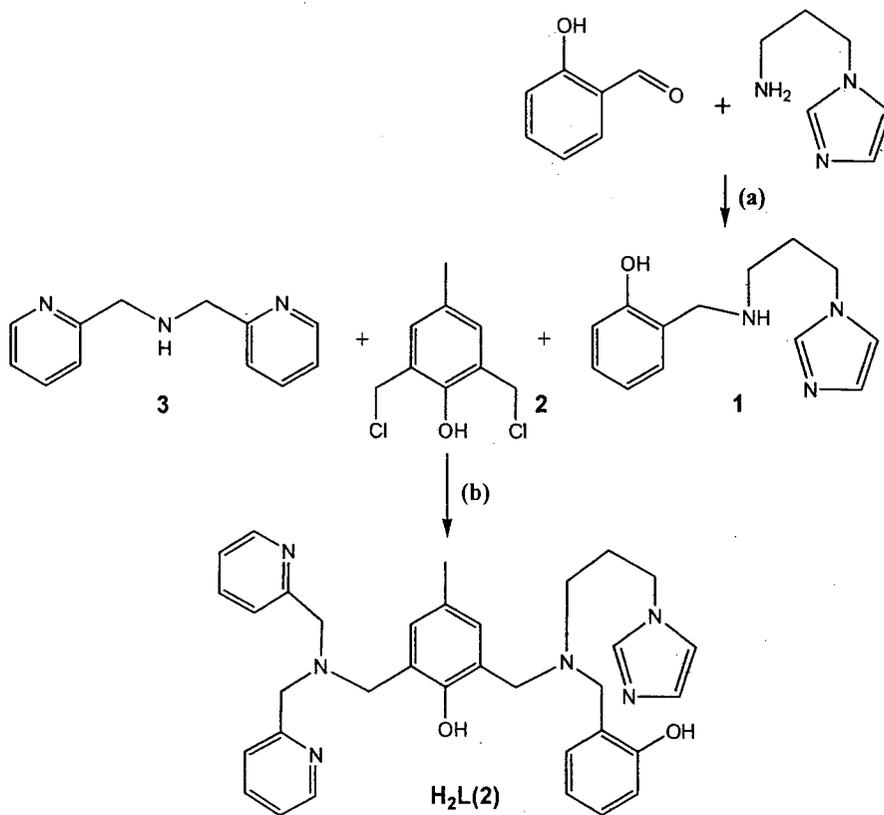


## บทที่ 4

### ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

โครงการวิจัยในครั้งนี้ ก่อนการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนต้องเริ่มต้นจากการสังเคราะห์ลิแกนด์ H<sub>2</sub>L ก่อนวิธีสังเคราะห์สรุปพอสังเขป ดังแผนภาพที่ 2



แผนภาพที่ 2 การสังเคราะห์ลิแกนด์ H<sub>2</sub>L ใช้สารเคมี คือ 2-[(3-pyrazol-1-yl-propylamino)-methyl]-phenol(1) 2,6-bis(chloromethyl)-4-methyl phenol (2) และ 2,2'-Dipicolamine (3)

สารตั้งต้น Salicylaldehyde ทำปฏิกิริยากับ 1-(3-aminopropyl)imidazole ได้สารประกอบ 2-[(3-pyrazol-1-yl-propylamino)-methyl]-phenol (1) จากนั้นเตรียม 2,6-bis(chloromethyl)-4-methyl phenol (2) จากการทำปฏิกิริยาระหว่าง 2,6-bis(hydroxymethyl)-4-methyl phenol และกรดเกลือเข้มข้น และเตรียม 2,2'-Dipicolamine (3) จากการทำปฏิกิริยาระหว่าง 2-(Aminomethyl)pyridine และ 2-Pyridine carboxaldehyde จากนั้นนำสารประกอบที่เตรียมได้ทั้งสามชนิดมาทำปฏิกิริยากันจะได้สารประกอบ 2-[(Bis-pyridin-2-ylmethyl-amino)-methyl]-6-[(2-hydroxy-benzyl)-(4-imidazol-1-yl-butyl)-amino]-methyl-4-methyl-phenol (H<sub>2</sub>L) ซึ่งเป็นลิแกนด์ที่ต้องการแล้วทำให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคคอลัมน์โครมาโทกราฟี

ตารางที่ 1 สมบัติทางกายภาพของสารประกอบเชิงซ้อน

สารประกอบ	มวล โมเลกุล	ลักษณะทาง กายภาพ	จุด หลอมเหลว (°C)	ร้อยละผลผลิตที่ ได้ (%yield)
2-[(3-pyrazol-1-yl-propylamino)- methyl]-phenol	231.2	ผงสีเหลือง	-	67
2,6-bis(chloromethyl)-4- methylphenol	205.5	ผงสีเหลือง	-	45
2,2'-Dipicolamine	199	ผงสีเหลือง	-	40
H <sub>2</sub> L	564.2	ผงสีเหลือง	-	30
สารประกอบเชิงซ้อน 1	847.3	ผงสีน้ำตาล	230	29
สารประกอบเชิงซ้อน 2	798.2	ผงสีน้ำตาล เข้ม	243	32

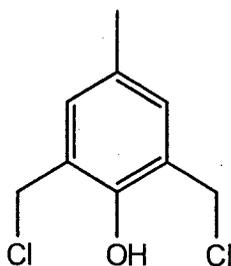
ตารางที่ 2 สมบัติการละลายของสารประกอบเชิงซ้อน

สารประกอบ	เมทานอล	เอทานอล	ไดคลอโรมีเทน	ไดเมทิลซัลฟอก ไซด์
2-[(3-pyrazol-1-yl-propylamino)- methyl]-phenol	✓	✓	×	✓
2,6-bis(chloromethyl)-4- methylphenol	✓	✓	×	✓
2,2'-Dipicolamine	✓	✓	×	✓
H <sub>2</sub> L	✓	✓	×	✓
สารประกอบเชิงซ้อน 1	✓	✓	×	✓
สารประกอบเชิงซ้อน 2	✓	✓	×	✓

หมายเหตุ    ✓ หมายถึง ละลายได้ดี                    × หมายถึง ไม่ละลาย

การศึกษาสมบัติทางสเปกโทรสโกปีด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

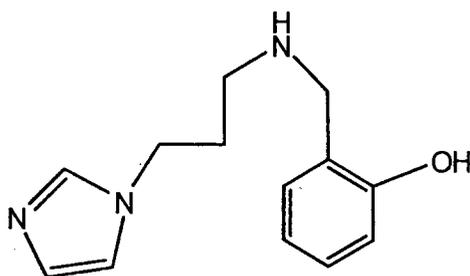
โครงสร้างของสารประกอบ 2,6-bis(chloromethyl)-4-methyl phenol



ตารางที่ 3 ข้อมูลอินฟราเรดของสารประกอบ 2,6-bis(chloromethyl)-4-methyl phenol

เลขคลื่น ( $\text{cm}^{-1}$ )	หมู่ฟังก์ชัน
2980	$\nu(\text{CH-}sp^2)$
2926	$\nu(\text{CH-}sp^3)$
1610	$\nu(\text{C}=\text{C})$
1454	$\delta(\text{OH})$ in-of-plane
1329	$\delta(\text{CH}_3)$
1209	$\delta(\text{CH}_2)$
974	$\delta(=\text{CH})$
769	$\delta(\text{OH})$ out-of-plane

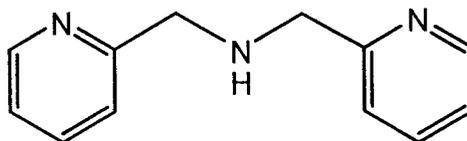
โครงสร้างของสารประกอบ 2-[(3-pyrazol-1-yl-propylamino)-methyl]-phenol



ตารางที่ 4 ข้อมูลอินฟราเรดของสารประกอบ 2-[(3-pyrazol-1-yl-propylamino)-methyl]-phenol

เลขคลื่น ( $\text{cm}^{-1}$ )	หมู่ฟังก์ชัน
3120	N-H of secondary amine
3403	O-H of hydroxyl
2949	$\text{sp}^2$ of C-H
1459	$\text{sp}^3$ of C-H
1595	C-N
1459	<i>Ortho</i> - substituted ring one strong band

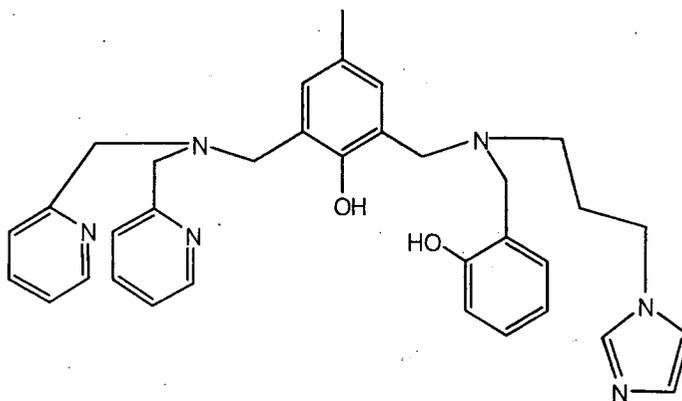
โครงสร้างของสารประกอบ 2,2'-Dipicolamine



ตารางที่ 5 ข้อมูลอินฟราเรดของสารประกอบ 2,2'-Dipicolamine

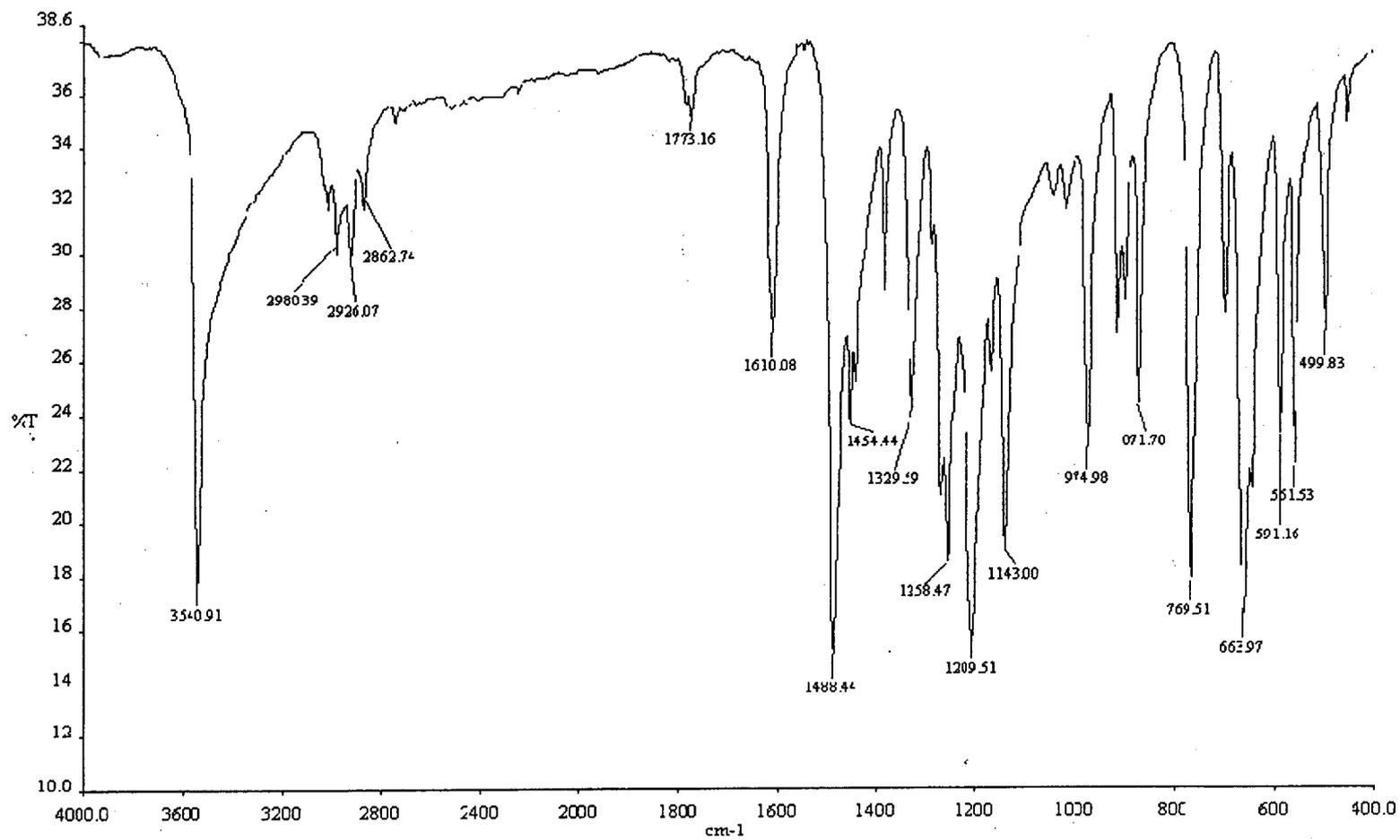
เลขคลื่น ( $\text{cm}^{-1}$ )	หมู่ฟังก์ชัน
3311	N-H of secondary amine
3060	$\text{V}(\text{CH}-\text{sp}^2)$
2975	$\text{V}(\text{CH}-\text{sp}^3)$
1380	$\delta(\text{CH}_1)$
1301	$\delta(\text{CH}_2)$
1092, 1051	C-N
775	$\delta(\text{OH})$ out - of - plane

โครงสร้างของสารประกอบ 2-[(Bis-pyridin-2-ylmethyl-amino)-methyl]-6-[[2-(2-hydroxy-benzyl)-(4-imidazol-1-yl-butyl)-amino]-methyl]-4-methyl-phenol

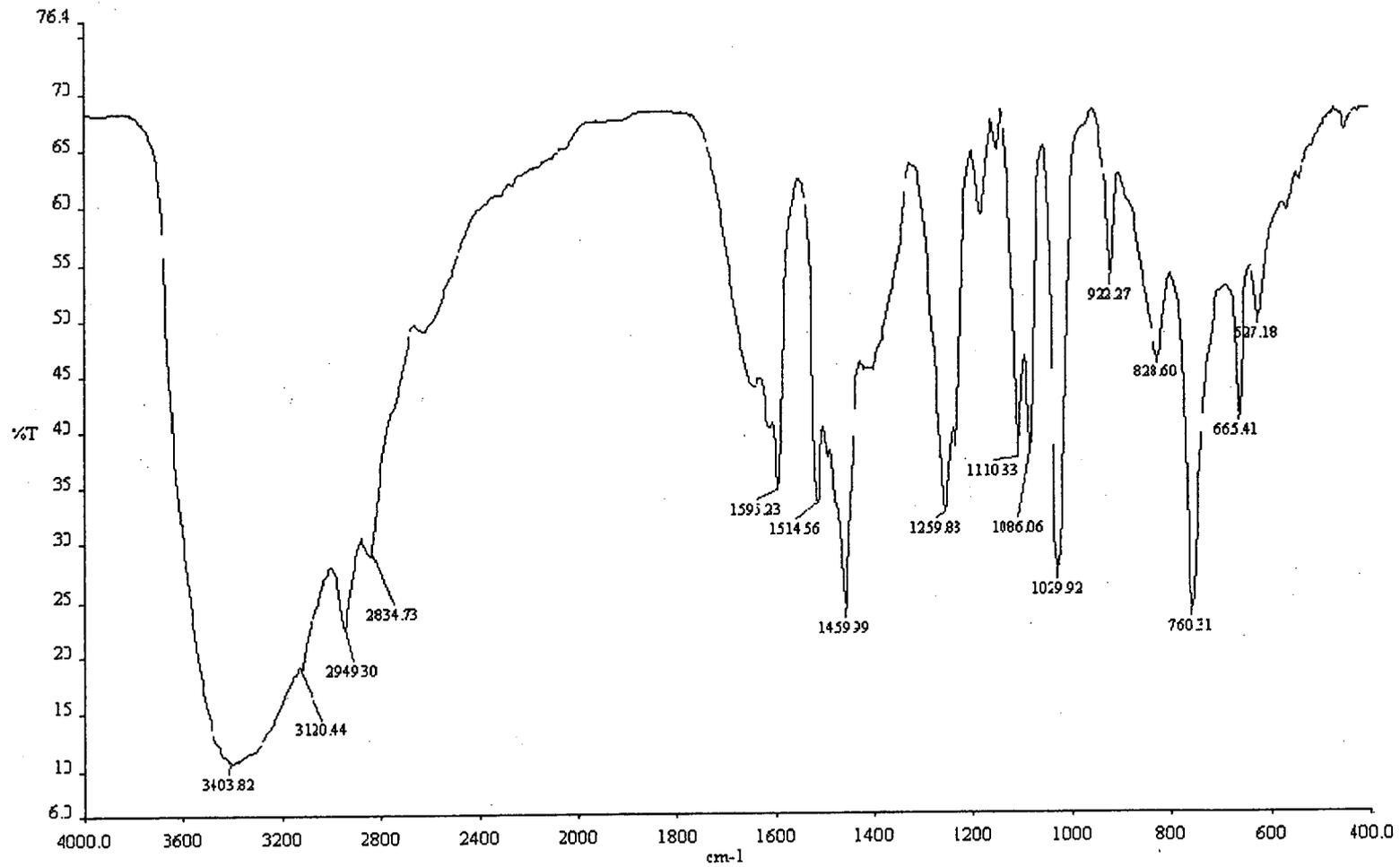


ตารางที่ 6 ข้อมูลอินฟราเรดของสารประกอบ 2-[(Bis-pyridin-2-ylmethyl-amino)-methyl]-6-[[2-(2-hydroxy-benzyl)-(4-imidazol-1-yl-butyl)-amino]-methyl]-4-methyl-phenol

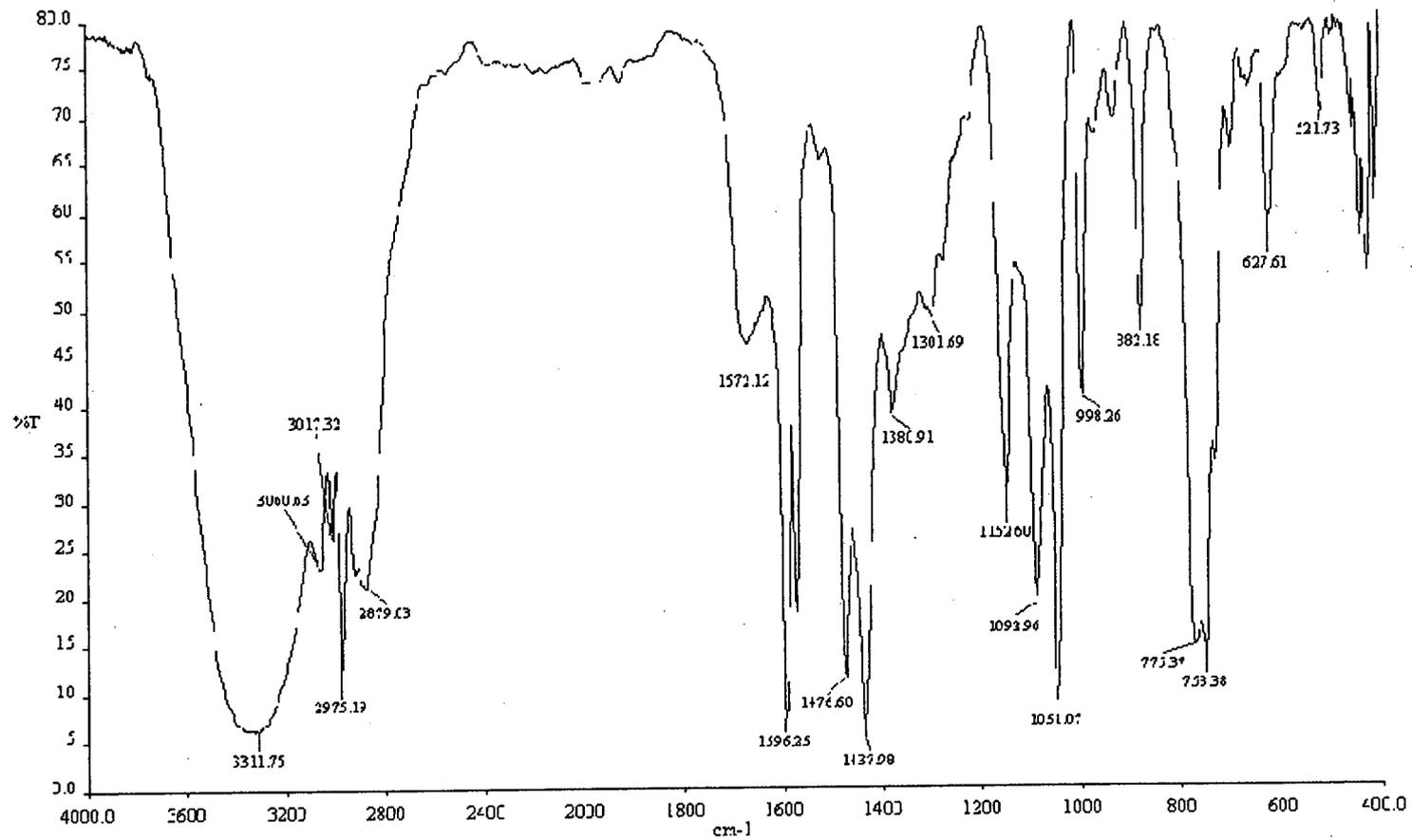
เลขคลื่น ( $\text{cm}^{-1}$ )	หมู่ฟังก์ชัน
3017	$\nu(\text{CH-sp}_2)$
1597	$\nu(\text{C}=\text{C})$
1459	$\delta(\text{OH})$ in-of-plane
1101,1041	$\nu(\text{C-O})$
1249	$\delta(\text{CH}_2)$
866	$\delta(=\text{CH})$
757	$\delta(\text{C-H})$ out-of-plane



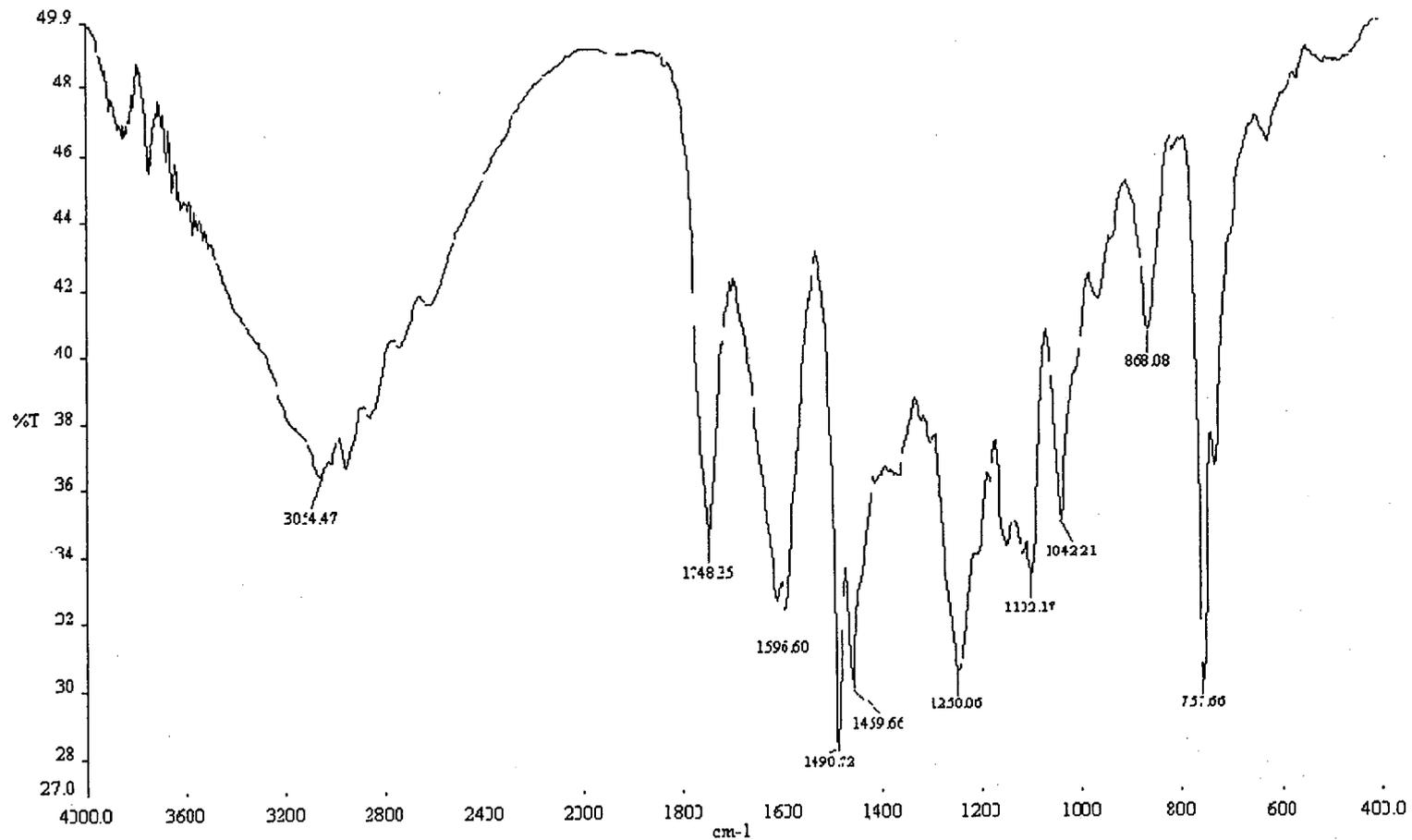
ภาพที่ 3 สเปกตรัม FT-IR ของสารประกอบ 2,6-bis(chloromethyl)-4-methyl



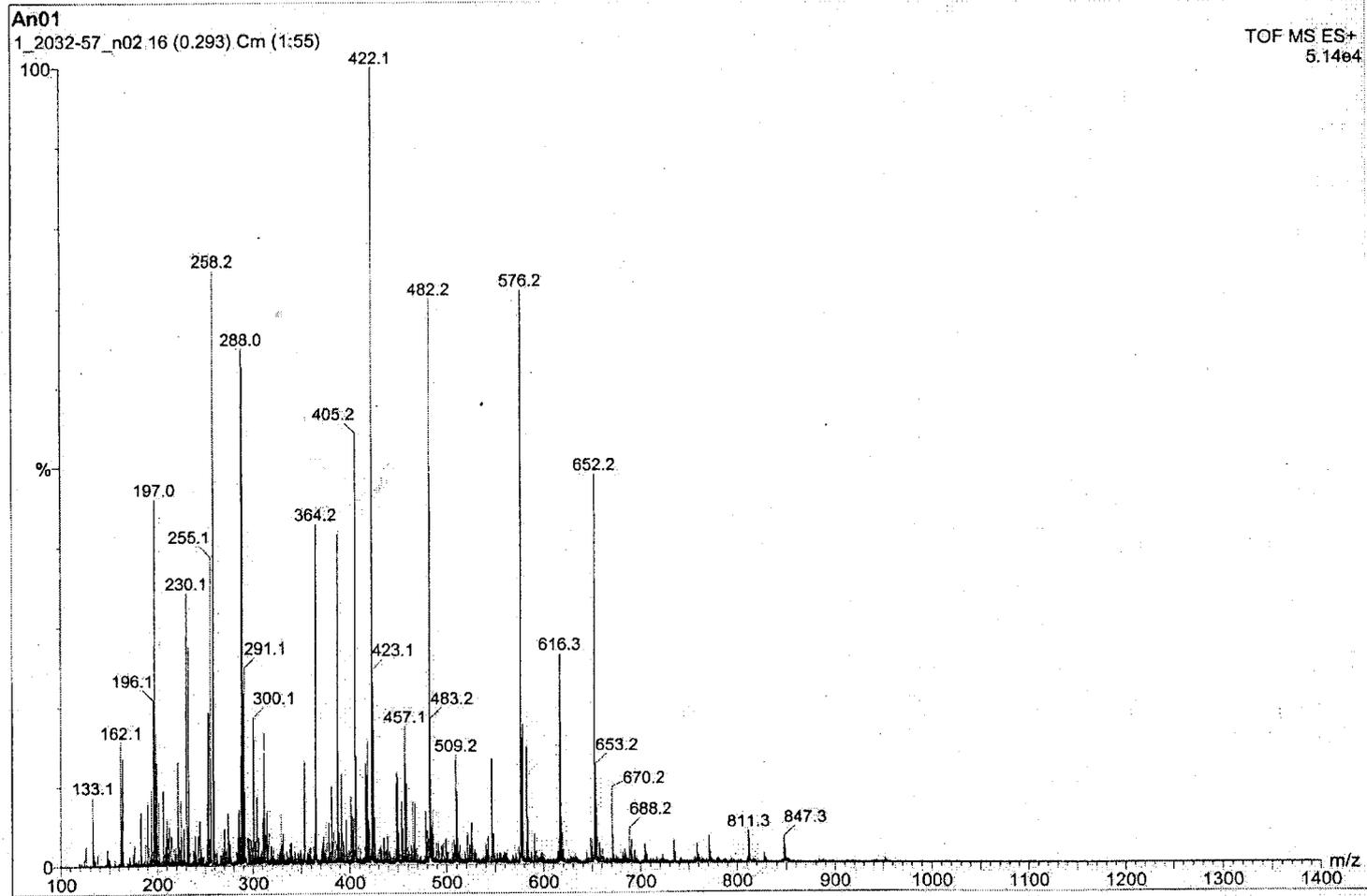
ภาพที่ 4 สเปกตรัม FT-IR ของสารประกอบ 2-[(3-pyrazole-1-yl-propylamino)-methyl]-



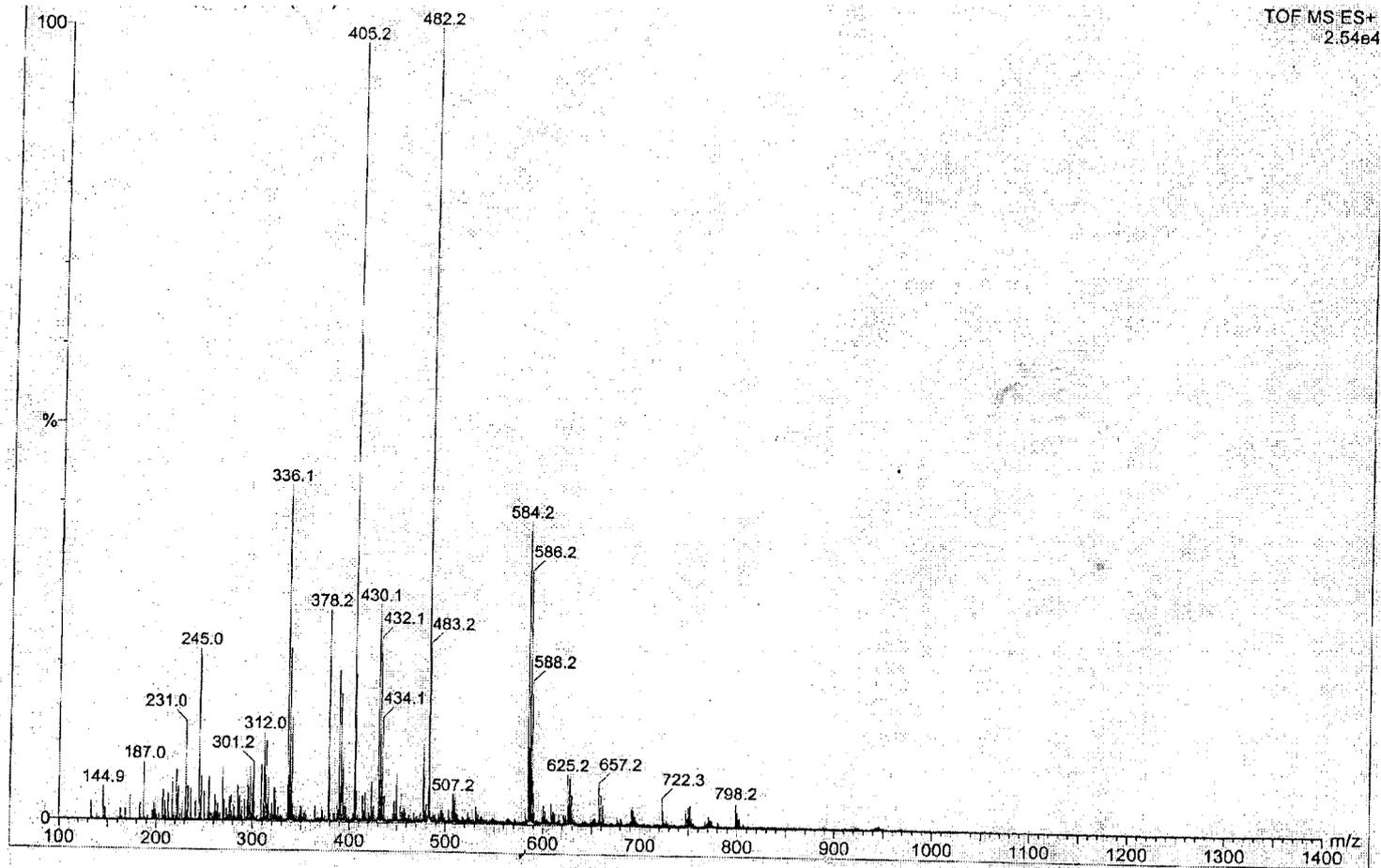
ภาพที่ 5 สเปกตรัม FT-IR ของสารประกอบ 2,2'-Dipicolamine



ภาพที่ 6 สเปกตรัม FT-IR ของสารประกอบ 2-[(Bis-pyridin-2-ylmethyl-amino)-methyl]-6-[[[(2-hydroxy-benzyl)-(4-imidazol-1-yl-butyl)-amino]-methyl]-4-methyl-



ภาพที่ 7 สเปกตรัม mass ของสารประกอบเชิงซ้อน  $[\text{Fe}^{\text{III}}\text{Fe}^{\text{II}}(\text{L})(\mu\text{-O})(\text{H}_2\text{O})_2](\text{ClO}_4)\cdot\text{H}_2\text{O}$

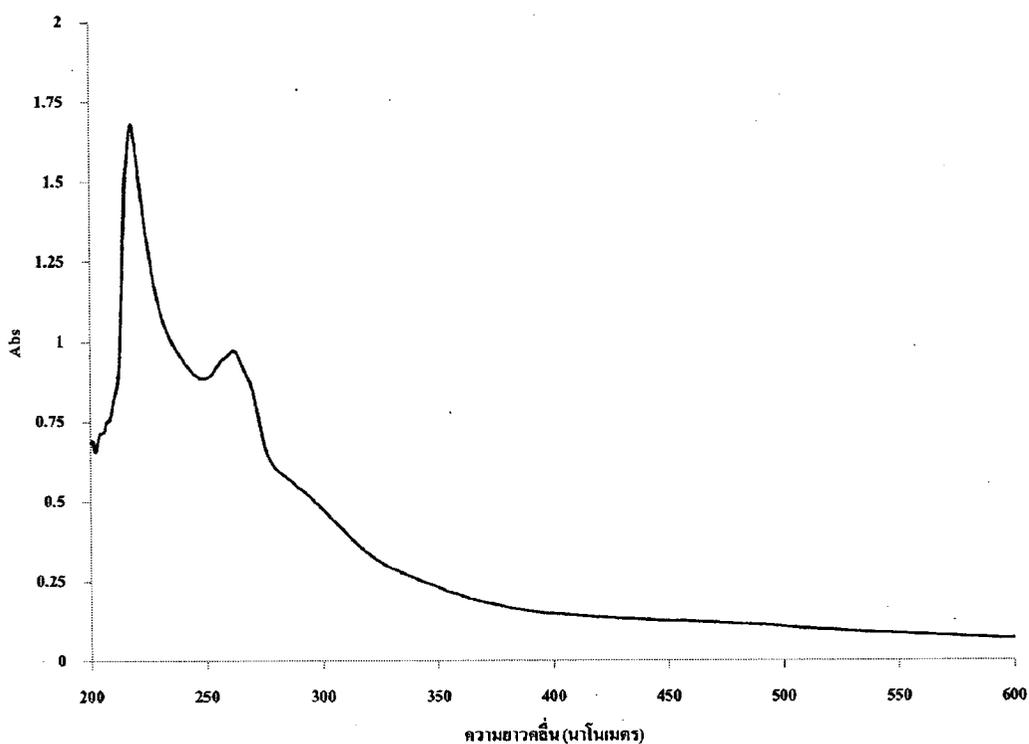


ภาพที่ 8 สเปกตรัม mass ของสารประกอบเชิงซ้อน  $[Fe^{III}Zn^{II}(L)(\mu-O)(H_2O)](ClO_4)_2$

### การศึกษาสมบัติทางสเปกโทรสโกปีด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี

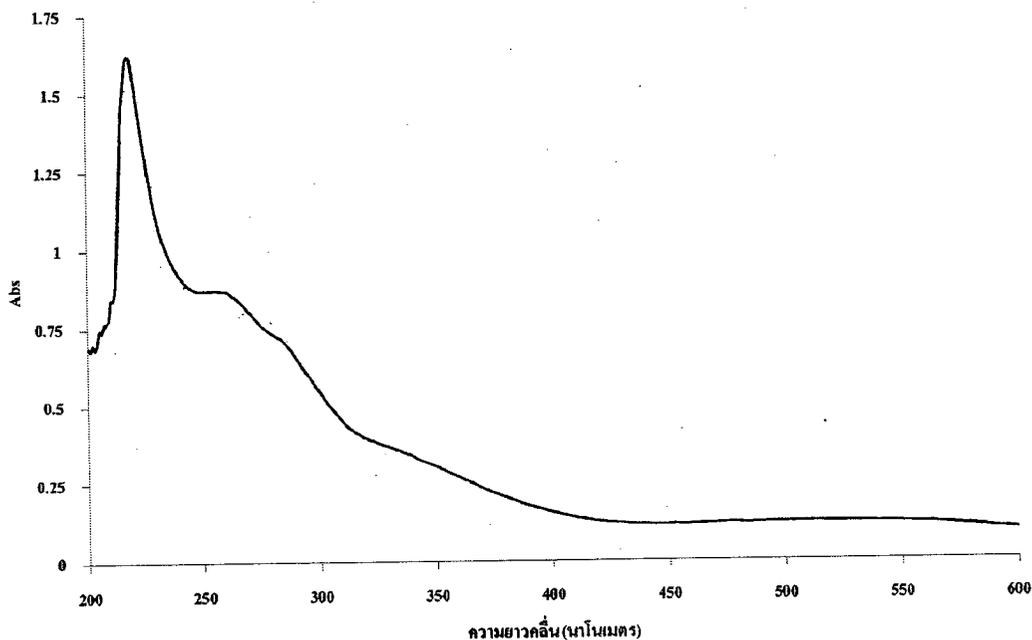
การศึกษาคุณลักษณะของสารประกอบเชิงซ้อนของเหล็กและสังกะสีกับลิแกนด์มัลติเดนเตตด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี เตรียมสารประกอบเชิงซ้อนโดยละลายในตัวทำละลายเมทานอลทำการตรวจวัดในช่วงความยาวคลื่น 390 – 800 นาโนเมตร ปรากฏความยาวคลื่นแถบการดูดกลืนสูงสุด ดังภาพที่ 9 -10

สารประกอบเชิงซ้อน	ความยาวคลื่น (nm)	ค่าการดูดกลืนแสง
$[\text{Fe}^{\text{III}}\text{Fe}^{\text{II}}(\text{L})(\mu\text{-O})(\text{H}_2\text{O})_2](\text{ClO}_4)\cdot\text{H}_2\text{O}$ (1)	218	1.6812
	262	0.9722



ภาพที่ 9 สเปกตรัม UV ของสารประกอบเชิงซ้อน  $[\text{Fe}^{\text{III}}\text{Fe}^{\text{II}}(\text{L})(\mu\text{-O})(\text{H}_2\text{O})_2](\text{ClO}_4)\cdot\text{H}_2\text{O}$  (1)

สารประกอบเชิงซ้อน	ความยาวคลื่น (nm)	ค่าการดูดกลืนแสง
[Fe <sup>III</sup> Zn <sup>II</sup> (L)(μ-O)(H <sub>2</sub> O)](ClO <sub>4</sub> ) (2)	218	1.6219
	255	0.8708



ภาพที่ 10 สเปกตรัม UV ของสารประกอบเชิงซ้อน [Fe<sup>III</sup>Zn<sup>II</sup>(L)(μ-O)(H<sub>2</sub>O)](ClO<sub>4</sub>) (2)

การศึกษาฤทธิ์ในการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย *E. coli* และ *S. aureus*

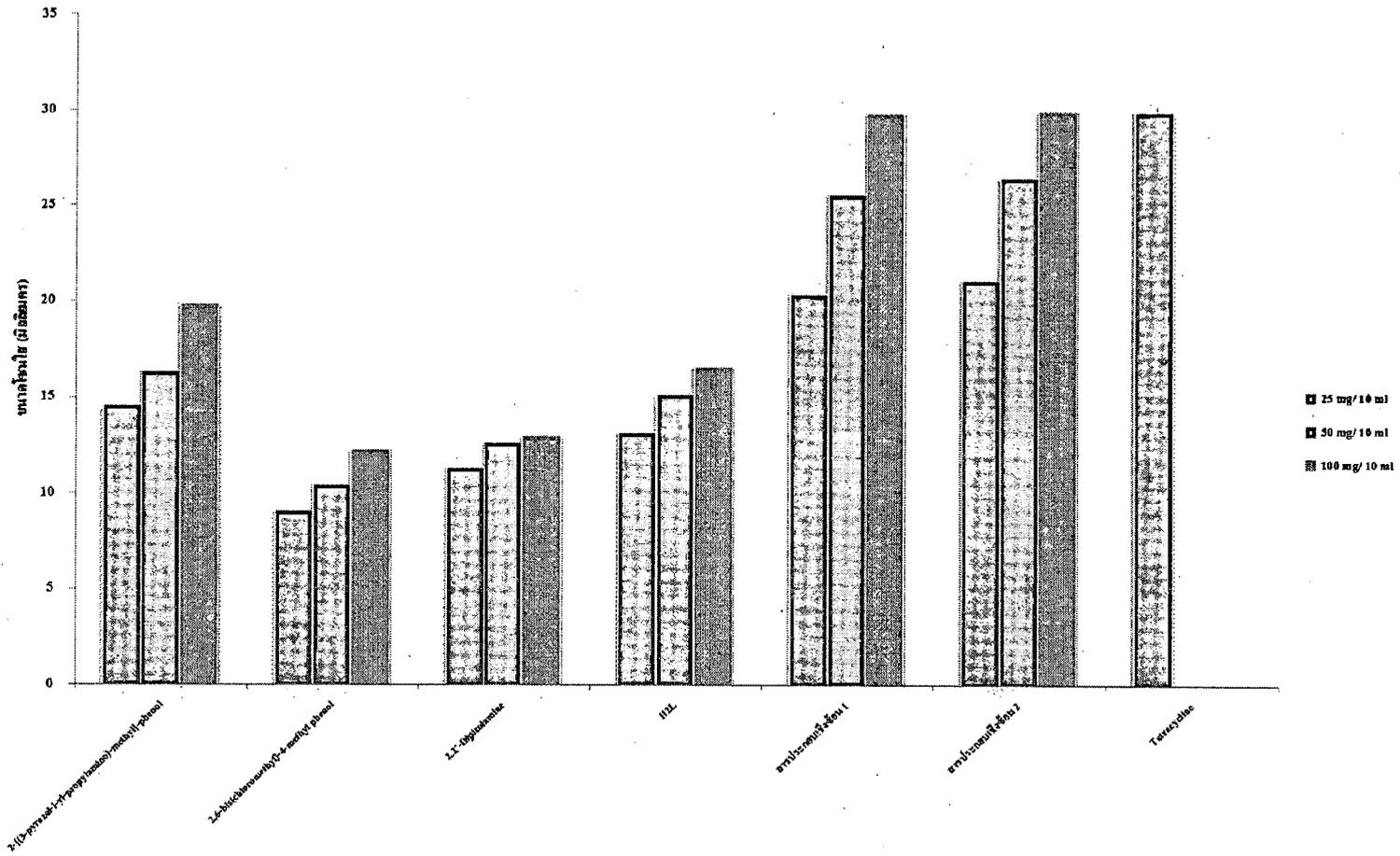
การศึกษาฤทธิ์การยับยั้งเชื้อแบคทีเรียคือ *E. coli* และ *S. aureus* ที่ระดับความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนและสารตั้งต้น 3 ระดับ คือ 25, 50 และ 100 มิลลิกรัมต่อ 10 มิลลิลิตร โดยใช้ตัวทำละลายเมทานอลเป็นตัวควบคุม ผลการทดลองดังตารางที่ 7 - 8

ตารางที่ 7 ฤทธิ์ในการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย *S. aureus* ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ

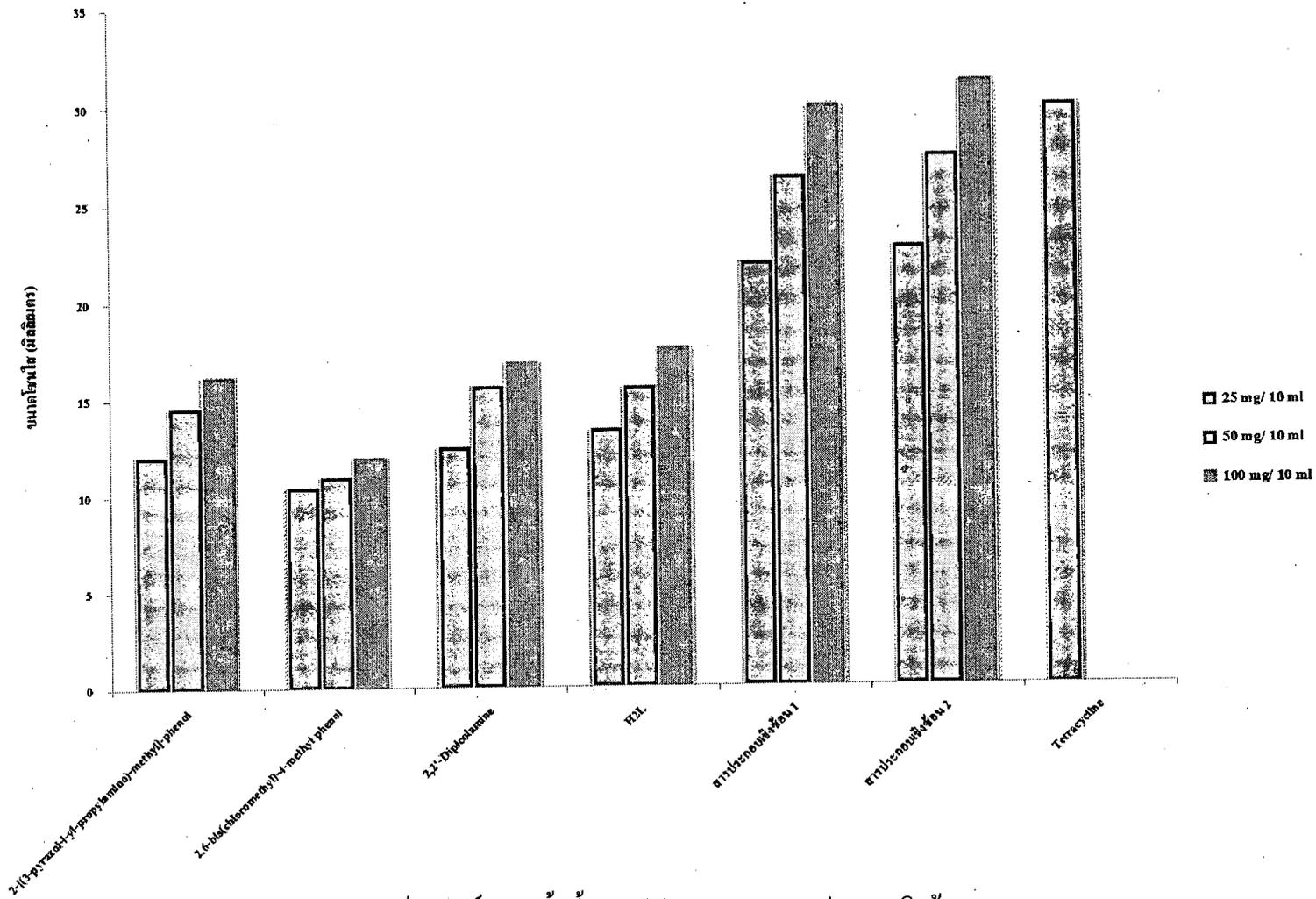
สารประกอบ	ขนาดโซนใส (มิลลิเมตร) ในการยับยั้งแบคทีเรีย <i>S. aureus</i> (+)		
	25 mg/10 ml	50 mg/10 ml	100 mg/10 ml
2-[(3-pyrazol-1-yl-propylamino)-methyl]-phenol	14.60 ± 0.30	16.35 ± 0.66	19.90 ± 0.00
2,6-bis(chloromethyl)-4-methylphenol	9.10 ± 0.00	10.50 ± 0.21	12.30 ± 0.41
2,2'-Dipicolamine	11.34 ± 0.15	12.65 ± 0.30	13.00 ± 0.05
H <sub>2</sub> L	13.20 ± 0.25	15.15 ± 0.45	16.60 ± 0.00
สารประกอบเชิงซ้อน 1	20.40 ± 0.23	25.65 ± 0.00	29.90 ± 0.31
สารประกอบเชิงซ้อน 2	21.10 ± 0.55	26.50 ± 0.20	30.01 ± 0.50
Tetracycline	30.00 ± 0.00		

ตารางที่ 8 ฤทธิ์ในการยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย *E. coli* (-) ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ

สารประกอบ	ขนาดโซนใส (มิลลิเมตร) ในการยับยั้งแบคทีเรีย <i>E. coli</i> (-)		
	25 mg/10 ml	50 mg/10 ml	100 mg/10 ml
2-[(3-pyrazol-1-yl-propylamino)-methyl]-phenol	12.11 ± 0.10	14.65 ± 0.00	16.30 ± 0.15
2,6-bis(chloromethyl)-4-methylphenol	10.50 ± 0.35	11.00 ± 0.40	12.01 ± 0.22
2,2'-Dipicolamine	12.55 ± 0.52	15.71 ± 0.12	16.92 ± 0.47
H <sub>2</sub> L	13.42 ± 0.14	15.60 ± 0.78	17.65 ± 0.32
สารประกอบเชิงซ้อน 1	22.00 ± 0.87	24.50 ± 0.36	27.01 ± 0.00
สารประกอบเชิงซ้อน 2	22.78 ± 0.60	27.45 ± 0.54	31.25 ± 0.95
Tetracycline	30.00 ± 0.00		



ภาพที่ 11 การยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *S. aureus* ของสารประกอบเชิงซ้อน 1 และ 2



ภาพที่ 12 ฤทธิ์การยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *E. coli* ของสารประกอบเชิงซ้อน 1 และ 2