สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การศึกษาปฏิกิริยาไซโคลแอดดิชันระหว่างอิมีนกับสารประกอบไม่อิ่มตัว

นางสาววรรัตน์ พุทธวรพัฒนา

นางสาวสุมน ตรัยสรณะพงศ์

ปพ.
วว2แก
2536

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน.....
วัน,เดือน,ปี.....

.b12531871x

โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พุทธศักราช 2535

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Study of the Cycloaddition Reaction between Imines and Unsaturated Compounds

Miss.Worrarat Puttavorrapattana

Miss.Sumon Traisaranapong

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

Department of Chemistry

Faculty of Science

King Mongkut's Institute of Technology Lardkrabang

1992

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงงานพิเศษ การศึกษาปฏิกิริยาไซโคลแอดดิชันระหว่างอิมีนกับสารประกอบไม่อิ่มตัว

โดย นางสาววรรัตน์ พุทธวรพัฒนา

นางสาวสุมน ตรัยสรณะพงศ์

ภาควิชา เคมี

อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้นับโครงงานพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเซ็นต์

_____

(ดร.ธีรวัฒน์ มงคลอัศวรัตน์) หัวหน้าภาควิชาเคมี

คณะกรรมการโครงงานพิเศษ

_____

(ดร.ธีรวัฒน์ มงคลอัศวรัตน์) ประธานกรรมการ

_____

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ) กรรมการ

_____

(อาจารย์ตะวัน สุขน้อย) กรรมการ

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงงานพิเศษ	การศึกษาปฏิกิริยาไซโคลแอดิชันระหว่างอิมีนกับสารประกอบไม่อิ่มตัว
นักศึกษา	นางสาววรรัตน์ พุทธวรพัฒนา
	นางสาวสุมน ตรัยสรณะพงศ์
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ
ภาควิชา	เคมี
พุทธศักราช	2535

ปฏิกิริยาไซโคลแอดิชันระหว่างนินไฮดริน ,ซาโคซีน กับ เอน-เมทิลมาลีอิไมด์ หรือ เอน-ฟีนิลมาลีอิไมด์ให้ไซโคลแอดักตามคาดหวังเพียงตัวเดียว เมื่อรีฟลักซ์ส่วนผสมระหว่าง เอทิลไพรูเวท ,แอล-โพรลีน กับไนโตรสไตรีน ใน 1-บิวทานอล ประมาณ 2.30 ชั่วโมง ให้สเตอริโอสเปซิฟิคไซโคลแอดัก ในขณะที่ปฏิกิริยาระหว่างนินไฮดริน แอล-โพรลีน กับ เอน-ฟีนิลมาลีอิไมด์ ให้ผลิตภัณฑ์ซึ่งเป็นของผสมระหว่าง 2 สเตอริโอไอโซเมอร์ (อัตราส่วน 2.7:1) เรจิโอไอโซเมอร์ และสเตอริโอไอโซเมอร์ สามารถเกิดขึ้นได้เมื่อเอทิลไพรูเวท และเมทิลอะไครเลต ทำปฏิกิริยากับซาโคซีน (อัตราส่วนของไอโซเมอร์ 3.9:2.3:11.1:3.8) หรือกับ แอล-โพรลีน (อัตราส่วนของไอโซเมอร์.5:10.8:2.0:4.3) โดยที่ปฏิกิริยาเกิดผ่านแอนไท-ไดโพล และผลิตภัณฑ์หลักได้จาก endo transition state

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Study of the Cycloaddition Reactions between Imines and Unsaturated Compounds
Names	Miss.Worrarat Puttavorrapattana
	Miss.Sumon Traisaranapong
Special Project Advisor	Assistant Professor Dr.Sunit Suksamran
Department	Chemistry
Acadamic Year	1992

The cycloaddition reaction of ninhydrin ,sarcosine in the presence of N-methylmaleimide or N-phenylmaleimide gave the expected cycloadduct. The stereospecific cycloadduct was obtained when refluxing the mixture of ethyl pyruvate , L-proline and nitrostyrene in n-butanol for 2.5 hours. Whereas the reaction of ninhydrin , L-proline and N-phenylmaleimide led to the mixture of two stereoisomer (isomer ratio 2.7:1). Both regioisomers and stereoisomers also observed when ethyl pyruvate and methyl acrylate reacted with either sarcosine (isomer ratio 3.9:2.3: 11.1:3.8) or L-proline (isomer ratio 5.5:10.8:2.0:4.3). The major isomers from cycloaddition reaction were derived from *anti*-dipole ,*via* endo transition state.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงงานพิเศษฉบับนี้เสร็จสมบูรณ์ได้ด้วยความร่วมมือของบุคคลหลายฝ่าย ขอกราบขอบพระคุณอาจารย์สุนิตย์ สุขสำราญ ผู้ซึ่งให้คำปรึกษาและช่วยเหลือในการค้นคว้าข้อมูล รวมทั้งอาจารย์ธีรวัฒน์ มงคงอัศวรัตน์ และอาจารย์ตะวัน สุขน้อย ที่กรุณาตรวจสอบโครงงานพิเศษ และให้คำแนะนำต่าง ๆ ตลอดจนผู้ที่ให้ความช่วยเหลือในด้านต่าง ๆ ดังรายนามต่อไปนี้

1. อาจารย์ปัทมา ลีฟหาวงค์
2. อาจารย์อภิชาต สุขสำราญ (มหาวิทยาลัยรามคำแหง)
3. คุณบงกช ธารชมภู
4. ภาควิชาเคมี มหาวิทยาลัยศิลปากร ทับแก้ว นครปฐม
5. คุณสุรินทร์ เหล่าพระจันทร์
6. คุณสมศักดิ์ จำปาทิว
7. คุณนิทรา ค้าคล่อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

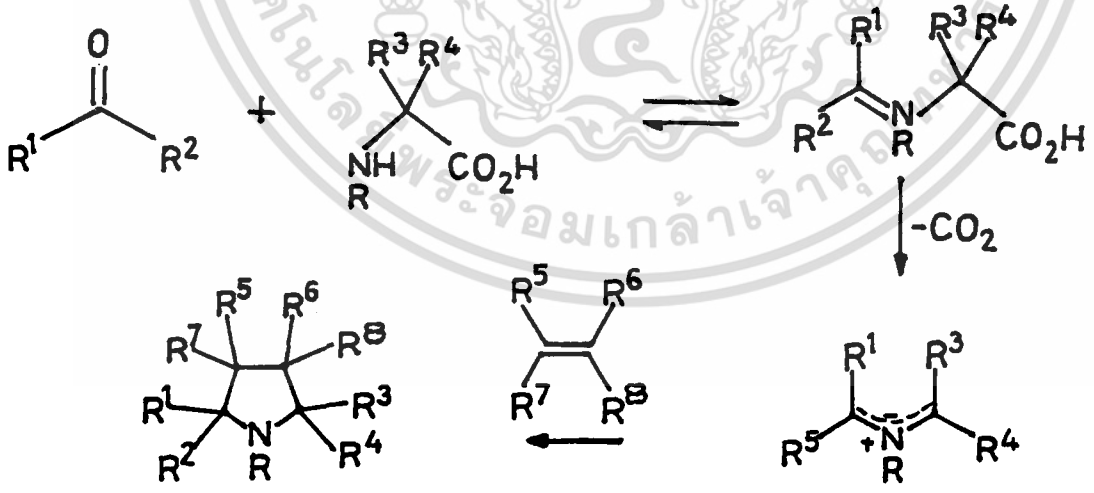
บทคัดย่อปัญหาพิเศษภาษาไทย	ก
บทคัดย่อปัญหาพิเศษภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
บทที่ 1 ทฤษฎีและหลักเกณฑ์ที่เกี่ยวข้อง	1
บทที่ 2 การดำเนินการวิจัย	5
บทที่ 3 วิจารณ์ผลการวิจัย	16
บทที่ 4 สรุปผลการศึกษาและข้อเสนอแนะ	21
ภาคผนวก	
เอกสารอ้างอิง	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

ทฤษฎีและหลักการ

ปฏิกิริยาไซโคลแอดิชัน (cycloaddition reaction) เป็นปฏิกิริยาระหว่าง 1,3-ไดโพล (1,3-dipole) กับสารประกอบไม่อิ่มตัว ซึ่งเรียกว่า ไดโพลาโรไฟล์ (dipolarophile) ซึ่งปฏิกิริยานี้มีประโยชน์ในการสังเคราะห์สารประกอบเฮตเทอโรไซคลิก (heterocyclic compound)[1] ในที่นี้เป็นทำการศึกษา 1,3-ไดโพล ที่เกิดจากปฏิกิริยาควบแน่นระหว่างสารประกอบคาร์บอนิล (carbonyl compounds) กับแอลฟา-กรดอะมิโน (α-amino acid) ได้เป็นสารมัธยันตร์ " เอโซมีไทน์ ยิลีด" (azomethine ylides) โดยผ่านการขจัดคาร์บอนไดออกไซด์ (decarboxylation) จากนั้นเอโซมีไทน์ ยิลีดจะทำปฏิกิริยากับไดโพลาโรไฟล์ เกิดเป็นสารประกอบที่เป็นวงที่เรียกว่า พิรอลิดีน (pyrrolidine) ดังรูปที่ 1



pyrrolidine azomethine ylides

R = H , alkyl , aryl

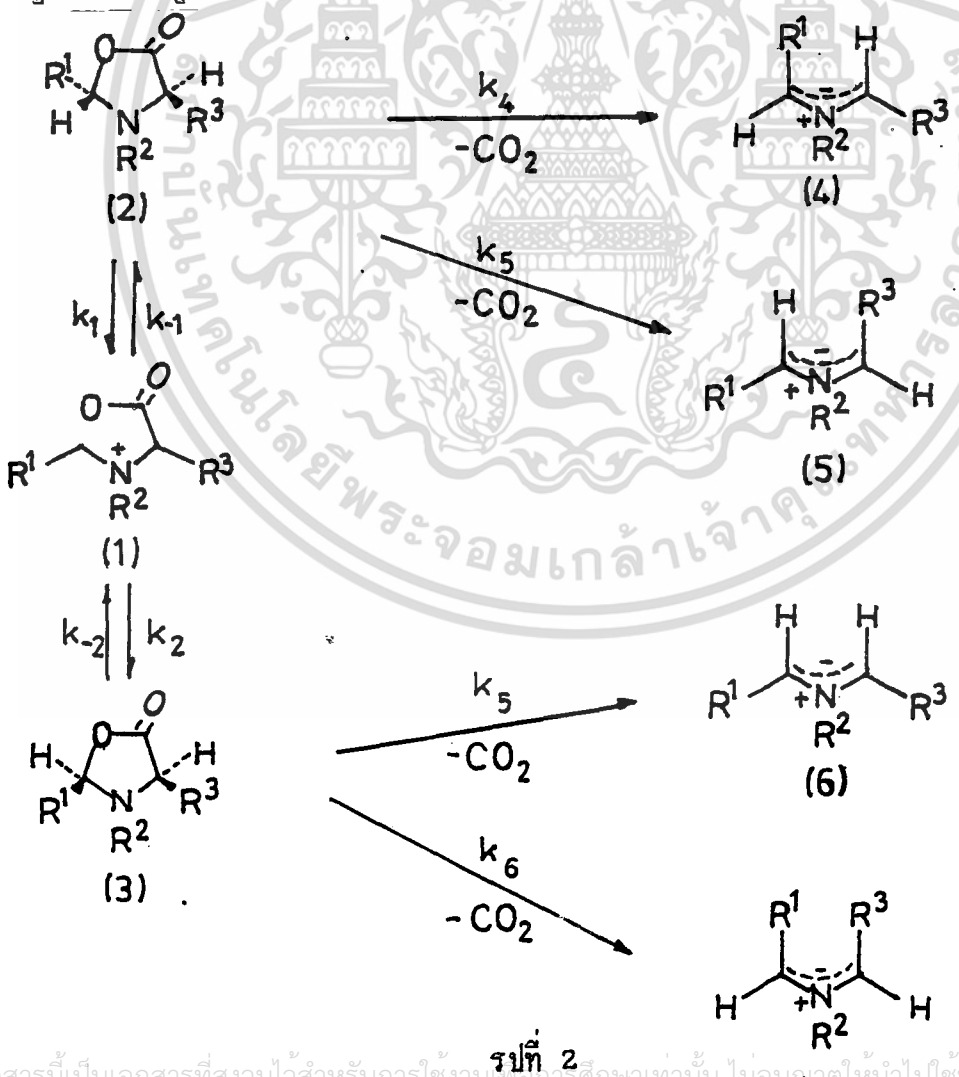
รูปที่ 1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ได้มีผู้ศึกษา[1] พบว่า เอโซมีไทน์ยิลิดที่เกิดขึ้นจะอยู่ในรูปของ แอนที-ไดโพล (*anti*-dipole)(4,5) มากกว่า ซิน-ไดโพล (*syn*-dipole) (6,7) เนื่องจาก

ก) ขั้นตอนของการเกิด oxazolidinone เป็นขั้นกำหนดอัตรา (rate determinating step) โดยที่ *trans*-oxazolidinone (2) เกิดได้เร็วกว่า *cis*-oxazolidinone (3) ตามด้วยการเกิดปฏิกิริยาเปิดวง (1,3 cycloreversion) ของ (2) ให้ *anti*-dipole (4) หรือ (5) ซึ่งเป็นขั้นที่เกิดขึ้นเร็ว นั่นคือ $k_1 > k_2$ และ k_3 และ/หรือ $k_4 > k_{-1}$ (ดังรูปที่ 2)

ข) ขั้นตอนของการเกิดสมดุลของ oxazolidinone (2) และ (3) เป็นขั้นที่เร็ว ตามด้วยการเกิดปฏิกิริยาเปิดวงเป็นขั้นกำหนดอัตรา นั่นคือ k_3 และ/หรือ $k_4 > k_5$ และ k_6

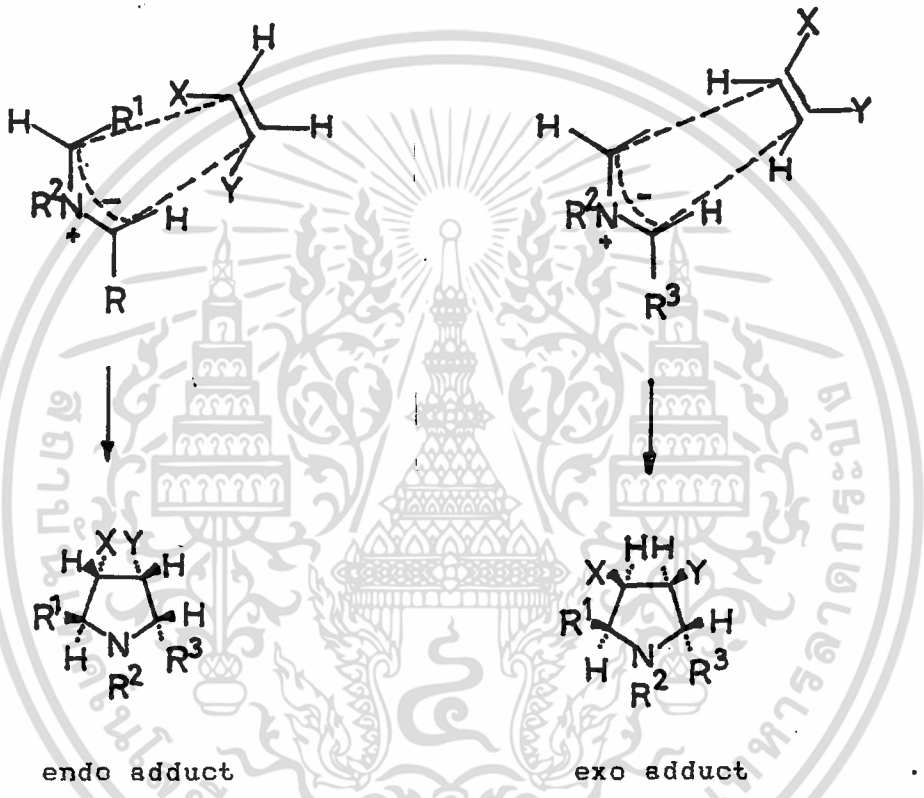


รูปที่ 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แอนที-ไดโพลที่เกิดขึ้น จะทำปฏิกิริยาไซโคลแอดิชันกับไดโพลาโรไฟล์ โดยผ่าน endo หรือ exo transition state และถ้ามีหมู่ที่ส่งเสริมให้เกิด secondary orbital interaction จะทำให้ได้อัตราส่วนของ endo/exo มากขึ้นด้วย ดังรูปที่ 4

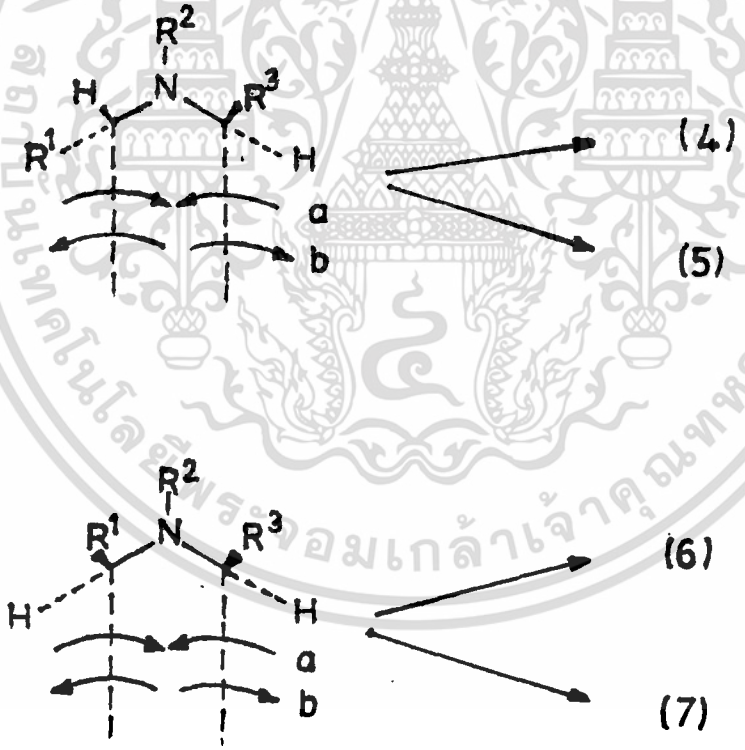
กลไกการเกิดปฏิกิริยาไซโคลแอดิชันแสดงได้ดังนี้



รูปที่ 4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในการเกิดปฏิกิริยาเปิดวงนั้นที่ C(2) และ C(3) ของ oxazolidinone (2) ซึ่งมีไฮบริดแบบ sp^3 จะเปลี่ยนไฮบริดเป็น sp^2 ด้วยการหมุนพันธะทั้งสองไปในทิศตรงข้ามกัน เรียกว่า disrotatory ให้เอโซมีไทน์ ยิลีด (4) และ (5) ดังรูปที่ 3 โดยที่อิทธิพลเนื่องจากความเกะกะ (sterric effect) ระหว่าง R^1 , R^2 และ R^3 ร่วมกับอันตรกิริยาทางไฟฟ้า (electronic interaction) ของ R^1 และ R^3 ในระหว่างการเกิดเป็นเอโซมีไทน์ ยิลีด เป็นอิทธิพลสำคัญที่ทำให้เกิดการหมุนแบบ disrotatory ของ oxazolidinone (2) ได้เป็นเอโซมีไทน์ ยิลีด (4) และ (5) ได้มากกว่า (6) และ (7) ซึ่งเป็นผลให้เกิดแอนที-ไดโพล มากกว่าซิน-ไดโพล



รูปที่ 3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ยกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

การดำเนินการวิจัย

<u>สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง</u>

1. ซาโคซีน
2. แอล-โพรลีน
3. เอทิล ไพรูเวท
4. นินไฮดริน ไฮเดรต
5. เอน-เมทิลมาลีอิไมด์
6. เอน-ฟีนิลมาลีอิไมด์
7. ไนโตรสไตริน
8. 1-บิวทานอล
9. อะซิโตไนไทร์ล
10. เฮกเซน
11. เอทานอล
12. คลอโรฟอร์ม
13. เอทิลอะซิเตต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1.Micro Analysis : Perkin-Elmer 2400

2.Infrared Spectra : Jasco IR-810 Infrared Spectrophotometer

3.H^1-Nuclear Magnetic Resonance Spectra

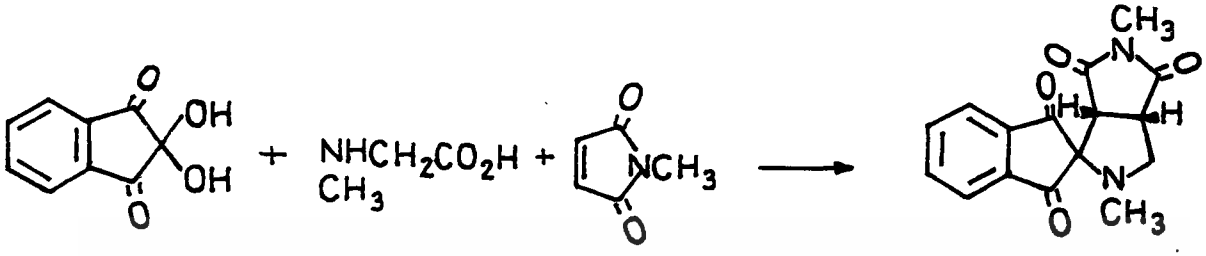
: Varian 60 MHz NMR Spectrometer

Bruker 200 MHz NMR Spectrometer

4.Melting Point : Buchi 510 Melting Point Apparatus

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมไซโคลแอดักของนินไฮดรินไฮเดรต ซาโคซีน และเอน-เมทิลมาลีอิไมด์



(8)

ละลายนินไฮดรินไฮเดรต (0.359 กรัม,0.002 โมล) ซาโคซีน (0.232 กรัม ,0.0027 โมล) เอน-เมทิลมาลีอิไมด์ (0.222 กรัม,0.002 โมล) ด้วย 1-บิวทานอล (50 มิลลิลิตร) ในขวดก้นกลม (100 มิลลิลิตร) นำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 4:30 ชั่วโมง ตรวจสอบปฏิกิริยาโดยใช้โครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง (chloroform : ethyl acetate ; 1:1) หลังจากปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์ ระเหยตัวทำละลายภายใต้ความดัน ได้ของแข็งสีส้ม 0.414 กรัม (ร้อยละของผลิตภัณฑ์ 69.5) จุดหลอมเหลว 170-175 องศาเซลเซียส ตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมคลอโรฟอร์ม-เฮกเซน ได้ผลึกสีส้มของ (8) จุดหลอมเหลว 171-175 องศาเซลเซียส

IR (KBr,cm^{-1}) 1755 (C=O) 1710 (O=C-N-C=O)

760 , 700 (monosubstitued benzene)

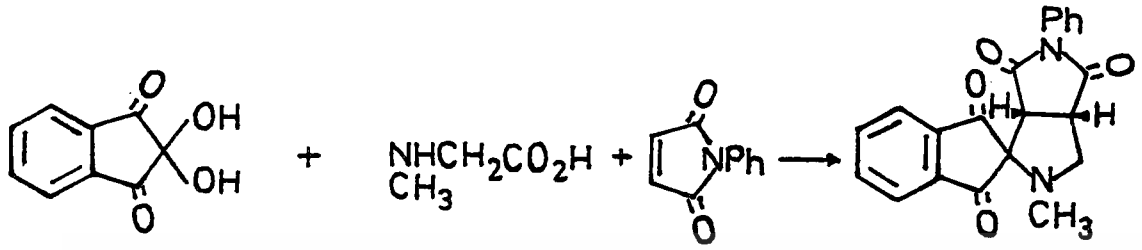
NMR ($CDCl_3$,δ) 2.3 (3H,s,-NC<u>H</u>$_3$) 3.0 (3H,s,-NC<u>H</u>$_3$)

3.4-3.7 (4H,m,H(3),H(4) และ 2xH(5))

8.0 (4H,m,-Ar<u>H</u>)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมไซโคลแอดักของนินไฮดรินไฮเดรต ซาโคซีน และเอน-ฟีนิลมาลีอิไมด์



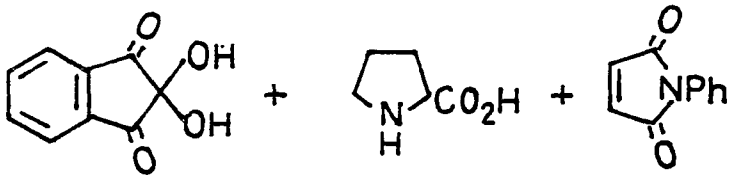
(9)

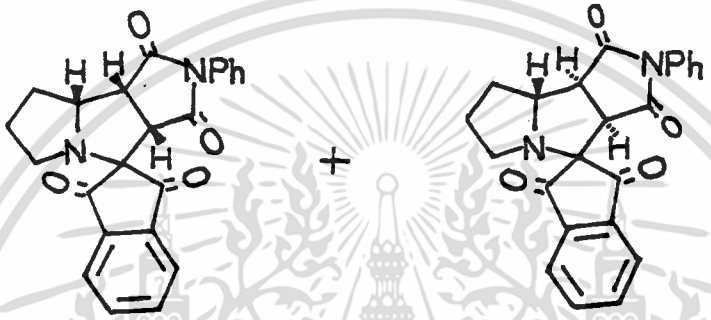
ละลายนินไฮดรินไฮเดรต (0.269 กรัม,0.002 โมล) ซาโคซีน (0.137 กรัม, 0.002 โมล) เอน-ฟีนิลมาลีอิไมด์ (0.26 กรัม,0.002 โมล) ด้วยอะซิโตไนไทรล์ (50 มิลลิลิตร) ในขวดก้นกลม(100 มิลลิลิตร) นำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนด้วยแท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 4:30 ชั่วโมง ตรวจสอบปฏิกิริยาโดยใช้โครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง (chloroform : ethyl acetate ; 1:1) หลังจากปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์ ระเหยตัวทำละลายภายใต้ความดัน ได้ของแข็งสีเหลือง 0.55 กรัม (ร้อยละของผลิตภัณฑ์ 81.3) จุดหลอมเหลว 187-203 องศาเซลเซียส ตกผลึกด้วยเอทานอล 2 ครั้ง ได้ผลึกรูปเข็มสีเหลืองของ (9) จุดหลอมเหลว 208-210 องศาเซลเซียส

microanalysis	$C_{21}H_{16}N_2$
requires	C , 70.00 : H , 4.44 : N ,7.78
found	C , 70.15 : H , 4.59 : N , 7.72
IR (KBr,cm^{-1})	1760 (C=O) 1720 (O=C-N-C=O)
	740 , 700 (monosubstituted benzene)
NMR ($CDCl_3$,δ)	2.3 (3H,S,-NC<u>H</u>$_3$) 3.7 (4H,m,H(3),H(4)และ 2xH(5))
	7.4-8.1 (9H,m,-Ar<u>H</u>)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมไซโคลแอดดักของนินไฮดรินไฮเดรต แอล-โพรลีน และเอน-ฟีนิลมาลีอิไมด์





(10a) (10b)

ละลายนินไฮดรินไฮเดรต (0.36 กรัม,0.002 โมล) ในเมทานอล (4 มิลลิลิตร) ละลายแอล-โพรลีน (0.231 กรัม,0.002 โมล) ในน้ำ (5 มิลลิลิตร) และละลายเอฟีนิลมาลีอิไมด์ (0.311 กรัม,0.002 โมล) ในเมทานอล (3 มิลลิลิตร) ผสมสารละลายทั้งหมดเข้าด้วยกันและทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องประมาณ 1:30 ชั่วโมง มีตะกอนสีส้มเกิดขึ้นกรองตะกอนได้ 0.46 กรัม (ร้อยละของผลิตภัณฑ์ 60.2) จุดหลอมเหลว 145-155 องศาเซลเซียส ตกผลึกด้วยเมทานอล 2 ครั้ง ได้ผลึกสีเหลืองอ่อนของ (10a) และ (10b) จุดหลอมเหลว 150-156 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นส่วนผสมของ 2 สเตอริโอไอโซเมอร์ในอัตราส่วนของ (10a):(10b) = 2.7:1

IR (KBr,cm^{-1}) 1745 (C=O) 1715 (O=C-N-C=O)

760 , 700 (monosubstituted benzene)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

NMR ($CDCl_3$, δ)

(10a) 1.9-3.06 (3x2H,m,2xH(6),2xH(7) และ 2xH(8))

3.77 (1H,dd,H(4),$J_{3,4}$=10,$J_{4,5}$ =10 Hz)

3.88 (1H,d,H(3),$J_{3,4}$ = 10 Hz)

4.35 (1H,dd,H(5),$J_{4,5}$ = 10Hz)

7.2-8.1 (9H,m,-Ar<u>H</u>)

(10b) 1.9-3.06 (3x2H,m,2xH(6),2xH(7) และ2xH(8))

3.50 (1H,dd,H(4),$J_{3,4}$ = 10 Hz , $J_{4,5}$ = 7.5 Hz)

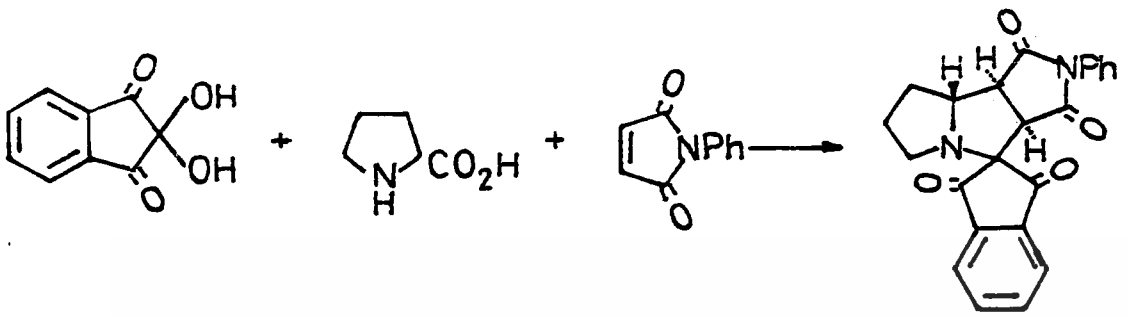
4.2 (1H,d,H(3),$J_{3,4}$ = 10 Hz)

4.3-4.42 (1H,m,H(5),$J_{4,5}$ = 7.5 Hz)

7.2-8.1 (9H,m,-Ar<u>H</u>)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมไซโคลแอดักของนินไฮดรินไฮเดรต แอล-โพรลีน และเอน-ฟีนิลมาลีอิไมด์



(10b)

ละลายนินไฮดรินไฮเดรต (0.347 กรัม,0.002 โมล) แอล-โพรลีน (0.232 กรัม,0.002 โมล) เอน-ฟีนิลมาลีอิไมด์ (0.356 กรัม,0.002 โมล) ด้วยอะซิโตไนไทรล์ (50 มิลลิลิตร) ในขวดก้นกลม (100 มิลลิลิตร) นำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนด้วยแท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 2:30 ชั่วโมง ตรวจสอบปฏิกิริยาโดยใช้โครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง (chloroform : ethyl acetate ; 1:1) หลังจากปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์ ระเหยตัวทำละลายภายใต้ความดัน ได้ของแข็งสีเหลือง 0.55 กรัม ซึ่งเป็นส่วนผสมของ 2 ไอโซเมอร์ (ร้อยละของผลิตภัณฑ์ 72) จุดหลอมเหลว 93-127 องศาเซลเซียส ตกผลึกด้วยเอทานอล ได้ผลึกสีเหลืองของ (10b) จุดหลอมเหลว 188-190 องศาเซลเซียส

IR (KBr,cm^{-1}) 1755 (C=O) 1715 (O=C-N-C=O)

760 , 700 (monosubstituted benzene)

NMR ($CDCl_3$,) 1.9-3.06 (3x2H,m,H(6),H(7) และ H(8))

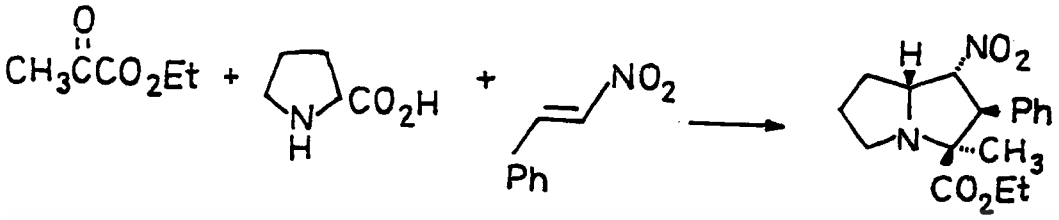
3.52 (1H,dd,H(4),$J_{3,4}$ = 10 Hz , $J_{4,5}$ = 7.5 Hz)

4.2 (1H,d,H(3),$J_{3,4}$ = 10 Hz)

4.36 (1H,m,H(5),$J_{4,5}$=7.5 Hz) 7.2-8.1 (9H,m,-Ar<u>H</u>)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมไซโคลแอดักของเอทิลไพรูเวท แอล-โพรลีน และไนโตรสไตรีน



(12)

ละลายเอทิลไพรูเวท (0.326 กรัม,0.003 โมล) แอล-โพรลีน (0.308 กรัม ,0.003 โมล) ไนโตรสไตรีน (0.485 กรัม,0.003 โมล) ด้วย 1-บิวทานอล ในขวดก้นกลม (100 มิลลิลิตร) นำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 2:30 ชั่วโมง ตรวจสอบปฏิกิริยาโดยใช้โครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง (chloroform : ethyl acetate ; 1:1) หลังจากปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์ ระเหยตัวทำละลายภายใต้ความดัน ได้ของแข็งสีน้ำตาล 0.89 กรัม ตกผลึกของแข็ง(0.272 กรัม) ด้วยเอทานอล ได้ผลึกสีขาวของ (12) 0.14 กรัม (ร้อยละของผลิตภัณฑ์ 48.3) จุดหลอมเหลว 100-101 องศาเซลเซียส

IR (KBr,cm^{-1}) 1720 (C=O) , 1540 และ 1380 (NO_2)

760 , 700 (monosubstituted benzene)

NMR ($CDCl_3$,δ) 1.08 (3H,t,$-CH_2\underline{CH_3}$,J = 7.2 Hz)

1.49 (3H,s,$-C\underline{H_3}$)

1.75-3.10 (3x2H,m,H(6),H(7) และ H(8))

3.97 (1H,d,H(3),$J_{3,4}$ = 10 Hz)

4.00 (2H,q,$-OC\underline{H_2}-$)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

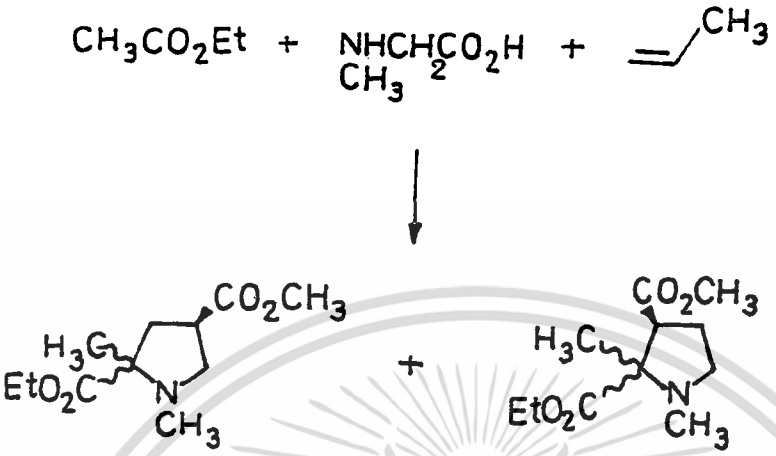
4.65 (1H,td,H(5),$J_{4,5}$ = 9.5 Hz)

5.90 (1H,dd,H(4),$J_{4,5}$ = 9.5 และ $J_{3,4}$ = 10 Hz)

7.25 (5H,m,-Ar<u>H</u>)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมไซโคลแอดักของเอทิลไพรูเวท ซาโคซีน และเมทิลอะไครเลท



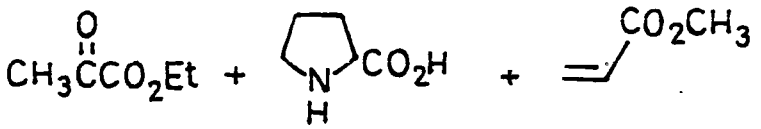
(17) (18)

ละลายเอทิลไพรูเวท (0.24 กรัม,0.002 โมล) ซาโคซีน (0.174 กรัม ,0.002 โมล) เมทิลอะไครเลท (0.18 กรัม,0.002 โมล) ด้วยไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ในขวดก้นกลม (100 มิลลิลิตร) นำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนด้วยแท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ตรวจสอบปฏิกิริยาโดยใช้โครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง (chloroform : ethyl acetate ; 1:1) หลังจากปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์ ระเหยตัวทำละลายภายใต้ความดัน ได้ของเหลวหนืดสีน้ำตาล 0.075 กรัม ของ (17a และ 17b) กับ (18a และ18b) ซึ่งเป็นส่วนผสมของ 4 ไอโซเมอร์ในอัตราส่วน 3.9:2.3:11.1:3.7

IR(KBr,cm^{-1}) 1740 (ester)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมไซโคลแอดักของเอทิลไพรูเวท แอล-โพรลีน และเมทิลอะไครเลท



(19) (20)

ละลายเอทิลไพรูเวท (1.842 กรัม ,0.016 โมล) แอล-โพรลีน (1.821 กรัม ,0.016 โมล) เมทิลอะไครเลท (1.388 กรัม,0.016 โมล) ด้วยไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ในขวดก้นกลม (100 มิลลิลิตร) นำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนด้วยแท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 14 ชั่วโมง ตรวจสอบปฏิกิริยาโดยใช้โครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง (chloroform : ethyl acetate ; 1:1) หลังจากปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์ ระเหยตัวทำละลายภายใต้ความดัน ได้ของเหลวหนืดสีน้ำตาล 2.174 กรัม ของ (19a และ 19b) กับ (20a และ 20b) ซึ่งเป็นส่วนผสมของ 4 ไอโซเมอร์ในอัตราส่วน 5.5:10.8:2.0:4.3

IR (KBr,cm^{-1}) 1740 (ester)

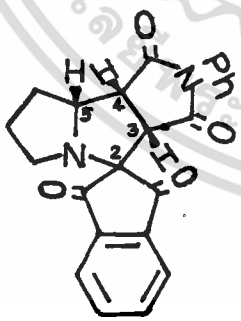
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิจารณ์ผลการวิจัย

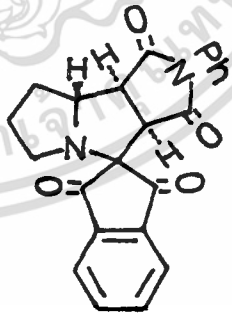
ปฏิกิริยาระหว่างซาโคซีน นินไฮดริน และเอน-เมทิลมาลีอิไมด์ ให้ไซโคลแอดดัก (8) ร้อยละของผลิตภัณฑ์ 69.5 และเมื่อเปลี่ยนจากเอน-เมทิลมาลีอิไมด์ เป็นเอน-ฟีนิลมาลีอิไมด์ ได้ไซโคลแอดดัก (9) ร้อยละของผลิตภัณฑ์ 81.3

ปฏิกิริยาระหว่างแอล-โพรลีน นินไฮดริน และเอน-ฟีนิลมาลีอิไมด์ ให้ไซโคลแอดดัก (10a) และ (10b) ร้อยละของผลิตภัณฑ์ 60.2 ซึ่งเป็นของผสมของ 2 สเตอริโอไอโซเมอร์ อัตราส่วนของ (10a):(10b) = 2.7 :1 จาก NMR ของไอโซเมอร์หลักพบว่า (10a) มี H(5) เป็นดับเบิลดับเบิลต $J_{4,5}$=10.0 Hz ส่วนไอโซเมอร์รอง (10b) มี H(5) เป็นมัลติเพลต และ $J_{4,5}$ = 7.5 Hz



(10a)

$J_{4,5}$ = 10 Hz



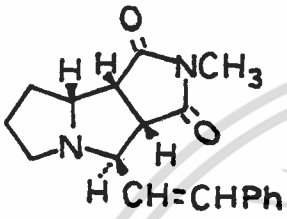
(10b)

$J_{4,5}$ = 7.5 Hz

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

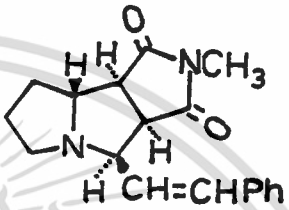
สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

จากข้อมูลโครงสร้างของ(11a) และ (11b)[2] พบว่า (11a) มี H(4) *cis* กับ H(5) มีค่า $J_{4,5}$ = 8.3 Hz ส่วน (11b) มี H(4) *trans* กับ H(5) มีค่า $J_{4,5}$ = 0 Hz นั่นคือค่า coupling constant ของ H(4) *cis* H(5) (ใน (11a)) มีค่ามากกว่าของ H(4) *trans* H(5) (ใน (11b))



(11a)

$J_{4,5}$ = 8.3 Hz



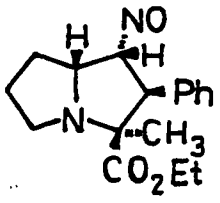
(11b)

$J_{4,5}$ = 0 Hz

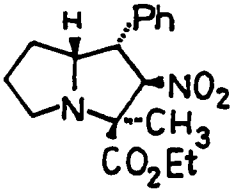
ดังนั้นไอโซเมอร์หลัก (10a) ควรมี H(4) *cis* H(5) ($J_{4,5}$ = 10 Hz) ส่วนไอโซเมอร์รอง (10b) ควรมี H(4) *trans* H(5) ($J_{4,5}$ = 7.5 Hz)

ปฏิกิริยาระหว่างแอล-โพรลีนเอทิลไพรูเวท และไนโตรสไตรีน ให้ไซโคลแอดดัก (12) ซึ่งเป็นสเตอริโอสเปซิฟิคร้อยละของผลิตภัณฑ์ 48.3 จากรูปแบบ NMR พบว่าไฮโดรเจนที่ติดกับ $-NO_2$ ควรจะอยู่ที่สนามแม่เหล็กต่ำที่สุด คือ H (4) (δ = 5.9 ppm) เป็นดับเบิลดับเพลต ($J_{3,4}$ = 7.2 Hz และ $J_{4,5}$ = 3.5 Hz) เป็นการยืนยันว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ควรจะเป็น (12)(ซึ่งมีหมู่-NO_2 ที่ C(4)) มากกว่า (13) (ซึ่งมีหมู่ $-NO_2$ ที่C(3)) การกำหนดตำแหน่งของโปรตอนยืนยันโดย 2D-^{1}HNMR (cosy) การกำหนดสเตอริโอเคมีใช้เทคนิคของ 2D-^{1}HNMR (noesy) จะได้ H(3) *cis* กับ CH_3 และ H(4) *cis* กับ H(5)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

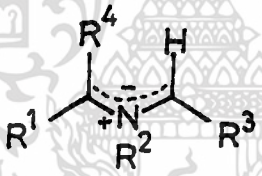


(12)

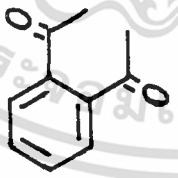


(13)

จากสเตอริโอเคมีที่ว่า ไอโซเมอร์หลัก (10a) มี H(4) *cis* H(5) และไอโซเมอร์รอง (10b) มี H(4) *trans* H(5) เป็นการแสดงให้เห็นว่า เกิดจากแอนที-ไดโพล (14a) เดียวกัน โดยมีไอโซเมอร์หลัก (10a) และไอโซเมอร์รอง (10b) เกิดผ่าน endo (15) และ exo (16) transition state ตามลำดับ



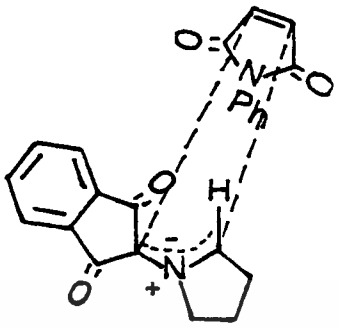
(14)

a. R^1, R^4 =  , R^2, R^3 = $-CH_2CH_2CH_2-$

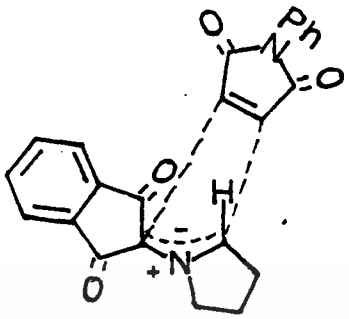
b. $R^1 = -CH_3$, $R^4 = -CO_2Et$, $R^2, R^3 = -CH_2CH_2CH_2-$

c. $R^1 = -CH_3$, $R^4 = -CO_2Et$, $R^2 = -CH_3$, $R^3 = -H$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

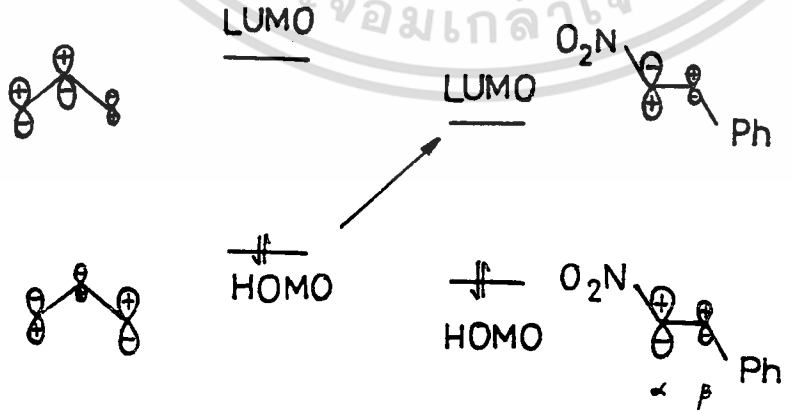


(15)



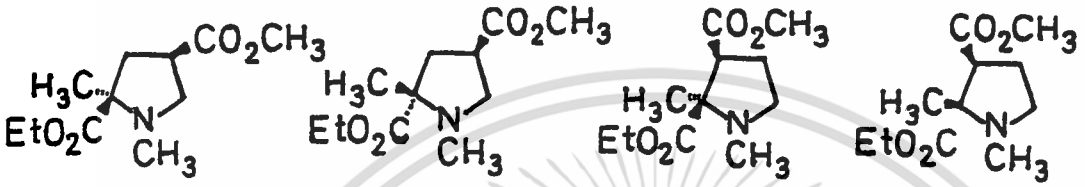
(16)

ในทำนองเดียวกันไซโคลแอดัก (12) ควรเกิดผ่านไดโพล (14b) และทิศทางการเข้าทำปฏิกิริยาของไนโตรสไตรีนที่ให้ (12) มากกว่า (13) สามารถอธิบาย[3] ได้โดยใช้ Frontier Molecular Orbital Theory ที่ว่าขนาดของสัมประสิทธิของออร์บิตัล (orbital coefficient) ที่ใหญ่กว่าของอะตอมที่ปลายของ HOMO ของเอโซมีไทน์ ยิลีด (ไดโพล) จะจับกับขนาดของสัมประสิทธิของออร์บิตัลที่ใหญ่กว่าของอะตอมของ LUMO ของไดโพลาโรไฟล์ ดังนั้น C(3) ของเอโซมีไทน์ ยิลีด (14b) น่าจะมีขนาดของออร์บิตัลใหญ่กว่าที่ C(2) จึงจับกับคาร์บอนที่ตำแหน่งแอลฟาของไนโตรสไตรีน ซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์ของออร์บิตัลใหญ่กว่าเบตาคาร์บอน



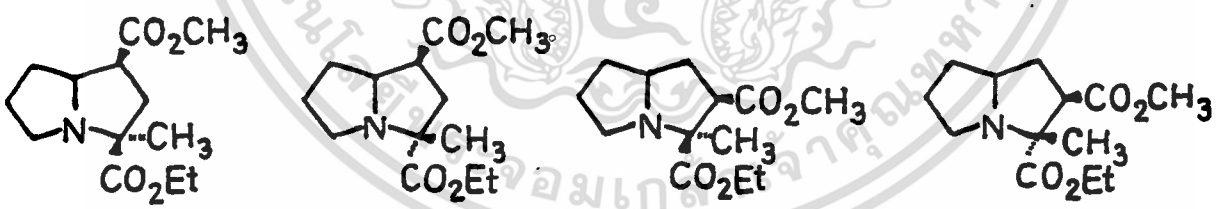
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปฏิกิริยาระหว่างซาโคซีน เอทิลไพรูเวทและเมทิลอะไครเลท ให้ไซโคลแอดดัก (17) และ (18) ซึ่งเป็นของผสมของเรจิโอและสเตอริโอไอโซเมอร์ 4 ไอโซเมอร์ ในอัตราส่วน = 3.9:2.3:11.1:3.8 โดยคาดว่าเกิดผ่านไดโพล (14c) และขึ้นกับทิศทางของการเข้าทำปฏิกิริยาของเมทิลอะไครเลท



(17a) (17b) (18a) (18b)

ในทำนองเดียวกันปฏิกิริยาระหว่างแอล-โพรลีน เอทิลไพรูเวทและเมทิลอะไครเลท ให้ไซโคลแอดดัก (19) และ (20) ซึ่งเป็นของผสมของ 4 ไอโซเมอร์ ในอัตราส่วน = 5.5:10.8:2.0:4.3 โดยคาดว่าจะเป็นของผสมของเรจิโอไอโซเมอร์ (19a และ 19b) กับ (20a และ 20b) อันเกิดจากแอนที-ไดโพล (14b)



(19a) (19b) (20a) (20b)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

สรุปผลการศึกษาและข้อเสนอแนะ

ปฏิกิริยาไซโคลแอดิชันระหว่างไดโพลาโรไฟล์ กับเอโซมีไทน์ ยิลีด ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาระหว่างสารประกอบคาร์บอนิลกับ แอลฟา-กรดอะมิโน พบว่าเอโซมีไทน์ ยิลีด จะอยู่ในรูปแอนที-ไดโพล และผลิตภัณฑ์หลักเกิดผ่าน endo-transition state ในกรณีที่ใช้ไดโพลาโรไฟล์ชนิดไม่สมมาตร (unsymmetrical dipolarophile) คือ ไนโตรสไตรีน และ เมทิลอะไครเลท จะให้เรจิโอไอโซเมอร์ โดยทิศทางการเข้าทำปฏิกิริยาของไดโพลาโรไฟล์ขึ้นกับสัมประสิทธิ์ของออร์บิตัล (orbital coefficient) ที่มีค่ามากของ frontier orbital ของทั้งไดโพล และไดโพลาโรไฟล์

ข้อเสนอแนะ

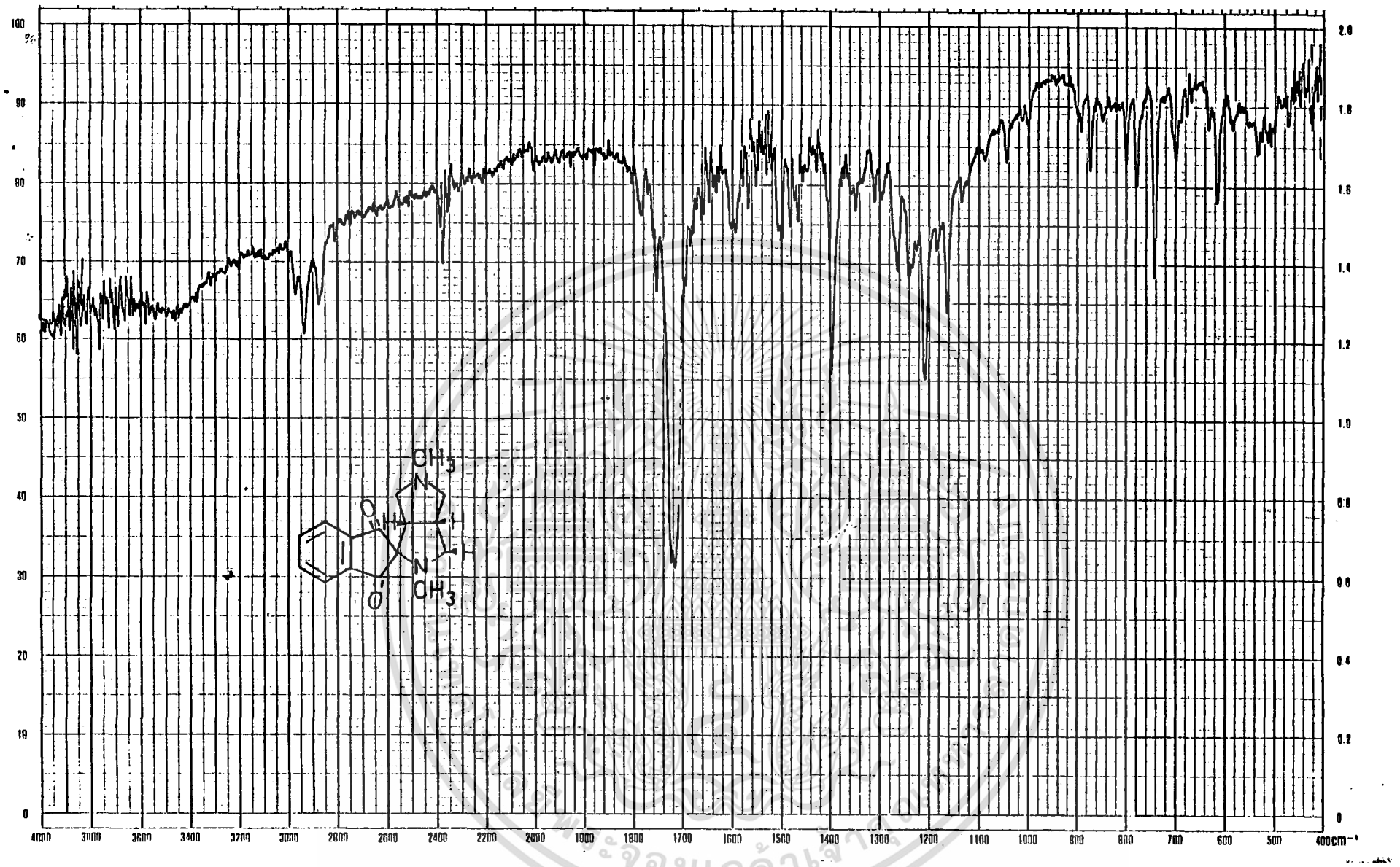
ปฏิกิริยาไซโคลแอดิชันนี้สามารถใช้ในการสังเคราะห์อนุพันธ์ต่าง ๆ ของโพรลีน นอกจากนี้ยังสามารถประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์ pyrrolizidine และ pyrrolidine ซึ่งเป็นโครงสร้างพื้นฐานของอัลคาลอยด์ (alkaloid) บางชนิดด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

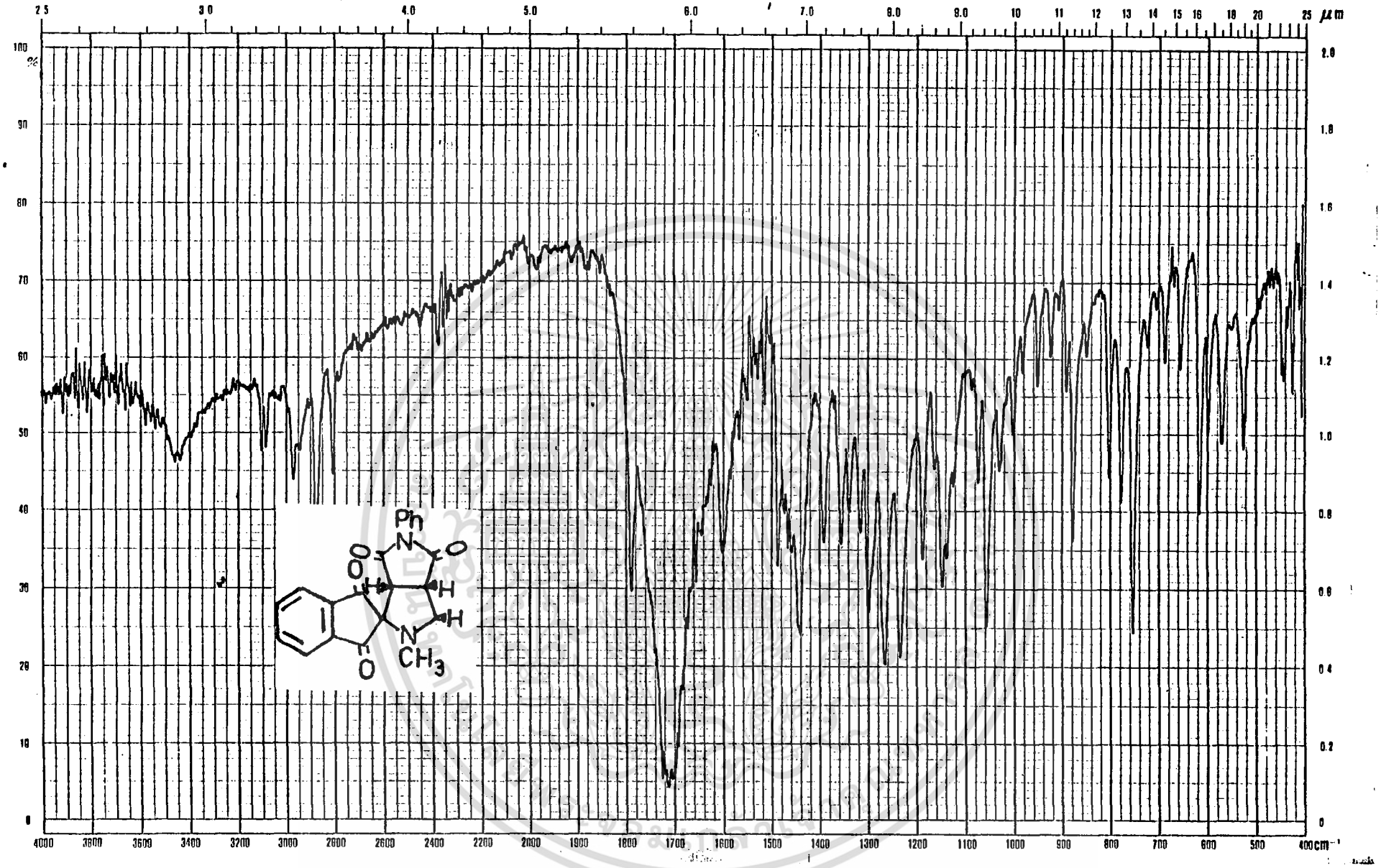
ภาคผนวกที่ 1

IR Spectra

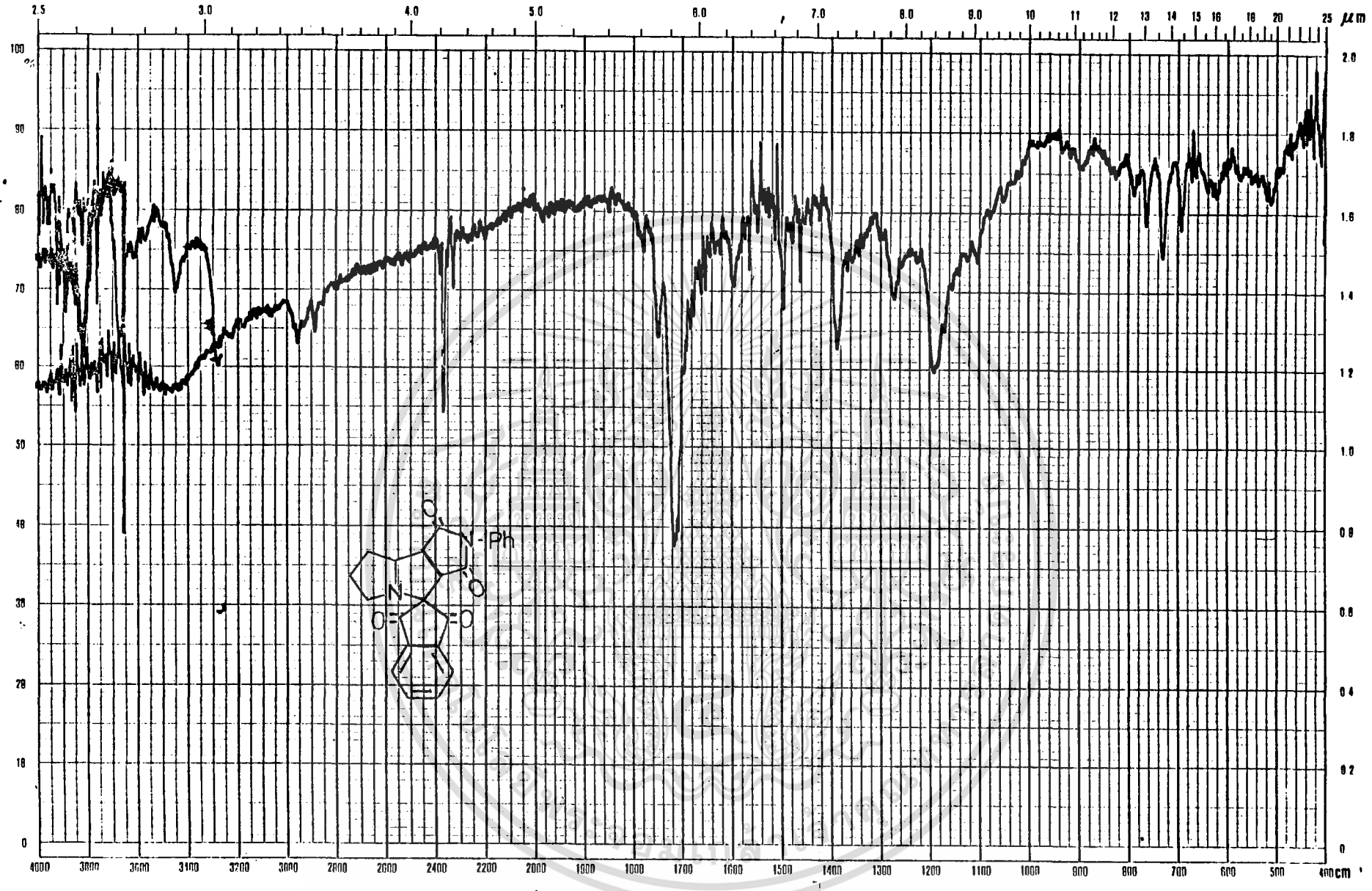
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



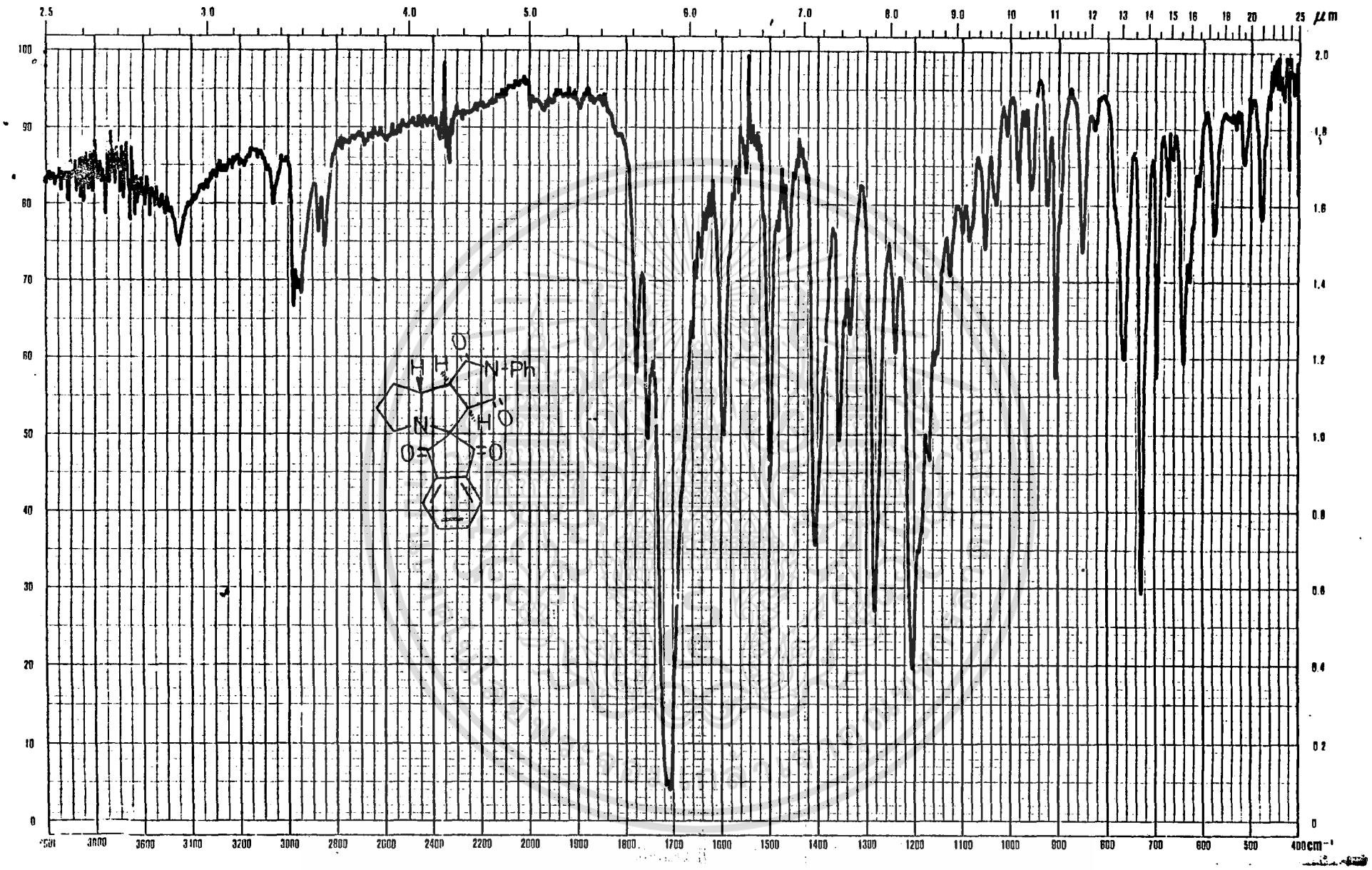
รูปที่ 1 แสดงข้อมูลอินฟราเรดสเปกตราของ 8



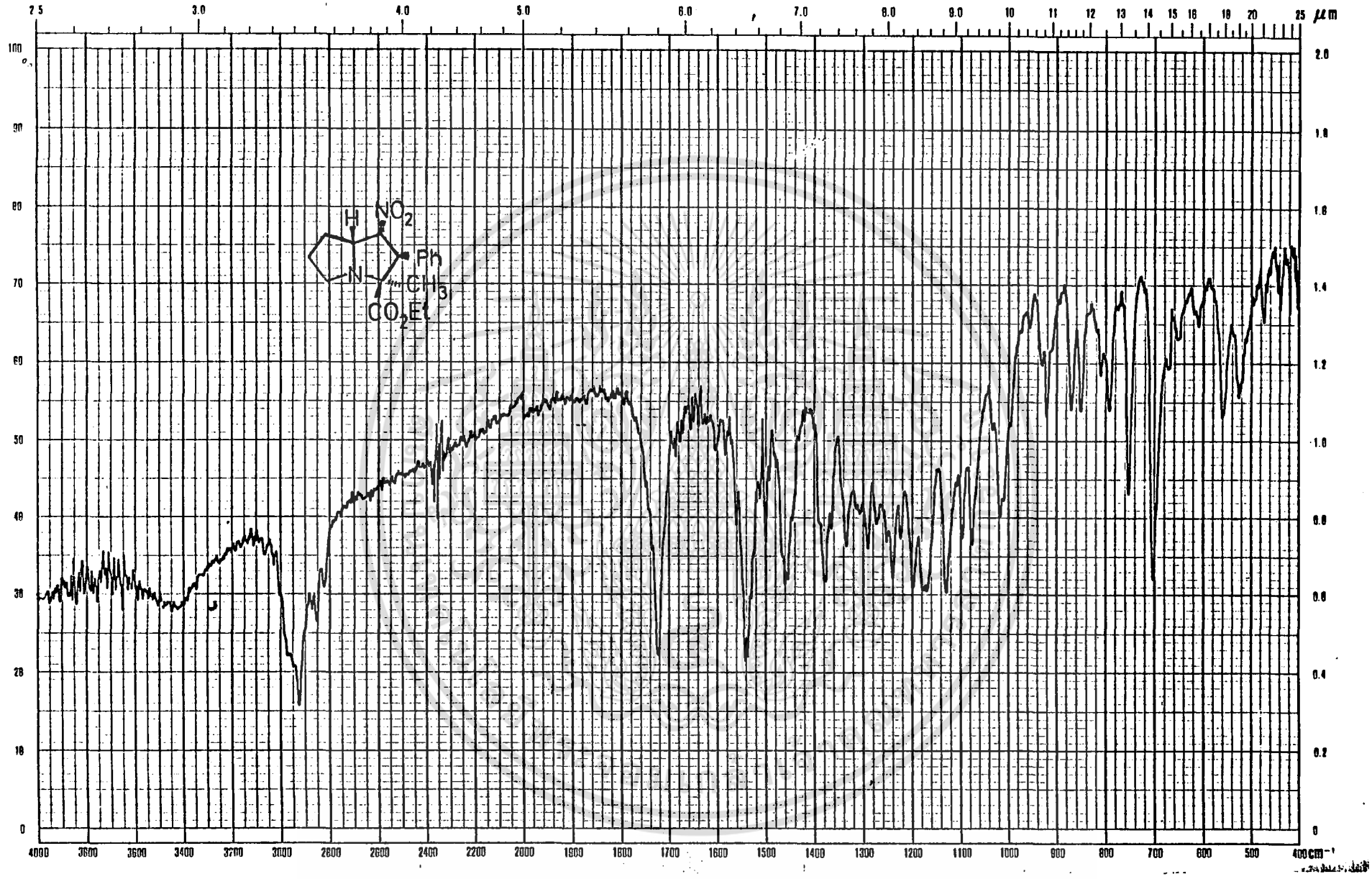
รูปที่ 2 แสดงข้อมูลอินฟราเรดสเปกตราของ 9



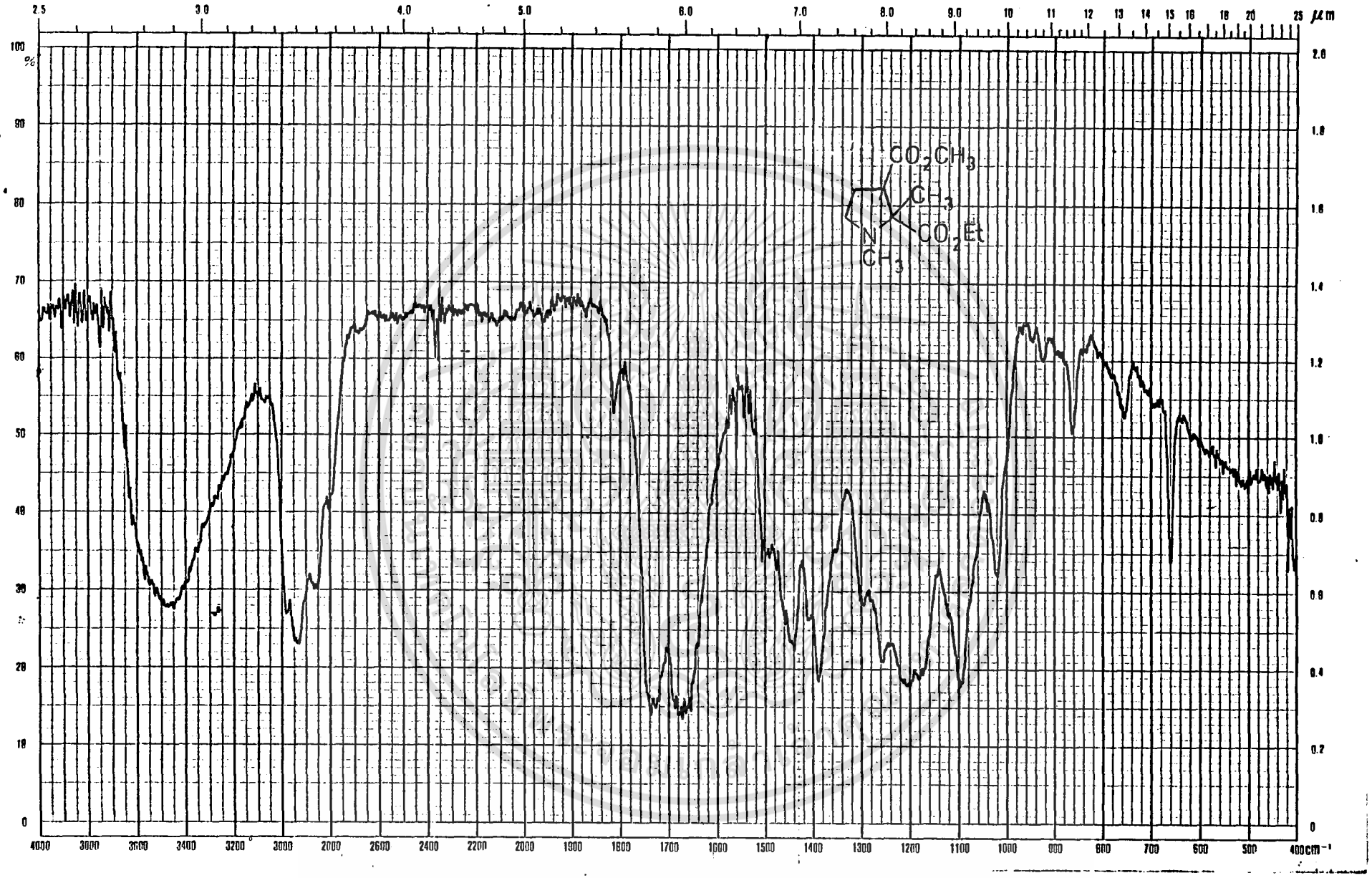
รูปที่ 3 แสดงข้อมูลอินฟราเรดสเปกตราของ 10a และ 10b



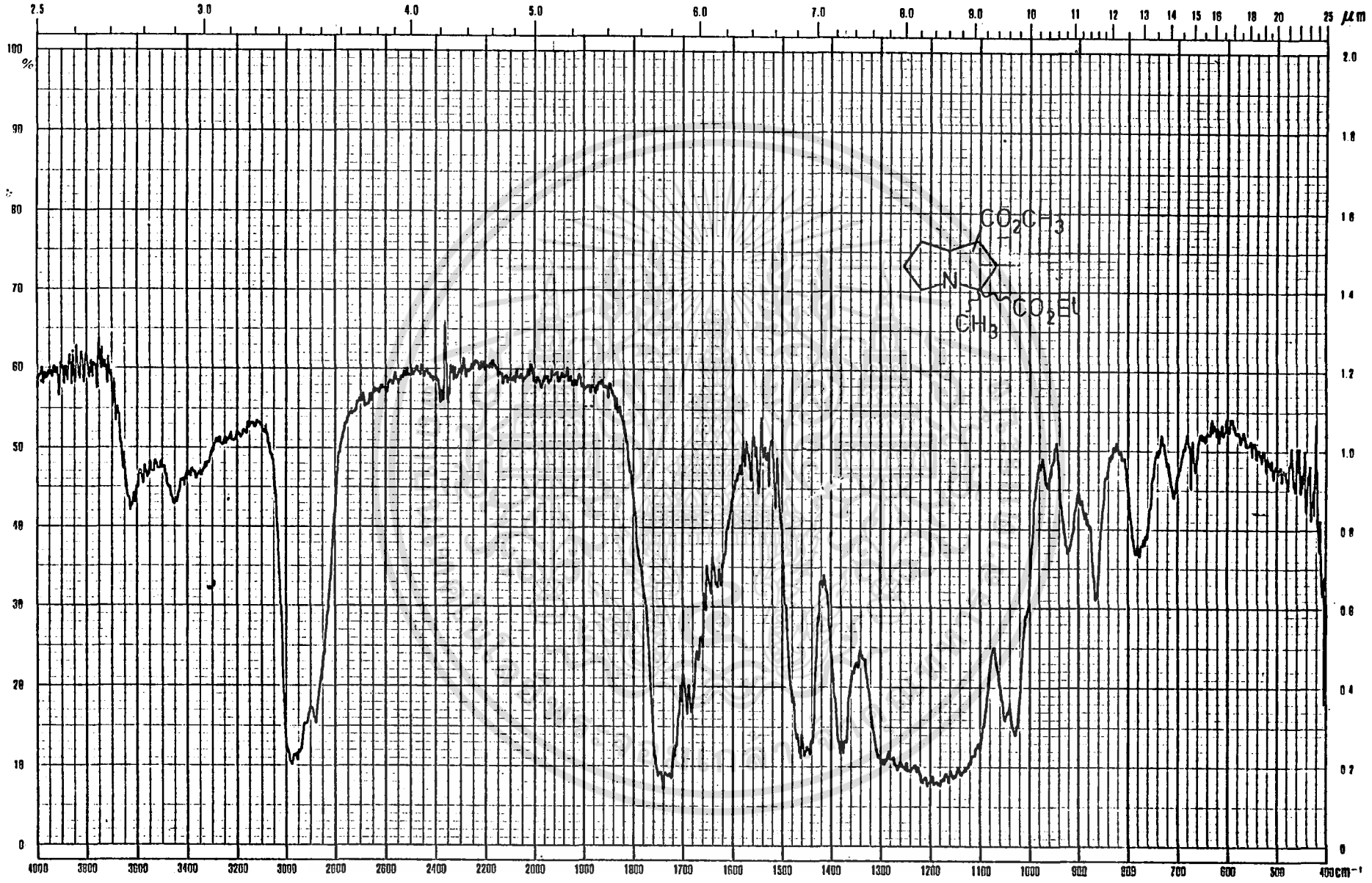
รูปที่ 4 แสดงข้อมูลอินฟราเรดสเปกตราของ 10b



รูปที่ 5 แสดงข้อมูลอินฟราเรดสเปกตราของ 12



รูปที่ 6 แสดงข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรวของ 17 และ 18

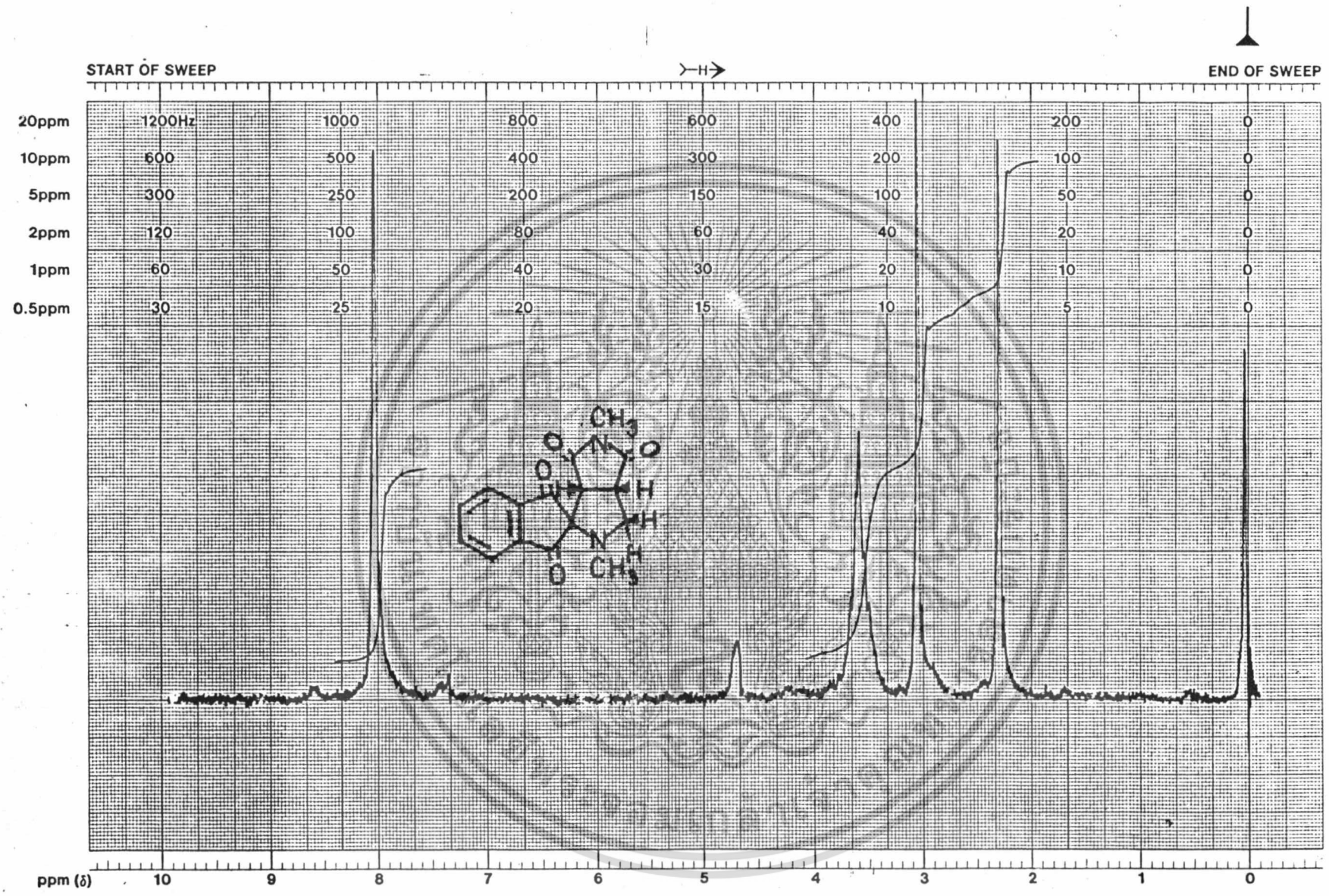


รูปที่ 7 แสดงข้อมูลอินฟราเรดสเปกตราของ 19 และ 20

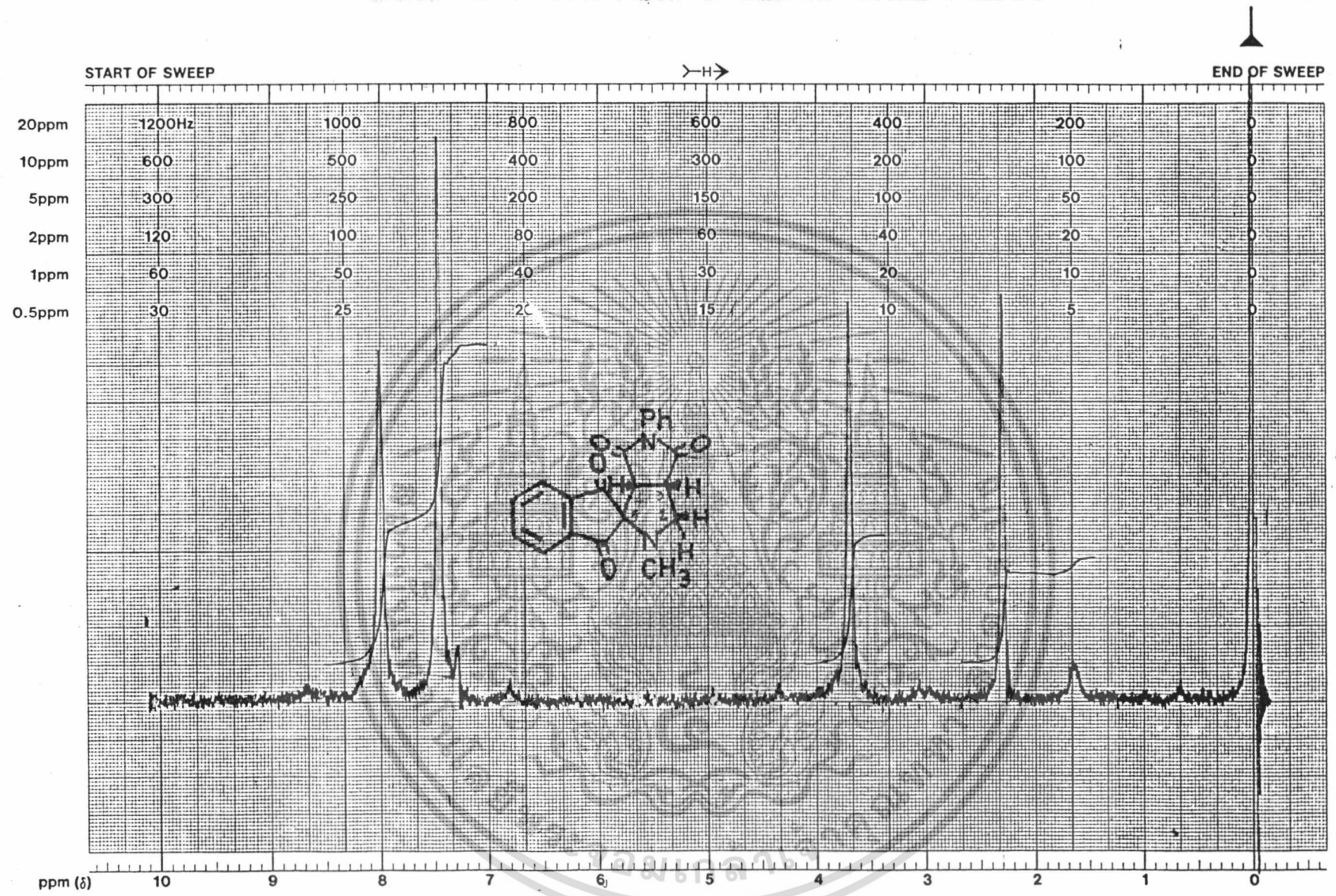
ภาคผนวกที่ 2

H^1-NMR Spectra

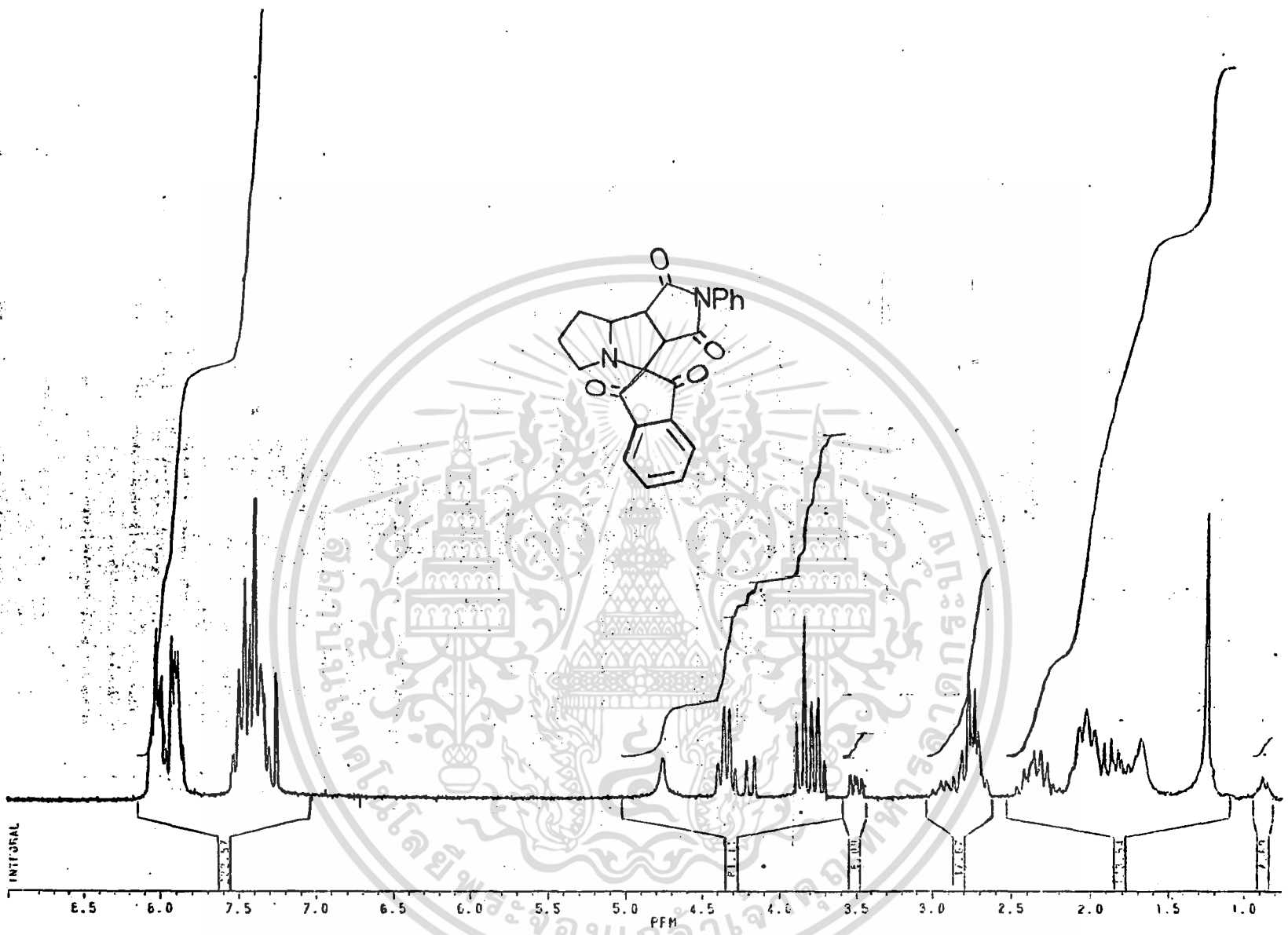
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



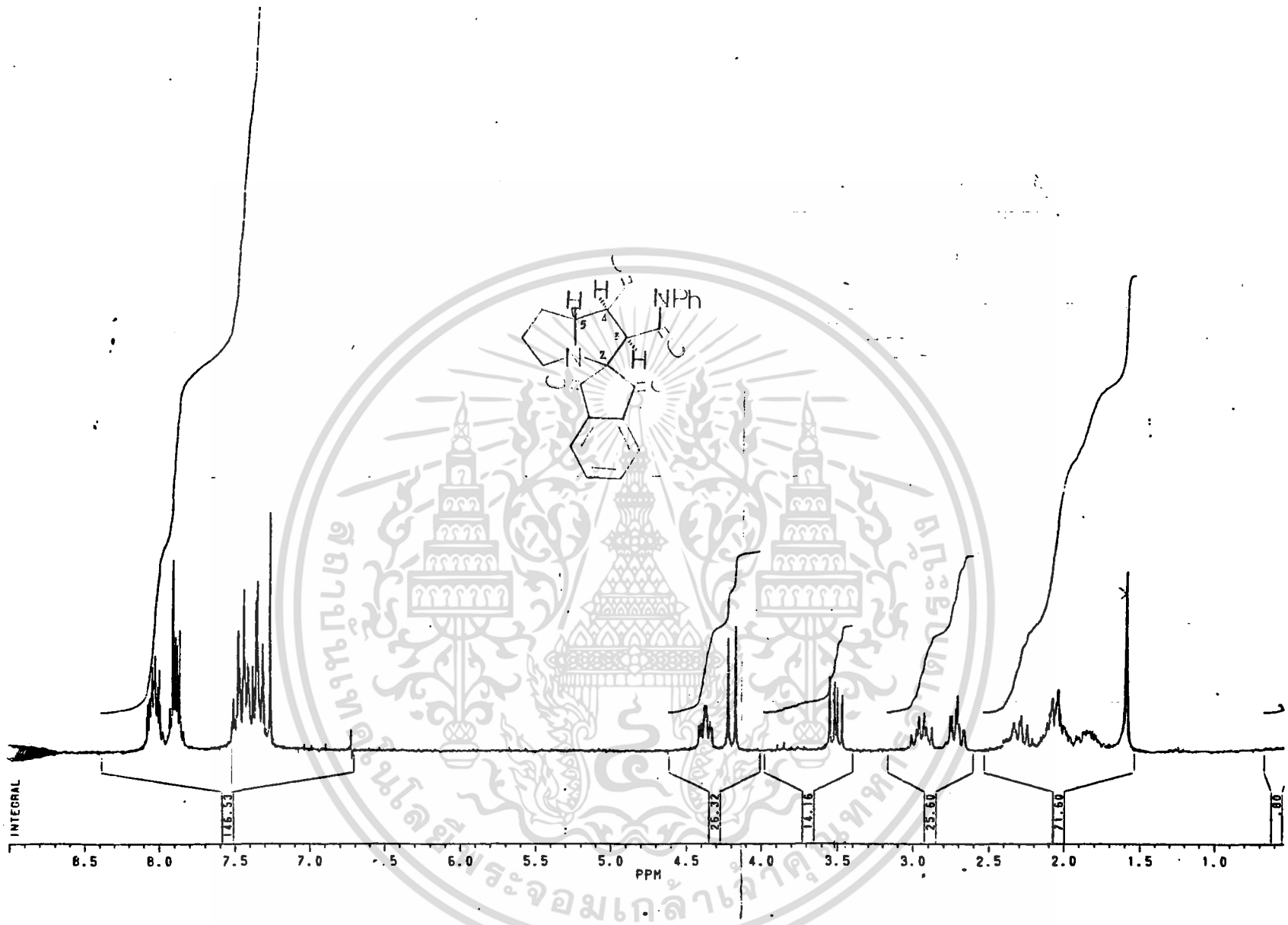
รูปที่ 1 แสดงข้อมูลนิวเคลียร์แมกนีติกเรโซแนนซ์ของ 8



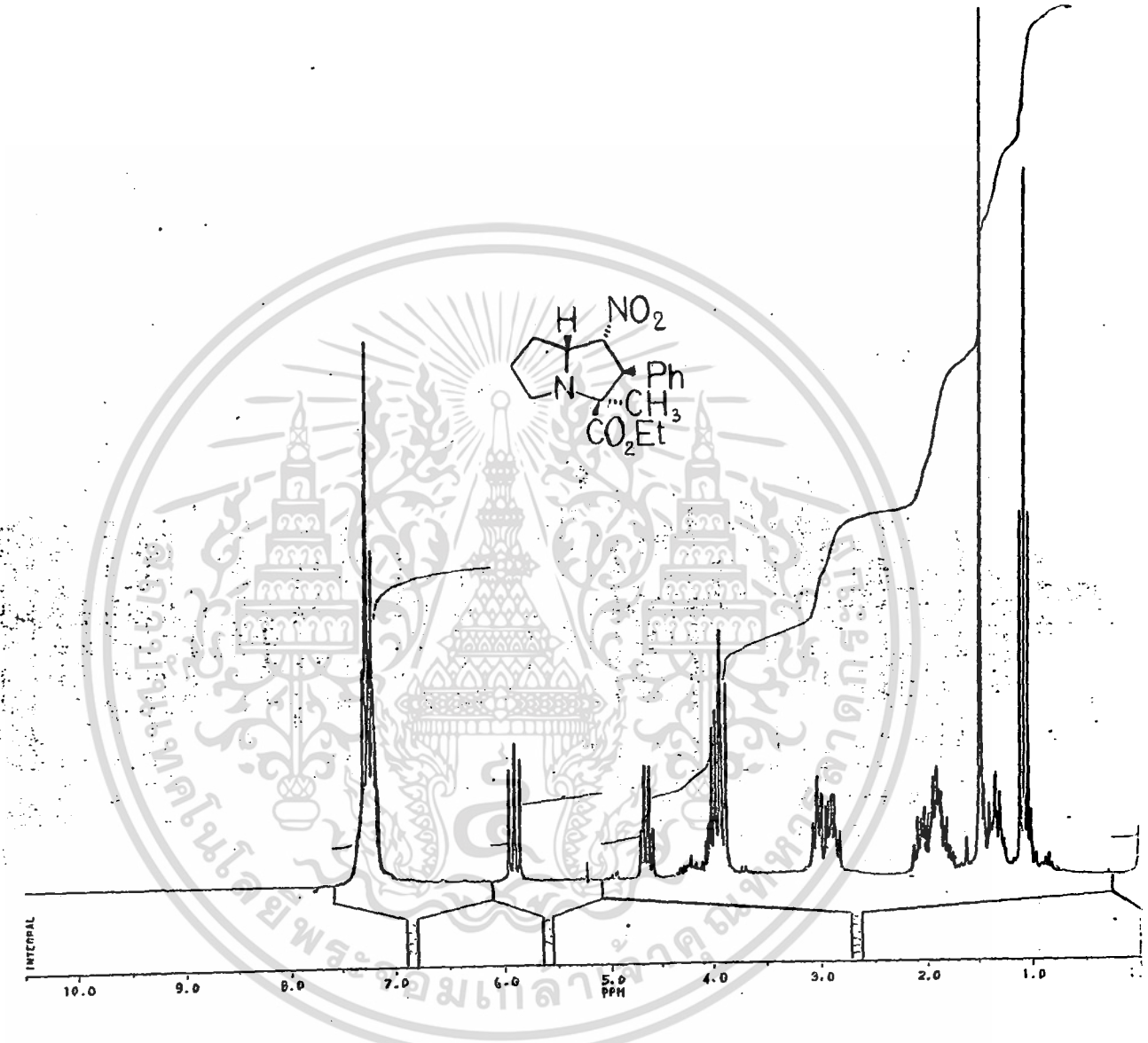
รูปที่ 2 แสดงข้อมูลนิวเคลียร์แมกนีติกเรโซแนนซ์ของ 9



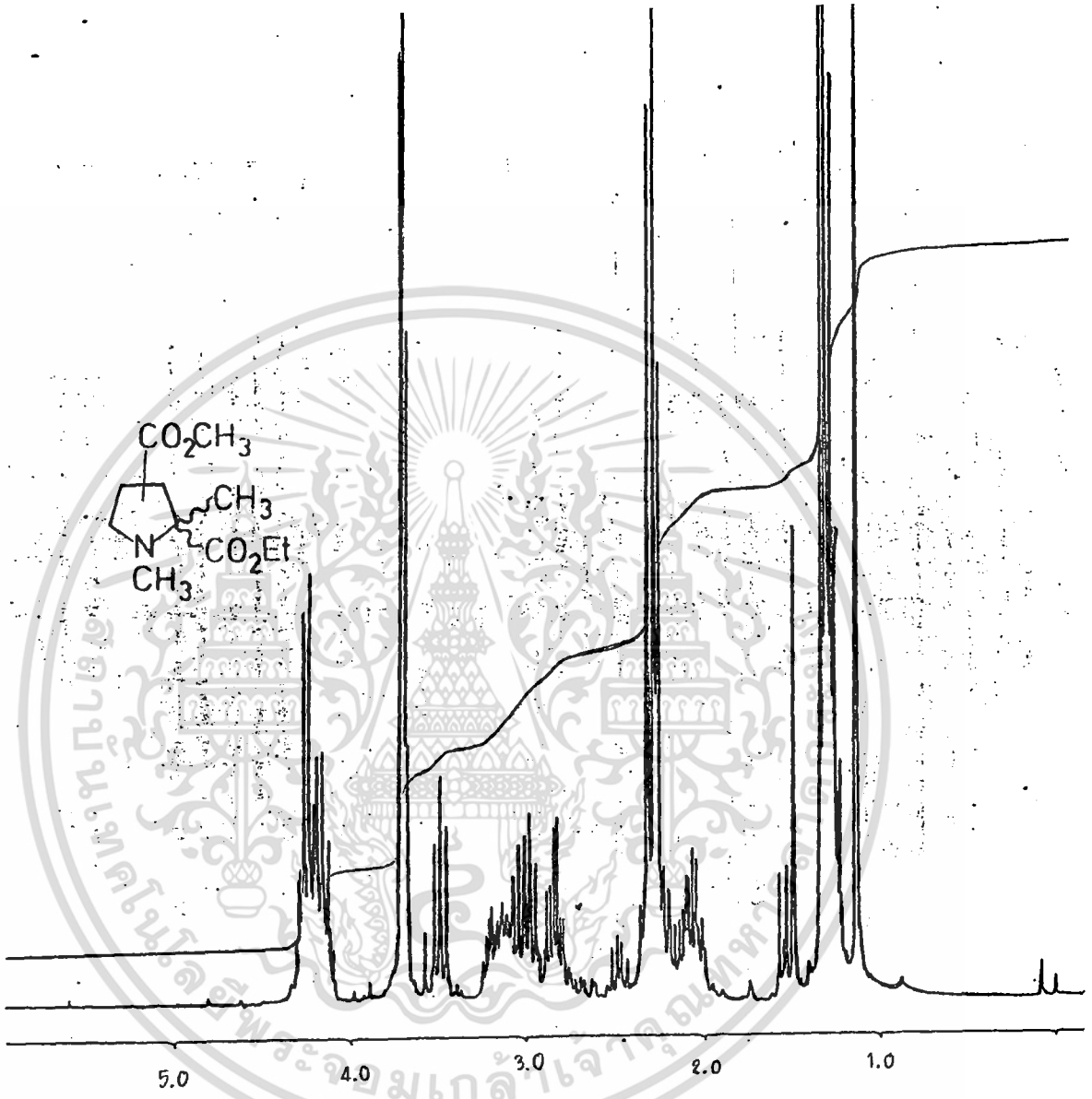
รูปที่ 3 แสดงข้อมูลนิวเคลียร์แมกนีติกเรโซแนนซ์ของ 10a และ 10 b



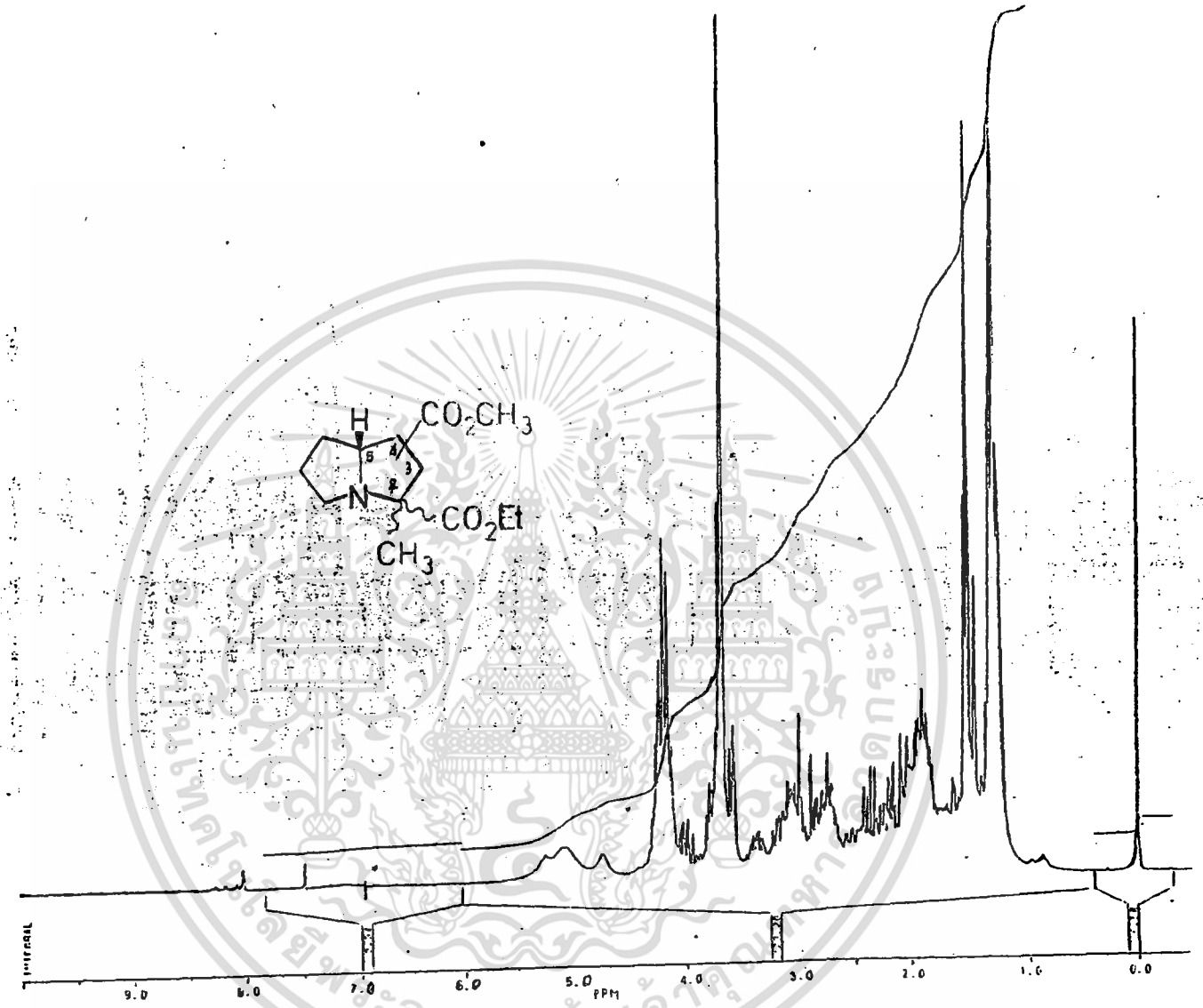
รูปที่ 4 แสดงข้อมูลนิวเคลียร์แมกนีติกเรโซแนนซ์ของ 10b



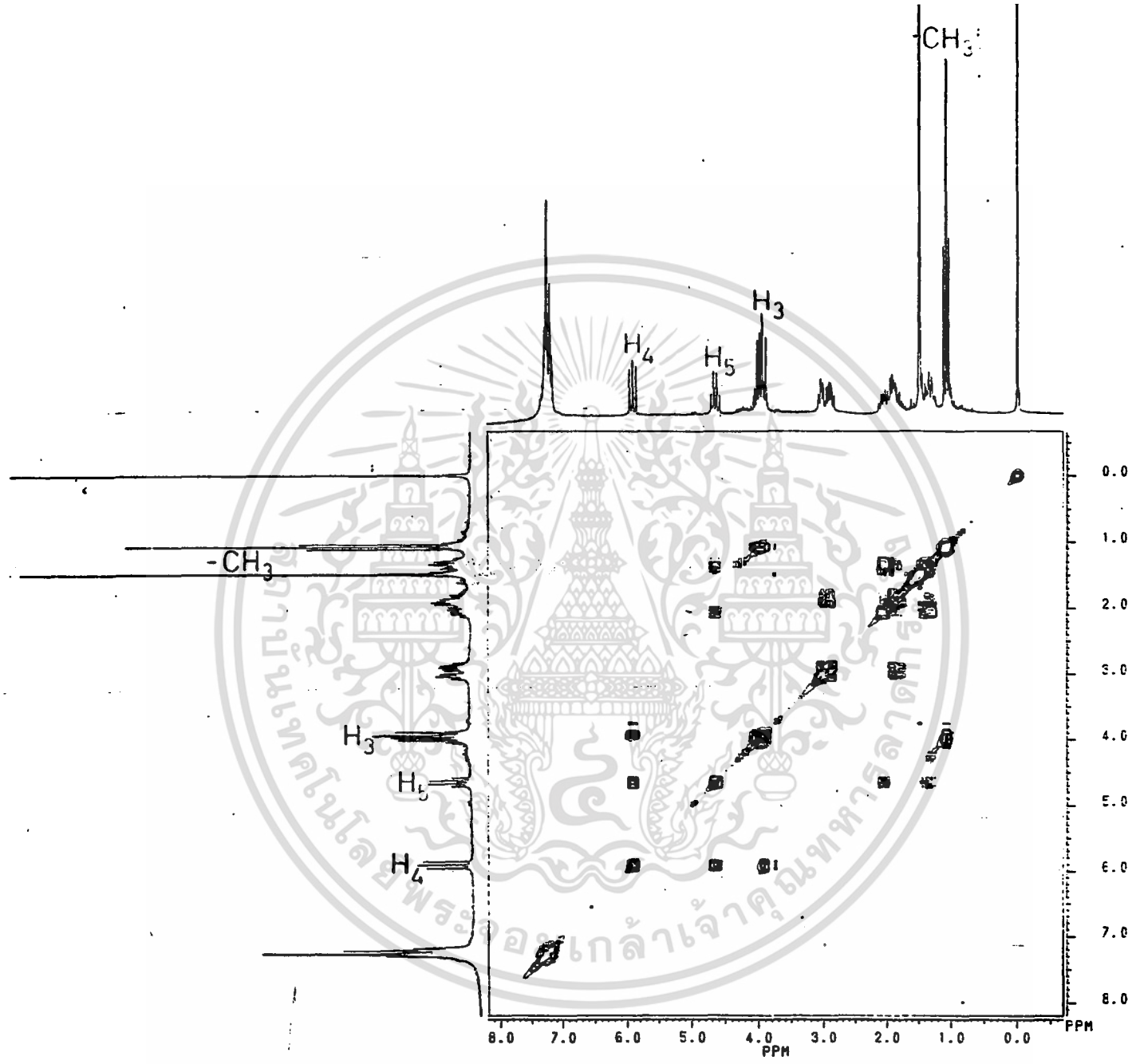
รูปที่ 5 แสดงข้อมูลนิวเคลียร์แมกนีติกเรโซแนนซ์ของ 12



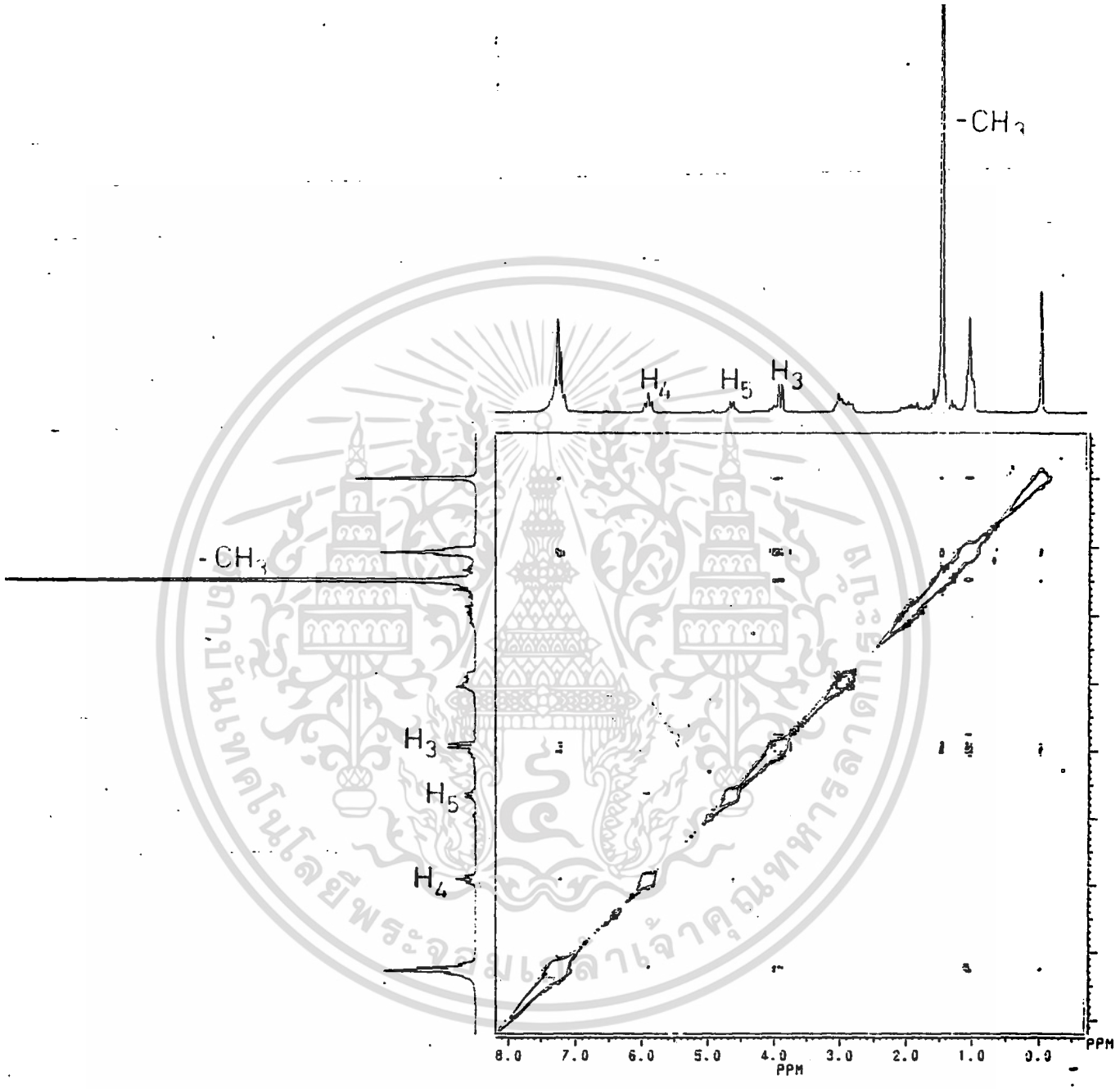
รูปที่ 6 แสดงข้อมูลนิวเคลียร์แมกนีติกเรโซแนนซ์ของ 17 และ 18



รูปที่ 7 แสดงข้อมูลนิวเคลียร์แมกนีติกเรโซแนนซ์ของ 19 และ 20



รูปที่ ๘ แสดงข้อมูล 2-D COSY NMR ของ 12



รูปที่ 9 แสดงข้อมูล 2-D NOSY NMR ของ 12

เอกสารอ้างอิง

1.Grigg,R.,Idle,J.,Mc Meekin,P.,Surendrakumar,S. and Vipond,D., "X=Y-ZH Systems as Potential 1,3-Dipoles. Part 12. Mechanism of Formation of Azomethine Ylides *via* the Decarboxylation Route from α-Amino acids" J.Chem . Soc. Perkin Trans. 1, 1988,2703-2713.

2.Grigg,R.,Surendrakuma,S.,Thainpatanakul,S., and Vipond ,D., "X=Y-ZH Systems as Potential 1,3-Dipoles. Partll. Stereochemistry of 1,3-Dipoles Generates by the Decarboxylation Routh to Azomethide Ylides" J. Chem. Soc. Perkin Trans 1,1988,2693-2701.

3.Carry F.A. and Sundberg R.J.,"Advanced Organic Chemistry Part B : Reactions and Synthesis" 3rd ,1998.

4.Ardill,H.,Doririty,M.J.R. and Grigg,R.,"X=Y-ZH Compounds as Potential 1,3 -Dipoles Part 28. The Iminium Ion Routh to Azomethine Ylides. Background and Reaction of Amine with Bifunctional Ketones" Tetrahedron ,1990,46 (18),6433-6448.

5.Ardill,H.,Grigg,R.,Sridharon,V.,Surendrakumar,S.,Thianpatanakul, S.,and Kanajan,S.,"Iminium Ion Routh to Azomethine Ylides from Primary and Secondary Amines" J.Chem. Soc. Chem. Commun. 1986,602-604.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6.Grigg,R.,"Prototropic Rouths to 1,3 and 1,5-Dipoles, and 1,2-Ylides : Appication to Synthesis of Heterocyclic Compounds" Chem. Soc. Rev., 1987,16,89-121.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้