



# รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

เรื่อง

การสังเคราะห์สารออกฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรีย: สารอนุพันธ์ Stilbene

Synthesis of Antibacterial Stilbene Derivatives

โดย

รองศาสตราจารย์ ดร. สุชาดา จันทร์พรหมมา

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

ดร. ณรงค์ บุนนาค

คณะกรรมการแพทย์แผนไทย

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากเงินรายได้มหาวิทยาลัย

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ประจำปีงบประมาณ 2555 รหัสโครงการ SCI550134S

## สารบัญ

	หน้า
สารบัญ	2
กิตติกรรมประกาศ	3
บทคัดย่อ	4
Abstract	6
บทนำ	8
วัตถุประสงค์	9
การตรวจเอกสาร	9
ขั้นตอนการวิจัย	13
ผลการทดลอง	14
การสังเคราะห์และการหาโครงสร้างสารด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปี	14
ฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียของสาร	28
โครงสร้างผลึก	30
สรุป	34
เอกสารอ้างอิง	35
ภาคผนวก	37
<b>(Reprint 1)</b>	
(E)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium 4-methoxybenzenesulfonate monohydrate	
<b>(Reprint 2)</b>	
(E)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium 4-fluorobenzenesulfonate monohydrate	
<b>(Reprint 3)</b>	
(E)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolin-1-ium 4-chlorobenzenesulfonate monohydrate	

## กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ที่ให้ทุนสนับสนุนการวิจัยจากเงินรายได้ มหาวิทยาลัย ประจำปีงบประมาณ 2555 ทำให้สามารถดำเนินงานวิจัยได้ตามความมุ่งหมาย

ผู้วิจัยขอขอบคุณ ศาสตราจารย์ ดร. สุง-คุณ ฟัน มหาวิทยาลัยไซน์มาเลเซีย ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ในการเก็บข้อมูลการเลี้ยงเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว

ผู้วิจัยขอขอบคุณภาควิชาเคมี ในการสนับสนุนอุปกรณ์และสถานที่ในการทำวิจัย ขอขอบคุณ นางสาวนริศรา แก้วมณี นักศึกษาปริญญาโท สาขาเคมีอนินทรีย์ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ ในการช่วยวิจัย ขอขอบคุณ นายธีรศักดิ์ อนันตพงษ์ นักศึกษาปริญญาเอก สาขาเทคโนโลยีชีวภาพ คณะอุตสาหกรรมเกษตร มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ในการทดสอบฤทธิ์ทางชีวภาพ และขอขอบคุณผู้บริหาร และเจ้าหน้าที่ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่ได้สนับสนุนและอำนวยความสะดวกให้งานวิจัยนี้ดำเนินไปได้ด้วยดี และ บรรลู่วัตถุประสงค์

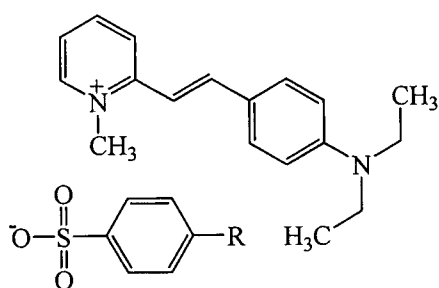
รองศาสตราจารย์ ดร. สุชาดา จันทร์พรหมมา

และ

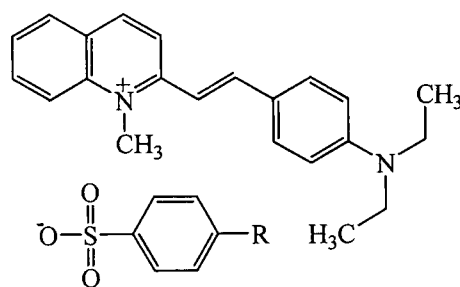
ดร. ฌวงค์ บุญนาค

## บทคัดย่อ

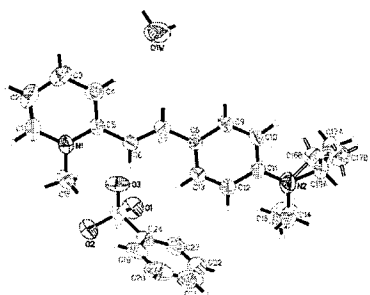
ทำการสังเคราะห์สารอนุพันธ์ของ stilbene จำนวน 14 สาร คือ สารประกอบ (*E*)-2-[4-(diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium 4-substituted benzenesulfonate และ สารประกอบ (*E*)-2-[4-(diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium 4-substituted benzenesulfonate เมื่อมีหมู่แทนที่ คือ H(STBP-1 และ STBQ-1), CH<sub>3</sub>(STBP-2 และ STBQ-2), OH(STBP-3 และ STBQ-3), OCH<sub>3</sub>(STBP-4 และ STBQ-4), NH<sub>2</sub>(STBP-5 และ STBQ-5), F(STBP-6 และ STBQ-6) และ Cl(STBP-7 และ STBQ-7) เพื่อหาสารที่ออกฤทธิ์ด้านเชื้อแบคทีเรีย ทำการหาโครงสร้างสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคทางสเปกโทร สโกปี และได้ทำการทดสอบและหาโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์บนผลึกเดี่ยวของสาร 5 สาร คือ STBP-1, STBP-4, STBP-7, STBQ-6 และ STBQ-7 จากผลการทดสอบฤทธิ์ด้านเชื้อแบคทีเรียของสารอนุพันธ์ stilbene ทั้ง 14 สาร พบสารออกฤทธิ์ด้านเชื้อแบคทีเรียจำนวน 8 สาร โดยสาร STBP-1, STBP-2, STBP-4 และ STBP-7 ออกฤทธิ์ด้านเชื้อแบคทีเรียในระดับต่ำ ในขณะที่สาร STBQ-1, STBQ-2, STBQ-3 และ STBQ-7 ออกฤทธิ์ด้านเชื้อแบคทีเรียในระดับปานกลางถึงระดับดี



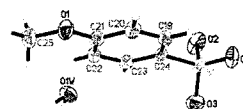
STBP



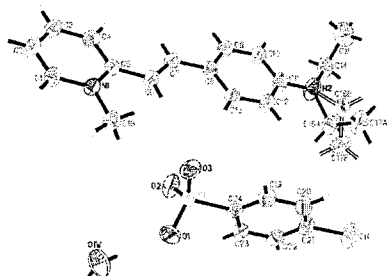
STBQ

**STBP-1**

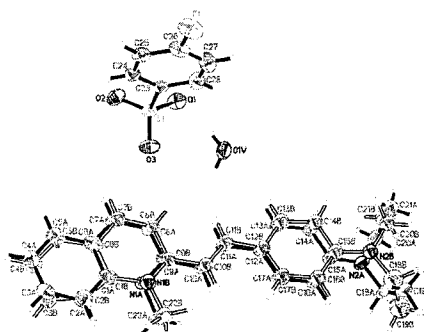
(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium  
benzenesulfonate monohydrate

**STBP-4**

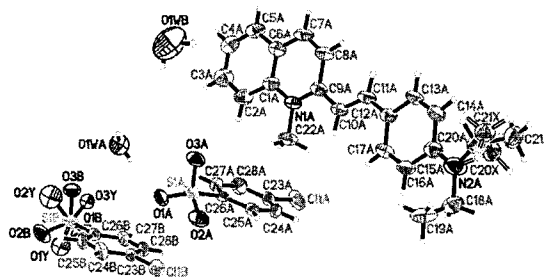
(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium  
4-methoxybenzenesulfonate monohydrate

**STBP-7**

(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium  
4-chlorobenzenesulfonate monohydrate

**STBQ-6**

(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium  
4-fluorobenzenesulfonate monohydrate

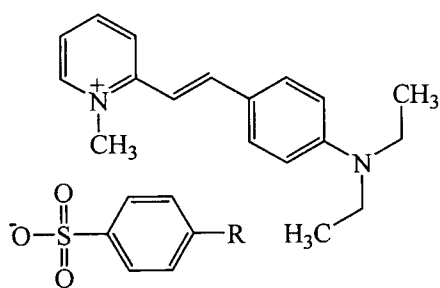
**STBQ-7**

(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium 4-chlorobenzenesulfonate monohydrate

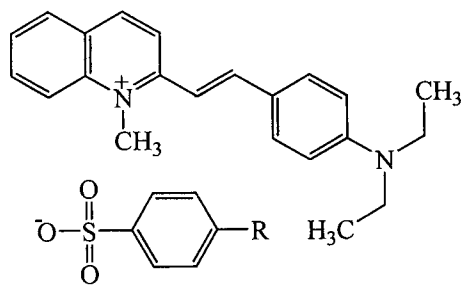
โครงสร้างผลึกของ STBP-1, STBP-4, STBP-7, STBQ-6 และ STBQ-7

### Abstract

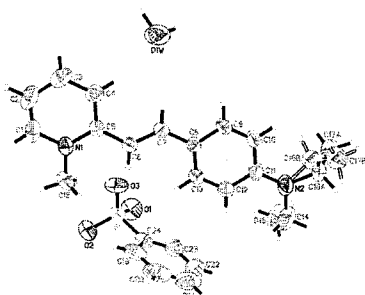
Fourteen of stilbene derivatives which are (*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium 4-substituted-benzenesulfonate and (*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium 4-substituted-benzenesulfonate; **R** = H(**STBP-1**; **STBQ-1**), CH<sub>3</sub>(**STBP-2**; **STBQ-2**), OH(**STBP-3**; **STBQ-3**), OCH<sub>3</sub>(**STBP-4**; **STBQ-4**), NH<sub>2</sub>(**STBP-5**; **STBQ-5**), F(**STBP-6**; **STBQ-6**) and Cl(**STBP-7**; **STBQ-7**) were synthesized to search for antibacterial compounds. Their structures were elucidated by spectroscopic method. In addition five compounds which are **STBP-1**, **STBP-4**, **STBP-7**, **STBQ-6** and **STBQ-7** were also characterized by single crystal X-ray diffraction. Antibacterial results of the fourteen synthesized compounds showed that eight compounds which are **STBP-1**, **STBP-2**, **STBP-4** and **STBP-7** exhibited weakly activity whereas **STBQ-1**, **STBQ-2**, **STBQ-3** and **STBQ-7** exhibited moderate and strong antibacterial activity



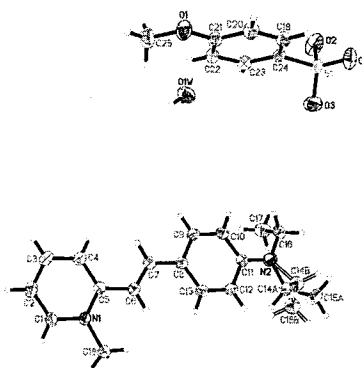
**STBP**



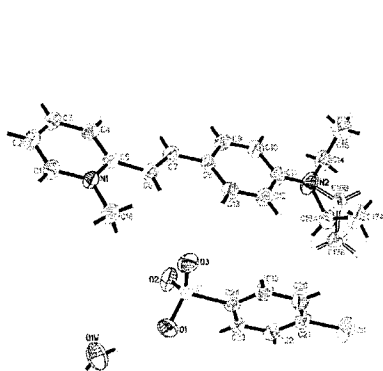
**STBQ**

**STBP-1**

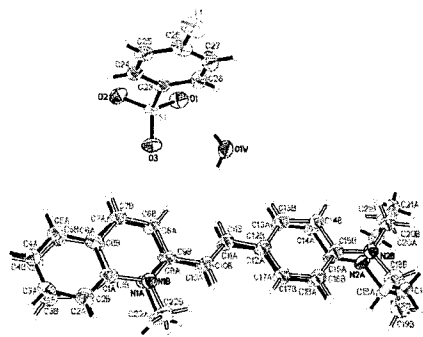
(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium  
benzenesulfonate monohydrate

**STBP-4**

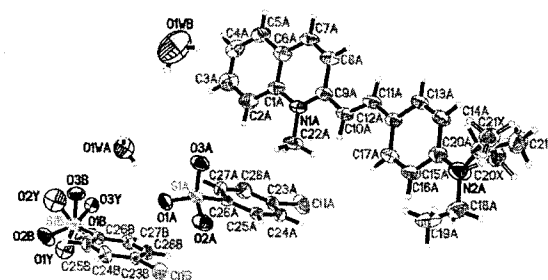
(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium  
4-methoxybenzenesulfonate monohydrate

**STBP-7**

(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium  
4-chlorobenzenesulfonate monohydrate

**STBQ-6**

(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium  
4-fluorobenzenesulfonate monohydrate



(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium 4-chlorobenzenesulfonate monohydrate

**STBQ-7**

**Crystal structures of STBP-1, STBP-4, STBP-7, STBQ-6 and STBQ-7**

## บทนำ

แบคทีเรียเป็นสิ่งมีชีวิตเซลล์เดียวที่มีขนาดเล็ก มีการเพิ่มจำนวนที่รวดเร็วมากทำให้การพัฒนาสายพันธุ์ (เช่น การถ่ายทอดความสามารถในการดื้อยา) เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วตามไปด้วย แบคทีเรียแกรมบวกบางชนิดสามารถก่อให้เกิดโรคในมนุษย์ เช่น แบคทีเรีย *S. aureus* ทำให้เกิดภาวะซ้อค อาหารเป็นพิษ กระแสโลหิตเป็นพิษ แบคทีเรีย *B. subtilis* ทำให้เกิดภาวะอาหารเป็นพิษ แบคทีเรีย *E. faecalis* เป็นสาเหตุทำให้เยื่ออุ้งแสบ และแบคทีเรียแกรมลบบางชนิด เช่น แบคทีเรีย *P. aeruginosa* ก่อให้เกิดภาวะการอักเสบติดเชื้อ ทางเดินปัสสาวะอักเสบ แบคทีเรีย *S. typhi* ทำให้เกิดโรคไทฟอยด์เป็นพิษ และแบคทีเรีย *S. sonnei* ทำให้เกิดโรคบิด และโรคท้องร่วง เป็นต้น

ในช่วงศตวรรษที่ 20 มนุษย์ได้ค้นพบวิธีการป้องกันและทำลายจุลชีพโดยการคิดค้นหาสารออกฤทธิ์ต้านจุลชีพ ในปัจจุบันมีสารประเภทนี้อยู่มากมายหลายชนิด แต่ยังมีการใช้สารใหม่ๆ เพื่อฆ่าจุลชีพมากขึ้นเท่าไร ความสามารถในการดื้อต่อสารนั้น ๆ ก็ยิ่งพัฒนามากขึ้นตามไปด้วย คาดกันว่าในศตวรรษที่ 21 นี้จะมีเชื้อแบคทีเรียที่มักเรียกกันอย่างไม่เป็นทางการว่า superbugs หรือแบคทีเรียที่มีความสามารถในการทนต่อสารออกฤทธิ์ทางชีวภาพได้หลากหลายชนิดเกิดขึ้นเป็นจำนวนมาก แบคทีเรียเป็นหนึ่งในจุลชีพที่มีการเพิ่มจำนวนที่รวดเร็วมาก ทำให้การพัฒนาสายพันธุ์เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วตามไปด้วย เมื่อแบคทีเรียเริ่มมีความสามารถในการทนต่อสารฆ่าเชื้อและอยู่รอดมาได้ มันก็จะถ่ายทอดความสามารถนั้นไปยังแบคทีเรียรุ่นต่อไป แบคทีเรียจึงสามารถพัฒนาตัวเองให้ดื้อยา หรือ สารฆ่าเชื้อที่ใช้กันแพร่หลายได้เสมอ ด้วยเหตุนี้ การค้นหาสารที่มีฤทธิ์ทำลายแบคทีเรียจึงต้องดำเนินต่อไปอย่างไม่หยุดยั้งเช่นกัน

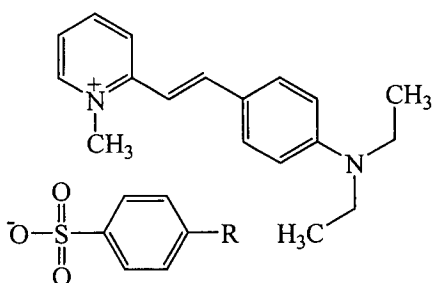
Quaternary ammonium compounds (QACs/Quats) เช่น benzalkonium chloride เป็นกลุ่มที่ประกอบไปด้วยสารอนุพันธ์จำนวนมากและมีสมบัติเป็น disinfectant ที่มีฤทธิ์ต้าน สารกลุ่มนี้ออกฤทธิ์ต่อแบคทีเรียหลายกลุ่มจากข้อดีของ Quats และยา sulfa ทำให้ผู้วิจัยสนใจในการสังเคราะห์สารในกลุ่ม Quats ซึ่งคาดว่าจะมีฤทธิ์ยับยั้งแบคทีเรีย โดยใช้ anion เป็นสารในกลุ่ม benzenesulfonate เพื่อเลียนแบบยา sulfa และเพื่อเพิ่มความเป็น hydrophobic (ไม่ชอบน้ำ) ของสารเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการแทรกผ่านเซลล์แบคทีเรียชนิดแกรมลบ โดยใช้หมู่ diethylamino phenyl และใช้ cation เป็นสารในกลุ่ม pyridinium หรือ quinolinium

Disinfectant คือ สารที่มีฤทธิ์ทำลายจุลชีพที่มีข้อบ่งใช้เฉพาะกับสิ่งไม่มีชีวิตด้วยกระบวนการที่เรียกว่า disinfection ซึ่งหมายถึง การทำความสะอาดสิ่งใด ๆ ด้วย disinfectant ให้ปราศจากจุลชีพก่อโรค (pathogenic microorganisms) การเลือกใช้ disinfectant ขึ้นอยู่กับความเหมาะสมกับสถานการณ์ disinfectant บางประเภทสามารถทำลายจุลชีพได้แทบทุกชนิด ในขณะที่บางประเภทออกฤทธิ์เฉพาะเจาะจงต่อเชื้อจุลชีพบางชนิดเท่านั้น แต่กลับมีสมบัติอื่น ๆ ที่ดีกว่า เช่น ไม่กัดกร่อนพื้นผิว ราคาถูก และไม่เป็นอันตราย และจากการศึกษาฤทธิ์ทางชีวภาพที่ผ่านมา (Kullapa *et. al.*, 2010) พบว่าสารอนุพันธ์ stilbene บางชนิดแสดงฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียในระดับหนึ่ง งานวิจัยนี้ผู้วิจัยได้ทำการ



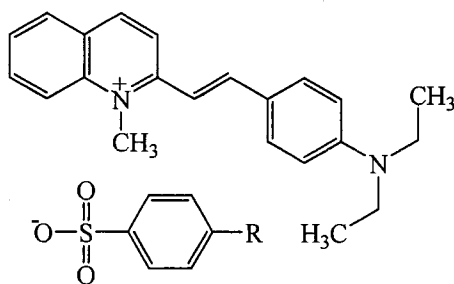
ออกแบบและสังเคราะห์สาร disinfectant ในกลุ่ม quaternary ammonium compounds (Quats) ที่เป็นอนุพันธ์ของ stilbene ที่มีหมู่ diethylamino ในโครงสร้าง โดยใช้ cation เป็นสารในกลุ่ม pyridinium หรือ quinolinium และ anion เป็นสารในกลุ่ม benzenesulfonate โดยมีหมู่แทนที่ในตำแหน่ง para แตกต่างกันไป โดยสารที่สังเคราะห์มี 2 กลุ่มคือ (*E*)-2-[4-(diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium 4-substituted benzenesulfonate (Scheme I) และ (*E*)-2-[4-(diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium 4-substituted benzenesulfonate (Scheme II) เมื่อหมู่แทนที่ (R) คือ H, CH<sub>3</sub>, OH, OCH<sub>3</sub>, NH<sub>2</sub>, F และ Cl ซึ่งคาดว่าจะออกฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียได้ดี และทำให้ทราบถึงอิทธิพลของหมู่ diethylamino ในโครงสร้างต่อฤทธิ์ดังกล่าว

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์สารอนุพันธ์ stilbene จำนวน 14 สาร ดังปรากฏใน Schemes 1 และ 2 และศึกษาฤทธิ์ยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย 8 ชนิด ได้แก่ *S. aureus* *B. subtilis* *E. faecalis* Methicillin-Resistant *S. aureus* และ Vancomycin-Resistant *E. faecalis* ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมบวก และ *P. aeruginosa* *S. typhi* และ *S. sonnei* ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมลบ



Compounds	Substituent group (R)
STBP-1	H
STBP-2	CH <sub>3</sub>
STBP-3	OH
STBP-4	OCH <sub>3</sub>
STBP-5	NH <sub>2</sub>
STBP-6	F
STBP-7	Cl

**Scheme 1** โครงสร้างของสารอนุพันธ์ (*E*)-2-[4-(diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium 4-substituted benzenesulfonate (STBP series)



Compounds	Substituent group (R)
STBQ-1	H
STBQ-2	CH <sub>3</sub>
STBQ-3	OH
STBQ-4	OCH <sub>3</sub>
STBQ-5	NH <sub>2</sub>
STBQ-6	F
STBQ-7	Cl

**Scheme 2** โครงสร้างของสารอนุพันธ์ (*E*)-2-[4-(diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium 4-substituted benzenesulfonate (STBQ series)

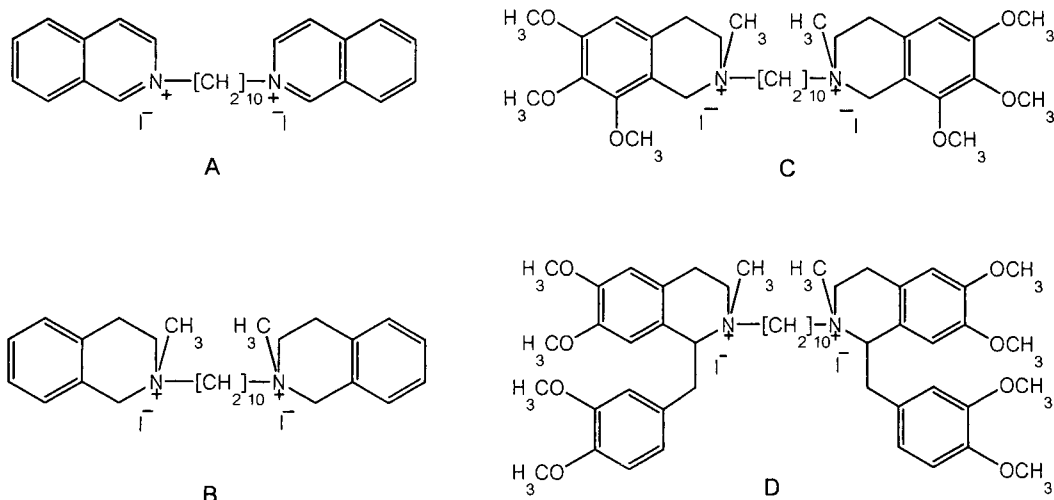
### วัตถุประสงค์

- เพื่อสังเคราะห์และศึกษาฤทธิ์ยับยั้งเชื้อแบคทีเรียในกลุ่มของสารอนุพันธ์ stilbene
- เพื่อหาสารออกฤทธิ์ยับยั้งเชื้อแบคทีเรียในกลุ่มของสารอนุพันธ์ stilbene เพื่อพัฒนาเป็นองค์ประกอบที่ออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อโรคต่อไป
- เพื่อหาโครงสร้างผลึกของสารอนุพันธ์ stilbene ที่ตกผลึกได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว

### การตรวจเอกสาร

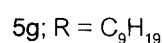
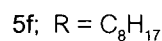
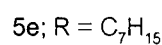
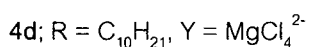
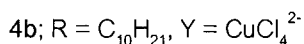
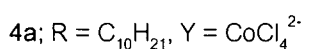
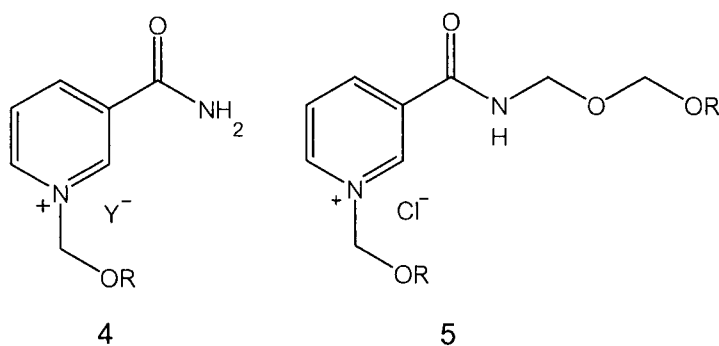
Quaternary ammonium compounds หรือ Quats ตัวอย่างเช่น benzalkonium chloride เป็นกลุ่มที่ประกอบไปด้วยสารอนุพันธ์จำนวนมาก มักมีสมบัติเป็น disinfectant ที่มีฤทธิ์ต่ำ สารกลุ่มนี้ออกฤทธิ์ต่อจุลินทรีย์จำพวกแบคทีเรียหลายกลุ่มยกเว้นกลุ่ม *Pseudomonas* Quats บางชนิดใช้เป็นยาฆ่าแมลง บางชนิดฆ่าสาหร่ายได้จึงใช้เป็นสารเติมในระบบบำบัดน้ำของโรงงานอุตสาหกรรมขนาดใหญ่เพื่อลดการเจริญเติบโตของจุลินทรีย์ในน้ำ Quats ยังสามารถทำลายเชื้อไวรัสบางประเภทได้อีกด้วย

Collier และคณะ (1953) ได้ทำการสังเคราะห์และศึกษาฤทธิ์ทางชีวภาพของสารกลุ่ม Bisisoquinolinium salts ดังรูปที่ 1 พบว่าการเพิ่มหมู่ methoxy ทำให้ค่า MIC คีขึ้นสำหรับการยับยั้งแบคทีเรียบางสายพันธุ์ แต่ให้ผลในทางกลับกันในการยับยั้งแบคทีเรียอีกบางสายพันธุ์



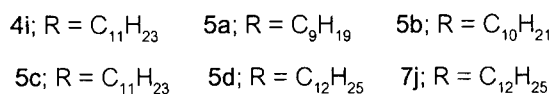
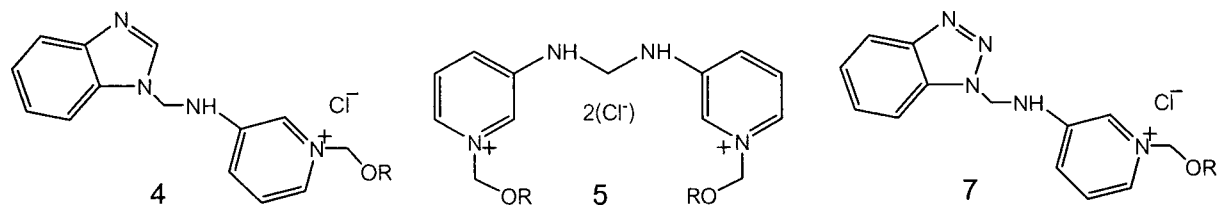
รูปที่ 1 สารกลุ่ม Bisisoquinolinium salts ในงานวิจัยของ Collier และคณะ

Pernak และคณะ (2001) ได้ทำการสังเคราะห์และศึกษาฤทธิ์ทางชีวภาพของสารกลุ่ม Pyridinium salts ที่มีหมู่ alkoxyethyl ดังรูปที่ 2 พบว่าค่า MIC ของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดมีค่าแตกต่างกัน อิทธิพลที่คาดว่ามีส่วนต่อ MIC คือชนิดของ anion ในโมเลกุล



รูปที่ 2 สารกลุ่ม Pyridinium salts ในงานวิจัยของ Pernak และคณะ

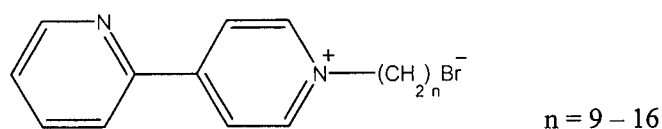
Pernak และคณะ (2001) ได้ทำการสังเคราะห์และศึกษาฤทธิ์ทางชีวภาพของสารกลุ่ม Pyridinium และ Benzimidazolium chlorides ดังรูปที่ 3



รูปที่ 3 สารกลุ่ม Pyridinium และ Benzimidazolium chlorides ในงานวิจัยของ Pernak และคณะ

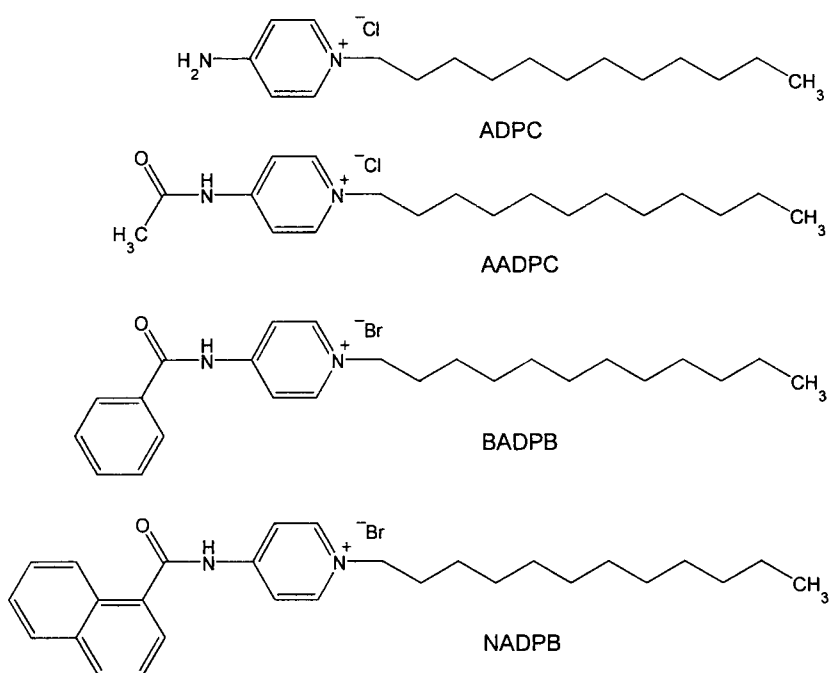
พบว่าฤทธิ์ทางชีวภาพเปลี่ยนไปตามความยาวของหมู่ alkyl ของ alkoxyethyl substituent (OR) และชนิดของหมู่ quaternary ammonium ในแต่ละโมเลกุลด้วย

Denny และคณะ (2005) ทำการสังเคราะห์และศึกษาฤทธิ์ทางชีวภาพของสารกลุ่ม 1-alkyl-2-(4-pyridyl)pyridinium bromides โดยเพิ่มความยาวของหมู่ alkyl ตั้งแต่ C9 – C16 ดังรูปที่ 4



รูปที่ 4 สารกลุ่ม 1-alkyl-2-(4-pyridyl)pyridinium bromides จากงานวิจัยของ Denny และคณะ

Zhao และ Sun (2007) ทำการสังเคราะห์และศึกษาฤทธิ์ทางชีวภาพของสารกลุ่ม quaternary pyridinium salts โดยทำการเปลี่ยนหมู่แทนที่ตำแหน่ง 4-amino ให้มีความเป็น hydrophobicity ที่แตกต่างกันไป ดังรูปที่ 5



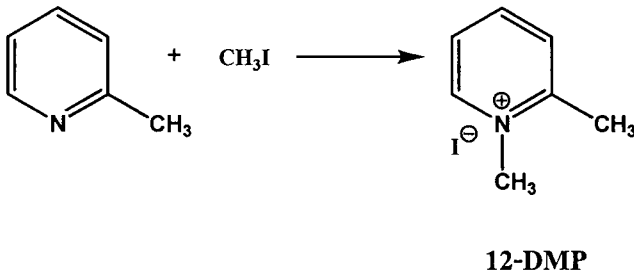
รูปที่ 5 สารกลุ่ม Quaternary pyridinium salts จากงานวิจัยของ Zhao และ Sun

### ขั้นตอนการวิจัย

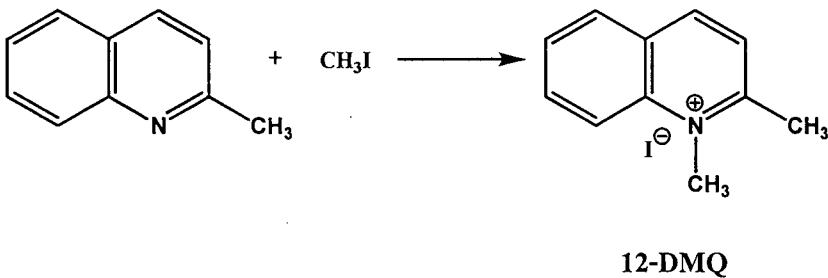
1. สังเคราะห์สารประกอบ 1,2-Dimethylpyridinium iodide และ 1,2-Dimethylquinolinium iodide  
 ดัชนีการสังเคราะห์ Schemes 3 และ 4
2. สังเคราะห์สารประกอบ aryl-ethenylpyridinium iodide และ aryl-ethenylquinolinium iodide  
 ดัชนีการสังเคราะห์ Schemes 5 และ 6 พร้อมหาโครงสร้างสารด้วยเทคนิค  
 ทางสเปกโทรสโกปี (UV-Vis, FT-IR และ NMR)
3. สังเคราะห์ silver benzenesulfonate salts ดัชนีการสังเคราะห์ Schemes 7 และ 8  
 พร้อมหาโครงสร้างสารด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปี (UV-Vis, FT-IR และ NMR)
4. สังเคราะห์สารประกอบอนุพันธ์ stilbene (STBP-1 – STBP-7 และ STBQ-1 – STBQ-7)  
 ดัชนีการสังเคราะห์ Schemes 9 และ 10 พร้อมหาโครงสร้างสารด้วยเทคนิค  
 ทางสเปกโทรสโกปี (UV-Vis, FT-IR และ NMR) โดยในการสังเคราะห์แต่ละขั้นตอนทำการ  
 สังเคราะห์โดยใช้สารเคมีที่เกี่ยวข้อง และ ทำตามวิธีในเอกสารอ้างอิง (Chanawanno และคณะ  
 2010) ซึ่งต้องทำการปรับเปลี่ยน ตัวทำละลายและอุณหภูมิ หรือเงื่อนไขของปฏิกิริยาแล้วแต่กรณี
5. ทำการตกผลึกสารอนุพันธ์ stilbene ที่สังเคราะห์ได้จากข้อ 4 เพื่อให้ได้ผลึกที่ดีโดยใช้  
 ตัวทำละลายที่เหมาะสมซึ่งต้องทำการปรับเปลี่ยนระบบของตัวทำละลาย จนกระทั่งได้ผลึกที่

มีลักษณะใสและขนาดอย่างน้อย 0.2 x 0.2 x 0.2 มม. เพื่อทำการหาโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนผลึกเดี่ยว

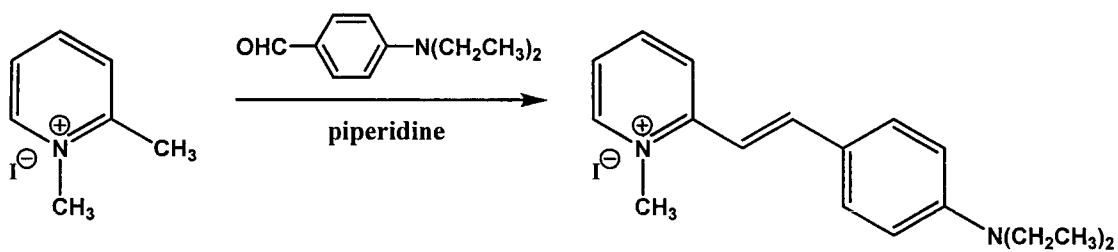
6. ทำการทดสอบฤทธิ์ยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของสารสังเคราะห์ห่อนุพันธ์ stilbene โดยอาศัยวิธีการที่ดัดแปลงมาจากวิธี Colorimetric microdilution broth assay ซึ่งสามารถทำให้ตรวจสอบคุณสมบัติในการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อแบคทีเรียที่ใช้ทดสอบได้อย่างรวดเร็ว และใช้สารตัวอย่างที่ต้องการทดสอบในปริมาณที่น้อยมากเมื่อเทียบกับการทดสอบคุณสมบัติการยับยั้งการเจริญของจุลินทรีย์โดยใช้วิธี Disk diffusion assay และยังสามารถทดสอบสารตัวอย่างได้หลาย ๆ ตัวอย่างพร้อม ๆ กัน โดยทำการทดสอบฤทธิ์ของสารในการยับยั้งการเจริญของเชื้อแบคทีเรียที่เป็นสาเหตุของโรคหรือเกี่ยวข้องการกับการเกิดโรคทั้งแบคทีเรียชนิดแกรมบวกและแกรมลบ ได้แก่ *S. aureus* *B. subtilis* *E. faecalis* Methicillin-Resistant *S. aureus* และ Vancomycin-Resistant *E. faecalis* ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมบวก และ *P. aeruginosa* *S. typhi* และ *S. sonnei* ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมลบ และสารมาตรฐานที่ใช้ในการเปรียบเทียบ คือ Benzalkonium chloride (BZK)



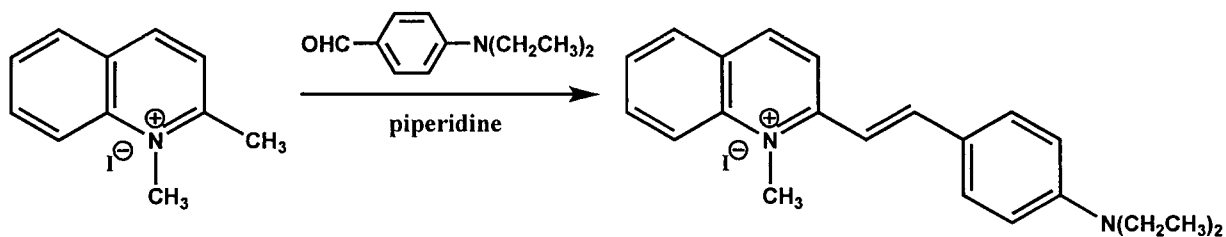
**Scheme 3** การสังเคราะห์ 1,2-Dimethylpyridinium iodide (12-DMP)



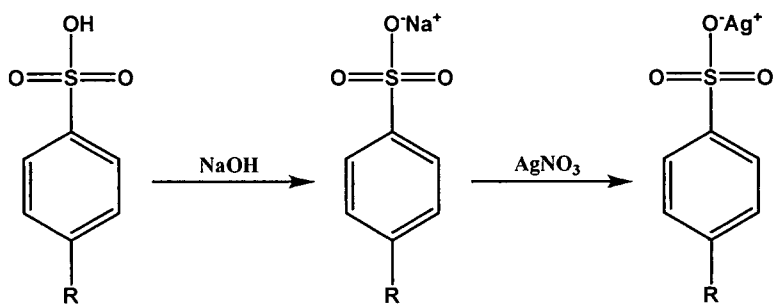
**Scheme 4** การสังเคราะห์ 1,2-Dimethylquinolinium iodide (12-DMQ)



**Scheme 5** การสังเคราะห์ที่ aryl-ethylpyridinium iodide (CAT-12DMP)

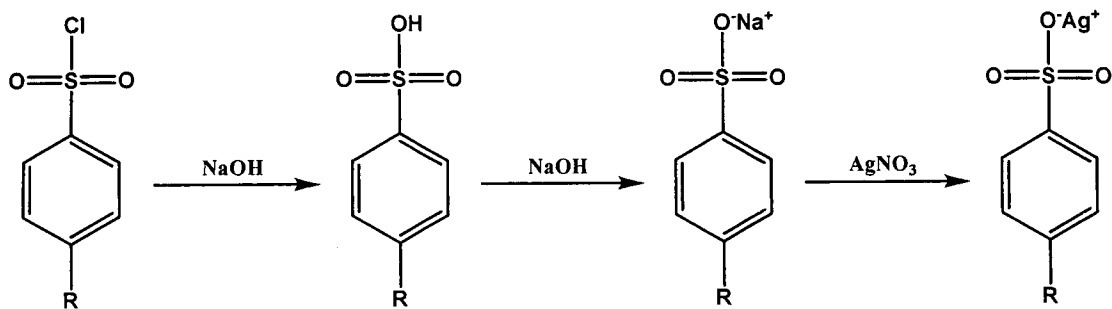


**Scheme 6** การสังเคราะห์ที่ aryl-quinolinium iodide (CAT-12DMQ)



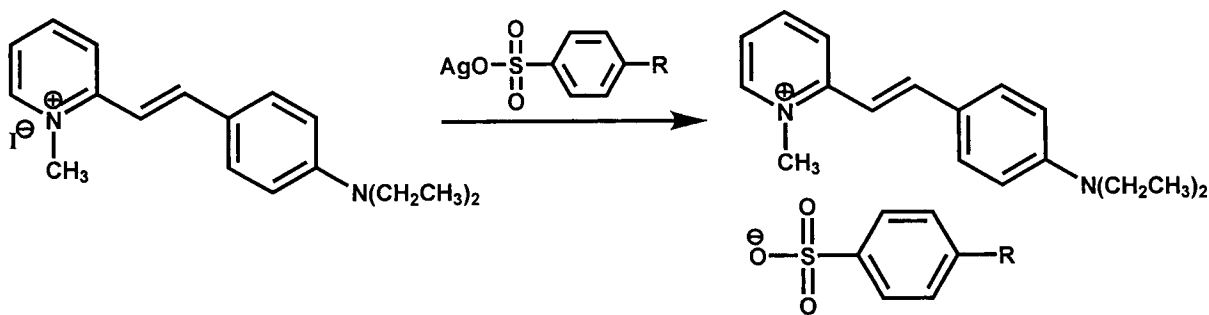
เมื่อ  $R = H$  (AN-H),  $CH_3$  (AN-CH<sub>3</sub>),  $OH$  (AN-OH) และ  $NH_2$  (AN-NH<sub>2</sub>)

**Scheme 7** การสังเคราะห์ที่ Silver benzenesulfonate salts (AN-X)



R = Cl (AN-Cl), F (AN-F) และ OCH<sub>3</sub> (AN-OCH<sub>3</sub>)

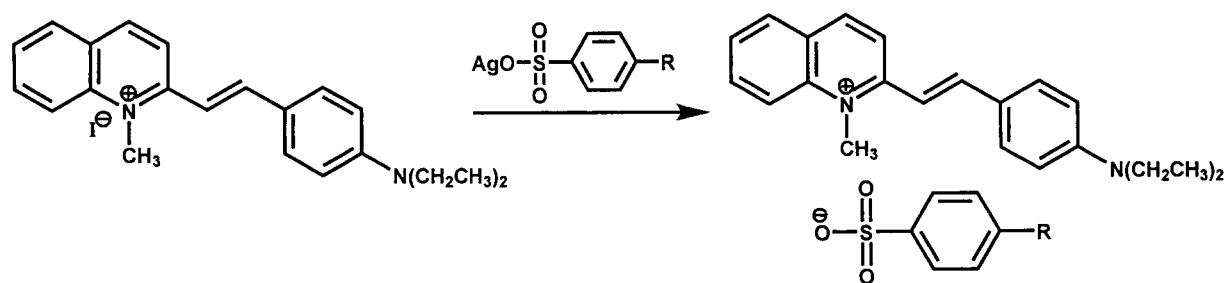
**Scheme 8** การสังเคราะห์ Silver benzenesulfonate salts (AN-X)



เมื่อ R = H (STBP-1)                      NH<sub>2</sub> (STBP-5)  
 CH<sub>3</sub> (STBP-2)                              F (STBP-6)  
 OH (STBP-3)                                และ Cl (STBP-7)  
 OCH<sub>3</sub> (STBP-4)

**Scheme 9** การสังเคราะห์สารอนุพันธ์ stilbene (STBP-1-STBP-7)



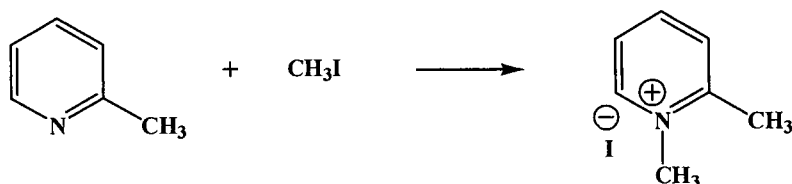


เมื่อ R = H (STBQ-1) NH<sub>2</sub> (STBQ-5)  
 CH<sub>3</sub> (STBQ-2) F (STBQ-6)  
 OH (STBQ-3) และ Cl (STBQ-7)  
 OCH<sub>3</sub> (STBQ-4)

Scheme 10 การสังเคราะห์สารอนุพันธ์ stilbene (STBQ-1-STBQ-7)

#### ผลการทดลอง

#### การสังเคราะห์ 1,2-Dimethylpyridinium iodide (12-DMP)

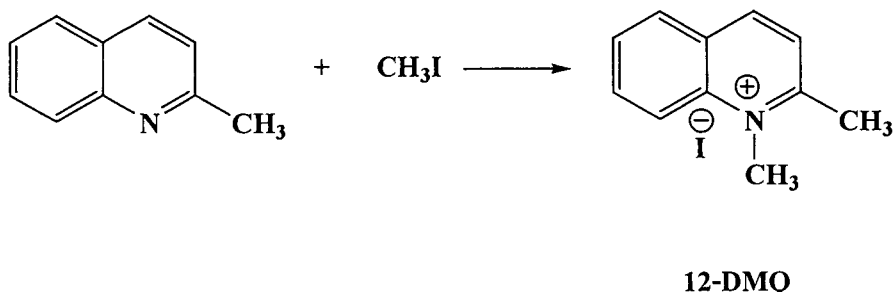


12-DMP

ละลาย 2-picoline (1) 10 มิลลิลิตร (0.10 โมล) ในเมทานอลเย็น 10 มิลลิลิตร พร้อมคนสารละลายที่อุณหภูมิห้อง 5 °C ค่อยๆเติม methyl iodide (CH<sub>3</sub>I) 6.3 มิลลิลิตร (0.10 โมล) ลงในสารละลายอย่างช้าๆ คนของผสมที่อุณหภูมิ 5 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นรีฟล็กภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง มีของแข็งสีขาวเกิดขึ้น นำขวดไว้ในตู้เย็นเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเวลา 1 วัน สารในขวดปฏิกิริยาเกิดเป็นของแข็งหมด กรองตะกอนแบบลดความดันไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งสีขาวของ 1,2-dimethylpyridinium iodide (12-DMP) (21.23 กรัม 89 % mp. 227-228 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว (21.23 g, 89%) จุดหลอมเหลว 227-228 °C, UV-Vis (CH<sub>3</sub>OH) λ<sub>max</sub> (nm): 219.3, 265.7, IR (KBr) ν (cm<sup>-1</sup>): 1,600-1,500 (C=C Aromatic stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>+d<sub>5</sub>-DMSO) (δ ppm) (300 MHz): 9.09 (1H, d, J=7.8Hz), 8.48 (1H, d, J=7.8Hz), 8.06 (1H, d, J=7.8Hz), 7.94 (1H, t, J=7.8Hz), 4.35 (3H, s), 2.90 (3H, s)

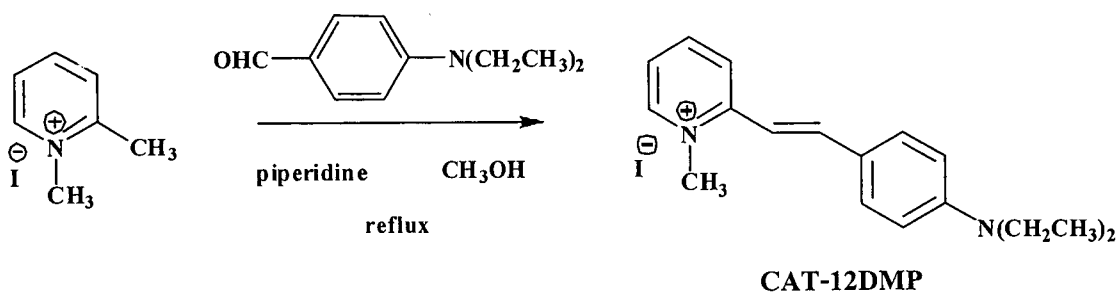
### การสังเคราะห์ 1,2-Dimethylquinolinium iodide (12-DMQ)



ละลาย 2-methylquinoline (1) 1 มิลลิลิตร (0.0074 โมล) ค่อยๆเติม methyl iodide ( $\text{CH}_3\text{I}$ ) 0.46 มิลลิลิตร (0.07 โมล ในเมทานอลเย็น 10 มิลลิลิตร คนสารละลายที่อุณหภูมิ  $5^\circ\text{C}$ ) ลงในสารละลายอย่างช้าๆ คนของผสมที่อุณหภูมิ  $5^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นรีฟลักซ์ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิ  $60^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำขวดไว้ในตู้เย็นเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเวลา 1 วัน สารในขวดปฏิกิริยาเกิดเป็นของแข็งหมด กรองตะกอนแบบลดความดัน นำไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งสีเหลือง ของ 1,2-dimethylquinolinium iodide (12-DMQ) (14.00 กรัม 66% mp.  $182-184^\circ\text{C}$ )

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลือง (14.00 g, 66%) จุดหลอมเหลว  $182-184^\circ\text{C}$ , UV-Vis ( $\text{CH}_3\text{OH}$ )  $\lambda_{\text{max}}$  (nm): 234.5, 316.7, IR (KBr)  $\nu$  ( $\text{cm}^{-1}$ ): 1,600-1,500 (C=C Aromatic stretching),  $^1\text{H}$  NMR ( $\text{CDCl}_3 + d_6\text{-DMSO}$ ) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 9.07 (1H, *d*,  $J=8.7$  Hz), 8.55 (1H, *d*,  $J=8.1$  Hz), 8.39 (1H, *dd*,  $J=8.1$  Hz), 8.23 (1H, *dt*,  $J=8.1$  Hz), 8.09 (1H, *d*,  $J=8.7$  Hz), 7.98 (1H, *t*,  $J=8.1$  Hz), 4.57 (3H, *s*), 3.20 (3H, *s*)

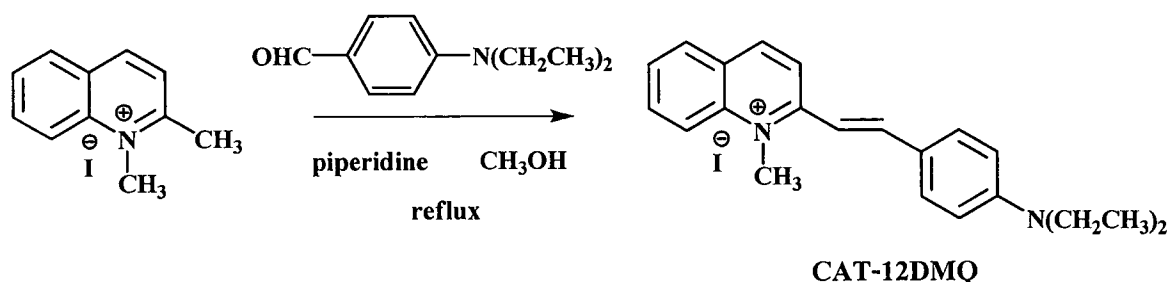
### การสังเคราะห์ (*E*)-2-(4-(diethylamino)styryl)-1-methylpyridinium iodide (CAT-12DMP)



ละลาย **12DMP** 0.5 กรัม (2.13 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมดเติมสารละลายของ 4-diethylaminobenzaldehyde 0.38 มิลลิลิตร (2.13 มิลลิโมล) และ piperidine 0.21 มิลลิลิตร (2.13 มิลลิโมล) ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกันได้ สารละลายสีเหลือง ทำการรีฟลักซ์สารผสมภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 55-60 °C หลังจากรีฟลักซ์ไปได้ 1 ชั่วโมง สารละลายเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลแดง รีฟลักซ์ต่อเป็นเวลา 6 ชั่วโมงเกิดตะกอนสีส้มแดง นำขวดปฏิกิริยาไปทำต่อให้เย็นในตู้เย็นเป็นเวลา 1 วัน กรองตะกอนแบบลดความดัน ล้างตะกอนด้วยคลอโรฟอร์ม นำตะกอนไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ผลิตภัณฑ์เป็นของสีส้มเข้ม (0.50 กรัม 60 % mp.254-256 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีส้มเข้ม (0.50 g, 60 %) จุดหลอมเหลว 254-256 °C, UV-Vis (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm): 219.6, 273.9, 465.9, IR (KBr)  $\nu$  (cm<sup>-1</sup>): 3,018 (sp<sup>2</sup> CH Aromatic stretching), 1,616 (*trans* RCH=CHR stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>+d<sub>6</sub>-DMSO) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.73(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 8.44(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.32(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.91 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 7.68 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.67(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.50 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 6.76 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 4.28 (3H, *s*), 3.44 (2H, *q*, *J*=15.0Hz), 1.13 (3H, *t*, *J*=15.0Hz)

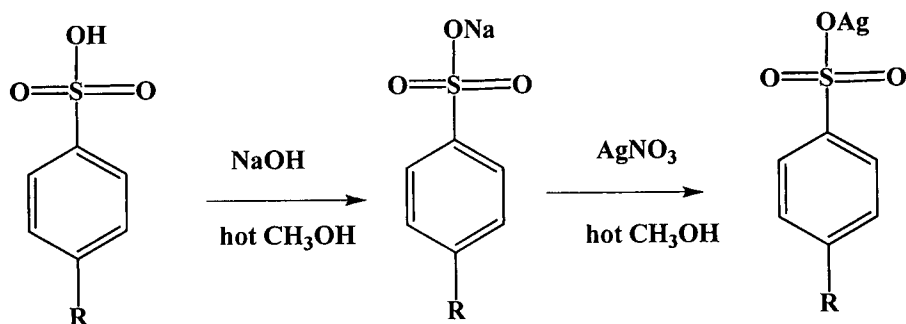
#### การสังเคราะห์ (*E*)-2-(4-(diethylamino)styryl)-1-methylquinolinium iodide (CAT-12DMQ)



ละลาย **12DMQ** 0.5 กรัม (3.16 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 5 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมดกลายเป็นสีน้ำตาลแดง เติมสารละลายของ 4-diethylaminobenzaldehyde (1) 0.34 กรัม (3.16 มิลลิโมล) และ piperidine (2) 0.31 มิลลิลิตร (3.16 มิลลิโมล) ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ได้สารละลายสีแดงเข้ม ทำการรีฟลักซ์สารผสมภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 55-60 °C ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 6 ชั่วโมง สารละลายมีสีม่วงเข้มและมีตะกอนสีม่วงเข้มเกิดขึ้น นำขวดปฏิกิริยาไปทำให้แห้งไว้ให้เย็นในตู้เย็นเป็นเวลา 1 วัน กรองตะกอนแบบลดความดันและล้างตะกอนด้วยเอทานอล นำตะกอนไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งสีเขียวเข้ม (NT1) (0.89 กรัม 87 % m.p. 225-227 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาลแดง (0.89 g, 87 %) จุดหลอมเหลว 225-227 °C, UV-Vis (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm): 225.6, 275.9, 541.4, IR (KBr)  $\nu$  (cm<sup>-1</sup>): 3405 cm<sup>-1</sup> (C-H aromatic stretching), 1560 cm<sup>-1</sup> (C=C aromatic stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>+d<sub>6</sub>-DMSO) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.77 (1H, *d*, *J* = 9.3 Hz), 8.49 (1H, *d*, *J* = 9.3 Hz), 8.41 (1H, *d*, *J* = 7.5 Hz), 8.29 (1H, *d*, *J* = 7.5 Hz), 8.24 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 8.07 (1H, *t*, *J* = 7.5 Hz), 7.84 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.82 (1H, *t*, *J* = 7.5 Hz), 7.50 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 6.81 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 4.42 (3H, *s*), 3.47 (2H, *q*, *J*=6.9 Hz), 1.16 (3H, *t*, *J*=15.0Hz)

การสังเคราะห์ Silver (I) benzenesulfonate salts (AN-R)



AN-R

เมื่อ R = H (AN-H), CH<sub>3</sub> (AN-CH<sub>3</sub>), OH (AN-OH) and NH<sub>2</sub> (AN-NH<sub>2</sub>)

นำสารละลาย 4-substituted benzenesulfonic acid (15.00 มิลลิโมล) ละลายในเมทานอล ผสมกับ NaOH (15.00 มิลลิโมล) ได้ของเหลวใสไม่มีสี จากนั้นเติมสารละลาย AgNO<sub>3</sub> (15.00 มิลลิโมล) ในเมทานอลลงไปมีตะกอนสีดำเกิดขึ้น ทำการกรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรองได้สารละลายใสไม่มีสี วางสารละลายไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 วัน มีผลึกสีขาวของ AN-R เกิดขึ้น กรองผลึกแบบลดความดัน และนำผลึกไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ผลึกสีขาวของ Silver (I) benzenesulfonate salts (AN-R)

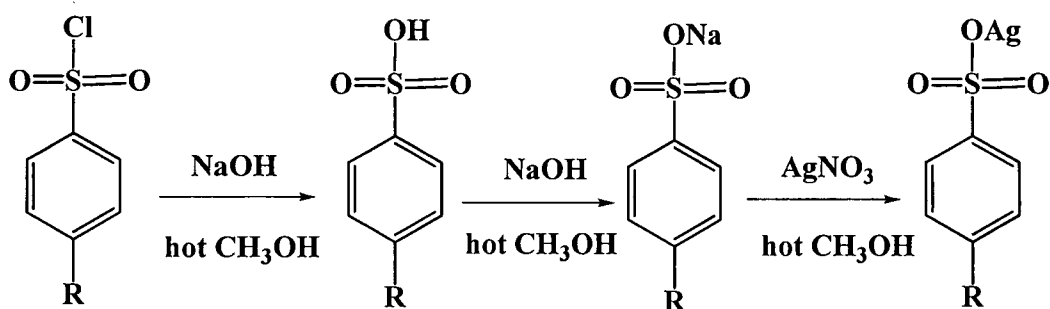
Silver (I) benzenesulfonate (AN-H); ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว (2.18 g, 65.1 %) จุดหลอมเหลว 280-281 °C (decomp.) <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-d<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 7.60 (2H, *d*, *J* = 8.3 Hz), 6.73 (2H, *d*, *J* = 8.3 Hz), 7.89 (1H, *s*)

Silver (I) 4-methylbenzenesulfonate (AN-CH<sub>3</sub>); ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว (3.07 g, 70 %) จุดหลอมเหลว 264-266 °C (decomp.) <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 7.74 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 7.17 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 2.38 (3H, *s*)

Silver (I) 4-hydroxybenzenesulfonate (AN-OH); ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว (2.07 g, 38.3 %) จุดหลอมเหลว 275-276 °C (decomp.) <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 7.86 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 7.38 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 7.71 (1H, *s*)

Silver (I) 4-aminobenzenesulfonate (AN-NH<sub>2</sub>); ผลิตภัณฑ์เป็นผลึกสีน้ำตาลอ่อน (2.73 g, 84%) จุดหลอมเหลว 279-280 °C (decomp.), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 7.26 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 6.45 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 5.19 (2H, *s*)

#### การสังเคราะห์ Silver (I) benzenesulfonate salts (AN-R)



AN-R

เมื่อ R = F (AN-F), Cl (AN-Cl), and OCH<sub>3</sub> (AN-OCH<sub>3</sub>)

นำสารละลาย 4-substituted benzenesulfonyl chloride (15.00 มิลลิโมล) ละลายในเมทานอล ผสมกับ NaOH (15.00 มิลลิโมล) มีตะกอนสีขาวเกิดขึ้น เติมน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง ตะกอนจะละลายหมด จากนั้นนำไปสกัดด้วย CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> 3 ครั้ง ครั้งละ 15 มิลลิลิตร นำส่วนที่สกัดด้วย CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> ไปเติม Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhydrous เพื่อดูดน้ำออกและกรอง Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhydrous ออกโดยใช้กรวยกรอง นำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ตะกอนสีขาว ละลายตะกอนด้วยเมทานอลร้อน 25 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลาย NaOH (15.00 มิลลิโมล) และสารละลาย AgNO<sub>3</sub> (15.00 มิลลิโมล) ในเมทานอลลงไปตามลำดับมีตะกอนสีดำเกิดขึ้น ทำการกรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรองได้สารละลายใสไม่มีสี

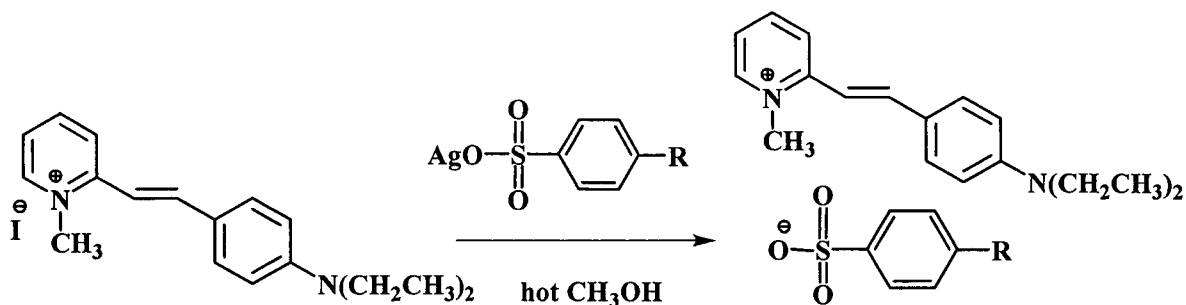
วางสารละลายไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 วันมีผลึกสีขาวของ AN-R เกิดขึ้น กรองผลึกแบบลดความดัน และนำผลึกไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ผลึกสีขาวของ Silver (I) benzenesulfonate salts (AN-R)

Silver (I) 4-fluorobenzenesulfonate (AN-F); ผลิตกัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว (1.71 g, 53%) จุดหลอมเหลว  $>300$  °C (decomp.),  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-}d_6$ ) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 7.85 (2H, *d*,  $J = 8.4$  Hz), 7.05 (2H, *d*,  $J = 8.4$  Hz)

Silver (I) 4-chlorobenzenesulfonate (AN-Cl); ผลิตกัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว (4.56 g, 68%) จุดหลอมเหลว 227-229 °C (decomp.),  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-}d_6$ ) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 7.76 (2H, *d*,  $J = 7.8$ ), 7.50 (2H, *d*,  $J = 7.8$  Hz)

Silver (I) 4-methoxybenzenesulfonate (AN-OCH<sub>3</sub>); ผลิตกัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว (4.53 g, 63%) จุดหลอมเหลว 240-242 °C (decomp.),  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-}d_6$ ) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 7.78 (2H, *d*,  $J = 8.7$ ), 6.86 (2H, *d*,  $J = 8.7$  Hz), 3.82 (3H, *s*)

การสังเคราะห์ (*E*)-2-(4-(diethylamino)styryl)-1-methylpyridinium benzenesulfonates (STBP-1-STBP-7)



เมื่อ R = H (STBP-1)

CH<sub>3</sub> (STBP-2)

OH (STBP-3)

OCH<sub>3</sub> (STBP-4)

NH<sub>2</sub> (STBP-5)

F (STBP-6)

และ Cl (STBP-7)

นำสารละลาย CAT-12DMP 0.14 กรัม (0.36 มิลลิโมล) ผสมกับสารละลายของ AN-R ที่เกี่ยวข้อง (0.36 มิลลิโมล) ในตัวทำละลายเมทานอล คนของผสมเป็นเวลา 30 นาที มีตะกอนสีเทาของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอน AgI ออกโดยใช้กรวยกรอง และนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออก จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็ง

(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylpyridinium benzenesulfonates (STBP-1); ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีส้ม (0.16 g, 98%) จุดหลอมเหลว 193-195 °C, UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm): 207.6, 271.9, 475.1, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3535 (C-H aromatic stretching), 1590 (C=C aromatic stretching), 1191 (S=O stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.72(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 8.42(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.31(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.90 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 7.60(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.60 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.59 (2H, *d*, *J* = 6.6 Hz), 7.34 (2H, *d*, *J* = 6.6 Hz), 7.30 (1H, *t*, *J* = 4.8 Hz), 7.18 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 6.76 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 4.42 (3H, *s*), 3.44 (2H, *q*, *J*=15.0Hz), 1.13 (3H, *t*, *J*=15.0Hz)

(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylpyridinium 4-methylbenzenesulfonates (STBP-2); ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีส้มเข้ม (0.15 g, 93%) จุดหลอมเหลว 103-105 °C, UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm): 218.9, 270.5, 473.1, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3509 (C-H aromatic stretching), 1588 (C=C aromatic stretching), 1194 (S=O stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.74(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.44(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.32(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.90 (1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 7.68(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.68 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.59 (2H, *d*, *J* = 6.6 Hz), 7.34 (2H, *d*, *J* = 6.6 Hz), 7.21 (1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 6.78 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 4.42 (3H, *s*), 4.31 (1H, *s*), 3.44 (2H, *q*, *J*=15.0Hz), 1.13 (3H, *t*, *J*=15.0Hz)

(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylpyridinium 4-hydroxybenzenesulfonates (STBP-3); ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลือง (0.14 g, 89 %) จุดหลอมเหลว 234-236 °C, UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm): 224.9, 277.7, 475.1, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3531 (C-H aromatic stretching), 1592 (C=C aromatic stretching), 1176 (S=O stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 9.51 (1H, *s*), 8.72(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 8.43(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.32(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.90 (1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 7.68(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.68 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.40 (2H, *d*, *J* = 6.6 Hz), 7.18 (1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 6.76 (2H, *d*, *J* = 6.6 Hz), 6.66 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 4.42 (3H, *s*), 3.44 (2H, *q*, *J*=15.0Hz), 1.13 (3H, *t*, *J*=15.0Hz)

(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylpyridinium 4-methoxybenzenesulfonates (STBP-4);  
 ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีส้มดำ (0.12 g, 77%) จุดหลอมเหลว 148-150 °C, UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm):  
 208.3, 229.5, 272.5, 475.8, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3507 (C-H aromatic stretching), 1588 (C=C aromatic  
 stretching), 1192 (S=O stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.72(1H, *t*, *J*  
 = 9.0 Hz), 8.42(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.31(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.90 (1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 7.67(1H, *d*, *J* =  
 9.0 Hz), 7.67 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.52 (2H, *d*, *J* = 9.0Hz), 7.18 (1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 6.84 (2H, *d*, *J* =  
 9.0 Hz), 6.76 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 4.42 (3H, *s*), 3.75 (1H, *s*), 3.44 (2H, *q*, *J*=15.0Hz), 1.13 (3H, *t*,  
*J*=15.0Hz)

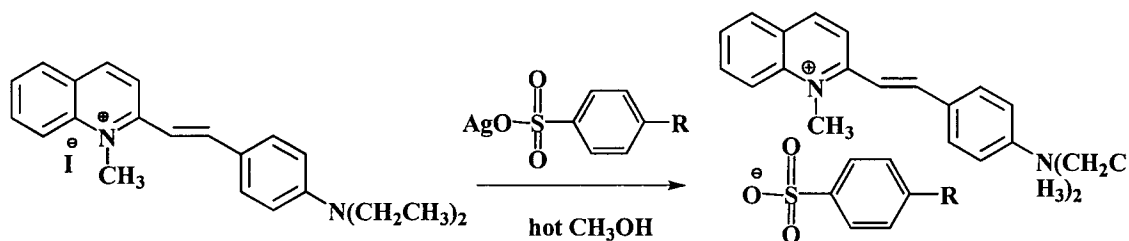
(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylpyridinium 4-aminobenzenesulfonates (STBP-5);  
 ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีส้มเข้ม (0.15 g, 95%) จุดหลอมเหลว 183-185 °C, UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm):  
 207.6, 256.6, 474.4, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3775 (N-H stretching), 3544 (C-H aromatic stretching), 1588  
 (C=C aromatic stretching), 1194 (S=O stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300  
 MHz): 8.73(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 8.42(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.33(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.92 (1H, *d*, *J* = 15.0  
 Hz), 7.68(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.68 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.59 (2H, *d*, *J* = 6.6 Hz), 7.34 (2H, *d*, *J* = 6.6  
 Hz), 7.20 (1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 6.78 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 5.17 (1H, *s*), 4.42 (3H, *s*), 3.44 (2H, *q*,  
*J*=15.0Hz), 1.13 (3H, *t*, *J*=15.0Hz)

(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylpyridinium 4-fluorobenzenesulfonates (STBP6);  
 ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีส้มเข้ม (0.14 g, 97%) จุดหลอมเหลว 241-243 °C, UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm):  
 218.9, 274.5, 465.8, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3446 (C-H aromatic stretching), 1592 (C=C aromatic  
 stretching), 1192 (S=O stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.72(1H, *t*, *J*  
 = 9.0 Hz), 8.43(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.33(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.90 (1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 7.68(1H, *d*, *J* =  
 9.0 Hz), 7.68 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.62 (2H, *d*, *J* = 6.6 Hz), 7.18(1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 7.11 (2H, *d*, *J* =  
 6.6 Hz), 6.76 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 4.42 (3H, *s*), 3.44 (2H, *q*, *J*=15.0Hz), 1.13 (3H, *t*, *J*=15.0Hz)

(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylpyridinium 4-chlorobenzenesulfonates (STBP-7);  
 ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีส้ม (0.11 g, 70%) จุดหลอมเหลว 173-175 °C, UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm): 206.3,  
 222.2, 271.2, 475.1, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3544 (C-H aromatic stretching), 1588 (C=C aromatic  
 stretching), 1194 (S=O stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.72(1H, *t*, *J*  
 = 9.0 Hz), 8.43(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.31(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.89 (1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 7.68(1H, *d*, *J* =  
 9.0 Hz), 7.68 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.60 (2H, *d*, *J* = 9.0Hz), 7.50 (1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 7.38 (2H, *d*, *J* =  
 9.0 Hz), 6.76 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 4.42 (3H, *s*), 3.44 (2H, *q*, *J*=15.0Hz), 1.13 (3H, *t*, *J*=15.0Hz)



การสังเคราะห์ (*E*)-2-(4-(diethylamino)styryl)-1-methylquinolinium benzenesulfonates (STBQ-1-STBQ-7)



เมื่อ R = H (STBQ-1)

CH<sub>3</sub> (STBQ-2)

OH (STBQ-3)

OCH<sub>3</sub> (STBQ-4)

NH<sub>2</sub> (STBQ-5)

F (STBQ-6)

และ Cl (STBQ-7)

นำสารละลาย CAT-12DMQ 0.16 กรัม (0.36 มิลลิโมล) ผสมกับสารละลายของ AN-R ที่เกี่ยวข้อง (0.36 มิลลิโมล) ในตัวทำละลายเมทานอล คนของผสมเป็นเวลา 30 นาที มีตะกอนสีเทาของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอน AgI ออกโดยใช้กรวยกรอง และนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออก จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็ง

(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylquinolinium benzenesulfonates (STBQ-1); ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเขียวเข้ม (0.16 g, 88%) จุดหลอมเหลว 183-185 °C, UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm): 212.3, 272.6, 238.3, 537.1, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3399 (C-H aromatic stretching), 1569 (C=C aromatic stretching), 1188 (S=O stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.77(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.49(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.40(1H, *d*, *J* = 6.9 Hz), 8.25(1H, *d*, *J* = 6.9 Hz), 8.23 (1H, *d*, *J* =

15.7 Hz), 8.07(1H, *t*, *J* = 6.9 Hz), 7.83 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.82(1H, *t*, *J* = 6.9 Hz), 7.82 (1H, *d*, *J* = 15.7 Hz), 7.61 (2H, *d*, *J* = 5.1 Hz), 7.33 (2H, *d*, *J* = 5.1 Hz), 6.82 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 4.42 (3H, *s*), 3.47 (2H, *q*, *J* = 6.9 Hz), 3.11 (1H, *s*), 1.16 (3H, *t*, *J* = 6.9 Hz)

(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylquinolinium 4-methylbenzenesulfonates (STBQ-2);  
 ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเขียวเข้ม (0.16 g, 94 %) จุดหลอมเหลว 205-207 °C, UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm): 219.6, 273.8, 329.5, 536.7, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3450 (C-H aromatic stretching), 1569 (C=C aromatic stretching), 1191 (S=O stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.77(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.49(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.40(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.25(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.24 (1H, *d*, *J* = 15.9 Hz), 8.07(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.83 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.82(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.50 (1H, *d*, *J* = 15.9 Hz), 7.47 (2H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 7.11 (2H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 6.81 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 4.42 (3H, *s*), 4.31 (3H, *s*), 3.47 (2H, *q*, *J* = 6.9 Hz), 1.16 (3H, *t*, *J* = 6.9 Hz)

(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylquinolinium 4-hydroxybenzenesulfonates (STBQ-3);  
 ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเขียวดำ (0.17 g, 96%) จุดหลอมเหลว (Decomp.) 231-233 °C, UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm): 230.1, 272.5, 335.4, 537.3, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3530 (C-H aromatic stretching), 1578 (C=C aromatic stretching), 1188 (S=O stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 9.49 (1H, *s*), 8.78(1H, *d*, *J* = 9.3 Hz), 8.70(1H, *t*, *J* = 8.7 Hz), 8.49(1H, *d*, *J* = 9.3 Hz), 8.41(1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 8.26(1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 8.24 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 7.84 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.82(1H, *t*, *J* = 8.7 Hz), 7.51 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 7.40 (2H, *d*, *J* = 9.3 Hz), 6.82 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 6.67 (2H, *d*, *J* = 9.3 Hz), 4.42 (3H, *s*), 3.47 (2H, *q*, *J* = 6.9 Hz), 1.16 (3H, *t*, *J* = 6.9 Hz)

(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylquinolinium 4-methoxybenzenesulfonates (STBQ-4);  
 ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเขียวเข้ม (0.15 g, 88%) จุดหลอมเหลว 169-171 °C, UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm): 231.5, 272.6, 329.6, 535.8, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3449 (C-H aromatic stretching), 1579 (C=C aromatic stretching), 1188 (S=O stretching), <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub> + DMSO-*d*<sub>6</sub>) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.77 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.49 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.41(1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 8.40(1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 8.22 (1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 8.07(1H, *t*, *J* = 8.7 Hz), 7.84 (2H, *d*, *J* = 6.9 Hz), 7.82(1H, *t*, *J* = 8.7 Hz), 7.53 (1H, *d*, *J* = 15.0 Hz), 7.50 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 6.85 (2H, *d*, *J* = 6.9 Hz), 6.83 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 4.42 (3H, *s*), 3.75 (3H, *s*), 3.47 (2H, *q*, *J* = 6.9 Hz), 1.16 (3H, *t*, *J* = 6.9 Hz)

(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylquinolinium 4-aminobenzenesulfonates (STBQ-5);  
 ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเขียวดำ (0.17 g, 96%) จุดหลอมเหลว 208-210 °C, UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\max}$  (nm):

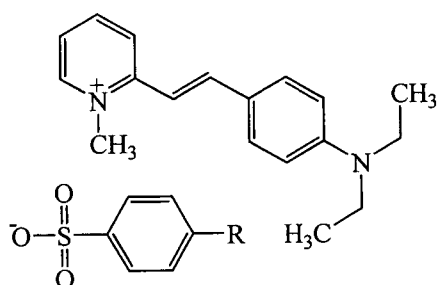
223.5, 262.0, 338.9, 537.8, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3770 (N-H stretching), 3406 (C-H aromatic stretching), 1560 (C=C aromatic stretching), 1152 (S=O stretching),  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-}d_6$ ) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.74(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.73(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.46(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.22(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.10 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 8.06(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.83 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.80(1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.50 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 7.28 (2H, *d*, *J* = 8.4 Hz), 6.81 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 6.46 (2H, *d*, *J* = 8.4 Hz), 5.18 (3H, *s*), 4.42 (3H, *s*), 3.47 (2H, *q*, *J* = 6.9 Hz), 1.16 (3H, *t*, *J* = 6.9 Hz)

(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylquinolinium 4-fluorobenzenesulfonates (STBQ-6);  
 ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเขียว (0.15 g, 85%) จุดหลอมเหลว (Decomp.) 230-232 °C, UV ( $\text{CH}_3\text{OH}$ )  $\lambda_{\text{max}}$  (nm): 218.2, 275.2, 332.3, 537.1, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3423 (C-H aromatic stretching), 1560 (C=C aromatic stretching), 1186 (S=O stretching),  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-}d_6$ ) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.78(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.49(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.41(1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 8.26(1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 8.24 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.07(1H, *t*, *J* = 8.7 Hz), 7.84 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.82(1H, *t*, *J* = 8.7 Hz), 7.63 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.51 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.14 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 6.81 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 4.42 (3H, *s*), 3.47 (2H, *q*, *J* = 6.9 Hz), 1.16 (3H, *t*, *J* = 6.9 Hz)

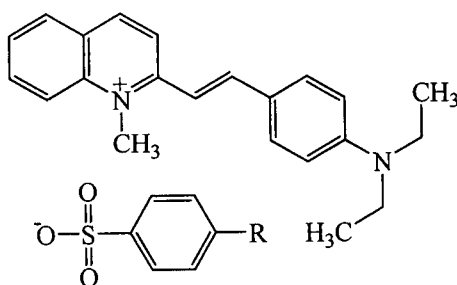
(*E*)-2-(4-(Diethylamino)styryl)-1-methylquinolinium 4-chlorobenzenesulfonates (STBQ-7);  
 ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเขียว (0.17 g, 97%) จุดหลอมเหลว 198-200 °C, UV ( $\text{CH}_3\text{OH}$ )  $\lambda_{\text{max}}$  (nm): 224.2, 272.5, 329.5, 536.7, IR (KBr)  $\nu(\text{cm}^{-1})$ : 3450 (C-H aromatic stretching), 1567 (C=C aromatic stretching), 1191 (S=O stretching),  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-}d_6$ ) ( $\delta$  ppm) (300 MHz): 8.77(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.49(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.41(1H, *d*, *J* = 6.6 Hz), 8.26(1H, *d*, *J* = 6.6 Hz), 8.23 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 8.07(1H, *t*, *J* = 6.6 Hz), 7.84 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.82(1H, *t*, *J* = 6.6 Hz), 7.51 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 7.50 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 6.85 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 6.82 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 4.42 (3H, *s*), 3.47 (2H, *q*, *J* = 6.9 Hz), 1.16 (3H, *t*, *J* = 6.9 Hz)

## การศึกษาฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรีย

จากการทำการศึกษสมบัติการออกฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียของสารอนุพันธ์ stilbene ทั้ง 14 สาร คือ STBP-1-STBP-7 และ STBQ-1-STBQ-7 ได้ผลดังตารางที่ 1 และ 2 จากการทดสอบพบสารออกฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียของสารทั้งในกลุ่มของ STBP และ STBQ 8 สาร คือ STBP-1, STBP-2, STBP-4, STBP-7, STBQ-1, STBQ-2, STBQ-3 และ STBQ-7 โดยสาร STBP-1 ออกฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียในระดับปานกลางโดยสามารถต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *S. aureus*, *P. aeruginosa*, *S. typhi* และ *S. sonnei* สาร STBP-2 ออกฤทธิ์ในระดับปานกลางในการต้านเชื้อแบคทีเรียเฉพาะเชื้อ *P. aeruginosa* ในขณะที่สาร STBP-4 และ STBP-7 ออกฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียในระดับปานกลางและมีความจำเพาะเจาะจงต่อเชื้อแบคทีเรียคือยาสชนิด MRSA และ VRE สำหรับสาร STBQ-1 ออกฤทธิ์ในระดับดีในการต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *B. subtilis* และ *P. aeruginosa* ในขณะที่มีฤทธิ์ยับยั้งปานกลางต่อเชื้อ *E. faecalis* สาร STBQ-2 และ STBQ-3 ออกฤทธิ์ในระดับปานกลางในการต้านเชื้อแบคทีเรีย *E. faecalis* และออกฤทธิ์ในระดับดีในการต้านเชื้อ *B. subtilis* และออกฤทธิ์ดีมากในการต้านเชื้อ *P. aeruginosa* ในขณะที่สาร STBQ-7 ออกฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียในระดับปานกลางต่อเชื้อ *E. faecalis* และออกฤทธิ์ในระดับดีในการต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *B. subtilis* และ *P. aeruginosa*



compounds	(R)
STBP-1	H
STBP-2	CH <sub>3</sub>
STBP-3	OH
STBP-4	OCH <sub>3</sub>
STBP-5	NH <sub>2</sub>
STBP-6	F
STBP-7	Cl



compounds	(R)
STBQ-1	H
STBQ-2	CH <sub>3</sub>
STBQ-3	OH
STBQ-4	OCH <sub>3</sub>
STBQ-5	NH <sub>2</sub>
STBQ-6	F
STBQ-7	Cl

ตารางที่ 1 ฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียของสาร 12DMP และ STBP-1 - STBP-7

Compounds	MIC ( $\mu\text{g/ml}$ )							
	Gram-positive bacteria					Gram-negative bacteria		
	MRSA*	<i>S. aureus</i>	<i>B. subtilis</i>	VRE**	<i>E. faecalis</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>S. typhi</i>	<i>S. sonnei</i>
12DMP	37.5	75	75	37.5	75	300	75	75
STBP-1	75	37.5	75	75	75	37.5	37.5	37.5
STBP-2	75	75	150	75	75	37.5	75	75
STBP-3	150	150	150	150	150	300	150	150
STBP-4	37.5	75	75	37.5	150	75	75	75
STBP-5	75	150	150	75	300	75	150	150
STBP-6	75	75	75	75	150	300	75	75
STBP-7	37.5	75	75	37.5	150	75	75	75
BZK***	9.37	<2.34	150	9.37	9.37	300	9.37	2.34

\* Methicillin-Resistant *S. aureus* ATCC 43300

\*\* Vancomycin-Resistant *E. faecalis* ATCC 51299

ตารางที่ 2 ฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียของสาร 12DMQ และ STBQ-1 - STBQ-7

Compounds	MIC ( $\mu\text{g/ml}$ )							
	Gram-positive bacteria					Gram-negative bacteria		
	MRSA*	<i>S. aureus</i>	<i>B. subtilis</i>	VRE**	<i>E. faecalis</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>S. typhi</i>	<i>S. sonnei</i>
12DMQ	18.75	150	4.68	18.75	37.5	75	150	150
STBQ-1	75	-	9.37	75	37.5	9.37	-	-
STBQ-2	75	300	9.37	75	18.75	4.68	300	300
STBQ-3	75	300	9.37	75	18.75	4.68	300	300
STBQ-4	300	-	75	300	150	150	-	-
STBQ-5	-	-	300	-	-	-	-	-
STBQ-6	-	-	300	-	-	-	-	-
STBQ-7	150	300	9.37	150	37.5	9.37	300	300
BZK***	9.37	<2.34	150	9.37	9.37	300	9.37	2.34

## Bacteria strains

### Gram-positive bacteria

- *Bacillus subtilis*
- *Enterococcus faecalis*
- *Staphylococcus aureus*
- Methicillin-Resistant *Staphylococcus aureus*
- Vancomycin-Resistant *Enterococcus faecalis*

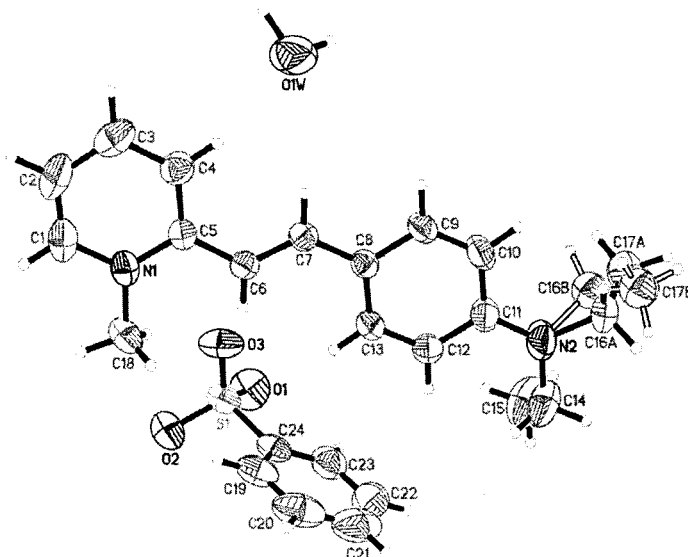
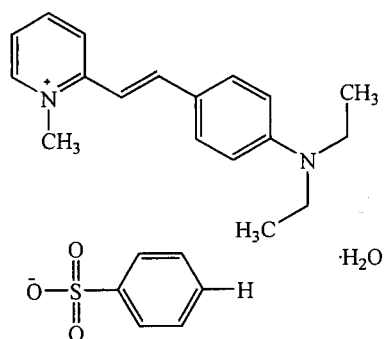
### Gram-negative bacteria

- *Pseudomonas aeruginosa*
- *Salmonella typhi*
- *Shigella sonnei*

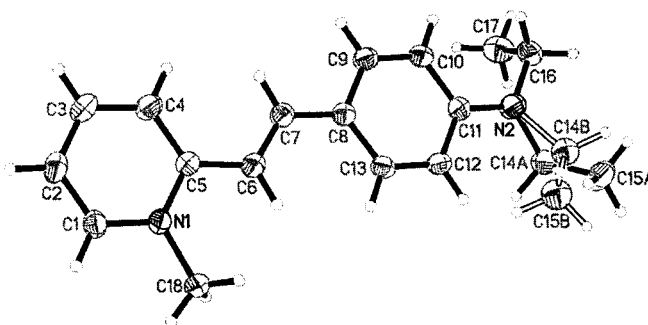
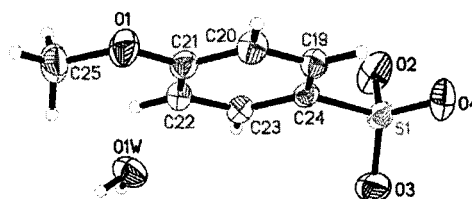
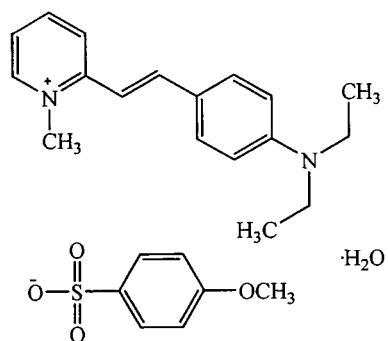
จากผลการศึกษาฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียต่อเชื้อแบคทีเรียแกรมบวก 5 ชนิด คือ *S. aureus*, *B. subtilis*, *E. faecalis*, Methicillin-Resistant *S. aureus* (MRSA) และ Vancomycin-Resistant *E. faecalis* (VRE) เชื้อแบคทีเรียแกรมลบ 3 ชนิด คือ *P. aeruginosa*, *S. typhi* และ *S. sonnei* พบว่า สารในกลุ่ม STBP ออกฤทธิ์ต้านแบคทีเรียได้ในระดับปานกลางถึงต่ำ โดยมีสารที่ออกฤทธิ์น่าสนใจในระดับปานกลางต่อเชื้อ MRSA และ VRE คือ สาร STBP-4 และ STBP-7 ส่วนสารที่ออกฤทธิ์ได้ดีในการต้านเชื้อแบคทีเรียแกรมลบทั้งสามชนิด ได้แก่ เชื้อ *P. aeruginosa*, *S. typhi* และ *S. sonnei* คือ สาร STBP-1 ส่วนสาร STBP-2 ยับยั้งได้เฉพาะเชื้อ *P. aeruginosa* อย่างไรก็ตามก็ทำให้เห็นว่าสารที่มีหมู่ฟังก์ชันเป็น H และ CH<sub>3</sub> สามารถต้านเชื้อแบคทีเรียแกรมลบได้ดี ในขณะที่เมื่อสารมีหมู่ฟังก์ชันเป็น OCH<sub>3</sub> และ Cl สามารถต้านเชื้อแบคทีเรียแกรมบวกได้ดี ส่วนในกลุ่ม STBQ โดยส่วนใหญ่ออกฤทธิ์ต้านแบคทีเรียได้ดีมากกว่าสารในกลุ่ม STBP โดยเฉพาะในการต้านเชื้อ *B. subtilis* และ *P. aeruginosa* โดยสาร STBQ-1, STBQ-2, STBQ-3 และ STBQ-7 มีค่า MIC = 4.68-9.37 µg/ml และออกฤทธิ์ในระดับปานกลางต่อเชื้อ *E. faecalis* โดยมีค่า MIC = 18.75-37.5 µg/ml ดังนั้นสารที่มีส่วนของ quinolinium (STBQ) สามารถออกฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียได้ดีกว่าสารในกลุ่ม STBP ที่มีส่วนของ pyridinium ในโครงสร้าง และในทำนองเดียวกันสารที่มีหมู่ฟังก์ชันเป็น H, CH<sub>3</sub>, OH และ Cl ในโครงสร้างจะสามารถออกฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียได้ จากผลการทดสอบดังกล่าวทำให้ได้ว่าสารกลุ่ม quinolinium และหมู่ฟังก์ชันเป็น H, CH<sub>3</sub>, OH, OCH<sub>3</sub> และ Cl เป็นส่วนที่เหมาะสมในการออกแบบสารต้านเชื้อแบคทีเรีย

## โครงสร้างผลึก

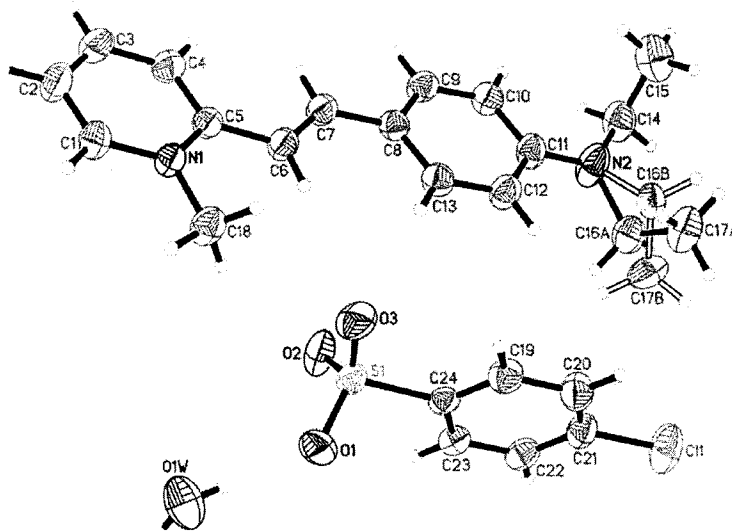
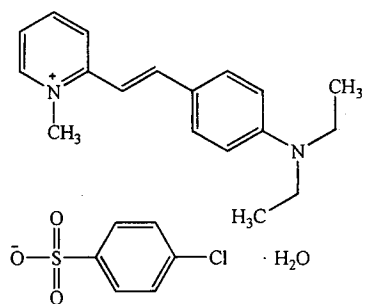
นำสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด (STBP-1 - STBP-7 และ STBQ-1 - STBQ-7) ไปทำการตกผลึกในตัวทำละลายต่าง ๆ เพื่อให้ได้ผลึกเดี่ยวที่มีคุณภาพดี และขนาดพอเหมาะเพื่อหาโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์บนผลึกเดี่ยว สามารถตกผลึกสารได้ 5 สาร คือ STBP-1, STBP-4, STBP-7, STBQ-6 และ STBQ-7 จากการตกผลึกและหาโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์บนผลึกเดี่ยวของสารทั้งห้าได้โครงสร้างผลึกแสดงดังต่อไปนี้



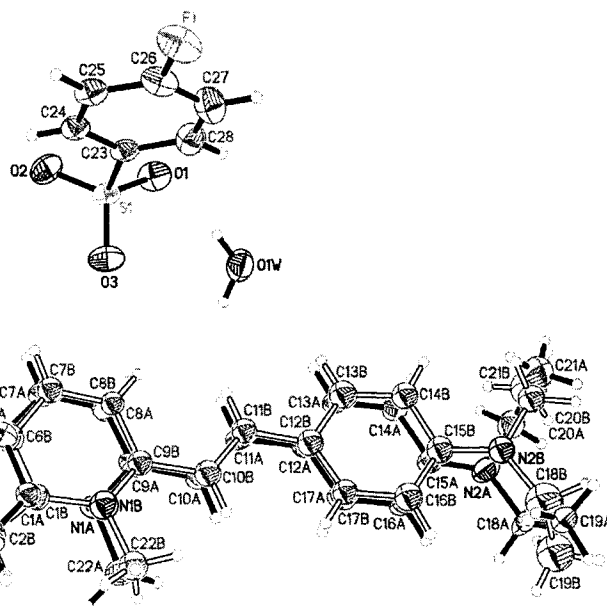
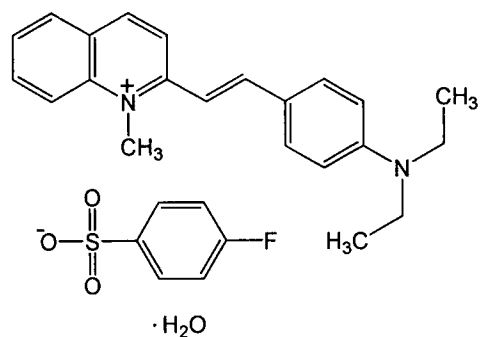
โครงสร้าง X-ray ของสาร STBP-1



โครงสร้าง X-ray ของสาร STBP-4 (Reprint 1)

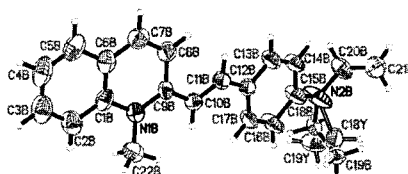
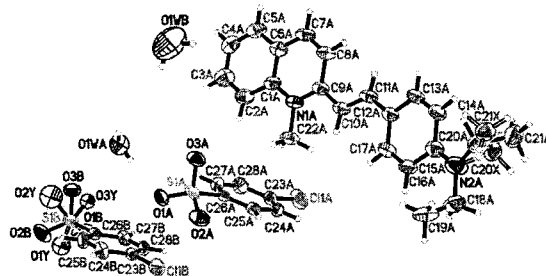
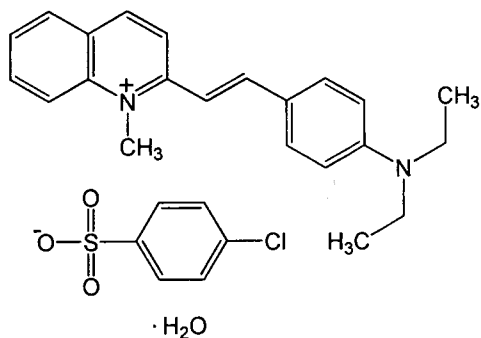


โครงสร้าง X-ray ของสาร STBP-7



โครงสร้าง X-ray ของสาร STBQ-6 (Reprint 2)





โครงสร้าง X-ray ของสาร STBQ-7 (Reprint 3)

## สรุปผลการทดลอง

จากการดำเนินการวิจัยของโครงการวิจัยได้ผลดังนี้

-สามารถสังเคราะห์และหาโครงสร้างสารด้วยเทคนิคทางสเปกโตรสโกปีของสารอนุพันธ์ stilbenes ที่มีองค์ประกอบเป็น pyridinium และ quinolinium ได้จำนวน 14 สาร คือ สารประกอบ (E)-2-(4-(diethylamino)styryl)-1-methylpyridinium 4-substituted-benzenesulfonate เมื่อมีหมู่แทนที่คือ H(STBP-1),  $\text{CH}_3$ (STBP-2), OH(STBP-3),  $\text{OCH}_3$ (STBP-4),  $\text{NH}_2$ (STBP-5), F(STBP-6) และ Cl(STBP-7) สารประกอบ (E)-2-(4-(diethylamino)styryl)-1-methylpyridinium 4-substituted-benzenesulfonate เมื่อมีหมู่แทนที่คือ H(STBQ-1),  $\text{CH}_3$ (STBQ-2), OH(STBQ-3),  $\text{OCH}_3$ (STBQ-4),  $\text{NH}_2$ (STBQ-5), F(STBQ-6) และ Cl(STBQ-7)

- สามารถตกผลึกและหาโครงสร้างทางรังสีเอกซ์ของสารได้ 5 สาร คือ STBP-1, STBP-4, STBP-7, STBQ-6 และ STBQ-7

- ได้สารที่แสดงฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรีย จำนวน 8 สาร คือ series STBP จำนวน 4 สาร คือ STBP-1, STBP-2, STBP-4 และ STBP-7 และ series STBQ จำนวน 4 สาร คือ STBQ-1, STBQ-2, STBQ-3 และ STBQ-7 โดยสาร STBP-1, STBP-2, STBP-4 และ STBP-7 ออกฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรีย

ในระดับต่ำ ในขณะที่สาร STBQ-1, STBQ-2, STBQ-3 และ STBQ-7 ออกฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียในระดับปานกลางถึงระดับดี

- มีผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ (SCOPUS) จำนวน 3 เรื่อง ดังนี้

Suchada Chantrapomma, Narissara Kaewmanee, Nawong Boonnak, Teerasak Anantapong and Hoong-Kun Fun

(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium 4-methoxybenzenesulfonate monohydrate  
Acta Cryst. (2012). E68, o2728–o2729. (*Reprint 1*)

Hoong-Kun Fun, Narissara Kaewmanee, Kullapa Chanawanno, Nawong Boonnak and Suchada Chantrapomma

(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium 4-fluorobenzenesulfonate monohydrate  
Acta Cryst. (2013). E69, o1510–o1511. (*Reprint 2*)

Suchada Chantrapomma, Narissara Kaewmanee, Nawong Boonnak, Ching Kheng Quah and Hoong-Kun Fun

(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolin-1-ium 4-chlorobenzenesulfonate monohydrate  
Acta Cryst. (2014). E70, o395–o396. (*Reprint 3*)

## เอกสารอ้างอิง

Block, S. S. 1991. Disinfection, Sterilization and Preservation. 4th edition. Philadelphia: Lea & Febiger.

Chanawanno, K., Chantrapromma, S., Anantapong, T., Kanjana-Opas, A. and Fun, H.-K. 2010. Synthesis, structure and in vitro antibacterial activities of new hybrid disinfectants quaternary ammonium compounds: Pyridinium and quinolinium stilbene benzenesulfonates. *Eur. J. Med. Chem.* **45**: 4199-4208.

Chelossi, E., Mancini, I., Sepčić, K., Turk, T. and Faimali, M. 2006. Comparative antibacterial activity of polymeric 3-alkylpyridinium salts isolated from the Mediterranean sponge *Reniera sarai* and their synthetic analogues. *Biomol. Eng.* **23**: 317-323.

Clarissa, K. L. Ng., Singhal, V., Widmer, F., Wright, L. C., Tania, C. S. and Jolliffe, K. A. 2007. Synthesis, antifungal and haemolytic activity of a series of bis(pyridinium)alkanes. *Bioorg. Med. Chem.* **15**: 3422-3429.

Collier, H. O. J., Potter, M. D. and Taylor, E. P. 1953. Antibacterial activities of some bisoquinolinium salts. *Brit. J. Pharmacol.* **8**: 34-37.

Collier, H. O. J., Potter, M. D. and Taylor, E. P. 1955. Antifungal activities of bisoquinolinium and bisquinolinium salts. *Brit. J. Pharmacol.* **10**: 343-348.

De Souza, A. O., Galetti, F. C. S., Silva, C. L., Bicalho, B., Parma, M. M., Fonseca, S. F., Marsaioli, A. J., Trindade, A. C. L. B., Freitas Gil, R. P., Bezerra, F. S., Andrade-Neto, M. and de Oliveira, M. C. F. 2007. Antimycobacterial and cytotoxicity activity of synthetic and natural compounds. *Quim. Nova.* **7**: 1563-1566.

Denny, B. J., Novotny, L., West, P.W.J., Blesova, M. and Zamocka, J. 2005. Antimicrobial Activity of a Series of 1-Alkyl-2-(4-Pyridyl)Pyridinium Bromides against Gram-Positive and Gram-Negative Bacteria. *Med. Princ. Pract.* **14**: 377-381.

Patrick, G. L. 1995. An introduction to medicinal chemistry. New York : Oxford university press, Inc.

Pernak, J., Rogoza, J. and Mirska, I. 2001. Synthesis and antimicrobial activities of new pyridinium and benzimidazolium chlorides. *Eur. J. Med. Chem.* **36**: 313-320.

Pernak, J., Kalewska, J., Ksycifiska, H. and Cybulski, J. 2001. Synthesis and antimicrobial activities of some pyridinium salts with alkoxyethyl hydrophobic group. *Eur. J. Med. Chem.* **36**: 899-907.

Sun, J. Y., Li, J., Qiu, X. L. and Qing, F. L. 2005. Synthesis and structure-activity relationship (SAR) of novel perfluoroalkyl-containing quaternary ammonium salts. *J. Fluorine Chem.* **126**: 1425-1431.

Zhao, T. and Sun, G. 2007. Hydrophobicity and antimicrobial activities of quaternary pyridinium salts. *J. Appl. Microbiol.* **104**: 824-830.

ภาคผนวก



Acta Crystallographica Section E

Structure Reports

Online

ISSN 1600-5368

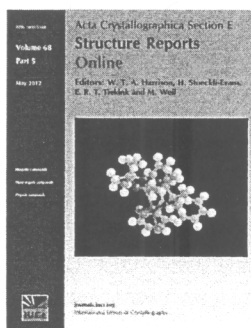
Editors: W. T. A. Harrison, H. Stoeckli-Evans,  
E. R. T. Tiekink and M. Weil

## (*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium 4-methoxybenzenesulfonate monohydrate

Suchada Chantrapromma, Narissara Kaewmanee, Nawong Boonnak,  
Teerasak Anantapong and Hoong-Kun Fun

*Acta Cryst.* (2012). E68, o2728–o2729

This open-access article is distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Licence <http://creativecommons.org/licenses/by/2.0/uk/legalcode>, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original authors and source are cited.



*Acta Crystallographica Section E: Structure Reports Online* is the IUCr's highly popular open-access structural journal. It provides a simple and easily accessible publication mechanism for the growing number of inorganic, metal-organic and organic crystal structure determinations. The electronic submission, validation, refereeing and publication facilities of the journal ensure very rapid and high-quality publication, whilst key indicators and validation reports provide measures of structural reliability. The journal publishes over 4000 structures per year. The average publication time is less than one month.

Crystallography Journals Online is available from [journals.iucr.org](http://journals.iucr.org)

(E)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium 4-methoxybenzenesulfonate monohydrate

Suchada Chantrapromma,<sup>a,\*</sup> Narissara Kaewmanee,<sup>a</sup> Nawong Boonnak,<sup>a</sup> Teerasak Anantapong<sup>b</sup> and Hoong-Kun Fun<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Crystal Materials Research Unit, Department of Chemistry, Faculty of Science, Prince of Songkla University, Hat-Yai, Songkhla 90112, Thailand, <sup>b</sup>Department of Biotechnology, Faculty of Agro-Industry, Prince of Songkla University, Hat-Yai, Songkhla 90112, Thailand, and <sup>c</sup>X-ray Crystallography Unit, School of Physics, Universiti Sains Malaysia, 11800 USM, Penang, Malaysia

Correspondence e-mail: suchada.c@psu.ac.th

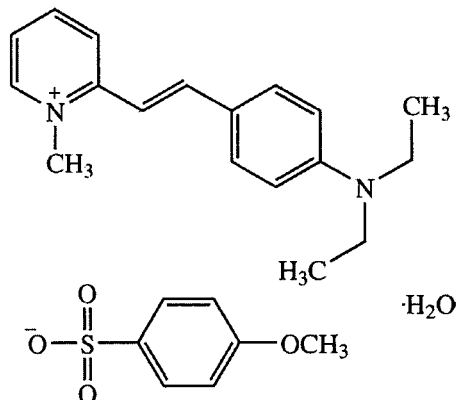
Received 30 July 2012; accepted 9 August 2012

Key indicators: single-crystal X-ray study; T = 298 K; mean  $\sigma(C-C)$  = 0.002 Å; disorder in main residue; R factor = 0.049; wR factor = 0.145; data-to-parameter ratio = 22.4.

In the cation of the title compound,  $C_{18}H_{23}N_2^+ \cdot C_7H_7O_4S^- \cdot H_2O$ , one ethyl group of the diethylamino unit is disordered over two sets of sites in a 0.665 (6):0.335 (6) ratio. The styrylpyridinium unit is nearly planar, with a dihedral angle between the pyridinium and benzene rings of 4.27 (8)°. In the crystal, the anion ring is almost perpendicular to the aromatic rings of the cation; the sulfonate-substituted benzene ring forms dihedral angles of 89.60 (8) and 89.37 (8)°, respectively, with the pyridinium and benzene rings of the cation. In the crystal, the three components are linked into a three-dimensional network by O—H...O and C—H...O hydrogen bonds.  $\pi$ – $\pi$  interactions with centroid–centroid distances of 3.6999 (9) and 3.7106 (9) Å are also present.

Related literature

For bond-length data, see: Allen *et al.* (1987). For background to and applications of quaternary ammonium compounds, see: Chanawanno *et al.* (2010); Domagk (1935). For related structures, see: Fun *et al.* (2011a,b); Kaewmanee *et al.* (2010).



Experimental

Crystal data

$C_{18}H_{23}N_2^+ \cdot C_7H_7O_4S^- \cdot H_2O$   
 $M_r = 472.60$   
 Triclinic,  $P\bar{1}$   
 $a = 7.4430$  (2) Å  
 $b = 10.3298$  (2) Å  
 $c = 16.3817$  (4) Å  
 $\alpha = 91.265$  (1)°  
 $\beta = 100.794$  (1)°

$\gamma = 102.281$  (1)°  
 $V = 1206.39$  (5) Å<sup>3</sup>  
 $Z = 2$   
 Mo K $\alpha$  radiation  
 $\mu = 0.17$  mm<sup>-1</sup>  
 $T = 298$  K  
 $0.53 \times 0.19 \times 0.13$  mm

Data collection

Bruker APEXII CCD area-detector diffractometer  
 Absorption correction: multi-scan (SADABS; Bruker, 2009)  
 $T_{min} = 0.914$ ,  $T_{max} = 0.978$

28598 measured reflections  
 6988 independent reflections  
 4465 reflections with  $I > 2\sigma(I)$   
 $R_{int} = 0.029$

Refinement

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.049$   
 $wR(F^2) = 0.145$   
 $S = 1.06$   
 6988 reflections

312 parameters  
 H-atom parameters constrained  
 $\Delta\rho_{max} = 0.29$  e Å<sup>-3</sup>  
 $\Delta\rho_{min} = -0.32$  e Å<sup>-3</sup>

Table 1

Hydrogen-bond geometry (Å, °).

D—H...A	D—H	H...A	D...A	D—H...A
O1W—H1W1...O2 <sup>i</sup>	0.99	2.53	3.371 (2)	143
O1W—H1W1...O3 <sup>i</sup>	0.99	2.15	3.073 (2)	155
O1W—H2W1...O2 <sup>ii</sup>	0.89	1.90	2.791 (2)	176
C1—H1A...O3 <sup>iii</sup>	0.93	2.54	3.419 (2)	158
C2—H2A...O3 <sup>iv</sup>	0.93	2.47	3.349 (2)	158
C4—H4A...O1W <sup>v</sup>	0.93	2.47	3.381 (2)	166
C7—H7A...O1W <sup>v</sup>	0.93	2.58	3.479 (2)	163
C17—H17A...O1 <sup>i</sup>	0.96	2.58	3.435 (3)	149
C18—H18A...O3 <sup>iii</sup>	0.96	2.54	3.466 (2)	162
C18—H18B...O4 <sup>vi</sup>	0.96	2.47	3.221 (2)	135

Symmetry codes: (i)  $-x + 1, -y + 1, -z + 1$ ; (ii)  $x - 1, y, z$ ; (iii)  $-x, -y + 2, -z + 1$ ; (iv)  $x - 2, y, z$ ; (v)  $-x, -y + 1, -z + 1$ ; (vi)  $-x + 1, -y + 2, -z + 1$ .

Data collection: APEX2 (Bruker, 2009); cell refinement: SAINT (Bruker, 2009); data reduction: SAINT; program(s) used to solve structure: SHELXTL (Sheldrick, 2008); program(s) used to refine structure: SHELXTL; molecular graphics: SHELXTL; software used to prepare material for publication: SHELXTL and PLATON (Spek, 2009).

\* Thomson Reuters ResearcherID: A-5085-2009.

† Additional correspondence author, e-mail: hkfun@usm.my. Thomson Reuters ResearcherID: A-3561-2009.

The authors thank Prince of Songkla University for a research grant. NB also thanks Prince of Songkla University for a postdoctoral fellowship. The authors also thank Universiti Sains Malaysia for the Research University Grant No. 1001/PFIZIK/811160.

Supplementary data and figures for this paper are available from the IUCr electronic archives (Reference: IS5179).

## References

- Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G., Brammer, L., Orpen, A. G. & Taylor, R. (1987). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. S1–19.
- Bruker (2009). *APEX2, SAINT and SADABS*, Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA.
- Chanawanno, K., Chantrapromma, S., Anantapong, T., Kanjana-Opas, A. & Fun, H.-K. (2010). *Eur. J. Med. Chem.* **45**, 4199–4208.
- Domagk, G. (1935). *Dtsch. Med. Wochenschr.* **24**, 829–832.
- Fun, H.-K., Kaewmanee, N., Chanawanno, K. & Chantrapromma, S. (2011a). *Acta Cryst. E67*, o593–o594.
- Fun, H.-K., Kaewmanee, N., Chanawanno, K., Karalai, C. & Chantrapromma, S. (2011b). *Acta Cryst. E67*, o2488–o2489.
- Kaewmanee, N., Chanawanno, K., Chantrapromma, S. & Fun, H.-K. (2010). *Acta Cryst. E66*, o2639–o2640.
- Sheldrick, G. M. (2008). *Acta Cryst. A64*, 112–122.
- Spek, A. L. (2009). *Acta Cryst. D65*, 148–155.



## supplementary materials

*Acta Cryst.* (2012). E68, o2728–o2729 [doi:10.1107/S1600536812035258]

## (*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium 4-methoxybenzenesulfonate monohydrate

Suchada Chantrapromma, Narissara Kaewmanee, Nawong Boonnak, Teerasak Anantapong and Hoong-Kun Fun

### Comment

For a long time, quaternary ammonium compounds (QACs) have been used as disinfectants in both medical and domestic purposes due to their low toxicity and wide-ranging antimicrobial properties (Domagk, 1935). We have during the course of our research reported on the synthesis and antibacterial activity of pyridinium derivatives (Chanawanno *et al.*, 2010). The title compound (I) was synthesized and tested for antibacterial activity. Our antibacterial assay showed that (I) exhibits moderate activity against *Pseudomonas aeruginosa* with the MIC value of 37.5 µg/ml. Herein its crystal structure is reported.

The asymmetric unit of the title compound (Fig. 1) consists of a C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>N<sub>2</sub><sup>+</sup> cation, a C<sub>7</sub>H<sub>7</sub>O<sub>4</sub>S<sup>-</sup> anion and one H<sub>2</sub>O molecule. The cation exists in the *E* configuration with respect to the C6=C7 double bond [1.332 (2) Å] and the torsion angle C5–C6–C7–C8 = -177.25 (15)°. The cation is nearly planar with the dihedral angle between the C1–C5/N1 pyridinium and the C8–C13 benzene rings being 4.27 (8)°. One ethyl unit of the diethylamino moiety is disordered over two positions; the major component *A* and the minor component *B* (Fig. 1), with the refined site-occupancy ratio of 0.665 (6)/0.335 (6). The diethylamino moiety with the disordered ethyl unit deviated from the attached benzene ring and the disordered ethyl units point opposite to each other as indicated by the torsion angles C11–N2–C14A–C15A = -103.6 (3)° for the major component *A* and C11–N2–C14B–C15B = 101.7 (5)° for the minor component *B*. The other diethylamino moiety also deviated from its bound benzene ring with the torsion angle C11–N2–C16–C17 = -80.5 (2)° and point toward the same direction as the ethyl unit of the minor component *B*. The cation and anion are inclined to each other as indicated by the dihedral angles between the pyridinium and benzene rings of cation, and the sulfonate substituted benzene ring being 89.60 (8) and 89.37 (8)°, respectively. The bond lengths are in normal ranges (Allen *et al.*, 1987) and comparable with related structures (Fun *et al.*, 2011*a,b*)

In the crystal packing, the cations, anions and water molecules are linked into a network by O—H...O hydrogen bonds and C—H...O weak interactions (Fig. 2 and Table 1).  $\pi$ ... $\pi$  interactions with the centroid–centroid distances of Cg1...Cg1<sup>vii</sup> = 3.7106 (9) Å and Cg1...Cg2<sup>ii</sup> = 3.6999 (9) Å were observed; Cg1 and Cg2 are the centroids of N1/C1–C5 and C8–C13 rings, respectively.

### Experimental

A solution of 2-[(*E*)-4-(diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium iodide (0.13 g, 0.33 mmol) (Kaewmanee *et al.*, 2010) in hot methanol (20 ml) was mixed with a solution of silver(I) 4-methoxybenzenesulfonate (0.10 g, 0.33 mmol) in hot methanol (20 ml). The mixture immediately yielded a grey precipitate of silver iodide. After stirring the mixture for 30 min, the precipitate of silver iodide was removed and the resulting solution was evaporated yielding a deep orange solid.

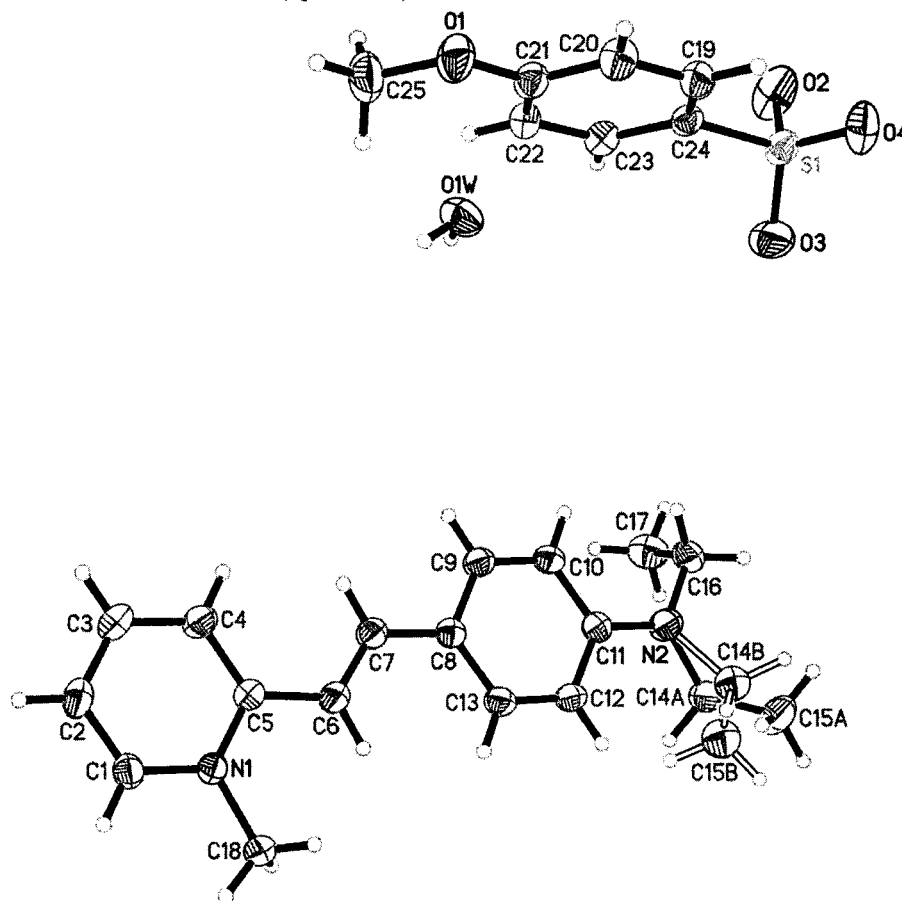
Orange single crystals of the title compound suitable for *X*-ray structure determination were recrystallized from methanol by slow evaporation of the solvent at room temperature after a few weeks (m.p. 421–423 K).

### Refinement

All H atoms were positioned geometrically and allowed to ride on their parent atoms, with O—H = 0.89 and 0.99 Å, C—H = 0.93 Å for aromatic and CH and 0.96 Å for CH<sub>3</sub> atoms. The  $U_{iso}(H)$  values were constrained to be  $1.5U_{eq}$  of the carrier atom for methyl H atoms and  $1.2U_{eq}$  for the remaining H atoms. A rotating group model was used for the methyl groups. One ethyl unit of the diethylamino is disordered over two sites with refined site occupancies of 0.665 (6) and 0.335 (6).

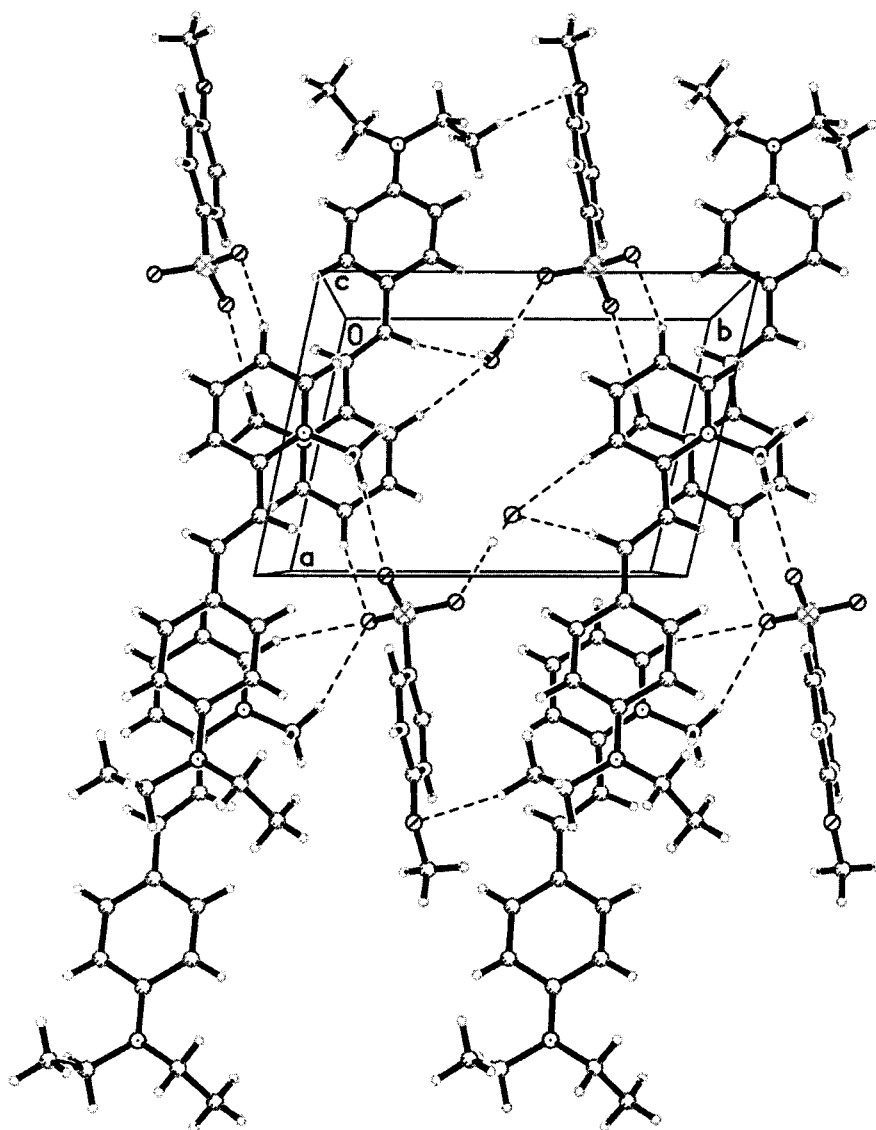
### Computing details

Data collection: *APEX2* (Bruker, 2009); cell refinement: *SAINTE* (Bruker, 2009); data reduction: *SAINTE* (Bruker, 2009); program(s) used to solve structure: *SHELXTL* (Sheldrick, 2008); program(s) used to refine structure: *SHELXTL* (Sheldrick, 2008); molecular graphics: *SHELXTL* (Sheldrick, 2008); software used to prepare material for publication: *SHELXTL* (Sheldrick, 2008) and *PLATON* (Spek, 2009).



**Figure 1**

The asymmetric unit of the title compound, showing 30% probability displacement ellipsoids and the atom-numbering scheme. Open bonds show the minor component.



**Figure 2**

A crystal packing diagram of the major component viewed along the *c* axis. The O—H...O hydrogen bonds and weak C—H...O interactions are drawn as dashed lines.

**(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylpyridinium 4-methoxybenzenesulfonate monohydrate**

*Crystal data*

$C_{18}H_{23}N_2^+ \cdot C_7H_7O_4S^- \cdot H_2O$

$M_r = 472.60$

Triclinic,  $P\bar{1}$

Hall symbol:  $-P\ 1$

$a = 7.4430\ (2)\ \text{\AA}$

$b = 10.3298\ (2)\ \text{\AA}$

$c = 16.3817\ (4)\ \text{\AA}$

$\alpha = 91.265\ (1)^\circ$

$\beta = 100.794\ (1)^\circ$

$\gamma = 102.281\ (1)^\circ$

$V = 1206.39\ (5)\ \text{\AA}^3$

$Z = 2$

$F(000) = 504$

$D_x = 1.301\ \text{Mg m}^{-3}$

Melting point = 421–423 K

Mo  $K\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71073\ \text{\AA}$

Cell parameters from 6988 reflections

$\theta = 2.0\text{--}30.0^\circ$

$\mu = 0.17 \text{ mm}^{-1}$   
 $T = 298 \text{ K}$

Needle, orange  
 $0.53 \times 0.19 \times 0.13 \text{ mm}$

*Data collection*

Bruker APEXII CCD area-detector  
 diffractometer  
 Radiation source: sealed tube  
 Graphite monochromator  
 $\varphi$  and  $\omega$  scans  
 Absorption correction: multi-scan  
 (SADABS; Bruker, 2009)  
 $T_{\min} = 0.914$ ,  $T_{\max} = 0.978$

28598 measured reflections  
 6988 independent reflections  
 4465 reflections with  $I > 2\sigma(I)$   
 $R_{\text{int}} = 0.029$   
 $\theta_{\max} = 30.0^\circ$ ,  $\theta_{\min} = 2.0^\circ$   
 $h = -10 \rightarrow 10$   
 $k = -14 \rightarrow 14$   
 $l = -23 \rightarrow 23$

*Refinement*

Refinement on  $F^2$   
 Least-squares matrix: full  
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.049$   
 $wR(F^2) = 0.145$   
 $S = 1.06$   
 6988 reflections  
 312 parameters  
 0 restraints  
 Primary atom site location: structure-invariant  
 direct methods

Secondary atom site location: difference Fourier  
 map  
 Hydrogen site location: inferred from  
 neighbouring sites  
 H-atom parameters constrained  
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0616P)^2 + 0.1741P]$   
 where  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$   
 $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.001$   
 $\Delta\rho_{\max} = 0.29 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$   
 $\Delta\rho_{\min} = -0.32 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$

*Special details*

**Geometry.** All e.s.d.'s (except the e.s.d. in the dihedral angle between two l.s. planes) are estimated using the full covariance matrix. The cell e.s.d.'s are taken into account individually in the estimation of e.s.d.'s in distances, angles and torsion angles; correlations between e.s.d.'s in cell parameters are only used when they are defined by crystal symmetry. An approximate (isotropic) treatment of cell e.s.d.'s is used for estimating e.s.d.'s involving l.s. planes.

**Refinement.** Refinement of  $F^2$  against ALL reflections. The weighted  $R$ -factor  $wR$  and goodness of fit  $S$  are based on  $F^2$ , conventional  $R$ -factors  $R$  are based on  $F$ , with  $F$  set to zero for negative  $F^2$ . The threshold expression of  $F^2 > \sigma(F^2)$  is used only for calculating  $R$ -factors(gt) etc. and is not relevant to the choice of reflections for refinement.  $R$ -factors based on  $F^2$  are statistically about twice as large as those based on  $F$ , and  $R$ -factors based on ALL data will be even larger.

*Fractional atomic coordinates and isotropic or equivalent isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )*

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$	Occ. (<1)
N1	-0.50562 (17)	1.00872 (12)	0.61471 (8)	0.0443 (3)	
N2	0.6382 (2)	0.95002 (15)	0.87724 (11)	0.0724 (5)	
C1	-0.6858 (2)	0.98155 (17)	0.57237 (10)	0.0522 (4)	
H1A	-0.7540	1.0476	0.5693	0.063*	
C2	-0.7688 (2)	0.85902 (18)	0.53425 (11)	0.0594 (4)	
H2A	-0.8923	0.8413	0.5053	0.071*	
C3	-0.6657 (3)	0.76154 (18)	0.53944 (11)	0.0615 (5)	
H3A	-0.7199	0.6772	0.5142	0.074*	
C4	-0.4839 (2)	0.78983 (16)	0.58190 (11)	0.0548 (4)	
H4A	-0.4149	0.7243	0.5845	0.066*	
C5	-0.3994 (2)	0.91516 (15)	0.62153 (9)	0.0448 (3)	
C6	-0.2092 (2)	0.94942 (16)	0.66919 (10)	0.0499 (4)	
H6A	-0.1625	1.0363	0.6914	0.060*	
C7	-0.0969 (2)	0.86422 (16)	0.68320 (10)	0.0494 (4)	

H7A	-0.1447	0.7789	0.6583	0.059*	
C8	0.0914 (2)	0.88967 (15)	0.73292 (9)	0.0456 (3)	
C9	0.1915 (2)	0.78913 (16)	0.74038 (10)	0.0508 (4)	
H9A	0.1356	0.7070	0.7124	0.061*	
C10	0.3691 (2)	0.80681 (16)	0.78742 (11)	0.0524 (4)	
H10A	0.4304	0.7369	0.7907	0.063*	
C11	0.4595 (2)	0.92947 (16)	0.83076 (10)	0.0509 (4)	
C12	0.3604 (2)	1.03119 (16)	0.82244 (10)	0.0519 (4)	
H12A	0.4165	1.1138	0.8498	0.062*	
C13	0.1826 (2)	1.01232 (16)	0.77504 (10)	0.0495 (4)	
H13A	0.1217	1.0824	0.7709	0.059*	
C16	0.7364 (3)	0.84251 (19)	0.89166 (13)	0.0641 (5)	
H16A	0.8703	0.8796	0.9060	0.077*	
H16B	0.7119	0.7867	0.8407	0.077*	
C17	0.6778 (3)	0.7585 (2)	0.96027 (14)	0.0828 (6)	
H17A	0.7471	0.6898	0.9679	0.124*	
H17B	0.5461	0.7192	0.9456	0.124*	
H17C	0.7029	0.8131	1.0111	0.124*	
C18	-0.4297 (2)	1.14455 (15)	0.65430 (11)	0.0539 (4)	
H18A	-0.5196	1.1983	0.6384	0.081*	
H18B	-0.3154	1.1828	0.6364	0.081*	
H18C	-0.4050	1.1406	0.7137	0.081*	
S1	0.85883 (5)	0.64249 (4)	0.33983 (3)	0.05481 (14)	
O1	0.14269 (17)	0.50219 (14)	0.09686 (8)	0.0711 (4)	
O2	0.8984 (2)	0.52093 (14)	0.37195 (11)	0.0983 (6)	
O3	0.8267 (2)	0.72821 (16)	0.40326 (10)	0.0928 (5)	
O4	0.99412 (18)	0.70754 (16)	0.29340 (10)	0.0853 (4)	
C19	0.6343 (2)	0.61781 (16)	0.18441 (11)	0.0535 (4)	
H19A	0.7427	0.6557	0.1655	0.064*	
C20	0.4652 (2)	0.58362 (18)	0.12927 (11)	0.0591 (4)	
H20A	0.4600	0.5972	0.0730	0.071*	
C21	0.3033 (2)	0.52931 (16)	0.15715 (10)	0.0518 (4)	
C22	0.3100 (2)	0.50668 (16)	0.24013 (11)	0.0528 (4)	
H22A	0.2010	0.4699	0.2590	0.063*	
C23	0.4813 (2)	0.53940 (15)	0.29535 (10)	0.0504 (4)	
H23A	0.4871	0.5232	0.3513	0.061*	
C24	0.6431 (2)	0.59581 (14)	0.26792 (10)	0.0446 (3)	
C25	-0.0281 (3)	0.4442 (3)	0.12097 (15)	0.0874 (7)	
H25A	-0.1299	0.4370	0.0742	0.131*	
H25B	-0.0474	0.4989	0.1653	0.131*	
H25C	-0.0228	0.3575	0.1397	0.131*	
C14A	0.7158 (4)	1.0661 (3)	0.9384 (2)	0.0620 (10)	0.665 (7)
H14A	0.7805	1.0379	0.9897	0.074*	0.665 (7)
H14B	0.6145	1.1036	0.9511	0.074*	0.665 (7)
C15A	0.8500 (5)	1.1693 (4)	0.9030 (2)	0.0837 (13)	0.665 (7)
H15A	0.9023	1.2430	0.9433	0.126*	0.665 (7)
H15B	0.7844	1.1994	0.8534	0.126*	0.665 (7)
H15C	0.9489	1.1314	0.8897	0.126*	0.665 (7)
C14B	0.7614 (10)	1.0907 (7)	0.8914 (5)	0.067 (2)*	0.335 (7)

H14C	0.8900	1.0911	0.8876	0.080*	0.335 (7)
H14D	0.7132	1.1497	0.8520	0.080*	0.335 (7)
C15B	0.7461 (11)	1.1271 (9)	0.9771 (5)	0.085 (3)*	0.335 (7)
H15D	0.8186	1.2155	0.9935	0.127*	0.335 (7)
H15E	0.7928	1.0661	1.0144	0.127*	0.335 (7)
H15F	0.6171	1.1235	0.9792	0.127*	0.335 (7)
O1W	0.2163 (2)	0.42954 (15)	0.44206 (9)	0.0802 (4)	
H1W1	0.2043	0.4060	0.4991	0.096*	
H2W1	0.1179	0.4626	0.4195	0.096*	

Atomic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )

	$U^{11}$	$U^{22}$	$U^{33}$	$U^{12}$	$U^{13}$	$U^{23}$
N1	0.0394 (6)	0.0452 (7)	0.0455 (7)	0.0056 (5)	0.0063 (5)	-0.0013 (5)
N2	0.0520 (8)	0.0551 (9)	0.1020 (13)	0.0181 (7)	-0.0109 (8)	-0.0106 (8)
C1	0.0411 (8)	0.0600 (10)	0.0536 (9)	0.0101 (7)	0.0061 (7)	0.0001 (7)
C2	0.0443 (8)	0.0672 (11)	0.0569 (10)	-0.0012 (8)	0.0018 (7)	-0.0034 (8)
C3	0.0620 (10)	0.0512 (9)	0.0599 (10)	-0.0032 (8)	0.0026 (8)	-0.0072 (8)
C4	0.0582 (10)	0.0439 (8)	0.0582 (10)	0.0074 (7)	0.0058 (8)	-0.0013 (7)
C5	0.0455 (8)	0.0422 (8)	0.0448 (8)	0.0067 (6)	0.0077 (6)	0.0019 (6)
C6	0.0454 (8)	0.0453 (8)	0.0545 (9)	0.0070 (6)	0.0030 (7)	-0.0030 (7)
C7	0.0493 (8)	0.0469 (8)	0.0503 (9)	0.0100 (7)	0.0065 (7)	0.0004 (7)
C8	0.0467 (8)	0.0449 (8)	0.0455 (8)	0.0107 (6)	0.0094 (6)	0.0032 (6)
C9	0.0533 (9)	0.0422 (8)	0.0555 (9)	0.0112 (7)	0.0067 (7)	-0.0010 (7)
C10	0.0536 (9)	0.0443 (8)	0.0622 (10)	0.0186 (7)	0.0093 (8)	0.0029 (7)
C11	0.0447 (8)	0.0494 (9)	0.0579 (9)	0.0128 (7)	0.0063 (7)	0.0016 (7)
C12	0.0520 (9)	0.0432 (8)	0.0587 (10)	0.0127 (7)	0.0049 (7)	-0.0048 (7)
C13	0.0509 (9)	0.0452 (8)	0.0545 (9)	0.0169 (7)	0.0086 (7)	0.0007 (7)
C16	0.0504 (9)	0.0674 (11)	0.0759 (12)	0.0243 (8)	0.0039 (9)	-0.0013 (9)
C17	0.0948 (16)	0.0816 (14)	0.0772 (14)	0.0340 (12)	0.0137 (12)	0.0032 (11)
C18	0.0488 (9)	0.0458 (8)	0.0636 (10)	0.0095 (7)	0.0048 (7)	-0.0107 (7)
S1	0.0428 (2)	0.0440 (2)	0.0716 (3)	0.01129 (16)	-0.00529 (19)	-0.00146 (19)
O1	0.0525 (7)	0.0869 (9)	0.0627 (8)	0.0079 (6)	-0.0074 (6)	0.0003 (7)
O2	0.0759 (10)	0.0629 (9)	0.1366 (14)	0.0167 (7)	-0.0315 (9)	0.0240 (9)
O3	0.0668 (9)	0.1074 (12)	0.0924 (11)	0.0314 (8)	-0.0219 (8)	-0.0470 (9)
O4	0.0450 (7)	0.0923 (10)	0.1062 (11)	-0.0044 (7)	0.0055 (7)	0.0094 (9)
C19	0.0482 (8)	0.0485 (9)	0.0628 (10)	0.0058 (7)	0.0137 (7)	0.0038 (7)
C20	0.0594 (10)	0.0637 (11)	0.0501 (9)	0.0069 (8)	0.0076 (8)	0.0069 (8)
C21	0.0463 (8)	0.0493 (9)	0.0555 (10)	0.0103 (7)	0.0003 (7)	-0.0018 (7)
C22	0.0433 (8)	0.0525 (9)	0.0596 (10)	0.0041 (7)	0.0105 (7)	-0.0003 (7)
C23	0.0511 (9)	0.0469 (8)	0.0501 (9)	0.0073 (7)	0.0062 (7)	0.0016 (7)
C24	0.0421 (7)	0.0345 (7)	0.0547 (9)	0.0092 (6)	0.0030 (6)	-0.0014 (6)
C25	0.0442 (10)	0.1211 (19)	0.0871 (15)	0.0093 (11)	0.0008 (10)	-0.0126 (14)
C14A	0.0534 (16)	0.0638 (18)	0.064 (2)	0.0186 (13)	-0.0045 (14)	-0.0106 (15)
C15A	0.079 (2)	0.060 (2)	0.096 (3)	-0.0026 (17)	0.0013 (18)	-0.0063 (17)
O1W	0.0792 (9)	0.0933 (10)	0.0774 (9)	0.0416 (8)	0.0134 (7)	0.0030 (8)

Geometric parameters (Å, °)

N1—C1	1.3572 (19)	C18—H18A	0.9600
N1—C5	1.367 (2)	C18—H18B	0.9600
N1—C18	1.4811 (19)	C18—H18C	0.9600
N2—C11	1.374 (2)	S1—O3	1.4364 (15)
N2—C16	1.454 (2)	S1—O4	1.4372 (15)
N2—C14A	1.487 (4)	S1—O2	1.4383 (14)
N2—C14B	1.531 (8)	S1—C24	1.7706 (15)
C1—C2	1.364 (2)	O1—C21	1.3732 (19)
C1—H1A	0.9300	O1—C25	1.416 (2)
C2—C3	1.385 (3)	C19—C20	1.377 (2)
C2—H2A	0.9300	C19—C24	1.383 (2)
C3—C4	1.368 (2)	C19—H19A	0.9300
C3—H3A	0.9300	C20—C21	1.380 (2)
C4—C5	1.399 (2)	C20—H20A	0.9300
C4—H4A	0.9300	C21—C22	1.378 (2)
C5—C6	1.449 (2)	C22—C23	1.389 (2)
C6—C7	1.332 (2)	C22—H22A	0.9300
C6—H6A	0.9300	C23—C24	1.381 (2)
C7—C8	1.450 (2)	C23—H23A	0.9300
C7—H7A	0.9300	C25—H25A	0.9600
C8—C9	1.396 (2)	C25—H25B	0.9600
C8—C13	1.401 (2)	C25—H25C	0.9600
C9—C10	1.373 (2)	C14A—C15A	1.504 (6)
C9—H9A	0.9300	C14A—H14A	0.9700
C10—C11	1.407 (2)	C14A—H14B	0.9700
C10—H10A	0.9300	C15A—H15A	0.9600
C11—C12	1.402 (2)	C15A—H15B	0.9600
C12—C13	1.375 (2)	C15A—H15C	0.9600
C12—H12A	0.9300	C14B—C15B	1.477 (12)
C13—H13A	0.9300	C14B—H14C	0.9700
C16—C17	1.507 (3)	C14B—H14D	0.9700
C16—H16A	0.9700	C15B—H15D	0.9600
C16—H16B	0.9700	C15B—H15E	0.9600
C17—H17A	0.9600	C15B—H15F	0.9600
C17—H17B	0.9600	O1W—H1W1	0.9855
C17—H17C	0.9600	O1W—H2W1	0.8948
C1—N1—C5	121.85 (13)	H17B—C17—H17C	109.5
C1—N1—C18	116.77 (13)	N1—C18—H18A	109.5
C5—N1—C18	121.38 (12)	N1—C18—H18B	109.5
C11—N2—C16	121.76 (14)	H18A—C18—H18B	109.5
C11—N2—C14A	121.37 (16)	N1—C18—H18C	109.5
C16—N2—C14A	113.64 (17)	H18A—C18—H18C	109.5
C11—N2—C14B	119.6 (3)	H18B—C18—H18C	109.5
C16—N2—C14B	115.9 (3)	O3—S1—O4	113.46 (10)
N1—C1—C2	121.17 (16)	O3—S1—O2	111.88 (11)
N1—C1—H1A	119.4	O4—S1—O2	112.97 (10)
C2—C1—H1A	119.4	O3—S1—C24	105.87 (8)

## supplementary materials

C1—C2—C3	118.79 (16)	O4—S1—C24	106.18 (8)
C1—C2—H2A	120.6	O2—S1—C24	105.71 (8)
C3—C2—H2A	120.6	C21—O1—C25	117.97 (15)
C4—C3—C2	119.71 (15)	C20—C19—C24	120.06 (15)
C4—C3—H3A	120.1	C20—C19—H19A	120.0
C2—C3—H3A	120.1	C24—C19—H19A	120.0
C3—C4—C5	121.47 (16)	C19—C20—C21	120.26 (16)
C3—C4—H4A	119.3	C19—C20—H20A	119.9
C5—C4—H4A	119.3	C21—C20—H20A	119.9
N1—C5—C4	117.00 (14)	O1—C21—C22	124.66 (15)
N1—C5—C6	119.21 (13)	O1—C21—C20	115.03 (15)
C4—C5—C6	123.79 (15)	C22—C21—C20	120.31 (15)
C7—C6—C5	124.12 (14)	C21—C22—C23	119.25 (15)
C7—C6—H6A	117.9	C21—C22—H22A	120.4
C5—C6—H6A	117.9	C23—C22—H22A	120.4
C6—C7—C8	127.23 (15)	C24—C23—C22	120.60 (15)
C6—C7—H7A	116.4	C24—C23—H23A	119.7
C8—C7—H7A	116.4	C22—C23—H23A	119.7
C9—C8—C13	116.61 (14)	C23—C24—C19	119.50 (14)
C9—C8—C7	119.95 (14)	C23—C24—S1	119.97 (12)
C13—C8—C7	123.44 (14)	C19—C24—S1	120.51 (12)
C10—C9—C8	122.58 (14)	O1—C25—H25A	109.5
C10—C9—H9A	118.7	O1—C25—H25B	109.5
C8—C9—H9A	118.7	H25A—C25—H25B	109.5
C9—C10—C11	120.76 (15)	O1—C25—H25C	109.5
C9—C10—H10A	119.6	H25A—C25—H25C	109.5
C11—C10—H10A	119.6	H25B—C25—H25C	109.5
N2—C11—C12	121.41 (14)	N2—C14A—C15A	109.7 (3)
N2—C11—C10	121.78 (15)	N2—C14A—H14A	109.7
C12—C11—C10	116.78 (14)	C15A—C14A—H14A	109.7
C13—C12—C11	121.91 (14)	N2—C14A—H14B	109.7
C13—C12—H12A	119.0	C15A—C14A—H14B	109.7
C11—C12—H12A	119.0	H14A—C14A—H14B	108.2
C12—C13—C8	121.35 (14)	C15B—C14B—N2	101.4 (6)
C12—C13—H13A	119.3	C15B—C14B—H14C	111.5
C8—C13—H13A	119.3	N2—C14B—H14C	111.5
N2—C16—C17	112.53 (17)	C15B—C14B—H14D	111.5
N2—C16—H16A	109.1	N2—C14B—H14D	111.5
C17—C16—H16A	109.1	H14C—C14B—H14D	109.3
N2—C16—H16B	109.1	C14B—C15B—H15D	109.5
C17—C16—H16B	109.1	C14B—C15B—H15E	109.5
H16A—C16—H16B	107.8	H15D—C15B—H15E	109.5
C16—C17—H17A	109.5	C14B—C15B—H15F	109.5
C16—C17—H17B	109.5	H15D—C15B—H15F	109.5
H17A—C17—H17B	109.5	H15E—C15B—H15F	109.5
C16—C17—H17C	109.5	H1W1—O1W—H2W1	108.6
H17A—C17—H17C	109.5		
C5—N1—C1—C2	-0.3 (2)	C9—C8—C13—C12	-1.2 (2)



C18—N1—C1—C2	-179.54 (15)	C7—C8—C13—C12	179.05 (15)
N1—C1—C2—C3	0.1 (3)	C11—N2—C16—C17	-80.5 (2)
C1—C2—C3—C4	-0.4 (3)	C14A—N2—C16—C17	79.5 (3)
C2—C3—C4—C5	0.9 (3)	C14B—N2—C16—C17	118.5 (4)
C1—N1—C5—C4	0.8 (2)	C24—C19—C20—C21	1.1 (3)
C18—N1—C5—C4	179.99 (14)	C25—O1—C21—C22	-1.4 (3)
C1—N1—C5—C6	-178.59 (14)	C25—O1—C21—C20	178.95 (18)
C18—N1—C5—C6	0.6 (2)	C19—C20—C21—O1	178.51 (15)
C3—C4—C5—N1	-1.1 (2)	C19—C20—C21—C22	-1.1 (3)
C3—C4—C5—C6	178.25 (16)	O1—C21—C22—C23	-179.48 (15)
N1—C5—C6—C7	176.57 (15)	C20—C21—C22—C23	0.1 (3)
C4—C5—C6—C7	-2.8 (3)	C21—C22—C23—C24	0.9 (2)
C5—C6—C7—C8	-177.25 (15)	C22—C23—C24—C19	-1.0 (2)
C6—C7—C8—C9	-179.16 (16)	C22—C23—C24—S1	177.67 (12)
C6—C7—C8—C13	0.6 (3)	C20—C19—C24—C23	0.0 (2)
C13—C8—C9—C10	1.1 (2)	C20—C19—C24—S1	-178.67 (13)
C7—C8—C9—C10	-179.14 (15)	O3—S1—C24—C23	-54.23 (15)
C8—C9—C10—C11	-0.1 (3)	O4—S1—C24—C23	-175.13 (13)
C16—N2—C11—C12	175.03 (17)	O2—S1—C24—C23	64.62 (15)
C14A—N2—C11—C12	16.6 (3)	O3—S1—C24—C19	124.45 (15)
C14B—N2—C11—C12	-24.6 (4)	O4—S1—C24—C19	3.56 (16)
C16—N2—C11—C10	-6.8 (3)	O2—S1—C24—C19	-116.70 (15)
C14A—N2—C11—C10	-165.2 (2)	C11—N2—C14A—C15A	-103.6 (3)
C14B—N2—C11—C10	153.6 (4)	C16—N2—C14A—C15A	96.4 (3)
C9—C10—C11—N2	-179.06 (17)	C14B—N2—C14A—C15A	-5.6 (5)
C9—C10—C11—C12	-0.8 (3)	C11—N2—C14B—C15B	101.7 (5)
N2—C11—C12—C13	178.98 (17)	C16—N2—C14B—C15B	-96.8 (5)
C10—C11—C12—C13	0.7 (3)	C14A—N2—C14B—C15B	-1.8 (4)
C11—C12—C13—C8	0.3 (3)		

Hydrogen-bond geometry (Å, °)

<i>D</i> —H... <i>A</i>	<i>D</i> —H	H... <i>A</i>	<i>D</i> ... <i>A</i>	<i>D</i> —H... <i>A</i>
O1 <i>W</i> —H1 <i>W</i> 1...O2 <sup>i</sup>	0.99	2.53	3.371 (2)	143
O1 <i>W</i> —H1 <i>W</i> 1...O3 <sup>i</sup>	0.99	2.15	3.073 (2)	155
O1 <i>W</i> —H2 <i>W</i> 1...O2 <sup>ii</sup>	0.89	1.90	2.791 (2)	176
C1—H1 <i>A</i> ...O3 <sup>iii</sup>	0.93	2.54	3.419 (2)	158
C2—H2 <i>A</i> ...O3 <sup>iv</sup>	0.93	2.47	3.349 (2)	158
C4—H4 <i>A</i> ...O1 <i>W</i> <sup>v</sup>	0.93	2.47	3.381 (2)	166
C7—H7 <i>A</i> ...O1 <i>W</i> <sup>v</sup>	0.93	2.58	3.479 (2)	163
C17—H17 <i>A</i> ...O1 <sup>i</sup>	0.96	2.58	3.435 (3)	149
C18—H18 <i>A</i> ...O3 <sup>iii</sup>	0.96	2.54	3.466 (2)	162
C18—H18 <i>B</i> ...O4 <sup>vi</sup>	0.96	2.47	3.221 (2)	135

Symmetry codes: (i)  $-x+1, -y+1, -z+1$ ; (ii)  $x-1, y, z$ ; (iii)  $-x, -y+2, -z+1$ ; (iv)  $x-2, y, z$ ; (v)  $-x, -y+1, -z+1$ ; (vi)  $-x+1, -y+2, -z+1$ .

Acta Crystallographica Section E

**Structure Reports  
Online**

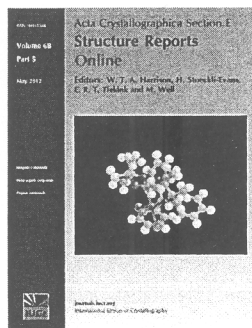
ISSN 1600-5368

## *(E)*-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium 4-fluorobenzenesulfonate monohydrate

Hoong-Kun Fun, Narissara Kaewmanee, Kullapa Chanawanno, Nawong Boonnak and Suchada Chantrapromma

*Acta Cryst.* (2013). E69, o1510–o1511

This open-access article is distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Licence <http://creativecommons.org/licenses/by/2.0/uk/legalcode>, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original authors and source are cited.



*Acta Crystallographica Section E: Structure Reports Online* is the IUCr's highly popular open-access structural journal. It provides a simple and easily accessible publication mechanism for the growing number of inorganic, metal-organic and organic crystal structure determinations. The electronic submission, validation, refereeing and publication facilities of the journal ensure very rapid and high-quality publication, whilst key indicators and validation reports provide measures of structural reliability. The journal publishes over 4000 structures per year. The average publication time is less than one month.

Crystallography Journals Online is available from [journals.iucr.org](http://journals.iucr.org)

**(E)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium 4-fluorobenzenesulfonate monohydrate**Hoong-Kun Fun,<sup>a,b,\*</sup> Narissara Kaewmanee,<sup>c</sup> Kullapa Chanawanno,<sup>c</sup> Nawong Boonnak<sup>d</sup> and Suchada Chantrapromma<sup>c</sup>

<sup>a</sup>X-ray Crystallography Unit, School of Physics, Universiti Sains Malaysia, 11800 USM, Penang, Malaysia, <sup>b</sup>Department of Pharmaceutical Chemistry, College of Pharmacy, King Saud University, PO Box 2457, Riyadh 11451, Saudi Arabia, <sup>c</sup>Department of Chemistry, Faculty of Science, Prince of Songkla University, Hat-Yai, Songkhla 90112, Thailand, and <sup>d</sup>Faculty of Traditional Thai Medicine, Prince of Songkla University, Hat-Yai, Songkhla 90112, Thailand  
Correspondence e-mail: hkfun@usm.my

Received 7 August 2013; accepted 21 August 2013

Key indicators: single-crystal X-ray study;  $T = 100$  K; mean  $\sigma(\text{C}-\text{C}) = 0.005$  Å; disorder in main residue;  $R$  factor = 0.058;  $wR$  factor = 0.172; data-to-parameter ratio = 10.3.

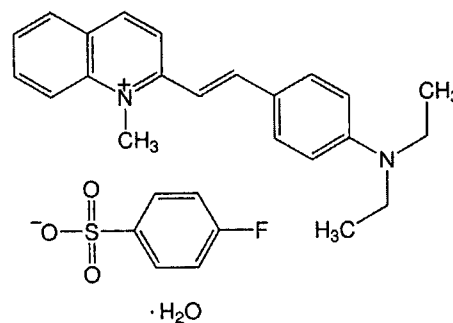
In the title hydrated molecular salt,  $\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}_2^+ \cdot \text{C}_6\text{H}_4\text{FO}_3\text{S}^- \cdot \text{H}_2\text{O}$ , the cation displays whole molecule disorder over two sets of sites in a 0.780 (5):0.220 (5) ratio. The quinolinium ring system is essentially planar, with r.m.s. deviations of 0.0162 and 0.0381 Å for the major and minor disorder components, respectively. The dihedral angles between the mean plane of the quinolinium ring system and the benzene ring are 5.1 (3) and 7.7 (11)°, respectively, for the major and minor components in the cation. In the crystal, cations, anions and water molecules are linked into chains along [010] by  $\text{O}-\text{H}\cdots\text{O}$  hydrogen bonds and are further connected into a three-dimensional network by weak  $\text{C}-\text{H}\cdots\text{O}$  and  $\text{C}-\text{H}\cdots\text{F}$  interactions. In addition,  $\pi-\pi$  interactions with centroid-centroid distances of 3.634 (3), 3.702 (5) and 3.838 (5) Å are observed.

**Related literature**

For background to and applications of quarternary ammonium compounds, see: Babalola (1998); Collier *et al.* (1953); Gutsulyak (1972); Chanawanno *et al.* (2010*a,b*). For related structures, see: Fun *et al.* (2010, 2011); Kaewmanee *et al.* (2010). For standard bond lengths, see: Allen *et al.* (1987). For the stability of the temperature controller used in the data collection, see Cosier & Glazer (1986).

\* Thomson Reuters ResearcherID: A-3561-2009.

§ Additional correspondence author, e-mail: suchada.c@psu.ac.th. Thomson Reuters ResearcherID: A-5085-2009.

**Experimental***Crystal data*

$\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}_2^+ \cdot \text{C}_6\text{H}_4\text{FO}_3\text{S}^- \cdot \text{H}_2\text{O}$   
 $M_r = 510.62$   
 Monoclinic,  $P2_1/c$   
 $a = 13.366$  (2) Å  
 $b = 10.2326$  (17) Å  
 $c = 19.891$  (3) Å  
 $\beta = 113.004$  (8)°

 $V = 2504.1$  (7) Å<sup>3</sup> $Z = 4$ Mo  $K\alpha$  radiation $\mu = 0.18$  mm<sup>-1</sup> $T = 100$  K

0.29 × 0.18 × 0.10 mm

*Data collection*

Bruker SMART APEXII DUO  
 CCD area-detector  
 diffractometer  
 Absorption correction: multi-scan  
 (SADABS; Bruker, 2009)  
 $T_{\min} = 0.951$ ,  $T_{\max} = 0.982$

13569 measured reflections  
 4396 independent reflections  
 3379 reflections with  $I > 2\sigma(I)$   
 $R_{\text{int}} = 0.038$

*Refinement*

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.058$   
 $wR(F^2) = 0.172$   
 $S = 1.04$   
 4396 reflections  
 427 parameters

761 restraints

H-atom parameters constrained

 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0.74$  e Å<sup>-3</sup> $\Delta\rho_{\text{min}} = -0.48$  e Å<sup>-3</sup>**Table 1**

Hydrogen-bond geometry (Å, °).

$D-\text{H}\cdots A$	$D-\text{H}$	$\text{H}\cdots A$	$D\cdots A$	$D-\text{H}\cdots A$
$\text{O1W}-\text{H1W1}\cdots\text{O1}$	0.94	1.95	2.872 (4)	168
$\text{O1W}-\text{H2W1}\cdots\text{O2}^i$	0.90	2.09	2.909 (4)	151
$\text{C20A}-\text{H20B}\cdots\text{F1}^{ii}$	0.97	2.50	3.471 (6)	179
$\text{C25}-\text{H25A}\cdots\text{O1W}^{iii}$	0.93	2.43	3.341 (4)	167

Symmetry codes: (i)  $-x + 1, y + \frac{1}{2}, -z + \frac{3}{2}$ ; (ii)  $-x, y + \frac{1}{2}, -z + \frac{3}{2}$ ; (iii)  $x, y - 1, z$ .

Data collection: APEX2 (Bruker, 2009); cell refinement: SAINT (Bruker, 2009); data reduction: SAINT; program(s) used to solve structure: SHELXTL (Sheldrick, 2008); program(s) used to refine structure: SHELXTL; molecular graphics: SHELXTL; software used to prepare material for publication: SHELXTL, PLATON (Spek, 2009) and publCIF (Westrip, 2010).

The authors thank Prince of Songkla University for a research grant and extend their appreciation to the Deanship of Scientific Research at King Saud University and Universiti Sains Malaysia for the APEX DE2012 grant No. 1002/PFIZIK/910323.

Supplementary data and figures for this paper are available from the IUCr electronic archives (Reference: LH5643).

## References

- Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G., Brammer, L., Orpen, A. G. & Taylor, R. (1987). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 1–S19.
- Babalola, G. O. (1998). *Let. Appl. Microbiol.* **26**, 43–46.
- Bruker (2009). *APEX2, SAINT and SADABS*, Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA.
- Chanawanno, K., Chantrapromma, S., Anantapong, T. & Kanjana-Opas, A. (2010a). *Lat. Am. J. Pharm.* **29**, 1166–1170.
- Chanawanno, K., Chantrapromma, S., Anantapong, T., Kanjana-Opas, A. & Fun, H.-K. (2010b). *Eur. J. Med. Chem.* **45**, 4199–4208.
- Collier, H. O. J., Potter, M. D. & Taylor, E. P. (1953). *Br. J. Pharmacol.* **8**, 34–37.
- Cosier, J. & Glazer, A. M. (1986). *J. Appl. Cryst.* **19**, 105–107.
- Fun, H.-K., Chanawanno, K., Kobkeatthawin, T. & Chantrapromma, S. (2010). *Acta Cryst. E66*, o938–o939.
- Fun, H.-K., Kaewmanee, N., Chanawanno, K. & Chantrapromma, S. (2011). *Acta Cryst. E67*, o593–o594.
- Gutsulyak, B. M. (1972). *Russ. Chem. Rev.* **41**, 187–202.
- Kaewmanee, N., Chanawanno, K., Chantrapromma, S. & Fun, H.-K. (2010). *Acta Cryst. E66*, o2639–o2640.
- Sheldrick, G. M. (2008). *Acta Cryst. A64*, 112–122.
- Spek, A. L. (2009). *Acta Cryst. D65*, 148–155.
- Westrip, S. P. (2010). *J. Appl. Cryst.* **43**, 920–925.

## supplementary materials

*Acta Cryst.* (2013). E69, o1510–o1511 [doi:10.1107/S1600536813023532]

**(E)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium 4-fluorobenzenesulfonate monohydrate**

**Hoong-Kun Fun, Narissara Kaewmanee, Kullapa Chanawanno, Nawong Boonnak and Suchada Chantrapromma**

**1. Comment**

The antibacterial significance of synthetic quinolinium derivatives has been discovered by many scientists (Babalola, 1998; Collier *et al.*, 1953; Gutsulyak, 1972). Due to these well-known bioactivities of quinolinium chemophores, our research group has designed and synthesized several quinolinium stilbene derivatives in order to investigate their ability to overcome some of Gram-positive and Gram-negative pathogenic bacteria and the title compound (I) is an example of one of these compounds of which previous examples have been reported (Chanawanno *et al.*, 2010*a,b*; Fun *et al.*, 2010). The title compound was tested for antibacterial activities against *Bacillus subtilis*, *Staphylococcus aureus*, *Enterococcus faecalis*, Methicillin-Resistant *Staphylococcus aureus*, Vancomycin-Resistant *Enterococcus faecalis*, *Salmonella typhi*, *Shigella sonnei* and *Pseudomonas aeruginosa*, and it was found to be inactive (MICs against all strains were more than 300  $\mu\text{g/ml}$ ). Herein, the crystal structure of (I) is reported.

The asymmetric unit of (I) (Fig. 1) consists of a  $\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}_2^+$  cation,  $\text{C}_6\text{H}_4\text{FSO}_3^-$  anion and one  $\text{H}_2\text{O}$  molecule. The cation molecule displays whole molecule disorder over two positions with 0.780 (5):0.220 (5) site occupancies, and the configuration of diethylamino group of the major *A* and minor *B* components are shown in Fig. 2 and Fig. 3. The cation exists in the *E* configuration with respect to the  $\text{C}10=\text{C}11$  double bond [1.330 (6) Å for major component *A* and 1.323 (16) Å for minor component *B*]. The  $\text{C}1-\text{C}9/\text{N}1$  quinolinium ring system is essentially planar with an *r.m.s.* of 0.0162 and 0.0381 Å for the major and minor components, respectively. The dihedral angle between the mean-plane of the quinolinium ring and that of  $\text{C}12-\text{C}17$  benzene ring is 5.1 (3)° and the torsion angle  $\text{C}9-\text{C}10-\text{C}11-\text{C}12 = 174.7$  (13)° for the major component *A* [the corresponding values are 7.7 (11)° and -178 (4)° for the minor component *B*]. The diethylamino group deviates from the attached benzene ring which can be indicated by the torsion angles  $\text{C}15-\text{N}2-\text{C}18-\text{C}19 = -78.4$  (6)° and  $\text{C}15-\text{N}2-\text{C}20-\text{C}21 = 78.1$  (6)° for the major component *A* whereas these values are 95 (2) and -82 (2)° for the minor component *B*. The bond lengths are in normal ranges (Allen *et al.*, 1987) and comparable with some related structures (Fun *et al.*, 2010,2011; Kaewmanee *et al.*, 2010).

In the crystal, the cations, anions and water molecules are linked into chains along [0 1 0] by  $\text{O}-\text{H}\cdots\text{O}$  hydrogen bonds and further connected into a three dimensional network by weak  $\text{C}-\text{H}\cdots\text{O}$  and  $\text{C}-\text{H}\cdots\text{F}$  weak interactions (Fig. 4 and Table 1). In addition,  $\pi-\pi$  interactions with the centroid distances of  $\text{Cg}_1\cdots\text{Cg}_1^{\text{iv}} = 3.702$  (5) Å,  $\text{Cg}_1\cdots\text{Cg}_2^{\text{iv}} = 3.838$  (5) Å and  $\text{Cg}_1\cdots\text{Cg}_3^{\text{v}} = 3.634$  (3) Å are observed;  $\text{Cg}_1$ ,  $\text{Cg}_2$  and  $\text{Cg}_3$  are the centroids of the  $\text{N}1\text{A}/\text{C}1\text{A}/\text{C}6\text{A}-\text{C}9\text{A}$ ,  $\text{C}1\text{A}-\text{C}6\text{A}$  and  $\text{C}12\text{A}-\text{C}17\text{A}$  rings, respectively [symmetry codes: (iv) 1-x, 1-y, 2-z; (v) 1-x, 2-y, 2-z].

## 2. Experimental

The title compound was prepared by mixing silver (I) 4-fluorobenzenesulfonate (0.90 g, 3.16 mmol) and (*E*)-2-(4-(diethylamino)styryl)-1-methylquinolinium iodide (1.44 g, 3.16 mmol) in methanol (100 ml) and stirred for 0.5 h. The precipitate of silver iodide which formed was filtered and the filtrate was evaporated to give the title compound as a purple solid. Purple needle-shaped single crystals of the title compound suitable for *X*-ray structure determination were recrystallized from ethanol by slow evaporation at room temperature over a week, Mp. 503-505 K.

## 3. Refinement

All H atoms, excepting the water molecule hydrogen atoms, were positioned geometrically and allowed to ride on their parent atoms with  $d(\text{C-H}) = 0.93 \text{ \AA}$  for aromatic and CH,  $0.97 \text{ \AA}$  for  $\text{CH}_2$  and  $0.96 \text{ \AA}$  for  $\text{CH}_3$  atoms. The  $U_{\text{iso}}$  values were constrained to be  $1.5U_{\text{eq}}$  of the carrier atom for methyl H atoms and  $1.2U_{\text{eq}}$  for the remaining H atoms. A rotating group model was used for the methyl groups. The water molecule hydrogen atoms were located from the difference map and then allowed to ride on the water oxygen atom with the  $U_{\text{iso}}$  values being constrained to be  $1.5U_{\text{eq}}$  of the carrier atom. The cation is disordered over two sites with refined site occupancies of 0.780 (5) and 0.220 (5). The SHELX (Sheldrick, 2008) DELU, SIMU, SAME and FLAT restraints were used. The same  $U_{ij}$  parameters were used for atom pairs C21B/C19B.

## Computing details

Data collection: *APEX2* (Bruker, 2009); cell refinement: *SAINT* (Bruker, 2009); data reduction: *SAINT* (Bruker, 2009); program(s) used to solve structure: *SHELXTL* (Sheldrick, 2008); program(s) used to refine structure: *SHELXTL* (Sheldrick, 2008); molecular graphics: *SHELXTL* (Sheldrick, 2008); software used to prepare material for publication: *SHELXTL* (Sheldrick, 2008), *PLATON* (Spek, 2009) and *publCIF* (Westrip, 2010).

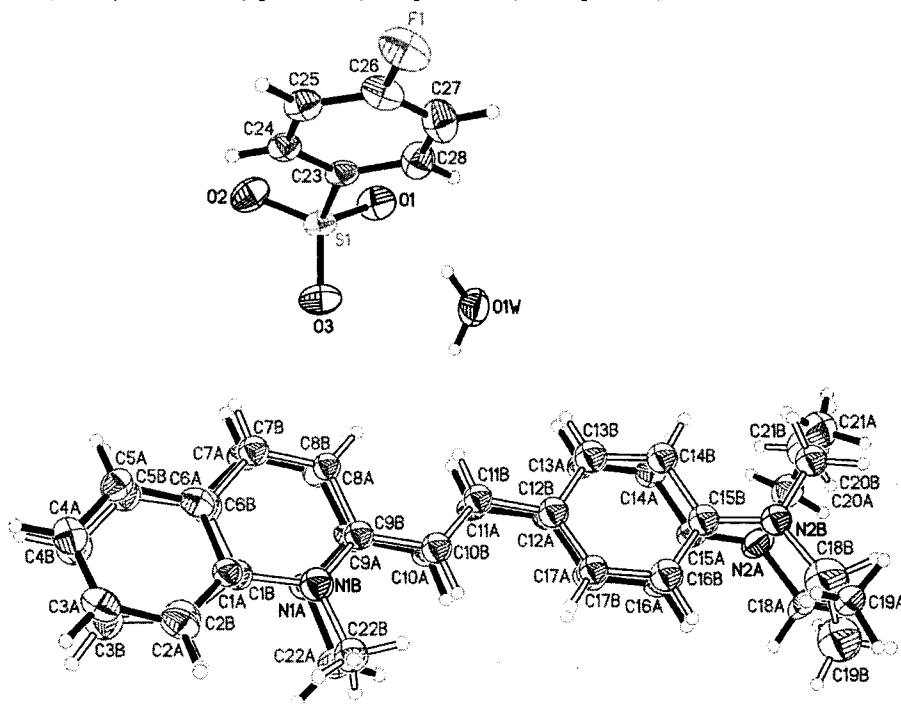


Figure 1

The asymmetric unit of (I) showing 40% probability displacement ellipsoids. Open bonds show the minor component.

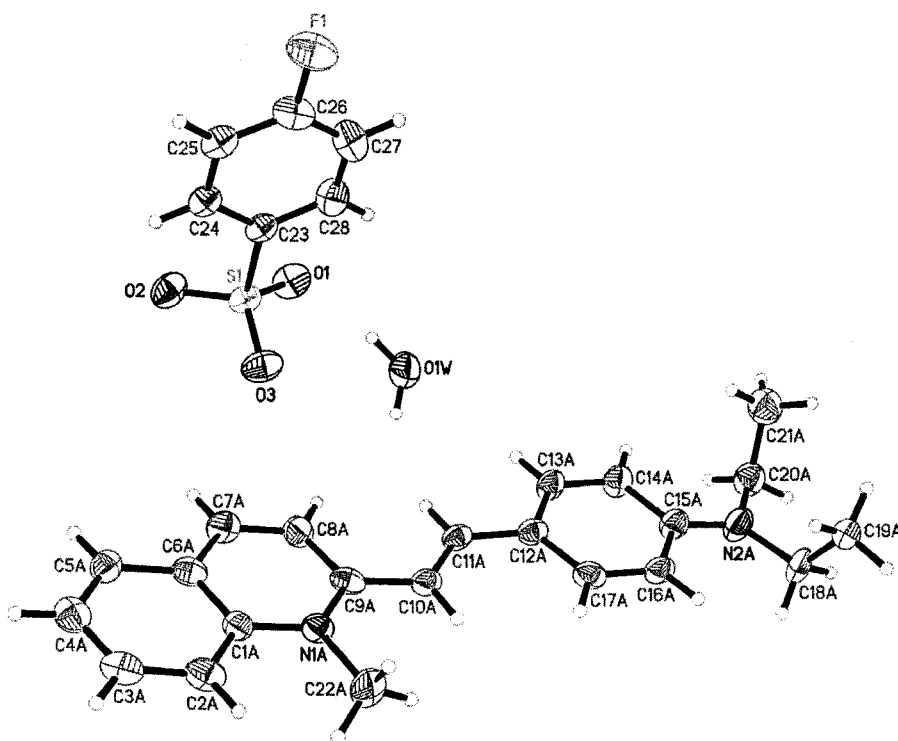
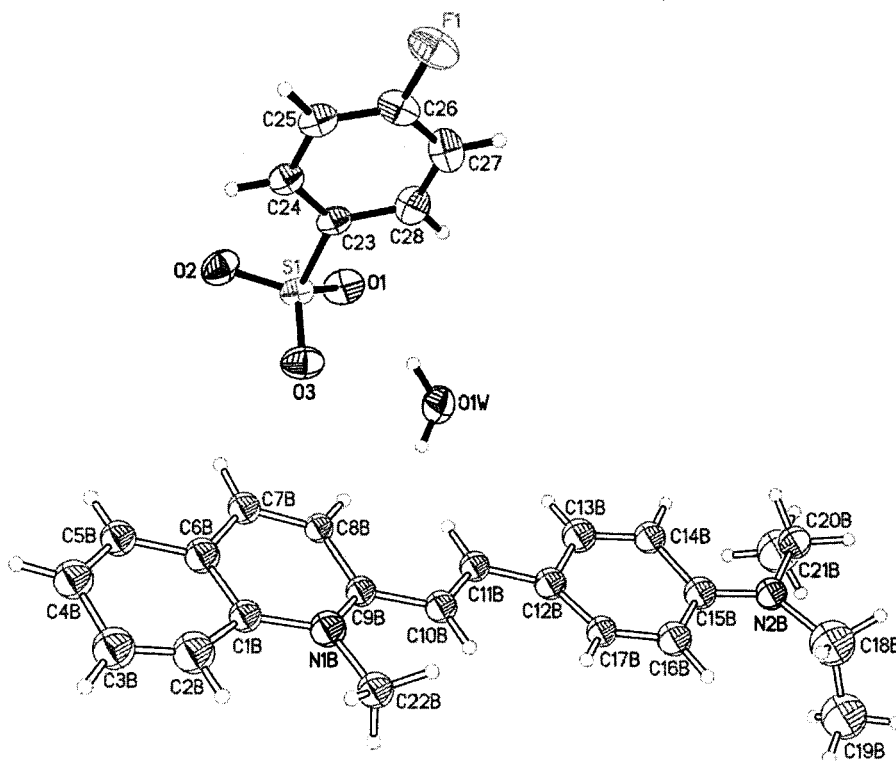


Figure 2

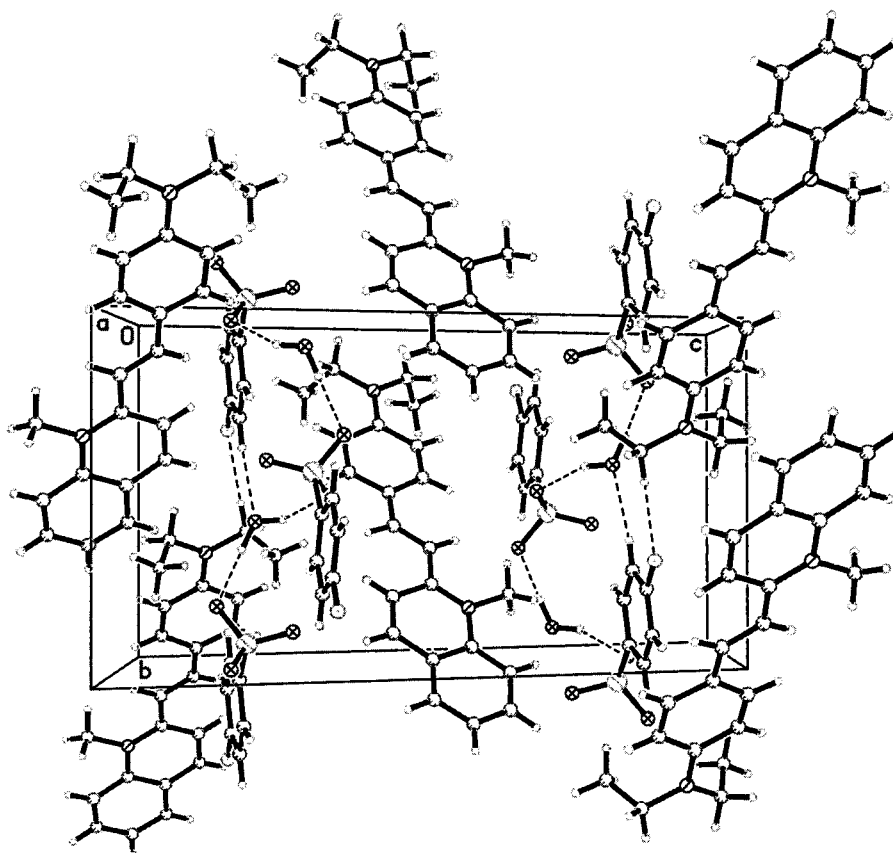
The molecular structure of the major component *A* showing the configuration of diethylamino group.



**Figure 3**

The molecular structure of the minor component *B* showing the configuration of diethylamino group which differs from that of the major component.




**Figure 4**

The crystal packing of the major component viewed along the *a* axis. The O—H···O hydrogen bonds and weak C—H···O and C—H···F interactions are drawn as dashed lines.

**(*E*)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolinium 4-fluorobenzenesulfonate monohydrate**

*Crystal data*

$C_{22}H_{25}N_2^+ \cdot C_6H_4FO_3S^- \cdot H_2O$

$M_r = 510.62$

Monoclinic,  $P2_1/c$

Hall symbol:  $-P\ 2_1/c$

$a = 13.366\ (2)\ \text{\AA}$

$b = 10.2326\ (17)\ \text{\AA}$

$c = 19.891\ (3)\ \text{\AA}$

$\beta = 113.004\ (8)^\circ$

$V = 2504.1\ (7)\ \text{\AA}^3$

$Z = 4$

$F(000) = 1080$

$D_x = 1.354\ \text{Mg m}^{-3}$

Melting point = 503–505 K

Mo  $K\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71073\ \text{\AA}$

Cell parameters from 4396 reflections

$\theta = 1.7\text{--}25.0^\circ$

$\mu = 0.18\ \text{mm}^{-1}$

$T = 100\ \text{K}$

Needle, purple

$0.29 \times 0.18 \times 0.10\ \text{mm}$

*Data collection*

Bruker SMART APEXII DUO CCD area-detector

diffractometer

Radiation source: fine-focus sealed tube

Graphite monochromator

$\varphi$  and  $\omega$  scans

Absorption correction: multi-scan

(*SADABS*; Bruker, 2009)

$T_{\min} = 0.951$ ,  $T_{\max} = 0.982$

13569 measured reflections

4396 independent reflections  
 3379 reflections with  $I > 2\sigma(I)$   
 $R_{\text{int}} = 0.038$   
 $\theta_{\text{max}} = 25.0^\circ$ ,  $\theta_{\text{min}} = 1.7^\circ$

$h = -15 \rightarrow 15$   
 $k = -12 \rightarrow 12$   
 $l = -23 \rightarrow 23$

*Refinement*

Refinement on  $F^2$   
 Least-squares matrix: full  
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.058$   
 $wR(F^2) = 0.172$   
 $S = 1.04$   
 4396 reflections  
 427 parameters  
 761 restraints  
 Primary atom site location: structure-invariant  
 direct methods

Secondary atom site location: difference Fourier  
 map  
 Hydrogen site location: inferred from  
 neighbouring sites  
 H-atom parameters constrained  
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0816P)^2 + 2.6528P]$   
 where  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$   
 $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0.001$   
 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0.74 \text{ e } \text{Å}^{-3}$   
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0.48 \text{ e } \text{Å}^{-3}$

*Special details*

**Experimental.** The crystal was placed in the cold stream of an Oxford Cryosystems Cobra open-flow nitrogen cryostat (Cosier & Glazer, 1986) operating at 100.0 (1) K.

**Geometry.** All esds (except the esd in the dihedral angle between two l.s. planes) are estimated using the full covariance matrix. The cell esds are taken into account individually in the estimation of esds in distances, angles and torsion angles; correlations between esds in cell parameters are only used when they are defined by crystal symmetry. An approximate (isotropic) treatment of cell esds is used for estimating esds involving l.s. planes.

**Refinement.** Refinement of  $F^2$  against ALL reflections. The weighted R-factor  $wR$  and goodness of fit  $S$  are based on  $F^2$ , conventional R-factors  $R$  are based on  $F$ , with  $F$  set to zero for negative  $F^2$ . The threshold expression of  $F^2 > 2\sigma(F^2)$  is used only for calculating R-factors(gt) etc. and is not relevant to the choice of reflections for refinement. R-factors based on  $F^2$  are statistically about twice as large as those based on  $F$ , and R-factors based on ALL data will be even larger.

*Fractional atomic coordinates and isotropic or equivalent isotropic displacement parameters ( $\text{Å}^2$ )*

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$	Occ. (<1)
N1A	0.5759 (6)	0.6654 (9)	1.0560 (3)	0.0378 (13)	0.780 (5)
N2A	0.0845 (3)	1.3098 (4)	0.89515 (18)	0.0513 (11)	0.780 (5)
C1A	0.6440 (4)	0.5581 (6)	1.0605 (3)	0.0354 (13)	0.780 (5)
C2A	0.6899 (4)	0.4835 (6)	1.1236 (3)	0.0447 (12)	0.780 (5)
H2AA	0.6767	0.5028	1.1651	0.054*	0.780 (5)
C3A	0.7542 (4)	0.3818 (5)	1.1228 (3)	0.0485 (12)	0.780 (5)
H3AA	0.7859	0.3322	1.1650	0.058*	0.780 (5)
C4A	0.7751 (5)	0.3483 (6)	1.0623 (3)	0.0456 (14)	0.780 (5)
H4AA	0.8211	0.2785	1.0651	0.055*	0.780 (5)
C5A	0.7293 (7)	0.4160 (7)	0.9987 (4)	0.0400 (15)	0.780 (5)
H5AA	0.7423	0.3923	0.9577	0.048*	0.780 (5)
C6A	0.6608 (8)	0.5245 (8)	0.9965 (4)	0.0383 (15)	0.780 (5)
C7A	0.6110 (7)	0.5995 (10)	0.9331 (4)	0.0435 (17)	0.780 (5)
H7AA	0.6240	0.5800	0.8915	0.052*	0.780 (5)
C8A	0.5442 (6)	0.7001 (9)	0.9315 (4)	0.0421 (17)	0.780 (5)
H8AA	0.5116	0.7481	0.8888	0.050*	0.780 (5)
C9A	0.5227 (9)	0.7340 (11)	0.9940 (4)	0.0374 (16)	0.780 (5)
C10A	0.4479 (6)	0.8365 (9)	0.9914 (4)	0.0381 (15)	0.780 (5)
H10A	0.4407	0.8582	1.0347	0.046*	0.780 (5)
C11A	0.3881 (6)	0.9027 (7)	0.9316 (4)	0.0352 (15)	0.780 (5)

H11A	0.4013	0.8844	0.8900	0.042*	0.780 (5)
C12A	0.3052 (7)	0.9996 (10)	0.9231 (4)	0.0366 (16)	0.780 (5)
C13A	0.2533 (4)	1.0610 (6)	0.8559 (3)	0.0406 (13)	0.780 (5)
H13A	0.2700	1.0352	0.8166	0.049*	0.780 (5)
C14A	0.1781 (4)	1.1590 (5)	0.8458 (2)	0.0449 (11)	0.780 (5)
H14A	0.1442	1.1960	0.7997	0.054*	0.780 (5)
C15A	0.1513 (4)	1.2045 (5)	0.9036 (2)	0.0413 (10)	0.780 (5)
C16A	0.2008 (4)	1.1394 (5)	0.9701 (2)	0.0409 (12)	0.780 (5)
H16A	0.1818	1.1613	1.0089	0.049*	0.780 (5)
C17A	0.2768 (5)	1.0439 (6)	0.9792 (3)	0.0415 (15)	0.780 (5)
H17A	0.3111	1.0070	1.0252	0.050*	0.780 (5)
C18A	0.0513 (4)	1.3506 (5)	0.9530 (2)	0.0514 (12)	0.780 (5)
H18A	0.0281	1.4410	0.9443	0.062*	0.780 (5)
H18B	0.1146	1.3477	0.9987	0.062*	0.780 (5)
C19A	-0.0402 (4)	1.2713 (6)	0.9629 (3)	0.0591 (14)	0.780 (5)
H19A	-0.0528	1.3046	1.0040	0.089*	0.780 (5)
H19B	-0.0191	1.1811	0.9712	0.089*	0.780 (5)
H19C	-0.1055	1.2787	0.9197	0.089*	0.780 (5)
C20A	0.0338 (4)	1.3769 (5)	0.8250 (3)	0.0540 (12)	0.780 (5)
H20A	0.0871	1.3874	0.8034	0.065*	0.780 (5)
H20B	0.0110	1.4634	0.8332	0.065*	0.780 (5)
C21A	-0.0621 (4)	1.3048 (6)	0.7728 (3)	0.0648 (14)	0.780 (5)
H21A	-0.0821	1.3406	0.7247	0.097*	0.780 (5)
H21B	-0.1219	1.3132	0.7877	0.097*	0.780 (5)
H21C	-0.0440	1.2141	0.7723	0.097*	0.780 (5)
C22A	0.5617 (8)	0.7009 (9)	1.1235 (4)	0.060 (2)	0.780 (5)
H22A	0.5413	0.7912	1.1213	0.089*	0.780 (5)
H22B	0.6288	0.6872	1.1647	0.089*	0.780 (5)
H22C	0.5059	0.6475	1.1283	0.089*	0.780 (5)
N1B	0.558 (3)	0.667 (3)	1.0533 (14)	0.045 (5)*	0.220 (5)
N2B	0.0273 (10)	1.2446 (12)	0.8830 (6)	0.043 (3)*	0.220 (5)
C1B	0.6367 (15)	0.5738 (17)	1.0603 (13)	0.036 (4)*	0.220 (5)
C2B	0.7007 (16)	0.5049 (19)	1.1165 (13)	0.059 (5)*	0.220 (5)
H2BA	0.6885	0.5269	1.1580	0.070*	0.220 (5)
C3B	0.7748 (17)	0.417 (2)	1.1319 (12)	0.057 (5)*	0.220 (5)
H3BA	0.8139	0.3838	1.1784	0.068*	0.220 (5)
C4B	0.788 (2)	0.376 (3)	1.0676 (13)	0.050 (5)*	0.220 (5)
H4BA	0.8337	0.3064	1.0691	0.061*	0.220 (5)
C5B	0.734 (3)	0.440 (3)	1.0039 (14)	0.044 (5)*	0.220 (5)
H5BA	0.7456	0.4151	0.9627	0.052*	0.220 (5)
C6B	0.659 (3)	0.544 (4)	0.9966 (14)	0.045 (5)*	0.220 (5)
C7B	0.593 (3)	0.597 (3)	0.9290 (14)	0.039 (5)*	0.220 (5)
H7BA	0.5975	0.5658	0.8862	0.047*	0.220 (5)
C8B	0.524 (2)	0.694 (3)	0.9271 (14)	0.032 (4)*	0.220 (5)
H8BA	0.4838	0.7343	0.8827	0.039*	0.220 (5)
C9B	0.510 (3)	0.737 (4)	0.9909 (14)	0.034 (4)*	0.220 (5)
C10B	0.429 (3)	0.834 (3)	0.9861 (16)	0.039 (5)*	0.220 (5)
H10B	0.4187	0.8562	1.0281	0.047*	0.220 (5)
C11B	0.370 (2)	0.893 (3)	0.9239 (16)	0.036 (5)*	0.220 (5)

H11B	0.3793	0.8681	0.8816	0.043*	0.220 (5)
C12B	0.292 (3)	0.994 (4)	0.9199 (14)	0.042 (5)*	0.220 (5)
C13B	0.2278 (17)	1.040 (2)	0.8512 (13)	0.049 (5)*	0.220 (5)
H13B	0.2449	1.0157	0.8119	0.059*	0.220 (5)
C14B	0.1405 (13)	1.1185 (17)	0.8385 (9)	0.044 (4)*	0.220 (5)
H14B	0.0969	1.1423	0.7908	0.052*	0.220 (5)
C15B	0.1149 (12)	1.1647 (16)	0.8973 (8)	0.044 (4)*	0.220 (5)
C16B	0.1760 (15)	1.108 (2)	0.9659 (10)	0.048 (5)*	0.220 (5)
H16B	0.1602	1.1309	1.0058	0.057*	0.220 (5)
C17B	0.2577 (18)	1.020 (2)	0.9755 (13)	0.037 (5)*	0.220 (5)
H17B	0.2903	0.9771	1.0201	0.044*	0.220 (5)
C18B	-0.014 (2)	1.276 (2)	0.9409 (11)	0.085 (6)*	0.220 (5)
H18C	-0.0923	1.2803	0.9183	0.102*	0.220 (5)
H18D	0.0053	1.2044	0.9754	0.102*	0.220 (5)
C19B	0.0258 (19)	1.399 (2)	0.9825 (12)	0.088 (5)*	0.220 (5)
H19D	-0.0351	1.4486	0.9823	0.132*	0.220 (5)
H19E	0.0655	1.4485	0.9603	0.132*	0.220 (5)
H19F	0.0725	1.3779	1.0319	0.132*	0.220 (5)
C20B	-0.0412 (12)	1.2854 (16)	0.8110 (8)	0.046 (4)*	0.220 (5)
H20C	-0.1114	1.3058	0.8121	0.055*	0.220 (5)
H20D	-0.0519	1.2097	0.7796	0.055*	0.220 (5)
C21B	-0.012 (2)	1.396 (2)	0.7738 (13)	0.088 (5)*	0.220 (5)
H21D	-0.0657	1.4033	0.7248	0.132*	0.220 (5)
H21E	0.0578	1.3805	0.7727	0.132*	0.220 (5)
H21F	-0.0106	1.4753	0.7999	0.132*	0.220 (5)
C22B	0.533 (2)	0.695 (3)	1.1170 (15)	0.045 (7)*	0.220 (5)
H22D	0.4567	0.7132	1.1016	0.067*	0.220 (5)
H22E	0.5742	0.7695	1.1424	0.067*	0.220 (5)
H22F	0.5516	0.6206	1.1489	0.067*	0.220 (5)
S1	0.40215 (6)	0.56285 (7)	0.69386 (4)	0.0354 (2)	
F1	0.04851 (17)	0.1870 (2)	0.64756 (11)	0.0674 (6)	
O1	0.3504 (2)	0.6701 (2)	0.64418 (12)	0.0549 (6)	
O2	0.48201 (19)	0.4957 (2)	0.67312 (13)	0.0545 (6)	
O3	0.4401 (2)	0.5969 (2)	0.76877 (12)	0.0552 (6)	
C23	0.2963 (2)	0.4464 (3)	0.67789 (14)	0.0361 (7)	
C24	0.3173 (3)	0.3131 (3)	0.68582 (14)	0.0379 (7)	
H24A	0.3879	0.2828	0.6983	0.045*	
C25	0.2335 (3)	0.2245 (3)	0.67521 (15)	0.0412 (7)	
H25A	0.2467	0.1351	0.6803	0.049*	
C26	0.1313 (3)	0.2732 (4)	0.65717 (17)	0.0481 (8)	
C27	0.1072 (3)	0.4044 (4)	0.6492 (2)	0.0581 (9)	
H27A	0.0364	0.4336	0.6373	0.070*	
C28	0.1900 (3)	0.4909 (4)	0.65940 (18)	0.0499 (8)	
H28A	0.1753	0.5800	0.6539	0.060*	
O1W	0.3226 (2)	0.9163 (3)	0.70409 (15)	0.0648 (7)	
H1W1	0.3216	0.8340	0.6832	0.097*	
H2W1	0.3726	0.9220	0.7502	0.097*	

Atomic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )

	$U^{11}$	$U^{22}$	$U^{33}$	$U^{12}$	$U^{13}$	$U^{23}$
N1A	0.037 (3)	0.053 (2)	0.0248 (17)	-0.001 (2)	0.0136 (18)	0.0013 (14)
N2A	0.064 (2)	0.056 (2)	0.0405 (18)	0.014 (2)	0.0270 (17)	-0.0012 (17)
C1A	0.031 (2)	0.042 (3)	0.032 (2)	-0.0005 (18)	0.0114 (16)	-0.0020 (19)
C2A	0.047 (2)	0.059 (3)	0.027 (2)	-0.003 (2)	0.0137 (17)	0.0107 (19)
C3A	0.046 (3)	0.050 (3)	0.041 (2)	-0.009 (2)	0.008 (2)	0.004 (2)
C4A	0.039 (3)	0.040 (3)	0.055 (3)	-0.007 (2)	0.015 (2)	0.001 (2)
C5A	0.036 (2)	0.042 (4)	0.047 (3)	-0.005 (3)	0.0215 (19)	-0.007 (2)
C6A	0.036 (2)	0.042 (4)	0.035 (2)	-0.009 (2)	0.0110 (15)	0.002 (2)
C7A	0.044 (4)	0.061 (3)	0.034 (2)	-0.005 (3)	0.024 (2)	-0.0020 (19)
C8A	0.037 (4)	0.056 (3)	0.035 (2)	0.004 (3)	0.016 (2)	0.001 (2)
C9A	0.035 (4)	0.043 (3)	0.028 (2)	-0.008 (2)	0.0059 (19)	0.0067 (17)
C10A	0.036 (3)	0.053 (3)	0.029 (2)	-0.005 (2)	0.017 (2)	-0.0057 (18)
C11A	0.039 (3)	0.040 (3)	0.030 (2)	-0.008 (2)	0.018 (2)	-0.0060 (19)
C12A	0.040 (3)	0.041 (2)	0.030 (2)	-0.006 (2)	0.0155 (19)	-0.0029 (17)
C13A	0.050 (3)	0.046 (3)	0.030 (2)	0.007 (3)	0.021 (2)	0.0022 (19)
C14A	0.055 (3)	0.053 (3)	0.0305 (19)	0.013 (2)	0.0199 (19)	0.0087 (19)
C15A	0.047 (2)	0.044 (2)	0.036 (2)	0.002 (2)	0.0196 (18)	-0.0002 (18)
C16A	0.044 (3)	0.056 (3)	0.0276 (19)	-0.005 (2)	0.0191 (18)	-0.0061 (19)
C17A	0.039 (3)	0.057 (3)	0.0267 (19)	-0.004 (3)	0.0111 (19)	0.003 (2)
C18A	0.065 (3)	0.051 (3)	0.051 (2)	0.013 (2)	0.036 (2)	-0.009 (2)
C19A	0.042 (2)	0.086 (4)	0.050 (3)	0.003 (2)	0.019 (2)	-0.024 (3)
C20A	0.058 (3)	0.047 (3)	0.058 (3)	0.005 (2)	0.024 (2)	-0.003 (2)
C21A	0.063 (3)	0.068 (3)	0.062 (3)	0.007 (3)	0.023 (3)	0.003 (3)
C22A	0.071 (6)	0.082 (4)	0.033 (3)	0.020 (5)	0.029 (3)	0.006 (3)
S1	0.0494 (4)	0.0337 (4)	0.0266 (3)	-0.0060 (3)	0.0186 (3)	0.0029 (3)
F1	0.0611 (12)	0.0785 (15)	0.0584 (12)	-0.0244 (11)	0.0188 (10)	0.0086 (11)
O1	0.0774 (16)	0.0423 (13)	0.0472 (13)	-0.0046 (12)	0.0268 (12)	0.0079 (11)
O2	0.0652 (15)	0.0529 (14)	0.0595 (14)	-0.0084 (12)	0.0398 (12)	-0.0089 (12)
O3	0.0698 (15)	0.0590 (15)	0.0406 (12)	-0.0161 (12)	0.0254 (11)	-0.0065 (11)
C23	0.0494 (17)	0.0384 (16)	0.0223 (12)	-0.0012 (14)	0.0160 (12)	0.0002 (12)
C24	0.0490 (17)	0.0416 (17)	0.0255 (13)	0.0001 (14)	0.0172 (12)	0.0020 (12)
C25	0.0591 (19)	0.0381 (16)	0.0292 (14)	-0.0028 (15)	0.0202 (13)	0.0047 (13)
C26	0.0504 (19)	0.057 (2)	0.0358 (16)	-0.0153 (17)	0.0159 (14)	0.0061 (15)
C27	0.049 (2)	0.068 (3)	0.060 (2)	0.0066 (18)	0.0236 (17)	0.0137 (19)
C28	0.058 (2)	0.0440 (18)	0.0507 (19)	0.0068 (16)	0.0245 (16)	0.0088 (16)
O1W	0.0586 (15)	0.0543 (15)	0.0797 (18)	0.0086 (12)	0.0251 (13)	-0.0061 (13)

Geometric parameters ( $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ )

N1A—C9A	1.354 (5)	C2B—H2BA	0.9300
N1A—C1A	1.406 (6)	C3B—C4B	1.420 (16)
N1A—C22A	1.472 (5)	C3B—H3BA	0.9300
N2A—C15A	1.366 (5)	C4B—C5B	1.361 (15)
N2A—C18A	1.448 (5)	C4B—H4BA	0.9300
N2A—C20A	1.463 (6)	C5B—C6B	1.427 (15)
C1A—C2A	1.390 (6)	C5B—H5BA	0.9300
C1A—C6A	1.420 (5)	C6B—C7B	1.394 (15)

C2A—C3A	1.354 (6)	C7B—C8B	1.354 (15)
C2A—H2AA	0.9300	C7B—H7BA	0.9300
C3A—C4A	1.381 (6)	C8B—C9B	1.423 (15)
C3A—H3AA	0.9300	C8B—H8BA	0.9300
C4A—C5A	1.360 (6)	C9B—C10B	1.436 (15)
C4A—H4AA	0.9300	C10B—C11B	1.323 (16)
C5A—C6A	1.428 (6)	C10B—H10B	0.9300
C5A—H5AA	0.9300	C11B—C12B	1.451 (15)
C6A—C7A	1.403 (6)	C11B—H11B	0.9300
C7A—C8A	1.356 (6)	C12B—C17B	1.382 (15)
C7A—H7AA	0.9300	C12B—C13B	1.382 (15)
C8A—C9A	1.423 (5)	C13B—C14B	1.357 (15)
C8A—H8AA	0.9300	C13B—H13B	0.9300
C9A—C10A	1.436 (6)	C14B—C15B	1.422 (14)
C10A—C11A	1.330 (6)	C14B—H14B	0.9300
C10A—H10A	0.9300	C15B—C16B	1.412 (15)
C11A—C12A	1.447 (6)	C16B—C17B	1.370 (15)
C11A—H11A	0.9300	C16B—H16B	0.9300
C12A—C17A	1.387 (5)	C17B—H17B	0.9300
C12A—C13A	1.393 (6)	C18B—C19B	1.478 (17)
C13A—C14A	1.377 (6)	C18B—H18C	0.9700
C13A—H13A	0.9300	C18B—H18D	0.9700
C14A—C15A	1.410 (5)	C19B—H19D	0.9600
C14A—H14A	0.9300	C19B—H19E	0.9600
C15A—C16A	1.395 (5)	C19B—H19F	0.9600
C16A—C17A	1.370 (6)	C20B—C21B	1.482 (16)
C16A—H16A	0.9300	C20B—H20C	0.9700
C17A—H17A	0.9300	C20B—H20D	0.9700
C18A—C19A	1.543 (6)	C21B—H21D	0.9600
C18A—H18A	0.9700	C21B—H21E	0.9600
C18A—H18B	0.9700	C21B—H21F	0.9600
C19A—H19A	0.9600	C22B—H22D	0.9600
C19A—H19B	0.9600	C22B—H22E	0.9600
C19A—H19C	0.9600	C22B—H22F	0.9600
C20A—C21A	1.492 (6)	S1—O3	1.417 (2)
C20A—H20A	0.9700	S1—O1	1.458 (2)
C20A—H20B	0.9700	S1—O2	1.458 (2)
C21A—H21A	0.9600	S1—C23	1.781 (3)
C21A—H21B	0.9600	F1—C26	1.369 (4)
C21A—H21C	0.9600	C23—C24	1.390 (4)
C22A—H22A	0.9600	C23—C28	1.398 (4)
C22A—H22B	0.9600	C24—C25	1.392 (4)
C22A—H22C	0.9600	C24—H24A	0.9300
N1B—C9B	1.355 (14)	C25—C26	1.363 (5)
N1B—C1B	1.393 (14)	C25—H25A	0.9300
N1B—C22B	1.457 (15)	C26—C27	1.375 (5)
N2B—C15B	1.364 (13)	C27—C28	1.369 (5)
N2B—C20B	1.427 (14)	C27—H27A	0.9300
N2B—C18B	1.492 (15)	C28—H28A	0.9300

C1B—C2B	1.315 (14)	O1W—H1W1	0.9377
C1B—C6B	1.442 (15)	O1W—H2W1	0.9007
C2B—C3B	1.287 (15)		
C9A—N1A—C1A	124.0 (4)	C7B—C6B—C1B	120.0 (17)
C9A—N1A—C22A	119.6 (5)	C5B—C6B—C1B	116.2 (15)
C1A—N1A—C22A	116.4 (5)	C8B—C7B—C6B	118.4 (18)
C15A—N2A—C18A	121.2 (3)	C8B—C7B—H7BA	120.8
C15A—N2A—C20A	121.6 (3)	C6B—C7B—H7BA	120.8
C18A—N2A—C20A	116.8 (3)	C7B—C8B—C9B	122.1 (18)
C2A—C1A—N1A	122.2 (5)	C7B—C8B—H8BA	118.9
C2A—C1A—C6A	120.5 (5)	C9B—C8B—H8BA	118.9
N1A—C1A—C6A	117.2 (4)	N1B—C9B—C8B	118.3 (16)
C3A—C2A—C1A	118.0 (4)	N1B—C9B—C10B	119.8 (17)
C3A—C2A—H2AA	121.0	C8B—C9B—C10B	120.7 (17)
C1A—C2A—H2AA	121.0	C11B—C10B—C9B	122 (2)
C2A—C3A—C4A	123.2 (5)	C11B—C10B—H10B	119.0
C2A—C3A—H3AA	118.4	C9B—C10B—H10B	119.0
C4A—C3A—H3AA	118.4	C10B—C11B—C12B	122 (2)
C5A—C4A—C3A	120.9 (5)	C10B—C11B—H11B	119.0
C5A—C4A—H4AA	119.6	C12B—C11B—H11B	119.0
C3A—C4A—H4AA	119.6	C17B—C12B—C13B	116.8 (16)
C4A—C5A—C6A	118.3 (5)	C17B—C12B—C11B	123.5 (18)
C4A—C5A—H5AA	120.8	C13B—C12B—C11B	117.1 (18)
C6A—C5A—H5AA	120.8	C14B—C13B—C12B	123.1 (17)
C7A—C6A—C1A	119.2 (5)	C14B—C13B—H13B	118.5
C7A—C6A—C5A	121.7 (5)	C12B—C13B—H13B	118.5
C1A—C6A—C5A	119.0 (4)	C13B—C14B—C15B	120.6 (15)
C8A—C7A—C6A	120.8 (5)	C13B—C14B—H14B	119.7
C8A—C7A—H7AA	119.6	C15B—C14B—H14B	119.7
C6A—C7A—H7AA	119.6	N2B—C15B—C16B	125.0 (13)
C7A—C8A—C9A	121.4 (6)	N2B—C15B—C14B	119.3 (12)
C7A—C8A—H8AA	119.3	C16B—C15B—C14B	115.0 (13)
C9A—C8A—H8AA	119.3	C17B—C16B—C15B	122.3 (16)
N1A—C9A—C8A	117.1 (5)	C17B—C16B—H16B	118.8
N1A—C9A—C10A	121.5 (5)	C15B—C16B—H16B	118.8
C8A—C9A—C10A	121.4 (5)	C16B—C17B—C12B	120.8 (17)
C11A—C10A—C9A	124.8 (5)	C16B—C17B—H17B	119.6
C11A—C10A—H10A	117.6	C12B—C17B—H17B	119.6
C9A—C10A—H10A	117.6	C19B—C18B—N2B	117.3 (18)
C10A—C11A—C12A	128.2 (5)	C19B—C18B—H18C	108.0
C10A—C11A—H11A	115.9	N2B—C18B—H18C	108.0
C12A—C11A—H11A	115.9	C19B—C18B—H18D	108.0
C17A—C12A—C13A	115.7 (5)	N2B—C18B—H18D	108.0
C17A—C12A—C11A	124.6 (5)	H18C—C18B—H18D	107.2
C13A—C12A—C11A	119.5 (5)	C18B—C19B—H19D	109.5
C14A—C13A—C12A	121.9 (4)	C18B—C19B—H19E	109.5
C14A—C13A—H13A	119.0	H19D—C19B—H19E	109.5
C12A—C13A—H13A	119.0	C18B—C19B—H19F	109.5

C13A—C14A—C15A	121.7 (4)	H19D—C19B—H19F	109.5
C13A—C14A—H14A	119.1	H19E—C19B—H19F	109.5
C15A—C14A—H14A	119.1	N2B—C20B—C21B	122.3 (15)
N2A—C15A—C16A	122.5 (3)	N2B—C20B—H20C	106.8
N2A—C15A—C14A	121.5 (4)	C21B—C20B—H20C	106.8
C16A—C15A—C14A	115.9 (4)	N2B—C20B—H20D	106.8
C17A—C16A—C15A	121.2 (4)	C21B—C20B—H20D	106.8
C17A—C16A—H16A	119.4	H20C—C20B—H20D	106.6
C15A—C16A—H16A	119.4	C20B—C21B—H21D	109.5
C16A—C17A—C12A	123.3 (5)	C20B—C21B—H21E	109.5
C16A—C17A—H17A	118.3	H21D—C21B—H21E	109.5
C12A—C17A—H17A	118.3	C20B—C21B—H21F	109.5
N2A—C18A—C19A	117.0 (4)	H21D—C21B—H21F	109.5
N2A—C18A—H18A	108.0	H21E—C21B—H21F	109.5
C19A—C18A—H18A	108.0	N1B—C22B—H22D	109.5
N2A—C18A—H18B	108.0	N1B—C22B—H22E	109.5
C19A—C18A—H18B	108.0	H22D—C22B—H22E	109.5
H18A—C18A—H18B	107.3	N1B—C22B—H22F	109.5
N2A—C20A—C21A	112.5 (4)	H22D—C22B—H22F	109.5
N2A—C20A—H20A	109.1	H22E—C22B—H22F	109.5
C21A—C20A—H20A	109.1	O3—S1—O1	114.07 (15)
N2A—C20A—H20B	109.1	O3—S1—O2	114.35 (15)
C21A—C20A—H20B	109.1	O1—S1—O2	111.62 (14)
H20A—C20A—H20B	107.8	O3—S1—C23	106.58 (13)
C9B—N1B—C1B	121.5 (16)	O1—S1—C23	104.45 (14)
C9B—N1B—C22B	120.5 (17)	O2—S1—C23	104.65 (14)
C1B—N1B—C22B	117.9 (17)	C24—C23—C28	119.3 (3)
C15B—N2B—C20B	123.2 (11)	C24—C23—S1	121.7 (2)
C15B—N2B—C18B	120.8 (13)	C28—C23—S1	119.0 (2)
C20B—N2B—C18B	115.2 (13)	C23—C24—C25	120.5 (3)
C2B—C1B—N1B	132.0 (17)	C23—C24—H24A	119.8
C2B—C1B—C6B	110.3 (15)	C25—C24—H24A	119.8
N1B—C1B—C6B	117.7 (15)	C26—C25—C24	117.8 (3)
C3B—C2B—C1B	139.7 (18)	C26—C25—H25A	121.1
C3B—C2B—H2BA	110.1	C24—C25—H25A	121.1
C1B—C2B—H2BA	110.1	C25—C26—F1	118.2 (3)
C2B—C3B—C4B	110.3 (17)	C25—C26—C27	123.6 (3)
C2B—C3B—H3BA	124.8	F1—C26—C27	118.2 (3)
C4B—C3B—H3BA	124.8	C28—C27—C26	118.3 (3)
C5B—C4B—C3B	119.2 (18)	C28—C27—H27A	120.9
C5B—C4B—H4BA	120.4	C26—C27—H27A	120.9
C3B—C4B—H4BA	120.4	C27—C28—C23	120.6 (3)
C4B—C5B—C6B	123.7 (18)	C27—C28—H28A	119.7
C4B—C5B—H5BA	118.1	C23—C28—H28A	119.7
C6B—C5B—H5BA	118.1	H1W1—O1W—H2W1	112.6
C7B—C6B—C5B	122.4 (18)		
C9A—N1A—C1A—C2A	-174.4 (9)	C3B—C4B—C5B—C6B	-3 (5)
C22A—N1A—C1A—C2A	4.2 (11)	C4B—C5B—C6B—C7B	-171 (4)



C9A—N1A—C1A—C6A	2.9 (14)	C4B—C5B—C6B—C1B	-4 (6)
C22A—N1A—C1A—C6A	-178.4 (8)	C2B—C1B—C6B—C7B	174 (4)
N1A—C1A—C2A—C3A	179.9 (7)	N1B—C1B—C6B—C7B	-8 (6)
C6A—C1A—C2A—C3A	2.6 (8)	C2B—C1B—C6B—C5B	7 (4)
C1A—C2A—C3A—C4A	-0.8 (8)	N1B—C1B—C6B—C5B	-175 (4)
C2A—C3A—C4A—C5A	-1.3 (10)	C5B—C6B—C7B—C8B	179 (4)
C3A—C4A—C5A—C6A	1.3 (11)	C1B—C6B—C7B—C8B	13 (6)
C2A—C1A—C6A—C7A	178.2 (8)	C6B—C7B—C8B—C9B	-5 (6)
N1A—C1A—C6A—C7A	0.8 (13)	C1B—N1B—C9B—C8B	13 (7)
C2A—C1A—C6A—C5A	-2.6 (12)	C22B—N1B—C9B—C8B	-171 (4)
N1A—C1A—C6A—C5A	-180.0 (9)	C1B—N1B—C9B—C10B	-179 (4)
C4A—C5A—C6A—C7A	179.7 (9)	C22B—N1B—C9B—C10B	-3 (7)
C4A—C5A—C6A—C1A	0.6 (13)	C7B—C8B—C9B—N1B	-8 (7)
C1A—C6A—C7A—C8A	-2.4 (16)	C7B—C8B—C9B—C10B	-176 (4)
C5A—C6A—C7A—C8A	178.4 (10)	N1B—C9B—C10B—C11B	-171 (4)
C6A—C7A—C8A—C9A	0.5 (16)	C8B—C9B—C10B—C11B	-4 (7)
C1A—N1A—C9A—C8A	-4.8 (17)	C9B—C10B—C11B—C12B	-178 (4)
C22A—N1A—C9A—C8A	176.6 (10)	C10B—C11B—C12B—C17B	-13 (7)
C1A—N1A—C9A—C10A	175.2 (10)	C10B—C11B—C12B—C13B	-174 (4)
C22A—N1A—C9A—C10A	-3.4 (17)	C17B—C12B—C13B—C14B	7 (6)
C7A—C8A—C9A—N1A	3.1 (17)	C11B—C12B—C13B—C14B	169 (3)
C7A—C8A—C9A—C10A	-177.0 (10)	C12B—C13B—C14B—C15B	4 (4)
N1A—C9A—C10A—C11A	-175.9 (11)	C20B—N2B—C15B—C16B	-171.0 (17)
C8A—C9A—C10A—C11A	4.1 (18)	C18B—N2B—C15B—C16B	-2 (3)
C9A—C10A—C11A—C12A	174.7 (11)	C20B—N2B—C15B—C14B	0 (2)
C10A—C11A—C12A—C17A	2.7 (17)	C18B—N2B—C15B—C14B	169.3 (17)
C10A—C11A—C12A—C13A	178.3 (10)	C13B—C14B—C15B—N2B	179.4 (19)
C17A—C12A—C13A—C14A	-0.4 (13)	C13B—C14B—C15B—C16B	-9 (3)
C11A—C12A—C13A—C14A	-176.4 (8)	N2B—C15B—C16B—C17B	175 (2)
C12A—C13A—C14A—C15A	1.5 (10)	C14B—C15B—C16B—C17B	3 (3)
C18A—N2A—C15A—C16A	-7.2 (7)	C15B—C16B—C17B—C12B	7 (4)
C20A—N2A—C15A—C16A	179.8 (5)	C13B—C12B—C17B—C16B	-12 (6)
C18A—N2A—C15A—C14A	175.7 (5)	C11B—C12B—C17B—C16B	-173 (3)
C20A—N2A—C15A—C14A	2.6 (7)	C15B—N2B—C18B—C19B	95 (2)
C13A—C14A—C15A—N2A	173.8 (5)	C20B—N2B—C18B—C19B	-95 (2)
C13A—C14A—C15A—C16A	-3.5 (8)	C15B—N2B—C20B—C21B	-82 (2)
N2A—C15A—C16A—C17A	-172.5 (5)	C18B—N2B—C20B—C21B	108 (2)
C14A—C15A—C16A—C17A	4.8 (8)	O3—S1—C23—C24	-89.9 (2)
C15A—C16A—C17A—C12A	-4.1 (11)	O1—S1—C23—C24	149.0 (2)
C13A—C12A—C17A—C16A	1.7 (13)	O2—S1—C23—C24	31.6 (3)
C11A—C12A—C17A—C16A	177.4 (8)	O3—S1—C23—C28	87.8 (3)
C15A—N2A—C18A—C19A	-78.4 (6)	O1—S1—C23—C28	-33.3 (3)
C20A—N2A—C18A—C19A	95.0 (5)	O2—S1—C23—C28	-150.7 (2)
C15A—N2A—C20A—C21A	78.1 (6)	C28—C23—C24—C25	0.2 (4)
C18A—N2A—C20A—C21A	-95.3 (5)	S1—C23—C24—C25	178.0 (2)
C9B—N1B—C1B—C2B	172 (3)	C23—C24—C25—C26	-0.2 (4)
C22B—N1B—C1B—C2B	-3 (5)	C24—C25—C26—F1	-179.2 (2)
C9B—N1B—C1B—C6B	-6 (6)	C24—C25—C26—C27	-0.2 (5)
C22B—N1B—C1B—C6B	179 (3)	C25—C26—C27—C28	0.6 (5)

N1B—C1B—C2B—C3B	179 (3)	F1—C26—C27—C28	179.5 (3)
C6B—C1B—C2B—C3B	-3 (2)	C26—C27—C28—C23	-0.5 (5)
C1B—C2B—C3B—C4B	-4.1 (16)	C24—C23—C28—C27	0.1 (4)
C2B—C3B—C4B—C5B	6 (3)	S1—C23—C28—C27	-177.7 (3)

Hydrogen-bond geometry (Å, °)

<i>D</i> —H... <i>A</i>	<i>D</i> —H	H... <i>A</i>	<i>D</i> ... <i>A</i>	<i>D</i> —H... <i>A</i>
O1 <i>W</i> —H1 <i>W</i> 1...O1	0.94	1.95	2.872 (4)	168
O1 <i>W</i> —H2 <i>W</i> 1...O2 <sup>i</sup>	0.90	2.09	2.909 (4)	151
C20 <i>A</i> —H20 <i>B</i> ...F1 <sup>ii</sup>	0.97	2.50	3.471 (6)	179
C25—H25 <i>A</i> ...O1 <i>W</i> <sup>iii</sup>	0.93	2.43	3.341 (4)	167

Symmetry codes: (i)  $-x+1, y+1/2, -z+3/2$ ; (ii)  $-x, y+3/2, -z+3/2$ ; (iii)  $x, y-1, z$ .

Acta Crystallographica Section E

Structure Reports

Online

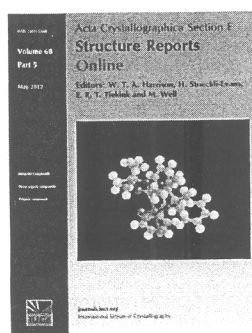
ISSN 1600-5368

## (E)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolin-1-ium 4-chlorobenzenesulfonate monohydrate

Suchada Chantrapromma, Narissara Kaewmanee, Nawong Boonnak,  
Ching Kheng Quah and Hoong-Kun Fun

Acta Cryst. (2014). E70, o395–o396

This open-access article is distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Licence <http://creativecommons.org/licenses/by/2.0/uk/legalcode>, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original authors and source are cited.



*Acta Crystallographica Section E: Structure Reports Online* is the IUCr's highly popular open-access structural journal. It provides a simple and easily accessible publication mechanism for the growing number of inorganic, metal-organic and organic crystal structure determinations. The electronic submission, validation, refereeing and publication facilities of the journal ensure very rapid and high-quality publication, whilst key indicators and validation reports provide measures of structural reliability. The average publication time is less than one month. Articles are published in a short-format style with enhanced supplementary materials. Each publication consists of a complete package – the published article, HTML and PDF supplements, CIF, structure factors, graphics, and any other submitted supplementary files.

Crystallography Journals Online is available from [journals.iucr.org](http://journals.iucr.org)

**(E)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolin-1-ium 4-chlorobenzenesulfonate monohydrate**Suchada Chantrapromma,<sup>a,\*</sup> Narissara Kaewmanee,<sup>a</sup> Nawong Boonnak,<sup>b</sup> Ching Kheng Quah<sup>c</sup> and Hoong-Kun Fun<sup>c</sup><sup>a</sup>Department of Chemistry, Faculty of Science, Prince of Songkla University, Hat-Yai, Songkhla 90112, Thailand, <sup>b</sup>Faculty of Traditional Thai Medicine, Prince of Songkla University, Hat-Yai, Songkhla 90112, Thailand, and <sup>c</sup>X-ray Crystallography Unit, School of Physics, Universiti Sains Malaysia, 11800 USM, Penang, Malaysia  
Correspondence e-mail: suchada.c@psu.ac.th

Received 3 February 2014; accepted 14 February 2014

Key indicators: single-crystal X-ray study;  $T = 100$  K; mean  $\sigma(\text{C}-\text{C}) = 0.007$  Å; disorder in main residue;  $R$  factor = 0.076;  $wR$  factor = 0.201; data-to-parameter ratio = 15.1.

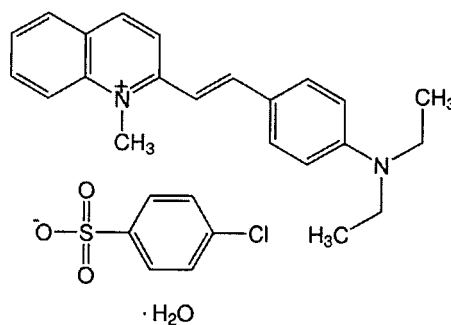
The asymmetric unit of the title hydrated salt,  $\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}_2^+ \cdot \text{C}_6\text{H}_4\text{ClO}_3\text{S}^- \cdot \text{H}_2\text{O}$ , comprises two 2-[4-(diethylamino)styryl]-1-methylquinolin-1-ium cations, two 4-chlorobenzenesulfonate anions and two solvent water molecules. One ethyl group of both cations displays disorder over two positions in a 0.659 (2):0.341 (2) ratio in one molecule and in a 0.501 (2):0.499 (2) ratio in the other. The sulfonate group of one anion is also disordered over two positions in a 0.893 (7):0.107 (7) ratio. The dihedral angle between the mean plane of the quinolinium ring system and that of benzene ring is  $10.57$  (18)° in one cation and  $14.4$  (2)° in the other. In the crystal, cations, anions and water molecules are linked into chains along the [010] direction by  $\text{O}-\text{H} \cdots \text{O}_{\text{sulfonate}}$  hydrogen bonds, together with weak  $\text{C}-\text{H} \cdots \text{O}_{\text{sulfonate}}$  and  $\text{C}-\text{H} \cdots \text{Cl}$  interactions. The cations are stacked by  $\pi-\pi$  interactions, with centroid-centroid distances in the range  $3.675$  (2)– $4.162$  (3) Å.

**Related literature**

For standard bond lengths, see: Allen *et al.* (1987). For background to and applications of quaternary ammonium compounds, see: Barchéath *et al.* (2005); Chanawanno *et al.* (2010*a,b*); Bolden *et al.* (2013). For related structures, see: Chantrapromma *et al.* (2012); Fun, Kaewmanee *et al.* (2011, 2013); Kaewmanee *et al.* (2010). For the stability of the temperature controller used in the data collection, see: Cosier & Glazer (1986).

\* Thomson Reuters ResearcherID: A-5085-2009.

§ Additional correspondence author, e-mail: hkfun@usm.my. Thomson Reuters ResearcherID: A-3561-2009.

**Experimental***Crystal data* $\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}_2^+ \cdot \text{C}_6\text{H}_4\text{ClO}_3\text{S}^- \cdot \text{H}_2\text{O}$   
 $M_r = 527.07$   
Monoclinic,  $P2_1/c$   
 $a = 25.814$  (4) Å  
 $b = 10.5563$  (16) Å  
 $c = 20.333$  (3) Å  
 $\beta = 110.883$  (2)° $V = 5176.8$  (14) Å<sup>3</sup>  
 $Z = 8$   
Mo  $K\alpha$  radiation  
 $\mu = 0.27$  mm<sup>-1</sup>  
 $T = 100$  K  
 $0.31 \times 0.19 \times 0.15$  mm*Data collection*Bruker SMART APEXII DUO  
CCD area-detector  
diffractometer  
Absorption correction: multi-scan  
(SADABS; Bruker, 2009)  
 $T_{\text{min}} = 0.923$ ,  $T_{\text{max}} = 0.961$ 28821 measured reflections  
10657 independent reflections  
6269 reflections with  $I > 2\sigma(I)$   
 $R_{\text{int}} = 0.064$ *Refinement* $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.076$   
 $wR(F^2) = 0.201$   
 $S = 1.04$   
10657 reflections708 parameters  
H-atom parameters constrained  
 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0.61$  e Å<sup>-3</sup>  
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0.43$  e Å<sup>-3</sup>**Table 1**  
Hydrogen-bond geometry (Å, °).

D—H...A	D—H	H...A	D...A	D—H...A
O1WB—H1WB...O1B <sup>i</sup>	0.85	2.36	2.815 (7)	114
O1WB—H2WB...O2B <sup>ii</sup>	0.83	2.12	2.953 (7)	177
O1WA—H1WA...O2A <sup>iii</sup>	0.84	2.07	2.891 (5)	166
O1WA—H2WA...O1A	0.76	2.10	2.844 (4)	169
C8A—H8AA...O3A <sup>iv</sup>	0.93	2.54	3.146 (5)	123
C2B—H2BA...O3B <sup>v</sup>	0.93	2.57	3.314 (7)	137
C11B—H11B...O1B <sup>vi</sup>	0.93	2.41	3.237 (6)	148
C18Y—H18E...C11A <sup>vii</sup>	0.97	2.72	3.673 (19)	169
C19B—H19D...C11B <sup>viii</sup>	0.96	2.73	3.531 (14)	142
C22B—H22D...O2B <sup>viii</sup>	0.96	2.55	3.259 (7)	131
C25A—H25A...O3A <sup>ii</sup>	0.93	2.56	3.359 (5)	144

Symmetry codes: (i)  $x + 1, y, z$ ; (ii)  $-x + 1, y - \frac{1}{2}, -z + \frac{1}{2}$ ; (iii)  $-x + 1, y + \frac{1}{2}, -z + \frac{1}{2}$ ; (iv)  $-x + 1, -y + 1, -z$ ; (v)  $x + 1, y, z + 1$ ; (vi)  $x + 1, -y + \frac{1}{2}, z + \frac{1}{2}$ ; (vii)  $-x + 1, -y, -z + 1$ ; (viii)  $-x + 1, y - \frac{1}{2}, -z + \frac{1}{2}$ .

Data collection: APEX2 (Bruker, 2009); cell refinement: APEX2; data reduction: SAINT (Bruker, 2009); program(s) used to solve structure: SHELXTL (Sheldrick, 2008); program(s) used to refine structure: SHELXTL; molecular graphics: SHELXTL; software used to prepare material for publication: SHELXTL, PLATON (Spek, 2009), Mercury (Macrae *et al.*, 2008) and publCIF (Westrip, 2010).

The authors thank the Prince of Songkla University for a research grant. An antibacterial assay by Dr Teerasak

Anantapong, Department of Biotechnology, Faculty of Agro-Industry, Prince of Songkla University, is gratefully acknowledged. The authors extend their appreciation to the Universiti Sains Malaysia for the APEX DE2012 grant No. 1002/PFIZIK/910323.

Supporting information for this paper is available from the IUCr electronic archives (Reference: SJ5390).

## References

- Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G., Brammer, L., Orpen, A. G. & Taylor, R. (1987). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. S1–S19.
- Barchéath, S. D., Tawatao, R. I., Corr, M., Carson, D. A. & Cottam, H. B. (2005). *Bioorg. Med. Chem. Lett.* **15**, 1785–1788.
- Bolden, S. Jr, Zhu, X. Y., Etukala, J. R., Boateng, C., Mazu, T., Flores-Rozas, H., Jacob, M. R., Khan, S. I., Walker, L. A. & Ablordeppey, S. Y. (2013). *Eur. J. Med. Chem.* **70**, 130–142.
- Bruker (2009). *APEX2, SAINT and SADABS*. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA.
- Chanawanno, K., Chantrapromma, S., Anantapong, T. & Kanjana-Opas, A. (2010a). *Lat. Am. J. Pharm.* **29**, 1166–1170.
- Chanawanno, K., Chantrapromma, S., Anantapong, T., Kanjana-Opas, A. & Fun, H.-K. (2010b). *Eur. J. Med. Chem.* **45**, 4199–4208.
- Chantrapromma, S., Kaewmanee, N., Boonnak, N., Anantapong, T. & Fun, H.-K. (2012). *Acta Cryst. E68*, o2728–o2729.
- Cosier, J. & Glazer, A. M. (1986). *J. Appl. Cryst.* **19**, 105–107.
- Fun, H.-K., Kaewmanee, N., Chanawanno, K., Boonnak, N. & Chantrapromma, S. (2013). *Acta Cryst. E69*, o1510–o1511.
- Fun, H.-K., Kaewmanee, N., Chanawanno, K. & Chantrapromma, S. (2011). *Acta Cryst. E67*, o593–o594.
- Kaewmanee, N., Chanawanno, K., Chantrapromma, S. & Fun, H.-K. (2010). *Acta Cryst. E66*, o2639–o2640.
- Macrae, C. F., Bruno, I. J., Chisholm, J. A., Edgington, P. R., McCabe, P., Pidcock, E., Rodriguez-Monge, L., Taylor, R., van de Streek, J. & Wood, P. A. (2008). *J. Appl. Cryst.* **41**, 466–470.
- Sheldrick, G. M. (2008). *Acta Cryst. A64*, 112–122.
- Spek, A. L. (2009). *Acta Cryst. D65*, 148–155.
- Westrip, S. P. (2010). *J. Appl. Cryst.* **43**, 920–925.

## supplementary materials

*Acta Cryst.* (2014). E70, o395–o396 [doi:10.1107/S1600536814004577]

**(E)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolin-1-ium 4-chlorobenzene-sulfonate monohydrate**

Suchada Chantrapromma, Narissara Kaewmanee, Nawong Boonnak, Ching Kheng Quah and Hoong-Kun Fun

### 1. Comment

The bioactivity of compounds containing the quinolinium chemophore has been the subject of a number of reports (Barchéath *et al.*, 2005; Chanawanno *et al.*, 2010a, 2010b and Bolden *et al.*, 2013). The title quinolinium derivative (I) was synthesized and tested for antibacterial activities against gram positive bacteria including *Bacillus subtilis*, *Enterococcus faecalis*, *Staphylococcus aureus*, Methicillin-Resistant *Staphylococcus aureus* and Vancomycin-Resistant *Enterococcus faecalis*, and gram negative bacteria including *Pseudomonas aeruginosa*, *Shigella sonnei* and *Salmonella typhi*. Our antibacterial assay has shown that (I) is strongly active against *B. subtilis* and *P. aeruginosa* with a minimum inhibition concentration (MIC) of 9.37 µg/ml for both strains. In addition (I) also showed moderate activity against *E. faecalis* with an MIC value of 37.5 µg/ml. Herein the crystal structure of (I) is reported.

The asymmetric unit of the title compound (I) (Fig. 1) consists of two C<sub>22</sub>H<sub>25</sub>N<sub>2</sub><sup>+</sup> cations, two C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>ClO<sub>3</sub>S<sup>-</sup> anions and two solvent H<sub>2</sub>O molecules [the two molecules are denoted as molecules *A* and *B*]. One ethyl unit of diethylamino group of both cation molecules displays disorder over two positions with refined site occupancy ratios of 0.659 (2):0.341 (2) and 0.501 (2):0.499 (2) for molecules *A* and *B*, respectively. The sulfonate group of the anion *B* also shows disorder over two positions with a refined site occupancy ratio of 0.893 (7):0.107 (7). The cations exist in the *E* configuration with respect to the C10=C11 double bond [1.343 (6) Å] and the torsion angle is C9–C10–C11–C12 of 174.6 (4)° for molecule *A* [the corresponding values are 1.324 (6) Å and -172.5 (4)° for molecule *B*]. The C1–C9/N1 quinolinium ring system is essentially planar with *r.m.s.* deviations of 0.0293 (4) and 0.0198 (5) Å for molecules *A* and *B*, respectively. The dihedral angle between the mean-plane of the quinolinium ring system and that of C12–C17 benzene ring is 10.57 (18) and 14.4 (2)° for molecules *A* and *B*, respectively. The disorder of the ethyl groups in each cation result in the diethylamino substituents having two different configurations in which the two ethyl groups either point away from one another (Fig. 1 and Fig. 2), or towards one another (Fig. 1 and Fig. 3). The diethylamino substituents also deviate from the planes of the benzene rings to which they are attached as indicated by the torsion angles C15A–N2A–C18A–C19A = -84.1 (7)° and C15A–N2A–C20A–C21A = -96.3 (8)° (major component *A*) and C15A–N2A–C20X–C21X = 100.0 (11)° (minor component *X*). In molecule *B*, the torsion angles C15B–N2B–C20B–C21B = 79.0 (8)° and C15B–N2B–C18B–C19B = -83.7 (10)° (major component *B*) and C15B–N2B–C18Y–C19Y = 112.6 (10)° (minor component *Y*). The bond lengths are in normal ranges (Allen *et al.*, 1987) and comparable to those found in some closely related structures (Chantrapromma *et al.*, 2012; Fun, Kaewmanee *et al.*, 2011, 2013 and Kaewmanee *et al.*, 2010).

In the crystal packing, the cations, anions and water molecules are linked into chains along the [0 1 0] direction by O—H...O<sub>sulfonate</sub> hydrogen bonds together with weak C—H...O<sub>sulfonate</sub> and C—H...Cl interactions (Fig. 4 and Table 1). The cations are stacked through π–π interactions with the centroid distances Cg<sub>1</sub>...Cg<sub>1</sub><sup>iv</sup> = 3.675 (2) Å, Cg<sub>1</sub>...Cg<sub>2</sub><sup>iv</sup> = 4.106 (3)

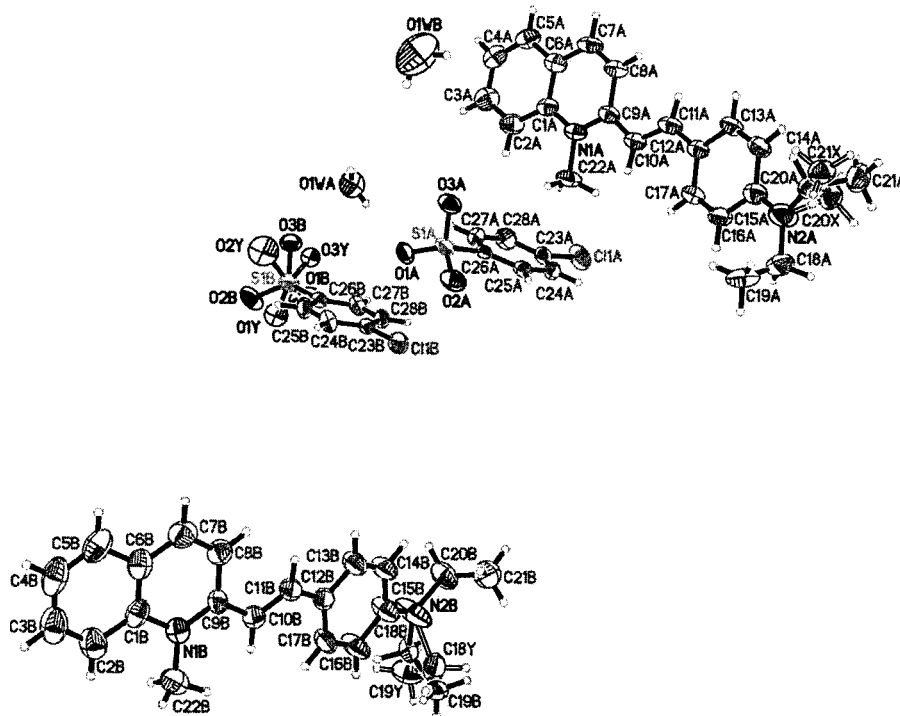
$\text{Å}$ ,  $\text{Cg}_1 \cdots \text{Cg}_3^{\text{ix}} = 4.018 (3) \text{ Å}$ ,  $\text{Cg}_{16} \cdots \text{Cg}_{16}^{\text{x}} = 3.687 (3) \text{ Å}$ ,  $\text{Cg}_{16} \cdots \text{Cg}_{17}^{\text{x}} = 3.714 (3) \text{ Å}$  and  $\text{Cg}_{16} \cdots \text{Cg}_{18}^{\text{xi}} = 4.162 (3) \text{ Å}$  [symmetry codes are as in in Table 1 and (ix) = 1-x, -y, -z; (x) = 2-x, 2-y, 2-z and (xi) = 2-x, 1-y, 2-z];  $\text{Cg}_1$ ,  $\text{Cg}_2$ ,  $\text{Cg}_3$ ,  $\text{Cg}_{16}$ ,  $\text{Cg}_{17}$  and  $\text{Cg}_{18}$  are the centroids of the N1A/C1A/C6A–C9A, C1A–C6A, C12A–C17A, N1B/C1B/C6B–C9B, C1B–C6B and C12B–C17B rings, respectively. Fig. 5 shows these  $\pi \cdots \pi$  interactions only for the major disorder components.

## 2. Experimental

The title compound was prepared by stirring silver (I) 4-chlorobenzenesulfonate (0.95 g, 3.16 mmol) and (*E*)-2-(4-(diethylamino)styryl)-1-methylquinolinium iodide (1.44 g, 3.16 mmol) in methanol (100 ml) for ca. 0.5 h. The precipitate of silver iodide which formed was filtered out and the filtrate was evaporated to give the title compound as a brown solid. Brown block-shaped single crystals of the title compound suitable for X-ray structure determination was recrystallized from ethanol by slow evaporation at room temperature over a few weeks, Mp. 471–473 K.

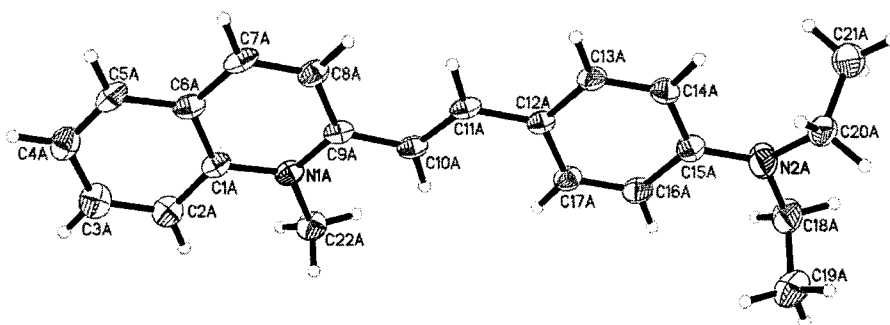
## 3. Refinement

All H atoms were positioned geometrically and allowed to ride on their parent atoms with  $d(\text{O-H}) = 0.76\text{--}0.85 \text{ Å}$ ,  $d(\text{C-H}) = 0.93 \text{ Å}$  for aromatic and CH,  $0.97 \text{ Å}$  for  $\text{CH}_2$  and  $0.96 \text{ Å}$  for  $\text{CH}_3$  atoms. The  $U_{\text{iso}}$  values were constrained to be  $1.5U_{\text{eq}}$  of the carrier atom for water and methyl H atoms and  $1.2U_{\text{eq}}$  for the remaining H atoms. A rotating group model was used for the methyl groups. The two cations (molecules *A* and *B*) and one anion (molecule *B*) are disordered over two sites with refined site occupancies ratios of 0.659 (2):0.0341 (2), 0.501 (2):0.499 (2) and 0.893 (7):0.107 (7), respectively.



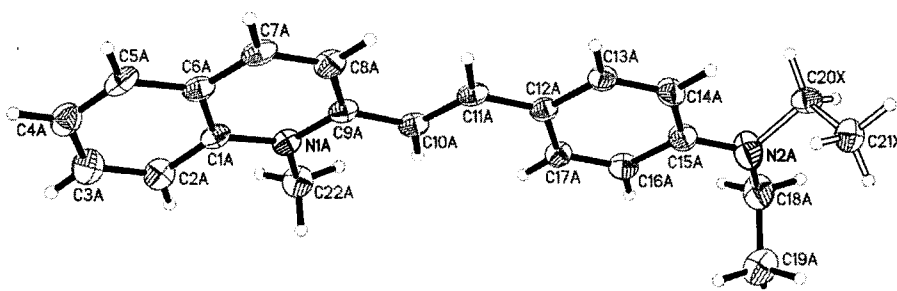
**Figure 1**

The asymmetric unit of (I) showing 40% probability displacement ellipsoids and the atom-numbering scheme. Open bonds show the minor disorder component.



**Figure 2**

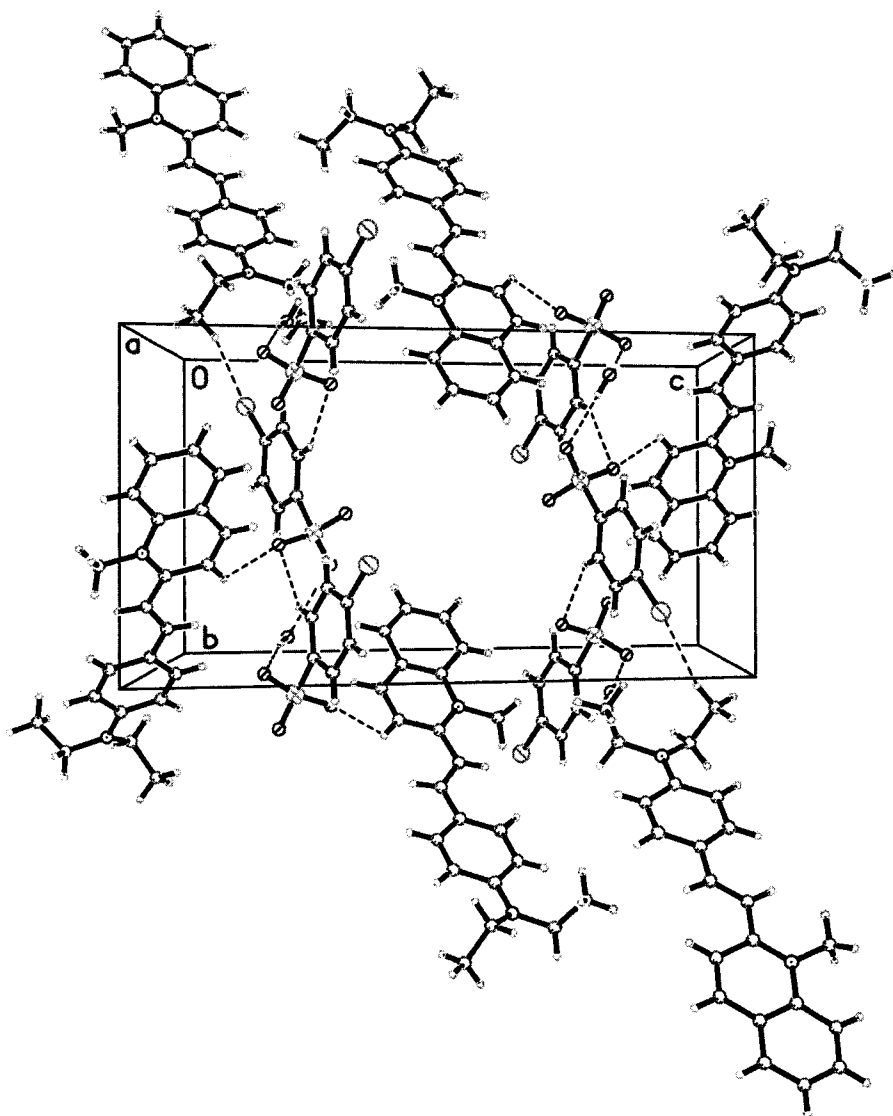
The molecular structure of the major component *A* showing the configuration of diethylamino group. Only cation *A* is shown.



**Figure 3**

The molecular structure of the minor component *X* showing the configuration of diethylamino group which differs from that of the major component *A*. Only cation *A* is shown.





**Figure 4**

The crystal packing of the major component viewed along the *a* axis showing chains running along the *b* axis. The O—H...O hydrogen bonds and weak C—H...O and C—H...Cl interactions are drawn as dashed lines.

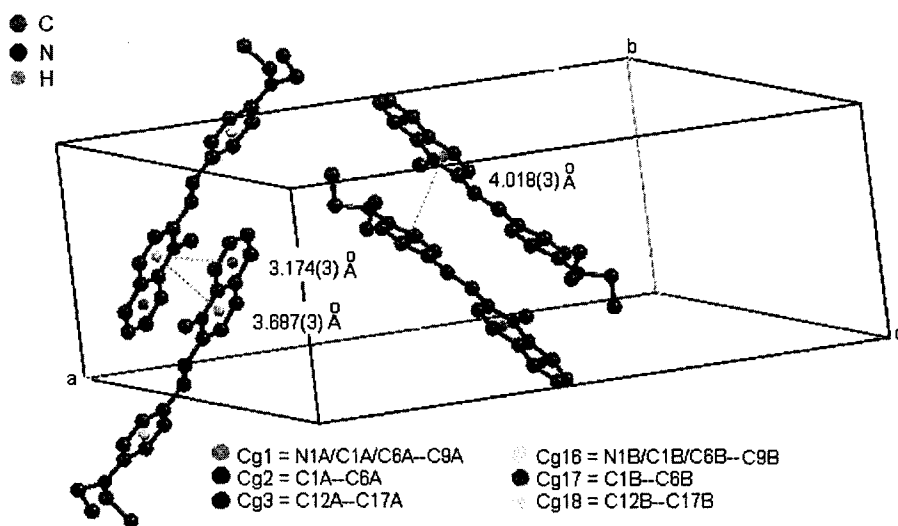


Figure 5

$\pi$ - $\pi$  interactions between the aromatic rings of the major disorder components of the cations.

**(E)-2-[4-(Diethylamino)styryl]-1-methylquinolin-1-ium 4-fluorobenzenesulfonate monohydrate**

*Crystal data*

$C_{22}H_{25}N_2^+ \cdot C_6H_4ClO_3S^- \cdot H_2O$

$M_r = 527.07$

Monoclinic,  $P2_1/c$

Hall symbol: -P 2ybc

$a = 25.814(4) \text{ \AA}$

$b = 10.5563(16) \text{ \AA}$

$c = 20.333(3) \text{ \AA}$

$\beta = 110.883(2)^\circ$

$V = 5176.8(14) \text{ \AA}^3$

$Z = 8$

$F(000) = 2224$

$D_x = 1.352 \text{ Mg m}^{-3}$

Melting point = 471–473 K

Mo  $K\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$

Cell parameters from 10657 reflections

$\theta = 2\text{--}26.5^\circ$

$\mu = 0.27 \text{ mm}^{-1}$

$T = 100 \text{ K}$

Block, brown

$0.31 \times 0.19 \times 0.15 \text{ mm}$

*Data collection*

Bruker SMART APEXII DUO CCD area-detector

diffractometer

Radiation source: fine-focus sealed tube

Graphite monochromator

$\varphi$  and  $\omega$  scans

Absorption correction: multi-scan

(*SADABS*; Bruker, 2009)

$T_{\min} = 0.923$ ,  $T_{\max} = 0.961$

28821 measured reflections

10657 independent reflections

6269 reflections with  $I > 2\sigma(I)$

$R_{\text{int}} = 0.064$

$\theta_{\max} = 26.5^\circ$ ,  $\theta_{\min} = 2.0^\circ$

$h = -30 \rightarrow 32$

$k = -13 \rightarrow 13$

$l = -25 \rightarrow 25$

*Refinement*

Refinement on  $F^2$

Least-squares matrix: full

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.076$

$wR(F^2) = 0.201$

$S = 1.04$

10657 reflections

708 parameters

0 restraints

Primary atom site location: structure-invariant direct methods

Secondary atom site location: difference Fourier map

Hydrogen site location: inferred from neighbouring sites

H-atom parameters constrained  
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0652P)^2 + 7.6849P]$   
 where  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$

$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.001$   
 $\Delta\rho_{\max} = 0.61 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$   
 $\Delta\rho_{\min} = -0.43 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$

*Special details*

**Experimental.** The crystal was placed in the cold stream of an Oxford Cryosystems Cobra open-flow nitrogen cryostat (Cosier & Glazer, 1986) operating at 100.0 (1) K.

**Geometry.** All esds (except the esd in the dihedral angle between two l.s. planes) are estimated using the full covariance matrix. The cell esds are taken into account individually in the estimation of esds in distances, angles and torsion angles; correlations between esds in cell parameters are only used when they are defined by crystal symmetry. An approximate (isotropic) treatment of cell esds is used for estimating esds involving l.s. planes.

**Refinement.** Refinement of  $F^2$  against ALL reflections. The weighted R-factor wR and goodness of fit S are based on  $F^2$ , conventional R-factors R are based on F, with F set to zero for negative  $F^2$ . The threshold expression of  $F^2 > 2\text{sigma}(F^2)$  is used only for calculating R-factors(gt) etc. and is not relevant to the choice of reflections for refinement. R-factors based on  $F^2$  are statistically about twice as large as those based on F, and R- factors based on ALL data will be even larger.

*Fractional atomic coordinates and isotropic or equivalent isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )*

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$	Occ. (<1)
Cl1A	0.27801 (5)	0.17454 (13)	0.13432 (7)	0.0684 (4)	
S1A	0.46207 (4)	0.58226 (11)	0.26409 (5)	0.0415 (3)	
O1A	0.43655 (13)	0.6836 (3)	0.29041 (14)	0.0512 (8)	
O2A	0.50670 (12)	0.5209 (3)	0.31975 (14)	0.0578 (9)	
O3A	0.47678 (12)	0.6192 (3)	0.20454 (14)	0.0538 (8)	
C23A	0.32927 (17)	0.2876 (4)	0.17242 (19)	0.0404 (10)	
C24A	0.38262 (17)	0.2482 (4)	0.2059 (2)	0.0411 (10)	
H24A	0.3915	0.1625	0.2090	0.049*	
C25A	0.42288 (17)	0.3380 (4)	0.23497 (18)	0.0388 (9)	
H25A	0.4594	0.3127	0.2578	0.047*	
C26A	0.40971 (14)	0.4651 (4)	0.23066 (16)	0.0311 (8)	
C27A	0.35560 (17)	0.5029 (4)	0.1966 (2)	0.0415 (10)	
H27A	0.3467	0.5886	0.1933	0.050*	
C28A	0.31469 (17)	0.4142 (5)	0.1674 (2)	0.0483 (11)	
H28A	0.2780	0.4389	0.1447	0.058*	
N1A	0.45312 (13)	0.3584 (3)	0.01622 (15)	0.0406 (8)	
N2A	0.7161 (2)	-0.2368 (5)	0.1056 (2)	0.0799 (15)	
C1A	0.41975 (15)	0.4623 (4)	-0.01354 (19)	0.0402 (10)	
C2A	0.39663 (18)	0.5404 (5)	0.0243 (2)	0.0529 (12)	
H2AA	0.4035	0.5240	0.0716	0.064*	
C3A	0.3643 (2)	0.6400 (5)	-0.0077 (3)	0.0632 (13)	
H3AA	0.3492	0.6909	0.0183	0.076*	
C4A	0.35306 (19)	0.6681 (5)	-0.0783 (3)	0.0570 (12)	
H4AA	0.3298	0.7354	-0.0995	0.068*	
C5A	0.37609 (17)	0.5973 (5)	-0.1160 (2)	0.0520 (12)	
H5AA	0.3695	0.6179	-0.1627	0.062*	
C6A	0.41001 (16)	0.4924 (4)	-0.0853 (2)	0.0443 (10)	
C7A	0.43683 (17)	0.4199 (5)	-0.12117 (19)	0.0489 (11)	
H7AA	0.4310	0.4386	-0.1680	0.059*	
C8A	0.47081 (18)	0.3236 (5)	-0.0897 (2)	0.0489 (11)	
H8AA	0.4885	0.2782	-0.1148	0.059*	
C9A	0.48013 (15)	0.2900 (4)	-0.01798 (18)	0.0388 (9)	

C10A	0.51864 (16)	0.1924 (4)	0.01698 (19)	0.0412 (10)	
H10A	0.5250	0.1775	0.0643	0.049*	
C11A	0.54617 (16)	0.1210 (4)	-0.01445 (19)	0.0435 (10)	
H11A	0.5367	0.1329	-0.0626	0.052*	
C12A	0.58865 (16)	0.0282 (4)	0.01772 (18)	0.0403 (10)	
C13A	0.61718 (17)	-0.0274 (4)	-0.02134 (19)	0.0460 (11)	
H13A	0.6074	-0.0054	-0.0685	0.055*	
C14A	0.65862 (19)	-0.1123 (5)	0.0065 (2)	0.0515 (12)	
H14A	0.6770	-0.1450	-0.0217	0.062*	
C15A	0.67463 (19)	-0.1524 (5)	0.0774 (2)	0.0515 (11)	
C16A	0.64536 (18)	-0.0960 (4)	0.1171 (2)	0.0488 (11)	
H16A	0.6543	-0.1190	0.1640	0.059*	
C17A	0.60460 (16)	-0.0093 (4)	0.08862 (19)	0.0443 (10)	
H17A	0.5868	0.0261	0.1167	0.053*	
C18A	0.7320 (2)	-0.2810 (5)	0.1780 (2)	0.0714 (15)	
H18A	0.7491	-0.3639	0.1819	0.086*	
H18B	0.6990	-0.2901	0.1899	0.086*	
C19A	0.7719 (2)	-0.1921 (6)	0.2300 (2)	0.0733 (16)	
H19A	0.7793	-0.2224	0.2770	0.110*	
H19B	0.7558	-0.1091	0.2251	0.110*	
H19C	0.8059	-0.1882	0.2209	0.110*	
C20A	0.7593 (5)	-0.2587 (10)	0.0703 (5)	0.056 (3)	0.66 (2)
H20A	0.7613	-0.1855	0.0424	0.067*	0.66 (2)
H20B	0.7957	-0.2733	0.1055	0.067*	0.66 (2)
C21A	0.7402 (4)	-0.3732 (10)	0.0241 (7)	0.075 (4)	0.66 (2)
H21A	0.7679	-0.3966	0.0050	0.113*	0.66 (2)
H21B	0.7061	-0.3541	-0.0137	0.113*	0.66 (2)
H21C	0.7343	-0.4422	0.0514	0.113*	0.66 (2)
C20X	0.7305 (7)	-0.3315 (18)	0.0610 (10)	0.049 (6)	0.34 (2)
H20C	0.7008	-0.3424	0.0159	0.059*	0.34 (2)
H20D	0.7401	-0.4128	0.0844	0.059*	0.34 (2)
C21X	0.7817 (9)	-0.265 (2)	0.0534 (10)	0.057 (5)	0.34 (2)
H21D	0.7937	-0.3111	0.0209	0.086*	0.34 (2)
H21E	0.8111	-0.2615	0.0984	0.086*	0.34 (2)
H21F	0.7718	-0.1801	0.0361	0.086*	0.34 (2)
C22A	0.45767 (19)	0.3216 (5)	0.0879 (2)	0.0559 (13)	
H22A	0.4675	0.2336	0.0953	0.084*	
H22B	0.4227	0.3352	0.0936	0.084*	
H22C	0.4857	0.3719	0.1216	0.084*	
C11B	0.22680 (5)	0.59222 (12)	0.37098 (6)	0.0612 (3)	
S1B	0.04143 (5)	1.00755 (13)	0.30263 (6)	0.0579 (3)	
O1B	-0.00922 (17)	0.9418 (5)	0.3027 (2)	0.0866 (18)	0.893 (7)
O2B	0.0603 (2)	1.0986 (4)	0.35813 (19)	0.0867 (19)	0.893 (7)
O3B	0.03461 (16)	1.0545 (4)	0.23477 (17)	0.0595 (13)	0.893 (7)
O1Y	0.0265 (16)	1.006 (4)	0.359 (2)	0.075 (11)*	0.107 (7)
O2Y	0.075 (2)	1.122 (5)	0.278 (3)	0.113 (17)*	0.107 (7)
O3Y	0.0062 (12)	0.977 (3)	0.2366 (14)	0.048 (9)*	0.107 (7)
C23B	0.17478 (17)	0.7065 (4)	0.35240 (19)	0.0402 (10)	
C24B	0.18873 (19)	0.8286 (5)	0.3746 (2)	0.0515 (11)	

H24B	0.2254	0.8500	0.3997	0.062*	
C25B	0.14773 (19)	0.9191 (4)	0.3592 (2)	0.0501 (11)	
H25B	0.1570	1.0021	0.3741	0.060*	
C26B	0.09301 (17)	0.8887 (4)	0.32205 (19)	0.0409 (10)	
C27B	0.08004 (18)	0.7646 (4)	0.3010 (2)	0.0474 (11)	
H27B	0.0433	0.7425	0.2763	0.057*	
C28B	0.12075 (18)	0.6726 (4)	0.3161 (2)	0.0449 (10)	
H28B	0.1117	0.5892	0.3018	0.054*	
N1B	1.03757 (14)	0.8261 (4)	1.05282 (18)	0.0477 (9)	
N2B	0.7638 (2)	0.2637 (6)	0.8629 (2)	0.100 (2)	
C1B	1.07121 (16)	0.9334 (4)	1.0564 (2)	0.0478 (11)	
C2B	1.0951 (2)	1.0019 (5)	1.1184 (3)	0.0644 (14)	
H2BA	1.0896	0.9767	1.1592	0.077*	
C3B	1.1261 (2)	1.1042 (6)	1.1192 (3)	0.0761 (16)	
H3BA	1.1421	1.1485	1.1611	0.091*	
C4B	1.1352 (2)	1.1459 (5)	1.0598 (4)	0.0747 (16)	
H4BA	1.1571	1.2170	1.0623	0.090*	
C5B	1.1124 (2)	1.0837 (5)	0.9981 (3)	0.0654 (14)	
H5BA	1.1185	1.1117	0.9581	0.079*	
C6B	1.07887 (18)	0.9748 (5)	0.9949 (3)	0.0537 (12)	
C7B	1.0522 (2)	0.9091 (5)	0.9319 (3)	0.0593 (13)	
H7BA	1.0571	0.9355	0.8909	0.071*	
C8B	1.01959 (19)	0.8085 (4)	0.9299 (2)	0.0533 (12)	
H8BA	1.0021	0.7671	0.8873	0.064*	
C9B	1.01126 (17)	0.7638 (4)	0.9921 (2)	0.0426 (10)	
C10B	0.97260 (17)	0.6636 (4)	0.9875 (2)	0.0447 (10)	
H10B	0.9677	0.6381	1.0287	0.054*	
C11B	0.94348 (18)	0.6051 (4)	0.9283 (2)	0.0486 (11)	
H11B	0.9526	0.6256	0.8893	0.058*	
C12B	0.89936 (17)	0.5137 (4)	0.9161 (2)	0.0441 (10)	
C13B	0.8711 (2)	0.4738 (5)	0.8474 (2)	0.0578 (13)	
H13B	0.8823	0.5046	0.8118	0.069*	
C14B	0.82772 (19)	0.3919 (5)	0.8300 (2)	0.0562 (13)	
H14B	0.8104	0.3683	0.7832	0.067*	
C15B	0.8085 (2)	0.3420 (5)	0.8811 (2)	0.0624 (14)	
C16B	0.8378 (2)	0.3800 (6)	0.9517 (2)	0.0713 (16)	
H16B	0.8274	0.3478	0.9878	0.086*	
C17B	0.88144 (19)	0.4641 (5)	0.9675 (2)	0.0527 (12)	
H17B	0.8994	0.4884	1.0141	0.063*	
C18B	0.7377 (4)	0.2303 (11)	0.9135 (6)	0.039 (4)	0.50 (2)
H18C	0.6995	0.2045	0.8896	0.047*	0.50 (2)
H18D	0.7385	0.3013	0.9441	0.047*	0.50 (2)
C19B	0.7729 (7)	0.1191 (16)	0.9558 (7)	0.059 (4)	0.50 (2)
H19D	0.7571	0.0886	0.9890	0.089*	0.50 (2)
H19E	0.8101	0.1476	0.9806	0.089*	0.50 (2)
H19F	0.7734	0.0519	0.9242	0.089*	0.50 (2)
C18Y	0.7654 (8)	0.1500 (17)	0.9252 (11)	0.073 (5)	0.50 (2)
H18E	0.7575	0.0654	0.9055	0.087*	0.50 (2)
H18F	0.7998	0.1505	0.9655	0.087*	0.50 (2)

C19Y	0.7197 (6)	0.2047 (14)	0.9404 (7)	0.081 (5)	0.50 (2)
H19G	0.7132	0.1565	0.9768	0.122*	0.50 (2)
H19H	0.6870	0.2033	0.8987	0.122*	0.50 (2)
H19I	0.7284	0.2906	0.9558	0.122*	0.50 (2)
C20B	0.7343 (2)	0.2220 (6)	0.7893 (2)	0.0650 (14)	
H20E	0.7304	0.2936	0.7580	0.078*	
H20F	0.6974	0.1936	0.7845	0.078*	
C21B	0.7635 (2)	0.1176 (6)	0.7675 (3)	0.0732 (15)	
H21G	0.7438	0.0970	0.7190	0.110*	
H21H	0.7652	0.0443	0.7961	0.110*	
H21I	0.8005	0.1442	0.7733	0.110*	
C22B	1.0325 (2)	0.7835 (5)	1.1179 (2)	0.0666 (14)	
H22D	1.0187	0.6982	1.1123	0.100*	
H22E	1.0071	0.8377	1.1296	0.100*	
H22F	1.0681	0.7865	1.1550	0.100*	
O1WA	0.40302 (13)	0.9141 (3)	0.21471 (18)	0.0667 (9)	
H1WB	0.9111	0.8460	0.2208	0.100*	
H2WB	0.9173	0.7813	0.1665	0.100*	
O1WB	0.9093 (2)	0.8517 (5)	0.1784 (3)	0.1310 (19)	
H1WA	0.4309	0.9315	0.2043	0.197*	
H2WA	0.4077	0.8524	0.2351	0.197*	

Atomic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )

	$U^{11}$	$U^{22}$	$U^{33}$	$U^{12}$	$U^{13}$	$U^{23}$
C11A	0.0795 (8)	0.0702 (9)	0.0648 (7)	-0.0410 (7)	0.0372 (6)	-0.0300 (7)
S1A	0.0496 (6)	0.0487 (7)	0.0280 (4)	-0.0144 (5)	0.0162 (4)	-0.0073 (4)
O1A	0.071 (2)	0.0453 (18)	0.0434 (15)	-0.0149 (16)	0.0283 (15)	-0.0155 (14)
O2A	0.0490 (17)	0.079 (2)	0.0356 (14)	-0.0096 (17)	0.0026 (13)	-0.0031 (15)
O3A	0.0645 (19)	0.065 (2)	0.0391 (15)	-0.0277 (17)	0.0270 (14)	-0.0083 (14)
C23A	0.053 (2)	0.038 (2)	0.0353 (19)	-0.017 (2)	0.0216 (18)	-0.0094 (18)
C24A	0.060 (3)	0.030 (2)	0.044 (2)	0.000 (2)	0.032 (2)	0.0002 (19)
C25A	0.047 (2)	0.043 (3)	0.0308 (18)	0.004 (2)	0.0203 (17)	0.0016 (18)
C26A	0.038 (2)	0.036 (2)	0.0213 (15)	-0.0057 (18)	0.0139 (14)	-0.0020 (15)
C27A	0.052 (2)	0.032 (2)	0.040 (2)	0.005 (2)	0.0160 (19)	0.0017 (18)
C28A	0.040 (2)	0.055 (3)	0.046 (2)	-0.002 (2)	0.0107 (19)	-0.006 (2)
N1A	0.0411 (18)	0.054 (2)	0.0299 (15)	-0.0039 (18)	0.0160 (14)	0.0051 (16)
N2A	0.099 (3)	0.095 (4)	0.047 (2)	0.049 (3)	0.027 (2)	0.018 (2)
C1A	0.035 (2)	0.048 (3)	0.0354 (19)	-0.010 (2)	0.0100 (16)	0.0043 (19)
C2A	0.050 (3)	0.064 (3)	0.051 (2)	-0.001 (3)	0.026 (2)	0.006 (2)
C3A	0.056 (3)	0.070 (4)	0.070 (3)	0.003 (3)	0.030 (3)	0.007 (3)
C4A	0.049 (3)	0.054 (3)	0.064 (3)	-0.002 (2)	0.014 (2)	0.011 (3)
C5A	0.039 (2)	0.063 (3)	0.043 (2)	-0.008 (2)	0.0005 (19)	0.014 (2)
C6A	0.036 (2)	0.058 (3)	0.037 (2)	-0.014 (2)	0.0114 (17)	-0.002 (2)
C7A	0.048 (2)	0.068 (3)	0.0252 (18)	-0.011 (2)	0.0063 (17)	0.008 (2)
C8A	0.052 (2)	0.063 (3)	0.0303 (19)	0.001 (2)	0.0139 (18)	0.007 (2)
C9A	0.034 (2)	0.051 (3)	0.0316 (18)	-0.010 (2)	0.0125 (16)	-0.0017 (18)
C10A	0.044 (2)	0.053 (3)	0.0271 (18)	-0.008 (2)	0.0129 (17)	0.0007 (18)
C11A	0.044 (2)	0.059 (3)	0.0250 (17)	-0.012 (2)	0.0087 (16)	0.0010 (18)
C12A	0.041 (2)	0.048 (3)	0.0304 (18)	-0.004 (2)	0.0112 (16)	0.0003 (18)

C13A	0.051 (2)	0.059 (3)	0.0266 (18)	0.003 (2)	0.0123 (17)	0.0004 (19)
C14A	0.062 (3)	0.060 (3)	0.034 (2)	0.011 (3)	0.019 (2)	-0.001 (2)
C15A	0.057 (3)	0.056 (3)	0.039 (2)	0.006 (2)	0.013 (2)	0.003 (2)
C16A	0.058 (3)	0.057 (3)	0.0323 (19)	0.000 (2)	0.0169 (19)	0.006 (2)
C17A	0.044 (2)	0.059 (3)	0.0317 (19)	0.000 (2)	0.0153 (17)	0.001 (2)
C18A	0.087 (4)	0.068 (4)	0.055 (3)	0.025 (3)	0.020 (3)	0.024 (3)
C19A	0.077 (3)	0.093 (5)	0.048 (3)	0.008 (3)	0.021 (3)	0.033 (3)
C20A	0.061 (7)	0.045 (5)	0.051 (5)	0.011 (6)	0.008 (4)	0.007 (4)
C21A	0.089 (7)	0.055 (6)	0.069 (7)	0.016 (5)	0.013 (5)	0.000 (5)
C20X	0.054 (9)	0.038 (10)	0.051 (10)	-0.011 (8)	0.014 (7)	0.000 (8)
C21X	0.056 (12)	0.060 (12)	0.060 (10)	0.004 (9)	0.026 (8)	0.009 (8)
C22A	0.066 (3)	0.074 (4)	0.036 (2)	0.007 (3)	0.028 (2)	0.011 (2)
C11B	0.0747 (8)	0.0558 (8)	0.0571 (6)	0.0224 (7)	0.0284 (6)	-0.0002 (6)
S1B	0.0768 (8)	0.0564 (8)	0.0458 (6)	0.0258 (7)	0.0285 (6)	0.0085 (6)
O1B	0.069 (3)	0.111 (4)	0.102 (3)	0.033 (3)	0.059 (3)	0.043 (3)
O2B	0.122 (4)	0.082 (3)	0.048 (2)	0.061 (3)	0.020 (2)	-0.009 (2)
O3B	0.077 (3)	0.060 (3)	0.0453 (19)	0.021 (2)	0.0270 (18)	0.0125 (18)
C23B	0.055 (3)	0.038 (2)	0.0343 (19)	0.011 (2)	0.0236 (19)	0.0012 (18)
C24B	0.050 (3)	0.052 (3)	0.053 (2)	-0.004 (2)	0.019 (2)	-0.015 (2)
C25B	0.065 (3)	0.035 (2)	0.057 (3)	-0.004 (2)	0.030 (2)	-0.011 (2)
C26B	0.051 (2)	0.042 (3)	0.0334 (19)	0.003 (2)	0.0192 (18)	0.0005 (18)
C27B	0.051 (2)	0.049 (3)	0.043 (2)	-0.004 (2)	0.0179 (19)	-0.011 (2)
C28B	0.062 (3)	0.033 (2)	0.047 (2)	-0.005 (2)	0.030 (2)	-0.0081 (19)
N1B	0.050 (2)	0.045 (2)	0.049 (2)	0.0006 (19)	0.0180 (16)	-0.0041 (17)
N2B	0.111 (4)	0.154 (5)	0.045 (2)	-0.086 (4)	0.039 (2)	-0.033 (3)
C1B	0.037 (2)	0.037 (3)	0.067 (3)	0.003 (2)	0.015 (2)	0.003 (2)
C2B	0.052 (3)	0.064 (4)	0.066 (3)	0.000 (3)	0.007 (2)	-0.010 (3)
C3B	0.055 (3)	0.062 (4)	0.094 (4)	-0.006 (3)	0.006 (3)	-0.013 (3)
C4B	0.049 (3)	0.048 (3)	0.118 (5)	-0.005 (3)	0.018 (3)	-0.008 (4)
C5B	0.054 (3)	0.049 (3)	0.101 (4)	0.000 (3)	0.035 (3)	0.008 (3)
C6B	0.043 (2)	0.046 (3)	0.071 (3)	0.010 (2)	0.020 (2)	-0.005 (2)
C7B	0.067 (3)	0.058 (3)	0.065 (3)	0.003 (3)	0.038 (3)	0.006 (3)
C8B	0.063 (3)	0.047 (3)	0.057 (3)	-0.011 (2)	0.030 (2)	0.000 (2)
C9B	0.050 (2)	0.035 (2)	0.044 (2)	0.004 (2)	0.0179 (19)	-0.0065 (19)
C10B	0.052 (2)	0.042 (3)	0.043 (2)	-0.003 (2)	0.0211 (19)	0.000 (2)
C11B	0.064 (3)	0.046 (3)	0.045 (2)	-0.005 (2)	0.030 (2)	-0.002 (2)
C12B	0.055 (2)	0.039 (3)	0.045 (2)	-0.003 (2)	0.0257 (19)	-0.0014 (19)
C13B	0.073 (3)	0.063 (3)	0.044 (2)	-0.019 (3)	0.029 (2)	-0.010 (2)
C14B	0.064 (3)	0.070 (4)	0.039 (2)	-0.013 (3)	0.025 (2)	-0.009 (2)
C15B	0.066 (3)	0.084 (4)	0.042 (2)	-0.030 (3)	0.026 (2)	-0.014 (2)
C16B	0.088 (4)	0.096 (4)	0.040 (2)	-0.040 (3)	0.036 (2)	-0.018 (3)
C17B	0.063 (3)	0.057 (3)	0.040 (2)	-0.011 (3)	0.021 (2)	-0.013 (2)
C18B	0.035 (5)	0.045 (7)	0.048 (6)	-0.016 (5)	0.027 (4)	-0.013 (5)
C19B	0.091 (9)	0.045 (9)	0.036 (6)	-0.021 (7)	0.016 (7)	0.003 (5)
C18Y	0.101 (12)	0.045 (10)	0.081 (13)	-0.007 (9)	0.043 (11)	-0.007 (9)
C19Y	0.082 (10)	0.108 (11)	0.061 (7)	-0.012 (8)	0.035 (7)	0.011 (7)
C20B	0.056 (3)	0.085 (4)	0.053 (3)	-0.021 (3)	0.019 (2)	-0.020 (3)
C21B	0.072 (3)	0.073 (4)	0.068 (3)	-0.008 (3)	0.017 (3)	-0.003 (3)
C22B	0.081 (3)	0.069 (4)	0.048 (3)	-0.011 (3)	0.020 (2)	-0.003 (2)

O1WA	0.0540 (19)	0.072 (2)	0.074 (2)	0.0148 (18)	0.0227 (17)	0.0020 (19)
O1WB	0.103 (4)	0.110 (4)	0.169 (5)	0.040 (3)	0.036 (3)	0.045 (4)

*Geometric parameters (Å, °)*

C11A—C23A	1.745 (4)	S1B—O2B	1.430 (4)
S1A—O3A	1.446 (3)	S1B—O1B	1.481 (4)
S1A—O2A	1.449 (3)	S1B—O2Y	1.67 (5)
S1A—O1A	1.455 (3)	S1B—C26B	1.768 (4)
S1A—C26A	1.779 (4)	C23B—C24B	1.371 (6)
C23A—C24A	1.366 (6)	C23B—C28B	1.373 (6)
C23A—C28A	1.382 (6)	C24B—C25B	1.377 (6)
C24A—C25A	1.375 (6)	C24B—H24B	0.9300
C24A—H24A	0.9300	C25B—C26B	1.382 (6)
C25A—C26A	1.379 (5)	C25B—H25B	0.9300
C25A—H25A	0.9300	C26B—C27B	1.382 (6)
C26A—C27A	1.378 (5)	C27B—C28B	1.383 (6)
C27A—C28A	1.378 (6)	C27B—H27B	0.9300
C27A—H27A	0.9300	C28B—H28B	0.9300
C28A—H28A	0.9300	N1B—C9B	1.349 (5)
N1A—C9A	1.355 (5)	N1B—C1B	1.413 (6)
N1A—C1A	1.393 (5)	N1B—C22B	1.448 (5)
N1A—C22A	1.473 (5)	N2B—C15B	1.359 (6)
N2A—C15A	1.352 (6)	N2B—C18B	1.460 (13)
N2A—C18A	1.457 (6)	N2B—C20B	1.483 (6)
N2A—C20X	1.48 (2)	N2B—C18Y	1.74 (2)
N2A—C20A	1.546 (15)	C1B—C2B	1.392 (6)
C1A—C2A	1.398 (6)	C1B—C6B	1.404 (6)
C1A—C6A	1.425 (5)	C2B—C3B	1.341 (7)
C2A—C3A	1.356 (7)	C2B—H2BA	0.9300
C2A—H2AA	0.9300	C3B—C4B	1.381 (8)
C3A—C4A	1.392 (6)	C3B—H3BA	0.9300
C3A—H3AA	0.9300	C4B—C5B	1.351 (8)
C4A—C5A	1.350 (6)	C4B—H4BA	0.9300
C4A—H4AA	0.9300	C5B—C6B	1.426 (7)
C5A—C6A	1.411 (6)	C5B—H5BA	0.9300
C5A—H5AA	0.9300	C6B—C7B	1.402 (7)
C6A—C7A	1.400 (6)	C7B—C8B	1.346 (6)
C7A—C8A	1.346 (6)	C7B—H7BA	0.9300
C7A—H7AA	0.9300	C8B—C9B	1.438 (6)
C8A—C9A	1.435 (5)	C8B—H8BA	0.9300
C8A—H8AA	0.9300	C9B—C10B	1.434 (6)
C9A—C10A	1.433 (6)	C10B—C11B	1.324 (6)
C10A—C11A	1.343 (6)	C10B—H10B	0.9300
C10A—H10A	0.9300	C11B—C12B	1.445 (6)
C11A—C12A	1.442 (6)	C11B—H11B	0.9300
C11A—H11A	0.9300	C12B—C17B	1.387 (5)
C12A—C13A	1.391 (5)	C12B—C13B	1.392 (6)
C12A—C17A	1.408 (5)	C13B—C14B	1.357 (6)
C13A—C14A	1.355 (6)	C13B—H13B	0.9300



C13A—H13A	0.9300	C14B—C15B	1.403 (6)
C14A—C15A	1.416 (6)	C14B—H14B	0.9300
C14A—H14A	0.9300	C15B—C16B	1.422 (6)
C15A—C16A	1.418 (6)	C16B—C17B	1.379 (6)
C16A—C17A	1.358 (6)	C16B—H16B	0.9300
C16A—H16A	0.9300	C17B—H17B	0.9300
C17A—H17A	0.9300	C18B—C19B	1.55 (2)
C18A—C19A	1.511 (8)	C18B—H18C	0.9700
C18A—H18A	0.9700	C18B—H18D	0.9700
C18A—H18B	0.9700	C19B—H19D	0.9600
C19A—H19A	0.9600	C19B—H19E	0.9600
C19A—H19B	0.9600	C19B—H19F	0.9600
C19A—H19C	0.9600	C18Y—C19Y	1.44 (3)
C20A—C21A	1.503 (17)	C18Y—H18E	0.9700
C20A—H20A	0.9700	C18Y—H18F	0.9700
C20A—H20B	0.9700	C19Y—H19G	0.9600
C21A—H21A	0.9600	C19Y—H19H	0.9600
C21A—H21B	0.9600	C19Y—H19I	0.9600
C21A—H21C	0.9600	C20B—C21B	1.490 (7)
C20X—C21X	1.55 (3)	C20B—H20E	0.9700
C20X—H20C	0.9700	C20B—H20F	0.9700
C20X—H20D	0.9700	C21B—H21G	0.9600
C21X—H21D	0.9600	C21B—H21H	0.9600
C21X—H21E	0.9600	C21B—H21I	0.9600
C21X—H21F	0.9600	C22B—H22D	0.9600
C22A—H22A	0.9600	C22B—H22E	0.9600
C22A—H22B	0.9600	C22B—H22F	0.9600
C22A—H22C	0.9600	O1WA—H1WA	0.8388
C11B—C23B	1.743 (4)	O1WA—H2WA	0.7583
S1B—O1Y	1.34 (4)	O1WB—H1WB	0.8496
S1B—O3Y	1.36 (3)	O1WB—H2WB	0.8297
S1B—O3B	1.417 (3)		
O3A—S1A—O2A	113.70 (18)	O2B—S1B—O1B	111.5 (3)
O3A—S1A—O1A	113.45 (19)	O1Y—S1B—O2Y	127 (2)
O2A—S1A—O1A	112.33 (18)	O3Y—S1B—O2Y	96 (2)
O3A—S1A—C26A	104.97 (16)	O3B—S1B—O2Y	49.6 (17)
O2A—S1A—C26A	105.79 (19)	O2B—S1B—O2Y	71.5 (17)
O1A—S1A—C26A	105.65 (17)	O1B—S1B—O2Y	153.8 (17)
C24A—C23A—C28A	122.1 (4)	O1Y—S1B—C26B	103.0 (16)
C24A—C23A—C11A	118.9 (3)	O3Y—S1B—C26B	103.8 (12)
C28A—C23A—C11A	119.0 (3)	O3B—S1B—C26B	106.73 (19)
C23A—C24A—C25A	118.6 (4)	O2B—S1B—C26B	106.4 (2)
C23A—C24A—H24A	120.7	O1B—S1B—C26B	105.2 (2)
C25A—C24A—H24A	120.7	O2Y—S1B—C26B	98.3 (16)
C24A—C25A—C26A	120.8 (4)	C24B—C23B—C28B	121.3 (4)
C24A—C25A—H25A	119.6	C24B—C23B—C11B	119.2 (3)
C26A—C25A—H25A	119.6	C28B—C23B—C11B	119.5 (3)
C27A—C26A—C25A	119.7 (4)	C23B—C24B—C25B	119.2 (4)

C27A—C26A—S1A	119.1 (3)	C23B—C24B—H24B	120.4
C25A—C26A—S1A	121.0 (3)	C25B—C24B—H24B	120.4
C28A—C27A—C26A	120.2 (4)	C24B—C25B—C26B	121.1 (4)
C28A—C27A—H27A	119.9	C24B—C25B—H25B	119.5
C26A—C27A—H27A	119.9	C26B—C25B—H25B	119.5
C27A—C28A—C23A	118.6 (4)	C25B—C26B—C27B	118.5 (4)
C27A—C28A—H28A	120.7	C25B—C26B—S1B	119.9 (3)
C23A—C28A—H28A	120.7	C27B—C26B—S1B	121.6 (3)
C9A—N1A—C1A	123.2 (3)	C26B—C27B—C28B	121.1 (4)
C9A—N1A—C22A	119.6 (4)	C26B—C27B—H27B	119.5
C1A—N1A—C22A	117.2 (3)	C28B—C27B—H27B	119.5
C15A—N2A—C18A	122.4 (4)	C23B—C28B—C27B	118.8 (4)
C15A—N2A—C20X	121.1 (7)	C23B—C28B—H28B	120.6
C18A—N2A—C20X	111.1 (7)	C27B—C28B—H28B	120.6
C15A—N2A—C20A	119.6 (5)	C9B—N1B—C1B	122.5 (4)
C18A—N2A—C20A	115.6 (5)	C9B—N1B—C22B	120.3 (4)
N1A—C1A—C2A	123.0 (3)	C1B—N1B—C22B	117.2 (4)
N1A—C1A—C6A	118.5 (4)	C15B—N2B—C18B	121.0 (5)
C2A—C1A—C6A	118.5 (4)	C15B—N2B—C20B	122.5 (4)
C3A—C2A—C1A	120.3 (4)	C18B—N2B—C20B	116.0 (5)
C3A—C2A—H2AA	119.9	C15B—N2B—C18Y	115.2 (7)
C1A—C2A—H2AA	119.9	C20B—N2B—C18Y	113.6 (7)
C2A—C3A—C4A	121.7 (5)	C2B—C1B—C6B	119.1 (5)
C2A—C3A—H3AA	119.2	C2B—C1B—N1B	121.9 (4)
C4A—C3A—H3AA	119.2	C6B—C1B—N1B	118.9 (4)
C5A—C4A—C3A	119.7 (5)	C3B—C2B—C1B	120.0 (5)
C5A—C4A—H4AA	120.2	C3B—C2B—H2BA	120.0
C3A—C4A—H4AA	120.2	C1B—C2B—H2BA	120.0
C4A—C5A—C6A	120.9 (4)	C2B—C3B—C4B	122.2 (6)
C4A—C5A—H5AA	119.6	C2B—C3B—H3BA	118.9
C6A—C5A—H5AA	119.6	C4B—C3B—H3BA	118.9
C7A—C6A—C5A	122.9 (4)	C5B—C4B—C3B	120.2 (5)
C7A—C6A—C1A	118.2 (4)	C5B—C4B—H4BA	119.9
C5A—C6A—C1A	118.9 (4)	C3B—C4B—H4BA	119.9
C8A—C7A—C6A	121.7 (4)	C4B—C5B—C6B	119.5 (5)
C8A—C7A—H7AA	119.2	C4B—C5B—H5BA	120.3
C6A—C7A—H7AA	119.2	C6B—C5B—H5BA	120.3
C7A—C8A—C9A	121.0 (4)	C7B—C6B—C1B	118.7 (4)
C7A—C8A—H8AA	119.5	C7B—C6B—C5B	122.2 (5)
C9A—C8A—H8AA	119.5	C1B—C6B—C5B	119.0 (5)
N1A—C9A—C10A	121.4 (3)	C8B—C7B—C6B	121.1 (4)
N1A—C9A—C8A	117.3 (4)	C8B—C7B—H7BA	119.5
C10A—C9A—C8A	121.2 (4)	C6B—C7B—H7BA	119.5
C11A—C10A—C9A	124.0 (3)	C7B—C8B—C9B	121.3 (4)
C11A—C10A—H10A	118.0	C7B—C8B—H8BA	119.3
C9A—C10A—H10A	118.0	C9B—C8B—H8BA	119.3
C10A—C11A—C12A	127.7 (3)	N1B—C9B—C10B	122.1 (4)
C10A—C11A—H11A	116.2	N1B—C9B—C8B	117.4 (4)
C12A—C11A—H11A	116.2	C10B—C9B—C8B	120.3 (4)

C13A—C12A—C17A	116.4 (4)	C11B—C10B—C9B	124.0 (4)
C13A—C12A—C11A	120.0 (3)	C11B—C10B—H10B	118.0
C17A—C12A—C11A	123.6 (4)	C9B—C10B—H10B	118.0
C14A—C13A—C12A	122.7 (4)	C10B—C11B—C12B	128.6 (4)
C14A—C13A—H13A	118.6	C10B—C11B—H11B	115.7
C12A—C13A—H13A	118.6	C12B—C11B—H11B	115.7
C13A—C14A—C15A	121.6 (4)	C17B—C12B—C13B	116.5 (4)
C13A—C14A—H14A	119.2	C17B—C12B—C11B	125.3 (4)
C15A—C14A—H14A	119.2	C13B—C12B—C11B	118.2 (4)
N2A—C15A—C14A	121.9 (4)	C14B—C13B—C12B	122.9 (4)
N2A—C15A—C16A	122.5 (4)	C14B—C13B—H13B	118.6
C14A—C15A—C16A	115.6 (4)	C12B—C13B—H13B	118.6
C17A—C16A—C15A	122.0 (4)	C13B—C14B—C15B	121.5 (4)
C17A—C16A—H16A	119.0	C13B—C14B—H14B	119.2
C15A—C16A—H16A	119.0	C15B—C14B—H14B	119.2
C16A—C17A—C12A	121.7 (4)	N2B—C15B—C14B	121.1 (4)
C16A—C17A—H17A	119.2	N2B—C15B—C16B	122.8 (4)
C12A—C17A—H17A	119.2	C14B—C15B—C16B	116.1 (4)
N2A—C18A—C19A	112.6 (5)	C17B—C16B—C15B	120.9 (4)
N2A—C18A—H18A	109.1	C17B—C16B—H16B	119.6
C19A—C18A—H18A	109.1	C15B—C16B—H16B	119.6
N2A—C18A—H18B	109.1	C16B—C17B—C12B	122.1 (4)
C19A—C18A—H18B	109.1	C16B—C17B—H17B	118.9
H18A—C18A—H18B	107.8	C12B—C17B—H17B	118.9
C18A—C19A—H19A	109.5	N2B—C18B—C19B	104.4 (10)
C18A—C19A—H19B	109.5	N2B—C18B—H18C	110.9
H19A—C19A—H19B	109.5	C19B—C18B—H18C	110.9
C18A—C19A—H19C	109.5	N2B—C18B—H18D	110.9
H19A—C19A—H19C	109.5	C19B—C18B—H18D	110.9
H19B—C19A—H19C	109.5	H18C—C18B—H18D	108.9
C21A—C20A—N2A	106.3 (12)	C19Y—C18Y—N2B	94.1 (15)
C21A—C20A—H20A	110.5	C19Y—C18Y—H18E	112.9
N2A—C20A—H20A	110.5	N2B—C18Y—H18E	112.9
C21A—C20A—H20B	110.5	C19Y—C18Y—H18F	112.9
N2A—C20A—H20B	110.5	N2B—C18Y—H18F	112.9
H20A—C20A—H20B	108.7	H18E—C18Y—H18F	110.3
N2A—C20X—C21X	99.4 (16)	C18Y—C19Y—H19G	109.5
N2A—C20X—H20C	111.9	C18Y—C19Y—H19H	109.5
C21X—C20X—H20C	111.9	H19G—C19Y—H19H	109.5
N2A—C20X—H20D	111.9	C18Y—C19Y—H19I	109.5
C21X—C20X—H20D	111.9	H19G—C19Y—H19I	109.5
H20C—C20X—H20D	109.6	H19H—C19Y—H19I	109.5
C20X—C21X—H21D	109.5	N2B—C20B—C21B	112.8 (5)
C20X—C21X—H21E	109.5	N2B—C20B—H20E	109.0
H21D—C21X—H21E	109.5	C21B—C20B—H20E	109.0
C20X—C21X—H21F	109.5	N2B—C20B—H20F	109.0
H21D—C21X—H21F	109.5	C21B—C20B—H20F	109.0
H21E—C21X—H21F	109.5	H20E—C20B—H20F	107.8
N1A—C22A—H22A	109.5	C20B—C21B—H21G	109.5

N1A—C22A—H22B	109.5	C20B—C21B—H21H	109.5
H22A—C22A—H22B	109.5	H21G—C21B—H21H	109.5
N1A—C22A—H22C	109.5	C20B—C21B—H21I	109.5
H22A—C22A—H22C	109.5	H21G—C21B—H21I	109.5
H22B—C22A—H22C	109.5	H21H—C21B—H21I	109.5
O1Y—S1B—O3Y	123 (2)	N1B—C22B—H22D	109.5
O1Y—S1B—O3B	150.2 (16)	N1B—C22B—H22E	109.5
O3Y—S1B—O3B	46.8 (13)	H22D—C22B—H22E	109.5
O1Y—S1B—O2B	56.5 (18)	N1B—C22B—H22F	109.5
O3Y—S1B—O2B	148.7 (12)	H22D—C22B—H22F	109.5
O3B—S1B—O2B	115.0 (3)	H22E—C22B—H22F	109.5
O1Y—S1B—O1B	58.0 (18)	H1WA—O1WA—H2WA	110.0
O3Y—S1B—O1B	67.2 (13)	H1WB—O1WB—H2WB	107.8
O3B—S1B—O1B	111.2 (3)		
C28A—C23A—C24A—C25A	-0.4 (5)	C24B—C25B—C26B—C27B	0.6 (6)
C11A—C23A—C24A—C25A	179.1 (3)	C24B—C25B—C26B—S1B	-179.5 (3)
C23A—C24A—C25A—C26A	0.2 (5)	O1Y—S1B—C26B—C25B	-88.0 (19)
C24A—C25A—C26A—C27A	-0.3 (5)	O3Y—S1B—C26B—C25B	142.4 (14)
C24A—C25A—C26A—S1A	-176.7 (3)	O3B—S1B—C26B—C25B	93.9 (4)
O3A—S1A—C26A—C27A	-83.0 (3)	O2B—S1B—C26B—C25B	-29.4 (4)
O2A—S1A—C26A—C27A	156.5 (3)	O1B—S1B—C26B—C25B	-147.9 (4)
O1A—S1A—C26A—C27A	37.2 (3)	O2Y—S1B—C26B—C25B	43.6 (18)
O3A—S1A—C26A—C25A	93.5 (3)	O1Y—S1B—C26B—C27B	91.9 (19)
O2A—S1A—C26A—C25A	-27.0 (3)	O3Y—S1B—C26B—C27B	-37.7 (14)
O1A—S1A—C26A—C25A	-146.3 (3)	O3B—S1B—C26B—C27B	-86.3 (4)
C25A—C26A—C27A—C28A	0.5 (5)	O2B—S1B—C26B—C27B	150.4 (4)
S1A—C26A—C27A—C28A	177.0 (3)	O1B—S1B—C26B—C27B	32.0 (4)
C26A—C27A—C28A—C23A	-0.6 (6)	O2Y—S1B—C26B—C27B	-136.5 (18)
C24A—C23A—C28A—C27A	0.6 (6)	C25B—C26B—C27B—C28B	-0.6 (6)
C11A—C23A—C28A—C27A	-178.9 (3)	S1B—C26B—C27B—C28B	179.6 (3)
C9A—N1A—C1A—C2A	-173.2 (4)	C24B—C23B—C28B—C27B	0.9 (6)
C22A—N1A—C1A—C2A	8.1 (6)	C11B—C23B—C28B—C27B	-179.3 (3)
C9A—N1A—C1A—C6A	5.0 (6)	C26B—C27B—C28B—C23B	-0.1 (6)
C22A—N1A—C1A—C6A	-173.7 (4)	C9B—N1B—C1B—C2B	175.6 (4)
N1A—C1A—C2A—C3A	-179.7 (4)	C22B—N1B—C1B—C2B	-4.9 (6)
C6A—C1A—C2A—C3A	2.1 (6)	C9B—N1B—C1B—C6B	-1.8 (6)
C1A—C2A—C3A—C4A	-0.1 (7)	C22B—N1B—C1B—C6B	177.7 (4)
C2A—C3A—C4A—C5A	-2.0 (7)	C6B—C1B—C2B—C3B	-1.6 (7)
C3A—C4A—C5A—C6A	2.0 (7)	N1B—C1B—C2B—C3B	-179.1 (4)
C4A—C5A—C6A—C7A	-176.9 (4)	C1B—C2B—C3B—C4B	0.5 (8)
C4A—C5A—C6A—C1A	-0.1 (6)	C2B—C3B—C4B—C5B	0.3 (8)
N1A—C1A—C6A—C7A	-3.2 (6)	C3B—C4B—C5B—C6B	0.0 (8)
C2A—C1A—C6A—C7A	175.0 (4)	C2B—C1B—C6B—C7B	-176.7 (4)
N1A—C1A—C6A—C5A	179.8 (4)	N1B—C1B—C6B—C7B	0.9 (6)
C2A—C1A—C6A—C5A	-1.9 (6)	C2B—C1B—C6B—C5B	1.9 (6)
C5A—C6A—C7A—C8A	177.2 (4)	N1B—C1B—C6B—C5B	179.5 (4)
C1A—C6A—C7A—C8A	0.3 (6)	C4B—C5B—C6B—C7B	177.4 (5)
C6A—C7A—C8A—C9A	1.1 (7)	C4B—C5B—C6B—C1B	-1.1 (7)

C1A—N1A—C9A—C10A	173.3 (4)	C1B—C6B—C7B—C8B	0.3 (7)
C22A—N1A—C9A—C10A	-8.0 (6)	C5B—C6B—C7B—C8B	-178.3 (4)
C1A—N1A—C9A—C8A	-3.6 (6)	C6B—C7B—C8B—C9B	-0.6 (7)
C22A—N1A—C9A—C8A	175.2 (4)	C1B—N1B—C9B—C10B	-173.2 (4)
C7A—C8A—C9A—N1A	0.4 (6)	C22B—N1B—C9B—C10B	7.3 (6)
C7A—C8A—C9A—C10A	-176.5 (4)	C1B—N1B—C9B—C8B	1.5 (6)
N1A—C9A—C10A—C11A	179.4 (4)	C22B—N1B—C9B—C8B	-178.0 (4)
C8A—C9A—C10A—C11A	-3.8 (6)	C7B—C8B—C9B—N1B	-0.3 (7)
C9A—C10A—C11A—C12A	174.6 (4)	C7B—C8B—C9B—C10B	174.5 (4)
C10A—C11A—C12A—C13A	-173.0 (4)	N1B—C9B—C10B—C11B	175.8 (4)
C10A—C11A—C12A—C17A	5.6 (7)	C8B—C9B—C10B—C11B	1.3 (7)
C17A—C12A—C13A—C14A	-0.7 (6)	C9B—C10B—C11B—C12B	-172.5 (4)
C11A—C12A—C13A—C14A	178.0 (4)	C10B—C11B—C12B—C17B	-4.1 (8)
C12A—C13A—C14A—C15A	1.7 (7)	C10B—C11B—C12B—C13B	173.9 (5)
C18A—N2A—C15A—C14A	-178.5 (5)	C17B—C12B—C13B—C14B	0.7 (7)
C20X—N2A—C15A—C14A	-26.7 (11)	C11B—C12B—C13B—C14B	-177.5 (5)
C20A—N2A—C15A—C14A	20.0 (9)	C12B—C13B—C14B—C15B	0.1 (8)
C18A—N2A—C15A—C16A	3.2 (8)	C18B—N2B—C15B—C14B	-168.8 (7)
C20X—N2A—C15A—C16A	154.9 (8)	C20B—N2B—C15B—C14B	2.7 (9)
C20A—N2A—C15A—C16A	-158.4 (6)	C18Y—N2B—C15B—C14B	148.1 (8)
C13A—C14A—C15A—N2A	-179.8 (5)	C18B—N2B—C15B—C16B	10.1 (11)
C13A—C14A—C15A—C16A	-1.3 (7)	C20B—N2B—C15B—C16B	-178.5 (6)
N2A—C15A—C16A—C17A	178.6 (5)	C18Y—N2B—C15B—C16B	-33.1 (10)
C14A—C15A—C16A—C17A	0.1 (7)	C13B—C14B—C15B—N2B	177.6 (6)
C15A—C16A—C17A—C12A	0.8 (7)	C13B—C14B—C15B—C16B	-1.4 (8)
C13A—C12A—C17A—C16A	-0.5 (6)	N2B—C15B—C16B—C17B	-177.1 (6)
C11A—C12A—C17A—C16A	-179.1 (4)	C14B—C15B—C16B—C17B	1.8 (8)
C15A—N2A—C18A—C19A	-84.1 (7)	C15B—C16B—C17B—C12B	-1.1 (8)
C20X—N2A—C18A—C19A	121.6 (8)	C13B—C12B—C17B—C16B	-0.2 (7)
C20A—N2A—C18A—C19A	78.1 (7)	C11B—C12B—C17B—C16B	177.9 (5)
C15A—N2A—C20A—C21A	-96.3 (8)	C15B—N2B—C18B—C19B	-83.7 (10)
C18A—N2A—C20A—C21A	100.9 (7)	C20B—N2B—C18B—C19B	104.4 (8)
C20X—N2A—C20A—C21A	8.0 (10)	C18Y—N2B—C18B—C19B	8.6 (14)
C15A—N2A—C20X—C21X	100.0 (11)	C15B—N2B—C18Y—C19Y	112.6 (10)
C18A—N2A—C20X—C21X	-105.4 (10)	C18B—N2B—C18Y—C19Y	3.8 (8)
C20A—N2A—C20X—C21X	-0.3 (10)	C20B—N2B—C18Y—C19Y	-98.9 (10)
C28B—C23B—C24B—C25B	-0.8 (6)	C15B—N2B—C20B—C21B	79.0 (8)
C11B—C23B—C24B—C25B	179.3 (3)	C18B—N2B—C20B—C21B	-109.2 (7)
C23B—C24B—C25B—C26B	0.1 (6)	C18Y—N2B—C20B—C21B	-66.9 (9)

Hydrogen-bond geometry (Å, °)

<i>D</i> —H... <i>A</i>	<i>D</i> —H	H... <i>A</i>	<i>D</i> ... <i>A</i>	<i>D</i> —H... <i>A</i>
O1 <sup>WB</sup> —H1 <sup>WB</sup> ...O1 <sup>B</sup>	0.85	2.36	2.815 (7)	114
O1 <sup>WB</sup> —H2 <sup>WB</sup> ...O2 <sup>B</sup> <sup>ii</sup>	0.83	2.12	2.953 (7)	177
O1 <sup>WA</sup> —H1 <sup>WA</sup> ...O2 <sup>A</sup> <sup>iii</sup>	0.84	2.07	2.891 (5)	166
O1 <sup>WA</sup> —H2 <sup>WA</sup> ...O1 <sup>A</sup>	0.76	2.10	2.844 (4)	169
C8 <sup>A</sup> —H8 <sup>AA</sup> ...O3 <sup>A</sup> <sup>iv</sup>	0.93	2.54	3.146 (5)	123
C2 <sup>B</sup> —H2 <sup>BA</sup> ...O3 <sup>B</sup> <sup>v</sup>	0.93	2.57	3.314 (7)	137

C11 <i>B</i> —H11 <i>B</i> ···O1 <i>B</i> <sup>vi</sup>	0.93	2.41	3.237 (6)	148
C18 <i>Y</i> —H18 <i>E</i> ···C11 <i>A</i> <sup>vii</sup>	0.97	2.72	3.673 (19)	169
C19 <i>B</i> —H19 <i>D</i> ···C11 <i>B</i> <sup>viii</sup>	0.96	2.73	3.531 (14)	142
C22 <i>B</i> —H22 <i>D</i> ···O2 <i>B</i> <sup>viii</sup>	0.96	2.55	3.259 (7)	131
C25 <i>A</i> —H25 <i>A</i> ···O3 <i>A</i> <sup>ii</sup>	0.93	2.56	3.359 (5)	144

Symmetry codes: (i)  $x+1, y, z$ ; (ii)  $-x+1, y-1/2, -z+1/2$ ; (iii)  $-x+1, y+1/2, -z+1/2$ ; (iv)  $-x+1, -y+1, -z$ ; (v)  $x+1, y, z+1$ ; (vi)  $x+1, -y+3/2, z+1/2$ ; (vii)  $-x+1, -y, -z+1$ ; (viii)  $-x+1, y-1/2, -z+3/2$ .