

บทที่ 5

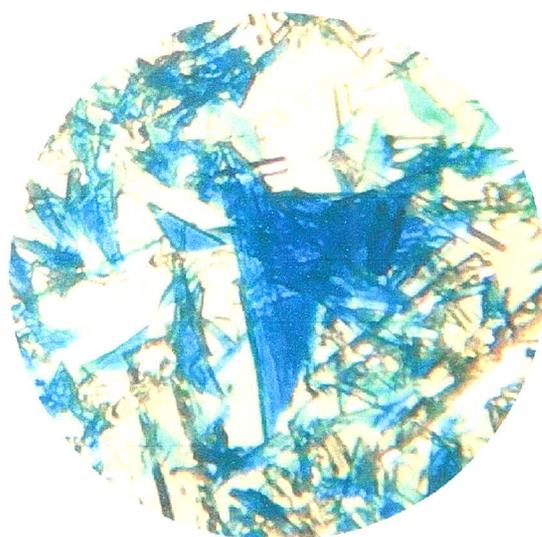
ผลการวิจัยและอภิปรายผล 2

(RESEARCH RESULTS AND DISCUSSION 2)

บทนี้จะกล่าวถึงผลการทดลอง ที่เกี่ยวข้องกับผลการสังเคราะห์ สมบัติต่าง ๆ ทางกายภาพและสมบัติต่าง ๆ ทางเคมี การวิเคราะห์สารตั้งต้นและสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเครื่องมือต่าง ๆ และการทดสอบฤทธิ์ต้านจุลชีพ สรุปผลและอภิปรายผล ของสารประกอบ 4 และ 5 ดังมีรายละเอียดต่อไปนี้

5.1 สารประกอบ 4 $[\text{Cu}(\text{DNBA})(\text{HSal})(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$ หรือ diaqua3,5-dinitrobenzoato Salicylatecopper (II) dihydrate

5.1.1 ลักษณะทางกายภาพของสารประกอบ 4



ภาพที่ 5.1 ผลึกสารประกอบ 4

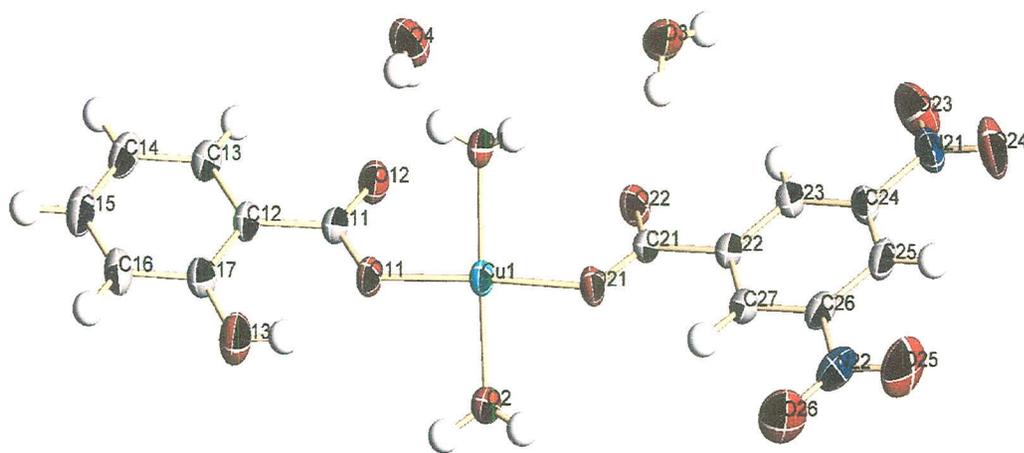
สารประกอบ 4 มีผลึกสีฟ้า เป็นแผ่นสามเหลี่ยมแบนราบ ผิวเรียบ สามารถละลายได้ในตัวทำละลาย เอทานอล เมทานอล ไดเมทิลซัลฟอก-ไซด์ และละลายได้เล็กน้อยในตัวทำละลายอะซิโตน และ คลอโรฟอร์ม สารประกอบ 4 ไม่ละลายน้ำซึ่งแตกต่างจากสารตั้งต้นที่ละลายได้

ตารางที่ 5.1 ความสามารถในการละลายของสารประกอบ 1 2 3 สารตั้งต้น $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และ 4

ตัวทำละลาย	สารประกอบ 1	สารประกอบ 2	$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	สารประกอบ 3	สารประกอบ 3
น้ำ	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย
เฮกเซน	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย
อะซิโตน	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ละลายเล็กน้อย	ละลายเล็กน้อย	ละลายเล็กน้อย
เอทานอล	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย
เมทานอล	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย
คลอโรฟอร์ม	ไม่ละลาย	ละลาย	ละลายเล็กน้อย	ละลาย	ละลายเล็กน้อย
ไดเมทิลซัลฟอกไซด์	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย

5.1.2 โครงสร้างผลึกของสารประกอบ 4

จากการศึกษาโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว พบว่า สารประกอบที่ได้อมีโครงสร้างคือ $\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{CuN}_2\text{O}_3$ หรือ $[\text{Cu}(\text{DNBA})(\text{HSal})(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$ โดยมีระบบออร์โทโรอมบิก มีหมู่ ปริภูมิ $\text{Pna}2(1)$ เซลล์พารามิเตอร์ คือ $a = 7.2952(6) \text{ \AA}$, $b = 34.943(3) \text{ \AA}$, $c = 7.3779(6) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ดัง ภาพที่ 5.2



ภาพที่ 5.2 โครงสร้างโมเลกุลของสารประกอบ 4 โดยแสดงตำแหน่งอะตอม

สารประกอบ 4 มีไอออนโลหะ Cu^{2+} สร้างพันธะโคออร์ดิเนตโคเวเลนต์กับอะตอมออกซิเจนอย่างละ 1 อะตอม จากลิแกนด์ HSal กับ DNBA และ 2 อะตอมจากลิแกนด์ H_2O และมีน้ำอีก 2 โมเลกุลที่ทำหน้าที่คล้ายเคาน์เตอร์โมเลกุล ทำให้สารประกอบ 4 มีสูตรโมเลกุลคือ $[\text{Cu}(\text{DNBA})(\text{HSal})(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$

เนื่องจากการสร้างพันธะโคออร์ดิเนตโคเวเลนต์กับอะตอมออกซิเจนจากหมู่คาร์บอกซิเลต (COO^-) 2 อะตอม จากลิแกนด์ DNBA และ HSal และ 2 อะตอมจากลิแกนด์ H_2O ทำให้เลขโคออร์ดิเนชันของสารประกอบ 4 เท่ากับ 4 เกิดกึ่งหนึ่ง (Moiety) ที่เป็น $[\text{CuO}_4]$ ดังภาพ 5.2 ทำให้โครงสร้างทางเรขาคณิตของไอออนโลหะทองแดงคือสี่เหลี่ยมแบนราบ ประจุของไอออนโลหะคือ 2 (Cu^{2+}) ทำให้มีเลขโคออร์ดิเนชันเท่ากับ 4 โครงสร้างทางเรขาคณิตของไอออนโลหะ Cu^{2+} คือสี่เหลี่ยมแบนราบ (Square planar)

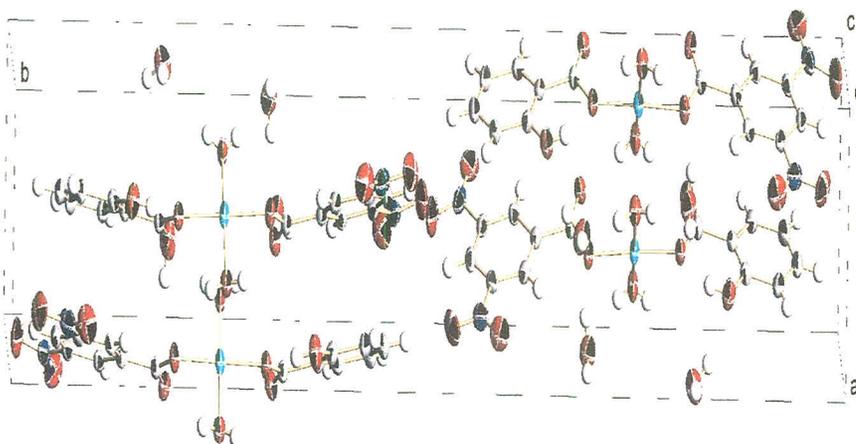
โครงสร้างทางเรขาคณิตของไอออนโลหะ Cu^{2+} $[\text{CuO}_4]$ นี้ มีความยาวพันธะรอบอะตอมทองแดงคือพันธะ Cu-O พบว่าไม่เท่ากัน ทั้งนี้อาจมาจากลิแกนด์คนละกลุ่มดังที่กล่าวมาแล้ว โดยที่ความยาวพันธะของ Cu-O จากกลุ่มลิแกนด์ที่เป็นน้ำจะยาวกว่าลิแกนด์ DNBA เล็กน้อย ดังแสดงในตารางที่ 5.3 ($\text{Cu-O}(\text{H}_2)$ อยู่ในช่วง 1.9471(8) Å - 1.9648(19) Å ซึ่งใกล้เคียงกับสารประกอบ 4 และ $\text{Cu-O}(\text{DNBA})$ 1.9192 Å และ $\text{Cu-O}(\text{HSal})$ มุมพันธะรอบอะตอมทองแดง O-Cu-O อยู่ในช่วง 88.58(8)° - 91.39(7)° สำหรับมุมที่อยู่ใกล้กัน และ 175.56(14)°-175.47(9)° สำหรับมุมที่อยู่ตรงกันข้ามหรือที่เป็นทรานส์ มุมน้อยกว่าสารประกอบ 3

ความยาวพันธะและมุมพันธะของลิแกนด์ DNBA ไม่แตกต่างกับสารประกอบ 1 (ตารางที่ 4.4 และ 4.10) ลิแกนด์ HSal มีความยาวพันธะและมุมพันธะไม่แตกต่างกับสารประกอบ 2 สำหรับความยาวพันธะของหมู่คาร์บอกซิลิกมีความยาวพันธะ C=O ของลิแกนด์ DNBA และ HSal ของสารประกอบ 4 คือ 1.244(2) Å และ 1.237(2) Å นั้นไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ เมื่อเปรียบเทียบกับลิแกนด์อิสระจากสารประกอบ 1 และ 2 ตามลำดับ ส่วนพันธะ C-O บ่งบอกความแตกต่างกันระหว่าง 2 ลิแกนด์ DNBA และ HSal ได้อย่างชัดเจน 1.291(3) และ 1.266(3) Å

ตารางที่ 5.2 ข้อมูลทางผลึกของสารประกอบ 4

พารามิเตอร์	ข้อมูล
Identification code	สารประกอบ 4
Empirical formula	$C_{14}H_{16}CuN_2O_{13}$
Formula weight	483.84
Crystal system	Orthorhombic
Space group	$Pna2(1)$
Unit cell dimensions	$a = 7.2952(6) \text{ \AA}$ $b = 34.943(3) \text{ \AA}$ $c = 7.3779(6) \text{ \AA}$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Volume	$1880.8(3) \text{ \AA}^3$
Z	4
Density (calculated)	1.709 Mg/m^3
Crystal size	$0.328 \times 0.13 \times 0.097 \text{ mm}^3$
Independent reflections	4681 [R(int) = 0.0275]
Completeness to theta = 28.34°	100.0 %
Final R indices [I > 2 σ (I)]	R1 = 0.0291, wR2 = 0.0694
R indices (all data)	R1 = 0.0378, wR2 = 0.0732

สารประกอบ 4 มีจำนวนโมเลกุลเท่ากับ 4 ในหนึ่งหน่วยเซลล์ ดังภาพที่ 5.3



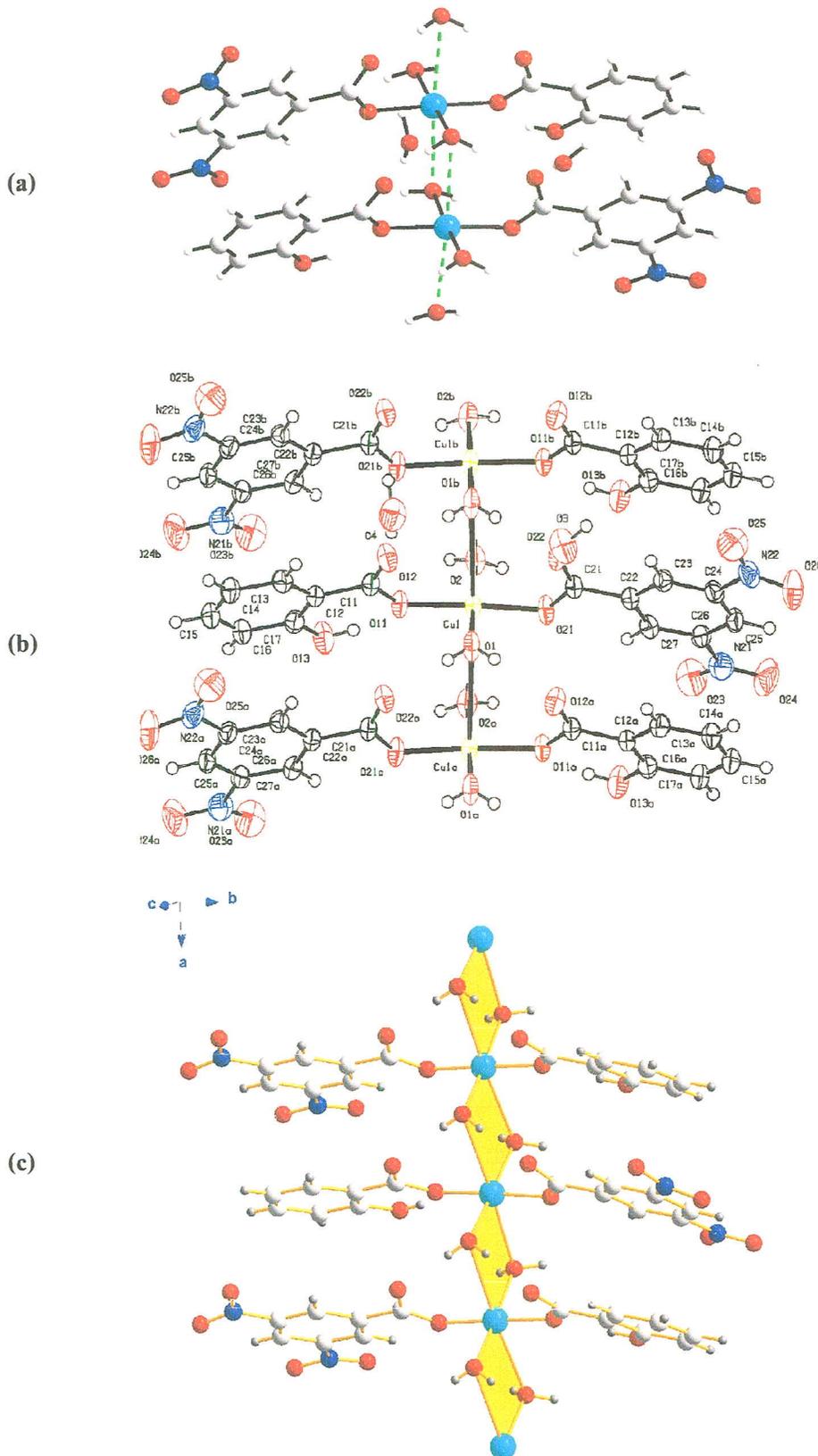
ภาพที่ 5.3 การอัดแน่นของโมเลกุลในหนึ่งหน่วยเซลล์ของสารประกอบ 4

ตารางที่ 5.3 ความยาวพันธะ [Å] และมุมพันธะ [°] ของสารประกอบ 4

พารามิเตอร์	ความยาวพันธะ (Å)	พารามิเตอร์	มุมพันธะ (°)
Cu(1)-O(11)	1.9174(12)	O(11)-Cu(1)-O(1)	91.39(7)
Cu(1)-O(21)	1.9192(12)	O(21)-Cu(1)-O(1)	90.80(8)
Cu(1)-O(2)	1.9648(19)	O(21)-Cu(1)-O(2)	88.55(8)
Cu(1)-O(1)	1.9471(18)	O(11)-Cu(1)-O(21)	175.56(14)
O(11)-C(11)	1.291(3)	O(11)-Cu(1)-O(2)	89.57(7)
O(13)-C(17)	1.358(3)	O(1)-Cu(1)-O(2)	175.47(9)
O(22)-C(21)	1.244(2)	O(23)-N(21)-O(24)	124.5(2)
O(24)-N(21)	1.214(2)	O(24)-N(21)-C(26)	117.8(2)
O(25)-N(22)	1.207(3)	O(25)-N(22)-C(24)	118.42(18)
O(12)-C(11)	1.237(2)	O(12)-C(11)-O(11)	122.56(17)
O(21)-C(21)	1.266(3)	O(12)-C(11)-O(11)	122.56(17)
O(23)-N(21)	1.212(3)	O(23)-N(21)-C(26)	117.77(18)
O(26)-N(22)	1.218(2)	O(25)-N(22)-O(26)	124.43(19)
N(22)-C(24)	1.473(3)	O(26)-N(22)-C(24)	117.1(2)
N(21)-C(26)	1.464(3)	O(12)-C(11)-C(12)	121.11(17)
		O(22)-C(21)-O(21)	124.67(17)
		O(21)-C(21)-C(22)	116.02(18)
		C(23)-C(24)-N(22)	118.6(2)
		C(25)-C(26)-N(21)	118.73(18)

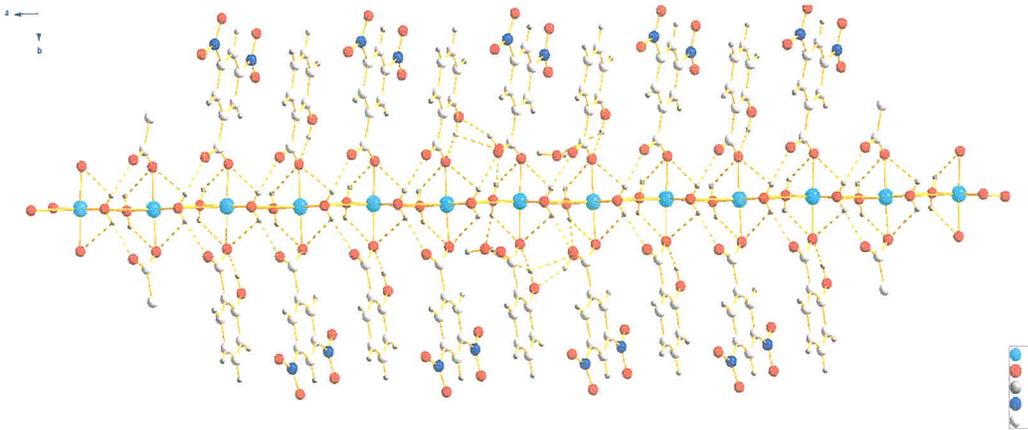
สารประกอบ 4 สามารถเกิดพอลิเมอร์ได้ โดยสร้างพันธะระหว่างไอออนโลหะ Cu^{2+} กับที่ O ของน้ำของสองโมเลกุลที่อยู่ใกล้เคียง ในแนวแกน a เพิ่มเลขโคออร์ดิเนชันของไอออนโลหะ Cu^{2+} จาก 4 เป็น 6 ทำให้โครงสร้างทางเรขาคณิตของไอออนโลหะ Cu^{2+} มีรูปร่างทรงแปดหน้าที่ยึดเบี้ยว ดังภาพที่ 5.4 มีคิ่งหนึ่ง $[\text{CuO}_4\text{O}_2]$ การบิดเบี้ยวเป็นเพราะผลกระทบจาห์น-เทลเลอร์ โดยพบว่าความยาวพันธะ Cu-O จาก $[\text{CuO}_4]$ มีค่าใกล้เคียงกัน (1.9174(12)- 1.9648(19) Å) แต่พันธะ Cu-O จาก $[\text{CuO}_2]$ มีความยาวพันธะ Cu-O1a และ Cu-O2b เท่ากับ และ 2.724(12) Å และ 2.873(2) Å ตามลำดับ ซึ่งยาวกว่าอีก 4 พันธะมาก ดังภาพที่ 5.4 การเกิดผลกระทบจาห์น-เทลเลอร์ในกรณีนี้เกิดผ่านกลไกที่เรียกว่า การขีดยตามแนวแกน (Z-out)

ผลกระทบของจาห์น-เทลเลอร์นอกจากทำให้เกิดพอลิเมอร์ที่ต่อกันเป็นโซ่ยาวแบบนี้เรียกว่า พอลิเมอร์ 1 มิติตามแนวแกน c (ระนาบ ab)



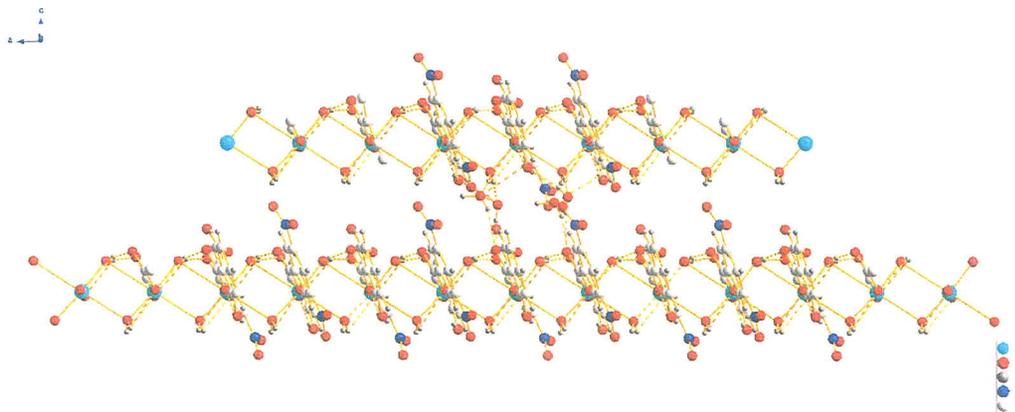
ภาพที่ 5.4 การเกิดพอลิเมอร์ของสารประกอบ 4 ตามแนวแกน a (ระนาบ bc)

การเกิดพอลิเมอร์ของสารประกอบ 4 เกิดพอลิเมอร์ผ่านอะตอม O ของลิแกนด์ DNBA การเกิดพอลิเมอร์ 1 มิติของสารประกอบ 4 ทำให้เกิดวงแหวน 4 เหลี่ยม ที่เรียกว่าสี่เหลี่ยมขนมเปียกปูน (Rhombus) สี่เหลี่ยมดังภาพที่ 5.4 (c) ซึ่งเหมือนกับกับสารประกอบอื่น ๆ ที่เคยรายงานของ D.K. Hazra *et. al*, 2011 โดยที่ความยาวระหว่าง O-O และ Cu-Cu เท่ากับ 3.157(12) Å และ 3.649(12) Å ตามลำดับ ซึ่งส่งผลให้ความยาวพันธะ Cu-O(H₂O) ยาวกว่าปกติดังที่กล่าวมาแล้ว

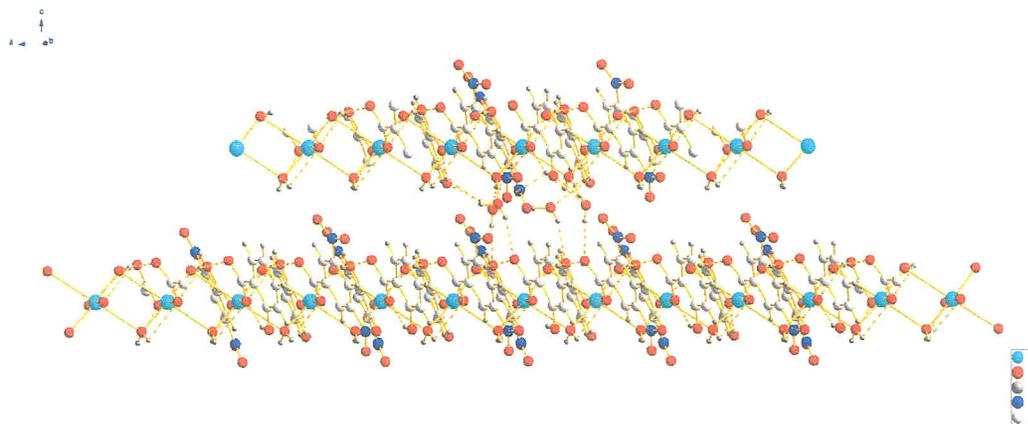


ภาพที่ 5.5 อันตรกิริยาของสารประกอบ 4 ตามแนวแกน c

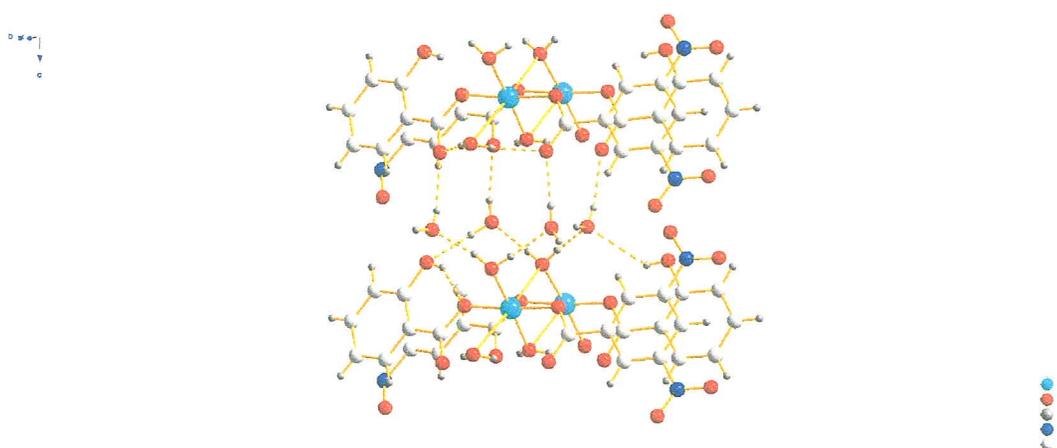
นอกจากการเกิดพอลิเมอร์ 1 มิติแล้ว สารประกอบ 4 มีอันตรกิริยาที่เกิดผ่านไฮโดรเจนของน้ำ และออกซิเจนของหมู่คาร์บอกซิเลต ของลิแกนด์ DNBA เกิดพันธะ (O-H ... O) ดังแสดงในตารางที่ 4.1 ซึ่งเป็นการยืนยันความยาวพันธะ Cu-O(H₂) ที่ยาวกว่าปกติ ดังที่กล่าวมาแล้วข้างต้น ซึ่งมีอันตรกิริยาเหล่านี้เพิ่มความเสถียรให้กับผลึกสารประกอบ 4 ซึ่งแตกต่างจากที่เคยรายงานมาแล้ว ทั้งนี้ น่าจะมาจากความบริสุทธิ์ของผลึกที่สอดคล้องกับค่าความแม่นยำที่มากกว่า และทำให้เกิดพอลิเมอร์ 3 มิติได้ผ่านอันตรกิริยาภายในโมเลกุล และพอลิเมอร์ระหว่างโมเลกุล ดังภาพที่ 5.6-5.8



ภาพที่ 5.6 อันตรกิริยาของสารประกอบ 4 ตามแนวแกน b



ภาพที่ 5.7 อันตรกิริยาของสารประกอบ 4 ตามแนวแกน $b+45^\circ$



ภาพที่ 5.8 อันตรกิริยาของสารประกอบ 4 ตามแนวแกน $b+45^\circ$

ตารางที่ 5.4 ความยาวพันธะ [Å] และมุมพันธะ [$^\circ$] และอันตรกิริยาของสารประกอบ 4

D-H	d(D-H)	d(H..A)	<DHA	d(D..A)	A
O2-H2A	0.820	2.214	160.80	3.000	O15[x+1/2,-y+5/2,z]
O1-H1B	0.820	1.890	151.99	2.642	O22
O2-H2B	0.886	1.849	141.86	2.604	O12
O1-H1A	0.691	2.463	145.37	3.057	O26[x-1/2,-y+3/2,z]
C(15)-H(15)	0.930	2.577	175.50	3.301	O12

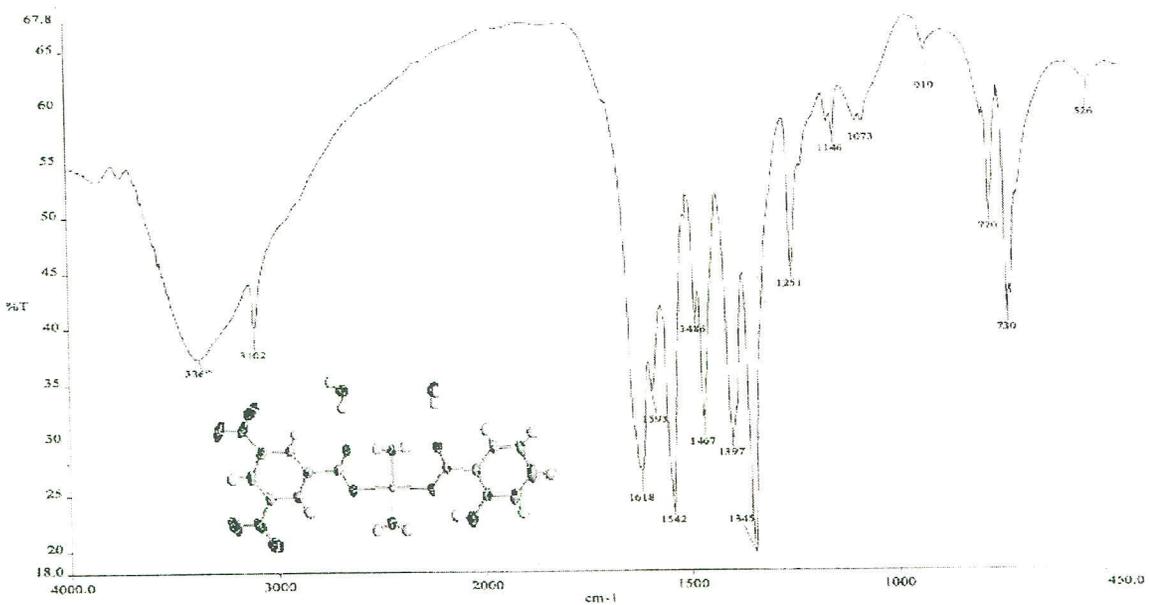
5.1.3 สเปกตรัมอินฟราเรดของสารประกอบ 4

สเปกตรัมอินฟราเรดแสดงสัญญาณหมู่ฟังก์ชันของสารประกอบ 4 หรือ $[\text{Cu}(\text{DNBA})(\text{HSal})(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$ พบว่ามีสัญญาณหลัก ๆ คือ Cu-O, น้ำ (O-H), หมู่คาร์บอกซิลิก (-COOH) ไนโตร (-NO₂) ของลิแกนด์ DNBA และวงแอโรแมติก หมู่คาร์บอกซิลิกของลิแกนด์ HSaI และลิแกนด์ DNBA

ตารางที่ 5.5 สเปกตรัมอินฟราเรดของสารประกอบ 1 2 3 4 และที่เกี่ยวข้อง

1	2	3	CuCl ₂ • 2H ₂ O	4	Frequency, cm ⁻¹	Bond	Functional group
	3748(s)		3367(s)	3600-3400 (s)	3640- 3610 (s, sh)	O-H stretch, free hydroxyl	alcohol, phenol
	3455(m)	3447(m)		3360(m)	3300- 2500 (m)	O-H stretch	carboxylic acid
3093(s)	3097(s)	3119(s) 3062(m)		3102(s)	3100- 3000 (s)	C-H stretch	aromatic
1704(s)	1734(s)	678(s)	1602(s)	1618(s)	1760- 1665 (s)	C=O stretch	carboxylic acid
1631(m)	1629(m)	1612(m)		1593(m)	1600- 1585 (m)	C-C stretch (in-ring)	aromatic
1547(s)	1545(s)	-		1542 (s)	1550- 1475 (s)	N-O asym stretch	nitro compound
1471 (m)	1469(m)	1453(m)		1467(m)	1500- 1400 (m)	C-C stretch (in-ring)	aromatic
1348(m)	1347 (m)	-		1345 (m)	1360- 1290 (m)	N-O sym stretch	nitro compound
1286(s)	1278 (s)	-		1251 (s)	1320- 1210 (s)	C-O stretch	carboxylic acid
923 (m)	923(m)	834(m)		919 (m)	950-910 (m)	O-H bend	carboxylic acid
697 (s)	665 (s)	684(s)		697 (s)	900-675 (s)	C-H "oop"	aromatic
722 (m)	723 (m)	726 (m) 712 (m)		730 (m)	725-720 (m)	C-H rock	alkanes
		504(m)	566(m)	526 (m)	590-520 (m)	Cu-O stretch	Metal-O

หมายเหตุ br= broad ; m=medium; s=strong; sh=shoulder; w=weak; v=stretching, δ =bending



ภาพที่ 5.9 สเปกตรัมอินฟราเรดของสารประกอบ 4

การยืดของ Cu-O จะมีเลขคลื่นประมาณ 526 cm^{-1} ซึ่งมีค่าต่ำกว่าประมาณ 30 cm^{-1} จากการรายงานของ A.K. Brisdon , 1998) และ Y. Jin *et. al*, 2008 และมีค่าสัญญาณใกล้เคียงกับ Cu-O ของสารตั้งต้น $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ดังปรากฏในสเปกตรัม (ภาพที่ 4.32) แต่สอดคล้องกับการรายงานของ A.K. Brisdon , 1998 และ M. Negoiu *et. al*, 2005 ที่เลขคลื่น M-O อยู่ระหว่าง $490\text{-}595\text{ cm}^{-1}$

สเปกตรัมของสารประกอบ 4 แสดงเลขคลื่นที่สูงกว่า $3400\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งสอดคล้องกับสัญญาณการดูดกลืนของหมู่ฟังก์ชัน O-H ของน้ำอิสระ และที่เลขคลื่นต่ำกว่า เป็น 3360 cm^{-1} คือเลขคลื่นของน้ำที่สร้างพันธะกับไอออนโลหะทองแดง

จากสเปกตรัมยืนยันองค์ประกอบของหมู่คาร์บอกซิลิกที่เป็น C=O และ C-O คือเลขคลื่น 1618 cm^{-1} และ 1146 cm^{-1} เป็นสัญญาณการยืดของ C=O และ C-O ตามลำดับ ซึ่งสูงกว่าในสารประกอบ 3 (1602 cm^{-1} และ 1143 cm^{-1}) และแบนด์ของ C-O ของสารประกอบ 4 จะต่ำกว่าในลิแกนด์มาก

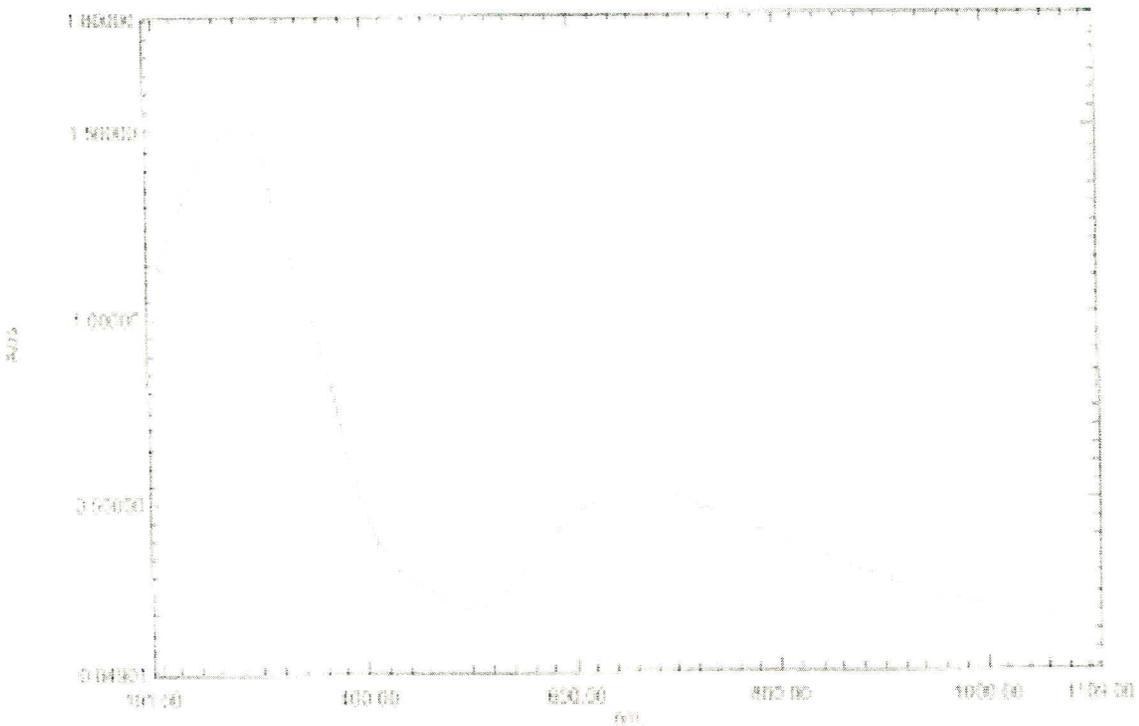
สัญญาณของวงแหวนโรแมติก ประกอบด้วยสัญญาณการยืดของ C=C C-C และ C-H โดยที่เลขคลื่น 3102 cm^{-1} เป็นสัญญาณ C-H ของแหวนโรแมติกซึ่งใกล้เคียงกับสารประกอบ 3 (3102 cm^{-1}) และเลขคลื่น 1593 cm^{-1} และ 1467 cm^{-1} เป็นสัญญาณของ C=C ของแหวนโรแมติกซึ่งใกล้เคียงกับสารประกอบ 3 (1529 cm^{-1} และ 1467 cm^{-1}) และเลขคลื่น 730 cm^{-1} เป็นสัญญาณหดของ C-H นอกวงแหวน (M. Karabacak *et. al*, 2009) ที่พบใกล้เคียงกับสารประกอบ 3 และลิแกนด์ DNBA (723 cm^{-1} และ 722 cm^{-1}) โดยข้อมูลทั้งหมดแสดงดังตารางที่ 5.5

สัญญาณของหมู่ไนโตรในสารประกอบ 4 นี้ จะปรากฏที่ 1452 cm^{-1} และ 1346 cm^{-1} ซึ่งจะเห็นว่าสัญญาณต่ำกว่าในลิแกนด์ DNBA ซึ่งสอดคล้องกับการรายงานของ R.M. Silverstein *et. al*, 1981

พื้นที่กว้างเหนือเส้นสเปกตรัมระหว่าง $2500\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ บ่งบอกการเกิดอันตรกิริยาของสารประกอบ 4 ซึ่งคล้าย ๆ กับสารประกอบ 3

5.1.4 สเปกตรัมอัลตราไวโอเลต-วิสิเบิลของสารประกอบ 4

สำหรับสารประกอบ 4 นั้น ดูดกลืนแสงช่วง UV-Vis สูงสุดอยู่ 2 ช่อง คือ ที่ 284 nm กับ 665 nm ซึ่งส่วนที่ความยาวคลื่น 284 nm มีค่าแอมพลิจูดเท่ากับ 1.52 เป็นการดูดกลืนแสงในช่วง UV ของหมู่ฟังก์ชัน C=C ของวงฟีนิล (Phenyl ring) ของลิแกนด์ DNBA แสดงว่าเป็นการทรานซิชันจาก $\pi \rightarrow \pi^*$ (I.M. Khan และ A. Ahmad, 2010) ซึ่งมีค่าการดูดกลืนนี้เป็นตำแหน่งเดียวกันกับในสารประกอบ 3 แต่มีความแตกต่างกับสารประกอบ 1 ที่เป็นลิแกนด์ DNBA อิสระ โดยที่สารประกอบ 1 ซึ่งจะต่ำกว่าในสารประกอบ 3 และ 4 ซึ่งการดูดกลืนแสงนี้จะเป็นการดูดกลืนแสงในช่วง UV



ภาพที่ 5.10 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารประกอบ 4

ตารางที่ 5.6 ค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบ 1 2 3 และ 4

สารประกอบ	ค่าความยาวคลื่น (nm)	แอมพลิจูด	การแทนที่ชั้น
1	297	0.92	$\pi \rightarrow \pi^*$
	305	0.98	$\pi \rightarrow \pi^*$
2	305	0.84	n- π^*
3	284	1.63	$\pi \rightarrow \pi^*$
	790	0.87	d-d
	284	1.52	$\pi \rightarrow \pi^*$
4	665	0.53	d-d

ส่วนการดูดกลืนแสงช่วงวิติเบิลของสารประกอบ 4 มีความยาวคลื่นสูงสุด 665 nm (ภาพที่ 5.10) พบว่ามีค่าแอมพลิจูดเท่ากับ 0.53 เป็นการดูดกลืนของ d-d transition ของ Cu^{2+} (A. Tovar-Tovar, 2004) ซึ่งตามวงล้อของดี (ภาพที่ 4.33) แสดงว่าดูดกลืนช่วงแสงสีส้มแดง ดังนั้นแสงที่ผ่านมาเป็นแสงสีน้ำเงิน

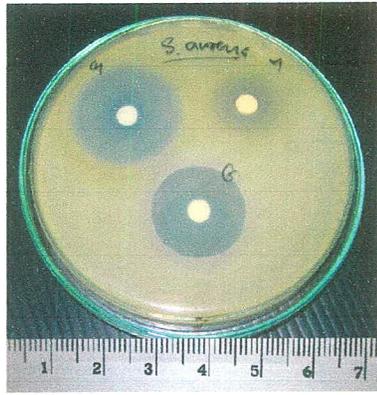
เปรียบเทียบความยาวคลื่นช่วงวิติเบิลของสารประกอบ 3 แตกต่างจาก 4 อย่างชัดเจน (ตารางที่ 5.6) ซึ่งสอดคล้องกัน สีของผลึกของสารประกอบ 3 และ 4 ที่เป็นสีเขียวและฟ้าตามลำดับ

5.1.5 การวิเคราะห์ทางความร้อนของสารประกอบ 4

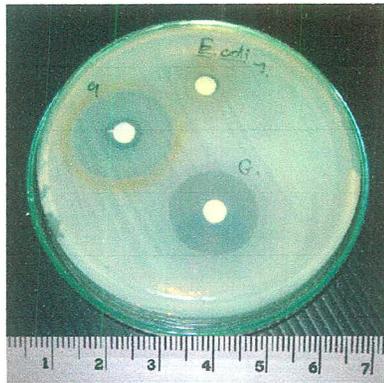
การสูญเสียน้ำหนักทางความร้อน (TGA)

จากเทอร์โมแกรมของการวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักของโมเลกุลเมื่อได้รับความร้อน พบการเปลี่ยนแปลง 4 ช่วง โดยช่วงที่ 1 มีการเปลี่ยนแปลงภายใน 3 ช่วงเล็กๆระหว่าง 40 - 250°C น้ำหนักหายไป 18.7% ซึ่งน่าจะเป็นการสูญเสียน้ำหนักของน้ำอิสระ 2 ลิแกนด์น้ำ ช่วงที่ 2 คือ ช่วงอุณหภูมิ 250 - 350 °C เป็นการสูญเสียน้ำหนัก 63.8% ซึ่งตรงกับการสูญเสียน้ำหนักของ HSal และ DNBA (K. Rissanen, 1987 และ I.M. Khan, 2010) และผลจากการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นน่าจะเหลือแค่ CuO (Y. Qi, 2008) ตามลำดับ

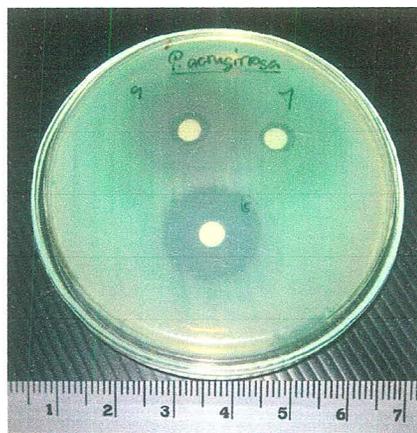
ซึ่งทุกช่วงที่มีการสลายไปของการสารประกอบ 4 ทำให้น้ำหนักลดลงสัมพันธ์กับเทอร์โมแกรมของ DTA ที่เป็นปฏิกิริยาคูดความร้อนเข้าไปเพื่อสลายพันธะ และที่เห็นชัด ๆ คือ อุณหภูมิประมาณ 326-335 °C ปฏิกิริยาคูดความร้อนเพื่อไปสลายน้ำหนักถึง 63.8 %



ภาพที่ 5.12 การยับยั้งการเติบโตของเชื้อ *S. aureus* ของสารประกอบ 4 (หมายเลข 7)



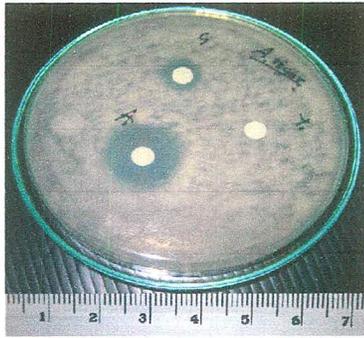
ภาพที่ 5.13 การยับยั้งการเติบโตของเชื้อ *E. coli* ของสารประกอบ 4 (หมายเลข 7)



ภาพที่ 5.14 การยับยั้งการเติบโตของเชื้อ *P. aeruginosa* ของสารประกอบ 4 (หมายเลข 7)



ภาพที่ 5.15 ในการยับยั้งการเติบโตของเชื้อ *C. albicans* ของสารประกอบ 4 (หมายเลข 7)



ภาพที่ 5.16 ผลการยับยั้งการเติบโตของเชื้อ *A. niger* ของสารประกอบ 4 (หมายเลข 7)

ผลของการวัดวงใสของสารประกอบและยามาตรฐานที่ใช้เปรียบเทียบได้ดังตาราง 5.8

ตารางที่ 5.8 ฤทธิ์การยับยั้งการเจริญของจุลินทรีย์ของสารประกอบ 1 2 3 และ 4

ที่	เชื้อ	1	2	3	4	ยามาตรฐาน (วงใส)
1	<i>S. aureus</i>	10.3 mm	13 mm	17.3 mm	8.6 mm	Gen. (20.3 mm)
2	<i>E. coli</i>	10.3 mm	8.6 mm	10.0 mm	6.6 mm	Gen. (20.3 mm)
3	<i>P. aeruginosa</i>	11.6 mm	10.0 mm	9.6 mm	10.6 mm	Gen. (22.0 mm)
4	<i>C. albican</i>	11.3 mm	9.0 mm	7.0 mm	8.6 mm	Am. (17.0 mm)
5	<i>A. niger</i>	-	-	11.0 mm	-	AM. (15.0 mm)

ประสิทธิภาพของสารประกอบ 4 ในการยับยั้งเชื้อ *S. aureus* สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อที่ระดับความเข้มข้น 25 mg/ml เมื่อวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของวงใสที่มีการยับยั้งเชื้อ พบว่ามีขนาดเท่ากับ 8.6 mm โดยมีประสิทธิภาพเทียบกับยาปฏิชีวนะเจนตามัยซินเท่ากับ 42.3 %

ประสิทธิภาพของสารประกอบ 4 ในการยับยั้งเชื้อ *E. coli* สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อ ที่ระดับความเข้มข้น 25 mg/ml เมื่อวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของวงใสที่มีการยับยั้งเชื้อ พบว่ามีขนาดเท่ากับ 6.6 mm โดยมีประสิทธิภาพเทียบกับยาปฏิชีวนะเจนตามัยซินเท่ากับ 32.5 %

ประสิทธิภาพของสารประกอบ 4 ในการยับยั้งเชื้อ *P. aeruginosa* สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อ ที่ระดับความเข้มข้น 25 mg/ml เมื่อวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของวงใสที่มีการยับยั้งเชื้อ พบว่ามีขนาดเท่ากับ 10.6 mm โดยมีประสิทธิภาพเทียบกับยาปฏิชีวนะเจนตามัยซินเท่ากับ 48.1 %

ประสิทธิภาพของสารประกอบ 4 ในการยับยั้งเชื้อ *C. albicans* สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อ ที่ระดับความเข้มข้น 25 mg/ml เมื่อวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของวงใสที่มีการยับยั้งเชื้อ พบว่ามีขนาดเท่ากับ 8.6 mm โดยมีประสิทธิภาพเทียบกับยาปฏิชีวนะแอมโฟเทอริซินบีเท่ากับ 50.5 %

ประสิทธิภาพของสารประกอบ 4 ไม่สามารถยับยั้งเชื้อ *A. niger* ได้

ตารางที่ 5.9 ความไวของการยับยั้งการเจริญของจุลินทรีย์ของสารประกอบ 1 2 3 และ 4

สารประกอบ	Conc.mg/ml	ฤทธิ์การยับยั้งของสารต่อเชื้อ				
		<i>S.aureus</i>	<i>E.Coli</i>	<i>P.aeruginosa</i>	<i>C.albicans</i>	<i>A.niger</i>
1	25	moderate	moderate	moderate	high	-
2	25	high	moderate	moderate	moderate	-
3	25	high	weak	weak	weak	high
4	25	weak	weak	moderate	weak	-

จากการแปรผลการยับยั้งเชื้อของสารประกอบ 4 โดยอาศัยงานของ A.H. Manikshete, 2011 พอสรุปได้ว่าสารประกอบ 4 ไม่มีประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อรา *A. niger* ในขณะที่เชื้ออื่น ๆ ซึ่งมีขนาดของวงใสใกล้เคียงกันและสามารถยับยั้งเชื้อได้น้อย ยกเว้น *P.aeruginosa* อาจจะได้ว่ายับยั้งเชื้อนี้ได้ปานกลาง ดังผลการทดลองในตารางที่ 5.8 และ 5.9 และเมื่อเปรียบเทียบพบว่า มีฤทธิ์ยับยั้งเชื้อได้น้อยกว่าสารประกอบ 3 และ 1 แต่ใกล้เคียงกับสารประกอบ 2

(2) การศึกษาความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อ

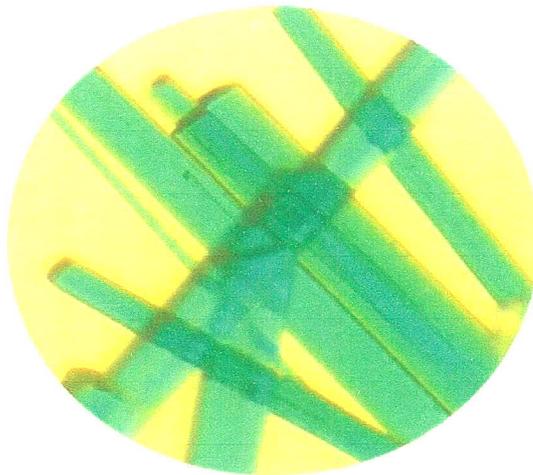
สำหรับสารประกอบ 4 นั้น ส่วนใหญ่ให้ปริมาณยาต่ำสุดที่ป้องกันไม่ให้เกิดการเจริญของแบคทีเรียในการทดลองหรือค่าการยับยั้งที่ความเข้มข้น 6.5 mg/ml ซึ่งผลไม่แตกต่างกับของสารประกอบ 1 ที่จัดเป็นลิแกนด์ของสารประกอบ 4 ยกเว้นในการยับยั้งเชื้อ *E. Coli* มีค่าเท่ากับ 3.25 mg/ml

ตารางที่ 5.10 ค่า MIC ของสารประกอบ 1 2 3 และ 4

สารประกอบ	MIC (mg/ml)				
	<i>S.aureus</i>	<i>E.Coli</i>	<i>P.aeruginosa</i>	<i>C.albicans</i>	<i>A.niger</i>
1	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5
2	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5
3	6.5	6.5	3.25	6.5	6.5
4	6.5	3.25	6.5	6.5	6.5

5.2 สารประกอบ 5 $[\text{Cu}(\text{DNBA})(\text{HSal})(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$ หรือ diaqua3,5-dinitrobenzoatosalicylatocopper(II) dihydrate

5.2.1 ลักษณะทางกายภาพของสารประกอบ 5



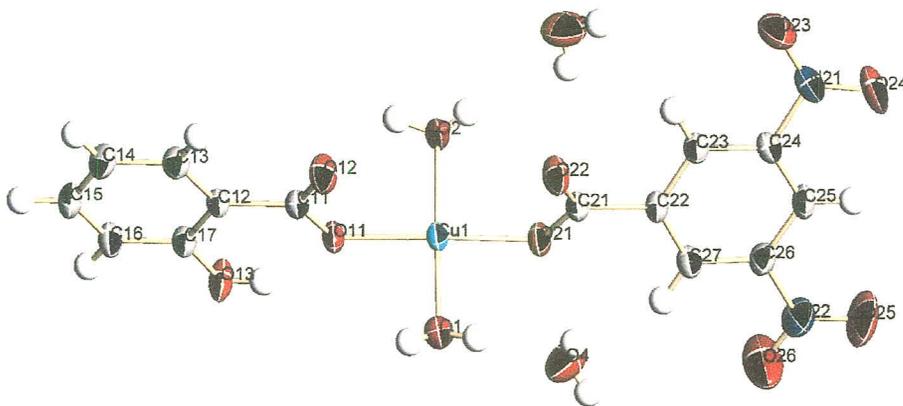
ภาพที่ 5.17 ผลึกสารประกอบ 5

สารประกอบ 5 มีผลึกสีเขียว ลักษณะเป็นแผ่นบาง ๆ ค่อนข้างยาว สามารถละลายได้ในตัวทำละลายเอทานอล เมทานอล ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ และละลายได้เล็กน้อยในตัวทำละลายอะซิโตน ซึ่งเหมือนกับสารประกอบ 4 ยกเว้น ไม่ละลายในคลอโรฟอร์ม

ตารางที่ 5.11 ความสามารถในการละลายของสารประกอบ 1 2 3 สารตั้งต้น $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 4 และ 5

ตัวทำละลาย	1	2	$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	3	4	5
น้ำ	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย
เฮกเซน	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย
อะซิโตน	ไม่ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย
			เล็กน้อย	เล็กน้อย	เล็กน้อย	เล็กน้อย
เอทานอล	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย
เมทานอล	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย
คลอโรฟอร์ม	ไม่ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ละลาย	ไม่ละลาย
ไดเมทิลซัลฟอกไซด์	ละลาย	ละลาย	เล็กน้อย	ละลาย	เล็กน้อย	ละลาย
			ละลาย		ละลาย	

5.2.2 โครงสร้างผลึกของสารประกอบ 5



ภาพที่ 5.18 โครงสร้างโมเลกุลของสารประกอบ 5 โดยแสดงตำแหน่งอะตอม

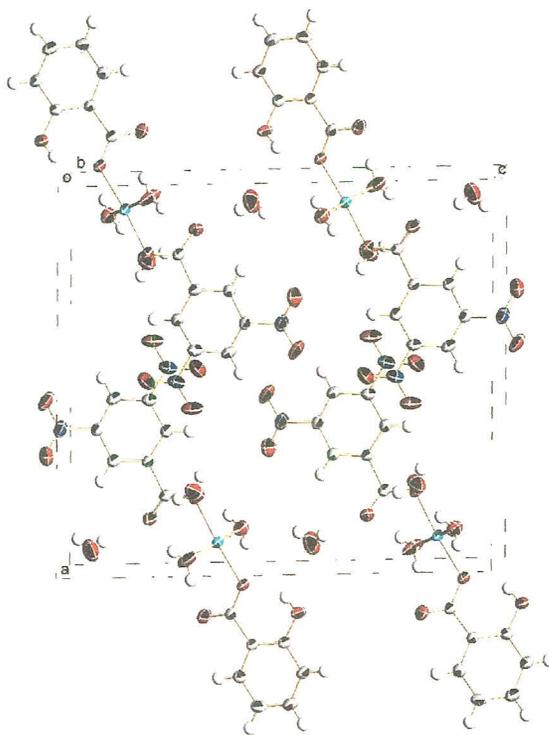
จากการศึกษาโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว พบว่า สารประกอบที่ได้มีโครงสร้างคือ $\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{CuN}_2\text{O}_3$ หรือ $[\text{Cu}(\text{DNBA})(\text{HSal})(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ โดยมีระบบมอนอคลินิก มีหมู่ปริภูมิ $P2(1)/c$ มีเซลล์พารามิเตอร์ดังนี้ $a=15.2492(9)\text{\AA}$ $b=6.9556(4)\text{\AA}$ $c=17.3171(10)\text{\AA}$ $\beta = 91.5920(10)^\circ$

สารประกอบ 5 มีไอออนโลหะ Cu^{2+} สร้างพันธะโคออร์ดิเนตโคเวเลนต์กับอะตอมออกซิเจนจากหมู่คาร์บอกซิเลต อย่างละ 1 อะตอมจากลิแกนด์ HSal กับ DNBA และ 2 อะตอมจากลิแกนด์ H_2O นอกจากนี้ยังประกอบด้วยน้ำอิสระอีก 2 โมเลกุล ทำให้สูตรโมเลกุลของสารประกอบ 5 คือ $[\text{Cu}(\text{DNBA})(\text{HSal})(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เหมือนกับสารประกอบ 4 แต่สารประกอบทั้งสองชนิดมีสูตรโครงสร้างที่แตกต่างกัน โดยมี H_2O

อิสระ 2 โมเลกุล อยู่ในตำแหน่งบนซ้ายและขวาในสารประกอบ 4 แต่บนและล่างในสารประกอบ 5 มีผลให้สารประกอบนี้มีลักษณะทางกายภาพบางประการแตกต่างกันออกไป เช่น สี (ฟ้าสำหรับสารประกอบ 4 และสีเขียวสำหรับสารประกอบ 5) ความสามารถในการละลายแตกต่างกัน (ตารางที่ 5.1 และ 5.11) นอกจากนี้ทำให้ระบบผลึกแตกต่างกันอย่างชัดเจน คือ ออร์โทโรมบิกและมอนอคลินิก ตามลำดับ ซึ่งการเกิดลักษณะแบบนี้เรียกว่า พอลิมอร์ฟิซึม (Polymorphism) จากสาเหตุที่สารประกอบ 4 และ 5 มีพอลิมอร์ฟิซึม ทำให้สมบัติกายภาพและเคมีต่างกัน อย่างที่เห็นได้ชัดคือระบบผลึก สีของผลึก และความสามารถในการละลายดังที่แสดงมาข้างแล้ว

ความยาวพันธะรอบกึ่งหนึ่ง $[\text{CuO}_4]$ โดยเฉลี่ยความยาวพันธะและมุมรอบไอออน Cu^{2+} ของกึ่งหนึ่ง $[\text{CuO}_4]$ ของสารประกอบ 5 จะสั้นกว่าหรือมีค่าน้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับสารประกอบ 4 แต่ที่แตกต่างอย่างชัดเจนคือ พันธะ $\text{Cu-O}(\text{H}_2\text{O})$ 1.952(19) Å และ 1.910(2) Å และแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับสารประกอบ 4 ส่วนพารามิเตอร์คือความยาวพันธะ มุมพันธะ และอื่นๆของลิแกนด์ DNBA และ HSal ก็ใกล้เคียงกับสารประกอบ 4

เลขโคออร์ดิเนชันเท่ากับ 4 เหมือนสารประกอบ 4 ทำให้โครงสร้างทางเรขาคณิตของไอออนโลหะ Cu^{2+} คือสี่เหลี่ยมแบนราบ



ภาพที่ 5.19 การอัดแน่นของโมเลกุลในหนึ่งหน่วยเซลล์ของสารประกอบ 5

ตารางที่ 5.12 ข้อมูลทางผลึกของสารประกอบ 5

พารามิเตอร์	ข้อมูล
Identification code	สารประกอบ 5
Empirical formula	C ₁₄ H ₁₆ Cu N ₂ O ₁₃
Formula weight	483.84
Crystal system	Monoclinic
Space group	<i>P2(1)/c</i>
Unit cell dimensions	$a = 15.2492(9) \text{ \AA}$ $b = 6.9556(4) \text{ \AA}$ $c = 17.3171(10) \text{ \AA}$ $\alpha = \gamma = 90^\circ$ $\beta = 91.5920(10)^\circ$
Volume	1836.07(18) \AA^3
Z	4
Crystal size	0.279 x 0.257 x 0.131 mm ³
Completeness to theta = 28.32°	97.7 %
Final R indices [$I > 2 \sigma(I)$]	R1 = 0.0295, wR2 = 0.0702
R indices (all data)	R1 = 0.0380, wR2 = 0.0723

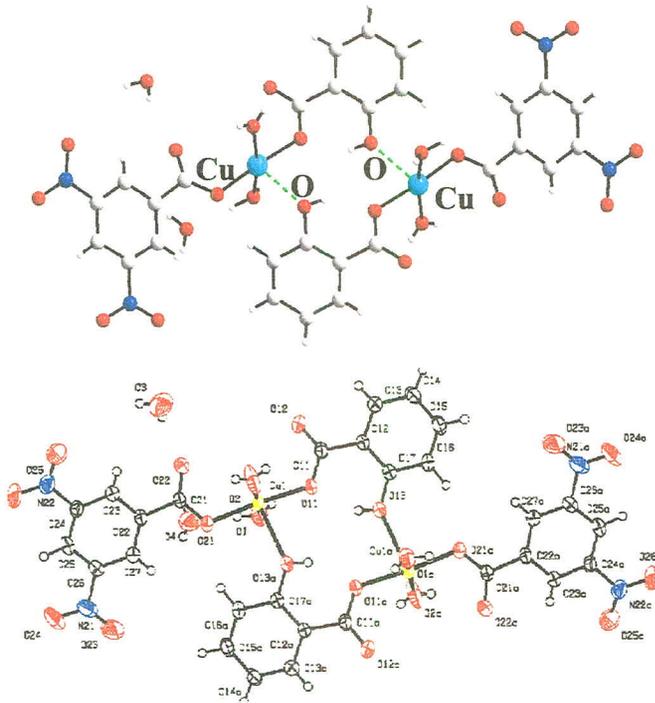
ตารางที่ 5.13 ความยาวพันธะ [\AA] และมุมพันธะ [$^\circ$] ของสารประกอบ 5

พารามิเตอร์	ความยาวพันธะ (\AA)	พารามิเตอร์	มุมพันธะ ($^\circ$)
Cu(1)-O(11)	1.9504(13)	O(11)-Cu(1)-O(1)	90.04(7)
Cu(1)-O(21)	1.9362(15)	O(21)-Cu(1)-O(1)	90.27(7)
Cu(1)-O(2)	1.910(2)	O(21)-Cu(1)-O(2)	89.91(8)
Cu(1)-O(1)	1.9521(19)	O(11)-Cu(1)-O(21)	175.16(7)
O(11)-C(11)	1.285(3)	O(11)-Cu(1)-O(2)	90.88(7)
O(13)-C(17)	1.349(3)	O(1)-Cu(1)-O(2)	166.99(11)
O(22)-C(21)	1.224(3)	O(13)-C(17)-C(12)	122.44(16)
O(24)-N(21)	1.208(3)	O(23)-N(21)-O(24)	122.4(3)
O(25)-N(22)	1.210(3)	O(24)-N(21)-C(26)	118.9(2)
O(12)-C(11)	1.235(3)	O(25)-N(22)-C(24)	118.31(18)

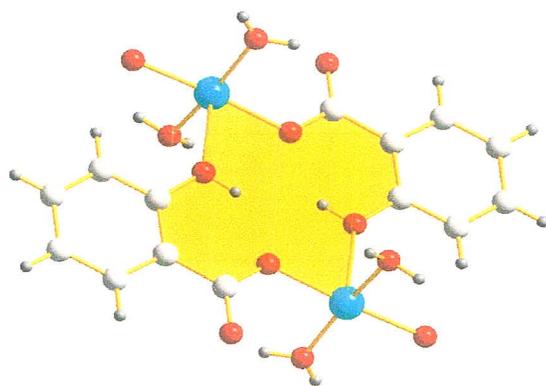
ตารางที่ 5.13 ความยาวพันธะ [Å] และมุมพันธะ [°] ของสารประกอบ 5 (ต่อ)

พารามิเตอร์	ความยาวพันธะ (Å)	พารามิเตอร์	มุมพันธะ (°)
O(21)-C(21)	1.272(2)	O(22)-C(21)-C(22)	118.14(17)
O(23)-N(21)	1.189(3)	O(12)-C(11)-O(11)	123.85(18)
O(26)-N(22)	1.219(3)	O(13)-C(17)-C(16)	118.05(18)
N(22)-C(24)	1.473(3)	O(23)-N(21)-C(26)	118.7(2)
N(21)-C(26)	1.457(3)	O(25)-N(22)-O(26)	124.6(2)
		O(26)-N(22)-C(24)	117.1(2)
		O(22)-C(21)-O(21)	126.19(18)
		O(21)-C(21)-C(22)	115.67(19)

นอกจากนี้พบว่าไอออนโลหะ Cu^{2+} สามารถสร้างพันธะกับ O จากหมู่ไฮดรอกซี (OH) ของลิแกนด์ HSal ของโมเลกุลที่อยู่ใกล้เคียง เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนไดนิวเคลียร์ (Dinuclear complex) ดังภาพ 5.20 และผลที่ตามมาคือ เกิดวงแหวน 12 เหลี่ยมขนาดใหญ่ วัดความยาวพันธะ Cu-Cu คือ 5.869(2) Å ซึ่งยาวกว่าในสารประกอบ 4 (3.649(12) Å) และพันธะ Cu-O(HSal) คือ 2.454(19) Å ถึงส่งผลให้เลขโคออร์ดิเนชัน เท่ากับ 5 เกิดรูปร่างทางเรขาคณิตของไอออนโลหะ Cu^{2+} คือ ปริซึมฐานสี่เหลี่ยม ดังภาพที่ 5.20 ซึ่งเหมือนกับสารประกอบ 3 แต่แตกต่างจากสารประกอบ 4 ที่เป็นพอลินิวเคลียร์



ภาพที่ 5.20 สารประกอบเชิงซ้อนไดนิวเคลียร์ของสารประกอบ 5

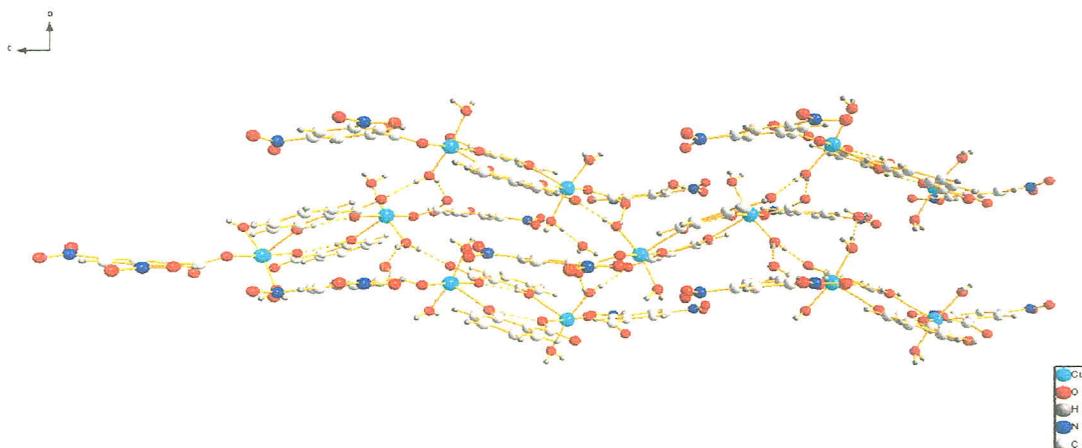


ภาพที่ 5.21 วงแหวน 12 เหลี่ยมของสารประกอบ 5 (สีที่บ)

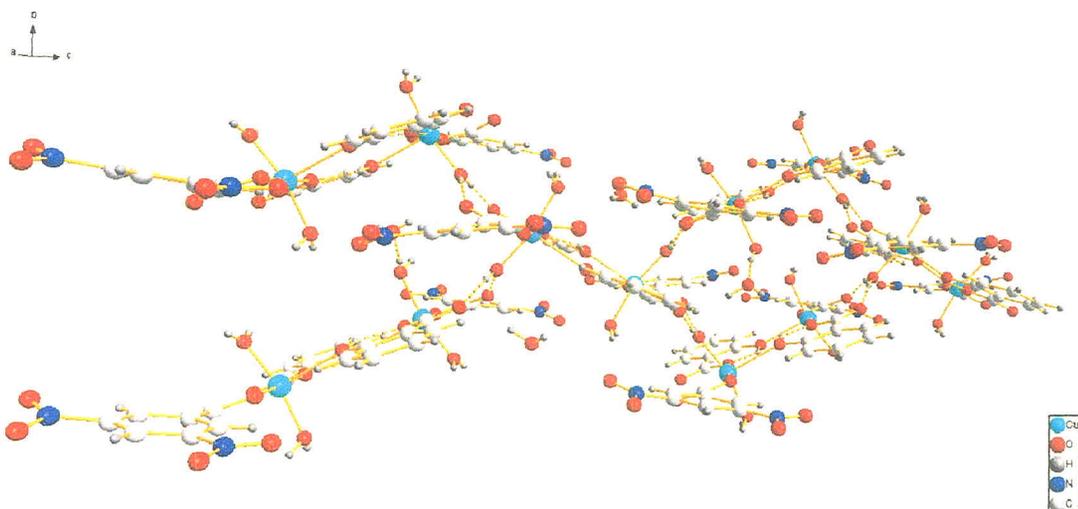
ตารางที่ 5.14 ความยาวพันธะ [Å] และมุมพันธะ [°] และอันตรกิริยาของสารประกอบ 5

D-H	d(D-H)	d(H..A)	<DHA	d(D..A)	A
O1-H1A	0.820	1.874	169.88	2.685	O4
O13-H13A	0.820	1.856	144.99	2.571	O11
O2-H2A	0.820	1.823	161.03	2.612	O22 [-x+2, y+1/2, -z+3/2]
O3-H3A	0.685	2.097	162.61	2.758	O22
O3-H3B	0.682	2.334	138.01	2.878	O1 [x, -y+3/2, z-1/2]
O2-H2B	0.707	1.954	174.54	2.659	O12 [-x+2, y+1/2, -z+3/2]
O1-H1B	0.766	1.975	175.02	2.739	O3 [-x+2, y-1/2, -z+3/2]

อย่างไรก็ตามสารประกอบ 5 มีอันตรกิริยาภายในโมเลกุลและระหว่างโมเลกุลหลายอันตรกิริยา โดยมีโมเลกุลของน้ำอิสระ 2 โมเลกุล มาช่วยสร้างอันตรกิริยาดังตารางที่ 5.12 ส่งผลให้สารประกอบ 5 มีความเสถียรกว่าเดิม และผลของอันตรกิริยานี้จะทำให้สารประกอบ 5 เกิดโครงสร้างแบบ 3 มิติได้ดังภาพที่ 5.22 และ 5.23



ภาพที่ 5.22 พอลิเมอร์ 3 มิติของสารประกอบ 5

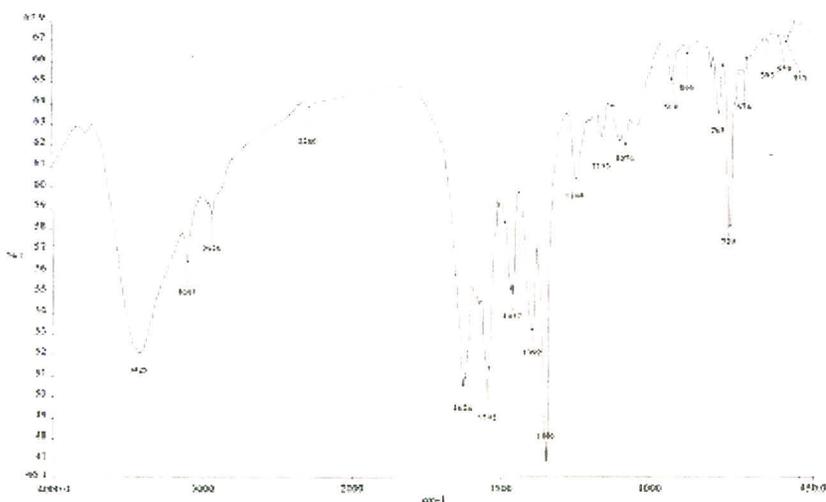


ภาพที่ 5.23 น้ำมีส่วนร่วมในการเกิดอันตรกิริยาของสารประกอบ 5

5.2.3 สเปกตรัมอินฟราเรดของสารประกอบ 5

ผลจากสเปกตรัมแสดงสัญญาณหมู่ฟังก์ชันของสารประกอบ 5 หรือ $[\text{Cu}(\text{DNBA})(\text{HSal})(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$ จะมีสัญญาณหลักๆเหมือนสารประกอบ 4 โดยทั่วไปเหมือนกัน แต่จะมีหมู่ C-H ของวงแอโรมาติกแตกต่างกัน โดยปรากฏสัญญาณที่ 3093 และ 2928 cm^{-1} ในสารประกอบ 5 แต่เกิดเพียง 1 สัญญาณ (3093 cm^{-1}) ของสารประกอบ 4 และสัญญาณที่ 2280 cm^{-1} ในสารประกอบ 5 แต่ไม่ปรากฏในสารประกอบ 4 บ่งบอกการเกิดอันตรกิริยาที่แตกต่างกัน ซึ่งสอดคล้องกับพื้นที่เหนือสเปกตรัมค่อนข้างกว้างแตกต่างกัน

การยืดของ Cu-O จะมีเลขคลื่นประมาณ 559 cm^{-1} ซึ่งสูงกว่าสารประกอบ 4 เล็กน้อย แต่เป็นค่าปกติของ Cu-O ที่พบทั่วไป (Oxford Chemistry Press, Oxford, 1998) และ (Y.Jin *et. al*, 2008) และมีค่าสัญญาณใกล้เคียงกับ Cu-O ของสารตั้งต้น $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ดังสเปกตรัมในภาพที่ 4.32



ภาพที่ 5.24 สเปกตรัมอินฟราเรดของสารประกอบ 5

พื้นที่เหนือเส้นสเปกตรัมระหว่างเลขคลื่นประมาณ 3700 cm^{-1} กว้างมาก แสดงได้อย่างชัดเจนว่าเกิดอันตรกิริยาใน โมเลกุล

ตารางที่ 5.15 สเปกตรัมอินฟราเรดของสารประกอบ 1 2 3 4 และ 5

1	2	3	4	5	Frequency, cm^{-1}	Bond	Functional group
	3748(s)	3(s)			3640–3610 (s, sh)	O–H stretch, free hydroxyl	alcohol, phenol
	3455(m)	3447(m)	3360(m)	3425(m)	3300–2500 (m)	O–H stretch	carboxylic acid
3093(s)	3097(s)	3119(s) 3062(m)	3102(s)	3093(s) 2928(ms)	3100–3000 (s)	C–H stretch	aromatic
1704(s)	1734(s)	678(s)	1618(s)	1624(s)	1760–1665 (s)	C=O stretch	carboxylic acid
1631(m)	1629(m)	1612(m)	1593(m)	1577(m)	1600–1585 (m)	C–C stretch (in–ring)	aromatic
1547	1545	-	1542 (s)	1542 (s)	1550–1475 (s)	N–O asymmetric stretch	nitro compound
1471 (m)	1469(m)	1453(m)	1467(m)	1457 (m)	1500–1400 (m)	C–C stretch (in–ring)	aromatic
1348(m)	1347 (m)	-	1345 (m)	1346 (m)	1360– 1290(m)	N–O symmetric stretch	nitro compound
1286(s)	1278 (s)	-	1251 (s)	(s)	1320–1210 (s)	C–O stretch	carboxylic acid
923 (m)	923(m)	834(m)	919 (m)	916 (m)	950–910 (m)	O–H bend	carboxylic acid
697 (s)	665 (s)	684(s)	697 (s)	674 (s)	900–675 (s)	C–H "oop"	aromatic
		504(m)	526 (m)	535 (m)	590-520 (m)	Cu–O stretch	Metal-O

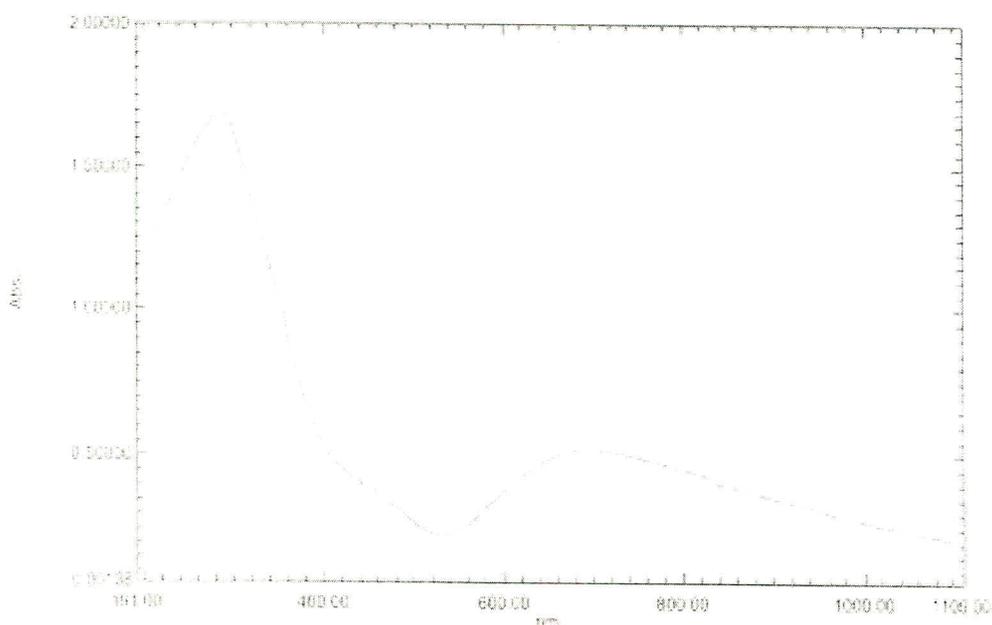
หมายเหตุ br= broad ; m=medium; s=strong; sh=shoulder; w=weak; v=stretching, δ =bending

5.2.4 สเปกตรัมอัลตราไวโอเลต-วิสิเบิลของสารประกอบ 5

สำหรับสารประกอบ 5 นั้น ดูดกลืนแสงช่วง UV-Vis สูงสุดอยู่ 2 ช่อง คือ ที่ 287 nm กับ 733 nm ซึ่งส่วนที่ความยาวคลื่น 287 nm มีค่า แอมพลิจูดเท่ากับ 1.69 เป็นการดูดกลืนแสงในช่วง UV ของหมู่ฟังก์ชัน C=C ของวงฟีนิลของลิแกนด์แสดงว่าเป็นการทรานซิชันจาก $\pi \rightarrow \pi^*$ (I.M. Khan และ A. Ahmad, 2010; X.-L. Wang *et. al*, 2011; (D.K. Hazra *et. al*, 2011; X. Wang *et. al*, 2013) ซึ่งมีค่าการดูดกลืนนี้เป็นตำแหน่งเดียวกันกับในสารประกอบ 3 แต่มีความแตกต่างกับสารประกอบ 1 และสารประกอบ 2 ซึ่งการดูดกลืนแสงนี้จะเป็นการดูดกลืนแสงในช่วง UV ของสารประกอบเชิงซ้อน

การดูดกลืนแสงช่วงอัลตราไวโอเลต-วิสิเบิล ของสารประกอบ 5 พบว่าที่ค่าความยาวคลื่น 732 nm มีค่า แอมพลิจูดเท่ากับ 0.52 ซึ่งเป็นการดูดกลืนในลักษณะของ d-d transition ของ $\text{Cu}^{2+} (d^9)$ (A. Tovar-Tovar, 2004) ซึ่งเปรียบเทียบกับสารประกอบ 3 มีค่าการดูดกลืนแสงใกล้เคียงกัน

ดังนั้นสีของสารประกอบ 3 และ 5 จึงเป็นสีเขียว ซึ่งแตกต่างจากสารประกอบ 4 ซึ่งมีสีฟ้า



ภาพที่ 5.25 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารประกอบ 5

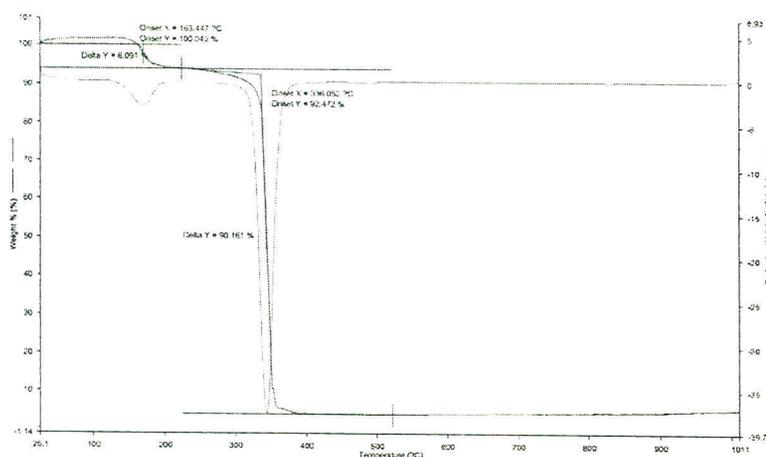
สิ่งที่แตกต่างกันอีกอย่างหนึ่ง คือ จะเห็นเส้นกราฟพุ่งขึ้นบริเวณ 435 nm ซึ่งน่าเป็นการถ่ายโอนประจุระหว่างลิแกนด์กับ ไอออน โลหะ (Metal-ligand charge transfer MLCT) ซึ่งไม่พบในสารประกอบ 4

ตารางที่ 5.16 ค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบ 1 2 3 4 และ 5

สารประกอบ	ค่าความยาวคลื่น (nm)	แอมพลิจูด	การแทนที่ชั้น
1	297	0.92	$\pi \rightarrow \pi^*$
	305	0.98	$\pi \rightarrow \pi^*$
2	305	0.84	n- π^*
	284	1.63	$\pi \rightarrow \pi^*$
	790	0.87	d-d
4	284	1.52	$\pi \rightarrow \pi^*$
	665	0.53	d-d
5	287	1.69	$\pi \rightarrow \pi^*$
	435	0.45	ML CT
	732	0.52	d-d

5.2.5 การวิเคราะห์ทางความร้อนของสารประกอบ 5

จากเทอร์โมแกรมของการวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักของโมเลกุลเมื่อได้รับความร้อน เพื่อยืนยันโครงสร้างพบการเปลี่ยนแปลง 2 ช่วง ช่วงที่ 1 คือ ช่วงอุณหภูมิ 163 - ~220 °C เป็นการสูญเสียน้ำหนัก 6.091% ซึ่งตรงกับการสูญเสยลิแกนด์ของ 2H₂O นอกโมเลกุล (Y. Jin *et. al*, 2008) ช่วงที่ 2 คือ ช่วงอุณหภูมิ ~220 - ~360 °C เป็นการสูญเสียน้ำหนัก 90.161% ซึ่งตรงกับการสูญเสียน้ำ 2H₂O ในโมเลกุล พร้อมด้วยลิแกนด์ HSal และ DNBA (Y. Jin *et. al*, 2008; K. Rissanen *et. al*, 1987 และ I.M. Khan *et. al*, 2010) ผลจากการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นน่าจะเหลือแค่ CuO (Y. Qi *et. al*, 2008)



ภาพที่ 5.26 การวิเคราะห์ทางความร้อนของสารประกอบ 5

ตารางที่ 5.17 วิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักจากเทอร์โมแกรม TGA ของสารประกอบ 3 4 และ 5

สารประกอบ	ขั้นสูญเสีย	อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักหายไป (%)	สูญเสีย	หมายเหตุ
3	1	193-230	27.755	HBA	
	2	285-350	43.119	BA	มีชั้นย่อยๆ 2 ครั้ง
	3	400-450	10.517	พันธะ Cu-Cu	
4	1	84	187	น้ำ	มีชั้นย่อยๆหลายชั้น
	2	210	63.8	ลิแกนด์	มีการเปลี่ยนแปลง
	3	623	19.8	ลิแกนด์	
	4	เกิน 1000	4.45	CuO	
5	1	163	6.1	ลิแกนด์น้ำ	
	2	336	90.161	ลิแกนด์ DNBA	

5.2.6 การศึกษาฤทธิ์การยับยั้งการเจริญของจุลินทรีย์ของสารประกอบ 5

(1) การศึกษาฤทธิ์ในการยับยั้งการเจริญของจุลินทรีย์

การศึกษาฤทธิ์ในการยับยั้งการเจริญของจุลินทรีย์ ด้วย Disc diffusion techniques ของสารประกอบ 5 หมายเลขบนจานคือหมายเลข 8 จากภาพที่ 4.11-4.15 (บทที่ 4) ที่ความเข้มข้น 25 mg/ml พบว่ามีวงใสเท่ากับ 12.0 mm ของเชื้อ *S.aureus* (Std. Gen. 20.3 mm) 10.0 mm ของเชื้อ *E.coli* (Std. Gen. 20.3 mm) 10.3 mm ของเชื้อ *P.aeruginosa* (Std. Gen. 22 mm) และ 16.3 mm ของเชื้อ *C.albicans* (Std. Am. 17 mm) ตามลำดับ

ตารางที่ 5.18 ฤทธิ์การยับยั้งการเจริญของจุลินทรีย์ของสารประกอบ 5

ที่	เชื้อ	1	2	3	4	5	ยามาตรฐาน (วงใส)
1	<i>S. aureus</i>	10.3 mm	13 mm	17.3 mm	8.6 mm	12.0 mm	Gen. (20.3 mm)
2	<i>E. coli</i>	10.3 mm	8.6 mm	10.0 mm	6.6 mm	10.0 mm	Gen. (20.3 mm)
3	<i>P. aeruginosa</i>	11.6 mm	10.0 mm	9.6 mm	10.6 mm	10.3 mm	Gen. (22.0 mm)
4	<i>C. albicans</i>	11.3 mm	9.0 mm	7.0 mm	8.6 mm	16.3 mm	Am. (17.0 mm)
5	<i>A. niger</i>	-	-	11.0 mm	-	-	AM. (15.0 mm)

ประสิทธิภาพของสารประกอบ 5 ในการยับยั้งเชื้อ *S.aureus* สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อ ที่ระดับความเข้มข้น 25 mg/ml เมื่อวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของวงใสที่มีการยับยั้งเชื้อ พบว่ามีขนาดเท่ากับ 12.0 mm โดยมีประสิทธิภาพเทียบเท่ากับยาปฏิชีวนะเจนตามัยซินเท่ากับ 59.1 %

ประสิทธิภาพของสารประกอบ 5 ในการยับยั้งเชื้อ *E.coli* สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อ ที่ระดับความเข้มข้น 25 mg/ml เมื่อวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของวงใสที่มีการยับยั้งเชื้อ พบว่ามีขนาดเท่ากับ 10.0 mm โดยมีประสิทธิภาพเทียบกับยาปฏิชีวนะเจนตามัยซินเท่ากับ 49.3 %

ประสิทธิภาพของสารประกอบ 5 ในการยับยั้งเชื้อ *P. aeruginosa* สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อ ที่ระดับความเข้มข้น 25 mg/ml เมื่อวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของวงใสที่มีการยับยั้งเชื้อ พบว่ามีขนาดเท่ากับ 10.3 mm โดยมีประสิทธิภาพเทียบกับยาปฏิชีวนะเจนตามัยซินเท่ากับ 46.8%

ประสิทธิภาพของสารประกอบ 5 ในการยับยั้งเชื้อ *C. albicans* สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อ ที่ระดับความเข้มข้น 25 mg/ml เมื่อวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของวงใสที่มีการยับยั้งเชื้อ พบว่ามีขนาดเท่ากับ 16.3 mm โดยมีประสิทธิภาพเทียบกับยาปฏิชีวนะแอมโฟเทอริซินบีเท่ากับ 95.8 %

ประสิทธิภาพของสารประกอบ 5 ไม่สามารถยับยั้งเชื้อ *A. niger* ได้

จากการแปรผลการยับยั้งเชื้อของสารประกอบ 5 โดยอาศัยงานของ A.H. Manikshete, 2011 พบสรุปได้ว่าสารประกอบ 5 สามารถยับยั้งเชื้อ *S.aureus* และ *P.aeruginosa* ได้ค่อนข้างปานกลาง แต่ยับยั้งเชื้อ *C.albicans* ได้ดีมาก ๆ แต่ไม่สามารถยับยั้ง *A.niger* ได้เลย ดังแสดงไว้ในตารางที่ 5.19 ซึ่งแตกต่างกับสารประกอบพอลิมอร์ฟ 4 อย่างมาก โดยเฉลี่ยสารประกอบ 5 มีฤทธิ์ยับยั้งเชื้อ 4 ชนิดที่ศึกษาได้ดีกว่าสารประกอบ 5

ตารางที่ 5.19 ความไวของการยับยั้งการเจริญของจุลินทรีย์ของสารประกอบ 5

สารประกอบ	Conc.mg/ml	ฤทธิ์การยับยั้งของสารต่อเชื้อ				
		<i>S.aureus</i>	<i>E.Coli</i>	<i>P.aeruginosa</i>	<i>C.albicans</i>	<i>A.niger</i>
1	25	moderate	moderate	moderate	high	-
2	25	high	moderate	moderate	moderate	-
3	25	high	weak	weak	weak	high
4	25	weak	weak	moderate	weak	-
5	25	moderate	moderate	moderate	high	-

(2) การศึกษาความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถยับยั้งการเจริญของเชื้อ

จากผลการหาค่าบริเวณยับยั้งเชื้อซึ่งเป็นการทดสอบฤทธิ์เบื้องต้น เป็นการบอกได้เพียงคร่าวๆ ว่าสารสกัดนั้นมีฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียได้หรือไม่ จึงมีการทดสอบหาค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถยับยั้งเชื้อได้ของสารประกอบด้วยวิธี Broth dilution technique โดยหาความเข้มข้นของยาในระดับต่ำสุด (ในหลอดทดลอง) ที่สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อแบคทีเรีย โดยการเจือจางยาให้มีความเข้มข้นต่างกัน ใส่ลงไป ในเชื้อที่กำลังเจริญเติบโตในอาหารเลี้ยงเชื้อ

สำหรับสารประกอบ 5 นั้น ส่วนใหญ่ให้ปริมาณยาต่ำสุดที่ป้องกันไม่ให้เกิดการเจริญของแบคทีเรีย ในการทดลองหรือค่าการยับยั้งที่ความเข้มข้น 6.5 mg/ml ซึ่งผลไม่แตกต่างกับของสารประกอบ 1 ที่จัดเป็นลิ

แกนค์ของสารประกอบ 5 ยกเว้นในการยับยั้งเชื้อ *P.aeruginosa* มีค่าเท่ากับ 3.25 mg/ml ทั้งนี้เนื่องจากความ เป็นสารประกอบเชิงซ้อน

ตารางที่ 5.20 ค่า MIC ของสารประกอบ 1 2 3 4 และ 5

สารประกอบ	MIC (mg/ml)				
	<i>S.aureus</i>	<i>E.Coli</i>	<i>P.aeruginosa</i>	<i>C.albican</i>	<i>A.niger</i>
1	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5
2	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5
3	6.5	6.5	3.25	6.5	6.5
4	6.5	3.25	6.5	6.5	6.5
5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5

เนื่องจากสารประกอบ 4 และ 5 เกิดพอลิเมอร์ฟิซิม ทำให้สมบัติทางกายภาพและทางเคมีแตกต่างกันมาก ดังที่ได้ กล่าวมาแล้ว และเมื่อพิจารณาวิธีการทดลองที่ระบุไว้ในบทที่ 3 น่าจะพอสรุปได้ว่าการใช้เวลาที่สังเคราะห์ที่แตกต่างกัน น่าจะเป็นที่มาของพอลิเมอร์ฟิซิม ซึ่งสอดคล้องกับการรายงานที่ว่า อุณหภูมิและเวลา เป็นปัจจัยที่ทำให้เกิดพอลิเมอร์ฟิซิม ได้ (G. Bhosekar *et. al* , 2006)