزارش شده است. از آنجایی که کمپلکس‌های آلفا- بنزیل منو اکسیم علاوه بر کارایی در اندازه‌گیری یون‌ها و عناصر مختلف به روش‌های تجزیه‌ای؛ قابلیت قارچ‌کشی داشته [۱۷] و همچنین تنظیم کننده رشد گیاهان هستند [۱۸] ؛ مورد توجه ما قرار گرفته‌اند. لذا در ابتدا لازم بود اطلاعاتی در باره کمپلکس‌هایی که با این لیگاند تهیه شده‌اند جمع آوری کنیم.

۱-۲- کارهای پژوهشی انجام گرفته

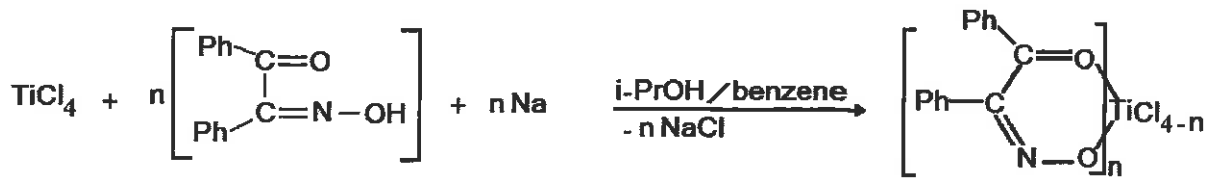
سینگ و همکارانش [۱۹] از واکنش $TiCl_4$ و نمک سدیم آلفا-بنزیل منو اکسیم (مخلوط اکی مولار از ایزوپروپیل‌اکسیدسدیم و بنزیل‌منو اکسیم) با نسبت‌های استوکیومتری معین و رفلکس در مخلوط ایزوپروپیل‌الکل-بنزن کمپلکس‌های بنزیل منو اکسیمات با $Ti(IV)$ تهیه کرده‌اند:

۹ Boutamine

۱۰ α -benzilmonoxime

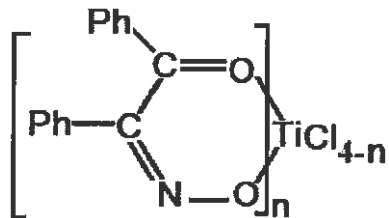
۱۱ Singh

۱۲ Djebli

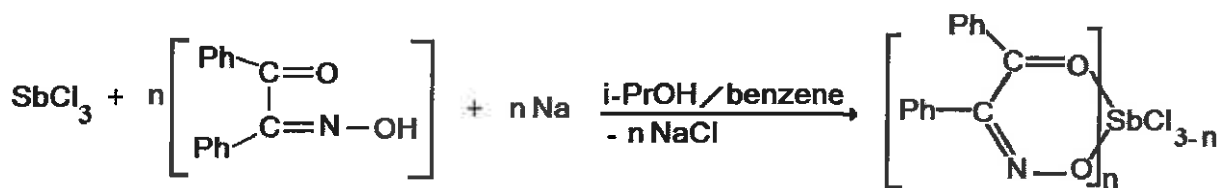


این کمپلکس‌ها شامل $(\text{BMO})_4\text{Ti}$ و $(\text{BMO})_3\text{TiCl}$ ، $(\text{BMO})_2\text{TiCl}_2$ ، $(\text{BMO})\text{TiCl}_3$ بوده که در آن‌ها BMO نشانه آنیون بنزیل‌منو اکسیمات است. همه این کمپلکس‌ها در حلال‌های آلی و کئوردینه شونده مانند دی‌متیل فرماید و دی‌متیل سولفوکسید حل می‌شوند و همچنین مستعد هیدرولیز نیز هستند.

بر اساس نتایج حاصل از طیف IR، ^{13}C & $^1\text{H-NMR}$ کمپلکس‌ها، مشخص شده که آنیون بنزیل‌منو اکسیمات به صورت لیگاند دو دندانه عمل کرده و از طریق اکسیژن گروه ایمینی و اکسیژن گروه کربونیلی به فلز تیتانیوم کئوردینه می‌شوند:

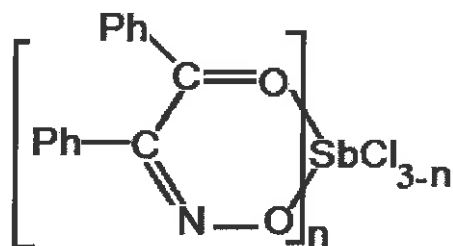


مشتقات آلفا-بنزیل‌منو اکسیمات آنتیموان(III) از واکنش بین SbCl_3 و نمک آلفا-بنزیل‌منو اکسیمات سدیم (مخلوط ایزوپروپانول-بنزیل‌منو اکسیم و آلفا-بنزیل‌منو اکسیم) با نسبت‌های مولی معین و رفلکس در مخلوط ایزوپروپانول-بنزن به دست آمده‌اند [۲۰]:

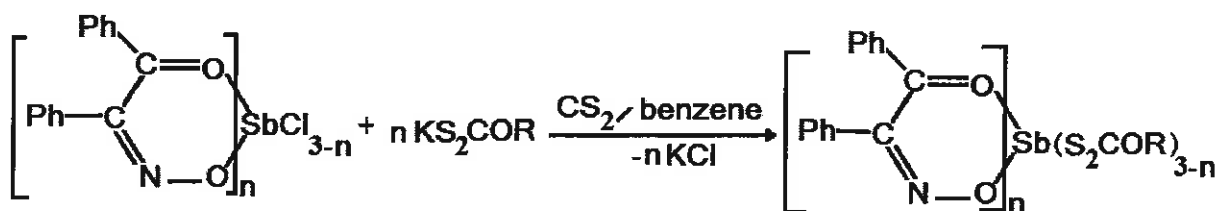


سه کمپلکس $(\text{BMO})\text{SbCl}_2$ ، $(\text{BMO})_2\text{SbCl}$ و $(\text{BMO})_3\text{Sb}$ از این واکنش‌ها حاصل شده‌اند که در آن‌ها BMO نشانه آنیون بنزیل منوآکسیمات است. همگی این کمپلکس‌ها جامد قهوه‌ای رنگ بوده و در حلال‌های آلی مانند بنزن ، کلروفرم ، تتراکلریدکربن و دی‌سولفیدکربن حل می‌شوند. این کمپلکس‌ها نیز مستعد هیدرولیز هستند.

بر اساس داده‌های طیفی IR ، $^1\text{H-NMR}$ و ^{13}C کمپلکس‌ها، مشخص شده که آنیون آلفا-بنزیل منوآکسیمات به صورت لیگاند دو دندانه عمل کرده و از طریق اکسیژن‌های گروه ایمینی و گروه کربونیلی با آنتیموان(III) کوئوردینه شده است:



کمپلکس‌های هالو آلفا-بنزیل منوآکسیمات آنتیموان یعنی $(\text{BMO})\text{SbCl}_2$ و $(\text{BMO})_2\text{SbCl}$ توسط سینگ و همکارانش [۲۱] مجدداً در واکنش با لیگاندهای دیگر مانند دی‌آکیل دی‌تیو کربنات‌های پتاسیم با نسبت استوکیومتری معین شرکت کرده و از رفلاکس مخلوط حاصل در سیستم حلالی بنزن-دی‌سولفیدکربن ، کمپلکس‌های $(\text{BMO})_2\text{Sb}(\text{S}_2\text{COR})$ و $(\text{BMO})\text{Sb}(\text{S}_2\text{COR})_2$ بوجود آمده‌اند. در این کمپلکس‌ها نیز طبق نتایج حاصل از طیف IR ، $^1\text{H-NMR}$ و ^{13}C ؛ علاوه بر لیگاند دو دندانه آلفا-بنزیل منوآکسیمات با اتصال‌های اکسیژنی، دی‌آکیل دی‌تیو کربنات نیز به صورت لیگاند دو دندانه از طریق اتم‌های گوگرد به آنتیموان(III) کوئوردینه شده است:



سرانجام ردی^{۱۳} و همکارش [۲۲] از رفلاکس آلفا-بنزیل منو آکسیم با کلریدهای کبالت (II) و نیکل (II) در حضور سدیم استات و با مس (II) کلرید در حضور سدیم متوکسید، در حلال متانول توانسته‌اند کمپلکس‌های $[Co(BMO)_2]$ ، $[Ni(BMO)_2]$ و $[Cu(BMO)_n]$ را تهیه کنند:



همه این کمپلکس‌ها در آب و الکل نامحلول ولی در کلروفرم، دی‌متیل فرماید و دی‌متیل سولفوکسید بخوبی حل می‌شوند. هدایت مولی محلول آن‌ها در استونیتریل نشان می‌دهد که همگی کمپلکس‌های غیرالکترولیت و خنثی هستند.

بر اساس طیف الکترونی کمپلکس آلفا-بنزیل منو آکسیمات مس (II) در کلروفرم، آن دارای ساختار پلیمری، $[Cu(BMO)_n]$ است. طبق طیف الکترونی، کمپلکس آلفا-بنزیل منو آکسیمات نیکل (II) در کلروفرم، ساختار مسطح مربعی و در حلال دی‌متیل فرماید ساختار هشت وجهی دارد. از طیف IR کمپلکس‌ها مشخص شده است که آنیون آلفا-بنزیل منو آکسیمات به صورت لیگاند دو دندانه نامتقارن عمل کرده و از طریق اتم‌های اکسیژن کتونی و نیتروژن ایمینی به یون‌های فلزی کوئوردینه می‌شود.

در این کار تحقیقاتی از رفلاکس آلفا-بنزیل منو آکسیمات با نیترات آهن (III) نه آبه در متانول، کمپلکس آلفا-بنزیل منو آکسیمات آهن (III) تهیه شده است. این کمپلکس با استفاده از تجزیه آنالیز عنصری و طیف‌سنجی‌های مادون قرمز، رزونانس مغناطیسی هسته‌ای هیدروژن و کربن و طیف الکترونی مورد شناسایی قرار گرفته است.

۱-۳- بخش تجربی

۱-۳-۱- مواد شیمیایی

مواد شیمیایی مورد استفاده در این پروژه تحقیقاتی عبارتند از:

بنزالدهید ، سدیم سیانید ، اسید نیتریک غلیظ ، هیدروکسیل آمین کلراید، سدیم فلزی ، سدیم استات ، آهن(III) نیترات نه آبه ، اتانول ، متانول ، کلروفرم، تتراکلریدکربن ، دی‌متیل فرماید ، دی‌متیل سولفوکسید و سود سوزآور که از شرکت‌های سازنده معتبر مانند Aldrich ، Fluka و Merk خریداری شده‌اند.

۱-۳-۲- دستگاه‌ها

دستگاه‌هایی که در اندازه‌گیری نمونه‌ها و طیف‌سنجی در این پروژه تحقیقاتی بکار گرفته شده‌اند:

آنالیز عنصری با دستگاه ۱۱۰۸ elemental Analyzer Heraeus Carlo Erba ، طیف‌های رزونانس مغناطیسی هسته‌ای هیدروژن و کربن ۱۳ (^{13}C & $^1\text{H-NMR}$) با دستگاه Bruker AV۳۰۰ NMR Spectrometer ، طیف‌های مادون قرمز به وسیله Perkin-Elmer Spectrometer با قرص‌های KBr ، نقطه ذوب به وسیله دستگاه Gallen Kamp و طیف‌های جذبی الکترونی به وسیله دستگاه Shimadzu UV-۱۶۰ Spectrophotometer انجام گرفته است.

۱-۳-۳- آزمایشهای سنتزی و خالص‌سازی لیگاند

لیگاند بنزیل منو اکسیم خود بعد از سه مرحله طبق واکنش‌های زیر تهیه شده است: ابتدا از واکنش بنزالدهید با سدیم سیانید در حلال اتانول، بنزوئین تهیه می‌شود. سپس از اکسایش بنزوئین به وسیله اسید

نیتریک، بنزیل به دست می‌آید. سرانجام از اندرکنش بنزیل با هیدروکسیل آمین کلراید در محیط قلیایی، لیگاند بنزیل منو اکسیم حاصل می‌شود [۲۳].

۱-۳-۳-۱- تهیه بنزوئین

۲۵ میلی‌لیتر الکل به یک بالن ۲۵۰ میلی‌لیتری افزوده شده و به آن ۲۰ میلی‌لیتر بنزالدهید مایع نیز اضافه می‌شود. سپس ۲ گرم سدیم سیانید که در ۲۰ میلی‌لیتر آب حل شده به محلول قبلی اضافه می‌شود که به دنبال آن محلول نارنجی رنگی به دست می‌آید. بالن به مبرد سردکننده وصل شده و محتویات آن طی ۲ ساعت به وسیله حرارت تحت رفلاکس قرار می‌گیرد.

بعد محتویات بالن به یک بشر منتقل شده و طی ۳۰ دقیقه در ظرف آب و یخ قرار داده می‌شود تا محصول ته‌نشین شود. رسوب به وسیله قیف بوختر از محلول جدا شده و ۲ بار و هر بار با ۱۰ میلی‌لیتر آب سرد شستشو داده می‌شود. سپس رسوب خشک شده جهت آزمایش مرحله بعد به ظرف نمونه منتقل می‌شود. بهره عمل ۹۳٪ بوده و نقطه ذوب بنزوئین حاصل نیز ۱۳۴/۱ درجه سانتی‌گراد است.

۱-۳-۳-۲- تهیه بنزیل از بنزوئین

۱۰ گرم بنزوئین حاصل از مرحله قبل در یک بالن ۲۵۰ میلی‌لیتری قرار گرفته و به آن ۵۰ میلی‌لیتر اسید نیتریک غلیظ اضافه می‌شود. مخلوط حاصل در ظرف آب گرم به وسیله هیتر مجهز به مگنت حرارت داده می‌شود. به محض این که دمای ظرف واکنش به ۸۰ درجه سانتی‌گراد برسد، بخارات قرمز رنگی از بالن خارج می‌شود. ظرف آب گرم در دمای ۸۵ الی ۹۰ درجه سانتی‌گراد طی ۹۰ دقیقه قرار داده می‌شود.

سپس مخلوط واکنش به بشر حاوی ۲۰۰ میلی‌لیتر آب سرد منتقل می‌شود. بعد از ۳۰ دقیقه ذرات جامد زرد رنگی به دست می‌آیند که این ذرات به کمک قیف بوختر از محلول جدا می‌شوند. رسوب ۲ بار و هر بار با ۲۰ میلی‌لیتر اتانول داغ در یک بشر حل می‌شود. محلول حاصل طی ۲ روز به حال خود رها

می‌شود. سرانجام ۸ گرم بلورهای خالص بنزیل به دست می‌آیند. بهره عمل ۸۱٪ و نقطه ذوب بنزیل حاصل نیز ۹۴ درجه سانتی‌گراد است.

۱-۳-۳-۳- تهیه لیگاند بنزیل منو اکسیم

۱۵ گرم بنزیل خالص شده از مرحله قبل در یک هاون به کمک مقدار کمی اتانول به صورت خمیر درمی‌آید. همچنین ۶ گرم هیدروکسیل آمین کلراید در یک بشر کوچک با حداقل آب حل می‌شود. علاوه بر این ۱۰ گرم سود با ۵ میلی‌لیتر آب در ظرف دیگری حل می‌شود. آنگاه خمیر بنزیل در یک بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری قرار گرفته و بر روی آن محلول هیدروکسیل آمین کلراید افزوده می‌شود. سپس این مخلوط در یک ظرف آب و یخ طی ۱۰ دقیقه تا دمای ۵- سانتیگراد قرار داده می‌شود. سپس ۵۰ میلی‌لیتر محلول سود غلیظ قطره قطره به آن اضافه می‌شود. مخلوط حاصل طی ۹۰ دقیقه در داخل ظرف آب گرم حرارت داده می‌شود. سپس ۳۰ میلی‌لیتر آب سرد به آن اضافه می‌شود تا بنزیل واکنش نداده رسوب کند. این رسوب‌ها با عبور دادن مخلوط از کاغذ صافی بر روی قیف شیشه‌ای از محلول قرمز رنگ جدا می‌شوند. با ریختن ۱۰ میلی‌لیتر اسید استیک بر محلول قرمز رنگ، لیگاند بنزیل منو اکسیم تشکیل می‌شود (باید دقت کرد که مقدار اضافی اسید استیک افزوده نشود) زیرا باعث حل شدن محصول و تخریب آن شده و فرایند تشکیل بنزیل منو اکسیم برگشت ناپذیر می‌گردد.

بعد از ۳۰ دقیقه رسوب‌های حاصل به وسیله قیف بوختر از محلول جدا می‌شوند. سرانجام ۱۰ گرم از این رسوب در حداقل مخلوط آب و اتانول داغ (۶۰٪) حل شده و بعد از رها کردن آن طی ۳ روز ۵/۵ گرم بنزیل منو اکسیم خالص به دست می‌آید. بهره عمل ۶۲٪ و نقطه ذوب آن ۱۳۹ درجه سانتی‌گراد است.

۱-۳-۴- تهیه کمپلکس تریس (بنزیل منو آکسیماتو) آهن (III)

دو مسیر برای تهیه کمپلکس تریس (بنزیل منو آکسیماتو) آهن (III) بکار گرفته شده است:

۱-۳-۴-۱- روش اول

۱/۱۲۵ گرم بنزیل منو آکسیم (۵ میلی مول) در یک بالن ۱۰۰ میلی لیتری به وسیله ۳۰ میلی لیتر متانول داغ حل می شود. در ظرف دیگری ۰/۶۷۵ گرم (۱/۶۷ میلی مول) آهن (III) نیترات نه آبه نیز در حداقل متانول داغ حل شده و بر روی محلول قبلی اضافه می شود. سپس بالن در ظرف آب گرم طی ۴۵ دقیقه تحت رفلاکس حرارت داده می شود. بعد به آن ۰/۶۰ گرم سدیم استات اضافه شده و مجدداً ۹۰ دقیقه تحت رفلاکس حرارت داده می شود. با افزودن سدیم استات ، رنگ محلول تغییر می یابد. محلول حاصل به ظرف آب و یخ منتقل شده و بعد از ۳۰ دقیقه رسوب های زرد رنگ تشکیل می شوند که به وسیله قیف بوختر از محلول جدا می شوند. رسوب ها با ۱۰ میلی لیتر آب گرم و ۱۰ میلی لیتر اتانول شستشو داده می شوند. رسوب ها بعد از خشک شدن به ظرف نمونه جهت آنالیز عنصری و سایر بررسی های طیف سنجی منتقل می شوند. نقطه ذوب ماده حاصل ۱۸۳ درجه سانتی گراد بوده و بهره عمل ۸۳٪ است.

۱-۳-۴-۲- روش دوم

۰/۱۳۸ گرم (۶ میلی مول) سدیم فلزی در ۵ میلی لیتر متانول حل شده و به یک بالن ۱۰۰ میلی لیتری منتقل می شود. در ظرف دیگری ۱/۳۵ گرم (۶ میلی مول) لیگاند بنزیل منو آکسیم در ۲۵ میلی لیتر متانول داغ حل شده و به بالن قبلی اضافه می شود. سپس لوله شیشه ای سرد کننده به بالن وصل شده و در ظرف آب گرم طی یک ساعت تحت رفلاکس حرارت داده که به دنبال آن محلول زرد لیمویی حاصل می شود. ۰/۸۰۸ گرم (۲ میلی مول) آهن (III) نیترات نه آبه نیز در ۱۰ میلی لیتر متانول داغ حل

شده و بر روی محلول قبلی افزوده می‌شود. مخلوط حاصل طی ۲ ساعت در ظرف آب گرم تحت رفلاکس حرارت داده می‌شود. سپس محلول حاصل ۳۰ دقیقه در ظرف آب و یخ قرار داده می‌شود که به دنبال آن رسوب‌های زرد کم رنگ ته‌نشین می‌شوند. این رسوب‌ها به وسیله قیف بوختر از محلول جدا می‌شوند. رسوب‌ها با ۱۰ میلی‌لیتر آب گرم و ۱۰ میلی‌لیتر اتانول شستشو داده می‌شوند. رسوب‌ها بعد از خشک شدن به ظرف نمونه منتقل می‌شوند. نقطه ذوب ماده حاصل ۱۸۳ درجه سانتیگراد بوده و بهره عمل ۹۲٪ است.

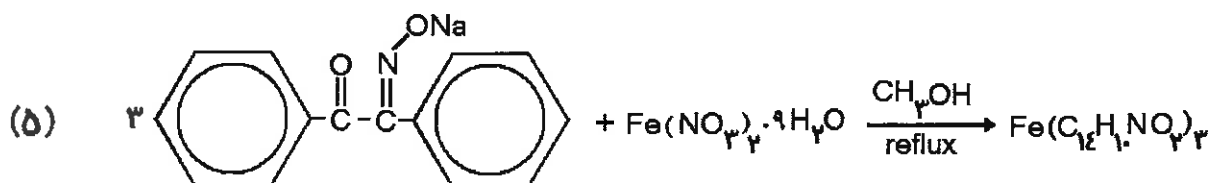
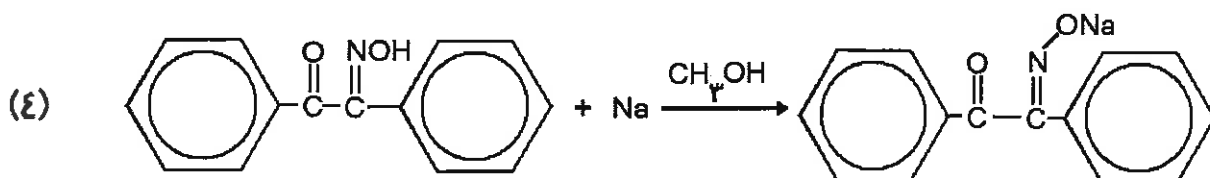
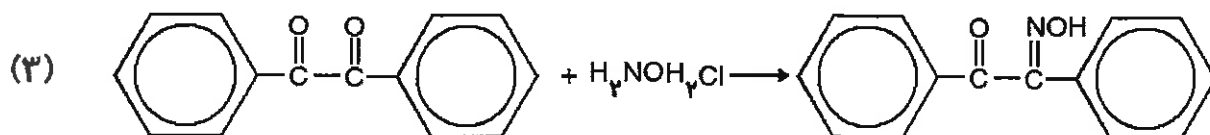
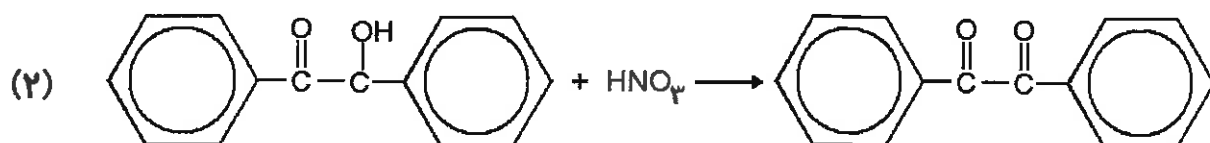
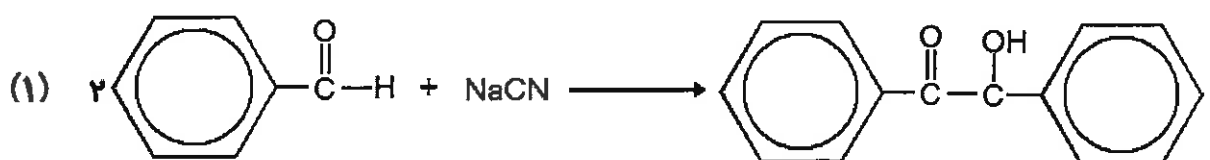
۱-۳-۴-۳- تبلور مجدد کمپلکس تریس(بنزیل منو اکسیماتو) آهن(III)

رسوب ابتدا در حداقل دی‌متیل فرماید حل شده و سپس به آن قطره قطره اتانول اضافه می‌گردد. به محض ایجاد کدری در محلول از ریختن اتانول جلوگیری می‌شود. محلول حاصل طی ۴ روز به حال خود رها شده که سرانجام بلورهای زرد رنگ پریده تشکیل می‌شوند. بلورها با عمل دکانتیو از محلول جدا شده و بعد از خشک شدن جهت انجام آنالیز عنصری و بررسی‌های طیفی و همچنین پرتونگاری ایکس به ظرف نمونه منتقل می‌شوند. نقطه ذوب بلور ۱۹۷ درجه سانتی‌گراد است.

فصل دوم

بحث و نتیجه گیری

همان طوری که در بخش تجربی اشاره شد طی سه مرحله لیگاند بنزیل منو آکسیم تهیه می‌شود [۲۳]. ابتدا از واکنش بنزالدهید با سدیم سیانید، بنزوئین به دست می‌آید (معادله ۱). سپس بنزوئین در واکنش با اسیدنیتریک غلیظ به بنزیل تبدیل می‌شود (معادله ۲) و در مرحله آخر از واکنش بنزیل با هیدروکسیل آمین کلراید، لیگاند بنزیل منو آکسیم تهیه می‌شود (معادله ۳). در تهیه کمپلکس ابتدا در اثر افزودن فلز سدیم به بنزیل منو آکسیم در متانول، آنیون بنزیل منو آکسیمات به دست می‌آید (معادله ۴)، که در مرحله بعد با افزودن نمک آهن (III) نیترات نه آبه در متانول به آن کمپلکس تریس (بنزیل منو آکسیماتو) آهن (III) به دست می‌آید (معادله ۵):



۲-۱- آنالیز عنصری

آنالیز عنصری لیگاند بنزیل منو آکسیم تهیه شده نشان می‌دهد که ۷۴/۱۱ درصد آن عنصر کربن ، ۴/۵۶ درصد هیدروژن و ۶/۸۳ درصد نیتروژن است. با معلوم بودن درصد عناصر کربن ، هیدروژن و نیتروژن درصد اکسیژن لیگاند ۱۴/۵۰ محاسبه می‌شود (جدول ۱-۲).

آنالیز عنصری کمپلکس حاصل نشان می‌دهد که ۶۹/۵۳ درصد آن عنصر کربن ، ۴/۱۶ درصد هیدروژن و ۵/۸۳ درصد نیتروژن است. جهت اندازه‌گیری آهن ، ابتدا کمپلکس با حل شدن در محلول قلیایی سود تخریب شده و رسوب $Fe(OH)_3$ حاصل می‌شود. در مرحله بعد با افزایش اسید کلریدریک به این رسوب، محلول حاوی یون‌های آهن حاصل می‌شود که با اندازه‌گیری جذب این محلول به وسیله دستگاه جذب اتمی، مقدار آهن آن محاسبه می‌شود. نتایج آزمایشگاهی نشان می‌دهد که ۷/۷۵ درصد این کمپلکس، عنصر آهن است. با معلوم بودن درصد عناصر کربن ، هیدروژن ، نیتروژن و آهن، درصد اکسیژن کمپلکس ۱۲/۷۳ محاسبه می‌شود. به این ترتیب با معلوم بودن درصد عناصر کربن ، هیدروژن ، نیتروژن ، آهن و اکسیژن (جدول ۱-۲)، فرمول تجربی کمپلکس $Fe(C_{14}H_{11}NO)_3$ پیشنهاد می‌شود.

جدول ۱-۲ درصد عناصر مربوط به لیگاند بنزیل منو آکسیم و کمپلکس تریس(بنزیل منو آکسیماتو) آهن(III)					
درصد عناصر	C%	H%	N%	O%	Fe%
لیگاند بنزیل منو آکسیم	۷۴/۱۱	۴/۵۶	۶/۸۳	۱۴/۵۰	
	(۷۴/۶۶)	(۴/۸۱)	(۶/۲۵)	(۱۴/۲۸)	
کمپلکس تریس(بنزیل منو آکسیماتو) آهن(III)	۶۹/۵۳	۴/۱۶	۵/۸۳	۱۲/۷۳	۷/۷۵
	(۶۹/۲۵)	(۴/۱۲)	(۵/۷۷)	(۱۳/۱۹)	(۷/۶۷)
محاسبه درصد عناصر در داخل پرانتز مربوط به فرمول مولکولی لیگاند و کمپلکس است.					

۲-۲- بررسی طیف‌های $^1\text{H-NMR}$ و ^{13}C

طبق طیف رزونانس مغناطیسی هیدروژن بنزیل منو اکسیم (شکل ۲-۱) و جدول ۲-۲ یک پیک چند تایی در ناحیه ppm ۷/۱۵ الی ppm ۷/۸۰ مربوط به پروتون‌های حلقه فنیلی و یک پیک منفرد (یکتایی) در ناحیه ppm ۱۰/۲۰ مربوط به پروتون هیدروکسیل گروه اکسیم نشان می‌دهد. طیف رزونانس مغناطیسی هیدروژن کمپلکس تریس (بنزیل منو اکسیماتو) آهن(III) پیک مربوط به هیدروکسیل گروه اکسیم را نشان نمی‌دهد (شکل ۲-۲). این رفتار نشان دهنده حضور بنزیل منو اکسیمات به صورت لیگاند آنیونی در کمپلکس است. یعنی پروتون گروه اکسیم در کمپلکس وجود ندارد.

جدول ۲-۲ نوارهای جذبی طیف های رزونانس مغناطیسی هیدروژن لیگاند بنزیل منو اکسیم و کمپلکس تریس (بنزیل منو اکسیماتو) آهن(III)		
نوع هیدروژن	هیدروژن های حلقه فنیلی	هیدروژن گروه هیدروکسیل اکسیم
لیگاند بنزیل منو اکسیم	۷/۱۵ - ۷/۸۰ ppm	۱۰/۲۰ ppm
کمپلکس تریس (بنزیل منو اکسیماتو) آهن(III)	۷/۱۰ - ۷/۸۵ ppm	

طبق طیف رزونانس مغناطیسی ایزوتوپ کربن ^{13}C بنزیل منو اکسیم (شکل ۳-۲) و جدول ۳-۲ پیک هایی در نواحی ppm ۱۲۸ ، ppm ۱۳۰ ، ppm ۱۳۳ ، ppm ۱۳۹ ، ppm ۱۹۸ و ppm ۲۰۱ نشان می‌دهد که به ترتیب مربوط به کربن‌های C_2 ، C_6 و C_3 ، C_4 ، C_5 و C_1 ، $\text{C}=\text{O}$ و $\text{C}=\text{N}$ طبق شکل ۴-۲ در لیگاند بنزیل منو اکسیم است:

جدول ۲-۳ نوارهای جذبی طیف های رزونانس مغناطیسی کربن لیگاند بنزیل منوآکسیم و کمپلکس تریس(بنزیل منوآکسیماتو) آهن(III) بر حسب ppm						
نوع اتم کربن	C _۶ و C _۲	C _۵ و C _۳	C _۴	C _۱	C=O	C=N
لیگاند بنزیل منوآکسیم	۱۲۸	۱۳۰	۱۳۳	۱۳۹	۱۹۸	۲۰۱
کمپلکس تریس(بنزیل منوآکسیماتو) آهن(III)	۱۲۸	۱۳۰	۱۳۳	۱۳۹	۱۵۴	۱۶۰

در طیف رزونانس مغناطیسی ایزوتوپ کربن ۱۳ کمپلکس تریس(بنزیل منو آکسیماتو) آهن(III) (شکل ۲-۵) پیک‌های مربوط به کربن‌های حلقه فنیلی در همان نواحی لیگاند مشاهده شده‌اند اما پیک‌های مربوط به کربن‌های C=O و C=N در میدان پایین‌تر به ترتیب در نواحی ۱۵۴ ppm و ۱۶۰ ppm ظاهر شده‌اند. این رفتار نشان دهنده برهمکنش اتم‌های اکسیژن گروه کربونیل و نیتروژن گروه ایمینی به اتم مرکزی در تشکیل کمپلکس است که باعث حفاظت کمتر کربن‌های متصل شده به آن می‌گردد که در میدان‌های پایین‌تری رزونانس می‌کنند.

۲-۳- بررسی طیف‌های IR

طبق طیف مادون قرمز بنزیل منو آکسیم (شکل ۲-۶) و جدول ۲-۴ یک نوار جذبی در ناحیه انرژی 3450 cm^{-1} ، نشان می‌دهد که مربوط به فرکانس کششی $\nu(\text{O-H})$ گروه آکسیم در لیگاند بنزیل منو آکسیم است. این نوار جذبی در طیف مادون قرمز کمپلکس تریس (بنزیل منو آکسیماتو) آهن(III) (شکل ۲-۷) مشاهده نمی‌شود که مشخص کننده عدم پیوند O-H در کمپلکس یا جدا شدن پروتون از گروه آکسیم در هنگام اتصال به یون آهن (III) است.

جدول ۲-۴ نوارهای جذبی طیف های مادون قرمز لیگاند بنزیل منواکسیم و کمپلکس تریس(بنزیل منواکسیماتو)آهن(III) بر حسب cm^{-1}						
شیوه های ارتعاشی	$\nu(\text{O-H})$	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{C=N})$	$\nu(\text{N-O})$	$\nu(\text{Fe-O})$	$\nu(\text{Fe-N})$
لیگاند بنزیل منو اکسیم	۳۴۵۰	۱۶۵۰	۱۵۸۰	۱۲۲۰	-	-
کمپلکس تریس(بنزیل منواکسیماتو) آهن(III)	-	۱۵۵۰	۱۴۶۰	۱۲۲۲	۵۷۰	۶۸۰

نوارهای انرژی 1650 cm^{-1} و 1580 cm^{-1} در طیف مادون قرمز لیگاند بنزیل منو اکسیم به ترتیب مربوط به فرکانس های کششی گروه کربونیلی $\nu(\text{C=O})$ و گروه ایمینی $\nu(\text{C=N})$ است. اما این نوارهای انرژی در طیف مادون قرمز کمپلکس تریس (بنزیل منو اکسیماتو) آهن(III) به ترتیب در نواحی 1550 cm^{-1} و 1460 cm^{-1} مشاهده می شوند. کاهش انرژی در شیوه های ارتعاشی گروه کربونیلی $\nu(\text{C=O})$ و گروه ایمینی $\nu(\text{C=N})$ در کمپلکس نسبت به لیگاند نشان دهنده کوئوردینه شدن از سمت اتم اکسیژن گروه کربونیلی و اتم نیتروژن گروه ایمینی با یون آهن (III) است.

نوارهای انرژی 570 cm^{-1} و 680 cm^{-1} در طیف مادون قرمز کمپلکس تریس (بنزیل منو اکسیماتو) آهن(III) به ترتیب مربوط به فرکانس های کششی $\nu(\text{Fe-O})$ و $\nu(\text{Fe-N})$ است که به واسطه اتصال از طریق اتم های اکسیژن گروه کربونیلی و نیتروژن گروه ایمینی با یون آهن (III) به وجود آمده است. نوار جذبی 1220 cm^{-1} در طیف مادون قرمز لیگاند که بدون تغییر در طیف کمپلکس نیز مشاهده می شود مربوط به فرکانس کششی پیوند $\nu(\text{N-O})$ است.

۲-۴- بررسی طیف الکترونی

طیف الکترونی لیگاند بنزیل منو آکسیم در حلال دی متیل فرماید ، یک نوار جذبی در طول موج ۳۰۵ nm از خود نشان می‌دهد که ضریب جذب مولی آن $1080 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ است (شکل ۲-۸). این نوار جذبی به جهش الکترونی $\pi \rightarrow \pi^*$ در لیگاند مربوط می‌باشد که به خاطر پیروی از قاعده لاپورت از شدت بالایی برخوردار است.

طیف الکترونی کمپلکس تریس(بنزیل منو آکسیماتو)آهن(III) در حلال دی متیل فرماید ۴ نوار جذبی در طول موج‌های ۳۰۵ nm ، ۳۸۰ nm ، ۴۲۸ nm و ۵۱۶ nm از خود نشان می‌دهد (شکل ۲-۹). طبق جدول ۲-۵ نوار جذبی ۳۰۵ nm مربوط به جهش الکترونی $\pi \rightarrow \pi^*$ در لیگاند است که مجدداً در کمپلکس نیز به خاطر حضور لیگاند مشاهده شده است. ضریب جذب مولی نوار ۳۸۰ nm برابر $1000 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ و از آن نوارهای ۴۲۸ nm و ۵۱۶ nm به ترتیب $95 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ و $140 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ است. این دو نوار آخری با توجه به ضریب جذب مولی مربوط به جهش‌های میدان لیگاندی یا $d \rightarrow d$ می‌باشند. اتم مرکزی کمپلکس، یون آهن(III) با آرایش d^5 است. برای کمپلکس‌های هشت وجهی با آرایش d^5 پراسپین اتم مرکزی نوارهای جهش $d \rightarrow d$ مجاز وجود ندارد لذا وجود دو نوار جذبی $d \rightarrow d$ در کمپلکس نشان دهنده آن است که ترکیب تریس(بنزیل منو آکسیماتو)آهن(III) یک کمپلکس d^5 کم اسپین با آرایش اوربیتالی ${}^5T_{2g}$ است. با توجه به نمودار تانابه سوگانو آرایش d^5 کم اسپین (شکل ۲-۱۰) ترم جزئی حالت پایه ${}^5T_{2g}$ است.

جدول ۲-۵ نوارهای جذبی الکترونی کمپلکس تریس(بنزیل منوآکسیماتو)آهن(III)				
نوار جذبی / nm	۳۰۵	۳۸۰	۴۲۸	۵۱۶
عدد موجی / cm^{-1}	۳۲۷۹۰	۲۶۳۲۰	۲۳۳۶۰	۱۹۳۸۰
ضریب جذب مولی / $\text{M}^{-1}\text{cm}^{-1}$	۸۸۰	۱۰۰۰	۹۵	۱۴۰
نوع جهش	انتقال بار درون لیگاندی $\pi \rightarrow \pi^*$	انتقال بار لیگاند به فلز $\pi_L \rightarrow eg^*_M$	${}^5T_{2g} \rightarrow {}^5E_g$	${}^5T_{2g} \rightarrow {}^5A_{1g}, {}^5T_{1g}$

بنابر این نوارهای جذبی ۵۱۶ nm (19380 cm^{-1}) و ۴۲۸ nm (23360 cm^{-1}) به ترتیب مربوط به جهش‌های میدان لیگاندی ${}^2T_{1g} \rightarrow {}^2A_{1g}$ ، ${}^2T_{1g} \rightarrow {}^2E_g$ و ${}^2T_{1g} \rightarrow {}^2E_g$ می‌باشند. ترم‌های جزئی حالت‌های برانگیخته ${}^2A_{1g}$ و ${}^2T_{1g}$ هم انرژی هستند. لذا یک نوار جذبی برای آن دو مشاهده می‌شود نه دو نوار جذبی. نسبت انرژی‌های جهش دوم به جهش اول یعنی 23360 cm^{-1} به 19380 cm^{-1} برابر $1/2$ به دست می‌آید. این نسبت انرژی بر روی نمودار تانابه سوگانو آرایش d^5 کم اسپین (شکل ۲-۱۰) بر روی نقطه Δ_0/B برابر $30/5$ مطابقت می‌کند:

$$v_2 \div v_1 = 23360 \text{ cm}^{-1} \div 19380 \text{ cm}^{-1} = 1,2 \quad \Delta_0 \div B = 30,5$$

با ترسیم خط موازی محور E/B از نقطه مناسب $\Delta_0/B = 30/5$ در شکل ۲-۱۰ منحنی ترم جزئی حالت‌های برانگیخته ${}^2A_{1g}$ و 2E_g را به ترتیب در نقاط a و b قطع می‌کند. سپس از این نقاط تلاقی a و b خطوطی به موازات محور افق ترسیم شود، محور E/B را به ترتیب در نقاط ۲۶ و $31/5$ قطع می‌کند. آنگاه دافعه بین الکترونی کمپلکس، B برابر 743 cm^{-1} و انرژی شکافتگی کمپلکس، Δ_0 برابر 22660 cm^{-1} تخمین زده می‌شود:

$$E_1 ({}^2A_{1g}) : E_1/B = 26 \Rightarrow B = E_1/26 = 19380 \text{ cm}^{-1} / 26 = 745 \text{ cm}^{-1}$$

$$E_2 ({}^2E_g) : E_2/B = 31,5 \Rightarrow B = E_2/31,5 = 23360 \text{ cm}^{-1} / 31,5 = 741 \text{ cm}^{-1}$$

$$B = (745 \text{ cm}^{-1} + 741 \text{ cm}^{-1}) / 2 = 743 \text{ cm}^{-1}$$

$$\Delta_0/B = 30,5 \Rightarrow \Delta_0 = 30,5 B = 30,5 (743 \text{ cm}^{-1}) = 22660 \text{ cm}^{-1}$$

انرژی جهش سوم میدان لیگاندی یعنی ${}^2T_{1g} \rightarrow {}^2A_{1g}$ که در طیف الکترونی کمپلکس مشاهده نشده است طبق نمودار تانابه سوگانو آرایش d^5 کم اسپین برابر 31950 cm^{-1} تخمین زده می‌شود:

با ترسیم خط موازی محور E/B از نقطه مناسب $\Delta_0/B = 30/5$ در شکل ۲-۱۰ منحنی ترم جزئی حالت برانگیخته 2A_1g را در نقاط c قطع می‌کند و سپس ترسیم خط موازی محور E/B از این نقطه تلاقی c، محور Δ_0/B را در نقطه ۴۳ قطع می‌کند:

$$E_r ({}^2A_1g) : E_r/B = 43 \Rightarrow E_r = 43B = 43(743 \text{ cm}^{-1}) = 31950 \text{ cm}^{-1}$$

با توجه به آرایش اوربیتالی $(t_2g)^5$ کمپلکس به خاطر کم اسپین بودن آن و انرژی جفت شدگی برابر 21500 cm^{-1} [۲۴] برای یون آهن(III) آزاد انرژی پایداری کمپلکس برابر 2320 cm^{-1} تخمین زده می‌شود:

$$\Delta_0 = 10 Dq = 22660 \text{ cm}^{-1} \Rightarrow Dq = 2266 \text{ cm}^{-1} \quad P = 21500 \text{ cm}^{-1}$$

$$LFSE = (5 \times -4Dq) + 2P = -20Dq + 2P$$

$$LFSE = -20(2266 \text{ cm}^{-1}) + 2(21500 \text{ cm}^{-1}) = -2320 \text{ cm}^{-1}$$

از طرفی با توجه به دافعه بین الکترونی کمپلکس، 743 cm^{-1} و دافعه بین الکترونی یون آزاد آهن(III) برابر 1100 cm^{-1} [۲۵]، پارامتر نفلوکس آن 0.675 تخمین زده می‌شود:

$$\beta = B / B_0 = 743 \text{ cm}^{-1} / 1100 \text{ cm}^{-1} = 0.675$$

نوار جذبی در 380 nm (26320 cm^{-1}) با ضریب جذب مولی $1000 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ مربوط به جهش انتقال بار از اوربیتال π پر لیگاند بنزیل منو اکسیم به اوربیتال خالی eg^* یون فلزی آهن(III) می‌باشد که به خاطر پیروی از قاعده لاپورت از شدت بالایی برخوردار است.

طیف الکترونی کمپلکس تریس (بنزیل منو اکسیماتو) آهن(III) نشان می‌دهد که آن ساختار هشت وجهی با تقارن موثر C_3 دارد. با توجه به عدد کثوردیناسیون ۶ در صورتی که ساختار منشور مثلثی برای آن فرض شود، به خاطر نداشتن مرکز تقارن در این ساختار ضریب جذب مولی نوارهای $d \rightarrow d$ بایستی بیش از

$250 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ گردد که در عمل ضریب جذب مولی نوارهای $d \rightarrow d$ کمپلکس با تقارن موثر هشت وجهی مطابقت دارد.

۲-۵- نتیجه گیری

در نهایت، طیف مادون قرمز، طیف‌های رزونانس مغناطیسی هیدروژن و کربن کمپلکس $[\text{Fe}(\text{BMO})_3]$ تأیید می‌کند که لیگاند دو دندان بنزیل منو آکسیم از طریق اتم‌های اکسیژن گروه کربونیلی و نیتروژن گروه ایمینی به اتم مرکزی پیوند یافته است. از طرفی طیف الکترونی آن نشان می‌دهد که کمپلکس $[\text{Fe}(\text{BMO})_3]$ ساختار هشت وجهی با تقارن موثر C_3 دارد.

مراجع

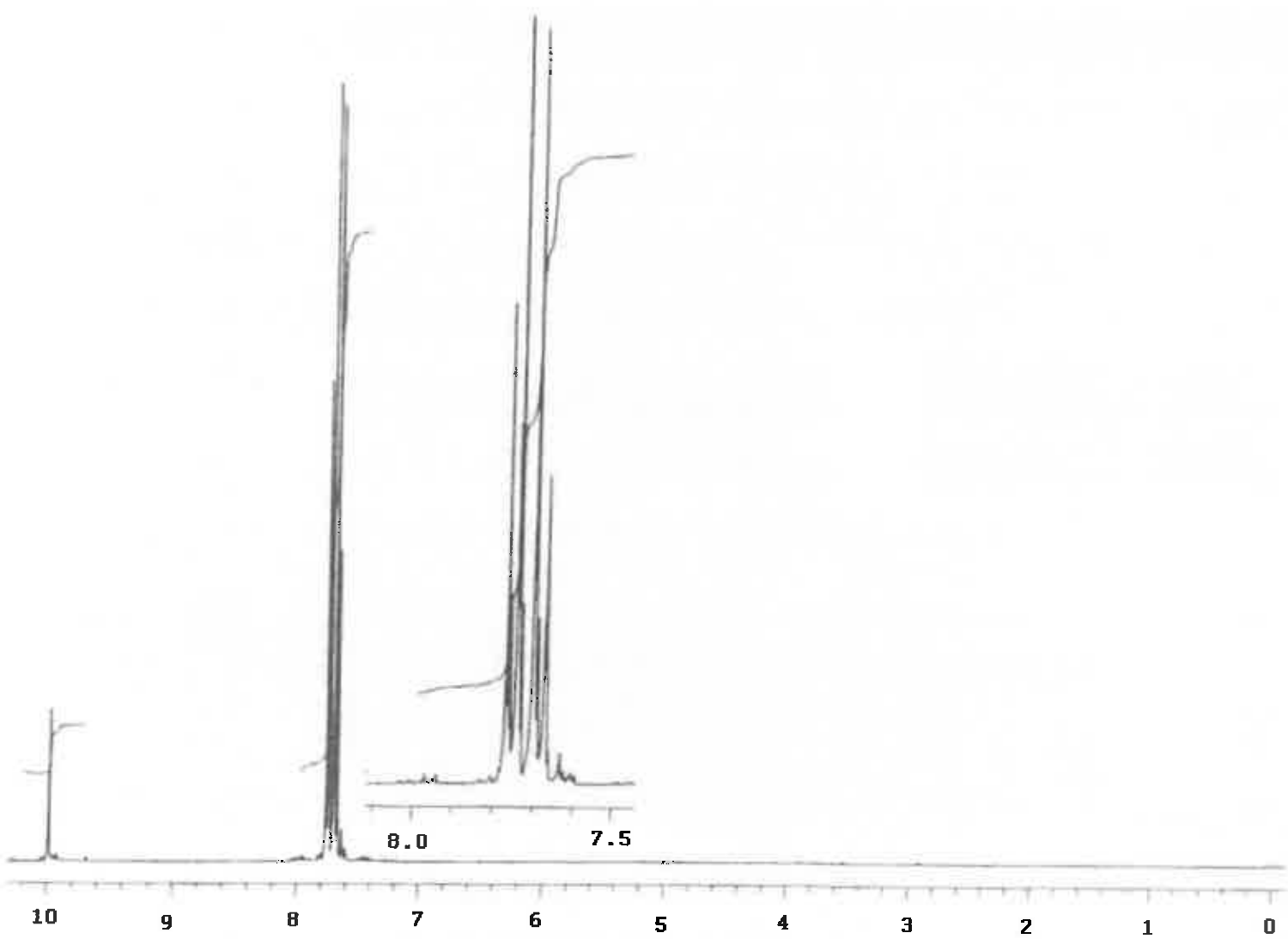
- [١] L. Tschugaeff, *Chem. Ber.* ٣٨ (١٩٠٥) ٢٥٢٠.
- [٢] S. Malhotra, *Orient. J. Chem.* ١ (١٩٨٥) ١٠٧.
- [٣] T. Nagahiro, B. K. Puri, M. Katyal, M. Satake, *Talanta* ٣١ (١٩٨٤) ١٠٠٨.
- [٤] M. Satake, *Anal. Chim. Acta* ٩٢ (١٩٧٧) ٣٣٣.
- [٥] M. Satake, Y. Matsumura, T. Fujinaga, *Talanta* ٢٥ (١٩٧٨) ٧١٨.
- [٦] J. L. Lin, M. Satake, *J. Chin. Chem. Soc. Taiwan* ٣٢ (١٩٨٥) ١٠٥.
- [٧] a) A. Wasey, R. K. Bansal, M. Satake, B. K. Puri, *Microchem. J.* ٣٣ (١٩٨٦) ٣٥٢, b) B. K. Puri, A. Wasey, M. Katyal, *Orient. J. Chem.* ٤ (١٩٨٨) ١١٩.
- [٨] M. Katyal, M. Satake, B. K. Puri, A. Wasey, *Analyst* ١١١ (١٩٨٦) ٧٣٣.
- [٩] S. Boutamine, S. Hank, M. Meklati, O. Benali-Baitich, *J. Radioanaly. Nucl. Chem.* ١٨٥ (١٩٩٤) ٣٣٧.
- [١٠] M. S. Singh, P. Narayan, A. K. Singh, *Phosphorus, Sulfur, Silicon.* ١٥٥ (١٩٩٩) ٣٣٥.
- [١١] A. Djebli, M. H. Guermouche, M. Meklati, *J. Planar Chromator.- Mod. Tlc* ٨ (١٩٩٥) ٢٣٢.
- [١٢] Lao Sigian, *Yejin Fenxi* ٨ (١٩٨٨) ٤.
- [١٣] A. Wahi, L. R. Kakkar, *Fresenius J. Anal. Chem.* ٣٥٢ (١٩٩٥) ٣٨٧.
- [١٤] S. Giroussi, A. Voulgaropoulos, A. K. Ayiannidis, J. Golimowski, M. Janicki, *Sci. Total Environ.* ١٧٤ (١٩٩٥) ١٣٥.
- [١٥] A. K. Chhakkar, L. R. Kakkar, *Indian J. Chem., Sect. A* ٢٩ (١٩٩٠) ١٠٣٣.
- [١٦] H. Eskandari, H. S. Ghaziaskar, A. A. Ensafi, *Anal. Sci.* ١٧ (٢٠٠١) ٣٣٧.
- [١٧] M. Rai, B. Kaur, B. S. Dhir, *J. Ind. Chem. Soc.* ٥٩ (١٩٨٢) ٤١٤.
- [١٨] L. D. Dave, E. K. Amma, *J. Ind. Chem. Soc.* ٦٢ (١٩٨٥) ٤٠٦.
- [١٩] M. S. Singh, P. Narayan, *Synth. React. Inorg. Met.-Org. Chem.* ٣١ (٢٠٠١) ١٣٩.
- [٢٠] M. S. Singh, K. P. Rao, *Synth. React. Inorg. Met.-Org. Chem.* ٢٧ (١٩٩٧) ١٥٠٩.
- [٢١] M. S. Singh, K. P. Rao, *Synth. React. Inorg. Met.-Org. Chem.* ٢٩ (١٩٩٩) ١٤٩٩.
- [٢٢] P. S. Reddy, K. H. Reddy, *Polyhydron* ١٩ (٢٠٠٠) ١٤٨٧.
- [٢٣] A. I. Vogel, *Text Book of Practical Organic Chemistry*, ٣rd Edition, ELBS, UK (١٩٨٤) pp. ٨١١

[۳۴] B. E. Douglas , D. H. McDaniel , and J. J. Alexander , " *Concepts and Models of Inorganic Chemistry* " ۳۰

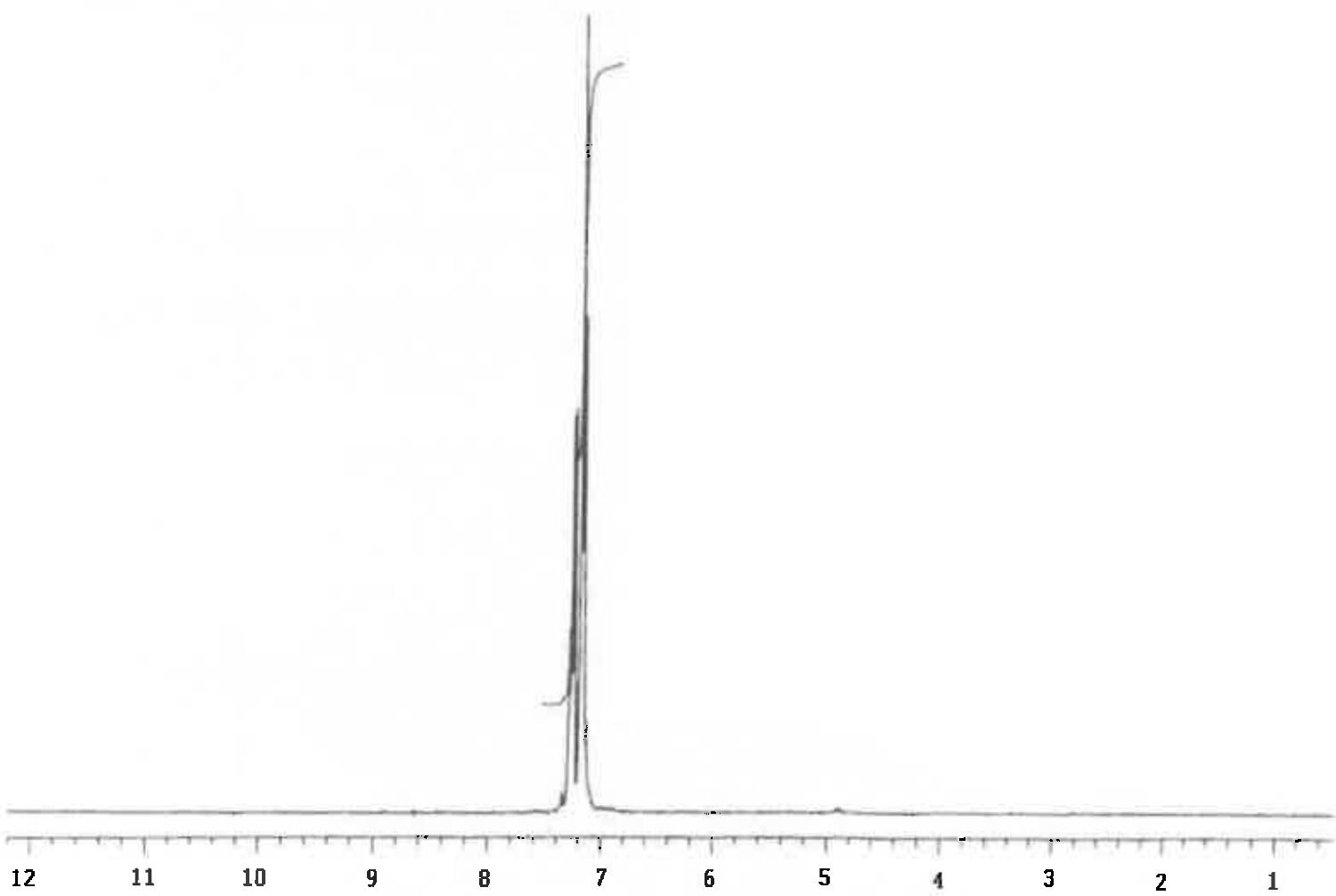
Third Edition, John Wiley and Sons, Inc. (۱۹۹۱) ۳۰۶.

[۳۵] F. Albert Cotton , Geoffry Wilkinson , Paul L. Gaus , *Basic Inorganic Chemistry* , Third Edition, John

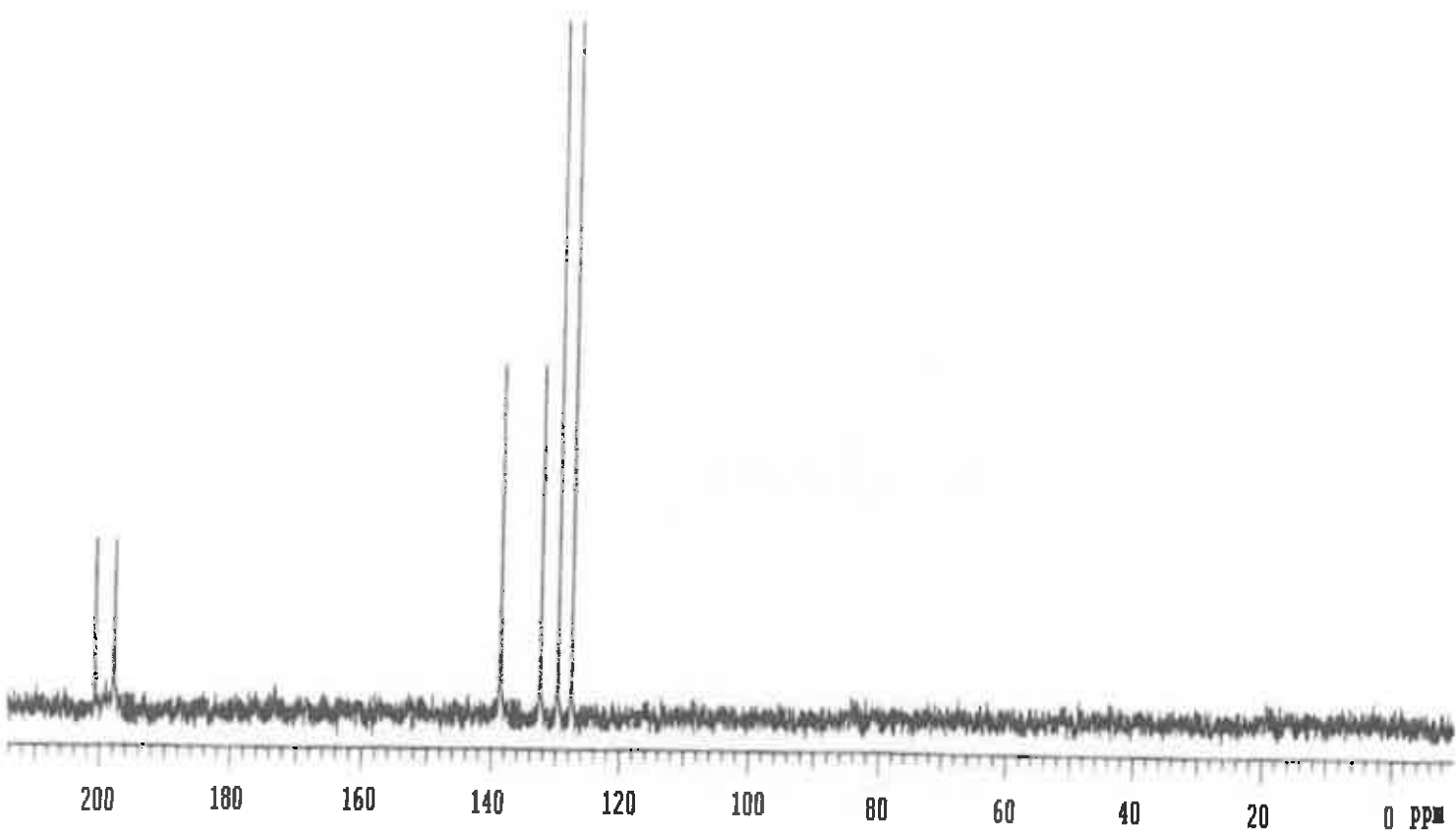
Wiley and Sons, Inc. (۱۹۹۵) ۵۳۱.



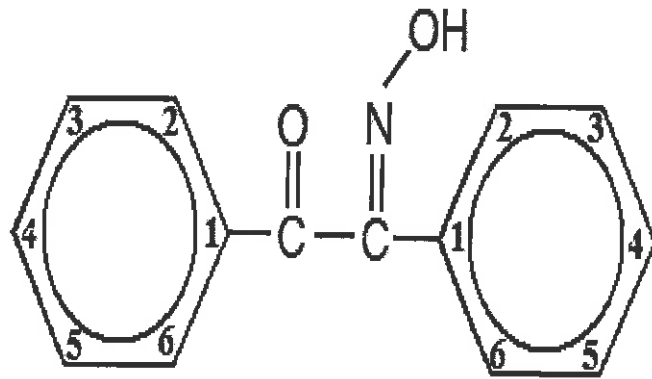
شکل ۱-۲ طیف $^1\text{H-NMR}$ لیگاند بنزیل منو آکسیم.



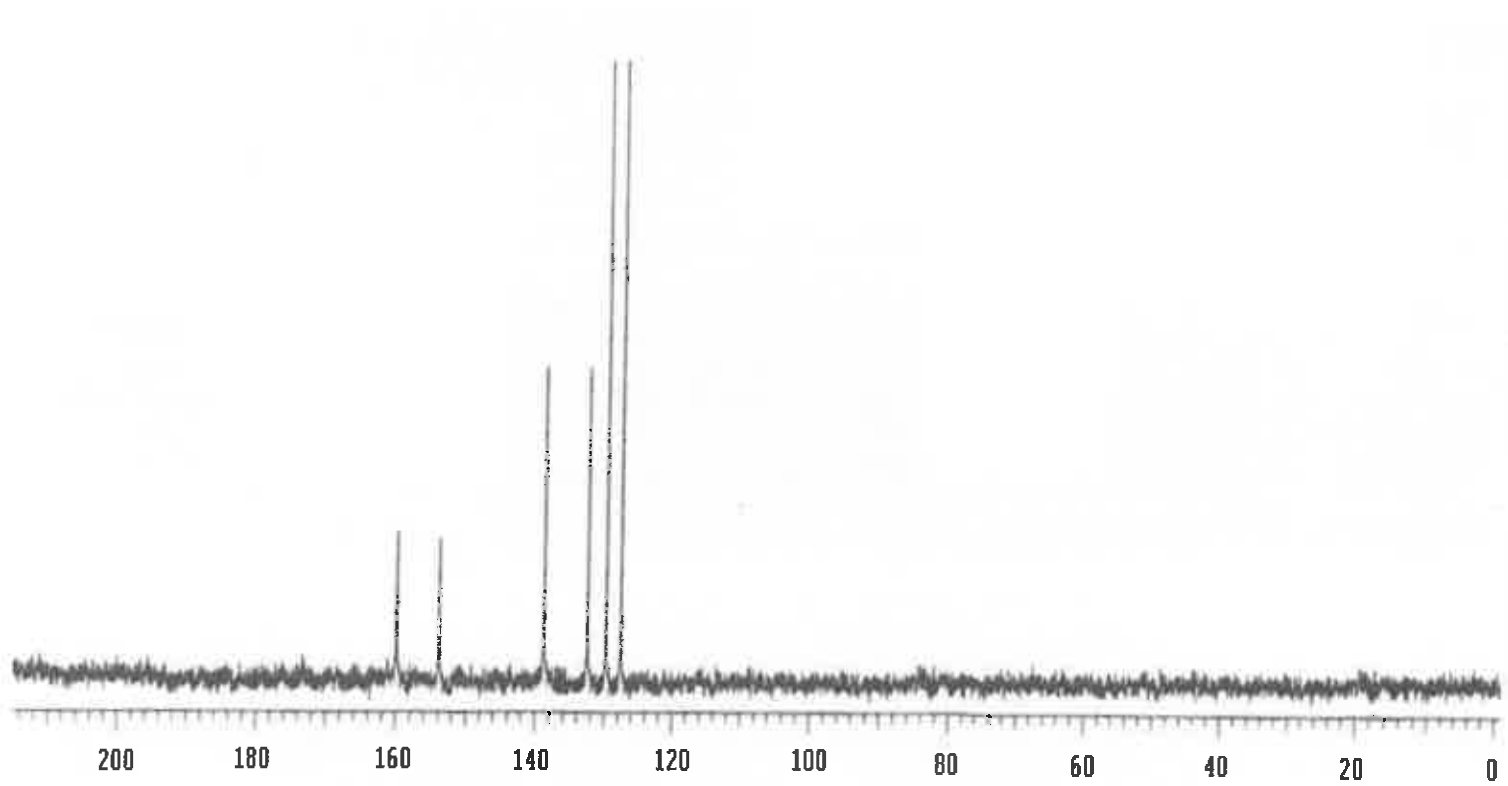
شکل ۲-۲ طیف $^1\text{H-NMR}$ کمپلکس تریس(بنزیل منو آکسیماتو)آهن(III).



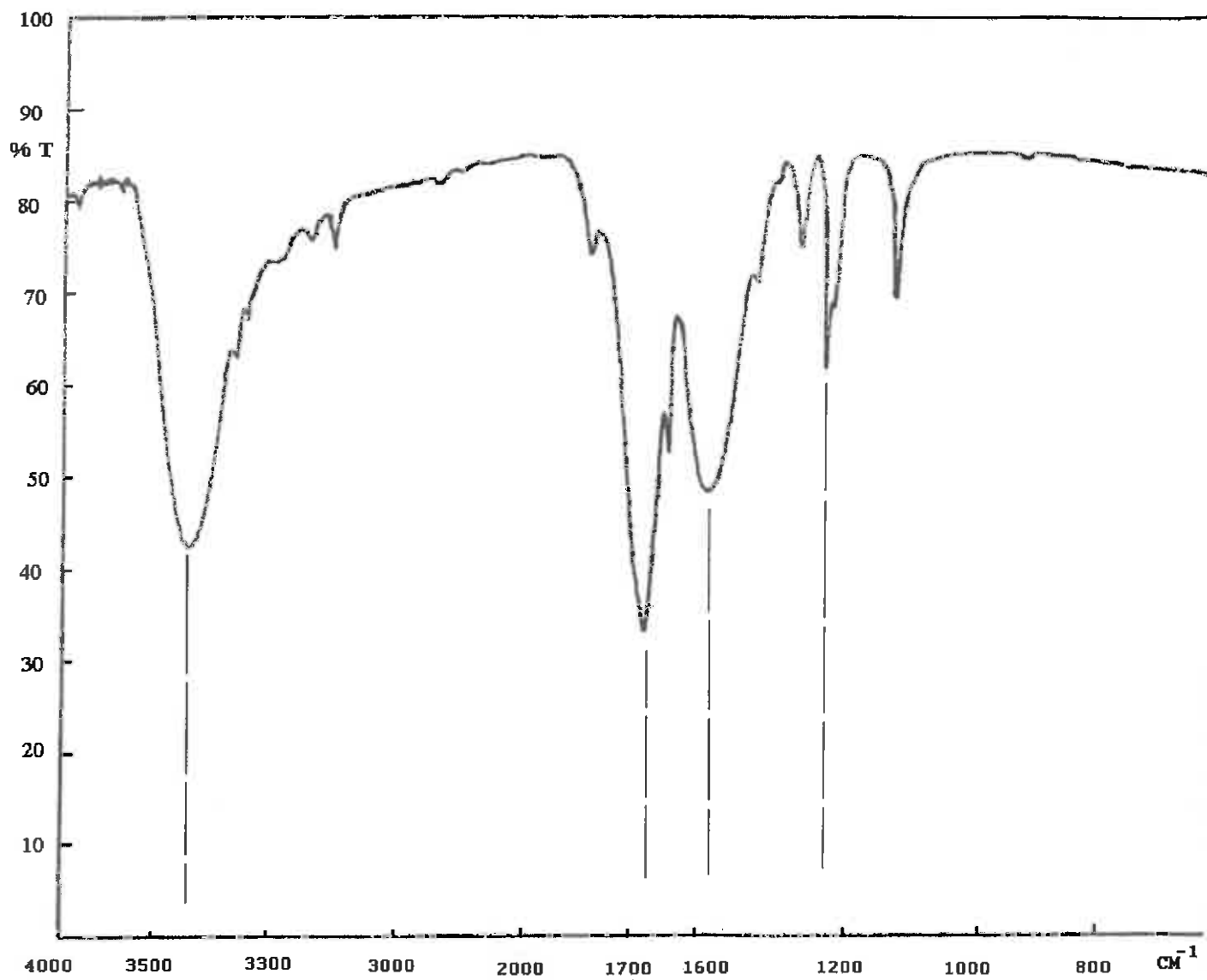
شکل ۲-۳ طیف $^{13}\text{C-NMR}$ لیگاند بنزیل منوآکسید.



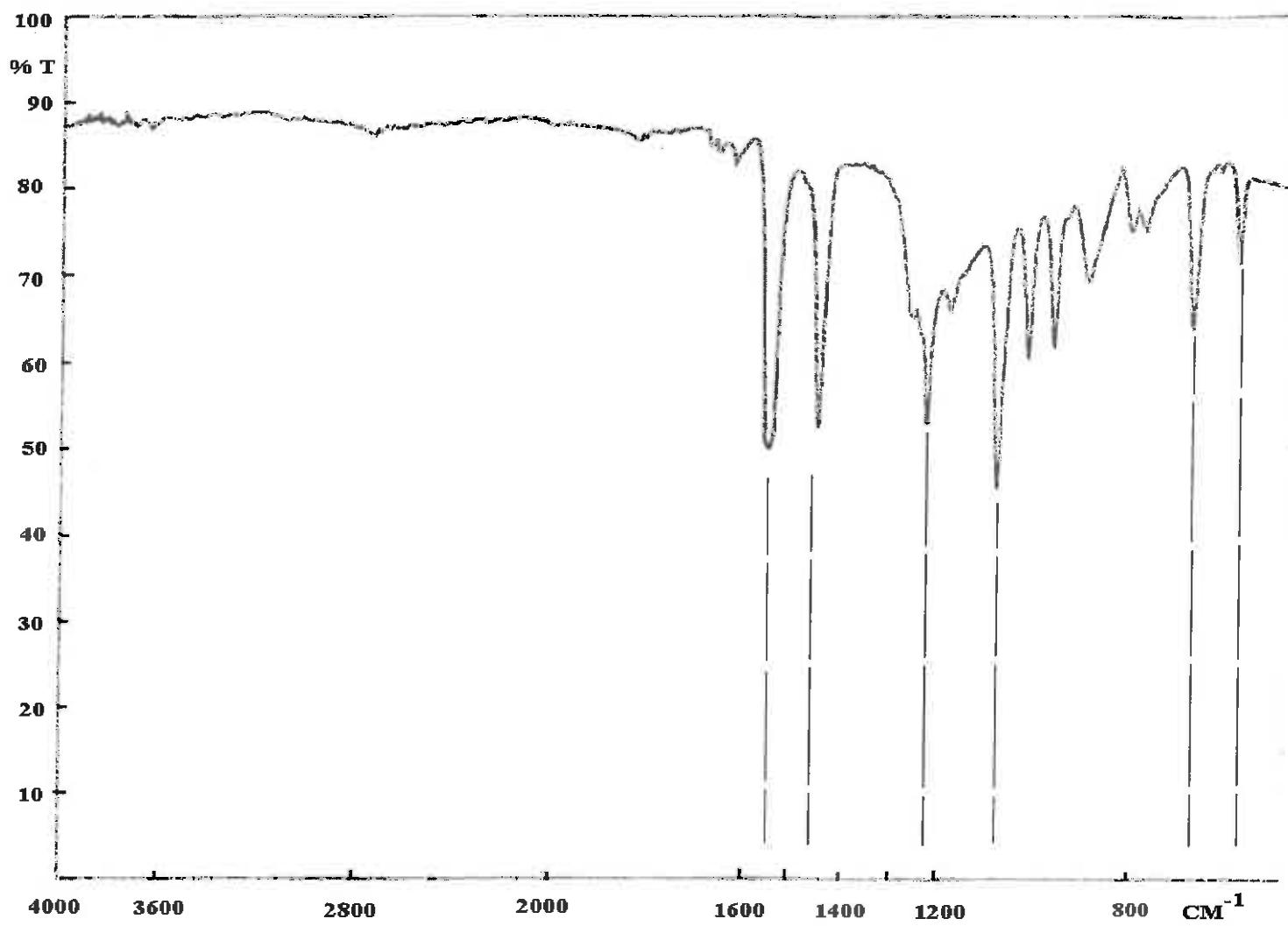
شکل ۲-۴ ساختار لیگاند بنزیل منو اُکسیم.



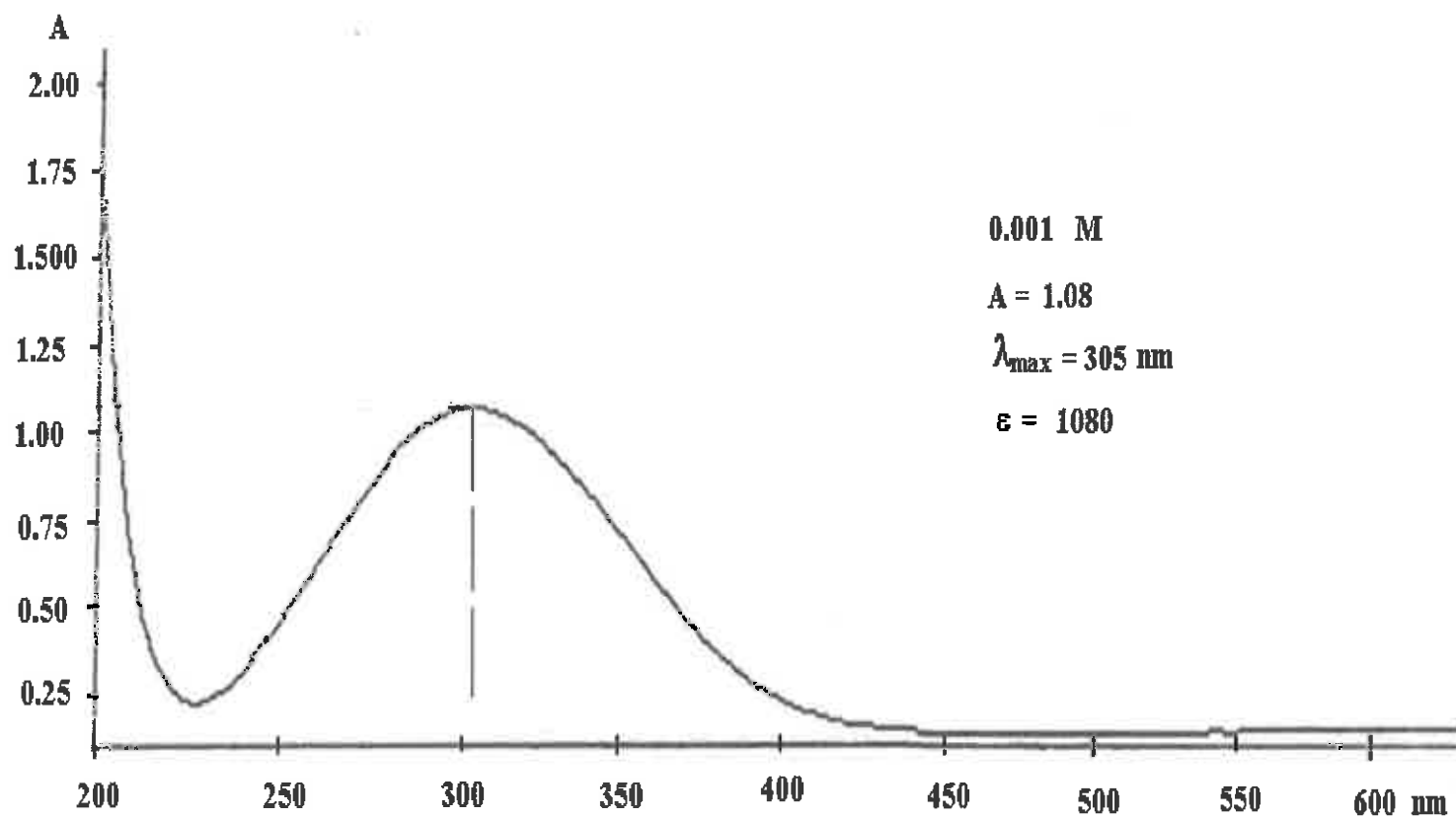
شکل ۲-۵ طیف $^{13}\text{C-NMR}$ کمپلکس تریس (بنزیل منو آکسیماتو) آهن (III).



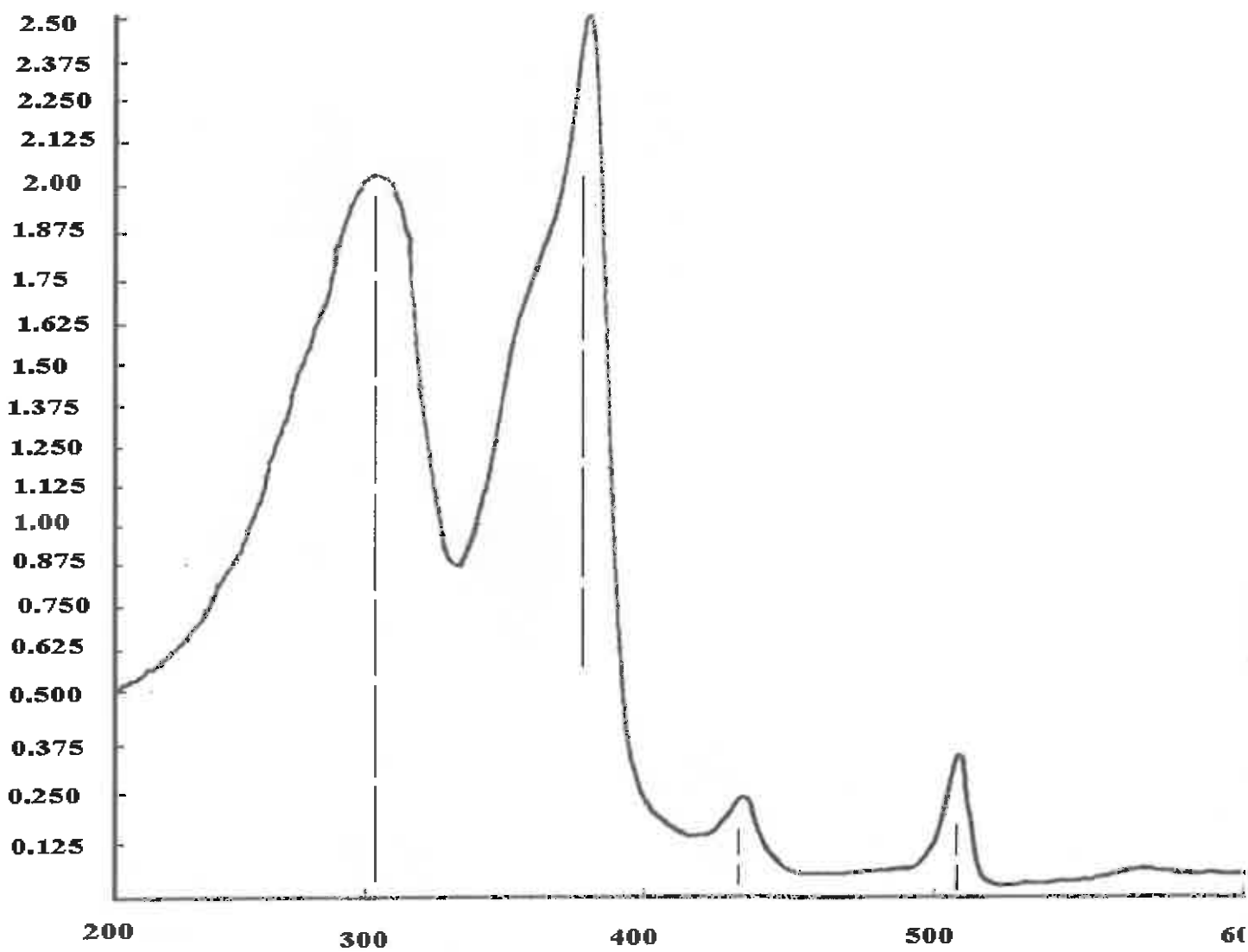
شکل ۲-۶ طیف مادون قرمز لیگاند بنزیل منو آکسیم.



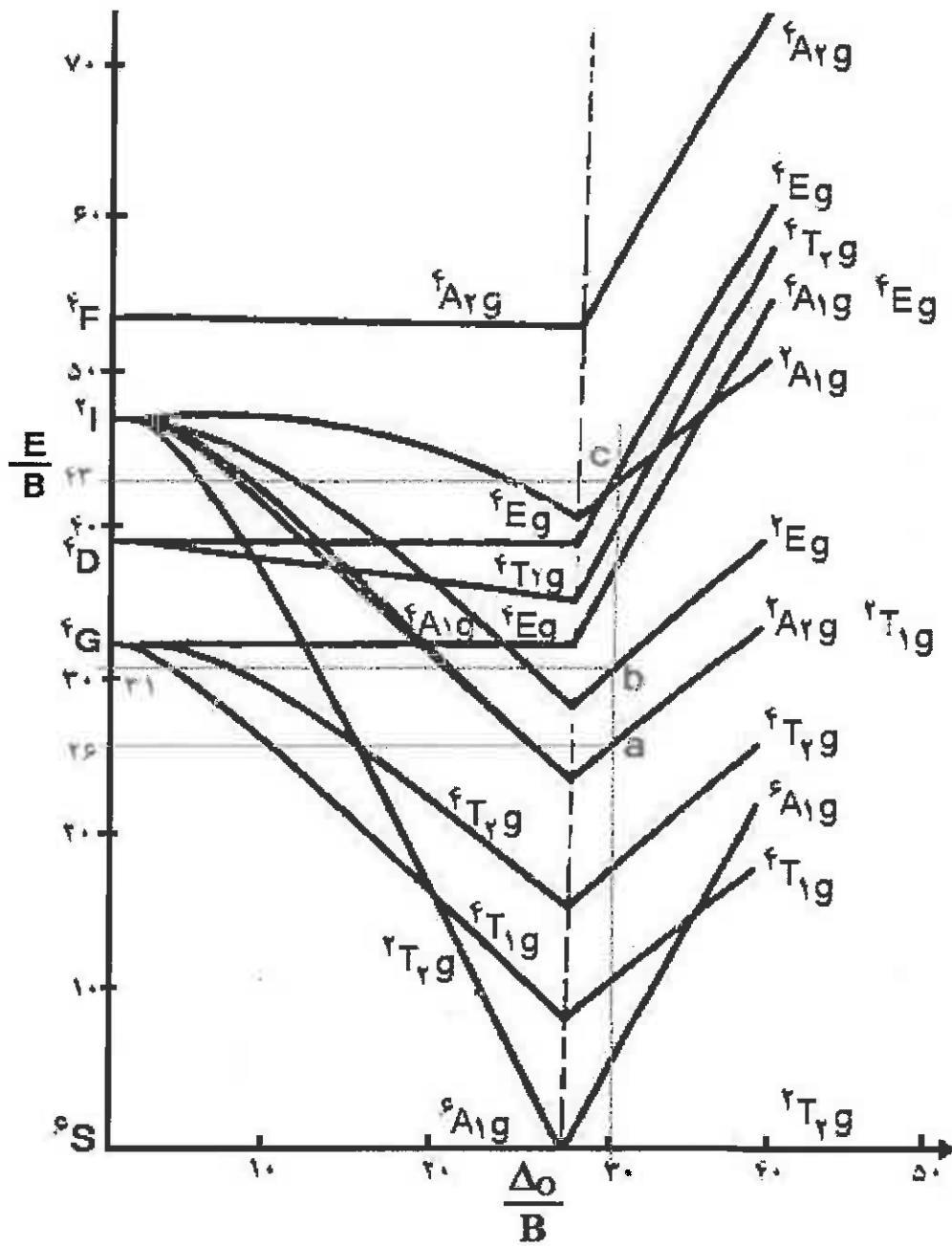
شکل ۷-۲ طیف مادون قرمز کمپلکس تریس (بنزیل منو آکسیماتو) آهن (III).



شکل ۲-۸ طیف الکترونی لیگاند بنزیل منوآکسیم در حلال دی متیل فرماید با غلظت ۰/۰۰۱ مولار.



شکل ۹-۲ طیف الکترونی کمپلکس تریس (بنزیل منو آکسیماتو) آهن(III) در حلال دی متیل فرمأمید با غلظت $2/5 \times 10^{-3} M$.



شکل ۱۰-۲ نمودار تانابه سوگانو برای آرایش d^9 کمپلکس هشت وجهی.