

วัสดุและวิธีวิจัย

เครื่องมือที่เกี่ยวข้อง

เครื่องระเหยสูญญากาศ(Rotavapour evaparatus)

เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกส�펙ตรัมเมเตอร์(Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer)

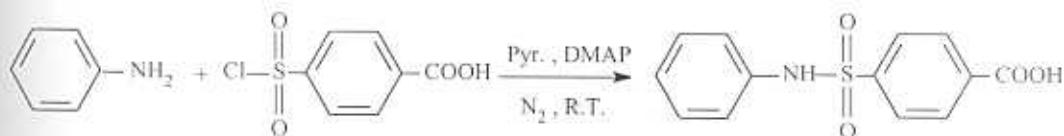
คอมพิวเตอร์ Pentium II

Alchemy III modeling program

สารเคมีที่ใช้

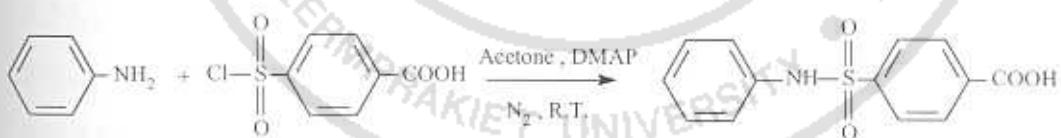
1. อานิลิน(aniline, Aldrich)
2. เมนซิลามีน(benzylamine, Aldrich)
3. คลอโรซัลฟอยล์บีโนบีโซิก(p-chlorosulfonylbenzoic acid, Aldrich)
4. ไดเมทิลอะซิโนไพริดีน(4,4-dimethylaminopyridine, DMAP, Aldrich)
5. ไพริดีน(pyridine, Aldrich)
6. อัซซีโคน(acetone, Merck)
7. เอทิลอะซีตेट(ethyl acetate, Merck)
8. เฮกเซน(hexanes, Merck)
9. เมทานอล(methanol, Merck)
10. เมทิลอะมีน(methylamine, Aldrich)
11. ไทโอนิคลาดิโอล่าร์ค(thionyl chloride, Laboratory grade)
12. ไดไซคลอสก็อกซิลาร์ค ไบ ไดโอดิไมด์(dicyclohexylcarbodiimide, DCC, Fluka)
13. โซเดียมซัลฟดีแอกโซน ไฮดรัส(anhydrous sodium sulfate, Merck)
14. โซเดียมคลอไรด์(sodium chloride, Merck)
15. กรดไฮdrochloric acid, Merck)

- การสังเคราะห์อนิลีโนซัลฟอนิลเบนโซิกแอซิด (32) ในไพริดีน (the synthesis of anilino-sulfonylbenzoic acid in pyridine)



ไปท่ออะนิลิน(2.2 มิลลิลิตร, 25 มิลลิโนโล) ใส่ลงใน two-necked round bottom flask ขนาด 100 มิลลิลิตรที่มีไพริดิน 10 มิลลิลิตร และต่อเข้ากับหัวส่งในไตรเจน เดิม ไครเมทิกอะมิโนในไทรีดีนประมวล 10 มิลลิกรัมลงไป จากนั้นค่อยๆเติมคลอไรซัลไฟฟินิลเบนโซไซอิก เอชิด (1.1 กรัม, 5 มิลลิโนโล) ลงที่หลังเล็กน้อยจนหมด และทิ้งให้ทับปฏิกิริยาหายได้นานราวกับในไตรเจนนาน 30 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดแล้วนำสารละลายผสมมาเติมสารละลายกรดไฮโดรคลอโรบิค 10 % และสักด้วยเอกสาร เช่นจำนวน 50 มิลลิลิตร 3 ครั้ง นำขึ้นแยกเช่นนารวนกันและล้างด้วยสารละลายอ่อนตัวโซเดียมคลอไรด์ 50 มิลลิลิตร จากนั้นนำขึ้นแยกเช่นมาเติมโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส 2 กรัม กรองและระเหย แยกเช่นออกด้วยเครื่องระเหยภายในได้สูญญากาศ จะได้สารละลายหนาแน่นของอะนิลินในชุดไฟฟินิลแทนโซไซอิกเอชิด(32) ที่เป็นของเหลวที่เหลืองน้ำตาล หนัก 0.23 กรัม (16.60 ปอร์เซ็นต์)

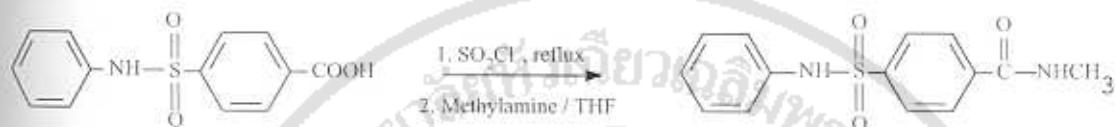
2. การสังเคราะห์นิโคโนชีลฟิโนเดบันโซอิกเอซิด (32) ในอะซีตัน (the synthesis of anilinosulfonylbenzoic acid in acetone)



ไปเปรื่องนิลิน(0.90 มิลลิลิตร, 10 มิลลิโนมล) ใส่ลง two-necked round bottom flask ขนาด 100 มิลลิลิตรที่มีอะซีตอินแอนไฮดรัส 10 มิลลิลิตร และต่อเข้ากับหัวส่งในไตรเจน ด้วย ไคเมทิกิโซธานิไนไทริดในปริมาณ 10 มิลลิกรัมลงไป จากนั้นก่อขุ่นเดินกลอโรชัลฟูโนลิเบนโซไซอิก เอเชติก (0.55 กรัม, 2.5 มิลลิโนมล) ลงที่ละเลกน้อยจนหมด และทิ้งให้ทำปฏิกิริยาภายใต้บรรบากาศในไตรเจนนาน 30 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดแล้วนำสารละลายผสมมาเดินสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 10 % จำนวน 50 มิลลิลิตรและสกัดด้วยเยกอบเซนจำนวน 50 มิลลิลิตร 3 ครั้ง นำชิ้นเยกอบเซนมารวมกันและถ่ายด้วยสารละลายอัมดี้ไซเดียมกลอโรค 50 มิลลิลิตร จากนั้นนำชิ้นเยกอบเซนมาเดินไซเดียมชัลฟิด

แ xen ไฮดรัส 2 กรัม กรองและระเหยออกเช่นออกค้าขึ้นเครื่องกลั่นภายในได้สูญญากาศ จะได้สารละลายน้ำขององะนิลในชัล ไฟนิลเบนโซิก็อก(32) ที่เป็นของเหลวสีเหลืองน้ำตาล หนัก 0.44 กรัม (63.47 เปอร์เซ็นต์)

3. การสังเคราะห์อนิลโนซัลฟอยนิโบเนนชาไมด์ (5) ผ่านออกไซด์ (the synthesis of anilinosulfonylbenzamide via acyl halide)



- ก. เดินอะนิลโนซัลฟอยนิโบเนนชาไมด์(28) 0.44 กรัมที่ได้จากข้อ 1 ลงใน round bottom flask ขนาด 100 มิลลิลิตรที่มีไฟโายนิลคลอร์ไรด์ที่กลั่นให้บริสุทธิ์แล้วจำนวน 20 มิลลิลิตร(0.28 มิลลิโกล) จากนั้นทำให้ร้อนจนถึงอุณหภูมิที่ทำให้เกิดรีฟลักก์และทิ้งไว้ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิร้อน นาน 5 ชั่วโมง ก่อนแยกเอาไฟโอนิลคลอร์ออก ผ่านสารละลายน้ำของอนิลคลอร์ได้ที่นำไปทำปฏิกิริยานั้นตอนต่อไปโดยไม่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์อีก
- ข. เดินเดคริาไฮโดรฟูเรน 10 มิลลิลิตร ลงในสารละลายน้ำของอนิลคลอร์ได้ที่ได้จากข้อ ก. ซึ่งถูกทำให้เย็นที่อุณหภูมิ 0-4 องศาเซลเซียส จากนั้นเติมเมทิลเอมินในสารละลายน้ำเดคริาไฮโดรฟูเรน จำนวน 10 มิลลิลิตร(10 มิลลิโกล)ลงไปอย่างช้าๆ ทิ้งไว้ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 0-4 องศาเซลเซียส นาน 5 ชั่วโมง ก่อนแยกเอาเดคริาไฮโดรฟูเรนออก สารที่เหลือในภาชนะน้ำละลายน้ำเดคริาไฮโดรฟูเรน 50 มิลลิลิตร สกัดด้วยสารละลายน้ำของอนิลคลอร์ 10 เปอร์เซ็นต์ จำนวน 50 มิลลิลิตร 3 ครั้ง ทั้งชั้นกรด ชั้นเอทิลอะซีเตทนำมารีด้วยสารละลายน้ำเดคริาไฮโดรฟูเรน 50 มิลลิลิตร นำชั้นเอทิลอะซีเตทมาเดินไฟเดินชัลไฟด์แอนไฮดรัส 2 กรัม กรองและระเหยเอทิลอะซีเตทออกค้าขึ้นเครื่องระเหยภายในได้สูญญากาศ จะได้สารละลายน้ำของอนิลโนซัลฟอยนิโบเนนชาไมด์ (1) ที่เป็นของเหลวสีน้ำตาลแดง หนัก 0.11 กรัม (15.16 เปอร์เซ็นต์)

4. การสังเคราะห์อนิลิโนซัคฟินิลเบนชาไมด์ (5) ผ่านตัวกลางแอนไฮดริด (the synthesis of anilinosulfonylbenzamide via anhydride intermediate)



เติมอะนิลิโนซัคไฟฟินิดีบีน โซอิกເອຊືດ(28) 0.25 กรัมลงใน round bottom flask ขนาด 100 มิลลิลิตรที่มีเมทิลອນินความเข้มข้น 1 M ในสารละลายเดคร้าໄໄໂຄຣຟ່ແຮນຈຳນວນ 10 มິລິລິດິຕົກ (10 ມິລິໂມລ)ອັງໝູ້ ຈາກນັ້ນເດີມໄຄໄຊໂຄລ່ອຊືດກົມໄໄໂຄອິໄນ໌ 1 ກຣັມ(ຮ ມິລິໂມລ)ລົງໃນ flask ທີ່ໄຫ້ກຳປົງກົມທີ່ອຸດາຫກົນທີ່ອຳນວຍ 24 ຊົ່ວໂມງ ຈາກນັ້ນເດີມສາຮະຄາຍເຈືອງຈາງຂອງກຽດຂະຫຼິດກ 5 % ລົງໃນ flask ກົນນານ 30 ນາທີ ກລັ້ນແຢກເອາເດຄຣ້າໄໄໂຄຣຟ່ແຮນອອກ ສາຮະຕາຍຫຍານທີ່ໄດ້ນໍາໄປໄລຍະໃນໄຄຄລອໂຣມິເທນ 50 ມິລິລິດິຕົກ ນະລະສັດດ້ວຍກຽດໄໄໂຄຣຄລອວິກ 1 N ຈຳນວນ 50 ມິລິລິດິຕົກ 1 ຄຣັງ ສາຮະຄາຍເຈືອງຈາງໄຫຼືດືມໃນຄາຮົບອ່ອນເດ 50 ມິລິລິດິຕົກ 1 ຄຣັງ ນ້ຳ 50 ມິລິລິດິຕົກ 1 ຄຣັງ ນ້ຳຂັ້ນໄຄຄລອໂຣມິເທນນາເດີມໄຊເຕີມຈັກພິດແດນໄສດວັສ 2 ກຣັມ ກຮອງແລກດັ່ງຮະເຫຍາເໄຄຄລອໂຣມິເທນອີກ ໂດຍໄດ້ສາຮະຄາຍຫຍານຂອງ 1 ທີ່ເປັນອອງເຫລວເສີເກືອງ ມັກ 0.2157 ກຣັມ (29.72 ເປົ້ອງເກື່ອງຕົກ)

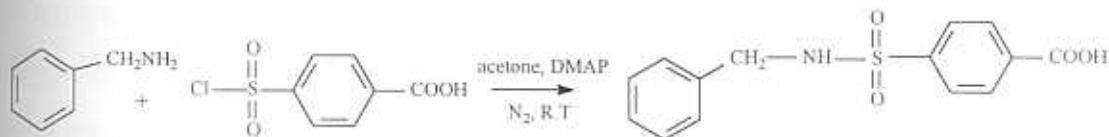
5. การสังเคราะห์เป็นชิ้นอ่อนในชุดไฟนิลเป็นโซ่อิกเจิด (33) ในไวนิล

(the synthesis of benzylaminosulfonylbenzoic acid in pyridine)



ไปเปปเทนซิลเอมีน(1.1 มิลลิลิตร, 10 มิลลิโนล) ใส่ลงใน two-necked round bottom flask ขนาด 100 มิลลิลิตรที่มีไฟรีดิน 10 มิลลิลิตร และต่อเข้ากับหัวส่งในไตรเรน เติม ไครเมทิกโซเดียมในไฟรีดินประมาณ 10 มิลลิกรัมลงไป จากนั้นค่อยๆเติมคลอโรซัลไฟฟันิลเบนโซไซกิ เอชีค (0.55 กรัม, 5 มิลลิโนล)ลงที่กระนิดจันหมุด และถังให้ทำงานรูปแบบเดียวกันได้บรรยายการในไตรเรนนาน 30 ชั่วโมง ทำการรีซึการดังที่ได้อธิบายไว้ในข้อ 1 จะได้ของเหลวหลายของ 33 ที่เป็นของเหลวสีเหลืองน้ำตาล หนัก 0.2539 กรัม (17.43 เปอร์เซ็นต์)

5. การสังเคราะห์เบนซอลามิโนบีโนซูลฟอนิกแอซิด (29) ในอะซีตอ� (the synthesis of benzylaminosulfonylbenzoic acid in acetone)



ไปปดเบนซิเดมิน(1.1 มิลลิลิตร, 10 มิลลิโวโนล) ใส่ลงใน two-necked round bottom flask ขนาด 100 มิลลิลิตรที่มีอะซีตอ� 10 มิลลิลิตร แล้วต่อเข้ากับท่อส่งไนโตรเจน เติมไนโตรเจนที่ต้องการในไฟรีดีน ประมาณ 10 มิลลิกรัมลงไป จากนั้นต่อขุเติมคลอริโซซัล โฟนิกแอซิด (0.55 กรัม, 2.5 มิลลิโวโนล) ลงที่กระนิดจนหมด และทิ้งให้ทั่งปั๊กครึ่งเวลา กดให้น้ำยาหายใจได้บรรยายกาศในไตรเรนนาน 30 ชั่วโมง ตามด้วยการคั่งที่ได้อธิบายไว้ในข้อ 2 จะได้ของเหลวขาวของ 29 ที่เป็นของเหลวสีเหลืองน้ำตาลแดง หนัก 0.44 กรัม (60.4% เปอร์เซ็นต์)

การทำให้สารให้บริสุทธิ์

สารละลายน้ำที่สังเคราะห์ได้ตามวิธีการ 1-5 ตั้งกล่องไว้ชั่วตื้น จะทำให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีการカラム chromatography โดยใช้ hexane : ethyl acetate 1 : 4 เป็น eluant ขากันน้ำมาราไซด์ eluant ออก ถอนน้ำไปตรวจด้วยวิธีการทางสเปกตรอสโคปี ต่อไป