

การเตรียม 4-Chloro-6, 7-dimethoxyquinazoline ตามวิธีของ
Marquis, Norman Ronald และ Vigdahl, Roger Leon (4)

1. การเตรียม Methyl veratrate (สารประกอบที่ IV)

ละลาย Veratric acid (สารประกอบที่ III) (9) 200 กรัม
(1.1 moles) ใน absolute methanol 1.5 ลิตร ผ่าน saturated chlorine
water ลงไปนาน 16 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปกลั่นภายใต้ความดัน (vacuum
distillation) ให้เหลือประมาณ 800 มล. เติมน้ำเย็น 300 มล. จะได้ตะกอน กรอง
และล้างด้วยน้ำเย็น 2 ลิตร ได้ Methyl veratrate 209 กรัม (95 %) มี m.p. 57-
59°C

2. การเตรียม 6-Nitro methyl veratrate (สารประกอบที่ V)

ละลาย Methyl veratrate 115 กรัม (0.56 mole) ด้วย
glacial CH_3COOH 250 มล. ค่อย ๆ เติมสารละลายผสมของ glacial CH_3COOH 250
มล. กับ fuming HNO_3 500 มล. ความเข้มข้นของสารละลายให้คงที่ที่ 10°C หลังจาก
เติมสารละลายผสมของกรกทั้ง 2 หมกแล้ว คนสารละลายที่มีอุณหภูมิ 10°C ต่อไปอีก 2
ชั่วโมง เติมน้ำเย็นลงน้ำแข็งจะได้ตะกอน กรอง และล้างตะกอนด้วยน้ำเย็น นำไป
recrystallise ด้วย dimethylformamide จะได้ 6-Nitro methyl veratrate
110 กรัม (83 %) มี m.p. 141-144°C

3. การเตรียม 6-Amino methyl veratrate (สารประกอบที่ VI)

ละลาย 6-Nitro methyl veratrate 24.1 กรัม (0.114 mole)
ด้วย THF 200 มล. ผ่านก๊าซไฮโดรเจนที่ความดัน 1 บรรยากาศ มี PtO_2 0.2 กรัม

เมื่อปฏิกิริยา reduction สิ้นสุดลง กลับ THF ออก จะได้ตะกอน นำไป recrystallise ด้วย ethyl acetate จะได้ 6-Amino methyl veratrate 17.6 กรัม (82 %) มี m.p. 125-127°C

4. การเตรียม 6, 7-Dimethoxy-4(3H)-quinazolone (สารประกอบที่ VII)

นำ 6-Amino methyl veratrate 161.2 กรัม (0.765 mole) และ formamide 104 กรัม (2.3 moles) ใส่ในขวดที่ไม่มีดง ทำให้อุ่นใน paraffin bath ที่ 135°C 45 นาที และ 185°C 8 ชั่วโมง ทำให้เย็นจะได้ตะกอน กรอง แล้วล้างด้วย ethanol ที่เย็น นำไป recrystallise ด้วย N-Methyl-2-pyrrolidone ได้ 6, 7-Dimethoxy-4(3H)-quinazolone 98.6 กรัม (62 %) มี m.p. 297-300°C

5. การเตรียม 4-Chloro-6, 7-dimethoxyquinazoline (สารประกอบที่ VIII)

นำ 6, 7-Dimethoxy-4(3H)-quinazolone 50 กรัม (0.24 mole), toluene 150 มล., N, N'-diethylaniline 72.5 กรัม (0.49 mole) และ POCl₃ 25 กรัม (0.15 mole) ใส่ในขวดกลั่น reflux 4 ชั่วโมง กรองขณะร้อน นำ filtrate ไปทำให้เย็นจะได้ตะกอน กรองแล้ว recrystallise ด้วย butanone จะได้ 4-Chloro-6, 7-dimethoxyquinazoline 36.1 กรัม (66 %) มี m.p. 179-183°C

การเตรียมสารประกอบต่าง ๆ จาก 4-Chloro-6, 7-dimethoxyquinazoline (สารประกอบที่ VIII) ตามวิธีของ Marquis, N.R. และ Vigdahl, R.L. (4)

1. การเตรียม 4-Amino-6,7-dimethoxyquinazoline

ใส่สารประกอบที่ VIII 8.7 กรัม (0.039 mole) และ phenol 80 กรัม ในขวด 3 คอ คอกลางต่อกับ condenser ส่วนอีก 2 คอต่อกับ stirrer และ gas inlet tube นำไป reflux 2 ชั่วโมง 30 นาที และผ่าน gas ammonia ลงไป จากนั้นเหวี่ยงลงในน้ำ 300 มล. ทำให้อาหารละลายเป็นแก๊สด้วย 40 % NaOH และทำให้เย็นที่ 10°C จะได้ตะกอน กรองตะกอนแล้วนำไป recrystallise ด้วย acetonitrile จะได้ 4-Amino-6, 7-dimethoxyquinazoline 4.45 กรัม (57 %) มี m.p. 207-209°C

2. การเตรียม 6,7-Dimethoxy-4-methylaminoquinazolinehydrochloride

ใส่สารประกอบที่ VIII 5 กรัม (0.022 mole), methylamine 5 มล. และ absolute ethanol 100 มล. ในขวดกันกลม คนสารผสมที่อุณหภูมิห้อง 16 ชั่วโมง กรอง แล้วนำ filtrate ไประเหย solvent ออกจนกระทั่งได้สารลักษณะคล้ายน้ำมัน เติมน้ำลงไป และทำอาหารละลายให้เป็นกรดด้วยกรดเกลือเข้มข้น จะได้ตะกอน กรอง แล้วนำตะกอนไป recrystallise ด้วยสารละลายผสมของ ethanol กับน้ำ จะได้ 6, 7-Dimethoxy-4-methylaminoquinazolinehydrochloride มี m.p. 256-257.5°C

3. การเตรียม 6, 7-Dimethoxyquinazoline

ละลายสารประกอบที่ VIII 36.1 กรัม (0.16 mole) ด้วย benzene 1000 มล. เติม 10 % Pd on C 5 กรัม กอຍ ๆ หยดสารละลายของ anhydrous

sodium acetate 19.6 กรัม (0.24 mole) ใน methanol 450 มล. แล้วผ่านก๊าซไฮโดรเจนที่ความดัน 1 บรรยากาศต่อไป เมื่อปฏิกิริยาสิ้นสุด กรองเอา filtrate ไประเหย solvent ออกแล้วเติมน้ำลงไป 200 มล., 28 % NH_4OH 50 มล. สะกัดสารละลายด้วย chloroform 6 ครั้ง ๆ 50 มล. เติม anhydrous MgSO_4 ลงในสารละลาย ตักกรอง MgSO_4 ออก นำสารละลายไปกลั่นลดความดันจน chloroform ออกหมด จะได้ตะกอน นำไป recrystallise ด้วย butanone จะได้ 6, 7-Dimethoxyquinazoline 22.4 กรัม (74 %) มี m.p. $146-149^\circ\text{C}$

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved

การศึกษาปฏิกิริยาของ 4-Chloro-6, 7-dimethoxyquinazoline
ตามวิธีของภาวิณี กณาสวัสดิ์ (5)

1. ทำปฏิกิริยากับ NaCN ใน DMSO

ละลาย NaCN 0.45 กรัม (0.009 mole) ด้วยน้ำ 0.5 มล. ใน
ขวด 2 กอ กอหนึ่งต่อกับ condenser อีกกอหนึ่งต่อกับ separatory funnel ขวด 2
กอยุ่ใน water bath ที่อุณหภูมิ 50-60°C กอยุ่ ๆ หยดสารละลายของ 4-Chloro-6,
7-dimethoxyquinazoline 2 กรัม (0.009 mole) ใน DMSO 200 มล. ลงไปแล้ว
reflux ต่อไปอีก 5 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงทำให้เย็น แล้วเทลงน้ำเย็น 500 มล. พร้อม
ทั้งคนสารละลายจะได้ตะกอน กรองและล้างด้วยน้ำเย็น นำตะกอนไป recrystallise
ด้วย ethanol พอกสีด้วยผงถ่าน ล้างสารด้วย diethyl ether จะได้ 4-Cyano-6,
7-dimethoxyquinazoline (สารประกอบที่ X) 1.09 กรัม (57 %) มี m.p. 220-
224°C (decompose)

1. a Hydrolysis 4-Cyano-6, 7-dimethoxyquinazoline
(สารประกอบ X) ด้วยกรดกำมะถันเข้มข้น

ละลายสารประกอบ X 2 กรัม (0.009 mole) ในกรดกำมะถัน
เข้มข้น 2 มล. (0.10 mole) ใน test tube นำไปอุ่นใน water bath ที่อุณหภูมิ 70-
80°C 1 ชั่วโมง 30 นาที ทำให้เย็นแล้วจึงเทลงน้ำเย็น 50 มล. ทำสารละลายให้เป็น
กลางด้วย 40 % NaOH ที่เย็น จะได้ตะกอน กรองและล้างด้วยน้ำเย็น นำตะกอนนี้ไป
recrystallise ด้วย dioxane และล้างสารด้วย diethyl ether จะได้ 6, 7-Dime-
thoxyquinazoline-4-amide (สารประกอบที่ XI) 0.60 กรัม (27 %) มี m.p. 240-
242°C (decompose)

1. b Hydrolysis 4-Cyano-6, 7-dimethoxyquinazoline

(สารประกอบ X) กล้วยสารละลาย NaOH และ H_2O_2

สารประกอบ X 0.5 กรัม (0.002 mole) ละลายใน 10 % NaOH 10 มล. และ H_2O_2 1 มล. reflux ใน water bath ที่อุณหภูมิ $50-60^\circ C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กรองขณะร้อน นำ filtrate ไปทำให้เย็นและทำให้เป็นกรดด้วย กรดเกลือเจือจาง จะได้ตะกอน กรอง แล้วล้างด้วยน้ำเย็น อบตะกอนให้แห้ง จะได้ 6, 7-Dimethoxy-4(3H)-quinazolinone (สารประกอบที่ VII) 0.1 กรัม (48 %) มี m.p. $296-298^\circ C$ (decompose)

2. ทำปฏิกิริยากับสารละลาย alcoholic $AgNO_3$

4-Chloro-6, 7-dimethoxyquinazoline ละลายในกรด HNO_3 เจือจางได้โดยการอุ่นให้ร้อนใน water bath ทำให้เย็นแล้วค่อย ๆ เติมสารละลาย alcoholic $AgNO_3$ จะได้ตะกอนสีขาวปนเทาของ AgCl

3. ไม่ทำปฏิกิริยากับ Mg ใน dry THF ก่อนทำการทดลอง

- เครื่องมือทุกชนิดอบให้แห้งที่ $100^\circ C$ 5 ชั่วโมง
- ล้าง Mg turning ด้วย diethyl ether แล้วอบที่ $120^\circ C$ 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นใน desiccator
- กำจัดน้ำออกจาก THF โดยใช้ $LiAlH_4$ หรือ sodium wire แล้วกลั่นออกมาไว้ทันที
- ทำสารประกอบ VIII ในแห้งด้วย drying pistol

วิธีทดลอง

ใส่ Mg 0.05 กรัม (0.002 กรัมอะตอม), Iodine 1 เกล็ด, THF 10 มล. ในขวด 2 คอ คอหนึ่งต่อกับ condenser อีกคอหนึ่งต่อกับ separatory funnel ที่ปลาย condenser และ separatory funnel มี calcium chloride drying tube ป้องกันความชื้นจากภายนอก ขวด 2 คออยู่ใน paraffin bath ที่อุณหภูมิ 60°C ค่อย ๆ หยดสารละลายของ 4-Chloro-6, 7-dimethoxyquinazoline 0.5 กรัม (0.002 mole) ใน THF 80 มล. ผ่านทาง separatory funnel เมื่อเติมสารละลายหมดแล้ว reflux 3 วัน ปรากฏว่า Mg ไม่ละลาย แสดงว่าสารประกอบ VIII ไม่ form Grignard reagent

4. ไม่ทำปฏิกิริยากับ Li ใน dry THF

ทำการทดลองเหมือนกับการทดลองที่ 3 แต่เปลี่ยนจาก Mg เป็น Li ปรากฏว่า Li ไม่ละลาย แสดงว่าสารประกอบ VIII ไม่ form organolithium compound

5. ไม่ทำปฏิกิริยากับ NaI ใน butanone

ก่อนทำการทดลอง

- เครื่องมือทุกชนิดอบให้แห้งที่ 120°C 5 ชั่วโมง
- อบ sodium iodide ให้แห้งที่ 120°C 1 ชั่วโมง
- กำจัดน้ำใน butanone โดยใช้ anhydrous CaSO_4 แล้วกลั่นออกมาใช้ทันที
- ทำสารประกอบ VIII ให้แห้งด้วย drying pistol

วิธีทดลอง

ละลายสารประกอบ VIII 0.22 กรัม (0.001 mole) และ sodium iodide 0.15 กรัม (0.001 mole) ด้วย butanone 30 มล. ในขวดก้นกลม แล้ว reflux ที่อุณหภูมิ 80°C โดยมี calcium chloride drying tube ที่ปลาย condenser เพื่อป้องกันความชื้น reflux 48 ชั่วโมง นำไประเหย butanone ออกด้วย rotary evaporator จะได้ตะกอน ล้างด้วยน้ำเย็น กรอง อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80°C จะได้สารประกอบที่ VIII 0.13 กรัม มี m.p. $180-183^{\circ}\text{C}$

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved

วิธีการเตรียม 4-Chloro-6, 7-dimethoxyquinazoline (สารประกอบที่ VIII) จาก Vanillin (สารประกอบที่ I)

1. การเตรียม Veratraldehyde (สารประกอบที่ II) (10)

ละลาย Vanillin (สารประกอบที่ I) 36.48 กรัม (0.24 mole) ด้วยน้ำร้อน 90 มล. ในขวดก้นกลม 3 คอ (คอกกลางต่อกับ condenser ส่วนอีก 2 คอต่อกับ separatory funnel) ซึ่งอยู่ใน water bath ที่อุณหภูมิ 50-60°C

เตรียมสารละลาย NaOH โดยใช้ NaOH 30 กรัม (0.75 mole) ละลายน้ำให้ปริมาตรรวม 150 มล. แบ่งสารละลาย NaOH ออกมา 72 มล. ต้มให้เดือด เติมลงในขวด 3 คอ ผ่านทาง separatory funnel ต้องระวังอย่าให้เกิดตะกอน แล้วเติม dimethyl sulphate 28 มล. reflux 20 นาที เติม dimethyl sulphate 6 มล. สลับกับสารละลาย NaOH 12 มล. reflux 10 นาที ทำเช่นนี้ 4 ครั้ง ซึ่งจะใช้ dimethyl sulphate ทั้งหมด 52 มล. (0.54 mole) เติมสารละลาย NaOH ที่เหลือ 30 มล. reflux 30 นาที เทสารละลายลงใน beaker คนสารละลายให้เย็นลงอย่างรวดเร็ว สกัดสารละลายด้วย diethyl ether 3 ครั้ง ๆ ละ 30 มล. เติม anhydrous $MgSO_4$ เล็กน้อยลงในสารละลาย ether เขย่าแล้วทิ้งทิ้งไว้ 15 นาที กรอง $MgSO_4$ ออก นำสารละลายไปกลั่นลดความดัน จน diethyl ether ออกหมดจะได้ Veratraldehyde เป็นน้ำมันสีเหลือง เมื่อเย็นจะเป็นของแข็งหนัก 32 กรัม (80-32 %) มี m.p. 44-45°C

Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

2. การเตรียม Veratric acid (สารประกอบที่ III)

ใส่ Veratraldehyde 44 กรัม (0.26 mole) ลงในขวดก้นกลม 3 คอ คอหนึ่งต่อกับ condenser อีกคอหนึ่งต่อกับ separatory funnel นำไปหลอมใน water bath ที่อุณหภูมิ 80–90°C จนหมดแล้วค่อย ๆ เติมสารละลาย KMnO_4 80 กรัม (0.51 mole) ในน้ำ 1.2 ลิตร คนสารละลายตลอดเวลาที่ reflux 4 ชั่วโมง นำออก จาก water bath ทำให้เย็นแล้วกรอง นำ filtrate ที่ได้ไปทำให้เป็นกรดด้วยกรดเกลือ เข้มข้น จะได้ตะกอนสีขาว กรองและล้างด้วยน้ำเย็น นำไปอบที่อุณหภูมิ 100°C จะได้ Veratric acid 42 กรัม (87 %) มี m.p. 180–182°C

3. การเตรียม Methyl Veratrate (สารประกอบที่ IV)

ละลาย Veratric acid 32 กรัม (0.18 mole) ด้วย chloroform 400 มล. ในขวดก้นกลม 2 คอ คอหนึ่งต่อกับ condenser อีกคอหนึ่งสำหรับเติม สารลงไป ขวด 2 คออยู่ใน water bath ที่มีอุณหภูมิ 40–50°C เมื่อ Veratric acid ละลายหมดแล้วเติม PCl_5 112 กรัม (0.54 mole) reflux 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นค่อย ๆ เติม methanol 100 มล. ผ่านทาง separatory funnel และ reflux อีก 1 ชั่วโมง นำมากลั่นลดความดันจน chloroform และ methanol ที่เหลือถูกกลั่นออกหมด จะได้น้ำมัน สีเหลือง เทลง beaker ทำให้เย็นจัดจนได้ตะกอนสีขาว ล้างตะกอนด้วยน้ำเย็น recrystallise ด้วย solvent mixture ระหว่างน้ำกับ methanol อัตราส่วน 1:1 กรอง สารล้างด้วยน้ำเย็น และทำให้แห้งใน vacuum desiccator จะได้ Methyl veratrate 29 กรัม (84 %) มี m.p. 57–58°C

4. การเตรียม 6-Nitro methyl veratrate (สารประกอบที่ V) (4)

ละลาย Methyl veratrate 39.2 กรัม (0.2 mole) ด้วย glacial CH_3COOH 100 มล. ใน conical flask ซึ่งอยู่ใน ice bath เมื่ออุณหภูมิของสารละลายลดลงถึง 4°C ค่อย ๆ หยดสารละลายผสมของ glacial CH_3COOH 100 มล. กับ fuming HNO_3 200 มล. โดยให้อุณหภูมิของสารละลายใน ice bath อยู่ระหว่าง $4-10^\circ\text{C}$ หลังจากนั้นคนสารละลายต่อไปอีก 2 ชั่วโมง เติสารละลายลงในน้ำแข็ง จะได้ตะกอน กรอง และล้างด้วยน้ำเย็น นำไป recrystallise ด้วย dimethyl formamide และล้างตะกอนด้วย methanol นำตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 80°C จะได้ 6-Nitro methyl veratrate 40.20 กรัม (83 %) มี m.p. $141-143^\circ\text{C}$

5. การเตรียม 6-Amino methyl veratrate (สารประกอบที่ VI) (5)

ละลาย $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 18 กรัม (0.08 mole) ด้วยกรดเกลือเข้มข้น 75 มล. ใน conical flask คนสารละลายจนกระทั่งใส แล้วจึงเติม 6-Nitro methyl veratrate ลงไป 5 กรัม (0.02 mole) หลังจากนั้นคนสารผสมนี้จนกระทั่งตะกอนสีเหลืองเปลี่ยนเป็นสีขาว ทำให้เย็นแล้วกรองด้วย sinter glass ล้างตะกอนด้วย 40 % NaOH ที่เย็น และล้างด้วยน้ำเย็น นำตะกอนไป recrystallise ใน ethyl acetate อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80°C จะได้ 6-Amino methyl veratrate 2.54 กรัม (58 %) มี m.p. $127-129^\circ\text{C}$

6. การเตรียม 6, 7-Dimethoxy-4(3H)-quinazolone (สารประกอบที่ VII)(4)

นำ 6-Amino methyl veratrate 20 กรัม (0.09 mole) และ formamide 40 มล. (0.88 mole) ใส่ในหลอดแก้วปลายเปิด นำไปทำให้ร้อนใน paraffin bath ความดันอุณหภูมิ 135°C 45 นาที และ 160°C 8 ชั่วโมง นำออกจาก paraffin bath ทำให้เย็นจะได้น้ำตก กรอง แล้วล้างด้วย ethanol ที่เย็น ๆ น้ำตกออกไป recrystallise ด้วย N-Methyl-2-pyrrolidone และฟอกสีด้วยผงถ่าน ล้างตกอนด้วย ethanol ที่เย็น อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100°C จะได้ 6, 7-Dimethoxy-4(3H)-quinazolone 12 กรัม (61 %) มี m.p. $296-298^{\circ}\text{C}$ (decompose)

7. การเตรียม 4-Chloro-6, 7-Dimethoxyquinazoline (สารประกอบที่ VIII)(4)

นำ 6, 7-Dimethoxy-4(3H)-quinazolone 10 กรัม (0.048 mole), toluene 50 ml., N,N'-diethyl aniline 14.5 กรัม (0.098 mole) และ POCl_3 3 มล. (0.03 mole) ใส่ในขวดกลั่น ท่อด้วย condenser โดยมี calcium chloride drying tube อยู่ปลาย condenser, reflux สารผสมนี้ใน paraffin bath ที่อุณหภูมิ 120°C นาน 4 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงนำออกจาก paraffin bath กรองขณะร้อน และทำ filtrate ให้เย็นจะได้น้ำตก กรอง แล้ว recrystallise ด้วย methyl ethyl ketone ฟอกสีด้วยผงถ่าน ล้างสารด้วย diethyl ether จะได้ 4-Chloro-6, 7-dimethoxyquinazoline 7.2 กรัม (66 %) มี m.p. $182-183^{\circ}\text{C}$

ตารางที่ 1 แสดง Stretching vibrational (ν) และ Wavenumber (cm^{-1})
จาก Infrared spectra ของสารประกอบ 10 ชนิด ที่ได้เตรียมในการ
วิจัยนี้

สารประกอบที่	รูปที่	Stretching vibration	Wavenumber (cm^{-1})
II	1.1	$\nu_{\text{=CH}}$ $\nu_{\text{-C(=O)-H}}$ $\nu_{\text{-C(=O)-}}$ $\nu_{\text{-C-O-C-}}$	3020 (w) 2760 (w) 1670 (s) 1300-1000 (v)
III	2.1	$\nu_{\text{=CH}}$ $\nu_{\text{-C(=O)-}}$ $\nu_{\text{-OH dimer}}$ $\nu_{\text{-C-O-C-}}$	3020 (w) 1680 (s) 3000-2500 (b) 1300-1000 (v)
IV	3.1	$\nu_{\text{=CH}}$ $\nu_{\text{-C(=O)-}}$ $\nu_{\text{-C-O-C-}}$	3010 (w) 1715 (s) 1300-1000 (v)

สารประกอบที่	รูปที่	Stretching vibration	Wavenumber (cm ⁻¹)
V	4.1	$\nu_{\text{=CH}}$ $\nu_{\text{-C=O}}$ $\nu_{\text{-C-NO}_2}$ $\nu_{\text{-C-O-C}}$	2990 (w) 1720 (s) 1575 (s) 1300-1000 (v)
VI	5.1	$\nu_{\text{=CH}}$ $\nu_{\text{-C=O}}$ $\nu_{\text{-C-NH}_2}$ $\nu_{\text{-C-O-C}}$	3000 (w) 1675 (s) 3460(m) และ 3360(m) 1300-1000 (v)
VII	6.1	$\nu_{\text{=CH}}$ $\nu_{\text{-C=O}}$ $\nu_{\text{-C-NH-}}$ $\nu_{\text{-enol form}}$ $\nu_{\text{-C-O-C}}$	3020 (w) 1655 (s) 3160 (w) 3200-2500 (b) 1300-1000 (v)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 Copyright © by Chiang Mai University
 All rights reserved

สารประกอบที่	รูปที่	Stretching vibration	Wavenumber (cm ⁻¹)
VIII	7.1	$\nu_{\text{=CH}}$ $\nu_{\text{-C-Cl}}$ $\nu_{\text{-C-O-C-}}$	3010 (v) 700 (s) 1300-1000 (v)
IX	8.1	$\nu_{\text{=CH}}$ $\nu_{\text{-O-CH}_3}$ $\nu_{\text{-C-O-C-}}$	3010 (w) 2840 (w) 1300-1000 (v)
X	9.1	$\nu_{\text{=CH}}$ $\nu_{\text{-C=C}}$ $\nu_{\text{-C}\equiv\text{N}}$ $\nu_{\text{-C=N}}$ $\nu_{\text{-C-O-C-}}$	3000 (w) 1495 (s) 2230 (w) 1600 (s) 1300-1000 (v)
XI	10.1	$\nu_{\text{=CH}}$ $\nu_{\text{-C(=O)-}}$ $\nu_{\text{-C(=O)-NH}_2}$ $\nu_{\text{-C-O-C-}}$	3000 (w) 1700 (w) 3380(m) และ 3200(b) 1300-1000 (v)

หมายเหตุ.—

1. IR spectra ในการทดลองนี้ run ด้วยเครื่อง Backman โดยใช้วิธี potassium bromide disc และ reference เป็นอากาศ
2. IR spectra รูปที่ 1.1-4.1 และ 8.1-10.1 จะให้ absorption band ที่ shift ไปทาง high wavelength 3 ช่อง เมื่อเทียบกับ polystyrene (รูปที่ 11)

3. อักษรย่อที่ใช้ในการ identify absorption bands มีดังนี้

s	=	strong intensity
m	=	medium "
w	=	weak "
v	=	variable "
b	=	broad "

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved

ตารางที่ 2 แสดง Ultraviolet Absorption Maxima ($\lambda_{\max}$, n.m.) และ
Molar extinction (ϵ , mole⁻¹ cm⁻¹) ของสารประกอบ 10 ชนิด
ที่เตรียมได้ในการวิจัยครั้งนี้

สารประกอบที่	รูปที่	solvent	$\lambda_{\max}$ (n.m.)				ϵ (mole ⁻¹ cm ⁻¹)			
II	1.2	CHCl ₃	241	276	308		4980	15770	12250	
III	2.2	CHCl ₃	261	292			12300	6552		
IV	3.2	CHCl ₃	262	291			12100	6272		
V	4.2	CHCl ₃	247	293	335		11500	1928	5302	
VI	5.2	CHCl ₃	244	263	339		13500	8440	6752	
VII	6.2	CHCl ₃	246	286	308	321	65000	1442	1648	206
VIII	7.2	CHCl ₃	220	317	329		43700	7180	8980	
IX	8.2	CHCl ₃	228	304	318		16800	9660	8560	
X	9.2	CHCl ₃	251	345			36000	12640		
XI	10.2	CHCl ₃	249	243			13600	4460		

หมายเหตุ.-

Ultraviolet spectra ทั้งหมดนี้ run ด้วยเครื่อง SP 8000

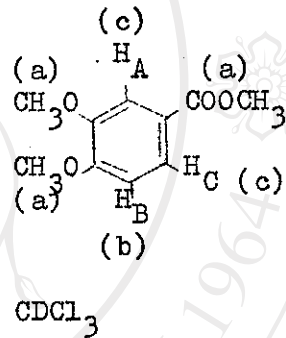
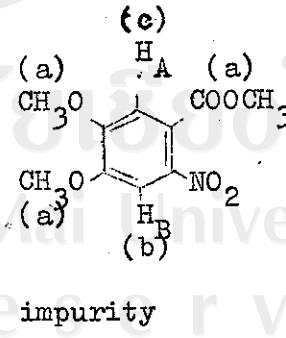
ของ PYE UNICAM ใช้ silica cell มีความหนา 10 มม.

All rights reserved

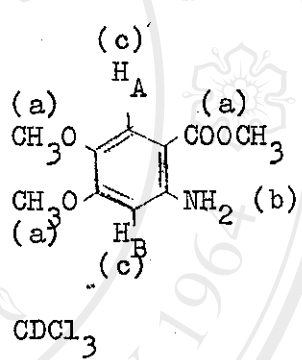
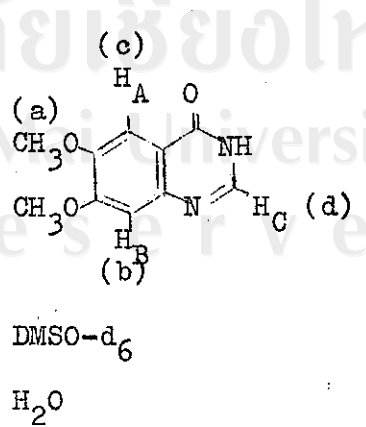
ตารางที่ 3 แสดงค่า τ -value, multiplicity และจำนวนไฮโดรเจนที่ตำแหน่งต่าง ๆ จาก NMR spectra ของสารประกอบ 10 ชนิด

สารประกอบ ที่	รูปที่	solvent	τ -value	multiplicity	J c/s	จำนวน H	assignment
II	1.3	CDCl ₃	5.90, 5.95 2.90 2.54-2.33 -0.05	Two s d m s		6 1 2 1	(a) CH ₃ 2 groups (b) aromatic H _B (c) aromatic H _A และ H _C (d) CHO CDCl ₃
III	2.3	CDCl ₃	5.90 2.80 2.45-1.95	s d m		6 1 2	(a) CH ₃ 2 groups (b) aromatic H _B (c) aromatic H _A และ H _C CDCl ₃

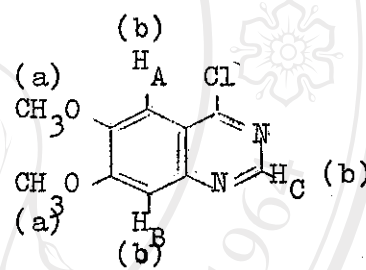
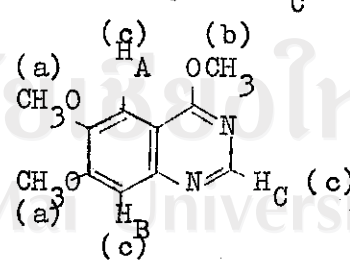
ตารางที่ 3 (ต่อ)

ประเภท	สาร	solvent	τ -value	multipli- city	J c/s	จำนวน H	assignment
IV	3.3	CDCl ₃	5.98, 6.03 3.00 2.41-2.05 2.56	Two s d m s	 9 9 s	9 1 2	(a) CH ₃ 3 groups (b) aromatic H _B (c) aromatic H _A และ H _C 
V	4.3	CDCl ₃	5.97, 6.04 2.73 2.40 8.25 2.56	two s s s s s	 9 1 1 s s	9 1 1	(a) CH ₃ 3 groups (b) aromatic H _B (c) aromatic H _A  impurity CDCl ₃

ตารางที่ 3 (ต่อ)

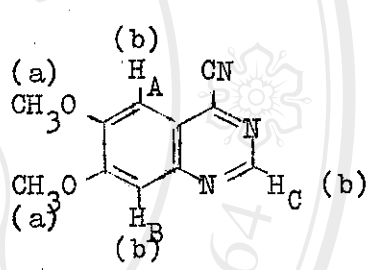
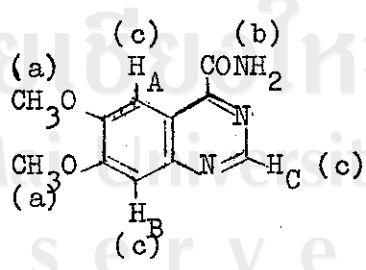
ประเภท ที่	รูปที่	solvent	τ -value	multipli- city	J c/s	จำนวน H	assignment
VI	5.3	CDCl ₃	6.12, 6.07 3.73 2.53 2.51	Two s s s s		9 2 2	(a) CH ₃ 3 groups (b) NH ₂ (c) aromatic H _A และ H _B  CDCl ₃
VII	6.3	DMSO-d ₆	5.94, 5.94 2.60 2.26 1.74 7.39 6.54	Two s s s s b s		6 1 1 1	(a) CH ₃ 2 groups (b) aromatic H _B (c) aromatic H _A (d) heterocyclic H _C  DMSO-d ₆ H ₂ O

างที่ 3 (ต่อ)

ระกบ ที่	รูปที่	solvent	τ -value	multipli- city	J c/s	จำนวน H	assignment
VIII	7.3	CDCl ₃	5.83 2.55	s t	3	6 3	(a) CH ₃ 2 groups (b) aromatic H _A , H _B และ heterocyclic H _C 
IX	8.3	CDCl ₃	5.98, 5.96 5.81 2.65-2.63	Two s s Two s		6 3 3	(a) CH ₃ 2 groups (b) CH ₃ 1 group (c) aromatic H _A , H _B และ heterocyclic H _C 

สำนักหอสมุด มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

ตารางที่ 3 (ต่อ)

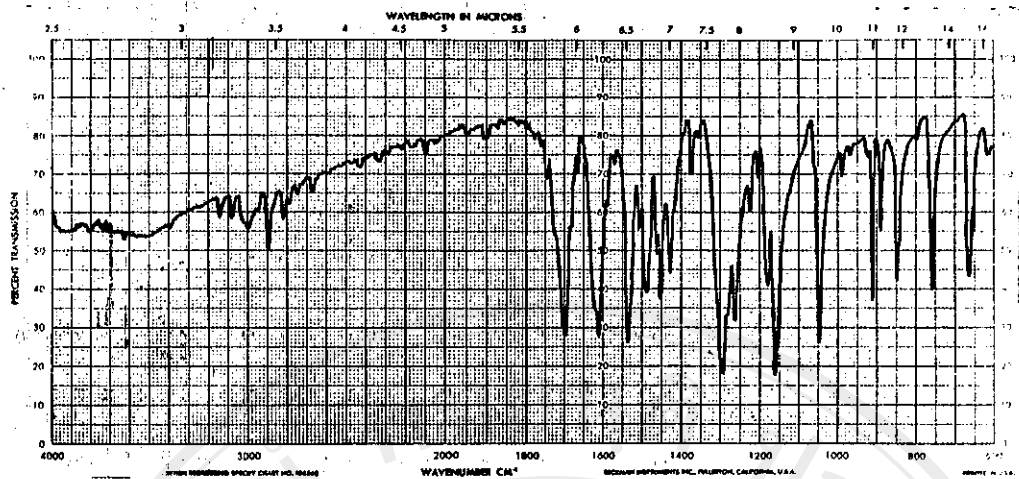
เลขประจำตัว	ค่า T	solvent	T-value	multipli- city	J c/s	จำนวน H	assignment
X	9.3	CDCl ₃	5.81 2.62-2.50	s m	low	6 3	(a) CH ₃ 2 groups (b) aromatic H _A , H _B และ heterocyclic H _C
							
XI	10.3	CDCl ₃	5.80 4.30-3.90 2.38	s b s		6 2 3	(a) CH ₃ 2 groups (b) CONH ₂ (c) aromatic H _A , H _B และ heterocyclic H _C
							
			2.50	s			CDCl ₃

หมายเหตุ.-

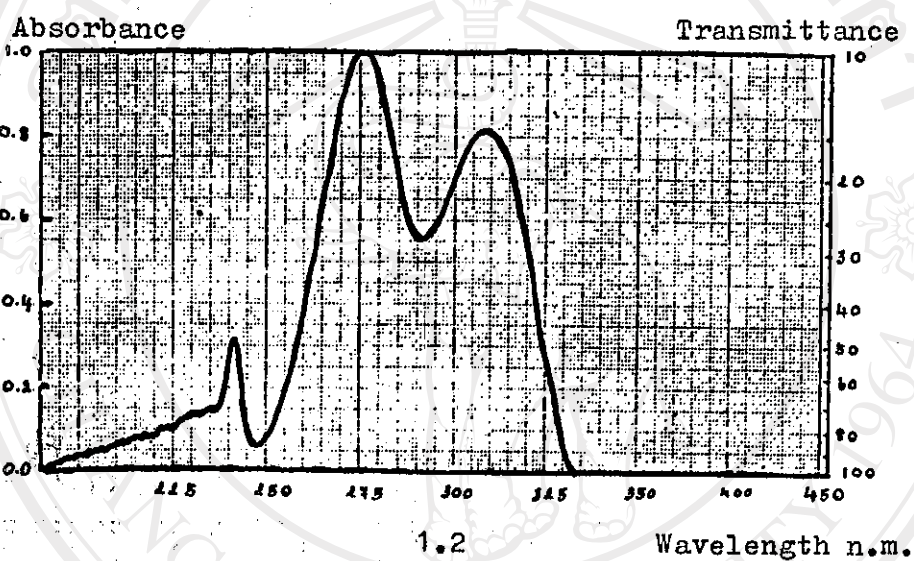
1. NMR spectra ในการทดลองครั้งนี้ run ด้วยเครื่อง varian associates S 60-c ใช้ Tetramethylsilane เป็น internal reference ที่อุณหภูมิ 44.5°C และ sweep offset = 500 Hz

2. อักษรย่อที่ใช้ใน NMR interpretation

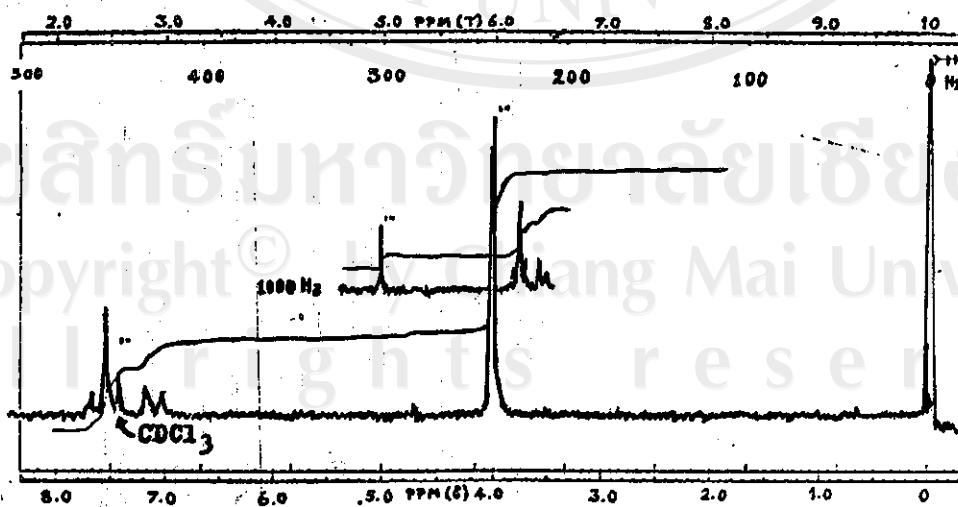
J	=	coupling constant
s	=	singlet
d	=	doublet
t	=	triplet
m	=	multiplet
b	=	broad



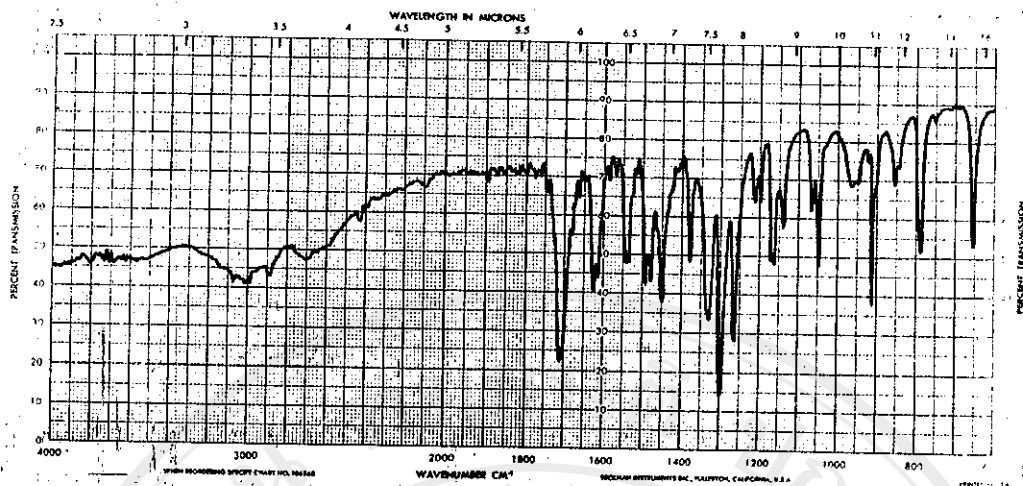
1.1



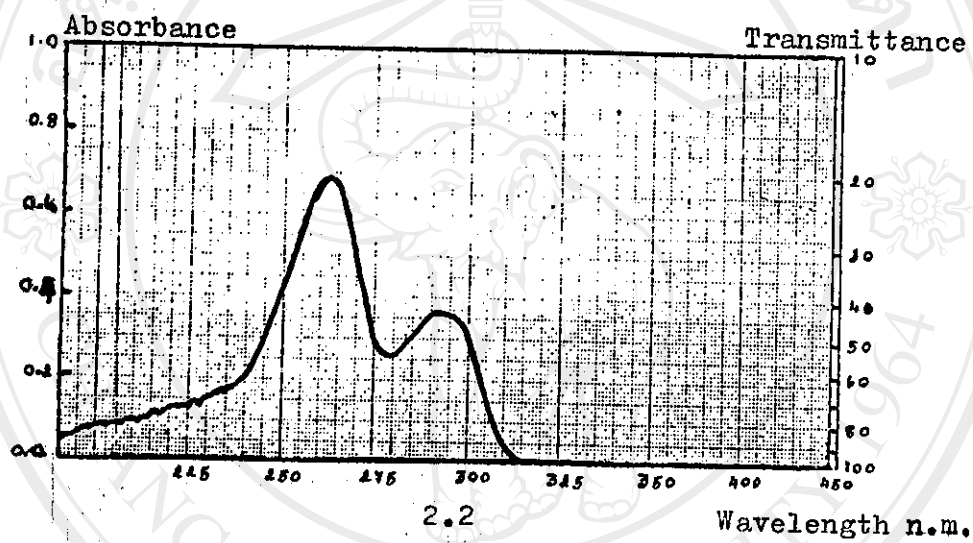
1.2



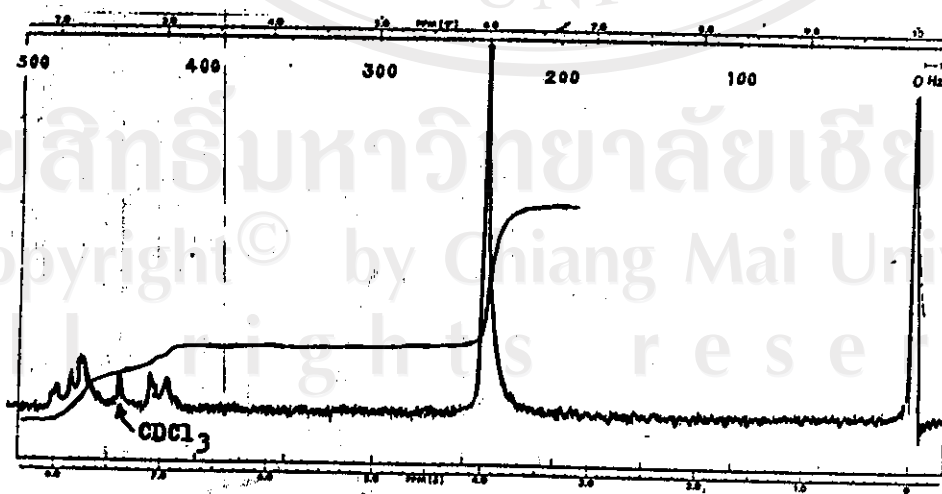
1.3



2.1



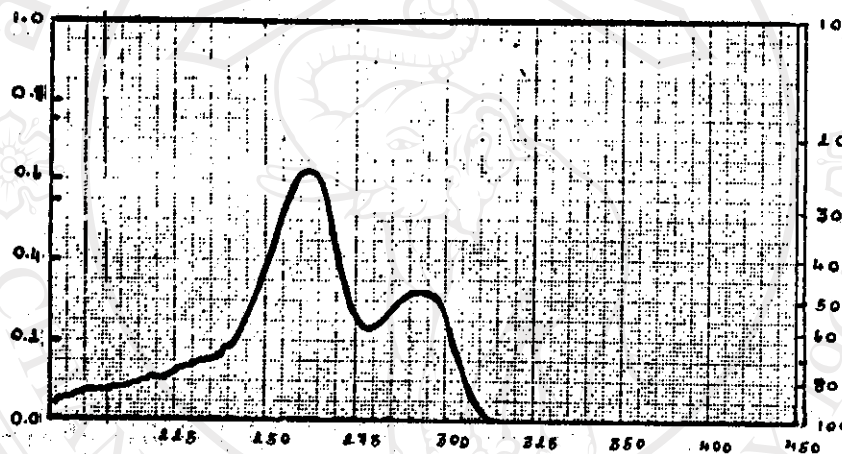
2.2



2.3

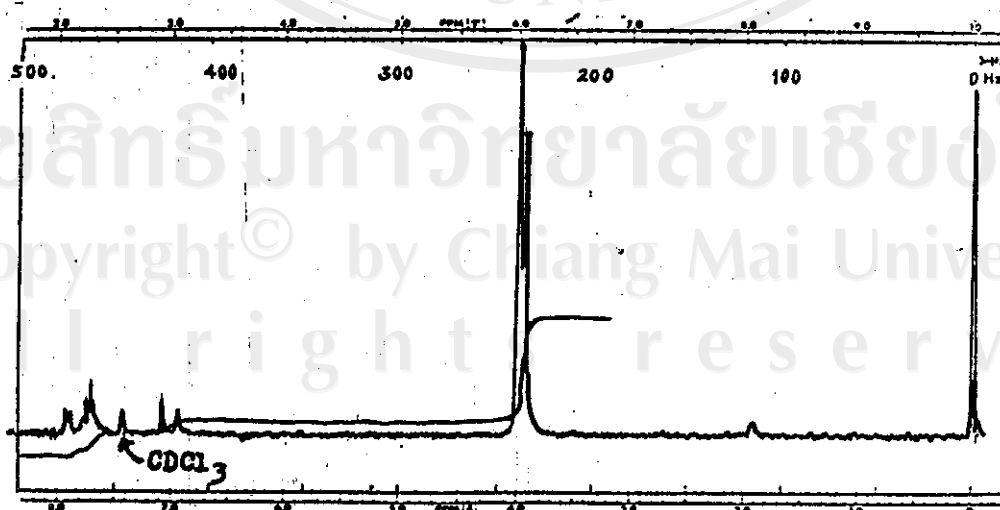
Absorbance

Transmittance

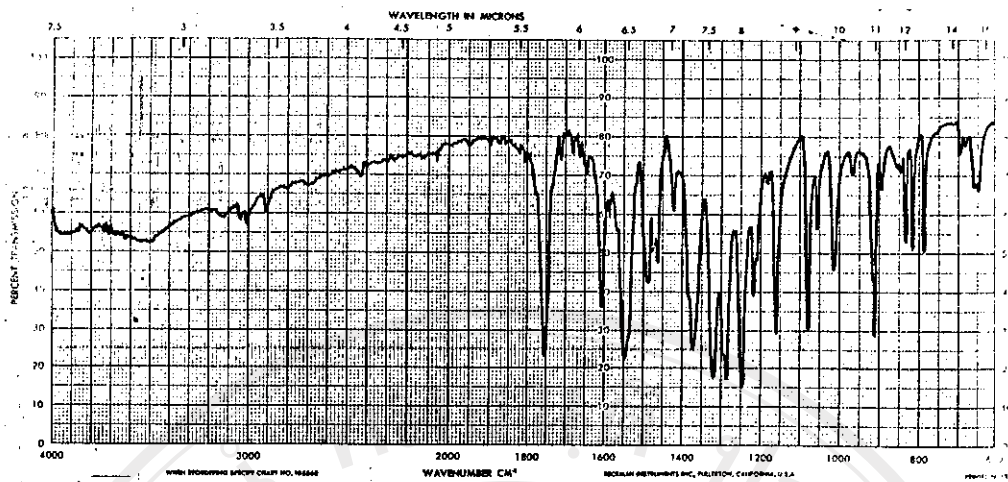


3.2

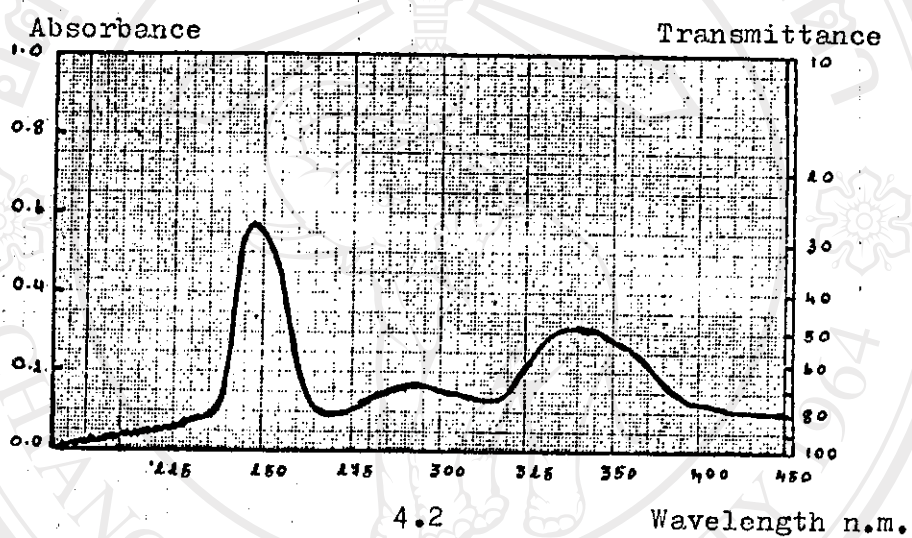
Wavelength n.m.



3.3

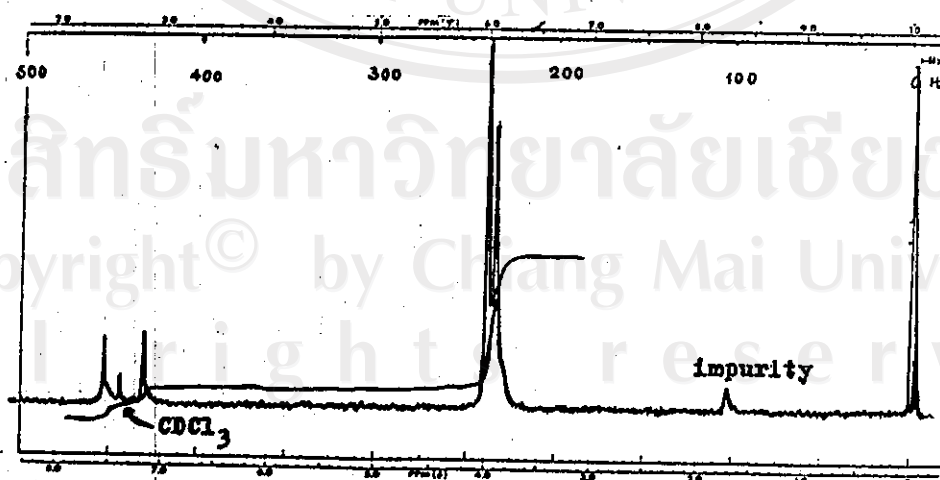


4.1

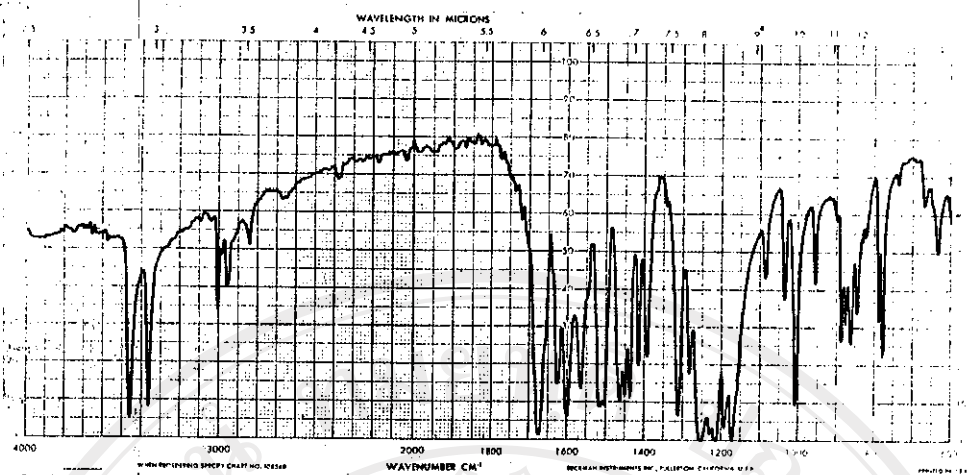


4.2

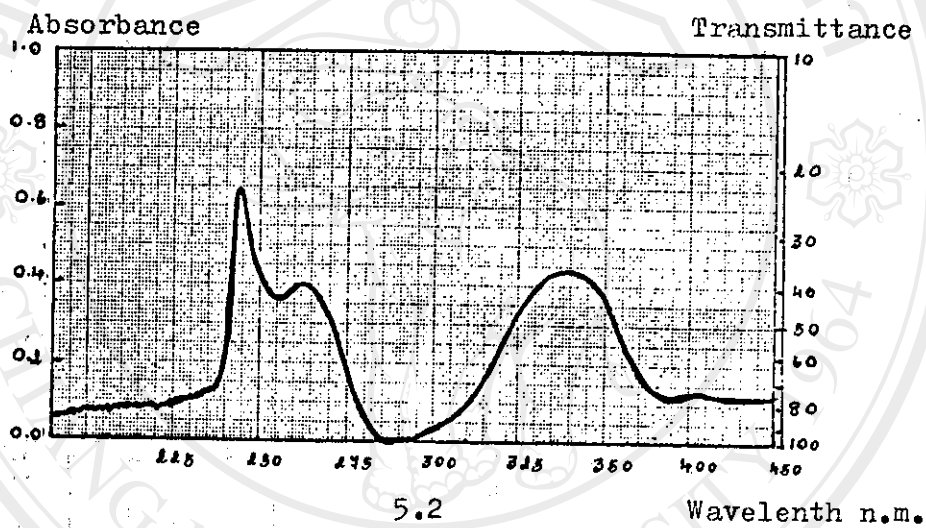
Wavelength n.m.



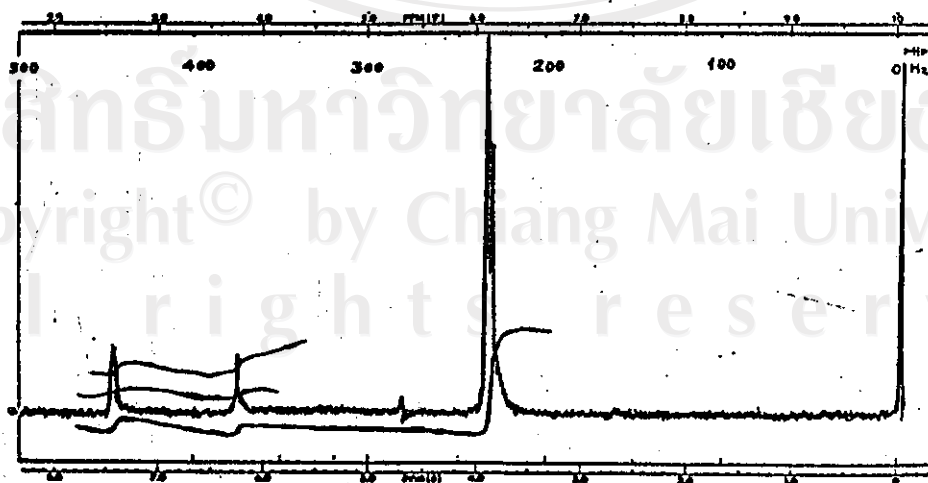
4.3



5.1



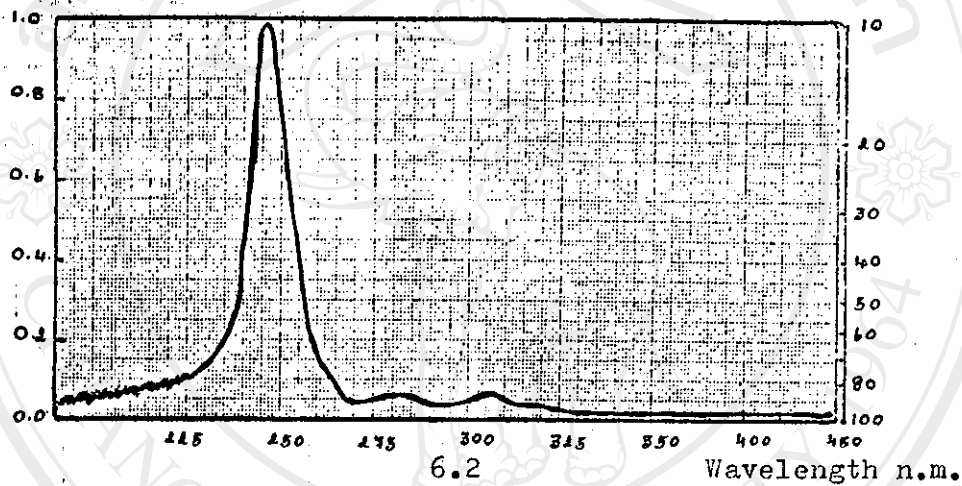
5.2



5.3

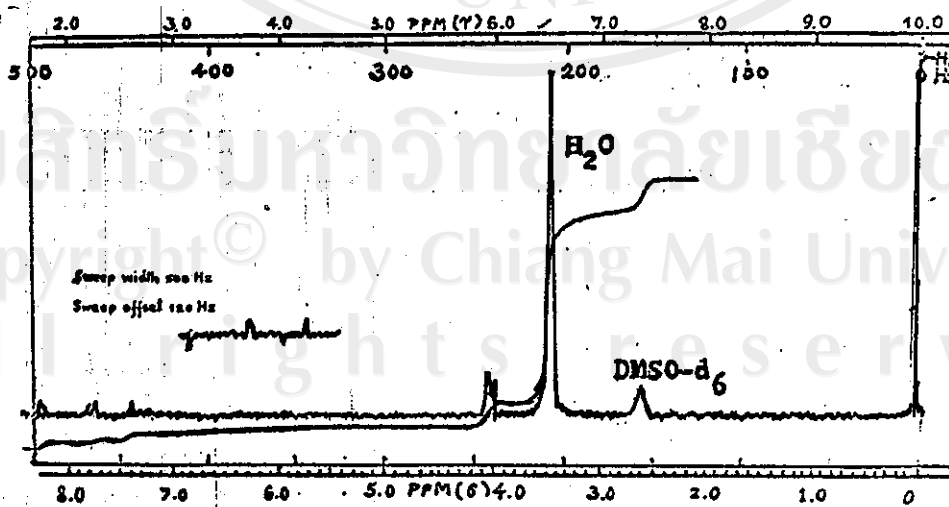
Absorbance

Transmittance

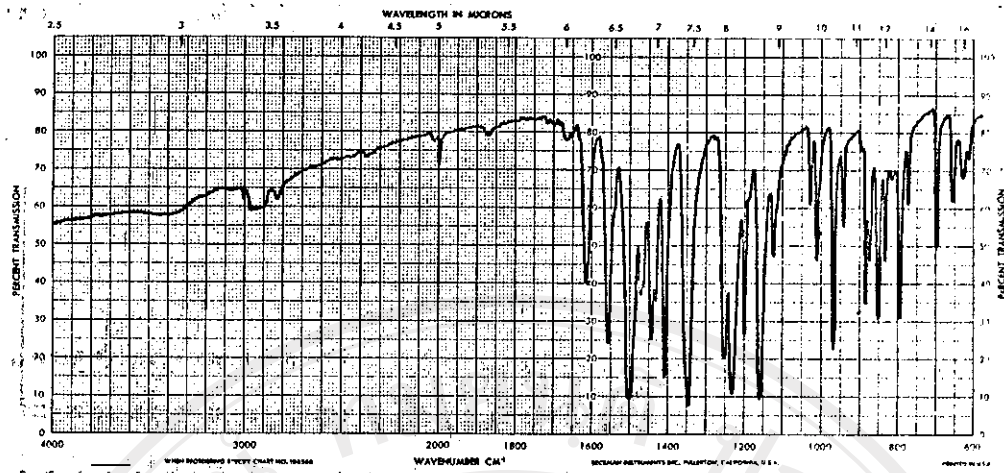


6.2

Wavelength n.m.



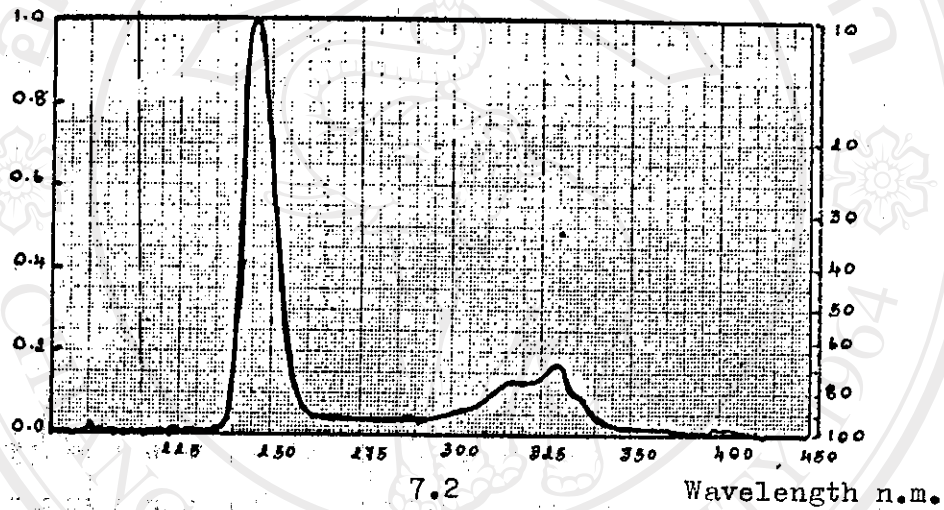
6.3



7.1

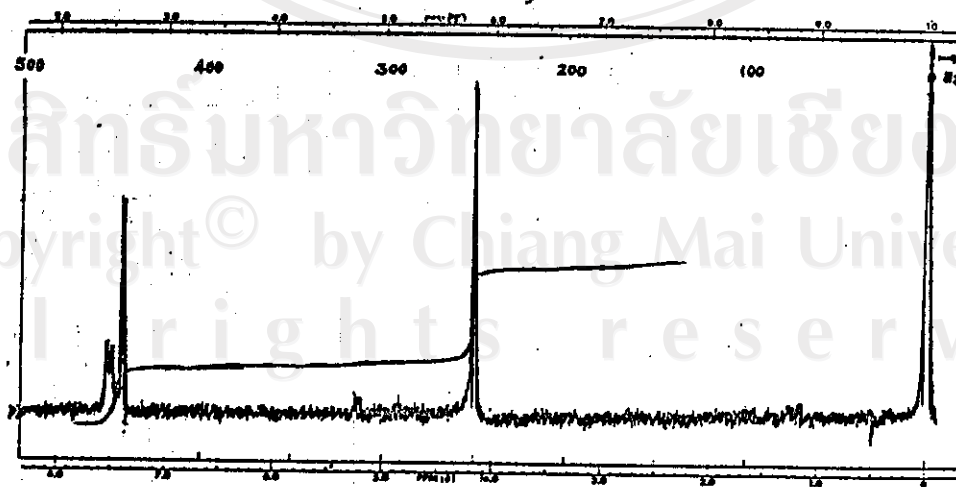
Absorbance

Transmittance

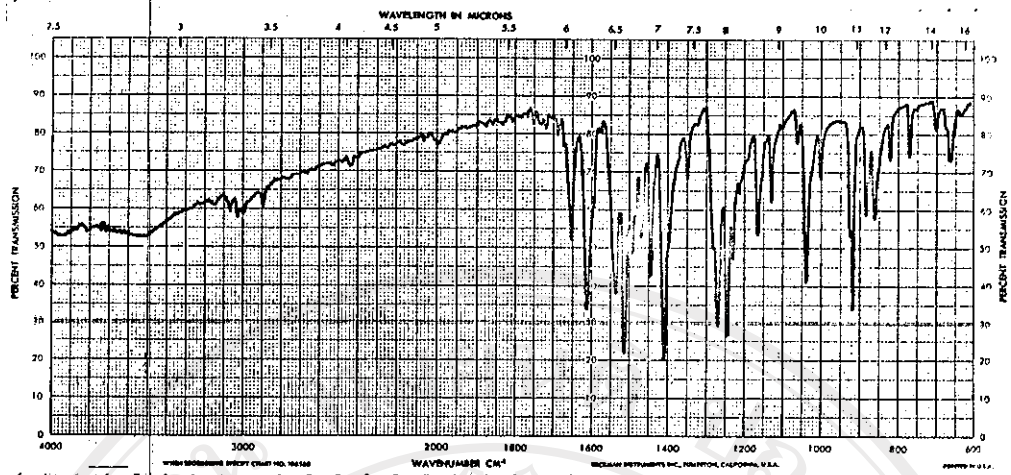


7.2

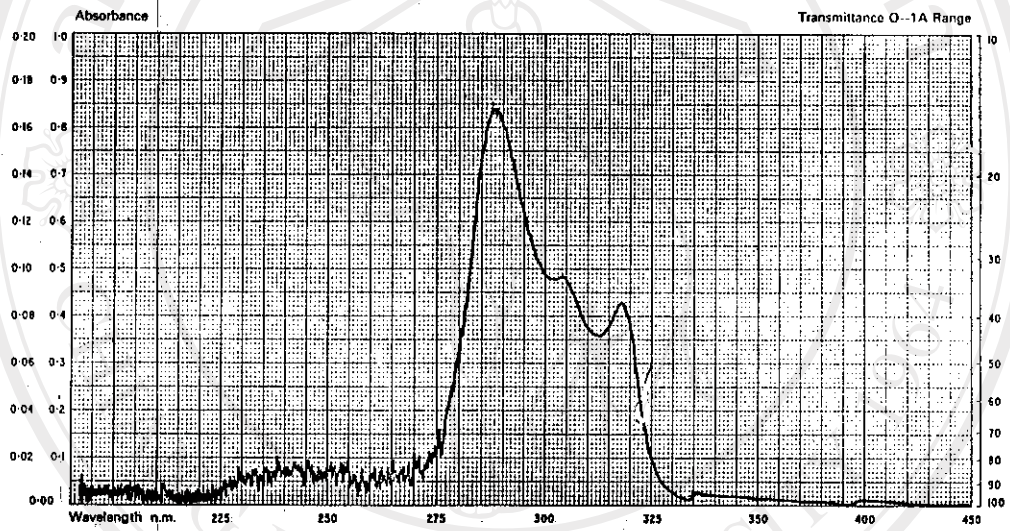
Wavelength n.m.



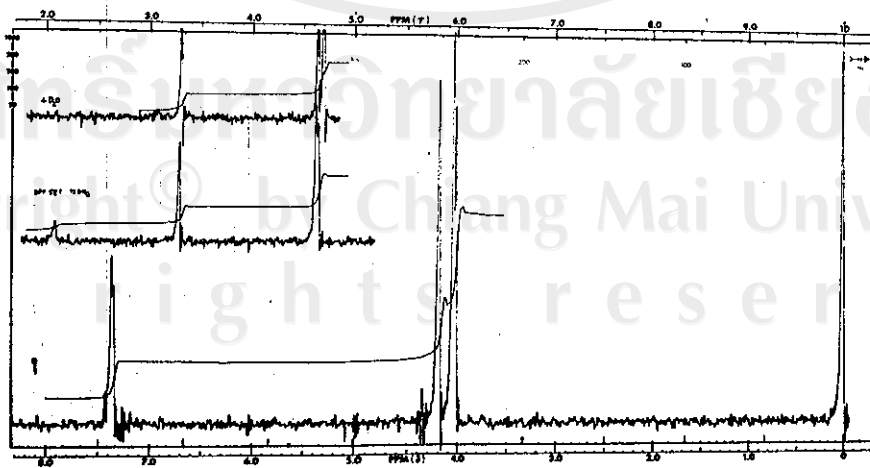
7.3



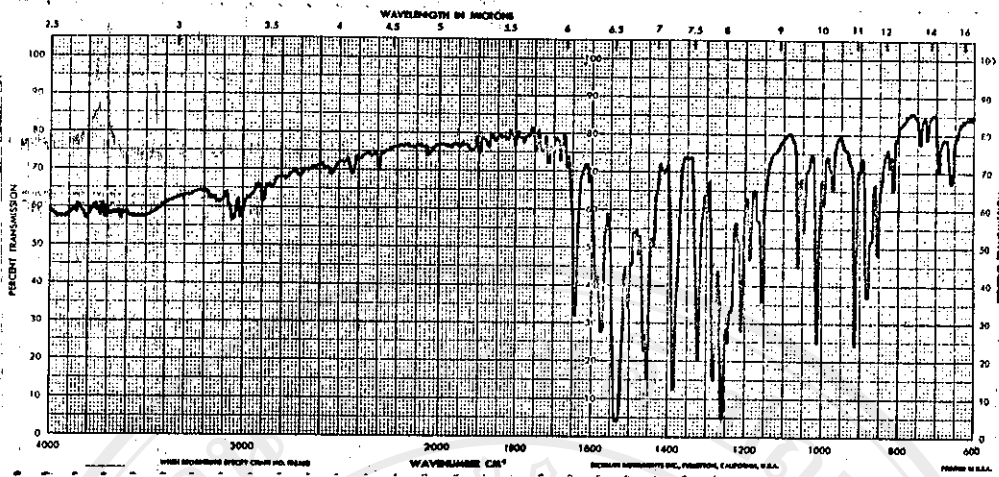
8.1



8.2



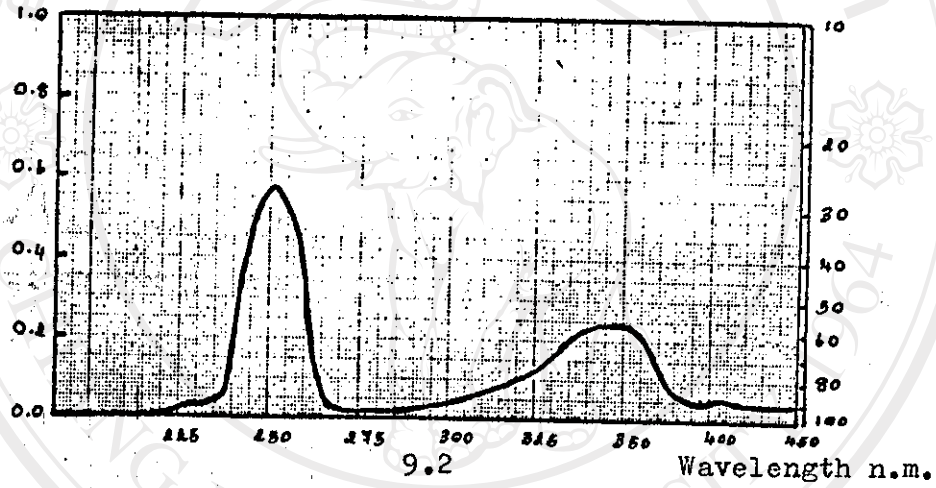
8.3



9.1

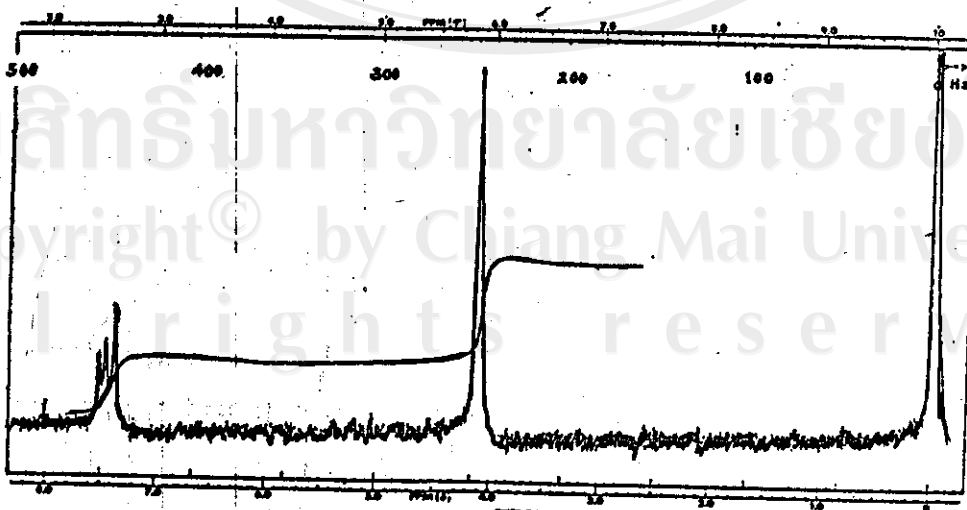
Absorbance

Transmittance

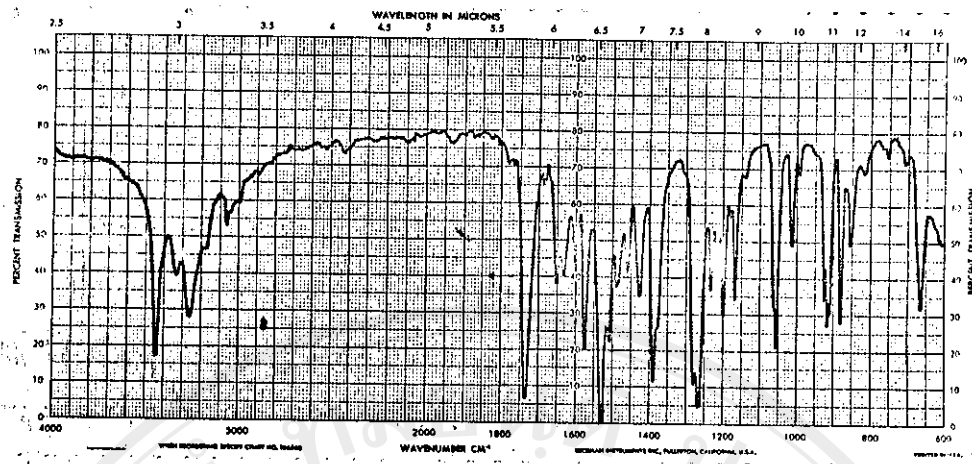


9.2

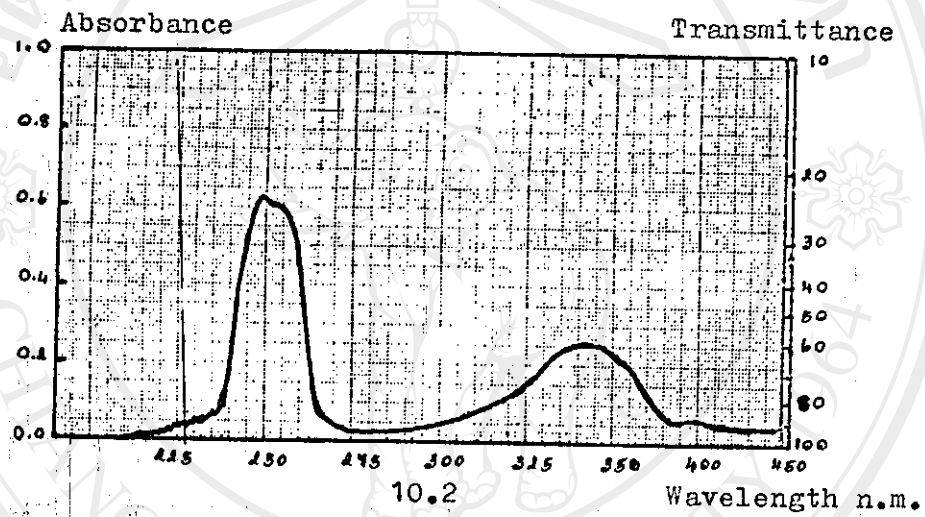
Wavelength n.m.



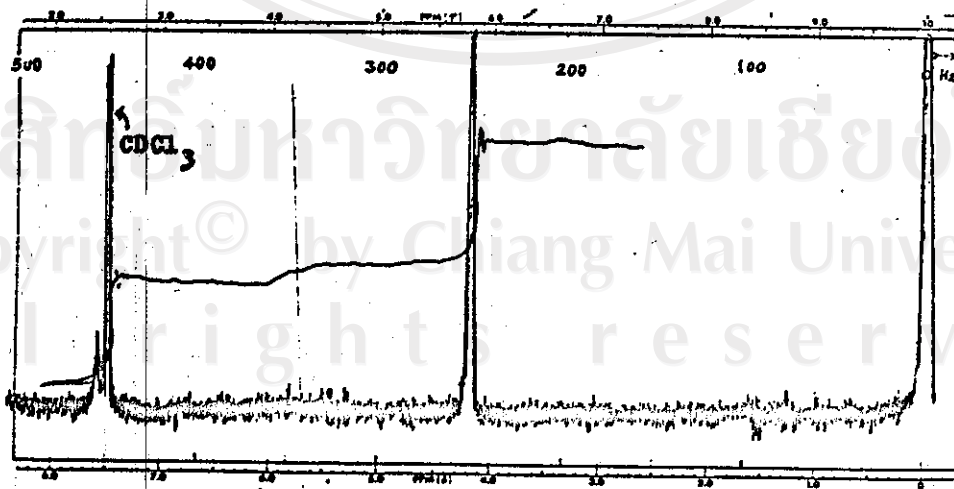
9.3



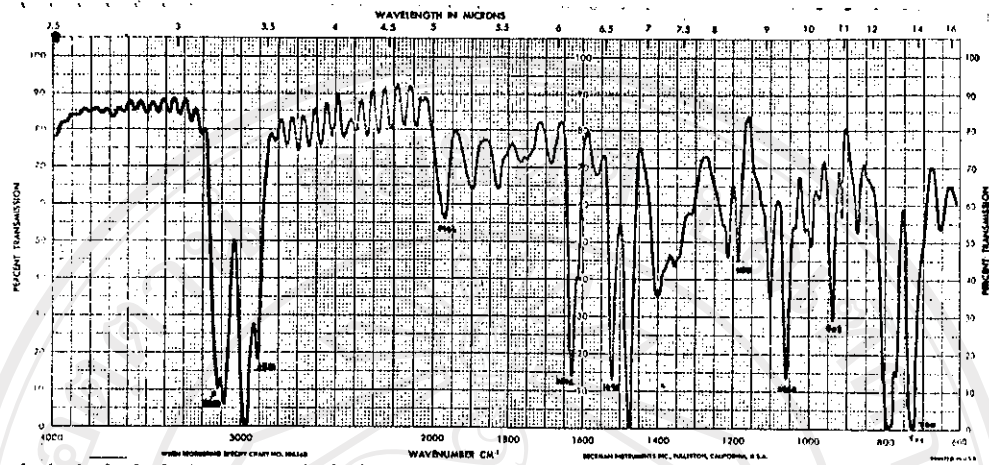
10.1



10.2



10.3



11. polystyrene

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 Copyright© by Chiang Mai University
 All rights reserved