

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง



การสังเคราะห์ศิลปะดิจิทัลที่มีความสามารถในการจับหลัก(III)



ร.พ.  
๑๗๗๗  
๒๕๖๕

นางสุทิน วัฒนาชัยมงคล  
นางสาวสุนิรัตน์ ไม้ทิม

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

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาดูงานหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต  
ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง

พ.ศ. ๒๕๖๕

๖12539181

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น-อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**The Synthesis of Iron Chelators**

**That Are Capable of Binding Iron (III)**

**Mr. Sutin Wattanachaiyongkul**

**Miss Suneerat Maitin**

**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 Ladkrabang**

**1992**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์ที่เลติงลินกนตที่มีความสามารถในการจับเหล็ก(III)

โดย นายสุทิน วัฒนาชัยยงกุล

นางสาวสุนิรัตน์ ไม้ทิม

ภาควิชา เคมี

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง  
อนุมัติให้นับโครงการพิเศษนี้ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

ชื่อคน ภาควิชา

หัวหน้าภาค

(ดร.ธีรวัฒน์ มงคลอัครรัตน์)

คณะกรรมการโครงการพิเศษ

ชื่อคน ภาควิชา

ประธานกรรมการ

(ผศ.ดร.ธีรวัฒน์ มงคลอัครรัตน์)

กรรมการ

(ผศ.นนช เกตานวัฒน์)

กรรมการ

(ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ)

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการ-ก-ษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์คีเลตสังเคราะห์ที่มีความสามารถในการจับเหล็ก(III)  
นักศึกษา นายสุทิน วัฒนาชัยองกุล  
นางสาวสุนิรัตน์ ไม้ทิม  
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. สุนิตย์ สุขสำราญ  
ภาควิชา เคมี  
ปีการศึกษา ๒๕๓๕

### บทคัดย่อ

ปฏิริยาความแน่นระหว่างอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (เบนโซอิน) กับเบนโซอิกแอซิด-ไฮดราไซด์ ให้ไฮดรอกซีไฮดราโซนตามต้องการได้ประมาณร้อยละ ๕๐ ในทำนองเดียวกัน ปฏิริยาระหว่างอัลฟาไฮดรอกซีคีโตนกับไอโซนิโคตินิก หรือ นิโคตินิกแอซิดไฮดราไซด์ ได้ไฮดรอกซีไฮดราโซนตามที่ต้องการประมาณร้อยละ ๕๐ เช่นกัน

การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของไฮดรอกซีไฮดราโซน (a,d) กับเพอร์ริก-แอซิดิลแอซิดเอนต์ (๑:๑ อัตราส่วนโมล) ในเอทานอลที่อุณหภูมิห้อง ได้สารประกอบเชิงซ้อนสีแดงที่ยังไม่ทราบโครงสร้างที่แน่นอน

**Special Project Title**      The Synthesis of Chelators That are  
Caplable of Bending Iron (III)  
**Name**                              Mr. sutin wattanachaiyongkul  
Miss suneerat      maitim  
**Special Project Advisor**      Dr. sunit      sooksamran  
**Department**                      Chemistry  
**Academic Year**                    1992



Abstract

Condensation reaction between  $\alpha$ -hydroxy carbonyl compound and acid hydrazides with or without acid catalyst furnished the desired hydrazones in moderate yield. Complexation of hydrazones with ferric actylacetate ( 1:1 mole ratio ) in ethanol at room temperature gave the red solid in which the structure of the complex had not yet been detemined.

## กิติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษสำเร็จเรียบร้อยได้ด้วยดี ต้องขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษา  
ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ ที่กรุณาสละเวลาให้ความช่วยเหลือ แนะนำ แก้ไขโครงการพิเศษ  
รวมทั้ง ผศ.ดร.ธีรวัฒน์ มงคลอัครวัฒน์ ประธานกรรมการ ผศ.ณงุช เกตานุวัฒน์ ที่ได้  
กรุณาตรวจแก้ไขโครงการพิเศษให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณคณาจารย์ทุกท่าน ตลอดจนเจ้าหน้าที่ทุกคนที่มีส่วนช่วยเหลือให้โครงการ  
พิเศษสำเร็จด้วยดี

สุทิน วัฒนาชัยองกุล  
สุนีรัตน์ ไม้ทิม

## สารบัญ

	หน้า
อนุมัติ-----	ก
บทคัดย่อปัญหาพิเศษภาคภาษาไทย-----	ข
บทคัดย่อปัญหาพิเศษภาคภาษาอังกฤษ-----	ค
กิตติกรรมประกาศ-----	ง
บทที่ ๑ บทนำ-----	๑-๑
บทที่ ๒ ทฤษฎี	
ปฏิกิริยาไซยาโนซิลิเลชัน (cyanosilylation)-----	๒-๑
ปฏิกิริยาการเติมกรีนฮาร์ดีเอเจนต์ลงบนไตรเมทิลไซลิเลเตท ไซยาโนไฮดริน (Addition of grignard reagent to trimethylsilylated cyanohydrin)-----	๒-๕
ปฏิกิริยาควมนั่น (condensation reaction)-----	๒-๖
บทที่ ๓ การดำเนินงานและการวิจัย	
สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง-----	๓-๑
เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง -----	๓-๒
การเตรียมสารประกอบไตรเมทิลไซลิเลเตทไซยาโนไฮดริน-----	๓-๓
การเตรียมกรีนฮาร์ดีเอเจนต์-----	๓-๖
การเตรียมอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตนโดยทั่วไป-----	๓-๗
การเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (a)-----	๓-๑๒
การเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (b)-----	๓-๑๔
การเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (c)-----	๓-๑๕
การเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (d)-----	๓-๑๗

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมสารประกอบไฮดรอกไซด์ (e)	-----	๓-๑๘
การเตรียมสารประกอบไฮดรอกไซด์ (f)	-----	๓-๑๙
การเตรียมสารประกอบไฮดรอกไซด์ (g)	-----	๓-๒๐
การเตรียมสารประกอบไฮดรอกไซด์ (h)	-----	๓-๒๑
การเตรียมสารประกอบไฮดรอกไซด์ (i)	-----	๓-๒๒
การเตรียมสารประกอบไฮดรอกไซด์ (j)	-----	๓-๒๓
การเตรียมสารประกอบไฮดรอกไซด์ (k)	-----	๓-๒๔
การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไฮดรอกไซด์ (a) กับ		

เฟอร์ริกแอสติลแอ้โตเนต -----๓-๓๐

การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไฮดรอกไซด์ (b) กับ

เฟอร์ริกแอสติลแอ้โตเนต -----๓-๓๑



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
ข.๑ แสดงสภาวะการเตรียมสารประกอบ ไตรเมทิลซิลิเลเตกไซยานไฮไดริน-----	ข-๔
๓.๑ แสดงผลการเตรียมไตรเมทิลซิลิเลเตกไซยานไฮไดริน-----	๓-๔
๓.๒ แสดงข้อมูล IR (Neat, $\text{cm}^{-1}$ ) และ $^1\text{H}$ NMR (๙) ของไตรเมทิลซิลิเลเตกไซยานไฮไดริน (๑-๘)-----	๓-๕
๓.๓ แสดงผลการเตรียมอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน-----	๓-๗
๓.๔ แสดงข้อมูล IR (KBr, $\text{cm}^{-1}$ ) และ $^1\text{H}$ NMR (๙)-----	๓-๘
๓.๕ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (a)-----	๓-๒๕
๓.๖ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (b)-----	๓-๒๕
๓.๗ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (c)-----	๓-๒๖
๓.๘ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (d)-----	๓-๒๖
๓.๙ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (e)-----	๓-๒๗
๓.๑๐ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (f)-----	๓-๒๗
๓.๑๑ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (g)-----	๓-๒๗
๓.๑๒ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (h)-----	๓-๒๘
๓.๑๓ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (i)-----	๓-๒๘
๓.๑๔ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (j)-----	๓-๒๘
๓.๑๕ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (k)-----	๓-๒๙
๔.๑ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดราโซน (a-k) สภาวะการทดลอง เวลา และร้อยละผลิตภัณฑ์-----	๔-๒
๔.๒ แสดงข้อมูล IR (KBR, $\text{cm}^{-1}$ ) และ $^1\text{H}$ NMR (๙)-----	๔-๖

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

๔.๑ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดรอกไซด์ (๕-๕) สภาวะการทดลอง

เวลา และร้อยละผลึกน้ำ-----๔-๒

๔.๒ แสดงข้อมูล IR (KBR,  $\text{cm}^{-1}$ ) และ  $^1\text{H}$  NMR (๕)-----๔-๖



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
๑.๑	แสดงโครงสร้างของแอนโทโรแบคทีน-----๑-๒
๑.๒	แสดงโครงสร้างของพาราแบคทีนและเอโกโรแบคทีน-----๑-๒
๑.๓	แสดงโครงสร้างของ Rhodotolulic acid-----๑-๓
๑.๔	แสดงสารประกอบเชิงซ้อนของ Rhodotolulic acid และ ไอออนของเหล็ก-----๑-๓
๑.๕	แสดงโครงสร้างของ Desferrioxamine B-----๑-๔
๑.๖	แสดงโครงสร้างของแอนโทโรแบคทีนสังเคราะห์-----๑-๕
๑.๗	แสดงโครงสร้างของ PIH และ ไฮดรอกซีไฮดราซีน-----๑-๕

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ ๑

### บทนำ

ในแต่ละปีจะมีการก่อกำเนิดกว่า ๑ แสนคน ต้องเสียชีวิตด้วยโรคทาลัสซีเมีย หรือ Cooley's anaemia พบมากในแถบอินเดีย เอเชียตะวันออกเฉียงใต้ และตะวันออกกลาง ทารกที่เป็นโรคนี้ไม่สามารถสร้างฮีโมโกลบินได้เพียงพอ จึงทำให้เซลล์ต่าง ๆ ในร่างกายขาดออกซิเจน ส่งผลให้อวัยวะเสื่อมสภาพและทารกเสียชีวิตในที่สุด

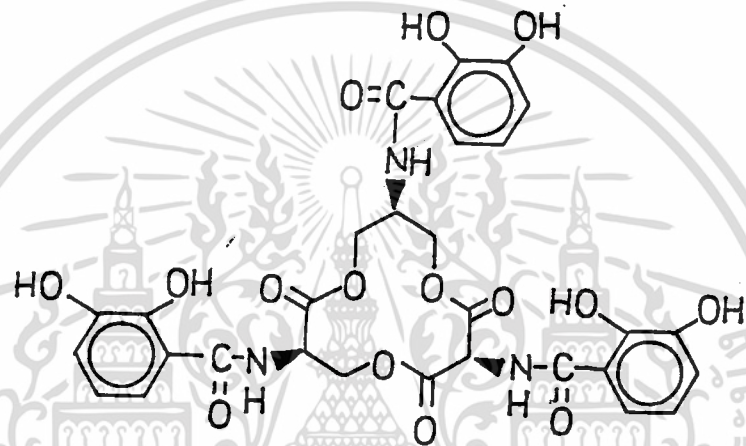
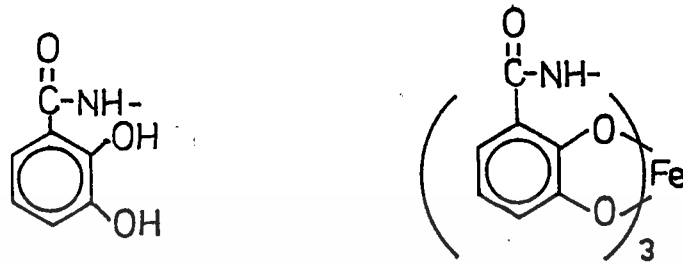
โรคทาลัสซีเมียเป็นโรคที่เกิดขึ้นเนื่องจากความผิดปกติทางพันธุกรรม ที่เกี่ยวข้องกับ การสร้างฮีโมโกลบิน ทำให้ร่างกายไม่สามารถนำเหล็กไปใช้ในการสร้างเม็ดเลือดแดงที่สมบูรณ์ได้ ร่างกายจะเกิดสภาวะที่มีเหล็กมากเกินไป ทำให้เกิดการสะสมของเหล็กตามอวัยวะต่าง ๆ เช่น ตับ และ ม้าม เป็นต้น อาการที่เห็นได้เด่นชัดในผู้ป่วยเป็นโรคทาลัสซีเมียคือ ตับโต ม้ามโต ตาเหลือง ดังจุกแบนราบ กระดูกแก่มนูน ฟันบนยื่น กระดูกงอกและหักง่าย ฯลฯ

วิธีการรักษาผู้ป่วยเป็นโรคทาลัสซีเมียวิธีหนึ่งคือการถ่ายเลือด แต่วิธีนี้ข้อเสียคือ ทำให้ผู้ป่วยมีปริมาณเหล็กในเลือดเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อมีการให้เลือดใหม่ซึ่งเป็นเลือดปกติเข้าไปในร่างกายผู้ป่วย ปรากฏว่าระบบทางเดินอาหารจะดูดซึมเหล็กเข้าสู่กระแสเลือดมากขึ้นเพราะผู้ป่วยเคยชินต่อการมีเหล็กเกินในกระแสเลือด แต่เมื่อให้เลือดที่ปกติเข้าไปในร่างกายจะไม่เคยชิน จึงมีผลไปกระตุ้นให้ระบบทางเดินอาหารดูดซึมเหล็กเข้าสู่กระแสเลือดเพิ่มขึ้น จากผลดังกล่าวนี้เองนักวิทยาศาสตร์จึงพยายามคิดค้นหาวิธีที่จะรักษาโรคทาลัสซีเมียให้มีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น

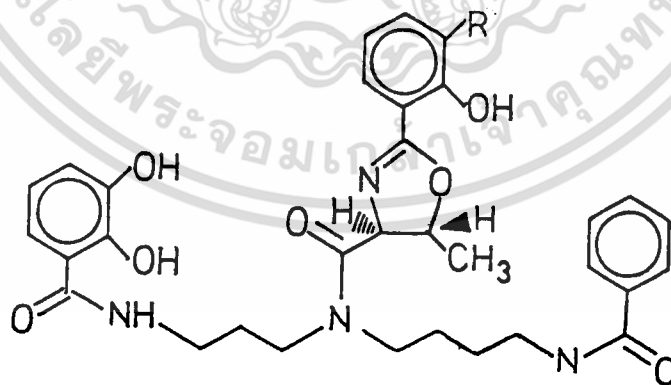
ต่อมาได้มีการค้นพบลักษณะพันธุกรรมที่สามารถใช้รักษาโรคทาลัสซีเมีย ได้อย่างมีประสิทธิภาพ เป็นตัวยาที่สกัดได้จาก แบคทีเรีย และ รา ซึ่งจะช่วยลดอันตรายที่เกิดจาก

การถ่ายเลือด ตัวยานี้มีชื่อว่า Siderophors เป็นสารประกอบที่มีคุณสมบัติเป็น ไอออนคีเลเตอร์ ที่ทำหน้าที่คล้ายกำปู แบ่งได้เป็น ๒ ชนิด คือ

๑. Catecholamides เช่น เอนเทอโรแบคทีน พาราแบคทีน และเฮโกรแบคทีน



รูปที่ ๑.๑ แสดงโครงสร้างของเอนเทอโรแบคทีน

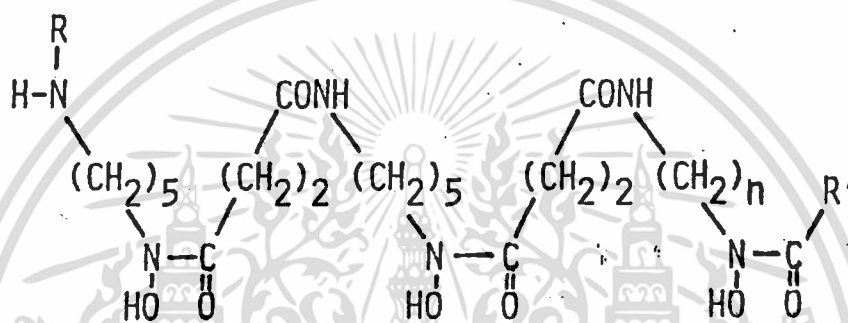


รูปที่ ๑.๒ แสดงโครงสร้างของพาราแบคทีนและเฮโกรแบคทีน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

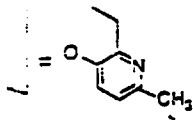
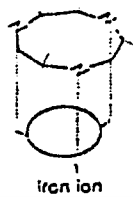


ตัวยาที่ใช้บำบัดภาวะเหล็กเกินในปัจจุบันคือ Siderophore Desferrioxamine B ซึ่งมีข้อเสียหลายประการคือ ตัวยาที่ใช้ราคาแพง การใช้ไม่สะดวกต้องใช้ติดต่อกันเป็นเวลานาน ๑๒-๓๕ ชั่วโมง โดยใช้ injection pump ฉีดเข้ากล้ามเนื้อ อีกทั้งเครื่องมือที่ใช้มีราคาแพง โดยเฉพาะอย่างยิ่ง Desferrioxamine B สามารถจับกับโลหะอื่น ๆ เช่น ทองแดง และสังกะสี ได้อีกด้วย



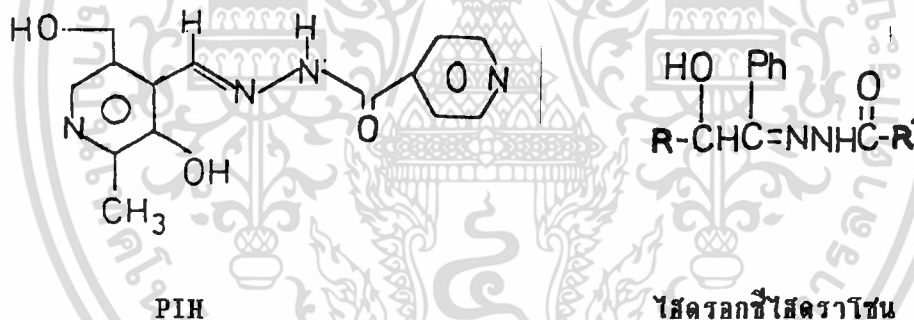
รูปที่ ๑.๕ แสดงโครงสร้าง Desferrioxamine B

Matell และ Motekaitis ได้สังเคราะห์แอนติบอดีที่มีความสามารถจับเหล็ก ได้ดีกว่า Siderophore ธรรมชาติ มีโครงสร้างเป็นวงประกอบด้วยไนโตรเจน ๓ อะตอม ซึ่งแต่ละตัวถูกแยกออกจากกันด้วยหมู่เอทิลีน ช่วงวงที่เหมือนกำมูปุเริ่มต้นจากไนโตรเจนอะตอมไปสิ้นสุดที่ปลายหมู่ไฮดรอกซิล ซึ่งเป็นส่วนสำคัญที่สามารถจับไอออนของเหล็กได้ แอนติบอดีสังเคราะห์นี้มีหมู่ไฮดรอกซิล ๓ หมู่ ในขณะที่แอนติบอดีธรรมชาติมีถึง ๖ หมู่ ทำให้แอนติบอดีสังเคราะห์สามารถจับกับเหล็กได้เสถียร และจับเรียงตัวได้แน่นกว่าซึ่งเป็นคุณสมบัติที่ดีของไอออนดีเลเตอร์



รูปที่ ๑.๖ แสดงโครงสร้างของเอนเทอโรแบคทีนสังเคราะห์

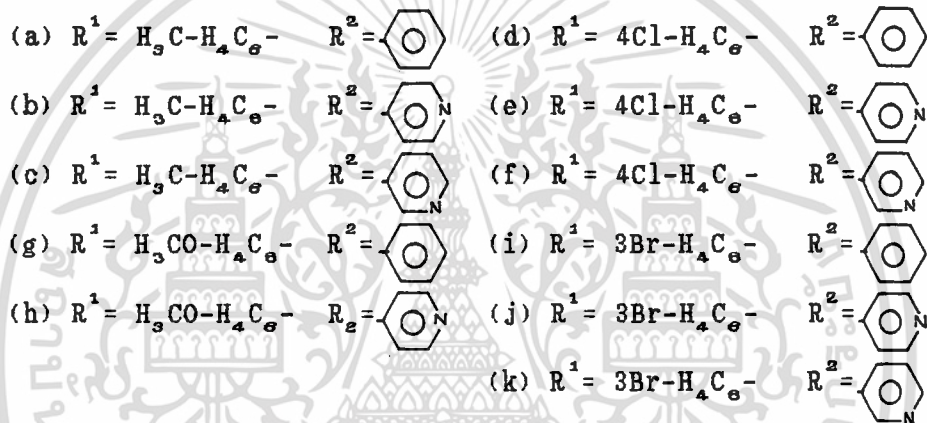
เร็ว ๆ นี้มีการค้นพบไอออนคีเลเตอร์ตัวหนึ่งที่คาดว่าสามารถจับกับไอออนของเหล็กได้ดี และกำลังอยู่ในระหว่างการวิจัยคือ ไพริดอกซิลไอโซนิโคตินอยล์ไฮดราโซน (Pyridoxal isonicotinoyl hydrazone, PIH)



รูปที่ ๑.๗ แสดงโครงสร้างของ PIH และ สารประกอบไฮดรอกซีไฮดราโซน

จากโครงสร้างของเอนเทอโรแบคทีน และ PIH พบว่ามีไนโตรเจนและหมู่ไฮดรอกซิล เป็นองค์ประกอบสำคัญในการจับเหล็ก ดังนั้นไฮดรอกซีไฮดราโซนที่มีโครงสร้างคล้ายคลึงกัน น่าจะมีความสามารถในการจับไอออนของเหล็กได้ดีเช่นกัน

โครงการพิเศษนี้เป็นการเตรียมสารประกอบไฮดร่าโซนจากปฏิกิริยาของสารประกอบ  
อัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน และ เอซิดไฮดร่าไซด์ ซึ่งเป็นการทำวิจัยต่อยอดจากงานวิจัยของ  
คุณพิสุทธิ์ ลลิตรุ่งโรจน์ เป็นการเตรียมสารประกอบไฮดร่าโซน a-k ดังนี้



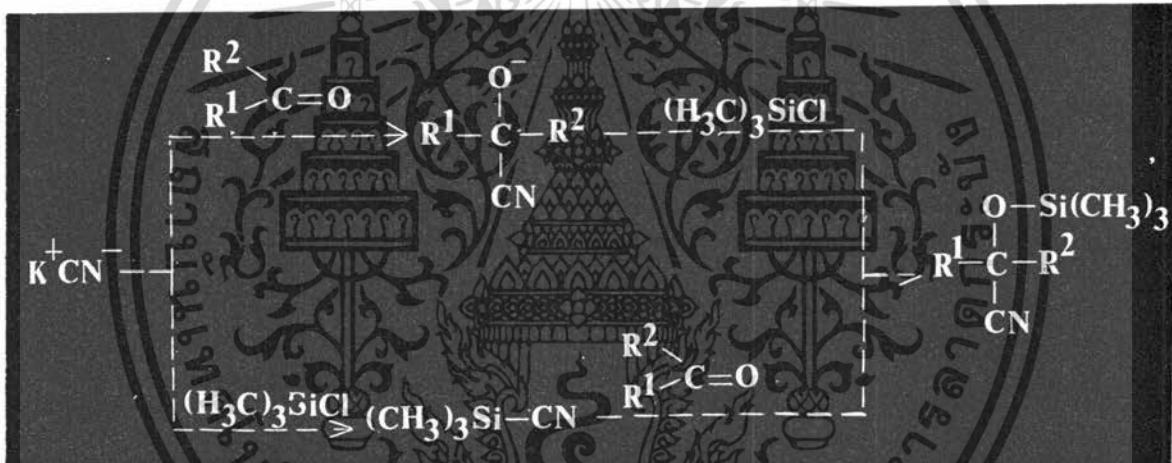
## บทที่ ๒

### ทฤษฎี

ปฏิกิริยา ไซยาโนไซลิเลชัน (cyanosilylation) เป็นปฏิกิริยาการเติมไตรอัลคิล-ไซลิลไซยาไนด์ลงบนหมู่อัลดีไฮด์ หรือ คีโตน แม้ว่าวิธีนี้จะเป็นวิธีที่ตรงไปตรงมา และให้ร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นมาก แต่ก็มีข้อเสียเมื่อต้องการทำในปริมาณมาก กล่าวคือ การเตรียมไตรอัลคิลไซลิลไซยาไนด์ จากปฏิกิริยาระหว่างไซลิลคลอไรด์ (silyl chloride) กับ ไซลเวอร์ไซยาไนด์ (silver cyanide) รีเอเจนต์ที่มีใช้ราคาแพงหรือจากการทำปฏิกิริยากับลิเทียมไซยาไนด์ (lithium cyanide) จะได้ก๊าซไฮโดรเจนไซยาไนด์เกิดขึ้นเป็นจำนวนมาก และปฏิกิริยาทั้งสองใช้เวลาทำปฏิกิริยานาน อีกทั้งไซลิลไซยาไนด์ที่ได้ต้องนำไปกลั่นให้บริสุทธิ์ด้วย และร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นก็อยู่ในขั้นปานกลางถึงดีเท่านั้น

ไซลิเลเตดไซยาโนไฮดริน (silylated cyanohydrin) (i) สามารถเตรียมได้โดยผ่านปฏิกิริยา ไซลิเลชัน (silylation reaction) ของ สารประกอบไซยาโนไฮดริน หรือจากปฏิกิริยาการเติม ไฮโดรเจนไซยาไนด์ลงบนซิลีนอลอีเทอร์ (silyl enol ether) ไซลิเลเตดไซยาโนไฮดรินนี้มีประโยชน์ในการใช้เตรียมสารประกอบหลาย ๆ ชนิด เช่น ใช้เป็นตัวป้องกันหมู่ p-quinone ซึ่งเป็นสารมัธยันต์ในปฏิกิริยาการสังเคราะห์  $\alpha$  - aminoalcohol นอกจากนี้ไซลิเลเตดไซยาโนไฮดรินของเฮเทอโรอะโรมาติกอัลดีไฮด์ (heteroaromatic aldehyde) ยังสามารถใช้เป็นหมู่เอซิลแอนไอออน (acyl anion) ในการเตรียมสารประกอบคีโตน และ เอซีโลอิน (acyloin)

จากข้อเสียดังที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น จึงทำให้มีการคิดค้นปรับปรุงวิธีการสังเคราะห์ ไซลิเลเตกไซยานไฮดริน ขึ้นใหม่เพื่อให้มีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น วิธีการสังเคราะห์แบบใหม่นี้ เรียกว่า One pot cyanosilylation ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้สารประกอบคาร์บอนิลทำปฏิกิริยากับ คลอโรไตรเมทิลไซเลน และโพแทสเซียมไซยาไนด์ โดยใช้ 18-crown-6 เป็นคะตะลิสต์ ทำโดยรีฟลักซ์สารประกอบคาร์บอนิล โพแทสเซียมไซยาไนด์ และ คลอโรไตรเมทิลไซเลน ในตัวทำละลายอะซิโตไนไทรล์ หรือ ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ โดยเชื่อว่าปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้ ๒ แบบดังนี้ คือการเติมไซยาไนด์แอนไอออนลงบนหมู่คาร์บอนิล ไดอัลคอกไซด์ แล้วทำปฏิกิริยากับคลอโรไซเลน หรือ โพแทสเซียมไซยาไนด์ทำปฏิกิริยากับคลอโรไตรเมทิลไซเลน (in situ) แล้วทำปฏิกิริยากับคาร์บอนิลได้ไซลิเลเตกไซยานไฮดริน (ii)



จากตารางที่ ๒.๑ (ลำดับที่ ๑-๖) เมื่อใช้ 18-crown-6 เป็นคะตะลิสต์พบว่า มีผลต่อร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้และเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาเพียงเล็กน้อยเท่านั้น นอกจากนี้ crown ether ที่ใช้ทำให้เกิดสารประกอบที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงขึ้นร้อยละ ๕-๑๐ และในกรณีที่ใช้คีโตนทำปฏิกิริยาพบว่า มี ไซลิเอนอลอีเทอร์ (silyl enol ether) เกิดขึ้นด้วย และมีแนวโน้มที่จะเกิดเพิ่มขึ้นเมื่อใช้ 18-crown-6 เป็นคะตะลิสต์

แม้ว่าได้พยายามปรับปรุงวิธีการสังเคราะห์ ไซลิเลเตกไซยานไฮดริน ให้ดียิ่งขึ้น แต่ในการทำปฏิกิริยายังใช้เวลาอยู่นั่นเอง ทำให้ต้องหาวิธีเพิ่มอัตราการเกิด

ปฏิกิริยาเพื่อลดเวลาที่ใช้ให้สั้นลง จึงได้มีการนำ ซิงค์ไฮโอไดด์มาใช้เพื่อเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งโดยวิธีเดียวกันนี้ Evan ได้เคยศึกษาและทำการทดลองให้ผลเช่นเดียวกัน (เปรียบเทียบลำดับที่ ๗ กับ ๘ ๑๐กับ ๑๑ และ ๑๔ กับ ๑๕) แต่ซิงค์ไฮโอไดด์ที่ใช้ไม่มีผลในการกำจัดหมู่ไซลิเอนอล (silyl enol) เหมือนดังผลการทดลองของ Evan มีเพียงไซโคลเฮกซาโนนตัวเดียวเท่านั้นที่ให้ผลเช่นเดียวกัน (ลำดับที่ ๑๕) สำหรับสารประกอบอื่นอล-คาร์บอนิลตัวอื่น ๆ สามารถกำจัดได้ด้วยการใช้ไดเมทิลฟอร์มาไมด์เป็นตัวทำลาย (ลำดับที่ ๑๒ และ ๑๓) แม้ว่าในขั้นแรกของปฏิกิริยาจะมีไซลิเอนอลเกิดขึ้นก็ตาม แต่เมื่อรีฟลักซ์ไปนาน ๆ ไซลิเอนอลจะถูกเปลี่ยนไปเป็นไซลิเลเตกไซซาโนไซด์รีน

จะเห็นได้ว่าวิธีการสังเคราะห์ไซลิเลเตกไซซาโนไซด์รีนได้รับการพัฒนามาโดยตลอดเพื่อให้ได้เป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพ แต่อย่างไรก็ตามปัญหาเรื่องเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาซึ่งใช้เวลาอย่างมากยังเป็นปัญหาอยู่จึงได้พยายามพัฒนาวิธีการสังเคราะห์จนได้เป็นวิธีที่สะดวกและรวดเร็ว อีกทั้งยังมีข้อดีหลายประการ ดังนี้คือ

- สภาวะที่ใช้ในการทดลองใช้ได้กับอัลดีไฮด์และคีโตนทุกตัว
- ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้อง
- ไม่มีไซลิเอนอลอีเทอร์และสารประกอบที่น้ำหนักโมเลกุลสูงเกิดขึ้น
- ใช้เวลาทำปฏิกิริยาสั้น

ปฏิกิริยาเกิดผ่าน ๒ ขั้นตอน ดังนี้คือ

ขั้นที่ ๑ เกิดอัลคิลไซลิลไซซาไนด์ จากปฏิกิริยาระหว่างคลอโรไตรอัลคิลไซเลนกับ โปแทสเซียมไซซาไนด์

ขั้นที่ ๒ ไตรอัลคิลไซลิลไซซาไนด์ทำปฏิกิริยากับสารประกอบคาร์บอนิล

วิธีการเตรียมโดสวิธีนี้ทำโดยใช้คลอโรไตรเมทิลไซเลน และโปแทสเซียมไซซาไนด์ผสมในตัวทำลายอะซีโตนไทรล์ กวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา ๒ ชั่วโมง จะได้ไตรเมทิลไซลิลไซซาไนด์ เกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว

ตารางที่ ๒.๑ แสดงสภาวะการเตรียมสารประกอบไซโรเมทิลซิลิเลเตกไซธาโนไซด์รีน

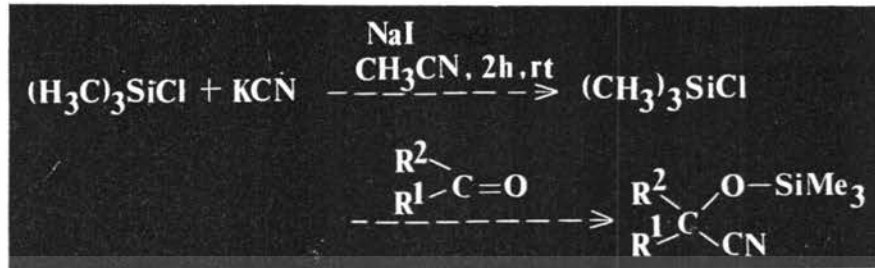
ลำดับที่	สารประกอบคาร์บอนิล (R <sup>1</sup> )	R <sup>2</sup>	สภาวะของการทดลอง	เวลา (ชั่วโมง)	ผลิตภัณฑ์ v	ร้อยละ v	ไซลิลอินอลอ์เทอร์
๑	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub> CN:crown	๒๙	va	๙๕	—
๒			CH <sub>3</sub> CN	๕๕		(๑๐๐)	—
๓	4H <sub>3</sub> C-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub> CN:crown	๗๐	vb	๙๑	—
๔			CH <sub>3</sub> CN	๗๐		(>๙๕)	—
๕	4H <sub>3</sub> CO-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub> CN:crown	๓๖	vc	(>๙๕)	—
๖			CH <sub>3</sub> CN	๓๖		๙๖	—
๗	2Cl-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub> CN	๙๕	vd	๙๙	—
๘			CH <sub>3</sub> CN:ZnI <sub>2</sub>	<๑๕		(๑๐๐)	—
๙	4Cl-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub> CN	๑๒๒	ve	๙๓	—
๑๐	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> CN	๒๐๙	vf	๕๕	๕
๑๑			CH <sub>3</sub> CN	<๒๐		(๘๕)	(๑๒)
๑๒			DMF	<๕๐		๙๓	๐
๑๓	-(CH <sub>2</sub> )-		CH <sub>3</sub> CN:crown	(๖๒.๕)	vg	(๖๙)	(๓๑)
๑๔			CH <sub>3</sub> CN	๑๐๐		(๘๒)	(๑๕)
๑๕			CH <sub>3</sub> CN:ZnI <sub>2</sub>	<๒๐		๕๙	๐
๑๖	C <sub>6</sub> H <sub>11</sub>	H	CH <sub>3</sub> Cn:ZnI <sub>2</sub>	<๒๐	vh	๑๕ (๓๗)	๓๓:๕๓
๑๗			DMF	<๒๐		๕๗	๐

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และเมื่อเติมสารประกอบคาร์บอนิล

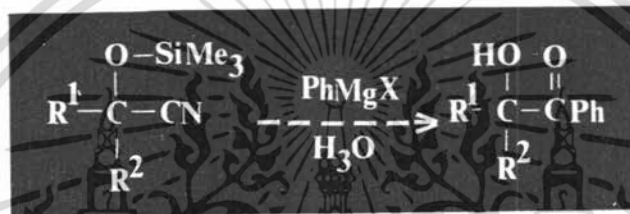
ลงไปในเวลาเพียงเล็กน้อยก็ได้

ไตรเมทิลซิลิเลเตทไซยาโนไฮดรินตามต้องการ



ปฏิกิริยาการเติมกรีนฮาร์ตรีเอเจนต์ลงบนไตรเมทิลซิลิเลเตทไซยาโนไฮดริน

(Addition of grignard reagent to trimethylsilylated cyanohydrin)



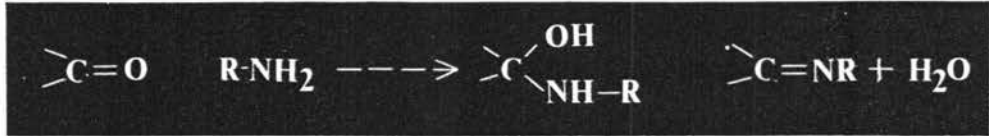
ดังที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้นว่าไตรเมทิลซิลิเลเตทไซยาโนไฮดรินเป็นสารประกอบที่มีประโยชน์สามารถนำไปใช้เตรียมสารประกอบได้หลายชนิด เช่น  $\alpha$ -aminoalcohol เอซีโลอิน (acyloin) และ เบนโซอิน (benzoin) ที่สมมาตร สำหรับการเตรียมสารประกอบ เอซีโลอิน และ เบนโซอินที่ไม่สมมาตรนั้นจะมีวิธีที่ยุ่งยากขึ้น วิธีการสังเคราะห์สารประกอบเอซีโลอิน และ เบนโซอินที่ไม่สมมาตรวิธีหนึ่ง คือ ปฏิกิริยาการเติมกรีนฮาร์ตรีเอเจนต์ลงบนไซยาโนไฮดรินของสารประกอบไตรเมทิลซิลิเลเตทไซยาโนไฮดริน ซึ่ง เป็นวิธีที่ง่ายและใช้เตรียมเอซีโลอินได้หลายชนิด และมีข้อดีหลายประการคือ

๑. ไตรเมทิลซิลิเลเตทไซยาโนไฮดรินสามารถเตรียมได้เอง และค่อนข้างบริสุทธิ์ปราศจากอัลดีไฮด์ หรือคีโตน
๒. ใช้กรีนฮาร์ตรีเอเจนต์มากเกินพอเพียง ๑๐-๑๕ %
๓. ผลึกผลิตภัณฑ์จะตกผลึกลงมาในชั้นน้ำในขั้นตอนของการทำ work up และค่อนข้างบริสุทธิ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
๓-๕  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ปฏิกิริยาควบนั่น

ปฏิกิริยาควบนั่นของสารประกอบคาร์บอนิลกับหมู่เอมีนประกอบด้วย ๒ ขั้นตอนคือ



ขั้นที่ ๑ ไนโตรเจนใช้อิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยวเข้าไปชนหมู่คาร์บอนิล เกิดเป็นสารมัธยันต์คาร์บินลามีน (carbinolamine intermediate)

ขั้นที่ ๒ เป็นการขจัดน้ำ (Dehydration) ออกจากโมเลกุลของสารมัธยันต์ให้อิมีน (imine) ในสภาวะที่เป็นกลาง ขั้นตอนของการขจัดน้ำเป็นขั้นกำหนดอัตราการเกิดปฏิกิริยา แต่ในสภาวะที่เป็นกรด ปฏิกิริยาเกิดได้ดีกว่า เนื่องจากขั้นของการเกิดคาร์บินลามีนจะเป็นขั้นกำหนดอัตราการเกิดปฏิกิริยาแทน ทำให้ปริมาณของหมู่เอมีนลดลงมาก ตามด้วยขั้นตอนการขจัดน้ำเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว

## บทที่ ๓

### การดำเนินงานและการวิจัย

#### สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

	เกรด	บริษัท
๑. แอนนิซัลดีไฮด์ (anisaldehyde)	วิเคราะห์	Fluka
๒. พาราทอลูอิลอัลดีไฮด์ (p-Toluyaldehyde)	วิเคราะห์	Fluka
๓. ๓-โบรม-เบนซัลดีไฮด์ (3-bromo-benzaldehyde)	วิเคราะห์	Fluka
๔. ๔-คลอโร-เบนซัลดีไฮด์ (4-Chloro-benzaldehyde)	วิเคราะห์	Fluka
๕. เบนโซอิกแอซิดไฮไดรไรด์ (Benzoic acid hydrazide)	วิเคราะห์	Fluka
๖. ไอโซนิโคตินิกแอซิดไฮไดรไรด์ (Isonicotinic acid hydrazide)	วิเคราะห์	Fluka
๗. นิโคตินิกแอซิดไฮไดรไรด์ (Nicotinic acid hydrazide)	วิเคราะห์	Aldrich
๘. เฟอริกแอซิติลแอซีโตนเตต (Ferric acetylacetonate)		
๙. อะซีโตนไนไตรล์ (Acetonitrile)	วิเคราะห์	Fluka
๑๐. โพแทสเซียมไซยาไนด์ (Potassium cyanide)	วิเคราะห์	Aldrich
๑๑. คลอโรไตรเมทิลไซเลน (Chlorotrimethylsilane)	วิเคราะห์	Fluka
๑๒. ไพรีดีน (Pyridine)	วิเคราะห์	Fluka
๑๓. โซเดียมไอโอดด์ (Sodium iodide)	วิเคราะห์	Fluka
๑๔. อีเทอร์ที่ปราศจากน้ำ (Ether, Anhydrous)	วิเคราะห์	Fluka

๑๕. แมกนีเซียม (Magnesium)	วิเคราะห์	Fluka
๑๖. โบรมเบนซีน (Bromobenzene)	วิเคราะห์	Aldrich
๑๗. เพนเทน (Pentane)	วิเคราะห์	Fluka
๑๘. สารละลายโซเดียมไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Sodium hydrogen sulfite solution)	วิเคราะห์	Fluka
๑๙. โซเดียมซัลเฟตที่ปราศจากน้ำ (Sodium sulfate, anhydrous)	วิเคราะห์	Fluka
๒๐. กรดกำมะถันเข้มข้น (conc. sulphuric acid)		
๒๑. กรดไฮโดรคลอริก (conc. hydrochloric acid)		
๒๒. คลอโรฟอร์ม (Chloroform)	วิเคราะห์	Fluka
๒๓. เอทานอล (abs. Ethanol)	วิเคราะห์	Fluka
๒๔. เมทานอล (abs. Methanol)	วิเคราะห์	Fluka

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

๑. Melting Point	:Buchi 510 Melting Appartus
๒. Infrared Spectra	:Jasco IR-810 Infrared Spectrophotometer
๓. Nuclear Magnetic Resonance Spectra	:Varian 60 MHz Spectrometer :Bruker 200 MHz NMR Spectrometer

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ๓-๒  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมสารประกอบ ไซลิเลเตกไซยานไฮดริน (silylated cyanohydrin)  
โดยทั่วไป

เตรียมอุปกรณ์ซึ่งประกอบด้วยขวดสามคอซึ่งต่อกับชุด dry nitrogen ที่มีกรดซิลฟูริก และไซเดียมไฮดรอกไซด์ ตวงอะซีโตนไทรล์ ๕๐ มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดสามคอ พร้อมกับผ่านก๊าซไนโตรเจนเพื่อไล่อากาศออก ซึ่งไซเดียมไฮโอไดด์ ๒ กรัม และ โพแทสเซียมไซยาไนด์ ๕.๒ กรัม (๐.๐๘ โมล) โดยให้ถูกอากาศน้อยที่สุด เติมไซเดียมไฮโอไดด์ลงไป พร้อมกับกวนอยู่ตลอดเวลา เป็นเวลา ๕ นาที แล้วจึงเติมโพแทสเซียมไซยาไนด์ตามด้วยไตรเมทิลคลอโรไซเลน ๑๐ มิลลิลิตร (๐.๐๘ โมล) และฟิริดีน ๑.๖ มิลลิลิตร กวนต่อไปเป็นเวลา ๒ ชั่วโมง จนปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ เติมสารประกอบคาร์บอนิล ๐.๐๗๒ โมล แล้วกวนต่อไปให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ (ประมาณ ๓-๕ ชั่วโมง) เมื่อปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์แล้วเติมเพนเทน ๓๐ มิลลิลิตร และตามด้วยน้ำผสมน้ำแข็ง ๑๐๐ มิลลิลิตร นำขึ้นน้ำมาสกัดด้วยเพนเทน ๓ ครั้ง ๆ ละ ๒๕ มิลลิลิตร แล้วล้างด้วยสารละลายไซเดียมไฮดรเจนซัลไฟด์อิ่มตัวแล้วทำให้แห้งด้วยไซเดียมซัลเฟตที่ปราศจากน้ำ นำไประเห็ดตัวที่ละลายแล้วซึ่งน้ำหนัก

ปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาที่ต้องปราศจากน้ำ และความชื้น ดังนั้นสารเคมีที่ใช้ต้องแห้งสนิทอะซีโตนไทรล์ ทำให้แห้งโดยใช้ Molecular sieve (4° A) โพแทสเซียมไซยาไนด์อบภายใต้ความดัน ๑ มิลลิเมตรปรอท ที่อุณหภูมิ ๑๒๐ องศาเซลเซียส เป็นเวลา ๑๒ ชั่วโมง ไตรเมทิลคลอโรไซเลน และสารประกอบคาร์บอนิลต้องกลั่นก่อนที่จะนำไปใช้ ฟิริดีนทำให้แห้งโดยการใส่โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ชนิดเม็ดลงไป และนำไปกลั่น ไซเดียมไฮโอไดด์อบที่อุณหภูมิ ๑๒๐ องศาเซลเซียสเป็นเวลา ๑๒ ชั่วโมง

ตารางที่ ๒.๑ แสดงผลการเตรียม ไซลิเลตไซยาโนไฮไดริน (silylated cyanohydrin)

(๑-๔)

สารประกอบ	ครั้งที่	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก	% yield
$\begin{array}{c} \text{OSiMe}_3 \\   \\ 4\text{CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4\text{CHCN} \\ \text{(๑)} \end{array}$	๑	๖	๓.๐	๑๖.๓
	๒	๑๒	๔.๘	๒๕.๕
	๓	๑๓	๕.๐	๒๖.๖
	๔	๑๓	๕.๓	๒๘.๒
	๕	๑๓	๕.๒๗	๒๘.๐
$\begin{array}{c} \text{OSiMe}_3 \\   \\ 4\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{CHCN} \\ \text{(๒)} \end{array}$	๑	๑๒	๓.๐	๑๗.๑
	๒	๑๒	๑๑.๐	๖๒.๘
	๓	๘.๕	๗.๐	๓๐.๐
$\begin{array}{c} \text{OSiMe}_3 \\   \\ 4\text{ClC}_6\text{H}_4\text{CHCN} \\ \text{(๓)} \end{array}$	๑	๑๔	๗.๕๕	๓๘.๙
	๒	๑๒	๗.๙๘	๔๑.๖
	๓	๑๔	๗.๒๐	๓๗.๖
	๔	๑๔	๘.๑๐	๔๒.๓
$\begin{array}{c} \text{OSiMe}_3 \\   \\ 3\text{BrC}_6\text{H}_4\text{CHCN} \\ \text{(๔)} \end{array}$	๑	๑๒	๑๐.๑๓	๕๕.๖
	๒	๑๓	๑๐.๐	๕๕.๖
	๓	๑๓	๘.๓	๓๖.๕

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

ตารางที่ ๓.๒ แสดงข้อมูล IR (Neat,  $\text{cm}^{-1}$ ) ของ ไซลิเลลเดคไซยานไฮดริน (silylated cyanohydrin) (๑-๔)

สารประกอบ	IR (Neat) $\text{cm}^{-1}$
$  \begin{array}{c}  \text{OSiMe}_3 \\    \\  4\text{CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4\text{CHCN} \\  \text{(๑)}  \end{array}  $	๓๐๕๐ (C--H stretch) ๒๙๗๕ (C-H stretch) ๑๕๕๐ (C--H stretch) ๑๑๒๐ (Si-O-C stretch) ๘๕๐, ๘๕๐ (p-disub benzene)
$  \begin{array}{c}  \text{OSiMe}_3 \\    \\  4\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{CHCN} \\  \text{(๒)}  \end{array}  $	๓๐๕๐ (C--H stretch) ๒๙๗๕ (C-H stretch) ๑๑๙๐-๑๑๒๐ (Si-O-C stretch) ๘๕๐, ๘๕๐ (p-disub benzene)
$  \begin{array}{c}  \text{OSiMe}_3 \\    \\  4\text{ClC}_6\text{H}_4\text{CHCN} \\  \text{(๓)}  \end{array}  $	๓๐๕๐ (C--H stretch) ๒๙๕๐ (C-H stretch) ๑๑๐๐-๑๑๒๐ (Si-O-C stretch) ๘๕๐, ๘๕๐ (p-disub benzene)
$  \begin{array}{c}  \text{OSiMe}_3 \\    \\  3\text{BrC}_6\text{H}_4\text{CHCN} \\  \text{(๔)}  \end{array}  $	๓๐๕๐ (C--H stretch) ๒๙๕๐ (C-H stretch) ๑๑๕๐-๑๑๒๐ (Si-O-C stretch) ๘๕๐, ๘๓๐ (p-disub benzene)

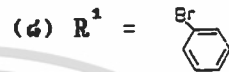
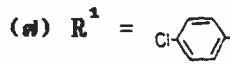
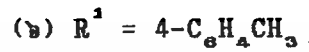
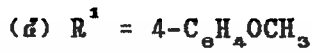
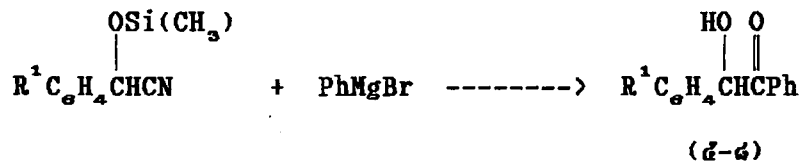
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## การเตรียมกรีนฮาร์ดีเอเจนต์ (phenylmagnesium bromide)

เตรียมจัดอุปกรณ์ซึ่งประกอบด้วยขวดสามคอ คอนเดนเซอร์ และ กรวยหยด ใช้หลอดกันความชื้น (drying tube) ปิดที่ด้านบนของคอนเดนเซอร์และกรวยหยด

เติมแมกนีเซียมชิ้นกับ ๑.๓๕ กรัม ลงในขวดสามคอ เติมอีเทอร์ที่ปราศจากน้ำ ๑๐ มิลลิลิตร บรรจุสารละลายของโบรมิเบนซีน ซึ่งมีโบรมิเบนซีน ๑๐ มิลลิลิตร ในอีเทอร์ที่ปราศจากน้ำ ๗๕ มิลลิลิตร ลงในกรวยหยด ใสสารละลายโบรมิเบนซีนลงมา ๕ มิลลิลิตร สังเกตดูว่าปฏิกิริยาเกิดขึ้นหรือไม่ ถ้าเกิดปฏิกิริยาสารละลายจะเริ่มขุ่นและเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลเข้ม ถ้ายังไม่เกิดปฏิกิริยาให้ให้ความร้อนแก่ของผสม โดยตั้งไว้บนอ่างน้ำร้อน เป็นเวลา ๓-๓ นาที โดยไม่ต้องให้น้ำเดือด เพราะถ้ามีไอน้ำเข้าไปในของผสม ปฏิกิริยาจะไม่เกิดหรือเกิดได้ยากมาก ถ้าปฏิกิริยายังไม่เกิดภายใน ๓-๓ นาที ให้เติมผลึกไอโอดีนขนาดเล็กลงไป ๑ ชิ้น เมื่อปฏิกิริยาเริ่มเกิดแล้ว หยดสารละลายโบรมิเบนซีน ๑-๒ หยด ต่อวินาที ในขั้นนี้โดยปกติไม่ต้องให้ความร้อนแก่ของผสม เพราะปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน และความร้อนที่เกิดขึ้นมากพอที่จะทำให้อีเทอร์เดือดจนสังเกตเห็นได้ ถ้าปฏิกิริยาเกิดรุนแรงจนทำให้อีเทอร์เดือดแรงมากจนคอนเดนเซอร์ไม่สามารถทำให้อีเทอร์กลั่นตัวลงมาได้ทันทีให้นำขวดสามคอแช่ลงในอ่างน้ำแข็ง เมื่อเติมสารละลายโบรมิเบนซีนหมดแล้ว รีฟลักซ์ของผสมอย่างน้อยเป็นเวลา ๑๕ นาที โดยใช้อ่างน้ำร้อน

การเตรียมอัลฟา-ไฮดรอกซีไซโตนโดยทั่วไป (Benzoin) (Addition of grignard-reagent to trimethylsilylated cyanohydrin)



เตรียมกรีนฮาร์ดีเอเจนต์ และจัดชุดอุปกรณ์ที่ประกอบด้วยขวดสามคอ ซึ่งภายในบรรจุกรีนฮาร์ดีเอเจนต์ที่เตรียมเสร็จใหม่ ๆ บรรจุสารละลายของไตรเมทิลไซลิเลเตทไซยานไฮไดริน (๕๕ มิลลิโมล) ใน ๗๕ มิลลิลิตร อีเทอร์ ในกรวยหยด ปฏิกริยาทำภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน แล้วค่อย ๆ หยดลงในขวดสามคอ พร้อมกับกวนอยู่ตลอดเวลา ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา ๒ ชั่วโมง เมื่อปฏิกริยาเกิดสมบูรณ์ นำมาแช่ในน้ำแข็ง ๑๕ นาที แล้วจึงใส่ลงในน้ำแข็ง ๕๐๐ กรัมที่ผสมกรดซัลฟูริกเข้มข้น ๒๐ มิลลิลิตร ของผสมจะแยกชั้น นำชั้นอีเทอร์มาสกัดด้วย ๑๐% aq HCl ๒ ครั้ง ๆ ละ ๑๐๐ มิลลิลิตร ทั้งไว้ ๑ คืน จะได้ผลึกของผลิตภัณฑ์ตกลงมาในชั้นน้ำ กรองและผึ่งให้แห้ง ชั้นของอีเทอร์นำมาล้างด้วยโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว และทำให้แห้งด้วยโซเดียมซัลเฟตที่ปราศจากน้ำ ระเหยตัวทำละลาย จะได้ oily solid นำมาละลายในเมทานอล ๗๕ มิลลิลิตร และ ๑๐% aq HCl ๑ มิลลิลิตรทั้งไว้ ๑ คืน จะได้ผลึกสีขาวตาลอ่อน นำมารวมกับผลิตภัณฑ์ที่ได้จากชั้นน้ำแล้วนำมาตกผลึกใหม่ด้วยเมทานอล

## การเตรียมอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (๘)

เตรียมกรีนฮาร์ตรีเอเจนต์โดยใช้แมกนีเซียมซึบ ๑.๑๐ กรัม ใส่ลงในขวดสามคอ เติมน้ำที่ปราศจากน้ำ ๑๐ มิลลิลิตร บรรจุสารละลายของโบรโมเบนซีน ที่มีโบรโมเบนซีน ๑๐ มิลลิลิตรในอู่ที่ปราศจากน้ำ ๕๐ มิลลิลิตร ใส่สารละลายโบรโมเบนซีนลงมา ๕ มิลลิลิตร พร้อมกับกวนของผสมตลอดเวลา สารละลายจะเริ่มขุ่น ให้ความร้อนแก่ของผสมเล็กน้อยโดยใช้อ่างน้ำมัน สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลเข้ม รีฟลักซ์ของผสมบนอ่างน้ำมันเป็นเวลา ๑๕ นาที บรรจุสารละลายของอู่ที่ปราศจากน้ำซึ่งมีไตรเมทิลซิลิเลตเตทไฮยาโนไฮดริน ๗.๘ กรัมในอู่ที่ปราศจากน้ำ ๗๕ มิลลิลิตรในกรวยหยด ค่อย ๆ หยดลงในขวดสามคอพร้อมกับกวนของผสมตลอดเวลา สารละลายจะเปลี่ยนจากสีน้ำตาลเข้มไปเป็นสารละลายสีส้มอ่อน กวนต่อไปที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา ๒ ชั่วโมง นำขวดสามคอมาแช่ในอ่างน้ำแข็ง ของผสมจะข้นและเหนียวขึ้น เทของผสมลงในน้ำแข็ง ๕๐๐ กรัมที่มีกรดซัลฟูริกเข้มข้น ๒๐ มิลลิลิตรผสมอยู่ ของผสมจะแยกชั้น แยกชั้นน้ำออก ตั้งทิ้งไว้ ๑ คืนได้ผลิตภัณฑ์เหลืองตกลงมา ผึ่งให้แห้งและชั่งน้ำหนักได้ ๑.๘๒ กรัม นำชั้นอู่มาสกัดด้วย ๑๐% กรดไฮโดรคลอริก ๒ ครั้ง ๆ ละ ๑๐๐ มิลลิลิตร แล้งล้างสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว ทำให้แห้งด้วยโซเดียมซัลเฟตที่ปราศจากน้ำ ระเหยตัวทำละลายออก ตั้งทิ้งไว้ ๑ คืน ได้ผลิตภัณฑ์น้ำตาลอ่อนตกลงมา ๐.๑๑ กรัม นำมารวมกับตะกอนที่ตกจากชั้นน้ำแล้วตกผลึกใหม่ด้วยเมทานอล ได้ (๘) ๑.๕๓ กรัม

ในทำนองเดียวกันการเตรียมอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (๖) (๗) (๘) ได้ผลดัง


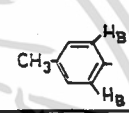
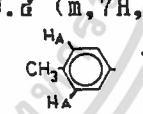
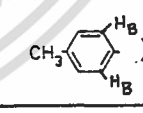

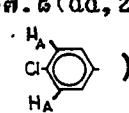
ตารางที่ ๓.๓

ตารางที่ ๓.๓ แสดงผลการเตรียมสารประกอบอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน

สารประกอบ	ครั้งที่	เวลาในการทำปฏิกิริยา	น้ำหนัก (กรัม)	ร้อยละผลิตภัณฑ์	จุดหลอมเหลว
$4\text{CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4\text{CH}(\text{OH})\text{COPh}$	๑	๒.๕	๑.๕๓	๑๙.๒	๘๗-๘๙
	๒	๓.๐	๑.๗๐	๓๓.๕	๘๗-๘๙
	๓	๓.๐	๓.๙๐	๗๓.๓	๘๗-๘๙
$4\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}(\text{OH})\text{COPh}$	๑	๒.๐	๒.๕๐	๓๓.๒	๑๑๗-๑๑๘
	๒	๒.๕	๕.๓๙	๗๕.๕	๑๑๗-๑๑๘
$4\text{ClC}_6\text{H}_4\text{CH}(\text{OH})\text{COPh}$	๑	๒.๐	๐.๗๒	๙.๕	๑๑๑-๑๑๓
	๒	๒.๕	๐.๓๘	๕.๒	๑๑๑-๑๑๒
	๓	๕.๐	๑.๙๓	๑๙.๖	๑๑๒-๑๑๓
$3\text{BrC}_6\text{H}_4\text{CH}(\text{OH})\text{COPh}$	๑	๕.๐	๐.๓๘	๓.๗	๘๓-๘๕
	๒	๕.๐	๑.๒๕	๑๒.๓	๘๓-๘๕

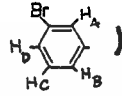
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๓.๘ แสดงข้อมูล IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) และ  $^1\text{H}$  NMR (๗)

สารประกอบ	IR (KBr) $\text{cm}^{-1}$	$^1\text{H}$ NMR (๗)
(๕)	๓๔๐๐ (-OH stretch) ๑๖๙๐ (C=O stretch)	๓.๗๕ (s, 3H, -CH <sub>3</sub> ) ๕.๕ (d, 1H, J=6Hz, CH-OH) เมื่อน้ำ D <sub>2</sub> O จะหายไป ๖.๐ (s, 1H, CH-OH) ๖.๙ (d, 2H, J=8Hz,  ) ๗.๒-๗.๕ (m, 5H, C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) ๗.๙๕ (dd, 2H, J=2Hz,  )
(๖)	๓๔๐๐ (-OH stretch) ๑๖๙๐ (C=O stretch)	๓.๓ (s, 3H, -CH <sub>3</sub> ) ๕.๖๕ (d, 1H, J=6Hz, CH-OH) เมื่อน้ำ D <sub>2</sub> O จะหายไป ๕.๙ (s, 1H, CH-OH) ๗.๐-๗.๕ (m, 7H, C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ,  ) ๗.๖ (dd, 2H, J=2Hz,  )
(๗)	๓๕๑๐ (-OH stretch) ๑๖๘๐ (C=O stretch)	๕.๙ (s, 1H, CH-OH) ๗.๓ (s, 5H, C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) ๗.๕ (s, 2H,  ) ๗.๗๕-๗.๘ (dd, 2H, J=2Hz,  )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการ ๓-๑๐ เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

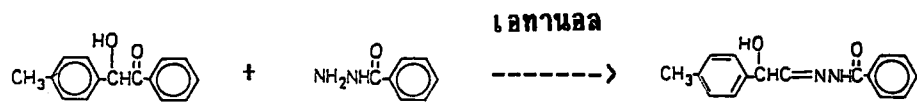
ตารางที่ ๓.๕ ต่อ แสดงข้อมูล IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) และ  $^1\text{H}$  NMR ( $\delta$ )

สารประกอบ	IR (KBr) $\text{cm}^{-1}$	$^1\text{H}$ NMR ( $\delta$ )
(๘)	๓๔๐๐ ( -OH stretch) ๑๖๘๐ ( C=O stretch)	๕.๕ (s, 1H, $\text{CH-OH}$ ) ๖.๘๕-๗.๗ (m, 9H, $\text{C}_6\text{H}_5$ ,  )



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมสารประกอบไฮดราริซัน (a)




ละลายอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (b) ๓๐๐ มิลลิกรัม (๑.๕ มิลลิโมล) ในเอทานอล ๕๐ มิลลิลิตร เติมเบนโซอิกแอซิดไฮดราริซัน (c) ๓๕๕ มิลลิกรัม (๓.๐ มิลลิโมล) ใส่กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ๑-๒ หยด รีฟลักซ์เป็นเวลา ๖๙ ชั่วโมง (ตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาโดยใช้โครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง คลอโรฟอร์ม:เอทิลเอซีเตท=๑:๑) ระเหยเอทานอลออกประมาณ ๕๐ มิลลิลิตร ทิ้งไว้ ๒ วัน มีผลึกสีขาวเกิดขึ้น กรองและนำไปซึ่งได้ (a) ๑๐ มิลลิกรัม ร้อยละผลิตภัณฑ์คิดเป็น ๖๖.๓ จุดหลอมเหลว ๒๑๔-๒๑๕ องศาเซลเซียส

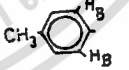
IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๓๓๕๐, ๓๒๕๐ (-OH และ -NH stretch)

๑๖๙๕ (-NH-C=O stretch)

$^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) : ๒.๓๕ (s, 3H,  $-\text{CH}_3$ )

๖.๓๕ (s, 1H,  $\text{CH}-\text{OH}$ )

๗.๑๕-๗.๖ (m, 12H,  $2-\text{C}_6\text{H}_5$ ,  $\text{CH}_3$  )

๗.๖-๗.๘๕ (d, 2H,  $J=8\text{Hz}$ ,  $\text{CH}_3$  )

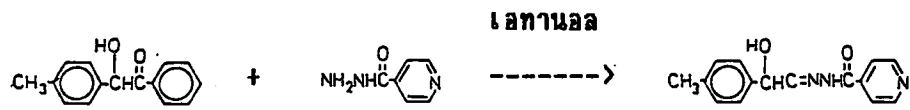
ในทำนองเดียวกันเมื่อใช้อัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (b) ๖๘ มิลลิกรัม (๓.๐ มิลลิโมล) และเบนโซอิกแอซิดไฮดราริซัน (c) ๑.๑๘๕๗ กรัม (๘.๗ มิลลิโมล) และใส่กรดไฮโดรคลอริก ๒-๓ หยด รีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ ๖๐ องศาเซลเซียส เป็นเวลา ๑๐๙ ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ ๓ วัน มีผลึกสีขาวเกิดขึ้น กรองและผึ่งในอากาศให้แห้งซึ่งสารได้ (a) น้ำหนัก ๒-๔

๕๙๙ มิลลิกรัม ร้อยละผลิตภัณฑ์คิดเป็นะ ๕๖.๗ จุดหลอมเหลว ๒๐๓-๒๐๔ องศาเซลเซียส



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมสารประกอบไฮดรารีซัน (b)

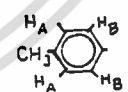




ละลายอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (๖) ๖๘๐ มิลลิกรัม (๓.๐ มิลลิโมล) และไอโซ-นิตโรนิกแอซิดไฮดรารีไซด์ (๑๐) ๑.๑๘๕๗ กรัม (๗.๒ มิลลิโมล) และใส่กรดไฮโดรคลอริก ๒-๓ หยดรีฟลักซ์เป็นเวลา ๑๓๓ ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ ๓ วัน มีผลึกสีขาวเกิดขึ้นกรองและผึ่งในอากาศให้แห้ง ซึ่งสารได้น้ำหนัก ๒๑๐ มิลลิโมล จุดหลอมเหลว ๑๘๒-๑๘๓ องศาเซลเซียส ระเหยเอทานอลออกแล้วตั้งทิ้งไว้ ๒ วัน มีผลึกขาวตกลงมาอีก ซึ่งน้ำหนักได้ ๕๐ มิลลิกรัม (จุดหลอมเหลว ๑๘๒-๑๘๓ องศาเซลเซียส) ตั้งทิ้งไว้อีก ๔ วัน มีผลึกสีขาวตกลงมาอีก ๓๐ มิลลิกรัม (จุดหลอมเหลว ๒๑๓-๒๑๔) นำผลึกทั้งสามส่วนมาตกผลึกใหม่ด้วยเอทานอล ได้สาร (b) ๕๙๐ มิลลิกรัม ร้อยละผลิตกัณฑ์คิดเป็น ๒๘.๐ จุดหลอมเหลว ๑๘๗-๑๘๘ องศาเซลเซียส

IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๓๓๕๐ , ๓๒๕๐ (-OH และ -NH stretch)

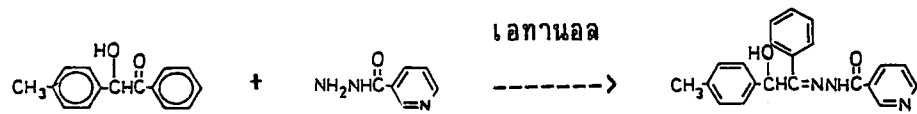
๑๖๙๕ (-NH-C=O stretch)

$^1\text{H NMR}$  ( $\delta$ ) : ๒.๓๕ (s, 3H, -CH<sub>3</sub>)

(CDCl<sub>3</sub>) ๗.๒-๗.๗ (m, 12H, CH-OH, -C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>,   )

๘.๖-๘.๗ (m, 2H,  )

การเตรียมสารประกอบไฮดรารีโซน (c)



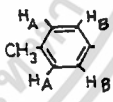
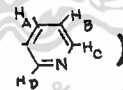
ละลายอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (b) ๘๐๐ มิลลิกรัม (๓.๕ มิลลิโมล) และนิโคตินิกแอซิดไฮดรารีไซด์ (๑๑) ๑.๐๓ กรัม (๗.๕ มิลลิโมล) และใส่กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ๒-๓ หยด รีฟลักซ์เป็นเวลา ๑๒๙ ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ ๒ วัน มีผลึกรูปเข็มสีขาวเกิดขึ้น กรองและล้างในอากาศให้แห้ง ซึ่งน้ำหนักได้ ๑๒๐.๖ มิลลิกรัม ส่วนที่เหลือนำไปประเหยเอทานอลออก ทิ้งไว้ ๒ วัน มีผลึกตกลงมา ๑๐ มิลลิกรัม และเมื่อทิ้งไว้อีก ๒ วัน มีผลึกตกลงมาอีก ๕ มิลลิกรัม นำผลึกที่ได้ทั้งสามส่วนมาตกผลึกใหม่ด้วยเอทานอล ได้สาร (c) หนัก ๑๕๐ มิลลิกรัม ร้อยละผลึกที่คิดเป็น ๑๕.๙ จุดหลอมเหลว ๒๒๙-๒๓๐ องศาเซลเซียส

IR (Neat,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๓๔๐๐-๓๒๐๐ (-OH และ -NH stretch)

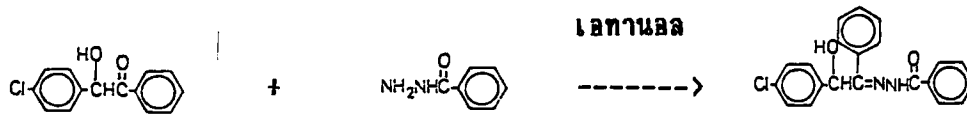
๑๖๙๕ (-NH-C=O stretch)

$^1\text{H NMR}$  ( $\tau$ ) : ๒.๕ (s, 3H,  $-\text{CH}_3$ )

( $\text{CDCl}_3$ ) ๗.๓๕-๙.๑ (m, 14H, CH-OH,  $-\text{C}_6\text{H}_5$ ,  $\text{CH}_2$ ,  $\text{H}_A$ ,  $\text{H}_B$ )



การเตรียมสารประกอบไฮดรอกซี (d)



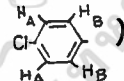
ละลายอัลฟา-ไฮดรอกซีโทน (๗) ๑๕๐ มิลลิกรัม (๐.๕๖ มิลลิโมล) ในเอทานอล ๕๐ มิลลิลิตร เติมเบนโซอิกแอซิดไฮดรไรด์ ๑๖๐ มิลลิกรัม (๑.๒ มิลลิโมล) ใส่กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ๑-๒ หยด รีฟลักซ์เป็นเวลา ๕๑ ชั่วโมง (ตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาโดยโครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง คลอโรฟอร์ม : เอทิลเอซีเตท = ๑:๑) ระเหยเอทานอลออกประมาณ ๕๐ มิลลิลิตร ทิ้งไว้ ๑ วัน มีผลึกสีเหลืองอ่อนเกิดขึ้น กรองและล้างในอากาศให้แห้ง ซึ่งน้ำหนักสาร (d) ได้ ๗๐ มิลลิกรัม ร้อยละผลผลิตที่คิดเป็น ๖๘.๐ จุดหลอมเหลว ๖๑๖-๖๑๕ องศาเซลเซียส

IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๓๖๕๐ (-OH และ -NH stretch)

๑๗๐๐ (-NH-C=O stretch)

$^1\text{H NMR}$  ( $\delta$ ) : ๖.๖๕ (s, 1H,  $\text{CH-OH}$ )

( $\text{CDCl}_3$ ,

๗.๓-๗.๙ (m, 14H,  $2 \times \text{C}_6\text{H}_5$ , 

๑๐.๕ (brs, 1H, -NH, เมื่อทดสอบ  $\text{D}_2\text{O}$  จะหายไป)

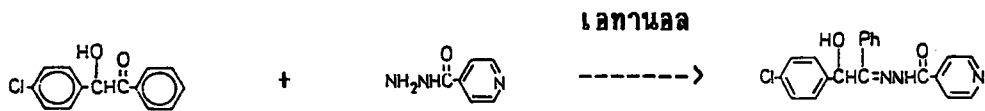
ในทำนองเดียวกันเมื่อใช้อัลฟา-ไฮดรอกซีโทน (๗) ๕๐๐ มิลลิกรัม (๑.๖ มิลลิโมล) และเบนโซอิกแอซิดไฮดรไรด์ (๘) ๕๐๘ มิลลิกรัม (๓.๐ มิลลิโมล) รีฟลักซ์เป็นเวลา ๘๕ ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ ๒ วัน มีผลึกรูปเข็มสีขาวเกิดขึ้น กรองและล้างในอากาศให้แห้ง ซึ่งสารได้น้ำหนัก ๑๒๐ มิลลิกรัม (จุดหลอมเหลว ๑๙๖-๑๙๕ องศาเซลเซียส) ทิ้งไว้ ๒ วัน มีผลึกตกมาอีก ๕๐ มิลลิกรัม (จุดหลอมเหลว ๑๙๓-๑๙๕ องศาเซลเซียส) ทิ้งไว้อีก

๒ วัน มีผลตกมาอีก ๗๐ มิลลิกรัม (จุดหลอมเหลว ๑๙๒-๑๙๓ องศาเซลเซียส) นำผลึก  
ทั้งสามส่วนมาตกผลึกในหม้อด้วยเอทานอล ได้สาร (d) ๒๗๙ มิลลิกรัม ร้อยละผลึกที่คิด  
เป็น ๑๗.๕ จุดหลอมเหลว ๑๙๕-๑๙๖ องศาเซลเซียส



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษานั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมสารประกอบไฮดรอกซีไทโตน (e)



ละลายอัลฟา-ไฮดรอกซีไทโตน (๗) ๕๐๐ มิลลิกรัม (๑.๖ มิลลิโมล) และไอโซนิโคตินิกแอซิดไฮดรอกไซด์ (๑๐) ๕๐๘ มิลลิกรัม (๓.๐ มิลลิโมล) รีฟลักซ์เป็นเวลา ๑๖๑ ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ ๒ วัน มีผลึกรูปเข็มสีขาวเกิดขึ้น กรองและผึ่งในอากาศให้แห้งซึ่งน้ำหนักได้ (e) ๗๐ มิลลิกรัม ระเหยเอทานอลออก แล้วตั้งทิ้งไว้ ๒ วัน มีผลึกตกมาอีก ๑๘๐ มิลลิกรัม นำผลึกทั้งสองส่วนมาตกผลึกใหม่ด้วยเอทานอล ได้สาร (e) ๒๒๕ มิลลิกรัม ร้อยละผลึกที่คิดเป็น ๕๒.๖ จุดหลอมเหลว ๑๗๕-๑๗๕ องศาเซลเซียส

IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๓๒๐๐ (-OH และ -NH stretch)

๑๖๘๐ (-NH-C=O stretch)

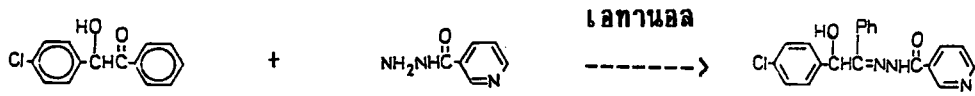
๑๕๕๐ (-NH bending)

$^1\text{H NMR}$  (๕) : ๗.๓-๘.๐ (m, 14H, CH-OH,  $\text{C}_6\text{H}_5$ ,

$\text{CDCl}_3$ )



การเตรียมสารประกอบไฮดรารีซัน (f)



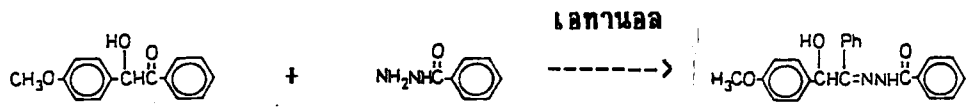
ละลายอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (๗) ๕๑๐ มิลลิกรัม (๑.๖๖ มิลลิโมล) ในเอทานอล ๕๐ มิลลิลิตร เติมนิโคตินิกแอซิดไฮดรารีซต์ (๑๑) ๒๕๒ มิลลิกรัม (๓.๐ มิลลิโมล) รีฟลักซ์เป็นเวลา ๑๓ ชั่วโมง (ติดตามปฏิกิริยาโดยโครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง คลอโรฟอร์ม: เอทานอล = ๘:๑) แล้วระเหยเอทานอลออกประมาณ ๕๐ มิลลิลิตร ทิ้งไว้ ๒ วัน มีผลึกรูปเข็มสีขาวเกิดขึ้น กรองและนำไปซึ่งได้สาร (f) ๑๒๐ มิลลิกรัม (จุดหลอมเหลว ๑๗๗-๑๗๙ องศาเซลเซียส) ระเหยเอทานอลออกอีกครั้งหนึ่ง แล้วตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง ๒ วัน มีผลึกสีขาวตกลงมาอีก ๑๐๐ มิลลิกรัม (จุดหลอมเหลว ๑๘๑-๑๘๓ องศาเซลเซียส) และ ๕๐ มิลลิกรัม (จุดหลอมเหลว ๑๘๕-๑๘๕ องศาเซลเซียส) นำผลึกที่ได้ทั้งสามส่วนมาตกผลึกใหม่ด้วยเอทานอล ได้สาร (f) ๒๒๕ มิลลิกรัม ร้อยละผลึกที่คิดเป็น ๓๗.๐ จุดหลอมเหลว ๑๘๓-๑๘๕ องศาเซลเซียส

IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๓๓๐๐, ๓๒๕๐ (-OH และ -NH stretch)  
๑๖๙๐ (-NH-C=O stretch)

$^1\text{H NMR}$  ( $\delta$ ) : ๒.๓ (s, 1H, CH-OH)

( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO}-d_6$ ) ๗.๓-๙.๐ (m, 13H,  $-\text{C}_6\text{H}_5$ , )

การเตรียมสารประกอบไฮดรารีซิน (g)



ละลายอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (d) ๕๕๖ มิลลิกรัม (๑.๙ มิลลิโมล) ในเอทานอล ๕๐ มิลลิลิตร เติมเบนโซอิกแอซิดไฮดรารีซิน (e) ๕๖๑ มิลลิกรัม (๕.๐ มิลลิโมล) ใส่กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ๑-๒ หยด รีฟลักซ์ เป็นเวลา ๕๖ ชั่วโมง (ตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาโดยโครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง คลอโรฟอร์ม : เอทิลเอซิเตท = ๑:๑) ระเหยเอทานอลออกประมาณ ๕๐ มิลลิลิตร ทั้งไว้ ๒ วัน มีผลึกสีขาวเกิดขึ้น กรองและนำไปซึ่งได้สาร (g) ๓๙๐ มิลลิกรัม ร้อยละผลึกที่คิดเป็น ๕๖.๐ จุดหลอมเหลว ๓๐๑-๓๐๓ องศาเซลเซียส

IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๓๓๕๐, ๓๑๕๐ (-OH และ -NH stretch)  
๑๖๙๐ (-NH-C=O stretch)

$^1\text{H NMR}$  ( $\delta$ ) : ๓.๙ (s, 3H,  $-\text{OCH}_3$ )  
( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO}-d_6$ ) ๗.๐ (d, 2H,  $J=9\text{Hz}$ ,  $\text{CH}_3\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4$ )  
๗.๓-๗.๗ (m, 10H,  $2 \times \text{C}_6\text{H}_5$ )  
๗.๙ (d, 2H,  $J=9\text{Hz}$ ,  $\text{CH}_3\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4$ )  
๙.๒ (d, 1H,  $J=8\text{Hz}$ , -OH) เมื่อทดสอบ  $\text{D}_2\text{O}$  จะหายไป

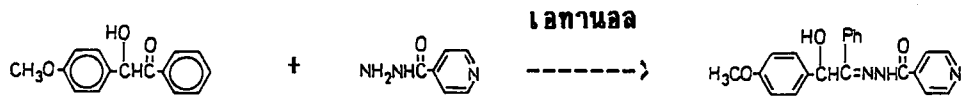
ในทำนองเดียวกันเมื่อใช้อัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (d) ๗๓๐ มิลลิกรัม (๓.๐ มิลลิโมล) และเบนโซอิกแอซิดไฮดรารีซิน (e) ๗๕๐ มิลลิกรัม (๕.๕ มิลลิโมล) ใส่กรดไฮโดรคลอริก ๒-๓ หยด รีฟลักซ์เป็นเวลา ๙๐ ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ ๒ วัน มีผลึกสีขาวเกิดขึ้น กรองและแห้ง

ในอากาศให้แห้ง ซึ่งสารได้ ๒๖๐ มิลลิกรัม (จุดหลอมเหลว ๑๙๒-๑๙๓ องศาเซลเซียส)  
ระเหยเอทานอลออกประมาณครึ่งหนึ่ง ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา ๒ วัน มีผลึกสีขาว  
เกิดขึ้น กรองและล้างในอากาศให้แห้ง ซึ่งน้ำหนักได้ ๑๑๐ มิลลิกรัม (จุดหลอมเหลว  
๑๘๗-๑๘๘ องศาเซลเซียส) ตั้งทิ้งไว้ ๒ วัน มีผลึกสีขาวตกลงมาอีก กรองแล้วล้างให้แห้ง  
ซึ่งน้ำหนักได้สาร ๑๑๐ มิลลิกรัม ตกผลึกใหม่ด้วยเอทานอล ได้สาร (g) ๕๘๕ มิลลิกรัม  
ร้อยละผลิตภัณฑ์คิดเป็น ๘๓.๕ จุดหลอมเหลว ๑๙๗-๑๙๘ องศาเซลเซียส



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมสารประกอบไฮดรอกซีไคโตน (h)



ละลายอัลฟา-ไฮดรอกซีไคโตน (d) ๗๐๐ มิลลิกรัม (๒.๘ มิลลิโมล) ในเอทานอล ๕๐ มิลลิลิตร เติมไฮโซนิโคตินิกแอซิดไฮดราไซด์ (๑๐) ๗๓๐ มิลลิกรัม (๕.๓ มิลลิโมล) และกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ๒-๓ หยด รีฟลักซ์เป็นเวลา ๑๒๑ ชั่วโมง (ติดตามปฏิกิริยา โดยโครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง คลอโรฟอร์ม : เอทานอล = ๘:๑) ระเหยเอทานอล ออกประมาณ ๕๐ มิลลิลิตร ทิ้งไว้ ๒ วัน มีผลึกรูปเข็มสีเหลืองเกิดขึ้น กรองและนำไปซึ่ง ได้ ๕๑๐ มิลลิกรัม ร้อยละผลึกที่คิดเป็น ๕๐.๐ จุดหลอมเหลว ๑๗๖-๑๗๗ องศาเซลเซียส

IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๓๓๕๐, ๓๒๕๐ (-OH และ -NH stretch)

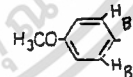
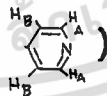
๑๖๙๐ (-NH-C=O stretch)

$^1\text{H NMR}$  (d) : ๓.๘ (s, 3H,  $-\text{CH}_3$ ),

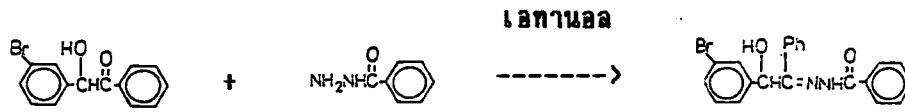
( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO}-d_6$ ) ๖.๓๕ (s, 1H,  $\text{CH}-\text{OH}$ )

๖.๙ (d, 2H,  $J=8\text{Hz}$ ,  $\text{H}_A$ ,  $\text{H}_B$ )

๗.๒๔-๗.๗ (m, 11H,  $\text{C}_6\text{H}_5$ ,  $\text{H}_A$ ,  $\text{H}_B$ )

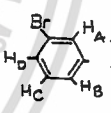


การเตรียมสารประกอบไฮดรารีซัน (i)

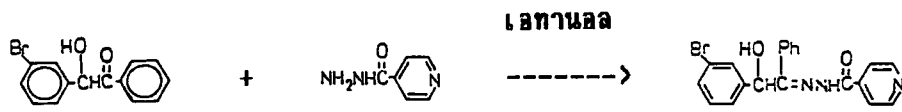


ละลายอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (๘) ๒๙๐ มิลลิกรัม (๑.๐ มิลลิโมล) ในเอทานอล ๕๐ มิลลิลิตร เติมเบนโซอิกแอซิดไฮดรารีซัน (๙) ๑๕๐ มิลลิกรัม (๑.๕ มิลลิโมล) ใส่กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ๑-๒ หยด รีฟลักซ์เป็นเวลา ๕๖ ชั่วโมง (ตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาโดยโครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง คลอโรฟอร์ม:เอทิลเอซีเตท = ๑:๑) ระเหยเอทานอลออกประมาณ ๕๐ มิลลิลิตร ทิ้งไว้ ๒ วันมีผลึกสีขาวเกิดขึ้น กรองและนำไปซึ่งได้สารหนัก ๙๐ มิลลิกรัม ร้อยละผลึกที่คิดเป็น ๓๖.๗ จุดหลอมเหลว ๑๕๕-๑๕๖ องศาเซลเซียส

IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๓๕๐๐, ๓๔๐๐ (-OH และ -NH stretch)  
๑๖๕๐ (-NH-C=O stretch)

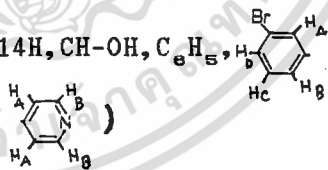
$^1\text{H NMR}$  (๕) : ๗.๓-๘.๗๕ (m, 15H, 2x $\text{C}_6\text{H}_5$ , CH-OH, )  
( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO}-d_6$ )

การเตรียมสารประกอบไฮดรารีซัน (j)

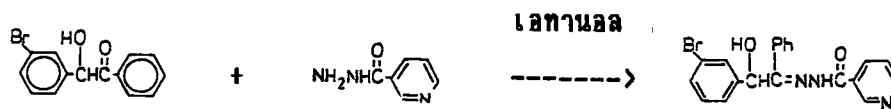


ละลายอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (๘) ๓๙๐ มิลลิกรัม (๑.๐ มิลลิโมล) ในเอทานอล ๕๐ มิลลิลิตร เติมไฮโซนิโคตินิกแอซิดไฮดรารีซัน (๑๐) ๑๕๐ มิลลิกรัม (๘.๐ มิลลิโมล) รีฟลักซ์เป็นเวลา ๔๖ ชั่วโมง (ตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาโดยโครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง คลอโรฟอร์ม:เอทิลเอซีเตท = ๑:๑) ระเหยเอทานอลออกประมาณ ๕๐ มิลลิลิตร ทิ้งไว้ ๓ วันมีผลึกรูปเข็มสีขาวเกิดขึ้น กรองและนำไปซึ่งได้ ๑๓๓ มิลลิกรัม ระเหยเอทานอลออกอีกครั้งหนึ่ง แล้วตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง มีผลึกสีขาวตกลงมา ๓๐ มิลลิกรัม นำทั้งสองส่วนมาตกผลึกใหม่ด้วยเอทานอล ได้สาร (j) ๙๐ มิลลิกรัม ร้อยละผลึกที่คิดเป็น ๓๓.๓ จุดหลอมเหลว ๑๖๕-๑๗๐ องศาเซลเซียส

IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๓๕๐๐, ๓๔๐๐ (-OH และ -NH stretch)  
 ๑๖๙๐ (-NH-C=O stretch)  
 ๑๕๕๐ (-NH bending)

$^1\text{H NMR}$  (๙) : ๗.๓-๘.๗ (14H, CH-OH, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, )  
 (CDCl<sub>3</sub>+DMSO-d<sub>6</sub>)

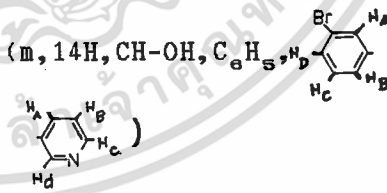
การเตรียมสารประกอบไฮดรารีซอน (k)



ละลายอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน (ด) ๒๙๐ มิลลิกรัม (๑.๐ มิลลิโมล) ในเอทานอล ๕๐ มิลลิลิตร เติมไนโคตินิกแอซิดไฮดรารีไซด์ (๑๑) ๕๖๑ มิลลิกรัม (๕.๐ มิลลิโมล) รีฟลักซ์เป็นเวลา ๔๖ ชั่วโมง(ตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาโดยโครมาโทกราฟีประเภทชั้นบาง คลอโรฟอร์ม : เอทิลเอซีเตท = ๑:๑) ระเหยเอทานอลออกประมาณ ๕๐ มิลลิลิตร ทั้งไว้ ๓ วันมีผลกรุปเข็มสีขาวเกิดขึ้น กรองและนำไปซึ่งน้ำหนักได้ ๙๐ มิลลิกรัม ระเหยเอทานอลออกอีกครั้งหนึ่งตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องมีผลตกกลลงมาอีก ๓๐ มิลลิกรัม นำทั้งสองส่วนมาตกผลึกใหม่ด้วยเอทานอล ได้สาร (k) ๘๐ มิลลิกรัม ร้อยละผลผลิตที่คิดเป็น ๑๙.๗ จุดหลอมเหลว ๑๐๘-๑๐๙ องศาเซลเซียส

IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๓๕๐๐, ๓๔๐๐ (-OH และ -NH stretch)  
 ๑๖๙๐ (-NH-C=O stretch)  
 ๑๕๕๐ (-NH bending)

$^1\text{H NMR}$  ( $\delta$ ) : ๗.๓๕-๘.๒ (m, 14H, CH-OH,  $\text{C}_6\text{H}_5$ ,  $\text{H}_a$ ,  $\text{H}_b$ ,  $\text{H}_c$ ,  $\text{H}_d$ )  
 (CDCl<sub>3</sub>+DMS-d<sub>6</sub>)



ตารางที่ ๓.๕ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดรารีซัน (a)

ครั้งที่	สารตั้งต้น (๖) (มิลลิโมล)	สารตั้งต้น (๘) (มิลลิโมล)	เวลาที่ใช้ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	% yield
๑	๑.๓	๒.๖	๖๘	๐.๑	๒๒.๓
๒	๓.๐	๘.๗	๑๐๘	๐.๕๘	๕๖.๗

ตารางที่ ๓.๖ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดรารีซัน (b)

ครั้งที่	สารตั้งต้น (๖) (มิลลิโมล)	สารตั้งต้น (๑๐) (มิลลิโมล)	เวลาที่ใช้ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	% yield
๑	๑.๓	๒.๖	๑๑๔	๐.๐๑	๗.๖๒
๒	๓.๐	๗.๒	๑๓๓	๐.๐๔	๒๘.๐

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๓.๗ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮโดรราโซน (c)

ครั้งที่	สารตั้งต้น (๖) (มิลลิโมล)	สารตั้งต้น (๑๑) (มิลลิโมล)	เวลาที่ใช้ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	% yield
๑	๓.๕	๗.๕	๑๒๔	๐.๒๒๕	๑๕.๘๕

ตารางที่ ๓.๘ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮโดรราโซน (d)

ครั้งที่	สารตั้งต้น (๗) (มิลลิโมล)	สารตั้งต้น (๘) (มิลลิโมล)	เวลาที่ใช้ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	% yield
๑	๐.๕๖	๑.๒	๕๑	๐.๐๖	๒๘.๖
๒*	๑.๖	๓.๐	๘๕	๐.๒๗๘	๑๗.๕๕

\* ไม่ใส่กรดไฮโดรคลอริก

ตารางที่ ๓.๙ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดรารีโซน (e)

ครั้งที่	สารตั้งต้น (๗) (มิลลิโมล)	สารตั้งต้น (๑๐) (มิลลิโมล)	เวลาที่ใช้ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	% yield
๑*	๑.๖	๓.๐	๑๑๒	๐.๒๕	๕๒.๕๕

ตารางที่ ๓.๑๐ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดรารีโซน (f)

ครั้งที่	สารตั้งต้น (๗) (มิลลิโมล)	สารตั้งต้น (๑๑) (มิลลิโมล)	เวลาที่ใช้ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	% yield
๑*	๑.๖	๓.๐	๑๓๘	๐.๒๒๕	๓๗.๐

ตารางที่ ๓.๑๑ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดรารีโซน (g)

ครั้งที่	สารตั้งต้น (๕) (มิลลิโมล)	สารตั้งต้น (๙) (มิลลิโมล)	เวลาที่ใช้ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	% yield
๑	๑.๙	๕.๐	๕๖	๐.๒๙	๕๒.๑
๒	๓.๐	๕.๕	๙๐	๐.๕๕๕	๕๓.๓๕

ตารางที่ ๓.๑๒ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดรารีโซน (h)

ครั้งที่	สารตั้งต้น (๕) (มิลลิโมล)	สารตั้งต้น (๑๐) (มิลลิโมล)	เวลาที่ใช้ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	% yield
๑	๒.๘	๕.๓	๑๒๑	๐.๕๑๕	๕๐.๐

ตารางที่ ๓.๑๓ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดรารีโซน (i)

ครั้งที่	สารตั้งต้น (๘) (มิลลิโมล)	สารตั้งต้น (๙) (มิลลิโมล)	เวลาที่ใช้ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	% yield
๑*	๑.๐	๑.๕	๒๑๖	๐.๑๕	๓๖.๗

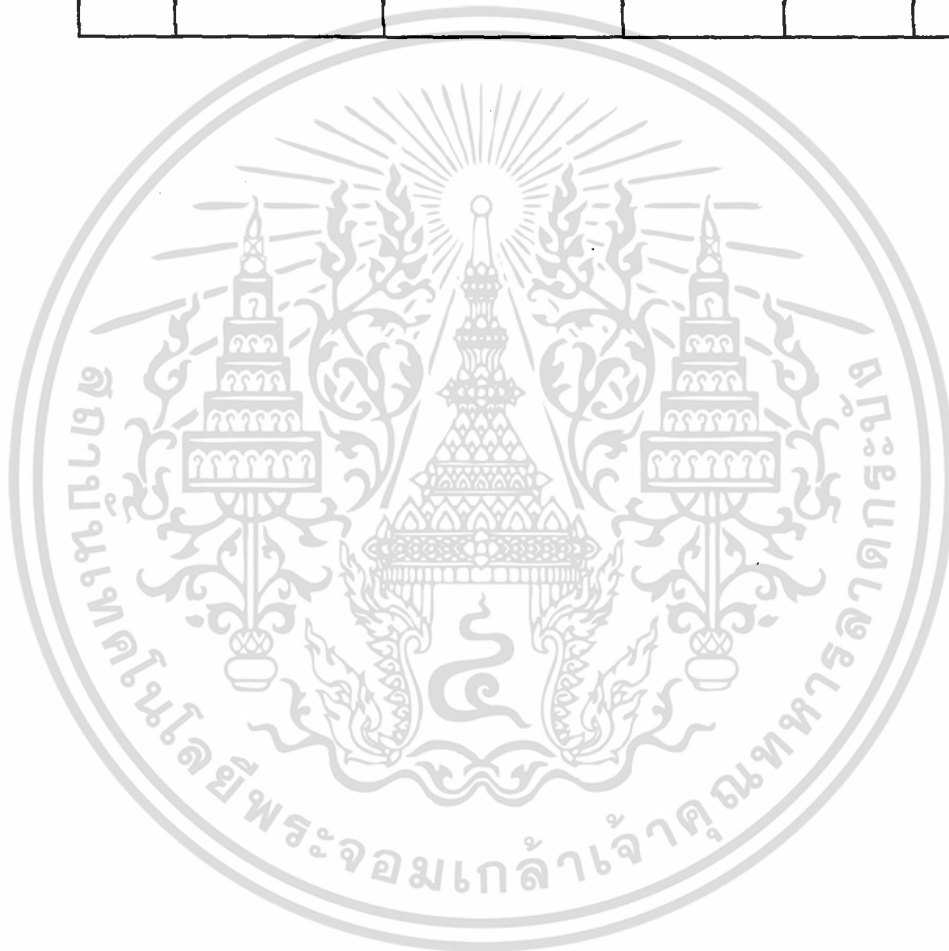
ตารางที่ ๓.๑๔ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดรารีโซน (j)

ครั้งที่	สารตั้งต้น (๘) (มิลลิโมล)	สารตั้งต้น (๑๐) (มิลลิโมล)	เวลาที่ใช้ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	% yield
๑*	๑.๐	๑.๕	๒๑๖	๐.๐๙	๒๒.๒

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

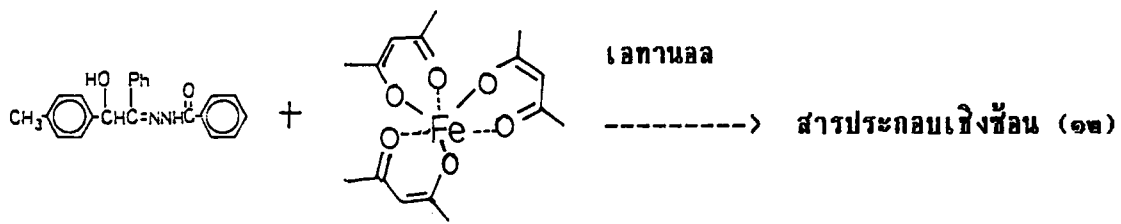
ตารางที่ ๓.๑๕ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดรอกไซด์ (k)

ครั้งที่	สารตั้งต้น (๘) (มิลลิโมล)	สารตั้งต้น (๑๑) (มิลลิโมล)	เวลาที่ใช้ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก (กรัม)	% yield
๑*	๑.๐	๑.๕	๒๑๖	๐.๐๘	๑๙.๗



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการ ๓-๓๐ เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

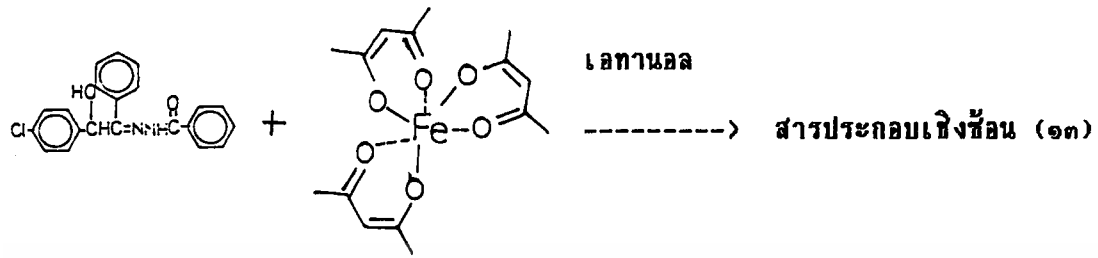
การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไฮดรอกซีไฮดราโซน (a) กับเฟอร์ริกแอสซีตล  
 แอซีโตเนต ในเอทานอลที่อุณหภูมิห้อง



ละลายไฮดรอกซีไฮดราโซน (a) ๑๐ มิลลิกรัม (๐.๐๐๓๖ มิลลิโมล) ในเอทานอล ๕ มิลลิลิตร ได้สารละลายใส และละลายเฟอร์ริกแอสซีตลแอซีโตเนต ๙.๘ มิลลิกรัม (๐.๐๐๓๖ มิลลิโมล) ในเอทานอล ๕ มิลลิลิตร ได้สารละลายสีแดงใส ผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกันได้สารละลายสีส้ม การที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา ๑ ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้ ได้ตะกอนละเอียดสีส้ม กรองและฟ้งให้แห้ง ได้สารประกอบเชิงซ้อนของเหล็ก (๑๒) น้ำหนัก ๗ มิลลิกรัม ได้ผลิตภัณฑ์คิดเป็นร้อยละ ๓๖ จุดหลอมเหลว ๒๔๔ - ๒๕๐ °C

IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๑๕๖๐ (C=O stretch)

การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไฮดรอกซีไฮดราโซน (d) กับเฟอร์ริกแอสซีตล  
 แอซีโตเนต ในเอทานอลที่อุณหภูมิห้อง



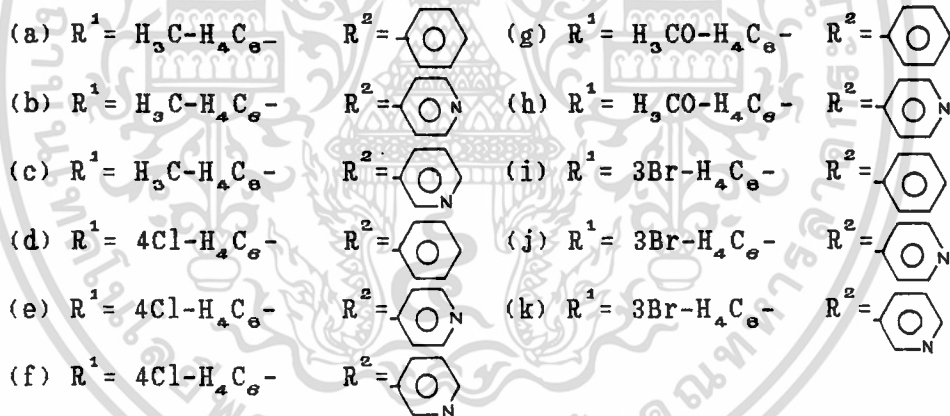
ละลายไฮดรอกซีไฮดราโซน (d) ๓๐ มิลลิกรัม (๐.๐๐๕๒ มิลลิโมล) ในเอทานอล ๕ มิลลิลิตร ได้สารละลายใส และละลายเฟอร์ริกแอสซีตลแอซีโตเนต ๑๘.๖ มิลลิกรัม (๐.๐๐๕๒ มิลลิโมล) ในเอทานอล ๕ มิลลิลิตร ได้สารละลายสีแดงใส ผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกันได้สารละลายสีส้ม กวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา ๑ ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้ได้ตะกอนเป็นผงละเอียดแดง กรองและผึ่งให้แห้ง ได้สารประกอบเชิงซ้อนของเหล็ก (๑๓) น้ำหนัก ๗.๒ มิลลิกรัม ได้ผลิตภัณฑ์คิดเป็นร้อยละ ๓๐ จุดหลอมเหลว ๒๓๕ - ๒๔๐ °C

IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) : ๑๕๖๐ (C=O stretch)

## บทที่ ๔

### ผลการวิจัยและวิจารณ์

การเติมสารประกอบไฮดราโซนจากปฏิกิริยาควมน้ำระหว่างอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน และแอซิดไฮดราไซด์ ทั้งที่มีกรดและไม่กรดไฮโดรคลอริกเป็นคะตะลิสต์ดังนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๕.๑ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดรอกไซด์ สภาวะการทดลอง เวลา และร้อยละผลิตภัณฑ์

ไฮดรอกไซด์	อัตราส่วนจำนวนโมล อัลฟาไฮดรอกซีคีโตน: แอซิดไฮดรอกไซด์	เวลาที่รีฟลักซ์ (ชั่วโมง)	กรด HCl	ร้อยละ ผลิตภัณฑ์	จุดหลอมเหลว °C
a	๑:๒	๖๙	มี	๒๒.๓	๒๑๔-๒๑๕
	๑:๒.๙	๑๐๙	มี	๔๖.๗	๒๑๓-๒๑๔
b	๑:๒.๕	๑๓๓	มี	๒๘.๐	๑๘๗-๑๘๙
	๑:๒.๑	๑๒๙	มี	๑๕.๙	๒๒๙-๒๓๐
d	๑:๑๒.๑	๕๑	มี	๒๘.๖	๒๑๒-๒๑๕
	๑:๑.๙	๘๘	ไม่มี	๑๗.๕	๑๙๕-๑๙๖
e	๑:๑.๙	๑๑๒	ไม่มี	๕๒.๖	๑๗๕-๑๗๕
f	๑:๑.๙	๑๓๘	ไม่มี	๓๗.๐	๑๘๓-๑๘๔

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการ ๕-๒ เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๕.๑ ต่อ แสดงผลการเตรียมสารประกอบไฮดรอกไซด์ สภาวะการทดลอง เวลา และร้อยละผลิตภัณฑ์

ไฮดรอกไซด์	อัตราส่วนจำนวนโมล อัลฟาไฮดรอกซีคีโตน: แอซิดไฮดรอกไซด์	เวลาที่รีฟลักซ์ (ชั่วโมง)	กรด HCl	ร้อยละ ผลิตภัณฑ์	จุดหลอมเหลว °C
g	๑:๒.๑	๔๖	มี	๔๒.๐	๒๐๑-๒๐๓
	๑:๑.๕	๙๐	มี	๔๓.๕	๑๙๗-๑๙๙
h	๑:๑.๙	๒๒๑	มี	๕๐.๐	๑๗๖-๑๗๗
i	๑:๑.๕	๒๑๖	ไม่มี	๓๖.๗	๑๕๕-๑๕๖
j	๑:๑.๕	๒๑๖	ไม่มี	๒๒.๒	๑๖๕-๑๗๐
k	๑:๑.๕	๒๑๖	ไม่มี	๑๙.๗	๑๐๕-๑๐๙

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ยืนยันโครงสร้างของไฮดรอกซีไฮดราโซนด้วยข้อมูล IR และ NMR ดังแสดงในตารางที่ ๔.๒ ข้อมูลที่น่าสนใจคือ ที่ ๓๔๐๐-๓๑๕๐ ซึ่งเป็นสัญญาณของ -OH และ -NH stretching และที่ ๑๖๘๐-๑๖๔๐ เป็นของ C=O และ C=N stretching และจากข้อมูล NMR จะเห็นสัญญาณของ CH-OH ที่ ๖.๒-๖.๕ ซึ่งอาจเป็น singlet หรือ doublet ในกรณีที่เป็น doublet มีการ couple กับ OH ซึ่งเมื่อหอด  $D_2O$  จะให้สัญญาณ singlet (1H) ของ CH-OH

การเตรียมสารประกอบไฮดราโซนจากปฏิกิริยาระหว่างอัลฟา-ไฮดรอกซีคีโตน กับแอซิดไฮดราไซด์จากการทดลอง พบว่าในสภาวะที่เป็นกรดจะใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาน้อยกว่าในสภาวะที่เป็นกลาง ทั้งนี้เนื่องจากในสภาวะที่เป็นกรด ขึ้นกำหนดอัตราของปฏิกิริยาคือขั้นที่ ๑ เป็นขั้นที่ในโตรเจนเข้าชนหมู่คาร์บอนิลได้สารมีซันต์คาร์บิโนลามีน เมื่อมีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะทำให้เกิดการขจัดน้ำออกอย่างรวดเร็ว แต่สำหรับในสภาวะที่เป็นกลางขึ้นกำหนดอัตราของปฏิกิริยาคือขั้นที่ ๒ เป็นขั้นที่สารมีซันต์คาร์บิโนลามีน ขจัดน้ำออกจากโมเลกุล

ร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเตรียมทั้งสภาวะที่มีกรด และไม่มีกรด มีค่าประมาณ ๔๐-๕๐% ทั้งนี้อาจเป็นเพราะในสภาวะที่เป็นกรด ไฮดราไซด์ส่วนหนึ่งถูกทำลายไปจึงทำให้ไฮดราไซด์เหลือร้อยละ ดังนั้นจะเห็นได้ว่าในสภาวะที่เป็นกรด ควรใช้อัตราส่วนจำนวนโมลของไฮดราไซด์มากกว่าอัลฟาไฮดรอกซีคีโตน

การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไฮดรอกซีไฮดราโซน (a,d) และเฟอร์ริกแอซิดแอซิดเนต จะได้สารประกอบเชิงซ้อนสีแดง มีข้อมูล IR ที่น่าสนใจดังนี้ คือสัญญาณของหมู่ C=O จะอยู่ที่ความถี่ที่ ๑๕๖๐ ทั้งนี้เนื่องจากว่า ไอออนของเหล็กมีคุณสมบัติเป็นตัวรับอิเล็กตรอน (electron acceptor) ซึ่งมันจะดึงอิเล็กตรอนของหมู่คาร์บอนิลทำให้พันธะของ C=O มีความเป็นพันธะเดี่ยวมากขึ้น (N=C-O) จึงให้สัญญาณของหมู่ C=O ที่ความถี่ต่ำกว่าเดิม ส่วนสัญญาณของหมู่ -OH ในสารประกอบเชิงซ้อนหายไป อาจเป็นเพราะ -C-OH ถูกออกซิไดซ์ไปเป็น C=O หรือ -C-OH เกิดพันธะโควาเลนต์ กับเฟอร์ริกแอซิดแอซิดเนต การที่จะทราบได้ว่าสารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้าง

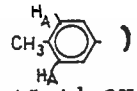
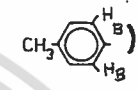
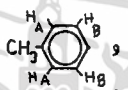
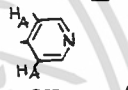
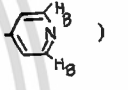
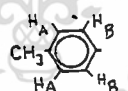
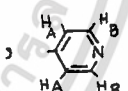
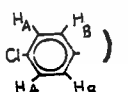
เป็นอย่างไร ต้องทำการดกผลึกใหม่เพื่อให้ได้ผลึกเดี่ยวที่ดีสำหรับ การวิเคราะห์ด้วย เอ็กซ์เรย์ ดิฟแฟกชัน

สำหรับสารประกอบไฮโดรราโซน (i-k) ที่เตรียมได้ยังไม่บริสุทธิ์ เนื่องจากยังไม่ได้ ดกผลึกใหม่เพื่อให้ได้ผลึกที่ดี ดังจะเห็นได้ว่ามีสัญญาณที่ไม่ใช่สัญญาณของสารประกอบไฮโดรรา โซนชั้นที่ประมาณ ๖.๑๕ ซึ่งต้องมีการศึกษาสภาวะของการทดลองเพื่อให้ได้สภาวะการ เตรียมสารประกอบไฮโดรราโซนที่มีประสิทธิภาพดีขึ้น



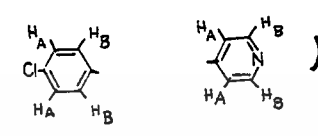
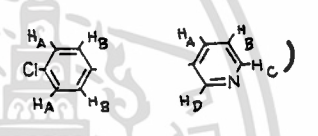



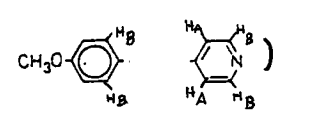
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการ~~๕-๕~~เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๘.๒ แสดงข้อมูล IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) และ  $^1\text{H}$  NMR ( $\delta$ )

ไฮดร่าโซน	IR (KBr, $\text{cm}^{-1}$ )	$^1\text{H}$ NMR ( $\delta$ )
(a)  ( $\text{CDCl}_3$ )	๓๓๕๐, ๓๒๕๐ (-OH, -NH stretch) ๑๖๕๕ (-NH-C=O stretch)	๒.๓๕ (s, 3H, -CH <sub>3</sub> ) ๖.๓๕ (s, 1H, CH-OH) ๗.๑๕-๗.๖ (m, 12H, 2x C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ,  ) ๗.๖-๗.๘๕ (d, 2H, J=8Hz,  )
(b)  ( $\text{CDCl}_3$ )	๓๓๕๐, ๓๒๕๐ (-OH, -NH stretch) ๑๖๕๕ (-NH-C=O stretch)	๒.๓๕ (s, 3H, -CH <sub>3</sub> ) ๗.๒-๗.๗ (m, 12H, CH-OH, C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ,  ,  ) ๘.๖-๘.๗ (m, 2H,  )
(c)  ( $\text{CDCl}_3$ )	๓๓๐๐-๓๒๐๐ (-OH, -NH stretch) ๑๖๕๕ (-NH-C=O stretch)	๒.๕ (s, 3H -CH <sub>3</sub> ) ๗.๓๕-๗.๖ (m, 14H, CH-OH,  ,  , C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> )
(d)  ( $\text{CDCl}_3$ )	๓๒๕๐ (-OH, -NH stretch) ๑๗๐๐ (-NH-C=O stretch)	๖.๒๕ (s, 1H, CH-OH) ๗.๓-๗.๘ (m, 14H, 2x C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ,  ) ๑๐.๕ (brs, 1H, -NH เมื่อทดสอบ D <sub>2</sub> O จะหายไ้)

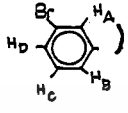
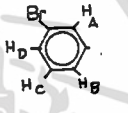
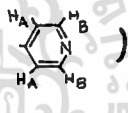
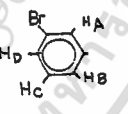
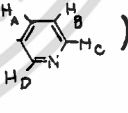
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๔.๒ คอล แสดงข้อมูล IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) และ  $^1\text{H}$  NMR (๑)

ไฮดรอกซิล	IR (KBr, $\text{cm}^{-1}$ )	$^1\text{H}$ NMR (๑)
(e)  ( $\text{CDCl}_3$ )	๓๓๐๐ (-OH, -NH stretch) ๑๖๘๐ (-NH-C=O stretch) ๑๕๕๐ (-NH bending)	๗.๓-๘.๐ (m, 14H, $\text{C}_6\text{H}_5$ , $\text{CH-OH}$ ,  )
(f)  ( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-d}_6$ )	๓๓๐๐, ๓๒๕๐ (-OH, -NH stretch) ๑๖๘๐ (-NH-C=O stretch)	๖.๓ (s, 1H, $\text{CH-OH}$ ) ๗.๓-๘.๐ (m, 12H, $\text{C}_6\text{H}_5$ ,  )
(g)  ( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-d}_6$ )	๓๒๕๐, ๓๑๕๐ (-OH, -NH stretch) ๑๖๘๕ (-NH-C=O stretch)	๓.๙ (s, 3H - $\text{OCH}_3$ ) ๗.๐ (d, 2H, $J=9\text{Hz}$ , $\text{H}_3\text{CO}$ -  ) ๗.๓-๗.๗ (m, 10H, $2 \times \text{C}_6\text{H}_5$ ) ๗.๙ (d, 2H, $J=9\text{Hz}$ , $\text{CH}_3\text{O}$ -  ) ๘.๒ (d, 1H, $J=8\text{Hz}$ , -OH เมื่อ หยด $\text{D}_2\text{O}$ จะหายไป)
(h)  ( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-d}_6$ )	๓๓๕๐, ๓๒๕๐ (-OH, -NH stretch) ๑๖๘๐ (-NH-C=O stretch)	๓.๘ (s, 3H, - $\text{OC}_3\text{H}$ ) ๖.๓๕ (s, 1H, $\text{CH-OH}$ ) ๖.๙ (d, 2H, $J=8\text{Hz}$ , $\text{H}_3\text{CO}$ -  ) ๗.๒๕-๗.๗ (m, 11H, $\text{C}_6\text{H}_5$ ,  )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการวิจัยเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

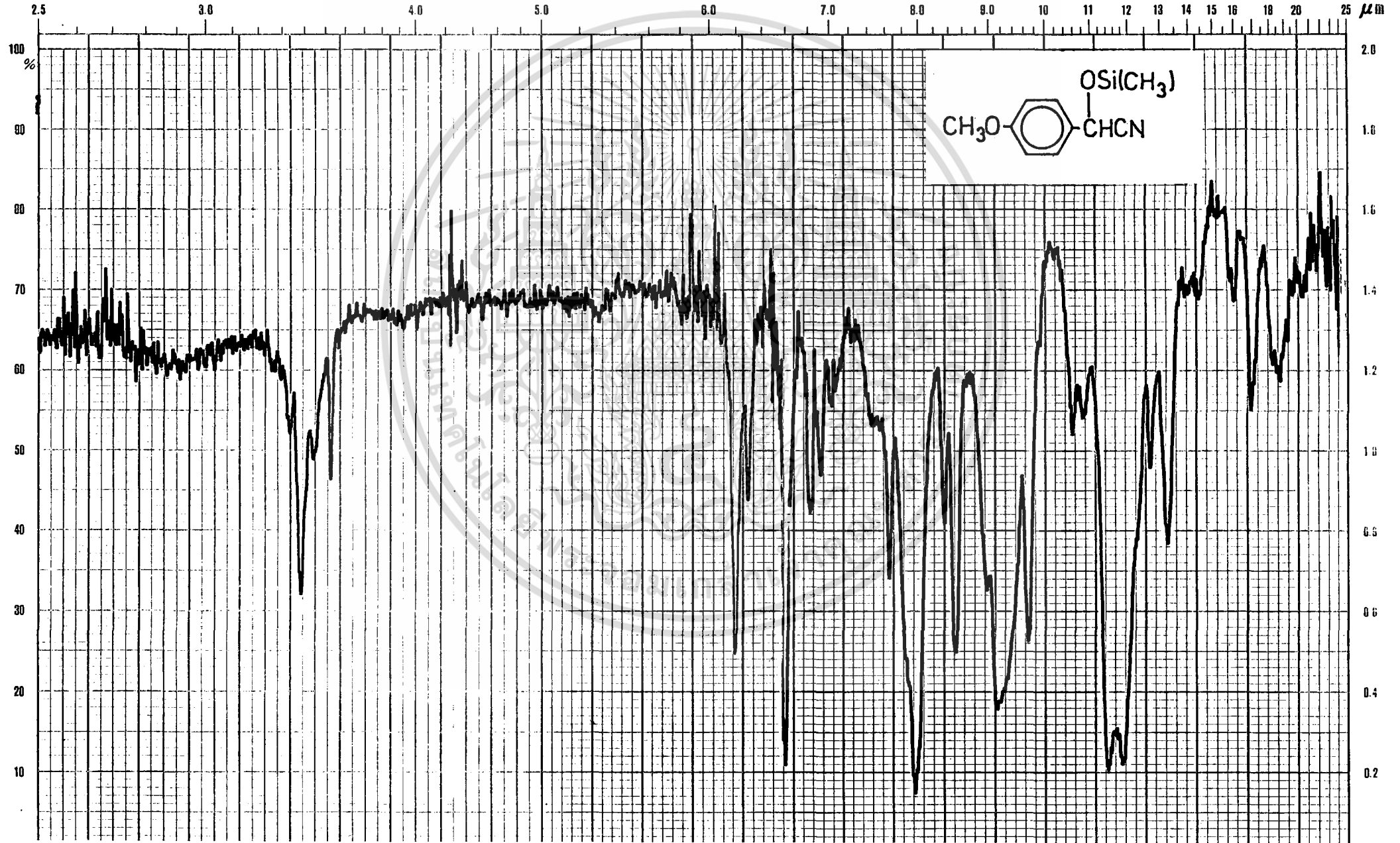
ตารางที่ ๔.๒ ต่อ แสดงข้อมูล IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) และ  $^1\text{H}$  NMR ( $\tau$ )

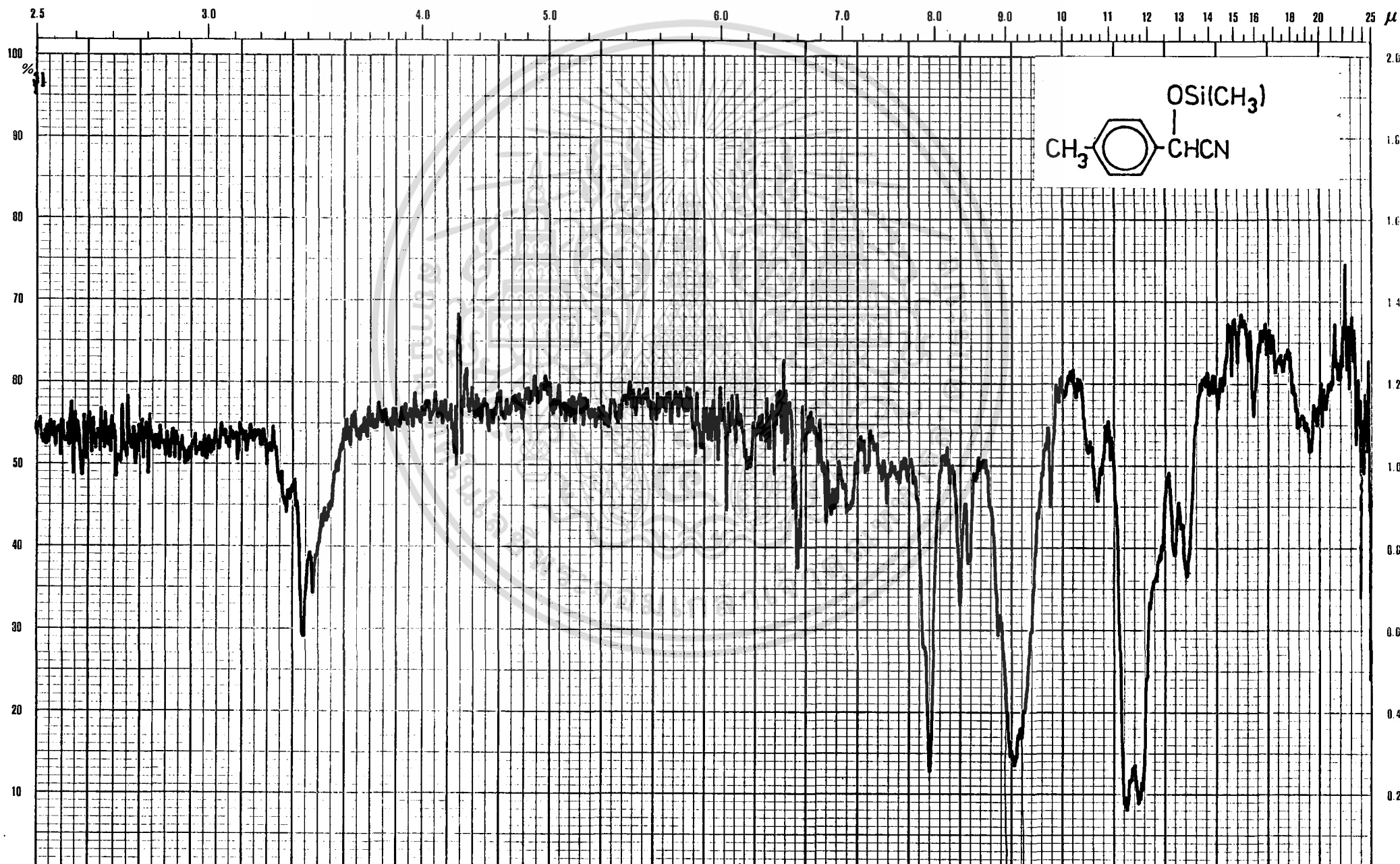
ไซดราโซน	IR (KBr, $\text{cm}^{-1}$ )	$^1\text{H}$ NMR ( $\tau$ )
(i)  ( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO}-d_6$ )	๓๕๐๐, ๓๕๐๐ (-OH, -NH stretch) ๑๖๘๐ (-NH-C=O stretch)	๗.๓-๘.๗๕ (m, 15H, $2 \times \text{C}_6\text{H}_5$ , <u>CH</u> -OH, 
(j)  ( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO}-d_6$ )	๓๕๐๐, ๓๕๐๐ (-OH, -NH stretch) ๑๖๘๐ (-NH-C=O stretch) ๑๕๘๐ (-NH bending)	๗.๓-๘.๗ (m, 14H, <u>CH</u> -OH, $\text{C}_6\text{H}_5$ ,  
(k)  ( $\text{CDCl}_3 + \text{DMSO}-d_6$ )	๓๕๐๐, ๓๕๐๐ (-OH, -NH stretch) ๑๖๘๐ (-NH-C=O stretch) ๑๕๘๐ (-NH bending)	๗.๓๕-๘.๖ (m, 14H, <u>CH</u> -OH, $\text{C}_6\text{H}_5$ ,  

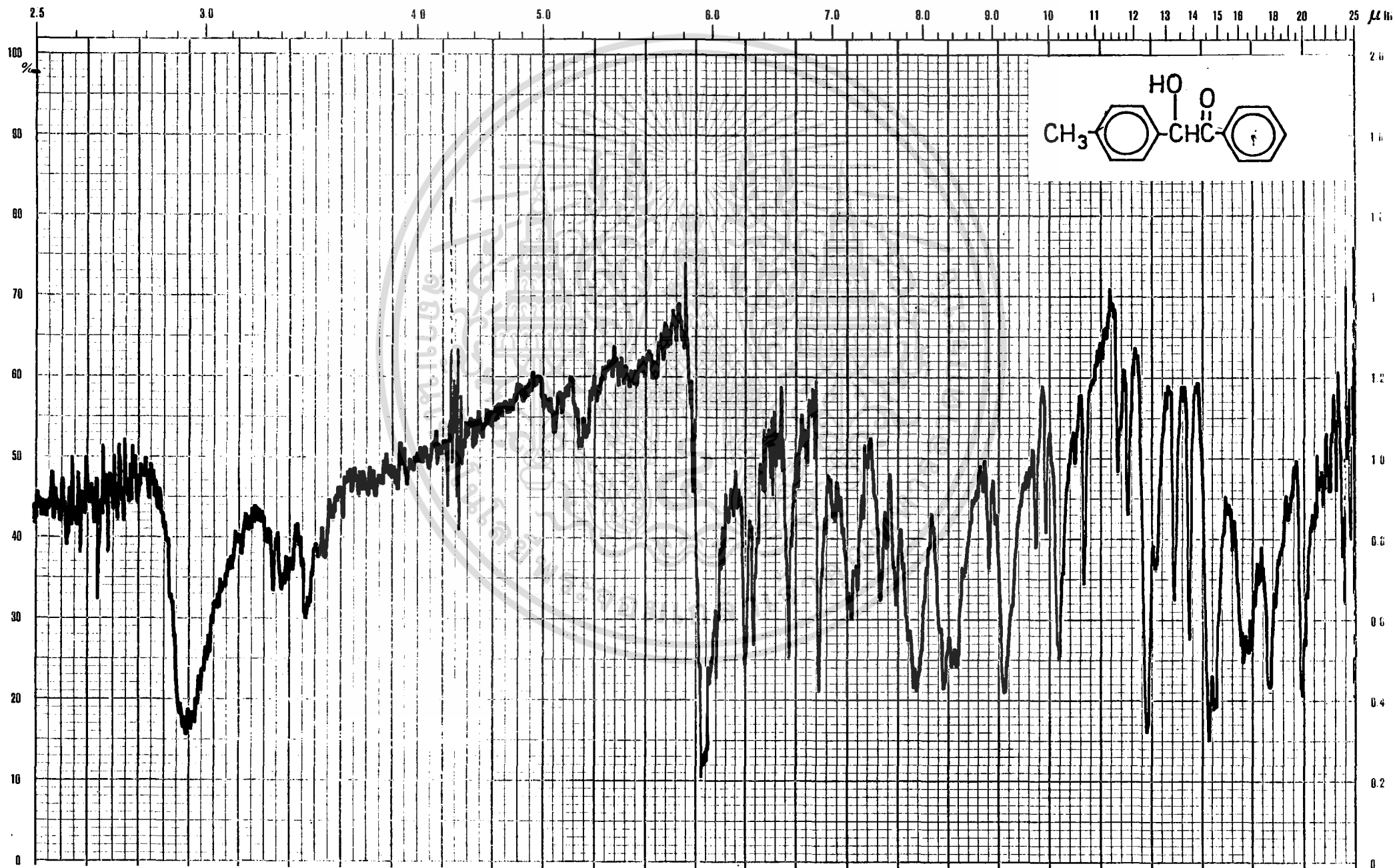
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

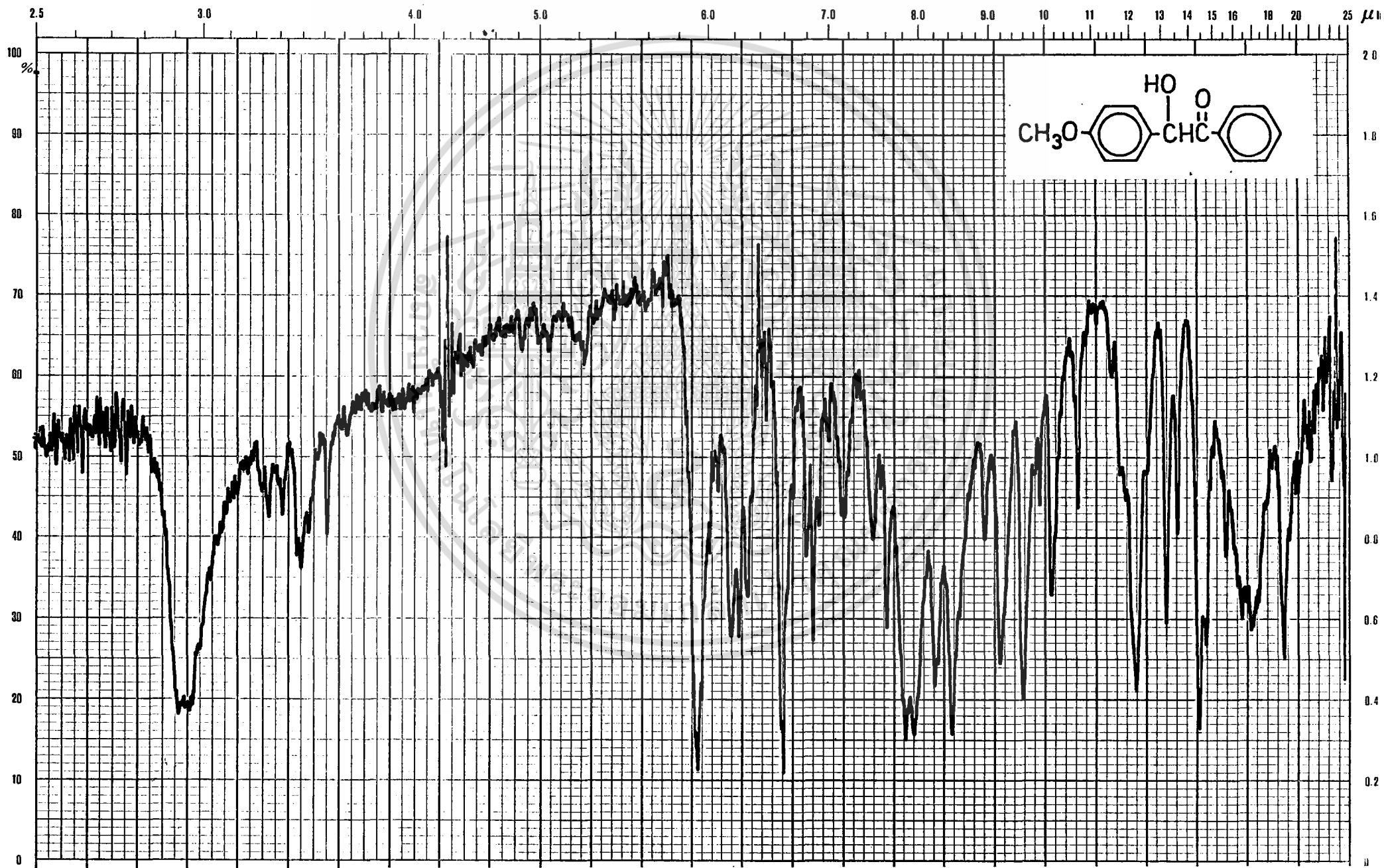


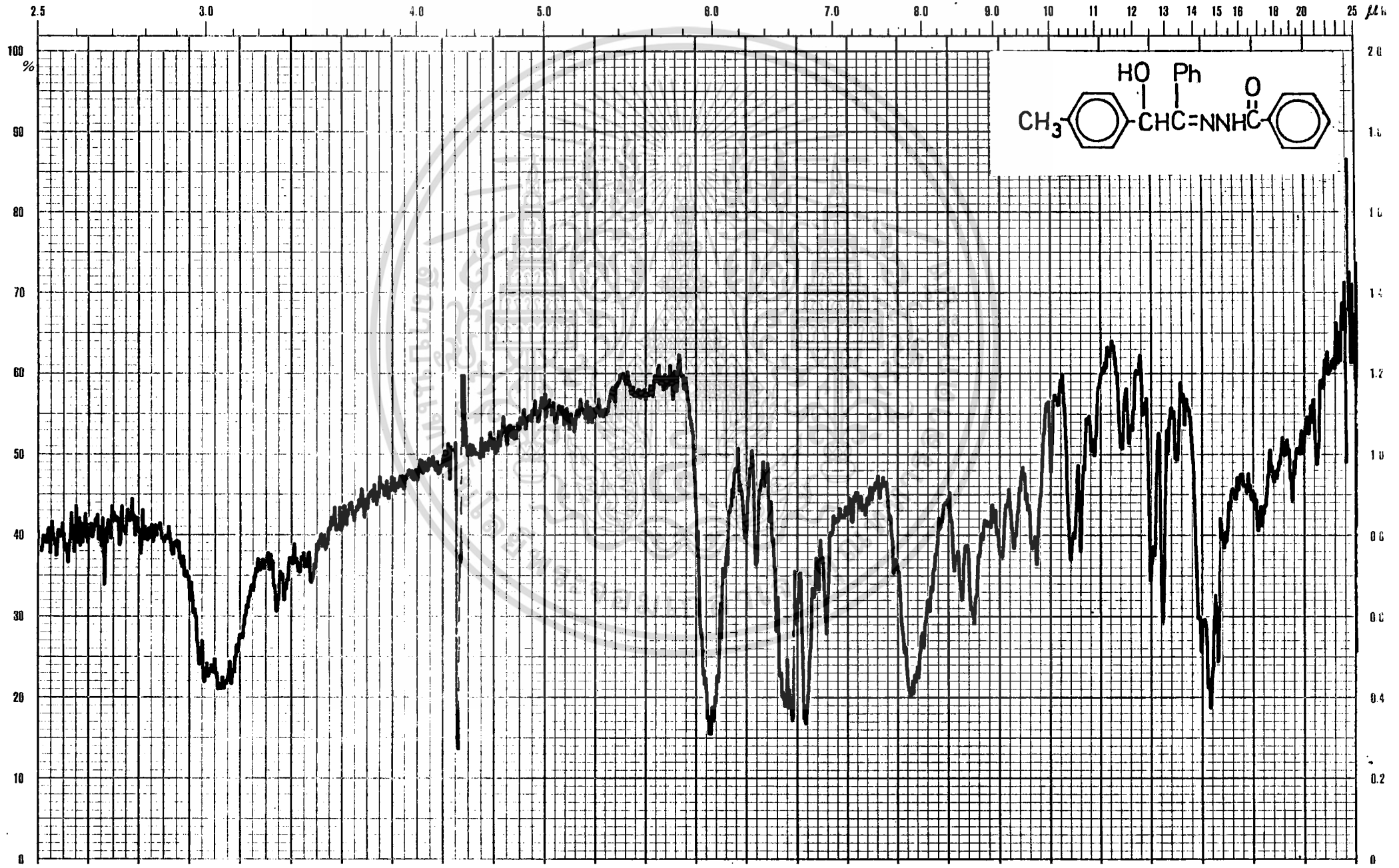
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

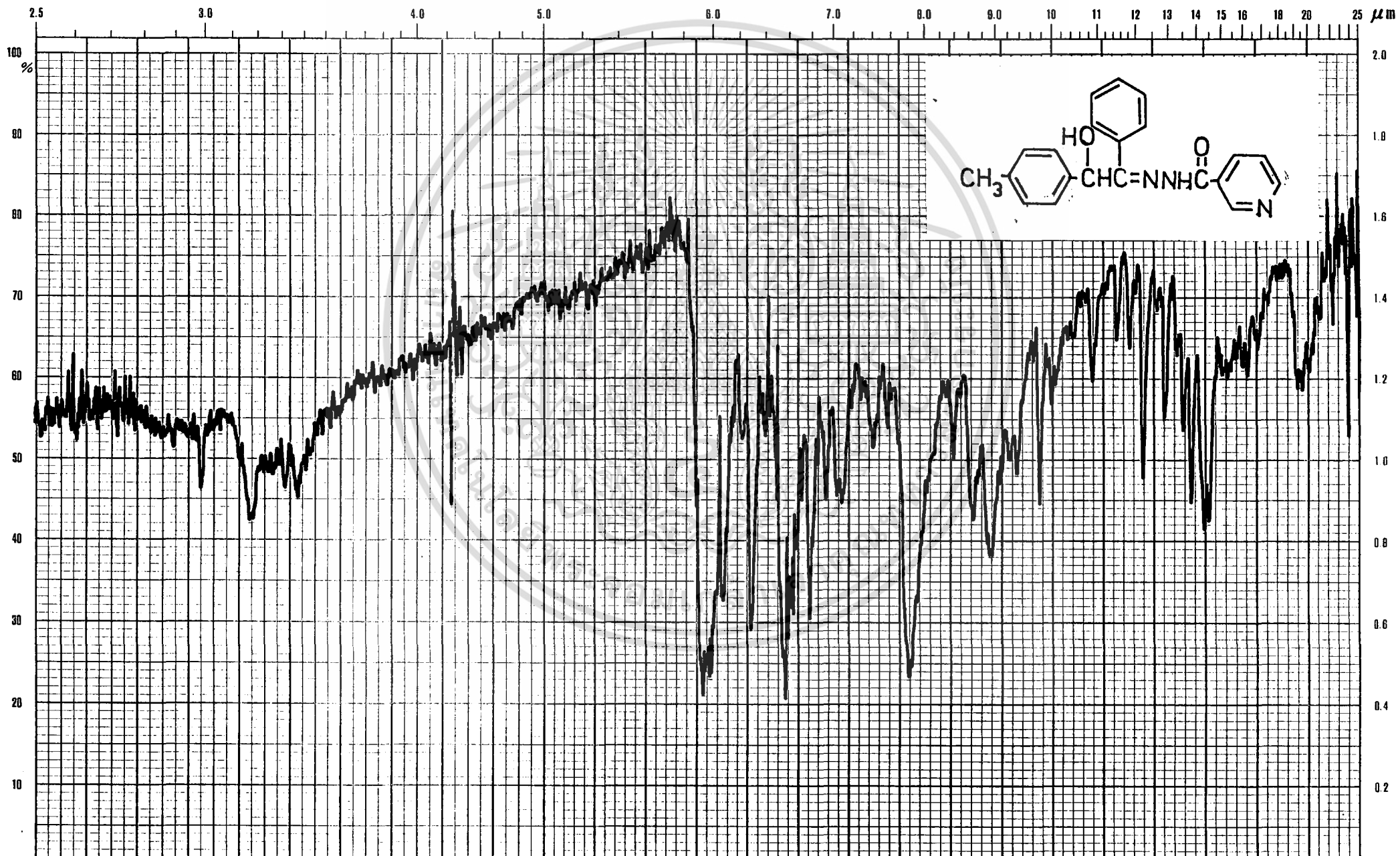


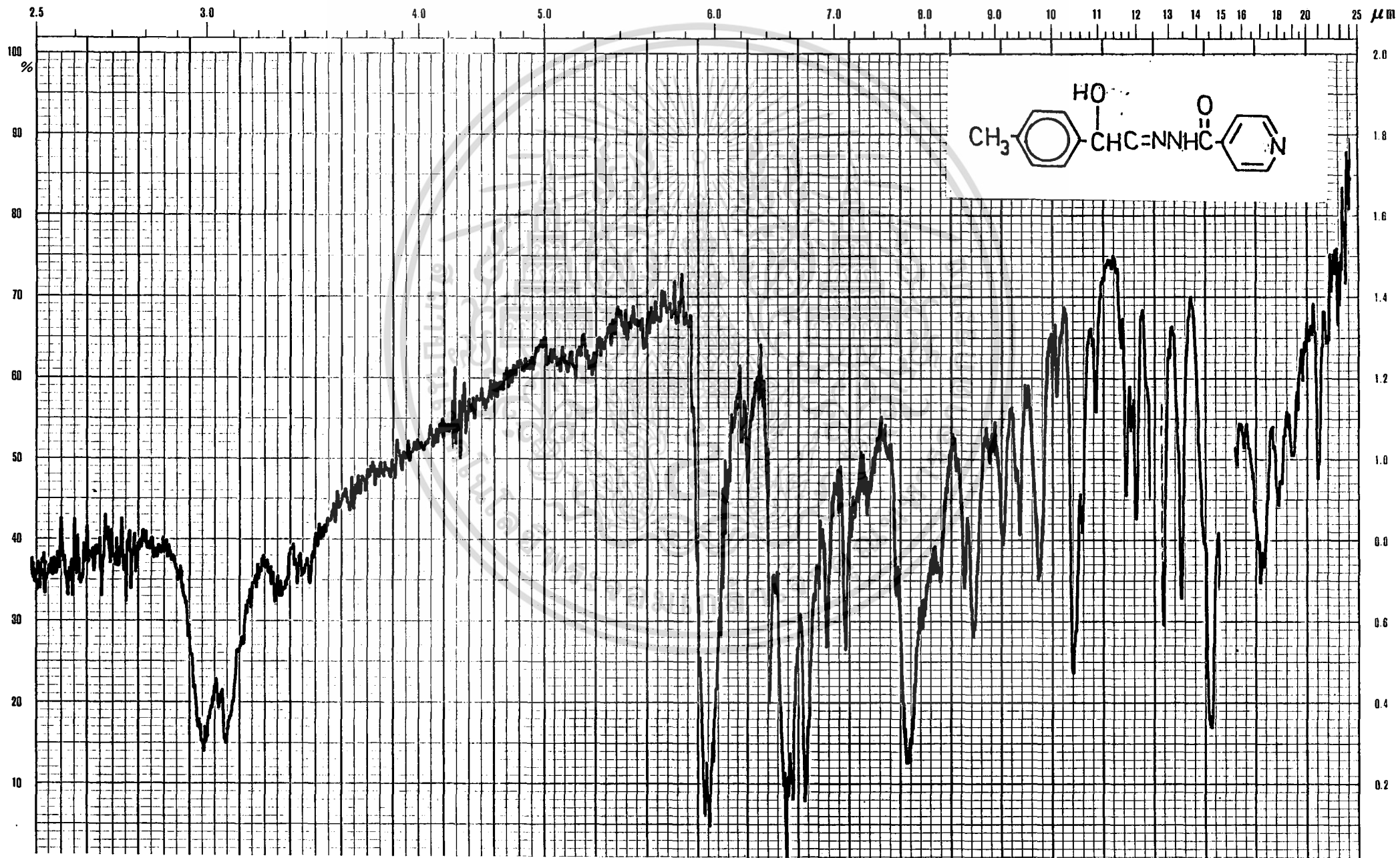


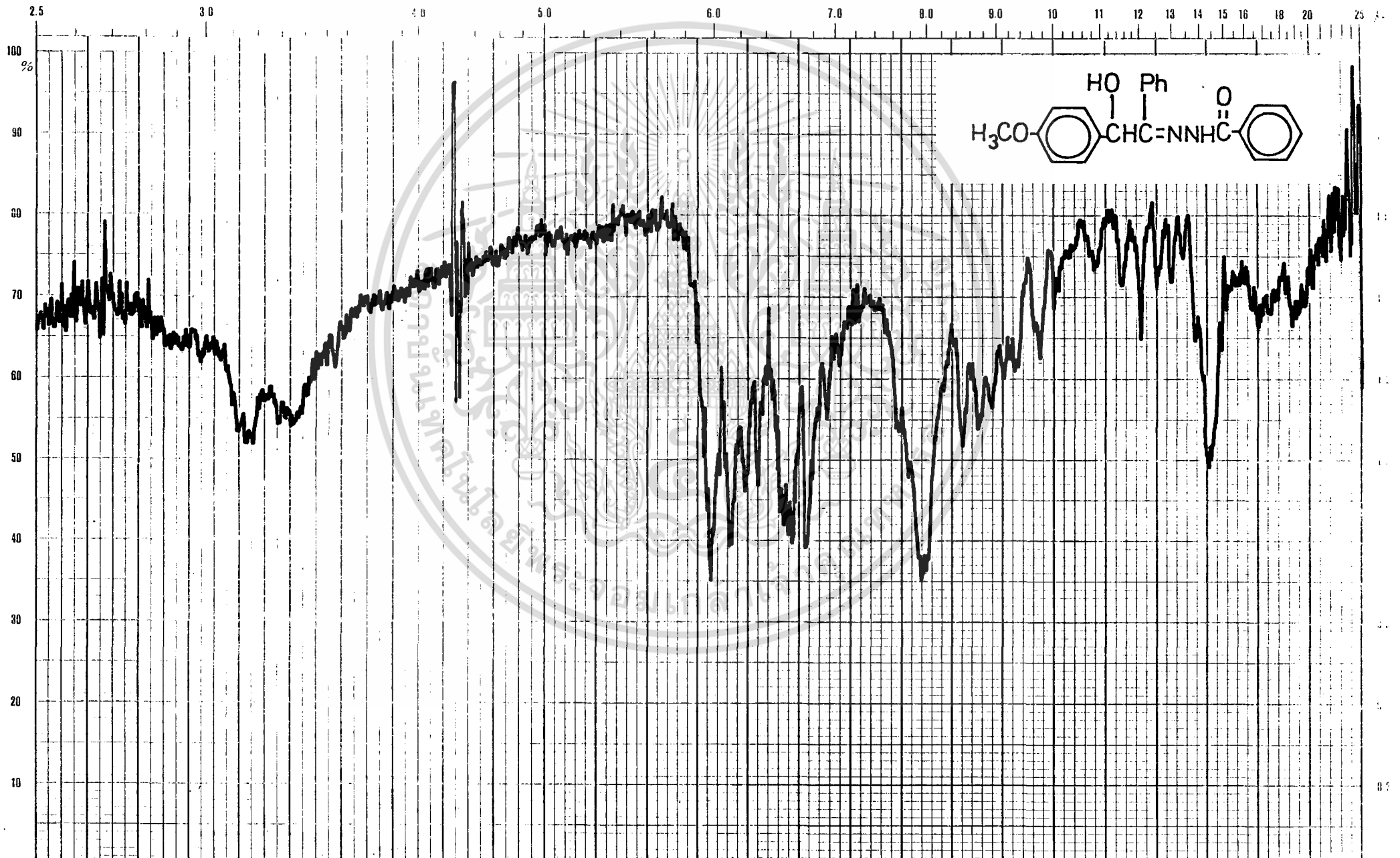


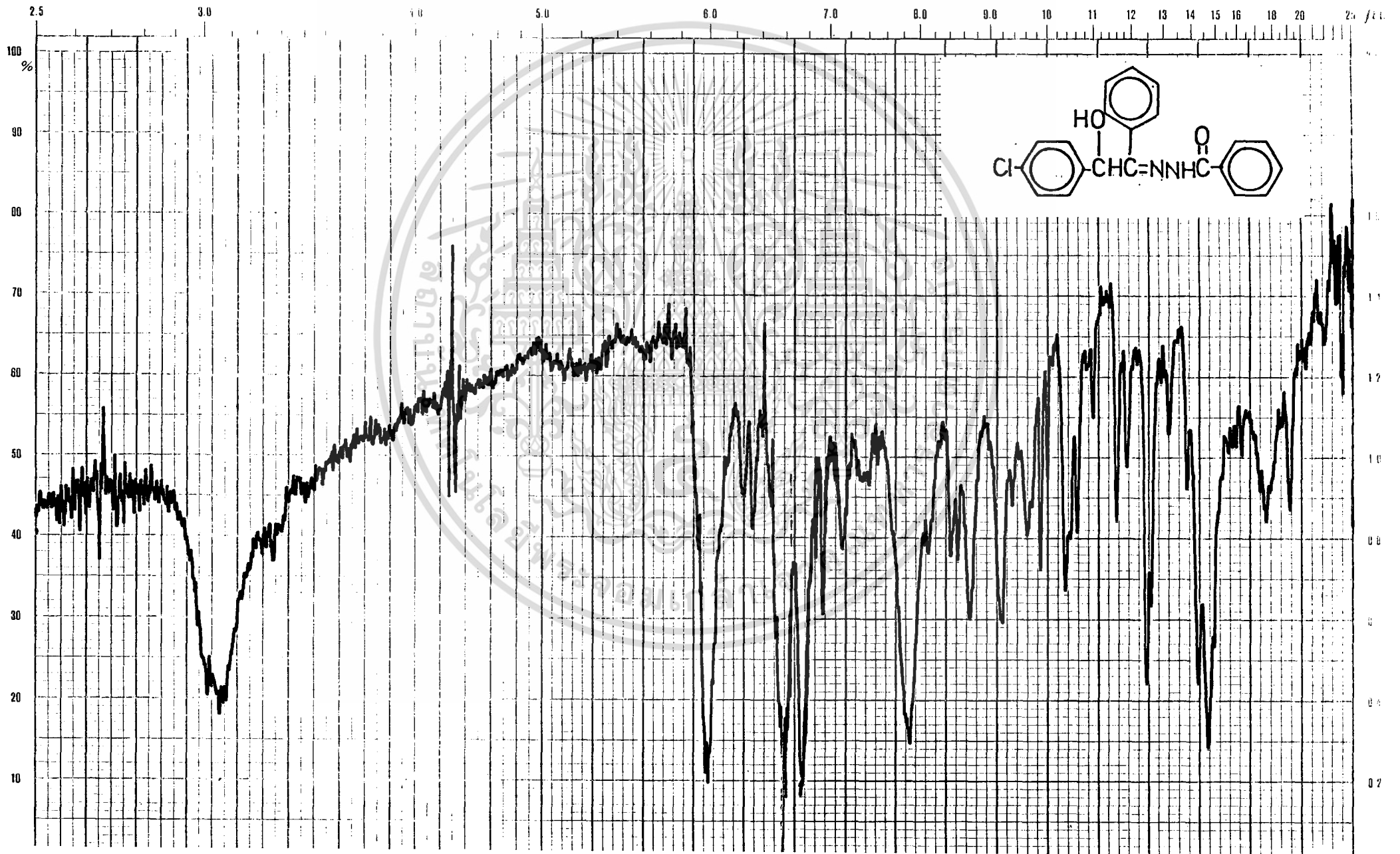


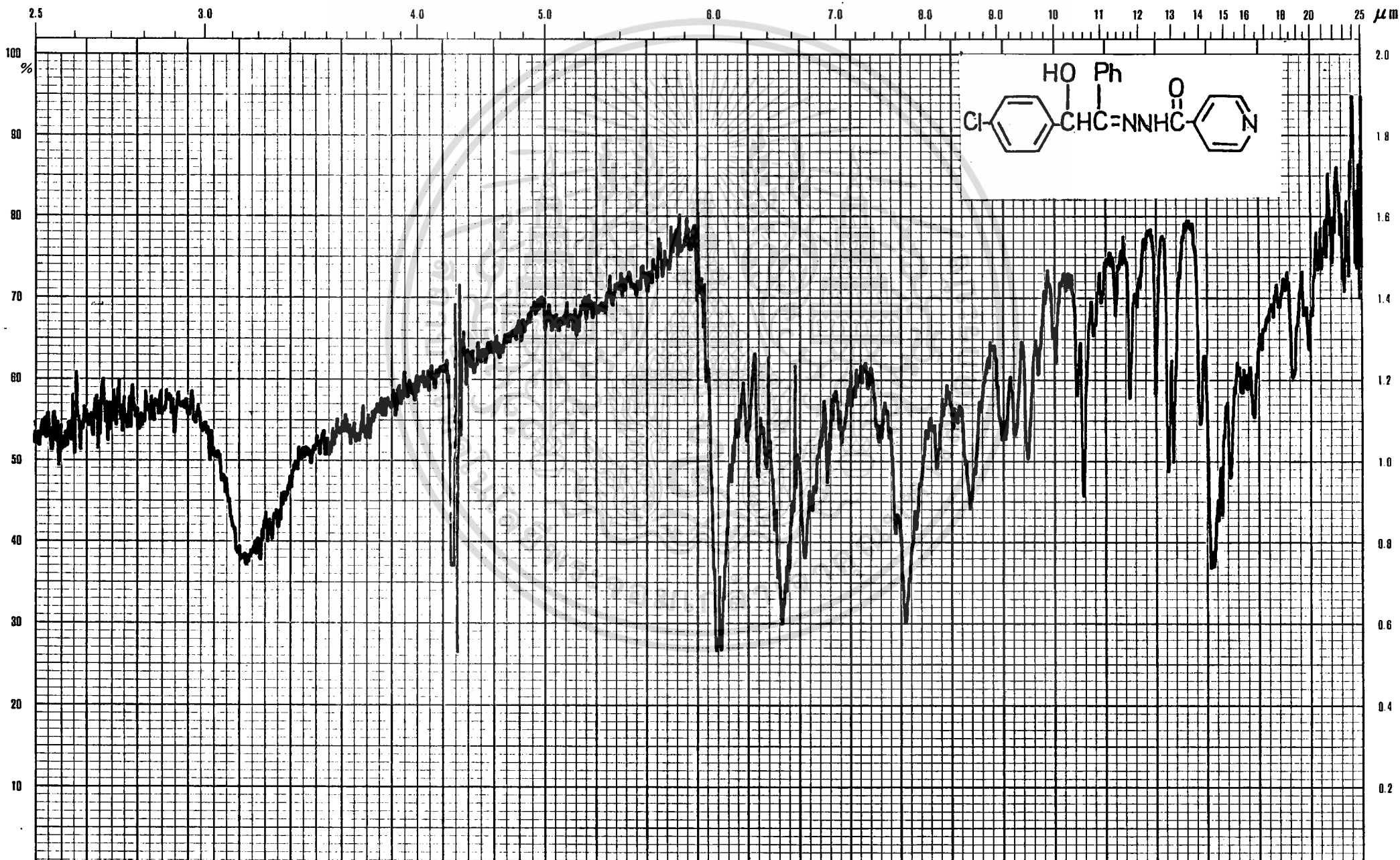


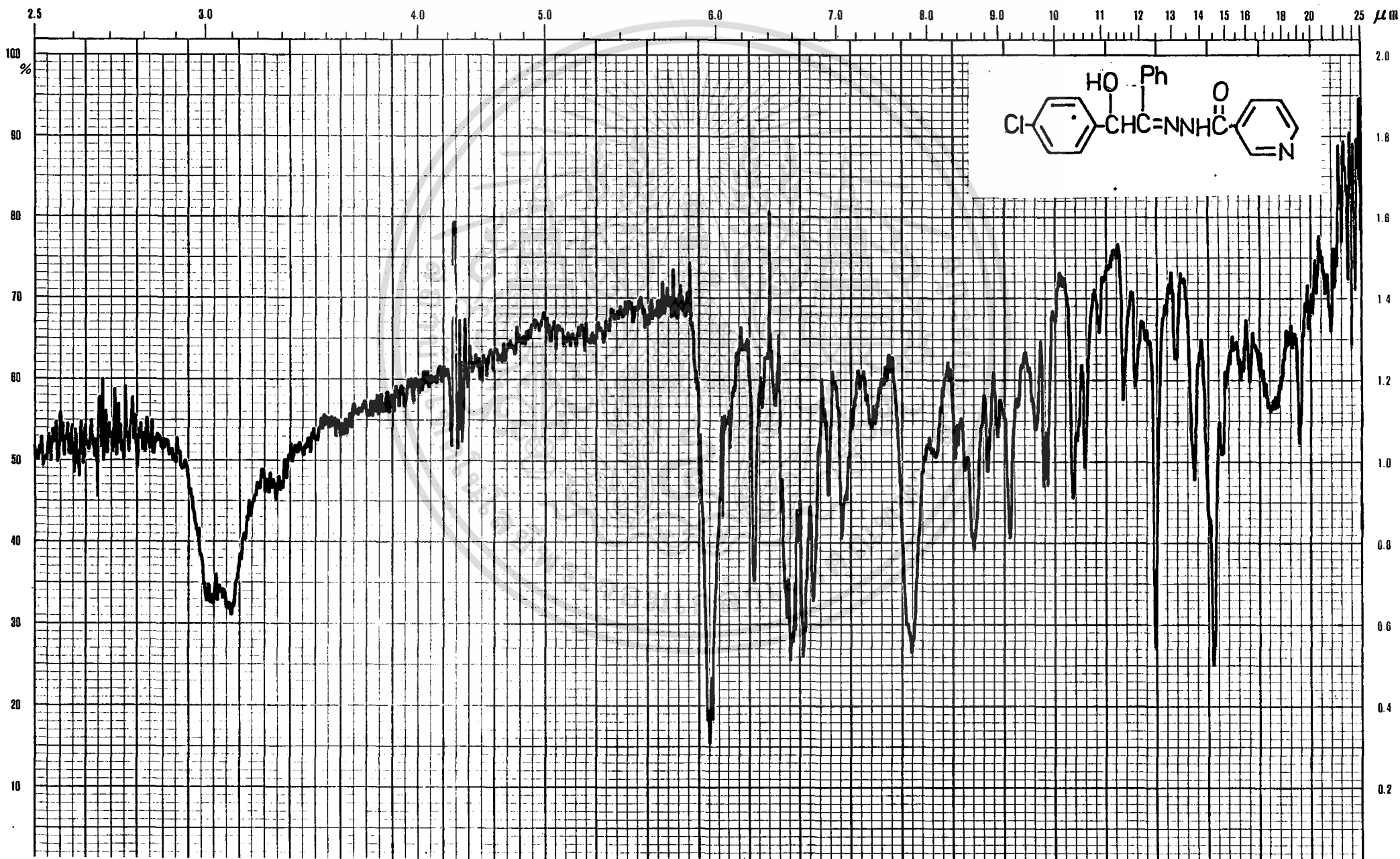


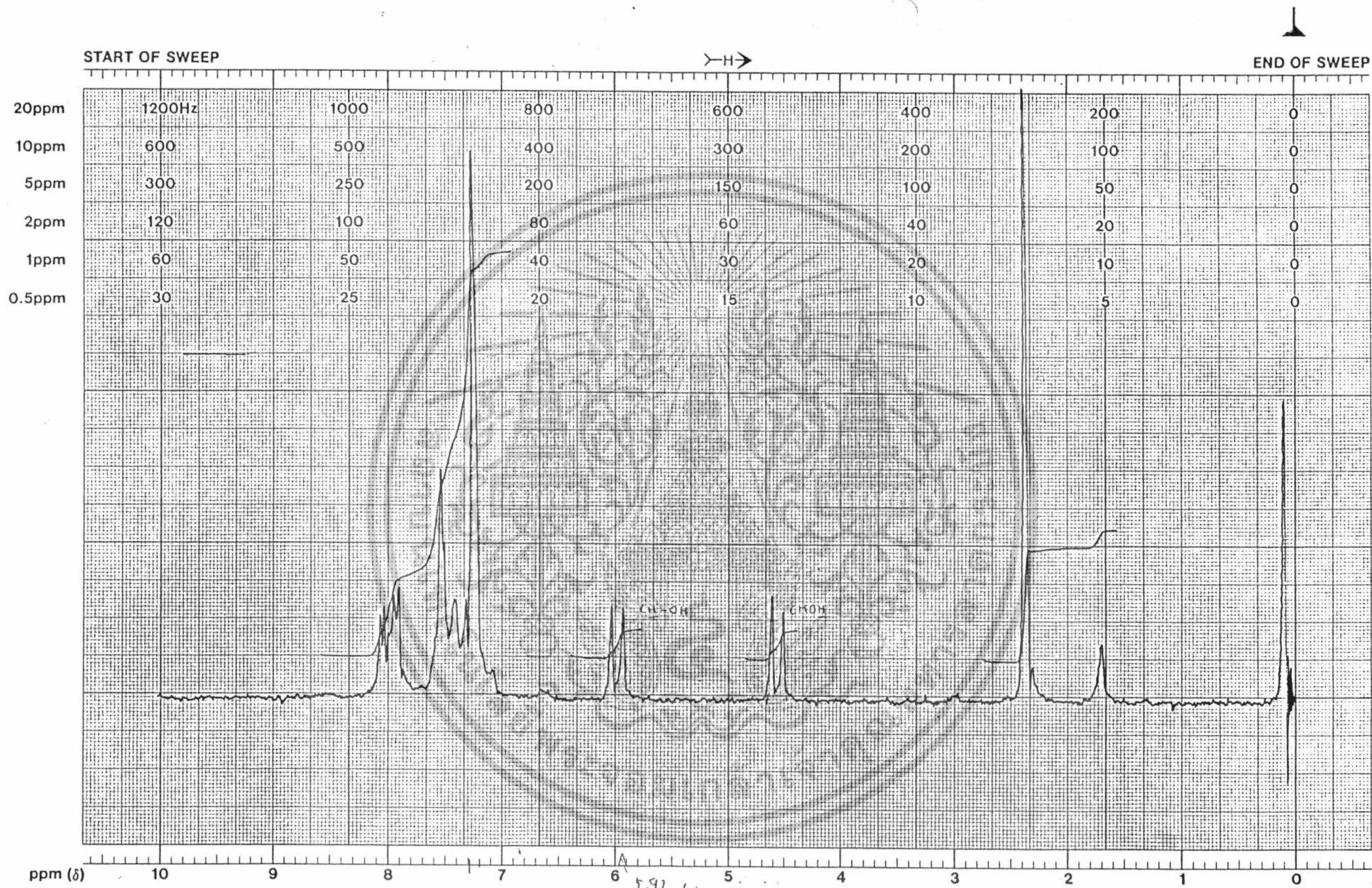








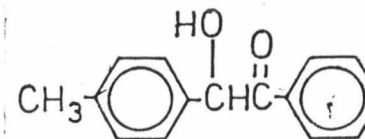




LOCK POS. \_\_\_\_\_ ppm    SPECTRUM AMPL. \_\_\_\_\_    SWEEP TIME \_\_\_\_\_

LOCK POWER \_\_\_\_\_ mG    FILTER \_\_\_\_\_ sec    SWEEP WIDTH \_\_\_\_\_

DECOUPLE POS. \_\_\_\_\_ ppm    DECOUPLING POWER \_\_\_\_\_ mG    RF POWER \_\_\_\_\_ mG    END OF SWEEP \_\_\_\_\_

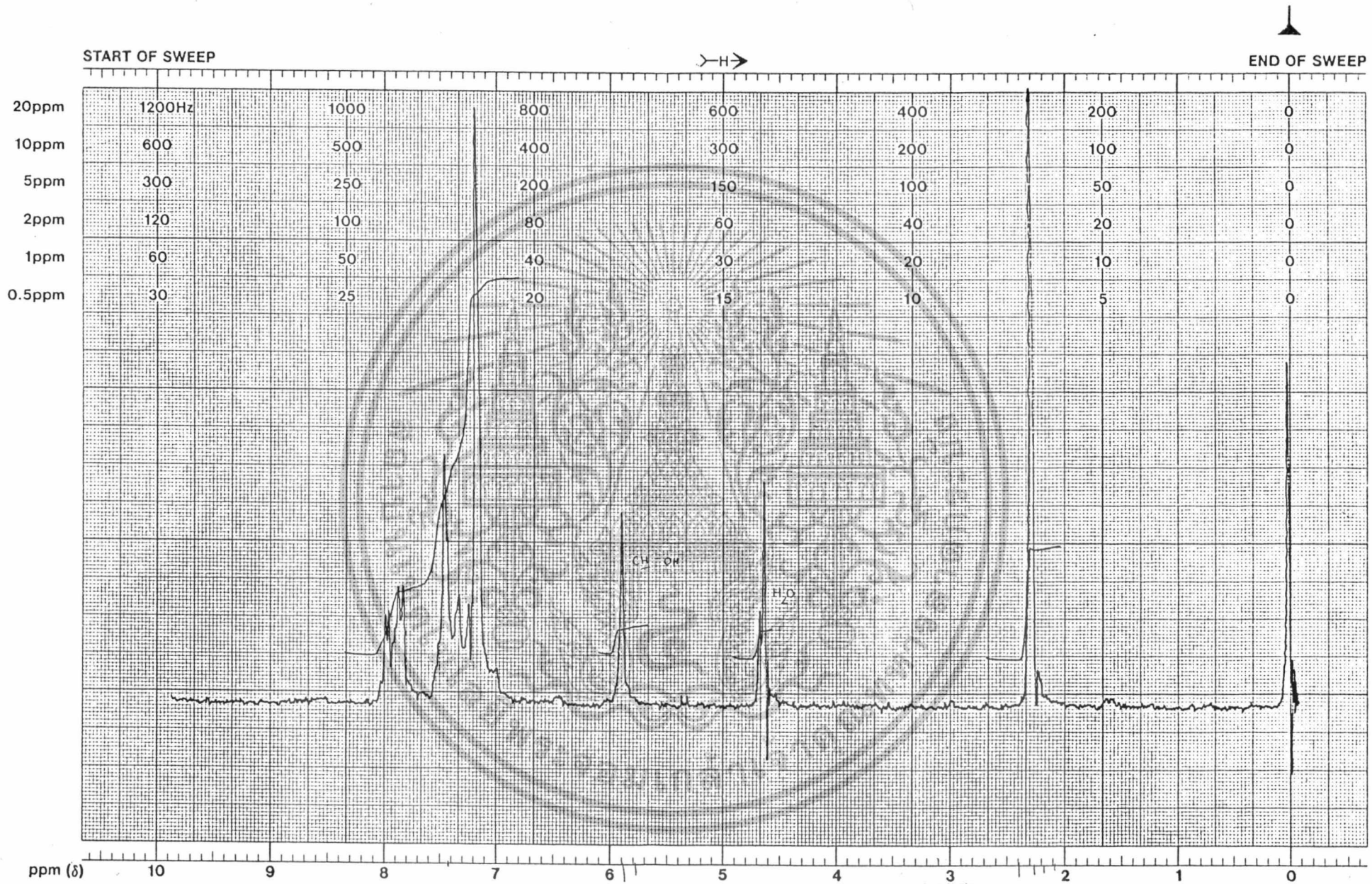


\_\_\_\_\_ °C    SOLVENT: CDCl<sub>3</sub>

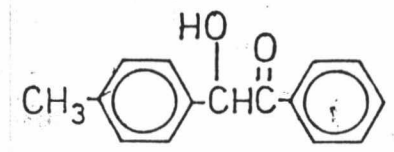
OPERATOR \_\_\_\_\_

DATE \_\_\_\_\_

SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_



LOCK POS. \_\_\_\_\_ ppm    SPECTRUM AMPL. \_\_\_\_\_ SWE  
 LOCK POWER \_\_\_\_\_ mG  
 DECOUPLE POS. \_\_\_\_\_ ppm    FILTER \_\_\_\_\_ sec    SWE  
 DECOUPLING POWER \_\_\_\_\_ mG    RF POWER \_\_\_\_\_ mG    END



°C    SOLVENT: **CDCl<sub>3</sub> + D<sub>2</sub>O**

OPERATOR \_\_\_\_\_  
 DATE \_\_\_\_\_  
 SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_

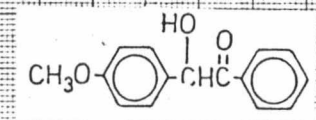
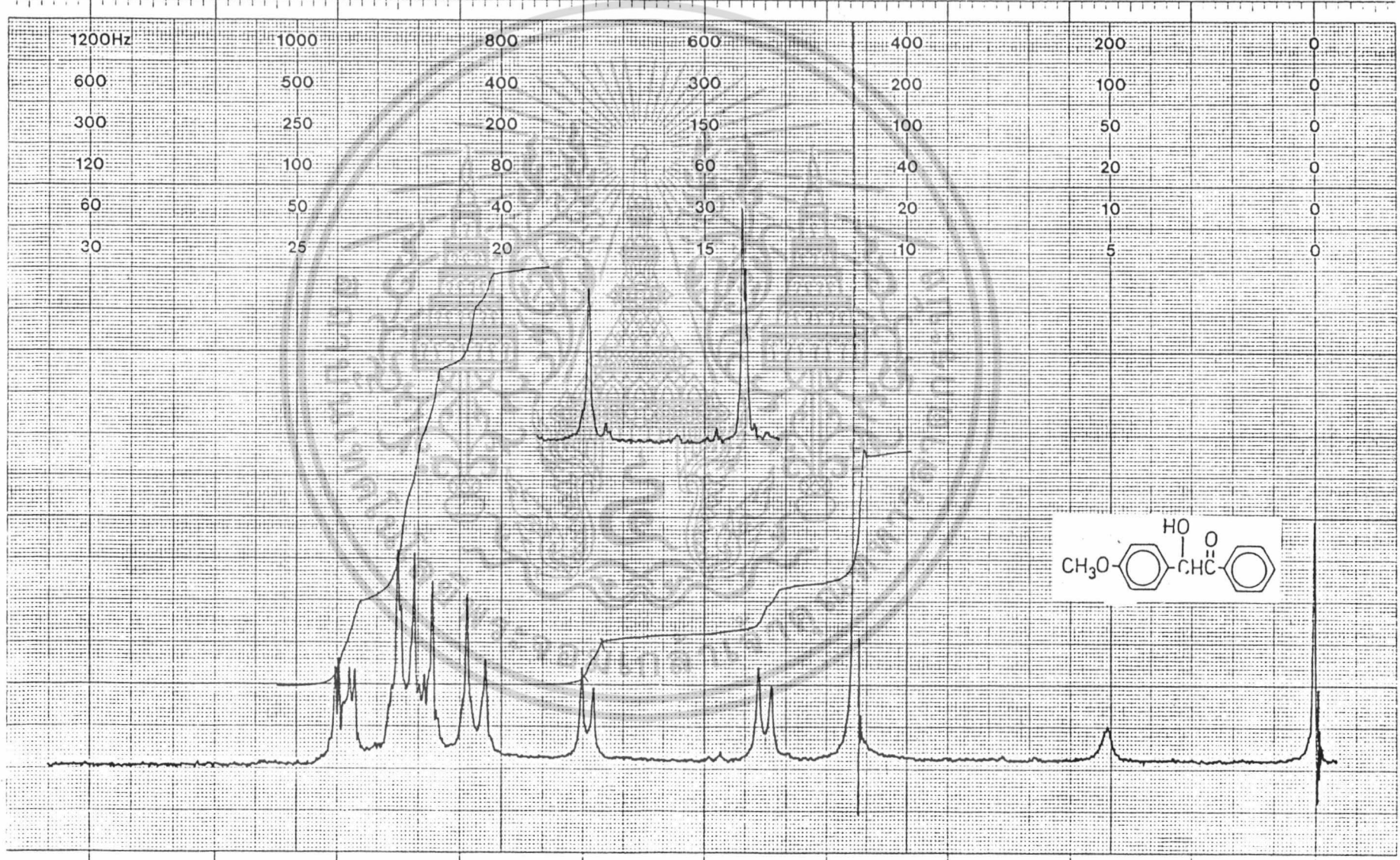


START OF SWEEP

→H→

END OF SWEEP

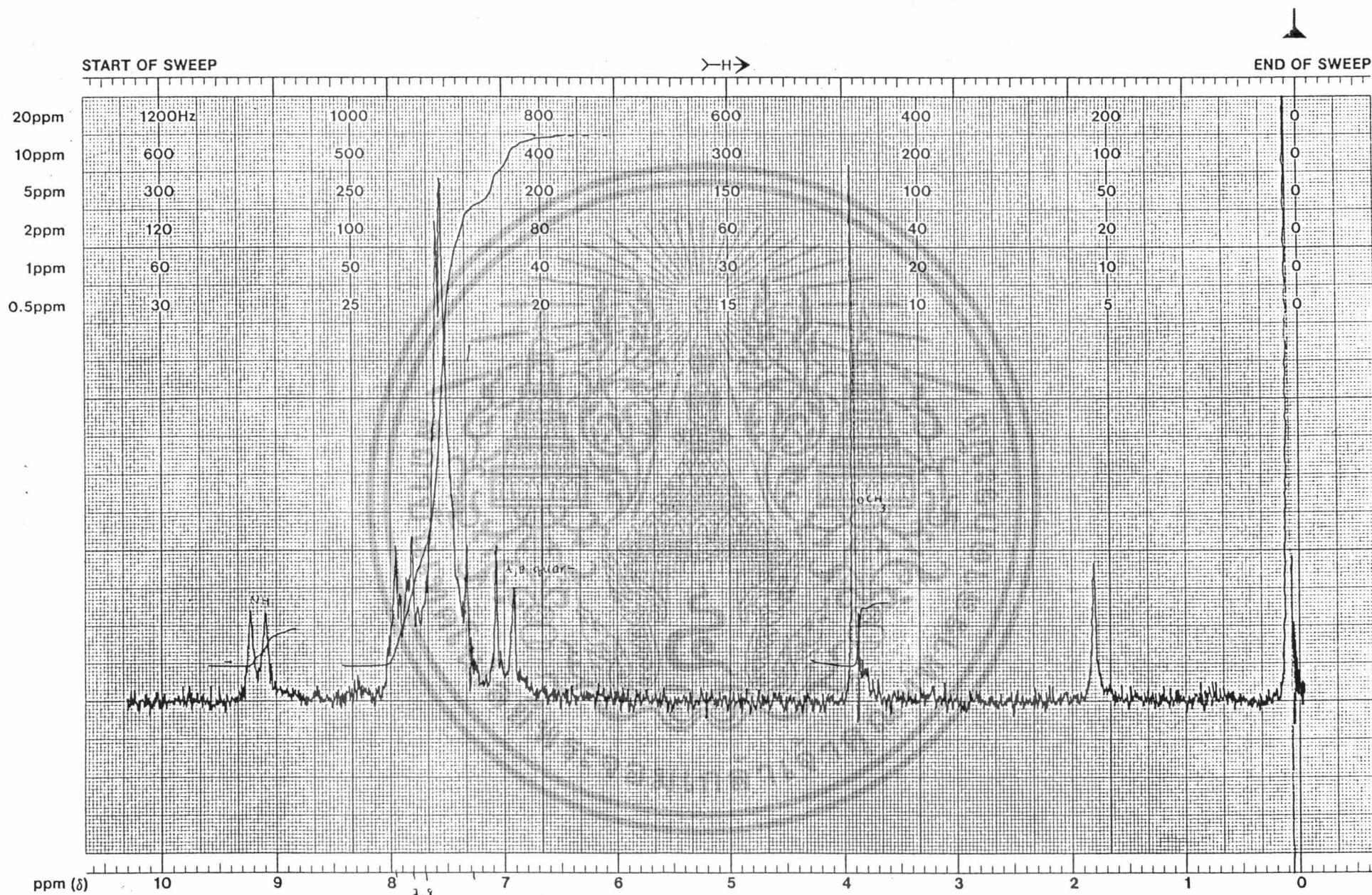
20ppm  
10ppm  
5ppm  
2ppm  
1ppm  
0.5ppm



ppm (δ)

10 9 8 7 6 5 4 3 2 1 0

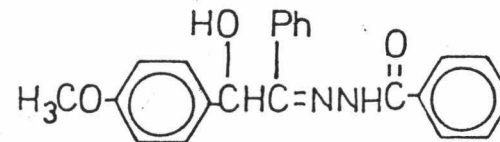
100 off set



LOCK POS. \_\_\_\_\_ ppm    SPECTRUM AMPL. \_\_\_\_\_    SWEEP TIME \_\_\_\_\_

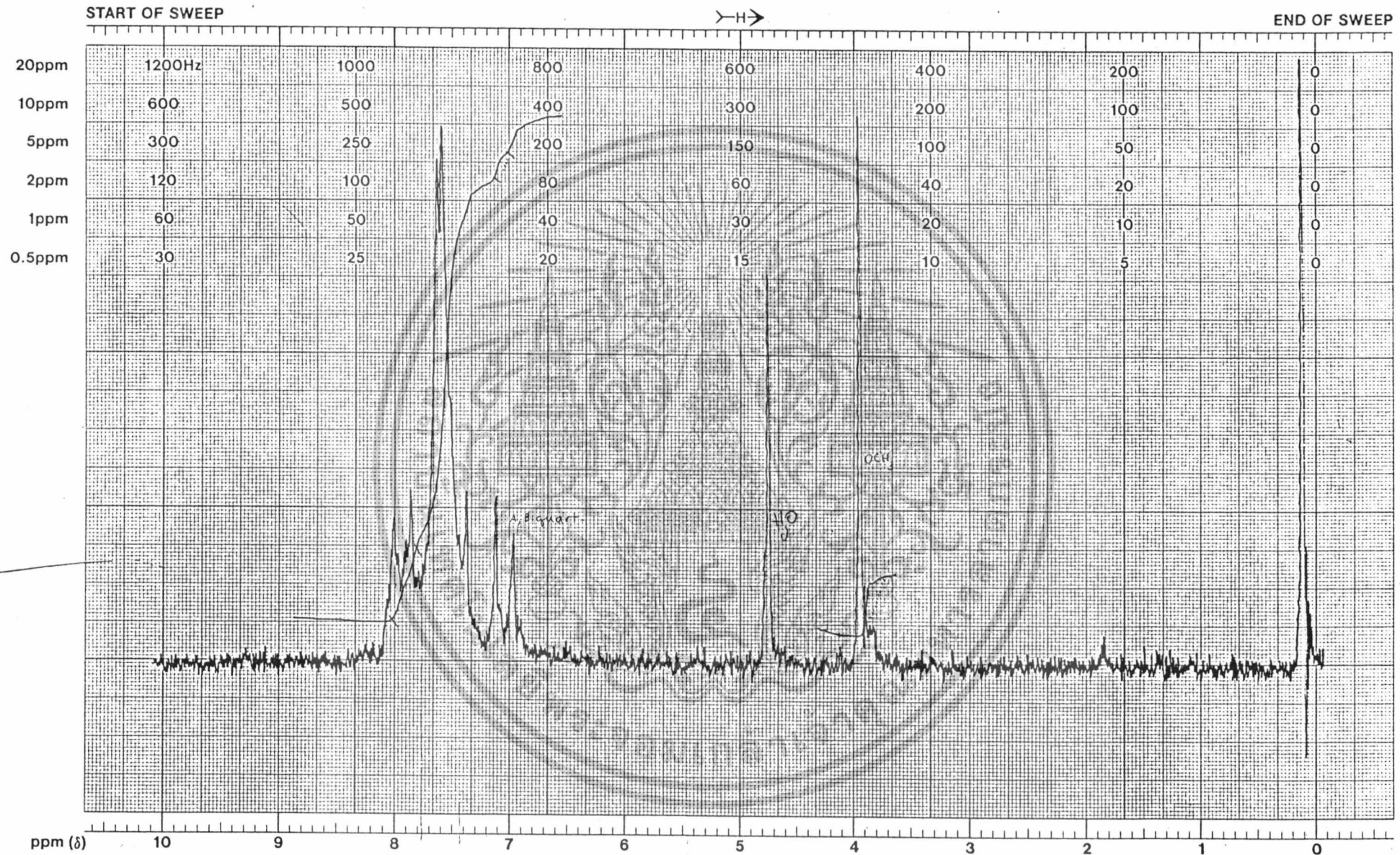
LOCK POWER \_\_\_\_\_ mG    FILTER \_\_\_\_\_ sec    SWEEP WIDTH \_\_\_\_\_

DECOUPLE POS. \_\_\_\_\_ ppm    RF POWER \_\_\_\_\_ mG    END OF SWEEP \_\_\_\_\_



IATOR \_\_\_\_\_

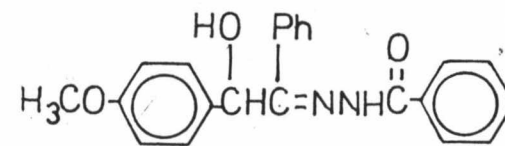
SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_



LOCK POS. \_\_\_\_\_ ppm    SPECTRUM AMPL. \_\_\_\_\_    SWEEP TIME \_\_\_\_\_

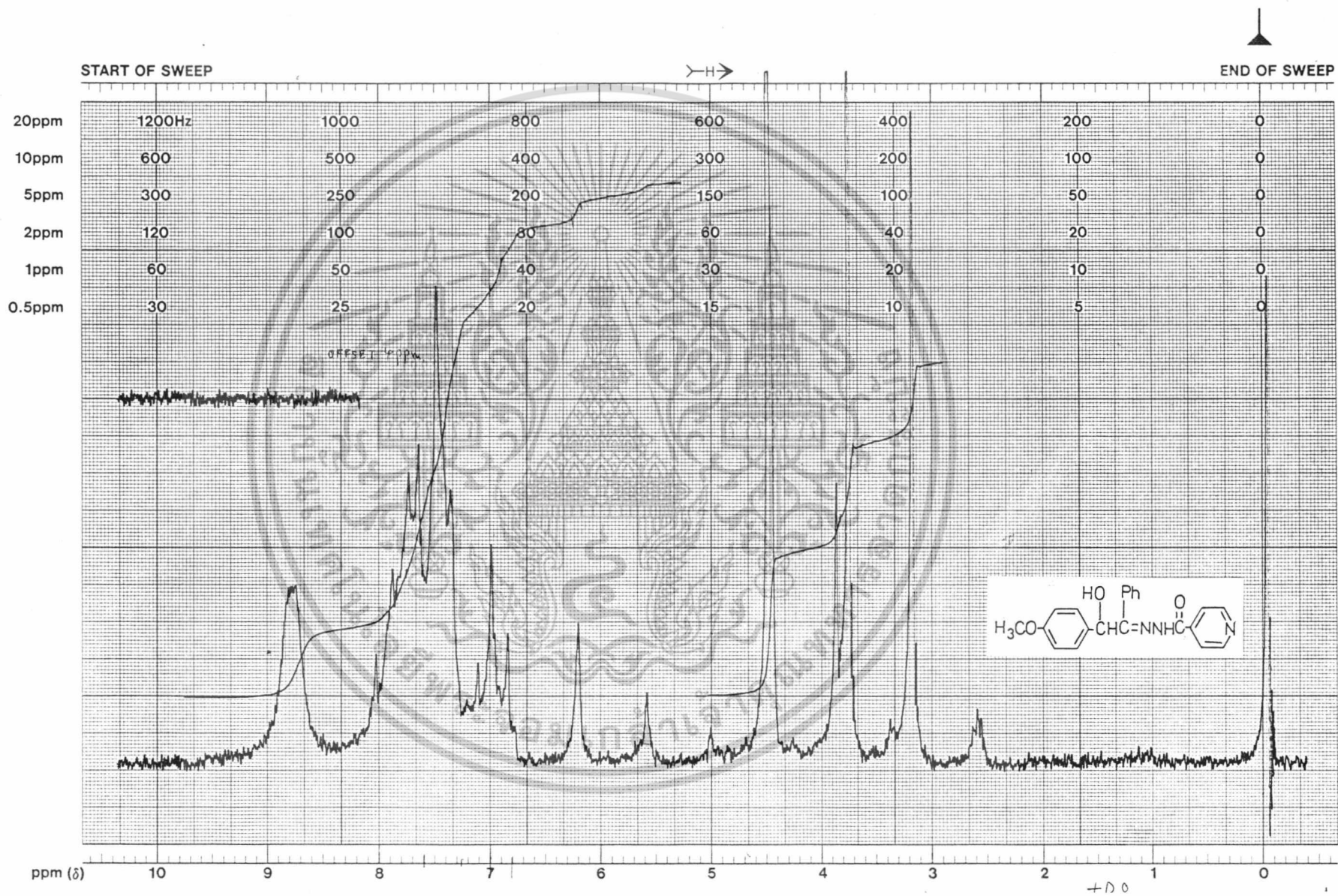
LOCK POWER \_\_\_\_\_ mG    FILTER \_\_\_\_\_ sec    SWEEP WIDTH \_\_\_\_\_

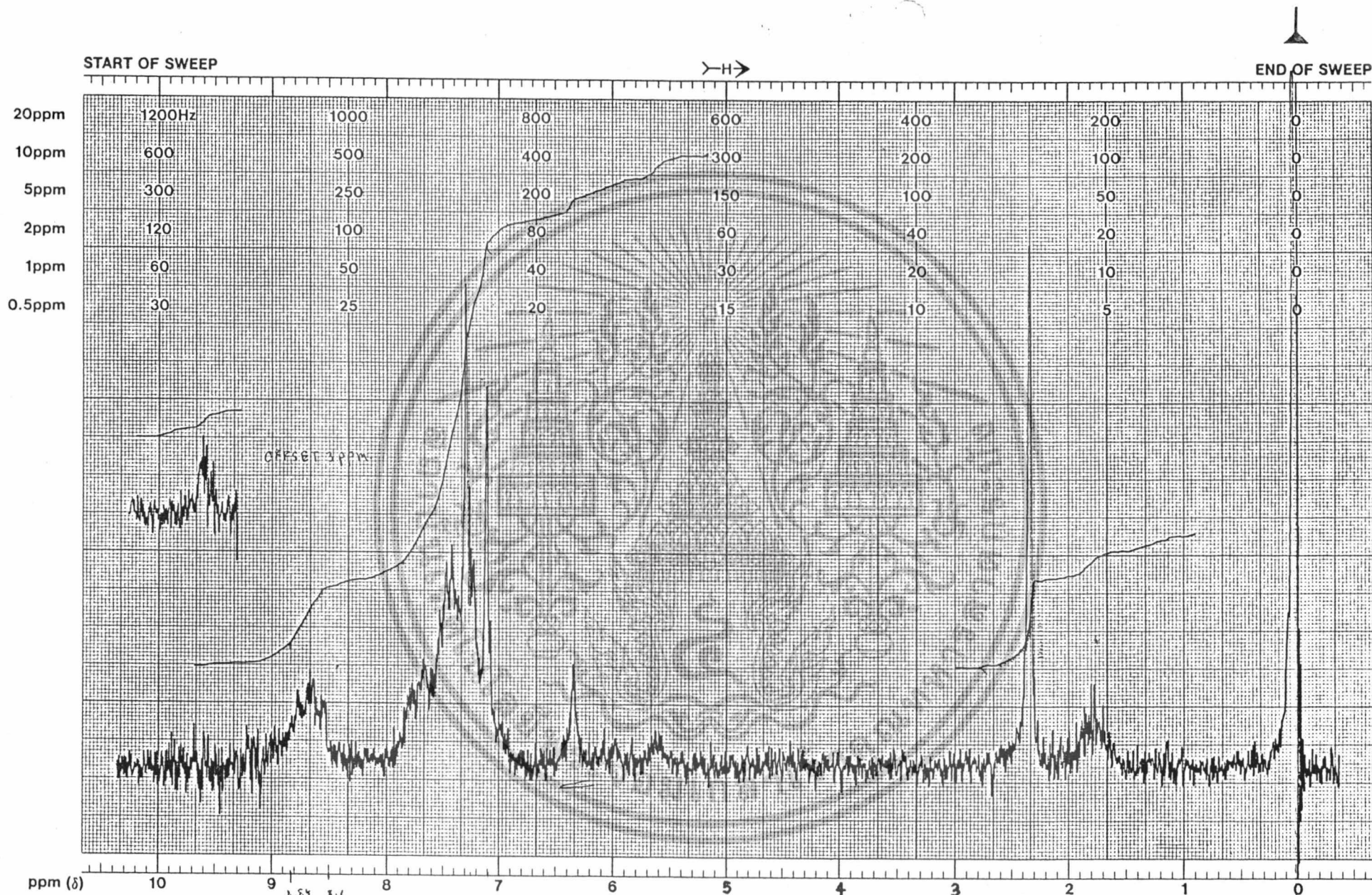
DECOUPLE POS. \_\_\_\_\_ ppm    RF POWER \_\_\_\_\_ mG    END OF SWEEP \_\_\_\_\_



ATOR \_\_\_\_\_

STRUM NO. \_\_\_\_\_





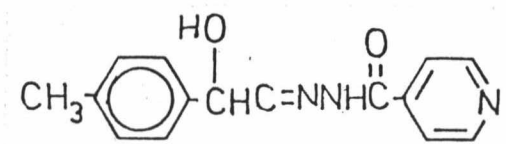
C/180  
2/6/80

LOCK POS. \_\_\_\_\_ ppm    SPECTRUM AMPL. \_\_\_\_\_    SWEEP TIME \_\_\_\_\_

LOCK POWER \_\_\_\_\_ mG    FILTER \_\_\_\_\_ sec    SWEEP WIDTH \_\_\_\_\_

DECOUPLE POS. \_\_\_\_\_ ppm    RF POWER \_\_\_\_\_ mG    END OF SWEEP \_\_\_\_\_ ppm

DECOUPLING POWER \_\_\_\_\_ mG    SAMPLE TEMP. \_\_\_\_\_ °C

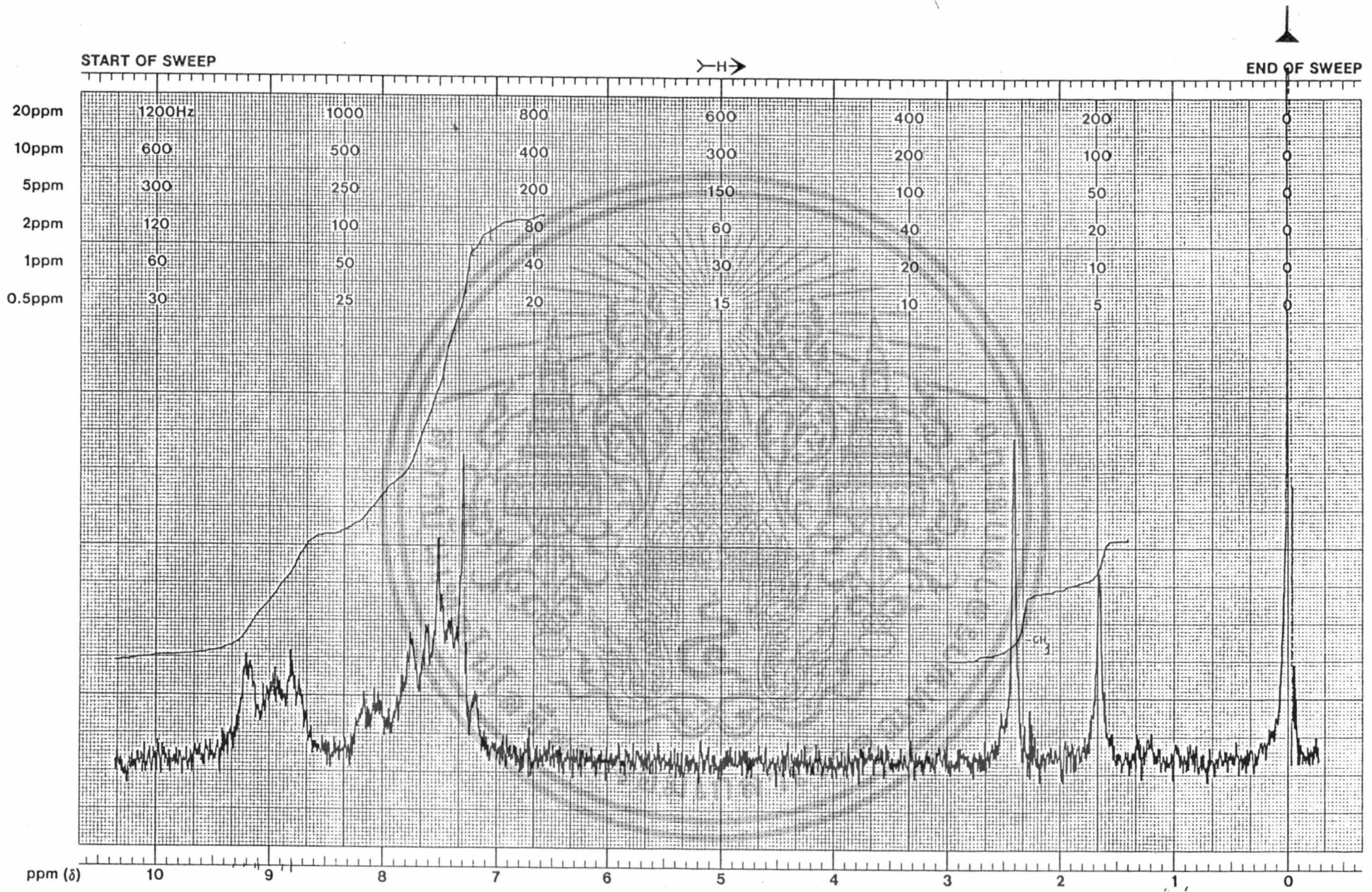


OPERATOR \_\_\_\_\_

DATE \_\_\_\_\_

SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_

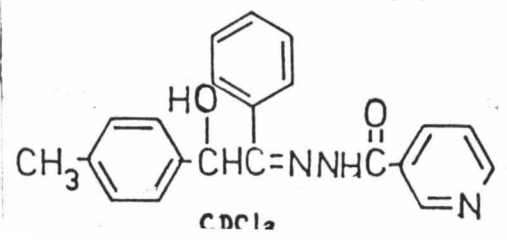
SOLVENT: CDCl<sub>3</sub>



LOCK POS. \_\_\_\_\_ ppm    SPECTRUM AMPL. \_\_\_\_\_    SWEEP TIME \_\_\_\_\_

LOCK POWER \_\_\_\_\_ mG    FILTER \_\_\_\_\_ sec    SWEEP WIDTH \_\_\_\_\_

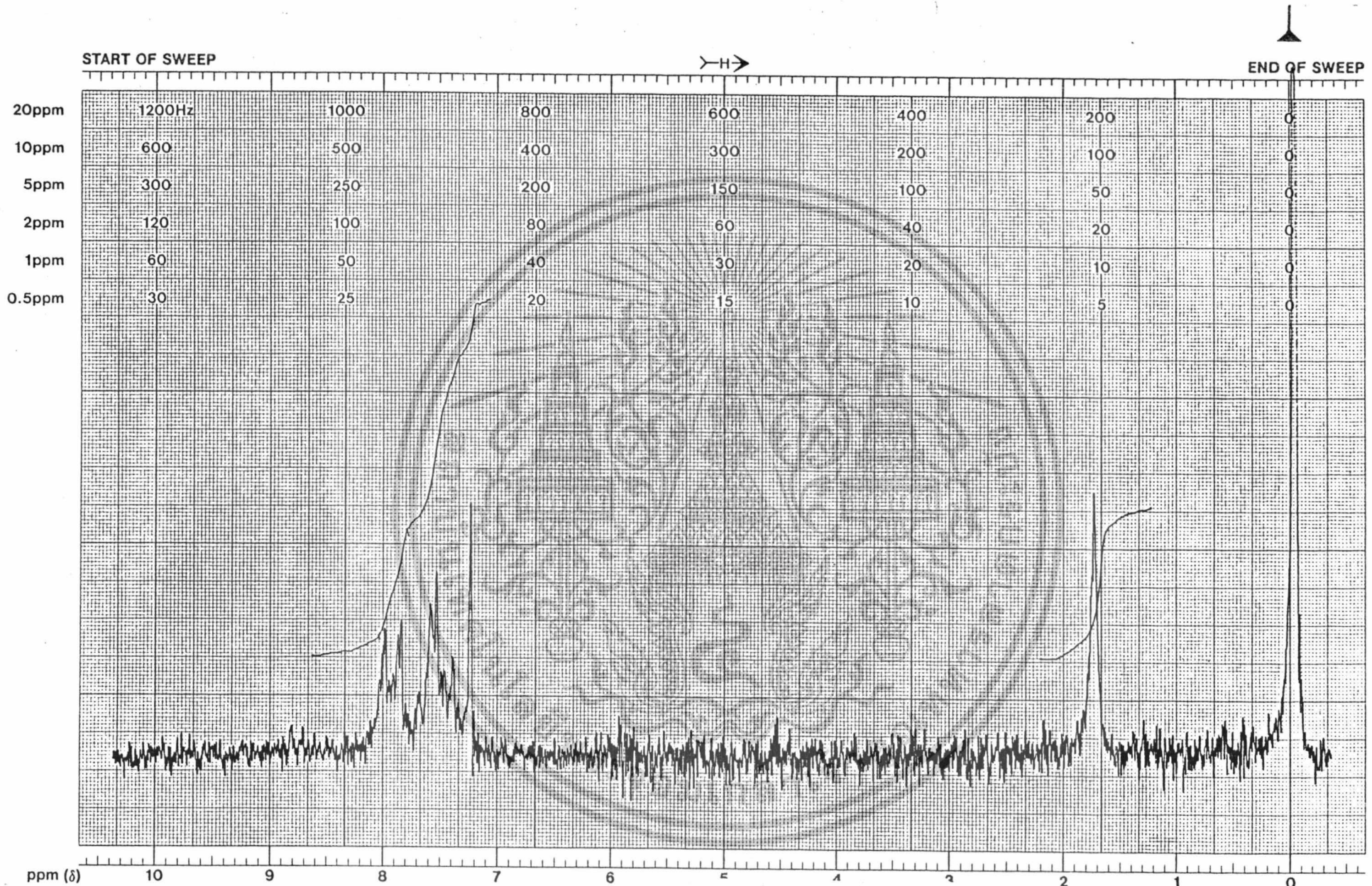
DECOUPLE POS. \_\_\_\_\_ ppm    DECOUPLING POWER \_\_\_\_\_ mG    RF POWER \_\_\_\_\_ mG    END OF SWEEP \_\_\_\_\_ ppm    SAMPLE TEM \_\_\_\_\_



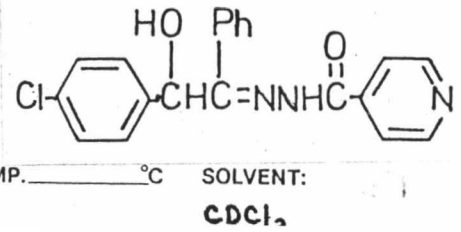
RATOR \_\_\_\_\_

E \_\_\_\_\_

CTRUM NO. \_\_\_\_\_



LOCK POS. \_\_\_\_\_ ppm    SPECTRUM AMPL. \_\_\_\_\_    SWEEP TIME \_\_\_\_\_  
 LOCK POWER \_\_\_\_\_ mG    FILTER \_\_\_\_\_ sec    SWEEP WIDTH \_\_\_\_\_  
 DECOUPLE POS. \_\_\_\_\_ ppm    RF POWER \_\_\_\_\_ mG    END OF SWEEP \_\_\_\_\_ ppm  
 DECOUPLING POWER \_\_\_\_\_ mG



OPERATOR \_\_\_\_\_  
 DATE \_\_\_\_\_  
 SOLVENT: **CDCl<sub>3</sub>**  
 SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_

## บรรณานุกรม

1. วิชัย รัตระกุล โกศลย์ คุณสำราญ พิเชษฐ์ วิริยะจิตร สุรชัย นิมจิรวังษ์ และอภิชาติ สุขสำราญ, การประยุกต์ใช้สเปกโตรสโคปีในเคมีอินทรีย์ พิมพ์ครั้งที่ 2, หน้า 54-225, นำอักษรการพิมพ์, กรุงเทพ, 2527
2. McGRAW-HILL ENCYCLOPEDIA of Science & Technology, 4, 7<sup>th</sup> ed. ,536-540 McGRAW HILL Inc.
3. Oscar R. Rodig, Charls E. Bell, Jr. Allen K. Clark. organic chemistry laboratory, Standard College Publishing,1990.
4. F. Duboudin, Ph. Cazeau, F. Moulines, O. Laporte. Synthesis, NOS 1-6, pp. 212-213, 1982
5. Jerald K. Rasmussen, Steven M. Heilmann. Synthesis, NOS 1-6, pp.219-220, 1978
6. Larry R. Krepski, Steven M. Heilman and Jerald K. Rasmussen Tetrahedron Letters, Vol.24, pp 4075-4078, 1983

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้