



การสังเคราะห์คัดเลือกงานที่มีความสามารถในการจับเหล็ก(III)

๒๑ก.  
๒/๒๒ก  
๒๒๕

สงวน  
ลิขสิทธิ์  
วันเดือนปี

นายมงคล      นายประม  
นายสง่า      แซ่ตั้ง

๖๑๒๕๓/๑๓๓

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

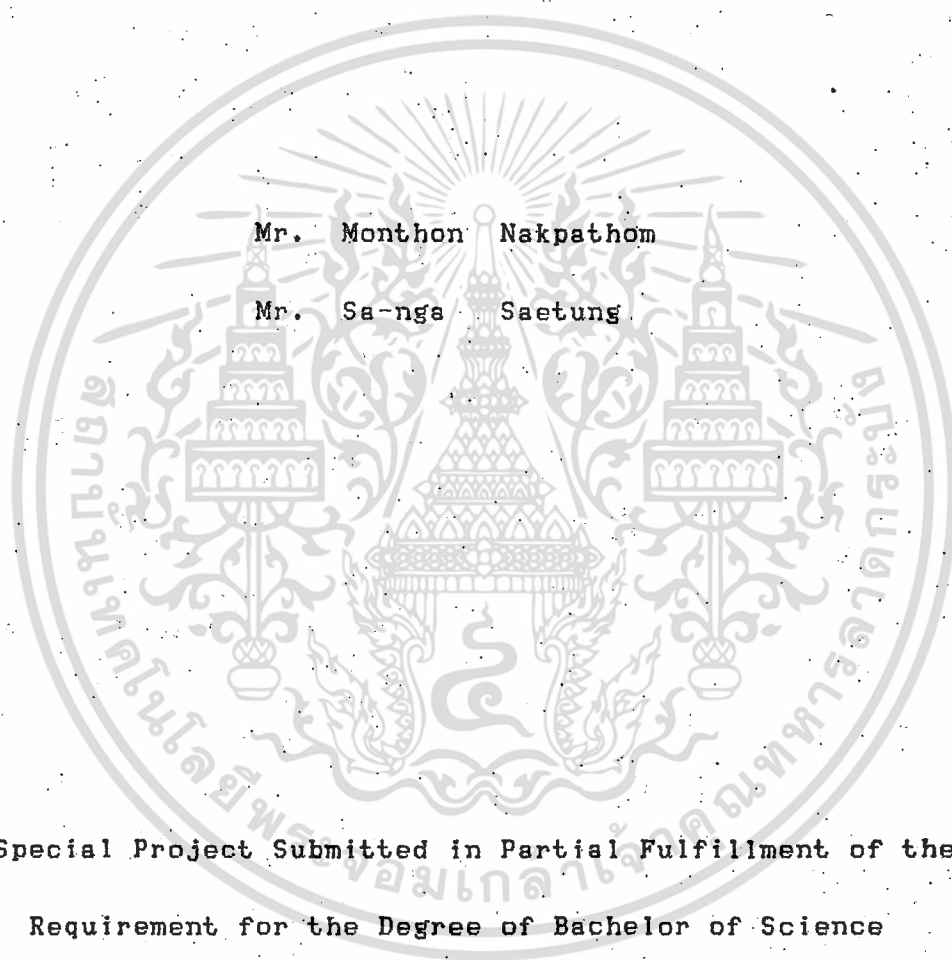
คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2535

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่รวมกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**The Synthesis of Iron Chelators  
That Are Capable of Binding Iron(III)**



**A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the  
Requirement for the Degree of Bachelor of Science**

**Department of Chemistry**

**Faculty of Science**

**King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabung**

**1992**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์คีเลติงลิแกนด์ที่มีความสามารถในการจับเหล็ก(III)

โดย นายมณฑล นาคปฐม

นายสง่า แซ่ตั้ง

ภาควิชา เคมี

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ

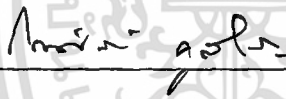
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

อนุมัติให้รับโครงการพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

\_\_\_\_\_ หัวหน้าภาค

(ดร.ธีรวัฒน์ มงคลอัครวัฒน์)

คณะกรรมการโครงการพิเศษ



(รศ.ดร.โกศลย์ สุขสำราญ)

ประธานกรรมการ

\_\_\_\_\_ กรรมการ

(ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ)

\_\_\_\_\_ กรรมการ

(ดร.ธีรวัฒน์ มงคลอัครวัฒน์)

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์คีเลติงลิแกนด์ที่มีความสามารถในการจับเหล็ก(III)

นักศึกษา	นายมณฑล	นาคปฐม
	นายสง่า	แช่ตั้ง
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร. สุนิตย์	สุขสำราญ
ภาควิชา	เคมี	
ปีการศึกษา	2534	

### บทคัดย่อ

ปฏิกิริยาความแน่นระหว่างไฮดรอกซีแอซีโตน กับเบนโซอิกแอซิดไฮดราไซด์ในเมทานอลที่อุณหภูมิห้อง หรือที่ 60 องศาเซลเซียส ให้ไฮดรอกซีไฮดราโซนตามต้องการมากกว่าร้อยละ 85 ถ้าทำปฏิกิริยานี้ในเอทานอลที่ 80 องศาเซลเซียส ได้บิสไฮดราโซนแทนซึ่งบิสไฮดราโซนตัวเดียวกันนี้ ได้จากปฏิกิริยาระหว่างไฮดรอกซีไฮดราโซน กับเบนโซอิกแอซิดไฮดราไซด์ในเอทานอลที่ 80 องศาเซลเซียส ซึ่งยืนยันว่าไฮดรอกซีไฮดราโซนเป็นสารมัธยันตร์ โดยหมู่ไฮดรอกซิลของไฮดราโซนถูกแทนที่ด้วยโมเลกุลที่สองของเบนโซอิกแอซิดไฮดราไซด์

ในทำนองเดียวกัน ปฏิกิริยาระหว่างไฮดรอกซีแอซีโตน กับไอโซนิโคตินิก หรือนิโคตินิกแอซิดไฮดราไซด์ในเอทานอลที่ 80 องศาเซลเซียส ให้บิสไฮดราโซนด้วยเช่นกัน

การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของไฮดรอกซีไฮดราโซน กับเฟอร์ริกแอซิติลแอซีโตนเตต (1:1 อัตราส่วนโมล) ในเมทานอลที่อุณหภูมิห้อง หรือที่ 60 องศาเซลเซียส ได้สารประกอบเชิงซ้อนสีแดงตัวเดียวกัน ซึ่งมีปริมาณของเหล็ก(III) อยู่ประมาณร้อยละ 20 ถึง 25 โดยใช้เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรสโคปีในการวิเคราะห์

Special Project Title The Synthesis of Iron Chelator That Are  
Capable of Binding Iron(III)  
Name Mr. Monthon Nakpathom  
Mr. Sa-nga Saetung  
Special Project Advisor Ass.Prof.Sunit Suhksamran  
Department Chemistry  
Academic Year 1991

#### Abstract

The condensation reaction between hydroxyacetone and benzoic acid hydrazide in methanol either at room temperature or at 60 °C gave the desired hydroxyhydrazone in more than 85 percent yield. When this reaction was carried out in ethanol at 80 °C, it gave bis(hydrazone) instead. The same bis(hydrazone) was also obtained when hydroxyhydrazone reacted with benzoic acid hydrazide in ethanol at 80 °C. This confirms that hydroxyhydrazone is the intermediate of the reaction and the hydroxyl group of the hydroxyhydrazone is substituted by the second molecule of benzoic acid hydrazide.

Similarly, the reaction between hydroxyacetone and isonicotinic or nicotinic acid hydrazide in ethanol at 80 °C furnished the corresponding bis(hydrazone).

Complexation of hydroxyhydrazone and ferric acetylacetonate (1:1 mole ratio) in methanol either at room temperature or 60 °C gave the red complex in which the iron(III) content was found to

be 20-25 percent by atomic absorption spectroscopy technique.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กิติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษนี้สำเร็จเรียบร้อยได้ด้วยดี ต้องขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษา  
ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ ซึ่งกรุณาสละเวลาให้ความช่วยเหลือ แนะนำ แก้ไขโครงการ  
พิเศษ รวมทั้ง รศ.ดร.โกศลย์ คูสำราญ ประธานกรรมการ ดร.ธีรวัฒน์ มงคลอัครรัตน์  
กรรมการ ซึ่งกรุณาตรวจแก้ไขโครงการพิเศษให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณคณาจารย์ทุกท่าน ตลอดจนเจ้าหน้าที่ทุกคนที่มีส่วนช่วยเหลือให้โครงการ  
พิเศษนี้สำเร็จด้วยดี

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ที่ให้กำลังใจ ให้ความช่วยเหลือในการทำ  
โครงการพิเศษนี้ตลอดมา

มณฑล นาคปรุ  
สง่า แซ่ตั้ง

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อโครงการพิเศษภาษาไทย	ก
บทคัดย่อโครงการพิเศษภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญตาราง	ง
สารบัญรูป	จ
บทที่ 1 บทนำ	1
บทที่ 2 ทฤษฎี	3
บทที่ 3 การดำเนินการวิจัย	4
บทที่ 4 ผลการวิจัยและวิจารณ์	26
เอกสารอ้างอิง	43

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 แสดงปริมาณของสารตั้งต้น สภาวะของปฏิกิริยา น้ำหนัก จุดหลอมเหลว ร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ในการเตรียม ไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) และ บิลไฮดราโซน (4)	9
ตารางที่ 2.2 แสดงปริมาณของสารตั้งต้น สภาวะของปฏิกิริยา น้ำหนัก จุดหลอมเหลว ร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ในการเตรียม ไฮดรอกซีไฮดราโซน (6) และ บิลไฮดราโซน (7)	11
ตารางที่ 2.3 แสดงปริมาณของสารตั้งต้น สภาวะของปฏิกิริยา น้ำหนัก จุดหลอมเหลว ร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ในการเตรียม บิลไฮดราโซน (10)	13
ตารางที่ 2.4 แสดงข้อมูล IR	14
ตารางที่ 2.5 แสดงข้อมูล $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$	15
ตารางที่ 2.6 แสดงค่าการดูดกลืนแสง กับ ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐาน และสารละลายตัวอย่างที่ 2	22
ตารางที่ 2.7 แสดงค่าการดูดกลืนแสง กับ ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐาน และสารละลายตัวอย่างที่ 3	23
ตารางที่ 2.8 แสดงค่าการดูดกลืนแสง กับ ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐาน และสารละลายตัวอย่างที่ 5	24

## สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 1.1a แสดงโครงสร้างของแอนเทอโรแบคทีนที่พบในธรรมชาติ	2
รูปที่ 1.1b แสดงโครงสร้างของแอนเทอโรแบคทีนที่สังเคราะห์ขึ้น	2
รูปที่ 4.1 แสดง IR สเปกตรัมของไฮดรอกซีไฮดราโซน (3)	32
รูปที่ 4.2 แสดง $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของไฮดรอกซีไฮดราโซน (3)	33
รูปที่ 4.3 แสดง $^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของไฮดรอกซีไฮดราโซน (3)	34
รูปที่ 4.4 แสดง $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของไฮดรอกซีไฮดราโซน (6)	35
รูปที่ 4.5 แสดง IR สเปกตรัมของบิสไฮดราโซน (4)	36
รูปที่ 4.6 แสดง $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของบิสไฮดราโซน (4)	37
รูปที่ 4.7 แสดง $^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของบิสไฮดราโซน (4)	38
รูปที่ 4.8 แสดง IR สเปกตรัมของบิสไฮดราโซน (7)	39
รูปที่ 4.9 แสดง $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของบิสไฮดราโซน (7)	40
รูปที่ 4.10 แสดง $^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของบิสไฮดราโซน (7)	41
รูปที่ 4.11 แสดง IR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง ไฮดรอกซีไฮดราโซน กับเฟอรัริกแอสिटิลแอสिटินेट	42



## บทที่ 1

### บทนำ

โรคทาลัสซีเมีย (Thalassaemia) เป็นความผิดปกติที่ถ่ายทอดทางกรรมพันธุ์ เกิดขึ้นส่วนใหญ่ในแถบตะวันออกเฉียงใต้ เด็กที่เป็นโรคนี้ไม่สามารถสร้างฮีโมโกลบิน (haemoglobin) ได้เพียงพอ ซึ่งเป็นอันตรายต่ออวัยวะที่สำคัญของร่างกาย ถ้าหากไม่ได้รับการรักษาจะเสียชีวิตภายในระยะเวลา 1 ปีหลังเกิด วิธีการรักษาที่ได้ผลคือ การถ่ายเลือดเป็นประจำ แต่ทำให้เกิดสภาวะที่มีเหล็กในร่างกายมากเกินไป (iron overload) ดังนั้นนักวิทยาศาสตร์จึงได้สังเคราะห์ยาซึ่งสามารถจับกับเหล็กได้ (iron chelator or iron scavenger) โดยอาศัยคุณสมบัติของหมู่ที่มีคุณสมบัติเฉพาะ (chemical groups) ซึ่งจะทำหน้าที่คล้ายกับปู (crab's pincers)

ในระยะ 20 ปีที่ผ่านมา ยาที่ใช้ทั้งหมดคือ siderophores ผลิตจากแบคทีเรีย และราบางชนิด ตัวที่มีประสิทธิภาพสูงในการแก้ปัญหาที่เกิดจากการถ่ายเลือดคือ เดสเฟอร์ร็อกซามีน (desferrioxamine) แต่มีข้อเสียคือ ไม่สามารถนำเข้าสู่ร่างกายในปริมาณมากได้ภายในระยะเวลาหนึ่ง ราคาแพง และ siderophores บางตัวก็สามารถจับกับโลหะอื่นที่จำเป็นต่อร่างกาย เช่น ทองแดง (Cu) และสังกะสี (Zn) เป็นต้น

Martell A. และ Motekaitis R. ได้สังเคราะห์สารแอนเทอโรแบคทีน (enterobactin) พบว่าสามารถจับกับเหล็กได้ดีกว่า siderophores และยังสามารถละลายน้ำได้ จากรูป 1.1a จะเห็นว่าโครงสร้างเป็นวง ประกอบด้วยอะตอมของไนโตรเจน 3 อะตอม แยกจากกันด้วยหมู่เอทิลีน (ethylene group) ช่วงวงที่เหมือนกำม (chelating arm) นั้นเริ่มจากไนโตรเจนอะตอม ไปสิ้นสุดที่ปลายของหมู่ไฮดรอกซิล

(hydroxyl group) ซึ่งเป็นส่วนสำคัญที่สามารถจับไอออนของเหล็กได้ จากรูป 1.1b

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แสดงถึง เอนเทอโรแบคทีนที่พบในธรรมชาติ (natural enterobactin) ซึ่งมีโครงสร้างคล้ายคลึงกัน แต่มีหมู่ไฮดรอกซิลถึง 6 หมู่ ในขณะที่เอนเทอโรแบคทีนสังเคราะห์มีเพียง 3 หมู่ ซึ่งเมื่อจับกับเหล็กจะมีการจัดเรียงตัวได้แน่น และมีเสถียรภาพกว่า (more compact and stable arrangement)



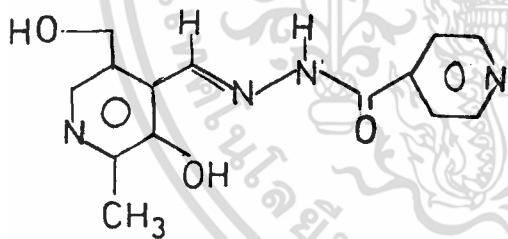
เอนเทอโรแบคทีนที่สังเคราะห์ขึ้น

เอนเทอโรแบคทีนที่พบในธรรมชาติ

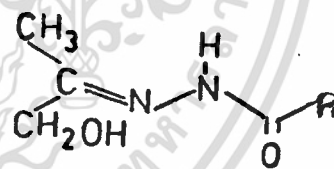
รูปที่ 1.1a

รูปที่ 1.1b

เร็วๆ นี้มีการพบว่า ไอออนคีเลเตอร์อีกตัวหนึ่งที่คาดว่าจะสามารถจับกับไอออนของเหล็กได้ดี และกำลังอยู่ในระหว่างการวิจัยคือ ไพรดอกซัลไอโซนิโคตินอิลไฮดราโซน (Pyridoxal isonicotinoyl hydrazone, PIH)



PIH



ไฮดรอกซีไฮดราโซน

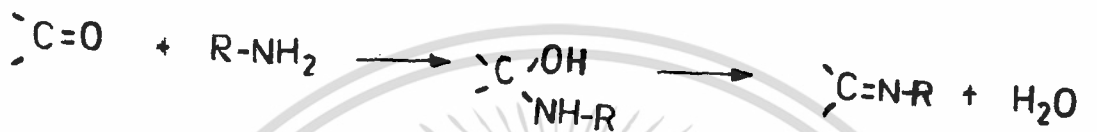
จากโครงสร้างของเอนเทอโรแบคทีน และ PIH พบว่ามีไนโตรเจนและหมู่ไฮดรอกซิล เป็นองค์ประกอบสำคัญในการจับกับเหล็ก ดังนั้นไฮดรอกซีไฮดราโซนซึ่งมีโครงสร้างที่คล้ายคลึงกัน จึงน่าจะมีความสามารถในการจับกับไอออนของเหล็กได้เช่นกัน ในโครงการพิเศษนี้จะเป็นการสังเคราะห์ไฮดรอกซีไฮดราโซน และการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไฮดรอกซีไฮดราโซน กับเฟอร์ริกอะซิเตตแอสिटเนต (Ferric acetylacetonate)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา 2 และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

### ทฤษฎี

ปฏิกิริยาควบแน่น<sup>3</sup> (Condensation reaction) ของสารประกอบคาร์บอนิล (carbonyl compounds) กับหมู่เอมีโน (amino groups) ประกอบด้วย 2 ขั้นตอนคือ



ขั้นที่ 1 ไนโตรเจนอะตอมใช้อิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยวเข้าไปชนหมู่คาร์บอนิล เกิดเป็น สารมัธยันตร์คาร์บิโนลามีน (carbinolamine intermediate)

ขั้นที่ 2 เป็นการขจัดน้ำ (dehydration) ออกจากโมเลกุลของสารมัธยันตร์ ให้อิมีน (imine)

ในสภาวะที่เป็นกลาง ขั้นตอนของการขจัดน้ำเป็นขั้นที่กำหนดอัตราการเกิดปฏิกิริยา แต่ในสภาวะที่เป็นกรด ปฏิกิริยาเกิดได้ดีกว่า เนื่องจากขั้นของการเกิดคาร์บิโนลามีน จะเป็นขั้นกำหนดอัตราการเกิดปฏิกิริยาแทน ทำให้ปริมาณของหมู่เอมีโนลดลงมาก ตามด้วยขั้นตอน การขจัดน้ำเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว

**บทที่ 3**  
**การดำเนินงานวิจัย**

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

	เกรด	บริษัท
1 ไฮดรอกซีแอซีโตน (Hydroxyacetone, Acetol)	วิเคราะห์	Fluka
2 เบนโซอิกแอซิดไฮดราไซด์ (Benzoic acid-hydrazide, Benzhydrazide)	วิเคราะห์	Fluka
3 ไอโซนิโคตินิกแอซิดไฮดราไซด์ (Isonicotinic acid hydrazide)	วิเคราะห์	Fluka
4 นิโคตินิกแอซิดไฮดราไซด์ (Nicotinic acid hydrazide)	วิเคราะห์	Aldrich Chemical
5 สารละลายมาตรฐานเหล็ก(III)ไนเตรด	วิเคราะห์	Fluka
6 เฟอร์ริกแอซิติลแอซีโตนเตต (Ferric acetylacetonate)		
7 คลอโรฟอร์ม (Chloroform)		
8 เอทานอล (abs. Ethanol)		
9 เมทานอล (abs. Methanol)		
10 กรดไนตริกเข้มข้น (conc. Nitric acid)		
11 กรดกำมะถันเข้มข้น (conc. Sulphuric acid)		
12 น้ำกลั่น 3 ครั้ง สำหรับการเตรียมสารละลายที่ใช้กับการวิเคราะห์ด้วยอะตอมมิค แอบซอร์บชันสเปกโตรสโคปี		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา<sup>4</sup> และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

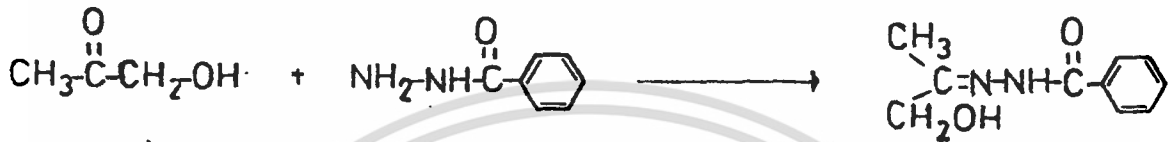
## เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 1 Melting Point :Buchi 510 Melting Apparatus
- 2 Infrared Spectra :Jasco IR-810 Infrared Spectrophotometer
- 3  $^1\text{H}$  Nuclear Magnetic Resonance Spectra :Varian 60MHz NMR Spectrometer  
:Bruker 200 MHz NMR Spectrometer
- 4  $^{13}\text{C}$  Nuclear Magnetic Resonance Spectra :Bruker 200 MHz NMR Spectrometer
- 5 Microanalysis :Perkin-Elmer 2400
- 6 Absorbance  $\lambda_{\text{max}} = 248.3 \text{ nm}$  :Shimadzu AA-680/G-V-3 Atomic Absorption Spectrophotometer

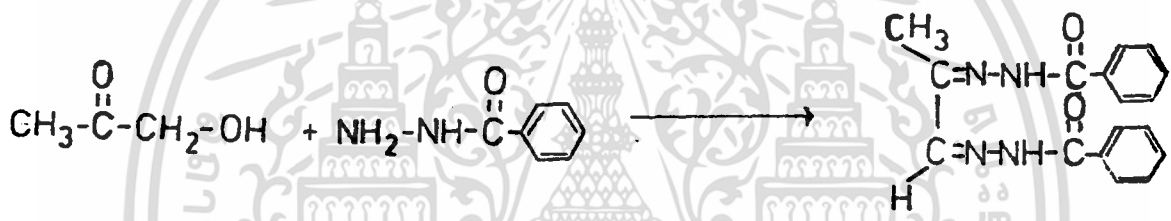
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา 5 และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษนี้เป็นการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน โดยอาศัยปฏิกิริยาควบแน่น  
ระหว่างไฮดรอกซีแอซิโตน กับแอซิดไฮดราไซด์ โดย

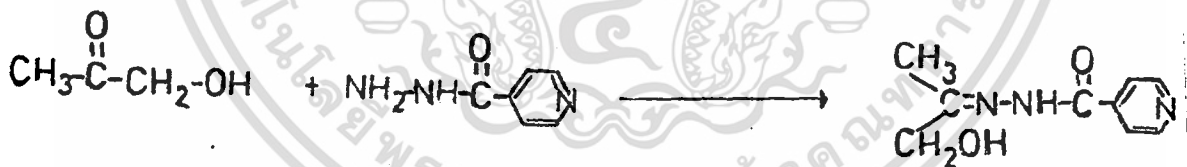
- 1) รีฟลักซ์ในเอทานอลที่มี และไม่มีกรดกำมะถันอยู่ด้วย
- 2) รีฟลักซ์ในเมทานอล หรือกวนในเมทานอลที่อุณหภูมิห้อง



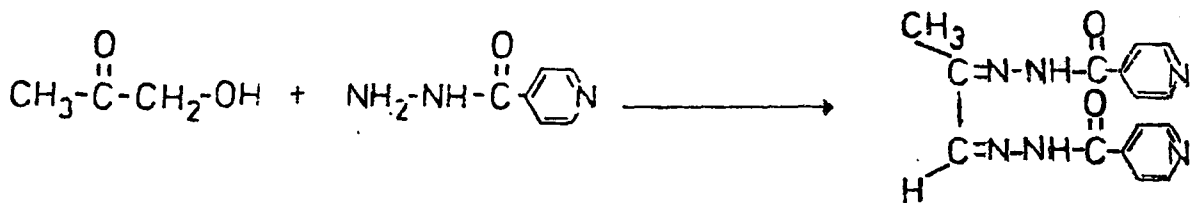
ไฮดรอกซีแอซิโตน (1)    เบนโซอิกแอซิดไฮดราไซด์ (2)    ไฮดรอกซีไฮดราโซน (3)



บิสไฮดราโซน (4)

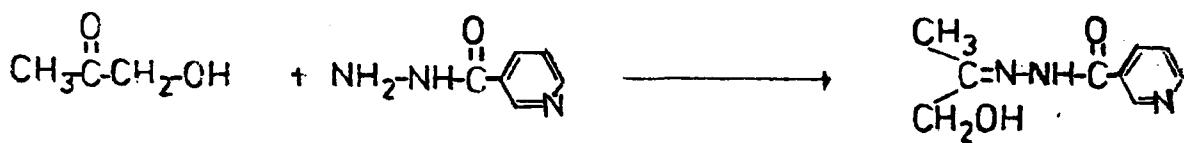


ไอโซนิกอิตินิกแอซิดไฮดราไซด์ (5)    ไฮดรอกซีไฮดราโซน (6)



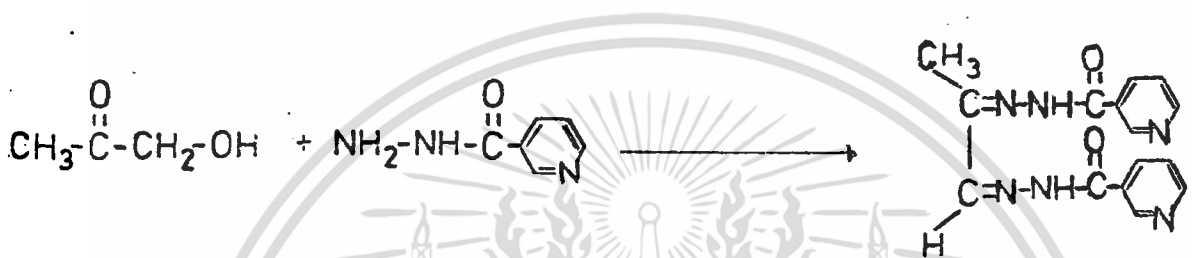
บิสไฮดราโซน (7)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



นิโคตินิกแอซิดไฮดราไซด์ (8)

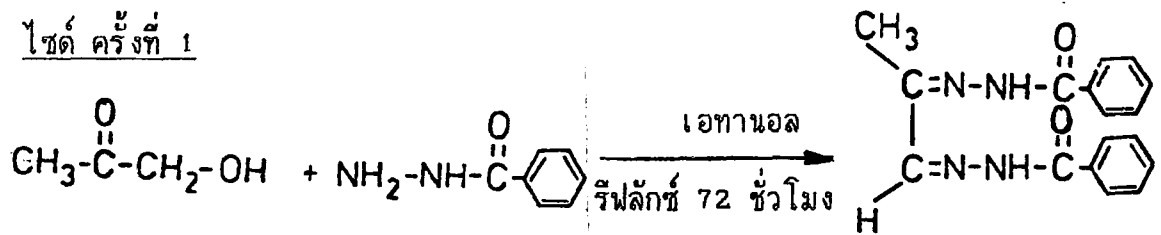
ไฮดรอกซีไฮดราโซน (9)



บิลไฮดราโซน (10)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

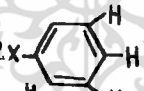
การเตรียมไฮดราโซนจากปฏิกิริยาระหว่างไฮดรอกซีแอซีโตน กับเบนโซอิกแอซิดไฮดรา-  
ไซด์ ครั้งที่ 1

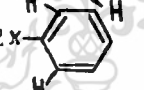


ละลายไฮดรอกซีแอซีโตน (1) 3.73 กรัม (50 มิลลิโมล) และเบนโซอิกแอซิด-ไฮดราไซด์ (2) 6.82 กรัม (50 มิลลิโมล) ในเอทานอล (50 มิลลิลิตร) ได้สารละลายใสไม่มีสี รีฟลักซ์ของผสมนี้เป็นเวลา 72 ชั่วโมง ตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาโดยใช้โครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง (คลอโรฟอร์ม : เอทานอล = 19:1) สารละลายเปลี่ยนไปเป็นสีน้ำตาลเข้ม ระเหยเอาเอทานอลออกประมาณครึ่งหนึ่ง ทิ้งไว้ให้เย็น จะได้ตะกอนละเอียดสีเหลืองอ่อนของบิสไฮดราโซน (4) กรอง ผึ่งให้แห้ง น้ำหนัก 2.41 กรัม จุดหลอมเหลว 261-265 องศาเซลเซียส (สลายตัว)

IR ( $\nu_{\text{max}}$ , KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : (3200, 3050, 1660, 1540, 1280)

$^1\text{H-NMR}$  ( $d_6$ -DMSO, ppm) : 2.27 (s, 3H,  $\text{CH}_3-\text{C}=\text{N}$ )

7.48-7.61 (m, 6H, 2x-)

7.86-7.92 (m, 4H, 2x-)

8.15 (s, 1H,  $-\text{HC}=\text{N}$ )

10.97 (s, 1H,  $-\text{NH}-\text{C}=\text{O}$ , เมื่อหยด  $\text{D}_2\text{O}$  จะหายไป)

12.02 (s, 1H,  $-\text{NH}-\text{C}=\text{O}$ , เมื่อหยด  $\text{D}_2\text{O}$  จะหายไป)

$^{13}\text{C-NMR}$  ( $d_6$ -DMSO, ppm) : 11.29 ( $\text{CH}_3-\text{C}=\text{N}$ )

127.51-134.29 (CH-CH aromatic,  $-\text{CH}=\text{N}-$ )

148.31 ( $\text{CH}_3-\text{C}=\text{N}$ )

163.46, 168.03 ( $-\text{NH}-\text{C}=\text{O}$ )

ทำการเตรียมครั้งอื่นในลักษณะเดียวกัน เพียงแต่จะมีการเปลี่ยนแปลงปริมาณของสารตั้งต้น และสภาวะของปฏิกิริยา ดังตารางที่ 2.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 แสดงปริมาณของสารตั้งต้น สภาวะของปฏิกิริยา น้ำหนัก จุดหลอมเหลว ร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ในการเตรียมไฮดรอกซีไอตราโซน (3) และบิสไอตราโซน (4)

ครั้งที่	ปริมาณ (1)	ปริมาณ (2)	สภาวะของปฏิกิริยา		ผลิตภัณฑ์ที่ได้		ร้อยละ ผลิตภัณฑ์
	กรัม (มิลลิโมล)	กรัม (มิลลิโมล)	ตัวทำ ละลาย	รีฟลักซ์ (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	จุดหลอม เหลว (°C)	
1	3.73 (50)	6.82 (50)	เอทานอล	72	2.41	261-265 (d)	16
2	0.37 (5)	0.68 (5)	เอทานอล	72*	0.26	261-262 (d)	17
3	0.74 (10)	0.68 (5)	เอทานอล	7.5*	0.11	266-268 (d)	7
4	0.74 (10)	1.36 (10)	เมทานอล	7.5	1.66	125-130	86
5	0.74 (10)	1.36 (10)	เมทานอล	7.5**	1.66	133-135	86

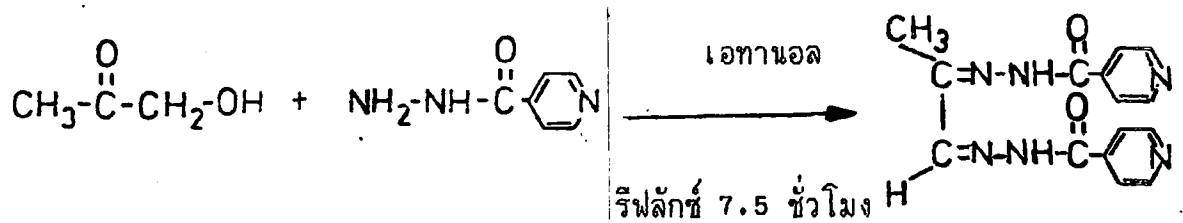
\* เต็มกรดก้ามะถันเข้มข้น

\*\* ทำการกวนที่อุณหภูมิห้อง

(d) คือสลายตัว (decomposed)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมไฮดราโซนจากปฏิกิริยาระหว่างไฮดรอกซีแอซิโตน กับไอโซนิกอตินิกแอซิดไฮ-  
ดราไซด์ ครั้งที่ 1



ละลายไฮดรอกซีแอซิโตน (1) 0.74 กรัม (10 มิลลิโมล) และไอโซนิกอตินิกแอซิดไฮดราไซด์ (5) 0.68 กรัม (5 มิลลิโมล) ในเอทานอล (50 มิลลิลิตร) ได้สารละลายใสไม่มีสี รีฟลักซ์ของผสมนี้เป็นเวลา 7.5 ชั่วโมง ตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาโดยใช้โครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง (คลอโรฟอร์ม : เอทานอล = 1:1) สารละลายเปลี่ยนไปเป็นสีส้ม ระเหยเอทานอลออกจนได้ของเหลวข้นสีน้ำตาล ทิ้งไว้ จะได้ตะกอนละเอียดสีเหลืองอ่อนของบิสไฮดราโซน (7) กรอง ผึ่งให้แห้ง น้ำหนัก 0.04 กรัม จุดหลอมเหลว 265-271 องศาเซลเซียส (สลายตัว)

IR ( $\nu_{\text{max}}$ , KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : (3200, 3050, 1660, 1540, 1290)

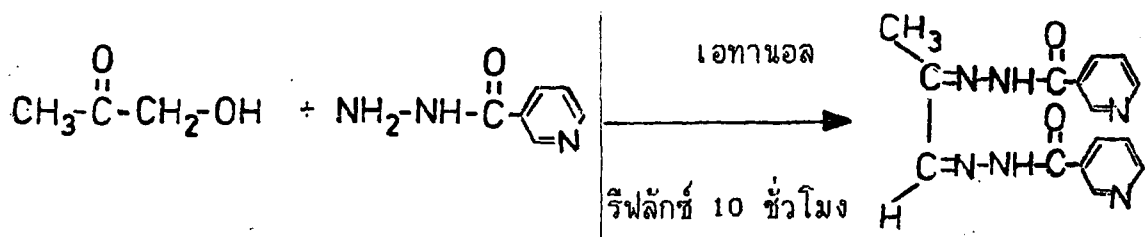
ทำการเตรียมครั้งอื่นในลักษณะเดียวกัน เพียงแต่จะมีการเปลี่ยนแปลงปริมาณของสารตั้งต้น และสภาวะของปฏิกิริยา ดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 แสดงปริมาณของสารตั้งต้น สภาวะของปฏิกิริยา น้ำหนัก จุดหลอมเหลว ร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ในการเตรียมไฮดรอกซีไฮดราโซน (6) และบิสไฮดราโซน (7)

ครั้งที่	ปริมาณ(1)	ปริมาณ(5)	สภาวะของปฏิกิริยา		ผลิตภัณฑ์ที่ได้		ร้อยละ ผลิตภัณฑ์
	กรัม (มิลลิโมล)	กรัม (มิลลิโมล)	ตัวทำ ละลาย	รีฟลักซ์ (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	จุดหลอม เหลว(°C)	
1	0.74(10)	0.68 (5)	เอทานอล	7.5	0.04	265-271 (d)	3
2	1.85(25)	3.42(25)	เอทานอล	72	1.14	274-276 (d)	15
3	0.74(10)	1.38(10)	เมทานอล	7.5	0.07	265-268 (d)	-

(d) คือสลายตัว (decomposed)

การเตรียมไฮดราโซนจากปฏิกิริยาระหว่างไฮดรอกซีแอซิโตน กับนิโคตินิกแอซิดไฮดรา-  
ไซด์ ครั้งที่ 1



ละลายไฮดรอกซีแอซิโตน (1) 0.68 กรัม (9 มิลลิโมล) และนิโคตินิกแอซิดไฮ-  
ดราไซด์ (8) 0.68 กรัม (5 มิลลิโมล) ในเอทานอล (40 มิลลิลิตร) ได้สารละลาย  
ใสไม่มีสี รีฟลักซ์ของผสมนี้เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาโดยใช้  
โครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง (คลอโรฟอร์ม : เอทานอล = 9:1) สารละลายเปลี่ยน  
ไปเป็นสีส้ม ระเหยเอทานอลออกจนได้ของเหลวข้นสีน้ำตาลเข้ม ทิ้งไว้ จะได้ตะกอน  
ขนาดเล็กสีเหลืองของบิสไฮดราโซน (10) กรอง ผึ่งให้แห้ง น้ำหนัก 0.25 กรัม  
จุดหลอมเหลว 235-238 องศาเซลเซียส (สลายตัว)  
IR ( $\nu_{\text{max}}$ , KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : (3210, 3030, 1680, 1520, 1280)

ทำการเตรียมครั้งอื่น ในลักษณะเดียวกัน เพียงแต่จะมีการเปลี่ยนแปลงปริมาณของ  
สารตั้งต้น และสภาวะของปฏิกิริยา ดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 แสดงปริมาณของสารตั้งต้น สภาวะของปฏิกิริยา น้ำหนัก จุดหลอมเหลว ร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ในการเตรียมบิสไฮดราโซน (10)

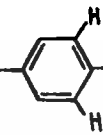
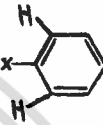
ครั้งที่	ปริมาณ (1)	ปริมาณ (8)	สภาวะของปฏิกิริยา		ผลิตภัณฑ์ที่ได้		ร้อยละ ผลิตภัณฑ์
	กรัม (มิลลิโมล)	กรัม (มิลลิโมล)	ตัวทำ ละลาย	รีฟลักซ์ (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	จุดหลอม เหลว (°C)	
1	0.68 (9)	0.68 (5)	เอทานอล	10	0.25	235-238 (d)	16
2	0.88 (12)	1.64 (12)	เอทานอล	72	0.56	235-237 (d)	15

(d) คือสลายตัว (decomposed)

ตารางที่ 2.4 แสดงข้อมูล IR

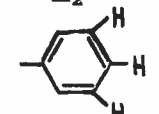
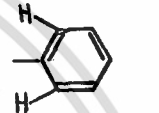
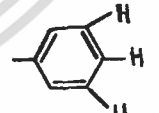
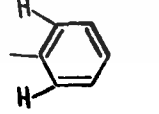
ไฮดราโซน	IR ( $\nu_{max}$ , KBr, $cm^{-1}$ )
บิลไฮดราโซน (4) เตรียมครั้งที่ 1, 2, 3	3200, 3050, 1660, 1540, 1280
ไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) เตรียมครั้งที่ 4, 5	3350-3275, 1670, 1540, 1290
บิลไฮดราโซน (7) เตรียมครั้งที่ 1, 2	3200, 3050, 1660, 1540, 1290
บิลไฮดราโซน (10) เตรียมครั้งที่ 1, 2	3210, 3030, 1680, 1520, 1280

ตารางที่ 2.5 แสดงข้อมูล  $^1\text{H-NMR}$  และ  $^{13}\text{C-NMR}$

ไอตราโซน	ตัวทำละลายที่ใช้	$\delta$ , ppm
บิลไอตราโซน(4) เตรียมครั้งที่ 1 $^1\text{H-NMR}$	$d_6$ -DMSO (hot)	<p>2.27 (s, 3H, <math>\text{CH}_3\text{-C=}</math>)</p> <p>7.48-7.61 (m, 6H, 2x )</p> <p>7.86-7.92 (m, 4H, 2x )</p> <p>8.15 (s, 1H, <math>\text{-HC=N-}</math>)</p> <p>10.97 (s, 1H, <math>\text{-NH-C=O}</math>) เมื่อหยด <math>\text{D}_2\text{O}</math> จะหายไป</p> <p>12.02 (s, 1H, <math>\text{-NH-C=O}</math>) เมื่อหยด <math>\text{D}_2\text{O}</math> จะหายไป</p>
บิลไอตราโซน(4) เตรียมครั้งที่ 1 $^{13}\text{C-NMR}$	$d_6$ -DMSO	<p>11.29 (<math>\text{CH}_3\text{-C=}</math>)</p> <p>127.51-134.29 (<math>\text{CH-CH aromatic, -CH=N-}</math>)</p> <p>148.31 (<math>\text{CH}_3\text{-C=N}</math>)</p> <p>163.46, 168.03 (<math>\text{-NH-C=O}</math>)</p>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา **15** และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

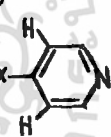
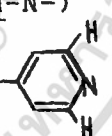
ตารางที่ 2.5(ต่อ) แสดงข้อมูล  $^1\text{H-NMR}$  และ  $^{13}\text{C-NMR}$

ไอตราโซน	ตัวทำละลายที่ใช้	$\delta$ , ppm
ไอทรอกซี ไอตราโซน (3) เตรียมครั้งที่ 4 $^1\text{H-NMR}$	$d_6$ -DMSO CDCl $_3$	<p>2.0 (s, 3H, CH<math>_3</math>-C=)</p> <p>4.20, 4.45 (2s, 2H, -CH<math>_2</math>-OH)</p> <p>7.35-7.60 (m, 3H, )</p> <p>7.80-7.90 (m, 2H, )</p> <p>10.0 (s, 1H, -NH-C=O) เมื่อหยด D<math>_2</math>O จะหายไป</p>
ไอทรอกซี ไอตราโซน (3) เตรียมครั้งที่ 5 $^1\text{H-NMR}$	$d_6$ -DMSO	<p>2.01 (s, 3H, CH<math>_3</math>-C=)</p> <p>4.07, 4.37 (2s, 2H, -CH<math>_2</math>-OH)</p> <p>5.23 (s, 1H, CH<math>_2</math>-OH) เมื่อหยด D<math>_2</math>O จะหายไป</p> <p>7.48-7.51 (m, 3H, )</p> <p>7.78-7.87 (m, 2H, )</p> <p>10.55 (s, 1H, -NH-C=O) เมื่อหยด D<math>_2</math>O จะหายไป</p>

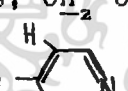
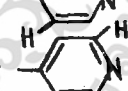
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา 16 และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

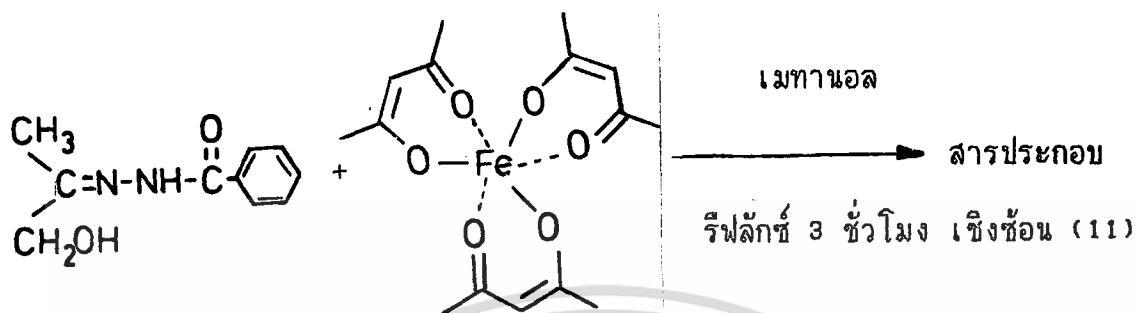
ตารางที่ 2.5 (ต่อ) แสดงข้อมูล  $^1\text{H-NMR}$  และ  $^{13}\text{C-NMR}$

ไอตราโซน	ตัวทำละลายที่ใช้	$\delta$ , ppm
ไอทรอกซี ไอตราโซน (3) เตรียมครั้งที่ 5 $^{13}\text{C-NMR}$	$d_6$ -DMSO	13.89, 20.43 ( $\text{CH}_2\text{-C=}$ ) 61.78, 65.13 ( $\text{-CH}_2\text{-OH}$ ) 126.97-133.54 ( $\text{CH-CH aromatic}$ ) 161.14 ( $\text{CH}_2\text{-C=N-}$ ) 164.51 ( $\text{-NH-C=O}$ )
บิลไอตราโซน (7) เตรียมครั้งที่ 2 $^1\text{H-NMR}$	$d_6$ -DMSO $\text{CDCl}_3$	2.25 (s, 3H, $\text{CH}_3\text{-C=}$ ) 7.68-7.82 (m, 4H, 2x  ) 8.15 (s, 1H, $\text{-CH=N-}$ ) 8.78 (m, 4H, 2x  ) 11.20 (s, 1H, $\text{-NH-C=O}$ ) เมื่อหยด $\text{D}_2\text{O}$ จะหายไป 12.25 (s, 1H, $\text{-NH-C=O}$ ) เมื่อหยด $\text{D}_2\text{O}$ จะหายไป

ตารางที่ 2.5(ต่อ) แสดงข้อมูล  $^1\text{H-NMR}$  และ  $^{13}\text{C-NMR}$

ไอตราโซน	ตัวทำละลายที่ใช้	$\delta$ , ppm
บิลไอตราโซน(7) เตรียมครั้งที่ 2 $^{13}\text{C-NMR}$	$d_6$ -DMSO	11.51 ( $\text{CH}_3\text{-C=}$ ) 121.59-123.16 ( $\text{CH-CH aromatic}$ ) 140.89 ( $\text{-CH=N-}$ ) 150.10-150.44 ( $\text{CH-N aromatic}$ ) 154.16 ( $\text{CH}_3\text{-C=N}$ ) 162.05, 163.10 ( $\text{-NH-C=O}$ )
ไฮดรอกซี ไอตราโซน (6) เตรียมครั้งที่ 3 $^1\text{H-NMR}$	$d_6$ -DMSO $\text{CDCl}_3$ $\text{D}_2\text{O}$ ตัวอย่างอยู่ในสภาพ ที่เป็นของเหลวชั้น	2.0-2.3 (m, $\text{CH}_3\text{-C=}$ ) 3.93, 4.19 (2s, $\text{-CH}_2\text{-OH}$ ) 7.52-7.98 (m,  ) 8.54-8.90 (m,  )

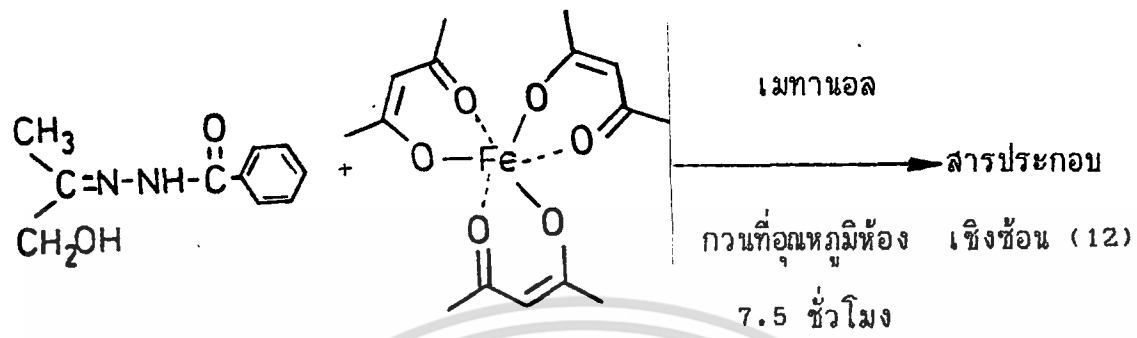
การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) กับเฟอร์ริกแอสिटิล-  
แอสिटอนेट ในเมทานอลที่จุดเดือดของเมทานอล



ละลายไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) 0.195 กรัม (1 มิลลิโมล) ในเมทานอล (20 มิลลิลิตร) ได้สารละลายสีเหลืองใส และละลายเฟอร์ริกแอสिटิลแอสिटอนेट 0.353 กรัม (1 มิลลิโมล) ได้สารละลายสีแดงใส ผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ได้สารละลายสีแดงใส รีฟลักซ์ของผสมนี้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ของผสมเปลี่ยนจากสีแดงใสไปเป็นสีแดงเข้ม ทิ้งไว้ให้เย็น ได้ตะกอนที่มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีแดง กรอง ผึ่งให้แห้ง ได้สารประกอบเชิงซ้อนของเหล็ก (11) น้ำหนัก 0.082 กรัม จุดหลอมเหลว 183-185 องศาเซลเซียส (สลายตัว)

IR ( $\nu_{max}$ , KBr,  $cm^{-1}$ ) : (1570, 1530)

การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) กับเฟอร์ริกแอสिटิล-  
แอสिटอนาต ในเมทานอลที่อุณหภูมิห้อง

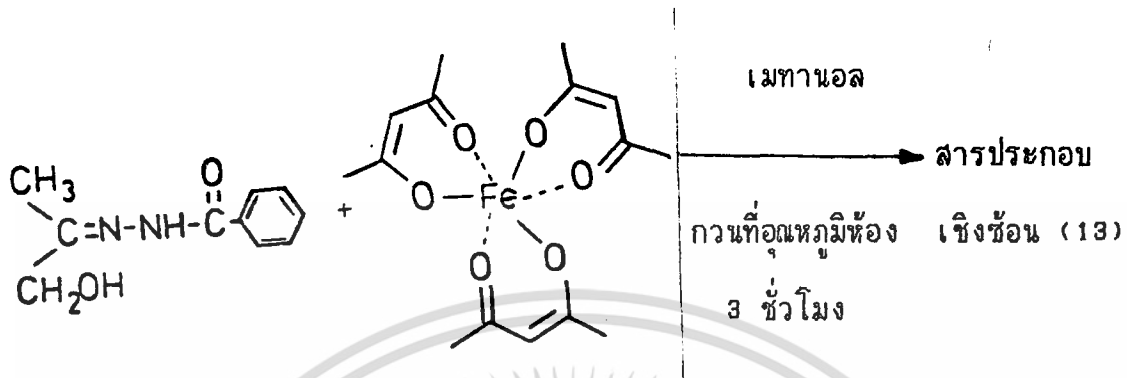


ละลายไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) 0.196 กรัม (1 มิลลิโมล) ในเมทานอล (5 มิลลิลิตร) ได้สารละลายสีเหลืองใส และละลายเฟอร์ริกแอสिटิลแอสिटอนาต 0.354 กรัม (1 มิลลิโมล) ในเมทานอล (12 มิลลิลิตร) แล้วกรองเอาส่วนที่ไม่ละลายออกไป ได้สารละลายสีแดงใส ผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ได้สารละลายสีแดงใส ทำการกวนที่อุณหภูมิห้อง 7.5 ชั่วโมง ได้ตะกอนที่มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีแดง กรอง ปล่อยให้แห้ง ได้สารประกอบเชิงซ้อนของเหล็ก (12) น้ำหนัก 0.094 กรัม จุดหลอมเหลว 184-185 องศาเซลเซียส (สลายตัว) ส่วนที่เหลือจากการกรองนำไปตรวจสอบด้วย IR พบว่าเหลือแต่เฟอร์ริกแอสिटิลแอสिटอนาต

IR ( $\nu_{max}$ , KBr,  $cm^{-1}$ ) : (1570, 1530)

Microanalysis : C 51.73, H 4.89, N 8.32

การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) กับเฟอร์ริกแอสिटิล-  
แอสिटินेट ในเมทานอลที่อุณหภูมิห้อง



ละลายไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) 0.208 กรัม (1 มิลลิโมล) ในเมทานอล (5 มิลลิลิตร) ได้สารละลายสีเหลืองใส และละลายเฟอร์ริกแอสिटิลแอสिटินेट 0.359 กรัม (1 มิลลิโมล) ในเมทานอล (12 มิลลิลิตร) แล้วกรองเอาส่วนที่ไม่ละลายออกไป ได้สารละลายสีแดงใส ผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ได้สารละลายสีแดงใส ทำการกวนที่อุณหภูมิห้อง 3 ชั่วโมง ได้ตะกอนที่มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีแดง กรอง ปล่อยให้แห้ง ได้สารประกอบเชิงซ้อนของเหล็ก (13) น้ำหนัก 0.103 กรัม จุดหลอมเหลว 180-182 องศาเซลเซียส (สลายตัว)

IR ( $\nu_{\max}$ , KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : (1570, 1530)

การหาปริมาณเหล็ก(III) ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไฮดรอกซีไฮดราโซน กับ  
เฟอร์ริกแอสซิติลแอสซิติเนต โดยใช้เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์ชันสเปกโตรสโคปี

การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

จากสารละลายมาตรฐานเหล็ก(III)ในเตรตเข้มข้น 1000 ส่วนในล้านส่วน นำมา  
เจือจางเป็น 3,5,7 และ 9 ส่วนในล้านส่วน ด้วยน้ำ ให้เป็นสารละลายมาตรฐานที่  
1,2,3 และ 4 ตามลำดับ

การหาปริมาณเหล็ก(III) ของสารประกอบเชิงซ้อน (11)

ละลายสารประกอบเชิงซ้อน (11) 17.6 มิลลิกรัม ในน้ำ เติมกรดไนตริกเข้มข้น  
5-6 หยด ปรับปริมาตรเป็น 250 มิลลิลิตร ได้สารละลายสีชมพูใส ให้เป็นสารละลาย  
ตัวอย่างที่ 1 บีบสารละลายตัวอย่างที่ 1 มา 10 มิลลิลิตร เจือจางเป็น 25 มิลลิลิตร  
ด้วยน้ำ ให้เป็นสารละลายตัวอย่างที่ 2 วัดค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ของ  
สารละลายตัวอย่างที่ 2 เทียบกับสารละลายมาตรฐาน  
ตารางที่ 2.6 แสดงค่าการดูดกลืนแสง กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน และ  
สารละลายตัวอย่างที่ 2

สารละลาย	ค่าการดูดกลืนแสง	ความเข้มข้น (ส่วนในล้านส่วน)
มาตรฐานที่ 1	0.180	3.000
มาตรฐานที่ 2	0.263	5.000
มาตรฐานที่ 3	0.392	7.000
มาตรฐานที่ 4	0.473	9.000
ตัวอย่างที่ 2	0.358	6.557

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา **2.2** และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในสารละลายตัวอย่างที่ 2	1000 มิลลิลิตร มีเหล็ก	6.557	มิลลิกรัม
ในสารละลายตัวอย่างที่ 2	25 มิลลิลิตร มีเหล็ก	$6.557 \times 25 / 1000$	มิลลิกรัม
ในสารละลายตัวอย่างที่ 1	10 มิลลิลิตร มีเหล็ก	$6.557 \times 25 / 1000$	มิลลิกรัม
ในสารละลายตัวอย่างที่ 1	250 มิลลิลิตร มีเหล็ก	$6.557 \times 25 \times 250 / 10000$	มิลลิกรัม
ในสารประกอบเชิงซ้อน (11)	17.6 มิลลิกรัม มีเหล็ก	4.098125	มิลลิกรัม

แสดงว่า ร้อยละของเหล็กในสารประกอบเชิงซ้อน (11) =  $4.098125 \times 100 / 17.6$

$$= 23.285$$

### การหาปริมาณเหล็ก (III) ของสารประกอบเชิงซ้อน (12)

ละลายสารประกอบเชิงซ้อน (12) 4.2 มิลลิกรัม ในน้ำ เติมกรดไนตริกเข้มข้น 3-4 หยด ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร ได้สารละลายสีชมพูใส ให้เป็นสารละลายตัวอย่างที่ 3 วัดค่าการดูดกลืนแสง เทียบกับสารละลายมาตรฐาน ตารางที่ 2.7 แสดงค่าการดูดกลืนแสง กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน และสารละลายตัวอย่างที่ 3

สารละลาย	ค่าการดูดกลืนแสง	ความเข้มข้น (ส่วนในล้านส่วน)
มาตรฐานที่ 1	0.180	3.000
มาตรฐานที่ 2	0.263	5.000
มาตรฐานที่ 3	0.392	7.000
มาตรฐานที่ 4	0.473	9.000
ตัวอย่างที่ 3	0.447	8.3605

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา **23** และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในสารละลายตัวอย่างที่ 3 1000 มิลลิลิตร มีเหล็ก 8.3605 มิลลิกรัม  
 ในสารละลายตัวอย่างที่ 3 100 มิลลิลิตร มีเหล็ก  $8.3605 \times 100 / 1000$  มิลลิกรัม  
 ในสารประกอบเชิงซ้อน (12) 4.26 มิลลิกรัม มีเหล็ก 0.83605 มิลลิกรัม

แสดงว่า ร้อยละของเหล็กในสารประกอบเชิงซ้อน (12) =  $0.83605 \times 100 / 4.2$   
 = 19.91

การหาปริมาณเหล็ก(III) ของสารประกอบเชิงซ้อน (13)

ละลายสารประกอบเชิงซ้อน (13) 17.4 มิลลิกรัม ในน้ำ เติมกรดไนตริกเข้มข้น 3-4 หยด ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร ได้สารละลายสีชมพูใส ให้เป็นสารละลายตัวอย่างที่ 4 บีบเปิดสารละลายตัวอย่างที่ 4 มา 5 มิลลิลิตร เจือจางเป็น 25 มิลลิลิตร ด้วยน้ำ ให้เป็นสารละลายตัวอย่างที่ 5 วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างที่ 5 เทียบกับสารละลายมาตรฐาน ตารางที่ 2.8 แสดงค่าการดูดกลืนแสง กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน และสารละลายตัวอย่างที่ 5

สารละลาย	ค่าการดูดกลืนแสง	ความเข้มข้น (ส่วนในล้านส่วน)
มาตรฐานที่ 1	0.176	3.000
มาตรฐานที่ 2	0.260	5.000
มาตรฐานที่ 3	0.378	7.000
มาตรฐานที่ 4	0.450	9.000
ตัวอย่างที่ 5	0.442	8.688

ในสารละลายตัวอย่างที่ 5	1000 มิลลิลิตร	มีเหล็ก	8.688	มิลลิกรัม
ในสารละลายตัวอย่างที่ 5	25 มิลลิลิตร	มีเหล็ก	$8.688 \times 25 / 1000$	มิลลิกรัม
ในสารละลายตัวอย่างที่ 4	5 มิลลิลิตร	มีเหล็ก	$8.688 \times 25 / 1000$	มิลลิกรัม
ในสารละลายตัวอย่างที่ 4	100 มิลลิลิตร	มีเหล็ก	$8.688 \times 25 \times 100 / 1000 \times 5$	มิลลิกรัม
ในสารประกอบเชิงซ้อน (13)	17.4 มิลลิกรัม	มีเหล็ก	4.344	มิลลิกรัม

แสดงว่า ร้อยละของเหล็กในสารประกอบเชิงซ้อน (13) =  $4.344 \times 100 / 17.4$

$$= 24.97$$



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา 25 และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการวิจัยและวิจารณ์

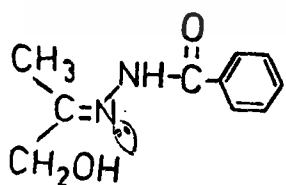
ปฏิกิริยาควบแน่นระหว่างไฮดรอกซีแอซีโตน และเบนโซอิกแอซิดไฮดราไซด์ในเมทานอล ทำการกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 7.5 ชั่วโมง (ครั้งที่ 5) พบว่าได้ไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) มากกว่าร้อยละ 85 สามารถยืนยันโครงสร้างนี้โดยอาศัยข้อมูลดังต่อไปนี้

IR (รูปที่ 4.1)  $3275-3350\text{ cm}^{-1}$  (O-H, N-H stretching),  $1670\text{ cm}^{-1}$  (C=O, C=N stretching),  $1540\text{ cm}^{-1}$  (N-H bending)

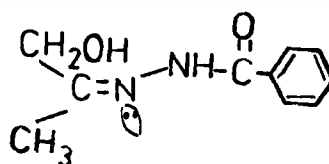
Microanalysis C 62.80, H 6.15, N 15.09  
(ตามทฤษฎีควรได้ C 62.48, H 6.29, N 14.58)

$^1\text{H-NMR}$  (รูปที่ 4.2) ที่ 2.01 ppm เป็นสัญญาณของ  $\text{CH}_3\text{-C=}$  พบว่ามี 2 singlet ซ้อนกันอยู่ และที่ 4.37 ppm และ 4.07 ppm ซึ่งเป็นสัญญาณของ  $\text{-CH}_2\text{-OH}$  พบว่ามี 2 singlet เช่นกัน ในอัตราส่วน 1:4.5

$^{13}\text{C-NMR}$  (รูปที่ 4.3) ที่ 13.89 ppm และ 20.43 ppm น่าจะเป็นสัญญาณของ  $\text{CH}_3\text{-C=}$  ส่วนที่ 61.78 ppm และ 65.13 ppm น่าจะเป็นสัญญาณของ  $\text{-CH}_2\text{-OH}$  ดังนั้นไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) ที่เตรียมได้อาจมีโครงสร้างที่เป็น syn-form (3a) และ anti-form (3b)



(3a)



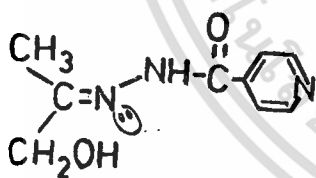
(3b)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา 26. ละต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

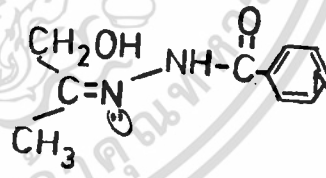
อย่างไรก็ตามโครงสร้างที่เสนอเป็น (3a) และ (3b) อาจไม่ถูกต้อง ทั้งนี้เพราะอัตราส่วนของสัญญาณ  $\text{CH}_2\text{-C=}$  และ  $\text{-CH}_2\text{-OH}$  ทั้งจาก  $^1\text{H-NMR}$  และ  $^{13}\text{C-NMR}$  ไม่สอดคล้องกัน

ปฏิกิริยาเดียวกันนี้ เมื่อทำการรีฟลักซ์ในเมทานอลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7.5 ชั่วโมง (ครั้งที่ 4) จะได้ไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) มากกว่าร้อยละ 85 ซึ่งให้ข้อมูล IR และ  $^1\text{H-NMR}$  ในลักษณะเดียวกับที่เตรียมได้โดยทำการกวนที่อุณหภูมิห้อง

ในงานองค์คล้ายกัน ปฏิกิริยาควบแน่นระหว่างไฮดรอกซีแอซีโตน กับไอโซนิกอติน-แอซิดไฮดราไซด์ในเมทานอล โดยรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7.5 ชั่วโมง (ครั้งที่ 3) คาดว่าจะได้ไฮดรอกซีไฮดราโซน (6) ที่อยู่ในรูปของ syn-form (6a) และ anti-form (6b) เช่นกัน โดยดูจาก  $^1\text{H-NMR}$  (รูปที่ 4.4) ซึ่งมีสัญญาณของ  $\text{-CH}_2\text{-OH}$  ที่ 3.93 และ 4.19 ppm และสัญญาณของ  $\text{CH}_2\text{-C=}$  ที่ค่อนข้างซับซ้อนประมาณ 2.0-2.3 ppm อย่างไรก็ตามปฏิกิริยานี้ควรทำการทดลองซ้ำอีก เพื่อยืนยันว่าเป็นโครงสร้าง (6a) และ (6b) ตามที่เสนอ



(6a)



(6b)

ปฏิกิริยาควบแน่นระหว่างไฮดรอกซีแอซีโตน และเบนโซอิกแอซิดไฮดราไซด์ในเอทานอลโดยรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส (ครั้งที่ 1, 2 และ 3) ที่สภาวะของปฏิกิริยาต่างกัน (เวลา และมีการเติมกรดกำมะถันเข้มข้น) พบว่าไม่ได้ไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) แต่ได้บิลไฮดราโซน (4) เนื่องจากข้อมูลดังต่อไปนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา 27 และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

IR (รูปที่ 4.5)  $3200\text{ cm}^{-1}$  (N-H stretching),  $1660\text{ cm}^{-1}$  (C=O, C=N stretching),  $1540\text{ cm}^{-1}$  (N-H bending)

Microanalysis พบว่ามี C 66.38, H 5.33, N 17.94

$^1\text{H-NMR}$  (รูปที่ 4.6) ที่  $2.27\text{ ppm}$  เป็นสัญญาณของหมู่  $\text{CH}_2\text{-C=}$  ส่วนสัญญาณของหมู่  $\text{-CH}_2\text{-OH}$  ซึ่งเคยพบในไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) หายไป และมีสัญญาณที่  $8.15\text{ ppm}$  เป็น singlet น่าจะเป็นของ  $\text{-CH=N-}$  และพื้นที่สัมผัสโดยประมาณในช่วง  $7.48\text{-}7.61\text{ ppm}$  และ  $7.86\text{-}7.92\text{ ppm}$  ซึ่งเป็นสัญญาณของ  $\text{CH-CH aromatic}$  สูงมากเมื่อเทียบกับสัญญาณของหมู่อื่น

$^{13}\text{C-NMR}$  (รูปที่ 4.7) ที่  $11.29\text{ ppm}$  เป็นสัญญาณของหมู่  $\text{CH}_2\text{-C=}$  ส่วนสัญญาณของหมู่  $\text{-CH}_2\text{-OH}$  ซึ่งเคยพบในไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) หายไป

บิลไฮดราโซน (4)<sup>4</sup> นี้ได้มีผู้เตรียมขึ้นจากปฏิกิริยาควบนั่นระหว่างเมทิลไกลออกซัล (Methylglyoxal) และอะโรอิลไฮดราซีน (Aroylhydrazine) อัตราส่วน 1:2 ในเมทานอล โดยเติมกรดแอสติค 2-3 หยด จุดหลอมเหลว  $253\text{ }^{\circ}\text{C}$  องค์าเซลเซียส (สลายตัว) โดยใช้ 1:1 ของเบนซีน : เอทานอล มีข้อมูลของ

IR  $1673\text{ cm}^{-1}$  (C=O stretching),  $3240\text{ cm}^{-1}$  (N-H stretching)

Microanalysis C 66.22, H 5.23, N 18.17

คุณสมบัติในการละลาย ละลายได้เล็กน้อยในเอทานอล หรือเมทานอล

ซึ่งจากข้อมูลเหล่านี้ สอดคล้องกับบิลไฮดราโซนที่เตรียมได้ โดยการรีฟลักซ์ในเอทานอลที่อุณหภูมิ  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  องค์าเซลเซียส

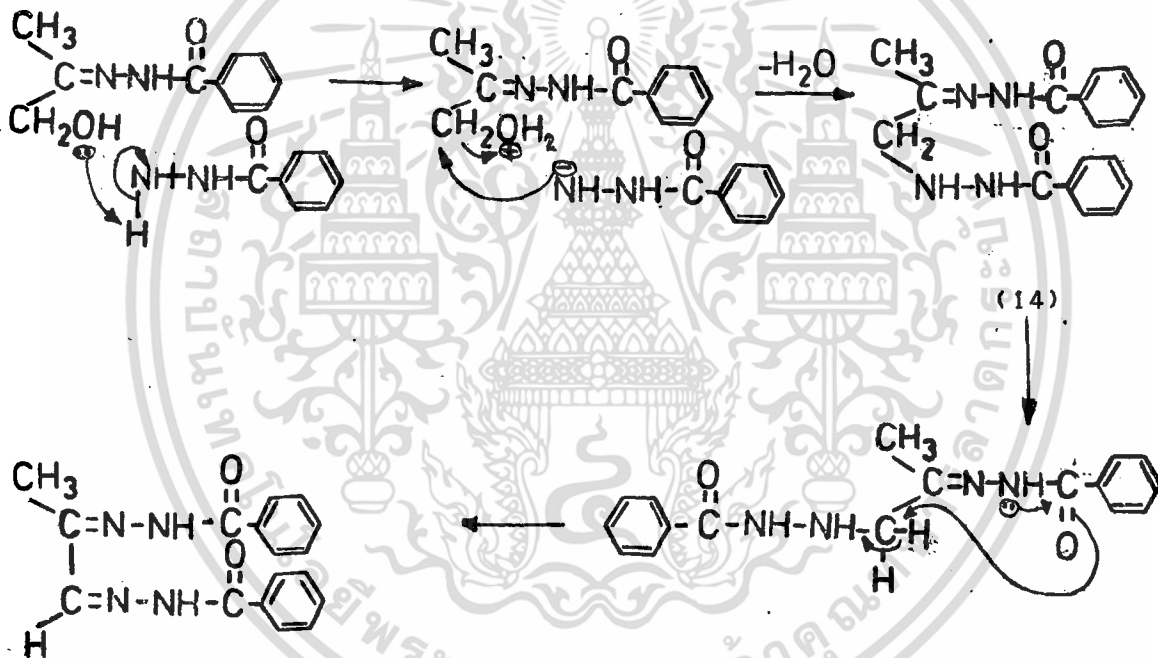
กลไกของการเกิดบิลไฮดราโซน (4) นี้ไม่ได้เกิดจากการออกซิเดชันของไฮดรอกซีแอสติค ไปเป็นเมทิลไกลออกซัลก่อนอย่างแน่นอน และเมื่อทำการตรวจสอบต่อไปพบว่า

1) นำไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) มารีฟลักซ์ต่อในเอทานอลเป็นเวลา 10 ชั่วโมง พบว่าได้ไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) เหมือนเดิม

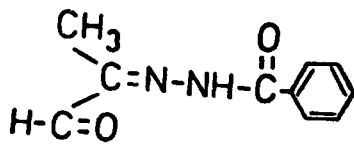
2) นำไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) และไฮดรอกซีแอซีโตน ในอัตราส่วน 1:1 มารีฟลักซ์ต่อในเอทานอลเป็นเวลา 10 ชั่วโมง พบว่ายังได้ไฮดรอกซีไฮดราโซน (3)

3) นำไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) และเบนโซอิกแอซิดไฮดราไซด์ ในอัตราส่วน 1:1 มารีฟลักซ์ต่อในเอทานอลเป็นเวลา 10 ชั่วโมง พบว่าได้บิลไฮดราโซน (4)

จึงคิดว่ากลไกของการเกิดบิลไฮดราโซน (4) คิดว่าเกิดจากการเข้าของเบนโซอิกแอซิดไฮดราไซด์โมเลกุลที่สองที่ตำแหน่ง  $-CH_2-OH$  ของไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) พร้อมกับการจัดออกของน้ำได้ (14) แล้วอาจเกิดผ่าน inter or intra molecular hydrogen abstraction ให้บิลไฮดราโซน (4)



อย่างไรก็ตามกลไกของการเกิดบิลไฮดราโซน (4) อาจเกิดผ่าน (15) ก่อน โดยหมู่  $-CH_2-OH$  ในไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) ถูกออกซิไดซ์ไปเป็น  $-C=O$  ด้วยเบนโซอิกแอซิดไฮดราโซนได้ (15) จากนั้นโมเลกุลที่สองของเบนโซอิกแอซิดไฮดราไซด์ จึงเข้าทำปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่คาร์บอนิลของ (15) พร้อมกับการจัดน้ำให้เป็นบิลไฮดราโซน (4) ซึ่งปฏิกิริยาของการออกซิไดซ์ของไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) ไปเป็น (15) คล้ายคลึงกับปฏิกิริยาการเกิดโอซาโซน (Osazones) ของน้ำตาล<sup>5</sup>



(15)

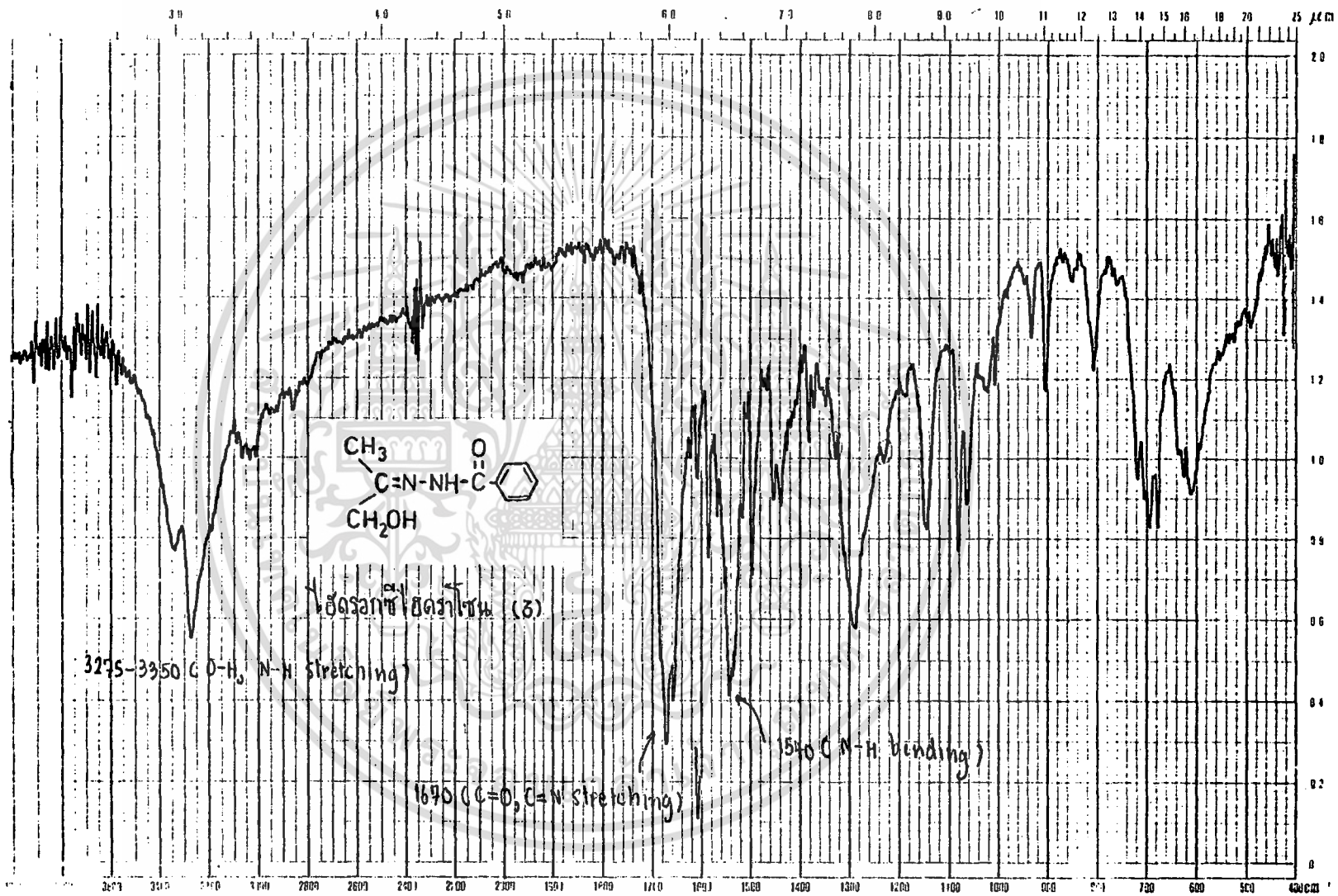
ในการทำงานที่คล้ายกันปฏิกิริยาระหว่างไฮดรอกซีแอซีโตน และไอโซนิโคตินิกแอซิด-ไฮดราไซด์ ในเอทานอลโดยรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส (ครั้งที่ 1,2) น่าจะได้บิสไฮดราโซน (7) เนื่องจากข้อมูลของ

IR (รูปที่ 4.8)  $3200\text{ cm}^{-1}$  (N-H stretching),  $1660\text{ cm}^{-1}$  (C=O, C=N stretching),  $1540\text{ cm}^{-1}$  (N-H bending)

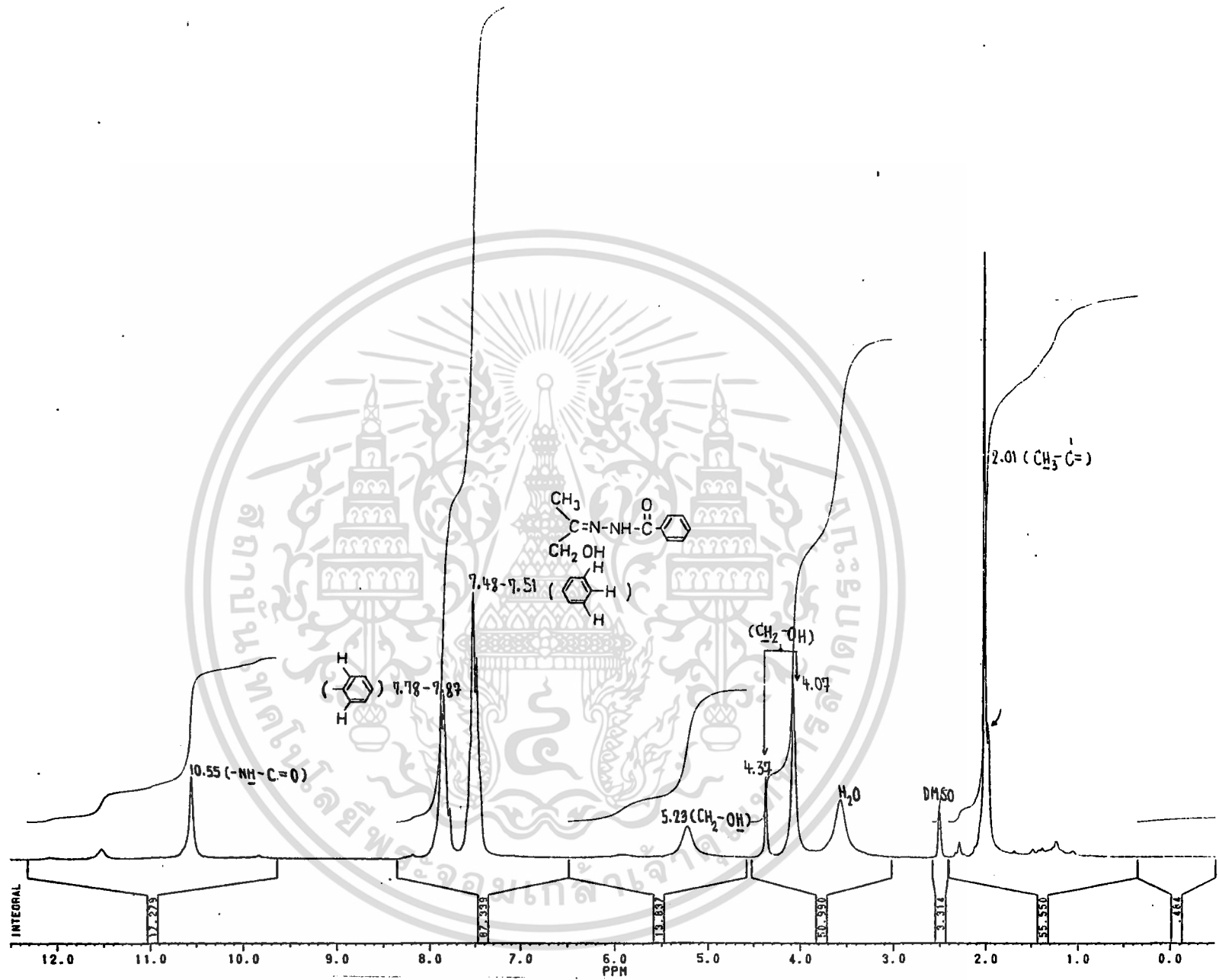
$^1\text{H-NMR}$  (รูปที่ 4.9) ที่  $2.25\text{ ppm}$  เป็นสัญญาณของหมู่  $\text{CH}_3\text{-C=}$  ส่วนสัญญาณของหมู่  $\text{-CH}_2\text{-OH}$  ซึ่งเคยพบในไฮดรอกซีไฮดราโซน (6) หายไป และมีสัญญาณที่  $8.15\text{ ppm}$  เป็น singlet น่าจะเป็นของ  $\text{-CH=N-}$  และพื้นที่สัมผัสโดยประมาณในช่วง  $7.68\text{-}7.82\text{ ppm}$  และ  $8.78\text{ ppm}$  ซึ่งเป็นสัญญาณของ  $\text{CH-CH aromatic}$  สูงมากเมื่อเทียบกับสัญญาณของหมู่อื่น

$^{13}\text{C-NMR}$  (รูปที่ 4.10) ที่  $11.51\text{ ppm}$  เป็นสัญญาณของหมู่  $\text{CH}_3\text{-C=}$  ส่วนสัญญาณของหมู่  $\text{-CH}_2\text{-OH}$  ซึ่งเคยพบในไฮดรอกซีไฮดราโซน (6) หายไป

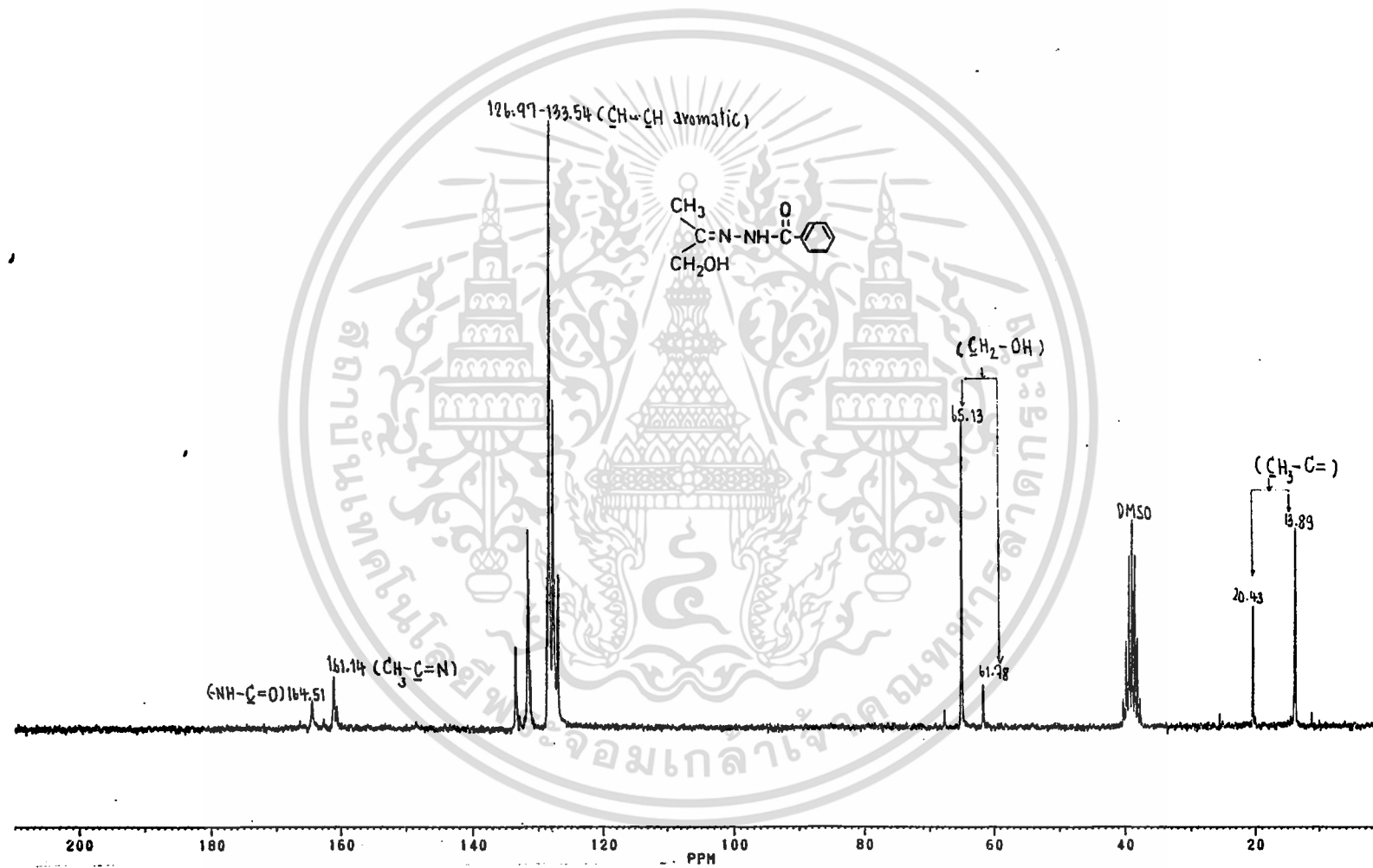
การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไฮดรอกซีไฮดราโซน (3) กับเฟอร์ริก แอซีติลแอซีโตนเตต (1:1 อัตราส่วนโมล) ในเมทานอลที่อุณหภูมิห้องหรือที่ 60 องศาเซลเซียส พบว่าได้สารประกอบเชิงซ้อนเป็นผลึกเอียงเดี่ยว ซึ่งจากการใช้เทคนิคของอะตอมมิกแอสซอพซันสเปคโตรสโคปี พบว่ามีปริมาณของเหล็ก(III) อยู่ประมาณร้อยละ 20-25 และข้อมูล IR พบว่า C=O stretching เลื่อนมาอยู่ที่ความถี่ต่ำกว่า 1600  $\text{cm}^{-1}$  เนื่องจากว่าเหล็ก(III)ที่ไฮดรอกซีไฮดราโซน สร้างสารประกอบเชิงซ้อนด้วยนั้นเป็นตัวรับอิเล็กตรอน (electron acceptor) ซึ่งดึงอิเล็กตรอนของหมู่ C=O ของเอไมด์ ทำให้พันธะระหว่างคาร์บอนกับออกซิเจนมีลักษณะเป็นพันธะเดี่ยวมากขึ้น (single bond character) ดังนั้นสัญญาณของหมู่ C=O ในสารประกอบเชิงซ้อนจึงอยู่ที่ความถี่ต่ำกว่าสัญญาณของ O-H stretching ในสารประกอบเชิงซ้อนหายไป อาจเป็นเพราะ -CH<sub>2</sub>-OH ในไฮดรอกซีไฮดราโซนถูกออกซิไดซ์ไปเป็น C=O การที่จะทราบว่าสารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์นี้มีโครงสร้างที่แน่นอนเป็นอย่างไร ต้องทำการตกผลึกใหม่เพื่อให้ได้ผลึกเดี่ยวที่ดีสำหรับการวิเคราะห์โดยเอ็กซ์-เรย์ ดิฟแฟรกชัน



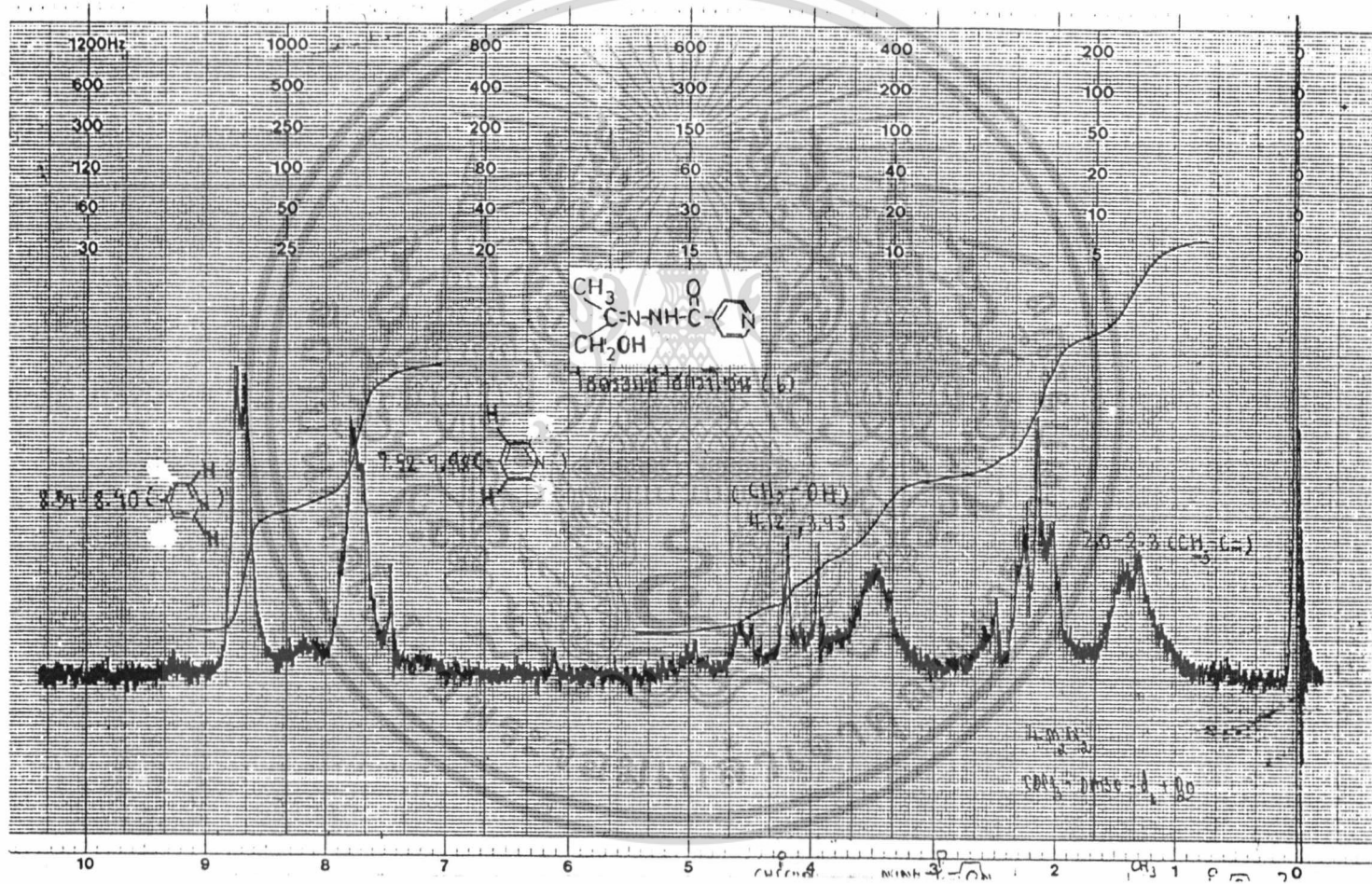
รูปที่ 4.1 แสดง IR สเปกตรัมของไฮดรอกซีไฮดราโซน (๓)



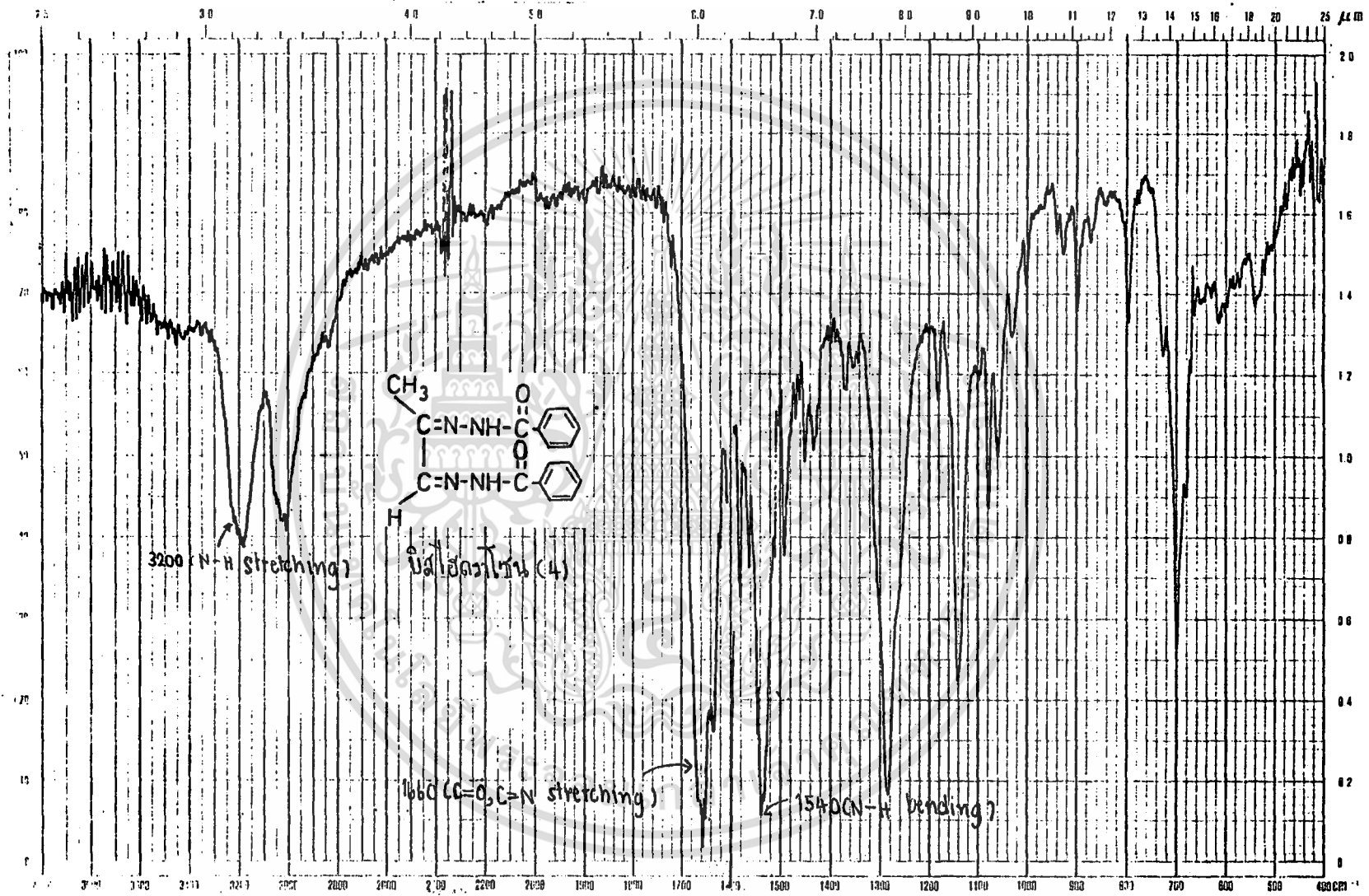
รูปที่ 4.2 แสดง <sup>1</sup>H-NMR สเปกตรัมของไฮดรอกซีไฮดรอกซี (3)



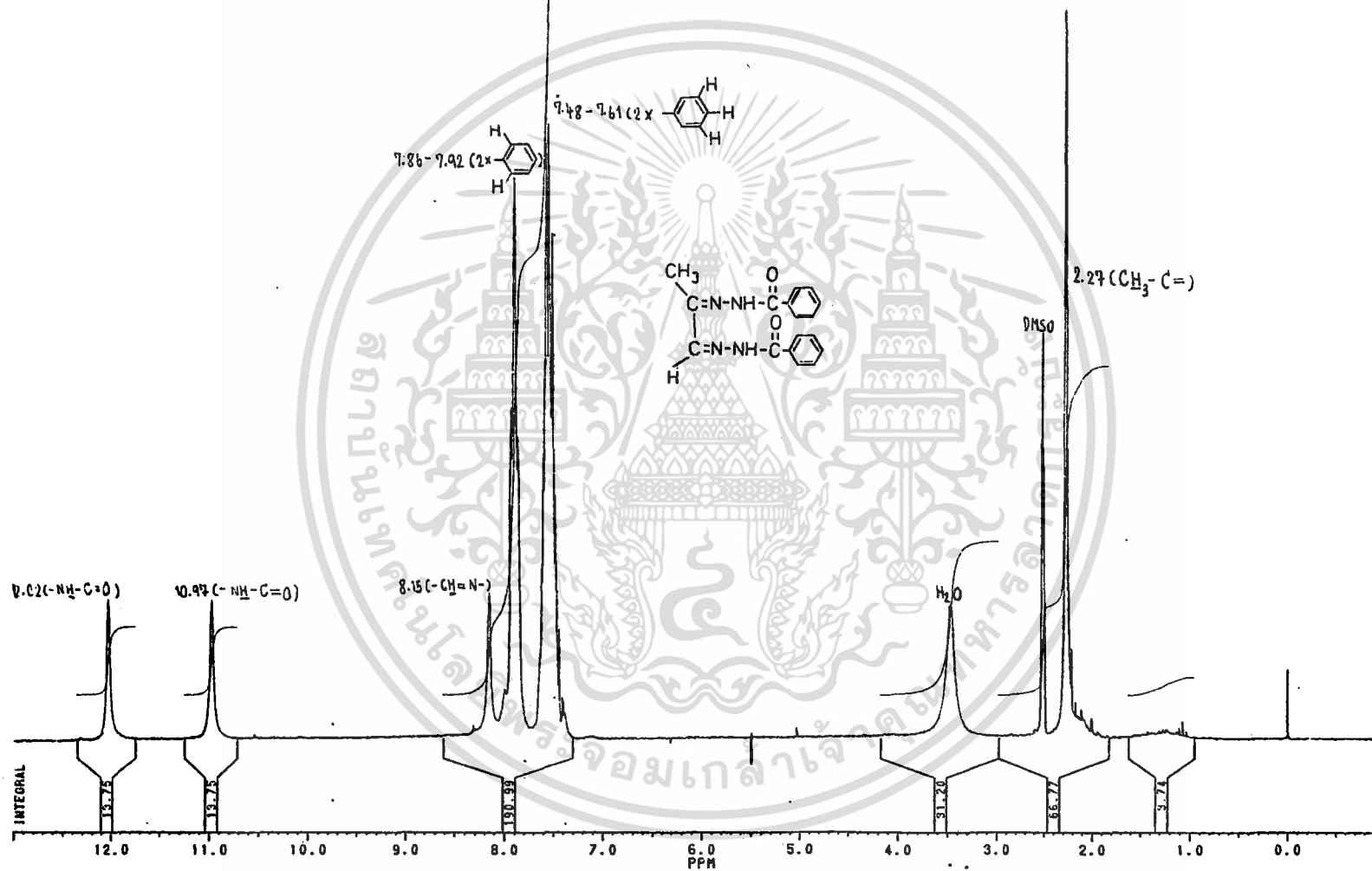
รูปที่ 4.3 แสดง  $^{13}\text{C}$ -NMR สเปกตรัมของไฮดรอกซีไฮดราโซน (3)



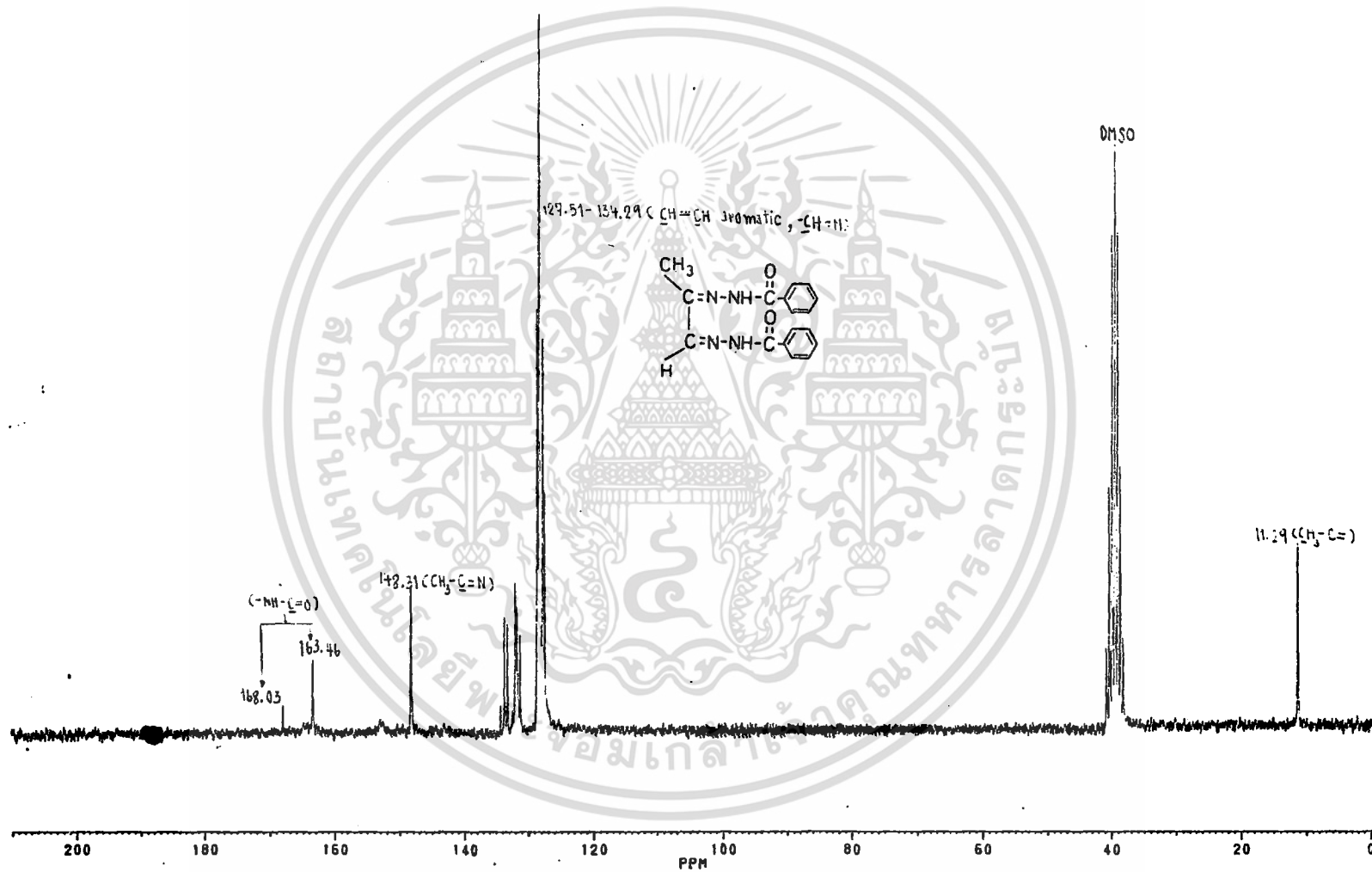
รูปที่ 4.4 แสดง <sup>1</sup>H-NMR สเปกตรัมของไฮดรอกซีไฮโดรราซีน (6)



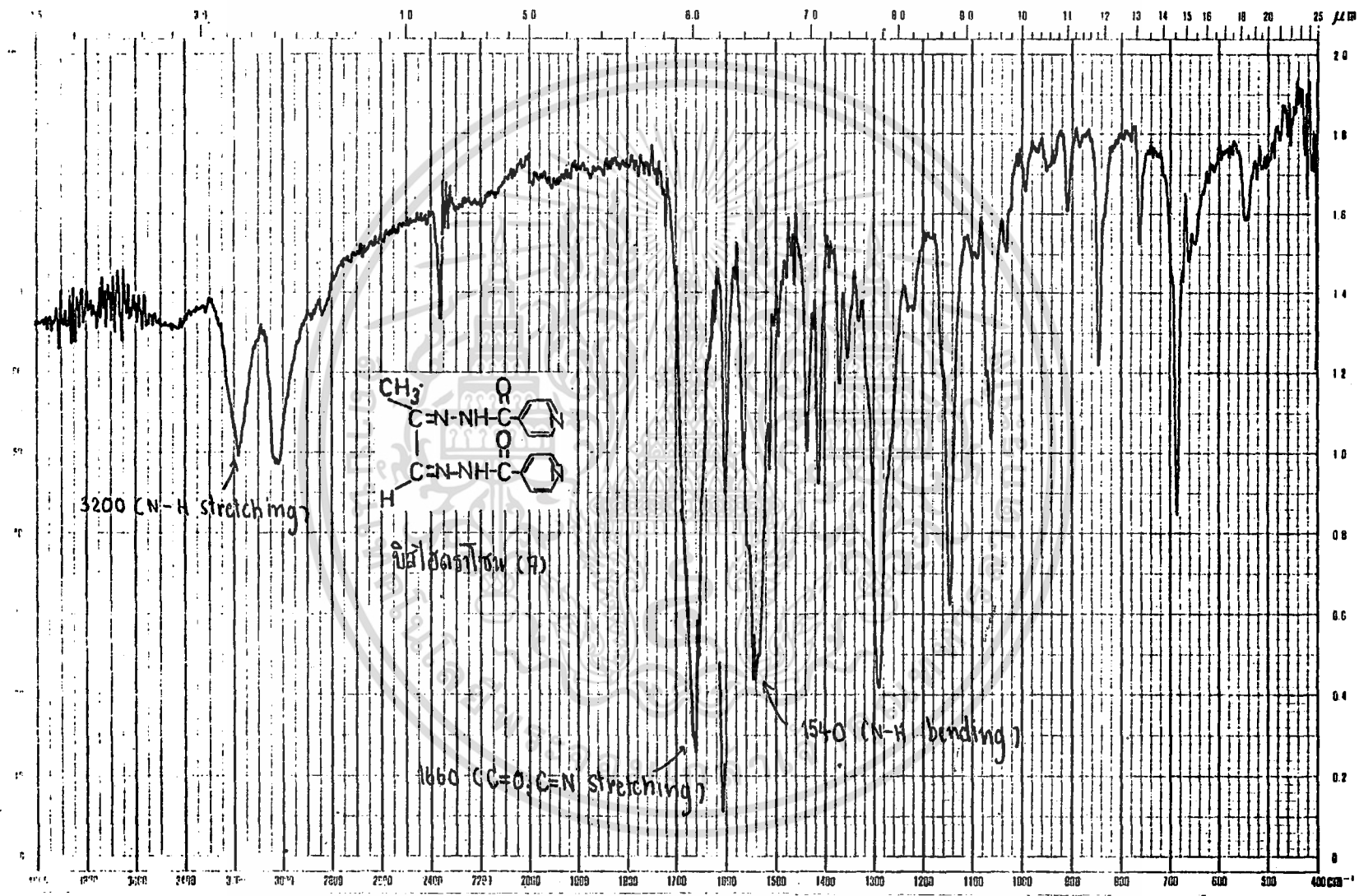
รูปที่ 4.5 แสดง IR สเปกตรัมของบิลไฮดราโซน (4)



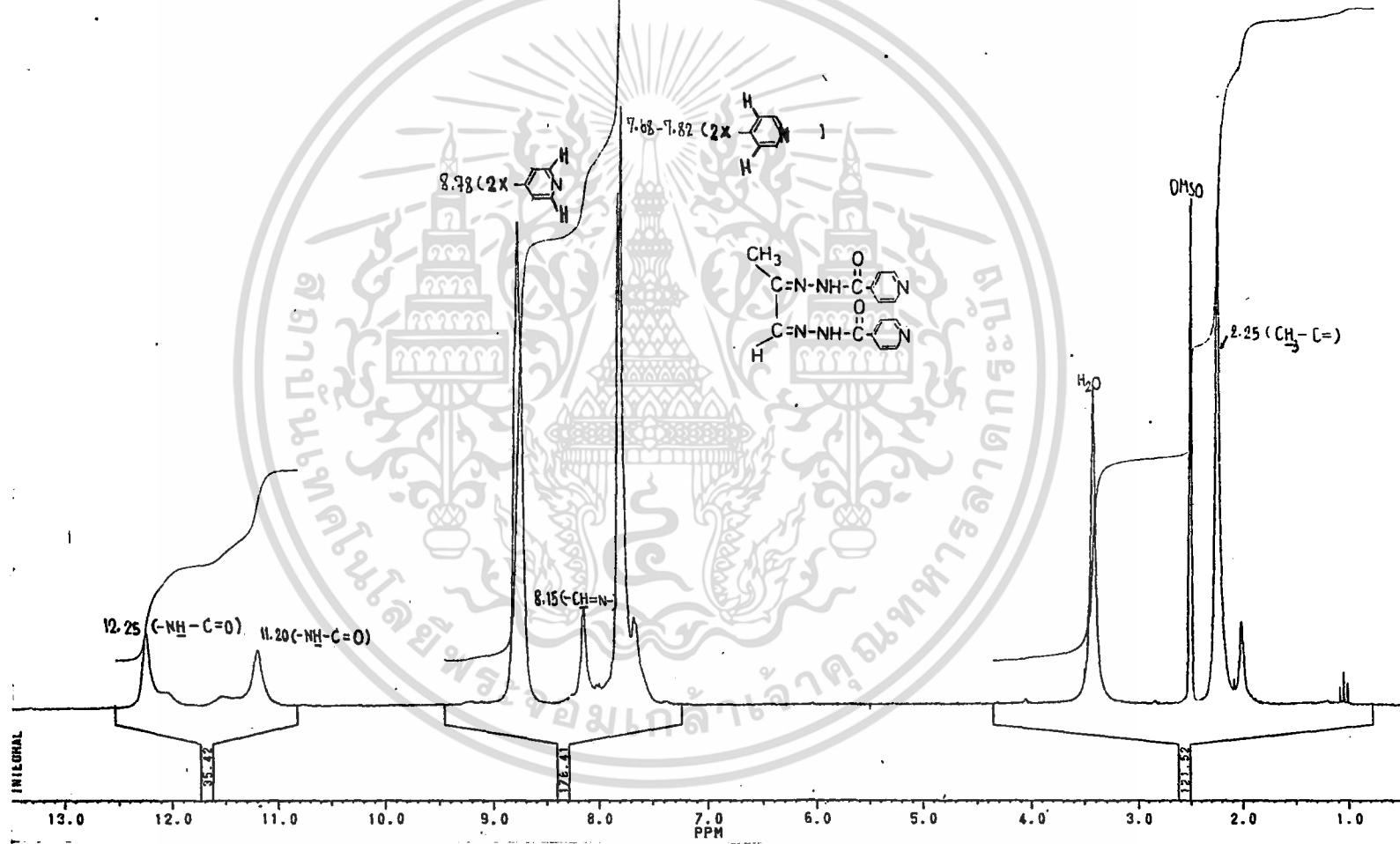
รูปที่ 4.6 แสดง <sup>1</sup>H-NMR สเปกตรัมของบิสไฮดรอกซิลอน (4)



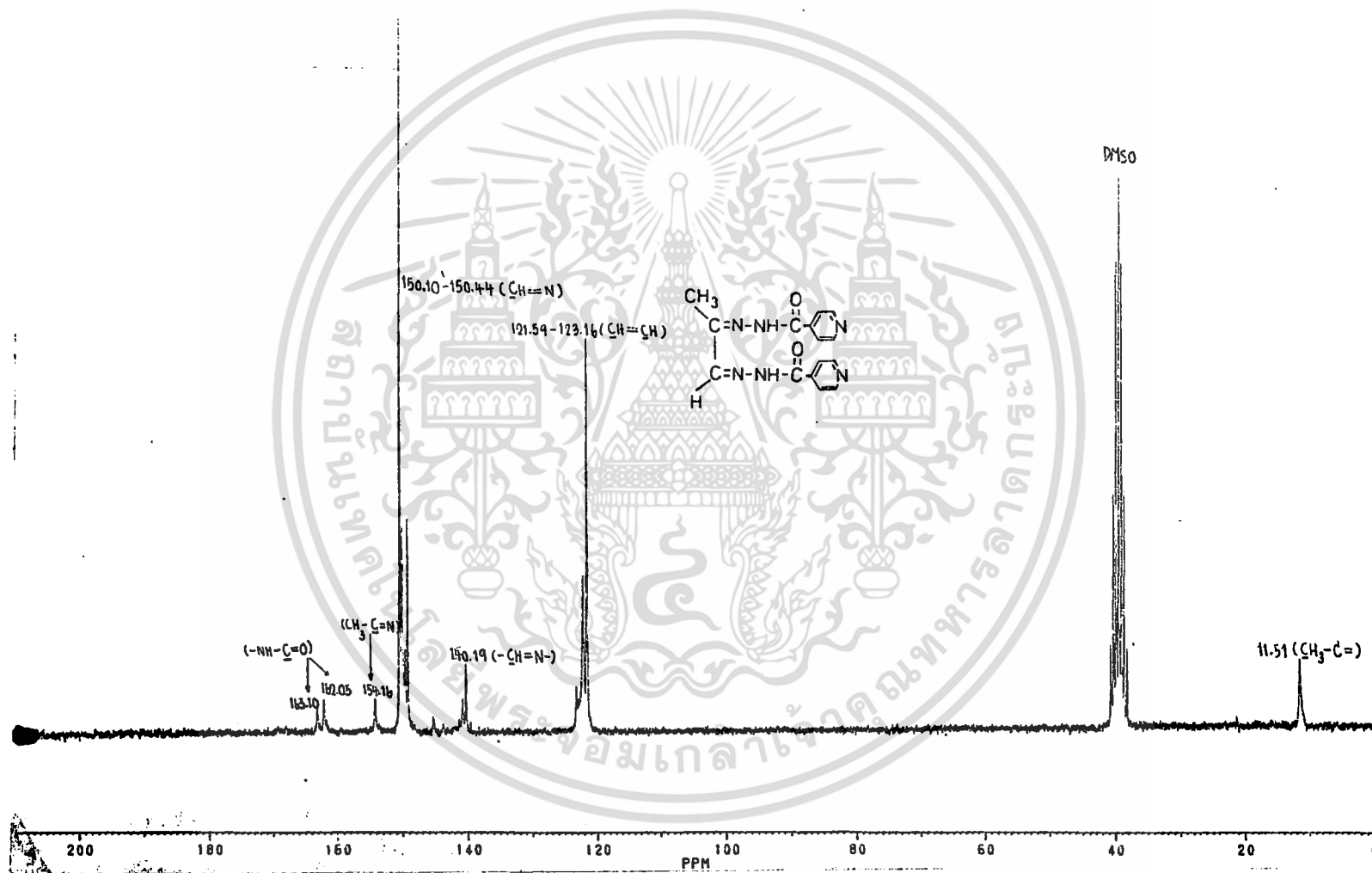
รูปที่ 4.7 แสดง  $^{13}\text{C}$ -NMR สเปกตรัมของบิสไอตราไซน (4)



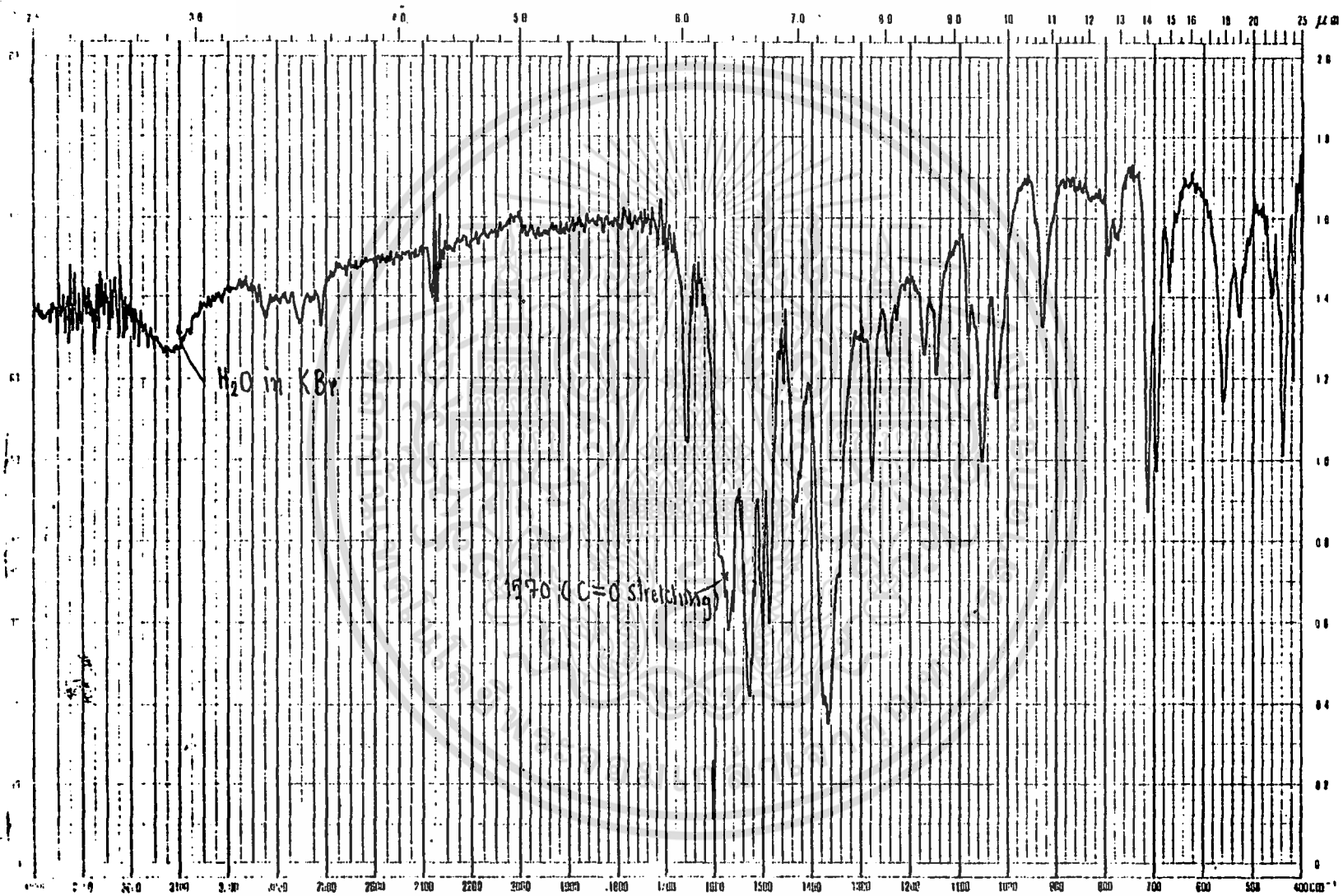
รูปที่ 4.8 แสดง IR สเปกตรัมของบิสไอโซลาราไอซ (7)



รูปที่ 4.9 แสดง <sup>1</sup>H-NMR สเปกตรัมของบิสไอโซทราโซน (7)



รูปที่ 4.10 แสดง  $^{13}\text{C}$ -NMR สเปกตรัมของบิสไอดราโซน (7)



รูปที่ 4.11 แสดง IR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไฮดรอกซีไอโตรานอน  
กับเฟอร์ริกแอสिटิลแอสिटอน

## เอกสารอ้างอิง

1. Bradley, D. "Iron Scavenger Could Help Thalassaemia Sufferers"  
New Scientist 2(1991) : 15.
2. Webb, J. unpublished result.
3. Martin, B.R. and Sollenberger, P.Y. The Chemistry of the Amino Group (Patai, S.ed.) pp. 367-368, John Wiley and Sons, New York, 1968.
4. Shaban, M.A., Nassr, M.A. and Moustafa, M.A. "Oxidative Cyclization of Methylglyoxal Bis(arylhydrazones) to Substituted 1,2,3-Triazoles" J. Heterocyclic Chem. 12(1975) : 1295-1297.
5. Morrison, R.T. and Boyd, R.N. Organic Chemistry 3rd ed., pp. 1077-1078, Allyn and Bacon, Inc., New York, 1978.
6. วิชัย รวิตรระกูล, โกศลย์ คำสำราญ, พิเชษฐ์ วิริยะจิตรา, สุรชัย นิมจิรววัฒน์ และ อภิชาติ สุขสำราญ, การประยุกต์ใช้สเปคโตรสโคปีในเคมีอินทรีย์ พิมพ์ครั้งที่ 2, หน้า 54-225, นำอักษรการพิมพ์, กรุงเทพ, 2527.